

DIN EN 16091



ICS 75.160.20

Entwurf

Einsprüche bis 2021-06-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 16091:2012-02

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Mitteldestillat- und Fettsäuremethylesterkraftstoffe und Mischungen –
Bestimmung der Oxidationsstabilität mit beschleunigtem Verfahren und
kleiner Probenmenge;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16091:2021**

Liquid petroleum products –

Middle distillates and fatty acid methyl ester (FAME) fuels and blends –

Determination of oxidation stability by rapid small scale oxidation method;

German and English version prEN 16091:2021

Produits pétroliers liquides –

Distillats moyens, esters méthyliques d'acides gras (EMAG) et leurs mélanges –

Détermination de la stabilité à l'oxydation par méthode d'oxydation accélérée à petite échelle;

Version allemande et anglaise prEN 16091:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-04-30 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 33 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16091:2021) 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 16091:2012-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) ein neuer Anhang D bezüglich modifiziertem beschleunigtem Verfahren mit kleiner Probenmenge bei 120 °C wurde aufgenommen;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

<i>Titel de:</i>	Flüssige Mineralölerzeugnisse — Mitteldestillat- und Fettsäuremethylesterkraftstoffe und Mischungen — Bestimmung der Oxidationsstabilität mit beschleunigtem Verfahren und kleiner Probenmenge
<i>Titel en:</i>	Liquid petroleum products — Middle distillates and fatty acid methyl ester (FAME) fuels and blends — Determination of oxidation stability by rapid small scale oxidation method
<i>Titel fr:</i>	Produits pétroliers liquides — Distillats moyens, esters méthyliques d'acides gras (EMAG) et leurs mélanges — Détermination de la stabilité à l'oxydation par méthode d'oxydation accélérée à petite échelle

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien und Hilfsmittel	6
6 Prüfgerät	6
7 Probenahme und Handhabung der Proben	7
8 Geräteüberprüfung	7
9 Vorbereitung des Prüfgerätes	7
10 Durchführung	7
11 Angabe der Ergebnisse	8
12 Präzision	8
12.1 Allgemeines	8
12.2 Wiederholbarkeit, r	9
12.3 Vergleichbarkeit, R	9
13 Prüfbericht	9
Anhang A (normativ) Geräte-Beschreibung	10
A.1 Allgemeine Anforderung	10
A.2 Geräte-Aufbau	10
A.3 Reaktionsgefäß	10
A.4 Schraubdeckel	10
A.5 Elektro-Heizung	11
A.6 O-Ring-Dichtungen	11
A.7 Ventile	11
A.8 Druckaufnehmer	11
A.9 Temperaturfühler	11
A.10 Verbindungsrohre	11
A.11 Kühlventilator	11
Anhang B (normativ) Kalibrierverfahren	12
B.1 Kalibrierung des Temperaturfühlers	12
B.2 Kalibrierung des Drucksensors	12
B.3 Verifizierung	12
Anhang C (informativ) Bestimmung der Induktionszeit	13
Anhang D (informativ) Prüfverfahren und Präzisionsdaten bei 120 °C	14
D.1 Hintergrund	14
D.2 Kurze Beschreibung der Implementierung des RSSOT-Verfahrens unter Verwendung einer reduzierten Messtemperatur von 120 °C	14
D.3 Präzision	14
D.3.1 Allgemeines	14

D.3.2	Wiederholbarkeit, r	15
D.3.3	Vergleichbarkeit, R	15
D.4	Ergebnis des ILS	15
Literaturhinweise.....		16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16091:2021) 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 16091:2011 ersetzen.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- a) ein neuer Anhang D wurde aufgenommen, um Arbeiten einzubeziehen, die mit einem modifizierten beschleunigten Oxidationsverfahren im kleinen Maßstab bei 120 °C durchgeführt wurden;
- b) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Mitteldestillat-, Fettsäuremethylesterkraftstoffen (FAME) und Gemischen aus beiden unter beschleunigten Bedingungen fest. Dies geschieht durch Messung der Zeit bis zum definierten Bezugspunkt (Induktionszeit), die in einem mit der Probe und mit Sauerstoff befüllten Reaktionsgefäß ermittelt wird.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Volumenanteils (φ) einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

ANMERKUNG 2 Die Induktionszeit wird als ein Hinweis auf Oxidationsbeständigkeit von Mitteldestillat-, Fettsäuremethylesterkraftstoffen (FAME) und Mischungen aus beiden verwendet. Dieses Verhältnis kann in Abhängigkeit von FAME's, Dieselmischungen und Bedingungen deutlichen Schwankungen unterliegen.

ANMERKUNG 3 Die Anwesenheit von Zündverbesserern kann bei diesem Verfahren zu niedrigeren Messwerten für die Oxidationsstabilität führen. Zum Beispiel wurde beobachtet, dass bei Zugabe von 2-Ethylhexylnitrat (2-EHN) die gemessenen Werte für die Oxidationsstabilität geringer ausfallen können. In Bezug auf Einzelheiten siehe [6].

ANMERKUNG 4 In Bezug auf weiterführende Angaben zu den Präzisionsdaten bei einer Prüftemperatur von 120 °C siehe Anhang D.

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

Bezugspunkt

Zeitpunkt in der Druck/Zeit-Kurve, bei dem der Druck im Gefäß gegenüber dem Maximaldruck der aktuellen Prüfung um 10 % gefallen ist

3.2

Induktionszeit

Zeitspanne zwischen dem Beginn des Aufheizens des mit der Probe und Sauerstoff befüllten Reaktionsgefäßes und dem Bezugspunkt bei 140 °C

4 Kurzbeschreibung

Bei Umgebungstemperatur wird ein bekanntes Volumen einer Probe in ein Reaktionsgefäß gegeben, das bis zu einem Druck von $700 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ mit Sauerstoff befüllt wird. Das Reaktionsgefäß wird auf 140 °C erhitzt. Durch Verbrauch des Sauerstoffs durch die Oxidation der Probe kommt es zu einem Druckabfall im Gefäß. Der Druck im Gefäß wird in Zeitabständen von 1 s aufgezeichnet, bis der Bezugspunkt erreicht ist. Die Zeitspanne vom Beginn bis zum Erreichen des Bezugspunktes ist die bei der Prüftemperatur von $140 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ ermittelte Induktionszeit.

ANMERKUNG Es wurden Arbeiten zur Bestimmung der Oxidationsstabilität mittels eines modifizierten beschleunigten Oxidationsverfahrens im kleinen Maßstab bei 120 °C durchgeführt. Die Ergebnisse davon sind in Anhang D angeführt.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

5.1 Lösemittel zur Reinigung, zur Entfernung von Oxidationsrückständen aus dem Prüfgefäß. Das Lösemittel muss von angemessener Reinheit sein, um keine Rückstände in dem Prüfgerät zu hinterlassen.

ANMERKUNG Handelsübliches Ethanol mit einer Reinheit von etwa 95 % (V/V) hat sich als geeignet erwiesen.

5.2 Sauerstoff, handelsüblicher, extra trockener Sauerstoff ($< 5 \text{ mg/kg}$ Wasser) mit einer Reinheit von nicht weniger als 99,6 %.

5.3 Reinigungstücher, fusselfreie Tücher zur Reinigung empfindlicher galvanischer Überzüge, die keine Kratzer verursachen.

5.4 Prüflüssigkeit, Kohlenwasserstoff-Kraftstoff, jeder Kraftstoff auf Basis von Kohlenwasserstoffen mit einer ausreichenden Stabilität und bekannter Induktionszeit darf verwendet werden.

ANMERKUNG In der Regel ist eine Prüflüssigkeit mit einer zertifizierten Induktionszeit beim Gerätehersteller erhältlich.

6 Prüfgerät

6.1 Automatisch gesteuertes Oxidationsprüfgerät, bestehend aus einem Reaktionsgefäß für die Oxidation mit:

- schnell beheizbarem Probenbehälter;
- Drucksensor geeignet zur Messung von Drücken von 1 kPa bis zu 2 000 kPa und Fehlergrenzen von 1 kPa;
- Temperaturfühler mit Fehlergrenzen von $0,1 \text{ °C}$;
- Einrichtung zur Aufzeichnung der Druck- und Temperaturdaten mit einem Intervall von 1 s.

Das Reaktionsgefäß für die Oxidation muss mit einem Füll- und einem Ablassventil zur Druckentspannung versehen sein. Zur Abkühlung des Gerätes von Prüftemperatur auf Umgebungstemperatur muss ein Ventilator vorhanden sein.

Die Anforderungen an das Prüfgerät werden detailliert in Anhang A beschrieben.

6.2 Pipette, geeignet um ein Probenvolumen von $5,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ einzubringen.

6.3 O-Ring-Dichtungen, siehe A.6.

7 Probenahme und Handhabung der Proben

Sofern nicht anders festgelegt, muss die Probenahme entweder nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 vorgenommen werden.

Die Proben sind nach der Entnahme und während der Lagerung in einem undurchsichtigen Behälter aufzubewahren, um sie vor Lichteinfall zu schützen.

8 Geräteüberprüfung

8.1 Der ordnungsgemäße Betrieb des Gerätes ist unter Verwendung der Prüfflüssigkeit (siehe 5.4) nach Abschnitt 10 zu überprüfen.

8.2 Falls die mit der Prüfflüssigkeit ermittelte Induktionszeit nicht den Vorgaben entspricht, ist der Vorgang nach 8.1 zu wiederholen. Falls der Vorgang ein weiteres Mal fehlschlägt, ist nach den Anweisungen des Herstellers zu verfahren.

8.3 Druck und Temperatur sind kritische Parameter. Eine geeignete Kalibrierung der entsprechenden Sensoren (siehe 6.1) ist daher entscheidend. Das Prüfgerät ist mindestens einmal in 12 Monaten hinsichtlich der ordnungsgemäßen Temperatur- und Druckmesswerte erneut zu kalibrieren.

8.4 Unter dem Gesichtspunkt guter Laborpraxis und der Harmonisierung von Prüfverfahren wird die in Anhang B beschriebene Kalibrierung dringend empfohlen. Aufgrund der Tatsache, dass das Verfahren zur Kalibrierung des Drucksensors für ungeübte Laboranten kompliziert und schwierig ist, ist die Überprüfung mit der Prüfflüssigkeit (5.4) in den meisten Fällen ausreichend.

9 Vorbereitung des Prüfgerätes

9.1 Der Probenteil aus einer vorangegangenen Prüfung ist mit Hilfe einer Pipette oder einer ähnlichen Vorrichtung zu entfernen.

9.2 Die gebrauchte „O-Ring“-Dichtung ist zu entfernen und zu entsorgen.

Um eine Kontamination der nächsten Probe zu vermeiden, ist es notwendig, den gebrauchten „O-Ring“ zu entsorgen, da er mit Oxidationsprodukten der vorangegangenen Prüfung durchtränkt sein kann.

9.3 Die Probenkammer, die Dichtungsnut und der Deckel sind mit einem fusselfreien Reinigungstuch (5.3), getränkt mit dem Lösemittel zur Reinigung (5.1), solange zu reinigen, bis alle Teile frei von Harz und anderen Oxidationsrückständen sind.

9.4 Die Probenkammer und der Deckel sind an der Luft trocknen zu lassen und visuell auf Sauberkeit zu prüfen.

ANMERKUNG Druckluft ist zur Beschleunigung der Verdampfung des Lösemittels generell ungeeignet, da sie Spuren von Öl enthalten kann, die das Ergebnis der nächsten Prüfungen beeinflussen können.

