

DIN EN 13016-3



ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2024-01-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13016-3:2018-06

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Dampfdruck –
Teil 3: Bestimmung des Dampfdruckes und des berechneten dem
trockenen Dampfdruck entsprechenden Druckes (DVPE)
(Dreifach-Expansionsmethode);
Deutsche und Englische Fassung prEN 13016-3:2023**

Liquid petroleum products –
Vapour pressure –
Part 3: Determination of vapour pressure and calculated dry vapour pressure
equivalent (DVPE) (Triple expansion method);
German and English version prEN 13016-3:2023

Produits pétroliers liquides –
Pression de vapeur –
Partie 3: Détermination de la pression de vapeur et de la pression de vapeur sèche
équivalente calculée (PVSE) (Méthode triple expansion);
Version allemande et anglaise prEN 13016-3:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-11-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 39 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13016-3:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13016-3:2018-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) aktualisierte Sicherheitswarnung;
- b) 15.1 hinsichtlich der Aufnahme von Angaben zu 250 ml und 1000 ml Proben überarbeitet;
- c) 15.2 und 15.3 inhaltlich überarbeitet;
- d) Abschnitt 6 hinsichtlich der Anforderungen an die Rückverfolgbarkeit von Geräten aktualisiert;
- e) neuer Anhang B mit Präzisionsangaben für 1000 ml Behälter ergänzt;
- f) Aufnahme von neuen Reagenzien in 5.4, 5.5, Abschnitt 11 und Anhang A für Überprüfungszwecke;
- g) redaktionelle Überarbeitung.

Flüssige Mineralölerzeugnisse – Dampfdruck – Teil 3: Bestimmung des Dampfdruckes und des berechneten dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druckes (DVPE) (Dreifach-Expansionsmethode)

Liquid petroleum products – Vapour pressure – Part 3: Determination of vapour pressure and calculated dry vapour pressure equivalent (DVPE) (Triple expansion method)

Produits pétroliers liquides – Pression de vapeur – Partie 3: Détermination de la pression de vapeur et de la pression de vapeur sèche équivalente calculée (PVSE) (Méthode triple expansion)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien und Hilfsmittel	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	8
8 Probenvorbereitung	8
9 Vorbereitung des Prüfgerätes	9
10 Gerätekalibrierung	9
10.1 Druckaufnehmer	9
10.2 Temperatur-Messgerät	10
11 Verifizierung der Geräte	10
11.1 Überprüfung der Referenzflüssigkeit	10
11.2 Qualitätskontrollprüfungen	11
12 Durchführung	11
13 Berechnung	12
14 Angabe der Ergebnisse	13
15 Präzision	13
15.1 Allgemeines	13
15.2 Wiederholpräzision, r	13
15.3 Vergleichpräzision, R	13
16 Prüfbericht	14
Anhang A (normativ) Anerkannte Bezugswerte	15
Anhang B (normativ) Präzision und relative systematische Messabweichung bei Verwendung von 1 000-ml-Behältern	16
B.1 Präzision	16
B.1.1 Allgemeines	16
B.1.2 Wiederholpräzision, r	16
B.1.3 Vergleichpräzision, R	16
B.2 Relative systematische Messabweichung zwischen 250-ml- und 1 000-ml-Behältern . . .	16
B.3 DVPE-Korrelationsgleichung	17
Literaturhinweise	18

Tabellen

Tabelle A.1 — VP- und DVPE-Bezugswerte und annehmbare Prüfbereiche (Ringversuch 2003) .	15
Tabelle A.2 — VP- und DVPE-Bezugswerte und annehmbare Prüfbereiche (Ringversuch 2020) .	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13016-3:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 13016-3:2018 ersetzen.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe EN 13016-3:2018 sind nachstehend aufgeführt:

- Aktualisierung des Sicherheitswarnhinweises;
- Überarbeitung von 15.1 mit Aufnahme von Angaben zu 250-ml- und 1 000-ml-Proben;
- Aktualisierung des Textes von 15.2 und 15.3;
- Aktualisierung von Abschnitt 6 zu Anforderungen bezüglich der Rückführbarkeit der Prüfgeräte;
- neuer Anhang B, der die Präzision für 1 000-ml-Behälter angibt;
- neue Reagenzien in 5.4, 5.5, Abschnitt 11 und Anhang A zu Verifizierungszwecken.

