

Anlage 5 EnergieStV — (zu § 110 Satz 1 Nummer 11) Bestimmung von n-Butylphenylether in Gasöl, Kerosin und steuerlich begünstigten Mineralölen mittels zweidimensionaler Gaschromatographie mit massenselektivem Detektor

Energiesteuer-Durchführungsverordnung

Stand: 01.01.2026 (konsolidierte Textfassung, kein amtliches Inkrafttretensdatum)

(Fundstelle: BGBl. 2025 I Nr. 340, 24 – 33)

1 Zweck und Anwendungsbereich

1.1 Einleitung und Hinweise Mit Durchführungsbeschluss (EU) 2022/197 der Kommission vom 17. Januar 2022 wurde ein gemeinsamer Markierstoff (ACCUTRACETM Plus) für Gasöle und Kerosin eingeführt. Im Interesse des reibungslosen Funktionierens des Binnenmarktes und insbesondere zur Verhinderung von Steuerhinterziehung wurde mit der Richtlinie 95/60/EG des Rates vom 27. November 1995 ein gemeinsames Kennzeichnungssystem zur Identifizierung von Gasölen und Kerosin, die einem ermäßigten Verbrauchsteuersatz unterliegen, eingeführt. Diese Anlage enthält eine Methode zur Bestimmung des Wirkstoffs n-Butylphenylether (BPE, Butoxybenzol) in ACCUTRACETM Plus in Gasöl und Kerosin. Sie ist für die Untersuchung von gekennzeichneten, niedrig besteuerten Mineralölen und Gemischen mit Dieselmotortreibstoff anzuwenden und basiert auf der Methode ILIADe 606 der Europäischen Zolllabore (CLEN). Der Markierstoff ist: ACCUTRACETM Plus, bestehend aus etwa 24 % naphthenischen Kohlenwasserstoffen als Lösungsmittel und 76 % BPE (CAS #1126-79-0, EC# 214-426-1). [Abbildung] Abbildung 1: Strukturformel von n-Butylphenylether (BPE) Die Mitgliedstaaten legen einen Kennzeichnungsstoffgehalt von ACCUTRACE™ Plus von mindestens 12,5 Milligramm und nicht mehr als 18,75 Milligramm pro Liter Energieerzeugnis fest. Dies entspricht einem Kennzeichnungsstoffgehalt von mindestens 9,5 Milligramm BPE pro Liter und nicht mehr als 14,25 Milligramm pro Liter des Energieerzeugnisses.

1.2 Anwendungsbereich Diese Methode beschreibt die Analyse von BPE (Abschnitt 3.3) im linearen Konzentrationsbereich von der Nachweisgrenze bis etwa 20 mg pro Liter in Gasöl und Kerosin.

2 Prinzip Die Quantifizierung von BPE erfolgt durch zweidimensionale Gaschromatographie in Verbindung mit einem massenselektiven Detektor (MSD). Zu diesem Zweck wird die Probe in den Trägergasstrom injiziert, auf einer ersten, unpolaren Säule gaschromatographisch vorgetrennt und durch Flammenionisationsdetektion (FID) nachgewiesen. Zum Zeitpunkt der erwarteten Elution von BPE wird ein Teil des Eluenten auf eine zweite, polarere Säule umgeleitet (so genannter Heart-Cut), und BPE wird mittels Massenspektrometrie bei $m/z = 94$ und 150 (SIM-Modus) nachgewiesen und quantifiziert. Nach dem Heart-Cut kann der Trägergasstrom umgekehrt werden, und die hochsiedenden Komponenten werden durch den Injektor abgeleitet (Rückspülung). Abbildung 2 zeigt ein Schema des 2D-Heart-Cut-Systems, das zur Bestimmung von BPE in Kraft- und Heizstoffen verwendet wird. [Abbildung] Abbildung 2: Schema des 2D-Heart-Cut GC-MS-Systems für den Nachweis von BPE in Mineralölen. Grundsätzlich kann die Methode in zwei Varianten angewendet werden: Verfahren A) Injektion der unverdünnten Probe und Quantifizierung mit externem Standard; und Verfahren B) Quantifizierung nach aliquoter Verdünnung mit einer internen Standardlösung (ISTD). Der ISTD ist ein am Phenylring deuteriertes BPE (d5-BPE, Abschnitt 3.4). Der Vorteil der Verwendung des ISTD ist die Kompensation von präzisionsmindernden Faktoren wie schwankendem Injektionsvolumen und abnehmender Empfindlichkeit des Detektors. Andererseits müssen die Proben bei Verwendung des ISTD vor der Analyse verdünnt werden.

