

# 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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /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 <sub>3</sub> /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**

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Bild 1 — Beispiel eines Chromatogramms eines kritischen Paares .....</b> | <b>14</b> |
|---|-----------|

## **Tabellen**

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Tabelle 1 — Matrizes, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist.....</b>   | <b>11</b> |
| <b>Tabelle 2 — Zielanalyten dieses Dokumentes.....</b>  | <b>12</b> |
| <b>Tabelle 3 — Trocknungsverfahren für Proben unterschiedlicher Matrizes für anschließende PCB-Analysen .....</b>   | <b>25</b> |
| <b>Tabelle 4 — Für unterschiedliche Matrizes anzuwendende Extraktionsverfahren .....</b>  | <b>27</b> |
| <b>Tabelle 5 — Aufreinigungsverfahren .....</b>   | <b>29</b> |
| <b>Tabelle 6 — Diagnose-Ionen, die bei der MS-Detektion für PCBs zu verwenden sind .....</b>  | <b>34</b> |
| <b>Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall geprüfte Materialien.....</b>   | <b>42</b> |
| <b>Tabelle A.2 — Im Ringversuch zur Bestimmung von PCB mittels GC-MS und GC-ECD in verunreinigtem Boden und Abfall geprüfte Materialien .....</b>   | <b>42</b> |
| <b>Tabelle A.3 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Boden, Schlamm und behandeltem Bioabfall.....</b>  | <b>44</b> |
| <b>Tabelle A.4 — Ergebnisse der Ringversuche zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) durch GC-MS und GC-ECD in Abfall und verunreinigtem Boden.....</b>   | <b>45</b> |
| <b>Tabelle B.1 — Beispiele für Retentionszeiten von PCBs für zwei unterschiedliche Kapillarsäulen.....</b>  | <b>48</b> |
| <b>Tabelle C.1 — Verschlüsselung der PCB-Kongenere .....</b>  | <b>50</b> |
| <b>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 .....</b> | <b>56</b> |
| <b>Tabelle C.3 — Massenanteile, dargestellt durch die Summe der Massenkonzentrationen verschiedener PCB-Kongenere in technischen Gemischen [13], [14] .....</b>   | <b>57</b> |