

# ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.040.40 **Červen 2014**

## **Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 4: Vzorkování a analýza dioxinům podobných PCB**

**ČSN**  
**EN 1948-4+A1**  
83 4745

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs -

Part 4: Sampling and analysis of dioxin-like PCBs

Émissions de sources fixes - Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine -

Partie 4: Prélèvement et analyse des PCB de type dioxine

Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB -

Teil 4: Probenahme und Analyse dioxin-ähnlicher PCB

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 1948-4:2010+A1:2013. 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 1948-4:2010+A1:2013. 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 1948-4 (83 4745) z dubna 2011.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Tato norma obsahuje zapracovanou změnu A1 z října 2013. Změny či doplněné a upravené články jsou v textu vyznačeny značkami ! ". Vypuštěný text je zobrazen takto „!vypuštěný text!“, opravený nebo nový text je zobrazen vloženým textem mezi obě značky.

Informace o citovaných normativních dokumentech

EN 1948-1:2006 zavedena v ČSN EN 1948-1:2006 (83 4745) Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 1: Vzorkování PCDD/PCDF

EN 1948-2:2006 zavedena v ČSN EN 1948-2:2007 (83 4745) Stacionární zdroje emisí – Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB – Část 2: Extrakce a čištění PCDD/PCDF

EN 1948-3:2006 zavedena v ČSN EN 1948-3:2007 (83 4745) Stacionární zdroje emisí – Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB – Část 3: Identifikace a stanovení PCDD/PCDF

EN 13284-1:2001 zavedena v ČSN EN 13284-1:2002 (83 4617) Stacionární zdroje emisí – Stanovení nízkých hmotnostních koncentrací prachu – Manuální gravimetrická metoda

#### Citované předpisy

Směrnice Evropského parlamentu a Rady 2000/76/ES ze dne 4. prosince 2000 o spalování odpadů (2000/76/EC). V České republice je tato směrnice zavedena v nařízení vlády č. 354/2002 Sb., kterým se stanoví emisní limity a další podmínky pro spalování odpadu, v platném znění.

Směrnice Evropského parlamentu a Rady 2008/1/ES ze dne 15. ledna 2008 o integrované prevenci a omezování znečištění (2008/1/EC). V České republice je tato směrnice zavedena v zákoně č. 76/2002 Sb., o integrované prevenci a omezování znečištění, o integrovaném registru znečišťování a o změně některých zákonů, v platném znění.

#### Vypracování normy

Zpracovatel: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (Zpracovatel původní normy: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, IČ 60461373, doc. Ing. František Skácel, CSc. a Ing. Viktor Tekáč, Ph.D.)

Technická normalizační komise: TNK 117 Kvalita ovzduší

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

## **EVROPSKÁ NORMA EN 1948-4:2010+A1** **EUROPEAN STANDARD** **NORME EUROPÉENNE** **EUROPÄISCHE NORM** Prosinec 2013

ICS 13.040.40 Nahrazuje EN 1948-4:2010

### **Stacionární zdroje emisí – Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB –** **Část 4: Vzorkování a analýza dioxinům podobných PCB**

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs –  
Part 4: Sampling and analysis of dioxin-like PCBs

Émissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine –  
Partie 4: Prélèvement et analyse des PCB de type dioxine

Emissionen aus stationären Quellen – Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB –  
Teil 4: Probenahme und Analyse dioxin-ähnlicher PCB

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2010-08-28 a obsahuje změnu 1, která byla schválena

CEN dne 2013-10-23.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a biblio-

grafické 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**

© 2013 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.  
EN 1948-4:2010+A1:2013 E  
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

