

DIN EN 15553



ICS 75.080

Entwurf

Einsprüche bis 2021-05-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15553:2007-07 und
DIN EN 15553
Berichtigung 1:2007-12

**Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte –
Bestimmung der Kohlenwasserstofftypen –
Adsorptionsverfahren mit Fluoreszenz-Indikator;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15553:2021**

Petroleum products and related materials –
Determination of hydrocarbon types –
Fluorescent indicator adsorption method;
German and English version prEN 15553:2021

Produits pétroliers et produits connexes –
Détermination des groupes d'hydrocarbures –
Méthode par adsorption en présence d'indicateur fluorescent;
Version allemande et anglaise prEN 15553:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-03-12 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 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, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 oder 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 41 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15553:2021) 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 062-06-14 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.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3310-1 siehe DIN ISO 3310-1

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 15553:2007-07 und DIN EN 15553 Berichtigung 1:2007-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Klarstellung welches Kieselgel mit Fluoreszenz-Indikator verwendet werden kann, da sich die Verfügbarkeiten geändert haben und die Anwendung mancher Produkte fraglich sind;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe*

<i>Titel de:</i>	Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte — Bestimmung der Kohlenwasserstofftypen — Adsorptionsverfahren mit Fluoreszenz-Indikator
<i>Titel en:</i>	Petroleum products and related materials — Determination of hydrocarbon types — Fluorescent indicator adsorption method
<i>Titel fr:</i>	Produits pétroliers et produits connexes — Détermination des groupes d'hydrocarbures — Méthode par adsorption en présence d'indicateur fluorescent

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung.....	5
5 Chemikalien und Hilfsmittel.....	5
6 Prüfeinrichtung	6
7 Probenahme und Probenbehandlung	9
8 Vorbereitung der Geräte.....	9
9 Durchführung	9
10 Berechnung	12
11 Angabe der Ergebnisse	12
12 Präzision	13
12.1 Allgemeines.....	13
12.2 Wiederholbarkeit, r	13
12.3 Vergleichbarkeit, R	13
13 Prüfbericht	15
Anhang A (normativ) Anforderungen an Kieselgel.....	16
Anhang B (informativ) Standard-Adsorptionssäule.....	17
B.1 Allgemeines.....	17
B.2 Überprüfung des Auswertebereiches	17
B.3 Zusammenbau der Adsorptionssäule.....	18
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15553:2021) 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 15553:2007 ersetzen. Es hat ursprünglich IP 156/06 [1] als Grundlage. Es ist als ein alternatives Verfahren zu ASTM D 1319 [2] vorgesehen, in welcher ein Depentanisierungsschritt erforderlich ist.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurde folgende technische Änderung vorgenommen:

- Chargennummern des zu verwendenden umformulierten Kieselgels mit Farbindikator (5.2), die hinsichtlich ihrer Verwendung problematisch sind, wurden ausgeschlossen und eine Klarstellung der korrekten Verweisungen auf das Gel wurde aufgenommen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Adsorptionsverfahren mit Fluoreszenz-Indikator fest für die Bestimmung der nachfolgend genannten Kohlenwasserstofftypen in Mineralölfractionen, die unterhalb von 315 °C siedend, und zwar für aromatische Kohlenwasserstoffe im Bereich von 5 % (V/V) bis 99 % (V/V), für olefinische Kohlenwasserstoffe im Bereich von 0,3 % (V/V) bis 55 % (V/V) und für gesättigte Kohlenwasserstoffe im Bereich von 1 % (V/V) bis 95 % (V/V). Das Prüfverfahren kann auch auf Produkte mit Gehalten außerhalb der angegebenen Konzentrationsbereiche angewendet werden, jedoch sind für solche Produkte keine Angaben zur Präzision vorhanden.

Für Proben, die sauerstoffhaltige Verbindungen enthalten, können die Kohlenwasserstofftypen ohne Berücksichtigung der sauerstoffhaltigen Verbindungen (d. h. bezogen auf den sauerstoffverbindungsfreien Probenanteil) angegeben werden, oder aber, wenn der Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen bekannt ist, auch nach entsprechender Umrechnung mit Bezug auf die Gesamtprobe.

Dieses Prüfverfahren wird auf Proben angewendet, die den gesamten angegebenen Siedebereich überstreichen. Untersuchungen haben gezeigt, dass die Präzisionsangaben nicht gelten für engsiedende Mineralölfractionen nahe der angegebenen Grenze von 315 °C. Solche Proben werden nicht ordnungsgemäß eluiert und führen daher zu fehlerhaften Ergebnissen.

