

STN	Kvalita vody Stanovenie prchavých organických zlúčenín vo vode Metóda plynovej chromatografie s hmotnostnou spektrometriou (GC-MS) po headspace mikroextrakcií tuhou fázou (HS-SPME) (ISO 17943: 2016)	STN EN ISO 17943 75 7532
------------	---	--

Water quality. Determination of volatile organic compounds in water. Method using headspace solid-phase micro-extraction (HS-SPME) followed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

Qualité de l'eau. Détermination de composés organiques volatils dans l'eau. Méthode utilisant une micro-extraction en phase solide (MEPS) de l'espace de tête suivie d'une chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-SM)

Wasserbeschaffenheit. Bestimmung flüchtiger organischer Verbindungen in Wasser. Verfahren mittels Headspace-Festphasenmikroextraktion (HS-SPME) gefolgt von der Gaschromatographie und Massenspektrometrie (GC-MS)

Táto norma je slovenskou verziou európskej normy EN ISO 17943: 2016.

Preklad zabezpečil Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky.

Táto norma má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

This standard is the Slovak version of the European Standard EN ISO 17943: 2016.

It was translated by Slovak Office of Standards, Metrology and Testing.

It has the same status as the official versions.

Nahradenie predchádzajúcich noriem

Táto norma nahrádza anglickú verziu STN EN ISO 17943 z októbra 2016 v celom rozsahu.

125275

Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky, 2017

Podľa zákona č. 264/1999 Z. z. o technických požiadavkách na výrobky a o posudzovaní zhody a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení neskorších predpisov sa slovenská technická norma a časti slovenskej technickej normy môžu rozmnožovať alebo rozširovať len so súhlasom slovenského národného normalizačného orgánu.

Národný predhovor

Obrázky v tejto norme sú prevzaté z elektronických podkladov dodaných z ISO, © 2016 ISO, ref. č. ISO 17943: 2016 E.

Normatívne referenčné dokumenty

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije najnovšie vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

POZNÁMKA 1. – Ak bola medzinárodná publikácia zmenená spoločnými modifikáciami, čo je indikované označením (mod), použije sa príslušná EN/HD.

POZNÁMKA 2. – Aktuálne informácie o platných a zrušených STN možno získať na webovej stránke www.unms.sk.

EN ISO 3696 zavedená v STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy (ISO 3696) (68 4051)

EN ISO 5667-1 zavedená v STN EN ISO 5667-1 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 1: Pokyny na návrhy programov odberu vzoriek a techniky odberu vzoriek (ISO 5667-1) (75 7051)

EN ISO 5667-3 zavedená v STN EN ISO 5667-3 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 3: Konzervácia vzoriek vody a manipulácia s nimi (ISO 5667-3) (75 7051)

ISO 5667-5 zavedená v STN ISO 5667-5 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 5: Pokyny na odber vzoriek pitnej vody z úpravní vôd a z distribučnej siete (75 7051)

ISO 8466-1 zavedená v STN ISO 8466-1 Kvalita vody. Kalibrácia a hodnotenie analytických metód a určenie ich charakteristík. 1. časť: Štatistické hodnotenie lineárnej kalibračnej funkcie (75 7031)

Vypracovanie normy

Spracovateľ: Výskumný ústav vodného hospodárstva Bratislava, Mgr. Daša Borovská

Technická komisia: TK 27 Kvalita a ochrana vody

ICS 13.060.50

**Kvalita vody
Stanovenie prchavých organických zlúčenín vo vode
Metóda plynovej chromatografie s hmotnostnou spektrometriou (GC-MS)
po headspace mikroextrakcií tuhú fázou (HS-SPME)
(ISO 17943: 2016)**

Water quality
Determination of volatile organic compounds in water
Method using headspace solid-phase micro-extraction (HS-SPME)
followed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)
(ISO 17943: 2016)