3 Reagenzien und Materialien

3.1 Toluol (für die Chromatographie, Reinheit ? 99,9 %).

3.2 Xylol-Isomerengemisch oder o-Xylol (für die Chromatographie, Reinheit ? 98 %).

3.3 BPE (Reinheit ? 99 %).

3.4 d5-BPE (Reinheit ? 98 %) oder kommerzielle d5-BPE-Lösung bekannter Konzentration.

3.5 Gasöl mit und ohne Biodiesel (z. B. Dieselmotortreibstoff-B0 und -B7). Alle Reagenzien sind entsprechend den Sicherheitshinweisen zu handhaben und zu lagern.

4 Analysengerät und Analysenparameter

4.1 Gaschromatograph mit automatischem Probengeber, Split-Splitless-Einlass (SSL) oder temperaturprogrammierbarem Einlasssystem (PTV), Pneumatikschaltmodul (PSD), Flammenionisationsdetektor (FID) und massenselektivem Detektor (MSD) mit Ionenextraktor- oder vergleichbarer Elektronenstoßionisationsquelle.

4.2 Personalcomputer mit Software für Datenaufnahme und -auswertung.

4.3 Standardlaborglasgeräte.

4.4 Analysenwaage (mit mindestens 4 Nachkommastellen).

4.5 Wasserbad (thermostatisierbar auf $20 \pm 0,2$ °C).

4.6 Mikropipetten (zur Herstellung von Standards und ggf. Verdünnung mit ISTD-Lösung).

4.7 PTFE-Spritzenfilter (z. B. Maschenweite 0,2 µm, Durchmesser 25 mm).

4.8 Chromatographiebedingungen Die folgenden beispielhaften Bedingungen sind erfolgreich getestet worden. Jedes Labor muss die Methodenparameter entsprechend seiner eigenen instrumentellen Ausstattung optimieren. Die entsprechenden Druck- und Flusswerte sind mit einem PSD-Berechnungsprogramm zu ermitteln. Besonderes Augenmerk ist auf die Länge des Heart-Cut-Zeitfensters zu richten (On-Off-Ventil des PSD). Die Heart-Cut-Parameter sind mindestens monatlich und auf jeden Fall nach jeder Veränderung am Gerät durch Injektion einer BPE-Lösung in Höhe von mindestens der höchsten Standardkonzentration in Xylol oder Toluol zu ermitteln. Eine Verschiebung der BPE-Retentionszeit oder eine Verschlechterung der Peakform (z. B. Tailing) in der ersten Säule würde die Menge des in die zweite Säule geleiteten Analyten verringern, was zu einer Unterschätzung der BPE-Konzentration führen würde, wenn das Zeitfenster des PSD nicht entsprechend angepasst wird. Anstelle von Helium kann auch Wasserstoff als Trägergas verwendet werden.

