

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 75.080; 75.160.20 **Říjen 2014**

Kapalné ropné výrobky - Stanovení skupin uhlovodíků a kyslíkatých látek v automobilových benzinech a automobilovém palivu ethanol E85 - Metoda multidimensionální plynové chromatografie

ČSN
EN ISO 22854
65 6190

idt ISO 22854:2014

Liquid petroleum products – Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85) automotive fuel – Multidimensional gas chromatography method

Produits pétroliers liquides – Détermination des groupes d'hydrocarbures et de la teneur en composés oxygénés de l'essence automobile pour moteurs et du carburant à l'éthanol (E85) – Méthode par chromatographie multidimensionnelle en phase gazeuse

Flüssige Mineralölerzeugnisse – Bestimmung der Kohlenwasserstoffgruppen und der sauerstoffhaltigen Verbindungen in Kraftstoffen für Kraftfahrzeugmotoren – Multidimensionales gaschromatographisches Verfahren

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 22854:2014. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 22854:2014. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN ISO 22854 (65 6190) z dubna 2009.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Hlavní změny proti předchozímu vydání normy jsou uvedeny v úvodu mezinárodní normy.

Proti předchozí normě byla norma rozšířena o postup pro stanovení kyslíkatých látek v automobilovém palivu ethanol E85 (postup B).

Informace o citovaných dokumentech

ISO 3170:2004 zavedena v ČSN EN ISO 3170:2005 (65 6005) Kapalné ropné výrobky – Ruční odběr

vzorků

ISO 3171:1998 zavedena v ČSN EN ISO 3171:1999 (65 6006) Kapalně ropné výrobky – Automatický odběr vzorků z potrubí

Souvisící ČSN

ČSN EN 228 (65 6505) Motorová paliva – Bezolovnaté automobilové benziny – Technické požadavky a metody zkoušení

ČSN EN 1601 (65 6111) Kapalně ropné výrobky – Bezolovnatý benzin – Stanovení organických kyslíkatých sloučenin a celkového obsahu organicky vázaného kyslíku plynovou chromatografií (O-FID)

ČSN EN 13132 (65 6112) Kapalně ropné výrobky – Bezolovnatý benzin – Stanovení organických kyslíkatých sloučenin a celkového obsahu organicky vázaného kyslíku plynovou chromatografií s přepínáním kolon

ČSN EN ISO 4259 (65 6003) Ropné výrobky – Stanovení a využití údajů shodnosti ve vztahu ke zkušebním metodám

ČSN ISO 5725-1 (01 0251) Přesnost (správnost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 1: Obecné zásady a definice

ČSN 01 8003 Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích

ČSN 65 0201 Hořlavé kapaliny – Prostory pro výrobu, skladování a manipulaci

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla k tabulce A.1 doplněna národní poznámka.

Vypracování normy

Zpracovatel: RNDr. Alice Kotlánová, IČ 66563992

Technická normalizační komise: TNK 118 Ropa a ropné výrobky

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Jitka Bílá

EVROPSKÁ NORMA EN ISO 22854
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Březen 2014

ICS 75.080 Nahrazuje EN ISO 22854:2008

Kapalně ropné výrobky - Stanovení skupin uhlovodíků a kyslíkatých látek v automobilových benzinech a automobilovém palivu ethanol E85 - Metoda multidimensionální plynové chromatografie (ISO 22854:2014)

Liquid petroleum products - Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85) automotive fuel -

Multidimensional gas chromatography method
(ISO 22854:2014)

Produits pétroliers liquides – Détermination
des groupes d'hydrocarbures et de la teneur
en composés oxygénés de l'essence automobile
pour moteurs et du carburant à l'éthanol (E85) –
Méthode par chromatographie multidimensionnelle
en phase gazeuse
(ISO 22854:2014)

Flüssige Mineralölerzeugnisse – Bestimmung
der Kohlenwasserstoffgruppen
und der sauerstoffhaltigen Verbindungen in Kraftstoffen
für Kraftfahrzeugmotoren – Multidimensionales
gaschromatographisches Verfahren
(ISO 22854:2014)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2014-01-11.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a biblio-

grafické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

CEN

Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2014 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.
EN ISO 22854:2014 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 22854:2014) vypracovala technická komise ISO/TC 28 *Ropné výrobky a maziva* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 19 *Plynná a kapalná paliva, maziva a příbuzné výrobky ropného, syntetického a biologického původu*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do září 2014 udělit status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do září 2014.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Tento dokument nahrazuje EN ISO 22854:2008.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinný zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

Oznámení o schválení

Text ISO 22854:2014 byl schválen CEN jako EN ISO 22854:2014 bez jakýchkoliv modifikací.

Obsah

Strana

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované dokumenty 7

3 Termíny a definice 7

4 Podstata metody 8

5 Činidla a materiály 9

6 Přístroje a pomůcky 9

7 Odběr vzorků 10

8 Postup 10

8.1 Nastavení přístroje 10

8.2 Příprava vzorku 10

8.3 Objem nastříkovaného zkušební vzorku 10

8.4 Ověření přístroje a podmínek zkoušky 10

8.5 Validace 11

8.6 Příprava zkušební vzorku 11

8.7 Příprava přístroje a podmínek zkoušky 11

9 Výpočet 11

9.1 Obecně 11

9.2 Výpočet vyjádřený v % (*m/m*) 11

9.3 Výpočet vyjádřený v % (V/V) 13

9.4 Výpočet celkového obsahu kyslíku vyjádřený v % (m/m) 14

9.5 Protokol podle specifikace automobilového benzínu 14

10 Vyjádření výsledků 14

10.1 Postup A 14

10.2 Postup B 14

11 Preciznost 14

11.1 Obecně 14

11.2 Opakovatelnost, r 15

11.3 Reprodukovatelnost, R 15

12 Protokol o zkoušce 16

Příloha A (informativní) Specifikace přístrojů 17

Příloha B (informativní) Příklady typických chromatogramů 19

Bibliografie 24

Úvod

Tato mezinárodní norma je aktualizací prvního vydání (ISO 22854:2008). Původně byla ISO 22854:2008 používána pro stanovení nasycených uhlovodíků, olefinů a aromatických a kyslíkatých uhlovodíků v automobilovém benzínu podle evropských specifikací paliv. Nedávné mezilaboratorní zkoušky ukázaly, že předmět normy může být aktualizován beze změny tak, aby zahrnoval benzin s vyšším procentuálním obsahem kyslíku oproti obsahům zmíněným v prvním vydání, a bude použitelný pro automobilový benzin až do E10 včetně.

Mezilaboratorní studie organizovaná CEN prokázala, že metoda může být také použita pro benzin s vysokým obsahem ethanolu (také nazývaný automobilové palivo ethanol E85) pod podmínkou, že je vzorek naředěný složkou, která neruší jakékoliv jiné složky nebo skupinu složek, které mají být analyzovány. Podrobnosti o tom, jak provést takovou analýzu, jsou uvedeny v 8.2.

Tyto odvozené údaje o preciznosti pro methanol nevyhovují výpočtu preciznosti, jak je uvedena v této mezinárodní normě. Nebyl ustanoven žádný výpočet preciznosti pro methanol, jelikož nebyla vyjádřena potřeba takových údajů. Jestliže je ve vzorku automobilového benzínu přítomen methanol, doporučuje se ověření jeho obsahu použitím vhodné metody zkoušení, například jak je uvedeno v EN 228.^[1]

Metoda zkoušení, jak je popsána v této mezinárodní normě, je harmonizována s ASTM D6839.^[2]

1 Předmět normy

Tato mezinárodní norma určuje metodu stanovení nasycených, olefinických a aromatických uhlovodíků v automo-

bilovém benzínu a automobilovém palivu ethanol E85 plynovou chromatografií (GC). Dále může být stanoven obsah benzenu, kyslíkatých sloučenin a celkový obsah kyslíku.

