

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[<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