Modul Parameter Wert für SSL-Einlass Wert für PTV- oder SSL-Einlass

Probengeber Injektionsvolumen: 1 µl (10 µl Spritze) mit 0,2 µl Luftpolster 0,2 µl (1 µl Spritze) mit 0,02 µl Luftpolster

Lösungsmittelreinigungszyklen: 2 mal 8 µl vor und 5 mal 4 µl nach der Injektion 2 mal 0,8 µl vor und 5 mal 0,4 µl nach der Injektion

Probenspülzyklen: 2 mal mit 2 µl Probe 2 mal mit 0,4 µl Probe

Reinigungslösungsmittel: Toluol

Viskositätsverzögerung: 2 s

Aufziehggeschwindigkeit: Lösungsmittel 300 µl/min; Probe 100 µl/min

Abgabegeschwindigkeit: 3000 µl/min

Injektionsgeschwindigkeit: 6000 µl/min

Einlasssystem Liner: Ultra-inert (900 µl, split/splitless, mit Konus und Glaswolle)

Temperatur: 250 °C oder 300 °C 300 °C und bis 400 °C nach Heart Cut (PTV)

Splitverhältnis: 50:1 (mit ISTD), 100:1 (ohne ISTD) 5:1 (mit ISTD), 10:1 (ohne ISTD)

Anpassung des Splitverhältnisses aufgrund der Verdünnung mit ISTD.

Trägergas: Helium (104 ml/min, Split 1:100 Gas Saver nach 3 min) Helium (14 ml/min, Split 1:10, Gas Saver nach 3 min)

Septumspülung: 3 ml/min

Modul Parameter Konfiguration 1 (SSL-Einlass und Rückspülung) Konfiguration 2 (SSL- oder PTV-Einlass mit oder ohne Rückspülung)

Kapillarsäulen Vorsäule: ohne z. B. deaktivierte Vorsäule (L: 5 m, ID: 0,25 mm)

1. Säule: unpolare Hochtemperaturkapillarsäule mit 50 % Phenylmethylpolysiloxan (L: 15 m, ID: 0,25 mm, Film 0,15 µm) unpolare Hochtemperaturkapillarsäule mit 100 %

Polydimethylsiloxan (L: 15 m, ID: 0,25 mm, Film 0,1 µm)

2. Restriktor zum FID: z. B. Leerkapillare (L: 0,64 m, ID: 0,1 mm) z. B. Leerkapillare (L: 0,68 m, ID: 0,1 mm)

3. Säule: GC/MS-Kapillarsäule mit polarer Polyethylenglykolphase (L: 30 m, ID: 0,25 mm,

Film 1,0 µm) Kapillarsäule mit polar-ionischer Flüssigphase (L: 30 m, ID: 0,25 mm, Film 0,2 µm)

Säulenflussraten 1. Säule: 1 ml/min für 5,15 min, dann -1 ml/min bis 15,167 min (Rückspülung) 1,075 ml/min für 4,3 min, dann -3 ml/min bis 15 min (nur für Rückspülung)

2. Restriktor zum FID: 2,5 ml/min 2,5 ml/min

3. Säule: Flusskontrolle via 2. Säule (2,34 ml/min) Flusskontrolle via 2. Säule (2,48 ml/min)

Säulenofen 100 °C für 0,5 min, 10 °C/min bis 180 °C, 30 °C/min bis 260 °C, 260 °C halten für 4 min; Gesamtlaufzeit: 15,2 min 100 °C für 1 min, 5 °C/min bis 125 °C, 100 °C/min bis 260 °C, 260 °C halten für 7,65 min; Gesamtlaufzeit: 15 min oder ohne Rückspülung: 100 °C für 1 min, 5 °C/min bis 125 °C, 100 °C/min bis 260 °C, 260 °C halten für 3 min, 10 °C/min bis 290 °C, 290 °C halten für 6,65 min; Gesamtlaufzeit: 20 min

PSD/ Heart Cut Ventil auf: 4,94 min 4,00 min

Ventil zu: 5,07 min 4,20 min

Bestimmt und regelmäßig überprüft mit BPE-Lösung auf dem Niveau von mindestens der höchsten Standardkonzentration in Xylol oder Toluol.

