

DIN 51454

ICS 75.100

Ersatz für
DIN 51454:2015-06**Prüfung von Schmierstoffen –
Bestimmung von Kraftstoffanteilen in gebrauchten Motorenölen –
Gaschromatographisches Verfahren**

Testing of lubricants –
Determination of low boiling components in used engine oils –
Gas chromatography

Contrôle de lubrifiants –
Détermination de la teneur en carburant dans les huiles moteur usagées –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Gesamtumfang 14 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien	6
6 Geräte	6
7 Probenahme	6
8 Kalibrierung	6
8.1 Kalibrierung des Zusammenhangs von Retentionszeit und Siedetemperatur	6
8.2 Kalibrierlösungen für die Cutpoints, zur Überprüfung der Säulen-Trennqualität und der Diskriminierung hochsiedender Alkane	6
8.3 Kalibrierlösung der biogenen Kraftstoffkomponenten	7
9 Durchführung	8
9.1 Probenvorbereitung	8
9.2 Messung	8
10 Auswertung	8
11 Angabe des Ergebnisses	9
12 Präzision	9
12.1 Allgemeines	9
12.2 Wiederholbarkeit, r	9
12.3 Vergleichbarkeit, R	9
Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatogramme	10
Literaturhinweise	14

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöluntersuchung“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Die Norm DIN 51380 wird durch dieses Dokument nicht ersetzt, sondern ergänzt. Dies bezieht sich auf die Bestimmung von Biodieselanteilen in Kraftstoffen, z. B. Fettsäuremethylester sowie reine Pflanzenöle. Durch die unterschiedlichen Arbeitsmethoden – insbesondere die unterschiedlichen Schneidetemperaturen – sind die Ergebnisse nicht direkt vergleichbar.

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 51454:2015-06 wurde folgende Korrektur vorgenommen:

- a) unter 3.3 wurde Eicosan $C_{22}H_{46}$ durch Eicosan $C_{20}H_{42}$ ersetzt.

Frühere Ausgaben

DIN 51454: 2015-06

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Kraftstoffanteilen in gebrauchten Motorenölen fest. Darunter werden im Allgemeinen solche Kraftstoffanteile verstanden, welche z. B. durch eine unvollständige Verbrennung im Zylinder des Motors kondensieren und so in das Motorenöl eingetragen werden können. Bei den Kraftstoffen handelt es sich um Ottokraftstoff (DIN EN 228), Diesellokraftstoff (DIN EN 590), Fettsäuremethylester (DIN EN 14214) und Pflanzenöl (DIN 51605). Gasförmige Kraftstoffe werden nicht berücksichtigt, ebenso wenig hoch alkoholhaltige Kraftstoffe, wie z. B. E85.

Herstellungsbedingt können in ungebrauchten Motorenölen auch leichtsiedende Substanzen enthalten sein, welche im Siedebereich von Kraftstoff detektiert werden. Definitionsgemäß werden diese „Blindwerte“ bei der Bestimmung in Gebrauchtölen nicht subtrahiert.

Die Bestimmung von Diesellokraftstoff in Gebrauchtölen lässt sich nur mit eingeschränkter Genauigkeit durchführen, da das Siedeende des Kraftstoffs mit dem Siedebeginn des Motorenöls stark überlappen kann. Auf einen „variablen Cutpoint“, welcher eine genauere Bestimmung des Dieselanteils zulassen würde, wird verzichtet, da dazu der verwendete Diesellokraftstoff und das eingesetzte, ungebrauchte Motorenöl zur Kalibrierung zur Verfügung stehen müssten.

Die Bestimmung des Fettsäuremethylesteranteils (FAME, Biodiesel) wird durch eventuell vorhandenen Diesellokraftstoff erschwert. Eine reproduzierbare Bestimmung ist nur möglich, wenn der größte FAME-Peak optisch eindeutig erkennbar ist.

Die Bestimmung von Pflanzenöl als Kraftstoff gelingt nur unter der Voraussetzung einer ausreichend hohen Säulenendtemperatur, damit die Substanzen, welche im Siedebereich von Hexacontan (C₆₀-Alkan) erscheinen, eluiert und detektiert werden können.

ANMERKUNG 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 51380, *Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung der leichtsiedenden Anteile in gebrauchten Motorenölen — Gaschromatographisches Verfahren*

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

DIN 51435, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Bestimmung des Siedeverlaufs — Gaschromatographisches Verfahren*

DIN 51574, *Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen*

DIN 51605, *Kraftstoffe für pflanzenöлтаugliche Motoren — Rapsölkraftstoff — Anforderungen und Prüfverfahren*

DIN EN 14214, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Fettsäure-Methylester (FAME) zur Verwendung in Dieselmotoren und als Heizöl — Anforderungen und Prüfverfahren*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51435 und die folgenden Begriffe.

3.1

Cutpoint

Temperatur, welche die Flächenabschnitte des Kraftstoffs und die des Gebrauchtöls im Chromatogramm voneinander trennt

3.2

Ottokraftstoff-Anteil

Flächenanteil der Siedekurve aus der simulierten Destillation, welcher vor dem Siedepunkt von Tetradecan $C_{14}H_{30}$ (254 °C) auftritt

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.1.

3.3

Dieselskraftstoff-Anteil

Flächenanteil der Siedekurve aus der simulierten Destillation, welcher vor dem Siedepunkt von Eicosan $C_{20}H_{42}$ (344 °C) auftritt

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.2.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eventuell vorhandene FAME-Peaks werden hinzugenommen.

3.4

FAME-Anteil

Flächenanteil der Siedekurve aus der simulierten Destillation im Bereich von 345 °C bis 365 °C, welcher eindeutig als größter FAME-Peak erkennbar ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.3.

3.5

Pflanzenöl-Anteil

Flächenanteil der Siedekurve aus der simulierten Destillation im Bereich von 570 °C bis 630 °C, welcher eindeutig als Peakmuster erkennbar ist und nach dem Motorenöl eluiert

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.4.

4 Kurzbeschreibung

Die bei Zimmertemperatur homogenisierte Analysenprobe (etwa 10 s von Hand schütteln) wird mit Schwefelkohlenstoff als Lösemittel verdünnt und in einen Gaschromatographen injiziert. Auf einer unpolaren Kapillarsäule werden die Kohlenwasserstoffe weitgehend nach Siedepunkten getrennt und die Signale eines Flammenionisationsdetektors (FID) aufgezeichnet. Da durch die Vielzahl der einzelnen Kohlenwasserstoff-Verbindungen keine vollständige Trennung möglich ist, wird die Gesamtfläche des Detektorsignals aufgezeichnet und der Anteil der zu bestimmenden Kraftstoffe in einem festgelegten Temperaturbereich ins Verhältnis gesetzt. Dabei wird angenommen, dass die FID-Empfindlichkeit von mineralischen Kraftstoffen und der des Motorenöls im Wesentlichen gleich ist. Da die biogenen Kraftstoffe eine deutlich geringere Detektorempfindlichkeit als die reinen Kohlenwasserstoffe besitzen, müssen diese durch eine externe Kalibration bestimmt werden.

Details der simulierten Destillation sind in DIN 51435 beschrieben.