E DIN EN ISO 3924:2026-03 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2026-02-06

Mineralölerzeugnisse - Bestimmung des Siedeverlaufs - Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 3924:2026); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3924:2026

Petroleum products - Determination of boiling range distribution - Gas chromatography method (ISO/DIS 3924:2026); German and English version prEN ISO 3924:2026

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 8

Vorwort 9

1 Anwendungsbereich 11

2 Normative Verweisungen 11

3 Begriffe 11

4 Kurzbeschreibung 12

5 Chemikalien und Materialien 12

6 Prüfgerät 15

7 Probenahme 18

8 Vorbereitung des Prüfgeräts 18
8.1 Vorbereitung der Säule 18
8.1.1 Allgemeines 18
8.1.2 Gepackte Säulen 18
8.1.3 Kapillarsäulen 18
8.2 Chromatograph 19
8.3 Säulenauflösung 19
8.4 Überprüfung des Ansprechverhaltens des Detektors 20
8.5 Peakschiefe 20

9 Kalibrierung 21
9.1 Analysenablaufprotokoll 21
9.2 Basislinienkorrektur 22
9.3 Kalibrierung der Retentionszeit in Abhängigkeit vom Siedepunkt 22
9.4 Referenzmaterialanalyse 23

10 Durchführung 24
10.1 Probenvorbereitung 24
10.2 Probenanalyse 25

11 Berechnung 25

12 Angabe der Ergebnisse 26

13 Präzision 26
13.1 Allgemeines 26
13.2 Wiederholbarkeit, Verfahren A 27
13.3 Vergleichbarkeit, Verfahren A 27
13.4 Wiederholbarkeit, Verfahren B 27
13.5 Vergleichbarkeit, Verfahren B 27
13.6 Systematische Abweichung 28

14 Prüfbericht ... 30

Anhang A (informativ) Berechnung von zu ISO 3405 äquivalenten Werten ... 31
A.1 Allgemeines ... 31
A.2 Durchführung ... 31
A.3 Begründung ... 31
A.4 Berechnung der prozentualen Volumenausbeute bei Temperaturgrenzintervallen ... 32
A.5 Präzision und systematische Abweichung ... 33

Anhang B (normativ) Festgelegte Werte und Grenzabweichungen für Referenzmaterialien ... 35
B.1 Festgelegte Werte ... 35
B.2 Grenzabweichungen ... 36

Anhang C (informativ) Siedepunkte von Kohlenwasserstoffen, die keine normalen n-Alkane sind ... 37

Anhang D (informativ) Überarbeitung des Siedepunkts ... 41

Anhang E (informativ) Wasserstoff und Stickstoff als alternative Trägergase bei Anwendung von Verfahren B ... 42
E.1 Allgemeines ... 42
E.2 Trägergas Wasserstoff ... 42
E.2.1 Allgemeines ... 42
E.2.2 Präzision und systematische Abweichung für Verfahren B bei der Verwendung von H_2 als Trägergas ... 44
E.3 Trägergas Stickstoff ... 46
E.3.1 Allgemeines ... 46
E.3.2 Präzision und systematische Abweichung für Verfahren B bei der Verwendung von N_2 als Trägergas ... 48

Anhang F (informativ) Wasserstoff und Stickstoff als Trägergase bei Anwendung von Verfahren A ... 51
F.1 Allgemeines ... 51
F.2 Trägergas Wasserstoff, Bedingungen für Verfahren A ... 51
F.3 Trägergas Stickstoff, Bedingungen für Verfahren A ... 55
F.4 Systematische Abweichung ... 57

Literaturhinweise ... 58

Bilder

Bild 1 — Parameter der Säulenauflösung ... 20

Bild 2 — Peakschiefe ... 21

Bild 3 — Typisches Chromatogramm einer Probe zur Bestimmung der Retentionszeit in Abhängigkeit vom Siedepunkt ... 22

Bild 4 — Typisches Chromatogramm eines Referenzmaterials ... 23

Bild 5 — Typische Kalibrierkurve ... 24

Bild C.1 — Siedepunkt-/Retentionszeit-Verhältnis für einige hochsiedende Verbindungen mit mehreren Ringen ... 38

Bild E.1 — Kalibrierchromatogramm für Wasserstoff als Trägergas — Verfahren B ... 43

Bild E.2 — Chromatogramm von ASTM-Referenzgasöl Nr. 2 unter Verwendung von Wasserstoff als Trägergas — Verfahren B ... 43

Bild E.3 — Kalibrierchromatogramm für Stickstoff als Trägergas — Verfahren B 47

Bild E.4 — Chromatogramm von ASTM-Referenzgasöl Nr. 2 unter Verwendung von Stickstoff als Trägergas — Verfahren B 47

