

DIN EN ISO 18125



ICS 75.160.40

Ersatz für
DIN EN 14918:2014-08**Biogene Festbrennstoffe –
Bestimmung des Heizwertes (ISO 18125:2017);
Deutsche Fassung EN ISO 18125:2017**

Solid biofuels –
Determination of calorific value (ISO 18125:2017);
German version EN ISO 18125:2017

Biocombustibles solides –
Détermination du pouvoir calorifique (ISO 18125:2017);
Version allemande EN ISO 18125:2017

Gesamtumfang 67 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18125:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238 „Solid biofuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 335 „Biogene Festbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-82 AA „Biogene Festbrennstoffe“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

ISO 10304-1	siehe DIN EN ISO 10304-1
ISO 14780	siehe DIN EN ISO 14780
ISO 16559	siehe DIN EN ISO 16559
ISO 16948	siehe DIN EN ISO 16948
ISO 16993	siehe DIN EN ISO 16993
ISO 16994	siehe DIN EN ISO 16994
ISO 17225-1:2014	siehe DIN EN ISO 17225-1:2014-09
ISO 18122	siehe DIN EN ISO 18122
ISO 18134-1	siehe DIN EN ISO 18134-1
ISO 18134-2	siehe DIN EN ISO 18134-2
ISO 18134-3	siehe DIN EN ISO 18134-3
ISO 18135	siehe DIN EN ISO 18135

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14918:2014-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Übersetzung von „solid biofuels“ von „Feste Biobrennstoffe“ in „Biogene Festbrennstoffe“ sowohl im Titel als auch im Text geändert;
- b) Inhalt von ISO 18125 (die auf EN 14918 basiert) komplett übernommen;
- c) Verweisungen auf EN-Normen durch Verweisungen auf die entsprechenden ISO-Normen ersetzt und aktualisiert;
- d) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 14918: 2005-08
DIN CEN/TS 14918 Berichtigung 1: 2006-09
DIN EN 14918: 2010-04, 2014-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 10304-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie — Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat*

DIN EN ISO 14780, *Biogene Festbrennstoffe — Probenherstellung*

DIN EN ISO 16559, *Biogene Festbrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

DIN EN ISO 16948, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Gesamtgehaltes an Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff*

DIN EN ISO 16993, *Biogene Festbrennstoffe — Umwandlung von Analysenergebnissen einer Bezugsbasis in Ergebnisse mit anderer Bezugsbasis*

DIN EN ISO 16994, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Gesamtgehaltes an Schwefel und Chlor*

DIN EN ISO 17225-1:2014-09, *Biogene Festbrennstoffe — Brennstoffspezifikationen und -klassen — Teil 1: Allgemeine Anforderungen (ISO 17225-1:2014); Deutsche Fassung EN ISO 17225-1:2014*

DIN EN ISO 18122, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Aschegehaltes*

DIN EN ISO 18134-1, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes — Ofentrocknung — Teil 1: Gesamtgehalt an Wasser — Referenzverfahren*

DIN EN ISO 18134-2, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes — Ofentrocknung — Teil 2: Gesamtgehalt an Wasser — Vereinfachtes Verfahren*

DIN EN ISO 18134-3, *Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes — Ofentrocknung — Teil 3: Wassergehalt in allgemeinen Analysenproben*

DIN EN ISO 18135, *Biogene Festbrennstoffe — Probenahme*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Biogene Festbrennstoffe —
Bestimmung des Heizwertes
(ISO 18125:2017)

Solid biofuels —
Determination of calorific value
(ISO 18125:2017)

Biocombustibles solides —
Détermination du pouvoir calorifique
(ISO 18125:2017)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 6. April 2017 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
4.1 Brennwert	8
4.2 Heizwert	8
5 Reagenzien	8
6 Geräte	9
7 Vorbereitung der Versuchssprobe	13
8 Kalorimetrisches Verfahren	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Vorbereitung der Bombe zur Messung	16
8.2.1 Allgemeines Verfahren	16
8.2.2 Verwendung von Verbrennungshilfen	17
8.3 Zusammenbau des Kalorimeters	17
8.4 Verbrennungsreaktion und Temperaturmessungen	18
8.5 Analyse der Verbrennungsprodukte	18
8.6 Berichtigter Temperaturanstieg θ	19
8.6.1 Beobachteter Temperaturanstieg	19
8.6.2 Isoperibol arbeitende Kalorimeter und Kalorimeter mit „statischem“ Mantel	19
8.6.3 Adiabatische Kalorimeter	20
8.6.4 Thermometerkorrekturen	20
8.7 Referenztemperatur	21
9 Kalibrierung	21
9.1 Kurzbeschreibung	21
9.2 Kalibriersubstanz	21
9.2.1 Zertifizierungsbedingungen	21
9.2.2 Kalibrierbedingungen	21
9.3 Gültiger Arbeitsbereich für die effektive Wärmekapazität ε	22
9.4 Zusätzliche Beiträge	23
9.5 Kalibrierverfahren	23
9.6 Berechnung der effektiven Wärmekapazität für eine einzelne Prüfung	23
9.6.1 Berechnung auf Basis einer konstanten Masse des Kalorimeterwassers	23
9.6.2 Berechnung auf der Basis einer konstanten Gesamtmasse des Kalorimeters	24
9.7 Präzision des Mittelwertes für die effektive Wärmekapazität ε	25
9.7.1 Konstanter Wert für ε	25
9.7.2 ε als Funktion des beobachteten Temperaturanstiegs	25
9.8 Neubestimmung der effektiven Wärmekapazität	26
10 Brennwert	26
10.1 Allgemeines	26
10.2 Verbrennung	27

10.3	Berechnung des Brennwertes.....	27
10.3.1	Allgemeines	27
10.3.2	Berechnung auf der Basis einer konstanten Masse des Kalorimeterwassers	27
10.3.3	Berechnung auf der Basis einer konstanten Gesamtmasse des Kalorimeters	29
10.3.4	ε als Funktion des beobachteten Temperaturanstiegs.....	29
10.4	Angabe der Ergebnisse.....	30
10.5	Berechnungen auf anderen Bezugsbasen	30
11	Leistungskenngrößen.....	30
11.1	Wiederholgrenze	30
11.2	Vergleichgrenze	30
12	Berechnung des Heizwertes bei konstantem Druck	31
12.1	Allgemeines	31
12.2	Berechnungen.....	31
13	Prüfbericht.....	32
Anhang A (normativ)	Adiabatische Bombenkalorimeter.....	33
Anhang B (normativ)	Isoperibol arbeitende Bombenkalorimeter und Bombenkalorimeter mit „statischem“ Mantel.....	37
Anhang C (normativ)	Automatische Bombenkalorimeter	43
Anhang D (informativ)	Checklisten für die Vorbereitung und Durchführung von Verbrennungsprüfungen.....	46
Anhang E (informativ)	Beispiele zur Veranschaulichung der in diesem Dokument verwendeten wichtigsten Berechnungen bei Anwendung eines automatischen Bombenkalorimeters für die Bestimmungen	51
Anhang F (informativ)	Liste der in diesem Dokument verwendeten Symbole	55
Anhang G (informativ)	Zur Berechnung von Energiegehalten für die am häufigsten verwendeten biogenen Festbrennstoffe vorgegebene Werte.....	58
Anhang H (informativ)	Ablaufschema für eine Routinebestimmung des Energiegehaltes	59
Literaturhinweise.....		60
Stichwortverzeichnis		61

