

DIN EN 17181

ICS 75.100

**Schmieröle –
Bestimmung des aeroben biologischen Abbaus von fertig formulierten
Schmierstoffen in wässriger Lösung –
Prüfverfahren mittels CO₂-Produktion;
Deutsche Fassung EN 17181:2019**

Lubricants –

Determination of aerobic biological degradation of fully formulated lubricants in an aqueous solution –

Test method based on CO₂-production;

German version EN 17181:2019

Bio-lubrifiants –

Détermination de la biodégradabilité aérobie, en solution aqueuse, de lubrifiants complètement formulés –

Méthode basée sur le dégagement de CO₂;

Version allemande EN 17181:2019

Gesamtumfang 31 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17181:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-51 AA „Anforderungen an Schmieröle und sonstige Öle“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3960	siehe	DIN EN ISO 3960
ISO 9408	siehe	DIN EN ISO 9408
ISO 9439	siehe	DIN EN ISO 9439
ISO 14593	siehe	DIN EN ISO 14593
ISO 14851	siehe	DIN EN ISO 14851
ISO 14852	siehe	DIN EN ISO 14852

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3960, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Peroxidzahl — Iodometrische (visuelle) Endpunktbestimmung*

DIN EN ISO 9408, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Stoffe im wässrigen Medium über die Bestimmung des Sauerstoffbedarfs in einem geschlossenen Respirometer*

DIN EN ISO 9439, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Stoffe im wässrigen Medium — Verfahren mit Kohlenstoffdioxid-Messung*

DIN EN ISO 14593, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der vollständigen biologischen Abbaubarkeit organischer Substanzen im wässrigen Medium — Verfahren mittels Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs in geschlossenen Flaschen (CO₂-Headspace-Test)*

DIN EN ISO 14851, *Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien in einem wässrigen Medium — Verfahren mittels Messung des Sauerstoffbedarfs in einem geschlossenen Respirometer*

DIN EN ISO 14852, *Bestimmung der vollständigen aeroben Bioabbaubarkeit von Kunststoff-Materialien in einem wässrigen Medium — Verfahren mittels Analyse des freigesetzten Kohlenstoffdioxides*

Deutsche Fassung

Schmieröle —
Bestimmung des aeroben biologischen Abbaus von fertig
formulierten Schmierstoffen in wässriger Lösung —
Prüfverfahren mittels CO₂-Produktion

Lubricants —
Determination of aerobic biological degradation of fully
formulated lubricants in an aqueous solution —
Test method based on CO₂-production

Bio-lubrifiants —
Détermination de la biodégradabilité aérobie, en solution
aqueuse, de lubrifiants complètement formulés —
Méthode basée sur le dégagement de CO₂

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Dezember 2018 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfumgebung	8
6 Chemikalien	9
7 Prüfgerät	9
8 Durchführung	10
8.1 Herstellung des mineralischen Mediums	10
8.2 Herstellung der Prüfvolumina	10
8.2.1 Prüfprobe	10
8.2.2 Referenzsubstanz	11
8.2.3 Hemmkontrolle	11
8.2.4 Eliminationskontrolle	11
8.3 Herstellung des Inokulums	11
8.3.1 Allgemeines	11
8.3.2 Inokulum aus einer Belebtschlammanlage	11
8.3.3 Vorkonditionierung	12
8.3.4 Voradaption	12
8.4 Prüfung	12
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	14
9.1 Theoretische Menge an CO ₂ , die von der Prüfprobe freigesetzt wird	14
9.2 Prozentualer biologischer Abbau	14
9.3 Angabe der Ergebnisse	14
10 Gültigkeit und Präzision	15
10.1 Gültigkeit	15
10.2 Präzision	15
10.2.1 Allgemeines	15
10.2.2 Wiederholbarkeit	16
10.2.3 Vergleichbarkeit	16
11 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Vergleichstabelle der gebräuchlichsten Mineralisierungsverfahren	17
Anhang B (informativ) Zugabe der Probe	23
Anhang C (informativ) Spezifikation der Referenzsubstanz „hoch ölsäurehaltiges Referenzöl (HORO)“	25
Anhang D (informativ) Abbaukurven-Beispiel	27
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17181:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2019 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandates erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Bestehende Prüfverfahren für die Bestimmung des aeroben Bioabbaus organischer Stoffe in wässrigem Medium (z. B. zahlreiche ISO- und OECD-Prüfverfahren) sind weit verbreitet. Außerdem arbeiten alle derzeit vorhanden Umweltzeichen, internationale und nationale Vorschriften und Empfehlungen mit ihnen.

