

DIN EN 1601



ICS 75.160.20

Entwurf

Einsprüche bis 2016-07-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1601:2014-07

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des
Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff in Unverbleitem
Ottokraftstoff –
Methode mittels Gaschromatographie (O-FID);
Deutsche und Englische Fassung prEN 1601:2016**

Liquid petroleum products –
Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content
in unleaded petrol –
Method by gas chromatography (O-FID);
German and English version prEN 1601:2016

Produit pétroliers liquides –
Détermination des composés oxygénés organiques et de la teneur totale en oxygène
organiquement lié en essence sans plomb –
Technique par chromatographie en phase gazeuse (O-FID);
Version allemande et anglaise prEN 1601:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-05-06 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.

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

Gesamtumfang 44 Seiten

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1601:2016) 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 nationale Gremium ist der NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 1601:2016 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1601:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) bessere Beschreibung der Trägergase, Ausrüstung und Verfahrensanweisung zur Kühlung der Proben;
- b) Erweiterung der Tabelle 1 über die Daten der sauerstoffhaltigen Verbindungen, Ergänzung von ETBE und TAEE;
- c) redaktionelle Überarbeitung zum verbesserten Verständnis des Prüfverfahrens.

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

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

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

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Reagenzien und Werkstoffe	7
4.1 Gase	7
4.2 Reagenzien für die Herstellung von Kalibriermischungen	7
4.3 Innere Standards	8
4.4 Ottokraftstoff ohne sauerstoffhaltige organische Verbindungen	8
5 Prüfeinrichtung	8
5.1 Gaschromatische Prüfeinrichtungen	8
5.2 Andere Geräte	8
6 Probenahme	9
7 Verfahren	9
7.1 Vorbereitung des Prüfgerätes	9
7.2 Kalibrierung	10
7.3 Bestimmung der Dichte der Probe	11
7.4 Probenvorbereitung	11
7.5 Injektion des Probenteils	11
7.6 Prüfung des Chromatogramms	11
8 Berechnung	11
8.1 Berechnung der Masse jeder Komponente in der Probe	11
8.2 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Massenanteil in Prozent	12
8.3 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Volumenanteil in Prozent	12
9 Verfahren zur Bestimmung eines höheren Gehalts an sauerstoffhaltigen Verbindungen	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Verdünnung der Probe	13
9.3 Vorbereitung der Probe D für die Analyse	14
9.4 Analyse der Probe D	14
9.5 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	14
9.5.1 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe D als Massenanteil in Prozent	14
9.5.2 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe als Massenanteil in Prozent	14
9.5.3 Berechnung der Komponente von Interesse in der Probe als Volumenanteil in Prozent	14
10 Gesamtgehalt organisch gebundenen Sauerstoffs	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Präzision	15
12.1 Allgemeines	15
12.2 Wiederholbarkeit, r	15
12.3 Vergleichbarkeit, R	15
13 Prüfbericht	16

Anhang A (informativ) Erläuterung der sauerstoffselektiven Messtechnik (O-FID)	17
A.1 Beschreibung	17
A.2 Zusammenfassung der Analysebedingungen	18
Literaturhinweise.....	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1601:2016) 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 1601:2014 ersetzen.

Gegenüber EN 1601:2014 wurden folgende signifikante Änderungen vorgenommen:

- bessere Beschreibung der Trägergase, Ausrüstung und Verfahrensanweisung zur Kühlung der Proben;
- Erweiterung der Tabelle 1 über die Daten der sauerstoffhaltigen Verbindungen, Ergänzung von ETBE und TAEE;
- redaktionelle Überarbeitung zum verbesserten Verständnis des Prüfverfahrens.

Einleitung

Diese Europäische Norm ist eine Aktualisierung der ersten Ausgabe (EN 1601:1997).

