

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 ₂ SO 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 ₂ SO 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 Paares	14
---	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Matrices, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist.....	11
Tabelle 2 — Zielanalyten dieses Dokumentes.....	12
Tabelle 3 — Trocknungsverfahren für Proben unterschiedlicher Matrices für anschließende PCB-Analysen	25
Tabelle 4 — Für unterschiedliche Matrices 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-Kongenerere	50
Tabelle C.2 — Identifizierung der 6 Kongenerere, 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-Kongenerere in technischen Gemischen [13], [14]	57