

DIN EN 15199-3

ICS 75.080

Ersatz für
DIN EN 15199-3:2008-09

**Mineralölerzeugnisse –
Gaschromatographische Bestimmung des Siedeverlaufes –
Teil 3: Rohöle;
Deutsche Fassung EN 15199-3:2020**

Petroleum products –
Determination of boiling range distribution by gas chromatography method –
Part 3: Crude oil;
German version EN 15199-3:2020

Produits pétroliers –
Détermination de la répartition dans l'intervalle de distillation par méthode de
chromatographie en phase gazeuse –
Partie 3: Pétrole brut;
Version allemande EN 15199-3:2020

Gesamtumfang 43 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15199-3:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP). 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 EN 15199-3:2008-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Algorithmus zum Zusammenführen der Ergebnisse der Light-End-Analyse und der Simdis-Analyse als informativer Anhang hinzugefügt;
- b) zusätzliche Informationen zur Bestimmung des Siedebeginns (IBP, en: initial boiling point) und des Siedeendes (FBP, en: final boiling point) hinzugefügt.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15199-3: 2008-09

Deutsche Fassung

Mineralölerzeugnisse —
Gaschromatographische Bestimmung des Siedeverlaufes —
Teil 3: Rohöle

Petroleum products —
Determination of boiling range distribution by gas
chromatography method —
Part 3: Crude oil

Produits pétroliers —
Détermination de la répartition dans l'intervalle de
distillation par méthode de chromatographie en phase
gazeuse —
Partie 3: Pétrole brut

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. November 2020 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien und Hilfsmittel	7
6 Prüfgeräte	10
7 Probenahme	12
8 Vorbereitung der Prüfgeräte	12
8.1 Vorbereitung des Gaschromatographen	12
8.2 Überprüfen der Geräteleistung	12
9 Vorbereitung der korrigierten Probe und des Referenzmaterials	12
10 Kalibrierung	13
11 Durchführung	15
12 Sichtprüfung der Chromatogramme	15
12.1 Blindlauf	15
12.2 Referenzmaterial	16
12.3 Probenlauf	16
13 Berechnung	17
14 Angabe der Ergebnisse	17
15 Präzision	17
15.1 Allgemeines	17
15.2 Wiederholbarkeit	17
15.3 Vergleichbarkeit	17
16 Prüfbericht	19
Anhang A (normativ) Berechnungsverfahren	20
Anhang B (informativ) Zusätzliche Anleitung für den Berechnungsalgorithmus	23
Anhang C (normativ) Überprüfung der Geräteleistung	27
Anhang D (normativ) Algorithmus zur Zusammenführung der Ergebnisse der Siedepunktverteilung von EN 15199-3 und EN 15199-4	29
Anhang E (informativ) Siedepunkte von <i>n</i> -Alkanen	39
Literaturhinweise	41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15199-3:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2021 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN 15199-3:2008.

Die wesentlichen Änderungen in dieser Ausgabe sind folgende:

- der Algorithmus zum Zusammenführen der Ergebnisse der Light-End-Analyse und der Simdis-Analyse wurde als informativer Anhang hinzugefügt;
- zusätzliche Informationen zur Bestimmung des Siedebeginns (en: initial boiling point, IBP) und des Siedeendes (en: final boiling point, FBP) wurden hinzugefügt, um den Anwender bei der Verbesserung der Prüfergebnisse zu unterstützen.

EN 15199 besteht aus den folgenden Teilen mit dem allgemeinen Titel *Mineralölerzeugnisse — Gaschromatographische Bestimmung des Siedeverlaufes*:

- Teil 1: *Mitteldestillate und Grundöle*
- Teil 2: *Schweröle und Rückstandsöle*
- Teil 3: *Rohöl*
- Teil 4: *Leichte Fraktionen des Rohöls*

Dieses Dokument beschreibt die Bestimmung des Siedeverlaufes von Stoffen mit einem Siedebeginn (IBP, en: initial boiling point) unterhalb von 100 °C und einem Siedeende (FBP, en: final boiling point) oberhalb von 750 °C. Für die Prüfung von Erzeugnissen mit einem Siedebeginn (IBP) oberhalb von 100 °C und einem Siedeende unterhalb von 750 °C darf Teil 1 der Norm verwendet werden. Für die Prüfung von Erzeugnissen mit einem Siedebeginn oberhalb von 100 °C und einem Siedeende oberhalb von 750 °C darf Teil 2 der Norm verwendet werden. Teil 4 wird zur Bestimmung des Siedeverlaufs von Kohlenwasserstoffen bis zu *n*-Nonan in Rohöl angewendet.