Der Anwendungsbereich des Prüfverfahrens wurde aktualisiert, um Ottokraftstoff mit einem höheren Gesamtgehalt an Sauerstoff und mit einem höheren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen, als in der früheren Ausgabe erwähnt, einzuschließen. Das Prüfverfahren ist jetzt anwendbar für Ottokraftstoff (Motorenbenzin für Autos) mit einem Gesamtgehalt an Sauerstoff bis zu 3,9 % (*m/m*) und/oder mit einem Gehalt an einer einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindung höher als 15 % (*m/m*). Ein derartiger Kraftstoff ist in EN 228 [1] festgelegt. Die vorherigen Werte für die Präzision des Gehalts an einer einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindung im Bereich von 0,17 % (*m/m*) bis 15 % (*m/m*) wurden nicht aktualisiert oder auf über 15 % (*m/m*) erweitert.

Eine Verfahrensanweisung zur Verdünnung, um einen höheren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen als 15 % (*m/m*) zu messen, ist in dieser Norm enthalten. Die Werte für die Präzision wurden nicht für diese Verfahrensanweisung ausgewertet.

Die vorherigen Werte für den Gesamtgehalt an Sauerstoff deckten den Bereich von 1,5 % (*m/m*) bis 3,0 % (*m/m*) ab. Die Präzisionswerte für den Gesamtgehalt an Sauerstoff wurden für den Bereich von 2,1 % (*m/m*) bis 3,9 % (*m/m*) anhand von Ringversuchs-Werten von 2005 bis 2011, verfügbar bei DIN-FAM, Deutschland, aktualisiert.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein direktes (ohne Verdünnung) gaschromatographisches Analyseverfahren zur quantitativen Bestimmung sauerstoffhaltiger Verbindungen im Bereich 0,17 % (m/m) bis 15 % (m/m) und des Gesamtgehalts 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 Die Umwandlung von Massenprozent in Volumenprozent wird unter Anwendung der Berechnung, die in 8.3 und 9.5.3 erwähnt sind, vorgenommen.

ANMERKUNG 2 Präzisionsdaten für einen höheren Gehalt an sauerstoffhaltigen Verbindungen als 15 % (m/m) sind nicht verfügbar (siehe Einleitung).

ANMERKUNG 3 Für den Zweck dieser Europäischen Norm werden Massenanteil, μ , bzw. Volumenanteil, φ , durch die Begriffe „% (m/m)“ und „% (V/V)“ ausgedrückt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Europäische Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

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 Bicapillar-Pyknometer mit Skala (ISO 3838)*

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

3 Kurzbeschreibung

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

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

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

4 Reagenzien und Werkstoffe

4.1 Gase

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

Wasserstoff muss gemischt und sehr genau zum Trägergas gegeben werden, um einen stabilen Betrieb des Crackreaktors (siehe Bild A1 und die Empfehlung in A.2) zu gewährleisten.

Es ist wichtig, den Sauerstoff im Trägergas zu minimieren. Um die Untergrundsignale zu reduzieren, ist es entscheidend, Sauerstoff- und Feuchtefilter zu verwenden.

4.1.2 Detektorgase, Wasserstoff und Luft, die für den Flammenionisationsdetektor geeignet sind.

WARNUNG — Wasserstoff ist explosiv, wenn es mit Luft bei Volumenkonzentrationen 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.

4.1.3 Crackreaktorgas, Helium oder Stickstoff zum Spülen, um das Platin-/Rhodium-Element zu schützen (siehe Bild A.1).

4.2 Reagenzien für die Herstellung von Kalibriermischungen

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

Kalibriermischungen sollten aus folgenden Reagenzien zusammengestellt werden:

4.2.2 Methanol (MeOH);

4.2.3 Ethanol (EtOH);

4.2.4 Propan-1-ol (NPA);

4.2.5 Propan-2-ol (IPA);

4.2.6 Butan-1-ol (NBA);

4.2.7 Butan-2-ol (SBA);

4.2.8 2-Methylpropan-2-ol (TBA);