EN 13016 besteht unter dem allgemeinen Titel „*Flüssige Mineralölerzeugnisse — Dampfdruck*“ aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Bestimmung des luftgesättigten Dampfdruckes (ASVP) und des berechneten dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druckes (DVPE);
- Teil 2: Bestimmung des absoluten Dampfdruckes (AVP) im Temperaturbereich zwischen 40 °C und 100 °C;
- Teil 3: Bestimmung des Dampfdruckes und des berechneten dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druckes (DVPE) (Dreifach-Expansionsmethode).

Dieser Teil beruht auf IP 619 [9] und ASTM D6378 [3] und wurde parallel dazu erarbeitet.

Einleitung

Der Dampfdruck wird als Klassifizierungskriterium für die sichere Handhabung und den Transport von Mineralölerzeugnissen, Rohstoffen und Komponenten verwendet; er steht in Bezug zu ihrem Potential, Kohlenwasserstoffe unter unkontrollierten Bedingungen zu emittieren und wird daher unter Umweltgesichtspunkten genau geprüft.

Begrenzungen des Dampfdrucks werden oft gefordert, um Pumpen-Kavitation während des Verpumpens zu verhindern.

Der Dampfdruck ist ein Maß für die Flüchtigkeitsmerkmale von Kraftstoffen, die in vielen verschiedenen Motortypen mit großer Bandbreite von Betriebstemperaturen verwendet werden. Kraftstoffe mit einem hohen Dampfdruck können in den jeweiligen Kraftstoffsystemen zu leicht verdampfen, was einen verringerten Kraftstoffzufluss zum Motor und einen möglichen Stillstand durch Dampfblasenbildung zur Folge hat. Umgekehrt verdampfen Kraftstoffe mit zu niedrigem Dampfdruck nicht hinreichend schnell, was zu Kaltstartproblemen, schlechtem Warmlauf und unzureichender Beschleunigung führt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt unter Verwendung einer Kammer mit veränderlichem Volumen ein Verfahren zur Bestimmung des Dampfdrucks fest, der in negativem Überdruck von flüchtigen, niedrigviskosen Mineralöl-erzeugnissen, Komponenten, Ethanolgemischen bis zu 85 % (V/V) und Rohstoffen ausgeübt wird. Ein dem trockenen Dampfdruck entsprechender Druck (DVPE, en: dry vapour pressure equivalent) wird aus dem Dampfdruck berechnet.

Bei den Bedingungen, die bei der in diesem Dokument beschriebenen Prüfung angewendet werden, handelt es sich um ein Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 und eine Prüftemperatur von 37,8 °C.

Das Prüfgerät wird während der Prüfung nicht mit Wasser benetzt, und das beschriebene Verfahren ist daher für Proben sowohl mit als auch ohne sauerstoffhaltige Komponenten geeignet; in der Probe gelöstes Wasser wird nicht berücksichtigt.

Bei diesem Verfahren wird der Partialdruck der in dem Probenanteil gelösten Luft während der Dreifach-Expansion berechnet. Es ist für Proben mit einem DVPE zwischen 15,7 kPa und 97,6 kPa geeignet; Dampfdrücke außerhalb dieses Bereiches können gemessen werden, die Präzision wurde jedoch nicht ermittelt.

Dieses Dokument ist anwendbar auf Kraftstoffe, die sauerstoffhaltige Verbindungen bis hin zu den in der maßgebenden Richtlinie 85/536/EWG des Rates [6] angegebenen Grenzen enthalten, sowie für Ethanol-Kraftstoff-Gemische mit einem Ethanolanteil von bis zu 85 % (V/V).

ANMERKUNG Für die Zwecke dieses Dokumentes werden die Bezeichnungen „% (m/m)“ und „% (V/V)“ zur Angabe des Massenanteils bzw. des Volumenanteils verwendet.

