

DIN EN 1601



ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN EN 1601:1997-10

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Unverbleite Ottokraftstoffe –
Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des
Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff mittels
Gaschromatographie (O-FID);
Deutsche Fassung EN 1601:2014**

Liquid petroleum products –
Unleaded petrol –
Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen
content by gas chromatography (O-FID);
German version EN 1601:2014

Produit pétroliers liquides –
Essence sans plomb –
Détermination des composés oxygénés organiques et de la teneur totale en oxygène
organiquement lié par chromatographie en phase gazeuse (O-FID);
Version allemande EN 1601:2014

Gesamtumfang 21 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 1601:2014) 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 Arbeitsausschuss NA 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1601:1997-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme eines Verdünnungsverfahrens zur Messung eines Gehaltes an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). In diesem Verfahren nach Abschnitt 9 wird die Probe mit einem sauerstofffreien Ottokraftstoff verdünnt (1:1 Masse/Masse oder 1:2 Masse/Masse), und zwar vor der Zugabe des inneren Standards und der Analyse. Präzisionsdaten wurden hierfür noch nicht ermittelt;
- b) die früheren Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt deckten den Bereich von 1,5 % (*m/m*) bis 3,0 % (*m/m*) ab. Die Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt wurden auf Grundlage von Ringversuchsergebnissen von 2005 bis 2011, zu beziehen beim DIN-FAM, Deutschland, für den Bereich von 2,1 % (*m/m*) bis 3,9 % (*m/m*) aktualisiert;
- c) Der Anwendungsbereich der Prüfmethode wurde aktualisiert, um Ottokraftstoffe mit höherem Gesamtsauerstoffgehalt und höherem Anteil an sauerstoffhaltigen Verbindungen als in der früheren Ausgabe erwähnt, miteinzubeziehen. Die Prüfmethode ist nun anwendbar auf Kraftstoffe mit einem Gesamtsauerstoffanteil bis 3,9 % (*m/m*) und/oder mit einem Anteil an einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). Ein solcher Kraftstoff ist in EN 228 spezifiziert. Für diese Methode wurden bisher keine Präzisionsdaten bestimmt und demzufolge wurden die Präzisionsdaten auch für Gehalte an einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindungen, die im Bereich von 0,17 % (*m/m*) und höher als 15 % (*m/m*) liegen nicht aktualisiert und nicht über 15 % (*m/m*) erweitert, um zum Beispiel den Ethanol-Kraftstoff (E85) im Anwendungsbereich aufzunehmen.
- d) Weglassen des ursprünglichen Anhangs A mit den Dichten sauerstoffhaltiger Verbindungen und Aufnahme einer Reihe von ihnen in Tabelle 1;
- e) aktualisierte Chromatogramme und verbesserte Beschreibung von gaschromatographischen Geräten mit Aufnahme einer schematischen O-FID Gerätekonfiguration im neuen Anhang A.

Frühere Ausgaben:

DIN 51413-7: 1990-05
DIN EN 1601: 1997-10

Deutsche Fassung

Flüssige Mineralölerzeugnisse —
Unverbleite Ottokraftstoffe —
Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und
des Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff mittels
Gaschromatographie (O-FID)

Liquid petroleum products —
Unleaded petrol —
Determination of organic oxygenate compounds and total
organically bound oxygen content by gas chromatography
(O-FID)

Produit pétroliers liquides —
Essence sans plomb —
Détermination des composés oxygénés organiques et de la
teneur totale en oxygène organiquement lié par
chromatographie en phase gazeuse (O-FID)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. Januar 2014 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

