DIN EN ISO 18475:2026-02 (D)

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 Fassung EN ISO 18475:2025

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 8

Vorwort 9

Einleitung 11

1 Anwendungsbereich 12

2 Normative Verweisungen 12

3 Begriffe 13

4 Kurzbeschreibung 15

5 Störungen 15
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion 15
5.2 Störungen bei der GC 15

6 Sicherheitshinweise 16

7 Reagenzien 16
7.1 Allgemeines 16
7.2 Reagenzien für die Extraktion 16
7.3 Reagenzien für die Reinigung 17
7.3.1 Reinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid 17
7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie 17
7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC) 17
7.3.4 Reinigungsverfahren D mit Florisil® 18
7.3.5 Reinigungsverfahren E mit Kieselgel H_2SO_4/Kieselgel NaOH 18
7.3.6 Reinigungsverfahren F mit Benzolsulfonsäure/Schwefelsäure 18
7.3.7 Reinigungsverfahren G mit TBA-Sulfit-Reagenz 18
7.3.8 Reinigungsverfahren H mit pyrogenem Kupfer 19
7.3.9 Reinigungsverfahren I mit Kieselgel/Silbernitrat 20
7.4 Gaschromatographische Analyse 20
7.5 Standards 20
7.5.1 Allgemeines 20
7.5.2 Kalibrierstandards 20
7.5.3 Interne Standards und Injektionsstandards 21
7.6 Herstellung von Standardlösungen 22
7.6.1 Herstellung von PCB-Kalibrierstandardlösungen 22
7.6.2 Herstellung der Lösung des internen Standards 22
7.6.3 Herstellung der Lösung des Injektionsstandards 23

8 Geräte 23
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren 23
8.2 Gaschromatograph 24

9 Lagerung und Konservierung von Proben 25
9.1 Lagerung der Proben 25
9.2 Probenvorbehandlung 25

10 Durchführung ... 26
10.1 Blindwertbestimmung ... 26
10.2 Extraktion ... 26
10.2.1 Allgemeines ... 26
10.2.2 Extraktionsverfahren 1: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschall angewendet werden ... 27
10.2.3 Extraktionsverfahren 2: Proben, bei denen die Soxhlet- oder Hochdruck-Flüssigextraktion angewendet werden ... 28
10.2.4 Extraktionsverfahren 3: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder ein hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln angewendet werden ... 28
10.3 Einengen ... 29
10.4 Aufreinigen des Extrakts ... 29
10.4.1 Allgemeines ... 29
10.4.2 Aufreinigungsverfahren A – Aluminiumoxid ... 31
10.4.3 Aufreinigungsverfahren B – Kieselgel ... 31
10.4.4 Aufreinigungsverfahren C – Gelpermeationschromatographie ... 31
10.4.5 Aufreinigungsverfahren D – Florisil® ... 32
10.4.6 Aufreinigungsverfahren E – Kieselgel H_2SO_4/Kieselgel NaOH ... 32
10.4.7 Aufreinigungsverfahren F – Benzolsulfonsäure/Schwefelsäure ... 32
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 ... 33
10.4.10 Aufreinigungsverfahren I — $AgNO_3$/Kieselgel ... 33
10.5 Zugabe des Injektionsstandards ... 33
10.6 Gaschromatographische Analyse (GC) ... 33
10.6.1 Allgemeines ... 33
10.6.2 Einstellen des Gaschromatographen ... 34
10.7 Massenspektrometrie (MS) ... 34
10.7.1 Massenspektrometrische Bedingungen ... 34
10.7.2 Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung eines internen Standards ... 35
10.7.3 Messung ... 36
10.7.4 Identifizierung ... 36
10.7.5 Prüfung des Verfahrens ... 36
10.7.6 Berechnung ... 38
10.8 Elektroneneinfangdetektion (ECD) ... 39
10.8.1 Allgemeines ... 39
10.8.2 ECD-Bedingungen ... 39
10.8.3 Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung von internen Standards ... 39
10.8.4 Messung ... 39
10.8.5 Identifizierung ... 39
10.8.6 Prüfung des ECD- Verfahrens ... 39
10.8.7 Berechnung ... 41

11 Verfahrenskenndaten ... 41

12 Präzision ... 41

13 Prüfbericht ... 41

Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision ... 42
A.1 Ringversuchsmaterialien ... 42
A.2 Ergebnisse der Ringversuche ... 44

Anhang B (informativ) Beispiele für gaschromatographische Bedingungen und Retentionszeiten von PCBs ... 48

Anhang C (informativ) Berechnungsverfahren zur Schätzung des Gesamtgehalts an PCBs ... 50

Literaturhinweise ... 58

Bilder

Bild 1 — Beispiel eines Chromatogramms eines kritischen Paars 14

Tabellen

Tabelle 1 — Matrizes, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist 11

Tabelle 2 — Zielanalyten dieses Dokumentes 12

Tabelle 3 — Trocknungsverfahren für Proben unterschiedlicher Matrizes für anschließende PCB-Analysen 25

Tabelle 4 — Für unterschiedliche Matrizes anzuwendende Extraktionsverfahren 27

Tabelle 5 — Aufreinigungsverfahren 29

Tabelle 6 — Diagnose-Ionen, die bei der MS-Detektion für PCBs zu verwenden sind 34

Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall geprüfte Materialien 42

Tabelle A.2 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in verunreinigtem Boden und Abfall geprüfte Materialien 42

Tabelle A.3 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall 44

Tabelle A.4 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Abfall und verunreinigtem Boden 45

Tabelle B.1 — Beispiele für Retentionszeiten von PCBs für zwei unterschiedliche Kapillarsäulen 48

Tabelle C.1 — Verschlüsselung der PCB-Kongenere 50

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 56

Tabelle C.3 — Massenanteile, dargestellt durch die Summe der Massenkonzentrationen verschiedener PCB-Kongenere in technischen Gemischen [13], [14] 57