

## DIN EN 14078



ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2024-07-03  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN 14078:2014-09

**Entwurf**

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –  
Bestimmung des Gehaltes an Fettsäuremethylester (FAME) in  
Mitteldestillaten –  
Infrarotspektrometrisches Verfahren;  
Deutsche und Englische Fassung prEN 14078:2024**

Liquid petroleum products –  
Determination of fatty acid methyl ester (FAME) content in middle distillates –  
Infrared spectrometry method;  
German and English version prEN 14078:2024

Produits pétroliers liquides –  
Détermination de la teneur en esters méthyliques d'acides gras (EMAG) des distillats  
moyens –  
Méthode par spectrométrie infrarouge;  
Version allemande et anglaise prEN 14078:2024

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-05-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [stellungnahme@fam-hamburg.de](mailto:stellungnahme@fam-hamburg.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 40 Seiten

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

## Nationales Vorwort

Das Dokument prEN 14078:2024 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 nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-13 AA „Molekülspektrometrie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN ([www.din.de](http://www.din.de)) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

## Änderungen

Gegenüber DIN EN 14078:2014-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Möglichkeit ergänzt, eine Zelle mit Fenstern aus ZnSe zu verwenden;
- b) die in Abschnitt 7.5 beschriebene gravimetrische Verdünnung in volumetrische Verdünnung korrigiert.

Mai 2024

**prEN 14078**

**Flüssige Mineralölerzeugnisse – Bestimmung des Gehaltes an Fettsäuremethylester (FAME) in Mitteldestillaten – Infrarotspektrometrisches Verfahren**

Liquid petroleum products – Determination of fatty acid methyl ester (FAME) content in middle distillates – Infrared spectrometry method

Produits pétroliers liquides – Détermination de la teneur en esters méthyliques d'acides gras (EMAG) des distillats moyens – Méthode par spectrométrie infrarouge

## Inhalt

|                                                                                                                                                                        | Seite |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort . . . . .                                                                                                                                         | 4     |
| 1 Anwendungsbereich . . . . .                                                                                                                                          | 5     |
| 2 Normative Verweisungen . . . . .                                                                                                                                     | 5     |
| 3 Kurzbeschreibung . . . . .                                                                                                                                           | 6     |
| 4 Chemikalien und Hilfsmittel . . . . .                                                                                                                                | 6     |
| 5 Prüfgerät . . . . .                                                                                                                                                  | 6     |
| 6 Probenahme und Probenhandhabung . . . . .                                                                                                                            | 7     |
| 7 Durchführung . . . . .                                                                                                                                               | 7     |
| 7.1 Auswahl und Handhabung der Küvette . . . . .                                                                                                                       | 7     |
| 7.2 Reinigung der Küvetten . . . . .                                                                                                                                   | 7     |
| 7.3 Schichtdickenauswahl . . . . .                                                                                                                                     | 8     |
| 7.3.1 Messbereich A . . . . .                                                                                                                                          | 8     |
| 7.3.2 Messbereich B . . . . .                                                                                                                                          | 8     |
| 7.3.3 Messbereich C . . . . .                                                                                                                                          | 8     |
| 7.4 Kalibrierung . . . . .                                                                                                                                             | 8     |
| 7.4.1 Allgemeine Anweisungen . . . . .                                                                                                                                 | 8     |
| 7.4.2 Herstellung der Kalibrierlösungen . . . . .                                                                                                                      | 8     |
| 7.4.3 Berechnung der Kalibrierfunktion . . . . .                                                                                                                       | 9     |
| 7.5 Vorbereitung der Probe . . . . .                                                                                                                                   | 9     |
| 7.6 Aufzeichnung von Infrarotspektren . . . . .                                                                                                                        | 10    |
| 7.6.1 Allgemeine Anweisungen . . . . .                                                                                                                                 | 10    |
| 7.6.2 Untergrund- und Referenzspektrum . . . . .                                                                                                                       | 10    |
| 7.6.3 Aufzeichnung der Spektren . . . . .                                                                                                                              | 10    |
| 7.6.4 Bestimmung der Extinktion und der korrigierten Extinktion . . . . .                                                                                              | 10    |
| 8 Berechnung . . . . .                                                                                                                                                 | 11    |
| 8.1 Berechnung des FAME-Gehalts in Gramm je Liter (g/l) . . . . .                                                                                                      | 11    |
| 8.2 Umrechnung des FAME-Gehalts von g/l in % (V/V) . . . . .                                                                                                           | 11    |
| 8.3 Korrektur, wenn sich die mittlere Molekülmasse des FAME-Materials in der Probe von der des für die Kalibrierung verwendeten FAME-Materials unterscheidet . . . . . | 11    |
| 9 Angabe der Ergebnisse . . . . .                                                                                                                                      | 13    |
| 10 Präzision . . . . .                                                                                                                                                 | 13    |
| 10.1 Allgemeines . . . . .                                                                                                                                             | 13    |
| 10.2 Wiederholbarkeit, $r$ . . . . .                                                                                                                                   | 13    |
| 10.3 Vergleichbarkeit, $R$ . . . . .                                                                                                                                   | 13    |
| 11 Prüfbericht . . . . .                                                                                                                                               | 13    |
| Anhang A (informativ) Spezifische Einstellungen für die Kalibrierung und die Verdünnung . . . . .                                                                      | 15    |
| Anhang B (informativ) Beispiel für die Berechnung des korrigierten FAME-Gehalts $Y_{\text{corr}}$ . . . . .                                                            | 18    |
| Literaturhinweise . . . . .                                                                                                                                            | 19    |

