

DIN EN ISO 3405

ICS 75.160.20

Ersatz für
DIN EN ISO 3405:2001-08

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung des Destillationsverlaufes bei Atmosphärendruck
(ISO 3405:2011);
Deutsche Fassung EN ISO 3405:2011**

Petroleum products –
Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure (ISO 3405:2011);
German version EN ISO 3405:2011

Produits pétroliers –
Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique
(ISO 3405:2011);
Version allemande EN ISO 3405:2011

Gesamtumfang 46 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 3405:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and lubricants“ erarbeitet.

Das zuständige nationale Gremium ist der NA 062-06-81 AA, Spiegelausschuss zu CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung des Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Der Destillationsverlauf (die Flüchtigkeit) von Kohlenwasserstoffen hat eine große Bedeutung hinsichtlich der Sicherheit und Gebrauchsfähigkeit, vor allem bei Kraftstoffen und Lösemitteln. Der Destillationsverlauf gibt wichtige Informationen über die Zusammensetzung und das Verhalten bei Lagerung und Gebrauch, und die Verdampfungsrate ist ein wichtiger Faktor bei der Verwendung vieler Lösemittel. In den meisten Anforderungen für Destillate auf Mineralölbasis werden Grenzwerte für den Destillationsverlauf festgelegt, um die Endgebrauchsfähigkeit zu kontrollieren und die Bildung von Dämpfen zu begrenzen, die möglicherweise mit Luft explosionsfähige Gemische bilden oder auch als Emissionen (VOC, en: volatile organic compounds) in die Atmosphäre entweichen.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3170	siehe	DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe	DIN EN ISO 3171
ISO 4259	siehe	DIN EN ISO 4259
ISO 4788	siehe	DIN EN ISO 4788

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3405:2001-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich hinsichtlich der Produkte, auf die die Norm anzuwenden ist, spezifiziert bzw. erweitert (z. B. Ottokraftstoff E10, Dieseldieselkraftstoff B20);
- b) Anpassung an ASTM D86;
- c) normative Verweisungen aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 51752: 1955-04, 1959-08
DIN 51751: 1955-02, 1959-08, 1964x-02, 1978-05, 1996-02
DIN EN ISO 3405: 2001-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170:2004); Deutsche Fassung EN ISO 3170:2004, Berichtigungen zu DIN EN ISO 3170:2004-06*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171:1988); Deutsche Fassung EN ISO 3171:1999*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:2006); Deutsche Fassung EN ISO 4259:2006, Berichtigungen zu DIN EN ISO 4259:2006-10*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder (ISO 4788:2005); Deutsche Fassung EN ISO 4788:2005*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Mineralölerzeugnisse —
Bestimmung des Destillationsverlaufes bei Atmosphärendruck
(ISO 3405:2011)

Petroleum products —
Determination of distillation characteristics at atmospheric
pressure
(ISO 3405:2011)

Produits pétroliers —
Détermination des caractéristiques de distillation à pression
atmosphérique
(ISO 3405:2011)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. Dezember 2010 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 Management-Zentrum des CEN-CENELEC 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prüfgerät	6
6 Probenahme	15
7 Vorbereitung des Prüfgerätes	17
8 Geräteüberprüfung	19
9 Durchführung — manuelle Arbeitsweise	20
10 Durchführung mit automatisierten Prüfgeräten	23
11 Berechnungen	24
12 Angabe der Ergebnisse	27
13 Präzision (manuelle Durchführung)	28
14 Präzision (Durchführung mit Siedeautomaten)	30
15 Prüfbericht	32
Anhang A (normativ) Anforderungen an Thermometer	33
Anhang B (normativ) Bestimmung der Nacheilung von Temperaturfühlern	34
Anhang C (normativ) Bestimmung von festgelegten Destillationsdaten	35
Anhang D (informativ) Beispiele für Berechnungen	37
Anhang E (informativ) Nachbildung von Fadenfehlern	40
Anhang F (informativ) Beispiele für einen Prüfbericht	41

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 3405:2011) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and lubricants“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juli 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2011 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 3405:2000.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 3405:2011 wurde vom CEN als EN ISO 3405:2011 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Laborprüfverfahren zur Bestimmung des Destillationsverlaufes von aus Erdöl gewonnenen niedrig siedenden Fraktionen und Mitteldestillaten mit einem Destillationsbeginn über 0 °C und einem Destillationsendpunkt unter etwa 400 °C mittels manuellen als auch automatischen Prüfgeräten fest.

