

DIN V 70071

DIN

ICS 43.060.40; 71.080.99

Vornorm**Dieselmotoren –
NOx-Reduktionsmittel AUS 32 –
Prüfverfahren**

Diesel engines –
NOx reduction agent AUS 32 –
Test methods

Moteurs diesel –
Agent AUS 32 de réduction des NOx –
Méthodes d'essai

Gesamtumfang 43 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Allgemeines	4
4 Probenahme	4
5 Präzision und Streitfall	4
5.1 Allgemeines	4
5.2 Wiederholbarkeit r	4
5.3 Vergleichbarkeit R	4
Anhang A (normativ) Probenahme	5
Anhang B (normativ) Bestimmung des Harnstoffgehaltes durch Verbrennung	7
Anhang C (normativ) Bestimmung der Brechzahl und des Harnstoffgehaltes mittels Brechzahl	11
Anhang D (normativ) Bestimmung der Alkalität	15
Anhang E (normativ) Bestimmung des Biuretgehaltes	18
Anhang F (normativ) Bestimmung des Aldehydgehaltes	23
Anhang G (normativ) Bestimmung der unlöslichen Teile — gravimetrisches Verfahren	27
Anhang H (normativ) Bestimmung des Phosphatgehaltes — photometrisches Verfahren	30
Anhang I (normativ) Bestimmung der Spurenelemente (Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Na, Ni, Zn) — ICP-OES-Verfahren	35
Anhang J (normativ) Bestimmung der Identität mittels FTIR-Spektrometrie	41
Literaturhinweise	43

Vorwort

Diese Vornorm wurde vom Arbeitskreis „NOx-Reduktionsmittel“ im Normenausschuss Kraftfahrzeuge (FAKRA) im DIN erarbeitet. Sie beschreibt Prüfverfahren, die in DIN 70070 für die einzelnen Anforderungen (Prüfmerkmale) genannt werden und bisher (überwiegend) in der VDA-Empfehlung 2025 festgelegt wurden. Diese Vornorm ersetzt VDA 2025.

Eine Vornorm ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens vom DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Zur vorliegenden Vornorm wurde kein Entwurf veröffentlicht.

Erfahrungen mit dieser Vornorm sind erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an fakra@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/Stellungnahme> abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Kraftfahrzeuge (FAKRA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Postfach 17 05 63, 60079 Frankfurt/Main.

1 Anwendungsbereich

Diese Vornorm legt die Prüfverfahren der Qualitätsmerkmale des NOx-Reduktionsmittels AUS 32 nach DIN 70070 fest.

In den folgenden Abschnitten dieser Vornorm wird für die Benennung „NOx-Reduktionsmittel AUS 32“ die Kurzbezeichnung „AUS 32“ verwendet.

2 Normative Verweisungen

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

DIN 70070, *Dieselmotoren — NOx-Reduktionsmittel — Qualitätsanforderungen*

DIN EN ISO 3675, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte oder der relativen Dichte im Labor — Aräometerverfahren*

DIN EN ISO 4259:1996, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 12185, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte — U-Rohr-Oszillationsverfahren*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

3 Allgemeines

Die Prüfung der Qualitätsmerkmale und der Einhaltung der in DIN 70070 festgelegten Grenzwerte erfolgt mit den Prüfverfahren nach den Anhängen B bis J.

Für die Bestimmung der Dichte sind die Verfahren nach DIN EN ISO 3675 oder DIN EN ISO 12185 anzuwenden.

4 Probenahme

Die Probenahme muss nach Anhang A vorgenommen werden.

5 Präzision und Streitfall

5.1 Allgemeines

Alle in dieser Norm genannten Prüfverfahren enthalten Angaben zur Präzision in Übereinstimmung mit DIN EN ISO 4259. Im Streitfall sind die in DIN EN ISO 4259 beschriebenen Verfahren zur Beilegung des Streits anzuwenden; die Interpretation der Ergebnisse hat auf Basis der Präzision der Prüfverfahren zu erfolgen.

Der Harnstoffgehalt von AUS 32 kann alternativ nach Anhang B oder nach Anhang C bestimmt werden. Im Streitfall ist das Verfahren nach Anhang B verbindlich.

Die Dichte von AUS 32 kann alternativ nach DIN EN ISO 3675 oder nach DIN EN ISO 12185 bestimmt werden. Im Streitfall ist das Verfahren nach DIN EN ISO 12185 verbindlich.