Qualité de l'eau
Détermination de composés organiques
volatils dans l'eau
Méthode utilisant une micro-extraction
en phase solide (MEPS) de l'espace de tête
suivie d'une chromatographie en phase
gazeuse-spectrométrie de masse (GC-SM)
(ISO 17943: 2016)

Wasserbeschaffenheit
Bestimmung flüchtiger organischer Verbindungen
in Wasser
Verfahren mittels Headspace-
Festphasenmikroextraktion (HS-SPME) gefolgt
von der Gaschromatographie und
Massenspektrometrie (GC-MS) (ISO 17943: 2016)

Túto európsku normu schválil CEN 13. februára 2016.

Členovia CEN sú povinní plniť vnútorné predpisy CEN/CENELEC, v ktorých sú určené podmienky, za ktorých sa tejto európskej norme bez akýchkoľvek zmien priznáva postavenie národnej normy. Aktualizované zoznamy a bibliografické odkazy týkajúce sa takýchto národných noriem možno na požiadanie dostať od Riadiaceho strediska CEN-CENELEC alebo od každého člena CEN.

Táto európska norma existuje v troch oficiálnych verziách (anglickej, francúzskej, nemeckej). Verzia v akomkoľvek inom jazyku, ktorú na vlastnú zodpovednosť vydal člen CEN v preklade do národného jazyka a ktorá bola oznámená Riadiacemu stredisku CEN-CENELEC, má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

Členmi CEN sú národné normalizačné organizácie Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cypru, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Maltu, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunska, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Španielska, Švajčiarska, Švédska, Talianska a Turecka.

CEN

Európsky výbor pre normalizáciu
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Riadiace stredisko CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

Obsah

strana

Európsky predhovor	5
Úvod	5
1 Predmet normy	6
2 Normatívne odkazy	8
3 Podstata skúšky	8
4 Rušivé vplyvy	8
4.1 Rušivé vplyvy pri odbere vzoriek	8
4.2 Rušivé vplyvy pri extrakcii	8
4.3 Rušivé vplyvy pri plynovej chromatografii a hmotnostnej spektrometrii	9
5 Chemikálie	9
6 Prístroje a zariadenia	11
7 Odber a predúprava vzoriek	12
8 Postup skúšky	13
8.1 Príprava vzorky a extrakcia	13
8.2 Plynová chromatografia	13
8.3 Identifikácia jednotlivých zlúčenín hmotnostnou spektrometriou (GC-MS)	14
8.4 Merania slepého stanovenia	16
9 Kalibrácia	16
9.1 Všeobecne	16
9.2 Kalibrácia úplného postupu s vnútorným štandardom	16
10 Výpočet výsledkov	17
11 Vyjadrovanie výsledkov	18
12 Protokol o skúške	18
Príloha A (informatívna) – Príklady vhodných SPME vlákien	19
Príloha B (informatívna) – Príklady GC kolón	20
Príloha C (informatívna) – Príklady vnútorných štandardov	21
Príloha D (informatívna) – Vhodné podmienky plynovej chromatografie a príklady chromatogramov látok z tabuľky 1	24
Príloha E (informatívna) – Všeobecné informácie o SPME	38
Príloha F (informatívna) – Štatistické údaje	39
Literatúra	47

Európsky predhovor

Tento dokument (EN ISO 17943: 2016) pripravila technická komisia ISO/TC 147 Kvalita vody v spolupráci s technickou komisiou CEN/TC 230 Analýza vody, ktorej sekretariát je v DIN.

Tejto európskej norme sa musí priznať postavenie národnej normy buď vydaním identického textu, alebo oznámením najneskoršie do októbra 2016, a národné normy, ktoré sú s ňou v rozpore, musia sa zrušiť najneskoršie do októbra 2016.

Upozorňuje sa na možnosť, že niektoré časti tohto dokumentu môžu byť predmetom patentových práv. CEN [a/alebo CENELEC] nezodpovedajú za identifikáciu ktoréhokoľvek alebo všetkých takýchto patentových práv.