Dieses Dokument ist technisch gleichwertig zu IP 545 [6] und ASTM D 7169 [4].

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Siedeverlaufes in Mineralölerzeugnissen mit Hilfe der Kapillar-Gaschromatographie unter Verwendung eines Flammenionisationsdetektors (FID). Diese Norm ist anwendbar auf Rohöle. Die Bestimmung des Siedeverlaufes und der Wiederfindung kann bis zu C₁₀₀ oder bis zu C₁₂₀ vorgenommen werden.

Es werden zwei Verfahren für die Analyse beschrieben, ein Einzelmodus und ein Dualmodus. Für beide gilt das in Anhang A beschriebene Rechenverfahren.

Bei Verfahren A (oder Einzelmodus) wird der Siedebereich durchgehend bis C₁₀₀ oder C₁₂₀ mittels einer einzigen Analyse ermittelt.

Verfahren B (oder Dualmodus) kombiniert Verfahren A mit der Siedepunktverteilung von C₁ bis zu C₉ unter Anwendung der detaillierten Kohlenwasserstoffanalyse (en: Detailed Hydrocarbon Analysis, DHA) nach EN 15199-4. Die Ergebnisse beider Analysen werden in einer Siedepunktverteilung zusammengeführt.

ANMERKUNG 1 Es gibt keine spezielle Präzisionsangabe für die durch Verfahren B erhaltenen kombinierten Ergebnisse. Für die Präzision des Siedeverlaufs nach Verfahren B gelten die Präzisionsangaben von Verfahren A und EN 15199-4. Für die Ergebnisse nach dem Zusammenführen wurde keine Präzision bestimmt.

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

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor der Anwendung angemessene Maßnahmen im Hinblick auf Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

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).

EN 15199-4, *Mineralölerzeugnisse — Gaschromatographische Bestimmung des Siedeverlaufes — Teil 4: Leichte Fraktionen des Rohöls*

EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170)*

EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

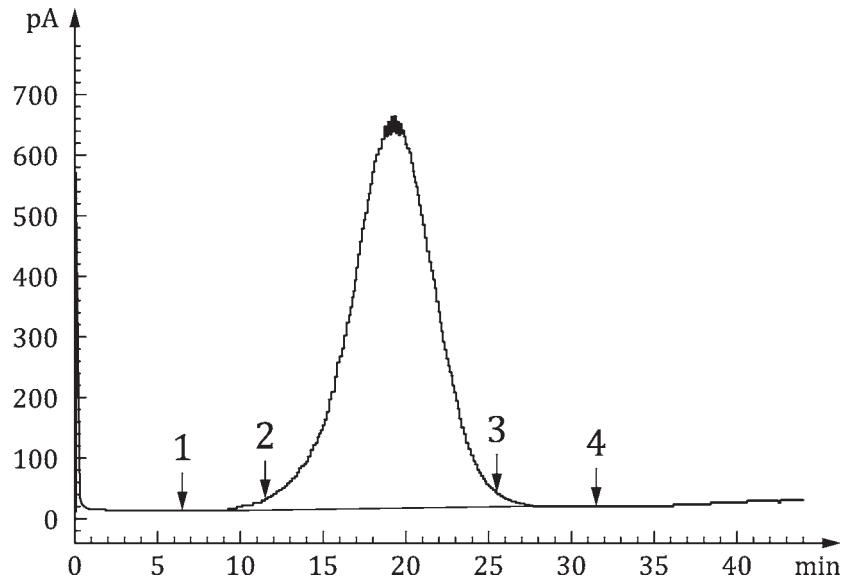
ANMERKUNG: Erklärungen für einige der Begriffe sind in Bild 1 dargestellt.

3.1

Siedebeginn

IBP (en: initial boiling point)

der Retentionszeit entsprechende Temperatur, bei welcher die Nettofläche (3.9) genau 0,5 % der erhaltenen Gesamtfläche der Probe (3.8) des Chromatogramms beträgt (siehe Bild 1)



Legende

- 1 Elutionsbeginn
- 2 Siedebeginn (IBP), 3.1
- 3 Siedeende (FPB), 3.2
- 4 Elutionsende

Bild 1 — Typisches Chromatogramm

3.2

Siedeende

FPB (en: final boiling point)

der Retentionszeit entsprechende Temperatur, bei welcher die Nettofläche (3.9) genau 99,5 % der erhaltenen Gesamtfläche der Probe (3.8) des Chromatogramms beträgt (siehe Bild 1)

Anmerkung 1 zum Begriff: Falls die Wiederfindung weniger als 99,5 % beträgt, wird das Siedeende für diese Wiederfindung mit > 720 °C oder > 750 °C angegeben.

