Vysvetlivky ku kombinovanej nomenklatúre Európskej únie

(2016/C 357/04)

Podľa článku 9 ods. 1 písm. a) nariadenia Rady (EHS) č. 2658/87 ([1]) sa vysvetlivky ku kombinovanej nomenklatúre Európskej únie ([2]) týmto menia takto:

Na strane 138 sa príloha A k vysvetlivkám k 27. kapitole nahrádza týmto znením:

„*PRÍLOHA A*

METÓDA STANOVENIA OBSAHU AROMATICKÝCH ZLOŽIEK V PRODUKTOCH S KONCOVÝM BODOM DESTILÁCIE VIAC AKO 315 °C

1. Rozsah pôsobnosti

Táto skúšobná metóda zahŕňa stanovenie obsahu aromatických a nearomatických zložiek v minerálnych olejoch.

2. Vymedzenie pojmov

2.1. Aromatické zložky: podiel vzorky rozpustený v rozpúšťadle a adsorbovaný silikagélom. Aromatické zložky môžu obsahovať: aromatické uhľovodíky, kondenzované nafténové aromatické uhľovodíky, aromatické olefíny, asfaltény, aromatické zlúčeniny obsahujúce síru, dusík, kyslík a polárne aromatické uhľovodíky.

2.2. Nearomatické zložky: podiel vzorky, ktorý nie je adsorbovaný silikagélom a ktorý je eluovaný rozpúšťadlom (ako sú nearomatické uhľovodíky).

3. Princíp metódy

Vzorka rozpustená v *n*-pentáne sa prefiltruje (perkoluje) cez špeciálnu chromatografickú kolónu naplnenú silikagélom. Nearomatické zložky eluované rozpúšťadlom sú následne zachytené a po odparení rozpúšťadla sa vážením zistí ich hmotnosť.

Vzorky, ktoré sa nerozpúšťajú v *n*-pentáne, by sa mali rozpustiť v cyklohexáne.

4. Prístroje a činidlá

Chromatografická kolóna: je sklenená trubica s rozmermi a tvarom znázornenými na nasledovnom obrázku. Otvor v hornej časti sa musí dať utesniť skleneným spojom, ktorý má priliehajúcu plochu rovnú a pripevnenú k hornej časti kolóny pomocou dvoch kovových svoriek. Spoj musí byť dokonale tesný voči použitému tlaku dusíka alebo vzduchu.

Silikagél: s jemnosťou 200 meš alebo viac. Pred použitím sa musí aktivovať v sušiarni pri teplote 170 °C počas siedmich hodín a potom sa vloží do exsikátora, aby sa ochladil. Po aktivácii sa silikagél musí použiť do niekoľkých dní.

Rozpúšťadlo *I n*-pentán: s minimálnou čistotou 95 %, bez prítomnosti aromatických zložiek.

Rozpúšťadlo II cyklohexán: s minimálnou čistotou 98 %, bez prítomnosti aromatických zložiek.

5. Postup 1 (chromatografická kolóna 1)

Príprava roztoku vzorky: asi 3,6 g vzorky (presne odváženej) sa rozpustí v 10 ml *n*-pentánu (I). Ak je vzorka v *n*-pentáne nerozpustná, rozpustí sa v cyklohexáne a stanovenie sa vykoná použitím cyklohexánu (II) namiesto *n*-pentánu (I).

Chromatografická kolóna (chromatografická kolóna 1) sa pomocou vibrátora dôkladne naplní aktivovaným silikagélom, tak aby nezostali žiadne kanáliky, až po úroveň asi 10 cm od hornej sklenej banky. Do hornej časti kolóny so silikagélom sa nakoniec vloží zátka zo sklenej vlny.

Silikagél sa zvlhčí 180 ml rozpúšťadla (I) alebo (II) a do hornej časti kolóny sa privádza tlak vzduchu alebo dusíka dovtedy, kým hladina kvapaliny nedosiahne vrchnú časť silikagélu.

Opatrne sa vypustí tlak vo vnútri kolóny a naleje sa do nej asi 3,6 g vzorky (presne odváženej s presnosťou na 2 desatinné miesta) rozpustenej v 10 ml rozpúšťadla (I) alebo (II), následne sa kadička opláchne ďalšími 10 ml rozpúšťadla (I) alebo (II) a jej obsah sa takisto naleje do kolóny.

([1]) Nariadenie Rady (EHS) č. 2658/87 z 23. júla 1987 o colnej a štatistickej nomenklatúre a o Spoločnom colnom sadzobníku (Ú. v. ES L 256, 7.9.1987, s. 1).

