

DIN 51435

ICS 75.080

Ersatz für
DIN 51435:1989-04**Prüfung von Mineralölerzeugnissen –
Bestimmung des Siedeverlaufs –
Gaschromatographisches Verfahren**

Testing of petroleum products –
Determination of boiling range distribution –
Gas chromatography method

Essais des produits pétroliers –
Détermination de la répartition dans l'intervalle de distillation –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Gesamtumfang 16 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Einheiten	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Bezeichnung.....	5
7 Geräte.....	6
7.1 Gaschromatograph.....	6
7.2 Auswertesystem	7
7.3 Probenaufgabesystem	7
7.4 Anforderungen an das Gesamtsystem.....	7
8 Chemikalien.....	7
8.1 Stationäre Phase.....	7
8.2 Trägergas.....	7
8.3 Referenzöle.....	8
8.4 Lösemittel	8
8.5 Kalibriermischung	8
9 Probenahme	8
10 Vorbereitung der Geräte	8
10.1 Säulenpräparation	8
10.2 Bestimmung der Auflösung R.....	9
10.3 Gaschromatograph.....	9
11 Durchführung	10
11.1 Gaschromatographische Analyse.....	10
11.2 Erfassung des Gaschromatogramms.....	10
12 Kalibrierung.....	10
13 Probenvorbereitung.....	13
14 Berechnung des Siedeverlaufs	13
14.1 Berechnung der basislinienkorrigierten Daten	13
14.2 Bestimmung des Probeanfangs.....	14
14.3 Bestimmung des Probeendes	14
14.4 Bestimmung der Gesamtfläche	14
14.5 Bestimmung des Siedebeginns	14
14.6 Bestimmung des Siedeverlaufs	14
14.7 Bestimmung des Siedeendes.....	14
14.8 Erstellung der Siedekurve	15
15 Angabe des Ergebnisses	15
16 Präzision	15
16.1 Wiederholbarkeit, r	15
16.2 Vergleichbarkeit, R	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 06-06-14 AA „Gaschromatographische Analyse“ für den Arbeitsausschuss NA 062-06-61 AA „Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Diese Norm wurde an die IP PM-CF/98, IP-406, ASTM 2887 und ISO 3924:1999 angelehnt. Sie ist für die Bestimmung der Kraftstoffreste in gebrauchten Motorenölen gut geeignet (siehe DIN 51380), da feste Fremdstoffe und irreversibel gebundene Komponenten auf gepackten Säulen weniger Probleme bereiten als auf Kapillaren.

Änderungen

Gegenüber DIN 51435:1989-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anforderungen an das Gesamtsystem aufgenommen;
- b) als Trägergas wird Wasserstoff statt Argon zugelassen;
- c) Anforderungen an die Auflösung erhöht;
- d) einen Abschnitt zur Probenvorbereitung aufgenommen;
- e) die Siedetemperaturen der n-Paraffine an Internationale Normen angepasst;
- f) die Verwendung von Kapillarsäulen zugelassen;
- g) die Bestimmung von Probeanfang und Probeende neu definiert.

Frühere Ausgaben

DIN 51435: 1989-04

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Mineralölfractionen, insbesondere von Grundölen und additivierten Ölen mit einem Siedebeginn von mindestens 160 °C und mit einem Siedeende unter 615 °C. Der Temperaturbereich zwischen Siedebeginn und Siedeende muss größer als 55 °C sein.

Polymerhaltige oder andere unter den Prüfbedingungen nicht vollständig eluierbare Mineralöle können nicht nach dieser Norm untersucht werden.

Die Prüfung nach dieser Norm gibt einen Hinweis zum Siedeverlauf von Mineralölen, insbesondere von Grundölen zur Herstellung von Schmierstoffen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 1345, *Thermodynamik — Grundbegriffe*

DIN 51405, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen, verwandten Flüssigkeiten und Lösemitteln für Lacke und Anstrichstoffe — Gaschromatographische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 1: Allgemeines*

DIN 51750-2, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 2: Flüssige Stoffe*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Retentionszeit

t_R

Zeitspanne der zu bestimmenden Komponente vom Einbringen der Probe in den Gaschromatographen bis zur Anzeige des Peakmaximums der Komponente

3.2 Siedeverlauf

beschreibt nach dieser Norm den verdampften Massenanteil einer Probe in % in Abhängigkeit von der Temperatur

ANMERKUNG Die Massenanteile verdampfter Probe in % sind zahlenmäßig identisch mit den entsprechenden Flächenanteilen des Gaschromatogramms.

Die Temperaturen werden aus den Retentionszeiten mithilfe einer Kalibrierkurve ermittelt.

3.3 Siedebeginn

die aus der Retentionszeit errechnete Temperatur, bei der 0,5 % der Gesamtfläche des Gaschromatogramms erreicht sind

ANMERKUNG Siehe 14.5.

4

3.4**Siedeende**

die aus der Retentionszeit errechnete Temperatur, bei der 99,5 % der Gesamtfläche des Gaschromatogramms erreicht sind

ANMERKUNG Siehe 14.7.

3.5**Probeanfang**

Retentionszeit, bei der die ersten Probekomponenten von der Säule eluieren

ANMERKUNG Siehe 14.2.

3.6**Probeende**

Retentionszeit nach der keine weiteren Probekomponenten von der Säule eluieren

ANMERKUNG Das Ende der Probenelution ist in 14.3 definiert.

3.7**Siedebereich**

Temperaturbereich zwischen Siedebeginn und Siedeende

4 Einheiten

g/(100 g), angegeben durch die Zusammensetzungsgröße Massenanteil in %.

Temperatur in °C, Temperaturdifferenz in °C (siehe DIN 1345).

5 Kurzbeschreibung

Die Probe wird auf einer unpolaren gaschromatographischen Säule analysiert, die weitestgehend nach Siedepunkt separiert. Das bei der gaschromatographischen Analyse erhaltene Gaschromatogramm wird in äquidistante Retentionszeit-Abschnitte (Zeitscheiben) unterteilt und das in jedem Abschnitt anfallende integrierte Detektorsignal (Gaschromatogrammfläche) aufsummiert. Mithilfe einer aus n-Alkanen mit bekannten Siedepunkten erhaltenen Kalibrierkurve wird die Retentionszeit mit der Siedetemperatur verknüpft. Die Verteilung der aufsummierten Flächenabschnitte über die so erhaltene Siedetemperaturachse stellt den Siedeverlauf dar.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Siedeverlaufs von Mineralölen mittels Gaschromatographie (GC):

Prüfung DIN 51435 — GC