Die Präzision der Prüfverfahren, entwickelt nach DIN EN ISO 4259, ist für alle Verfahren in DIN 70070 zusammengefasst. Zusätzlich enthält diese Vornorm in jedem Anhang entsprechende Angaben.

Die statistische Bedeutung der Präzisionsangaben ist in 5.2 und 5.3 angegeben.

5.2 Wiederholbarkeit r

Der Unterschied zwischen zwei aufeinanderfolgenden Ergebnissen, die von demselben Beobachter mit demselben Gerät unter konstanten Arbeitsbedingungen an derselben Probe ermittelt werden, würde bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens nur in einem von 20 Fällen den für das jeweilige Verfahren angegebenen Grenzwert überschreiten.

5.3 Vergleichbarkeit R

Der Unterschied zwischen zwei einzelnen und unabhängigen Ergebnissen, die von verschiedenen Beobachtern in verschiedenen Laboratorien an gleichen Proben ermittelt werden, würde bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens nur in einem von 20 Fällen den für das jeweilige Verfahren angegebenen Grenzwert überschreiten.

Anhang A (normativ)

Probenahme

A.1 Zweck

Dieses Verfahren ist nach der Abfüllung beim Hersteller anzuwenden auf alle Probenahmen von AUS 32 in der Transportkette bis zur Probenahme aus den AUS 32-Tanks der Verbraucher selbst.

A.2 Allgemeines

Die in DIN 70070 spezifizierten Grenzwerte sind so niedrig, dass korrekte Analysenergebnisse nur dann erhalten werden können, wenn die Probe bis zur Durchführung der Analyse zuverlässig vor jeder Verunreinigung geschützt wird.

Aus diesem Grund müssen Probenahmegefäße verwendet werden, die besonders im Hinblick auf die Konzentration der Spurenelemente keine Verfälschungen verursachen, und die die Gefahr eines Algen- oder Bakterienwachstums minimieren.

ANMERKUNG Das in diesem Anhang beschriebene Verfahren basiert auf DIN EN ISO 5667-2 und DIN EN ISO 5667-3.

A.3 Mögliche Verunreinigungen

Während der Probenahme kann die Probe durch fremde Stoffe verunreinigt werden. In der Praxis relevante Quellen möglicher Verunreinigungen sind insbesondere:

- Rückstände von Prozeßhilfsmitteln, die bei der Herstellung der Probenahmeflaschen verwendet wurden;
- Verunreinigungen, die sich während der Lagerung der leeren Probenahmeflaschen in den Flaschen abgesetzt haben;
- Aus der Luft stammende Verunreinigungen, z. B. Staub, oder jede andere über die Luft während der Probenahme eingetragene Verunreinigung;
- Reste von Reinigungsmitteln, mit welchen die zur Probenahme verwendeten Einrichtungen und die Probenahmegefäße selbst gereinigt wurden;
- Kraftstoff.

A.4 Geräte

A.4.1 Probeflaschen

Es sollten Weithalsflaschen mit 1 000 ml Fassungsvermögen verwendet werden. Hierfür geeignete Materialien sind HD-Polyethylen, HD-Polypropylen, Polyfluorethylen, Polyvinylidendifluorid und Poly(perfluoroalkoxy) PFA. Für die Probenahme im Falle einer Auseinandersetzung sollten PFA-Flaschen verwendet werden.

Vor der ersten Verwendung mit AUS 32 sollten die Flaschen gereinigt, danach zuerst mit reinem Wasser, und danach mit AUS 32 gespült werden.

A.4.2 Etiketten

Jede Probenahmeflasche ist mit einem Etikett oder Anhänger (Maße etwa 10 cm × 5 cm) zu kennzeichnen. Die Etiketten und ihre Beschriftung müssen gegen Wasser und AUS 32 beständig sein.

A.5 Probenahme

Die verschlossene Weithalsflasche wird geöffnet, ihr Deckel wird mit der Öffnung nach unten auf einer sauberen Oberfläche abgelegt. Nach dem Spülen der Probenahmeleitung wird die Flasche vollständig mit AUS 32 aus dem Tank gefüllt. Die Flasche wird entleert, sofort danach wieder mit AUS 32 gefüllt und mit dem dazugehörigen Deckel fest verschlossen. Die Flasche wird mit dem Etikett versehen (siehe A.4.2).

