

DIN EN 14110

ICS 67.200.10

Einsprüche bis 2017-10-04
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14110:2003-10

Entwurf

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung des Methanolgehaltes;
Deutsche und Englische Fassung prEN 14110:2017**

Fat and oil derivatives –
Fatty Acid Methyl Esters (FAME) –
Determination of methanol content;
German and English version prEN 14110:2017

Produits dérivés des corps gras –
Esters méthyliques d'acides gras –
Détermination de la teneur en méthanol;
Version allemande et anglaise prEN 14110:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-08-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm 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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, Überseering 40, 22297 Hamburg.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14110:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Gremium ist der NA 062-06-32 AA „Anforderungen an flüssige Kraftstoffe“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14110:2003-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Korrektur der Gleichung 3 — Berechnung des Methanolgehaltes basierend auf einer externen Kalibrierung;
- b) Aufnahme des Abschnitts 3 — Normative Verweisungen;
- c) Aufnahme des Abschnitts 6 — Probenahme.

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen — Fettsäure-Methylester (FAME) — Bestimmung des Methanolgehaltes

Produits dérivés des corps gras — Esters méthyliques d'acides gras — Détermination de la teneur en méthanol

Fat and oil derivatives — Fatty Acid Methyl Esters (FAME) — Determination of methanol content

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Normative Verweisungen	4
4 Chemikalien	4
5 Prüfeinrichtung	5
6 Probenahme	6
7 Durchführung	6
7.1 Analytische Bedingungen	6
7.2 Arbeitsvorschrift	6
8 Kalibrierlösungen	7
9 Durchführung	7
9.1 Allgemeines	7
9.2 Verfahren A — Interne Kalibrierung	7
9.2.1 Allgemeines	7
9.2.2 Interne Kalibrierung	7
9.2.3 Analyse und Berechnung mittels interner Kalibrierung	8
9.3 Verfahren B — Externe Kalibrierung	8
9.3.1 Allgemeines	8
9.3.2 Externe Kalibrierung	9
9.3.3 Analyse und Berechnung bei externer Kalibrierung	9
10 Präzision	9
10.1 Allgemeines	9
10.2 Wiederholbarkeit	9
10.3 Vergleichbarkeit	10
11 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse eines Ringversuches	11
Anhang B (informativ) Bild B.1	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14110:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14110:2003 ersetzen.

Wesentliche Änderungen gegenüber EN 14110:2003 sind:

- Korrektur der Gleichung 3 — Berechnung des Methanolgehaltes basierend auf einer externen Kalibrierung;
- Ergänzung von Abschnitt 3 — Normative Verweisungen;
- Ergänzung von Abschnitt 6 — Probenahme.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Methanolgehalts von Fettsäure-Methylestern (FAME) für deren Gebrauch als Dieselmotorkraftstoff oder als Heizöl fest. Dieses Verfahren ist anwendbar auf einen Methanolgehalt von 0,01 % Massenanteil bis 0,5 % Massenanteil. Dieses Verfahren ist nicht anwendbar auf FAME-Mischungen, die andere niedrig siedende Komponenten enthalten.

2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem hermetisch verschlossenen Rollrandgläschen auf 80 °C erhitzt, um eine Desorption des Methanols in den Gasraum zu ermöglichen. Wenn das Gleichgewicht erreicht ist, wird ein definierter Teil der Gasphase in einen Gaschromatographen injiziert, wo das Methanol mit einem Flammenionisationsdetektor detektiert wird. Üblicherweise ist Methanol der einzige Peak im Chromatogramm.

Der Methanolgehalt kann entweder durch interne Kalibrierung (Verfahren A) oder durch externe Kalibrierung (Verfahren B) bestimmt werden.

Wenn nur manuelle Ausrüstung vorhanden ist, sollte nur die interne Standard-Kalibrierung verwendet werden.

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

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

4 Chemikalien

Wenn nicht anders festgelegt, sind ausschließlich Chemikalien bekannter analytischer Reinheit zu verwenden.