Die Prüfung organischer Stoffe erfordert ein breites Spektrum an Aufbereitungstools, um vergleichbare Ergebnisse für alle unterschiedlichen Materialien bereitzustellen, die flüssig, fest, wasserlöslich, nicht wasserlöslich oder emulgierbar vorkommen.

Folglich können Ergebnisse je nach Wahl des Prüfverfahrens, Herstellungsverfahrens oder Inokulums variieren und somit zu geringer Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit führen.

Fertig formulierte Schmierstoffe (Öle, Fette oder Emulsionen) sind komplexe Gemische aus größtenteils organischen Verbindungen, die vorwiegend wasserunlöslich sind. Basierend auf ISO 9439 (bzw. OECD 301B) wurde dieses Prüfverfahren durch Modifizierung der Probenahme und der Durchführung an derartige komplexe Gemische angepasst, um eine verbesserte Signifikanz der Prüfergebnisse zu erzielen. Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren wurde jedoch nicht für Schmierfette bewertet. Die Präzisionsangabe gilt daher nur für Schmieröle.

Schließlich wird aus Sicht des Kunden ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Bioabbaus mit verbesserter Signifikanz für das Endprodukt bessere Markttransparenz, gesteigertes Ansehen von „Bio-Schmierstoffen“ und Vertrauen des Kunden in diese Produktgruppe zur Folge haben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren für die Bestimmung des Grades des aeroben Bioabbaus fertig formulierter Schmierstoffe fest. Das organische Material in einem fertig formulierten Schmierstoff wird in einem künstlichen wässrigen Medium einem Inokulum aus Belebtschlamm ausgesetzt.

Der Bioabbau, der zur Mineralisierung des organischen Materials führt, kann durch Messung des freigesetzten CO₂ in einem TOC-Analysator (en: total organic carbon) bestimmt werden. Im Gegensatz zu vorhandenen Prüfverfahren, die freigesetztes CO₂ messen, nutzt dieses Verfahren eine präzise Probenvorbereitung für nicht-wasserlösliches organisches Material.

Das zuvor genannte Verfahren gilt für fertig formulierte Schmierstoffe, die:

- a) wasserlöslich, nicht-wasserlöslich oder emulgierbar sind und
- b) nicht toxisch und nicht hemmend gegenüber den Prüfmikroorganismen bei der Prüfkonzentration sind.

Das Vorhandensein von hemmenden Wirkungen wird nach diesem Dokument bestimmt.

Dieses Prüfverfahren ist auf Frischwasser als Prüfmedium fokussiert. Prüfungen in Meerwasser sind derzeit in diesem Verfahren nicht erfasst, können jedoch zu einem späteren Zeitpunkt eingeführt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 9439, *Water quality — Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium — Carbon dioxide evolution test*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>.

