

DIN EN 1601

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2012-09-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1601:1997-10

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Unverbleite Ottokraftstoffe –
Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des
Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff mittels
Gaschromatographie (O-FID);
Deutsche Fassung prEN 1601:2012**

Liquid petroleum products –
Unleaded petrol –
Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen
content by gas chromatography (O-FID);
German version prEN 1601:2012

Produit pétroliers liquides –
Essence sans plomb –
Détermination des composés oxygénés organiques et de la teneur totale en oxygène
organiquement lié par chromatographie en phase gazeuse (O-FID);
Version allemande prEN 1601:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-07-30 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 21 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1601:2012) 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 Arbeitsausschuss NA 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1601:1997-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme eines Verdünnungsverfahrens zur Messung eines Gehaltes an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). In diesem Verfahren nach Abschnitt 12 wird die Probe mit einem sauerstofffreien Ottokraftstoff verdünnt (1:1 Masse/Masse oder 1:2 Masse/Masse), und zwar vor der Zugabe des inneren Standards und der Analyse. Präzisionsdaten wurden hierfür noch nicht ermittelt;
- b) die früheren Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt deckten den Bereich von 1,5 % (*m/m*) bis 3,0 % (*m/m*) ab. Die Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt wurden auf Grundlage von Ringversuchsergebnissen von 2005, zu beziehen beim DIN-FAM, Deutschland, für den Bereich von 2,1 % (*m/m*) bis 3,9 % (*m/m*) aktualisiert;
- c) Weglassen des ursprünglichen Anhangs A mit den Dichten sauerstoffhaltiger Verbindungen und Aufnahme einer Reihe von ihnen in 8.3;
- d) verbesserte Beschreibung von GC und anderen Geräten;
- e) aktualisierte Chromatogramme und Aufnahme einer schematischen O-FID Gerätekonfiguration in den neuen Anhang A.

Flüssige Mineralölerzeugnisse — Unverbleite Ottokraftstoffe — Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromatographie (O-FID)

Produit pétroliers liquides — Essence sans plomb — Détermination des composés oxygénés organiques et de la teneur totale en oxygène organiquement lié par chromatographie en phase gazeuse (O-FID)

Liquid petroleum products — Unleaded petrol — Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content by gas chromatography (O-FID)

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien und Werkstoffe	5
5 Geräte.....	6
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Berechnung	9
9 Angabe der Ergebnisse.....	11
10 Präzision	12
11 Prüfbericht.....	13
12 Verfahren zur Bestimmung eines höheren Gehalts an sauerstoffhaltigen Verbindungen	13
Anhang A (informativ) Erläuterung der sauerstoffselektiven Messtechnik (O-FID)	15
A.1 Beschreibung	15
A.2 Zusammenfassung der Analysenbedingungen.....	16
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1601:2012) 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 gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1601:1997 ersetzen.

Die signifikanten technischen Änderungen zwischen diesem Entwurf und der früheren Ausgabe sind die folgenden:

- Aufnahme eines Verdünnungsverfahrens zur Messung eines Gehaltes an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (*m/m*). In diesem Verfahren nach Abschnitt 12 wird die Probe mit einem sauerstofffreien Ottokraftstoff verdünnt (1:1 Masse/Masse oder 1:2 Masse/Masse), und zwar vor der Zugabe des inneren Standards und der Analyse. Präzisionsdaten wurden hierfür noch nicht ermittelt.
- Die früheren Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt deckten den Bereich von 1,5 % (*m/m*) bis 3,0 % (*m/m*) ab. Die Präzisionsdaten für den Sauerstoffgehalt wurden auf Grundlage von Ringversuchsergebnissen von 2005, zu beziehen beim DIN-FAM, Deutschland, für den Bereich von 2,1 % (*m/m*) bis 3,9 % (*m/m*) aktualisiert.
- Weglassen des ursprünglichen Anhangs A mit den Dichten sauerstoffhaltiger Verbindungen und Aufnahme einer Reihe von ihnen in 8.3.
- Verbesserte Beschreibung von GC und anderen Geräten.
- Aktualisierte Chromatogramme und Aufnahme einer schematischen O-FID Gerätekonfiguration in den neuen Anhang A.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein direktes (ohne Verdünnung) gaschromatographisches Analysenverfahren zur quantitativen Bestimmung sauerstoffhaltiger Verbindungen im Bereich 0,17 % (m/m) bis 15 % (m/m) und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff bis 3,9 % (m/m) in unverbleiten Ottokraftstoffen mit einem Siedepunkt nicht über 220 °C fest.