Proben, die dunkel gefärbte Komponenten enthalten, welche die Auswertung der chromatographischen Zonen stören, können mit diesem Prüfverfahren nicht untersucht werden.

ANMERKUNG 1 Die sauerstoffhaltigen Blendkomponenten Methanol, Ethanol, tert-Butylmethylether (MTBE), Methyl-tert-pentylether (TAME, tert-Amylmethylether) und tert-Butylethylether (ETBE) stören mit für kommerzielle Mineralölmischungen üblichen Gehalten die Bestimmung nicht. Diese Blendkomponenten werden nicht erfasst, weil sie zusammen mit dem Laufmittel eluieren. Die Einflüsse anderer sauerstoffhaltiger Verbindungen werden im Einzelfall geprüft.

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieses Dokuments werden die Bezeichnungen „% (m/m)“ und % „(V/V)“ für den Massenanteil in Prozent bzw. für den Volumenanteil in Prozent angewendet.

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

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 1601, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff in unverbleitem Ottokraftstoff — Methode mittels Gaschromatographie (O-FID)*

EN 13132, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Unverbleite Ottokraftstoffe — Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromatographie mit Säulenschaltung*

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

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

EN ISO 3696, Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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 <http://www.electropedia.org/>

3.1

gesättigte Kohlenwasserstoffe

Summengehalt der Alkane und Cycloalkane, angegeben als Volumenanteil in Prozent

3.2

olefinische Kohlenwasserstoffe

Summengehalt der Alkene, Cycloalkene und einiger Alkadiene, angegeben als Volumenanteil in Prozent

3.3

aromatische Kohlenwasserstoffe

Summengehalt der monocyclischen und polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe plus aromatisch-olefinischer Kohlenwasserstoffe, plus einiger Diene, einschließlich Verbindungen, welche Schwefel und Stickstoff enthalten und einschließlich hoch siedender sauerstoffhaltiger Verbindungen, angegeben als Volumenanteil in Prozent

4 Kurzbeschreibung

Etwa 0,75 ml Probe wird auf eine besondere Adsorptionssäule, die mit aktiviertem Kieselgel gepackt ist, aufgegeben. Eine dünne Schicht des Kieselgels enthält eine Mischung aus fluoreszierenden Indikator-Farbstoffen. Nachdem die gesamte Probe vollständig auf dem Kieselgel adsorbiert worden ist, wird Alkohol als Laufmittel zugegeben, um die Elution zu starten. Dabei werden die Kohlenwasserstoffe abhängig vom Adsorptions-/Desorptionsverhalten in die Typenklassen aromatische, olefinische und gesättigte Kohlenwasserstoffe aufgetrennt. Die fluoreszierenden Indikator-Farbstoffe werden ebenfalls jeweils selektiv zu den Kohlenwasserstofftypen aufgetrennt und ergeben die Grenzen für die aromatische, olefinische und gesättigte Zone, die im UV-Licht sichtbar gemacht werden. Die Volumenanteile werden anhand der ausgemessenen Länge dieser Zonen in der Adsorptionssäule berechnet.

ANMERKUNG Siehe Anmerkung 1 in Abschnitt 1 für aromatische Kohlenwasserstoffe, die mit dem beschriebenen Verfahren nicht gemessen werden können.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

Alle Chemikalien müssen analysenrein sein oder eine größere Reinheit aufweisen. Benutztes Wasser muss der Klasse 3 von EN ISO 3696 entsprechen.

5.1 Kieselgel, das die in Anhang A genannten Anforderungen erfüllt.

ANMERKUNG 1 Kieselgel 923 von Grace Davison erfüllt die in dieser Norm gestellten Anforderungen.

Vor Gebrauch muss das Kieselgel in einer flachen Schale bei 175 °C mindestens drei Stunden getrocknet werden. Das getrocknete Kieselgel wird anschließend in noch heißem Zustand in einen luftdicht verschließbaren Behälter überführt und darin geschützt vor Luftfeuchtigkeit aufbewahrt.

