

DIN EN ISO 22854

ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN EN ISO 22854:2014-07

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Kohlenwasserstoffgruppen und der sauerstoffhaltigen
Verbindungen in Ottokraftstoffen und in Ethanolkraftstoff (E85) –
Multidimensionales gaschromatographisches Verfahren (ISO 22854:2016);
Deutsche Fassung EN ISO 22854:2016**

Liquid petroleum products –

Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85) automotive fuel –

Multidimensional gas chromatography method (ISO 22854:2016);

German version EN ISO 22854:2016

Produits pétroliers liquides –

Détermination des groupes d'hydrocarbures et des composés oxygénés de l'essence pour moteurs automobiles et du carburant pour automobiles éthanol (E85) –

Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse (ISO 22854:2016);

Version allemande EN ISO 22854:2016

Gesamtumfang 27 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22854:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“ in Zusammenarbeit mit dem 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 nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3170	siehe DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe DIN EN ISO 3171
ISO 4259	siehe DIN EN ISO 4259

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 22854:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Fehler im Anwendungsbereich bezüglich des Gesamtanteils an Sauerstoff korrigiert.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14517: 2004-12
DIN EN ISO 22854: 2009-01, 2014-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

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

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

Deutsche Fassung

Flüssige Mineralölerzeugnisse —
Bestimmung der Kohlenwasserstoffgruppen und
der sauerstoffhaltigen Verbindungen in Ottokraftstoffen
und in Ethanolkraftstoff (E85) —
Multidimensionales gaschromatographisches Verfahren
(ISO 22854:2016)

Liquid petroleum products —
Determination of hydrocarbon types and oxygenates
in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85)
automotive fuel —
Multidimensional gas chromatography method
(ISO 22854:2016)

Produits pétroliers liquides —
Détermination des groupes d'hydrocarbures
et des composés oxygénés de l'essence pour
moteurs automobiles et du carburant pour
automobiles éthanol (E85) —
Méthode par chromatographie multidimensionnelle
en phase gazeuse
(ISO 22854:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Februar 2016 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
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien und Materialien	8
6 Prüfgerät	9
7 Probenahme	9
8 Durchführung	10
8.1 Vorbereitung	10
8.2 Herstellung der Probe	10
8.2.1 Nur Verfahren B – Verdünnung der Probe	10
8.2.2 Verfahren A und Verfahren B – Kühlung der Probe	10
8.3 Einspritzvolumen der zu prüfenden Probe	10
8.4 Überprüfung des Gerätes und der Prüfbedingungen	10
8.5 Validierung	10
8.6 Vorbereitung der zu prüfenden Probe	11
8.7 Vorbereitung des Gerätes und Prüfbedingungen	11
9 Berechnung	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Berechnung als % (m/m)	11
9.3 Berechnung als % (V/V)	13
9.4 Berechnung des Gesamtsauerstoffgehaltes als % (m/m)	14
9.5 Angabe der Ergebnisse nach Kraftstoffspezifikation	15
10 Angabe der Ergebnisse	15
10.1 Verfahren A	15
10.2 Verfahren B	15
11 Präzision	15
11.1 Allgemeines	15
11.2 Wiederholbarkeit, r	16
11.3 Vergleichbarkeit, R	16
12 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Geräteanforderungen	18
Anhang B (informativ) Beispiele typischer Chromatogramme	20
Literaturhinweise	25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22854:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“ in Zusammenarbeit mit dem 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 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2016 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 ISO 22854:2014.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 22854:2016 wurde vom CEN als EN ISO 22854:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 28, *Petroleum products and related products of synthetic or biological origin*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 22854:2014), welche einen schwerwiegenden Fehler im Anwendungsbereich bezugnehmend zum Sauerstoffgehalt enthielt.

Einleitung

Diese Internationale Norm ist eine geringfügige Aktualisierung der zweiten Ausgabe (ISO 22854:2014), die wiederum eine Überarbeitung zur Erweiterung des Anwendungsbereiches der erste Ausgabe war. Ursprünglich wurde ISO 22854:2008 (und deren Vorgänger EN 14517:2004) zur Bestimmung von gesättigten, olefinischen, aromatischen und sauerstoffhaltigen Kohlenwasserstoffen in Ottokraftstoffen, die den Europäischen Kraftstoffspezifikationen entsprechen, eingesetzt. Kürzlich durchgeführte Ringversuche haben gezeigt, dass der Anwendungsbereich des Verfahrens ohne Änderung auf Ottokraftstoffe mit höheren Sauerstoffgehalten als in der ersten Ausgabe angegeben aktualisiert werden kann, wodurch das Verfahren auch auf Ottokraftstoffe bis einschließlich E10 anwendbar ist.

Ein von CEN organisierter Ringversuch hat ergeben, dass das Verfahren auch auf Kraftstoff mit sehr hohem Ethanolgehalt (auch Ethanolkraftstoff (E85) genannt) angewendet werden kann, vorausgesetzt, dass die Probe mit einer Komponente verdünnt wird, die keine der zu analysierenden Komponenten oder Gruppen von Komponenten störend beeinflusst. Detaillierte Angaben zur Analyse finden sich in 8.2.

Die für Methanol abgeleiteten Präzisionsangaben entsprechen nicht der in dieser Internationalen Norm dargestellten Präzisionsberechnung. Aufgrund der fehlenden Notwendigkeit wurde auf Präzisionsberechnungen für Methanol verzichtet. Falls Methanol in der untersuchten Probe von Ottokraftstoff vorkommt, wird empfohlen, dessen Gehalt mit einem geeigneten Prüfverfahren zu überprüfen, z. B. mit einem der in EN 228 [1] angegebenen Prüfverfahren.

Das in dieser Internationalen Norm beschriebene Prüfverfahren ist mit ASTM D 6839 [2] harmonisiert.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung (GC) von gesättigten, olefinischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen in Ottokraftstoffen und Ethanolkraftstoff (E85) fest. Zusätzlich können die Gehalte an Benzol und sauerstoffhaltigen Verbindungen sowie der Gesamtsauerstoffgehalt bestimmt werden.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments werden die Ausdrücke „% (m/m)“ und „% (V/V)“ verwendet, um den Massenanteil, μ , und den Volumenanteil, φ , auszudrücken.

Diese Internationale Norm definiert zwei Verfahren, A und B.

Verfahren A ist anwendbar für Ottokraftstoffe mit einem Gesamtaromatenanteil bis zu 50 % (V/V), einem Gesamtolefinanteil von etwa 1,5 % (V/V) bis zu 30 % (V/V), einem Anteil an sauerstoffhaltigen Verbindungen von 0,8 % (V/V) bis zu 15 % (V/V), einem Gesamtanteil an Sauerstoff von etwa 1,5 % (m/m) bis etwa 3,7 % (m/m) und einem Anteil an Benzol bis zu 2 % (V/V). Das System kann auch für Ether mit fünf oder mehr Kohlenstoffatomen mit Anteilen bis zu 22 % (V/V) eingesetzt werden, jedoch wurden bis zu diesem Niveau keine Präzisionsdaten ermittelt.

Obwohl dieses Prüfverfahren zur Bestimmung höherer Olefingehalte bis zu 50 % (V/V) angewendet werden kann, wurde die Präzision für Olefine nur im Bereich von etwa 1,5 % (V/V) bis etwa 30 % (V/V) ermittelt.

Obwohl dieses Verfahren speziell für die Analyse von Ottokraftstoffen mit sauerstoffhaltigen Verbindungen entwickelt wurde, kann es auch auf andere Kohlenwasserstoffe mit ähnlichen Siedebereichen wie z. B. Naphthas und Reformate angewendet werden.

ANMERKUNG 2 Für Verfahren A wurden Präzisionsdaten für sauerstoffhaltige Verbindungen für Proben aus Ottokraftstoffen ermittelt, die Ethyl-*tert*-butylether (ETBE), Methyl-*tert*-butylether (MTBE), *tert*-Amyl-methylether (TAME), *iso*-Propanol, *iso*-Butanol, *tert*-Butanol, Methanol und Ethanol enthalten. Für Methanol abgeleitete Präzisionsangaben entsprechen nicht den in dieser Internationalen Norm dargestellten Präzisionsberechnungen. Die Anwendbarkeit dieser Internationalen Norm für die Bestimmung von *n*-Propanol, Aceton und Diisopropylether (DIPE) wurde ebenfalls überprüft. Es wurden jedoch für diese Verbindungen keine Präzisionsdaten bestimmt.