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18125:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238 „Solid biofuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 335 „Biogene Festbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14918:2009.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18125:2017 wurde von CEN als EN ISO 18125:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der freiwilligen Natur von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze (WTO, en: World Trade Organisation) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238, *Solid biofuels*, erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Brennwertes eines biogenen Festbrennstoffes bei konstantem Volumen und bei einer Referenztemperatur von 25 °C in einem Bombenkalorimeter fest, das durch die Verbrennung zertifizierter Benzoesäure kalibriert wurde.

Das erhaltene Ergebnis ist der Brennwert einer Analysenprobe bei konstantem Volumen, wobei das gesamte Wasser in den Verbrennungsprodukten in flüssigem Zustand vorliegt. In der Praxis werden biogene Brennstoffe bei konstantem (atmosphärischem) Druck verbrannt, wobei eine Kondensation des Wassers entweder nicht stattfindet (d. h. Wasser wird als Wasserdampf zusammen mit den Abgasen abgeführt) oder stattfindet. In beiden Fällen ist die anzuwendende wirksame Verbrennungswärme der Heizwert des Brennstoffes bei konstantem Druck. Der Heizwert bei konstantem Volumen darf ebenfalls angewendet werden; im vorliegenden Dokument sind Gleichungen zur Berechnung beider Werte angegeben.

Die bei den Kalibrierungen und Prüfungen von biogenen Brennstoffen allgemein angewendeten Prinzipien und Verfahren sind im Hauptteil dieses Dokuments dargelegt, während Prinzipien und Verfahren im Zusammenhang mit der Anwendung spezieller Kalorimeter-Typen in den Anhängen A bis C beschrieben sind. Anhang D enthält eine Checkliste zur Durchführung der Kalibrierungen und Brennstoffprüfungen unter Anwendung bestimmter Kalorimeter-Typen. Im Anhang E sind Berechnungsbeispiele angegeben.

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 651, *Solid-stem calorimeter thermometers*

ISO 652, *Enclosed-scale calorimeter thermometers*

ISO 1770, *Solid-stem general purpose thermometers*

ISO 1771, *Enclosed-scale general purpose thermometers*

ISO 14780, *Solid biofuels — Sample preparation*

ISO 16559, *Solid biofuels — Terminology, definitions and descriptions*

ISO 18134-3, *Solid biofuels — Determination of moisture content — Oven dry method — Part 3: Moisture in general analysis sample*

ISO 18135, *Solid biofuels — Sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 16559 und die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Brennwert bei konstantem Volumen

absoluter Wert der spezifischen Verbrennungsenergie, in Joule, einer Masseneinheit eines biogenen Festbrennstoffes, das in einem Bombenkalorimeter unter den festgelegten Bedingungen in Sauerstoff verbrannt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird davon ausgegangen, dass die unter den Reaktionsbedingungen im Bombenkalorimeter gebildeten Verbrennungsprodukte aus Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenstoffdioxid und Schwefeldioxid in gasförmigem Zustand, aus Wasser in flüssigem Zustand (im Gleichgewicht mit Wasserdampf) und mit Kohlenstoffdioxid gesättigt sowie aus fester Asche bestehen und dass alle Verbrennungsprodukte bei *Referenztemperatur* (3.4) vorliegen.

3.2

Heizwert bei konstantem Volumen

absoluter Wert für die in Joule angegebene spezifische Verbrennungsenergie, die freigesetzt wird, wenn eine Masseneinheit des biogenen Brennstoffes in Sauerstoff bei konstantem Volumen unter Bedingungen verbrannt wird, unter denen das gesamte Wasser in den Reaktionsprodukten in dampfförmigem Zustand vorliegt (hypothetisch unter einem Druck von 0,1 MPa) und weitere Verbrennungsprodukte analog zur Brennwertbestimmung gebildet werden, die alle bei *Referenztemperatur* (3.4) vorliegen

3.3

Heizwert bei konstantem Druck

absoluter Wert für die in Joule angegebene spezifische Verbrennungswärme (Enthalpie), die freigesetzt wird, wenn eine Masseneinheit des biogenen Brennstoffes in Sauerstoff unter konstantem Druck unter Bedingungen verbrannt wird, unter denen das gesamte Wasser in den Reaktionsprodukten in dampfförmigem Zustand vorliegt (unter einem Druck von 0,1 MPa) und weitere Verbrennungsprodukte analog zur Brennwertbestimmung gebildet werden, die alle bei *Referenztemperatur* (3.4) vorliegen

3.4

Referenztemperatur

die in der Thermochemie international festgelegte Referenztemperatur von 25 °C wird als Referenztemperatur für die Bestimmung der Energiegehalte übernommen

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe 8.7.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Energiegehalt von biogenen Brennstoffen zeigt eine nur geringe Temperaturabhängigkeit (kleiner 1 J/(g · K)).

3.5

effektive Wärmekapazität des Kalorimeters

Energiemenge, die zu einer Erwärmung des Kalorimeters um eine Maßeinheit der Temperatur notwendig ist

3.6

berichtigter Temperaturanstieg

Änderung der Kalorimetertemperatur, die lediglich durch die in der Verbrennungsbombe stattfindenden Prozesse hervorgerufen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der berichtigte Temperaturanstieg ist der insgesamt beobachtete Temperaturanstieg, der um den Wärmeaustausch, die Rührleistung usw. berichtigt wurde (8.6).

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Änderung der Temperatur darf in verschiedenen Einheiten angegeben werden: z. B. als Widerstand eines Platin- oder Thermistorthermometers, Frequenz eines Quarzresonators (Schwingquarzes) usw., sofern ein funktioneller Zusammenhang zwischen der jeweils erhaltenen Größe und der Änderung der Temperatur besteht. Die *effektive Wärmekapazität des Kalorimeters* (3.5) darf in einer frei wählbaren Einheit für die Energie angegeben werden. Kriterien für die geforderte Linearität und Übereinstimmung der Bedingungen bei Kalibrierungen und Brennstoffprüfungen sind in 9.3 angegeben.

