

**Noty wyjaśniające do Nomenklatury scalonej Unii Europejskiej**

(2016/C 357/04)

Na podstawie art. 9 ust. 1 lit. a) rozporządzenia Rady (EWG) nr 2658/87 <sup>(1)</sup> w Notach wyjaśniających do Nomenklatury scalonej Unii Europejskiej <sup>(2)</sup> wprowadza się następujące zmiany:

Na stronie 138 załącznik A do Not wyjaśniających do działu 27 otrzymuje brzmienie:

„ZAŁĄCZNIK A

**METODY OZNACZANIA ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW AROMATYCZNYCH W PRODUKTACH  
O KOŃCOWEJ TEMPERATURZE DESTYLACJI PRZEKRACZAJĄCEJ 315 °C****1. Zakres**

Niniejsza metoda badawcza dotyczy oznaczania zawartości składników aromatycznych i niearomatycznych w olejach mineralnych.

**2. Definicja**

2.1. Składniki aromatyczne: porcja próbki rozpuszczana w rozpuszczalniku i adsorbowana na żelu krzemionkowym. Składniki aromatyczne mogą zawierać: węglowodory aromatyczne, skondensowane naftenowe związki aromatyczne, olefiny aromatyczne, asfalteny, związki aromatyczne zawierające siarkę, azot, tlen i polarne związki aromatyczne.

2.2. Składniki niearomatyczne: porcja próbki, która nie jest adsorbowana na żelu krzemionkowym i która jest wymywana przez rozpuszczalnik (taki jak węglowodory niearomatyczne).

**3. Zasada metody**

Próbkę rozpuszczoną w *n*-pentanie przesącza się przez specjalną kolumnę chromatograficzną wypełnioną żelem krzemionkowym. Składniki niearomatyczne wymyte rozpuszczalnikiem są następnie zbierane i oznaczane przez ważenie, po odparowaniu rozpuszczalnika.

Próbki nierozpuszczane w *n*-pentanie należy rozpuszczać w cykloheksanie.

**4. Aparatura oraz odczynniki**

Kolumna chromatograficzna: jest to szklana rurka o średnicy i kształcie przedstawionym na załączonym szkicu. Górny otwór musi umożliwić jego uszczelnienie szklaną złączką, której spodnia płaska powierzchnia jest dociśnięta do szczytu kolumny przez dwa pokryte gumą metalowe zaciski. Uszczelnienie musi zapewniać całkowitą szczelność wobec stosowanego ciśnienia azotu lub powietrza.

Żel krzemionkowy: stopień rozdrobnienia 200 oczek lub większy. Przed użyciem musi być on aktywowany przez siedem godzin w piecu, w 170 °C, a następnie umieszczony w eksykatorze w celu ochłodzenia. Po aktywowaniu żel krzemionkowy musi zostać zużyty w ciągu kilku dni.

Rozpuszczalnik I *n*-pentan: o czystości – minimum 95 %, wolny od substancji aromatycznych.

Rozpuszczalnik II cykloheksan: o czystości – minimum 98 %, wolny od substancji aromatycznych.

**5. Procedura 1 (kolumna chromatograficzna 1)**

Przygotowanie roztworu próbki: rozpuść w przybliżeniu 3,6 g (dokładnie odważonej) próbki w 10 ml *n*-pentanu (I). Jeżeli próbka jest nierozpuszczalna w *n*-pentanie, rozpuść ją w cykloheksanie, a do oznaczenia użyj cykloheksanu (II) zamiast *n*-pentanu (I).

Napełnij kolumnę chromatograficzną (kolumna chromatograficzna 1) uprzednio aktywowanym żelem krzemionkowym do wysokości około 10 cm od górnej bańki szklanej, ostrożnie ubijając zawartość kolumny przy użyciu wibratora, aby nie pozostawić żadnych kanalików. Następnie umieść zatyczkę z waty szklanej na szczycie kolumny żelu krzemionkowego.

Zwilż wstępnie żel krzemionkowy za pomocą 180 ml rozpuszczalnika (I) lub (II) i zastosuj ciśnienie powietrza lub azotu od góry, aż górna powierzchnia cieczy osiągnie poziom górnej warstwy żelu krzemionkowego.

Ostrożnie obniż ciśnienie wewnątrz kolumny i zalej ją w przybliżeniu 3,6 g (dokładnie odważonej z dokładnością do 2 miejsc po przecinku) próbki rozpuszczonej w 10 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), następnie wypłucz zlewkę kolejnymi 10 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), i wylej to także na szczyt kolumny.

<sup>(1)</sup> Rozporządzenie Rady (EWG) nr 2658/87 z dnia 23 lipca 1987 r. w sprawie nomenklatury taryfowej i statystycznej oraz w sprawie Wspólnej Taryfy Celnej (Dz.U. L 256 z 7.9.1987, s. 1).