Für Proben, deren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen höher als 15 % (m/m) ist, ist ein Verfahren mit der Verdünnung der Probe vor der Analyse gegeben.

ANMERKUNG 1 Präzisionsdaten für einen höheren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen als 15 % (m/m) sind nicht verfügbar.

ANMERKUNG 2 Für den Zweck dieser Europäischen Norm werden Massenanteil, μ , und Volumenanteil, φ , durch die Begriffe % (m/m) und % (V/V) ausgedrückt.

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171)*

EN ISO 3675, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte im Labor — Aräometer-Verfahren (ISO 3675)*

EN ISO 3838, *Rohöl und flüssige oder feste Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte oder der relativen Dichte — Verfahren mittels Pyknometer mit Kapillarpipetten und Bikapillar-Pyknometer mit Skala (ISO 3838)*

EN ISO 12185, *Rohöl und Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte — U-Rohr-Oszillationsverfahren (ISO 12185)*

3 Kurzbeschreibung

Nach Auftrennung der Probe durch eine Kapillarsäule werden die sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen durch einen thermisch arbeitenden Crackreaktor selektiv in Kohlenstoffmonoxid, Wasserstoff und Kohlenstoff umgewandelt.

In einem Hydrierreaktor wird anschließend das Kohlenstoffmonoxid zu Methan konvertiert, welches dann in einem Flammenionisationsdetektor (O-FID) ein Messsignal erzeugt.

ANMERKUNG Ein Leitfaden zur sauerstoffselektiven Messtechnik (O-FID) ist im Anhang A gegeben.

4 Chemikalien und Werkstoffe

4.1 Gase

4.1.1 Trägergase, Helium oder Stickstoff, frei von Kohlenwasserstoffen, Sauerstoff und Wasser.

Wasserstoff darf nicht als Trägergas benutzt werden, weil es mit der Crackreaktion interferiert.

4.1.2 Reaktor- und Detektorgase, Wasserstoff und Luft oder Sauerstoff.

WARNUNG — Wasserstoff ist explosiv, wenn es mit Luft bei einer Volumenkonzentration von etwa 4 % (V/V) bis 75 % (V/V) gemischt wird. Alle Verbindungen und Leitungen mit Wasserstoff müssen gasdicht sein, um ein Ausströmen von Wasserstoff in einen geschlossenen Raum zu verhindern.

4.2 Chemikalien für die Herstellung von Kalibriermischungen

Es dürfen nur Chemikalien bekannter analytischer Reinheit benutzt werden. Der Reinheitsgrad der Chemikalien darf nicht niedriger als 99,0 % (m/m) sein.

Kalibriermischungen sollten aus folgenden Chemikalien zusammengestellt werden:

- 4.2.1** Methanol (CH_3OH) (Methylalkohol; MeOH);
- 4.2.2** Ethanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) (Ethylalkohol; EtOH);
- 4.2.3** Propan-1-ol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) (Propylalkohol; NPA);
- 4.2.4** Propan-2-ol [$(\text{CH}_3)_2\text{CH OH}$] (Isopropylalkohol; IPA);
- 4.2.5** Butan-1-ol ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{OH}$) (Butylalkohol; NBA);
- 4.2.6** Butan-2-ol ($\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{CH}_3$) (sec-Butylalkohol; SBA);
- 4.2.7** 2-Methylpropan-2-ol [$(\text{CH}_3)_3\text{COH}$] (tert-Butylalkohol; TBA);
- 4.2.8** 2-Methylpropan-1-ol [$(\text{CH}_3)_2\text{CH CH}_2\text{OH}$] (iso-Butylalkohol; IBA);
- 4.2.9** Pentan-2-ol [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$] (sec-Amylalkohol; SAA);
- 4.2.10** tert-Butylmethylether [$(\text{CH}_3)_3\text{CO CH}_3$] (Methyl-tert-butylether; MTBE);
- 4.2.11** Methyl-tert-pentylether [$(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{OCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$] (tert-Amylmethylether; TAME);
- 4.2.12** Ethyl-tert-pentylether [$(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$] (Ethyl-tert-Amylether; ETAE);
- 4.2.13** Aceton [$(\text{CH}_3)_2\text{CO}$];
- 4.2.14** Butan-2-on ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_3$) (Methylethylketon; MEK);
- 4.2.15** tert-Butylethylether [$(\text{CH}_3)_3\text{CO CH}_2\text{CH}_3$] (Ethyl-tert-butylether; ETBE).