Während der gesamten Probenahme ist sorgfältig darauf zu achten, dass kein Staub und keine flüssigen Verunreinigungen in die Flasche gelangen.

Die gefüllte und etikettierte Flasche sollte spätestens am nächsten Werktag in das Analysenlabor gelangen. Bis zum Eintreffen der Probe im Labor sollte die Probe so kühl wie möglich aufbewahrt werden, am besten zwischen 0 °C und 15 °C, und nicht dem Tageslicht ausgesetzt werden, um das Wachstum von Algen zu verhindern.

A.6 Probenmenge

Die Mindestgröße der Probe richtet sich danach, welche Analysen durchgeführt werden sollen. Falls irgend möglich, sollte dafür Sorge getragen werden, dass eine ausreichende Menge an Probe verfügbar ist (empfohlenes Probenvolumen: 1 l), und zwar mindestens das doppelte Volumen, das für die komplette Überprüfung der AUS 32 Spezifikation erforderlich ist. Zur Durchführung von Vergleichs- und Nachmessungen sind zwei Proben zu nehmen. Im Falle einer Auseinandersetzung ist hinsichtlich der Anzahl der gezogenen Proben nach DIN EN ISO 4259 zu verfahren.

A.7 Kennzeichnung, Dokumentation

Das Etikett sollte folgende Informationen enthalten:

- Name des Produkts
- Name des Eigentümers des beprobten Produkts*
- Ort der Probenahme*
- Hersteller des beprobten Produkts*
- Chargennummer oder Lotnummer
- Bezeichnung des beprobten Behälters*
- Bezeichnung der Probenahmestelle*
- Datum und Uhrzeit der Probenahme
- Versanddatum der Probe*
- Name und Unterschrift des Probenehmers*

*** erforderlich nur im Falle einer Auseinandersetzung**

Anhang B (normativ)

Bestimmung des Harnstoffgehaltes durch Verbrennung

B.1 Zweck

Dieser Anhang beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Harnstoffgehaltes von AUS 32.

Das Verfahren ist anwendbar auf Produkte mit einem Harnstoffgehalt im Bereich von 30 % bis 35 % (Massenanteil).

B.2 Prinzip

Die Probe wird bei hoher Temperatur im Sauerstoffstrom verbrannt. Nach Reduktion gebildeter Stickoxide zu elementarem Stickstoff und Entfernung störender Verbrennungsprodukte wird der Stickstoff mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor gemessen. Der Harnstoffgehalt wird aus dem ermittelten Gesamtstickstoffgehalt, abzüglich des Stickstoffgehaltes des Biurets, berechnet.

B.3 Geräte

B.3.1 Automatischer Stickstoffanalysator, auf Verbrennungsverfahren basierend

B.3.2 Analysenwaage: Die Genauigkeit der Waage ist vom verwendeten Analysator und der erforderlichen Einwaagen abhängig. Die Anzeigeunsicherheit darf höchstens 0,1 mg betragen.

B.3.3 Hilfsmaterialien zur Probenvorbereitung, z. B.:

- Pinzette mit stumpfer Spitze
- Mikrospatel mit abgeflachter Spitze
- Pipette.

ANMERKUNG Die Pipette wird als Einwaagehilfsmittel benötigt und muss daher nicht kalibriert sein. Entscheidend für den Einsatz ist die erzielbare Tropfengröße (Bildung möglichst kleiner Tropfen). Verwendbar sind beispielsweise Fixvolumenpipetten oder Pipetten mit einstellbarem Volumen im Bereich 10 µl bis 1 000 µl sowie Einweg-Pasteurpipetten mit feiner Spitze.

B.3.4 Übliches Laborglas

B.4 Chemikalien

B.4.1 Entionisiertes Wasser, Leitfähigkeit < 0,1 mS/m (Qualität 2 nach DIN ISO 3696)

B.4.2 Verbrennungshilfsmittel, passend zum Typ des verwendeten Stickstoffanalysators. Folgende Materialien sind Beispiele. Je nach zur Verfügung stehendem System werden weitere oder analoge Materialien verwendet:

- Zinnkapsel oder analoge Probenbehälter
- Verbrennungshilfsmittel, stickstofffrei, z. B. Saccharose, Cellulose
- Absorptionsmittel für Flüssigkeiten, stickstofffrei, z. B. Magnesiumoxid.