3.1

organisches Material

Gesamtmenge aller organischen Verbindungen, aus denen ein fertig formulierter Schmierstoff besteht

3.2

aerober Bioabbau

Verbrauch organischen Materials durch Mikroorganismen in einem biochemischen Prozess unter Verwendung von Sauerstoff, der zur Spaltung chemischer Bindungen und zur Erzeugung von CO₂ führt, wobei Energie und/oder neue Biomasse entsteht

3.3

Primärabbau

erste strukturelle Veränderung (Transformation) einer chemischen Verbindung durch Mikroorganismen, die zu einer Änderung spezifischer Eigenschaften führt

3.4

Mineralisierung

aerober Bioabbau organischen Materials durch Mikroorganismen zu Kohlenstoffdioxid, Wasser und mineralischen Salzen jeglicher sonstiger vorliegender Elemente sowie neuer Biomasse

3.5

Belebtschlamm

Biomasse, die bei der aeroben Behandlung von Abwasser durch das Wachstum von Bakterien und anderen Mikroorganismen in Gegenwart von gelöstem Sauerstoff entsteht

3.6

Konzentration der suspendierten Stoffe eines Belebtschlammes

Menge an Feststoffen, die durch Filtration oder Zentrifugation eines bekannten Belebtschlammvolumens und Trocknung bei etwa 105 °C bis zur Massenkonzanz erhalten wird

3.7

Inokulum

Belebtschlammprobe, die für die Zwecke dieses Prüfverfahrens in Abbauprozessen verwendet wird, die in diesem Verfahren beschrieben sind

3.8

Referenzsubstanz

organische Verbindung bekannter biologischer Abbaubarkeit mit einem Abbaugrad über 60 %

3.9

gelöster organischer Kohlenstoff

DOC

(en: dissolved organic carbon)

Teil des organischen Kohlenstoffs in Wasser, der durch ein festgelegtes Phasentrennverfahren nicht abgetrennt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Beispielsweise durch Zentrifugation bei 4 000 min⁻¹ für 15 min oder durch Membranfiltration mit Membranen, deren Porendurchmesser 0,2 µm bis 0,45 µm beträgt.

3.10

gesamter anorganischer Kohlenstoff

TIC

(en: total inorganic carbon)

Gesamtmenge anorganischen Kohlenstoffs in einer Wasserprobe, der aus Kohlenstoffdioxid und Carbonaten stammt

3.11

gelöster anorganischer Kohlenstoff

DIC

(en: dissolved inorganic carbon)

Teil des anorganischen Kohlenstoffs in Wasser, der durch ein festgelegtes Phasentrennverfahren nicht abgetrennt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Beispielsweise durch Zentrifugation bei 4 000 min⁻¹ für 15 min oder durch Membranfiltration mit Membranen, deren Porendurchmesser 0,2 µm bis 0,45 µm beträgt.

3.12

theoretische Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid

ThCO₂

maximale theoretische Menge an Kohlenstoffdioxid, das aus einer chemischen Verbindung freigesetzt wird, berechnet aus dem TOC-Gehalt

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird in diesem Fall angegeben in Milligramm freigesetztes Kohlenstoffdioxid je Milligramm oder Gramm Prüfsubstanz.

3.13

gesamter organischer Kohlenstoff

TOC

(en: total organic carbon)

Menge Kohlenstoff, gebunden in einer organischen Substanz

Anmerkung 1 zum Begriff: Weitere Einzelheiten siehe ISO 8245 [17].

3.14

biochemischer Sauerstoffbedarf

BSB

Massenkonzentration an gelöstem Sauerstoff, die unter festgelegten Bedingungen durch die aerobe biologische Oxidation einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz in Wasser verbraucht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in diesem Fall angegeben in Milligramm Sauerstoffaufnahme je Milligramm oder Gramm der Prüfsubstanz.

3.15

chemischer Sauerstoffbedarf

CSB

Massenkonzentration an Sauerstoff, die der Menge eines festgelegten Oxidationsmittels entspricht, das von einer chemischen Verbindung oder organischen Substanz bei der Behandlung einer Wasserprobe mit diesem Oxidationsmittel unter definierten Bedingungen verbraucht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in diesem Fall angegeben in Milligramm Sauerstoffverbrauch je Milligramm oder Gramm der Prüfsubstanz.