4.2.9 2-Methylpropan-1-ol (IBA);

4.2.10 2-Pentanol (SAA);

4.2.11 2-Methoxy-2-methylpropan (Methyl-tert-butylether (MTBE));

4.2.12 2-Methoxy-2-methylbutan (Tert-Amyl-Methyl-Ether (TAME));

4.2.13 2-Isopropoxypropan (Diisopropylether (DIPE));

4.2.14 2-Ethoxy-2-methylpropan (Ethyl-tert-butylether (ETBE));

4.2.15 2-Ethoxy-2-methylbutan (Tert-Amyl-Ethyl-Ether (TAEE));

4.2.16 Butan-2-on (MEK);

4.2.17 Aceton (DMK).

4.3 Innere Standards

Eine der in 4.2 aufgelisteten Reagenzien ist zu benutzen. Ist abzusehen, dass alle genannten Reagenzien in der zu analysierenden Probe enthalten sind, ist eine andere sauerstoffhaltige organische Verbindung mit gleicher Reinheit zu verwenden. Der gewählte innere Standard muss zu einer anderen Retentionszeit als die Komponenten der Analysenprobe eluieren.

4.4 Ottokraftstoff ohne sauerstoffhaltige organische Verbindungen

Es ist zu prüfen, dass der Ottokraftstoff keine mit diesem Prüfverfahren nachweisbaren Anteile sauerstoffhaltiger Verbindungen enthält.

Vor der Herstellung der Kalibriermischung und der Analysenprobe ist der sauerstofffreie Ottokraftstoff auf 0 °C bis 5 °C zu kühlen.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Gaschromatische Prüfeinrichtungen

5.1.1 Gaschromatograph, ausgerüstet mit einem variablen Fluss-Splitinjektor, einem sauerstoffselektiven Detektor (O-FID) und einem computerkontrollierten oder anderen System, das die Aufzeichnung der Chromatogramme und quantitative Berechnungen erlaubt. Eine typische O-FID Gerätekonfiguration findet sich in A1.

5.1.2 Säulen, die Trennsäule muss eine mit einer für die Erzielung der notwendigen Trenneigenschaften geeigneten Phase belegte Kapillarsäule sein. Polyethylenglykol und Polydimethylsiloxan sind geeignete Phasen.

ANMERKUNG Als Anhaltspunkt ist ein Beispiel der Elutionsreihe einiger sauerstoffhaltiger Verbindungen in Bild A.3 gezeigt.

Die Auflösung zwischen den zu bestimmenden Komponenten und zwischen Wasser und Sauerstoff muss mindestens 1 betragen.

Die Auflösung, R , zwischen den Peaks A und B (siehe Bild 1) ist mittels Gleichung (1) zu berechnen:

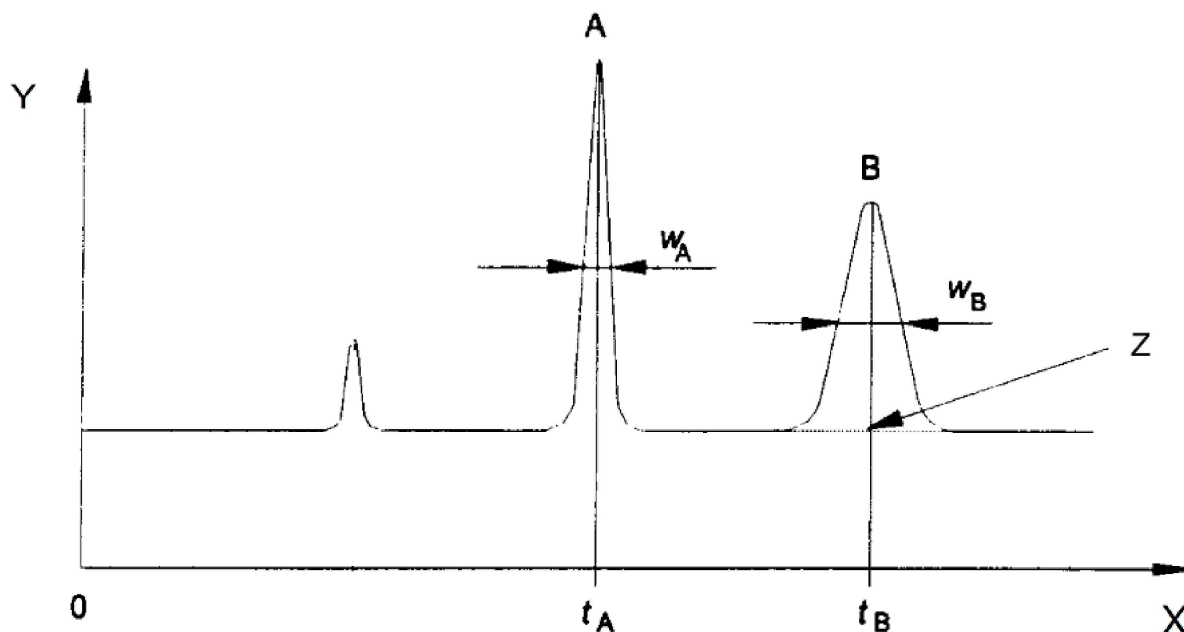
$$R = 1,18 \frac{t'_B - t'_A}{w_A + w_B} \quad (1)$$

5.2 Andere Geräte

5.2.1 Waage, mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder besser.

5.2.2 Glasgeräte, übliche Laborglasgeräte, die vor Gebrauch sorgfältig zu reinigen sind.

5.2.3 Probenbehälter, üblicherweise mit einem Fassungsvermögen von 10 ml bis 100 ml, verschlossen mit einer Gummi-Kappe, die mit selbstabdichtendem Polytetrafluorethylen (PTFE) überzogen ist.



Legende

X	Retentionszeit
Y	Gerätereponse
Z	Grundlinie
t_A	ist die Retentionszeit der Komponente A, in Sekunden
t_B	ist die Retentionszeit der Komponente B, in Sekunden
w_A	ist die Halbwertsbreite der Komponente A, in Sekunden
w_B	die Halbwertsbreite der Komponente B, in Sekunden

Bild 1 — Berechnung der Auflösung zwischen den Peaks A und B

6 Probenahme

Die Probenahme hat nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 zu erfolgen und/oder in Übereinstimmung mit nationalen Normen oder Vorschriften für die Probenahme von Ottokraftstoffen, es sei denn, in der Produktspezifikation ist etwas anderes festgelegt.

Die Proben müssen in saubere Behälter gefüllt werden. Nach der Probenahme und bis zur Herstellung der Analysenproben werden die Proben auf eine Temperatur zwischen 0 °C und 5 °C gekühlt, um Verluste durch Verdunstung vorzubeugen.

7 Verfahren

7.1 Vorbereitung des Prüfgerätes

Die Geräte und die Prüfbedingungen sind entsprechend den Herstellerangaben einzurichten und einzustellen (Temperatur des Crackreaktors, Temperatur des Hydrierreaktors, Zugabe von Wasserstoff in das Trägergas).

Bei der Wahl der Bedingungen der chromatographischen Analyse müssen die Eigenschaften der verwendeten Säule und die Art des Trägergases in Betracht gezogen werden. Jede Methode, deren Säule den Anforderungen nach 5.1.2 entspricht, darf angewendet werden. Die Injektionsparameter (Volumen, Split-Fluss-Rate) für die Analysenprobe und die Kalibriermischung werden so gewählt, dass die Kapazität der

Säule und die anderen Komponenten des Gaschromatographen nicht überschritten werden und die Linearität des Detektors gegeben ist.

ANMERKUNG Zur Erklärung ist in A.2 ein Beispiel der Analysebedingungen beschrieben.

