

DIN EN 17155

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2017-10-11

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der indizierten Cetanzahl (ICZ) von Kraftstoffen aus
Mitteldestillaten –
Verfahren zur Kalibrierung mit primären Bezugskraftstoffen unter
Verwendung einer Verbrennungskammer mit konstantem Volumen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17155:2017**

Liquid petroleum products –
Determination of indicated cetane number (ICN) of middle distillate fuels –
Primary reference fuels calibration method using a constant volume combustion chamber;
German and English version prEN 17155:2017

Produits pétroliers liquides –
Détermination de l'indice de cétane indicative (ICI) des distillats moyens –
Méthode du calibration par combustibles du reference primaire et combustion dans une
chambre à volume constant;
Version allemande et anglaise prEN 17155:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-08-11 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 in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, 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 55 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17155:2017) 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.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-43 AA „Motorische Prüfung von flüssigen Kraftstoffen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

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

Für das in diesem Dokument zitierte internationale Dokument wird im Folgenden auf das entsprechende deutsche Dokument hingewiesen:

ISO 868 siehe DIN EN ISO 868

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 868, *Kunststoffe und Hartgummi — Bestimmung der Eindruckhärte mit einem Durometer (Shore-Härte) (ISO 868)*

Flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der indizierten Cetanzahl (ICZ) von Kraftstoffen aus Mitteldestillaten — Verfahren zur Kalibrierung mit primären Bezugskraftstoffen unter Verwendung einer Verbrennungskammer mit konstantem Volumen

Produits pétroliers liquides — Détermination de l'indice de cétane indicative (ICI) des distillats moyens — Méthode du calibration par combustibles de référence primaire et combustion dans une chambre à volume constant

Liquid petroleum products — Determination of indicated cetane number (ICN) of middle distillate fuels — Primary reference fuels calibration method using a constant volume combustion chamber

ICS: 75.160.20

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Chemikalien und Hilfsmittel	9
5.1 Primäre Bezugskraftstoffe (PRF) und gemischte Fluide	9
6 Geräte	11
6.1 Verbrennungsprüfgerät mit Probenwechsler	11
7 Probenahme	12
8 Handhabung und Vorbereitung der Probe	12
9 Aufstellung des Geräts	12
10 Vorbereitung des Geräts	12
10.1 Anfahren und Aufwärmen des Systems	12
10.2 Standard-Betriebs- und Prüfbedingungen	13
11 Kalibrierung, Überprüfung und Qualitätskontrolle	13
11.1 Allgemeines	13
11.2 PRF-Kalibrierung	13
11.3 Überprüfung des Geräts	14
11.4 Qualitätskontrolle (QK)	14
12 Prüfverfahren	15
13 Berechnung	15
14 Angabe der Ergebnisse	16
15 Präzision	16
15.1 Allgemeines	16
15.2 Wiederholpräzision	16
15.3 Vergleichpräzision	17
16 Prüfbericht	17
Anhang A (normativ) Beschreibung des Verbrennungsprüfgeräts mit Probenwechsler	18
A.1 Allgemeines	18
A.2 Beschreibung des Geräts	18
A.2.1 Verbrennungskammer	18
A.2.2 Kraftstoffeinspritzsystem	19
A.2.3 Rückstandsbehälter	20
A.2.4 Kühlmittelsystem	21
A.2.5 Verbrennungsladeluft und Abzugssystem	21
A.2.6 Automatisches Karussell	21
A.3 Regelung und Datenerfassung	21

Anhang B (normativ) Betriebsbedingungen zur Unterstützung des genormten Prüfverfahrens.....	23
B.1 Allgemeines	23
B.2 Prüffolge nach dem Stabilisieren der Temperatur der Verbrennungskammer	23
B.3 Abschalten des Gerätes	24
Anhang C (informativ) Herstellung von Kalibrier- und Kontrollfluiden	25
C.1 Allgemeines	25
C.2 Überprüfungen.....	25
C.3 Mischen	26
C.4 Aufzeichnung	26
Literaturhinweise.....	27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17155:2017) 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.