## Bilder

|                                                                                                                        |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Bild A.1 — Beispiel für ein IR-Spektrum von Dieseldieselkraftstoff (ohne FAME) . . . . .                               | 16 |
| Bild A.2 — Beispiel für ein IR-Spektrum einer Dieseldieselkraftstoffmischung (5 % (V/V) FAME) . . . . .                | 17 |
| Bild A.3 — Absorption nach dem Basislinienverfahren für eine Dieseldieselkraftstoffmischung (4 % (V/V) FAME) . . . . . | 17 |

Tabellen

Tabelle 1 — Präzisionsangaben . . . . . 13

Tabelle A.1 — Schätzwerte für die Auswahl von Schichtdicke und Verdünnungsfaktor . . . . . 15

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14078:2024) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14078:2014 ersetzen.

Dieses Dokument beinhaltet die folgenden wesentlichen technischen Änderungen im Vergleich zu EN 14078:2014:

- die Möglichkeit der Verwendung einer Küvette mit aus ZnSe bestehenden Fenstern wurde ergänzt;
- die in 7.5 beschriebene gravimetrische Verdünnung wurde auf volumetrische Verdünnung berichtigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Fettsäuremethylestern (FAME, en: Fatty Acid Methyl Ester) in Dieselkraftstoff oder Haushaltsheizöl mit Hilfe der Infrarotspektrometrie im mittleren Infrarotbereich fest, und zwar für FAME-Gehalte in den drei folgenden Messbereichen:

- Messbereich A: für FAME-Anteile von etwa 0,05 % (V/V) bis etwa 3 % (V/V);
- Messbereich B: für FAME-Anteile von etwa 3 % (V/V) bis etwa 20 % (V/V);
- Messbereich C: für FAME-Anteile von etwa 20 % (V/V) bis etwa 50 % (V/V).

Höhere FAME-Gehalte können vom Grundsatz her ebenfalls nach entsprechender Verdünnung analysiert werden, jedoch liegen gegenwärtig keine Präzisionsdaten für nicht in den festgelegten Messbereichen liegende Ergebnisse vor.

Das Prüfverfahren ist nachweislich anwendbar auf Proben, deren FAME-Anteil EN 14214 entspricht. Zuverlässige Ergebnisse werden nur dann erhalten, wenn die Proben keine signifikanten Anteile an anderen störenden Komponenten enthalten, insbesondere Ester und andere Carbonylverbindungen, die Absorptionsbanden im für die FAME-Bestimmung benutzten Spektralbereich aufweisen. Wenn solche störenden Komponenten vorhanden sind, wird dieses Prüfverfahren erwartungsgemäß zu hohe Werte ergeben.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Volumenanteils ( $\varphi$ ) einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