POZNÁMKA 1 Pro účely tohoto dokumentu termíny „% (m/m)“ a „% (V/V)“ vyjadřují hmotnostní zlomek *m*, respektive objemový zlomek *j*.

Tato mezinárodní norma definuje dva postupy, A a B.

Postup A je použitelný pro automobilové benziny s celkovým obsahem aromátů do 50 % (V/V); celkovým obsahem olefinů přibližně od 1,5 % (V/V) do 30 % (V/V); kyslíkatých sloučenin od 0,8 % (V/V) do 15 % (V/V); celkovým obsahem kyslíku přibližně od 1,5 % (V/V) do 3,7 % (V/V) a obsahem benzenu do 2 % (V/V). Systém může být použit pro ethery s 5 nebo více atomy C až do 22 % (V/V), ale preciznost nebyla pro tuto koncentraci stanovena.

Ačkoliv může být tato metoda zkoušení použita ke stanovení vyššího obsahu olefinů až do 50 % (V/V), byla preciznost pro olefiny zkoušena pouze v rozsahu od přibližně 1,5 % (V/V) do přibližně 30 % (V/V).

Ačkoliv tato metoda zkoušení byla vyvinuta zvláště pro analýzy automobilových benzinů, které obsahují kyslíkaté látky, může být také použita na další uhlovodíky s podobnými rozsahy bodů varu, např. benzinové frakce a reformáty.

POZNÁMKA 2 Pro postup A byly pro kyslíkaté sloučeniny pro vzorky automobilového benzínu obsahující ethyl-*terc*-butylether (ETBE), methyl-*terc*-butylether (MTBE), *terc*-amyl(methyl)ether (TAME), isopropanol, isobutanol, *terc*-butanol, methanol a ethanol ustanoveny údaje o preciznosti. Odvozené údaje o preciznosti pro methanol nevyhovují vypočítané preciznosti, jak je uvedeno v této mezinárodní normě. Použitelnost této mezinárodní normy byla také ověřena pro stanovení *n*-propanolu, acetonu a diisopropyletheru (DIPE). Nicméně pro tyto sloučeniny nebyly ustanoveny žádné údaje o preciznosti.

Postup B popisuje postup pro analýzu kyslíkatých skupin (ethanol, methanol, ethery, alkoholy C3 až C5) v automobilovém palivu ethanol E85 obsahujícím ethanol mezi 50 % (V/V) a 85 % (V/V). Benzin se před analýzou na GC naředí bezkyslíkatými sloučeninami pro snížení obsahu ethanolu na hodnotu pod 20 % (V/V). Pokud není znám obsah ethanolu, doporučuje se, aby se při analýze vzorku použil poměr ředění 4:1.

Vzorek může být zcela analyzován včetně uhlovodíků. Údaje o preciznosti pro naředěný vzorek jsou dostupné jen pro kyslíkaté skupiny.

POZNÁMKA 3 Pro postup B se může preciznost použít pro frakci ethanolu přibližně od 50 % (V/V) do 85 % (V/V). Pro frakci etheru může být preciznost, jak je specifikována v tabulce 6, použita pro vzorky obsahující alespoň 11 % (V/V) etherů. Pro frakci vyšších alkoholů bylo získáno příliš málo údajů k odvození úplného ustanovení preciznosti a údaje představené v tabulce 6 jsou tedy jen indikativní.

POZNÁMKA 4 Během vývoje této normy byl konec destilace omezen na 215 °C.

POZNÁMKA 5 Může existovat překryv mezi aromáty C9 a C10. Avšak celkový výsledek je přesný. Isopropylbenzen je odsunut od C8 aromátů a je zahrnut do dalších C9 aromátů.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.