**1** Předmět normy 7

**2** Citované normativní dokumenty 7

**3** Termíny a definice 8

**4** Značky a zkratky 10

**5** Podstata postupu měření 11

**6** Zařízení, materiály a <sup>13</sup>C<sub>12</sub> značené standardy 11

**7** Bezpečnostní opatření 13

**8** Postup měření 13

**9** Metody validace 19

**10** Požadavky na řízení kvality při měření 20

**11** Měřítka prokazování kvality pro slepé pokusy postupů extrakce, čištění a stanovení 23

**12** Charakteristiky 23

**13** Interference (informativní) 25

**Příloha A** (informativní) Toxicita a ekvivalenty toxicity 26

**Příloha B** (informativní) Příklady postupů extrakce a čištění 27

**Příloha C** (informativní) Posouzení charakteristik 37

**Příloha D** (informativní) Doporučení pro měření vysokých koncentrací dioxinům podobných PCB 43

**Příloha E** (informativní) Možné interference analýzy dioxinům podobných PCB 44

**Příloha F** (informativní) Měření indikátorových PCB 28, 52, 101, 138, 153 a 180 společně s 12 dioxinům podobnými PCB 47

**Příloha G** (informativní) Měření hexachlorbenzenu (HCB) 50

**Příloha H** (informativní) Významné technické změny 51

**Příloha ZA** (informativní) Vztah mezi touto evropskou normou a základními požadavky směrnic EU 52

Bibliografie 53

Předmluva

Tento dokument (EN 1948-4:2010+A1:2013) vypracovala technická komise CEN/TC 264 *Kvalita ovzduší*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do června 2014 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 června 2014.

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

Tento dokument zahrnuje změnu A1 schválenou CEN dne 2013-10-21.

Tento dokument nahrazuje "EN 1948-4:2010".

Příloha H podrobně uvádí významné technické změny provedené v této evropské normě oproti předchozímu dokumentu CEN/TS 1948-4:2007.

Tento dokument byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu a podporuje splnění základních požadavků směrnice EU.

Vztah ke směrnicím EU je uveden v informativní příloze ZA, která je nedílnou součástí této evropské normy.

Začátek a konec textu vloženého nebo upraveného změnou jsou vyznačeny značkami !".

EN 1948 sestává z několika částí věnovaných stanovení hmotnostní koncentrace PCDD, PCDF a PCB emitovaných stacionárními zdroji:

- Část 1: Vzorkování PCCD/PCDF;
- Část 2: Extrakce a čištění PCCD/PCDF;
- Část 3: Identifikace a stanovení PCCD/PCDF;
- Část 4: Vzorkování a analýza dioxinům podobných PCB.

Pro stanovení PCDD/PCDF jsou nezbytné první tři uvedené části. Tato norma 1948-4 navíc popisuje vzorkování, extrakci a analýzu PCB podobných dioxinům a odkazuje se na EN 1948-1, -2, -3.

Preciznost a charakteristiky metody stanovení PCB byly určeny mezi léty 2006 a 2008 v průběhu srovnávacích a validačních zkoušek prováděných ve spalovně odpadu a úpravně odpadů za finanční podpory Evropské komise a Evropského sdružení volného obchodu. Základní požadavky na stanovení PCB byly publikovány v CEN/TS 1948-4, která byla základem těchto nařízených validačních měření. Tato norma EN 1948-4 dále zahrnuje důležité pokyny pro odběr a analýzu vzorků v širokém rozsahu koncentrací získaných v průběhu těchto nařízených validačních měření.

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, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

## Úvod

Polychlorované bifenyly (PCB) jsou skupinou chlorovaných aromatických sloučenin strukturou podobných polychlorovaným dibenzo-*p*-dioxinům (PCDD) a polychlorovaným dibenzofuranům (PCDF) sestávající z 209 chemických individuí (viz základní struktura uvedená na obrázku 1).

Kongenery PCB byly vyráběny přibližně 50 let do konce 90. let pro různá použití v otevřených i uzavřených systémech, např. elektrických izolátorech, nebo jako dielektrické kapaliny v kondenzátorech a transformátorech, jako speciální hydraulické kapaliny, jako plastifikátory v těsnících materiálech apod. Celosvětově bylo vyrobeno více jak milion tun PCB.

PCB stejně jako PCDD/PCDF jsou emitovány v průběhu tepelných a jiných procesů. Jak bylo popsáno v Německu [1;2], Velké Británii [3], Polsku [4], Španělsku [5], Japonsku [6;7] a Korei [8], PCB mohou významně přispívat k celkové hodnotě WHO-TEQ.

