

ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN 51426:1990-12

Testing of fuel oil —

Spectrophotometric determination of the red dye content and marker-2-
content in domestic fuel oil

Essai des fuel-oils domestiques —

Détermination spectrométrique de la teneur en colorant rouge et de la
teneur en agent traceur-2 dans le fuel-oil léger

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	1
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	3
4 Bezeichnung.....	3
5 Geräte	3
6 Chemikalien.....	5
7 Probenahme	6
8 Verfahren 1	6
9 Vorbereitung für Verfahren 2a und 2b und Verfahren 3a und 3b.....	7
10 Verfahren 2a.....	8
11 Verfahren 2b.....	9
12 Verfahren 3a.....	10
13 Verfahren 3b.....	12
14 Angabe des Ergebnisses	14
15 Präzision	14

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 642 „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 51426:1990-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ein Verfahren zur Bestimmung des Markierstoffs 2 wird aufgenommen;
- b) Zur besseren Automatisierung wird ein Verfahren mittels Festphasenextraktion aufgenommen;
- c) Dichlormethan wird durch Toluol ersetzt;
- d) Kontrollparameter zur Fehlerkennung werden aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN 51426: 1985-06, 1990-12

Fortsetzung Seite 2 bis 14

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

1 Anwendungsbereich

Die Norm legt ein Verfahren zur spektralphotometrischen Bestimmung des Rotfarbstoff- und des Markierstoff-2-Gehaltes in leichtem Heizöl. Die Norm wird angewendet auf leichte Heizöle und Dieselkraftstoffe sowie Gemische daraus.

Der Anwendungsbereich beschränkt sich hinsichtlich der Farbstofftypen auf die zur Heizölkennzeichnung in der Bundesrepublik Deutschland gesetzlich zugelassenen Verbindungen.

Farbstoffkonzentrate können nach entsprechender Verdünnung bestimmt werden.

Das Verfahren 1 dient lediglich der Bestimmung des Rotfarbstoffgehalts in leichtem Heizöl. Außer der gekennzeichneten Probe muss auch das gleiche Heizöl ohne Farbstoffzusatz als Referenz zur Verfügung stehen. Dieses Verfahren ist besonders zur Überprüfung der ordnungsgemäßen Kennzeichnung von leichtem Heizöl in Kennzeichnungsbetrieben geeignet. Es ist nicht geeignet zum Nachweis des Missbrauchs von leichtem Heizöl als Dieselkraftstoff.

Die Verfahren 2a und 2b dienen der Bestimmung des Farbstoffgehalts in leichtem Heizöl, Diesel-Kraftstoffen sowie Gemischen daraus. Hierfür ist keine ungekennzeichnete Probe als Referenz erforderlich. Dieses Verfahren ist zur Überprüfung der Kennzeichnung von leichten Heizölen und zum Nachweis des Missbrauchs von leichtem Heizöl als Dieselkraftstoff geeignet.

Nach den Verfahren 3a und 3b wird der Markierstoff-2 (Gelbmarker; N-Ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]azobenzol-4-amin) bestimmt.

Der Markierstoff 1 (Furfurol) wird nach DIN 51424 bestimmt.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 1333, *Zahlenangaben*.

DIN 12242-1, *Laborgeräte aus Glas – Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen, Maße, Toleranzen*.

DIN 12331, *Laborgeräte aus Glas – Becher*.

DIN 12451, *Laborgeräte aus Glas – Scheidetrichter mit austauschbarem Hahnküken*.

DIN 12541-1, *Laborgeräte aus Glas – Einweg-Kegelhähne*.

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas – Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 s, Klasse ASS*.

DIN 51424, *Prüfung von Heizöl – Bestimmung des Furfurolgehaltes in leichtem Heizöl*.

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Allgemeines*.

DIN 51750-2, *Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Flüssige Stoffe*.

DIN 51757, *Prüfung von Mineralölen und verwandten Stoffen – Bestimmung der Dichte*.

DIN ISO 4798, *Laborgeräte aus Glas – Filtriertrichter (ISO 4798:1997)*.

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas – Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042:1999*.

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Corr 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995*.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

3.1 Verfahren 1

Die Farbintensität der zu untersuchenden Probe wird bei 535 nm gegen die ungekennzeichnete Probe gemessen.

3.2 Verfahren 2a

Die zu untersuchende Probe wird über eine mit Kieselgel gefüllte Kartusche gegeben. Die Probe wird mit Petrolether ausgewaschen, wobei die Rotfarbstoffe und die Eigenfarbe der Probe im Kopf der Kartusche festgehalten werden. Durch Elution mit einem geeigneten Lösemittel werden die Rotfarbstoffe von den Eigenfarbstoffen der Probe getrennt und am Ende der Kartusche in einem Messkolben aufgefangen. Die Farbintensität dieser Lösung wird spektralphotometrisch bestimmt.

3.3 Verfahren 2b

Wie bei Verfahren 2a, jedoch werden statt der Kartuschen Glassäulen verwendet.

3.4 Verfahren 3a und 3b

Nach der Abtrennung des Rotfarbstoffs nach Verfahren 2 verbleibt der Markierstoff-2 auf der Säule. Dieser wird mit einem polarerem Gemisch eluiert, mit Salzsäure extrahiert und spektralphotometrisch bestimmt.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur spektralphotometrischen Bestimmung des Rotfarbstoffgehalts bzw. Markierstoff-2-Gehalts in leichten Heizölen, nach dem Verfahren 2a:

Prüfung DIN 51426 – 2a

5 Geräte

- **Spektralphotometer**, geeignet für Absorptionsmessungen im Bereich von 400 nm bis 650 nm;
- plangeschliffene **Küvetten aus optischem Glas** mit einer Schichtdicke von 1 cm, 4 cm oder 5 cm, geeignet für Messungen im Bereich von 400 nm bis 650 nm, oder Küvetten aus Kunststoff (Verfahren 3a und 3b), geeignet für Messungen im Bereich von 400 nm bis 650 nm;
- **Neutralglasfilter** mit angegebener Extinktion für eine Wellenlänge im Bereich von 520 nm bis 550 nm;
- **Absaugeinheit** für Festphasenextraktion mit Luer-Fitting und Absperrhähnen, geeignet für die Aufnahme von mehreren 25-ml-Kolben;
- **Fertigkartuschen** für die Festphasenextraktion (SPE) mit einem Volumen von 15 ml und 2 g Sorbensmenge Silica;
- 10-ml-, 25-ml-, 50-ml-, 100-ml-, 200-ml-, 250-ml- und 1000-ml-Messkolben, geeicht, z.B. Messkolben nach DIN EN ISO 1042;
- 5-ml- und 10-ml-**Vollpipetten**, geeicht, z.B. Vollpipette nach DIN 12691 oder in der Genauigkeit mindestens gleichwertige Geräte zur Volumenabmessung;
- **Vakuumpumpe**;
- **Analysenwaage**, ablesbar auf mindestens 0,1 mg;

- **Einmalpipetten**, bzw. **Einwegspritzen**;
- wasserabweisende **Faltenfilter**;
- **Schüttelmaschine**;
- kleiner **Scheidetrichter**, z.B. Scheidetrichter DIN 12451 – L 50;
- **Chromatographische Säule** (siehe Bild 1);

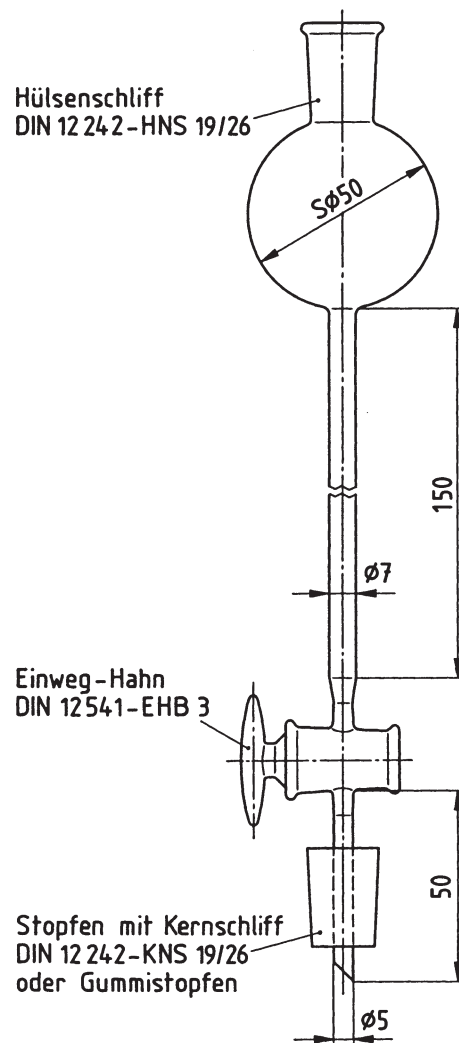
Die Säule ist aus Glas und besteht aus einem Rohr mit 7 mm Innendurchmesser, dem oben ein 50 ml fassendes Vorratsgefäß und unten ein mit einer Spitze versehener Hahn mit Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Küken angeschmolzen ist. Das Auslaufrohr ist mit einem Stopfen mit Kernschliff DIN 12242 – KNS 19/26 oder mit einem passenden Gummistopfen versehen, um die Säule auf das Unterdruckgefäß aufzusetzen.

- **Unterdruckgefäß**

Das Unterdruckgefäß besteht aus einem Planschliffbecher mit einem Volumen von 2000 ml und passendem Planschliffdeckel mit einem Mittelhals mit Hülsenschliff DIN 12242 – HNS 29/32 und drei geraden Seitenhälsen mit jeweils einem Hülsenschliff DIN 12242 – HNS 19/26. Der Durchmesser des Planschliffbechers beträgt 130 mm, seine Höhe 200 mm und der Durchmesser einschließlich Planschliff 155 mm. Der Planschliffdeckel hat einschließlich Planschliff einen Durchmesser von 155 mm und über den Mittelhals gemessen eine Höhe von 55 mm.

- **100-ml-Becher** aus Glas, hohe Form, z.B. Becher DIN 12331 – H 100;
- **Trichter** aus Glas mit einem Durchmesser von 35 mm und einer Stiellänge von 35 mm, z.B. Trichter nach DIN ISO 4798.

Maße in Millimeter



ANMERKUNG Maße sind Ungefährmaße

Bild 1 — Chromatographische Säule

6 Chemikalien

- **Kieselgel** der Korngröße 0,05 mm bis 0,2 mm bzw. 0,063 mm bis 0,2 mm
- **Petrolether**, Siedebereich 50 °C bis 70 °C, mindestens reinst
- **Toluol**, mindestens reinst
- **Cyclohexan**, mindestens reinst
- **Ethylacetat**, mindestens reinst
- **Salzsäure**, rauchend, mindestens 37 % (Massenanteil), reinst
- **Standard-Rotfarbstoff**: 4-Aminoazobenzol-2-ethylaminonaphthalin, pulverförmig
- **Standard-Markierstoff-2**: N-Ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]azobenzol-4-amin, lösemittelfrei