

DIN EN 16934



ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2016-01-20

Entwurf

**Brennstoffe und Erzeugnisse aus Fetten und Ölen –
Bestimmung des Gehaltes an Sterylglycosiden in
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Methode mittels GC-MS und vorausgehender Reinigung mit SPE;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16934:2015**

Automotive fuels and fat and oil derivatives –
Determination of steryl glycosides in fatty acid methyl ester (FAME) –
Method by GC-MS with prior purification by SPE;
German and English version prEN 16934:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-11-20 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 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16934:2015) 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 062-06-32-01 UA „Prüfung von FAME“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 16934 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Brennstoffe und Erzeugnisse aus Fetten und Ölen — Bestimmung des Gehaltes an Sterylglycosiden in Fettsäure-Methylester (FAME) — Methode mittels GC-MS und vorausgehender Reinigung mit SPE

Élément introductif — Élément central — Élément complémentaire

Automotive fuels and fat and oil derivatives — Determination of steryl glycosides in fatty acid methyl ester (FAME) — Method by GC-MS with prior purification by SPE

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.7g

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	5
6 Probenahme	6
7 Durchführung	6
7.1 Probenaufreinigung	6
7.2 Probenvorbereitung	7
7.3 Identifizierung	7
8 Darstellung der Ergebnisse	7
8.1 Peak-Integration	7
8.2 Berechnung des SG-Gehalts	7
8.3 Angabe des Ergebnisses	8
9 Präzision	8
9.1 Ringversuch	8
9.2 Wiederholbarkeit	8
9.3 Vergleichbarkeit	8
10 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Beispiel-Chromatogramme	9
Literaturhinweise	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16934:2015) 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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt eine Methode zur Bestimmung von Sterylglycosiden (SG) in reinem Biodiesel (FAME).

Diese Methode eignet sich zur Analyse von FAME aus Pflanzenölen. Es ist möglich, den SG-Gehalt sowohl in homogenen Proben zu quantifizieren als auch in solchen, in denen die SG-Ausfällung bereits begonnen hat.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese 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)*

3 Kurzbeschreibung

Der SG-Gehalt einer Biodieselprobe wird mittels GC-MS bestimmt mit COC (cold on column) oder durch Verdampfung mit temperaturprogrammierbarem Injektor (PTV) und durch SIM (single ion monitoring) gemessen.

Vor Injektion in das GC Gerät wird die Probe mittels SPE (solid phase extraction) aufgereinigt und mit N,O-Bis(trimethylsilyl)acetamid + 5 % Trimethylchlorsilan (BSA+TMCS) derivatisiert.

Der SG-Gehalt wird mit Cholesteryl- β -D-Glucopyranosid (CG) quantifiziert, einem synthetischen SG, als internem Standard.

4 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkanntem analytischem Grad zu verwenden, falls nicht anderweitig festgelegt.

4.1 Pyridin, max. 0,1 % Wasser.

4.2 BSA+TCMS Silylierungsreagenzien.

4.3 Cholesteryl- β -D-Glucopyranosid, synthetisiert gemäß [1] in Verbindung mit zusätzlicher Produktreinigung via LC¹⁾.

1) Cholesteryl-D-Glukopyrosid (10 mg, PR463-XX-S10) der Firma ASG Analytik-Service Gesellschaft mbH hat sich als geeignet erwiesen. Entsprechende Produkte können verwendet werden, wenn sich herausstellt, dass man mit ihnen dieselben Ergebnisse erzielt. Diese Information wird Anwendern dieser Europäischen Norm als Hilfestellung gegeben und stellt keine Empfehlung dieses Produktes durch CEN dar.

4.4 MTBE (Methyl-tertiär-butylether).

4.5 n-Heptan.

4.6 Aceton.

4.7 Methanol.

4.8 n-Heptan/MTBE 2:1 (V/V) Mischung.

4.9 Toluol.

4.10 Interne Standardlösung von 100 mg/l Cholesteryl-SG. In einem kalibrierten 100 ml Kolben werden etwa 10 mg Cholesteryl-D-Glycosid (4.3) (auf $\pm 0,1$ mg) in 10 ml Pyridin (4.1) gelöst und mit Toluol (4.9) als Lösungsmittel bis zur Markierung aufgefüllt. Es folgt die genaue Berechnung in mg/ml (etwa 0,1 mg/ml). Alternativ kann eine handelsübliche IS Lösung verwendet werden.

4.11 Trägergas, Helium.

5 Geräte

Übliche Laborgeräte und speziell die nachstehenden:

5.1 Gaschromatograph, ausgestattet mit einem COC (cold-on-column) Injektor oder PTV- (programmed temperature vaporization) Injektor, einem Ofen mit Temperaturregler und einem Massenspektrometriedetektor.

5.2 Kapillarsäule, geeignet für Temperaturprogrammierung bis zu 400 °C [z. B. J&W DB5-ht]. Folgende Eigenschaften werden empfohlen:

- Stationäre Phase: 95 % Dimethyl-5 % Diphenyl Polysiloxan,
- Länge 15 m,
- innerer Durchmesser 250 μm ,
- Filmdicke 0,1 μm .

5.3 Betriebsbedingungen:

- Einspritzmenge 1 μl (oder weniger, um Überladung zu vermeiden),
- Säulentemperaturprogramm: 100 °C für 2 min halten, dann aufheizen auf 370 °C mit 10 °C/min, Schlusstemperatur für 6 min halten,
- Trägergas (He)-Flussrate : 1,2 ml/min,
- Temperatur MS-Quelle: ≥ 300 °C,
- Temperatur MS-Quad: ≥ 180 °C,
- Lösungsmittel-Einwirkungszeit: 20 min unter den o. g. Bedingungen,
- SIM Modus: die Analyse wird im SIM-Modus durchgeführt, die folgenden Ionen werden als Summe sowohl für die Analyten als auch für den Internen Standard verwendet: 147, 204, 217 m/z,
- Empfohlene Temperatur der MS Transferleitung: ≥ 370 °C.

5.4 Analytische Waage (Fehlergrenze $\pm 0,1$ mg).

5.5 Ofen, ausgelegt, eine Temperatur von 80 °C zu erreichen und stabil zu halten.

5.6 Präzisionspipette, 200 µl Kapazität.

5.7 Präzisionspipette, 1 ml Kapazität.

5.8 SPE Kartuschen²⁾.

5.9 Messkolben, 50 ml Kapazität.

5.10 Messzylinder, 10 ml Kapazität.

5.11 Heizblock, ausgelegt, um eine Temperatur von 80 °C zu erreichen und mit einer Fehlergrenze von ± 2 °C stabil zu halten.

5.12 Reagenzgläser, 10 ml Kapazität, mit Plastikstopfen.

6 Probenahme

Wenn nicht anderweitig festgelegt, ist die Probenahme nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 durchzuführen.

7 Durchführung

7.1 Probenaufreinigung

SPE-Kartuschen (5.8) werden kurz vor dem Gebrauch durch Spülen mit 4 ml n-Heptan vorbereitet.

Mittels einer 1 ml Pipette (5.7) werden einer Menge von 5 g (auf $\pm 0,1$ mg genau) einer repräsentativen Biodieselprobe 500 µl Pyridin (4.1) und 1 ml der internen Standardlösung (100 mg/l Cholesteryl-SG) (4.10) zugefügt.

Sollten in der Biodieselprobe Fällmittel beobachtet werden ist die Probe kräftig zu schütteln oder zu rühren. Danach wird eine repräsentative Menge von 5 g entnommen und die Fällmittel werden gelöst, indem man Pyridin (4.1) tropfenweise zufügt.

Die Mischung wird in 5 ml der Mischung aus n-Heptan/MTBE (2:1 (V/V)) (4.8) aufgelöst und gründlich geschüttelt, bevor sie in die vorbereitete SPE-Kartusche gegeben wird.

Wenn die gesamte Probe die SPE-Kartusche passiert hat, wird mit weiteren 5 ml der Mischung aus n-Heptan/MTBE (2:1 (V/V)) (4.8) gespült; die Lösungsmittel, die die SPE-Kartusche passiert haben, werden verworfen. Die Sterylglycoside eluieren, wenn man die SPE-Kartusche zunächst mit 4 ml Aceton (4.6) spült und dann noch einmal mit 4 ml Methanol (4.7). Die Eluate werden in einem 10-ml-Reagenzglas (5.12) aufgefangen.

ANMERKUNG Alle Extraktionen werden unter Umgebungsdruck ohne Vakuum vorgenommen.

Zum Schluss werden die Lösungsmittel durch Erhitzen auf 60 °C und unter einem schwachen Strom trockenen Stickstoffs vollständig verdampft. Die Lösungsmittel müssen vollständig entfernt werden, um einen ungewöhnlich hohen Verbrauch von Silylierungsmittel zu vermeiden.

2) SPE-Kartuschen der Marken "Varian HF Mega BE-SI 1GM 6 ml (Bond Elute)/order number 14256008" oder "Phenomenex STRATA-SI (70 A)/order number 8B-S012-JCH" haben sich als geeignet erwiesen. Vergleichbare Produkte können verwendet werden, wenn sich herausstellt, dass man mit ihnen dieselben Ergebnisse erzielt. Diese Information wird Anwendern dieser Europäischen Norm als Hilfestellung gegeben und stellt keine Empfehlung dieses Produktes durch CEN dar.