Einleitung

Dieses Dokument ist aus der Normungsarbeit von „Energy Institute“ (IP 617) und „ASTM International“ entstanden. Von ASTM International wird derzeit ein ähnliches, technisch gleichwertiges Prüfverfahren entwickelt.

Das beschriebene Verfahren ist eine alternative quantitative Bestimmung der Cetanzahl von Mitteldestillatkraftstoffen, die in Dieselmotoren eingesetzt werden. Der vollständige Bericht zu einer Studie zur Korrelation zwischen diesem Verfahren und EN ISO 5165 [1] ist dem Forschungsbericht IP 617 ILS [2] zu entnehmen.

Dieses Verfahren basiert auf der Kalibrierung mit Hilfe von Gemischen aus primären Bezugskraftstoffen, die eine Bandbreite von 0 (1-Methylnaphthalin) bis 100 (*n*-Hexadecan) repräsentieren, wobei als Messeinheit die zugeordnete indizierte Cetanzahl (ICZ) verwendet wird. Die fortwährende Leistung dieses Prüfverfahrens wird überwacht und ausgewertet durch die bestehenden amerikanischen und europäischen Austauschprogramme für Kraftstoffe.

Der nach diesem Prüfverfahren bestimmte ICZ-Wert kann ein Maß für die Zündeigenschaften von Mitteldestillatkraftstoffen liefern, die in Dieselmotoren eingesetzt werden. Diese Prüfung ist für die Anwendung durch Motorenhersteller, Mineralölraffinerien und -vermarkter sowie den Handel als Spezifikationshilfe zur Zuordnung und Abstimmung von Kraftstoffen und Motoren vorgesehen. Diese Prüfung ist auch auf alternative Mitteldestillatkraftstoffe anwendbar.

Für die Anwendung dieser Norm wird, um die Unterscheidung von anderen Verfahren zu ermöglichen, für die indizierte Cetanzahl die Abkürzung ICZ verwendet. Bei diesem Verfahren werden für Kalibrierzwecke Gemische aus primären Bezugsmaterialien verwendet.

Derzeit werden die Grundlagen eines Gerätetyps beschrieben. Sobald weitere Korrelationsdaten von verschiedenen Gerätetypen zur Bestimmung der indizierten Cetanzahl vorliegen, wird CEN/TC 19 eine Überarbeitung dieser Europäischen Norm in Betracht ziehen.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Prüfverfahren zur quantitativen Bestimmung der indizierten Cetanzahl (ICZ) von Kraftstoffen aus Mitteldestillaten und Beimischungen fest, die in Dieselmotoren eingesetzt werden. Dieses Verfahren nutzt eine Verbrennungskammer mit konstantem Volumen mit direkter Kraftstoffeinspritzung in erwärmte und komprimierte Luft. Die Kalibrierung der Prüfeinrichtung mit Hilfe von primären Bezugsmaterialien über eine Skala von 0 bis 100 ermöglicht einen Zündverzug, dessen Werte anhand des resultierenden Druckanstiegs gemessen werden, um ICZ-Ergebnisse anzugeben.

Diese Europäische Norm gilt für Mitteldestillatkraftstoffe sowohl mineralölstämmiger als auch nicht mineralölstämmiger Herkunft, für Kohlenwasserstofföle, ölsandbasierte Kraftstoffe, Beimischungen, Fettsäuremethylester (FAME), Biodieselmateriale enthaltende Kraftstoffmischungen, Dieselmotorkraftstoffe, welche Zündverbesserer enthalten, schwefelarme Dieselmotorkraftstoffe, Fluggasturbinenkraftstoffe und Polyoxymethylen-Dimethylether (OME). Anwender, die diese Norm im Besonderen auf alternative Destillatkraftstoffe anwenden, werden jedoch darauf hingewiesen, dass die Beziehung zwischen der Cetanzahl und dem Verbrennungsverhalten in realen Motoren noch nicht völlig geklärt ist.

Diese Europäische Norm deckt den kalibrierten Bereich von 35 ICZ bis 85 ICZ ab.

ANMERKUNG 1 Das Prüfgerät kann die ICZ außerhalb des kalibrierten Bereichs messen, dafür wurde aber die Präzision noch nicht bestimmt.

