

DIN EN 15984



ICS 75.160.30

Entwurf

Einsprüche bis 2016-06-22
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15984:2011-07

**Mineralölindustrie und -produkte –
Bestimmung der Zusammensetzung von Heizgas für Raffinerien und
Berechnung des Kohlenstoffgehaltes und des Heizwertes –
Gaschromatographisches Verfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15984:2016**

Petroleum industry and products –
Determination of composition of refinery heating gas and calculation of carbon content and
calorific value –
Gas chromatography method;
German and English version prEN 15984:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-04-22 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 online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- 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 45 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15984:2016) 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 Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 15984 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15984:2011-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Präzisionsdaten in Abschnitt 9 aktualisiert;
- b) redaktionelle Anpassungen.

Mineralölindustrie und -produkte — Bestimmung der Zusammensetzung von Heizgas für Raffinerien und Berechnung des Kohlenstoffgehaltes und des Heizwertes — Gaschromatographisches Verfahren

Petroleum industry and products — Determination of composition of refinery heating gas and calculation of carbon content and calorific value — Gas chromatography method

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.8f

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Chemikalien und Hilfsmittel	4
4 Geräte	6
5 Gaschromatographische Analyse	6
5.1 Trennsystem	6
5.2 System-Konfiguration	6
5.3 Säulen	7
6 Kalibrierung	7
6.1 Allgemein	7
6.2 Absoluter Responsefaktor	7
6.3 Relativer Responsefaktor	8
7 Berechnung	8
7.1 Allgemein	8
7.2 Berechnung der nicht normierten Molfraktionen	8
7.3 Bewertung der normierten Zusammensetzung (Bezugskomponenten)	8
7.4 Berechnung des Kohlenstoff-Gehalts	9
7.5 Berechnung des Heizwertes, massenbezogen	10
8 Angabe der Ergebnisse	10
9 Präzision	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Wiederholbarkeit, r	11
9.3 Vergleichbarkeit, R	11
10 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Mögliche Säulen-Kombinationen	12
Anhang B (normativ) Linearitätsprüfung des Detektors	17
Anhang C (informativ) Berechnung der Prüfdaten	19
Anhang D (normativ) Daten für die Berechnung	20
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15984:2016) 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 gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15984:2011 ersetzen.

In dieser Überarbeitung wurden nur die Präzisionsdaten aktualisiert um die realistischen Werte wiederzugeben, die in fünf aufeinanderfolgenden Ringversuchen von DIN/FAM in den Jahren 2009 bis 2014 durchgeführt wurden. Diese zusammengefassten Präzisionsangaben wurden von der CEN/TC 19/WG 36 berechnet und geprüft.

Dieses Dokument basiert auf einer DIN-Norm [3], die denselben Anwendungsbereich hat.

1 Anwendungsbereich

Der Entwurf dieser Europäischen Norm beschreibt eine gaschromatographische Analyse für die Bestimmung der Zusammensetzung von Brenngasen, wie sie in Raffinerien als Heizgase verwendet werden. Die Ergebnisse werden zur Berechnung des Kohlenstoffgehaltes und des unteren Heizwertes verwendet.

Mit dieser gaschromatographischen Analyse werden insgesamt 23 Bestandteile von Heizgasen in Konzentrationen bestimmt, wie sie typischerweise in Raffinerien anfallen (siehe Tabelle 1 für weitere Informationen).

Wasser wird nicht analysiert. Die Ergebnisse beziehen sich auf trockene Gase.

ANMERKUNG 1 Je nach verwendeter Ausrüstung besteht die Möglichkeit, auch höhere Kohlenwasserstoffe zu bestimmen.

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieser Europäischen Norm wird zur Angabe des Volumenanteils (φ) einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

WICHTIG — Diese Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Internationalen Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen in Hinblick auf Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

2 Kurzbeschreibung

Der Entwurf dieser Europäischen Norm beschreibt ein Verfahren, das für die Bestimmung aller Komponenten in raffinerietypischen Heizgasen verwendet wird, wie in Tabelle 1 beschrieben.

ANMERKUNG Die Gehaltsbereiche, in denen die Komponenten analysiert werden können, sind abhängig von der aktuellen Probenzusammensetzung, da höhere Anteile einer bestimmten Komponente den Erfassungsbereich von anderen dicht aneinander eluierenden Komponente beeinflussen können. Die im Allgemeinen für alle Komponenten anwendbaren Gehaltsbereiche sind:

- Kohlenwasserstoffe von 0,01 (mol/100 mol) bis 100 (mol/100 mol);
- nicht kondensierende Gase von 0,02 (mol/100 mol) bis zu 100 (mol/100 mol);
- für Schwefelwasserstoff ist ein Bereich zwischen 0,1 (mol/100 mol) bis zu 10 (mol/100 mol) als geeignet befunden worden.

Drei verschiedene Trennsysteme sind erforderlich; diese dürfen als drei einzelne Gaschromatographen oder integriert in ein Gerät ausgeführt werden.

Abhängig von der Konfiguration werden Kohlenwasserstoffe mit mehr als fünf Kohlenstoffatomen als Summenparameter ausgewiesen. Die Zusammensetzung des Raffinerieheizgases wird zur Berechnung des Kohlenstoffgehaltes und des Heizwertes verwendet. Ein typisches Verfahren wird nachfolgend beschrieben. Eine Konfiguration ist annehmbar, wenn die Bestimmung die in Abschnitt 9 beschriebene Präzision erfüllt.

3 Chemikalien und Hilfsmittel

3.1 Gase.

3.1.1 Wasserstoff, mit einer Reinheit von min. 99,995 % (V/V).

3.1.2 Helium, mit einer Reinheit von min. 99,995 % (V/V).

3.1.3 Stickstoff, mit einer Reinheit von min. 99,995 % (V/V).

3.1.4 Druckluft, öl- und wasserfrei.

3.1.5 Argon, als Alternative für Trennsystem 2 mit einer Reinheit von min. 99,995 % (V/V).

3.2 Kalibrierprobe

Ein zertifiziertes Referenzgasgemisch mit Konzentrationen, die die Bestimmung der erforderlichen Responsefaktoren (siehe 6.1) und Retentionszeiten erlauben, ist erforderlich.

Tabelle 1 — Bestandteile von Heizgasen

Nummer	Synonym	chemische Formel
1	Wasserstoff	H ₂
2	Sauerstoff/Argon	O ₂ /Ar
3	Stickstoff	N ₂
4	Kohlenstoffmonoxid	CO
5	Kohlenstoffdioxid	CO ₂
6	Schwefelwasserstoff	H ₂ S
7	Methan	CH ₄
8	Ethan	C ₂ H ₆
9	Ethen	C ₂ H ₄
10	Ethin (Acetylen)	C ₂ H ₂
11	Propan	C ₃ H ₈
12	Propen	C ₃ H ₆
13	Propin (Methylacetylen)	C ₃ H ₄
14	Propadien	C ₃ H ₄
15	<i>iso</i> -Butan	C ₄ H ₁₀
16	<i>n</i> -Butan	C ₄ H ₁₀
17	<i>trans</i> -2-Buten	C ₄ H ₈
18	1-Buten	C ₄ H ₈
19	2-Methylpropen	C ₄ H ₈
20	<i>cis</i> -2-Buten	C ₄ H ₈
21	1,3-Butadien	C ₄ H ₆
22	<i>iso</i> -Pentan	C ₅ H ₁₂
23	<i>n</i> -Pentan	C ₅ H ₁₂
24	andere Verbindungen mit 5 oder mehr Kohlenstoffatomen, ausgenommen <i>iso</i> - und <i>n</i> -Pentan (C ₅₊)	

4 Geräte

4.1 Übliche Labor- und Glasgeräte.

4.2 Gaschromatographisches Gerät, das mit den Anforderungen nach Abschnitt 5 übereinstimmt und aus mindestens 3 einzelnen Trennsystemen besteht, die geeignet sind in einem Gaschromatographen, mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor (en: thermal conductivity detector, TCD) und einem Flammenionisationsdetektor (en: flame ionization detector, FID) gleichzeitig betrieben zu werden.

5 Gaschromatographische Analyse

5.1 Trennsystem

Das gaschromatographische System besteht aus folgenden drei Teilen:

1) Trennsystem 1

Alle Komponenten außer Wasserstoff (siehe Tabelle 1) werden an einer Säule porösem Polymerpackungsmaterial und Molsieb zurückgehalten und dann zurückgespült.

ANMERKUNG HayeSep® und Molsieve® sind Beispiele für handelsübliche Produkte.

Wasserstoff wird mit dem TCD mit Stickstoff (3.1.3) als Trägergas bestimmt (siehe Bild A.4).

2) Trennsystem 2

Das zweite Trennsystem trennt die nicht-kondensierenden Gase sowie Kohlenstoffdioxid, Kohlenwasserstoffe mit 2 Kohlenstoffatomen und Schwefelwasserstoff mit Helium (3.1.2) als Trägergas und mit einem TCD als Detektor. Nach Vortrennung auf der Säule mit einer porösen Polymerpackung (Säule 3) werden Propan und höhere Kohlenwasserstoffe rückgespült und abgelassen. Siehe Bild A.5 für Informationen.

Befinden sich die inerten Gase (O_2/Ar , N_2 , CH_4 und CO) auf der Molsieb-13X-Säule, wird diese Säule isoliert. Von der Säule mit einer porösen Polymerpackung (Säule 4) eluieren Kohlenstoffdioxid, C_2 -Kohlenwasserstoffe und Schwefelwasserstoff und werden detektiert. Die C_2 -Kohlenwasserstoffe aus dieser Fraktion werden für die Auswertung nicht verwendet. Danach wird die Molsieb-13X-Säule (Säule 6) eluiert und die Komponenten mit dem TCD detektiert. Methan wird mit dem Trennsystem 3 quantifiziert.

3) Trennsystem 3

Das dritte Trennsystem trennt und quantifiziert alle Kohlenwasserstoffe mittels FID und Wasserstoff (3.1.1) oder Helium (3.1.2) als Trägergas. Es sind zwei Säulen in Reihe geschaltet. Von einer Methylsilikonöl-Säule (Säule 1) werden die Komponenten oberhalb eines definierten Schnittpunktes, z. B. bei *n*-Pentan, zurückgespült und als Summenparameter bestimmt. Die Kohlenwasserstoffe von der Aluminiumoxid-Säule (Säule 2) werden anschließend einzeln quantifiziert. Siehe Bild A.6 für Informationen.

5.2 System-Konfiguration

Das gaschromatographische System darf aus einem oder mehreren Gaschromatographen zusammengesetzt sein, mit der Möglichkeit zum isothermen bzw. temperaturprogrammierten Betrieb, abhängig von der gewählten System-Konfiguration. Ein TCD und ein FID müssen verfügbar sein.

Ein Gasdurchflusskontrollsystem, Gasprobenahmeventile und Umschaltventile werden verwendet.

Ein Auswerteeinheit muss vorhanden sein.

Optional darf ein Verdampfersystem verwendet werden.

5.3 Säulen

Es sind Kombinationen mit gepackten und mit Kapillarsäulen möglich.

Es muss sichergestellt sein, dass eine quantitative Trennung aller Komponenten, die zu bestimmen sind (siehe Tabelle 1), möglich ist und die Gesamtsumme der C₅₊ quantitativ erfasst wird. Eine angemessene Trennung zwischen den Komponenten durch alle drei Trennungssysteme ist erforderlich.

Falls Cyclopropan bestimmt werden kann, dann muss es zu Propen addiert werden.

Ein Beispiel für eine typische Konfiguration ist im Anhang A aufgeführt.

6 Kalibrierung

6.1 Allgemein

Abhängig vom Herstellungsverfahren für das Referenzgasgemisch kann es erforderlich sein, die Konzentrationseinheit der Komponente im Kalibriergas in % (mol/mol) umzurechnen.

Die Linearität der Detektoren ist nach Anhang B zu prüfen.

Ist eine Kalibrierung erforderlich, z. B. täglich oder für eine Analysenreihe, muss ein Referenzgasgemisch analysiert werden. Für jedes Trennsystem (siehe 5.1) muss mindestens eine Komponente, die Bezugskomponente, kalibriert werden. Zum Beispiel für Trennsystem 1: Wasserstoff, für Trennsystem 2: Stickstoff und für Trennsystem 3: Propan. Mit diesen drei Komponenten wird eine externe Kalibrierung durchgeführt und der absolute Responsefaktor berechnet.

Für alle anderen Komponenten werden relative Responsefaktoren verwendet (siehe 6.3).

Der relative Responsefaktor der Bezugskomponente wird auf 1,0 gesetzt.

Alternativ können für alle zu analysierenden Komponenten mit einem Referenzgasgemisch die absoluten Responsefaktoren bestimmt werden. Eine Überprüfung dieser Kalibrierung kann mit einem Gasgemisch mit weniger Komponenten durchgeführt werden.

6.2 Absoluter Responsefaktor

Die Bestimmung der absoluten Responsefaktoren ist möglich, wenn bei konstanten Analysenbedingungen eine reproduzierbare Aufgabe möglich ist. Das Verhältnis zwischen Konzentration und Peakfläche wird bestimmt und der absolute Responsefaktor nach folgender Gleichung berechnet:

$$RF_i = \frac{x_i}{A_i} \quad (1)$$

Dabei ist

RF_i der absolute Responsefaktor der Komponente i ;

x_i die Konzentration der Komponente i in (mol/100 mol) im Kalibriergas;

A_i die Peakfläche der Komponente i im Kalibriergas.

6.3 Relativer Responsefaktor

Zur Quantifizierung können auch die relativen Responsefaktoren verwendet werden. Dazu wird in einem Trennsystem eine Komponente als Bezug verwendet (Bezugskomponente).

Der relative Responsefaktor wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$RRF_i = \frac{RF_i}{RF_{St}} \quad (2)$$

Dabei ist

RRF_i der relative Responsefaktor der Komponente i ;

RF_i der absolute Responsefaktor der Komponente i ;

RF_{St} der absolute Responsefaktor der Bezugskomponente St .

7 Berechnung

7.1 Allgemein

Für die Berechnung von Parametern für Gasgemische, wie in dieser Norm beschrieben, wird die molare Zusammensetzung des Gasgemisches benötigt.

ANMERKUNG Ein genaueres Ergebnis kann erzielt werden, wenn die C5-Olefine einzeln analysiert und nicht mit den schwerer siedenden Komponenten zusammengezählt werden.

7.2 Berechnung der nicht normierten Molfraktionen

Die Konzentrationen der Komponenten, $x_{i, \text{Probe}}$, in Tabelle 1 werden in der Einheit mol/mol berechnet. Die Berechnung erfolgt nach Gleichung (3):

$$x_{i, \text{Probe}} = A_{i, \text{Probe}} \cdot RRF_{i, \text{St}} \cdot RF_{\text{StK}} \quad (3)$$

Dabei ist

$A_{i, \text{Probe}}$ die Peakfläche der Komponente i in der Probe;

$RRF_{i, \text{St}}$ der relative Responsefaktor der Komponente i relativ zur Bezugskomponente St ;

RF_{StK} der absolute Responsefaktor der Bezugskomponente St in der Bezugsgasmischung K .

ANMERKUNG Kommen nur absolute Responsefaktoren zur Anwendung, werden Bezugskomponente St und Komponente i identisch. Damit wird in der Gleichung (3) $RRF = 1$ und jeder RF stellt die individuelle Komponente i dar.

7.3 Bewertung der normierten Zusammensetzung (Bezugskomponenten)

Die Ergebnisse können normiert werden, wenn die Summe aller Molfraktionen der Komponenten nicht kleiner als 0,98 oder größer als 1,02 ist. Falls nicht, sollten die Analysen wiederholt werden. Führt die Wiederholung der Analyse zu keiner Verbesserung des Ergebnisse, müssen die Kalibrierung und die Geräte überprüft werden.

Die Normierung ist wie folgt durchzuführen:

$$x_i^* = \frac{x_{i, \text{Probe}}}{\sum_{i=1}^k x_{i, \text{Probe}}} \cdot 100 \quad (4)$$

Dabei ist

- x_i^* die korrigierte Konzentration der Komponente i in der Probe in mol/100 mol;
- $x_{i, \text{Probe}}$ die unkorrigierte Konzentration der Komponente i in der Probe;
- $\sum_{i=1}^k x_{i, \text{Probe}}$ die Summe der nicht normierten Molfraktionen der Probe;
- k die Anzahl der Komponenten.

7.4 Berechnung des Kohlenstoff-Gehalts

Die bestimmten und normierten Konzentrationen jeder Komponente, nach Gleichungen (3) und (4) berechnet, sind unabhängig von Druck und Temperatur. Durch Multiplikation der Konzentration jeder Komponente mit seiner entsprechenden molaren Masse und anschließender Normierung der Ergebnisse wandeln sich die Fraktionen (mol/100 mol) nach folgender Gleichung in g/100 g Gas, $w_{x_i^*}$ um:

$$w_{x_i^*} = \frac{x_i^* \cdot M_i}{\sum_{i=1}^k (x_i^* \cdot M_i)} \cdot 100 \quad (5)$$

Dabei ist

- x_i^* die korrigierte Konzentration der Komponente i in der Probe in mol/100 mol;
- M_i die molare Masse der Komponente i in g/mol;
- $\sum_{i=1}^k (x_i^* \cdot M_i)$ die Summe der normierten Molfraktionen der Probe multipliziert mit der molaren Masse;
- k die Anzahl der Komponenten.

Die Kohlenstoffanteile für die einzelnen Komponenten, w_{C_i} , sind der Tabelle D.1 enthalten.

Die Berechnung erfolgt nach Gleichung (6):

$$w_{C_i} = \frac{n_{C_i} \cdot M_C}{M_i} \quad (6)$$

Dabei ist

- n_{C_i} die Anzahl der Kohlenstoffatome in der Komponente i ;
- M_C die molare Masse des Kohlenstoffs in g/mol;
- M_i die molare Masse der Komponente i in g/mol.

Die Multiplikation der Konzentration w_i in (g/100 g Gas) mit dem molaren Kohlenstoffanteil w_{C_i} der Komponente i ergibt in Summe den Kohlenstoffanteil in der Mischung (g C/100 g Gas), C_C :

$$C_i = \sum_{i=1}^k w_{x_i^*} \cdot w_{C_i} \quad (7)$$

7.5 Berechnung des Heizwertes, massenbezogen

Die in 7.2 ermittelte Konzentration der Komponenten ist unabhängig von Druck und Temperatur. Durch Multiplikation mit der molaren Masse in g/mol ergibt sich der Stoffmengenanteil in g. Wird die Summe der so erhaltenen Massen auf 100 g normiert, wird der Stoffmengenanteil angegeben als g/100 g Gas.

Die Umrechnung der normierten Molfraktionen (7.3) in (g/100 g) Gas, siehe 7.4.

Die unteren Heizwerte für die einzelnen Komponenten sind Tabelle D.1 zu entnehmen. Die Umrechnung in kJ/g erfolgt nach Gleichung (8).

$$H_{u_{C_i}} = \frac{H_{u_i}}{M_i} \quad (8)$$

Dabei ist

$H_{u_{C_i}}$ der untere Heizwert der Komponente i in kJ/g;

H_{u_i} der untere Heizwert der Komponente i in kJ/mol;

M_i die molare Masse der Komponente i in g/mol.

Die Multiplikation der Konzentration $w_{x_i^*}$ in (g/100 g Gas) mit dem unteren Heizwert H_u jeder Komponente i in kJ/g ergibt in Summe den unteren Heizwert der gesamten Mischung in (kJ/100 g Gas).

$$H_u = \sum_{i=1}^k w_{x_i^*} \times H_{u_{C_i}} \quad (9)$$

8 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an Kohlenstoff ist in (g/100 g) Gas auf 0,01 anzugeben.

Der Heizwert ist in (kJ/100 g) Gas auf 0,01 anzugeben.

Die Analyse der Zusammensetzung des Raffinerieheizgases ist in (mol/100 mol) auf 0,01 anzugeben.

9 Präzision

9.1 Allgemeines

Die angegebene Präzision in 9.2 und 9.3 wurde durch statistische Untersuchungen in Übereinstimmung mit EN ISO 4259 [1] anhand von Ringversuchsergebnissen ermittelt.

9.2 Wiederholbarkeit, r

Der Unterschied zwischen zwei Ergebnissen, die von demselben Beobachter mit demselben Gerät unter konstanten Arbeitsbedingungen an derselben Probe ermittelt werden, würde auf die Dauer bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens nur in einem von zwanzig Fällen die nach den folgenden Gleichungen ermittelten Werte überschreiten.

unterer Heizwert:

$$r = 17,51 \text{ (kJ/100 g)} \quad (10)$$

Kohlenstoffgehalt:

$$r = 0,33 \text{ (g/100 g)} \quad (11)$$

Dabei ist

X der Mittelwert von zwei zu vergleichenden Ergebnissen.

9.3 Vergleichbarkeit, R

Der Unterschied zwischen zwei einzelnen und unabhängigen Ergebnissen, die von verschiedenen Beobachtern in verschiedenen Laboratorien an gleichen Proben ermittelt werden, würde auf die Dauer bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens nur in einem von zwanzig Fällen die nach den folgenden Gleichungen ermittelten Werte überschreiten.

unterer Heizwert:

$$R = 119,90 \text{ (kJ/100 g)} \quad (12)$$

Kohlenstoffgehalt:

$$R = 2,16 \text{ (g/100 g)} \quad (13)$$

Dabei ist

X der Mittelwert von zwei zu vergleichenden Ergebnissen.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Informationen enthalten:

- a) eine Verweisung auf diese Europäische Norm, d. h. prEN 15984;
- b) Art und vollständige Identifizierung des/r geprüften Produktes/Probe;
- c) Prüfergebnis (siehe Abschnitt 7);
- d) jede Abweichung, vereinbart oder nicht, vom festgelegten Verfahren;
- e) Prüfdatum.

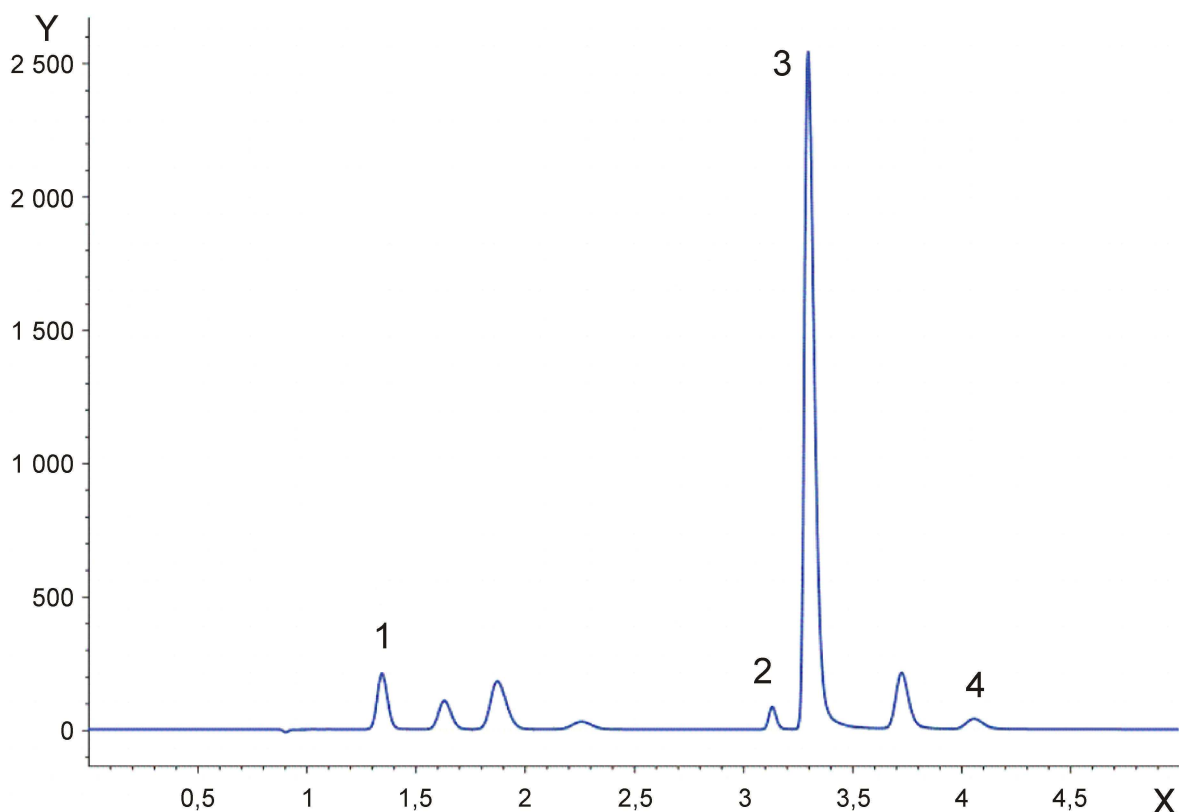
Anhang A (informativ)

Mögliche Säulen-Kombinationen

Die folgende Kombination der Säulen darf verwendet werden:

- Säule 1 Vorsäule für Kohlenwasserstoffe bis zu C6. Nominal 3 m × 320 µm Methylsilikon;
- Säule 2 Trennsäule Kohlenwasserstoffe. Nominal 25 m × 320 µm Aluminiumoxid;
- Säule 3 Nominal 0,25 m Säule mit einer porösen Polymerpackung (z. B. HayeSep Q);
- Säule 4 Nominal 1 m Säule mit einer porösen Polymerpackung (z. B. HayeSep N);
- Säule 5 Nominal 2 m Säule mit einer porösen Polymerpackung (beispielsweise HayeSep Q) + Molsieb 5A. Die zwei Säulen werden in Reihe geschaltet; zuerst die Säule mit der porösen Polymerpackung, dann die Säule mit dem Molsieb;
- Säule 6 Nominal 2 m Molsieb 13X.

Ein Beispiel für ein daraus resultierendes WLD-Chromatogramm ist in Bild A.1 dargestellt.



Legende

1	Kohlenstoffdioxid	4	Kohlenstoffmonoxid
2	Sauerstoff	X	Zeit in min
3	Stickstoff	Y	Signal in µV

Bild A.1 — Beispiel: TCD-Chromatogramm eines Prüfgases