

	Flüssige Mineralölerzeugnisse Unverbleite Ottokraftstoffe Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromatographie mit Säulenschaltung Deutsche Fassung EN 13132:2000	DIN EN 13132
ICS 75.160.20 Liquid petroleum products – Unleaded petrol – Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content by gas chromatography using column switching; German version EN 13132:2000 Produits pétroliers liquides – Essence sans plomb – Détermination des composés oxygénés organiques et de la teneur total en oxygène organique par chromatographie en phase gazeuse avec commutation de colonnes; Version allemande EN 13132:2000 Nationales Vorwort Die Europäische Norm wurde im Komitee CEN/TC 19 „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NMP 614 „Chromatographische Analyse“ in Zusammenarbeit mit dem Arbeitsausschuss NMP 642 „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich. Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen oder anderen Unterlagen hingewiesen: EN ISO 3170 siehe DIN EN ISO 3170, DIN 51750-1 und DIN 51750-2 EN ISO 3171 siehe DIN EN ISO 3171 EN ISO 3675 siehe DIN EN ISO 3675 EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696 Fortsetzung Seite 2 und 16 Seiten EN Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP		
 Documents Document Sharing Hub		

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse – Manuelle Probenahme (ISO 3170:1988 einschließlich Änderung 1:1998); Deutsche Fassung EN ISO 3170:1998.*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse – Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171:1988); Deutsche Fassung EN ISO 3171:1999.*

DIN EN ISO 3675, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse – Bestimmung der Dichte im Labor – Aräometer-Verfahren (ISO 3675:1998); Deutsche Fassung EN ISO 3675:1998.*

DIN EN ISO 3838, *Rohöl und flüssige oder feste Mineralölerzeugnisse – Bestimmung der Dichte oder der relativen Dichte – Verfahren mittels Pyknometer mit Kapillarstopfen und Bikapillar-Pyknometer mit Skale (ISO 3838:1983); Deutsche Fassung EN ISO 3838:1995.*

DIN EN ISO 12185, *Rohöl und Mineralölerzeugnisse – Bestimmung der Dichte – U-Rohr-Oszillationsverfahren (ISO 12185:1996); Deutsche Fassung EN ISO 12185:1996.*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

Deutsche Fassung

Flüssige Mineralölerzeugnisse
Unverbleite Ottokraftstoffe

Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromatographie mit Säulenschaltung

Liquid petroleum products – Unleaded petrol –
Determination of organic oxygenate compounds
and total organically bound oxygen content by gas
chromatography using column switching

Produits pétroliers liquides – Essence sans plomb –
Détermination des composés oxygénés organiques
et de la teneur total en oxygène organique par
chromatographie en phase gazeuse
avec commutation de colonnes

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Februar 2000 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	3
3 Prinzip	3
4 Reagenzien und Materialien	3
5 Apparaturen	4
6 Probenahme	5
7 Durchführung	5
8 Berechnung	6
9 Angabe der Ergebnisse	8
10 Präzision	8
11 Prüfbericht	8
Anhang A (normativ) Dichte der organischen sauerstoffhaltigen Komponenten bei 15 °C	9
Anhang B (informativ) Anleitung zur Säulenschalttechnik	14

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom CEN/TC 19 „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NNI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2000, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2000 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Der Anhang A ist normativ, Anhang B ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein gaschromatographisches Verfahren mit Säulenschaltung zur Bestimmung einzelner organischer sauerstoffhaltiger Bestandteile im Bereich zwischen 0,17 % (m/m) und 15 % (m/m) und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff oberhalb 3,7 % (m/m) in unverbleitem Kraftstoff mit einem Siedeendpunkt nicht über 220 °C fest.

ANMERKUNG 1 Der Siedeendpunkt kann mit prEN ISO 3405:1998¹⁾ gemessen werden.

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieser Europäischen Norm werden die Begriffe „% (m/m)“ und „% (V/V)“ verwendet, um den Massenanteil respektive den Volumenanteil darzustellen.