ANMERKUNG 2 Einige Kieselgelchargen, die sonst eigentlich die Anforderungen nach dieser Norm erfüllen, zeigen nur sehr schwache Färbungen in Nähe der Grenzen für die olefinische Zone. Der Grund für diesen Effekt ist nicht bekannt, und er wird die Richtigkeit und Präzision dieses Prüfverfahrens beeinflussen.

5.2 Kieselgel mit Fluoreszenz-Indikator, Kieselgel, das eine Mischung enthält aus umkristallisiertem Petrol-Rot AB4 und gereinigten Fraktionen olefinischer und aromatischer Farbstoffe. Die Letzteren werden nach einer festgelegten, einheitlichen Prozedur hergestellt und auf Kieselgel aufgezogen¹.

WICHTIG — Bei der Analyse eines Probenotyps nach diesem Dokument dürfen die Anwender keine Ergebnisse berichten, die unter Verwendung einer der folgenden Chargennummern von Kieselgel mit Fluoreszenz-Indikator ermittelt wurden: 3000000975, 3000000976, 3000000977, 3000000978, 3000000979, und 3000000980, 3000000981, 3000000982. Die derzeitigen Produktionschargen des Kieselgels mit Farbindikator haben Chargennummern, die mit 3000000983 beginnen.

ANMERKUNG Seit Anfang 2018 ist eine Schlüsselkomponente des Kieselgels mit Farbindikator nicht mehr verfügbar. Ein alternativer Farbstoffindikator wurde als Ersatz verwendet, allerdings erwies sich das umformulierte Kieselgel mit Farbindikator später als ungeeignet für die Analyse von Dieseldieselkraftstoff und Kraftstoff für Ottomotoren. Siehe [4] für weitere Einzelheiten.

Das Kieselgel ist unter Stickstoff dunkel aufzubewahren.

Bei Lagerung unter den genannten Bedingungen kann das Kieselgel mit Fluoreszenz-Indikator eine Haltbarkeit von mehr als 5 Jahren besitzen. Es wird empfohlen, dass für den regelmäßigen Gebrauch geeignete Mengen in separate Lagergefäße für den täglichen Gebrauch überführt werden, aus denen die für die Analyse jeweils erforderlichen Mengen entnommen werden.

5.3 Propan-2-ol (Isopropanol), 99 %.

5.4 3-Methylbutan-1-ol, 99 % (*iso*-Amylalkohol, optional).

5.5 Aceton, geeignet als Reagenz.

5.6 Druckgas, Luft (oder Stickstoff), mit Vorrichtung zum Anschluss einer Druckleitung am Kopf der Adsorptionssäule mit einregelbarem Druck im Bereich von 0 kPa bis 103 kPa.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Adsorptionssäule mit Präzisionskapillare mit genau gearbeiteten Abmessungen nach Tabelle 1 (siehe Bild 1, b)) aus Glas, bestehend aus einem Befüllbereich mit Kapillarahals, einem Bereich für die chromatographische Trennung und einem Bereich für die Auswertung.

Wenn es sich nicht um einen Streitfall oder um eine Spezifikationsanalyse handelt, darf im Routinefall auch eine Standard-Adsorptionssäule nach den Vorgaben von Anhang B und Bild 1, a) eingesetzt werden.

Des Weiteren darf sich die Länge einer Flüssigkeitssäule von ungefähr 100 mm in keinem Abschnitt des Auswertebereiches um mehr als 0,3 mm unterscheiden.

1 Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments ist Honeywell UOP der einzige bekannte Lieferant für das Kieselgel mit Farbindikator. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Herstellers durch CEN oder CENELEC. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen, z. B. durch einen Ringversuch.

Die Glasabdichtungen zwischen den verschiedenen Abschnitten müssen Kegelschliffverbindungen anstelle von Überwurfverbindungen sein. Um das Herausrieseln des Kieselgels zu vermeiden, wird ein kleiner Bausch Glaswolle bis in das untere Ende des Auswertebereiches in die Spitze unterhalb der Glaspfanne eingebracht. Die Kolonnenspitze, die an den 12/2-Kegelschliff angesetzt wird, muss einen Innendurchmesser von etwa 2 mm aufweisen. Der Kegelschliff wird zusammengeklammert, wobei darauf zu achten ist, dass die Spitze nicht beim Füllen oder bei der späteren Benutzung von der Positionierung direkt im Anschluss an den Auswertebereich wegrutschen kann.