WARNUNG — Mit der Anwendung dieses Dokuments kann der Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte einhergehen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokumentes, vor der Anwendung der Norm geeignete Maßnahmen zur Sicherstellung der Sicherheit und des Gesundheitsschutzes des Personals zu ergreifen, und zu diesem Zweck die Anwendbarkeit jeglicher weiterer Beschränkungen zu ermitteln.

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).

EN 13016-1, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Dampfdruck — Teil 1: Bestimmung des luftgesättigten Dampfdruckes (ASVP) und des berechneten dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druckes (DVPE)*

EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Dampfdruck

VP, en: vapour pressure

Gesamtdruck abzüglich des Partialdrucks der in der Flüssigkeit gelösten Luft bei einem Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 und einer Temperatur von 37,8 °C

3.2

dem trockenen Dampfdruck entsprechender Druck

DVPE, en: dry vapour pressure equivalent

Dampfdruck, der nach EN 13016-1 mittels einer Korrelationsgleichung aus dem gemessenen Dampfdruck (VP) berechnet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: In diesem Teil der Europäischen Norm wird ein Wert für den dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druck (DVPE) durch Anwendung einer Korrelationsgleichung berechnet. Der DVPE gilt nur für ein Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 und eine Prüftemperatur von 37,8 °C.

3.3

Partialdruck gelöster Luft

PPA, en: partial pressure from dissolved air

Druck, der in negativem Überdruck durch gelöste Luft ausgeübt wird, die bei einem Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 und 37,8 °C aus der Flüssigphase in die Dampfphase übergeht

3.4

Gesamtdampfdruck

TP, en: total vapour pressure

Druck, der in negativem Überdruck durch luft- und gashaltige Mineralölerzeugnisse, Komponenten und Rohstoffe sowie andere Flüssigkeiten in Abwesenheit von ungelöstem Wasser bei 37,8 °C ausgeübt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der am Ende der Prüfung angegebene Gesamtdampfdruck ist derjenige bei einem Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1.

4 Kurzbeschreibung

Es wird eine Messkammer mit eingebautem Kolben benutzt. In die Messkammer, die auf eine Temperatur von etwa 20 °C geregelt wird, wird ein Probenanteil mit bekanntem Volumen gegeben. Nach dem dichten Verschließen der Messkammer wird deren Temperatur gleichzeitig mit der ersten Expansion durch Betätigung des Kolbens auf die Prüftemperatur von 37,8 °C erhöht. Es werden zwei weitere Expansionen des Kammervolumens bis zu einem endgültigen Prüfvolumen in Höhe des fünffachen Volumens der Probe durchgeführt. Nach jeder Expansion wird der Gesamtdampfdruck gemessen. Der Partialdruck gelöster Luft (PPA) des Probenanteils wird aus den drei resultierenden Drücken errechnet. Der Dampfdruck des Probenanteils wird durch Subtrahieren des PPA vom endgültigen Gesamtdampfdruck berechnet. Der berechnete Dampfdruck wird mittels einer Korrelationsgleichung zu einem dem trockenen Dampfdruck entsprechenden Druck (DVPE) umgerechnet.

ANMERKUNG Bei Flüssigkeiten mit sehr geringen Mengen an Fremdstoffen, die hohen Dampfdruck entwickeln und sich wie Gas verhalten, kann dieses Prüfverfahren zur Bestimmung von PPA und Gasen zu falschen Ergebnissen führen, da der Partialdruck der Fremdstoffe in den PPA einbezogen wird.

5 Reagenzien und Hilfsmittel

Für zur Geräteüberprüfung verwendete Proben werden chemische Stoffe mit einer Mindestreinheit von 99 % (m/m) eingesetzt.

5.1 **Pentan**¹.

5.2 **2,2-Dimethylbutan**¹.

5.3 **2,3-Dimethylbutan**¹.

5.4 **Cyclopentan**¹ (Reinheit ≥ 98 %).

