

DIN EN 15692



ICS 75.160.20

Entwurf

Einsprüche bis 2020-11-04
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15692:2009-08

**Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff –
Bestimmung des Wassergehaltes –
Potentiometrische Titration nach Karl Fischer;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15692:2020**

Ethanol as a blending component for petrol –
Determination of water content –
Karl Fischer potentiometric titration method;
German and English version prEN 15692:2020

Ethanol comme base de mélange à l'essence –
Détermination de la teneur en eau –
Méthode de titrage potentiométrique Karl Fischer;
Version allemande et anglaise prEN 15692:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-09-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm 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, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 oder Überseering 40, 22297 Hamburg.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 21 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15692:2020) 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 deutsche/nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-32-04 UA „Spiegelausschuss zur CEN/TC 19 TF - Analytik und Spezifikation von Ethanol und E85 und ISO/TC 28/SC 7/WG 4“ 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 15692:2009-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Originaldokument wurde von der CEN/TC 19 Ethanol Task Force der WG 21 erarbeitet und beruht auf ISO 760 [1]. Es wurde als häufig in der Alkohol- und Getränkeindustrie angewendetes alternatives Verfahren zu EN 15489 [2] entwickelt;
- b) das Prüfverfahren wurde hinsichtlich Präzision und Anwendungsbereich überarbeitet;
- c) die neu berechnete Präzision ist niedriger als die veröffentlichte und die Statistiken ermöglichen es, eine konstante Reproduzierbarkeit für die Bestimmung des Wassergehalts in Ethanol einzuführen. Die Untergrenze des Prüfverfahrens könnte bei 0,05 % bleiben (wobei der niedrigste Stichprobenmittelwert 0,02 % betrug). Daher wurden nicht der Anwendungsbereich, sondern die Präzisionsberechnungen geändert.

<i>Titel de:</i>	Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff — Bestimmung des Wassergehaltes — Potentiometrische Titration nach Karl Fischer
<i>Titel en:</i>	Ethanol as a blending component for petrol — Determination of water content — Karl Fischer potentiometric titration method
<i>Titel fr:</i>	Ethanol comme base de mélange à l'essence — Détermination de la teneur en eau — Méthode de titrage potentiométrique Karl Fischer

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien und Hilfsmittel	5
6 Prüfeinrichtung	5
7 Probenahme und Probenbehandlung	6
8 Durchführung	6
8.1 Kalibrieren der Karl-Fischer-Lösung	6
8.2 Durchführung der Messung	7
9 Berechnung	8
10 Angabe der Ergebnisse	8
11 Präzision	8
11.1 Allgemeines	8
11.2 Wiederholbarkeit, r	8
11.3 Vergleichbarkeit, R	8
12 Prüfbericht	9
Literaturhinweise	10

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15692:2020) 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 15692:2009 ersetzen.

Die folgenden technischen Änderungen wurden im Vergleich mit der Vorgängerausgabe vorgenommen:

- Das Originaldokument wurde von der CEN/TC 19 Ethanol Task Force der WG 21 erarbeitet und beruht auf ISO 760 [1]. Es wurde als häufig in der Alkohol- und Getränkeindustrie angewendetes alternatives Verfahren zu EN 15489 [2] entwickelt.
- Das Prüfverfahren wurde hinsichtlich Präzision und Anwendungsbereich überarbeitet. Ein zweiter Ringversuch (ILS) bestätigte 2010 [5] die Anwendung auf Ethanolkraftstoff (E85). Die Anwendung des Verfahrens, insbesondere in Eignungsprüfungsprogrammen, warf im Verlauf der Zeit Fragen bezüglich der Präzision im Originaldokument auf. Als CEN/TC 19/WG 36 ersucht wurde, die ILS-Berichte zu untersuchen, spiegelten die erneut berechneten Präzisionsergebnisse nicht die veröffentlichte Präzision wider.
- Die neu berechnete Präzision ist niedriger als die veröffentlichte und die Statistiken ermöglichen es, eine konstante Reproduzierbarkeit für die Bestimmung des Wassergehalts in Ethanol einzuführen. Die Untergrenze des Prüfverfahrens könnte bei 0,05 % bleiben (wobei der niedrigste Stichprobenmittelwert 0,02 % betrug). Daher wurde nicht der Anwendungsbereich, sondern die Präzisionsberechnungen geändert.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein direktes Bestimmungsverfahren für den Wassergehalt von Ethanol zur Verwendung als Blendkomponente in Ottokraftstoff sowie in Ethanolkraftstoff (E85) fest.

Dieses Verfahren ist anwendbar im Bereich von 0,05 % (m/m) bis 0,54 % (m/m).

ANMERKUNG Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (m/m)“ verwendet.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu ergreifen und vor der Anwendung die Geltung behördlicher Einschränkungen zu prüfen.

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Wassergehalt

Gehalt an Wasser, bestimmt nach der in diesem Dokument beschriebenen potentiometrischen Karl-Fischer-Titration

4 Kurzbeschreibung

Ein gewogener Probenanteil wird in das Titriergefäß des potentiometrischen Karl-Fischer-Gerätes injiziert. Das im Probenanteil vorhandene Wasser wird mit Karl-Fischer-Reagens bis zum Endpunkt titriert. Für die Karl-Fischer-Reaktion wird Iod (I₂) in Gegenwart von Schwefeldioxid (SO₂), Methanol (CH₃OH) und einer geeigneten Stickstoffverbindung (RN) zugegeben. Aufgrund der Stöchiometrie der Reaktion reagiert ein Mol Iod mit einem Mol Wasser.

Die Reaktion kann wie folgt angegeben werden:





5 Chemikalien und Hilfsmittel

Es sind ausschließlich Chemikalien und Reagenzien anerkannter analytischer Reinheit zu verwenden.

5.1 Karl-Fischer-Lösung, pyridin-freie Karl-Fischer-Lösung, die Iod, Schwefeldioxid und ein geruchsloses Amin enthält und einen nominalen Wassergehalt von 2 mg/ml oder 5 mg/ml aufweisen muss.

Die Karl-Fischer-Lösung muss täglich vor Gebrauch kalibriert werden (siehe 8.1).

5.2 Titrierlösemittel Methanol, „wasserfreies“ Methanol mit einem Wassergehalt von weniger als 0,05 % (m/m).

5.3 Wasser, nach EN ISO 3696, Qualität 3.

6 Prüfeinrichtung

6.1 potentiometrisches Karl-Fischer-Titriergerät, mit potentiometrischer Endpunkterkennung.

ANMERKUNG Karl-Fischer-Titriergeräte sind kommerziell erhältlich und beenden am Endpunkt die Titration oft automatisch. Entsprechende Gebrauchsanleitungen werden von den Geräteherstellern bereitgestellt und werden hier nicht behandelt. Für das Verfahren nach diesem Dokument wird ein Titrator mit einer 5 ml Bürette verwendet.

6.2 Platin/Platin-Elektrode

6.3 Injektionsspritzen

ANMERKUNG Nadeln mit einem Innendurchmesser zwischen 0,5 mm und 0,8 mm haben sich als geeignet erwiesen, genauso wie Einwegspritzen mit Luer-Fitting und einem Nennvolumen von 5 ml oder 10 ml.

6.3.1 Injektionsspritze, mit etwa 10 µl Fassungsvermögen, ausgestattet mit einer Nadel ausreichender Länge, um mit der Nadelspitze nach dem Durchstechen des Septums der Aufgabeöffnung in die Titrierlösung einzutauchen.

6.3.2 Injektionsspritze, mit etwa 10 ml Fassungsvermögen, ausgestattet mit einer Nadel ausreichender Länge, um mit der Nadelspitze nach dem Durchstechen des Septums der Aufgabeöffnung in die Titrierlösung einzutauchen.

6.4 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann.

6.5 Automatische Bürette, Nennvolumen 5 ml oder 10 ml, vor Feuchtigkeit geschützt durch ein oben angebrachtes Molekularsieb (6.6).

Obwohl es empfohlen wird, eine automatische Bürette, die mit einem die Karl-Fischer-Lösung enthaltenden Behältnis verbunden ist, zu verwenden, kann auch eine Bürette mit einem Fassungsvermögen von 5 ml verwendet werden; diese ist mit einem Molekularsieb (6.6) enthaltendem Schutzröhrchen versehen, um das Eindringen von Feuchtigkeit zu vermeiden.

6.6 Molekularsieb, mit einer Granulometrie von etwa 1,6 mm bis etwa 2,5 mm, mit einer Porenweite von etwa 1 nm.

Falls erforderlich, ist das Molekularsieb in einem Trockenschrank 8 h bei etwa 140 °C zu trocknen und zur Abkühlung auf Umgebungstemperatur in einem Exsikkator aufzubewahren.