

E DIN EN ISO 18475:2025-05 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2025-03-28

Feststoffe in der Umwelt - Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder Elektronen-Einfang-Detektion (GC-ECD) (ISO 18475:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18475:2025

Environmental solid matrices - Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection (GC-MS) or electron-capture detection (GC-ECD) (ISO 18475:2023); German and English version prEN ISO 18475:2025

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	9
Vorwort.....	10
Einleitung.....	12
1 Anwendungsbereich.....	13
2 Normative Verweisungen.....	13
3 Begriffe.....	14
4 Kurzbeschreibung.....	16
5 Störungen.....	16
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion.....	16
5.2 Störungen bei der GC.....	16
6 Sicherheitshinweise.....	17
7 Reagenzien.....	17
7.1 Allgemeines.....	17
7.2 Reagenzien für die Extraktion.....	17
7.3 Reagenzien für die Reinigung.....	18
7.3.1 Reinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid.....	18
7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie.....	18
7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC).....	18
7.3.4 Reinigungsverfahren D mit Florisil®.....	19
7.3.5 Reinigungsverfahren E mit Kieselgel/H ₂ SO ₄ und Kieselgel/NaOH.....	19
7.3.6 Reinigungsverfahren F mit Benzensulfonsäure/Schwefelsäure.....	19
7.3.7 Reinigungsverfahren G mit TBA-Sulfit-Reagenz.....	20
7.3.8 Reinigungsverfahren H mit pyrogenem Kupfer.....	20
7.3.9 Reinigungsverfahren I mit Kieselgel/Silbernitrat.....	21
7.4 Gaschromatographische Analyse.....	21
7.5 Standards.....	21
7.5.1 Allgemeines.....	21
7.5.2 Kalibrierstandards.....	21
7.5.3 Interne Standards und Injektionsstandards.....	22
7.6 Herstellung von Standardlösungen.....	23
7.6.1 Herstellung von PCB-Kalibrierstandardlösungen.....	23
7.6.2 Herstellung der Lösung des internen Standards.....	24
7.6.3 Herstellung der Lösung des Injektionsstandards.....	24
8 Geräte.....	24
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren.....	24

8.2	Gaschromatograph	25
8.2.1	Allgemeines.....	25
9	Lagerung und Konservierung von Proben	26
9.1	Lagerung der Proben	26
9.2	Probenvorbehandlung	26
10	Durchführung.....	27
10.1	Blindwertbestimmung.....	27
10.2	Extraktion.....	27
10.2.1	Allgemeines.....	27
10.2.2	Extraktionsverfahren 1: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschall angewendet werden.....	28
10.2.3	Extraktionsverfahren 2: Proben, bei denen die Soxhlet- oder Hochdruck-Flüssigextraktion angewendet werden	29
10.2.4	Extraktionsverfahren 3: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder ein hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln angewendet werden	29
10.3	Einengen.....	30
10.4	Aufreinigen des Extrakts	30
10.4.1	Allgemeines.....	30
10.4.2	Aufreinigungsverfahren A – Aluminiumoxid	31
10.4.3	Aufreinigungsverfahren B – Kieselgel.....	32
10.4.4	Aufreinigungsverfahren C – Gelpermeationschromatographie.....	32
10.4.5	Aufreinigungsverfahren D – Florisil®.....	33
10.4.6	Aufreinigungsverfahren E – Kieselgel/H ₂ SO ₄ und Kieselgel/NaOH.....	33
10.4.7	Aufreinigungsverfahren F – Benzensulfonsäure/Schwefelsäure	33
10.4.8	Aufreinigungsverfahren G – TBA-Sulfit-Reagenz.....	33
10.4.9	Aufreinigungsverfahren H – Reinigung mit pyrogenem Kupfer zum Entfernen von elementarem Schwefel und einigen weiteren organischen Schwefelverbindungen	34
10.4.10	Aufreinigungsverfahren I – AgNO ₃ /Kieselgel	34
10.5	Zugabe des Injektionsstandards	34
10.6	Gaschromatographische Analyse (GC)	34
10.6.1	Allgemeines.....	34
10.6.2	Einstellen des Gaschromatographen	35
10.7	Massenspektrometrie (MS).....	35
10.7.1	Massenspektrometrische Bedingungen	35
10.7.2	Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung eines internen Standards	36
10.7.3	Messung.....	37
10.7.4	Identifizierung	37
10.7.5	Überprüfung der Verfahrensleistung.....	37
10.7.6	Berechnung.....	39
10.8	Elektroneneinfangdetektion (ECD).....	39
10.8.1	Allgemeines.....	39
10.8.2	ECD-Bedingungen.....	40
10.8.3	Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung von internen Standards.....	40
10.8.4	Messung.....	40
10.8.5	Identifizierung	40
10.8.6	Überprüfung der Verfahrensleistung von ECD	40
10.8.7	Berechnung	41
11	Verfahrenskenndaten.....	41
12	Präzision	42
13	Prüfbericht	42
	Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision.....	43
A.1	Ringversuchsmaterialien	43
A.2	Ergebnisse der Ringversuche.....	45

Anhang B (informativ) Beispiele für gaschromatographische Bedingungen und Retentionszeiten von PCBs.....	49
Anhang C (informativ) Berechnungsverfahren zur Schätzung des Gesamtgehalts an PCBs	51
Literaturhinweise	59

Bilder

Bild 1 — Beispiel eines Chromatogramms eines kritischen Paares	15
---	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Matrizes, für die diese Europäische Norm anwendbar und validiert ist	12
Tabelle 2 — Zielanalyten dieses Dokumentes.....	13
Tabelle 3 — Trocknungsverfahren für Proben unterschiedlicher Matrizes für anschließende PCB-Analysen	26
Tabelle 4 — Für unterschiedliche Matrizes anzuwendende Extraktionsverfahren	28
Tabelle 5 — Aufreinigungsverfahren	31
Tabelle 6 — Diagnose-Ionen, die bei der MS-Detektion für PCBs zu verwenden sind	35
Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall geprüfte Materialien.....	43
Tabelle A.2 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in verunreinigtem Boden und Abfall geprüfte Materialien	43
Tabelle A.3 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall.....	45
Tabelle A.4 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Abfall und verunreinigtem Boden.....	46
Tabelle B.1 — Beispiele für Retentionszeiten von PCBs für zwei unterschiedliche Kapillarsäulen.....	49
Tabelle C.1 — Verschlüsselung der PCB-Kongenere	51
Tabelle C.2 — Identifizierung der 6 Kongenere, die bei der Berechnung des Gesamtgehalts an PCBs entsprechend der Verordnung (EG) Nr. 850/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates über persistente organische Schadstoffe und deren Änderung durch die Verordnung (EU) Nr. 756/2010 der Kommission sowie nach Schulz et al. [14]; Frame et al. [15] verwendet wurden	57
Tabelle C.3 — Massenanteile, verkörpert durch die Summe der Massenkonzentrationen verschiedener PCB-Kongenere in technischen Gemischen [13] [14]	58