V súlade s vnútornými predpismi CEN/CENELEC sú túto európsku normu povinné prevziať národné normalizačné organizácie týchto krajín: Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cyprus, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Malty, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunsko, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Španielska, Švajčiarska, Švédska, Talianska a Turecka.

Oznámenie o schválení

Text ISO 17943: 2016 schválil CEN ako EN ISO 17943: 2016 bez akýchkoľvek modifikácií.

Úvod

Prchavé organické zlúčeniny (VOC, Volatile Organic Compounds) sa často vyskytujú pri výrobe farieb, lepidiel, ropných výrobkov, liečiv a chladív. Niektoré VOC sa používajú ako prísady do benzínu, rozpúšťadlá, hydraulické kvapaliny a ako činidlá pri chemickom čistení. Táto skupina zlúčenín patrí medzi antropogénne chemické látky. Kontaminácia vodných zdrojov prchavými organickými zlúčeninami je významná z hľadiska ľudského zdravia, pretože mnohé VOC sú toxické a sú to známe alebo predpokladané ľudské karcinogény.

Na stanovenie VOC je k dispozícii niekoľko publikovaných postupov (pozri [4], [5], [6], [7], [9], [12], [13] a [14]).

UPOZORNENIE. – Osoby používajúce túto medzinárodnú normu majú ovládať bežnú laboratórnu prax. Táto medzinárodná norma nerieši všetky bezpečnostné problémy súvisiace s jej používaním, ak sa také vyskytnú. Používateľ je zodpovedný za zavedenie primeraných postupov na zaisťovanie bezpečnosti a ochrany zdravia pri práci a za zabezpečenie splnenia všetkých požiadaviek národných právnych predpisov.

DÔLEŽITÉ. – Je absolútne nevyhnutné, aby skúšky podľa tejto medzinárodnej normy vykonávali primerane vyškolení pracovníci.

1 Predmet normy

Táto norma špecifikuje metódu stanovenia prchavých organických zlúčenín (pozri tabuľku 1). Zahŕňa napríklad stanovenie halogénovaných uhľovodíkov, trihalogenmetánov, zložiek benzínu (napríklad BTEX, MTBE, ETBE), naftalénu, 2-etyl-4-metyl-1,3-dioxolánu a silne páchnucích látok, ako je geosmín a 2-metylizoborneol, v pitnej, podzemnej a povrchovej vode a vo vyčistenej odpadovej vode metódou headspace mikroextrakcie tuhou fázou (HS-SPME) a plynovej chromatografie s hmotnostne spektrometrickou detekciou (GC-MS). Medza stanoviteľnosti závisí od matrice, od špecifickej zlúčeniny, ktorá sa má analyzovať a od citlivosti hmotnostného spektrometra. Pri väčšine látok, na ktoré sa táto medzinárodná norma vzťahuje, je to najmenej 0,01 µg/l. V medzilaboratórnej porovnávacej skúške sa získali validačné údaje pre koncentračný rozsah od 0,02 µg/l do 2,6 µg/l. Doplnujúce validačné údaje odvodené pri spracovaní normy ukazujú, že pre jednotlivé zlúčeniny je táto metóda použiteľná v koncentračnom rozsahu od 0,01 µg/l do 100 µg/l. Všetky stanovenia sa vykonávajú s malým množstvom vzorky (napríklad objemy vzorky 10 ml).

Táto metóda sa môže používať aj na iné zlúčeniny, ktoré nie sú explicitne uvedené v tejto medzinárodnej norme, alebo pri iných typoch vôd. V takých prípadoch je však nevyhnutné metódu validovať.