ANMERKUNG 2 Für die Umrechnung des FAME-Anteils von Gramm FAME je Liter (g FAME/l) in Volumenanteil wird eine feste Dichte für FAME von 883,0 kg/m<sup>3</sup> 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 der Person, die das Dokument anwendet, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu prüfen.**

## 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 14103:2020, *Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen — Fettsäure-Methylester (FAME) — Bestimmung des Ester-Gehaltes und des Gehaltes an Linolensäure-Methylester*

EN 14214, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Fettsäure-Methylester (FAME) zur Verwendung in Dieselmotoren und als Heizöl — Anforderungen und Prüfverfahren*

EN 14331, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Trennung und Bestimmung von Fettsäure-Methylestern (FAME) aus Mitteldestillaten — Flüssigchromatographie (LC)/Gaschromatographie (GC)*

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

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

### 3 Kurzbeschreibung

Das Absorptionsspektrum im mittleren Infrarotbereich eines Probesteils einer Probe, der bei Bedarf mit FAME-freiem Lösemittel entsprechend verdünnt wird, wird aufgezeichnet. Die Extinktion im Höchstwert der für Ester typischen Absorptionsbande bei  $(1\,745 \pm 5) \text{ cm}^{-1}$  wird gemessen. Sowohl Kalibrierung als auch Auswertung der Daten erfolgen zunächst in Gramm FAME je Liter. Für die Umrechnung von Gramm FAME je Liter (g/l) in die Berichtseinheit „% (V/V)“ wird eine feste Dichte von FAME von  $883,0 \text{ kg/m}^3$  (bei  $15^\circ\text{C}$ ) angenommen.

Es wurden drei Messbereiche (A, B oder C), deren spezifische Einstellungen für Kalibrierung und Verdünnung eingehalten werden müssen, gewählt. Messungen im Messbereich A sollten vorzugsweise ohne Verdünnung und in den Messbereichen B und C bei einer kleineren Küvetten-Schichtdicke sowie mit entsprechender Verdünnung durchgeführt werden. Besonders der untere Bestimmungsbereich von Messbereich A stellt eine Herausforderung dar, für den alle nachfolgenden Einzelheiten ausschließlich nur im Paket, d. h. ohne Auslassungen oder Hinzufügungen einzelner Details einzuhalten sind. Nur so können die in Ringversuchen ermittelten verbesserten Präzisionsdaten des Messbereichs A eingehalten werden.

Der FAME-Gehalt wird auf der Grundlage der am Höchstwert der Absorptionsbande gemessenen Extinktion mit Hilfe einer Kalibrierfunktion berechnet, die durch Messung von Kalibrierlösungen mit bekanntem FAME-Gehalt ermittelt wurde.

Die Genauigkeit der Messergebnisse ist von der bestmöglichen Übereinstimmung der (zur Kettenlänge proportionalen) Molekülmassen zwischen dem für die Kalibrierung verwendeten FAME-Material und dem FAME-Material in der analysierten Probe anhängig. Für ein korrektes Ergebnis wird empfohlen, bei der Kalibrierung (4.1) FAME zu verwenden, deren mittlere Molekülmasse ähnlich der des geprüften Produktes ist. Falls das nicht möglich ist, ist eine Korrektur durchzuführen.

### 4 Chemikalien und Hilfsmittel

**4.1 FAME für die Kalibrierung**, entsprechend den Festlegungen in EN 14214.

**4.2 FAME-freies Mitteldestillat**, als Lösemittel für die Verdünnung und als Referenzmaterial zur Messung des Untergrundspektrums. Insbesondere für den Messbereich A muss ein dem zu untersuchenden Probestyp (Dieselkraftstoff bzw. Haushaltsheizöl) entsprechendes Mitteldestillat benutzt werden, um spektrale Dekompensationen so weit wie möglich zu vermeiden. Als „FAME-frei“ gilt in diesem Zusammenhang ein Mitteldestillat, wenn es im für FAME typischen IR-Signalebereich keine Absorptionsbanden aufweist.

