

# E DIN EN 18261:2025-11 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2025-09-26

**Kompost und Gärreste - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC); Deutsche und Englische Fassung prEN 18261:2025**

**Compost and digestate - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC); German and English version prEN 18261:2025**

---

<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
Europäisches Vorwort.....	8
Einleitung .....	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen .....	10
3 Begriffe .....	11
4 Kurzbeschreibung.....	13
5 Störungen.....	13
5.1 Störungen im Zusammenhang mit Behältern .....	13
5.2 Störungen im Zusammenhang mit der GC-MS.....	13
5.3 Störungen im Zusammenhang mit der HPLC.....	14
6 Sicherheitshinweise .....	14
7 Reagenzien .....	15
7.1 Allgemeines.....	15
7.2 Reagenzien für die Extraktion.....	15
7.3 Reagenzien für die Aufreinigung.....	15
7.4 Reagenzien für die chromatographische Analyse .....	16
7.5 Standards .....	16
7.5.1 Allgemeines.....	16
7.5.2 Kalibriersubstanzen und interne Standards.....	17
7.5.3 Injektionsstandard .....	18
7.6 Herstellung der Standardlösungen .....	18
7.6.1 Allgemeines.....	18
7.6.2 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die GC-MS .....	18
7.6.3 Herstellung der internen Standardlösung für die GC-MS.....	18
7.6.4 Herstellung der Injektionsstandardlösung für die GC-MS .....	19
7.6.5 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die HPLC .....	19
7.6.6 Herstellung der Extraktionsstandardlösung für die HPLC .....	19
8 Gerät.....	19
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren.....	19
8.2 Gaschromatograph .....	20
8.2.1 Allgemeines .....	20
8.2.2 Kapillarsäulen .....	20
8.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph (HPLC-System) .....	20
8.3.1 Allgemeines.....	20
8.3.2 Analytische Trennsäule.....	21
9 Probenahme.....	21

<b>10</b>	<b>Probenlagerung und Probenkonservierung .....</b>	<b>21</b>
10.1	Probenlagerung .....	21
10.2	Probenvorbehandlung .....	21
<b>11</b>	<b>Durchführung .....</b>	<b>22</b>
11.1	Sicherheit .....	22
11.2	Blindwertbestimmung .....	22
11.3	Extraktion .....	23
11.3.1	Allgemeines .....	23
11.3.2	Extraktionsverfahren 1: Aceton/hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschallanwendung .....	23
11.3.3	Extraktionsverfahren 2: Soxhlet-Extraktion .....	24
11.3.4	Extraktionsverfahren 3: Hochdruck-Flüssigextraktion (PLE) .....	24
11.3.5	Extraktionsverfahren 3: Aceton/hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln .....	24
11.4	Einengung .....	25
11.4.1	Allgemeines .....	25
11.4.2	Für die HPLC-Analyse .....	26
11.5	Aufreinigung des Extrakts .....	26
11.5.1	Allgemeines .....	26
11.5.2	Aufreinigungsverfahren A – Aluminiumoxid .....	27
11.5.3	Aufreinigungsverfahren B – Kieselgel .....	27
11.5.4	Aufreinigungsverfahren C – Gelpermeationschromatographie .....	28
11.6	Zugabe des Injektionsstandards .....	28
11.7	GC-MS-Analyse .....	28
11.7.1	Einstellungen des Gaschromatographen .....	28
11.7.2	Bedingungen für die Massenspektrometrie (MS) .....	29
11.7.3	Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards .....	30
11.7.4	Messung .....	31
11.7.5	Identifizierung .....	32
11.7.6	Überprüfung der Verfahrensleistung .....	32
11.7.7	Berechnung .....	33
11.8	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) .....	34
11.8.1	Allgemeines .....	34
11.8.2	Einstellung des HPLC-Systems .....	34
11.8.3	Detektion .....	35
11.8.4	Kalibrierung .....	36
11.8.5	Messung .....	36
11.8.6	Berechnung .....	36
<b>12</b>	<b>Leistungsmerkmale .....</b>	<b>37</b>
<b>13</b>	<b>Präzision .....</b>	<b>37</b>
<b>14</b>	<b>Prüfbericht .....</b>	<b>37</b>
<b>15</b>	<b>Validierung des Verfahrens .....</b>	<b>38</b>
15.1	Validierung nach ISO 5725-2 .....	38
15.2	Leistungsmerkmale .....	38
<b>Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatogramme und gerätetechnische Bedingungen .....</b>		<b>39</b>
A.1	Messung von PAKs mittels GC-MS .....	39
A.2	Messung von PAKs mittels HPLC-Fluoreszenz .....	44
A.3	Beispielbedingungen für die Messung von PAKs mittels GC-MS/MS .....	49
<b>Anhang B (informativ) Leistungsmerkmale des Verfahrens .....</b>		<b>52</b>
<b>Literaturhinweise .....</b>		<b>63</b>

## Bilder

<b>Bild 1 — Beispiel für ein Chromatogramm zu einem kritischen Paar .....</b>	<b>12</b>
<b>Bild A.1 — Beispielchromatogramme .....</b>	<b>44</b>
<b>Bild A.2 — HPLC-Fluoreszenzchromatogramm für PAK-Standards — Gradient A (Acetonitril/Wasser) .....</b>	<b>47</b>
<b>Bild A.3 — HPLC-Fluoreszenzchromatogramm für PAK-Standards — Gradient B (Methanol/Wasser).....</b>	<b>47</b>
<b>Bild A.4 — Schlammprobe — Gradient A .....</b>	<b>48</b>
<b>Bild A.5 — Bodenprobe — Gradient B.....</b>	<b>49</b>
 <b>Tabellen</b>	
<b>Tabelle 1 — Zielanalyte dieses Dokuments.....</b>	<b>10</b>
<b>Tabelle 2 — Native PAKs und deuterierte PAKs .....</b>	<b>17</b>
<b>Tabelle 3 — Trocknungsverfahren für Proben unterschiedlicher Matrices für anschließende PAK-Analysen.....</b>	<b>22</b>
<b>Tabelle 4 — Aufreinigungsverfahren.....</b>	<b>26</b>
<b>Tabelle 5 — Bei der GC-MS zu verwendende diagnostische Ionen für PAKs .....</b>	<b>29</b>
<b>Tabelle A.1 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von PAKs in Kompost und Gärresten mittels GC-MS und HPLC.....</b>	<b>39</b>
<b>Tabelle A.2 — Beispiel für eine Gradienteneinstellung für die HPLC.....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.3 — Legende und Konzentrationen für die mittels HPLC-Fluoreszenzdetektion gemessenen Zielanalyten in den Beispielchromatogrammen (Bild A.3 bis Bild A.5) .....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.4 — Wellenlängen maximaler Absorption und empfohlene/optimale Kombinationen von Anregungs-/Emissionswellenlängen .....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.5 — Für Quantifier und Qualifier verwendete MRM-Übergänge.....</b>	<b>50</b>
<b>Tabelle B.1 — Im Rahmen des Ringversuchs zum Verfahren zur Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs) in Kompost und Gärresten mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) untersuchtes Material .....</b>	<b>52</b>
<b>Tabelle B.2 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Naphtalen aus diesem Ringversuch.....</b>	<b>53</b>
<b>Tabelle B.3 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Acenaphtalen aus diesem Ringversuch.....</b>	<b>53</b>
<b>Tabelle B.4 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Acenaphtylen aus diesem Ringversuch.....</b>	<b>54</b>
<b>Tabelle B.5 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Fluoren aus diesem Ringversuch....</b>	<b>54</b>

Tabelle B.6 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Anthracen aus diesem Ringversuch.....	55
Tabelle B.7 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Phenanthren aus diesem Ringversuch.....	55
Tabelle B.8 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Fluoranthen aus diesem Ringversuch.....	56
Tabelle B.9 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Pyren aus diesem Ringversuch.....	57
Tabelle B.10 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benz[ <i>a</i> ]anthracen aus diesem Ringversuch.....	57
Tabelle B.11 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Chrysen aus diesem Ringversuch.....	58
Tabelle B.12 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[ <i>b</i> ]fluoranthen aus diesem Ringversuch.....	59
Tabelle B.13 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[ <i>k</i> ]fluoranthen aus diesem Ringversuch.....	59
Tabelle B.14 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[ <i>a</i> ]pyren aus diesem Ringversuch.....	60
Tabelle B.15 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Indeno[ <i>1,2,3-cd</i> ]pyren aus diesem Ringversuch.....	61
Tabelle B.16 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Dibenz[ <i>a,h</i> ]anthracen aus diesem Ringversuch.....	61
Tabelle B.17 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[ <i>ghi</i> ]perylen aus diesem Ringversuch.....	62