Tabuľka 1 – Prchavé organické zlúčeniny stanoviteľné touto metódou

Názov	Chemický vzorec	Číslo CAS ^d	Molárna hmotnosť g/mol	Hustota kg/l
<i>tert</i> -amyl-metyl éter (TAME)	C ₆ H ₁₄ O	994-05-8	102,17	0,76
benzén	C ₆ H ₆	71-43-2	78,12	0,88
brómbenzén	C ₆ H ₅ Br	108-86-1	157,01	1,50
brómchlórmetán	CH ₂ BrCl	74-97-5	129,38	1,99
brómdichlórmetán	CHBrCl ₂	75-27-4	163,83	1,98
<i>n</i> -butylbenzén	C ₁₀ H ₁₄	104-51-8	134,22	0,86
<i>sec</i> -butylbenzén	C ₁₀ H ₁₄	135-98-8	134,22	0,86
<i>tert</i> -butylbenzén	C ₁₀ H ₁₄	98-06-6	134,22	0,87
chlórbenzén	C ₆ H ₅ Cl	108-90-7	112,56	1,11
2-chlórtoluén	C ₇ H ₇ Cl	95-49-8	126,59	1,08
4-chlórtoluén	C ₇ H ₇ Cl	106-43-4	126,59	1,07
dibromchlórmetán	CHBr ₂ Cl	124-48-1	208,34	2,45
1,2-dibrom-3-chlórpropán (DBCP)	C ₃ H ₅ Br ₂ Cl	96-12-8	236,33	2,03
1,2-dibrommetán	C ₂ H ₄ Br ₂	106-93-4	187,86	2,18
dibrommetán	CH ₂ Br ₂	74-95-3	173,83	2,48
1,2-dichlórbenzén	C ₆ H ₄ Cl ₂	95-50-1	147,00	1,30
1,3-dichlórbenzén	C ₆ H ₄ Cl ₂	541-73-1	147,00	1,29
1,4-dichlórbenzén	C ₆ H ₄ Cl ₂	106-46-7	147,00	1,25
1,1-dichlóretán	C ₂ H ₄ Cl ₂	75-34-3	98,96	1,20
1,2-dichlóretán	C ₂ H ₄ Cl ₂	107-06-2	98,96	1,25
1,1-dichlóretén	C ₂ H ₂ Cl ₂	75-35-4	96,95	1,21
<i>cis</i> -1,2-dichlóretén	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-59-2	96,94	1,28
<i>trans</i> -1,2-dichlóretén	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-60-5	96,94	1,26
dichlórmetán	CH ₂ Cl ₂	75-09-2	84,93	1,33
1,2-dichlórpropán	C ₃ H ₆ Cl ₂	78-87-5	112,99	1,16
1,3-dichlórpropán	C ₃ H ₆ Cl ₂	142-28-9	112,99	1,19
2,2-dichlórpropán ^c	C ₃ H ₆ Cl ₂	594-20-7	112,99	1,08
1,1-dichlórpropén	C ₃ H ₄ Cl ₂	563-58-6	110,97	1,19

(pokračovanie)

Tabuľka 1 (dokončenie)

