

DIN 51471**DIN**

ICS 75.160.20

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Lagerstabilität von Heizöl EL**

Liquid petroleum products –
Determination of storage stability of fuel oil EL

Produits pétroliers liquides –
Détermination de la stabilité du stockage d'huile combustible EL

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	5
5 Geräte	5
5.1 Filtrationsgerät und Zubehör	5
5.2 Prüfgeräte und -zubehör	5
5.3 Lichtkasten	6
5.4 Weitere Hilfsmittel	6
6 Vorbereitung	6
6.1 Herstellung des Lösemittels	6
6.2 Vorbereiten der Prüfgefäße	6
6.3 Vorbereitung zur Vorfiltration bzw. zur Bestimmung des Massenanteils an filtrierbarem Alterungsrückstand	7
6.4 Vorfiltrieren der Probe	7
6.5 Vorbereiten des Kupferdrahtes	7
6.6 Vorbereitungen zur Bestimmung des Massenanteils an unfiltrierbarem Alterungsrückstand mittels Abdampfdruckstand nach dem Luftaufblaseverfahren	8
7 Durchführung	8
7.1 Durchführung der Alterung	8
7.2 Ermittlung des Gehaltes an filtrierbarem Alterungsrückstand	8
7.3 Ermittlung des Gehaltes an unfiltrierbarem Alterungsrückstand	9
8 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	9
8.1 Gehalt an filtrierbarem Alterungsrückstand, <i>A</i>	9
8.2 Gehalt an unfiltrierbarem Alterungsrückstand, <i>B</i>	9
8.3 Auswertung und Angabe des Gehaltes an Lagersediment, <i>LS</i>	10
9 Präzision	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Wiederholbarkeit, <i>r</i>	10
9.3 Vergleichbarkeit, <i>R</i>	10
10 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Gerät zur Bestimmung des Abdampfdruckstandes nach dem Aufblaseverfahren	12
Anhang B (normativ) Anforderungen an Thermometer	13
Anhang C (normativ) Handwinde zum Herstellen einer Drahtwendel	14
Anhang D (normativ) Beschreibung des Lichtkastens	16
D.1 Kurzbeschreibung	16
D.2 Beschreibung des Lichtkastens	16
D.2.1 Aufbau	16
D.2.2 Aufstellung	16
D.2.3 Benutzung	16
D.2.4 Wartung und Pflege	17
D.2.5 Technische Daten	17
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-34 AA „Anforderungen an Heizöle und Schiff-fahrtbrennstoffe“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Lagerstabilität von Mineralölerzeugnissen fest, insbesondere Mitteldestillat-(MD)-Komponenten und Heizöl EL nach DIN 51603-1, das für Feuerungszwecke durch den Betrieb von Verdampfungs- und Druckzerstäubungsbrennern in Ölfeuerungsanlagen und Heizölversorgungsanlagen geeignet ist. Die in mehreren Ringversuchen ermittelten Angaben zur Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit gelten für gemessene Werte für das Lagersediment, *LS*, im Bereich von etwa x mg/kg bis etwa y mg/kg. Für Ergebnisse außerhalb dieses Messbereiches liegen keine Präzisionsangaben vor.

ANMERKUNG Für den Zweck dieser Norm wird der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet, um Volumenanteile in % auszudrücken.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN VDE 0281-7 (VDE 0281-07), *Polyvinylchlorid-isolierte Leitungen mit Nennspannungen bis 450/750 V — Teil 7: Einadrige Leitungen ohne Mantel für die innere Verdrahtung mit einer höchstzulässigen Betriebstemperatur am Leiter von 90 °C*

DIN EN 12662, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Verschmutzung in Mitteldestillaten*

DIN EN 60751:2009-05, *Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren (IEC 60751:2008); Deutsche Fassung EN 60751:2008*

DIN EN ISO 4017, *Sechskantschrauben mit Gewinde bis Kopf — Produktklassen A und B*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

DIN EN ISO 6246, *Mineralölerzeugnisse — Abdampfrückstand von leichtflüchtigen und Mitteldestillat-Kraftstoffen — Aufblaseverfahren*

ISO 3819, *Laboratory glassware — Beakers*

3 Kurzbeschreibung

Ein Probeteil wird nach Filtration über einen Membranfilter 24 h in Gegenwart von Kupferdraht 5 künstlichen Lichtquellen (Lichtkasten) ausgesetzt und anschließend erneut über einen Membranfilter filtriert, gewaschen, getrocknet und als „**filtrierbarer Alterungsrückstand**“ in mg/kg ausgewogen und festgehalten.

Im Alterungsgefäß und am Kupferdraht verbliebener Rückstand wird mit Lösemittel (4.5) gelöst und in ein Abdampfglas überführt. Nach Abdampfen des Lösemittels und Trocknung wird dieser Rückstand ausgewogen und als „**unfiltrierbarer Alterungsrückstand**“ in mg/kg ausgewogen und angegeben.

Die Summe aus dem filtrierbaren und unfiltrierbaren Alterungsrückstand wird als „**Lagersediment**“, *LS*, in mg/kg angegeben.

4 Chemikalien

- 4.1 Aceton p. A.
- 4.2 Ethanol p. A.
- 4.3 n-Heptan, mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,0 % (*IV*).
- 4.4 Toluol p. A.
- 4.5 Lösemittel aus jeweils gleichen Volumenanteilen von Aceton, Ethanol und Toluol.