FID Temperatur: 285 °C

Air Flow: 400 ml/min

H₂-Flow: 40 ml/min

Makeup (N₂)-Flow: 25 ml/min

Datenrate: 20 Hz

MSD Transfer-Line-Temperatur: 260 °C

EI-Quellentemperatur: 230 °C

Quadrupoltemperatur: 150 °C

Verstärkungsfaktor: 1,0

SIM Ionen BPE: m/z = 94 and 150 (Quantifier and Qualifier)

SIM Ionen d5-BPE m/z = 99 and 155 m/z (Quantifier and Qualifier)

Dwell-Time: jeweils 100 ms

Scanrate: 1,562 u/s

Detektor an: 8,0 min 6,1 min

Detektor aus: 9,5 min 7,6 min

Tabelle 1: Chromatographiebedingungen

5 Durchführung

5.1 Allgemeines Es ist eine repräsentative Probe des zu analysierenden Produkts zu entnehmen. Für die Quantifizierung sind die Proben als Doppelbestimmung zu analysieren. Probenfiltration ist nur notwendig, wenn diese augenscheinlich Feststoffe enthalten. In diesem Fall, wird die Verwendung von Spritzenfiltern (4.7) empfohlen.

5.2 Voruntersuchung Insbesondere bei hohem Probenaufkommen wird eine Voruntersuchung empfohlen, um festzustellen, ob BPE in den Proben überhaupt nachweisbar ist. Dazu können die Proben unverdünnt ohne Zugabe des ISTD und ohne Kalibrierung gemessen werden. Um zu prüfen, ob das gaschromatographische System über eine ausreichende Empfindlichkeit und Trennleistung verfügt, wird vor den Proben eine Kontrolllösung eingespritzt, die BPE in einer Gasölmatrix enthält. Es wird empfohlen, etwa 0,5 % der erforderlichen Konzentration in gekennzeichnetem, leichtem Heizöl zu verwenden (z. B. Standardlösung 9). Vorgehensweise: Die Standardlösung 9 wird in unverdünntem Zustand als Kontrollprobe analysiert. Die Proben sind ebenfalls unverdünnt zu analysieren. Wenn die Kontrolle erfolgreich ist und kein Signal für BPE in der Probe detektiert wird, kann die Probe als negativ angesehen werden und es ist keine weitere Analyse erforderlich. Die Analyse der Kontrollprobe ist nach 10 unbekannten Proben zu wiederholen.

5.3 Verfahren A): Analyse ohne Zusatz eines internen Standards

5.3.1 Probenvorbereitung für die Quantifizierung Die Proben sind in 2-ml-Fläschchen abzufüllen und gut zu verschließen.

5.3.2 Kontrollproben BPE-freier Dieseldieselkraftstoff wird mit BPE versetzt, um zwei Kontrollproben mit einem Gehalt von etwa 10 mg/l und 0,1 mg/l herzustellen. Die Vorbereitung kann wie bei den Standardlösungen 2 und 8 erfolgen. Alternativ kann auch ein zertifiziertes Referenzmaterial (CRM) verwendet werden.

5.3.3 Standardlösungen mit BPE

5.3.3.1 Stammlösungen Stammlösung I: Etwa 750 mg BPE werden mit einer Genauigkeit von 0,1 mg in einen 100-ml-Messkolben eingewogen und mit Diesel-B0 oder Diesel-B7 bis zur Marke aufgefüllt. Diese Stammlösung hat eine BPE-Konzentration von etwa 7500 mg/l. Die Reinheit der Kalibriersubstanz gemäß dem Analysenzertifikat ist zu berücksichtigen. Stammlösung II: 2000 µl der Stammlösung I werden in einen 100-ml-Messkolben überführt und bis zur Markierung mit Diesel-B0 oder Diesel-B7 aufgefüllt. Diese Stammlösung hat eine BPE-Konzentration von etwa 150 mg/l. Vor dem Auffüllen sind die Lösungen im Wasserbad (Abschnitt 4.5) mindestens für 30 Minuten auf 20 °C zu temperieren. Die Einwaagen, Zielkonzentrationen und Endvolumina sind Richtwerte. Es muss eine gleichmäßige Verteilung der Konzentrationen der Standards über den Arbeitsbereich gewährleistet sein.