Niedrig siedende Fraktionen sind üblicherweise Kraftstoffe, Kraftstoffe mit einem Ethanolgehalt von bis zu 10 % (V/V), sowie Flugzeugbenzine. Mitteldestillate sind üblicherweise Flugturbinenkraftstoffe, Kerosin, Diesel mit Gehalten an Fettsäuremethylester (FAME) bis zu 20 % (V/V), Brennstoffe und Schifffahrtbrennstoffe, die keine bedeutenden Rückstandsanteile aufweisen.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieser internationalen Norm wird der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet, um den Volumenanteil in Prozent eines Erzeugnisses 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).

ISO 918, *Volatile organic liquids for industrial use — Determination of distillation characteristics*

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

ISO 4259, *Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test*

ISO 4788:2005, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Zersetzungsbeginn

Thermometerablesung (berichtigt), bei der die ersten Anzeichen thermischer Zersetzung der Flüssigkeit im Kolben auftreten

ANMERKUNG Charakteristische Anzeichen der thermischen Zersetzung sind Nebelbildung und Temperaturschwankungen, die im Allgemeinen einen deutlichen Temperaturabfall zeigen, wenn versucht wird, die Wärmezufuhr nachzuregulieren.

3.2

Trockenpunkt

Thermometerablesung (berichtigt), bei welcher der letzte Tropfen der Flüssigkeit vom tiefsten Punkt des Kolbens verdampft ist, wobei irgendwelche Tropfen oder Flüssigkeitsreste, die an den Wandungen des Kolbens oder am Thermometer haften, unbeachtet bleiben

ANMERKUNG In der Regel wird der Destillationsendpunkt (final boiling point) und nicht der Trockenpunkt verwendet. Die Angabe des Trockenpunktes kann bei Siedegrenzenbenzinen, wie sie in der Farbenindustrie verwendet werden, erfolgen. Der Trockenpunkt wird auch anstelle des Destillationsendpunktes angegeben, wenn die Probe so beschaffen ist, dass der Destillationsendpunkt durchweg nicht die in den Abschnitten 13 oder 14 festgelegten Präzisionsanforderungen erfüllt.

3.3

Destillationsendpunkt

Final boiling point

höchste Thermometerablesung (berichtigt), die während der Prüfung erreicht wird

ANMERKUNG Dies ist üblicherweise nach dem vollständigen Verdampfen der Flüssigkeit vom Kolbenboden der Fall.

3.4

Destillationsbeginn

Thermometerablesung (berichtigt), die beim Abfallen des ersten Destillattropfens vom unteren Ende des Kühlrohres angezeigt wird

3.5

insgesamt verdampfte Menge

Summe aus der aufgefundenen Destillatmenge und dem Destillationsverlust

3.6

Destillationsverlust

Differenz aus eingesetzter Menge (100 % Volumenanteil) und der Gesamtausbeute

3.7

berichtigter Destillationsverlust

auf Normdruck berichtigter Destillationsverlust

3.8

aufgefangene Destillatmenge

Volumenanteil der kondensierten Flüssigkeit, die im Auffangzylinder zu einem beliebigen Zeitpunkt der Destillation beobachtet wird, angegeben in Verbindung mit einer gleichzeitigen Temperaturablesung

ANMERKUNG Die Aufgefangene Destillatmenge wird als Volumenanteil in Prozent der eingesetzten Probenmenge angegeben.

3.9

insgesamt aufgefangene Destillatmenge

größte aufgefangene Destillatmenge nach dieser Internationalen Norm

ANMERKUNG Siehe 9.10.

3.10

Destillationsrückstand

Volumen des Rückstandes nach dieser Internationalen Norm

ANMERKUNG 1 Siehe 9.11.

ANMERKUNG 2 Der Destillationsrückstand wird in Prozent des eingesetzten Probenvolumens angegeben.

3.11

Gesamtausbeute

Summe aus der insgesamt aufgefangenen Destillatmenge und dem Destillationsrückstand im Kolben nach dieser Internationalen Norm

ANMERKUNG Siehe 10.1.

