

DIN EN ISO 22854

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2012-09-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 22854:2009-01

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Kohlenwasserstoffgruppen und der sauerstoffhaltigen
Verbindungen in Kraftstoffen für Kraftfahrzeugmotoren –
Multidimensionales gaschromatographisches Verfahren
(ISO/DIS 22854);
Deutsche Fassung prEN ISO 22854:2012**

Liquid petroleum products –
Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor-gasoline –
Multidimensional gas chromatography method (ISO/DIS 22854:2012);
German version prEN ISO 22854:2012

Produits pétroliers –
Détermination des groupes d'hydrocarbures et de la teneur en composés oxygénés de
l'essence automobile –
Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse
(ISO/DIS 22854:2012);
Version allemande prEN ISO 22854:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-07-02 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 26 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22854:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and lubricants“ ausgearbeitet.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Dokumente hingewiesen:

ISO 3170	siehe	DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe	DIN EN ISO 3171

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 22854:2009-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Erweiterung des Anwendungsbereichs auf Kraftstoffe für Kraftfahrzeugmotoren bis E10.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen*

Flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Kohlenwasserstoffgruppen und der sauerstoffhaltigen Verbindungen in Kraftstoffen für Kraftfahrzeugmotoren — Multidimensionales gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 22854:2012)

Produits pétroliers — Détermination des groupes d'hydrocarbures et de la teneur en composés oxygénés de l'essence automobile — Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse (ISO/DIS 22854:2012)

Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline — Multidimensional gas chromatography method (ISO/DIS 22854:2012)

ICS:

Deskriptoren:

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien und Materialien	7
5.1 Gase	7
6 Prüfeinrichtung	8
7 Probenahme	8
8 Durchführung	8
8.1 Vorbereiten der Geräte	8
8.2 Herstellung der Probe	9
8.2.1 Nur Verfahren B – Verdünnung der Probe	9
8.2.2 Verfahren A und Verfahren B - Kühlung der Probe.....	9
8.3 Probenmenge	9
8.4 Überprüfung des Gerätes und der Prüfbedingungen	9
8.5 Validierung	9
8.6 Vorbereitung der Probe.....	9
8.7 Vorbereitung des Gerätes und Prüfbedingungen	10
9 Berechnung	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Berechnung als Massenanteil in Prozent.....	10
9.3 Berechnung als Volumenanteil in Prozent.....	12
9.4 Berechnung des Gesamtsauerstoffgehaltes als Massenanteil in %	13
9.5 Angabe der Ergebnisse nach Kraftstoffspezifikation	14
10 Angabe der Ergebnisse.....	14
10.1 Verfahren A.....	14
10.2 Verfahren B.....	14
11 Präzision	15
11.1 Allgemeines	15
11.2 Wiederholbarkeit.....	15
11.3 Vergleichbarkeit	15
12 Prüfbericht.....	16
Anhang A (informativ) Säulenbeschreibungen	17
Anhang B (informativ) Beispiele für typische Chromatogramme	19
Literaturhinweise	24

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22854:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and lubricants“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird die EN ISO 22854:2008 ersetzen.

Einleitung

Diese Ausgabe der ISO 22854 ist die Revision der ersten Ausgabe von 2008. Ursprünglich wurde dieses Dokument zur Bestimmung von gesättigten, olefinischen, aromatischen und sauerstoffhaltigen Kohlenwasserstoffen in Kraftstoffen für Kraftfahrzeugmotoren, welche den Europäischen Kraftstoffspezifikationen entsprechen, eingesetzt. Jüngst durchgeführte Ringversuche haben gezeigt, dass der Anwendungsbereich des Verfahrens ohne Änderung auf Ottokraftstoff, der höhere Sauerstoffgehalte enthält, als in der ersten Ausgabe angegeben, erweitert werden kann, wodurch das Verfahren auch auf Ottokraftstoff bis einschließlich E10 anwendbar ist.

Ein von CEN organisierter Ringversuch hat ergeben, dass das Verfahren auch auf Ottokraftstoff mit sehr hohem Ethanolgehalt (auch Ethanolkraftstoff, E85, genannt) angewendet werden kann, vorausgesetzt, dass die Probe mit einer Komponente verdünnt wird, die keine der zu analysierenden Komponenten oder Gruppe von Komponenten störend beeinflusst. Detaillierte Angaben zur Analyse finden sich in Abschnitt 13.

Für Methanol ermittelte Präzisionsangaben erfüllen nicht die in dieser Internationalen Norm dargestellten Anforderungen. Aufgrund der fehlenden Notwendigkeit wurde auf Präzisionsangaben für Methanol verzichtet. Falls eine dieser sauerstoffhaltigen Verbindungen in der untersuchten Probe von Kraftstoff für Kraftfahrzeugmotoren vorkommt, ist es angebracht, deren Gehalt mit anderen geeigneten Prüfverfahren zu überprüfen, z. B. mit einem der in EN 228 [1] angegebenen Prüfverfahren.

Das in dieser Internationalen Norm beschriebene Prüfverfahren ist mit ASTM D 6839 [2] harmonisiert.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung (GC) der Gehalte an gesättigten, olefinischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen in Kraftstoffen für Kraftfahrzeugmotoren fest. Zusätzlich können die Gehalte an Benzol und sauerstoffhaltigen Verbindungen sowie der Gesamtsauerstoffgehalt bestimmt werden.

Dieses Dokument legt zwei Verfahren, A und B, fest.

Verfahren A ist anwendbar für Kraftstoffe für Kraftfahrzeugmotoren mit einem Gesamtvolumenanteil bis 50 %, einem Gesamtvolumenanteil an Olefinen von etwa 1,5 % bis 30 %, einem Volumenanteil an sauerstoffhaltigen Verbindungen von 0,8 % bis 15 %, einem Gesamtmassenanteil an Sauerstoff von etwa 1,5 % bis etwa 3,7 % und einem Volumenanteil an Benzol bis zu 2 %.