Anmerkung 3 zum Begriff: Eine Auflistung der verwendeten Symbole und ihrer Definitionen ist im Anhang F angegeben.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Brennwert

Eine eingewogene Menge der Analysenprobe des biogenen Festbrennstoffes wird in Sauerstoff unter hohem Druck in einem Bombenkalorimeter unter festgelegten Bedingungen verbrannt. Die effektive Wärmekapazität des Kalorimeters wird durch Kalibrierungen bestimmt, bei denen zertifizierte Benzoesäure unter Bedingungen verbrannt wird, die den im Zertifikat angegebenen Bedingungen entsprechen. Der berichtigte Temperaturanstieg wird aus Beobachtungen der Temperatur vor, während und nach der Verbrennungsreaktion bestimmt. Dauer und Häufigkeit der Temperaturbeobachtungen hängen von der Art des verwendeten Kalorimeters ab. Zunächst wird Wasser in die Bombe eingefüllt, um vor der Verbrennung eine gesättigte Dampfphase zu erhalten (siehe 8.2.1 und 9.2.2), wodurch ermöglicht wird, dass das in der Brennstoffprobe vorhandene und das beim Verbrennen der wasserstoffhaltigen Verbindungen und dem Wasser in der Probe gebildete Wasser als flüssiges Wasser angesehen werden kann.

Der Brennwert wird aus dem berichtigten Temperaturanstieg und der effektiven Wärmekapazität des Kalorimeters unter Berücksichtigung der Beiträge, die durch die Zündenergie, die Verbrennung des Zünders (der Zünder) geleistet werden, und der Wärmewirkungen aus Nebenreaktionen, z. B. der Bildung von Salpetersäure, bestimmt. Außerdem erfolgt eine Korrektur zur Berücksichtigung der Energiedifferenz zwischen der bei der Reaktion im Bombenkalorimeter gebildeten wässrigen Schwefelsäure und dem gasförmigen Schwefeldioxid, d. h. eine Korrektur für das geforderte Reaktionsprodukt des Schwefels im biogenen Brennstoff. Der entsprechende Einfluss der Energiedifferenz zwischen wässriger Salzsäure und Chlorwasserstoffgas kann aufgrund des üblicherweise geringen Korrekturwertes in Bezug auf biogene Festbrennstoffe vernachlässigt werden.

4.2 Heizwert

Die Heizwerte für biogenen Brennstoff bei konstantem Volumen und bei konstantem Druck werden aus dem an einer Analysenprobe bestimmten Brennwert bei konstantem Volumen errechnet. Die Berechnung des Heizwertes bei konstantem Volumen erfordert Angaben zum Wasser- und Wasserstoffgehalt der Analysenprobe. Zur Berechnung des Heizwertes bei konstantem Druck sind grundsätzlich auch Angaben zum Sauerstoff- und Stickstoffgehalt der Analysenprobe erforderlich.

5 Reagenzien

5.1 Sauerstoff, mit einem Druck, der ausreicht, das Bombenkalorimeter mit 3 MPa zu befüllen, mit einer Analysenreinheit von mindestens 99,5 % Volumenanteil und frei von brennbaren Stoffen.

Sauerstoff, der in einem elektrolytischen Prozess erzeugt wurde, kann bis zu 4 % Volumenanteil Wasserstoff enthalten.

5.2 Zündeinrichtung

5.2.1 Zündkabel, aus einer Nickel-Chrom-Legierung mit einem Durchmesser von 0,16 mm bis 0,20 mm, oder aus Platin mit einem Durchmesser von 0,05 mm bis 0,10 mm, oder ein Kabel aus einem anderen geeigneten elektrischen Leiter, dessen thermisches Verhalten bei der Verbrennung exakt spezifiziert ist.

5.2.2 Baumwollzünder, aus weißem Baumwollzellstoff oder, falls gefordert, aus einem gleichwertigen Material (siehe 8.2.1).

5.3 Verbrennungshilfen mit bekanntem Brennwert, bekannter Zusammensetzung und Reinheit dürfen verwendet werden, z. B. Benzoesäure, *n*-Dodecan, Paraffinöl, Verbrennungsbehälter oder -kapseln.

5.4 Standardmaßlösungen und Indikatoren, nur dann anzuwenden, wenn eine Analyse der im Bombenkalorimeter anfallenden Lösungen gefordert wird.

5.4.1 Bariumhydroxidlösung, $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0,05 \text{ mol/l}$.

5.4.2 Natriumcarbonatlösung, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

5.4.3 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.4 Salzsäurelösung, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.5 Methylorange-Mischindikator, 1 g/l-Lösung.

0,25 g Methylorange und 0,15 g Xylencyanol FF werden in 50 ml Ethanol mit einem Volumenanteil von 95 % gelöst und mit Wasser auf 250 ml verdünnt.

5.4.6 Phenolphthalein, 10 g/l-Lösung.

2,5 g Phenolphthalein werden in 250 ml Ethanol mit einem Volumenanteil von 95 % gelöst.

5.5 Benzoessäure, in kalorimetrischer Standardqualität, zertifiziert durch eine anerkannte Zertifizierungsstelle (oder mit einer eindeutig auf eine anerkannte Zertifizierungsstelle rückführbaren Zertifizierung).

Benzoessäure ist die einzige Substanz, die zur Kalibrierung eines Sauerstoff-Bombenkalorimeters empfohlen wird. Zur Überprüfung der Gesamtzuverlässigkeit der kalorimetrischen Messungen werden bestimmte Prüfsubstanzen, z. B. *n*-Dodecan, verwendet. Diese Prüfsubstanzen dienen in erster Linie dem Nachweis, dass durch bestimmte Eigenschaften einer Probe, z. B. durch ihre Verbrennungsgeschwindigkeit oder ihre chemische Zusammensetzung, keine systematische Abweichung in die Ergebnisse eingebracht wird. Eine Prüfsubstanz muss eine zertifizierte Reinheit und eine exakt bestimmte Verbrennungswärme haben.

Die Benzoessäure wird in Form von Pellets verbrannt. Üblicherweise wird die Benzoessäure weder getrocknet noch auf andere Weise behandelt, sondern nur in Pelletform gepresst; das Prüfzertifikat ist einzusehen. Bei einer relativen Feuchte kleiner 90 % absorbiert die Benzoessäure keine Feuchte aus der Atmosphäre.

Die Benzoessäure muss in möglichst exakter Übereinstimmung mit den Zertifizierungsbedingungen verwendet werden; größere Abweichungen von diesen Bedingungen müssen entsprechend den Anweisungen im Zertifikat berücksichtigt werden. Die Verbrennungsenergie der Benzoessäure, die im Zertifikat für die verwendeten Bedingungen festgelegt ist, muss bei Berechnung der effektiven Wärmekapazität des Kalorimeters berücksichtigt werden (siehe 9.2).

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Das **Kalorimeter** (siehe Bild 1) besteht aus der zusammengebauten Verbrennungsbombe, dem Kalorimetergefäß (mit oder ohne Abdeckung), einem Rührer für das Kalorimeter, Wasser, einem Temperaturmessfühler und elektrischen Leitungen mit den entsprechenden Anschlüssen im Kalorimetergefäß, die zum Zünden der Probe oder für die Temperaturmess- oder Regelkreise benötigt werden. Während der Messungen steht das Kalorimeter in einem Thermostaten. Die Art und Weise der Temperaturregelung im Thermostaten legt das Arbeitsprinzip der Apparatur und damit die Strategie zur Auswertung des berichtigten Temperaturanstiegs fest.

