

Forklarende bemærkninger til Den Europæiske Unions kombinerede nomenklatur

(2016/C 357/04)

I medfør af artikel 9, stk. 1, litra a), i Rådets forordning (EØF) nr. 2658/87 ⁽¹⁾ foretages følgende ændring i Forklarende Bemærkninger til Den Europæiske Unions kombinerede nomenklatur ⁽²⁾:

Side 138, bilag A til Forklarende Bemærkninger til kapitel 27 affattes således:

»BILAG A

**METODE TIL BESTEMMELSE AF PROCENTINDHOLDET AF AROMATISKE FORBINDELSER
I PRODUKTER MED SLUTKOGEPUKNT OVER 315 °C****1. Anvendelsesområde**

Med denne testmetode bestemmes indholdet af aromatiske og ikke-aromatiske bestanddele i mineralolier.

2. Definitioner

- 2.1. Aromatiske bestanddele: den del af prøven, som opløses i opløsningsmidlet og adsorberes på silikagel. De aromatiske bestanddele kan indeholde: aromatiske karbonhydrider, kondenserede naftenske aromater, aromatiske olefiner, asfaltener, aromatiske forbindelser indeholdende svovl, nitrogen oxygen og polære aromater.
- 2.2. Ikke-aromatiske bestanddele: den del af prøven, der ikke adsorberes på silikagel og elueres med opløsningsmidlet (f.eks. ikke-aromatiske karbonhydrider).

3. Metodens princip

Man lader prøven, der først er opløst i *n*-pentan, passere gennem en speciel kromatografikolonne fyldt med silikagel. De ikke-aromatiske bestanddele, der er elueret med opløsningsmiddel, opsamles derefter og bestemmes ved vejning, når opløsningsmidlet er afdampet.

Prøver, der ikke opløses i *n*-pentan, bør opløses i cyclohexan.

4. Apparatur og reagenser

Kromatografikolonnen: Denne består af et glasrør af dimensioner og form som vist på omstående tegning. Øverste åbning skal kunne lukkes med et glastopstykke, hvis nederste flade presses mod kolonnens top af to gummibelagte spændestykker af metal. Lukningen skal være fuldstændig tæt for det anvendte overtryk af nitrogen eller luft.

Silikagel: Finhed 200 mesh eller derover. Skal aktiveres i syv timer i et tørreskab ved 170 °C før brugen og anbringes i eksikkator til afkøling. Efter aktivering skal silikagelen anvendes inden for få dage.

Opløsningsmiddel I *n*-pentan: mindst 95 % renhed, fri for aromatiske forbindelser.

Opløsningsmiddel II cyclohexan: mindst 98 % renhed, fri for aromatiske forbindelser.

5. Procedure 1 (Kromatografikolonne: 1)

Fremstilling af prøveopløsning: Ca. 3,6 g (den nøjagtige vægt konstateres) af prøven opløses i 10 ml *n*-pentan (I). Er prøven uopløselig i *n*-pentan, opløses den i cyclohexan, og bestemmelsen udføres med cyclohexan (II) i stedet for *n*-pentan (I).

Kromatografikolonnen (kromatografikolonne 1) fyldes op med den forud aktiverede silikagel indtil ca. 10 cm fra den øverste glaskugle, idet kolonnens indhold forsigtigt rystes sammen med en vibrator for at undgå lommer. En prop af glasuld placeres derefter ovenpå silikagelen i kolonnen.

Silikagelen fugtes herefter med 180 ml af opløsningsmiddel (I) eller (II), og ved hjælp af et overtryk af luft og nitrogen trykkes ovenfra, indtil væskens overflade når toppen af silikagelsøjlen.

Trykket i kolonnen fjernes forsigtigt, og der overhældes ca. 3,6 g (den nøjagtige vægt konstateres udtrykt ved 2 decimaler) af prøven opløst i 10 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), og derefter skylles bægerglasset med en ny portion på 10 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), som ligeledes hældes over kolonnen.

⁽¹⁾ Rådets forordning (EØF) nr. 2658/87 af 23. juli 1987 om told- og statistiknomenklaturen og Den Fælles Toldtarif (EFT L 256 af 7.9.1987, s. 1).

⁽²⁾ EUT C 76 af 4.3.2015, s. 1.

Trykket forøges gradvist, således at væsken løber ud af hårrøret i bunden med en omtrentlig hastighed på 1 ml/min; denne væske opsamles i en 500 ml kolbe.

