

Straßenfahrzeuge

Bremsflüssigkeit auf Glykolbasis**DIN**
ISO 4925

Road vehicles — Non-petroleum base brake fluid
Véhicules routiers — Liquide de frein à base non pétrolière

Die Internationale Norm ISO 4925, Ausgabe September 1978, ist in diese Deutsche Norm unverändert übernommen.

Nationales Vorwort

Diese Norm wurde von der Arbeitsgruppe 3 des ISO/TC 22/SC 2 „Bremsanlagen“ erarbeitet und im September 1978 als ISO-Norm 4925 veröffentlicht. In der Arbeitsgruppe 3 wurden die deutschen Interessen vom Spiegelausschuß 22/2/3 des Normenausschusses Kraftfahrzeuge (FAKRA) vertreten.

Der Text der Internationalen Norm ISO 4925 enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die entsprechenden Größen in alten, nicht mehr zugelassenen Einheiten (cSt).

Da nach DIN 820 Teil 15 eine ISO-Norm nur unverändert als DIN-ISO-Norm übernommen werden darf, mußten auch diese Einheiten in die vorliegende Norm übernommen werden. Es wird jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen, daß die Anwendung dieser Einheiten im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr auf Grund des Gesetzes über Einheiten im Meßwesen vom 2. Juli 1969 nicht zulässig ist. Diese Einheiten dienen lediglich als Hilfsstellung im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die noch mit diesen Einheiten arbeiten.

Fortsetzung Seite 2 bis 24

Normenausschuß Kraftfahrzeuge (FAKRA) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

Deutsche Übersetzung

Falls bei Verhandlungen mit englisch oder französisch sprechenden Partnern Zweifelsfälle auftreten, ist die entsprechende Original-Fassung der internationalen Norm heranzuziehen.

Vorwort

Die ISO (Internationale Normungsorganisation) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von einem Technischen Komitee verabschiedeten Entwürfe für internationale Normen werden den Mitglieds Körperschaften zunächst zur Genehmigung vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Norm angenommen werden.

Die Internationale Norm ISO 4925 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 22 „Straßenfahrzeuge“ aufgestellt und am 1976-06-03 an die Mitglieds Körperschaften gesendet.

Sie wurde von den Mitglieds Körperschaften der folgenden Länder angenommen:

Australien	Italien	Österreich
Belgien	Japan	Polen
Brasilien	Jugoslawien	Schweden
Chile	Korea, Republik	Schweiz
Deutschland	Mexiko	Tschechoslowakei
Frankreich	Niederlande	Ungarn
Iran	Neuseeland	Vereinigtes Königreich

Folgende Länder lehnten sie aus technischen Gründen ab:

Südafrika
Vereinigte Staaten

Inhalt

	Seite		Seite
1 Zweck	3	6.3 pH-Wert	8
2 Anwendungsbereich	3	6.4 Flüssigkeitsstabilität	8
3 Verweis auf andere Normen	3	6.5 Korrosion	8
4 Materialien	4	6.6 Flüssigkeitsgrad und Aussehen bei tiefen Temperaturen	9
5 Anforderungen	4	6.7 Verdampfung	9
5.1 Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt	4	6.8 Wasserverträglichkeit	10
5.2 Viskosität	4	6.9 Verträglichkeit	10
5.3 pH-Wert	4	6.10 Oxidationsbeständigkeit	10
5.4 Stabilität der Flüssigkeit	4	6.11 Auswirkung auf Gummi	10
5.5 Korrosion	4	6.12 Simuliertes Betriebsverhalten	11
5.6 Flüssigkeitsgrad und Aussehen bei tiefen Temperaturen	5		
5.7 Verdampfung	5	Anhänge	
5.8 Wasserverträglichkeit	5	A ISO-Bremsmanschetten aus Styrol-Butadien-Gummi (SBR) zur Prüfung von Bremsflüssigkeit gemäß ISO 4925	16
5.9 Verträglichkeit	5	B ISO-Korrosionsprüfstreifen	20
5.10 Oxidationsbeständigkeit	5	C ISO-Bremsmanschetten aus Naturgummi zur Prüfung von Bremsflüssigkeit gemäß ISO 4925	21
5.11 Auswirkung auf Gummi	5	D Deckkrafttafel	23
5.12 Simuliertes Betriebsverhalten	5	E Anordnung der Korrosionsstreifen	24
6 Prüfverfahren	6		
6.1 Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt	6		
6.2 Viskosität	7		

1 Zweck

Diese internationale Norm setzt Eigenschaften und Prüfverfahren für Bremsflüssigkeit fest, die nicht auf Kohlenwasserstoffen basiert und für hydraulische Bremsanlagen von Straßenfahrzeugen verwendet wird.

2 Anwendungsbereich

Die beschriebene Bremsflüssigkeit ist für hydraulische Bremsanlagen von Straßenfahrzeugen mit Manschetten und Dichtungen oder doppellippigen Stopfbuchsdichtungen aus Naturgummi (NR), Styrol-Butadien-Gummi (SBR) und Ethylen-Propylen-Elastomer (EP) gedacht; diese Bremsflüssigkeit ist für Gebrauch unter arktischen Bedingungen nicht gedacht.

