

DIN EN 15721

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2012-06-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15721:2009-07

Entwurf

**Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff –
Bestimmung von höheren Alkoholen, Methanol und flüchtigen
Verunreinigungen –
Gaschromatographisches Verfahren;
Deutsche Fassung prEN 15721:2012**

Ethanol as a blending component for petrol –
Determination of higher alcohols, methanol and volatile impurities –
Gas chromatographic method;
German version prEN 15721:2012

Ethanol comme base de mélange à l'essence –
Détermination de la teneur en alcools supérieurs, méthanol et impuretés volatiles –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande prEN 15721:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-04-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise 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.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 (Hausanschrift: 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 23 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15721:2012) 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 vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 062-06-32-04 UA, Spiegelausschuss zur CEN/TC 19 TF - Analytik und Spezifikation von Ethanol und E85 und ISO/TC 28/SC 7/WG 4 im Fachausschusses Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15721:2009-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Verfahren wurde vereinfacht und auf die Bestimmung von höheren Alkoholen nach DIN EN 15376 (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol, 3-Methylbutan-1-ol, Methanol) eingegrenzt; die Angabe der übrigen Alkoholkomponenten erfolgt aufsummiert als Verunreinigung;
- b) die Überprüfung der Responsefaktoren sowie die aufgeführten Beispiele für Responsefaktoren wurden gestrichen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff — Bestimmung von höheren Alkoholen, Methanol und flüchtigen Verunreinigungen — Gaschromatographisches Verfahren

Ethanol comme base de mélange à l'essence — Détermination de la teneur en alcools supérieurs, méthanol et impuretés volatiles — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Ethanol as a blending component for petrol — Determination of higher alcohols, methanol and volatile impurities — Gas chromatographic method

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien und Materialien	5
4.1 Allgemeines	5
4.2 Verbindungen.....	6
5 Geräte.....	6
5.1 Gaschromatograph.....	6
5.2 Gaschromatographie-Säule	6
5.3 Analysenwaage	7
5.4 Probenfläschchen.....	7
6 Probenahme	8
7 Prüfverfahren	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Allgemeine Betrachtungen zur Herstellung und Handhabung von Lösungen	8
7.3 Herstellung der Lösungen für das Verfahren A.....	8
7.4 Herstellung der Lösungen für das Verfahren B.....	9
7.5 Bestimmung	10
8 Berechnung	12
8.1 Gehalt der einzelnen Verbindungen	12
8.2 Berechnung von Gruppengehalten.....	12
8.3 Angabe der Ergebnisse.....	13
9 Präzision	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Wiederholbarkeit.....	13
9.3 Vergleichbarkeit.....	13
10 Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Beispiele von Chromatogrammen	15
Literaturhinweise	21

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15721:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer und biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15721:2009 ersetzen.

Dieses Dokument (prEN 15721:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer und biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15721:2009 ersetzen.

prEN 15721:2012 enthält im Vergleich zu EN 15721:2009 die folgenden signifikanten technischen Änderungen: das Verfahren wurde vereinfacht und auf die Bestimmung von höheren Alkoholen nach DIN EN 15376 (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol, 3-Methylbutan-1-ol, Methanol) eingegrenzt. Die Angabe der übrigen Alkoholkomponenten erfolgt aufsummiert als Verunreinigung. Die Überprüfung der Responsefaktoren sowie die aufgeführten Beispiele für Responsefaktoren wurden gestrichen.

Einleitung

Dieses Dokument legt ein GC-Prüfverfahren für die Bestimmung mehrerer Verbindungen fest, die in Ethanol vorliegen, das als Blendkomponente für Ottokraftstoffe entsprechend den CEN-Festlegungen zu Ethanol als Blendkomponente in der Norm EN 15376 [1] verwendet wird. Das Prüfverfahren umfasst die qualitative und quantitative GC-Analyse einer Reihe von Molekülen, die dann verschiedenen Klassen („Verunreinigungen“, „Methanol“, „höhere Alkohole“) zugeordnet werden, die wiederum für die Berechnung der festgelegten Werte, wie in EN 15376 gefordert, benötigt werden.

Das im vorliegenden Dokument beschriebene Verfahren wurde von der Arbeitsgruppe 9 des CEN/TC 19 erarbeitet und beruht auf zwei Verfahren ([3] und [4]), die in einer Europäischen Verordnung zu Spirituosen veröffentlicht wurden, und auf anderen international veröffentlichten Analysenverfahren für Spirituosen [5]. Das Verfahren wurde im Hinblick auf die Verwendung des Ethanols in Kraftfahrzeuganwendungen modifiziert.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein gaschromatographisches Verfahren für Ethanol fest, mit dem höhere Alkohole (Propan-1-ol, Butan-1-ol, Butan-2-ol, 2-Methylpropan-1-ol (Isobutanol), 2-Methylbutan-1-ol und 3-Methylbutan-1-ol) bis 2,5 % (m/m), Methanol bis 3 % (m/m) und andere flüchtige Verunreinigungen im Konzentrationsbereich bis 2 % (m/m) bestimmt werden.

Das Verfahren ist auf Grund möglicher Störungen nicht für Proben denaturierten (vergällten) Ethanols anwendbar.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieser Europäischen Norm wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz ω der Ausdruck „% (m/m)“ verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

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

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

3 Kurzbeschreibung

Die im Anwendungsbereich angegebenen Verbindungen werden durch Direkteinspritzung einer Prüfmenge in ein Gaschromatographensystem (GC-System) bestimmt. Vor der Injektion wird der Probe ein interner Standard zugegeben. Die Verbindungen werden mit geeigneter GC-Ausstattung unter Anwendung von Temperaturprogrammierung getrennt, wobei auch die Option der Anwendung der Flussprogrammierung (Mengenstrom-) bei entsprechender Säule besteht. Die Verbindungen werden mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) nachgewiesen. Die Konzentration jeder Verbindung wird aus den Responsefaktoren (Ansprechfaktoren) bezüglich des internen Standards bestimmt.

Die Responsefaktoren werden bei der Kalibrierung unter denselben chromatographischen Bedingungen wie bei der Analyse der Ethanolproben erhalten.

Gegebenenfalls in der Probe vorliegendes Wasser wird bei der Analyse nicht erfasst, da das Signal für Wasser im Chromatogramm nicht sichtbar ist. Deswegen muss zur gegebenenfalls erforderlichen Angabe des Alkoholgehalts das Wasser getrennt bestimmt werden.

Es wurden zwei Verfahren („Verfahren A“ und „Verfahren B“) festgelegt, deren Hauptunterschied in der wahlweisen Ausführung eines Arbeitsschrittes zur Verdünnung mit Wasser vor der Analyse besteht. Für beide Varianten wurden in umfangreichen Ringversuchen nachgewiesen, dass sie identische Ergebnisse mit gleicher Präzision liefern.

4 Reagenzien und Materialien

4.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen von analytisch anerkannter Reinheit (mindestens 99 %) oder, falls im Handel erhältlich, von höherer Reinheit sein. Sie müssen in geschlossenen dunklen Glasflaschen aufbewahrt werden und können für längere Zeit verwendet werden. Andere interne Standards dürfen ebenfalls verwendet werden, wenn ausreichend Sicherheit besteht, dass sich deren GC-Signale nicht mit den anderen Signalen im Chromatogramm überlagern.

Wasser zur Verwendung in Laboranalysen muss der Qualität 2 nach EN 3696:1995 entsprechen.