Diese Europäische Norm ist anwendbar zur Bestimmung der sauerstoffhaltigen Bestandteile und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff in unverbleitem Kraftstoff in Übereinstimmung mit den relevanten EU-Richtlinien.²⁾

1) prEN ISO 3405:1998, Petroleum products – Determination of distillation characteristics at atmosphere pressure (ISO/DIS 3405:1998).

2) Directive 85/210/EEC, Concil Directive on the approximation of the law of the Member States concerning the lead content of petrol. EU Directive 85/536/EEC, Concil Directive on crude-oil savings through the use of substitute fuel components in petrol.

WARNHINWEIS Die Anwendung dieser Norm kann verbunden sein mit gefährlichen Materialien, Verfahrensweisen und Geräten. Es ist nicht Zweck dieser Norm, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortlichkeit des Anwenders dieser Norm, vorab angemessene Vorkehrungen hinsichtlich Sicherheit und Gesundheit zu treffen und die Anwendung regulatorischer Einschränkungen zu bestimmen.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische 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 dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN ISO 3170, *Petroleum liquids – Manual sampling (ISO 3170:1988, including Amendment 1:1998)*.

EN ISO 3171, *Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling (ISO 3171:1988)*.

EN ISO 3675, *Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method (ISO 3675:1998)*.

EN ISO 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696:1987)*.

EN ISO 3838, *Crude petroleum and liquid or solid petroleum products – Determination of density or relative density – Capillary-stoppered pycnometer and graduated bicapillary pycnometer methods (ISO 3838:1983)*.

EN ISO 12185, *Crude petroleum and petroleum products – Determination of density – Oscillating U-tube method (ISO 12185:1996)*.

3 Prinzip

Sauerstoffhaltige Bestandteile werden mit Hilfe einer ersten Kapillarsäule von der Probe isoliert. In einer zweiten Kapillarsäule werden die sauerstoffhaltigen organischen Bestandteile voneinander getrennt und einzeln mit einem Flammenionisations-Detektor nachgewiesen.

ANMERKUNG Eine Anleitung zur Säulenschalt-Technik wird in Anhang B gegeben.

4 Reagenzien und Materialien

Zu verwenden sind ausschließlich Reagenzien mit für Analysezwecke anerkanntem Reinheitsgrad und Wasser entsprechend Klasse 3 der EN ISO 3696.

4.1 Trägergas

Wasserstoff, Helium oder Stickstoff, frei von Kohlenwasserstoffen.

WARNHINWEIS Wasserstoff ist explosiv, wenn ein Gemisch mit Luft bei Konzentrationen etwa zwischen 4 % (V/V) und 75 % (V/V) entsteht. Alle wasserstoffführenden Verbindungsstücke und Nahtstellen müssen deshalb gasdicht gemacht werden, um zu verhindern, dass Wasserstoff in einen engen Raum entweicht.

4.2 Reagenzien zur Vorbereitung der Kalibrationsproben

Die Reagenzien müssen zu nicht weniger als 99 % (m/m) rein sein.

Kalibrationsproben können Kombinationen der folgenden Reagenzien sein:

- Methanol [CH₃OH] [Methylalkohol; MeOH];
- Ethanol [CH₃CH₂OH] [Ethylalkohol; EtOH];
- Propan-1-ol [CH₃CH₂CH₂OH] [Propylalkohol; NPA];
- Propan-2-ol [(CH₃)₂CH OH] [iso-Propylalkohol; IPA];
- Butan-1-ol [CH₃(CH₂)₃OH] [Butylalkohol; NBA];
- Butan-2-ol [CH₃CH(OH)CH₂CH₃] [*sec*-Butylalkohol; SBA];
- 2-Methylpropan-2-ol [(CH₃)₃COH] [*tert*-Butylalkohol; TBA];
- 2-Methylpropan-1-ol [(CH₃)₂CHCH₂OH] [iso-Butylalkohol; IBA];
- Pentan-2-ol [CH₃CH(OH)CH₂CH₂CH₃] [*sec*-Amylalkohol; SAA];
- *tert*-Butylmethylether [(CH₃)₃CO CH₃] [Methyl-*tert*-butylether; MTBE];