Tabelle 1 — Maße und Toleranzen für die Adsorptionssäule

Befüllbereich	
Innendurchmesser	12 mm $\pm$ 2 mm
Länge über alles	150 mm $\pm$ 5 mm
Kapillarhalsbereich	
Innendurchmesser	2 mm $\pm$ 0,5 mm
Länge über alles	50 mm $\pm$ 5 mm
Trennbereich	
Innendurchmesser	5 mm $\pm$ 0,5 mm
Länge über alles	190 mm $\pm$ 5 mm
Auswertebereich	
Innendurchmesser	1,60 mm bis 1,65 mm
Länge über alles	1 200 mm $\pm$ 30 mm
Spitze	
Länge über alles	30 mm $\pm$ 5 mm

6.2 Messvorrichtung für den Auswertebereich

Entweder ein metrischer Maßstab mit vier verschiebbaren Zeigern für die Ausmessung jeder Zone (siehe Bild 1) oder ein Markierstift zur Kennzeichnung der Zonenabgrenzungen und ein metrischer Maßstab zum Ausmessen der Zonen.

6.3 UV-Lichtquelle, mit einer hauptsächlichen Strahlungswellenlänge bei 365 nm.

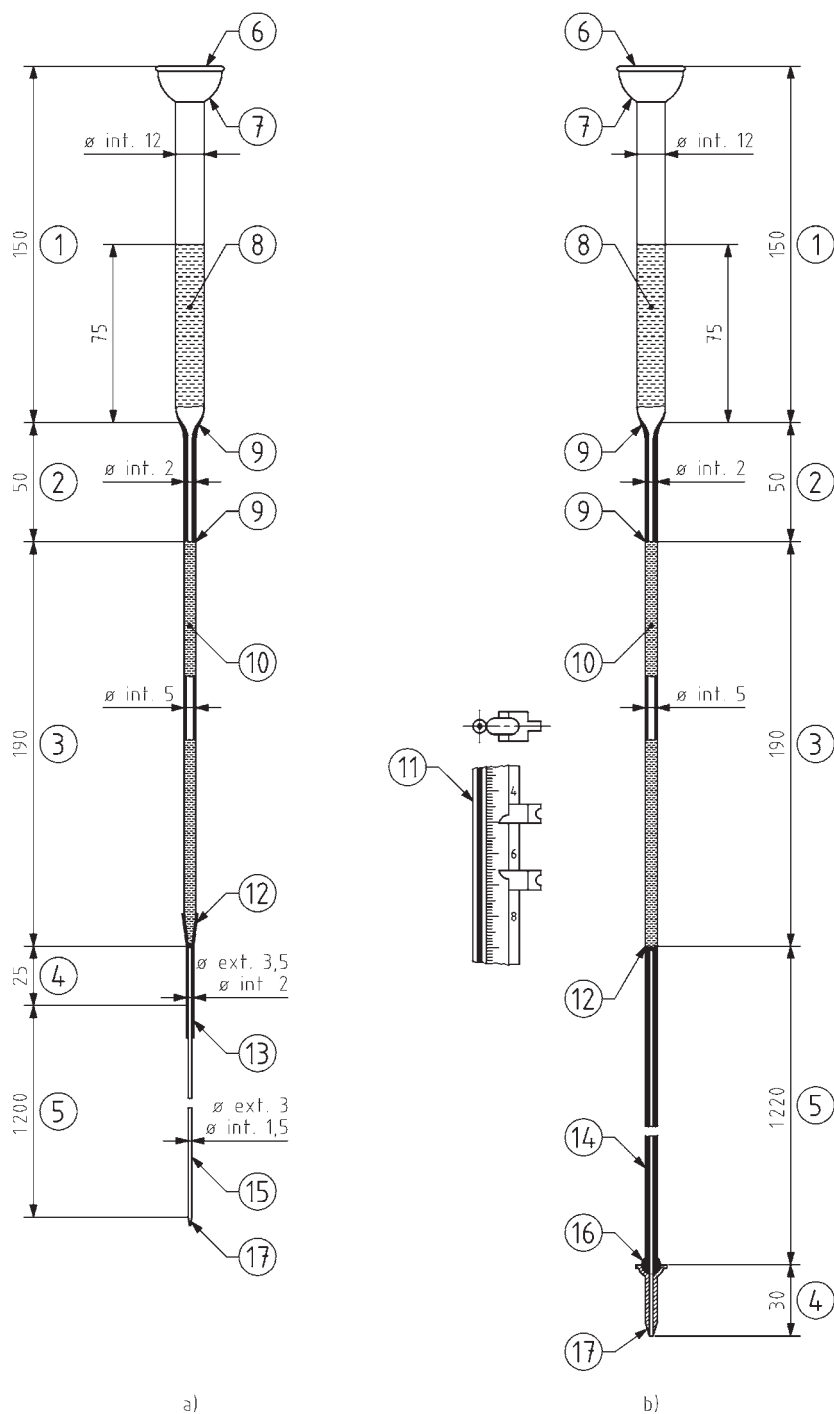
ANMERKUNG Eine geeignete Anordnung besteht aus einer oder zwei Einheiten mit 915 mm oder 1 220 mm Länge, die vertikal längs der Adsorptionssäule so angebracht werden, dass die beste Fluoreszenz erhalten wird.

