

DIN 51454

ICS 75.100

Ersatz für
DIN 51454:2022-06**Prüfung von Schmierstoffen –
Bestimmung von Kraftstoffanteilen in gebrauchten Motorenölen –
Gaschromatographisches Verfahren**

Testing of lubricants –
Determination of fuel content in used engine oils –
Gas chromatography method

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

Gesamtumfang 18 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	6
5 Reagenzien	6
6 Werkstoffe und Prüfeinrichtung	7
7 Probenahme	7
8 Kalibrierung	7
8.1 Zusammenhang von Retentionszeit und Siedetemperatur	7
8.2 Kalibrierlösungen für die Cutpoints zur Überprüfung der Säulen-Trennqualität und der Diskriminierung hochsiedender Alkane	7
8.3 Kalibrierlösung der biogenen Kraftstoffkomponenten	8
9 Durchführung	9
9.1 Probenvorbereitung	9
9.2 Messung	9
10 Auswertung	9
11 Angabe der Ergebnisse	10
12 Präzision	10
12.1 Allgemeines	10
12.2 Wiederholbarkeit	10
12.3 Vergleichbarkeit	10
13 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatogramme	12
Literaturhinweise	18

Bilder

Bild A.1 — Ottokraftstoff mit Hochsieder	12
Bild A.2 — Diesellokraftstoff	13
Bild A.3 — FAME-Anteil mit C ₂₁ -Trennung von FAME-Peakgruppe	14
Bild A.4 — Pflanzenöl-Anteil	15
Bild A.5 — Unterscheidung von Diesellokraftstoff und Hochsiedern durch das charakteristische Profil der n-Alkane des Diesellokraftstoffs	16
Bild A.6 — Integrationsende	17

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiel einer Kalibrierlösung	7
Tabelle 2 — Präzisionsangaben	11

Vorwort

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

Dieses Dokument beschreibt die Bestimmung von Otto- und Dieselmotorenkraftstoffanteile in gebrauchten Motorenölen. Diese umfasst auch Biodieselanteile z. B. Fettsäure-Methylester (FAME), die durch Ottokraftstoff eingetragenen Hochsiederanteile sowie reine Pflanzenölannteile.

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 51454:2015-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich um B10, B20 und B30 sowie paraffinischen Dieselmotorenkraftstoff erweitert;
- b) Begriffe „Dieselmotorenkraftstoff-Anteil“ und „FAME-Anteil“ aktualisiert;
- c) Begriffe „Hochsieder-Anteil“ und „Integrationsende“ neu aufgenommen;
- d) Octan dem Beispiel einer Kalibrierlösung hinzugefügt;
- e) Beispiel-Chromatogramme aktualisiert;
- f) Prüfbericht ergänzt;
- g) Verweisungen aktualisiert und Dokument redaktionell überarbeitet.

Gegenüber DIN 51454:2022-06 wurden folgende Korrekturen vorgenommen:

- a) Korrektur der Gleichungen in 12.3 Vergleichbarkeit in Tabelle 2.

Frühere Ausgaben

DIN 51454: 2015-06, 2015-10, 2022-06

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), Fettsäure-Methylester (DIN EN 14214), Pflanzenöl (DIN 51623), B10 (DIN EN 16734), B20 und B30 (DIN EN 16709), paraffinischer Diesellokraftstoff (DIN EN 15940). Gasförmige Kraftstoffe werden nicht berücksichtigt, ebenso wenig hoch alkoholhaltige Kraftstoffe, wie z. B. E85 (DIN EN 15293).

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 Siedende des Kraftstoffs mit dem Siedebeginn des Motorenöls stark überlappen kann. Auf einen „variablen Cutpoint“, welcher eine genauere Bestimmung des Dieselteils zulassen würde, wird verzichtet, da dazu der verwendete Diesellokraftstoff und das eingesetzte, ungebrauchte Motorenöl zur Kalibrierung zur Verfügung stehen müssten.

In der Bestimmung von hoch siedenden Komponenten in Gebrauchtölen werden diejenigen Komponenten erfasst, deren Siedepunkte zwischen denen der Ottokraftstoff- und der Motorenölkompnenten liegen.

Die Bestimmung des Fettsäure-Methylester-Anteils (FAME, Biodiesel) wird durch gegebenenfalls vorhandenen Diesellokraftstoff erschwert. Eine reproduzierbare Bestimmung ist nur möglich, wenn die FAME-Peak-Gruppe sich von den n-Alkanen des Diesellokraftstoffes optisch eindeutig unterscheiden lässt.