**4.3 Lösemittel**, zur Reinigung, wie z. B. Ethanol, n-Pentan oder Cyclohexan.

### 5 Prüfgerät

**5.1 Infrarotspektrometer**, dispersives oder interferometrisches Gerät, das bei einem Wellenzahlbereich von etwa  $400 \text{ cm}^{-1}$  bis etwa  $4\,000 \text{ cm}^{-1}$  betrieben werden kann, mit einer linearen Absorption im Extinktionsbereich von (0,1 bis 1,1) Extinktionseinheiten und einer Mindestauflösung von  $4 \text{ cm}^{-1}$ .

**5.2 Küvetten (klassische Version, die aus Halter und Fenstermaterial besteht) oder eine beliebige andere Zubehöreinheit für die spektroskopische Transmissions-Analyse von Flüssigkeiten (als Alternative zur klassischen Flüssigkeitsküvette) mit aus KBr, NaCl, ZnSe, KRS-5,  $\text{CaF}_2$  oder  $\text{BaF}_2$  bestehenden Fenstern, mit genau bekannter Schichtdicke**, wobei die weiteren Anweisungen zur Auswahl und Behandlung der Küvetten in Abhängigkeit vom angewendeten Messbereich, wie in 7.1 angegeben, eingehalten werden.

**BEISPIEL** Eine Standard-Lösung mit einer FAME-Konzentration von 3 g/l (0,34 % (V/V)), sollte bei Verwendung einer Küvette mit einer Schichtdicke von 0,5 mm eine Extinktion von etwa 0,4 beim höchsten Peak bei etwa  $1\,745 \text{ cm}^{-1}$  ergeben.

## 6 Probenahme und Probenhandhabung

Die Probenahme muss nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 sowie in Übereinstimmung mit den Anforderungen nationaler Normen oder Vorschriften für die Probenahme des zu prüfenden Produktes durchgeführt werden. Sofern Proben nicht sofort untersucht werden, müssen sie dicht verschlossen und an einem kühlen und dunklen Ort gelagert werden.

## 7 Durchführung

### 7.1 Auswahl und Handhabung der Küvette

Die Küvetten-Schichtdicke (5.2) muss so gewählt werden, dass geeignete Nettosignalintensitäten erhalten werden können (auf mindestens zwei Dezimalstellen; siehe die hervorgehobenen Zellen in Tabelle A.1). Die Signalintensitäten müssen noch im linearen Detektorbereich liegen.

Abhängig vom Messbereich A, B bzw. C müssen spezifische Einstellungen eingehalten werden (siehe Empfehlungen in Tabelle A.1):

- Messbereich A: möglichst hohe Schichtdicke und Messung vorzugsweise ohne Verdünnung;
- Messbereich B: kleinere Schichtdicke und an den zu erwartenden FAME-Gehalt angepasste Verdünnung;
- Messbereich C: kleinere Schichtdicke und eine höhere Verdünnung als bei Messbereich B, die an den zu erwartenden FAME-Gehalt angepasst ist.

Die Schichtdicke muss bekannt sein. Für jede eingesetzte Küvette muss unter Beibehaltung der sonstigen Messparameter für jeden verwendeten Messbereich eine spezifische und individuelle Kalibrierung erfolgen. Der Einsatz von mehreren oder unterschiedlichen Küvetten innerhalb einer Kalibrierung ist nicht zulässig.

Es muss jeweils ein und dieselbe Küvette sowohl für die Kalibrierung als auch für die Proben-Messungen verwendet werden.

Falls wasserempfindliche Küvetten eingesetzt werden, muss die Schichtdicke häufiger überprüft werden. Wenn sich die Schichtdicke geändert hat, muss eine neue Kalibrierung durchgeführt werden.

### 7.2 Reinigung der Küvetten

Nach jeder Messung muss die Küvette mit einem Lösemittel (4.3) gründlich gereinigt werden. Dies ist besonders wichtig nach Messungen von Proben mit hohen FAME-Gehalten und äußerst wichtig bei der Vorbereitung der Messung von Proben mit geringen FAME-Gehalten. Die Küvetten dürfen zur Reinigung auch mehrfach mit FAME-freiem Mitteldestillat (4.2) gespült werden.