6.4 Elektrischer Vibrator, mit dem einzelne Adsorptionssäulen oder ein Rahmen mit mehreren Adsorptionssäulen in Vibration versetzt werden.

6.5 Dosierspritze, Fassungsvermögen 1 ml, mit einer Skalenteilung von 0,01 ml oder 0,02 ml, bestückt mit einer 102 mm langen Nadel mit einem Innendurchmesser von 0,7 mm bis 1,2 mm.

ANMERKUNG Nadelgrößen von 18, 20 oder 22 haben sich als geeignet erwiesen.

6.6 Glastrichter, mit einem Auslassrohr von weniger als 10 mm Außendurchmesser.



Legende

- | | | |
|--------------------------|---|---|
| 1 Befüllbereich | 8 Kieselgelfüllung bis hierhin | 15 Standard-Adsorptionssäule |
| 2 Hals | 9 Verjüngung | 16 Kugelschliff Hülse S13 |
| 3 Trennbereich | 10 Kieselgel mit Farbindikator | 17 Spitze, ausgezogen zu feiner Kapillare |
| 4 Spitze | 11 Messgerät für den Auswertebereich (optional) | |
| 5 Auswertebereich | 12 Verjüngung | |
| 6 Druckluft | 13 Polyvinyl-Schlauch | |
| 7 Kugelschliff Hülse S29 | 14 Kapillare mit Präzisionsbohrung | |

Bild 1 — Adsorptionssäule mit a) Standardabmessungen und b) Präzisionsausführung im Auswertebereich

7 Probenahme und Probenbehandlung

7.1 Die Probenahme erfolgt nach den Vorgaben von EN ISO 3170 oder EN ISO 3171, wobei die Anforderungen von nationalen Normen und Verordnungen für die Probenahme unverbleiter Kraftstoffe berücksichtigt werden sollten.

7.2 Bis zur Analyse sind die Proben dunkel bei einer Temperatur von 2 °C bis 4 °C zu lagern.

8 Vorbereitung der Geräte

8.1 Das Prüfgerät wird für die Messung in einem abgedunkelten Bereich aufgestellt, um die Ablesung der Zonenabgrenzungen zu erleichtern. Für Mehrfachbestimmungen wird eine entsprechende Anzahl von Adsorptionssäulen in einem passenden Rahmen mit UV-Lichtquelle und Gasverteilung zusammengebaut.

8.2 Die Adsorptionssäule wird direkt unterhalb der Kugelschliffhülse mit einer Stativklammer lose fixiert. Anschließend wird der Glastrichter (6.6) aufgesteckt, mit dem Vibrator (6.4) die Adsorptionssäule in Schwingung versetzt und Kieselgel (5.1) in kleinen Portionen zugesetzt, bis der Trennbereich zur Hälfte gefüllt ist. Dann wird nach Ausschalten des Vibrators eine Schicht von 3 mm bis 5 mm mit Indikator versehenes Kieselgel (5.2) zugegeben. Danach wird der Vibrator wieder eingeschaltet und so lange mit Indikator versehenes Kieselgel zugegeben, bis die dicht gepackte Füllung bis auf $75 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ in den Befüllbereich hineinragt. Das Packen der Säule kann durch Verringern der elektrostatischen Aufladung erleichtert werden, indem die Adsorptionssäule während der Vibration mit einem feuchten Tuch abgewischt wird. Die Säule wird nach der abgeschlossenen Befüllung noch etwa 4 min mit dem Vibrator in Schwingungen versetzt.