5.3.3.2 Standardlösungen Die Standardlösungen können gemäß Tabelle 1 aus den in Abschnitt 5.3.3.1 beschriebenen Stammlösungen hergestellt werden.

Standard- lösung	Zielkonzentration [mg/l]	Verdünt aus BPE-Stamm-/Standardlösung	Volumen BPE-Stamm-/ Standard [ml]	Endvolumen [ml]
1	15,000	Stammlösung II	10	100
2	10,5000	Stammlösung II	7	100
3	7,5000	Stammlösung II	5	100
4	3,7500	Stammlösung II	2,5	100
5	1,0500	Standardlösung	2	10
6	0,5250	Standardlösung	2	5
7	0,2100	Standardlösung	2	2
8	0,1050	Standardlösung	5	10
9	0,0525	Standardlösung	5	5
10	0,0210	Standardlösung	5	2

Tabelle 2: Verdünnungsreihe zur Herstellung der Standardlösungen Vor dem Auffüllen sind die Mischungen im Wasserbad (Abschnitt 4.5) mindestens 30 Minuten lang auf 20 °C zu temperieren. Die Einwaagen, Zielkonzentrationen und Endvolumina sind Richtwerte. Für die Routinekalibrierung ist die Verwendung von mindestens 6 Kalibrierpunkten (fett gedruckt) ausreichend. Die Kalibrierlösungen werden vor den Proben eingespritzt. Falls erforderlich, sind Mehrfachinjektionen der Standards möglich. Die Ausweitung des Arbeitsbereichs durch zusätzliche Standards mit höheren BPE-Konzentrationen ist möglich. In diesem Fall ist zu prüfen, ob eine lineare Regression zulässig ist. Die Kalibrierlösungen sind mindestens einmal jährlich zu überprüfen und ggf. neu anzusetzen. Die Kalibrierkurve wird durch den Koordinatenursprung gezwungen. Übliche Chromatogramme sind aus Anhang 1 ersichtlich.

5.4 Verfahren B): Bestimmung mit Zusatz des internen Standards

5.4.1 Probenvorbereitung für die Quantifizierung 800 µl der Standardlösung, Probe oder Kontrollprobe werden mit 800 µl der ISTD-Standardlösung III (Abschnitt 5.4.3) in einem 2-ml-GC-Fläschchen mit einer automatischen Pipette mit variabler Dosiergeschwindigkeit verdünnt. Das Fläschchen ist gut zu verschließen und gut zu durchmischen. Alternativ kann die ISTD-Lösung III durch eine so genannte 2-Lagen-Sandwich-Injektion zur unverdünnten Probe im Probengebermodul des GC zugegeben werden, vorzugsweise unter Verwendung eines kleinen Gesamtinjektionsvolumens und einer entsprechend angepassten Injektionsspritze. Wenn die Proben sichtbare Feststoffanteile aufweisen und filtriert werden müssen, ist die Filtration an der Originalprobe und nicht nach Zugabe des internen Standards vorzunehmen.