V roce 1997 skupina odborníků Světové zdravotnické organizace (WHO) ustanovila pro PCDD/PCDF a 12 PCB známých jako dioxinům podobné PCB [9;10] faktory ekvivalentu toxicity (TEF) (viz příloha A). Těchto 12 dioxinům podobných PCB sestává ze čtyř non-ortho PCB a osmi mono-ortho PCB (bez nebo jen s jedním atomem chloru v polohách 2-, 2'-, 6- a 6'-), majících planární nebo téměř planární strukturu - viz obrázek 1. Tyto faktory toxicity byly mezitím revidovány (viz příloha A).

Tato norma je věnována stanovení dioxinům podobných PCB emitovaných stacionárními zdroji znečišťování ovzduší. V připojených informativních přílohách jsou uvedeny popisy analýzy

indikátorových PCB a hexachlorbenzenu (HCB) v jednom vzorku (přílohy F a G).

Metody uvedené v této normě by měli používat pouze zkušení pracovníci, kteří jsou vyškoleni v nakládání s vysoce toxickými sloučeninami.



## Obrázek 1 - Struktura PCB

### 1 Předmět normy

Tato evropská norma stanoví postup odběru vzorků ze stacionárních zdrojů, postupy extrakce, čištění, identifikace a stanovení dioxinům podobných PCB. Uvedený postup popisuje požadavky na měření kongenerů PCB daných přílohou A (viz tabulka A.1). Je použitelný pro 12 non- a mono-ortho PCB určených WHO. Postup je určen pro stanovení PCB o hmotnostní koncentraci přibližně 0,01 ng WHO-TEQ<sub>PCB</sub>/m<sup>3</sup>.

Kromě uvedených 12 non- a mono-ortho PCB lze tuto normu použít i pro měření dalších kongenerů PCB nazývaných „indikátorové PCB“ 28, 52, 101, 138, 153, 180 (viz příloha F).

Tato norma stanoví rámec požadavků řízení kvality, které je nutno splnit při jakémkoli odběru vzorků PCB, jejich extrakci, čištění, identifikaci a stanovení.

Jak ukázaly validační zkoušky, lze s ohledem na podobné chemické vlastnosti PCB provádět odběr vzorků odpadních plynů stacionárních zdrojů společně s PCDD/PCDF. Tak je použitím EN 1948-1, -2, -3 a -4 možné měřit PCB společně s PCDD/PCDF. Úplný postup odběru vzorků je uveden v EN 1948-1. Celkový postup odběru vzorků lze získat kombinací postupů uvedených v této normě s kteroukoli ze tří základních vzorkovacích metod uvedených v EN 1948-1. EN 1948-1 je součástí tohoto celkového měřicího postupu a pro stanovení PCB je nezbytná.

V této evropské normě je popsán postup analýzy následujících kongenerů PCB validovaný v průběhu validačních zkoušek:

#### a. Non-ortho substituované PCB

1. 3,3,,4,4,-TeCB(77)
2. 3,4,4,,5-TeCB(81)
3. 3,3,,4,4,,5-PeCB(126)
4. 3,3,,4,4,,5,5,-HxCB(169)

#### b. Mono-ortho substituované PCB

1. 2,3,3,,4,4,-PeCB(105)
2. 2,3,4,4,,5-PeCB(114)
3. 2,3,,4,4,,5-PeCB(118)
4. 2,,3,4,4,,5-PeCB(123)
5. 2,3,3,,4,4,,5-HxCB(156)
6. 2,3,3,,4,4,,5,-HxCB(157)
7. 2,3,,4,4,,5,5,-HxCB(167)
8. 2,3,3,,4,4,,5,5,-HpCB(189)

#### c. Indikátorové PCB

1. 2,4,4,-TriCB(28)
2. 2,2,,5,5,-TeCB(52)
3. 2,2,,4,5,5,-PeCB(101)
4. 2,2,,3,4,4,,5,-HxCB(138)
5. 2,2,,4,4,,5,5,-HxCB(153)

6. 2,2,,3,4,4,,5,5,-HpCB(180)

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.