In hartnäckigen Fällen darf zur Reinigung (auf keinen Fall aber zur Kalibrierung oder Verdünnung) auch Cyclohexan oder die nachfolgende alternative Reinigungssequenz verwendet werden:

- a) es muss zweimal mit je 5 ml n-Pentan gespült werden, dann
- b) muss einmal mit 5 ml Ethanol (absolut) gespült werden, dann
- c) muss erneut einmal mit 5 ml n-Pentan gespült und anschließend mittels einer geeigneten Vorrichtung getrocknet werden.

Zur Kontrolle der Küvetten sauberkeit muss im Zweifelsfall ein Referenzspektrum von einer FAME-freien Probe aufgezeichnet und überprüft werden. Das Spektrum darf keine Signale in der Nähe von  $1\,745\text{ cm}^{-1}$  aufweisen.

## 7.3 Schichtdickenauswahl

### 7.3.1 Messbereich A

Für FAME-Anteile von etwa 0,05 % (V/V) bis etwa 3 % (V/V) haben sich Küvetten mit großer Schichtdicke (z. B. aus KBr) von etwa 0,5 mm (auf 0,01 mm bekannt) als gut geeignet erwiesen. Andere Materialien und Schichtdicken sind ebenfalls zulässig, allerdings sollte für ein möglichst gutes Signal- und Signal-Rauschverhältnis die Schichtdicke keinesfalls kleiner gewählt werden als etwa 0,2 mm.

### 7.3.2 Messbereich B

Für FAME-Anteile von etwa 3 % (V/V) bis etwa 20 % (V/V) wird eine Schichtdicke von etwa 0,1 mm, auf 0,01 mm bekannt, in Kombination mit einem Verdünnungsverhältnis von 1 : 5, empfohlen (siehe auch Angaben in Tabelle A.1). Andere Küvetten und Schichtdicken sind ebenfalls möglich, allerdings sollte sich die Verdünnung in einer vergleichbaren Größenordnung bewegen, um größere Verdünnungsfehler zu vermeiden.

### 7.3.3 Messbereich C

Für FAME-Anteile über 20 % (V/V) werden die folgenden Messparameter empfohlen:

- Schichtdicke von etwa 0,05 mm, auf 0,01 mm bekannt, mit einem Verdünnungsverhältnis von 1 : 5;
- Schichtdicke von etwa 0,1 mm, auf 0,01 mm bekannt, mit einem Verdünnungsverhältnis von 1 : 10.

Für detailliertere Informationen siehe Angaben in Tabelle A.1.

## 7.4 Kalibrierung

### 7.4.1 Allgemeine Anweisungen

Die Kalibrierung und die anschließende Messung müssen unter Beibehaltung aller sonstigen Messparameter vorgenommen werden.

Je niedriger der FAME-Gehalt, desto kleiner ist (selbst bei noch hoher Absorptionsintensität) die Carbonylbande und desto kritischer ist daher die Untergrundkorrektur. Insbesondere für den Messbereich A (niedrige FAME-Gehalte) sollte die Untergrundkorrektur mit den Kalibrierproben (und gegebenenfalls auch mit Spektren von Nullproben) intensiv geübt werden.

### 7.4.2 Herstellung der Kalibrierlösungen

Die folgenden Messbereiche sollten als allgemeine Orientierungshilfe dienen:

- Messbereich A von etwa 0,05 % (V/V) bis etwa 3 % (V/V);
- Messbereich B von etwa 3 % (V/V) bis etwa 20 % (V/V);
- Messbereich C von etwa 20 % (V/V) bis etwa 50 % (V/V).

Für den interessierenden Messbereich muss eine Reihe von mindestens fünf (vorzugsweise mehr) Kalibrierlösungen mit exakt bekannten Konzentrationen von FAME (4.1) und FAME-freiem Mitteldestillat (4.2) durch Einwiegen einer entsprechenden FAME-Menge in einen geeigneten Messkolben und Auffüllen bis zur Marke mit FAME-freiem Mitteldestillat hergestellt werden.