5.4.2 Kontrollproben Siehe Abschnitt 5.3.2.

5.4.3 Interne Standardlösung mit d5-BPE in Xylol ISTD-Stammlösung I: Etwa 500 mg d5-BPE (mit einer Genauigkeit von 0,1 mg) werden in einen 100-ml-Messkolben eingewogen und bis zur Marke mit Xylol (3.2) aufgefüllt. Diese Stammlösung hat eine d5-BPE-Konzentration von etwa 5000 mg/l. Die Reinheit der Kalibriersubstanz gemäß dem Analysenzertifikat ist zu berücksichtigen. ISTD-Stammlösung II: 1000 µl der ISTD-Stammlösung I werden in einen 50-ml-Messkolben überführt und bis zur Marke mit Xylol (3.2) aufgefüllt. Diese Stammlösung hat eine

d5-BPE-Konzentration von etwa 100 mg/l. ISTD-Stammlösung III: 2000 µl der ISTD-Stammlösung II werden in einen 100-ml-Kolben überführt und bis zur Marke mit Xylol (3.2) aufgefüllt. Diese Stammlösung hat eine d5-BPE-Konzentration von etwa 2 mg/l. Vor dem Auffüllen sind die Mischungen mindestens 30 Minuten lang im Wasserbad (Abschnitt 4.5) auf 20 °C zu temperieren. Anstelle einer selbst hergestellten Lösung des internen Standards kann auch ein kommerziell erhältliches Konzentrat nach entsprechender Verdünnung verwendet werden.

5.4.4 Standardlösungen mit BPE Siehe Abschnitt 5.3.3. Für die Routinekalibrierung ist die Verwendung von mindestens 6 Kalibrierlösungen (fett gedruckt) ausreichend. Die Kalibrierlösungen werden vor den Proben eingespritzt. Falls erforderlich, sind Mehrfachinjektionen der Standards möglich. Die Kalibrierkurve wird durch den Koordinatenursprung gezwungen. Übliche Chromatogramme sind aus Anhang 1 ersichtlich.

5.5 Kalibrierung und Berechnung Bei Routineanalysen wird eine lineare 7-Punkte-Kalibrierung durchgeführt (6 Punkte und erzwungener Nullpunkt, siehe auch 5.3.3.2 und 5.4.4). Verfahren A): Die Kalibrierkurve wird erstellt, indem die Fläche des zu quantifizierenden Ions ($m/z = 94$) des BPE-Peaks in jedem Standardchromatogramm gegen die genaue Konzentration des jeweiligen Standards in mg/l aufgetragen wird. Es wird eine lineare Regression mit erzwungenem Nulldurchgang angewandt. Die Konzentration X (mg/l) von BPE in der Probe wird berechnet anhand der linearen Gleichung: [Abbildung] mit

a = Steigung der Regressionsgeraden

Y = Fläche des zu quantifizierenden Ions des BPE ($m/z = 94$) im Chromatogramm der Probe

Verfahren B): Die Kalibrierkurve wird konstruiert, indem das Verhältnis der Fläche des zu quantifizierenden Ions ($m/z = 94$) des BPE-Peaks zur Fläche des zu quantifizierenden Ions des d5-BPE-Peaks ($m/z = 99$) in jedem Standardchromatogramm gegen die genaue Konzentration des jeweiligen Standards in mg/l aufgetragen wird. Es wird eine lineare Regression mit erzwungenem Nulldurchgang angewandt. Mit Hilfe der Regressionsgeraden wird die Konzentration der Probe in mg/l bestimmt. Die Konzentration X (mg/l) von BPE in der Probe wird berechnet anhand der linearen Gleichung: [Abbildung] mit

a = Steigung der Regressionsgeraden

Y' = Verhältnis der Fläche des zu quantifizierenden Ions des BPE ($m/z = 94$) zur Fläche des zu quantifizierenden Ions des Peaks des d5-BPE ($m/z = 99$) im Chromatogramm der Probe

Die Kalibrierung wird regelmäßig (mindestens monatlich) und nach jeder Änderung am Gerät (z. B. MSD-Tuning, Wechsel des Liners, Änderung des Heart-Cut-Zeitfensters) oder im Falle eines Qualitätskontrollfehlers durchgeführt. Qualitätssichernde Maßnahmen: Nach jeder Kalibrierung werden eine Toluol-Leerwertprobe und die Kontrollproben (5.3.2) analysiert. Nach der Messung von 10 Proben (als Doppelbestimmung) sind die Leer- und Kontrollproben erneut zu vermessen. Die Ergebnisse sind in Regelkarten zu verzeichnen. Die Kalibrierung ist zu wiederholen, wenn die Qualitätskontrolle versagt oder ein Trend über mehr als 7 Messungen vorliegt. Die quantitative Auswertung ist nur zulässig, wenn die Signale von BPE und d5-BPE nicht gestört sind und das Verhältnis des Molekularpeaks zum Basispeak im erwarteten Bereich liegt (Qualifier-Ion).