3 Verweis auf andere Normen

ISO 37	Rubber, vulcanized — Determination of tensile stress-strain properties Gummi, vulkanisiert — Bestimmung der Zugfestigkeitseigenschaften
ISO 48	Vulcanized rubbers — Determination of hardness (hardness between 30 and 85 IRHD) Gummi, vulkanisiert — Bestimmung der Härte (Härte zwischen 30 und 85 IRHD)
ISO/R 301	Zinc alloy ingots Barren aus Zinklegierung
ISO/R 812	Method of test for temperature limit of brittleness for vulcanized rubbers Prüfmethoden zur Ermittlung der Temperatur-Grenzen für die Sprödigkeit von vulkanisiertem Gummi

ISO 815	Vulcanized rubbers — Determination of compression set under constant deflection at normal and high temperatures Vulkanisierter Gummi — Bestimmung des Druckverformungsrestes unter konstanter Verformung bei normalen und hohen Temperaturen
ISO 1250	Mineral solvents for paints — White spirits and related hydrocarbon solvents Mineral. Lösungsmittel für Farben — Testbenzin und verwandte Kohlenwasserstoffe
ISO 1817	Vulcanized rubbers — Resistance of liquids — Methods of test Vulkanisierte Gummi — Beständigkeit gegen Flüssigkeiten — Prüfmethode
ISO 3104	Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity Petroleumprodukte — Transparente und lichtundurchlässige Flüssigkeit — Bestimmung der kinematischen Viskosität und Berechnung der dynamischen Viskosität
ISO 4926	Road vehicles — Hydraulic brake systems — Non-petroleum base reference fluids Straßenfahrzeuge — Hydraulische Bremsanlagen — Referenzflüssigkeit auf Glykolbasis
ASTM D 91	Test for precipitation number of lubricating oils Prüfung der Ausscheidungen von Schmierölen

- ASTM D 664 Test for neutralization number by potentiometric titration
Prüfung der Neutralisationszahl durch potentiometrischer Titrierung
- ASTM D 865 Test for rubber deterioration by heating in a test tube
Prüfung der Gummischädigung durch Erhitzen in einem Prüfrohr
- ASTM D 1120 Test for boiling point of engine antifreezes
Prüfung des Siedepunktes von Frostschutzmitteln für Motoren
- ASTM D 1123 Test for water in engine coolant concentrate by the iodine reagent method
Prüfung des Wassergehaltes von Motoren-Kühlmittelkonzentrat durch die Jod-Reagenz-Methode
- ASTM D 3182 Recommended practice for rubber – Materials, equipment and procedures for mixing standard compounds and preparing standard vulcanized sheets
Empfohlene Praxis für Gummi – Materialien, Ausrüstung und Verfahren für die Mischung genormter Bestandteile und Herstellung genormter vulkanisierter Platten
- ASTM D 3185 Rubber – Evaluation of SBR (styrene-butadiene copolymers) including mixtures with oil
Gummi – Bewertung von SBR (Styrol-Butadiene Copolymer) einschließlich den Mischungen mit Öl
- ASTM E 298 Assay of organic peroxides
Prüfung organischer Peroxide

Anmerkung: Die ASTM-Normen werden durch ISO-Normen ersetzt, sobald diese verfügbar sind.

4 Materialien

Die Qualität der verwendeten Materialien muß so sein, daß das sich ergebende Produkt den Anforderungen dieser internationalen Norm genügt und einheitliches Verhalten gewährleistet. Wenn Farbstoffe verwendet werden, dann müssen diese so sein, daß sich als resultierende Farbe weder rot noch grün ergibt. Bei visueller Begutachtung muß die Flüssigkeit klar und frei von Schwebestoffen, Schmutz und Ablagerungen sein.

5 Anforderungen

5.1 Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt (Equilibrium reflux boiling point (ERBP))

5.1.1 Bremsflüssigkeit muß bei Prüfung nach Abschnitt 6.1.1 einen Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt nicht unter 205 °C aufweisen. (Siehe auch Abschnitte 6.1.4 und 6.1.5.)

5.1.2 Nasser Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt 1)

Bremsflüssigkeit muß bei Prüfung nach Abschnitt 6.1.6 einen nassen Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt nicht unter 140 °C aufweisen.

5.2 Viskosität

Bremsflüssigkeit muß bei Prüfung nach Abschnitt 6.2 die folgenden kinematischen Viskositäten aufweisen:

5.2.1 Bei -40 °C

Nicht über 1500 mm²/s (1500 cSt).

5.2.2 Bei 100 °C

Nicht unter 1,5 mm²/s (1,5 cSt).

5.3 pH-Wert

Bremsflüssigkeit muß bei Prüfung nach Abschnitt 6.3 einen pH-Wert nicht unter 7,0 und nicht über 11,5 aufweisen.

5.4 Stabilität der Flüssigkeit

5.4.1 Stabilität bei hoher Temperatur

Bei Prüfung nach Abschnitt 6.4 darf sich der Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt der Bremsflüssigkeit um maximal 3 °C und für jedes Grad Erhöhung des Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunktes über 225 °C um weitere 0,05 °C ändern.

5.4.2 Chemische Stabilität

Bei Prüfung nach Abschnitt 6.4.2 darf das Prüfflüssigkeitsgemisch keine chemische Veränderung aufweisen, die sich durch einen Rückgang der registrierten Temperatur um mehr als 2,0 °C zeigt.

5.5 Korrosion

Bei Prüfung nach Abschnitt 6.5 darf Bremsflüssigkeit zu keiner Korrosion führen, die größer ist als in der Tabelle angegeben. Die Metallstreifen dürfen außerhalb des Bereiches, in dem die Streifen in Kontakt sind, nicht so stark narbig oder rauh sein, daß dies mit dem normal-sichtigen Auge erkennbar wäre, Fleckenbildung oder Verfärbung ist jedoch zulässig.

Korrosionsprüfstreifen und Änderung der Masse

Prüfstreifen *)	maximal zulässige Änderung der Masse mg/cm ² Oberfläche
Verzinntes Stahlblech	0,2
Stahl	0,2
Aluminium	0,1
Gußeisen	0,2
Kupfer-Zink-Legierung	0,4
Kupfer	0,4
Zink	0,4
*) Siehe Anhang B	

Die Mischung aus Flüssigkeit und Wasser darf am Ende der Prüfung keine Gelierung bei (23 ± 5) °C aufweisen. Kristalline Ablagerungen dürfen sich nicht bilden und an der Glasgefäßwandung oder der Oberfläche der Metallstreifen haften. Die Mischung aus Flüssigkeit und Wasser darf höchstens 0,10 % (Volumenanteil) Sediment enthalten. Der pH-Wert der Mischung aus Flüssigkeit und Wasser darf nicht unter 7,0 und nicht über 11,5 liegen.

Die Gummimanschetten dürfen am Ende der Prüfung keine Zersetzungserscheinungen wie Blasen oder Schorfbildung, erkennbar durch Rußabscheidung an der Oberfläche der Gummimanschette, aufweisen. Die Härte der Gummimanschetten darf um nicht mehr als 15 IRHD zurückgehen, der Grunddurchmesser darf nicht mehr als 1,4 mm zunehmen und die Volumenzunahme darf nicht mehr als 16 % betragen.

1) Der Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt wird durch Dampfblasenmessungen ersetzt, sobald ein angemessenes Prüfverfahren zur Verfügung steht.

5.6 Flüssigkeitsgrad und Aussehen bei tiefen Temperaturen

5.6.1 Bei -40 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.6.1 müssen die schwarzen Kontrastlinien auf einer Deckkrafttafel bei Betrachtung durch die Flüssigkeit in der Probenflasche deutlich erkennbar sein. Die Flüssigkeit muß frei sein von Schichtung oder Sedimentation und nach Umdrehung der Probenflasche muß die Luftblase den Flüssigkeitsspiegel in nicht mehr als 10 s erreichen.

5.6.2 Bei -50 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.6.2 müssen die schwarzen Kontrastlinien auf einer Deckkrafttafel bei Betrachtung durch die Flüssigkeit in der Probenflasche deutlich erkennbar sein. Die Flüssigkeit muß frei sein von Schichtung oder Sedimentation und nach Umdrehung der Probenflasche muß die Luftblase den Flüssigkeitsspiegel in nicht mehr als 35 s erreichen.

5.7 Verdampfung

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.7 darf der Verdampfungsverlust nicht mehr als 80 Gewichtsprozent betragen. Der Bremsflüssigkeitsrückstand nach Verdampfung muß frei sein von Ausscheidungen, die beim Reiben mit der Fingerspitze körnig oder scharfkantig bleiben. Der Stockpunkt des Rückstandes muß unter -5 °C liegen.

5.8 Wasserverträglichkeit

5.8.1 Bei -40 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.8.1 müssen die schwarzen Kontrastlinien auf einer Deckkrafttafel bei Betrachtung durch die Flüssigkeit in der Zentrifugenröhre deutlich erkennbar sein. Die Flüssigkeit muß frei sein von Schichtung oder Sedimentation. Nach Umdrehung der Zentrifugenröhre muß die Luftblase den Flüssigkeitsspiegel in nicht mehr als 10 s erreichen.

5.8.2 Bei 60 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.8.2 muß die Bremsflüssigkeit frei von Schichtung sein und die Sedimentation darf nach Zentrifugierung nicht mehr als 0,05 % (Volumenanteil) bei einer Eignungsprüfung oder 0,15 % (Volumenanteil) bei der Prüfung einer kommerziell abgefüllten Flüssigkeit betragen.

5.9 Verträglichkeit

5.9.1 Bei -40 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.9.1 müssen die schwarzen Kontrastlinien auf einer Deckkrafttafel bei Betrachtung durch die Flüssigkeit in der Zentrifugenröhre deutlich erkennbar sein. Die Flüssigkeit muß frei sein von Schichtung oder Sedimentation.

5.9.2 Bei 60 °C

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.9.2 muß die Flüssigkeit frei von Schichtung sein und die Sedimentation darf nach Zentrifugierung nicht über einem Volumenanteil von 0,05 % liegen.

5.10 Oxidationsbeständigkeit

Bei Prüfung von Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.10 dürfen die Metallstreifen außerhalb des Bereiches, der mit der Zinnfolie in Berührung ist, nicht so stark narbig oder rauh sein, daß es mit dem normalsichtigen Auge erkennbar wäre, aber Fleckenbildung oder Verfärbung ist zulässig. Auf den Prüfstreifen außerhalb der Bereiche,

die mit der Zinnfolie in Berührung sind, darf höchstens eine Spur klebriger Masse abgelagert sein. Die Massenänderung der Aluminiumstreifen darf nicht mehr als 0,05 mg/cm² betragen und die der Gußeisenstreifen nicht mehr als 0,3 mg/cm².

5.11 Auswirkung auf Gummi

5.11.1 Styrol-Butadien-Gummi-Bremsmanschetten, die Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.11.1 ausgesetzt wurden, dürfen nicht härter geworden sein, die Härte darf nicht um mehr als 10 IRHD zurückgegangen sein und es darf keine Zersetzungserscheinungen geben, wie Blasen oder Schorfbildung, erkennbar an Rußabsonderung an der Oberfläche der Gummimanschette. Die Zunahme des Durchmessers der Manschettenbasis muß mindestens 0,15 mm, aber nicht mehr als 1,4 mm betragen. Die Volumenänderung darf nicht unter 1 % und nicht über 16 % liegen.

5.11.2 Styrol-Butadien-Gummi-Bremsmanschetten, die Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.11.2 ausgesetzt wurden, dürfen nicht härter geworden sein, die Härte darf nicht um mehr als 15 IRHD zurückgegangen sein und es darf keine Zersetzungserscheinungen geben, wie Blasen oder Schorfbildung, erkennbar an Rußabsonderung an der Oberfläche der Gummimanschette. Die Zunahme des Durchmessers der Manschettenbasis muß mindestens 0,15 mm, aber nicht mehr als 1,4 mm betragen. Die Volumenänderung darf nicht unter 1 % und nicht über 16 % liegen.

5.11.3 Natur-Gummi-Bremsmanschetten, die Bremsflüssigkeit nach Abschnitt 6.11.3 ausgesetzt wurden, dürfen nicht härter geworden sein, die Härte darf nicht um mehr als 10 IRHD zurückgegangen sein und es darf keine Zersetzungserscheinungen geben, wie übermäßige Blasen oder Schorfbildung, erkennbar an Rußabsonderung an der Oberfläche der Gummimanschette. Die Zunahme des Durchmessers der Manschettenbasis muß mindestens 0,15 mm, aber nicht mehr als 1,4 mm betragen. Die Volumenänderung darf nicht unter 1 % und nicht über 16 % liegen.

5.12 Simuliertes Betriebsverhalten

Bremsflüssigkeit muß bei Prüfung nach Abschnitt 6.12 den folgenden Leistungsanforderungen genügen:

5.12.1 Metallteile müssen frei sein von Korrosion und so starker Narbenbildung, daß dies mit dem normalsichtigen Auge erkennbar wäre, Fleckenbildung oder Verfärbung ist jedoch zulässig.

5.12.2 Der Ausgangsdurchmesser eines Zylinders oder Kolbens darf sich während der Prüfung nicht mehr als 0,13 mm verändern.

5.12.3 Bei Gummimanschetten darf die Härte um nicht mehr als 15 IRHD zurückgehen und sie dürfen sich nicht in einem unbefriedigenden Betriebszustand befinden in Form eines Übermaßes an Riefenbildung, Abrieb, Blasenbildung, Rißbildung, Abrieb (Rückenverschleiß) oder Formänderung, bezogen auf das ursprüngliche Aussehen.

5.12.4 Der Grunddurchmesser der Gummimanschetten darf nicht um mehr als 0,9 mm zunehmen.

5.12.5 Die durchschnittliche Änderung des Lippenpreßsitzes aller geprüfter Gummimanschetten darf nicht mehr als 65 % betragen.

5.12.6 Während jeder Periode von 24 000 Hüben darf der Volumenverlust an Flüssigkeit nicht mehr als 36 ml betragen.

5.12.7 Die Zylinderkolben dürfen während der Prüfung nicht fressen oder unsachgemäß arbeiten.

5.12.8 Während der letzten 100 Hübe am Ende der Prüfung darf der Volumenverlust an Flüssigkeit nicht mehr als 36 ml betragen.

5.12.9 Die Flüssigkeit darf am Ende der Prüfung nicht in unbefriedigendem Betriebszustand sein, wie erkennbar an Schlamm- und Gelierung oder scharfkantiger Körnigkeit, und die Sedimentation darf nach Zentrifugierung nicht mehr als 1,5 % (Volumenanteil) betragen.

5.12.10 Während der Prüfung darf an Bremszylinderwänden und anderen Metallteilen höchstens eine Spur klebriger Masse abgelagert werden. Der Bremszylinder muß frei von Ablagerungen sein, die scharfkantig sind oder durch Reiben mit einem mit Äthanol befeuchteten Tuch nicht entfernt werden können.

6 Prüfverfahren

6.1 Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt (siehe Bild 1 und Bild 2)

6.1.1 Der Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt der Flüssigkeit wird bestimmt nach ASTM D 1120, mit folgenden Ausnahmen bei den zu verwendenden Geräten:

- Thermometer, 76 mm Eintauchtiefe, geeicht;
- Wärmequelle: Zu verwenden ist entweder ein geeigneter regelbarer Heizmantel, der zu dem Kolben paßt oder ein elektrisches Heizgerät mit rheostatischer Heizregelung. Die Wärmequelle muß diejenige Wärme liefern können, die für die vorgeschriebenen Heiz- und Rückflußgeschwindigkeiten erforderlich ist.

6.1.2 Vorbereitung des Geräts

Alle Glasteile vor Gebrauch gut säubern und trocknen. Den Kolben am Kühler anbringen. Bei Verwendung eines Heizmantels den Mantel unter dem Kolben anbringen und mit einer geeigneten Ringklemme und einem Laborstativ abstützen; das ganze mit einer Klemme halten.

Wenn ein rheostatisch geregeltes Heizgerät verwendet wird, dann eine übliche feuerfeste Platte aus Porzellan oder Hartasbest mit einer Öffnung mit geeignetem Durchmesser (32 bis 38 mm) über dem Heizelement des elektrischen Heizgerätes zentrieren und den Kolben so auf der feuerfesten Platte anordnen, daß der Kolben nur über die Öffnung in der feuerfesten Platte direkt beheizt wird.

Anmerkung: Das ganze an eine Stelle bringen, die frei von Zugluft oder sonstigem ist, das zu plötzlichen Temperaturänderungen führen kann.

6.1.3 Verfahren

Nachdem alles bereit ist, dem Kühler Wasser zuleiten und den Kolben so stark erhitzen, daß die Flüssigkeit in (10 ± 2) Minuten mit einer Geschwindigkeit über 1 Tropfen pro Sekunde rückfließt. Die Rückflußgeschwindigkeit darf 5 Tropfen pro Sekunde nicht überschreiten. Dann sofort die Heizung so einstellen, daß in den nächsten (5 ± 2) Minuten die vorgeschriebene Gleichgewichts-Rückfluß-Geschwindigkeit von 1 bis 2 Tropfen pro Sekunde vorliegt. Weitere 2 Minuten lang eine konstante Gleichgewichts-Rückfluß-Geschwindigkeit von 1 bis 2 Tropfen pro Sekunde halten; den Durchschnitt von 4 Temperaturmeßwerten in Abständen von 30 s als Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt notieren.

6.1.4 205- und 232-°C-Flüssigkeiten

Den Siedepunkt auf 1 °C genau berichten. Doppelversuche, die auf 1 °C übereinstimmen, kommen zur Mittelung in Frage (95 % Aussagewahrscheinlichkeit).

6.1.4.1 Wiederholbarkeit (ein Analytiker)

Die Standardabweichung von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von demselben Analytiker an verschiedenen Tagen erzielt werden, wurde mit 0,4 °C bei 72 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 1,5 °C unterscheiden.

6.1.4.2 Vergleichbarkeit (mehrere Laboratorien)

Die Standardabweichung von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von Analytikern in verschiedenen Laboratorien erzielt werden, wurde mit 1,8 °C bei 17 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 5 °C unterscheiden.

6.1.5 288-°C-Flüssigkeit

Den Siedepunkt auf 1 °C genau berichten. Doppelversuche, die auf 3 °C übereinstimmen, kommen zur Mittelung in Frage (95 % Aussagewahrscheinlichkeit).

6.1.5.1 Wiederholbarkeit (ein Analytiker)

Die Standardabweichung von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von demselben Analytiker an verschiedenen Tagen ermittelt werden, wurde mit 1,3 °C bei 34 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 4 °C unterscheiden.

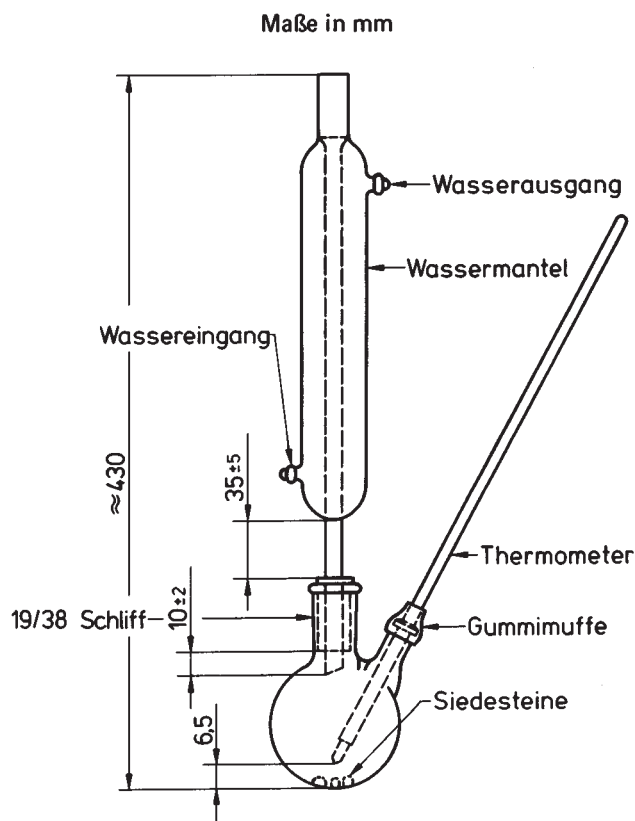


Bild 1. Prüfgerät für Siedepunkt

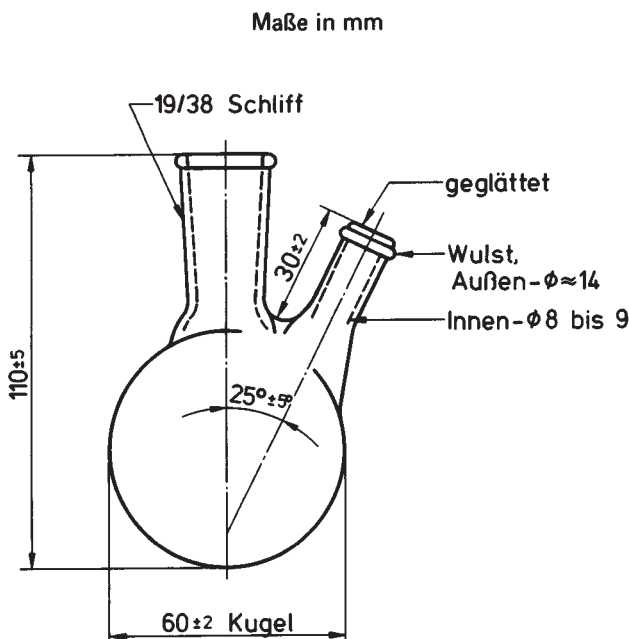


Bild 2. Einzelheiten des 100 ml Kolbens mit kurzem Hals

6.1.5.2 Vergleichbarkeit (mehrere Laboratorien)

Die Standardabweichung von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von Analytikern in verschiedenen Laboratorien erzielt werden, wurde mit 3,5 °C bei 15 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 10,5 °C unterscheiden.

6.1.6 Naß-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt

6.1.6.1 Gerät

6.1.6.1.1 Gefäße für die Korrosionsprüfung ²⁾

Vier Korrosionsprüfgefäße oder gleichwertige zylindrische Glasgefäße mit Schraubgewinde, jeweils mit einem Fassungsvermögen von ungefähr 475 ml, ungefähr mit den Innenabmessungen 100 mm Höhe auf 75 mm Durchmesser und mit passenden Deckeln, die jeweils über neue saubere Einlagen verfügen, welche wasserdampfdicht abdichten.

6.1.6.1.2 Exsikkator und Deckel

Vier schalenförmige Glasexsikkatoren mit einem Innendurchmesser von 250 mm und mit passenden Deckeln mit Stützen, die über Gummistopfen Nr 8 verfügen (siehe Bild 3).

6.1.6.1.3 Exsikkatorplatte

Vier durchlöchernte Porzellan-Exsikkatorplatten mit 230 mm Durchmesser; ohne Beine, auf einer Seite glasiert.

6.1.6.2 Den Naß-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt von Bremsflüssigkeiten bestimmen, indem Doppelproben gemäß dem folgenden Verfahren untersucht werden (siehe Bild 3).

Eine 100 ml Probe der Bremsflüssigkeit wird unter kontrollierten Bedingungen befeuchtet; 100 ml Vergleichsflüssigkeit (siehe ISO 4926) werden zur Festlegung des Befeuchtungsendpunktes verwendet. Nach Befeuchtung werden der Wassergehalt und der Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt der Bremsflüssigkeit bestimmt.

Den Glasschliff des Exsikkators schmieren. In jeden Exsikkator (450 ± 25) g Ammoniumsulfat geben und

(125 ± 10) ml destilliertes Wasser zusetzen. Die Oberfläche des Salzbreies muß innerhalb (45 ± 7) mm von der oberen Fläche der Exsikkatorplatte liegen. Die Exsikkatoren an eine Stelle bringen, an der die Temperatur während der Befeuchtung auf (23 ± 2) °C geregelt ist. Die Exsikkatoren mit dem Salzbrei stehen lassen und vor Gebrauch mindestens 12 Stunden lang mit aufgesetzten Deckeln und Stopfen konditionieren. Für jede Prüfung frischen Salzbrei verwenden.

6.1.6.3 (100 ± 1) ml Bremsflüssigkeit in ein Korrosionsprüfgefäß gießen. Das Gefäß sofort in einen Exsikkator geben. Eine weitere Probe genauso vorbereiten und außerdem zwei gleiche Proben Vergleichsflüssigkeit. Bei Beginn der Prüfung den Wassergehalt der Vergleichsflüssigkeit auf (0,50 ± 0,05) % (Gewichtsanteile) einstellen. In Abständen den Gummistopfen oben an den Exsikkatoren mit Vergleichsflüssigkeit abnehmen. Mit einer Spritze mit langer Nadel jedem Gefäß eine Probe von nicht mehr als 2 ml entnehmen und ihren Wassergehalt bestimmen. Während der Befeuchtung jeder Bezugsprobe höchstens 10 ml Flüssigkeit entnehmen. Sobald der Wassergehalt der Vergleichsflüssigkeit (3,50 ± 0,05) % (Gewichtsanteile) (Mittelwert der Doppelproben) erreicht hat, die beiden Proben Prüfungsflüssigkeit aus den Exsikkatoren nehmen und die Gefäße sofort dicht verschließen. Den Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt dieser Proben nach den Abschnitten 6.1.1 bis 6.1.3 bestimmen. Wenn die beiden Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkte auf 4 °C übereinstimmen, dann den Naß-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt durch Mittelung bestimmen; wenn dies nicht der Fall ist, das Ganze wiederholen und zur Bestimmung des Naß-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunktes der Bremsflüssigkeit die vier einzelnen Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkte mitteln. Alle Messungen des Wassergehaltes sind nach ASTM D 1123-73 durchzuführen.

6.2 Viskosität

6.2.1 Die kinematische Viskosität der Flüssigkeit nach ISO 3104 bestimmen.

6.2.2 Die Viskosität auf 1 mm²/s bei -40 °C und auf 0,01 mm²/s bei +100 °C genau festhalten. Doppelversuche, die auf 1,2 % relativ übereinstimmen, kommen zur Mittelung in Frage (95 % Aussagewahrscheinlichkeit).

6.2.2.1 Wiederholbarkeit (ein einziger Analytiker)

Der Variationskoeffizient von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von demselben Analytiker an verschiedenen Tagen erzielt werden, wurde mit 0,4 % bei 47 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 1,2 % unterscheiden.

6.2.2.2 Vergleichbarkeit (mehrere Laboratorien)

Der Variationskoeffizient von Ergebnissen (jeweils der Mittelwert von Doppelversuchen), die von Analytikern in verschiedenen Laboratorien erzielt werden, wurde mit 1,0 % bei 15 Freiheitsgraden bestimmt. Zwei derartige Werte sind als unsicher zu betrachten (95 % Aussagewahrscheinlichkeit), wenn sie sich um mehr als 3,0 % unterscheiden.

²⁾ Geeignete Korrosionsprüfgefäße und verzinnnte Stahldeckel sind beziehbar von Society of Automotive Engineers, Inc., 400 Commonwealth Drive, Warrendale, Pa. 15096, USA.

6.3 pH-Wert

Die Flüssigkeit mit einem gleichen Volumen einer Mischung aus 80 % (Volumenanteil) Äthanol und 20 % (Volumenanteil) destilliertes Wasser, die auf den pH-Wert 7,0 neutralisiert ist, vermischen. Den pH-Wert der sich ergebenden Lösung elektrometrisch bei $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ unter Verwendung eines pH-Meßgerätes, das über eine geeichte Glaselektrode für den vollen Bereich (0 bis 14) und eine Kalomel-Bezugselektrode verfügt, gemäß ASTM D 664 bestimmen.

Vor Gebrauch den pH-Wert der Mischung aus Äthanol und Wasser mit 0,1 N Natriumhydroxidlösung auf 7,0 bei $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ einstellen. Wenn zur Neutralisierung mehr als 4,0 ml Natriumhydroxidlösung benötigt werden, die Mischung verwerfen. Alle benutzten Reagenzien sollen anerkannte Analysenreinheit besitzen (DAB).

6.4 Flüssigkeitsstabilität

6.4.1 Stabilität bei hoher Temperatur

Eine neue Probe der zu prüfenden Original-Bremsflüssigkeit so wie in Abschnitt 6.1 angegeben auf $(185 \pm 2)^\circ\text{C}$ erhitzen und diese Temperatur zwei Stunden lang halten. Dann den Siedepunkt dieser Bremsflüssigkeit gemäß Abschnitt 6.1 bestimmen. Die Differenz zwischen dem diesmal festgestellten Siedepunkt und dem früher nach Abschnitt 6.1 bestimmten Siedepunkt ist als die Änderung des Siedepunktes der Bremsflüssigkeit zu betrachten.

6.4.2 Chemische Stabilität

30 ml Bremsflüssigkeit mit 30 ml Vergleichsflüssigkeit (siehe ISO 4926) vermischen.

Den Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt dieser Flüssigkeitsmischung mit dem Prüfgerät bestimmen, das in Abschnitt 6.1 angegeben ist und dabei den Kolben so beheizen, daß das Kondensat innerhalb von (10 ± 2) Minuten mit einer Stärke über 1 Tropfen pro Sekunde rückfließt. Die Rückfluß-Geschwindigkeit darf 5 Tropfen pro Sekunde nicht überschreiten. Die höchste Flüssigkeitstemperatur, die in der ersten Minute nachdem die Flüssigkeit in einer Stärke von über 1 Tropfen pro Sekunde rückzufließen beginnt, festgestellt wird, notieren. In den nächsten (15 ± 1) Minuten die Rückfluß-Geschwindigkeit auf 1 bis 2 Tropfen pro Sekunde einstellen und halten. Weitere 2 Minuten lang eine konstante

Gleichgewichts-Rückfluß-Geschwindigkeit von 1 bis 2 Tropfen halten; den End-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt, den Mittelwert von 4 Temperaturmeßwerten in Abständen von 30 Sekunden, notieren. Chemische Veränderung zeigt sich dadurch, daß der End-Gleichgewichts-Rückfluß-Siedepunkt niedriger liegt als die notierte maximale Flüssigkeitstemperatur.

6.5 Korrosion

Zwei Streifensätze aus jedem der Metalle, die in Tabelle 1 aufgeführt sind, herstellen. Jeder Streifen muß eine Oberfläche von $(25 \pm 5) \text{ cm}^2$ aufweisen (ungefähr 8 cm lang, 1,3 cm breit und höchstens 0,6 cm dick). Ein Loch mit einem Durchmesser zwischen 4 und 5 mm ungefähr 6 mm von einem Ende jedes Streifens entfernt bohren. Mit Ausnahme der verzinneten Stahlblechstreifen die Streifen dadurch reinigen, daß alle Oberflächen mit Silikon-Karborund-Papier 320 A und Testbenzin nach ISO 1250 abgeschliffen werden, bis alle Oberflächenkratzer, Einschnitte und Narben von den Streifen entfernt sind; dabei für jede Metallart ein neues Stück Silikon-Karborund-Papier verwenden. Mit Ausnahme der verzinneten Eisenstreifen die Streifen mit Stahlwolle, Sorte 00 (sehr fein), polieren, für jeden Streifen ist ein frisches Stück Stahlwolle zu verwenden. Die Streifen einschließlich der verzinneten Eisenstreifen mit 95 %igem Äthanol waschen und mit einem sauberen fusselfreien Tuch trocknen; dann die Streifen in einen Exsikkator geben, der Trocknungsmittel enthält, und mindestens 1 Stunde lang auf $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ halten. Die Streifen nach dem Polieren mit sauberen Pinzetten handhaben, damit sie nicht durch Fingerabdrücke verunreinigt werden.

Jeden Streifen auf 0,1 mg genau wiegen und jeden Streifensatz mit einem unbeschichteten Stahlsplint oder Bolzen so befestigen, daß die Streifen in elektrischem Kontakt sind und zwar in folgender Reihenfolge: verzinntes Stahlblech, Stahl, Aluminium, Gußeisen, Kupfer-Zink-Legierung, Kupfer, Zink. Die Streifen, abgesehen von den Gußeisenstreifen, so biegen, daß zwischen benachbarten Streifen $\approx 10 \text{ mm}$ Abstand am freien Streifenende ist. Zur Beseitigung von Fingerabdrücken die Streifengruppen in 95%igem Äthanol mit 5 % (Volumenanteil) destilliertes Wasser tauchen und von da an ausschließlich mit sauberen Pinzetten handhaben (siehe Anhang E).

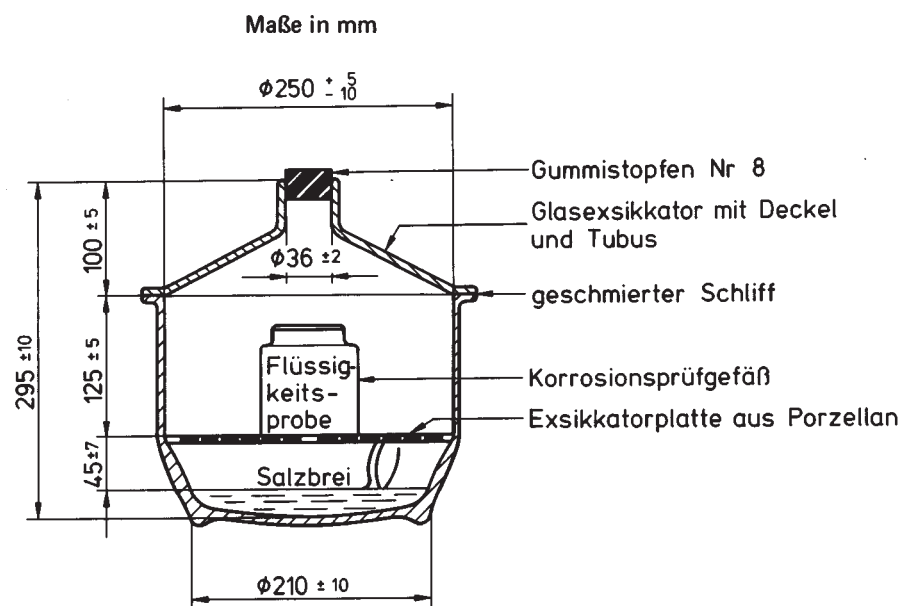


Bild 3. Befeuchtungsgerät