In aneroiden (ohne Fluid arbeitenden) Systemen werden Kalorimetergefäß, Rührer und Wasser durch einen Metallblock ersetzt. In einigen aneroiden Systemen besteht das Kalorimeter nur aus der Verbrennungsbombe.

In hoch automatisierten kalorimetrischen Verbrennungsapparaturen ist das Kalorimeter, besonders bei der Ergebnisauswertung, in einigen Fällen nicht so exakt festgelegt wie das traditionelle, klassische Kalorimeter. Nach diesem Dokument ist die Anwendung eines automatischen Kalorimeters jedoch zulässig, wenn alle grundlegenden Anforderungen erfüllt werden, die an Kalibrierbedingungen, Vergleichbarkeit von Kalibrierungen und Brennstoffprüfungen, Verhältnis Probenmasse/Bombenvolumen, Sauerstoffdruck, Bombenflüssigkeit, Referenztemperatur für die Messungen und Wiederholpräzision der Ergebnisse gestellt werden. Es ist unerlässlich, einige bei den einzelnen Messungen festgelegte Parameter zu protokollieren (auszudrucken). Im Anhang C sind Einzelheiten angegeben.

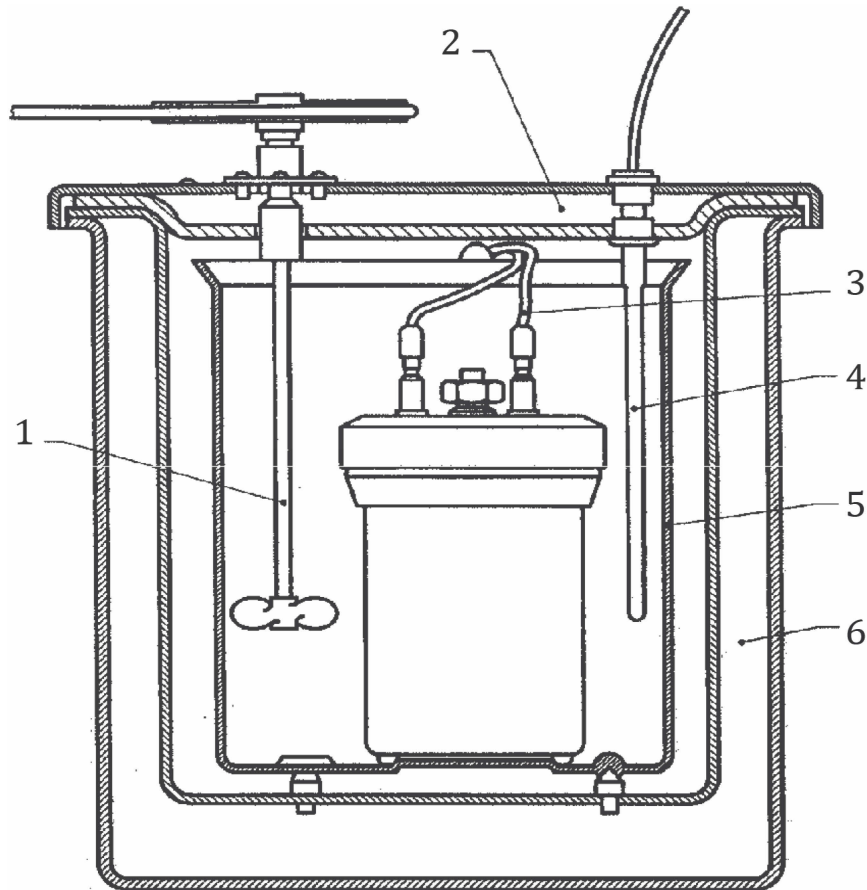
Da die Prüfraumbedingungen (Temperaturschwankung, Belüftung usw.) einen Einfluss auf die Präzision der Bestimmung haben können, müssen bei Aufstellung der Apparatur immer die Anweisungen der Hersteller befolgt werden.

Apparaturen, die zur Bestimmung des Energiegehaltes nach diesem Dokument geeignet sind, sind in 6.2 bis 6.8 festgelegt.

6.2 Kalorimeter mit Thermostat

6.2.1 Verbrennungsbombe, die in der Lage ist, den während der Verbrennung auftretenden Drücken zuverlässig standzuhalten. Die Bombe muss so gestaltet sein, dass eine vollständige Rückgewinnung aller flüssigen Produkte möglich ist. Der Bombenwerkstoff muss beständig gegenüber einem Korrosionsangriff durch die Säuren sein, die bei der Verbrennung von biogenen Brennstoffen entstehen. Ein für die Bombe geeignetes Innenvolumen beträgt 250 ml bis 350 ml.

WARNUNG — Alle Teile der Bombe und besonders der Zustand der Gewinde am Hauptverschluss müssen regelmäßig auf Verschleiß und Korrosion untersucht werden. Alle Anweisungen der Hersteller und alle örtlichen Vorschriften für eine sichere Handhabung und Anwendung der Bombe müssen befolgt werden. Wenn mehr als eine Bombe derselben Ausführung verwendet wird, muss unbedingt jede Bombe als eine komplette Einheit verwendet werden. Ein Austausch von Teilen kann zu schwerwiegenden Unfällen führen.



Legende

- 1 Rührer
- 2 Deckel für den Thermostaten
- 3 Zündkabel
- 4 Thermometer
- 5 Kalorimetergefäß
- 6 Thermostat

Bild 1 — Bombenkalorimeter mit einem Thermostaten in klassischer Ausführung

6.2.2 Kalorimetergefäß, aus Metall, mit hochglanzpolierter Außenfläche und zur Aufnahme von so viel Wasser geeignet, dass die ebene Oberseite der Bombe bedeckt wird, während das Wasser gerührt wird. Eine Abdeckung bewirkt, dass weniger Kalorimeterwasser verdampft, kann jedoch bei unzureichendem thermischem Kontakt mit dem Gefäß das Erreichen der Verbrennungstemperatur verzögern und damit einen undefinierten Wärmeaustausch mit dem Thermostaten und eine Verlängerung der Hauptperiode veranlassen.

6.2.3 Rührer, der mit konstanter Geschwindigkeit arbeitet. Unterhalb des Deckels des umgebenden Thermostats sollte der Rührerschaft eine geringe Wärmeleitfähigkeit und/oder einen Abschnitt mit geringer Masse haben, um die Wärmeübertragung zum oder vom System zu minimieren; das ist besonders wichtig, wenn der Schaft eine direkte Verbindung zum Rührermotor hat. Wenn ein Kalorimetergefäß mit Abdeckung benutzt wird, sollte sich dieser Schaftabschnitt oberhalb der Abdeckung befinden.