ANMERKUNG 1 Für diese Bestimmung ist eine ausreichend hohe Trennleistung der Säule (siehe 8.2) erforderlich.

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 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 werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 51435, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Bestimmung des Siedeverlaufs — Gaschromatographisches Verfahren*

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

DIN 51623, *Kraftstoffe für pflanzenöлтаugliche Motoren — Pflanzenölkraftstoff — Anforderungen und Prüfverfahren*

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

DIN EN 15293, *Kraftstoffe — Ethanolkraftstoff (E85) — Anforderungen und Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4259:2006-10, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:2006); Deutsche Fassung EN ISO 4259:2006*¹

3 Begriffe

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

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Cutpoint

Temperatur, welche die Flächenabschnitte der Kraftstoffbestandteile und die des Gebrauchtsöls im Chromatogramm voneinander trennt

3.2

Ottokraftstoff-Anteil

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.1.

3.3

Dieselmkraftstoff-Anteil

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.2.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es wird empfohlen, in Ergebnisberichten eindeutig den FAME-Anteil und den Dieselmkraftstoffgehalt (ohne FAME) einzeln auszuweisen. Dieselmkraftstoff- und FAME-Anteil können in Summe als Gesamtdieselmkraftstoff-Anteil extra ausgewiesen werden.

3.4

FAME-Anteil

Flächenanteil der FAME-Peak-Gruppe (C_{18} -Peaks) aus der simulierten Destillation im Bereich von 345 °C bis 365 °C, die als Aufsetzer-Peaks durch Valley-to-Valley-Integration integriert werden

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.

1 Zurückgezogen und ersetzt durch DIN EN ISO 4259-1:2021-05 und DIN EN ISO 4259-2:2020-02. Die in diesem Dokument angegebenen Präzisionsangaben beziehen sich auf einen Ringversuch nach DIN EN ISO 4259:2006-10.

3.6

Hochsieder-Anteil

Flächenanteil der Siedekurve aus der simulierten Destillation, welcher nach dem Siedepunkt (Peakspitze) von Tetradecan $C_{14}H_{30}$ (254 °C) bis zum Siedepunkt (Peakspitze) von Eicosan $C_{20}H_{42}$ (344 °C) auftritt

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.1.

3.7

Integrationsende

Schnittpunkt von Blindprobe mit Kalibrier-, Kontroll- bzw. Analysenprobe im Chromatogramm der Gebrauchtölprobe

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild A.6.

4 Kurzbeschreibung

Die bei Zimmertemperatur homogenisierte Analysenprobe (etwa 10 s von Hand schütteln) wird mit Lösemittel verdünnt und in einen Gaschromatographen injiziert. Auf einer unpolaren Kapillarsäule werden die Kohlenwasserstoffe weitgehend nach Siedepunkten aufgetrennt. Die aufgetrennten Substanzen treten in einem zeitlichen Nacheinander aus der Säule aus und treffen mit dem Trägergas auf den Detektor. Dort werden 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 des Motorenöls im Wesentlichen gleich ist. Da biogene Kraftstoffkomponenten eine deutlich geringere Anzeigeempfindlichkeit des Detektors aufweisen als reine Kohlenwasserstoffe, muss der Kalibrierfaktor durch eine externe Kalibration bestimmt werden.

Die Berechnung des basislinienkorrigierten Gaschromatogramms erfolgt nach DIN 51435.

5 Reagenzien

5.1 Schwefelkohlenstoff, Reinheit mindestens 99,7 % (V/V).

5.2 Tetradecan (C_{14} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.3 Hexadecan (C_{16} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.4 Octadecan (C_{18} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.5 Eicosan (C_{20} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.6 Tetratetracontan (C_{44} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.7 Hexacontan (C_{60} -Alkan), Reinheit mindestens 97 % (m/m).

5.8 FAME, nach DIN EN 14214.

5.9 Pflanzenöl, nach DIN 51623.

5.10 Lösemittel, Schwefelkohlenstoff, n-Pentan, Cyclohexan oder jedes andere Lösemittel, bei dem keine Überlagerung mit dem Probenchromatogramm erkennbar ist, Reinheit mindestens 99,8 % (V/V).