ANMERKUNG Es können auch mehr als eine Adsorptionssäule parallel vorbereitet werden, indem diese in einen Rahmen oder in ein Gestell mit Vibrator angebracht werden.

8.3 Die gefüllte Säule wird an dem Prüfgerät angebracht und befestigt.

9 Durchführung

9.1 Die Probe sowie eine Dosierspritze (6.5) werden auf 2 °C bis 4 °C temperiert. Anschließend wird ein Probenteil von $0,75 \text{ ml} \pm 0,05 \text{ ml}$ in die Dosierspritze aufgezogen und anschließend etwa 30 mm unterhalb der Kieselgeloberfläche in den Befüllbereich injiziert.

9.2 Der Befüllbereich wird bis zum Kugelschliff mit Isopropanol (5.3) aufgefüllt.

ANMERKUNG 1 Für die Analyse von Proben mit beträchtlichen, über 205 °C siedenden Anteilen, kann die Verwendung von 3-Methylbutan-1-ol (5.4) anstelle von Isopropanol die Elution verbessern.

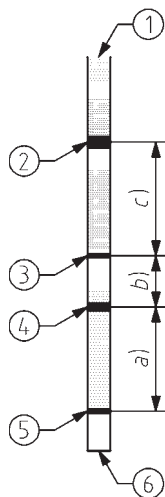
Die Adsorptionssäule wird an den Gasverteiler (6.4) angeschlossen und für etwa $2,5 \text{ min} \pm 0,5 \text{ min}$ mit einem Druck von $14 \text{ kPa} \pm 2 \text{ kPa}$ beaufschlagt, um die Flüssigkeitsfront in die Säule herabzudrängen. Dann wird der Druck für weitere $2,5 \text{ min} \pm 0,5 \text{ min}$ auf $34 \text{ kPa} \pm 2 \text{ kPa}$ erhöht und danach so einjustiert, dass sich für die Durchlaufdauer eine Zeit von etwa einer Stunde ergibt.

ANMERKUNG 2 Für Ottokraftstoffe wird gewöhnlich ein Gasdruck von etwa 28 kPa bis 69 kPa und für Kerosin oder Flugturbinenkraftstoff ein Gasdruck von etwa 69 kPa bis 103 kPa benötigt. Der erforderliche Druck hängt von der Packungsdichte des Kieselgels sowie von der Molmasse der Probe ab.

Eine Durchlaufzeit von einer Stunde ist optimal, jedoch können für hoch molekulare Proben längere Durchlaufzeiten erforderlich sein.

9.3 Nachdem die rote, alkoholische/aromatische Grenzschicht etwa 350 mm in den Auswertebereich hinein gewandert ist, wird mit UV-Licht eine Reihe schneller Ablesungen vorgenommen, indem die Grenzen für jeden beobachteten Kohlenwasserstofftyp entweder mit einem Markerstift angezeichnet oder aber mit den Indexzeigern der Messvorrichtung (6.2) markiert werden. Beim Auslesen ist eine Berührung mit den Händen zu vermeiden. Bild 2 gibt Hilfestellung bei der Identifizierung der chromatographischen Zonenabgrenzungen.

ACHTUNG — Direkte Exposition mit UV-Licht kann insbesondere für die Augen schädlich sein. Es muss daher eine solche Exposition so weit als möglich, z. B. durch Tragen von UV-Schutzbrillen vermieden werden.



Legende

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1 oberes Säulenende | a) gesättigte Kohlenwasserstoffe |
| 2 roter Ring | b) olefinische Kohlenwasserstoffe |
| 3 erste intensive blaue Fluoreszenz | c) aromatische Kohlenwasserstoffe |
| 4 erste intensive gelbe Fluoreszenz | |
| 5 klare, nicht fluoreszierende Laufmittelfront | |
| 6 unteres Säulenende | |

Bild 2 — Identifizierung der chromatographischen Zonen und Grenzen

Die Zonen werden für die nicht fluoreszierende Zone mit den gesättigten Kohlenwasserstoffen, die Laufmittelfront sowie die Stelle mit der höchsten Intensität innerhalb der gelben Fluoreszenz, für das obere Ende der zweiten Zone mit den olefinischen Kohlenwasserstoffen, die Stelle mit der ersten blauen Fluoreszenz und für das obere Ende der dritten Zone für die aromatischen Kohlenwasserstoffe, das obere Ende der rötlichen oder braunen Zone markiert. Bei farblosen Destillaten ist die alkoholische/aromatische Grenze deutlich durch einen roten Ring gekennzeichnet. Bei Anwesenheit von Verunreinigungen in gecrackten Kraftstoffen ist dieser rote Ring jedoch häufig verwischt und zeigt sich als braune Verfärbung unterschiedlicher Länge. Dieser Bereich ist der Zone für die aromatischen Kohlenwasserstoffe zuzurechnen. Wenn allerdings keine blaue Fluoreszenz auszumachen ist, wird dieser braune oder rötliche Ring der nächst tieferen Zone zugerechnet.

