

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

| Inhalt | Seite |
|---|--------------|
| 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 |

| | | |
|---|---|-----------|
| 10 | Probenlagerung und Probenkonservierung | 21 |
| 10.1 | Probenlagerung..... | 21 |
| 10.2 | Probenvorbehandlung | 21 |
| 11 | Durchführung..... | 22 |
| 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 |
| 12 | Leistungsmerkmale..... | 37 |
| 13 | Präzision | 37 |
| 14 | Prüfbericht | 37 |
| 15 | Validierung des Verfahrens | 38 |
| 15.1 | Validierung nach ISO 5725-2..... | 38 |
| 15.2 | Leistungsmerkmale..... | 38 |
| Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatogramme und gerätetechnische Bedingungen..... | | 39 |
| 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 |
| Anhang B (informativ) Leistungsmerkmale des Verfahrens..... | | 52 |
| Literaturhinweise | | 63 |

Bilder

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

| | |
|--|----|
| 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[1,2,3- <i>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 |