**WARNUNG** — Dieses Verfahren weist alle FAME-Komponenten über die Messung der IR-Absorption von C=O bei etwa  $1745\text{ cm}^{-1}$  und C6- bis C24-Moleküle nach, wie in EN 14214 festgelegt. Die Genauigkeit der Messergebnisse ist von der bestmöglichen Übereinstimmung der (zur Kettenlänge proportionalen) Molekülmassen zwischen dem für die Kalibrierung verwendeten FAME-Material und dem FAME-Material in der analysierten Probe anhängig. Das bedeutet, dass das Vorliegen von FAME mit geringerer

**mittlerer Kettenlänge, das mit einer Kalibrierung unter Verwendung von FAME mit längerer mittlerer Kettenlänge bestimmt wurde, zu einer erheblichen Überschätzung führt und umgekehrt. Für ein korrektes Ergebnis wird empfohlen, bei der Kalibrierung (4.1) FAME zu verwenden, deren mittlere Molekülmasse ähnlich der des geprüften Produktes ist. Falls das nicht möglich ist, ist eine Korrektur durchzuführen, wie in 8.3 beschrieben.**

Als zusätzliche Kalibrierprobe sollte FAME-freies Mitteldestillat (nomineller FAME-Gehalt „Null“) eingesetzt werden. Weitere Kalibrierproben sollten wegen der möglichen Fehlerfortpflanzung nicht durch Verdünnung hergestellt werden.

Jede Kalibrierlösung muss separat durch Einwiegen hergestellt werden.

### 7.4.3 Berechnung der Kalibrierfunktion

Die Kalibrierfunktion hat immer und ohne Ausnahme die Form

$$Y = F(X) \quad (1)$$

Dabei ist

$Y$  das Signal (abhängige Variable); d. h. die korrigierte Extinktion  $E_{\text{corr}}$ ;

$X$  der Gehalt (unabhängige Variable); d. h. der FAME-Gehalt, in Gramm FAME je Liter (g FAME/l).

Für alle Kalibrierlösungen wird anhand des FAME-Gehaltes ( $X$ ) und der entsprechenden normierten Extinktionskoeffizienten  $E_{\text{corr}}$  ( $Y$ ) durch lineare Regression unter Verwendung des Modells nach Gleichung (2) die Kalibriergerade berechnet:

$$Y(i) = a \cdot X(i) + b \quad (2)$$

Dabei ist

$Y(i)$  die für die Kalibrierprobe (i) ermittelte korrigierte Extinktion  $E_{\text{corr}}$ ;

$X(i)$  der eingestellte FAME-Gehalt der Kalibrierprobe (i), in Gramm FAME je Liter (g FAME/l);

$a, b$  die aus der linearen Regression erhaltenen Regressionskoeffizienten (Steigung und Y-Achsen-Abschnitt).

Der Regressionskoeffizient  $b$  („Y-Achsen-Abschnitt“) sollte bei genauem Arbeiten im Idealfall null betragen. Jedoch darf er nicht willkürlich auf null gesetzt werden. Abweichungen von null resultieren aus der regelmäßigen statistischen Streuung der Messpunkte um die Ausgleichsgerade und aus dem Einfluss von Kalibrierproben mit höheren FAME-Gehalten. Bei hohen bzw. auffälligen Werten für den Y-Achsen-Abschnitt sollte die Kalibrierung nochmals genau überprüft werden.

Andere Kalibriermodelle sind nicht zulässig. Die für die Auswertung von Messungen benötigte Umkehrung der Kalibrierfunktion ist in 8.1 beschrieben.

## 7.5 Vorbereitung der Probe

Abhängig von der FAME-Konzentration der Proben kann eine Verdünnung mit FAME-freiem Dieseldieselkraftstoff notwendig sein. Das Verdünnungsverhältnis muss dabei nach Anhang A gewählt werden, um die optimale Extinktion zu finden.

Die Verdünnung der Proben erfolgt durch Pipettieren einer dem Verdünnungsverhältnis entsprechenden Probenmenge in einen geeigneten Messkolben, der anschließend bis zur Marke mit FAME-freiem Mitteldestillat aufgefüllt wird.

Es wird empfohlen, zur Probenverdünnung denselben FAME-freien Dieselmotorkraftstoff zu verwenden, der zur Herstellung der Kalibrierproben verwendet wurde.