Názov	Chemický vzorec	Číslo CAS ^d	Molárna hmotnosť g/mol	Hustota kg/l
<i>cis</i> -1,3-dichlóropén ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-01-5	110,97	1,23
<i>trans</i> -1,3-dichlóropén ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-02-6	110,97	1,21
etylbenzén	C ₈ H ₁₀	100-41-4	106,17	0,86
etyl <i>terc</i> -butyl éter (ETBE)	C ₆ H ₁₄ O	637-92-3	102,17	0,73
2-etyl-4-metyl-1,3-dioxolán	C ₆ H ₁₂ O ₂	4359-46-0	116,16	0,90
2-etyl-5,5-dimetyl-1,3-dioxán	C ₈ H ₁₆ O ₂	768-58-1	144,21	0,88
geosmín	C ₁₂ H ₂₂ O	16423-19-1	182,30	0,99
hexachlórbutadién	C ₄ Cl ₆	87-68-3	260,76	1,67
izopropylbenzén (kumén)	C ₉ H ₁₂	98-82-8	120,19	0,86
4-izopropyltoluén (<i>p</i> -cymén)	C ₁₀ H ₁₄	99-87-6	134,21	0,86
2-metylizoborneol	C ₁₁ H ₂₀ O	2371-42-8	168,28	0,97
metyl <i>terc</i> -butyl éter (MTBE)	C ₅ H ₁₂ O	1634-04-4	88,15	0,74
naftalén	C ₁₀ H ₈	91-20-3	128,17	1,14
<i>n</i> -propylbenzén	C ₉ H ₁₂	103-65-1	120,19	0,86
styrén	C ₈ H ₈	100-42-5	104,15	0,91
1,1,1,2-tetrachlóretán	C ₂ H ₂ Cl ₄	630-20-6	167,85	1,55
1,1,2,2-tetrachlóretán	C ₂ H ₂ Cl ₄	79-34-5	167,85	1,59
tetrachlóretén	C ₂ Cl ₄	127-18-4	165,83	1,62
tetrachlórmétán	CCl ₄	56-23-5	153,82	1,59
toluén	C ₇ H ₈	108-88-3	92,14	0,87
tribrómmetán (bromoform)	CHBr ₃	75-25-2	252,75	2,89
1,2,3-trichlórbenzén	C ₆ H ₃ Cl ₃	87-61-6	181,45	1,68
1,2,4-trichlórbenzén	C ₆ H ₃ Cl ₃	120-82-1	181,45	1,45
1,3,5-trichlórbenzén	C ₆ H ₃ Cl ₃	108-70-3	181,45	1,87
1,1,1-trichlóretán	C ₂ H ₃ Cl ₃	71-55-6	133,40	1,34
1,1,2-trichlóretán	C ₂ H ₃ Cl ₃	79-00-5	133,40	1,44
trichlóretén	C ₂ HCl ₃	79-01-6	131,39	1,46
trichlórmétán (chloroform)	CHCl ₃	67-66-3	119,38	1,47
1,2,3-trichlóropán	C ₃ H ₅ Cl ₃	96-18-4	147,43	1,38
1,2,4-trimetylbenzén (pseudokumén)	C ₉ H ₁₂	95-63-6	120,19	0,88
1,3,5-trimetylbenzén (mezitylén)	C ₉ H ₁₂	108-67-8	120,19	0,86
vinylchlorid	C ₂ H ₃ Cl	75-01-4	62,5	1,88 ^b
<i>m</i> -xylén ^a	C ₈ H ₁₀	108-38-3	106,17	0,86
<i>o</i> -xylén ^a	C ₈ H ₁₀	95-47-6	106,17	0,88
<i>p</i> -xylén ^a	C ₈ H ₁₀	106-42-3	106,17	0,86

^a Signály látok na chromatogramoch sa môžu prekryvať, pretože látky môžu eluovať spoločne.

^b Hustota kvapaliny pri bode varu (-13,4 °C).

^c Validačné údaje a ďalšie informácie sú uvedené v tabuľkách F.1 a F.2.

^d CAS: Služba chemických abstraktov.

2 Normatívne odkazy

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije najnovšie vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

ISO 3696 *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*. [Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.]

ISO 5667-1 *Water quality – Sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*. [Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 1: Pokyny na návrhy programov odberu vzoriek a techniky odberu vzoriek.]

ISO 5667-3 *Water quality – Sampling – Part 3: Preservation and handling of water samples*. [Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 3: Konzervácia vzoriek vody a manipulácia s nimi.]

ISO 5667-5 *Water quality – Sampling – Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems*. [Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 5: Pokyny na odber vzoriek pitnej vody z úpravní vôd a z distribučnej siete.]

ISO 8466-1 *Water quality – Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics – Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*. [Kvalita vody. Kalibrácia a hodnotenie analytických metód a určenie ich charakteristík. 1. časť: Štatistické hodnotenie lineárnej kalibračnej funkcie.]

koniec náhľadu – text ďalej pokračuje v platenej verzii STN