ANMERKUNG 2 Für die Anwendung der vorliegenden Norm wird für den Volumenanteil einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

ISO 1998-2, *Petroleum industry — Terminology — Part 2: Properties and tests*

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

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

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

ASTM D3703, *Hydroperoxide Number of Aviation Turbine Fuels, Gasoline and Diesel Fuels*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 1998-2 und die folgenden Begriffe.

3.1

Cetanzahl

(en: cetane number, CN)

CZ

Maß für das Zündverhalten eines Dieselmotorkraftstoffs, das durch den Vergleich dieses Kraftstoffs mit Bezugskraftstoffen in einem genormten Motorenprüflauf erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Zündverhalten wird verstanden als der Zündverzug des Kraftstoffs bei der Bestimmung im Norm-Motorenprüflauf unter kontrollierten Bedingungen der Kraftstoffeinspritzrate, der Einspritzzeiten und des Kompressionsverhältnisses.

3.2

Zündverzug

(en: ignition delay, ID)

ZV

Zeitspanne, in Millisekunden (ms), zwischen dem Beginn der Kraftstoffeinspritzung und dem Beginn der Verbrennung

Anmerkung 1 zum Begriff: Dargestellt durch den Mittelwert von ZV_0 und ZV_{150} .

3.2.1

Zündverzug – 0-kPa-Druckrückgewinn

ZV_0

Zeitspanne, in Millisekunden (ms), zwischen dem Beginn der Kraftstoffeinspritzung und dem Zeitpunkt, zu dem der relative Druck wieder auf 0 kPa zurückkehrt

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Veranschaulichung siehe Bild B.1.

3.2.2

Zündverzug – 150-kPa-Schwellenwert

ZV_{150}

Zeitspanne, in Millisekunden (ms), zwischen dem Beginn der Kraftstoffeinspritzung und dem Zeitpunkt, zu dem der relative Druck 150 kPa erreicht

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Veranschaulichung siehe Bild B.1.

Anmerkung 2 zum Begriff: Im Kontext dieses Prüfverfahrens wird der Beginn der Kraftstoffeinspritzung als Beginn des elektronischen Signals verstanden, das den piezoelektrischen Einspritzer öffnet; die Zeitmessungen für die Zeitverzugswerte ZV_0 und ZV_{150} beginnen zum selben Start-Zeitpunkt.

3.3

indizierte Cetanzahl

(en: indicated cetane number, ICN)

ICZ

Maß des Zündverhaltens eines Mitteldestillatkraftstoffs, das zur Erstellung einer Kalibrierkurve durch den Vergleich dieses Kraftstoffs mit in bestimmten Mischungsverhältnissen hergestellten primären Bezugskraftstoffen erhalten wird, deren Bandbreite von 0, durch 1-Methylnaphthalin repräsentiert, bis 100, durch *n*-Hexadecan repräsentiert, reicht

Anmerkung 1 zum Begriff: Dabei handelt es sich im Grundsatz um eine Zahl, die aus einer Kalibrierkurve abgelesen wird, die mit Hilfe des zu prüfenden Prüfgeräts anhand von Kalibrierpunkten für Gemische aus primären Bezugskraftstoffen erstellt wurde. Die Kalibrierkurve für ICZ als Funktion des Zündverzugs (ZV) wird durch einen Ausgleich zweiter Ordnung nach der Methode der kleinsten Abweichungsquadrate erstellt.

3.4

Qualitätskontrollprobe

(en: quality control sample, QC sample)

QK-Probe

stabile(s) und homogene(s) Material(ien), welche(s) dem zu prüfenden Material in der Beschaffenheit ähnlich ist (sind), zur Vermeidung von Veränderungen gelagert und in ausreichender Menge vorrätig für wiederholte Langzeitversuche

3.5

primäre Bezugskraftstoffe

(en: primary reference fuels, PRF)

PRF

n-Hexadecan (*n*-Cetan) und 1-Methylnaphthalin (1-MN)

Anmerkung 1 zum Begriff: Volumetrisch bei 20 °C hergestellte Gemische dieser Materialien definieren die indizierte Cetanzahl anhand der durch Formel (1) dargestellten Beziehung:

$$\text{indizierte Cetanzahl (ICZ)} = \text{prozentualer Anteil } n\text{-Hexadecan (V/V)} \quad (1)$$

3.6

Kalibrier- und Kontrollfluide

Gemische aus *n*-Hexadecan und 1-Methylnaphthalin

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese definieren die indizierte Cetanzahl in bestimmten Volumenverhältnissen nach der durch Formel (1) dargestellten Beziehung.