## 7.6 Aufzeichnung von Infrarotspektren

### 7.6.1 Allgemeine Anweisungen

Wenn Mehrfach-Scans möglich sind, müssen mindestens 16 Scans (bei allen Aufzeichnungen identisch, siehe auch 7.4.1) verwendet werden. Alle weiteren Schritte gelten sowohl für die Kalibrierproben als auch für die zu untersuchenden Proben. Wichtig ist, dass auch alle anderen Einstellungen des IR-Spektrometers beibehalten werden.

### 7.6.2 Untergrund- und Referenzspektrum

Bei jeder Kalibrierung muss ein Untergrundspektrum aufgenommen und als ein Referenzspektrum für die bei jeder Messung durchzuführende Kompensation aufgezeichnet werden. Dazu muss der für den jeweiligen Probentyp geeignete Basiskraftstoff (siehe 7.4.1 und 4.2) verwendet werden.

### 7.6.3 Aufzeichnung der Spektren

Bei der Aufnahme der Spektren für die Kalibrierlösungen sollte mit den Nullproben begonnen und danach mit aufsteigenden FAME-Gehalten fortgefahren werden, damit Memory-Effekte so weit wie möglich ausgeschlossen werden. Unabhängig davon muss die Küvette vor jeder Messung gründlich gereinigt werden.

Falls es zum Überlaufen der Küvette kommt, sollte diese gründlich mittels Lösemittel gereinigt werden.

Küvetten und Verdünnungsfaktoren werden anhand der vermuteten FAME-Gehalte ausgewählt und aufgezeichnet. Im Zweifelsfall muss mit einem separaten Probenanteil eine orientierende Messung vorgenommen werden. Das IR-Spektrum wird im Bereich von  $4\,000\text{ cm}^{-1}$  bis etwa  $400\text{ cm}^{-1}$  aufgezeichnet.

Das Untergrund- und/oder das Referenzspektrum wird subtrahiert. Es ist eine möglichst einwandfreie Kompensation anzustreben und Überkompensation (negative Banden) besonders im für die Auswertung erforderlichen Wellenzahlbereich zu vermeiden. Das resultierende IR-Spektrum muss für gegebenenfalls später notwendige Untersuchungen aufgezeichnet werden (vorzugsweise digital).

Falls sich besonders bei niedrigeren FAME-Gehalten bei der Messung oder Auswertung der Absorptionsbanden Schwierigkeiten ergeben, wird dringend empfohlen, das Messergebnis aus mehreren unabhängigen Einzelmessungen zu ermitteln. Zusätzlich kann die Beurteilung der Streuungen innerhalb der Einzelergebnisse einen guten Hinweis auf die Güte sowohl der Messung als auch der Auswertung geben.

### 7.6.4 Bestimmung der Extinktion und der korrigierten Extinktion

Als Erstes wird eine Tangente zwischen etwa  $1\,670\text{ cm}^{-1}$  und etwa  $1\,820\text{ cm}^{-1}$  als Basislinie gezogen. Anschließend wird die Extinktion  $E_{\text{meas}}$  als vertikaler Abstand von der Basislinie zum Absorptionsbanden-Maximum bei  $(1\,745 \pm 5)\text{ cm}^{-1}$  bestimmt. Bei der Auswertung ist auf die korrekte Definition der Basislinie, auf eine möglichst einwandfreie Untergrundkorrektur sowie auf ein ausreichend gutes Signal-Rausch-Verhältnis zu achten.

Bei der Berechnung müssen die verwendeten Verdünnungsverhältnisse entsprechend berücksichtigt werden. Die korrigierte Extinktion  $E_{\text{corr}}$  ist die im IR-Spektrum gemessene Extinktion ( $E_{\text{meas}}$ ), die für die unverdünnte Probe neu berechnet (normiert oder angepasst) wurde.  $E_{\text{corr}}$  wird nach Gleichung (3) berechnet:

$$E_{\text{corr}} = E_{\text{meas}} \cdot \left( \frac{V_{\text{VF}}}{V_{\text{SV}}} \right) \quad (3)$$

und gilt ausschließlich für die konkrete eingesetzte Küvette; dabei ist

$V_{\text{VF}}$  das Volumen des zur Verdünnung der Probe verwendeten Messkolbens, in Milliliter (ml);