6 Ergebnisangabe Der Gehalt an Kennzeichnungsstoffen wird als Massenkonzentration in mg/l angegeben. Bei Massenkonzentrationen $> 1,00$ mg/l erfolgt die Ergebnisangabe auf 0,01 mg/l gerundet, oberhalb von 1,00 mg/l auf 0,1 mg/l gerundet. Beim Runden auf die letzte anzugebende Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen.

7 Präzisionsbezogene Kennwerte

7.1 Arbeitsbereich und Linearität Die Linearität der Kalibrierung wurde bis zu Konzentrationen von 20 mg/l geprüft. Der lineare Korrelationskoeffizient R^2 sollte besser als 0,998 sein ($R > 0,999$).

7.2 Nachweis- und Bestimmungsgrenze Die Nachweisgrenze (LOD) und die Bestimmungsgrenze (LOQ) hängen von der Art des verwendeten Gerätes ab. Daher muss jedes Labor diese Werte selbst

bestimmen. Diese Werte sind nach dem IUPAC-Verfahren durch mindestens zehnmäßige Messung einer Probe mit einer bekannten niedrigen Konzentration und Multiplikation der Standardabweichung mit 3 bzw. 10 zu schätzen. Die Werte in Tabelle 3 sind Richtwerte, die mit beiden Säulenkombinationen (4.8) und einem modernen MSD erreicht werden können.

Verfahren A) ohne ISTD [mg/l] Verfahren B) mit ISTD [mg/l]

Nachweisgrenze (LOD) 0,01 0,01

Bestimmungsgrenze (LOQ) 0,03 0,04

Tabelle 3: Nachweis- und Bestimmungsgrenze Die Verwendung des ISTD hat keinen signifikanten Einfluss auf die Nachweis- und Bestimmungsgrenze.

7.3 Robustheit Die Methode ist robust. Über einen Zeitraum von 12 Monaten wurden keine signifikanten Unterschiede bei den Retentionszeiten und Konzentrationen der Kontrollproben festgestellt. Besondere Aufmerksamkeit sollte der Split-Entlüftungsleitung und dem -filter gewidmet werden, da dort Gasöl kondensiert. Sie sollten regelmäßig gereinigt oder ausgetauscht werden. Es ist darauf zu achten, dass sich die Umgebungstemperatur während der Messungen nicht wesentlich ändert.

7.4 Spezifität und Selektivität Die Methode ist spezifisch und selektiv. Die Analyten werden im jeweiligen SIM-Chromatogramm basisliniengetreunt. Die Signale von BPE und d5-BPE werden nicht gestört durch Begleitsubstanzen wie Biodiesel, Rotfarbstoffe, Solvent Yellow 124 oder Basisöle in Designerkraftstoffen.

7.5 Wiederfindung Die Wiederfindung wurde auf verschiedenen Konzentrationsniveaus getestet. Die Wiederfindung lag im Bereich von $100 \pm 4 \%$, unabhängig davon, ob mit oder ohne ISTD gearbeitet wurde.