1 In Anhang A ist ein anerkannter Bezugswert (ABW) für diesen Stoff angegeben.

5.5 Toluol¹, als Gemisch mit Pentan verwendet.

6 Geräte

6.1 Prüfgerät

ANMERKUNG Dieses Dokument liefert keine vollständigen Einzelheiten von Prüfgeräten, die sich zur Durchführung dieser Prüfung eignen. Einzelheiten zur Installation, Bedienung und Instandhaltung der einzelnen Prüfgeräte können dem Handbuch des Herstellers entnommen werden.

6.1.1 Allgemeines; Geräte, die sich für dieses Prüfverfahren eignen, weisen eine zylindrisch geformte Messkammer mit kleinem Volumen auf, die mit einer Einrichtung zur Regelung der Kammertemperatur auf 37,8 °C versehen ist. Die Messkammer-Einheit umfasst einen beweglichen Kolben, der das Einbringen der Probe in die Messkammer ermöglicht und mit dem die Expansion in drei vorgegebenen Volumenschritten auf ein endgültiges Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 durchgeführt wird. In dem Kolben ist ein Druckaufnehmer integriert. Die Messkammer umfasst eine Einlass-/Auslassventil-Kombination zum Einbringen und Ausstoßen des Probenteils. Der Kolben und die Ventil-Kombination weisen die gleiche Temperatur wie die Messkammer auf, um jegliche Kondensation oder übermäßige Verdampfung zu vermeiden. Das Gerät spült die Messkammer mit der nächsten zu prüfenden Probe oder, sofern erforderlich, einem Lösemittel.

6.1.2 Messkammer-Einheit, mit etwa 5 ml Gesamt-Prüfvolumen (Flüssigkeit und Dampf) und einem beweglichen Kolben zur Erzeugung eines Dampf-Flüssigkeitsverhältnisses von 4 : 1 am Ende der Prüfung.

6.1.2.1 Die Grenzabweichung dieses Dampf-Flüssigkeitsverhältnisses von 4 : 1 muss innerhalb von 3,95 : 1 und 4,05 : 1 liegen.

6.1.2.2 Bei den Volumina, die in den Berechnungen für Dampf- und Partialdruckwerte verwendet werden, müssen die Grenzabweichungen innerhalb von 1 % des Gesamt-Prüfvolumens der Messkammer liegen.

6.1.2.3 Die Kammer muss in der Lage sein, bei der Gesamt-Prüfvolumenstellung des Kolbens 300 s einen negativen Überdruck bei 1 kPa aufrechtzuerhalten.

6.1.2.4 Das maximale Totvolumen bei tiefster Kolbenstellung muss kleiner sein als 1 % des Gesamt-Prüfvolumens.

Die Messkammer und der Kolben, die bei der Entwicklung der Präzision und DVPE-Korrelationsgleichung verwendet wurden, bestanden aus vernickeltem Aluminium und nichtrostendem Stahl und/oder Messing mit einem Gesamtvolumen von jeweils 5 ml. Messkammern mit anderen Fassungsvermögen und aus anderen Werkstoffen dürfen verwendet werden, die Präzisionsdaten und DVPE-Korrelationsgleichungen wurden jedoch nicht ermittelt.

6.1.2.5 Die Messkammer muss vakuumdicht sein und eine Vorrichtung zum Einbringen der Probe besitzen.

Die Messkammer muss in der Lage sein, die Temperatur der Probe zu regulieren, um die festgelegte Prüftemperatur auf $\pm 0,1$ °C zu erreichen.

6.1.2.6 Temperaturmessgerät, ein Messfühler mit einer Auflösung von $\leq 0,1$ °C und einer Fehlergrenze von $\leq 0,1$ °C. Eine Kalibrierung/Verifizierung entsprechend den Anforderungen an die metrologische Rückführbarkeit nach EN ISO/IEC 17025² wird empfohlen.

6.1.3 Das Prüfgerät muss in der Lage sein, mittels eines Druckaufnehmers den Dampfdruck von kleinen Proben von Mineralölerzeugnissen, Komponenten und Rohstoffen bis mindestens 200 kPa zu messen.

