

DIN EN 14331



ICS 75.080

Einsprüche bis 2024-08-28
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14331:2004-06

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Trennung und Bestimmung von Fettsäure-Methylestern (FAME) aus
Mitteldestillaten –
Flüssigchromatographie (LC)/Gaschromatographie (GC);
Deutsche und Englische Fassung prEN 14331:2024**

Liquid petroleum products –
Separation and characterisation of fatty acid methyl esters (FAME) from middle distillates –
Liquid chromatography (LC)/gas chromatography (GC) method;
German and English version prEN 14331:2024

Produits pétroliers liquides –
Séparation et caractérisation des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) dans les distillats
moyens –
Méthode par chromatographie liquide (CL) et chromatographie en phase gazeuse (CPG);
Version allemande et anglaise prEN 14331:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-06-28 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 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 möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter 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 21 Seiten

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

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN 14331:2024 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 von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ 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) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14331:2004-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme von kurzkettigen Methylethern (C6:0 bis C14:0);
- b) Streichung von Anhang A und Anhang B, da sie überflüssig geworden sind, da für die Bestimmung der Muster von Fettsäuremethylestern durch Gaschromatographie (GC) auf EN 14103 verwiesen wird.

Juli 2024

prEN 14331

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

Liquid petroleum products – Separation and characterisation of fatty acid methyl esters (FAME) from middle distillates – Liquid chromatography (LC)/gas chromatography (GC) method

Produits pétroliers liquides – Séparation et caractérisation des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) dans les distillats moyens – Méthode par chromatographie liquide (CL) et chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien und Hilfsmittel	4
6 Prüfgerät	5
7 Probenahme	5
8 Durchführung	5
8.1 Trennung an Silikageltrennsäule	5
8.2 Gaschromatographische Analyse	5
9 Analyse	5
9.1 Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester	5
10 Angabe der Ergebnisse	6
11 Präzision	6
12 Angabe der Ergebnisse	6
13 Prüfbericht	7
Anhang A (informativ) Angaben für typische Zusammensetzungen der Fettsäuren in Pflanzenölen	8
Literaturhinweise	9

Tabellen

Tabelle A.1 — Fettsäuren-Zusammensetzungen in % (m/m), entnommen aus dem Codex Alimentarius [4]	8
---	---

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14331:2024) 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 von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14331:2004 ersetzen.

prEN 14331:2024 beinhaltet die folgenden wesentlichen technischen Änderungen im Vergleich zu EN 14331:2004:

- Änderung zur Aufnahme kurzkettiger Methylester (C6:0 bis C14:0);
- Streichung von Anhang A und Anhang B, da diese wegen der Verweisung auf EN 14103 zur Bestimmung des Musters der Fettsäure-Methylester durch Gaschromatographie (GC) überflüssig geworden sind.

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 Verfahren zur Trennung von Fettsäure-Methylestern (FAME, en: fatty acid methyl esters) aus Mitteldestillaten durch Flüssigchromatographie (LC) sowie zur Bestimmung des Musters der Fettsäure-Methylester durch Gaschromatographie (GC) nach EN 14103 fest.

Das Muster der Fettsäure-Methylester könnte für die Berechnung der mittleren molaren Masse von Fettsäure-Methylestern (FAME) nach EN 14078 [1] verwendet werden.

Dieses Verfahren ist unabhängig von der Herkunft des Mitteldestillates anwendbar auf FAME pflanzlichen oder tierischen Ursprungs, die Fettsäure-Methylester mit Kettenlängen zwischen C6:0 und C24:1 enthalten. Das Verfahren ist geeignet zur Trennung und Bestimmung von FAME aus Mitteldestillaten mit FAME-Gehalten von mindestens 2 % (V/V).

ANMERKUNG Für den Zweck dieses Dokuments werden die Angaben % (V/V) bzw. % (m/m) verwendet, um Volumenanteile in % oder Massenanteile in % auszudrücken.

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

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

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren besteht aus zwei Stufen:

- Abtrennung der FAME-Fraktion vom Mitteldestillat/FAME-Gemisch mittels Adsorption durch Flüssigchromatographie bei Atmosphärendruck an einer Silikagel-Mikrotrennsäule;
- Bestimmung der einzelnen Ester in der abgetrennten FAME-Fraktion durch Gaschromatographie nach EN 14103.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

5.1 Hexan, Analysequalität.

5.2 MTBE, Analysequalität.

6 Prüfgerät

6.1 Allgemeines

Es muss die allgemein übliche Ausrüstung für Gaschromatographie und Flüssigchromatographie verwendet werden.

6.2 **Mikrotrennsäule**, gefüllt mit etwa 700 mg Silikagel (Partikelgröße 55 µm bis 105 µm). Vor Verwendung zur Trocknung wird das Silikagel über Nacht auf 550 °C erhitzt und im Exsikkator gelagert. Die ungefähren Maße der Säule sind: Höhe 25 mm, Durchmesser 10 mm.

6.3 **Reagenzglas**, 20 ml.

7 Probenahme

Sofern in der Produktspezifikation nicht anders festgelegt, müssen die Proben nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 und/oder in Übereinstimmung mit den Anforderungen nationaler Normen oder Verordnungen für das zu prüfende Produkt entnommen werden.

8 Durchführung

8.1 Trennung an Silikageltrennsäule

Bevor die Probe hinzugefügt werden kann, muss die Silikagel-Mikrotrennsäule (6.2) mit Hexan (5.1) gespült werden. Anschließend müssen 200 µl der Probe oben auf die Silikagel-Mikrotrennsäule (6.2) pipettiert und für etwa 2 min in die Säule perkoliert werden. Der angegebene Probenanteil ist für B7 geeignet. Enthält die geprüfte Probe weniger als 4 % oder mehr als 10 % FAME, muss die Messung mit einem Probenanteil wiederholt werden, der geeignet angepasst wurde.

Die Mitteldestillatfraktion muss mit 30 ml Hexan (5.1) eluiert werden. Die Elutionsrate muss langsam sein (Tropfen für Tropfen), etwa 3 ml/min. Diese Fraktion wird verworfen.

Anschließend muss die FAME-Fraktion mit 5 ml MTBE (5.2) in einem Reagenzglas (6.3) eluiert werden und ein Aliquot des Eluats muss nach kräftigem Schütteln in ein GC-Gefäß überführt werden. Jetzt ist die Probe für die Injektion in den Gaschromatographen bereit.

8.2 Gaschromatographische Analyse

Die gaschromatische Analyse und die Berechnung der einzelnen Fettsäure-Methylester müssen nach EN 14103 durchgeführt werden. Da das nach diesem Dokument angefertigte Eluat eine erheblich niedrigere FAME-Konzentration besitzt als die nach EN 14103 hergestellten Proben, muss beachtet werden, dass der nach EN 14103 anzuwendende Split auf 1/5 vermindert wird, z. B. von 100 auf 20, so dass die Signalsstärken den nach EN 14103 vorgesehenen entsprechen. Alle weiteren Einstellungen des Gaschromatographen müssen dieselben sein wie in EN 14103 beschrieben.

9 Analyse

9.1 Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester

Die Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester wird genau wie in EN 14103:2020, Anhang C beschrieben durchgeführt.

Bezeichnung: