

DIN 51430

ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN 51430:2011-10

**Prüfung von Heizöl –
Bestimmung des Gehaltes an Rotfarbstoffen und Solvent Yellow 124
in leichtem Heizöl und in Gemischen von leichtem Heizöl
mit nicht gekennzeichnetem Mineralöl –
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)**

Testing of fuel oil –

Determination of red dye content and Solvent Yellow 124
in domestic fuel oil and mixtures of domestic fuel oil with unmarked mineral oil –
High performance liquid chromatography (HPLC)

Essai des fuel-oils domestiques –

Détermination de la teneur en colorant rouge et Solvent Yellow 124
dans le fuel-oil léger et dans mélanges avec huiles minérales non-marquées –
Méthode par chromatographie liquide à haute performance (HPLC)

Gesamtumfang 12 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien und Reagenzien.....	5
5 Geräte.....	5
6 Durchführung.....	6
6.1 Probenvorbereitung.....	6
6.2 Herstellung der Kalibrierlösungen.....	6
6.3 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie.....	6
6.3.1 Vorbereitung.....	6
6.3.2 Parameter.....	7
6.3.3 Kalibrierung	7
6.3.4 Serienanalytik.....	7
7 Auswertung.....	8
8 Angabe der Ergebnisse	8
9 Präzision	8
9.1 Allgemeines	8
9.2 Wiederholbarkeit, r	8
9.3 Vergleichbarkeit, R	8
10 Prüfbericht.....	9
Anhang A (informativ) Beispielchromatogramme.....	10
Literaturhinweise.....	12

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN 51430:2011-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der Präzision auf Basis eines neuen Ringversuchs;
- b) Überarbeitung der Anforderungen an die Trennsäule des HPLC-Gerätes;
- c) Aufnahme eines Beispiel-Chromatogramms an einer Diolsäule;
- d) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

Frühere Ausgaben

DIN 51430: 2011-10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehaltes an Rotfarbstoffen und Solvent Yellow 124 im Bereich bis 10 mg/l in leichtem Heizöl und in Gemischen von leichtem Heizöl mit nicht gekennzeichnetem Mineralöl mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) fest.

Rotfarbstoffe und Solvent Yellow 124 sind Kennzeichnungsstoffe, die in ordnungsgemäß gekennzeichneten Energieerzeugnissen im Sinne des EnergieStV, § 2, Abs. 1 [1] und in Gemischen mit nicht gekennzeichneten Energieerzeugnissen zur Anwendung kommen.

Das Verfahren wird durch die Biokomponenten Fettsäuremethylester (FAME) und Pflanzenöl nicht gestört.

ANMERKUNG 1 Nach EnergieStV, § 2, Abs. 1 [1] sind zur Kennzeichnung von steuerlich begünstigtem Gasöl 6,0 g N-Ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]-4-(phenylazo)-anilin (Solvent Yellow 124, Markierstoff) und 4,1 g N-Ethyl-1-(4-phenylazophenylazo)naphthyl-2-amin (Standardrotfarbstoff, Solvent Red 19) oder 5,3 g N-Ethylhexyl-1-(tolylazotolylazo)naphthyl-2-amin oder 6,1 g N-Tridecyl-1-(tolylazotolylazo)naphthyl-2-amin oder ein in der Farbwirkung äquivalentes Gemisch aus diesen Rotfarbstoffen je 1 000 l bei 15 °C vorgeschrieben. Im Falle der Einfuhr von gekennzeichnetem Gasöl aus anderen Mitgliedsstaaten der EU können auch andere Rotfarbstoffe enthalten sein, sofern sie mit vergleichbarer Farbwirkung und Zuverlässigkeit eine Unterscheidung von nicht gekennzeichneten Energieerzeugnissen ermöglichen (EnergieStV, § 2, Abs. 1 [1]).

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (m/m)“ und für den Volumenanteil einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1333, *Zahlenangaben*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

3 Kurzbeschreibung

Die Rotfarbstoffe und Solvent Yellow 124 werden mittels HPLC unter Gradientenelution an einer Kieselgel-Diol- oder HILIC-Säule von der Mineralölmatrix getrennt und mittels externer Standardverfahren spektral-photometrisch bei 535 nm und 440 nm quantifiziert. Die Gradientenelution ist erforderlich, da sich die Rotfarbstoffe und Solvent Yellow 124 in ihrer Polarität stark unterscheiden.

Als Rotfarbstoffgehalt der in Abschnitt 1 genannten Energieerzeugnisse gilt die Summe der Gehalte aller bei 535 nm nachgewiesenen Rotfarbstoffe berechnet als Solvent Red 19.

ANMERKUNG Wegen der besseren Löslichkeit in Gasöl wird üblicherweise nicht mit dem Standardrotfarbstoff Solvent Red 19, sondern mit einem Rotfarbstoffgemisch gekennzeichnet.