9.4 Bei einigen Kraftstoffen, die sauerstoffhaltige Komponenten enthalten, kann einige Zentimeter oberhalb der rötlich oder braunen alkoholisch/aromatischen Grenze ein weiteres rotes Band auftreten. Dieses Band ist zu ignorieren. Bild 3 gibt eine graphische Hilfestellung für die Identifikation der Zonen für Kraftstoffe, welche sauerstoffhaltige Verbindungen enthalten.

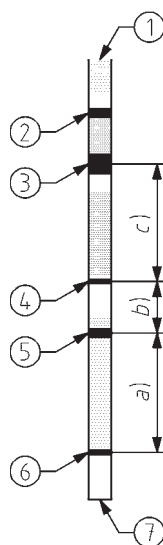
9.5 Falls die Grenzen mit den Indexzeigern markiert wurden, müssen die Abmessungen aufgezeichnet werden.

9.6 Nachdem die Probe etwa weitere 50 mm in der Säule herabgewandert ist, wird eine zweite Ablesung in umgekehrter Reihenfolge zu 9.3 vorgenommen, um Fehler zu minimieren, welche durch das Herabwandern der Zongengrenzen während der Ablesung entstehen könnten. Dabei sind Berührungen der Adsorptionssäule zu vermeiden. Falls die Grenzen mit den Indexzeigern markiert wurden, müssen die Abmessungen aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG Wenn zur Markierung ein Markerstift verwendet wird, können für die Markierung der ersten und zweiten Auslesezeiten Stifte mit verschiedenen Farben benutzt werden.

9.7 Die Summe der abgelesenen Zonenlängen muss mindestens 500 mm betragen.

ANMERKUNG Fehlerhafte Ergebnisse können durch nicht ordnungsgemäßes Packen der Adsorptionssäule oder durch unvollständige Elution der Kohlenwasserstoffe durch das Laufmittel Alkohol verursacht werden. Wird eine Säule mit Präzisionsbohrung verwendet, kann unvollständige Elution anhand der Gesamtlänge der Zonen festgestellt werden. Mit der Standardsäule gilt dieses Kriterium nur bedingt, weil die Innendurchmesser im Auswertebereich nicht bei allen Säulen identisch sein können.



Legende

- 1 oberes Säulenende
- 2 zusätzlicher roter Ring
- 3 rot-brauner Ring
- 4 erste intensive blaue Fluoreszenz
- 5 erste intensive gelbe Fluoreszenz
- 6 klare, nicht fluoreszierende Laufmittelfront
- 7 unteres Säulenende

- a) gesättigte Kohlenwasserstoffe
- b) olefinische Kohlenwasserstoffe
- c) aromatische Kohlenwasserstoffe

Bild 3 — Chromatographische Zonen und Grenzen für Proben mit sauerstoffhaltigen Komponenten

9.8 Nach Abstellen der Druckluftzufuhr wird die Adsorptionssäule aus dem Prüfgerät herausgelöst.

9.9 Falls erforderlich wird der Auswertebereich der Adsorptionssäule auf einem Labortisch mit dem metrischen Messgerät horizontal ausgemessen und die Längen der Zonen notiert.

9.10 Das Kieselgel wird aus der Adsorptionssäule entfernt. Dazu wird sie mit dem unteren Ende nach oben über einem Abfluss mit einem langen Schlauch mit 1,0 mm bis 1,5 mm Innendurchmesser, 45° Winkelspitze mit einem Wasserhahn verbunden. Durch Aufdrehen des Wasserhahns wird das Kieselgel mit schneller Strömung aus der Säule gespült. Mit der gleichen Schlauchleitung wird anschließend die Säule noch mit Wasser gespült, das der Klasse 3 von EN ISO 3696 entspricht, anschließend mit Aceton (5.5) gespült und getrocknet.