B.4.3 Standardsubstanzen zur Stickstoffbestimmung, vorzugsweise mit zertifiziertem Stickstoffgehalt. Beispiele für geeignete Standards: Ethylendiamintetraessigsäure, Nicotinsäureamid. Ebenfalls verwendbar sind biuretarmer Harnstoff in genügender Reinheit (z. B. kristallin reinst oder zur Analyse) oder vom Gerätehersteller zugelassene und lieferbare Standards. Zertifizierten Standards sollte der Vorzug gegeben werden.

ANMERKUNG Flüssige Standards (z. B. Harnstofflösungen) sind für Kalibrierzwecke ungeeignet.

B.4.4 Sauerstoff, mind. 99,995 % O₂

B.4.5 Weitere Reinstgase, sofern zum Betrieb des Stickstoffanalysators erforderlich, z. B. Helium, min. 99,996 % He.

B.4.6 Weitere gerätespezifische Reagenzien und Hilfsmaterialien

B.5 Verfahren

B.5.1 Allgemeines

Die Probe muss vollständig gelöst und frei von Harnstoffkristallen sein. Gegebenenfalls ist die Probe vor der Weiterbearbeitung auf max. 40 °C zu erwärmen.

Für die Durchführung sind unterschiedliche Gerätetypen auf dem Markt. Die dadurch bedingten unterschiedlichen Betriebsmittel und Arbeitsweisen sind nicht Gegenstand dieser Norm. Grundlage sind jeweils die gerätespezifischen Betriebsanleitungen.

B.5.2 Bezugskurve

Die Kalibrierung ist in Abhängigkeit vom Typ des Analysators entsprechend den jeweiligen Betriebsanleitungen durchzuführen (z. B. nach Verbrennungsrohrwechsel, Reagenzwechsel usw.). Zur Erstellung einer Bezugskurve werden, je nach Gerätetyp, mehrfach geeignete Mengen an Standardsubstanzen eingewogen.

Die Durchführung der Messungen erfolgt nach B.5.4.

B.5.3 Überprüfung der Gerätefunktion und der Bezugskurve

Die Überprüfung der allgemeinen Gerätefunktion und der Bezugskurve werden mit einem geeigneten Standard durchgeführt. Vorzugsweise sollte dazu ein zertifizierter Harnstoff-Standard verwendet werden.

Die Häufigkeit der Überprüfung richtet sich nach dem verwendeten Analysator.

Die Durchführung der Messungen erfolgt nach B.5.4.

B.5.4 Messung

Die Einwaage der Probe richtet sich nach dem verwendeten Stickstoffanalysator. Die Probe wird in ein entsprechendes Gefäß (z. B. Zinnkapsel) eingewogen. Die Menge sollte so bemessen sein, dass die zu erwartende absolute Stickstoffmenge im mittleren Bereich der Bezugskurve liegt.

Bei Notwendigkeit sind etwa die dreifache Menge an Verbrennungshilfsmittel (z. B. stickstofffreie Cellulose), und, sofern erforderlich, zusätzliche Bindemittel (z. B. Magnesiumoxid) zuzugeben.

ANMERKUNG Bei Verwendung von Flüssig-Dosiersystemen sollte das angewandte Volumen mindestens 100 µl betragen. Die Probenmasse wird unter Zuhilfenahme der nach DIN EN ISO 12185 bestimmten Dichte berechnet. Je nach Gerätetyp sind die erforderlichen Angaben (Einwaage, Probenkennung) am Analysator (oder einem Steuerrechner) einzugeben. Die eingewogene Probe wird dem Analysator zugeführt und die Verbrennung wird gestartet.

Es sind mindestens drei (3) Einzelbestimmungen durchzuführen.

B.6 Auswertung

B.6.1 Berechnung

Grundsätzlich ist vor der Berechnung von Bezugskurve, Drift oder Proben der Leerwert (Blank) mittels Blank-Proben zu ermitteln und die betreffende Analysensequenz mit diesem Wert zu korrigieren.

Die Berechnungen zur Bezugskurve und der Driftkorrektur sowie der Proben erfolgt mit der gerätespezifischen Software.

Die Mittelwerte der Proben sind zu berechnen. Treten bei einer Probe starke Streuungen der Einzelwerte auf ($V_R > 1,0 \%$), ist die Messung zu wiederholen. Der Mittelwert dieser Probe ist dann aus allen Einzelwerten zu ermitteln.

Aus dem Mittelwert der Stickstoffbestimmung ist der Harnstoffgehalt zu berechnen.

$$w_U = 2,1438 \times (w_N - F \times w_{Bi})$$

Dabei ist

- w_U der Gehalt an Harnstoff, angegeben als Massenanteil in %;
- w_N der Gehalt an Stickstoff in % (Massenanteil) (auf 0,01 %);
- w_{Bi} der Gehalt an Biuret, angegeben als Massenanteil in %, ermittelt nach Anhang E;
- F der Umrechnungsfaktor des Biurethalt in Stickstoff (0,4076).

B.6.2 Angabe der Ergebnisse

Als Ergebnis gilt das arithmetische Mittel dreier Einzelbestimmungen (Stickstoffbestimmung).

Das Ergebnis der Berechnung des Harnstoffgehaltes wird auf 0,1 % gerundet, angegeben.

B.7 Präzision

B.7.1 Wiederholbarkeit, r

(siehe 5.2)

$r = 0,4 \%$ (Massenanteil)

B.7.2 Vergleichbarkeit, R

(siehe 5.3)

$R = 1,0 \%$ (Massenanteil)

B.8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Art und Kennzeichnung des geprüften Erzeugnisses,
- b) Hinweis auf diese Norm;
- c) Das angewandte Probenahmeverfahren;
- d) Das Prüfergebn (siehe B.6);
- e) Jede Abweichung von der vorgeschriebenen Arbeitsweise;
- f) Datum der Prüfung.

Anhang C (normativ)

Bestimmung der Brechzahl und des Harnstoffgehaltes mittels Brechzahl

C.1 Zweck

Dieser Anhang beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Brechzahl von AUS 32.

Das Verfahren ist anwendbar auf Flüssigkeiten mit einer Brechzahl von 1,33 bis 1,39 bei einer Temperatur von 20 °C bis 30 °C.

Basierend auf der Brechzahlmessung dient das Verfahren der Bestimmung des Harnstoffgehaltes im Bereich von 30 % bis 35 % (Massenanteil).

C.2 Prinzip

Die Brechzahl wird bei einer definierten Temperatur ermittelt.

Der Harnstoffgehalt wird mit Hilfe einer Bezugskurve ermittelt.

ANMERKUNG Grundlage des Verfahrens ist die ISO 5661.

C.3 Geräte

C.3.1 Brechzahlmessgerät, mit einem Messbereich von 1,330 00 bis 1,390 00

C.3.2 Waage, Fehlergrenzen 0,1 mg

C.3.3 Thermostat, Temperatur auf $\pm 0,02$ K regelbar.

C.3.4 Trockenschrank

C.3.5 Becherglas, Nennvolumen 150 ml

C.3.6 Übliches Laborglas

C.4 Chemikalien

C.4.1 Entionisiertes Wasser, Leitfähigkeit $< 0,1$ mS/m (Qualität 2 nach DIN ISO 3696)

C.4.2 Harnstoff, kristallin, mit einem Biuretgehalt $< 0,1$ % (Massenanteil). Der Harnstoff ist vor der Einwaage zur Ermittlung der Bezugskurve 2 h bei 105 °C zu trocknen.

C.4.3 Harnstoff-Prüflösung, 32,5 % (Massenanteil), hergestellt durch exaktes Einwägen von Harnstoff und Wasser.

C.5 Verfahren

C.5.1 Allgemeines

Die Probe muss vollständig gelöst und frei von Harnstoffkristallen sein. Gegebenenfalls ist die Probe vor der Weiterbearbeitung auf max. 40 °C zu erwärmen.

Für die Durchführung sind unterschiedliche Gerätetypen auf dem Markt. Die dadurch bedingten unterschiedlichen Betriebsmittel und Arbeitsweisen sind nicht Gegenstand dieser Norm. Grundlage sind jeweils die gerätespezifischen Betriebsanleitungen.

