

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.080.10; 13.030.01 **Únor 2013**

Kaly, upravený bioodpad a půdy - Stanovení polychlorovaných bifenyků (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) a plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD)

ČSN
EN 16167
83 8153

Sludge, treated biowaste and soil – Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)

Boues, bio-déchets traités et sols – Détermination des biphényles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE)

Schlamm, behandelte Bioabfall und Boden – Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16167:2012. 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 16167:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

Informace o citovaných dokumentech

EN 15934 nezavedena¹⁾

EN 16179 zavedena v ČSN EN 16179 (83 8115) Kaly, upravený bioodpad a půdy – Návod pro úpravu vzorků

EN ISO 5667-15 zavedena v ČSN EN ISO 5667-15 (75 7051) Jakost vod – Odběr vzorků – Část 15: Pokyny pro konzervaci a manipulaci se vzorky kalu a sedimentu

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

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

ISO 8466-1 zavedena v ČSN ISO 8466-1 (75 7031) Jakost vod – Kalibrace a hodnocení analytických metod a určení jejich charakteristik – Část 1: Statistické hodnocení lineární kalibrační funkce

ISO 18512 nezavedena

Souvisící ČSN

ČSN EN 12766-1 (65 6205) Ropné výrobky a upotřebené oleje – Stanovení PCB a příbuzných výrobků – Část 1: Separace a stanovení vybraných PCB kongenerů plynovou chromatografií (GC) použitím detektoru elektronového záchytu (ECD)

ČSN EN 15308 (83 8028) Charakterizace odpadů – Stanovení vybraných polychlorovaných bifenyly (PCB) v pevných odpadech kapilární plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu nebo detekcí hmotnostní spektrometrie

ČSN EN 61619 (34 6705) Izolační kapaliny – Kontaminace polychlorovanými bifenyly (PCB) – Stanovení metodou kapilární plynové chromatografie

ČSN EN ISO 6468 (75 7580) Jakost vod – Stanovení některých organochlorových insekticidů, polychlorovaných bifenyly a chlorbenzenů – Metoda plynové chromatografie po extrakci kapalina-kapalina

ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

Vypracování normy

Zpracovatel: Sweco Hydroprojekt a. s., Praha, IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová, ve spolupráci s Výzkumným ústavem vodohospodářským T. G. Masaryka, v.v.i., Ing. Marcela Jokešová, a ve spolupráci s Vysokou školou chemicko-technologickou v Praze, Ing. Dana Pokorná, CSc.

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Jan Šuser

EVROPSKÁ NORMA EN 16167
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Srpen 2012

ICS 13.080.10; 13.030.01

Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení polychlorovaných bifenyly (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) a plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD)

Sludge, treated biowaste and soil – Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)

Boues, bio-déchets traités et sols – Détermination des biphenyles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE)

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden – Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-05-24.

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, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, 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, Švýcarska a Turecka.

CEN

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

Řídicí centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.
EN 16167:2012 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované dokumenty 7

3 Termíny a definice 8

4 Podstata zkoušky 8

5 Rušivé vlivy 8

5.1 Rušivé vlivy při odběru vzorků a extrakci 8

5.2 Interference při GC 8

6 Poznámky k bezpečnosti práce 9

7 Chemikálie 9

7.1 Obecně 9

7.2	Činidla pro extrakci	9
7.3	Činidla pro čištění	10
7.4	Analýza plynovou chromatografií	12
7.5	Standardy	12
7.6	Příprava roztoků standardů	13
8	Přístroje a pomůcky	14
8.1	Postupy extrakce a čištění	14
8.2	Plynový chromatograf	15
9	Uchovávání a konzervace vzorků	15
9.1	Uchovávání vzorků	15
9.2	Úprava vzorků	15
10	Postup zkoušky	16
10.1	Slepé stanovení	16
10.2	Extrakce	16
10.3	Zkoncentrování	17
10.4	Čištění extraktu	18
10.5	Přídavek nástřikového standardu	20
10.6	Analýza plynovou chromatografií (GC)	20
10.7	Hmotnostní spektrometrie (MS)	21
10.8	Detekce detektorem elektronového záchytu (ECD)	24
11	Kritéria funkčnosti	26
12	Preciznost	26
13	Protokol o zkoušce	26
Příloha A	(informativní) Statistické údaje	27
A.1	Materiály použité při mezilaboratorní porovnávací studii	27
A.2	Výsledky mezilaboratorního porovnání	28
Příloha B	(informativní) Příklady retenčních časů PCB	29
	Bibliografie	30

Předmluva

Tento dokument (EN 16167:2012) vypracovala technická komise CEN/TC 400 *Projektová komise – Horizontální normy v oblasti kalů, bioodpadu a půd*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2013 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do února 2013.

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

Tento dokument byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu.

CEN připravil tento dokument na základě mandátu Evropské komise (Mandát M/330), který přidělil vývoj norem pro vzorkování, analytických metod pro stanovení hygienických a biologických parametrů i organických a anorganických látek, s cílem vypracovat normy, které jsou vhodné pro kaly, upravený bioodpad a půdy, pokud je to technicky možné (proveditelné).

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, 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, Švýcarska a Turecka.

Úvod

Polychlorované bifenyly (PCB) byly často používány jako aditiva v průmyslových aplikacích tam, kde byla požadována chemická stabilita. Na druhé straně tato stabilita způsobuje environmentální problémy, pokud PCB nakonec proniknou do životního prostředí. Protože některé z těchto látek jsou vysoce toxické, jejich přítomnost v životním prostředí (vzduch, voda, půda, sedimenty a odpady) je pravidelně monitorována a kontrolována. V současnosti se stanovení PCB ve zmíněných matricích ve většině běžných laboratoří provádí měřením obsahu jednotlivých PCB metodou plynové chromatografie ve spojení s hmotnostně-spektrometrickým detektorem (GC-MS) nebo s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD), které následuje po odběru vzorků, jejich úpravě, extrakci a čištění.

Tento dokument byl vyvinut v evropském projektu 'HORIZONTAL'. Je výsledkem studie „3-12 PCB“ a jeho cílem je zhodnotit poslední vývoj v hodnocení PCB v kalech, půdách, upraveném bioodpadu a podobných matricích. Tato norma bere v úvahu různé matrice a možné interferující látky a nepopisuje pouze jediný možný způsob práce. Je možné si vybrat několik postupů, zejména pokud jde o čištění. Je možná detekce s použitím MS nebo ECD. Jsou popsány dva různé postupy extrakce a 11 postupů čištění. Aby bylo možné provádět vnitřní kontrolu vybraného způsobu extrakce a čištění, popisuje norma použití vnitřního a nástřikového standardu. Metoda je pokud možno ve shodě s metodou popsanou pro PAH (viz CEN/TS 16181). Byla zkoušena její robustnost.

Tato norma je použitelná a validovaná pro několik typů matric, které jsou uvedeny v tabulce 1 (viz také přílohu A s výsledky validace):

Tabulka 1 - Matrice, pro které je tato evropská norma použitelná a validovaná

Matrice	Materiály použité pro validaci
Kaly	Čistírenský kal
Biodpad	Kompost

UPOZORNĚNÍ Pracovníci používající tuto normu mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Není účelem této normy uvádět všechny bezpečnostní problémy, které souvisí s jejím používáním. Je odpovědností uživatele stanovit náležitá bezpečnostní i zdravotní opatření a zajistit shodu se všemi podmínkami národních předpisů.

DŮLEŽITÉ Je naprosto nezbytné, aby zkoušky podle této normy prováděli náležitě kvalifikovaní pracovníci.

1 Předmět normy

Tato norma specifikuje metodu kvantitativního stanovení sedmi vybraných polychlorovaných bifenyků (PCB28, PCB52, PCB101, PCB118, PCB138, PCB153 a PCB180) v kalech, upraveném biodpadu a půdách s použitím GC-MS a GC-ECD (viz tabulka 2).

Tabulka 2 - Sledované analyty

Sledovaný analyt		CAS-RN ^a
PCB28	2,4,4'-trichlorbifenył	7012-37-5
PCB52	2,2',5,5'-tetrachlorbifenył	35693-99-3
PCB101	2,2',4,5,5'-pentachlorbifenył	37680-37-2
PCB118	2,3',4,4',5-pentachlorbifenył	31508-00-6
PCB138	2,2',3,4,4',5'-hexachlorbifenył	35056-28-2
PCB153	2,2',4,4',5,5'-hexachlorbifenył	35065-27-1
PCB180	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorbifenył	35065-29-3

^a Chemical Abstracts Service Registry Number (Registrační číslo služby Chemických Abstrakt)

Mez detekce závisí na jednotlivých analytech, na použitém vybavení, na kvalitě chemikálií použitých při extrakci vzorku a na čištění extraktu.

Za podmínek uvedených v této normě je možné dosáhnout meze stanovitelnosti 1 mg/kg (v sušině).

Kaly a upravený biodpad se mohou lišit jak svými vlastnostmi, tak očekávanými úrovněmi kontaminace PCB a přítomností interferujících látek. Vzhledem k těmto rozdílům není možné popsat jeden obecný postup. Tato norma obsahuje rozhodovací tabulky uvádějící vlastnosti vzorku a způsob extrakce a čištění, který může být použit.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.