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 Acenapthalen 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[*a*]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[*b*]fluoranthen aus diesem Ringversuch 59

Tabelle B.13 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[*k*]fluoranthen aus diesem Ringversuch 59

Tabelle B.14 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[*a*]pyren aus diesem Ringversuch 60

Tabelle B.15 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Indeno[*1,2,3-cd*]pyren aus diesem Ringversuch 61

Tabelle B.16 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Dibenz[*a,h*]anthracen aus diesem Ringversuch 61

Tabelle B.17 — Ergebnisse der Analyse der Daten zum Gehalt an Benzo[*ghi*]perylen aus diesem Ringversuch 62