Für einen Kalorimeter-Typ mit Wasser und Rührwerk sollte die Rührgeschwindigkeit ausreichen, um sicherzustellen, dass sich auch bei raschen Änderungen der Kalorimetertemperatur keine heißen Stellen bilden. Eine Rührgeschwindigkeit, so dass die Länge der Hauptzeit auf 10 min oder weniger begrenzt werden kann, ist in der Regel ausreichend (siehe Anhänge A und B).

6.2.4 Thermostat (mit Wassermantel), der das Kalorimeter vollständig so umgibt, dass der Luftspalt zwischen dem Kalorimeter und dem Thermostaten etwa 10 mm groß ist.

Bei Thermostaten, die für isothermen Betrieb vorgesehen sind, muss eine ausreichend große Wassermenge verwendet werden, um thermische Störeinflüsse von außen auszugleichen. Die Temperatur sollte während der Prüfung so geregelt werden, dass die Abweichungen höchstens $\pm 0,1$ K betragen. Ein Thermostat mit passiv konstanter Temperatur („statischer Thermostat“) muss eine ausreichende Wärmekapazität haben, um die Temperaturänderung des Thermostatwassers zu begrenzen. Kriterien für ein zufriedenstellendes Verhalten für Wassermäntel dieser Art sind im Anhang B angegeben.

ANMERKUNG 1 Für den aus Metall bestehenden Isoliermantel eines statischen Thermostats sind zufriedenstellende Eigenschaften im Allgemeinen dann sichergestellt, wenn als Mantel ein breiter Ring mit einer Wasseraufnahmefähigkeit von mindestens 12,5 l verwendet wird.

ANMERKUNG 2 Kalorimeter mit einer als Wärmesperre wirkenden Dämmung werden als Kalorimeter mit „statischem“ Mantel bezeichnet.

Wenn gefordert wird, dass sich die Temperatur des Thermostats (des Wassermantels) gut an die Kalorimetertemperatur angleicht, sollte der Thermostat eine geringe Masse haben und vorzugsweise durch Tauchsieder erhitzt werden. Die Heizenergie muss so zugeführt werden, dass die Temperatur des Thermostatwassers mit Abweichungen von 0,1 K der Temperatur des Kalorimeterwassers entspricht, nachdem der eingebrachte Brennstoff verbrannt wurde. Wenn bei 25 °C ein stabiler Zustand erreicht ist, darf der errechnete mittlere Drift der Temperatur des Kalorimeters 0,000 5 K/min nicht überschreiten (siehe A.3.2).

6.2.5 Temperaturmessgerät, das in der Lage ist, die Temperatur auf mindestens 0,001 K so anzuzeigen, dass Temperaturintervalle von 2 K bis 3 K auf 0,002 K oder besser bestimmt werden können. Bei der Referenztemperatur für die kalorimetrischen Messungen muss die absolute Temperatur auf 0,1 K bekannt sein. Das Temperaturmessgerät sollte im verwendeten Intervall eine lineare oder linearisierte Ansprechempfindlichkeit gegenüber Temperaturänderungen haben.

Als Alternativen zum üblichen Quecksilber-Glasthermometer sind Platinwiderstandsthermometer, Thermistoren, Quarzschwinger usw. als Temperaturmessfühler geeignet, die zusammen mit einer geeigneten Widerstandsmessbrücke, einem Nulldetektor, einem Frequenzzähler oder anderen elektronischen Geräten die geforderte Auflösung bieten. Die kurzzeitige Wiederholpräzision für diese Art von Temperaturmessgeräten muss mindestens 0,001 K betragen. Eine langzeitige Abweichung (en: Drift) darf über eine Dauer von 6 Monaten einen 0,05 K entsprechenden Wert nicht überschreiten. Für Temperaturmessfühler mit linearer Ansprechempfindlichkeit (hinsichtlich der Temperatur) werden durch diesen Drift weniger leicht systematische Fehler bei den kalorimetrischen Messungen verursacht als bei Messfühlern mit nicht linearer Ansprechempfindlichkeit.

Quecksilber-Glasthermometer müssen ISO 651, ISO 652, ISO 1770 oder ISO 1771 entsprechen. Um die Temperatur mit der geforderten Auflösung abzulesen, wird ein Betrachtungsgerät mit etwa 5-facher Vergrößerung benötigt.

Um zu verhindern, dass die Quecksilbersäule hängen bleibt, ist ein mechanischer Schwinger geeignet, der leicht gegen das Thermometer schlägt (siehe 8.4). Falls kein Schwinger verfügbar ist, muss von Hand an das Thermometer geklopft werden, bevor die Temperatur abgelesen wird.

6.2.6 Zündkreis

Als Energiequelle muss Wechselstrom mit 6 V bis 12 V aus einem Abwärtstransformator oder Gleichstrom aus Batterien verwendet werden. Es wird empfohlen, eine Kontrolllampe in den Kreis einzubeziehen, um anzuzeigen, wenn Strom fließt.

Wenn die Zündung manuell ausgelöst wird, muss ein üblicherweise offener Zündschalter mit einer Feder verwendet und so angeordnet werden, dass der Bediener keinen unzulässigen Risiken ausgesetzt wird (siehe Warnung in 8.4).

6.3 Verbrennungstiegel, aus Quarz, Nickel-Chrom, Platin oder einem ähnlich reaktionsträgen Werkstoff.

Der Verbrennungstiegel sollte einen Durchmesser von 15 mm bis 25 mm, einen ebenen Boden und eine Tiefe von etwa 20 mm haben. Quarztiegel sollten eine Dicke von etwa 1,5 mm haben und Metalltiegel sollten etwa 0,5 mm dick sein.

Falls verschmierte Reste von nicht verbranntem Kohlenstoff auftreten, darf ein kleiner Verbrennungstiegel mit geringer Masse aus Platin oder einer Nickel-Chrom-Legierung, beispielsweise mit einer Dicke von 0,25 mm, einem Durchmesser von 15 mm und einer Tiefe von 7 mm, verwendet werden.

6.4 Zusatzgeräte zur Druckbeaufschlagung

6.4.1 Druckregler zur Regelung des Befüllens der Bombe mit Sauerstoff.

6.4.2 Druckmessgerät (z. B. für einen Bereich von 0 MPa bis 5 MPa), um den Druck in der Bombe mit einer Auflösung von 0,05 MPa anzuzeigen.

6.4.3 Sicherheitsventil oder Berstscheibe, für einen Druck von 3,5 MPa geeignet und in die Befüllungsleitung eingebaut, um ein Überfüllen der Bombe zu verhindern.

ACHTUNG — Prüfeinrichtungen, die für Sauerstoff unter hohem Druck geeignet sind, müssen öl- und fettfrei gehalten werden (vom Hersteller empfohlenes Hochvakuumfett kann entsprechend dem Bedienungshandbuch für die Apparatur verwendet werden). Das Druckmessgerät darf nicht mit flüssigen Kohlenwasserstoffen geprüft oder kalibriert werden.

6.5 Zeitmessgerät, das Minuten und Sekunden anzeigt.

6.6 Waagen

6.6.1 Waage zum Wägen der Probe, des Zünders usw. mit einer Auflösung von mindestens 0,1 mg; eine Auflösung von 0,01 mg ist zu bevorzugen und wird empfohlen, wenn die Probenmasse der Größenordnung von 0,5 g oder kleiner ist (siehe 8.2.1).

6.6.2 Waage zum Wägen des Kalorimeterwassers mit einer Auflösung von 0,5 g (sofern das Wasservolumen nicht mit der geforderten Genauigkeit in das Kalorimeter eingebracht werden kann, siehe 8.3).

6.7 Thermostat (optional), um vor jeder Prüfung die Temperatur des Kalorimeterwassers auf eine zuvor festgelegte Anfangstemperatur innerhalb von etwa $\pm 0,3$ K einzustellen.

6.8 Pelletpresse, in der Lage, entweder hydraulisch oder mechanisch eine Kraft von etwa 10 t aufzubringen und mit einem zum Pressen eines Pellets mit einem Durchmesser von etwa 13 mm und einer Masse von $(1,0 \pm 0,2)$ g geeigneten Formwerkzeug.

7 Vorbereitung der Versuchsprobe

Proben für die Bestimmung des Energiegehalts müssen nach ISO 18135 entnommen und vom Laboratorium in luftdicht abgeschlossenen Behältern oder Verpackungen erhalten werden. Die zur Bestimmung des Energiegehalts verwendete Probe des biogenen Brennstoffes muss die allgemeine Analysenprobe (zerkleinert, dass sie durch ein Prüfsieb mit einer Öffnungsweite von 1,0 mm hindurchpasst) sein, die nach dem in ISO 14780 angegebenen Verfahren hergestellt ist. Für einige biogene Festbrennstoffe wird möglicherweise ein Sieb mit einer Öffnungsweite kleiner 1,0 mm (0,5 mm oder 0,25 mm) benötigt, um die erforderliche Wiederholpräzision und eine vollständige Verbrennung sicherzustellen.

Weil biogene Festbrennstoffe eine geringe Dichte haben, müssen sie in Pelletform geprüft werden. Als eine Prüfmenge wird ein Pellet mit einer Masse von $(1,0 \pm 0,2)$ g mit einer geeigneten Kraft so gepresst, dass ein kompakter, unzerbrechlicher Probekörper hergestellt wird. Die Prüfung darf alternativ auch an Pulver durchgeführt werden, wobei die Prüfmenge in einen Verbrennungsbehälter oder eine -kapsel eingebracht wird.

Die allgemeine Analysenprobe muss gut gemischt werden und einen Wassergehalt aufweisen, der sich ausreichend an die Laboratmosphäre angeglichen hat. Der Wassergehalt der zur Bestimmung des Energiegehalts vorgesehenen Probe muss entweder zeitgleich mit der Wägung ermittelt werden, oder die Probe muss in einem kleinen, gut verschlossenen Behälter aufbewahrt werden, bis der Wassergehalt bestimmt wird, um entsprechende Berichtigungen hinsichtlich des Wassergehalts in der Analysenprobe zu ermöglichen.

Der Wassergehalt der allgemeinen Analysenprobe (M_{ad}) muss mit dem in ISO 18314-3 festgelegten Verfahren durchgeführt werden.

Ein Flussbild für eine Routinebestimmung des Energiegehaltes ist in Anhang H zu finden.

8 Kalorimetrisches Verfahren

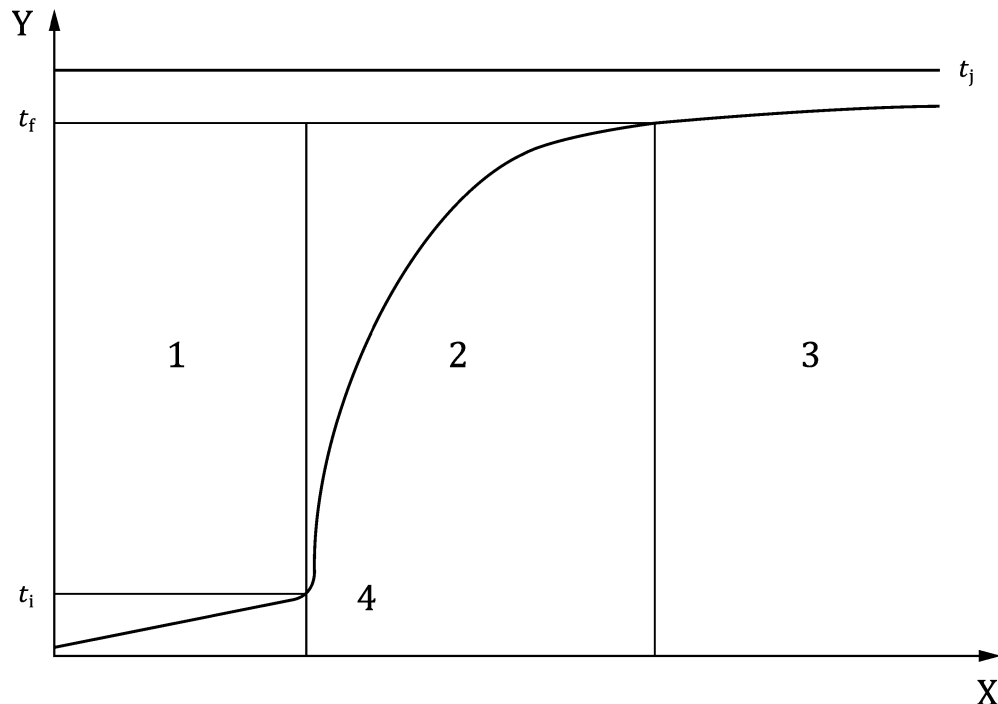
8.1 Allgemeines

Die kalorimetrische Bestimmung besteht aus zwei getrennten Prüfungen: Verbrennung der Kalibrier-substanz (Benzoesäure) und Verbrennung des biogenen Brennstoffes, beide unter gleichen festgelegten Bedingungen. Für beide Prüfungen wird im Wesentlichen das gleiche kalorimetrische Verfahren verwendet. Tatsächlich ist die große Übereinstimmung der Verfahren Bedingung zur ordnungsgemäßen Berichtigung systematischer Abweichungen, die z. B. durch unkontrollierte und bei Auswertung des berichtigten Temperaturanstiegs θ nicht berücksichtigte Wärmelecks verursacht werden.

Die Prüfung besteht in der quantitativen Durchführung einer Verbrennungsreaktion (in Sauerstoff unter hohem Druck in der Bombe), bei der definierte Verbrennungsprodukte entstehen, und in der Messung der Temperaturänderung, die durch den gesamten in der Bombe ablaufenden Prozess verursacht wird.

