

# ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.080.10 **Červen 2012**

## **Kvalita půdy - Stanovení vybraných organocínčitých sloučenin - Metoda plynové chromatografie**

**ČSN**  
**EN ISO 23161**  
83 6705

idt ISO 23161:2009

Soil quality - Determination of selected organotin compounds - Gas chromatographic method

Qualité du sol - Dosage d'une sélection de composés organostanniques - Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählter Organozinnverbindungen - Gaschromatographisches Verfahren

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 23161:2011. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 23161:2011. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN ISO 23161 (83 6705) z ledna 2012.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 23161:2011 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN ISO 23161 z ledna 2012 převzala EN ISO 23161:2011 schválením k přímému používání jako ČSN, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely - Specifikace a zkušební metody

ISO 11465 zavedena v ČSN ISO 11465 (83 6635) Kvalita půdy - Stanovení hmotnostního podílu sušiny a hmotnostní vlhkosti půdy - Gravimetrická metoda

ISO 16720 zavedena v ČSN EN ISO 16720 (83 6159) Kvalita půdy - Předúprava vzorků lyofilizací pro následnou analýzu

ISO 22892 zavedena v ČSN EN ISO 22892 (83 6701) Kvalita půdy – Pokyny pro identifikaci cílových sloučenin plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií

Vypracování normy

Zpracovatel: HYDROPROJEKT CZ a. s., IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová; Mgr. Alena Čapková, konzultantka

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Alena Mastná

## **EVROPSKÁ NORMA EN ISO 23161**

### **EUROPEAN STANDARD**

### **NORME EUROPÉENNE**

### **EUROPÄISCHE NORM** Srpen 2011

ICS 13.080.10

#### **Kvalita půdy - Stanovení vybraných organocínicích sloučenin - Metoda plynové chromatografie (ISO 23161:2009)**

Soil quality – Determination of selected organotin compounds –  
Gas chromatographic method  
(ISO 23161:2009)

Qualité du sol – Dosage d'une sélection de composés  
organostanniques – Méthode par chromatographie  
en phase gazeuse  
(ISO 23161:2009)

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählter  
Organozinnverbindungen – Gaschromatographisches Verfahren  
(ISO 23161:2009)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2011-07-14.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska a Švýcarska.

## **CEN**

**Evropský výbor pro normalizaci**  
**European Committee for Standardization**  
**Comité Européen de Normalisation**  
**Europäisches Komitee für Normung**

## Řídící centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2011 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky Ref. č.  
EN ISO 23161:2011 E  
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

### Předmluva

Text ISO 23161:2009 byl vypracován technickou komisí ISO/TC 190 *Kvalita půdy* Mezinárodní organizace pro normalizaci (ISO) a byl převzat jako EN ISO 23161:2011 technickou komisí CEN/TC 308 *Charakterizace kalů*, jejíž sekretariát zajišťuje ANFOR.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2012 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu anebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do února 2012.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci libovolného nebo všech takových patentových práv.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou povinny zavést tuto evropskou normu následující země: Belgie, Česká republika, Dánsko, Estonsko, Finsko, Francie, Irsko, Island, Itálie, Kypr, Litva, Lotyšsko, Lucembursko, Maďarsko, Malta, Německo, Nizozemsko, Norsko, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojené království, Španělsko, Švédsko a Švýcarsko.

### Oznámení o schválení

Text ISO 23161:2009 byl schválen CEN jako EN ISO 23161:2011 bez jakýchkoliv modifikací.

### Obsah

Strana

#### Úvod 6

#### **1** Předmět normy 7

#### **2** Citované dokumenty 8

#### **3** Termíny a definice 8

#### **4** Podstata zkoušky 8

#### **5** Chemikálie a činidla 10

#### **6** Přístroje 12

#### **7** Postup zkoušky 13

#### **8** Kalibrace 16

#### **9** Výtěžnosti vnitřních standardů 16

#### **10** Výpočet 17

11 Uvádění výsledků 18

12 Preciznost 18

13 Protokol o zkoušce 18

**Příloha A** (informativní) Informace o postupu 19

**Příloha B** (informativní) Další postupy čištění 21

**Příloha C** (informativní) Informace o typických instrumentálních podmínkách 23

**Příloha D** (informativní) Informace o identifikaci GC/MS 33

**Příloha E** (informativní) Údaje o validaci 34

Bibliografie 37

Úvod

Je bezpodmínečně nutné, aby zkoušky podle této normy prováděli náležitě kvalifikovaní pracovníci.

Je třeba věnovat pozornost tomu, zda a v jaké míře budou jednotlivé problémy vyžadovat specifikaci dodatečných okrajových podmínek.

**UPOZORNĚNÍ Pracovníci používající tuto normu mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Tato norma neuvádí všechny bezpečnostní problémy, které se mohou vyskytnout při jejím používání. Je odpovědností uživatele stanovit náležitá bezpečnostní i zdravotnická opatření a zajistit shodu se všemi podmínkami národních předpisů.**

1 Předmět normy

Tato mezinárodní norma určuje metodu identifikace a stanovení organocínitých sloučenin (OTCs) uvedených v tabulce 1 v půdách plynovou chromatografií. Metodu je možné použít také pro vzorky sedimentů, kalů a odpadů (materiálů podobných půdě). Pracovní rozsah závisí na použité detekční technice a na množství vzorku, který se bere k analýze. Mez stanovitelnosti pro jednotlivé sloučeniny je asi 10 mg/kg.

**Tabulka 0A1 - Organocínité sloučeniny, které mohou být stanoveny podle této normy**

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Název	Akronym
<b>Organocínité kationty<sup>a</sup></b>				
$\text{BuSn}^{3+}$	Butyl	1	Monobutylcín, kationt	MBT
$\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$	Butyl	2	Dibutylcín, kationt	DBT
$\text{Bu}_3\text{Sn}^+$	Butyl	3	Tributylcín, kationt	TBT
$\text{OcSn}^{3+}$	Oktyl	1	Monooktylcín, kationt	MOT
$\text{Oc}_2\text{Sn}^{2+}$	Oktyl	2	Dioktylcín, kationt	DOT
$\text{Ph}_3\text{Sn}^+$	Fenyl	3	Trifenylcín, kationt	TPhT
$\text{Cy}_3\text{Sn}^+$	Cyklohexyl	3	Tricyklohexylcín, kationt	TCyT
<b>Peralkylovaný organocín</b>				
$\text{Bu}_4\text{Sn}$	Butyl	4	Tetrabutylcín	TTBT

<sup>a</sup> Organocínité sloučeniny se stanoví po derivatizaci.

POZNÁMKA Pokud se tato metoda používá ke stanovení jiných organocínčitých sloučenin než těch, které jsou uvedené v předmětu normy, ověřuje se vhodnost příslušnými validačními experimenty v laboratoři, například pro sloučeniny methylcínů. Viz tabulku 2. Kationty methylcínů neunikají z vodných roztoků při odpařování rozpouštědel, ale sloučeniny peralkylovaného methylcínu jsou těkavé a dochází k jejich ztrátám (viz C.3). Proto jsou stanovena další bezpečnostní opatření.

#### Tabulka 0A2 - Sloučeniny methylcínů

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	<i>n</i>	Název	Akronym
$\text{MeSn}^{3+}$	Methyl	1	Monomethylcín, kationt	MMT
$\text{Me}_2\text{Sn}^{2+}$	Methyl	2	Dimethylcín, kationt	DMT
$\text{Me}_3\text{Sn}^+$	Methyl	3	Trimethylcín, kationt	TMT

Organocínčité kationty mohou být podle této normy stanoveny pouze po derivatizaci. Aniontové části vázané na organocínčité kationty jsou značně závislé na chemickém prostředí a touto metodou se nestanoví. Peralkylované organocínčité sloučeniny se chovají zcela jinak než jejich výchozí látky. Tetraalkylované organocínčité sloučeniny, které již jsou peralkylované, například tetrabutylcín, je možno stanovit přímo, bez derivatizace.

Vlastnosti pevných látek analyzovaných podle této normy, například zrnitost, obsah vody a obsah organických látek kolísají v širokých mezích. Předběžná úprava vzorků je navržena s ohledem na vlastnosti organocínčitých sloučenin a na analyzovanou matici.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.