

Anlage 2 EnergieStV — (zu § 110 Satz 1 Nr. 7) Verfahren zur Bestimmung des Rotfarbstoffgehalts in leichtem Heizöl oder in Gemischen von leichtem Heizöl mit nicht gekennzeichnetem Gasöl mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC-Verfahren)

Energiesteuer-Durchführungsverordnung

Stand: 10.06.2019 (konsolidierte Textfassung, kein amtliches Inkrafttretensdatum)

(Fundstelle: BGBl. I 2006, 1796 - 1797; bzgl. einzelner Änderungen vgl. Fußnote)

1 Zweck und Anwendungsbereich Das HPLC-Verfahren dient der quantitativen Bestimmung der in § 2 Abs. 1 genannten Rotfarbstoffe in leichtem Heizöl und in Gemischen von leichtem Heizöl mit nicht gekennzeichneten Gasölen der Unterpositionen 2710 19 43 bis 2710 19 48 und der Unterpositionen 2710 20 11 bis 2710 20 19 der Kombinierten Nomenklatur.

2 Begriffsbestimmung Als Farbstoffgehalt der in Abschnitt 1 genannten Energieerzeugnisse gilt der nach dem nachstehend beschriebenen Verfahren ermittelte Gehalt an Farbstoffen.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens Die zu untersuchende Probe wird auf eine mit Kieselgel gefüllte Säule für die Hochdruckflüssigkeitschromatographie gegeben. Durch Elution mit einem Lösemittel werden die Farbstoffe von den anderen Bestandteilen der Probe getrennt und treten am Ende der Säule aus. Die Farbtintensität dieser Lösung wird mit einem Spektralphotometer bei 535 nm gemessen. Die Auswertung erfolgt mit Hilfe eines Integrators.

4 Geräte

4.1 Hochdruckflüssigkeitschromatographie-System, bestehend aus:

4.1.1 Hochdruckpumpe,

4.1.2 Injektionssystem mit Probenschleife 20 µl bis 50 µl,

4.1.3 Vorsäule: Länge mindestens 30 mm, Innendurchmesser 4,0 mm oder 4,6 mm, gefüllt mit gebrochenem Kieselgel von 5 µm Korngröße,

4.1.4 Trennsäule aus Stahl: Länge mindestens 100 mm, Innendurchmesser mindestens 4,0 mm, gefüllt mit sphärischem Kieselgel von 5 µm Korngröße,

4.1.5 UV/VIS-Detektor für Messungen bei 535 nm,

4.1.6 Integrator mit Schreiber und Einrichtung zur rechnergestützten Auswertung von Chromatogrammen,

4.2 250-ml- und 1 000-ml-Messkolben der Güteklasse A, mit Konformitätszeichen,

4.3 10-ml-Vollpipette der Güteklasse AS, mit Konformitätszeichen.

5 Chemikalien

5.1 Toluol, zur Analyse,

5.2 n-Heptan, zur Analyse,

5.3 Dichlormethan, zur Analyse,

5.4 N-Ethyl-1-(4-phenylazophenylazo)naphthyl-2-amin (Standard-Farbstoff) [*]

5.5 Lösemittel zur Säulenregenerierung nach jeweiliger Vorschrift.

6 Vorbereitung

6.1 Vorbereitung der Probe Wasserhaltige Proben sind unter Verwendung von wasserfreiem Natriumsulfat zu entwässern. Verschmutzte Proben werden vor der Farbstoffgehaltsbestimmung filtriert.

6.2 Herstellung der Standard-Farbstofflösung 0,125 g Standard-Farbstoff (vgl. Unterabschnitt 5.4) werden auf 0,0001 g genau in den 250-ml-Messkolben eingewogen und nach dem Temperieren auf 20 Grad Celsius mit Toluol bis zur Ringmarke aufgefüllt. Von dieser Lösung werden mit der

Vollpipette 10 ml in den 1 000-ml-Messkolben gegeben und mit Toluol bis zur Ringmarke aufgefüllt. Die Massenkonzentration an Farbstoff in dieser Lösung beträgt 5 mg/l.