4 Kurzbeschreibung

Die indizierte Cetanzahl (ICZ) eines Dieselmotorkraftstoffs wird durch Vergleich seines Zündverhaltens mit dem von Gemischen aus primären Bezugskraftstoffen mit bekannter ICZ unter genormten Betriebsbedingungen bestimmt.

Ein Probenanteil des zu prüfenden Materials wird automatisch aus einem in einem Probenwechslerkarussell befindlichen Probenfläschchen gezogen, während der Druckbeaufschlagung erwärmt, und zu Beginn des Verbrennungszyklus wird eine Teilprobe davon in eine temperatur- und druckgeregelte Verbrennungskammer konstanten Volumens eingespritzt, die zuvor mit komprimierter Luft festgelegter Qualität gefüllt wurde. Jede Einspritzung und die sich daran anschließende Verbrennung erzeugen einen schnellen Druckanstieg in der Verbrennungskammer, der durch den dynamischen Drucksensor erfasst wird.

Die Prüffolge unter Verwendung des Probenanteils umfasst eine Reinigungsphase und Verbrennungszyklen, um Werte für den Zündungsverzug (ZV) zu erhalten. Das ICZ-Ergebnis wird anhand des Mittelwerts der ZV-Werte der einzelnen Verbrennungszyklen und der für die Gemische der primären Bezugskraftstoffe (PRF) erhaltenen Kalibrierkurve bestimmt.

Jedes Prüfgerät wird mit sieben Fluiden kalibriert, die aus PRF-Gemischen mit bekannter nach Formel (1) berechneter ICZ hergestellt wurden; dies verknüpft Prüfergebnisse mit den nach EN ISO 5165 [1] erhaltenen Prüfergebnissen. Prüfergebnisse außerhalb des Kalibrierbereichs werden durch Extrapolation mit Hilfe der Kalibrierkurve ermittelt, sind jedoch mit einer erhöhten Unsicherheit behaftet.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

5.1 Primäre Bezugskraftstoffe (PRF) und gemischte Fluide

ACHTUNG — Beim Mischen von PRF sind angemessene Sicherheitsmaßnahmen in Übereinstimmung mit den zutreffenden Sicherheitsdatenblättern zu treffen, z. B. Verwendung einer Abzugshaube.

5.1.1 *n*-Hexadecan mit einer Reinheit von min. 99,0 % (V/V), die zum Mischen der Kalibrier- und Kontrollfluide erforderliche zugeordnete 100-ICZ-Komponente.

5.1.1.1 *n*-Hexadecan wird an einem dunklen und kühlen Ort gelagert, um eine mögliche Veränderung durch UV-Licht- und Temperatureinwirkung zu vermeiden. *n*-Hexadecan verfestigt sich bei Temperaturen unterhalb von etwa 18 °C und kann daher vor dem Gebrauch eine leichte Erwärmung erfordern.

5.1.1.2 Der unmittelbar vor dem Mischen nach ASTM D3703 oder nach einer gleichwertigen Nationalen Norm zu messende Hydroperoxidgehalt muss $\leq 1,0$ mg/kg sein. C.2.1 und die Anweisungen des Messgeräteherstellers enthalten Hinweise zum Einsatz eines Molekularsiebs, falls der Hydroperoxidgehalt zu hoch ist. Alternativ darf eine neue Charge des Materials bezogen und auf ihren Hydroperoxidgehalt geprüft werden.

5.1.2 1-Methylnaphthalin mit einer Reinheit von min. 97,0 % (V/V), die zum Mischen der Kalibrier- und Kontrollfluide erforderliche zugeordnete 0-ICZ-Komponente.

5.1.2.1 1-Methylnaphthalin wird an einem dunklen und kühlen Ort gelagert, um eine mögliche Veränderung durch UV-Licht- und Temperatureinwirkung zu vermeiden.

5.1.2.2 Der unmittelbar vor dem Mischen nach ASTM D3703 oder nach einer gleichwertigen Nationalen Norm zu messende Hydroperoxidgehalt muss $\leq 1,0$ mg/kg sein. C.2.1 und die Anweisungen des Messgeräteherstellers enthalten Hinweise zum Einsatz eines Molekularsiebs, falls der Hydroperoxidgehalt zu hoch ist. Alternativ darf eine neue Charge des Materials bezogen und auf ihren Hydroperoxidgehalt geprüft werden.

5.1.3 Kalibrierfluide, 7 volumetrische Gemische aus *n*-Hexadecan und 1-Methylnaphthalin in Übereinstimmung mit Formel (1) und Tabelle 1 mit Werten innerhalb von 0,5 ICZ der geforderten Werte mit einer Grenzabweichung von $\pm 0,01$ ICZ.

5.1.3.1 Die Kalibrierfluide sind in geschlossenen Behältern (6.7.1) mit einem Fassungsvermögen von 40 ml bis 100 ml unter einem Inertgas (5.7) an einem dunklen, kühlen Ort aufzubewahren, um eine mögliche Veränderung durch UV-Licht zu vermeiden. Für die Prüfung werden 40 ml benötigt.

Tabelle 1 — ICZ von Kalibrierfluiden

ICZ	35,00	40,00	46,00	53,00	60,00	70,00	85,00
-----	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

5.1.3.2 Kalibrierfluide sind im Handel erhältlich oder dürfen vor Ort hergestellt werden. In Anhang C wird ein empfohlenes Verfahren umrissen.

5.1.3.3 Die ICZ-Zahl des Gemischs muss durch Messung seiner Masse und Dichte bestimmt werden, um volumetrische Gleichwertigkeit zu erzielen. Die verwendeten Volumina an PRF müssen genau zugegeben und aufgezeichnet werden, damit die Gültigkeit der ICZ-Bestimmung überprüft werden kann. Siehe Anhang C.

5.1.4 Kontrollfluid, ein volumetrisches Gemisch aus *n*-Hexadecan und 1-Methylnaphthalin in Übereinstimmung mit Formel (1) mit einer bekannten ICZ mit einer Grenzabweichung von $\pm 0,01$ ICZ. Die ICZ muss sich von den in Tabelle 1 angegebenen Werten um min. 1 ICZ unterscheiden und anhand unterschiedlicher Lose von PRF ermittelt werden.

5.1.4.1 Die Kontrollfluide sind in geschlossenen Behältern mit einem Fassungsvermögen von 40 ml bis 100 ml unter einem Inertgas (5.7) an einem dunklen, kühlen Ort aufzubewahren, um eine mögliche Veränderung durch UV-Licht zu vermeiden. Für die Prüfung werden 40 ml benötigt.

5.1.4.2 Kontrollfluide sind im Handel erhältlich oder dürfen vor Ort hergestellt werden. Für weitere Informationen siehe Anhang C.

5.1.4.3 Die ICZ-Zahl des Gemischs muss durch Messung seiner Masse und Dichte bestimmt werden, um volumetrische Gleichwertigkeit zu erzielen. Die verwendeten Volumina an PRF müssen genau zugegeben und aufgezeichnet werden, damit die Gültigkeit der ICZ-Bestimmung überprüft werden kann. Für weitere Informationen siehe Anhang C.

5.2 Qualitätskontrollprobe (QK-Probe), stabiler und homogener Destillatkraftstoff mit ähnlicher Beschaffenheit wie das zu prüfende Material. Zur Entnahme und Handhabung der Proben siehe Abschnitt 8.

5.3 Verbrennungsladeluft, komprimierte Luft mit $(20,9 \pm 0,5)$ % (V/V) Sauerstoff und Rest-Stickstoff, und mit einem Gehalt von weniger als 0,003 % (V/V) Kohlenwasserstoffen sowie weniger als 0,025 % (V/V) Wasser, die in der Lage ist, einen geregelten Druck von 2,5 MPa bis 3,0 MPa aufzubringen.