Die zur Bewertung des berichtigten Temperaturanstiegs θ erforderlichen Temperaturmessungen werden, wie im Bild 2 dargestellt, während einer Vorperiode, einer Hauptperiode (Reaktionsperiode) und einer Nachperiode vorgenommen. Bei Verwendung eines adiabatischen Kalorimeters brauchen Vor- und Nachperiode im Prinzip nur so lange zu dauern, bis die Anfangs- (Zünd-) bzw. die Endtemperatur ermittelt ist (siehe Anhang A). Bei isoperibol arbeitenden Kalorimeter-Typen (mit isothermem Mantel) und bei Kalorimeter-Typen mit „statischem“ Mantel dienen Vor- und Nachperiode dazu, die Wärmeaus-tausch-Eigenschaften für das Kalorimeter zu ermitteln, die benötigt werden, um während der Hauptperiode, wenn die Verbrennung stattfindet, eine exakte Berichtigung für den Wärmeaustausch zwischen dem Kalorimeter und dem Thermostaten zu ermöglichen. Vor- und Nachperiode müssen in diesen Fällen eine längere Dauer haben; siehe Anhang B.

Während einer Prüfung muss die Rührleistung konstant gehalten werden, woraus die Forderung nach einer konstanten Rührgeschwindigkeit resultiert. Eine zu hohe Rührgeschwindigkeit führt zu einer unerwünscht hohen Rührleistung, die schwierig konstant zu halten ist. Ein unruhig laufender Rührer verursacht häufig kurzzeitige, aber signifikante Schwankungen der Rührleistung.



Legende

X	Zeit	1	Vorperiode
Y	Temperatur	2	Hauptperiode
t_f	Temperatur am Ende der Hauptperiode	3	Nachperiode
t_i	Zündtemperatur	4	Zündung
t_j	Manteltemperatur		

Bild 2 — Zeit-Temperatur-Kurve (isoperibol arbeitendes Kalorimeter)

Während der Verbrennung werden Oberteil und Abdeckung merklich heißer als andere Teile der Bombe, und es ist wichtig, dass das über der Abdeckung befindliche Wasser gut durchgerührt wird, um im Kalorimeterwasser während des raschen Anstiegs der Temperatur die Temperaturgradienten verhältnismäßig klein zu halten. In aneroiden Systemen wird durch die jeweilige Gestaltung bestimmt, in welchem Umfang sich heiße Stellen entwickeln können (siehe Anhang C).

Es kann sein, dass bestimmte biogene Brennstoffe stets unvollständig verbrennen, „explodieren“ und/oder Rückstände erzeugen, die signifikante Mengen der unverbrannten Probe oder Ruß enthalten. In den meisten Fällen kann eine saubere Verbrennung erreicht werden, indem eine bekannte Menge eines Verbrennungshilfsmittels (z. B. Benzoesäure, *n*-Dodecan oder Paraffinöl) zugegeben wird, durch Verwendung von Verbrennungsbehältern oder -kapseln oder von Baumwollzündern oder indem kein destilliertes Wasser in die Bombe eingefüllt oder beim Einleiten des Sauerstoffs in die Bombe ein geringerer Druck verwendet wird.

Das Verbrennungshilfsmittel muss chemisch stabil sein, eine bekannte Zusammensetzung und Reinheit aufweisen, einen geringen Dampfdruck und eine exakt bestimmte Verbrennungswärme haben; die Verbrennungswärme sollte für das jeweils verwendete Material mit Abweichungen von 0,10 % bekannt sein. Die verwendete Menge sollte auf die Mindestmenge begrenzt werden, die erforderlich ist, um eine vollständige Verbrennung der Probe zu erreichen. Die Menge der eingesetzten Verbrennungshilfe sollte nicht diejenige Menge überschreiten, durch deren Verbrennung die Hälfte der gesamten Verbrennungswärme in einer Prüfung erzeugt wird. Das optimale Verhältnis Probe/Verbrennungshilfsmittel hängt von den Eigenschaften des Brennstoffes ab und muss experimentell bestimmt werden.

Die Masse des Verbrennungshilfsmittels muss so exakt wie möglich bestimmt werden, damit ihr Beitrag richtig berücksichtigt werden kann; dies ist besonders dann wichtig, wenn Kohlenwasserstofföl verwendet wird, da seine spezifische Verbrennungswärme beträchtlich höher als die des biogenen Brennstoffes ist.

8.2 Vorbereitung der Bombe zur Messung

8.2.1 Allgemeines Verfahren

Die in Pelletform vorliegende Prüfmenge bzw. der/die mit der pulverförmigen Prüfmenge befüllte Verbrennungsbehälter/-kapsel wird im Verbrennungstiegel auf 0,01 % oder besser gewogen. Bei Prüfmengen mit einer Masse von 1 g (siehe 9.2 und 10.2) wird folglich die Wägung auf 0,1 mg durchgeführt. Der Brennzünder und/oder das Zündkabel wird entweder mit einer dem Wägen der Prüfmenge vergleichbaren Präzision gewogen, oder ihre Masse wird für alle Prüfungen innerhalb der festgelegten Grenzen konstant gehalten (siehe 9.4 und 9.6.1).

Das Zündkabel wird straff zwischen den Elektroden in der Bombe angebracht (siehe auch nachstehende Anmerkung. Der Widerstand des Zündkreises der Bombe wird überprüft; bei den meisten Bomben sollte der Widerstand 5 Ω bis 10 Ω nicht überschreiten, gemessen zwischen den Anschlussklemmen außen am oberen Ende der Bombe oder zwischen der Anschlussklemme für die isolierte Elektrode und dem oberen Ende der Bombe.

Zünder und Zündkabel werden fest miteinander verbunden (falls notwendig, siehe Anmerkung in diesem Abschnitt), der Verbrennungstiegel wird in seine Halterung eingesetzt, und zwischen dem Zünder und der Pelletprobe oder der Kapsel wird ein Kontakt hergestellt. Es ist sicherzustellen, dass der Verbrennungstiegel in der fertig zusammengebauten Bombe symmetrisch zur umgebenden Wand der Bombe angeordnet ist.

Wenn das Zündkabel sowohl brennbar als auch elektrisch leitend ist, darf ein alternatives Verfahren angewendet werden. Ein längeres Stück Kabel, aus dem eine offene Schlaufe gebildet werden kann, wird mit den Elektroden verbunden. Nach Einsetzen des Verbrennungstiegels wird die Schlaufe mit der Pelletprobe oder der Kapsel in Kontakt gebracht. (In einigen Fällen ist der Zündprozess besser zu überprüfen, wenn das Kabel in einem kleinen Abstand über der Pelletprobe angeordnet wird.) Es sollte darauf geachtet werden, dass kein Kontakt zwischen Zündkabel und Verbrennungstiegel entsteht, besonders dann, wenn ein Metalltiegel verwendet wird, weil dadurch ein Kurzschluss im Zündkreis entstehen würde. Bei diesem Verfahren ist ein separater Zünder überflüssig. Der Widerstand des Zündkreises der Bombe wird nur geringfügig erhöht. Eine ausführlichere Beschreibung der Bombenvorbereitung ist den Herstelleranweisungen zu entnehmen.