6.3 Herstellung des Elutionsmittels Als Elutionsmittel wird ein Gemisch aus vier Volumenteilen n-Heptan (vgl. Unterabschnitt 5.2) und einem Volumenteil Dichlormethan (vgl. Unterabschnitt 5.3) verwendet.

6.4 Vorbereitung der Säule Zur Konditionierung lässt man durch die Säule bei einer Flussrate von 2 ml/min Elutionsmittel (vgl. Unterabschnitt 6.3) strömen. Die Konditionierung ist beendet, wenn bei drei aufeinander folgenden Messungen der Standard-Farbstofflösung (vgl. Unterabschnitt 6.2) die Retentionszeiten des Farbstoffs um nicht mehr als 5 Prozent vom Mittelwert abweichen.

6.5 Ermittlung des Flächenfaktors aus den Peakflächen der Chromatogramme des Standard-Farbstoffs. Der für die Berechnung des Farbstoffgehalts in den Proben erforderliche Faktor wird ermittelt, indem mit der Standard-Farbstofflösung (vgl. Unterabschnitt 6.2) drei Messungen unter den gleichen Bedingungen wie bei der späteren Messung der Proben durchgeführt werden. Aus den dabei erhaltenen Peakflächen für den Standard-Farbstoff bildet man den Mittelwert und berechnet den Faktor nach folgender Formel:

$$f_s = \frac{C_s}{A_s}$$

Darin bedeuten: f_s = Flächenfaktor C_s = Massenkonzentration der Standard-Farbstofflösung (5 mg/l) A_s = Mittelwert der Peakfläche des Standard-Farbstoffs aus drei Messungen

7 Durchführung der Messung Die Probenschleife des Einlassventils der vorbereiteten Säule (vgl. Unterabschnitt 6.4) wird mit der Probe gefüllt. Durch Umschalten des Ventils wird die Probe auf die Säule gegeben. Gleichzeitig wird der Integrator gestartet. Die Flächenauswertung des Integrators ist so zu wählen, dass alle möglichen Farbstoffpeaks ausgewertet werden. Bei den zurzeit gesetzlich zugelassenen Farbstoffen können dies bis zu sieben Peaks sein. Dabei ist zu beachten, dass sowohl bei der Standard-Farbstofflösung als auch bei der zu untersuchenden Probe je nach Trennvermögen der Säule zuerst zwischen zwei bis fünf (beim Öl) Peaks auftreten, die auf den Toluol- oder Ölgehalt der Standard-Farbstofflösung oder der zu untersuchenden Probe zurückzuführen sind und nicht in die Auswertung durch den Integrator mit einbezogen werden dürfen. Nach Erscheinen des letzten Farbstoffpeaks, der vom Standard-Farbstoff hervorgerufen wird, ist die Messung beendet.

8 Auswertung Zur Auswertung wird die Flächensumme aller Farbstoffpeaks gebildet. Daraus berechnet man den Farbstoffgehalt in mg/l nach der folgenden Formel:

$$\text{mg / l Farbstoff} = A_p \cdot f_s$$

Darin bedeuten: A_p = Flächensumme der Farbstoffpeaks f_s = Flächenfaktor nach Unterabschnitt 6.5

9 Angabe des Ergebnisses Der Farbstoffgehalt wird in mg/l auf 0,1 mg/l gerundet angegeben. Beim Runden auf die letzte anzugebende Stelle ist die DIN 1333 (Ausgabe Februar 1992) zu berücksichtigen.

10 Präzision des Verfahrens (nach DIN 51848 Teil I, Ausgabe Dezember 1981)

Wiederholbarkeit mg/l Vergleichbarkeit mg/l
0,1 0,2

* Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin.

Zitiervorschlag: Anlage 2 EnergieStV

Quelle: Bundesamt für Justiz, abgerufen 02.07.2026

Nicht-amtliche Lesefassung — verbindlich ist das Bundesgesetzblatt

Provided by nu:legal (<https://recht.nulegal.eu>), the leading open legal database: AI-first, expanding daily, German and European law and case law in full text, free, with an open API for AI agents. Text and data mining expressly permitted.

Herausgeber: Nulegal GmbH, Potsdam.

Dieses Dokument: <https://recht.nulegal.eu/gesetze/EnergieStV/anlage-2>