3.3

Flächenabschnitt

Fläche, die durch Integration des chromatographischen Detektorsignals innerhalb eines bestimmten Retentionszeitabschnittes erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Erfassung der Flächenabschnitte werden die Parameter zur Peakerkennung umgangen und das Detektorsignal wird als eine Folge von Flächenabschnitten fester Zeitintervalle aufgezeichnet.

3.4

korrigierter Flächenabschnitt

Flächenabschnitt (3.3), um den Versatz der Basislinie korrigiert durch Subtraktion genau zugehöriger Flächenabschnitte aus der zuvor aufgenommenen Analyse der Nullprobe (keine Probe)

3.5

kumulierte korrigierte Fläche

kumulierte Summe der korrigierten Flächenabschnitte (3.4) vom Analysenbeginn bis zu einer vorgegebenen Retentionszeit, unter Vernachlässigung aller Flächen, die nicht zur Probe gehören, wie z. B. Lösemittel

3.6

Abschnittsbreite

Zeitintervall zur Integration des kontinuierlichen (analogen) chromatographischen Detektorsignals während der Analyse

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Flächenabschnittsrate wird in Sekunden angegeben.

3.7

Abschnittszeit

Analysenzeit für jeden Flächenabschnitt während der chromatographischen Analyse

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Abschnittszeit ist die Zeit am Ende jedes zusammenhängenden Flächenabschnitts.

3.8

Gesamtfläche der Probe

kumulierte, korrigierte Fläche (3.5) vom Anfangspunkt der Fläche bis zum Endpunkt der Fläche, an dem das chromatographische Signal die Basislinie nach Ende der vollständigen Elution der Probe wieder erreicht hat

3.9

Nettofläche

kumulierte Signalfläche für die Probe abzüglich der kumulierten Signalfläche für die Nullprobe

3.10

Wiederfindung

Verhältnis der kumulierten Signalflächen zwischen Probe und Referenzmaterial (externer Standard), korrigiert, falls notwendig, um Verdünnung und Materialgewichte in Verbindung mit dem prozentualen Anteil leichtflüchtiger Bestandteile

4 Kurzbeschreibung

Die Bestimmung des Siedeverlaufes durch Destillation wird durch die Anwendung der Gaschromatographie simuliert. Es wird eine unpolare GC-Kapillarsäule, auf der die Kohlenwasserstoff-Komponenten in der Reihenfolge aufsteigender Siedepunkte getrennt und eluiert werden, verwendet.

Ein Probenanteil wird zunächst zur Herabsetzung der Viskosität mit einem geeigneten Lösemittel verdünnt und in das chromatographische System gegeben. Die Probenverdampfung erfolgt durch separate Beheizung der Injektionsstelle oder in Verbindung mit einer Säulenofenheizung.

Die Säulenofentemperatur wird mit vorgegebener Geschwindigkeit linear erhöht, um die gewünschte Auftrennung der Kohlenwasserstoffe in der Reihenfolge aufsteigender Siedepunkte zu erreichen. Die Elution der Probenbestandteile wird mit einem Flammenionisationsdetektor quantitativ bestimmt. Das Detektorsignal wird in Form von Flächenabschnitten für aufeinander folgende Retentionszeitintervalle über den Analysenverlauf aufgezeichnet.

Die Retentionszeiten von bekannten *n*-Paraffin-Kohlenwasserstoffen, die den Anwendungsbereich dieses Prüfverfahrens umfassen, werden bestimmt und mit ihren Siedepunkttemperaturen verknüpft. Die normierten kumulierten korrigierten Flächen (3.5) der Probe der direkt aufeinander folgenden Zeitabschnitte werden zur Berechnung des Siedeverlaufes herangezogen. Die Siedepunkte für jeden schrittweise aufgefangenen Massenanteil in Prozent der Probe werden anhand der Retentionszeit-Kalibrierung nach Anhang A jeweils für die Wiederfindung (3.10) bei 720 °C (C_{100}) oder bei 750 °C (C_{120}) ermittelt.

ANMERKUNG Weitere Anleitungen für die durchzuführenden Algorithmen sind in Anhang B angegeben.