([2]) Ú. v. EÚ C 76, 4.3.2015, s. 1.

Postupne sa zvyšuje tlak dovtedy, pokiaľ kvapalina nevyteká po kvapkách zo spodnej časti kolóny rýchlosťou asi 1 ml/min a táto kvapalina – eluát sa zachytáva do 500 ml banky.

Keď hladina kvapaliny, ktorá obsahuje separovanú zložku, poklesne na úroveň povrchu silikagélu, znova sa opatrne odpojí prívod tlaku a pridá sa 230 ml rozpúšťadla (I) alebo (II), následne sa okamžite pripojí tlak a opäť sa stlačí hladina kvapaliny na úroveň povrchu silikagélu, pričom eluát sa zachytáva do tej istej banky ako predtým.

Pred tým, ako hladina kvapaliny, ktorá obsahuje separovanú zložku, poklesne na úroveň povrchu silikagélu, sa pomocou infračervenej spektroskopie FT-IR skontroluje, či sú v eluáte prítomné aromatické uhľovodíky. Ak eluát obsahuje len alifatické uhľovodíky, po odstránení tlaku sa opäť pridá 50 ml rozpúšťadla (I) alebo (II). V prípade potreby sa tento krok opakuje.

Objem zachytenej frakcie sa zredukuje odparením vo vákuovej sušiarni pri teplote 35 °C alebo vo vákuovom rotačnom odparovači alebo podobnom zariadení a potom sa použitím väčšieho objemu rozpúšťadla (I) alebo (II) prenesie do kadičky (bez strát).

Obsah kadičky sa vo vákuovej sušiarni pri teplote 35 °C odparí na konštantnú hmotnosť W. Rozdiel medzi dvoma poslednými hmotnosťami by nemal prekročiť 0,01 g. Časový rozdiel medzi dvomi váženiami by mal byť aspoň 30 minút.

Obsah nearomatických zložiek (A) v % hmotnostných sa vypočíta podľa nasledujúceho vzorca:

$A = W/W_1 * 100$,

kde W_1 je hmotnosť vzorky.

Rozdiel do 100 je percento aromatických zložiek absorbovaných silikagélom.

6. **Presnosť metódy**

Opakovateľnosť: 5 %.

Reprodukovateľnosť: 10 %.

7. **Postup 2 (chromatografická kolóna 2)**

Príprava roztoku vzorky: asi 0,9 g vzorky (presne odváženej) sa rozpustí v 2,5 ml *n*-pentánu (I). Ak je vzorka v *n*-pentáne nerozpustná, rozpustí sa v cyklohexáne a stanovenie sa vykoná použitím cyklohexánu (II) namiesto *n*-pentánu (I).

Chromatografická kolóna (chromatografická kolóna 2) sa pomocou vibrátora dôkladne naplní aktivovaným silikagélom, tak aby nezostali žiadne kanáliky, až po úroveň asi 2,5 cm od hornej sklenej banky. Do hornej časti kolóny so silikagélom sa nakoniec vloží zátka zo sklenej vlny.

Silikagél sa zvlhčí 45 ml rozpúšťadla (I) alebo (II) a do hornej časti kolóny sa privádza tlak vzduchu alebo dusíka dovtedy, kým hladina kvapaliny nedosiahne vrchnú časť silikagélu.

Opatrne sa vypustí tlak vo vnútri kolóny a naleje sa do nej asi 0,9 g vzorky (presne odváženej s presnosťou na 2 desatinné miesta) rozpustenej v 2,5 ml rozpúšťadla (I) alebo (II), následne sa kadička opláchne ďalšími 2,5 ml rozpúšťadla (I) alebo (II) a jej obsah sa takisto naleje do kolóny.

Postupne sa zvyšuje tlak dovtedy, pokiaľ kvapalina nevyteká po kvapkách zo spodnej časti kolóny rýchlosťou asi 1 ml/min a táto kvapalina – eluát sa zachytáva do 250 ml banky.

Keď hladina kvapaliny, ktorá obsahuje separovanú zložku, poklesne na úroveň povrchu silikagélu, znova sa opatrne odpojí prívod tlaku a pridá sa 57,5 ml rozpúšťadla (I) alebo (II), následne sa okamžite pripojí tlak a opäť sa stlačí hladina kvapaliny na úroveň povrchu silikagélu, pričom eluát sa zachytáva do tej istej banky ako predtým.

Pred tým, ako hladina kvapaliny, ktorá obsahuje separovanú zložku, poklesne na úroveň povrchu silikagélu, sa pomocou infračervenej spektroskopie FT-IR skontroluje, či sú v eluáte prítomné aromatické uhľovodíky. Ak eluát obsahuje len alifatické uhľovodíky, po odstránení tlaku sa opäť pridá 12,5 ml rozpúšťadla (I) alebo (II). V prípade potreby sa tento krok opakuje.

Objem zachytenej frakcie sa zredukuje odparením vo vákuovej sušiarni pri teplote 35 °C alebo vo vákuovom rotačnom odparovači alebo podobnom zariadení a potom sa obsah použitím väčšieho objemu rozpúšťadla (I) alebo (II) prenesie do kadičky (bez strát).

Obsah kadičky sa vo vákuovej sušiarni pri teplote 35 °C odparí na konštantnú hmotnosť W. Rozdiel medzi dvoma poslednými hmotnosťami by nemal prekročiť 0,01 g. Časový rozdiel medzi dvomi váženiami by mal byť aspoň 30 minút.

Obsah nearomatických zložiek (A) v % hmotnostných sa vypočíta podľa nasledujúceho vzorca:

$A = W/W_1 * 100$,

kde W_1 je hmotnosť vzorky.

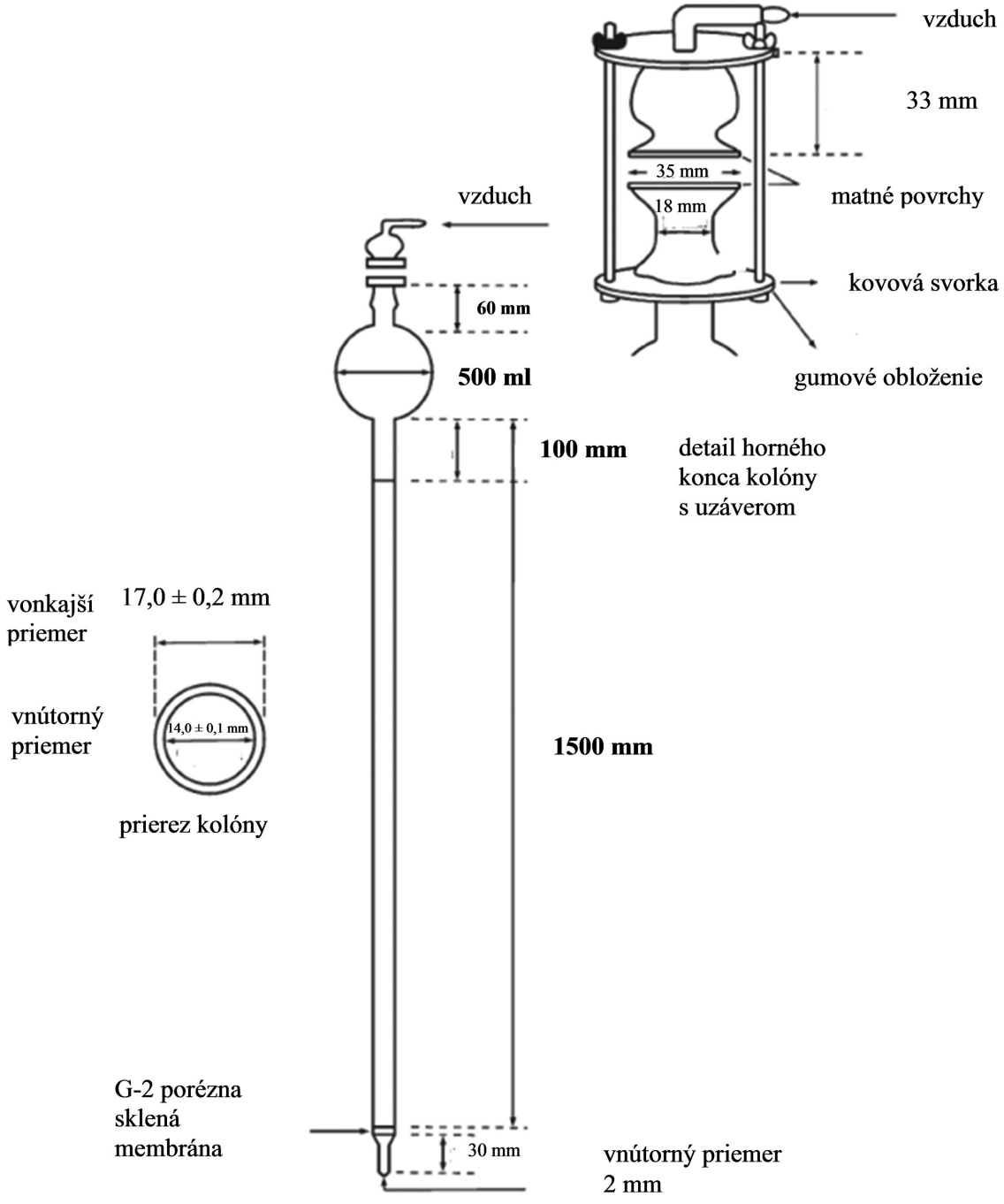
Rozdiel do 100 je percento aromatických zložiek absorbovaných silikagélom.

8. **Presnosť metódy**

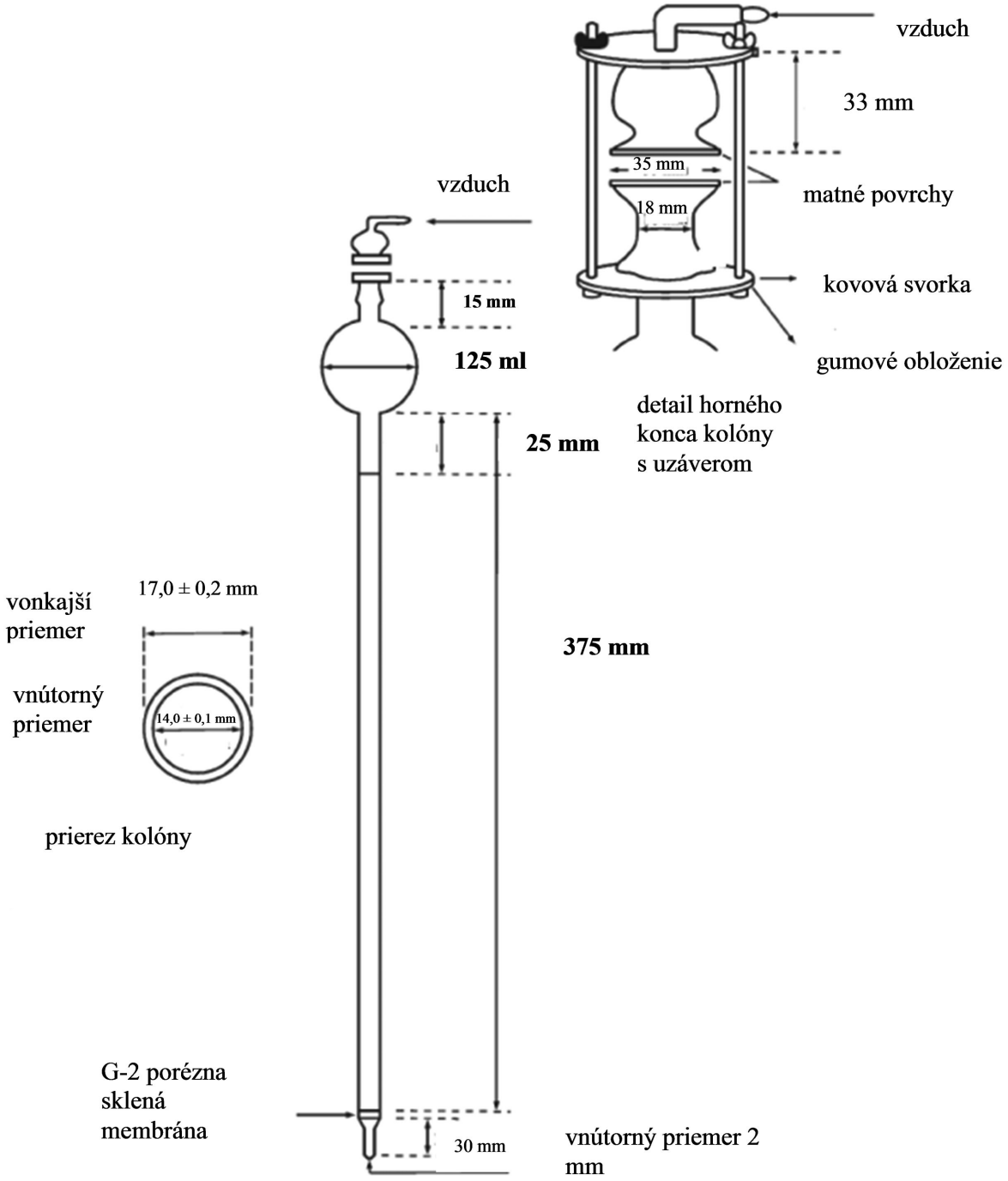
Opakovateľnosť: 5 %.

Reprodukovateľnosť: 10 %.

Chromatografická kolóna 1



Chromatografická kolóna 2



“