5 Geräte

5.1 Filtrationsgerät und Zubehör

Nach DIN EN 12662.

- 5.1.1 Membranfiltergerät, passend für einen Membranfilter.
- 5.1.2 Membranfilter Typ 1, Cellulosenitratfilter ohne Weichmacheranteile, Durchmesser 47 mm oder 50 mm, mittlere Porenweite 0,8 µm.
- 5.1.3 Becher, hohe Form, Fassungsvermögen z. B. 250 ml, 400 ml bzw. 600 ml, nach ISO 3819 oder einer entsprechenden nationalen Norm.
- 5.1.4 Wärmeschrank, explosionsgeschützt, für Temperaturen bis mindestens 120 °C.
- 5.1.5 Exsikkator, mit Trocknungsmittel.
- 5.1.6 Uhrglas, Durchmesser > 50 mm oder Petrischale.
- 5.1.7 Analysenwaage, auf 0,1 mg ablesbar.
- 5.1.8 Membranfilter Typ 2, Cellulosenitratfilter ohne Weichmacheranteile, Durchmesser 47 mm oder 50 mm, mittlere Porenweite 0,1 µm.

5.2 Prüfgeräte und -zubehör

Nach DIN EN ISO 6246.

- 5.2.1 Analysenwaage, auf 0,1 mg ablesbar.
- 5.2.2 Becher, mit einem Fassungsvermögen von 100 ml, große Form, wie in Bild A.1 dargestellt, jeder einzelne mit einer dauerhaften Markierung versehen.
- 5.2.3 Abkühlgefäß, mit dicht schließendem Decke, zum Abkühlen der Becher vor dem Wägen.
- 5.2.4 Abdampfbad, entweder ein solider Metallblock oder ein Flüssigkeitsbad, elektrisch beheizt, konstruiert in Übereinstimmung mit den in Bild A.1 enthaltenen Angaben. Das Bad muss Vertiefungen und Austrittsrohre für zwei oder mehr Becher haben. Die Durchflussrate von Luft jedes mit dem konischen Adapter versehenen Austrittsrohres muss bei der Prüftemperatur (1 000 ± 150) ml/s betragen. Falls ein Flüssigkeitsbad benutzt wird, muss dieses bis 25 mm unterhalb des oberen Randes mit einer geeigneten Flüssigkeit gefüllt sein. Die Badtemperatur wird mit Hilfe thermostatischer Regler oder durch zurückfließende Flüssigkeit von geeigneter Zusammensetzung eingehalten.

5.2.5 Durchflussmessgerät, geeignet, einen Gesamtfluss von Luft anzuzeigen, der für jedes Austrittsrohr 1 000 ml/s entspricht.

5.2.6 Filtertrichter, aus gesintertem Glas, 150 ml Fassungsvermögen mit einer maximalen Porenweite zwischen 150 µm und 250 µm.

5.2.7 Zwei Thermometer, in Übereinstimmung mit den Anforderungen nach Anhang B.

5.2.8 Graduierte Zylinder, Fassungsvermögen 25 ml oder 50 ml, in Übereinstimmung mit den Anforderungen nach DIN EN ISO 4788.

5.2.9 Pinzette, nichtrostender Stahl, mit flachen Enden.

5.2.10 Wärmeschrank, mit einer Temperaturregelung auf $(150 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

5.3 Lichtkasten

5.3.1 Der Lichtkasten ist ausgestattet mit 5 Tageslichtröhren, wie in Anhang D beschrieben und dargestellt.

5.3.2 Becher, normale/hohe Form, Fassungsvermögen 400 ml, nach ISO 3819 oder einer entsprechenden nationalen Norm.

5.4 Weitere Hilfsmittel

- Laborflasche aus Glas oder Polyethylen (PE);
- Wickelhilfe zum Herstellen einer Spirale, zylindrischer Gegenstand mit einem Durchmesser von etwa 10 mm bis 15 mm (z. B. ein Filzschreiber oder Handwinde nach Bild C.1);
- Kupferdraht 2,5 mm² nach DIN VDE 0281-7 (VDE 0281-7);
- kalibriertes Thermoelement (Pt 100) oder geeichtes Glasthermometer.

6 Vorbereitung

6.1 Herstellung des Lösemittels

Das Lösemittel (4.5) wird in einer gereinigten und trockenen Laborflasche aus Glas oder PE mit ausreichendem Fassungsvermögen angesetzt und durch Schütteln homogenisiert.

6.2 Vorbereiten der Prüfgefäße

Die in der Spülmaschine vorgereinigten Prüfgefäße werden mit destilliertem Wasser und anschließend mit Lösemittel (4.5) ausgespült und im Trockenschrank bei etwa 110 °C etwa 1 h getrocknet. Die Prüfgefäße müssen vor der Verwendung mindestens 0,5 h auf Raumtemperatur abkühlen.

Für das Trocknen darf keine Druckluft verwendet werden, es sei denn, dass unzweifelhaft sichergestellt ist, dass durch entsprechende Filtrierung keinerlei Ölsuren in das Prüfgefäß eingetragen werden können und dass durch entsprechend geeignete Trocknungsvorrichtungen eine zuverlässige Trocknung sichergestellt ist.