In diesem Dokument werden zwei Verfahren beschrieben:

- Verfahren A, Einzelmodus: Der Siedebereich kann mittels einer einzigen Analyse ermittelt werden, allerdings mit einem modifizierten (quenchkorrigierten) Detektorsignal für diejenigen Komponenten, die mit dem zur Verdünnung der Probe verwendeten Lösemittel ko-eluierten. Die Berechnung der Quenchkompensation ist in C.5 beschrieben.
- Verfahren B, Dualmodus: Dies ist eine Erweiterung des Verfahrens A, bei welcher die Verfahren A dazu benutzt wird, die Siedepunktverteilung von C_9 bis C_{100} oder C_{120} zu ermitteln. Die Analyse des chromatographischen Startbereiches einer Probe (einschließlich des Bereiches mit der gequenchten Ko-Elution) wird mit einer zweiten Analyse durchgeführt. Diese so genannte detaillierte Kohlenwasserstoffkomponentenanalyse (en: Detailed Hydrocarbon Analysis, DHA) wird verwendet, um die Siedepunktverteilung von C_1 bis C_9 zu bestimmen. Die Ergebnisse aus Verfahren A und der DHA-Bestimmung werden nach den Vorgaben von Anhang D zusammengeführt. Verfahren B verwendet nicht das in C.5 beschriebene Verfahren der Kompensationsrechnung.

Verfahren A (Einzelmodus): eine abgekühlte Anfangs-Säulentemperatur (siehe Tabelle 2) wird bevorzugt verwendet, um die chromatographische Auflösung niedrig siedender Komponenten zu verbessern.

Verfahren B (Dualmodus): eine Anfangs-Säulentemperatur am Analysator gleich der Umgebungstemperatur wird verwendet, während die niedrig siedenden Komponenten (C_1 bis C_9) auf dem DHA-System bestimmt werden.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

Sofern nicht anders festgelegt, dürfen ausschließlich Chemikalien mit anerkannter analytischer Reinheit verwendet werden.

5.1 Stationäre Flüssigphase, eine stationäre Phase aus Methylsilicon für die Säule.

5.2 Trägergase, Helium, Stickstoff oder Wasserstoff mit einer Reinheit von nicht weniger als 99,999 % (V/V); gegebenenfalls vorhandener Sauerstoff ist mit einem chemischen Harz-Filter zu entfernen.

WARNUNG — Die Sicherheitshinweise des Filterherstellers sind zu befolgen.

5.3 Wasserstoff, mit einer für Flammenionisationsdetektoren geeigneten Reinheit.

5.4 Druckluft, mit einer für Flammenionisationsdetektoren geeigneten Regelung.

5.5 Alkane, *n*-Alkane mit einer Reinheit von mindestens 98 % (m/m), von C_5 bis C_{10} , C_{12} , C_{14} , C_{16} , C_{18} , C_{20} , C_{24} und C_{28} zur Verwendung mit Polywax (5.6).

ANMERKUNG Die Kalibriermischung aus ISO 3924 [3] ist ebenfalls geeignet.

5.6 Polywax 655 oder 1 000

5.7 Schwefelkohlenstoff (CS₂), Reinheit mindestens 99,7 % (V/V).

WARNUNG — Hochentzündlich und giftig beim Einatmen.

Zur Bestätigung der Eignung des Schwefelkohlenstoffs als Lösemittel wird empfohlen, dessen Elutionsprofil zu überprüfen (siehe Bild 2).



Bild 2 — Beispiel einer Signalform eines guten (A) und eines schlechten (B) Schwefelkohlenstofflösemittels, erhalten unter kryogenen Bedingungen

5.8 Kalibriermischung

Die Kalibriermischung muss mindestens ein *n*-Alkan, dessen Siedepunkt niedriger ist als der IBP der zu untersuchenden Probe, sowie mindestens ein *n*-Alkan, dessen Siedepunkt nahe der Temperatur ist, an der die Wiederfindung bestimmt wird, enthalten.

Es werden 0,1 g Polywax (5.6) in 7 ml Schwefelkohlenstoff (5.7) gelöst, gegebenenfalls unter leichtem Erwärmen. Eine Mischung mit gleichen Volumenanteilen der Alkane (5.5) wird angesetzt und es werden davon 10 µl zu der Polywax-Lösung zugegeben.

ANMERKUNG 1 Für die Überprüfung der Säulencharakteristik sind handelsübliche Alkan-Standards geeignet.

