

# 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>