

Επεξηγηματικές σημειώσεις της συνδυασμένης ονοματολογίας της Ευρωπαϊκής Ένωσης

(2016/C 357/04)

Δυνάμει του άρθρου 9 παράγραφος 1 στοιχείο α) του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87 του Συμβουλίου⁽¹⁾, οι Επεξηγηματικές Σημειώσεις της Συνδυασμένης Ονοματολογίας της Ευρωπαϊκής Ένωσης⁽²⁾ τροποποιούνται ως εξής:

Στη σελίδα 138, το παράρτημα Α των Επεξηγηματικών Σημειώσεων του κεφαλαίου 27 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Α**ΜΕΘΟΔΟΣ ΚΑΘΟΡΙΣΜΟΥ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΑΡΩΜΑΤΙΚΑ ΣΥΣΤΑΤΙΚΑ ΤΩΝ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ
ΤΟ ΤΕΛΙΚΟ ΣΗΜΕΙΟ ΑΠΟΣΤΑΞΗΣ ΤΩΝ ΟΠΟΙΩΝ ΥΠΕΡΒΑΙΝΕΙ ΤΟΥΣ 315 °C****1. Πεδίο εφαρμογής**

Η παρούσα μέθοδος δοκιμής αφορά τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας των ορυκτών ελαίων σε αρωματικά και μη αρωματικά συστατικά.

2. Ορισμός

2.1. Αρωματικά συστατικά: το τμήμα του δείγματος που διαλύεται στον χρησιμοποιούμενο διαλύτη και προσοφάται σε πηκτή διοξειδίου του πυριτίου. Στα αρωματικά συστατικά μπορεί να περιλαμβάνονται: αρωματικοί υδρογονάνθρακες, συμπυκνωμένες ναφθενικές αρωματικές ενώσεις, αρωματικές ολεφίνες, ασφαλτένια, αρωματικές ενώσεις που περιέχουν θείο, άζωτο, οξυγόνο και πολικές αρωματικές ενώσεις.

2.2. Μη αρωματικά συστατικά: το τμήμα του δείγματος που δεν έχει προσοφηθεί σε πηκτή διοξειδίου του πυριτίου και το οποίο εκλύεται με τον διαλύτη (όπως οι μη αρωματικοί υδρογονάνθρακες).

3. Αρχή της μεθόδου

Το δείγμα, αφού διαλυθεί σε *n*-πεντάνιο, διηθείται μέσω ειδικής χρωματογραφικής στήλης πληρωμένης με πηκτή διοξειδίου του πυριτίου. Οι μη αρωματικοί υδρογονάνθρακες εκλύονται με διαλύτη και στη συνέχεια, αφού συλλεγούν, προσδιορίζονται ποσοτικά (σταθμικώς) μετά την εξάτμιση του διαλύτη.

Για τα δείγματα που δεν διαλύονται στο *n*-πεντάνιο, χρησιμοποιείται ως διαλύτης κυκλοεξάνιο.

4. Συσκευές και αντιδραστήρια

Χρωματογραφική στήλη: η στήλη αυτή αποτελείται από έναν γυάλινο σωλήνα οι διαστάσεις και το σχήμα του οποίου φαίνονται στο συνημμένο σχεδιάγραμμα. Το επάνω στόμιο του σωλήνα πρέπει να μπορεί να κλείσει με γυάλινο πώμα, η επίπεδη εσφυρισμένη επιφάνεια του οποίου συνδέεται με το επάνω μέρος της στήλης με δύο μεταλλικούς σφιγκτήρες επενδυμένους με καουτσούκ. Το κλείσιμο πρέπει να είναι απόλυτα αεροστεγές κατά τη διοχέτευση πεπιεσμένου αζώτου ή αέρα.

Πηκτή διοξειδίου του πυριτίου (silica gel): μέγεθος κόκκου ίσο ή μεγαλύτερο από 200 mesh. Η πηκτή διοξειδίου του πυριτίου πρέπει, προτού χρησιμοποιηθεί, να ενεργοποιηθεί μέσα σε κλίβανο, στους 170 °C επί επτά ώρες και στη συνέχεια να τοποθετηθεί σε ξηραντήρα για ψύξη. Μετά την ενεργοποίησή της, η πηκτή διοξειδίου του πυριτίου πρέπει να χρησιμοποιηθεί εντός λίγων ημερών.

Διαλύτης I *n*-πεντάνιο: βαθμός καθαρότητας τουλάχιστον 95 %, χωρίς αρωματικά συστατικά.

Διαλύτης II κυκλοεξάνιο: βαθμός καθαρότητας τουλάχιστον 98 %, χωρίς αρωματικά συστατικά.

5. Διαδικασία 1 (χρωματογραφική στήλη 1)

Παρασκευή του διαλύματος του δείγματος: διαλύονται 3,6 gr περίπου (ζυγισμένα με ακρίβεια) του δείγματος σε 10 ml *n*-πεντανίου (I). Αν το δείγμα είναι αδιάλυτο σε *n*-πεντάνιο, διαλύεται σε κυκλοεξάνιο και ο προσδιορισμός εκτελείται με κυκλοεξάνιο (II) αντί του *n*-πεντανίου (I).

Γεμίζουμε τη χρωματογραφική στήλη (χρωματογραφική στήλη 1) με πηκτή διοξειδίου του πυριτίου που έχει προηγουμένως ενεργοποιηθεί, μέχρις ύψους 10 cm περίπου από το άνω μέρος της γυάλινης σφαιρικής φιάλης, συμπιέζοντας με προσοχή το περιεχόμενο της στήλης με τη βοήθεια ενός δονητή, ώστε να μην μείνουν ελεύθερες διοδοί. Στη συνέχεια, τοποθετούμε ένα πώμα από υαλοβάμβακα στο επάνω μέρος της στήλης της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου.

Αφού προηγουμένως διαβρέξουμε την πηκτή διοξειδίου του πυριτίου με 180 ml διαλύτη (I) ή (II), διοχετεύουμε από πάνω πεπιεσμένο αέρα ή άζωτο μέχρις ότου η επάνω επιφάνεια του υγρού έρθει στο ίδιο ύψος με το επίπεδο της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου.

Διακόπτουμε με προσοχή την πίεση στο εσωτερικό της στήλης και εισάγουμε ποσότητα 3,6 g περίπου (ζυγισμένων με ακρίβεια 2 δεκαδικών ψηφίων) του δείγματος, διαλυμένη σε 10 ml διαλύτη (I) ή (II). Κατόπιν ξεπλύνουμε το ποτήρι ζέσεως με επιπλέον ποσότητα 10 ml διαλύτη (I) ή (II), την οποία επίσης εισάγουμε στη στήλη.

⁽¹⁾ Κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87 του Συμβουλίου της 23ης Ιουλίου 1987 για τη δασμολογική και στατιστική ονοματολογία και το κοινό δασμολόγιο (ΕΕ L 256 της 7.9.1987, σ. 1).

⁽²⁾ ΕΕ C 76 της 4.3.2015, σ. 1.

Εφαρμόζουμε προοδευτικά την πίεση, αφήνοντας ταυτόχρονα το υγρό να ρέει σταγόνα-σταγόνα από τον τριχοειδή σωλήνα που βρίσκεται στο κάτω μέρος της στήλης, με ταχύτητα περίπου 1 ml/min, και συλλέγουμε το υγρό αυτό σε φιάλη χωρητικότητας 500 ml.

Όταν το επίπεδο του υγρού που περιέχει την προς διαχωρισμό ουσία φτάσει στην επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, διακόπτουμε και πάλι την πίεση με προσοχή και προσθέτουμε 230 ml διαλύτη (I) ή (II), και αμέσως μετά εφαρμόζουμε και πάλι πίεση μέχρι να κατέβει το επίπεδο του υγρού ως την επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, συλλέγοντας το έκλουσμα στην ίδια με πριν φιάλη.

Πριν το επίπεδο του υγρού που περιέχει την προς διαχωρισμό ουσία φτάσει στην επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, ελέγχουμε το έκλουσμα χρησιμοποιώντας φασματόμετρο FT-IR για την παρουσία αρωματικών ενώσεων. Εάν το έκλουσμα περιέχει μόνον αλειφατικούς υδρογονάνθρακες, προσθέτουμε και πάλι 50 ml διαλύτη (I) ή (II) μετά τη διακοπή της πίεσης. Το βήμα αυτό επαναλαμβάνεται, εάν είναι απαραίτητο.

Μειώνουμε τον όγκο του συλλεγέντος κλάσματος εξατμίζοντάς το μέσα σε κλίβανο κενού θερμοκρασίας 35 °C ή σε περιστροφικό εξατμιστήρα κενού ή σε παρόμοια συσκευή, και στη συνέχεια το μεταφέρουμε χωρίς απώλειες σε γυάλινο προζυγισμένο ποτήρι ζέσεως χρησιμοποιώντας επιπλέον ποσότητα διαλύτη (I) ή (II).

Εξατμίζουμε το περιεχόμενο του ποτηριού ζέσεως σε κλίβανο κενού θερμοκρασίας 35 °C, μέχρις ότου σταθεροποιηθεί το βάρος του (W). Η διαφορά μεταξύ των δύο τελευταίων ζυγίσεων δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,01 g. Η χρονική διαφορά μεταξύ των δύο ζυγίσεων πρέπει να είναι τουλάχιστον 30 λεπτά.

Το κατά βάρος ποσοστό των μη αρωματικών ενώσεων (A) δίνεται από τον ακόλουθο τύπο:

$$A = W/W_1 \cdot 100$$

όπου W_1 το βάρος του δείγματος.

Η διαφορά σε σχέση με το 100 αποτελεί το ποσοστό αρωματικών ενώσεων που προσρόφησε η πηκτή διοξειδίου του πυριτίου.

6. Ακρίβεια της μεθόδου

Επαναληψιμότητα 5 %.

Αναπαραγωγιμότητα 10 %.

7. Διαδικασία 2 (χρωματογραφική στήλη 2)

Παρασκευή του διαλύματος του δείγματος: διαλύονται 0,9 gr περίπου (ζυγισμένα με ακρίβεια) του δείγματος σε 2,5 ml *n*-πεντανίου (I). Αν το δείγμα είναι αδιάλυτο σε *n*-πεντάνιο, διαλύεται σε κυκλοεξάνιο και ο προσδιορισμός εκτελείται με κυκλοεξάνιο (II) αντί του *n*-πεντανίου (I).

Γεμίζουμε τη χρωματογραφική στήλη (χρωματογραφική στήλη 2) με πηκτή διοξειδίου του πυριτίου που έχει προηγουμένως ενεργοποιηθεί, μέχρις ύψους 2,5 cm περίπου από το άνω μέρος της γυάλινης σφαιρικής φιάλης, συμπιέζοντας με προσοχή το περιεχόμενο της στήλης με τη βοήθεια ενός δονητή, ώστε να μην μείνουν ελεύθερες δίοδοι. Στη συνέχεια, τοποθετούμε ένα πώμα από υαλοβάμβακα στο επάνω μέρος της στήλης της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου.

Αφού προηγουμένως διαβρέξουμε την πηκτή διοξειδίου του πυριτίου με 45 ml διαλύτη (I) ή (II), διοχετεύουμε από πάνω πεπιεσμένο αέρα ή άζωτο μέχρις ότου η επάνω επιφάνεια του υγρού έρθει στο ίδιο ύψος με το επίπεδο της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου.

Διακόπτουμε με προσοχή την πίεση στο εσωτερικό της στήλης και εισάγουμε ποσότητα 0,9 g περίπου (ζυγισμένων με ακρίβεια 2 δεκαδικών ψηφίων) του δείγματος, διαλυμένη σε 2,5 ml διαλύτη (I) ή (II). Κατόπιν ξεπλένουμε το ποτήρι ζέσεως με επιπλέον ποσότητα 2,5 ml διαλύτη (I) ή (II), την οποία επίσης εισάγουμε στη στήλη.

Εφαρμόζουμε προοδευτικά την πίεση, επιτρέποντας ταυτόχρονα στο υγρό να ρέει σταγόνα-σταγόνα από τον τριχοειδή σωλήνα που βρίσκεται στο κάτω μέρος της στήλης, με ταχύτητα περίπου 1 ml/min, και συλλέγουμε το υγρό αυτό σε φιάλη χωρητικότητας 250 ml.

Όταν το επίπεδο του υγρού που περιέχει την προς διαχωρισμό ουσία φτάσει στην επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, διακόπτουμε και πάλι την πίεση με προσοχή και προσθέτουμε 57,5 ml διαλύτη (I) ή (II) και αμέσως μετά εφαρμόζουμε πάλι πίεση μέχρι να κατέβει το επίπεδο του υγρού ως την επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, συλλέγοντας το έκλουσμα στην ίδια με πριν φιάλη.

Πριν το επίπεδο του υγρού που περιέχει την προς διαχωρισμό ουσία φτάσει στην επιφάνεια της πηκτής διοξειδίου του πυριτίου, ελέγχουμε το έκλουσμα χρησιμοποιώντας φασματόμετρο FT-IR για την παρουσία αρωματικών ενώσεων. Εάν το έκλουσμα περιέχει μόνον αλειφατικούς υδρογονάνθρακες, προσθέτουμε και πάλι 12,5 ml διαλύτη (I) ή (II) μετά τη διακοπή της πίεσης. Το βήμα αυτό επαναλαμβάνεται, εάν είναι απαραίτητο.

Μειώνουμε τον όγκο του συλλεγέντος κλάσματος εξατμίζοντάς το μέσα σε κλίβανο κενού θερμοκρασίας 35 °C ή σε περιστροφικό εξατμιστήρα κενού ή σε παρόμοια συσκευή, και στη συνέχεια το μεταφέρουμε χωρίς απώλειες σε γυάλινο προζυγισμένο ποτήρι ζέσεως χρησιμοποιώντας επιπλέον ποσότητα διαλύτη (I) ή (II).

Εξατμίζουμε το περιεχόμενο του ποτηριού ζέσεως σε κλίβανο κενού θερμοκρασίας 35 °C, μέχρις ότου σταθεροποιηθεί το βάρος του (W). Η διαφορά μεταξύ των δύο τελευταίων βαρών δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,01 g. Η χρονική διαφορά μεταξύ των δύο ζυγίσεων πρέπει να είναι τουλάχιστον 30 λεπτά.

Το κατά βάρος ποσοστό των μη αρωματικών ενώσεων (A) δίνεται από τον ακόλουθο τύπο:

$$A = W/W_1 \cdot 100$$

όπου W_1 το βάρος του δείγματος.

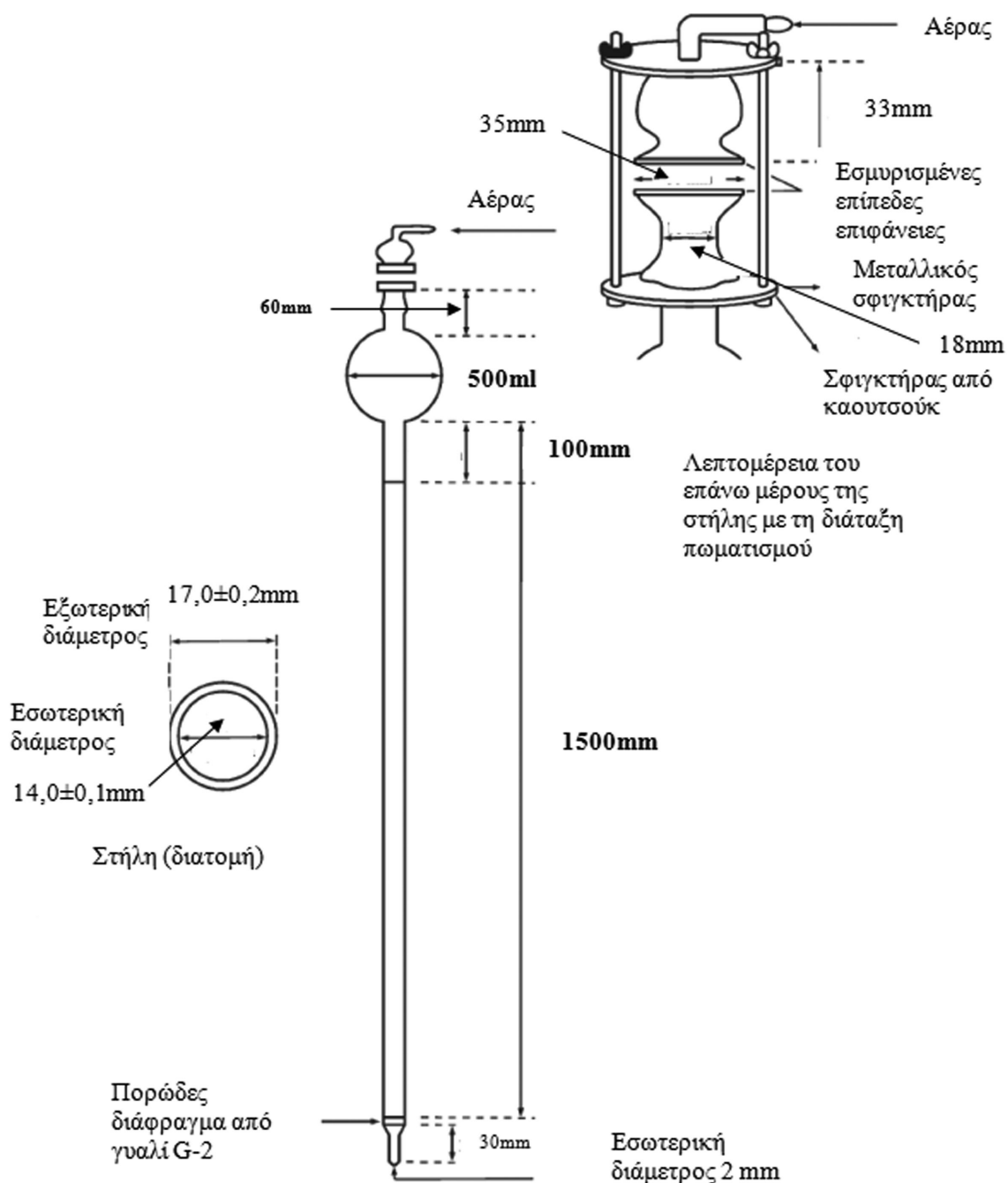
Η διαφορά σε σχέση με το 100 αποτελεί το ποσοστό αρωματικών ενώσεων που προσρόφησε η πηκτική διοξειδίου του πυριτίου.

8. Ακρίβεια της μεθόδου

Επαναληψιμότητα 5 %.

Αναπαραγωγιμότητα 10 %.

Χρωματογραφική στήλη 1



Χρωματογραφική στήλη 2