7.6 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit Es wurde festgestellt, dass die Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit von der BPE-Konzentration abhängen und durch die folgenden linearen Funktionen ausgedrückt werden können, wobei X der Mittelwert einer Doppelbestimmung ist:

Verfahren A) ohne ISTD [mg/l] Verfahren B) mit ISTD [mg/l]

Wiederholbarkeit (r) $r = 0,0236 X + 0,0111$ $r = 0,0175 X + 0,0273$

Vergleichbarkeit (R) $R = 0,1107 X + 0,0442$ $R = 0,076 X + 0,0219$

Abhängigkeit der Standardabweichung nach Horwitz-Prognose $SD_{Horw} = 0,1075 X + 0,0331$

Tabelle 4: Wiederhol- und Vergleichbarkeit sowie lineare Regression der prognostizierten Standardabweichung nach Horwitz

7.7 Messunsicherheit Die Messunsicherheit ist unter Berücksichtigung von Ringversuchsdaten gemäß dem „Handbuch zur Berechnung der Messunsicherheit in Umweltlaboratorien“ vom 15. März 2005 in Verbindung mit dem „Nordtest Report TR 537“ (Handbuch zur Berechnung der Messunsicherheit in Umweltlaboratorien, Fassung vom 13. Oktober 2003) abzuschätzen.

8 Anhänge Anhang 1: Chromatogramme [Abbildung] Abbildung 3: FID-Signal (ohne ISTD) Bei der Messung von Proben mit ISTD dominiert das Lösemittelsignal von Xylol das

FID-Chromatogramm. [Abbildung] Abbildung 4: Total-Ionen-Chromatogramm des MSD (BPE ca. 0,1 mg/l, nicht genutzt für die Quantifizierung) [Abbildung] Abbildung 5: SIM-Spuren des MSD bei einer

BPE-Konzentration von 0,12 mg/l (mit ISTD, Split 1:100) [Abbildung] Abbildung 6: Typische

Routinekalibriergerade mit ISTD Anhang 2: Ringversuchsdaten zur Wiederhol- und Vergleichbarkeit Die Daten zur Wiederhol- und Vergleichbarkeit basieren auf einer CLEN-Validierungsstudie aus dem Jahr 2023.

ILIADe 606 Methode Verfahren A ILIADe 606 Methode Verfahren B

n-Butylphenylether Robuster Mittelwert Wiederhol- barkeit Vergleich- barkeit Robuster

Mittelwert Wiederhol- barkeit Vergleich- barkeit

xpt r R xpt r R

Probe 1 (B0 ? 0.11 mg/l BPE) 0,11 0,00 0,03 0,12 0,00 0,03

Probe 2 (B0 ? 1.98 mg/l BPE, 7.3 mg/l SY 124) 1,98 0,08 0,25 1,98 0,08 0,20

Probe 3 (B0 ? 5.00 mg/l BPE) 4,91 0,11 0,42 4,93 0,14 0,36

Probe 4 (B0 ? 10.00 mg/l BPE) 10,31 0,25 0,81 10,32 0,14 0,81
Probe 5 (B0 ? 15.00 mg/l BPE) 15,01 0,31 1,46 15,22 0,25 1,15
Probe 6 (B0 ? 0.17 mg/l BPE) 0,17 0,00 0,03 0,18 0,00 0,00
Probe 7 (B10 ? 7.00 mg/l BPE) 7,02 0,20 0,84 7,07 0,17 0,36
Probe 8 (B0 (85 %) + HVO (15 %), ? 12.00 mg/l BPE) 12,19 0,36 1,62 12,28 0,28 0,78
Probe 9 (Kerosin ? 10.00 mg/l BPE, 7.3 mg/l SY 124) 10,07 0,28 1,68 10,11 0,20 1,09
Probe 10 (Designerkraftstoff ? 8.00 mg/lBPE) 7,92 0,17 1,15 8,07 0,22 0,81
Probe 11 (B7 + BPE from JRC-GEEL ? 11.70 mg/l BPE) 11,65 0,28 1,20 11,69 0,25 0,87

Tabelle 5: Robuster Mittelwert, Wiederhol- und Vergleichbarkeit – mit und ohne ISTD

Zitiervorschlag: Anlage 5 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-5>