<sup>(2)</sup> Dz.U. C 76 z 4.3.2015, s. 1.

Zwiększaj ciśnienie stopniowo, pozwalając cieczy wypływać kroplami z dna kapilarnej rurki kolumny z prędkością w przybliżeniu 1 ml/minutę i zbieraj tę ciecz w 500 ml kolbie.

Kiedy poziom cieczy zawierającej rozdzielaną substancję opadnie do poziomu powierzchni żelu krzemionkowego, delikatnie odłącz jeszcze raz ciśnienie i dodaj 230 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), natychmiast powtórnie zastosuj ciśnienie i obniż poziom cieczy do powierzchni żelu krzemionkowego, zbierając jednocześnie eluat do tej samej kolby, jak poprzednio.

Zanim poziom cieczy zawierającej rozdzielaną substancję opadnie do poziomu powierzchni żelu krzemionkowego, sprawdź eluat za pomocą FT-IR na obecność składników aromatycznych. Jeżeli eluat zawiera tylko węglowodory alifatyczne, dodaj ponownie 50 ml rozpuszczalnika (I) lub (II) po odłączeniu ciśnienia. W razie potrzeby powtórz ten krok.

Zredukuj zebraną frakcję do małej objętości, przez odparowanie w piecu próżniowym w temp. 35 °C lub w rotacyjnej wyparce próżniowej, lub podobnej aparaturze, a następnie przenieś próbkę bez strat do wytarowanej zlewki, używając więcej rozpuszczalnika (I) lub (II).

Odparuj zawartość zlewki w piecu próżniowym w 35 °C do stałej masy (W). Różnica między dwoma ostatnimi pomiarami masy nie powinna przekraczać 0,01 g. Odstęp czasu między dwoma ważeniami powinien wynosić co najmniej 30 minut.

Procentowa zawartość składników niearomatycznych (A) w masie jest określona następującym wzorem:

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

gdzie  $W_1$  jest masą próbki.

Różnica w stosunku do 100 jest procentową zawartością składników aromatycznych zaabsorbowanych przez żel krzemionkowy.

## 6. Dokładność metody

Powtarzalność: 5 %.

Odtwarzalność: 10 %.

## 7. Procedura 2 (kolumna chromatograficzna 2)

Przygotowanie roztworu próbki: rozpuść w przybliżeniu 0,9 g (dokładnie odważonej) próbki w 2,5 ml *n*-pentanu (I). Jeżeli próbka nie jest rozpuszczalna w *n*-pentanie, rozpuść ją w cykloheksanie, a do oznaczenia użyj cykloheksanu (II) zamiast *n*-pentanu (I).

Napełnij kolumnę chromatograficzną (kolumna chromatograficzna 2) uprzednio aktywowanym żelem krzemionkowym do wysokości około 2,5 cm od górnej bańki szklanej, ostrożnie ubijając zawartość kolumny przy użyciu wibratora, tak aby nie pozostawić żadnych kanalików. Następnie umieść zatyczkę z waty szklanej na szczycie kolumny żelu krzemionkowego.

Zwilż wstępnie żel krzemionkowy za pomocą 45 ml rozpuszczalnika (I) lub (II) i zastosuj ciśnienie powietrza lub azotu od góry, aż górna powierzchnia cieczy osiągnie poziom górnej warstwy żelu krzemionkowego.

Ostrożnie obniż ciśnienie wewnątrz kolumny i zalej ją w przybliżeniu 0,9 g (dokładnie odważonej z dokładnością do 2. miejsca po przecinku) próbki rozpuszczonej w 2,5 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), następnie wypłucz zlewkę kolejnymi 2,5 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), i wylej to także na szczyt kolumny.

Zwiększaj ciśnienie stopniowo, pozwalając cieczy wypływać kroplami z dna kapilarnej rurki kolumny z prędkością w przybliżeniu 1 ml/minutę i zbieraj tę ciecz w 250 ml kolbie.

Kiedy poziom cieczy zawierającej rozdzielaną substancję opadnie do powierzchni żelu krzemionkowego, delikatnie odłącz jeszcze raz ciśnienie i dodaj 57,5 ml rozpuszczalnika (I) lub (II), natychmiast powtórnie zastosuj ciśnienie i obniż poziom cieczy do powierzchni żelu krzemionkowego, zbierając eluat do tej samej kolby, jak poprzednio.

Zanim poziom cieczy zawierającej rozdzielaną substancję opadnie do poziomu powierzchni żelu krzemionkowego, sprawdź eluat za pomocą FT-IR na obecność składników aromatycznych. Jeżeli eluat zawiera tylko węglowodory alifatyczne, dodaj ponownie 12,5 ml rozpuszczalnika (I) lub (II) po odłączeniu ciśnienia. W razie potrzeby powtórz ten krok.

Zredukuj zebraną frakcję do małej objętości, przez odparowanie w piecu próżniowym w temp. 35 °C lub w rotacyjnej wyparce próżniowej, lub podobnej aparaturze, a następnie przenieś próbkę bez strat do wytarowanej zlewki, używając więcej rozpuszczalnika (I) lub (II).

Odparuj zawartość zlewki w piecu próżniowym w 35 °C do stałej masy (W). Różnica między dwoma ostatnimi pomiarami masy nie powinna przekraczać 0,01 g. Odstęp czasu między dwoma ważeniami powinien wynosić co najmniej 30 minut.

Procentowa zawartość składników niearomatycznych (A) w masie jest określona następującym wzorem:

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

gdzie  $W_1$  jest masą próbki.

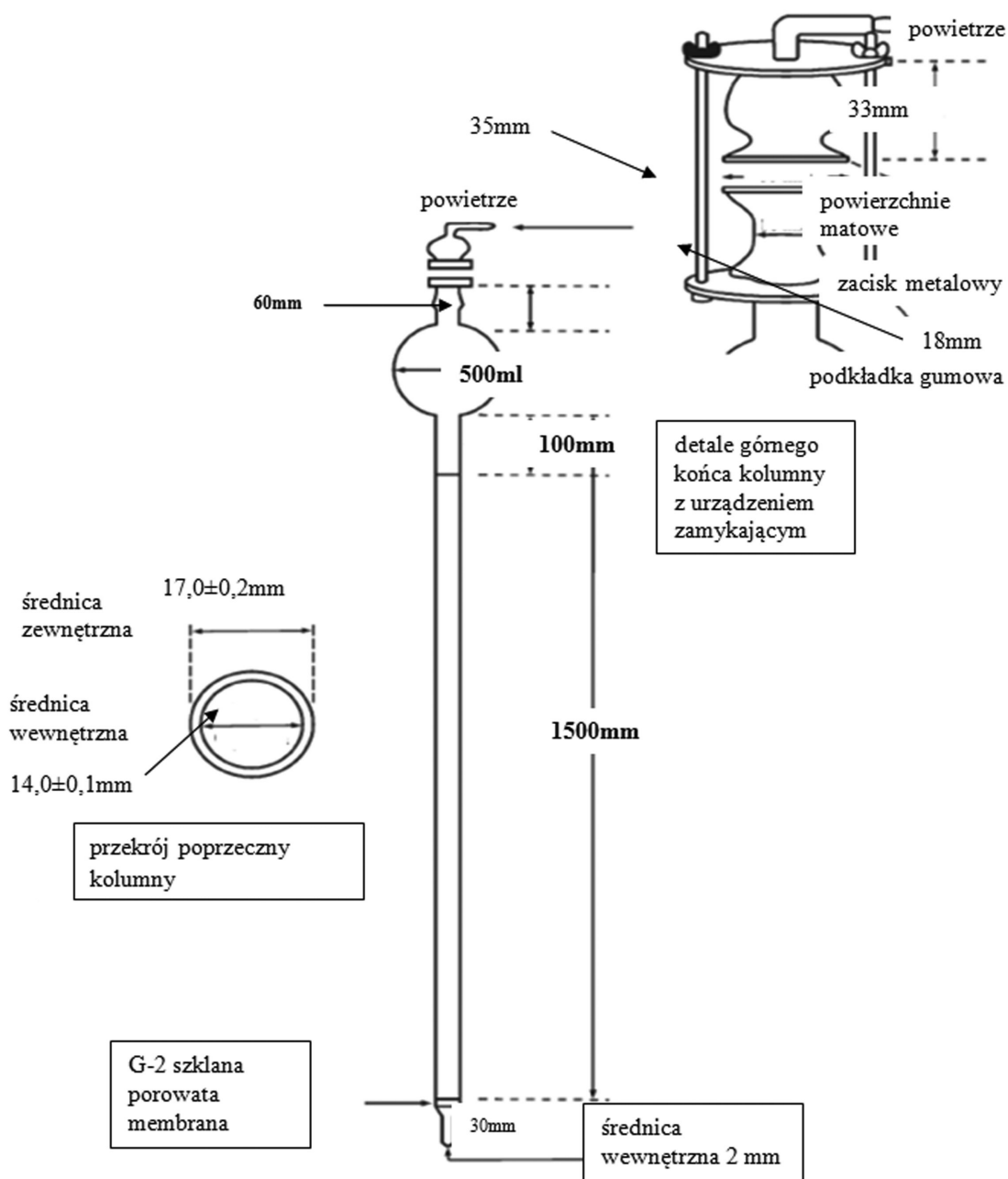
Różnica w stosunku do 100 jest procentową zawartością składników aromatycznych zaabsorbowanych przez żel krzemionkowy.

## 8. Dokładność metody

Powtarzalność: 5 %.

Odtwarzalność: 10 %.

### Kolumna chromatograficzna 1



### Kolumna chromatograficzna 2