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

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien und Werkstoffe.....	5
4.1 Gase	5
4.2 Reagenzien für die Herstellung von Kalibriermischungen	5
4.3 Interne Standards	6
4.4 Ottokraftstoff ohne sauerstoffhaltige organische Verbindungen	6
5 Prüfeinrichtung	6
5.1 Gaschromatische Prüfeinrichtungen	6
5.2 Andere Geräte	7
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
7.1 Vorbereitung des Prüfgerätes	7
7.2 Kalibrierung	8
7.3 Bestimmung der Dichte der Probe.....	8
7.4 Vorbereitung der Analysenprobe.....	9
7.5 Aufgabe des Probenteils.....	9
7.6 Prüfung des Chromatogramms	9
8 Berechnung	9
8.1 Berechnung der Masse jeder Komponente in der Probe	9
8.2 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Massenanteil in Prozent	10
8.3 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Volumenanteil in Prozent	10
9 Verfahren zur Bestimmung eines höheren Gehalts an sauerstoffhaltigen Verbindungen	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Verdünnung der Probe	11
9.3 Vorbereitung der Probe D für die Analyse	12
9.4 Analyse der Probe D.....	12
9.5 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	12
9.5.1 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe D als Massenanteil in Prozent.....	12
9.5.2 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe als Massenanteil in Prozent	12
9.5.3 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe als Volumenanteil in Prozent	12
10 Gesamtgehalt an organisch gebundenem Sauerstoff	13
11 Angabe der Ergebnisse.....	13
12 Präzision	13
12.1 Allgemeines	13
12.2 Wiederholbarkeit, r	13
12.3 Vergleichbarkeit, R	14
13 Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Erläuterung der sauerstoffselektiven Messtechnik (O-FID)	15
A.1 Beschreibung	15
A.2 Zusammenfassung der Analysenbedingungen.....	16
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (EN 1601:2014) 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 gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 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 1601:1997.

Die signifikanten Änderungen im Vergleich zur früheren Ausgabe sind:

- Aufnahme eines Verdünnungsverfahrens zur Messung eines Gehaltes an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). In diesem Verfahren nach Abschnitt 9 wird die Probe mit einem sauerstofffreien Ottokraftstoff verdünnt (1:1 Masse/Masse oder 1:2 Masse/Masse), und zwar vor der Zugabe des internen Standards und der Analyse. Präzisionsdaten wurden hierfür noch nicht ermittelt.
- Die früheren Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt deckten den Bereich von 1,5 % (*m/m*) bis 3,0 % (*m/m*) ab. Die Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt wurden auf Grundlage von Ringversuchsergebnissen von 2005 bis 2011, zu beziehen beim DIN-FAM, Deutschland, für den Bereich von 2,1 % (*m/m*) bis 3,9 % (*m/m*) aktualisiert.
- Der Anwendungsbereich der Prüfmethode wurde aktualisiert, um Ottokraftstoffe mit höherem Gesamtsauerstoffgehalt und höherem Anteil an sauerstoffhaltigen Verbindungen als in der früheren Ausgabe erwähnt, miteinzubeziehen. Die Prüfmethode ist nun anwendbar auf Kraftstoffe mit einem Gesamtsauerstoffanteil bis 3,9 % (*m/m*) und/oder mit einem Anteil an einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). Ein solcher Kraftstoff ist in EN 228 [1] spezifiziert. Für diese Methode wurden bisher keine Präzisionsdaten bestimmt und demzufolge wurden die Präzisionsdaten auch für Gehalte an einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindungen, die im Bereich von 0,17 % (*m/m*) und höher als 15 % (*m/m*) liegen nicht aktualisiert und nicht über 15 % (*m/m*) erweitert, um zum Beispiel den Ethanol-Kraftstoff (E85) im Anwendungsbereich aufzunehmen.
- Weglassen des ursprünglichen Anhangs A mit den Dichten sauerstoffhaltiger Verbindungen und Aufnahme einer Reihe von ihnen in Tabelle 1.
- Aktualisierte Chromatogramme und verbesserte Beschreibung von gaschromatographischen Geräten mit Aufnahme einer schematischen O-FID Gerätekonfiguration im neuen Anhang A.

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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein direktes (ohne Verdünnung) gaschromatographisches Analysenverfahren zur quantitativen Bestimmung sauerstoffhaltiger Verbindungen im Bereich 0,17 % (m/m) bis 15 % (m/m) und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff bis 3,9 % (m/m) in unverbleiten Ottokraftstoffen mit einem Siedepunkt nicht über 220 °C fest.