9.5 Eine neue „O-Ring“-Dichtung (siehe 6.3) ist einzusetzen.

10 Durchführung

10.1 Das Reaktionsgefäß und die zu prüfende Probe sind auf Raumtemperatur zu bringen.

10.2 Eine Probenmenge von $5,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ ist mit einer Pipette (6.2) in die Probenkammer des Reaktionsgefäßes einzubringen.

10.3 Die Probenkammer ist mit dem Schraubdeckel zu verschließen (siehe A.2) und das Reaktionsgefäß zu schließen.

10.4 Das Reaktionsgefäß ist mit Sauerstoff vorzuspülen. Das Gefäß ist mit Sauerstoff (5.2) zu befüllen, bis ein Druck von $700 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ erreicht ist und dieser über 20 s konstant bleibt.

10.5 Nach der Sauerstoffbefüllung ist die Heizung unverzüglich zu starten.

10.6 Die Prüftemperatur von $140 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ muss nach $270 \text{ s} \pm 30 \text{ s}$ erreicht sein.

10.7 Ist während der ersten 5 min des Prüfablaufes ein stetiger Druckverlust zu beobachten, ist die Prüfung zu beenden und die Probe zu verwerfen.

Die Leckrate darf bei leerer Probenkammer und einer Prüftemperatur von 140 °C einen Wert von 2 kPa/h nicht übersteigen. Falls die Leckrate einen Anstieg aufweist, sind folgende Punkte zu kontrollieren:

- „O-Ring“ auf Beschädigungen oder Rückstände von Proben;
- Oberfläche der Probenkammer auf Beschädigungen, und
- Probenkammer auf Rückstände von Proben.

Bei Leckagen an anderen Bauelementen ist der Hersteller des Gerätes zu kontaktieren.

10.8 Das Prüfgerät zeichnet automatisch und kontinuierlich die Temperatur (auf $0,1 \text{ °C}$) und den Druck (auf 1 kPa) im Oxidationsgefäß auf.

10.9 Das Prüfgerät beendet den Prüflauf, sobald die Druckmesswerte einen Druckabfall von 10 % unter dem höchsten beobachteten Druck (Bezugspunkt) anzeigen und registriert die abgelaufene Zeit vom Start der Prüfung bis zum Bezugspunkt (Induktionszeit). Ein Beispiel ist in Anhang C aufgeführt.

10.10 Das Prüfgerät registriert automatisch die mittlere Temperatur auf $0,1 \text{ °C}$ als die Prüftemperatur.

ANMERKUNG Das Prüfgerät schaltet automatisch den Ventilator ein, um das Reaktionsgefäß annähernd auf Raumtemperatur zu kühlen. Sobald das Prüfgerät abgekühlt ist, wird der Druck langsam abgebaut, wobei eine Rate von 345 kPa/min nicht überschritten wird.

10.11 Nach Beendigung des Druckablasses ist das Prüfgerät zu öffnen und nach Abschnitt 9 zu reinigen.

11 Angabe der Ergebnisse

Die Induktionszeit ist in Minuten anzugeben, gerundet auf $0,01 \text{ min}$.

12 Präzision

12.1 Allgemeines

Die Angaben zur Präzision wurden durch statistische Untersuchungen nach EN ISO 4259:2006 [1] aus Ergebnissen von Ringversuchen bestimmt, die in den Jahren 2008 und 2009 durchgeführt wurden. Das Prüfverfahren wurde für Proben von FAME, B0, B5, B7, B10 und B30 geprüft. Die Induktionszeiten lagen im Bereich von 22 min bis 215 min.

ANMERKUNG Der Ringversuch und die statistische Auswertung sind ausführlich im Forschungsbericht 2011-404 [6] beschrieben.