7.2 Kalibrierung

Das Kalibriergemisch wird aus bekannten Massen der sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen (4.2) und dem inneren Standard (4.3) zusammengestellt und wird mit Ottokraftstoff ohne sauerstoffhaltige Verbindungen (4.4) zu bekannten Massen verdünnt. Das Kalibriergemisch sollte die gleichen Substanzen in ähnlichen Proportionen wie die zu analysierende Probe enthalten. Diese dürfen durch eine erste qualitative Analyse der Probe unter Prüfung bestimmt werden.

Der Probenbehälter (5.2.3) und dessen Kappe werden, ohne den Behälter abzudichten, auf 1 mg genau gewogen.

Vom inneren Standard (4.3) wird eine Menge in den Probenbehälter gegeben und der Probenbehälter wird mit Inhalt und Kappe, ohne den Behälter abzudichten, auf 1 mg genau gewogen.

Die Masse m_{Cst} in Gramm, des inneren Standards muss zwischen 2 % (m/m) und 5 % (m/m) des sauerstofffreien Ottokraftstoffs betragen, aber nicht weniger als 0,050 g. Die Masse, m_{Cst} , des zugegebenen inneren Standards wird aufgezeichnet.

Von jeder sauerstoffhaltigen Verbindung von Interesse wird eine Menge in den Probenbehälter gegeben und der Probenbehälter wird mit Inhalt und Kappe, ohne den Behälter abzudichten, auf 1 mg genau gewogen. Die Masse, m_{Ci} , jeder zugegebenen sauerstoffhaltigen Verbindung wird aufgezeichnet.

Vom gekühlten, sauerstofffreien Ottokraftstoff wird eine Menge, üblicherweise zwischen 5 ml und 100 ml, in den Probenbehälter gegeben und der Probenbehälter sofort mit der Kappe abgedichtet. Der Probenbehälter und dessen Inhalt sind auf 1 mg genau zu wiegen. Die Masse des zugegebenen sauerstofffreien Ottokraftstoffs wird aufgezeichnet.

Der Inhalt des Probenbehälters wird durch Schütteln homogenisiert.

Eine entsprechende Menge der so präparierten Kalibriermischung wird nach den empfohlenen Betriebsbedingungen (siehe 7.1) in den Gaschromatographen injiziert.

Die Retentionszeit, t_{i} , aller zu bestimmenden Komponenten i wird bestimmt und aufgezeichnet. Der Kalibrierfaktor, f_{i} , für alle zu bestimmenden Komponenten i wird mittels Gleichung (2) errechnet:

$$f_i = \frac{M_i \cdot A_{\text{st}}}{A_i \cdot M_{\text{st}}} \quad (2)$$

Dabei ist

m_{Ci} die Masse der Komponente i in der Kalibriermischung, in Gramm;

A_{st} die Peakfläche des inneren Standards;

A_i die Peakfläche der Komponente i ;

m_{Cst} die Masse des inneren Standards in der Kalibriermischung, in Gramm.

Der Kalibrierfaktor jeder Komponente wird aufgezeichnet.

7.3 Bestimmung der Dichte der Probe

Die Dichte bei 15 °C, ρ_s , der Probe wird nach EN ISO 3675, EN ISO 3838 oder EN ISO 12185 bestimmt und das Messergebnis, gerundet auf 0,1 kg/m³, aufgezeichnet.

7.4 Probenvorbereitung

Wenn der Gehalt einer sauerstoffhaltigen Verbindung höher ist oder höher erwartet wird als 15 % (m/m), ist das Verfahren in Abschnitt 9 zur Bestimmung des Gehalts dieser Verbindung anzuwenden. Sonst ist das im Folgenden angegebene Verfahren zu verwenden.

Der Probenbehälter (5.2.3) und dessen Kappe werden, ohne den Behälter abzudichten, auf 1 mg genau gewogen.