Für Proben, deren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (m/m) ist, ist ein Verfahren mit der Verdünnung der Probe vor der Analyse gegeben.

ANMERKUNG 1 Präzisionsdaten für einen höheren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen als 15 % (m/m) sind nicht verfügbar (siehe Vorwort).

ANMERKUNG 2 Für den Zweck dieser Europäischen Norm werden Massenanteil, μ , und Volumenanteil, φ , durch die Begriffe % (m/m) und % (V/V) ausgedrückt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Europäische Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

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

EN ISO 3675, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte im Labor — Aräometer-Verfahren (ISO 3675)*

EN ISO 3838, *Rohöl und flüssige oder feste Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte oder der relativen Dichte — Verfahren mittels Pyknometer mit Kapillarsstopfen und Bikapillar-Pyknometer mit Skala (ISO 3838)*

EN ISO 12185, *Rohöl und Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte — U-Rohr-Oszillationsverfahren (ISO 12185)*

3 Kurzbeschreibung

Nach Auftrennung durch eine Kapillarsäule werden die sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen durch einen thermisch arbeitenden Crackreaktor selektiv in Kohlenstoffmonoxid, Wasserstoff und Kohlenstoff umgewandelt.

In einem Hydrierreaktor wird anschließend das Kohlenstoffmonoxid zu Methan konvertiert, welches dann in einem Flammenionisationsdetektor (FID) ein Messsignal erzeugt.

ANMERKUNG Ein Leitfaden zur sauerstoffselektiven Messtechnik (O-FID) ist im Anhang A gegeben.

4 Reagenzien und Werkstoffe

4.1 Gase

4.1.1 Trägergase, Helium oder Stickstoff, frei von Kohlenwasserstoffen, Sauerstoff und Wasser.

Wenige Prozent des Wasserstoffs (verwendet als Hilfgas) müssen mit dem Trärgas gemischt werden (siehe Bild A.1). Wasserstoff darf nicht als Trärgas benutzt werden, weil es mit der Crackreaktion interferiert.

WICHTIG — Es ist wichtig Sauerstoff im Trärgas zu minimieren. Um die Untergrundsignale zu reduzieren, ist es entscheidend Sauerstoff- und Feuchtefilter zu verwenden.

4.1.2 Detektorgase, Wasserstoff und Luft, die für den Flammenionisationsdetektor geeignet sind.

WARNUNG — Wasserstoff ist explosiv, wenn es mit Luft bei einer Volumenkonzentration von etwa 4 % (V/V) bis 75 % (V/V) gemischt wird. Alle Verbindungen und Leitungen mit Wasserstoff müssen gasdicht sein, um ein Ausströmen von Wasserstoff in einen geschlossenen Raum zu verhindern.

4.1.3 Crackreaktorgase, Helium oder Stickstoff zum Spülen um die Platin/Rhodium-Elemente zu schützen (siehe Bild A.1).

4.2 Reagenzien für die Herstellung von Kalibriermischungen

Es dürfen nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit benutzt werden. Der Reinheitsgrad der Reagenzien darf nicht niedriger als 99,0 % (*m/m*) sein.

Kalibriermischungen sollten aus folgenden Reagenzien zusammengestellt werden:

- 4.2.1** Methanol (MeOH);
- 4.2.2** Ethanol (EtOH);
- 4.2.3** Propan-1-ol (NPA);
- 4.2.4** Propan-2-ol (IPA);
- 4.2.5** Butan-1-ol (NBA);
- 4.2.6** Butan-2-ol (SBA);
- 4.2.7** 2-Methylpropan-2-ol (TBA);
- 4.2.8** 2-Methylpropan-1-ol (IBA);
- 4.2.9** Pentan-2-ol (SAA);
- 4.2.10** *tert*-Butylmethylether (MTBE);
- 4.2.11** Methyl-*tert*-pentylether (TAME);
- 4.2.12** Diisopropylether (DIPE);
- 4.2.13** *tert*-Butylethylether (ETBE);
- 4.2.14** Butan-2-on (MEK);
- 4.2.15** Aceton.