Når overfladen af den væske, som indeholder det stof, der skal udskilles, falder til overfladen af silikagelen, fjernes trykket forsigtigt igen, og der tilsættes 230 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), trykket etableres straks igen, og væskens overflade bringes ned til silikagelens overflade, idet eluatet opsamles i samme kolbe som før.

Før overfladen af den væske, som indeholder det stof, der skal udskilles, falder til overfladen af silikagelen, kontrollér eluatet med FT-IR for tilstedeværelsen af aromater. Indeholder eluatet kun alifatiske karbonhydrider, tilsættes på ny 50 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), efter at trykket er fjernet. Dette gentages, hvis det er nødvendigt.

Den opsamlede fraktion reduceres til et lille rumfang ved fordampning i vakuumtørreskab ved 35 °C eller i roterende vakuumfordamper eller lignende apparatur, og den overføres derpå så fuldstændig som muligt til et tareret bægerglas under anvendelse af mere opløsningsmiddel (I) eller (II).

Bægerglassets indhold inddampes til konstant vægt (P) i vakuumtørreskab ved 35 °C. Forskellen mellem de to sidste vejninger bør ikke overstige 0,01 g. Tidsforskellen mellem de to sidste vejninger bør være mindst 30 minutter.

Procenten af ikke-aromatiske bestanddele udtrykt i vægt (A) fås af følgende formel:

$$A = P/P_1 \cdot 100$$

hvor P_1 er prøvens vægt.

Afvigelsen fra 100 er procenten af aromatiske bestanddele, som er absorberet af silikagelen.

6. Metodens nøjagtighed

Repeterbarhed: 5 %.

Reproducerbarhed: 10 %.

7. Procedure 2 (Kromatografikolonne: 2)

Fremstilling af prøveopløsning: Ca. 0,9 g (den nøjagtige vægt konstateres) af prøven opløses i 2,5 ml *n*-pentan (I). Er prøven uopløselig i *n*-pentan, opløses den i cyclohexan, og bestemmelsen udføres med cyclohexan (II) i stedet for *n*-pentan (I).

Kromatografikolonnen (kromatografikolonne 2) fyldes op med den forud aktiverede silikagel indtil ca. 2,5 cm fra den øverste glaskugle, idet kolonnens indhold forsigtigt rystes sammen med en vibrator for at undgå lommer. En prop af glasuld placeres derefter ovenpå silikagelen i kolonnen.

Silikagelen fugtes herefter med 45 ml af opløsningsmiddel (I) eller (II), og ved hjælp af et overtryk af luft og nitrogen trykkes ovenfra, indtil væskens overflade når toppen af silikagelsøjlen.

Trykket i kolonnen fjernes forsigtigt, og der overhældes ca. 0,9 g (den nøjagtige vægt konstateres udtrykt ved 2 decimaler) af prøven opløst i 2,5 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), og derefter skylles bægerglasset med en ny portion på 2,5 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), som ligeledes hældes over kolonnen.

Trykket forøges gradvist, således at væsken løber ud af hårrøret i bunden med en omtrentlig hastighed på 1 ml/min; denne væske opsamles i en 250 ml kolbe.

Når overfladen af den væske, som indeholder det stof, der skal udskilles, falder til overfladen af silikagelen, fjernes trykket forsigtigt igen, og der tilsættes 57,5 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), trykket etableres straks igen, og væskens overflade bringes ned til silikagelens overflade, idet eluatet opsamles i samme kolbe som før.

Før overfladen af den væske, som indeholder det stof, der skal udskilles, falder til overfladen af silikagelen, kontrollér eluatet med FT-IR for tilstedeværelsen af aromater. Indeholder eluatet kun alifatiske karbonhydrider, tilsættes på ny 12,5 ml opløsningsmiddel (I) eller (II), efter at trykket er fjernet. Dette gentages, hvis det er nødvendigt.

Den opsamlede fraktion reduceres til et lille rumfang ved fordampning i vakuumtørreskab ved 35 °C eller i roterende vakuumfordamper eller lignende apparatur, og den overføres derpå så fuldstændig som muligt til et tareret bægerglas under anvendelse af mere opløsningsmiddel (I) eller (II).

Bægerglassets indhold inddampes til konstant vægt (P) i vakuumtørreskab ved 35 °C. Forskellen mellem de to sidste vejninger bør ikke overstige 0,01 g. Tidsforskellen mellem de to sidste vejninger bør være mindst 30 minutter.

Procenten af ikke-aromatiske bestanddele udtrykt i vægt (A) fås af følgende formel:

$$A = P/P_1 \cdot 100$$

hvor P_1 er prøvens vægt.

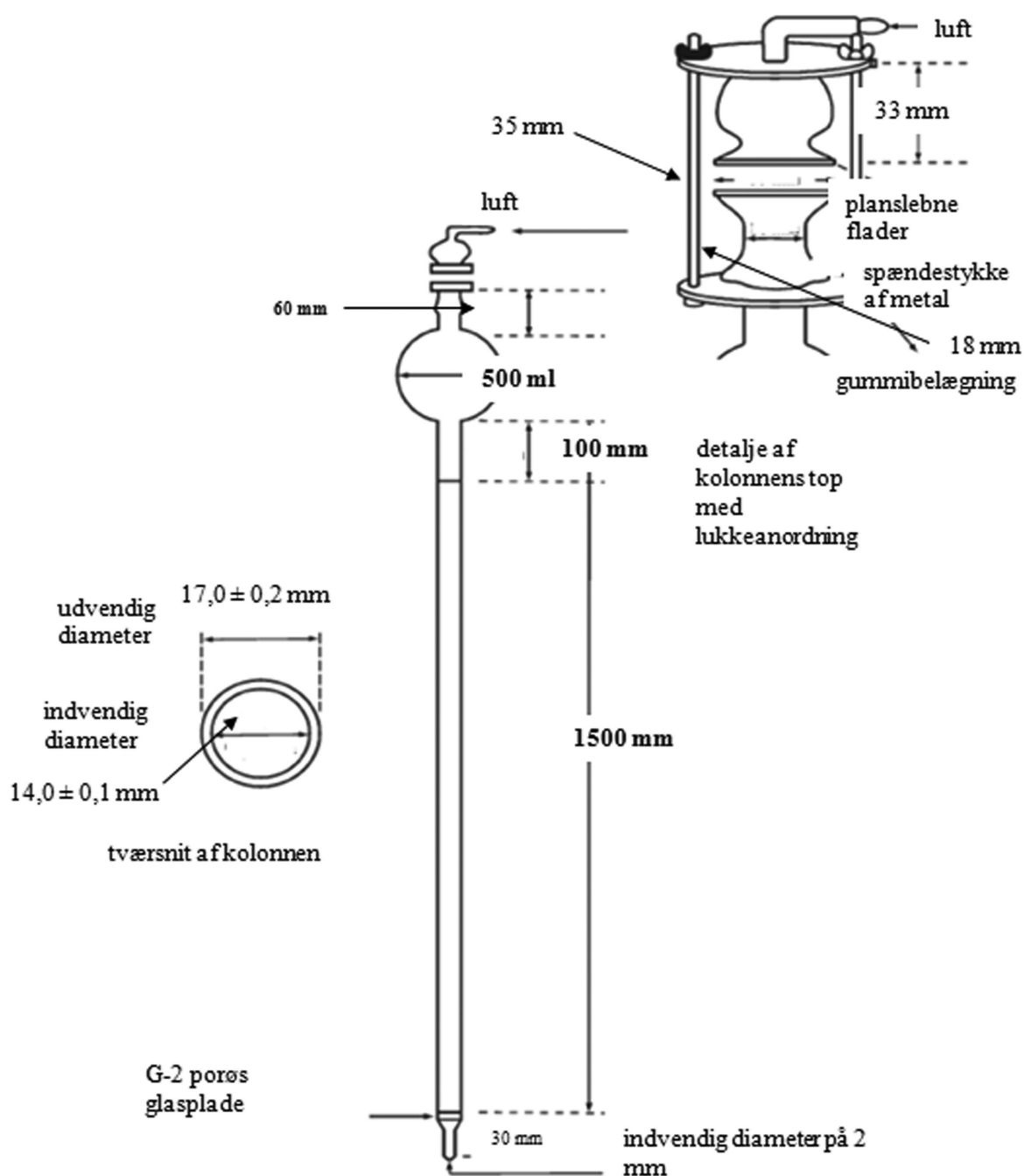
Afvigelsen fra 100 er procenten af aromatiske bestanddele, som er absorberet af silikagelen.

8. Metodens nøjagtighed

Repeterbarhed: 5 %.

Reproducerbarhed: 10 %.

Kromatografikolonne 1



Kromatografikolonne 2