3.16

theoretischer Sauerstoffbedarf

ThOD

(en: theoretical oxygen demand)

theoretische maximale Menge an Sauerstoff, die benötigt wird, um eine chemische Verbindung vollständig zu oxidieren, berechnet aus der Elementanalyse

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in diesem Fall angegeben in Milligramm Sauerstoffaufnahme je Milligramm oder Gramm der Prüfsubstanz

3.17

Lag-Phase

Verzögerungsphase

Zeit zwischen dem Beginn einer Prüfung und dem Erreichen einer ausreichenden Adaption und Selektion der abbauenden Mikroorganismen sowie einem Anstieg des Grades des Bioabbaus einer chemischen Verbindung oder einer organischen Substanz bis auf etwa 10 % des theoretisch maximalen Grades des Bioabbaus

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird angegeben in Tagen.

3.18

maximaler Grad des Bioabbaus

maximaler Grad des Bioabbaus einer chemischen Verbindung in einer Prüfung, oberhalb dessen während dieser Prüfung kein weiterer Bioabbau stattfindet

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird angegeben in Prozent.

3.19

Bioabbauphase

Zeit vom Ende der Lag-Phase einer Prüfung bis zu dem Zeitpunkt, an dem etwa 90 % des maximalen Bioabbaugrades erreicht sind

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird angegeben in Tagen.

3.20

Plateauphase

Zeit vom Ende der Bioabbauphase, wenn der maximale Bioabbaugrad erreicht ist, bis zum Ende einer Prüfung

3.21

Vorkonditionierung

vorgeschaltete Inkubation eines Inokulums unter den Bedingungen der nachfolgenden Prüfung, jedoch ohne das Vorliegen der zu prüfenden chemischen Verbindung oder organischen Substanz, wobei das Ziel darin besteht, die Prüfung durch Akklimatisierung der Mikroorganismen an die Prüfbedingungen zu verbessern

3.22

Voradaption

vorgeschaltete Inkubation eines Inokulums in Gegenwart der zu prüfenden chemischen Verbindung oder organischen Substanz, deren Ziel darin besteht, durch Adaption und/oder Selektion der Mikroorganismen die Fähigkeit des Inokulums zum Bioabbau der Prüfsubstanz zu erhöhen

4 Kurzbeschreibung

Der Bioabbau wird über eine festgelegte Zeitspanne durch Messung der Kohlenstoffdioxid(CO₂)-Produktion verfolgt. Die Entwicklung von Kohlenstoffdioxid (CO₂) wird mittels Verfahren mit Kohlenstoffdioxid-Messung nach ISO 9439 bestimmt und mit der theoretischen Menge an freigesetztem Kohlenstoffdioxid (ThCO₂) verglichen.

Der Mineralisierungsprozess eines fertig formulierten Schmierstoffs (siehe auch Anhang A) wird mit Hilfe von aeroben Mikroorganismen in einem statischen wässrigen Prüfsystem bestimmt. Das Prüfsystem besteht aus einem mineralischen Medium, Belebtschlamm, der aus einer Kläranlage mit überwiegend häuslichem Abwasser als Inokulum stammt, und dem organischen Material (die einzige Kohlenstoff- und Energiequelle).

Dieses Gemisch wird in Prüfgefäßen gerührt und mit CO₂-freier Luft bis zu 28 Tage belüftet. Das CO₂, das durch den mikrobiologischen Abbau freigesetzt wird, wird in externen Gefäßen aufgefangen, mit Hilfe eines geeigneten Analysenverfahrens bestimmt und als Prozentwert von ThCO₂ angegeben.

Wenn ein stoffspezifisches Analysenverfahren zur Verfügung steht, können lediglich zusätzliche Informationen zum Primärabbau für wasserlösliche, nichtflüchtige Schmierstoffe erhalten werden.

5 Prüfumgebung

Die Inkubation muss im Dunkeln oder bei diffuser Beleuchtung erfolgen, bei einer Temperatur, die in einem Bereich von 20 °C bis 25 °C liegt und während der Prüfung nicht mehr als ±1 °C schwanken darf.