Verfahren B beschreibt das Verfahren zur Analyse von sauerstoffhaltigen Verbindungen (Ethanol, Methanol, Ether, C3 – C5 Alkohole) in ethanolhaltigen Ottokraftstoffen mit einem Ethanolgehalt zwischen 50 % (V/V) und 85 % (V/V). Das Benzin wird mit einer sauerstofffreien Komponente verdünnt, um den Ethanolgehalt vor der GC-Analyse auf einen Wert unter 20 % (V/V) zu senken. Wenn der Ethanolgehalt unbekannt ist, wird empfohlen, eine Verdünnung von 4 : 1 bei der Analyse der Probe zu verwenden.

Die Probe kann einschließlich der Kohlenwasserstoffe vollständig analysiert werden. Präzisionsdaten für die verdünnte Probe sind nur für die Gruppe der Sauerstoffverbindungen vorhanden.

ANMERKUNG 3 Für Verfahren B kann die Präzision für einen Ethanolanteil von etwa 50 % (V/V) bis zu 85 % (V/V) verwendet werden. Für den Ethergehalt können die Präzisionsangaben in Tabelle 6 für Proben verwendet werden, deren Ethergehalt bei mindestens 11 % (V/V) liegt. Für höhere Alkoholgehalte wurden zu wenige Daten erhalten, um eine vollständige Präzisionsangabe abzuleiten; in diesem Fall sind die Werte in Tabelle 6 nur als informativ anzusehen.

ANMERKUNG 4 Bei der Entwicklung dieses Prüfverfahrens wurde der Siedeendpunkt auf 215 °C begrenzt.

ANMERKUNG 5 Es kann eine Überlappung zwischen C9- und C10-Aromaten auftreten. Das Gesamtergebnis ist jedoch korrekt. Isopropylbenzol wird von den C8-Aromaten abgetrennt und mit den anderen C9-Aromaten erfasst.

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).

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

ISO 4259, *Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Kohlenwasserstoffgruppe

Familie von Kohlenwasserstoffen, wie gesättigte Kohlenwasserstoffe, olefinische Kohlenwasserstoffe usw.

3.1.1

gesättigter Kohlenwasserstoff

Gesättigte

Art von Kohlenwasserstoffen mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen, die keine Doppelbindungen aufweisen

BEISPIEL *n*-Paraffine, *iso*-Paraffine, Naphthene und *poly*-Naphthene.

3.1.2

olefinischer Kohlenwasserstoff

Olefin

Art von Kohlenwasserstoffen mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen, die Doppel- oder 3fach-Bindungen aufweisen

BEISPIEL *n*-Olefine, *iso*-Olefine, und cyclische Olefine.

3.1.3

aromatischer Kohlenwasserstoff

Aromat

Art von zyklischen Kohlenwasserstoffen mit abwechselnden Einfach- und Doppelbindungen zwischen den Kohlenstoffatomen im Ringsystem

BEISPIEL Benzol, Toluol und höhere homologe Reihen mit 6 bis 10 Kohlenstoffatomen und Naphthaline mit bis zu 12 Kohlenstoffatomen.

3.2

sauerstoffhaltige Verbindung

Art von Kohlenwasserstoffen, die eine Sauerstoffgruppe enthalten und deren Zugabe nach den aktuellen Kraftstoffspezifikationen gestattet ist

BEISPIEL Alkohole und Ether.

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Abschnitt 1, Anmerkung 2.

3.3

Teilgruppe

TG

eine Kohlenstoffzahl in einer individuellen Gruppe, z. B. eine einzelne Verbindung wie Toluol oder ein Isomerengemisch

BEISPIEL *n*-Butan und *iso*-Butan.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Verfahren A und Verfahren B verwenden die gleiche Trenn- und Analysentechnik. Der Unterschied zwischen den Teilen besteht in der Verdünnung der Probe bei Verfahren B. Das zur Verdünnung eingesetzte Lösemittel wird bei der Integration nicht berücksichtigt. Dies ermöglicht was nach Normierung auf 100 % die Ergebnisangabe für die unverdünnte Probe.