ANMERKUNG 2 Die Kalibriermischung wird eingesetzt zur Bestimmung der Säulenauflösung, der Schiefe (siehe C.4) des C₂₀-Signals, und zum Aufstellen der Kalibrierkurve (Retentionszeit in Abhängigkeit von den Siedepunkten).

ANMERKUNG 3 Für die ausführliche Kohlenwasserstoffkomponentenanalyse (DHA) des chromatographischen Startbereiches werden die Kalibrierpunkte der Probe oder einer anderen Kalibriermischung genommen.

5.9 Referenzmaterialien (RM)

5.9.1 Ein Referenzmaterial hat zwei Aufgaben:

- Externer Standard: Zur Bestimmung der Wiederfindung von Proben durch Vergleich der Gesamtprobenfläche (3.8) des Referenzmaterials mit der Gesamtprobenfläche der unbekannten Probe (A.9.3);
- Standard zur Siedepunktverteilung: zur regelmäßigen Überprüfung der ordnungsgemäßen Funktion des Systems durch Vergleich der Ergebnisse mit einer bekannten Siedepunktverteilung. Ein typisches Beispiel ist in 5.9.2 beschrieben.

5.9.2 Referenzmaterial 5010, eine Referenzprobe, die von den Laboratorien, die an der Studie zur Erstellung des Verfahrens mitwirkten, analysiert wurde. Konsenswerte für den Siedeverlauf dieser Probe sind in Tabelle 1 angegeben.

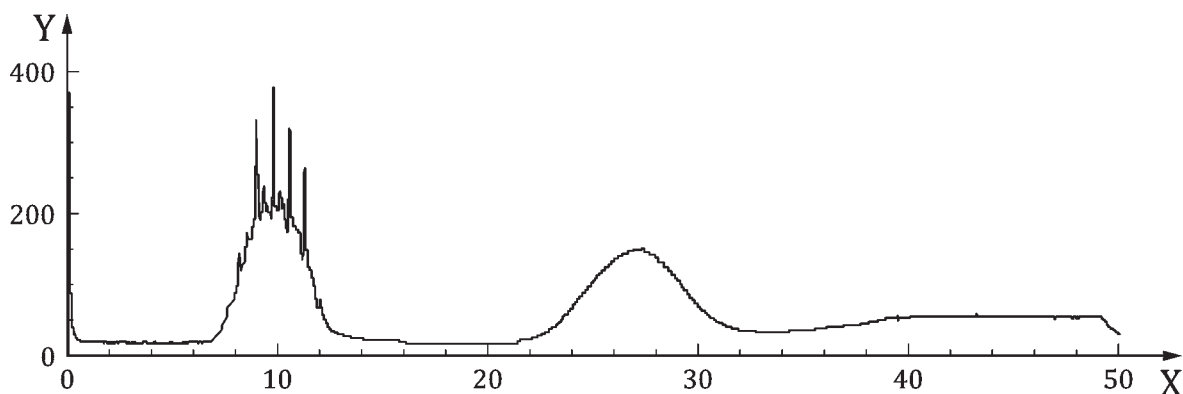
ANMERKUNG Konsenswerte von neueren Chargen können sich von denen in Tabelle 1 unterscheiden; in diesen Fällen wird auf das Probenzertifikat verwiesen.

5.9.3 Cyclohexan (C₆H₁₂) — (99+ % rein) darf an Stelle von CS₂ zur Herstellung der Kalibriermischung verwendet werden.

5.9.4 Binäre gravimetrisch hergestellte Mischung, eine aus zwei Destillat-Fractionen hergestellte Mischung mit Siedebereichen, die eine Basislinie am Beginn des Chromatogramms und eine Basislinie zwischen den beiden Peaks enthält und ein Siedeende aufweist, das möglichst nahe am Ende des Chromatogramms liegt (siehe Bild 3 und B.3). Diese Mischung wird verwendet, um die Signale der zwei Destillat-Fractionen relativ zueinander sowie die Basislinie am Beginn, in der Mitte und am Ende des Chromatogramms zu überprüfen.

