

DIN EN 15721

ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN EN 15721:2009-07

**Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff –
Bestimmung von höheren Alkoholen, Methanol und anderen
Verunreinigungen –
Gaschromatographisches Verfahren;
Deutsche Fassung EN 15721:2013**

Ethanol as a blending component for petrol –
Determination of higher alcohols, methanol and other impurities –
Gas chromatographic method;
German version EN 15721:2013

Éthanol comme base de mélange à l'essence –
Détermination de la teneur en alcools supérieurs, méthanol et autres impuretés –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande EN 15721:2013

Gesamtumfang 23 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15721:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 062-06-32-04 UA, Spiegelausschuss zur CEN/TC 19 TF „Analytik und Spezifikation von Ethanol und E85“ und ISO/TC 28/SC 7/WG 4 im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15721:2009-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Verfahren wurde vereinfacht und auf die Bestimmung von höheren Alkoholen nach DIN EN 15376 (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol, 3-Methylbutan-1-ol, Methanol) eingegrenzt; die Angabe der übrigen Alkoholkomponenten erfolgt aufsummiert als Verunreinigung;
- b) die Überprüfung der Responsefaktoren sowie die aufgeführten Beispiele für Responsefaktoren wurden gestrichen.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15721: 2009-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

Deutsche Fassung

Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente
in Ottokraftstoff —
Bestimmung von höheren Alkoholen, Methanol und anderen
Verunreinigungen —
Gaschromatographisches Verfahren

Ethanol as a blending component for petrol —
Determination of higher alcohols, methanol and other
impurities —
Gas chromatographic method

Éthanol comme base de mélange à l'essence —
Détermination de la teneur en alcools supérieurs, méthanol
et autres impuretés —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 12. Juli 2013 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 des CEN-CENELEC 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, 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

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien und Materialien	5
5 Geräte.....	6
5.1 Gaschromatograph.....	6
5.2 Gaschromatographie-Säule	6
5.3 Analysenwaage	7
5.4 Probenfläschchen	7
6 Probenahme	8
7 Prüfverfahren	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Allgemeine Betrachtungen zur Herstellung und Handhabung von Lösungen	8
7.3 Herstellung der Lösungen für das Verfahren A.....	8
7.4 Herstellung der Lösungen für das Verfahren B.....	9
7.5 Bestimmung	10
8 Berechnung	12
8.1 Gehalt der einzelnen Verbindungen	12
8.2 Berechnung von Gruppengehalten.....	12
8.3 Angabe der Ergebnisse.....	13
9 Präzision	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Wiederholbarkeit.....	13
9.3 Vergleichbarkeit.....	13
10 Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Beispiele von Chromatogrammen	15
Literaturhinweise	21

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15721:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer und biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2014 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15721:2009.

EN 15721:2013 enthält im Vergleich zu EN 15721:2009 die folgenden signifikanten technischen Änderungen: das Verfahren wurde vereinfacht und auf die Bestimmung von höheren Alkoholen nach DIN EN 15376 (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol, 3-Methylbutan-1-ol, Methanol) eingegrenzt. Die Angabe der übrigen Alkoholkomponenten erfolgt aufsummiert als Verunreinigung. Die Überprüfung der Responsefaktoren sowie die aufgeführten Beispiele für Responsefaktoren wurden gestrichen.

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

Einleitung

Dieses Dokument legt ein gaschromatographisches Prüfverfahren (GC) für die Bestimmung mehrerer Verbindungen fest, die in Ethanol vorliegen, das als Blendkomponente für Ottokraftstoffe entsprechend den CEN-Festlegungen zu Ethanol als Blendkomponente in der Norm EN 15376 [1] verwendet wird. Das Prüfverfahren umfasst die qualitative und quantitative GC-Analyse einer Reihe von Molekülen, die dann verschiedenen Klassen („Verunreinigungen“, „Methanol“, „höhere Alkohole“) zugeordnet werden, die wiederum für die Berechnung der festgelegten Werte, wie in EN 15376 gefordert, benötigt werden.

Das im vorliegenden Dokument beschriebene Verfahren wurde von der Arbeitsgruppe 9 des CEN/TC 19 erarbeitet und beruht auf zwei Verfahren ([2] und [3]), die in einer Europäischen Verordnung zu Spirituosen veröffentlicht wurden, und auf anderen international veröffentlichten Analysenverfahren für Spirituosen [4]. Das Verfahren wurde im Hinblick auf die Verwendung des Ethanols in Kraftfahrzeuganwendungen modifiziert.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein gaschromatographisches Verfahren für Ethanol fest, mit dem höhere Alkohole (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol und 3-Methylbutan-1-ol) von 0,1 % (m/m) bis 2,5 % (m/m), Methanol von 0,1 % (m/m) bis 3 % (m/m) und andere Verunreinigungen im Konzentrationsbereich von 0,1 % (m/m) bis 2 % (m/m) bestimmt werden.

Verunreinigungen sind alle Verbindungen, welche nicht der Gruppe der höheren Alkohole oder Methanol zugeordnet werden.

ANMERKUNG 1 In der Europäischen Spezifikation (EN 15376) für Ethanol für den Gebrauch als Blendkomponente ist der Grenzwert für den Ethanolgehalt definiert mit Einbezug des Gehalts an höheren Alkoholen definiert. Der Grenzwert beinhaltet also nicht nur den Ethanolgehalt allein.

Das Verfahren ist auf Grund möglicher Störungen nicht für Proben denaturierten (vergällten) Ethanols anwendbar.

Gegebenenfalls in der Probe vorliegendes Wasser wird bei der Analyse nicht berücksichtigt, da das Signal für Wasser im Chromatogramm nicht sichtbar ist. Deswegen muss zur gegebenenfalls erforderlichen Angabe des Alkoholgehalts in einer Anforderungsnorm das Wasser getrennt bestimmt und berücksichtigt werden.

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieser Europäischen Norm wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz ω der Ausdruck „% (m/m)“ 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).

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Kurzbeschreibung

Die im Anwendungsbereich angegebenen Verbindungen werden durch Direkteinspritzung einer Prüfmenge in ein Gaschromatographensystem (GC-System) bestimmt. Vor der Injektion wird der Probe ein interner Standard zugegeben. Die Verbindungen werden mit geeigneter GC-Ausstattung unter Anwendung von Temperaturprogrammierung getrennt, wobei auch die Option der Anwendung der Flussprogrammierung (Mengenstrom-) bei entsprechender Säule besteht. Die Verbindungen werden mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) nachgewiesen. Die Konzentration jeder Verbindung wird aus den Responsefaktoren (Ansprechfaktoren) bezüglich des internen Standards bestimmt.

Die Responsefaktoren werden bei der Kalibrierung unter denselben chromatographischen Bedingungen wie bei der Analyse der Ethanolproben erhalten.

Es wurden zwei Verfahren („Verfahren A“ und „Verfahren B“) festgelegt, deren Hauptunterschied in der wahlweisen Ausführung eines Arbeitsschrittes zur Verdünnung mit Wasser vor der Analyse besteht. Für beide Varianten wurden in umfangreichen Ringversuchen nachgewiesen, dass sie identische Ergebnisse mit gleicher Präzision liefern.

4 Reagenzien und Materialien

Alle Reagenzien müssen von analytisch anerkannter Reinheit (mindestens 99 %) oder, falls im Handel erhältlich, von höherer Reinheit sein. Sie müssen in geschlossenen dunklen Glasflaschen aufbewahrt werden und können für längere Zeit verwendet werden. Andere interne Standards dürfen ebenfalls verwendet werden, wenn ausreichend Sicherheit besteht, dass sich deren GC-Signale nicht mit den anderen Signalen im Chromatogramm überlagern.