4.1 Methanol, bekannter Reinheit größer als 99,5 %.

4.2 2-Propanol, bekannter Reinheit größer als 99,5 % (für Durchführung nach Verfahren A, interne Kalibrierung).

4.3 Referenz-FAME, mit einem Methanolgehalt kleiner als 0,001 % Massenanteil.

Referenz-FAME kann entweder als Handelsprodukt bezogen oder durch drei- bis fünfmaliges Waschen des FAME mit destilliertem Wasser in einem Scheidetrichter hergestellt werden. FAME sollte dann durch Erhitzen auf 90 °C unter Rühren getrocknet werden.

4.4 Trägergas, Stickstoff, Helium oder Wasserstoff mit bekannter Reinheit größer als 99 %.

5 Prüfeinrichtung

5.1 **Rollrandgläschen**, 20 ml.

5.2 **Septen** (z. B. Teflon oder Viton¹⁾) und **Metallverschlüsse**.

5.3 **Spritze**, 10 µl, mit einem Skalenteilungswert von 0,1 µl.

5.4 **Gasdichte Spritze**, 500 µl, mit Ventil (für manuelle Prozedur).

5.5 **Bördelzangen**.

5.6 **Pipetten**, 1 ml, 2 ml, 5 ml.

5.7 **Messkolben**, 10 ml und 25 ml.

5.8 **Gaschromatograph**, ausgerüstet mit Kapillarsäule, geeignetem Injektor (automatisches Head-Space-System oder Split/Splitless-Injektor) und Flammenionisationsdetektor, Integrator.

5.9 **Kapillarsäulen**. die Säule muss Methanol als symmetrischen Peak eluieren. Stationäre Phasen wie Methylpolysiloxan (z. B. DB 1²⁾, SE30²⁾) oder Polyethylenglycol (z. B. DBWAX²⁾, CAR-BOWAX²⁾) können erfolgreich benutzt werden und eine Filmdicke von mindestens 0,5 µm wird empfohlen.

Auch der Gebrauch einer gepackten Säule mit einer der o. g. stationären Phasen oder mit Chromosorb 101²⁾ ist erlaubt.

5.10 Automatische Head-Space-Ausrüstung

Die automatische Head-Space-Ausrüstung muss hinsichtlich der experimentellen Bedingungen wie Gleichgewichtstemperatur, Zeit zur Erwärmung und Head-Space-Probenvolumen eine Wiederholbarkeit von 1 % oder besser haben. Erforderlichenfalls kann dies durch wiederholte Analyse derselben Probe überprüft werden.

Automatische Head-Space-Ausrüstung wird empfohlen, weil sie außer besserer Wiederholbarkeit die automatisierte Analysendurchführung mit externer Kalibration erlaubt. Auch eine manuelle Ausrüstung kann benutzt werden, jedoch sollte mit äußerster Sorgfalt vorgegangen werden, wenn Gasvolumina manuell aus den Rollrandgläschen entnommen und manuell injiziert werden.

5.11 **Waage**, mit einer Auflösung von 0,000 1 g.

5.12 **Thermostatgeregeltes Bad** oder **thermostatgeregelter Ofen**, auf bis zu 80 °C beheizbar.

5.13 **Thermostatgeregelter Ofen**, auf bis zu 80 °C beheizbar.

1) Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

2) Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

6 Probenahme

Die Probenahme muss nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 und/oder in Übereinstimmung mit den Anforderungen nationaler Normen und Vorschriften für die Probenahme durchgeführt werden.

7 Durchführung

7.1 Analytische Bedingungen

Die gaschromatographischen Bedingungen müssen unter Berücksichtigung der Kenndaten der Säule und der Art des Trägergases so gewählt werden, dass die gewünschte Auflösung mindestens 1,5 für die Peaks von Methanol und 2-Propanol beträgt.

Die Auflösung, Res , zwischen Methanol und 2-Propanol wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$Res = 1,18 \frac{t_B - t_A}{w_A + w_B} \quad (1)$$

dabei ist

t_A die Retentionszeit von Methanol;

t_B die Retentionszeit von 2-Propanol;

w_A die Halbwertsbreite des Peaks von Methanol;

w_B die Halbwertsbreite des Peaks von 2-Propanol.