Bild F.1 — Kalibrierchromatogramm für Wasserstoff als Trägergas — Verfahren A 52

Bild F.2 — Chromatogramm von ASTM-Referenzgasöl Nr. 2 unter Verwendung von Wasserstoff als Trägergas — Verfahren A 52

Bild F.3 — Kalibrierchromatogramm für Stickstoff als Trägergas — Verfahren A 55

Bild F.4 — Chromatogramm von ASTM-Referenzgasöl Nr. 1, Charge Nr. 2, unter Verwendung von Stickstoff als Trägergas — Verfahren A 56

Tabellen

Tabelle 1 — Siedepunkte von normalen n-Alkanen 14

Tabelle 2 — Typische Betriebsbedingungen für gepackte Säulen — Verfahren A 15

Tabelle 3 — Typische Betriebsbedingungen für Kapillarsäulen — Verfahren A 16

Tabelle 4 — Typische Betriebsbedingungen für die beschleunigte Analyse — Verfahren B 17

Tabelle 5 — Vom Ringversuch erfasster Ergebnisbereich 26

Tabelle 6 — Werte der Wiederholbarkeit und der Vergleichbarkeit — Verfahren A 27

Tabelle 7 — Werte der Wiederholbarkeit und der Vergleichbarkeit — Verfahren B 28

Tabelle 8 — Bewertungsergebnis — Verfahren A im Verhältnis zu Verfahren B 28

Tabelle A.1 — Korrelationskoeffizienten 32

Tabelle A.2 — Beispieldaten für Temperatur gegen prozentuale Volumenausbeute 33

Tabelle A.3 — Berechnete prozentuale Volumenausbeute aus den Daten von Tabelle A.2 33

Tabelle A.4 — Querkontrolle der Vergleichbarkeit 33

Tabelle B.1 — Festgelegte Werte der Temperaturausbeute für ASTM-Referenzgasöle — Verfahren A 35

Tabelle B.2 — Festgelegte Werte der Temperaturausbeute für das ASTM-Referenzmaterial — Verfahren B 35

Tabelle B.3 — Zulässige Grenzabweichungen 36

Tabelle C.1 — Identifizierung der den nummerierten Punkten in Bild C.1 entsprechenden Verbindungen 38

Tabelle C.2 — Abweichungen der nach diesem Dokument erhaltenen Siedepunkte von den wahren Siedepunkten 39

Tabelle C.3 — Destillation schwerer Gasöle 40

Tabelle D.1 — Siedepunkte **41**

Tabelle E.1 — Gaschromatographische Bedingungen bei der Verwendung von Wasserstoff als Trägergas — Verfahren B **42**

Tabelle E.2 — Werte für die Siedepunktverteilung von Referenzgasöl Nr. 2 nach ASTM D2887, erhalten mit Wasserstoff als Trägergas — Verfahren B **43**

Tabelle E.3 — Wiederholbarkeit (r) und Vergleichbarkeit (R) für H_2 als Trägergas — Verfahren B **45**

Tabelle E.4 — Bewertungsergebnis nach Verfahren D6708 — Verfahren B — He (Referenzverfahren) im Verhältnis zu Verfahren B — H_2 ..... **45**

Tabelle E.5 — Gaschromatographische Bedingungen bei der Verwendung von Stickstoff als Trägergas — Verfahren B **46**

Tabelle E.6 — Werte für die Siedepunktverteilung von ASTM-Referenzgasöl Nr. 1, Charge Nr. 2, erhalten mit Stickstoff als Trägergas — Verfahren B **47**

Tabelle E.7 — Wiederholbarkeit (r) und Vergleichbarkeit (R) für N_2 als Trägergas — Verfahren B **48**

Tabelle E.8 — Bewertungsergebnis nach Verfahren D6708 — Verfahren B — He (Referenzverfahren) im Verhältnis zu Verfahren B — N_2 ..... **49**

Tabelle F.1 — Gaschromatographische Bedingungen bei der Verwendung von Wasserstoff als Trägergas — Verfahren A **51**

Tabelle F.2 — Werte von Wiederholungsbestimmungen der Siedepunktverteilung von Referenzgasöl Nr. 2 nach ASTM D2887, erhalten mit Wasserstoff als Trägergas — Verfahren A **53**

Tabelle F.3 — Typische Gaschromatographie bei der Verwendung von Stickstoff als Trägergas — Verfahren A **55**

Tabelle F.4 — Werte für ASTM-Referenzgasöl Nr. 1, Charge Nr. 2, erhalten mit Stickstoff als Trägergas— Verfahren A **56**