C.5.2 Erstellen der Bezugskurve und des Faktors

Die folgenden Harnstofflösungen sind durch Einwiegen von Harnstoff in ein Becherglas und Einwiegen der entsprechenden Masse Wasser wie folgt herzustellen:

30,0 % / 31,5 % / 32,4 % / 33,5 % / 35,0 % (jeweils Massenanteil)

Die Brechzahl dieser Lösungen wird bei $(20 \pm 0,02)$ °C ermittelt.

Die grafische Darstellung von Brechzahl und Konzentration der Harnstofflösungen ergibt einen streng linearen Zusammenhang. Aus den Harnstoffkonzentrationen und den Brechzahlen wird ein Auswertefaktor errechnet:

$$F = \frac{\sum(w_U)}{\sum(n_U - n_W)}$$

Dabei ist

F der Auswertefaktor in %

$\Sigma(w_U)$ die Summe aller Harnstoffkonzentrationen der Referenzlösungen in % (Massenanteil);

$\Sigma(n_U - n_W)$ die Summe aller Differenzen von (Brechzahl Harnstofflösung — Brechzahl Wasser);

Brechzahl von Wasser $n_D = 1,332\,96$ (Brechzahlanzeige des Messgerätes auf 5 Dezimalstellen).

C.5.3 Überprüfung der Gerätefunktion und der Bezugskurve

Die Überprüfung des Brechzahlmessgerätes erfolgt wöchentlich mit Wasser oder einem geeigneten Referenzstandard. Treten Abweichungen von mehr als 0,000 02 Einheiten gegenüber dem Sollwert auf, ist das System entsprechend der Betriebsanleitung neu zu justieren und die Messung zu wiederholen. Treten danach wiederum Abweichungen auf, ist das Gerät für weitere Messungen zu sperren und der zuständige Servicedienst des Geräteherstellers zu benachrichtigen.

Für die Brechzahlmessungen wird der Thermostat auf die Solltemperatur, angezeigt am Refraktometer, eingestellt. Die Temperierung wird so eingeregelt, dass eine Temperaturkonstanz von $\pm 0,02$ °C erreicht wird.

Weiterhin ist wöchentlich die Bezugskurve mit einer frisch angesetzten Harnstofflösung der Konzentration von 32,5 % (Massenanteil) überprüft. Dazu wird die Brechzahl der Testlösung gemessen und die Konzentration entsprechend C.6 ermittelt. Weicht die ermittelte Konzentration um mehr als 0,1 % (Massenanteil) vom Sollwert ab, wird eine frische Testlösung zur Wiederholungsmessung verwendet. Bleiben die Abweichungen bestehen, wird das Gerät neu justiert und die Bezugskurve neu erstellt.

C.5.4 Messung

Die Brechzahl ist von der Originalprobe bei $(20 \pm 0,02)$ °C ohne weitere Vorbereitung zu messen.

Es sind mindestens zwei Einzelbestimmungen durchzuführen. Beträgt die Differenz zwischen den beiden Messwerten mehr als 0,000 05 Einheiten, muss die Messung wiederholt werden.

C.6 Auswertung

C.6.1 Berechnung

Der Harnstoffgehalt wird wie folgt berechnet:

$$w_U = (n_p - n_w) \times F - w_{Bi}$$

Dabei ist

w_U	der Harnstoffgehalt in % (Massenanteil);
n_p	die Brechzahl der Probe (auf 5 Dezimalstellen) angegeben;
n_w	die Brechzahl von Wasser (auf 5 Dezimalstellen) angegeben;
F	der Auswertefaktor in %;
w_{Bi}	der Biuretgehalt der Lösung in % (Massenanteil) (ermittelt nach Anhang E).

C.6.2 Angabe der Ergebnisse

Als Ergebnis gilt das arithmetische Mittel aus zwei Einzelbestimmungen.

Das Ergebnis der Brechzahlbestimmung ist auf 5 Dezimalstellen gerundet, anzugeben.

Das Ergebnis der Berechnung des Harnstoffgehaltes wird auf 0,1 % gerundet.

C.7 Präzision

C.7.1 Wiederholbarkeit, r

(siehe 5.2)

Brechzahl: $r = 0,000\ 1$

Harnstoffgehalt: $r = 0,1\ \%$ (Massenanteil)

C.7.2 Vergleichbarkeit, R

(siehe 5.3).

Brechzahl: $R = 0,001\ 0$

Harnstoffgehalt: $R = 1,0\ \%$ (Massenanteil)