In die Bombe wird eine bestimmte Menge destillierten Wassers eingefüllt. Für die Kalibrierung und für die Bestimmungen muss stets die exakt gleiche Wassermenge verwendet werden (siehe 9.2.1 und 9.2.2). Für die Verbrennung von biogenen Brennstoffen gilt grundsätzlich, dass $(1,0 \pm 0,1)$ ml destilliertes Wasser in die Bombe eingefüllt wird. Bei einigen biogenen Brennstoffen (und einigen Kalorimetern) kann eine vollständige Verbrennung durch Weglassen des destillierten Wassers in der Bombe oder durch Verwendung von Verbrennungshilfen erreicht werden. In einigen Fällen könnte die vollständige Absorption der gasförmigen Verbrennungsprodukte eine größere Menge destillierten Wassers (z. B. 5 ml) erfordern.

Die Bombe wird zusammengebaut und entweder ohne Verdrängung der ursprünglich vorhandenen Luft allmählich mit Sauerstoff bis zu einem Druck von $(3,0 \pm 0,2)$ MPa beaufschlagt oder (bei geöffnetem Auslassventil, siehe Herstelleranweisungen) etwa 30 s mit Sauerstoff durchgespült, das Ventil wird langsam geschlossen, und die Bombe wird dann mit Sauerstoff bis zu einem Druck von $(3,0 \pm 0,2)$ MPa beaufschlagt. Sowohl für die Kalibrierung als auch für die Bestimmungen muss das gleiche Verfahren angewendet werden. Falls in der Bombe versehentlich ein Sauerstoffdruck von mehr als 3,3 MPa erzeugt wurde, ist diese Prüfung ungültig, und es muss eine neue Prüfung begonnen werden.

WARNUNG — Während der Druckbeaufschlagung darf nicht über die Bombe hingübergereicht werden.

Die Bombe ist nun einsatzbereit und kann in das Kalorimetergefäß eingesetzt werden.

8.2.2 Verwendung von Verbrennungshilfen

Flüssige Verbrennungshilfen: Nachdem die Masse des Pellets bestimmt wurde, muss das flüssige Verbrennungshilfsmittel tropfenweise auf das im Verbrennungstiegel angeordnete Pellet gegeben werden (wobei genügend Zeit zu lassen ist, damit die Flüssigkeit absorbiert wird); die zugefügte Menge muss durch Wägen exakt bestimmt werden.

Feste Verbrennungshilfen: Die Verwendung fester Verbrennungshilfen (empfohlen wird Benzoesäure) ist nur dann ratsam, wenn Verbrennungsbehälter oder -kapseln benutzt werden (es könnte schwierig sein, vor dem Pressen der Pelletprobe eine homogene Mischung von Probenmaterial und Verbrennungshilfe zu erreichen).

Verbrennungsbehälter oder -kapseln: Verbrennungskapseln oder -behälter oder Verbrennungstiegel mit exakt bekanntem Energiegehalt (aus Gelatine, Acetobutyrat oder Polyethylen) dürfen nach den Herstelleranweisungen als Verbrennungshilfsmittel verwendet werden (allein oder zusammen mit z. B. Benzoesäure). Sie müssen vor dem Einfüllen der Probe (siehe auch 8.1) exakt gewogen werden. Bevor die Prüfung durchgeführt wird, müssen Probenmaterial und Verbrennungshilfe, z. B. Benzoesäure, im Verbrennungsbehälter bzw. in der Verbrennungskapsel vorsichtig vermischt werden.

8.3 Zusammenbau des Kalorimeters

Das zum Einfüllen in das Kalorimeter vorgesehene Wasser wird auf die ausgewählte Anfangstemperatur $\pm 0,3$ K erwärmt, dann wird die erforderliche Wassermenge in das Kalorimetergefäß eingefüllt. Bei allen Prüfungen muss im Kalorimetergefäß die gleiche Menge Wasser mit Grenzabweichungen von höchstens 0,5 g verwendet werden (siehe 9.6.1). Es ist sicherzustellen, dass die Außenfläche des Kalorimetergefäßes trocken und sauber ist, bevor es in den Thermostaten eingebracht wird. Die Bombe wird in das Kalorimetergefäß eingesetzt, nachdem das Kalorimetergefäß (mit der richtigen Menge Wasser) in den Thermostaten eingebracht wurde.

Alternativ darf das System auf der Grundlage einer konstanten Gesamtmasse des Kalorimeters (siehe 9.6.2) betrieben werden. In diesem Fall wird die Bombe in das Kalorimetergefäß eingesetzt, bevor Gefäß und Wasser gewogen werden. Die Gesamtmasse des Kalorimetergefäßes mit der zusammengebauten Bombe und dem Kalorimeterwasser muss dann bei allen Prüfungen mit Grenzabweichungen von höchstens 0,5 g konstant bleiben.

Das fertig zusammengebaute Kalorimeter muss so viel Wasser enthalten, dass die ebene Oberfläche der Oberseite und die Abdeckung der Bombe ausreichend von Wasser bedeckt sind.

ANMERKUNG Wenn die effektive Wärmekapazität in der Größenordnung von 10 kJ/K liegt, ist es angebracht, das Wasser auf 0,5 g zu wägen.

Die Bombe wird auf Gasleckstellen überprüft, sobald ihre Oberseite mit Wasser bedeckt ist. Falls die Gasventile nicht vollständig untergetaucht sind, wird zur Lecksuche ein Tropfen Wasser auf die nicht eingetauchte Öffnung aufgebracht. Die Leitungen für den Zündkreis werden angeschlossen, und das Thermometer eingesetzt.

WARNUNG — Falls Gas aus der Bombe entweicht, wird die Prüfung abgebrochen, die Leckursache beseitigt und von vorn begonnen. Abgesehen davon, dass Leckstellen eine Gefährdung darstellen, führen Leckstellen unvermeidlich zu fehlerhaften Ergebnissen.

Kühlwasser, Temperaturregler, Rührer usw. werden eingeschaltet und entsprechend den Angaben im jeweiligen Gerätehandbuch eingestellt. Es ist sicherzustellen, dass der Kalorimeterrührer ordnungsgemäß arbeitet. Üblicherweise ist eine Dauer von etwa 5 min erforderlich, damit das zusammengebaute und in den Thermostaten oder in den Mantel eingebrachte Kalorimeter unabhängig von der Art des verwendeten Kalorimeters einen stabilen Zustand erreicht. Die Kriterien dafür, wann der stabile Zustand erreicht wurde, hängen vom Arbeitsprinzip des Kalorimeters ab (siehe Anhänge A und B).