2 Nationale Normen für die metrologische Rückführbarkeit können anwendbar sein.

6.1.3.1 Druckaufnehmer, mit einem Messbereich von mindestens 0 kPa bis 200 kPa mit einer Fehlergrenze von $\leq 0,2$ kPa und einer Auflösung von $\leq 0,1$ kPa. Eine Kalibrierung/Verifizierung entsprechend den Anforderungen an die metrologische Rückführbarkeit nach EN ISO/IEC 17025² wird empfohlen.

6.2 Vakuumpumpe, zur Anwendung bei Kalibrierprüfungen, die in der Lage ist, den Druck in der Messkammer auf einen Absolutwert unter 0,01 kPa zu senken.

6.3 Druckmessgerät für negativen Überdruck, das mindestens einen Messbereich von 0,01 kPa bis 0,67 kPa abdeckt und eine Auflösung von $\leq 0,1$ kPa aufweist. Eine Kalibrierung/Verifizierung entsprechend den Anforderungen an die metrologische Rückführbarkeit nach EN ISO/IEC 17025² wird empfohlen.

6.4 Barometer, das in der Lage ist, den absoluten atmosphärischen Luftdruck mit einer Fehlergrenze von $\leq 0,1$ kPa und einer Auflösung von $\leq 0,01$ kPa zu messen. Eine Kalibrierung/Verifizierung entsprechend den Anforderungen an die metrologische Rückführbarkeit nach EN ISO/IEC 17025² wird empfohlen.

6.5 Probenteilbehälter, aus einem geeigneten Werkstoff mit Schraubverschluss, oder eine Spritze (siehe Anweisungen des Herstellers).

6.6 Kühleinrichtung, Bad mit Eiswasser oder Kühltisch, die in der Lage ist, die Proben auf eine Temperatur zwischen 0 °C und 1 °C abzukühlen, wobei für leichtflüchtige Mineralölerzeugnisse eine angemessene sichere Kühleinrichtung benutzt werden sollte.

7 Probenahme

7.1 Aufgrund der außerordentlichen Empfindlichkeit von Dampfdruckmessungen gegenüber Verdampfungsverlusten und den hieraus resultierenden Änderungen der Zusammensetzung müssen die Probenahme und die Handhabung der Proben mit äußerster Vorsicht und besonderer Sorgfalt erfolgen.

7.2 Die Probenahme muss nach EN ISO 3170³ erfolgen. Die Technik der Wasserverdrängung darf jedoch nicht angewendet werden.

Die Probenahme mit automatischen Verfahren, wie in EN ISO 3171 [2] beschrieben, wird nicht empfohlen, sofern für das entsprechende Verfahren nicht nachgewiesen wurde, dass keine leichtflüchtigen Anteile des betreffenden Erzeugnisses oder der Komponente verloren gehen. Der Verlust leichtflüchtiger Anteile kann die Dampfdruckmessung beeinflussen.

7.3 Für Routinemessungen muss die Probe in einem geschlossenen Behälter aus einem geeigneten Werkstoff, der ein Fassungsvermögen von mindestens 250 ml aufweist, zur Verfügung gestellt werden. Der Behälter muss zum Zeitpunkt der Entgegennahme mit mindestens 70 % (V/V) der Probe gefüllt sein. Siehe auch 15.1.

7.4 Vor der Prüfung werden die Proben schnellstmöglich vor übermäßig hohen Temperaturen geschützt. Dies kann durch Lagerung in der Kühleinrichtung (6.6) erreicht werden.

7.5 Proben in undichten Behältern dürfen nicht für eine Prüfung in Betracht gezogen werden, sondern müssen verworfen werden, und es müssen neue Proben entnommen werden.

8 Probenvorbereitung

8.1 Das Spülen der Messkammer (9.2) und die Bestimmungen des Dampfdrucks erfolgen mit dem ersten aus dem Probenbehälter entnommenen Probenteil. Die restliche Probe im Behälter ist nicht für eine zweite Bestimmung des Dampfdrucks zu verwenden. Falls eine zweite Bestimmung nötig ist, wird eine neue Probe entnommen.

3 Nationale Normen für die Probenahme aus dem Erzeugnis können anwendbar sein.

8.2 Der Behälter muss zu 70 % (V/V) bis 80 % (V/V) seines Fassungsvermögens mit der Probe gefüllt sein. Die Probe wird verworfen, wenn ihr Volumen weniger als 70 % (V/V) des Fassungsvermögens des Behälters beträgt. Wenn der Behälter zu mehr als 80 % (V/V) gefüllt ist, wird eine hinreichend große Menge der Probe ausgegossen, sodass der Füllstand des Behälters auf 70 % (V/V) bis 80 % (V/V) eingestellt wird. Unter keinen Umständen darf ein zuvor ausgegossener Probenteil wieder in den Behälter eingefüllt werden. Der Behälter wird wieder verschlossen und wieder an einen kühlen Ort gestellt, um die Proben vor übermäßigen Temperaturen zu schützen. Dies kann durch Lagerung in der Kühleinrichtung (6.6) erreicht werden.

8.3 Dieses Prüfverfahren erfordert kein Vorkühlen des Probenteils bzw. keine Luftsättigung bei atmosphärischem Luftdruck. Bei diesem Prüfverfahren wird der Gesamt-Probendampfdruck bei drei Dampf-Flüssigkeitsverhältnissen (Dreifach-Expansion) gemessen, um anhand idealer Gasberechnungen den Partialdruck von gelöstem Gas und Kohlenwasserstoffen zu ermitteln.

Eine Abkühlung des Probenteils und Luftsättigung oder eine Kombination daraus sind zulässig, da sie sich nicht wesentlich auf das Ergebnis auswirken.

ANMERKUNG Zu starkes Kühlen von Proben, die Alkohole enthalten, kann zu Phasentrennung, Extraktion von Alkohol, Eisbildung und zur Bestimmung eines geringeren Dampfdruckwertes führen, es sei denn, die Probe bleibt während ihres Einbringens gut gemischt.

8.4 Unmittelbar vor Beginn der Prüfung wird der Probenteil in den Probenteilbehälter gesaugt oder gegossen (siehe 6.5 und 9.4).

9 Vorbereitung des Prüfgerätes

9.1 Das Prüfgerät wird nach den Anweisungen des Herstellers auf seinen Betrieb vorbereitet.

9.2 Die Reinigung der Messkammer muss durch mindestens dreimaliges Spülen der Messkammer mit dem Probenteil unmittelbar vor dem Messvorgang erfolgen.

9.2.1 Beim Spülen muss die Messkammer für jede Spülung mit der zu prüfenden Probe auf mindestens die Hälfte ihres Gesamt-Prüfvolumens gefüllt werden.

9.2.2 Wenn nötig, darf zusätzlich gespült werden, indem mittels des Kolbens ein Lösemittel in die Kammer gesaugt und in den Abfallbehälter ausgestoßen wird.

9.3 Das Füllrohr des Geräts muss sich in der Nähe der Unterseite des Probenteilbehälters (falls verwendet) befinden.

9.4 Es ist sicherzustellen, dass jegliche Vorrichtungen zum Aufbewahren von Probenteilen sauber und trocken sind, bevor der Probenteil entnommen wird.

9.5 Es ist sicherzustellen, dass die Betriebsbedingungen auf ein Dampf-Flüssigkeitsverhältnis von 4 : 1 und die Messkammer-Prüftemperatur von 37,8 °C eingestellt sind.

10 Gerätekalibrierung

10.1 Druckaufnehmer

10.1.1 Die Kalibrierung des Druckaufnehmers (6.1.3.1) wird bei 37,8 °C oder bei einer vom Hersteller empfohlenen Temperatur überprüft, wenn die Qualitätskontrolle oder die Prüfung der Referenzflüssigkeit die Notwendigkeit anzeigt. Die Kalibrierung des Druckaufnehmers muss mithilfe zweier Referenzpunkte geprüft werden: drucklos (< 0,1 kPa) und bei atmosphärischem Luftdruck.

Die erforderliche Häufigkeit der Kalibrierung des Druckaufnehmers kann je nach Geräteart und Einsatzhäufigkeit schwanken. Es wird empfohlen, mindestens alle 6 Monate eine Kalibrierprüfung durchzuführen.