Es ist sicherzustellen, dass die Werte für die Retentionszeit und die Breite des Peaks in der gleichen Einheit angegeben sind.

ANMERKUNG 1 Die folgenden Parameter zeigen ein Beispiel:

- DB1-Säule (Länge 30 m, innerer Durchmesser 0,32 mm, Filmdicke 3 µm);
- Splitinjektor (Durchflussrate: 50 ml/min);
- Injektor und Detektortemperatur: 150 °C;
- Ofen- und Säulentemperatur: 50 °C;
- Trägergas-(Wasserstoff-)druck: 40 kPa;
- Probevolumen: 500 µl.

ANMERKUNG 2 Die folgenden Bedingungen für Head-Space-Bedingungen zeigen ein Beispiel:

- Gleichgewichtstemperatur: 80 °C;
- Zeit für die Gleichgewichtseinstellung: 45 min;
- Probevolumen: 500 µl.

7.2 Arbeitsvorschrift

Der Gaschromatograph ist entsprechend den Herstellervorschriften zu installieren und zu bedienen.

8 Kalibrierlösungen

Drei Kalibrierlösungen mit ungefähr den folgenden Methanolkonzentrationen in FAME (4.3) sind wie unten beschrieben herzustellen.

Die genaue Masse muss durch Wägen ermittelt werden. Durch kräftiges Schütteln ist für gute Vermischung zu sorgen.

ANMERKUNG Drei Kalibrierlösungen haben sich in der täglichen Praxis als ausreichend erwiesen, um den Umfang dieses Verfahrens abzudecken. Für andere Konzentrationsbereiche können auch mehr und/oder andere Kalibrierlösungen verwendet werden.

8.1 Kalibrierlösung A (0,5 % Massenanteil Methanol in FAME).

Ein 25-ml-Messkolben wird mit 25 ml FAME (4.3) gefüllt und (112 ± 1) mg (142 µl) Methanol werden zu der flüssigen Phase mit der Spritze (5.3) zugegeben.

8.2 Kalibrierlösung B (0,1 % Massenanteil Methanol in FAME).

5 ml Kalibrierlösung A werden in einen 25-ml-Messkolben gegeben und mit FAME (4.3) bis zur Marke aufgefüllt.

8.3 Kalibrierlösung C (0,01 % Massenanteil Methanol in FAME).

1 ml Kalibrierlösung B wird in einen 10-ml-Messkolben gegeben und mit FAME (4.3) bis zur Marke aufgefüllt.

9 Durchführung

9.1 Allgemeines

Unter 9.2 und 9.3 sind zwei alternative Arten der Durchführung, nämlich die erste mit interner und die zweite mit externer Kalibrierung, beschrieben.

9.2 Verfahren A — Interne Kalibrierung

9.2.1 Allgemeines

Dieses Verfahren wird allgemein bevorzugt, wenn nur eine kleine Anzahl von Proben analysiert wird und wenn automatische Head-Space-Einrichtung nicht zur Verfügung steht. Für die manuelle Ausführung siehe Anmerkung in 5.10.

9.2.2 Interne Kalibrierung

$(5 \pm 0,01)$ g jeder Kalibrierlösung werden in ein Rollrandgläschen (5.1) gegeben und 5 µl 2-Propanol (4.2) werden mit einer Spritze (5.3) zu der flüssigen Phase hinzugesetzt. Die Gläschen werden sofort danach verschlossen und zur guten Durchmischung kräftig geschüttelt.

Alle 10 min wird ein Gläschen mit Kalibrierlösung in den Ofen (5.12) gestellt und muss dort genau 45 min belassen werden.

Die gasdichte Spritze (5.4) wird in einem Ofen (5.13) auf 60 °C vorgewärmt. Dann werden 500 µl der Gasphase (Dampfraum) oberhalb der Lösung aufgezogen und zur gaschromatographischen Analyse gebracht.