Obwohl dieses Verfahren zur Bestimmung höherer Olefingehalte bis zu 50 % (V/V) angewendet werden kann, wurde die Präzision für Olefine nur im Bereich von etwa 1,5 % (V/V) bis etwa 30 % (V/V) ermittelt.

Obwohl dieses Verfahren speziell für die Analyse von Ottokraftstoffen mit sauerstoffhaltigen Verbindungen entwickelt wurde, kann es auch auf andere Kohlenwasserstoffe mit ähnlichen Siedebereichen, wie z. B. Naphthas und Reformate, angewendet werden.

Verfahren B beschreibt das Verfahren zur Analyse von sauerstoffhaltigen Verbindungen in ethanolhaltigen Ottokraftstoffen mit einem Ethanolvolumenanteil zwischen 50 % und 85 %. Dieser Kraftstoff wird mit einer sauerstofffreien Komponente verdünnt, um den Ethanolgehalt vor der GC-Analyse auf einen Wert unter 20 % zu senken.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments werden die Ausdrücke „% (m/m)“ und „% (V/V)“ verwendet, um den Massenanteil, μ , und den Volumenanteil, ϕ , auszudrücken.

ANMERKUNG 2 Für Verfahren A wurden Präzisionsdaten für sauerstoffhaltige Verbindungen für Proben aus Kraftstoff (für Kraftfahrzeuge) ermittelt, die Ethyl-*tert*-butylether (ETBE), Methyl-*tert*-butylether (MTBE), *tert*-Amyl-methylether (TAME), *iso*-Propanol, *iso*-Butanol, *tert*-Butanol, Methanol und Ethanol enthielten. Für Methanol ermittelte Präzisionsangaben erfüllten nicht die in dieser Internationalen Norm dargestellten Anforderungen. Diese Internationale Norm ist auch für die Bestimmung von *n*-Propanol, Aceton und Diisopropylether (DIPE) geeignet. Jedoch liegen für diese Verbindungen keine Präzisionsdaten vor. Für Verfahren B kann die Präzision für einen Ethanolanteil von etwa 50 % (V/V) bis zu 85 % (V/V), einen Gesamtetheranteil von etwa 0,5 % (V/V) bis zu 11 % (V/V) und einem C3 bis C5 Alkoholgesamtanteil von etwa 1 % (V/V) bis zu 6 % (V/V) verwendet werden. Methanol kann auch nach diesem Verfahren bestimmt werden, es wurde jedoch keine Präzision ermittelt.

ANMERKUNG 3 Bei der Entwicklung dieses Verfahrens wurde der Siedeendpunkt auf 215 °C begrenzt.

ANMERKUNG 4 Es kann eine Überlappung zwischen C9- und C10-Aromaten auftreten. Das Ergebnis ist jedoch korrekt. Isopropylbenzol wird von C8-Aromaten gelöst und mit den anderen C9-Aromaten erfasst.

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).

ISO 3170:2004, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171:1988, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Kohlenwasserstoffgruppe

Kohlenwasserstoff-Familie, wie z. B. gesättigte Kohlenwasserstoffe, olefinische Kohlenwasserstoffe usw.

3.1.1

gesättigter Kohlenwasserstoff

Gesättigte

Art von langkettigen oder cyklischen Kohlenwasserstoffen, die keine Doppelanbindungen bei einer Kohlenstoffzahl von 3 bis 12 aufweisen

BEISPIEL *n*-Paraffine, *iso*-Paraffine, Naphthene und *poly*-Naphthene

3.1.2

olefinischer Kohlenwasserstoff

Olefin

Art von langkettigen Kohlenwasserstoffen, die mit einer Kohlenstoffzahl von 3 bis 10 2fach- oder 3fach-Bindungen aufweisen

BEISPIEL *n*-Olefine, *iso*-Olefine, und cyclische Olefine

3.1.3

aromatischer Kohlenwasserstoff

Aromat

Art von cyklischen Kohlenwasserstoffen, die 2fach- oder 3fach-Bindungen aufweisen

BEISPIEL Benzol, Toluol und höhere homologe Reihen mit einer Kohlenstoffzahl von 6 bis 10 und Naphthaline mit bis zu 12 Kohlenstoffatomen.

3.2

sauerstoffhaltige Verbindung

Art von langkettigen oder cyklischen Kohlenwasserstoffen, die eine Sauerstoffgruppe aufweisen, deren Zugabe nach dem derzeitigen Kraftstoffspezifikationen gestattet ist

BEISPIEL Alkohole und Ether

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Abschnitt 1, Anmerkung 3.

3.3

Teilgruppe

TG

eine Kohlenstoffzahl in einer individuellen Gruppe, z. B. eine einzelne Verbindung wie Toluol oder ein Isomerengemisch

BEISPIEL *n*-Butan und *iso*-Butan.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Verfahren A und Verfahren B verwenden die gleiche Trenn- und Analysentechnik, der Unterschied zwischen den beiden Teilen besteht in der Verdünnung der Probe bei Verfahren B. Das zur Verdünnung eingesetzte Lösemittel wird im Rahmen der Integration berücksichtigt, dieses erlaubt eine Ergebnisangabe für die unverdünnte Probe nach Normierung auf 100 %.

4.2 Die zu untersuchende Probe von Kraftstoff für Kraftfahrzeugmotoren wird durch gaschromatische Analyse mithilfe spezieller, nacheinander geschalteter Trennsäulen und Säulenschaltungs-Verfahren in Kohlenwasserstoffgruppen aufgetrennt.