

Präzisionsbestimmung von Ethanol in Wasser

Schlagwörter

Präzisionsanalytik, Ethanol, Wasser, Atemalkohol, Kalibrierstandard, GC-FID

Prüfgrößen und -objekte

Massegehalt von Ethanol in wässrigen Lösungen

Prüfbereich

Ergebnisunsicherheit

Massenanteil Ethanol: 0,5 g/kg bis 10 g/kg

von 1 %

bis 0,5 %

Einsatzgebiete

Präzisionsbestimmung von Ethanol in wässrigen Lösungen; Qualitätssicherung für die Herstellung von zertifizierten Referenzmaterialien zur Kalibrierung von Atemalkoholmessgeräten nach DIN VDE 0405-4

Prüfmethodik und Gerätetechnik

- Messung: GC-FID mit on-column Injektion
- Kalibrierung: linear über mindestens fünf Kalibrierstandards im Konzentrationsbereich des Messwertes
gravimetrische Herstellung der Kalibrierstandards unmittelbar vor der Messung
Verwendung von Ethanol zertifizierter Reinheit
Verwendung von n-Propanol als internem Standard
Konzentration des internen Standards im Bereich des Messwertes

Qualifikation und Qualitätssicherung

Die besondere Präzision der Methode ergibt sich aus der definierten gravimetrischen Herstellung der Kalibrierstandards und der definierten gravimetrischen Zugabe des internen Standards zur Probe. Die Konzentration der Kalibrierstandards wird so gewählt, dass der Messwert möglichst eng „eingegabelt“ wird. Darüber hinaus wird durch die on-column Injektion sicher gestellt, dass Analyt und interner Standard ohne Verluste auf die GC-Säule überführt werden. Entscheidend ist die Wahl einer Säule, auf der eine basislinienmäßige Trennung von Ethanol und internem Standard erfolgt (z. B. HP-FFAP). Besondere Sorgfalt wird auf die korrekte Integration der chromatographischen Peaks gelegt.

Die vom Hersteller zertifizierte Reinheit von Ethanol wird durch eigene Reinheitsuntersuchungen (GC-FID, Karl-Fischer Titration) geprüft.

Detaillierte Unsicherheitsbudgets nach ISO-Guide wurden für die Herstellung der Kalibrierstandards und die Messung aufgestellt. Dabei wurden die Unsicherheiten aller Eingangsgrößen und Verfahrensschritte abgeschätzt und zur erweiterten Gesamtunsicherheit des Verfahrens kombiniert.

Zur Validierung des Verfahrens erfolgten Vergleichsmessungen an Proben, die in der PTB (Physikalisch-technische Bundesanstalt, Braunschweig) hergestellt wurden. Außerdem wurden Messungen an zertifizierten Referenzmaterialien BAM-K001 durchgeführt.

Ansprechpartner:	Dr. Rosemarie Philipp	Telefon:	+49 30 8104 5893
E-Mail:	rosemarie.philipp@bam.de	Fax:	+49 30 8104 5990
Fachgruppe 1.2: Organisch-chemische Analytik; Referenzmaterialien			zurück zur Startseite Katalog Referenzverfahren

Ergänzende Angaben

Parameter der GC-FID Messung

Gerät HP 6890
 Injektion 0,5 µl; Autosampler, on column
 Detektor FID 260 °C
 Flow 1,6 ml/min; H₂
 Säule HP-FFAP, 50 m; Innendurchmesser 0,32 mm; Filmdicke 0,53 µm
 Ofenprogramm 8,5 min 70 °C, 30 K/min auf 180 °C, 3 min 180 °C

Die Wiederholstandardabweichung von Einzelmessungen (vier Werte) beträgt 0,05 % bis 0,4 % des Mittelwertes.

Validierung des Verfahrens

Zur Validierung des Messverfahrens wurden in der BAM und in der PTB Braunschweig (Labor 3.22 „Chemisch-Analytische Dienste“) Ethanollösungen hergestellt und mit oben beschriebenem Verfahren gemessen. Tabelle 1 zeigt die Einwaagen der PTB und die Messwerte der BAM im Vergleich. Abbildung 1 zeigt eine Messserie an 9 in der BAM hergestellten Proben. Die eingezeichneten Balken repräsentieren die erweiterte Unsicherheit des Verfahrens. Sie betragen in dem betrachteten Konzentrationsbereich von etwa 1 g/kg ca. 0,5 %. Bei der Abschätzung wurden die maximal möglichen Unsicherheiten zugrunde gelegt (worst case Abschätzung).

Tabelle 1: Vergleichsmessungen mit der PTB. Die angegebenen Unsicherheiten sind erweiterte Unsicherheiten (95 % Intervall).

	Einwaage PTB [g/kg]	Messwert BAM [g/kg]	Abweichung [%]
Probe 1	1,0274 ± 0,0017	1,0279 ± 0,0051	0,04
Probe 2	1,0016 ± 0,0017	1,0026 ± 0,0050	0,10

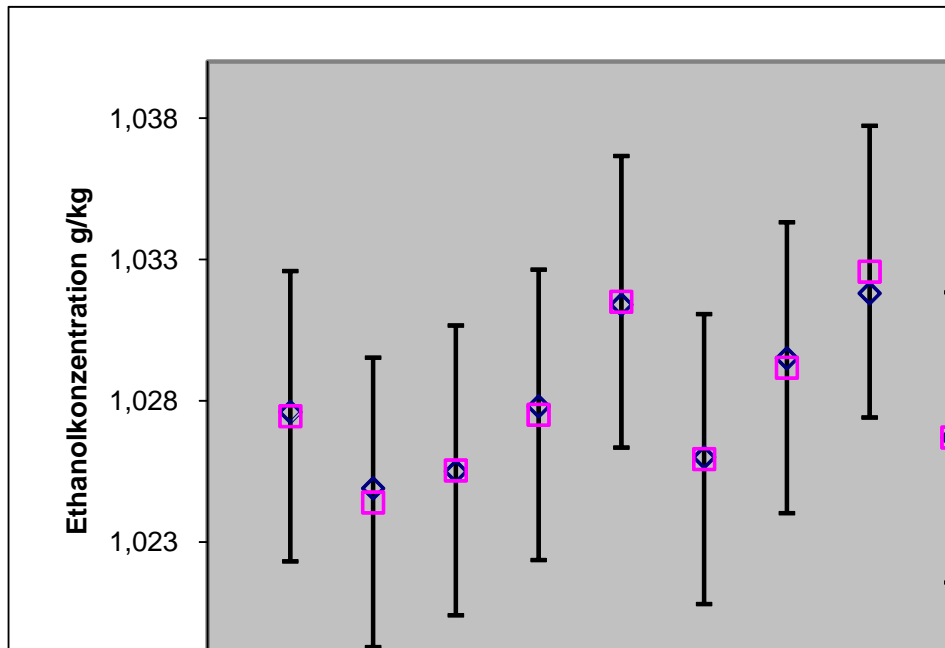


Abbildung 1: Vergleich zwischen Einwaagewert und Messwert an 9 synthetisch hergestellten wässrigen Ethanollösungen. Die eingezeichneten Balken repräsentieren die erweiterte Unsicherheit des Verfahrens.