Tabelle 1 — Referenzmaterial 5010

Aufgefangen %	Mittelwert °C	Zulässige Abweichung ± °C
IBP	428	9
5	477	3
10	493	3
15	502	3
20	510	3
25	518	4
30	524	4
35	531	4
40	537	4
45	543	4
50	548	5
55	554	4
60	560	4
65	566	4
70	572	4
75	578	5
80	585	4
85	593	4
90	602	4
95	616	4
FBP	655	18



Legende

X Retentionszeit (min)

Y Signal

Bild 3 — Typisches Chromatogramm eines binären gravimetrischen Mischdestillats

6 Prüfgeräte

6.1 Gaschromatograph, mit den folgenden Leistungsmerkmalen.

6.1.1 Flammenionisationsdetektor, der an die Säule angeschlossen ist, damit Kältebrücken vermieden werden. Der Detektor muss in der Lage sein, bei einer Temperatur zu arbeiten, die mindestens der maximalen Säulentemperatur entspricht, die bei diesem Verfahren verwendet wird. Die Kapillarsäule sollte gerade unterhalb der Flammenspitze angeordnet sein, und es wird eine Düsenöffnung von mindestens 0,6 mm empfohlen, um häufiges von Silikonen verursachtes Verstopfen zu vermeiden.

6.1.2 Programmierbare Säulentemperierung, die den Betrieb über einen linear programmierbaren Temperaturbereich wie in Tabelle 2 angegeben ermöglicht.

6.2 Säule

Es ist eine Metallsäule mit 0,53 µm Innendurchmesser, belegt mit Methylsilicon (5.1), zu verwenden.

ANMERKUNG Handelsüblich Säulen mit einer Filmdicke (d_f) = 0,09 µm (für Analysen bis C₁₂₀) und (d_f) = 0,17 µm (für Analysen bis C₁₀₀) haben sich als geeignet erwiesen.

Es wird empfohlen, Säulen mit einer Auflösung, R , von mindestens 2, jedoch nicht mehr als 4 zu verwenden (siehe B.2). Zum Erhalt einer stabilen Basislinie ist für die Säule eine geeignete Ausblutungskompensation zu verwenden. Diese Ausblutungskompensation kann durchgeführt werden, indem ein Ausblutungsprofil, welches vorher unter identischen chromatographischen Bedingungen wie für die Analyse der Probe erstellt worden ist, subtrahiert wird; dabei wird das gleiche Volumen injiziert, wobei das für den Blindlauf und die Probenverdünnung verwendete Lösemittel gleichzeitig aus einer Charge entnommen wird, um durch Verunreinigungen entstehende Unterschiede zu vermeiden.

6.3 Trägergas-Regelung

Der Chromatograph muss in der Lage sein, für den gesamten in der Analyse benutzten Temperaturbereich einen konstanten Trägergasstrom bereitzustellen.

6.4 Mikroliterspritze, mit geeignetem Volumen, wie z. B. 10 µl, für die Aufgabe von 1 µl der Kalibrier Mischung und der Probenanteile.

Die Mikroliterspritze darf sowohl manuell als auch automatisch bedient werden.

Kolbenspritzen mit Nadeln sind nicht zu empfehlen, da sie bei nachfolgenden Analysen einen übermäßigen Übertrag schwerer siedender Probenanteile verursachen.

Tabelle 2 — Typische gaschromatographische Betriebsbedingungen

	PTV-Injektor [temperaturprogram- mierbaren Verdampfungsmodul (PTV, en: programmable temperature vaporizer)]	COC-Injektor [kalte On-Column-Injektion (COC, en: cold on- column)]
Säulenlänge, m	5	5
Säulen-Innendurchmesser, mm	0,53	0,53
Säulenmaterial	nichtrostender Stahl	nichtrostender Stahl
stationäre Phase	Methylsilicon	Methylsilicon
Filmdicke, µm	0,09 oder 0,17	0,09 oder 0,17
Anfangs-Säulentemperatur, °C, Verfahren A	–20	–20
Anfangs-Säulentemperatur, °C, Verfahren B	40	40
End-Säulentemperatur, °C	430	430
Temperaturprogramm, °C/min	10	10
Haltezeit, min	5	5
Anfangs-Injektortemperatur, °C	100	Umgebungstemperatur
End-Injektortemperatur, °C	430	kein Sollwert
Temperaturprogramm, °C/min	15	15
Detektortemperatur, °C	430	430
Trärgas	Helium	Helium
Trärgas-Flussrate, ml/min	19	19
Probenmenge, µl	1,0	1,0
Probenkonzentration, % (m/m)	2 % ^a	2 % ^a
^a Siehe Abschnitt 9.		

6.5 Messkolben, 10 ml Fassungsvermögen.

6.6 Kühltisch, empfohlen wird eine explosionsgeschützte Ausführung.

6.7 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann.