

DIN EN 15751



ICS 75.160.40

Einsprüche bis 2024-05-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15751:2014-06

Entwurf

**Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge –
Fettsäuremethylester (FAME) Kraftstoff und Mischungen mit
Dieselkraftstoff –
Bestimmung der Oxidationsstabilität mit beschleunigtem Oxidationstest
bei 110 °C;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15751:2024**

Automotive fuels –

Fatty acid methyl ester (FAME) fuel and blends with diesel fuel –

Determination of oxidation stability by accelerated oxidation method at 110 °C;

German and English version prEN 15751:2024

Carburants automobiles –

Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) et mélanges avec gazole –

Détermination de la stabilité à l'oxydation par méthode d'oxydation accélérée à 110 °C;

Version allemande et anglaise prEN 15751:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-03-15 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 37 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15751:2024) 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 15751:2014-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) redaktionelle Änderungen zur Verdeutlichung des Prüfverfahrens.

April 2024

prEN 15751

Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge – Fettsäuremethylester (FAME) Kraftstoff und Mischungen mit Dieselkraftstoff – Bestimmung der Oxidationsstabilität mit beschleunigtem Oxidationstest bei 110 °C

Automotive fuels – Fatty acid methyl ester (FAME) fuel and blends with diesel fuel – Determination of oxidation stability by accelerated oxidation method at 110 °C

Carburants automobiles – Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) et mélanges avec gazole – Détermination de la stabilité à l'oxydation par méthode d'oxydation accélérée à 110 °C

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien	6
6 Prüfgerät	6
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung der Messung	8
8.1 Probenvorbereitung	8
8.2 Vorbereitung des Prüfgerätes	9
8.2.1 Reinigung der Prüfeinrichtung	9
8.2.2 Temperaturkorrektur	9
9 Messung	10
10 Berechnung und Auswertung	14
10.1 Automatische Auswertung	14
10.2 Manuelle Auswertung	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Präzision	16
12.1 Allgemeines	16
12.2 Wiederholbarkeit, r	16
12.3 Vergleichbarkeit, R	16
13 Prüfbericht	16
Literaturhinweise	17

Bilder

Bild 1 — Prüfgerät	7
Bild 2 — Heizblock, Reaktionsgefäß und Messzelle	8
Bild 3 — Hinweise auf das Ende der Messung	12
Bild 4 — Hinweis auf mangelhafte Reinigung	13
Bild 5 — Hinweis auf einen raschen Anstieg der anfänglichen Leitfähigkeit	13
Bild 6 — Auswertungshinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15751:2024) 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 15751:2014 ersetzen.

Dieses Dokument wurde durch redaktionelle Änderungen zur Präzisierung des Prüfverfahrens verbessert.

Einleitung

Dieses Dokument basiert auf EN 14112 [1], die speziell auf die Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fettsäuremethylestern (FAME, en: fatty acid methyl esters) angepasst wurde. Dieses Verfahren wurde von CEN/TC 307 (Fette und Öle) entwickelt. Zum Zeitpunkt der Entwicklung war das Verfahren auf FAME-Kraftstoffe nach EN 14214 [2] anwendbar, jedoch blieben bezüglich Mischungen aus FAME und Dieselmischungen Fragen zur Präzision offen.

Die Modifikationen der EN 14112, wie in diesem Dokument angegeben, ermöglichen die Anwendung dieses Prüfverfahrens zur Oxidationsstabilität auf reines FAME und Diesel/FAME-Mischungen bei verschiedenen Mischungsverhältnissen.

Das Ziel war die Schaffung eines einzigen Prüfverfahrens für FAME-Kraftstoffe, Diesel/FAME-Mischungen und reinen Dieselmischungen. Obwohl die Modifikationen FAME-Kraftstoffe und Diesel/FAME-Mischungen abdecken, entschied CEN/TC 307, dass es besser sei, EN 14112 für Methylester beizubehalten und eine separate Norm für alle Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge und Heizölanwendungen zu veröffentlichen, da „Diesel und Dieselmischungen“ nicht im Anwendungsbereich von CEN/TC 307 liegen.

EN 15751 wurde ursprünglich erarbeitet, um die Oxidationsstabilität von aus konventionellem Dieselmischungen und FAME bestehenden Mischungen zu beschreiben. FAME-Mischungen mit paraffinischem Dieselmischungen wurden nicht in die zur Ermittlung von Präzisionsdaten verwendete Kraftstoffmatrix eingeschlossen.

Im Rahmen der Entwicklung der Spezifikation EN 15940 für paraffinische Dieselmischungen führten drei Labore einen begrenzten Versuch mit reinem paraffinischem Kraftstoff und mit Mischungen mit 7 % (V/V) FAME durch, die auf sowohl mit der Fischer-Tropsch-Synthese als auch mittels Hydrierungsprozessen hergestellten Produkten beruhten. Es wurden keine Hinweise darauf gefunden, dass sich FAME-Mischungen mit paraffinischem Dieselmischungen anders verhalten als aus konventionellem Dieselmischungen und FAME bestehende Mischungen.

Die Veränderungen erforderten eine neue Validierung, die reine FAME, Diesel/FAME-Mischungen und reine Dieselmischungen abdeckte, was zu der Erkenntnis führte, dass das Verfahren bei reinen mineralölbasierten Dieselmischungen eine geringere Präzision aufweist.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Kraftstoffen für Dieselmotoren bei 110 °C mittels Messung der Induktionszeit des Kraftstoffs bis zu 48 h fest. Dieses Verfahren gilt für Fettsäuremethylester (FAME), die zur Verwendung als reine Biokraftstoffe oder als Blendkomponente für Dieselmotoren vorgesehen sind, und für Mischungen von FAME mit Dieselmotorenkraftstoff, die mindestens 2 % (V/V) FAME enthalten.

Die Präzision des Prüfverfahrens wurde für konventionellen Dieselmotorenkraftstoff ermittelt. Dieses Prüfverfahren ist anwendbar auf paraffinische Dieselmotorenkraftstoffe, wie in EN 15940 festgelegt; eine gesonderte Angabe zur Präzision für paraffinischen Dieselmotorenkraftstoff ist jedoch nicht verfügbar.

ANMERKUNG 1 EN 14112 [1] beschreibt ein ähnliches Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität reiner Fettsäuremethylester (siehe Einleitung dieses Dokumentes). Darüber hinaus beschreibt EN 16568 [3] ein ähnliches Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Kraftstoffen für Dieselmotoren bei 120 °C mittels Messung der Induktionszeit des Kraftstoffs bis zu 20 h. Dieses Verfahren gilt für Mischungen von FAME mit Dieselmotorenkraftstoff, die mindestens 2 % (V/V) FAME enthalten. Weitere alternative Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Destillatkraftstoffen sind in CEN/TR 17225 [4] beschrieben.

ANMERKUNG 2 Für Induktionszeiten über 48 h wird die Präzision nicht durch die angegebene Präzision dieses Verfahrens abgedeckt. Die Grenzwerte der relevanten Kraftstoffnormen liegen innerhalb des Anwendungsbereiches dieses Verfahrens.

ANMERKUNG 3 Die Gegenwart von Zündwilligkeitsverbesserern kann die Oxidationsstabilität, die mithilfe dieses Verfahrens bestimmt wurde, verringern. Begrenzte Untersuchungen mit EHN (2-Ethylhexylnitrat) wiesen jedoch darauf hin, dass sich die Stabilität in einem Umfang verringert, der innerhalb der Vergleichbarkeit dieses Prüfverfahrens liegt.

ANMERKUNG 4 Für die Zwecke dieses Dokumentes wird zur Angabe des Volumenanteils einer Substanz (φ) der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

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 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171)*

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:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Induktionszeit

Zeit zwischen dem Beginn der Messung und dem Zeitpunkt, an dem die Bildung von Oxidationsprodukten schnell zuzunehmen beginnt

3.2

Oxidationsstabilität

Induktionszeit, die nach dem Verfahren dieser Norm bestimmt wurde, ausgedrückt in Stunden

4 Kurzbeschreibung

Durch die auf die bei üblicher Anwendung des Verfahrens gewählte Zieltemperatur von 110 °C aufgeheizte Probe wird ein gereinigter Luftstrom geleitet. Während des Oxidationsprozesses werden leichtflüchtige Bestandteile freigesetzt. Diese werden über den durchgeleiteten Luftstrom in eine Messzelle überführt, die entmineralisiertes oder destilliertes Wasser und eine Elektrode zur Messung der Leitfähigkeit enthält. Die Elektrode ist mit einer Mess- und Aufzeichnungseinrichtung verbunden. Sie zeigt das Ende der Induktionszeit durch einen schnellen Anstieg der Leitfähigkeit an, der durch die Dissoziation flüchtiger Carbonsäuren verursacht wird, die während des Oxidationsprozesses erzeugt und im Wasser absorbiert werden. Für weitere Hintergrundinformationen zu dem Verfahren siehe CEN/TR 17225 [4].

5 Chemikalien

5.1 Destilliertes oder entmineralisiertes Wasser nach EN ISO 3696 [7].

5.2 Alkalische Reinigungslösung für Laborglas.

5.3 Ternäres Lösungsmittelgemisch 1 : 1 : 1 (Volumenanteil), bestehend aus Methanol/Toluol/Aceton, jeweils von anerkannter analytischer Reinheit.

5.4 2-Propanol von anerkannter analytischer Reinheit.

5.5 Temperaturstabiles Öl, z. B. Silikonöl.

6 Prüfgerät

Übliche Laborausstattung und Glasgeräte einschließlich Folgendem:

6.1 Gerät zur Bestimmung der Oxidationsstabilität, bestehend aus den folgenden Teilen (siehe Bild 1 und Bild 2).¹

6.1.1 Luftfilter, bestehend aus einem Rohr mit Filterpapier an den Enden und gefüllt mit einem Molekularsieb (6.6), verbunden mit dem Ansaugstutzen einer Pumpe.

6.1.2 Gasmembranpumpe, mit einstellbarem Durchfluss von $(10 \pm 1,0)$ l/h.

6.1.3 Reaktionsgefäß, aus Borosilicatglas mit Verschlusskappe. Die Verschlusskappe muss mit einem Luft-einleitungs- und einem Luftableitungsrohr versehen sein.

Die Länge des Reaktionsgefäßes ist abhängig von der Messausrüstung und muss mindestens 130 mm aus dem Heizblock herausragen, um den Verlust durch Verdampfen von flüchtigen Kraftstoffkomponenten an den kalten Gefäßwänden außerhalb des Ofens auf ein Minimum zu reduzieren.

BEISPIEL Gesamtlänge des Prüfrohrs des Metrohm Rancimat 743 $L = 250$ mm, Omnion OSI Instrument $L = 300$ mm.

1 Ein Gerät zur Bestimmung der Oxidationsstabilität ist im Handel erhältlich unter der Produktbezeichnung Rancimat®, (Modell 743 oder höher, von der Metrohm AG, Herisau, Schweiz) oder OSI® Instrument (von Omnion Inc., Rockland, Massachusetts, USA) Dies sind Beispiele für geeignete Geräte, die nur zur Unterrichtung der Personen, die dieses Dokumentes anwenden, dienen. Dies bedeutet keine Anerkennung dieser Geräte durch CEN. Gleichwertige Geräte dürfen verwendet werden, wenn nachgewiesen ist, dass sie zu den gleichen Ergebnissen mit gleicher oder besserer Präzision führen.

6.1.4 Geschlossene Messzellen mit einem Fassungsvermögen von ungefähr 150 ml und mit einem Gaseinleitungsrohr, das bis zum Boden des Gefäßes reicht. Die Messzelle muss am oberen Ende mit Lüftungslöchern versehen sein.

6.1.5 Elektroden zur Messung der Leitfähigkeit mit einem Messbereich von 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bis 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ passend zu den Abmessungen der Messzelle (6.1.4).

6.1.6 Mess- und Aufzeichnungsgerät, bestehend aus

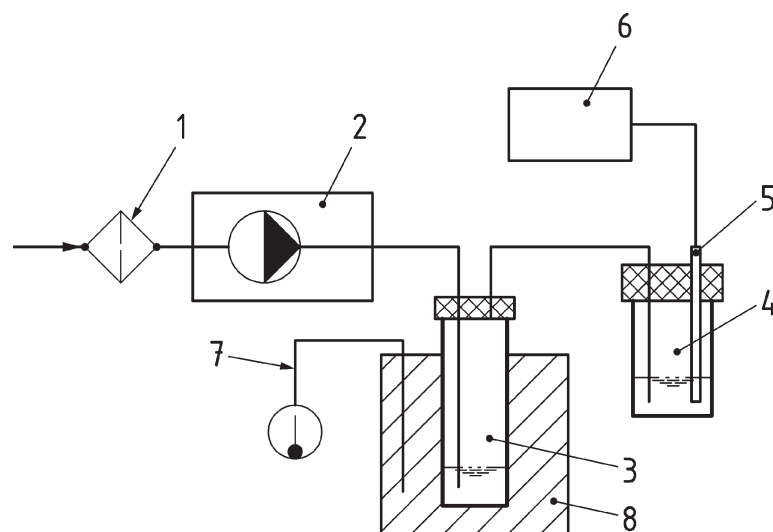
- a) einem Verstärker und
- b) einem Aufzeichnungsgerät, das das Messsignal jeder Elektrode (6.1.5) aufzeichnet.

6.1.7 Kontaktthermometer, mit einer Skaleneinteilung von 0,1 °C **oder ein Pt100-Element** zur Messung der Blocktemperatur, mit Anschlüssen für ein Relais und ein regelbares Heizelement; Temperaturskala von 0 °C bis 150 °C.

6.1.8 Heizblock, aus Aluminiumguss, regelbar bis zu einer Temperatur von $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$. Der Block muss Aufnahmeöffnungen für die Reaktionsgefäße (6.1.3) und eine Öffnung für das Kontaktthermometer (6.1.7) aufweisen.

6.1.9 Standard-Labor-PC, mit Software für Messungen und zur Datenauswertung, z. B. wie vom Hersteller des Mess- und Aufzeichnungsgerätes angeboten.

6.2 Zertifiziertes und kalibriertes Thermometer oder Pt100-Element, mit einem Temperaturbereich bis 150 °C und einer Auflösung von 0,1 °C.



Legende

- | | |
|---|--|
| 1 Luftfilter (6.1.1) | 5 Elektrode (6.1.5) |
| 2 Gasmembranpumpe mit Durchflusskontrolle (6.1.2) | 6 Mess- und Aufzeichnungsgerät (6.1.6) |
| 3 Reaktionsgefäß (6.1.3) | 7 Kontaktthermometer oder Pt-100-Element (6.1.7) |
| 4 Messzelle (6.1.4) | 8 Heizblock (6.1.8) |

Bild 1 — Prüfgerät

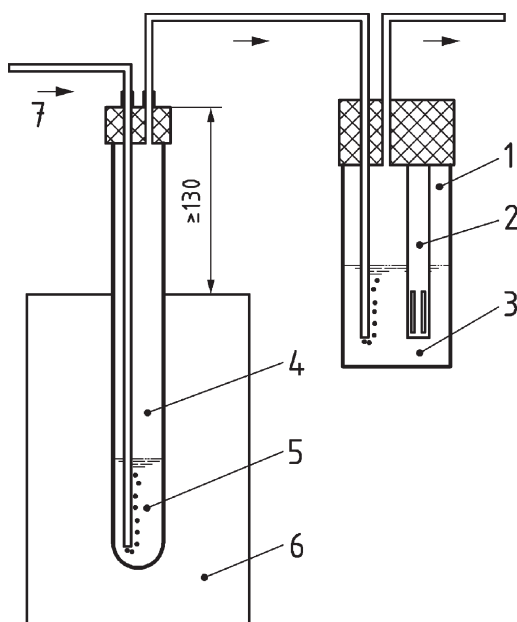
6.3 Messpipetten und/oder Messzylinder.

6.4 Trockenschrank, regelbar bis auf $(150 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

6.6 Molekularsieb mit Feuchtigkeitsindikator, Porengröße 0,3 nm, das vor Verwendung in einem Trockenschrank bei 150 °C getrocknet und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt wurde.

Sofern nichts anderes festgelegt ist, muss die Probenahme nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 und/oder den Festlegungen der nationalen Normen oder Vorschriften für die Probenahme entsprechend durchgeführt werden.

Die Probe ist im Dunkeln zu lagern und nach dem Eingang möglichst bald zu analysieren.



Legende

- | | |
|---|-----------------------|
| 1 Messzelle (6.1.4) | 5 Probe |
| 2 Elektrode (6.1.5) | 6 Heizblock (6.1.8) |
| 3 destilliertes/entmineralisiertes Wasser (5.1) | 7 Lufteinleitungsrohr |
| 4 Reaktionsgefäß (6.1.3) | |

Bild 2 — Heizblock, Reaktionsgefäß und Messzelle

8.1 Probenvorbereitung

- die Probe ist vorsichtig zu homogenisieren;
- die benötigte Menge ist mit einer Pipette zu entnehmen;

— die Proben sind unmittelbar nach ihrer Vorbereitung zu analysieren.

8.2 Vorbereitung des Prüfgerätes

8.2.1 Reinigung der Prüfeinrichtung

Es wird empfohlen, Reaktionsgefäße, Lufteinleitungsrohre und Verbindungsschläuche für den Einmalgebrauch zu verwenden, damit kein Reinigungsvorgang erforderlich wird, und um den Einfluss verbliebener Verunreinigungen zu minimieren.

Verschlusskappen, Messzellen und Elektroden müssen mit 2-Propanol (5.4) gereinigt werden, um organische Rückstände zu entfernen. Die Verbindungsschläuche sollten auf die gleiche Weise gereinigt werden, wenn sie nicht durch neue ersetzt werden.

Es ist mit Leitungswasser und abschließend mit entmineralisiertem oder destilliertem Wasser zu spülen. Die gereinigten Teile sind mindestens 2 h in einem Wärmeschrank bei 80 °C zu trocknen. Die Temperatur darf aufgrund der Elastomer-Stabilität 80 °C nicht übersteigen.

Kraftstoffreste und Alterungsprodukte aus der vorigen Untersuchung sowie das bei der Reinigung verwendete Lösemittel können sich an den Elastomeren anlagern und müssen entfernt werden. Eine Trocknungsdauer von 2 h stellt sicher, dass alle flüchtigen Verbindungen entfernt werden.

Im Falle der Wiederverwendung sind die leeren Reaktionsgefäße und die Lufteinleitungsrohre mindestens dreimal mit dem ternären Lösungsmittelgemisch (5.3) zu spülen, um Kraftstoffreste und anhaftende organische Alterungsrückstände zu entfernen. Beim letzten Spülgang sollte das Lösemittelgemisch farblos bleiben.

Es ist mit 2-Propanol und Leitungswasser zu spülen. Das Einleitungsrohr ist in das Reaktionsgefäß einzusetzen, das vollständig mit einem wässrigen alkalischen Laborreinigungsmittel gefüllt wird.

Die Gefäße sind über Nacht bei Raumtemperatur zu lagern.

Die gereinigten Gefäße und die Einleitungsrohre sind gründlich mit Leitungswasser und abschließend mit entmineralisiertem oder destilliertem Wasser zu spülen. Sie sind mindestens 2 h bei 80 °C in einem Wärmeschrank zu trocknen.

Im Zweifelsfall kann die Sauberkeit der Verschlusskappen und Verbindungsschläuche mit einer Blindprobe überprüft werden, d. h. ohne Probe, unter Normprüfbedingungen. In diesem Fall darf innerhalb von 5 h kein Leitfähigkeitsanstieg von mehr als 10 µS/cm auftreten.

8.2.2 Temperaturkorrektur

8.2.2.1 Allgemeines

Jede Abweichung der Temperatur der Kraftstoffprobe in dem Prüfbehälter von der Temperatur des Heizblocks wirkt sich erheblich auf das Ergebnis aus. Um sicherzustellen, dass die korrekte Messtemperatur verwendet wird, ist die Bestimmung der Differenz zwischen der Temperatur der Probe und der Temperatur des Heizblocks, ΔT , erforderlich. Für diese Bestimmung ist ein kalibrierter externer Temperaturfühler zu verwenden.

Die Temperaturkorrektur muss immer dann durchgeführt werden, wenn die Prüfung bei einer anderen Temperatur durchgeführt wird als zuvor.

8.2.2.2 Durchführung

Der Heizblock ist einzuschalten und es ist zu warten, bis die Zieltemperatur erreicht und stabil ist.

Ein Reaktionsgefäß ist mit 5 g temperaturstabilem Öl (5.5) zu füllen. Der Temperaturfühler ist durch die Kappe in das Reaktionsgefäß einzuführen. Mittels Abstandsklemmen ist ein Abstand zwischen Fühler und Lufteinlass herzustellen. Der Fühler sollte den Boden des Gefäßes berühren.

E DIN EN 15751:2024-04
prEN 15751:2024 (D)

Das gesamte Gefäß ist in den Heizblock einzusetzen und die Luftzuleitung ist anzuschließen.

Wenn der gemessene Temperaturwert konstant ist, ist ΔT wie folgt zu berechnen:

$$\Delta T = T_{\text{block}} - T_{\text{sensor}} \quad (1)$$

Dabei ist

ΔT der Temperaturunterschied zwischen Heizblock und Probe;

T_{block} die Temperatur des Heizblocks;

T_{sensor} die im Reaktionsgefäß gemessene Temperatur.

Die Temperatur des Heizblocks ist nach Gleichung (2) anzupassen:

$$T_{\text{block}} = T_{\text{target}} + \Delta T \quad (2)$$

Dabei ist

T_{target} die vorgesehene Messtemperatur.

BEISPIEL T_{target} beträgt 110 °C. Wenn ein ΔT von +2 °C bestimmt wird, muss die Temperatur des Heizblocks auf 112 °C eingestellt sein.

Nach dieser Temperaturkorrektur sollte die im Reaktionsgefäß gemessene Temperatur mit der Zieltemperatur identisch sein.

9 Messung

9.1 Das Prüfgerät ist nach Bild 1 aufzubauen. Bei Verwendung eines handelsüblichen Prüfgeräts sind die Herstelleranweisungen zu befolgen.

9.2 Die Membranpumpe (6.1.2) ist anzuschließen und der Luftstrom ist auf genau (10 ± 1) l/h einzustellen. Die Pumpe ist abzuschalten. Geeignete Geräte sind üblicherweise mit einer automatischen Durchflusskontrolle ausgestattet.

9.3 Die Temperatur des Heizblocks (6.1.8) ist auf eine Temperatur zu erhöhen, bei der die erforderliche Prüftemperatur (üblicherweise 110 °C, siehe 8.2.2) in dem/den Prüfröhrchen erreicht wird, wobei das Kontaktthermometer (6.1.7) oder eine elektronische Temperaturregeleinrichtung verwendet wird.

9.4 Die Messzellen (6.1.4) sind mithilfe einer Messpipette oder eines Messzylinders (6.3) mit 60 ml destilliertem oder entmineralisiertem Wasser aufzufüllen.

9.5 Die Elektroden (6.1.5) sind zu kontrollieren und ihre Signale sind mithilfe eines Kalibrierpotentiometers auszurichten.

9.5.1 Die von dem Prüfgerät aufgezeichneten Daten sind durch die Software zur Verwendung zugänglich zu machen (6.1.9).

9.5.2 Wenn keine Auswertung mit PC möglich ist, ist wie folgt vorzugehen: Die Elektroden (6.1.5) sind zu kontrollieren und ihre Signale sind mithilfe eines Kalibrierpotentiometers auf die Nulllinie des Schreiberpapiers auszurichten. Der Papiervorschub ist auf 10 mm/h einzustellen und die Messfrequenz auf einen Datenpunkt je 30 s. Der Messwert von 200 µS/cm ist auf 100 % zu setzen. Falls es nicht möglich ist, den Papiervorschub auf 10 mm/h einzustellen, ist er auf 20 mm/h einzustellen. Dies muss auf dem Schreiberpapier vermerkt werden.