Einige nicht-elektronische Barometer müssen auf Umgebungstemperatur korrigiert werden. In einem solchen Fall sind die Anweisungen des Herstellers zu befolgen.

10.1.2 Das Druckmessgerät für negativen Überdruck (6.3) wird mit der Quelle des negativen Überdrucks und der Messkammer in Reihe verbunden. Wenn das kalibrierte Druckmessgerät für negativen Überdruck einen Druck von weniger als 0,1 kPa anzeigt und die Differenz zum Ablesewert des Druckaufnehmers mehr als 0,1 kPa beträgt, wird die Steuerung des Druckaufnehmers in Abhängigkeit von der Ausführung des Messgerätes und den Anweisungen des Herstellers auf null oder auf den tatsächlichen Ablesewert des Druckmessgerätes für negativen Überdruck eingestellt.

10.1.3 Die Messkammer wird geöffnet und die Anzeige des Druckaufnehmers (6.1.3.1) abgelesen. Wenn die Druckanzeige nicht bis auf 0,1 kPa mit dem atmosphärischen Luftdruck übereinstimmt, wird eine entsprechende Messbereichsjustierung des Druckaufnehmers vorgenommen, oder es werden die Anweisungen des Herstellers für die Kalibrierung befolgt, bis der entsprechende Messwert angezeigt wird. Es ist sicherzustellen, dass die Geräteanzeige den Gesamtdruck anzeigt und keinen berechneten oder korrigierten Wert.

ANMERKUNG Einige Geräte besitzen eine automatische Kalibrierung und führen diese Wiederholsschritte automatisch durch.

10.2 Temperatur-Messgerät

10.2.1 Die Kalibrierung des Temperatur-Messgerätes (6.1.2.6), das zur Überwachung der Temperatur der Probe in der Messkammer verwendet wird, wird gegen ein kalibriertes Temperatur-Messgerät geprüft, wenn die Qualitätskontrollprüfung oder die Überprüfung der Referenzflüssigkeit die Notwendigkeit anzeigt. Die Anzeigewerte bei der Prüftemperatur müssen innerhalb $\pm 0,1$ °C übereinstimmen.

10.2.2 Die erforderliche Häufigkeit der Kalibrierung des Temperaturmessgerätes kann je nach Geräteart und Einsatzhäufigkeit schwanken. Es wird empfohlen, mindestens alle 6 Monate eine Kalibrierprüfung durchzuführen.

10.2.3 Wenn die Grenzabweichungen nicht den Anforderungen entsprechen, sind die Anweisungen des Herstellers zu befolgen, um das Temperaturmessgerät zu kalibrieren.

11 Verifizierung der Geräte

11.1 Überprüfung der Referenzflüssigkeit

11.1.1 Die Leistungsfähigkeit des Gerätes wird mittels einer Probe einer aus reinen Kohlenwasserstoffen oder einem Kohlenwasserstoffgemisch bestehenden Referenzflüssigkeit überprüft, deren Dampfdruck bekannt ist, der annähernd dem der zu prüfenden Proben entspricht (siehe Tabelle A.1), wobei die folgenden Kriterien zu erfüllen sind:

- nach einer Kalibrierung; und
- wenn die Qualitätskontrollprüfungen darauf hinweisen, dass die Prüfergebnisse nicht unter statistischer Kontrolle sind.

Die Referenzflüssigkeitsprobe wird genauso behandelt wie eine Probe für die Kraftstoffprüfung (siehe Abschnitt 8 und Abschnitt 12).

11.1.2 Der Dampfdruck (VP) oder der dem trockenen Dampfdruck entsprechende Druck (DVPE) einer Referenzflüssigkeit wird ermittelt; wenn dieser um mehr als die Grenzabweichung von dem anerkannten Bezugswert abweicht, wird die Gerätekalibrierung erneut überprüft (siehe Abschnitt 10).

11.1.3 Beim Prüfen von Referenzflüssigkeiten, insbesondere Pentan, wird die Prüfung wiederholt, wenn das Ergebnis außerhalb der zulässigen Grenzabweichung liegt, und wenn zusätzliches Spülen erforderlich ist, wird