- Methyl-*tert*-pentylether [(CH₃)₂C(OCH₃)CH₂CH₃] [*tert*-Amylmethylether; TAME];
- Ethyl-*tert*-pentylether [(CH₃)₂C(OCH₂CH₃)CH₂CH₃] (Ethyl-*tert*-Amylether; ETAE);
- Aceton [(CH₃)₂CO];
- Butanon [CH₃CH₂CO CH₃] [Methylethylketon; MEK];
- *tert*-Ethylbutylether [(CH₃)₃CO CH₂CH₃] [Ethyl-*tert*-Butylether; ETBE];

4.3 Interne Standards

Verwendet wird eines der in 4.2 aufgeführten Reagenzien. Besteht die Wahrscheinlichkeit, dass alle diese Reagenzien in der zu prüfenden Probe vorhanden sind, so ist ein anderer organischer sauerstoffhaltiger Bestandteil mit gleicher Reinheit und ähnlicher Flüchtigkeit zu verwenden.

4.4 Kraftstoff, der weder organische sauerstoffhaltige Bestandteile noch *n*-Heptan enthält

Kraftstoff, welcher daraufhin untersucht wurde, dass er keinerlei mit Hilfe dieses Verfahrens nachweisbaren organischen sauerstoffhaltigen Bestandteile oder *n*-Heptan enthält.

5 Apparaturen

Übliche Laborappaturen und -gläser, in Verbindung mit Folgendem:

5.1 Gaschromatographischer Aufbau

5.1.1 Gaschromatograph, mit einer Vorrichtung zur Säulenschaltung versehen, ausgestattet mit einer programmierbaren Ofentemperatur-Kontrolle, oder Kontrollen im Falle eines Gaschromatographs mit Doppelofen, sowie einem Flammenionisations-Detektor (FID).

ANMERKUNG Empfohlen wird die Verwendung eines Systems, welches von der Probeninjektionsstelle bis zum Detektor-System ganz aus Glas besteht, da Kraftstoff organische sauerstoffhaltige Bestandteile enthalten kann, die bei Systemen mit Metallteilen zu Korrosion und Veränderungen der Retentionszeiten führen können.

5.1.2 Zwei Kapillarsäulen

ANMERKUNG Empfohlene Säulen werden in Anhang B beschrieben.

Die Säulen müssen mit einer geeigneten Phase beschichtet sein, so dass die geforderte Auflösung zwischen den einzelnen Komponenten sowie zwischen den Komponenten und der zu bestimmenden Matrix nach Elution aus der zweiten Säule mindestens 1 beträgt.

Die Auflösung, R , zwischen den Peaks A und B (siehe Bild 1) muss wie folgt berechnet werden:

$$R = 1,18 \frac{t'_B - t'_A}{w_A + w_B} \quad (1)$$

Dabei ist:

t'_A die Retentionszeit von Komponente A in s;

t'_B die Retentionszeit von Komponente B in s;

w_A die Peakfläche auf halber Höhe von Komponente A in s;

w_B die Peakfläche auf halber Höhe von Komponente B in s;

1,18 ist ein Faktor ausgehend von einer Peak-Auflösungs-Gleichung bezeichnet.

5.1.3 Gerät zur Kontrolle des Trägergas-Flusses

5.1.4 Schreiber und/oder Integrator

Ein Verstärker und potentiometrischer Schreiber oder Integrator oder Datenverarbeitungssysteme, die Bereichswerte in Übereinstimmung mit dem Peakbereich liefern.

5.2 Injektionsgerät

5.3 Probenbehälter, üblicherweise mit einer Kapazität zwischen 10 ml und 100 ml, versehen mit einem selbstschließenden, mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichteten Gummiseptum.