3.12

Thermometerablesung

angezeigte Temperatur, gemessen durch das Temperaturmessgerät im gesättigten Dampf im Kolbenhals unterhalb des Dampfableitrohrs, und zwar nach den für dieses Verfahren festgelegten Bedingungen

3.13

Temperaturablesung

auf einen Luftdruck von 101,3 kPa berichtigte Ablesung von einem Thermometer oder von einem anderen Temperaturmessgerät

3.14

Fadenfehler

Abweichung bei der Temperaturanzeige, verursacht durch eine nur zum Teil eintauchende Verwendung eines Quecksilberthermometers der voll eintauchenden Bauart

ANMERKUNG Der herausragende Teil der Quecksilbersäule befindet sich auf einer niedrigeren Temperatur als der eintauchende. Dies führt zu einer niedrigeren Temperaturanzeige im Vergleich zu der Kalibrierung, bei der das Thermometer vollständig eingetaucht wird.

3.15

Temperaturnacheilung

Abweichung in der Temperaturanzeige zwischen einem Quecksilberthermometer und einem elektronischen Temperaturmessgerät, verursacht durch eine unterschiedliche Ansprechzeit der Messsysteme

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird einer von vier Destillationsgruppen zugeordnet, und zwar aufgrund ihrer Zusammensetzung und der erwarteten Flüchtigkeitseigenschaft. Für jede Gruppe sind Anordnung der Prüfgeräte, Kühltemperatur und Betriebskenngrößen definiert. Ein Probenanteil von 100 ml wird unter den entsprechenden, für die gewählte Destillationsgruppe zutreffenden Bedingungen destilliert. Die Destillationstemperaturen mit den zugehörigen kondensierten Destillatmengen werden systematisch erfasst. Der Destillationsrückstand im Kolben wird bestimmt und der Destillationsverlust wird notiert. Die Destillationstemperaturen werden in Bezug auf den Luftdruck berichtigt. Die so ermittelten Werte werden dann mithilfe der der Probenart und den Produktanforderungen entsprechenden Berechnungen eingesetzt.

5 Prüfgerät

5.1 Allgemeines

Typische Anordnungen für manuell zu bedienende Prüfgeräte sind in Bild 1 und Bild 2 gezeigt. Automatisierte Prüfgeräte sind zusätzlich zu den in diesem Abschnitt beschriebenen Komponenten mit einer automatisierten Messung und Aufzeichnung für die Dampftemperatur sowie mit einer Aufzeichnungseinrichtung für das zur Temperaturablesung zuzuordnende im Auffangzylinder aufgefangene Volumen ausgestattet.

Automatische Apparaturen, die 1999 oder später hergestellt wurden, müssen für den Fall eines Feuers mit einer automatischen Stromabschaltung sowie mit einer Vorrichtung zur Zufuhr von Inertgas oder Dampf in die Kammer mit dem Destillierkolben ausgerüstet sein.

ANMERKUNG Ursachen für den Ausbruch von Feuer können zum Beispiel Glasbruch des Destillierkolbens, elektrischer Kurzschluss, Schaumbildung oder Leckagen aus der oberen Öffnung des Destillierkolbens sein.

5.2 Destillierkolben

Destillierkolben mit einem Nennvolumen von 125 ml, hergestellt aus hitzebeständigem Glas, mit den Maßen und Toleranzen nach Bild 3.

ANMERKUNG Für Prüfungen, die den Trockenpunkt festlegen, sind besonders ausgewählte Kolben mit einheitlicher Wanddicke von Boden und Seitenwandung erwünscht.

5.3 Kühlrohr und Kühlbad

5.3.1 Typische Ausführungen von Kühlrohr und Kühlbad sind in Bild 1 und Bild 2 gezeigt. Prüfgeräte anderer Bauart dürfen benutzt werden, wenn die mit ihnen erzielten Prüfergebnisse mit denen korrelieren, die bei Verwendung der in Bild 1 und 2 gezeigten Prüfgeräte erhalten werden, und wenn die Präzisionsanforderungen nach den Abschnitten 13 oder 14 erfüllt werden.

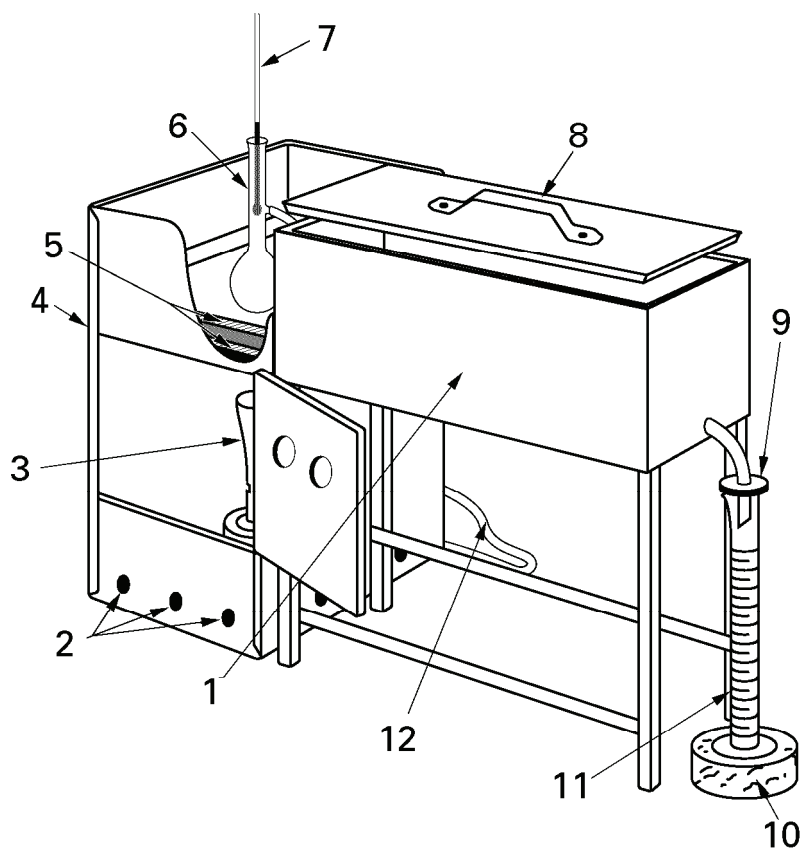
5.3.2 Das Kühlrohr muss aus einem nahtlosen, korrosionsbeständigen Metallrohr bestehen mit einer Länge von $560 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$, einem Außendurchmesser von 14 mm und einer Wanddicke von 0,8 mm bis 0,9 mm.

ANMERKUNG Kupferzinklegierung (Bronze) oder nichtrostender Stahl sind geeignete Werkstoffe.

5.3.3 Das Kühlrohr muss so ausgelegt sein, dass $393 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ seiner Länge Kontakt mit dem Kühlmittel haben, wobei das obere Ende $50 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ und das untere Ende $114 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ aus dem Kühlbad herausragen. Der Neigungswinkel des oberen Kühlrohrteils muss 75° zur Senkrechten betragen. Innerhalb des Kühlbades muss das Kühlrohr geradlinig oder gleichmäßig gekrümmt verlaufen. Der mittlere Gradient muss $15^\circ \pm 1^\circ$ zur Waagerechten betragen, und kein Abschnitt von 100 mm darf einen Gradienten außerhalb des Bereiches $15^\circ \pm 3^\circ$ besitzen. Das untere Kühlrohrteil muss auf eine Länge von 76 mm nach unten gekrümmt und am unteren Ende spitzwinklig abgeschnitten sein. Es muss sichergestellt werden, dass das Destillat ohne Störung an der Wand des Auffangzylinders herunterfließen kann. Bild 4 zeigt das untere Ende des Kühlrohres.

Das Herunterfließen des Destillats an der Wand des Messzylinders kann entweder durch einen Tropfenablenker, der in den Auffang eingeführt wird, oder dadurch erreicht werden, dass das abwärts in den Auffang weisende Ende etwas nach rückwärts gebogen ist, so dass dessen Spitze für die Aufnahme des Destillats an einem Punkt zwischen 25 mm bis 32 mm unterhalb des oberen Randes des Auffangzylinders die Innenwand des Auffangzylinders berührt.

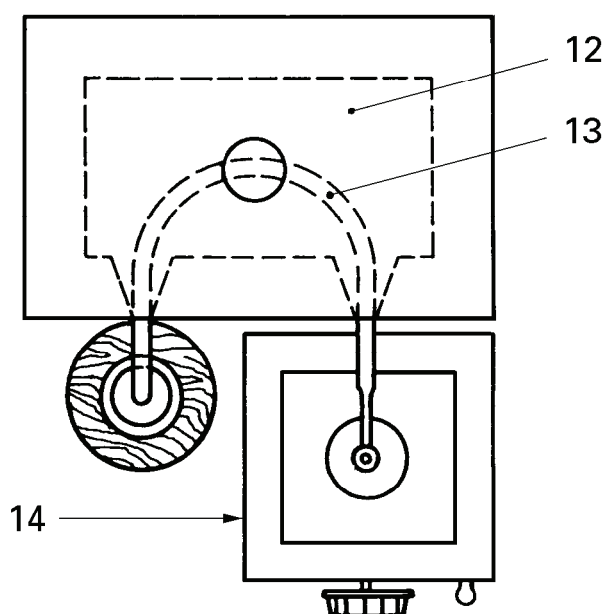
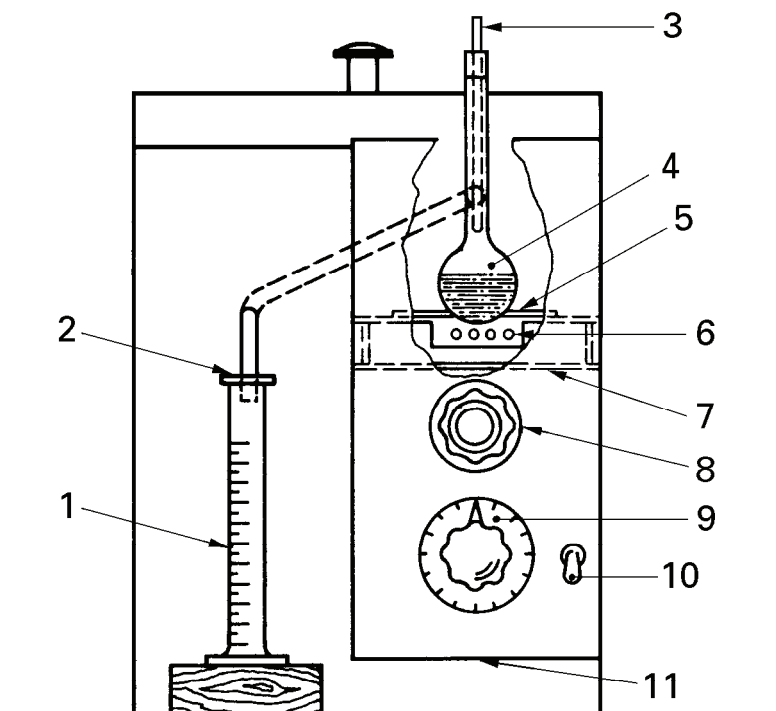
5.3.4 Das Fassungsvermögen und die Bauart des Kühlbades hängen vom verwendeten Kühlmittel ab. Das Kühlvermögen des Kühlbades muss so ausgelegt sein, dass die für die gewünschte Kühlerleistung erforderliche Temperatur eingehalten wird. Ein Kühlbad darf für mehrere Kühlrohre verwendet werden.



Legende

- | | |
|----------------------|-----------------|
| 1 Kühlbad | 7 Thermometer |
| 2 Luftzufuhr | 8 Kühlbaddeckel |
| 3 Brenner | 9 Filterpapier |
| 4 Schutzgehäuse | 10 Halterung |
| 5 feuerfeste Platten | 11 Messzylinder |
| 6 Destillierkolben | 12 Gasleitung |

Bild 1 — Anordnung des Prüfgerätes mit Gasbrenner

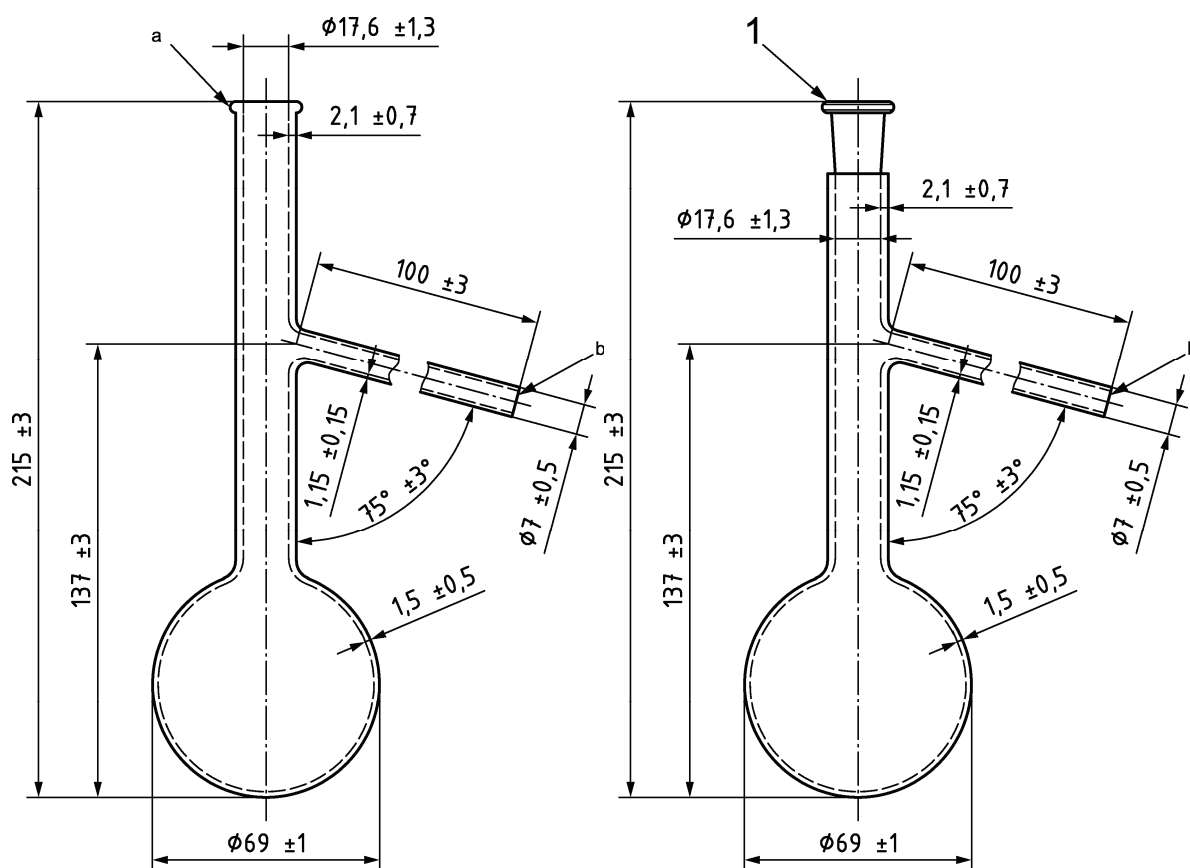


Legende

- | | | | |
|---|-----------------------|----|---------------------------------------|
| 1 | Auffangzylinder | 8 | Einstellknopf für die Kolbenhalterung |
| 2 | Filterpapier | 9 | Heizungsregler |
| 3 | Thermometer | 10 | Schalter |
| 4 | Destillierkolben | 11 | Schutzgehäuse mit offenem Boden |
| 5 | Platte für den Kolben | 12 | Kühlbad |
| 6 | elektrische Heizung | 13 | Kühlrohr |
| 7 | Kolbenhalterung | 14 | Schutzgehäuse |

Bild 2 — Anordnung des Prüfgerätes mit Elektroheizung

Maße in Millimeter



Legende

- 1 19/22 oder 19/26
a verstärkter Flansch
b feuerpoliert

Bild 3 — 125 ml Destillierkolben mit alternativer Ausführung für den Kolbenhals

Maße in Millimeter

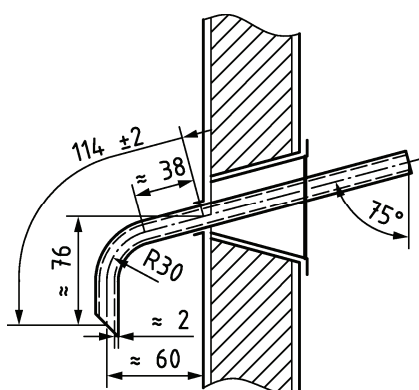


Bild 4 — Unteres Ende des Kühlrohres