Vom inneren Standard (4.3) wird eine Menge in den Probenbehälter gegeben und der Probenbehälter wird mit Inhalt und Kappe, ohne den Probenbehälter abzudichten, auf 1 mg genau gewogen. Die Masse, m_{st} , in Gramm, des inneren Standards muss zwischen 2 % (m/m) und 5 % (m/m) der Probe, m_s , betragen, aber nicht weniger als 0,050 g. Die Masse, m_{st} , des zugegebenen inneren Standards wird aufgezeichnet.

Eine Menge von üblicherweise 5 ml bis 100 ml der gekühlten Probe wird in den Probenbehälter gebracht und dieser wird sofort mit der Kappe abgedichtet. Der Probenbehälter und dessen Inhalt sind auf 1 mg genau zu wiegen. Die Masse, m_s , in Gramm, der zugegebenen Probe wird aufgezeichnet.

Der Inhalt des Probenbehälters wird durch Schütteln homogenisiert.

7.5 Injektion des Probenteils

Die vorbereitete Analysenprobe (7.4) wird unter Beachtung des Einspritzvolumens und der empfohlenen Betriebsbedingungen (siehe 7.1) in den Gaschromatographen injiziert.

7.6 Prüfung des Chromatogramms

Das Chromatogramm wird geprüft und die Komponenten der Probe werden anhand ihrer Retentionszeiten (siehe 7.2) identifiziert. Die korrekte Integration der interessierenden Peaks ist sicherzustellen.

8 Berechnung

8.1 Berechnung der Masse jeder Komponente in der Probe

Die Berechnung der Masse, m_i , in Gramm, jeder Komponente i der Probe erfolgt nach Gleichung (3):

$$m_i = \frac{A_i \cdot f_i \cdot m_{st}}{A_{st}} \quad (3)$$

Dabei ist

A_i die Peakfläche der Komponente i ;

f_i der Kalibrierfaktor der Komponente i (siehe 7.2);

m_{st} die Masse des inneren Standards in der Analysenprobe (7.4), in Gramm;

A_{st} die Peakfläche des inneren Standards.

8.2 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Massenanteil in Prozent

Die Berechnung des Massenanteils in Prozent, μ_p , jeder Komponente i in der Probe erfolgt nach Gleichung (4).

$$\omega_i = \frac{m_i}{m_s} \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

m_i die Masse jeder Komponente i der Probe (siehe 8.1), in Gramm;

m_s die Masse der Probe (siehe 7.4), in Gramm.

8.3 Berechnung des Anteils jeder Komponente in der Probe als Volumenanteil in Prozent

Die Berechnung des Volumenanteils in Prozent, ϕ_p , jeder Komponente i in der Probe erfolgt nach Gleichung (5).

$$\phi_i = \frac{V_i}{V_s} \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist

V_i das Volumen der Komponente i , in Millilitern;

V_s das Volumen der entnommenen Probe (7.4), in Millilitern;

Das Volumen, V_i , der Komponente i wird aus der Masse jeder Komponente, den in Tabelle 1 gegebenen Dichten und der Dichte der Probe (7.3) nach der allgemeinen Gleichung (siehe Gleichungen (6) und (7)) berechnet:

$$\text{Volumen} = \frac{\text{Masse}}{\text{Dichte}} \quad (6)$$

Für die Komponente i wird daraus:

$$V_i = \frac{m_i \times 1\,000}{\rho_i} \quad (7)$$

Dabei ist

ρ_i die Dichte der Komponente i (siehe Tabelle 1) bei 15 °C, in kg/m³;

m_i die Masse jeder Komponente i der Probe (siehe 8.1), in Gramm.

Das Volumen, V_s , der entnommenen Probe wird nach Gleichung (8) berechnet:

$$V_s = \frac{m_s \times 1\,000}{\rho_s} \quad (8)$$

Dabei ist

m_s die Masse der Probe (siehe 7.4), in Gramm

ρ_s die Dichte der Probe bei 15 °C, in kg/m³ (siehe 7.3)