5.3.1 Vor Ort komprimierte Luft kann die oben angegebenen Anforderungen erfüllen. Hinsichtlich der Filtration und Reinheit der Luft werden die Anweisungen des Herstellers befolgt.

ANMERKUNG Der Sauerstoffgehalt der Verbrennungsladeluft kann zwischen unterschiedlichen Chargen (Flaschen) schwanken. Signifikante Abweichungen können zu Veränderungen des Zündverzugs führen (je höher der Sauerstoffgehalt, desto kürzer der Zündverzug). Vor Ort mit Hilfe eines Kompressors hergestellte Verbrennungsladeluft kann derartige Abweichungen auf ein Mindestmaß verringern.

5.4 Reinigungsfluid, 1-Decanol mit einer Reinheit von min. 99,0 %, das durch ein PTFE-Medienfilter mit einer Feinheit von 0,45 Mikrometer oder feiner gefiltert wurde.

5.5 Wasser, sofern nicht anders festgelegt, entsprechend den Anforderungen an Qualität 3 nach EN ISO 3696 oder einer ähnlichen Nationalen oder Internationalen Norm.

5.6 Kühlflüssigkeit, eine 30 : 70-Mischung von Volumenanteilen von handelsüblichem Ethylen-Kühlerfrostschutzmittel (glykolartig, aluminiumverträglich, mit Algenhemmer) mit Wasser (5.5).

5.7 Inertgas, Argon oder Stickstoff (optional), zur Verwendung als Schutzgas über Kalibrier- und Kontrollfluiden und Proben.

5.8 Aktivierte 4-Å-Molekularsiebe (optional) zur Verringerung des Hydroperoxidgehalts der PRF.

6 Geräte

6.1 Verbrennungsprüfgerät mit Probenwechsler

Das Gerät ist in Bild A.1 dargestellt, wird in 6.1.1, 6.1.2, 6.1.3 und 6.1.4 spezifiziert und in Anhang A ausführlicher beschrieben. Für die Aufstellungs- und Inbetriebnahmeverfahren und eine detaillierte Systembeschreibung wird auf die Anweisungen des Herstellers verwiesen.

6.1.1 Elektronik, bestehend aus der Stromversorgung (einschließlich einer unterbrechungsfreien Stromversorgung) für die speicherprogrammierbaren Steuerungen, Messdatensammlern und zugehörigen Schnittstellen.

6.1.2 Verbrennungskammeranordnung, bestehend aus der beheizten Verbrennungskammer mit konstantem Volumen, einem gekühlten dynamischen Drucksensor sowie Regel- und Absperrventilen und Temperatur- und Drucksensoren.

6.1.2.1 Verbrennungskammer, Verbrennungskammer aus nichtrostendem Stahl.

6.1.3 Common-Rail-Einspritzung, bestehend aus einer gekühlten piezoelektrischen Kraftstoffdüse, Hochdruck-Kolbenpumpe, beheizten Rohrleitungen und Temperatur- und Drucksensoren.

6.1.4 Probenwechsler/Karussell, der/das bis zu 36 Probenfläschchen und das Reinigungsfluid aufnimmt.

6.2 Probenfläschchen, 40 ml (Nennwert), Probenglas mit Dampf- bzw. Gasraum (Headspaceglas) mit Schraubdeckel und Septen aus Silicon/PTFE oder Naturkautschuk/PTFE, mit einer Dicke von etwa 1,3 mm und einer Shore [3] A-Härte von etwa 45. Die PTFE-Seite des Septums muss in das Innere des Probenglases weisen.

6.2.1 Die Probengläser müssen braun oder dunkelbraun sein, um eine mögliche Veränderung durch UV-Licht zu vermeiden. Siehe 8.1 und die dazugehörigen Anmerkungen.

6.3 Spritzenfilter, für den Einmalgebrauch, mit einem Durchmesser von 25 mm bis 28 mm mit einer Nennporenweite von kleiner oder gleich 0,45 Mikrometer, PTFE-Filtermedien, die an einer Spritze anzu-bringen sind (6.4).

6.4 Spritze, für den Einmalgebrauch, mit einem Fassungsvermögen ≥ 20 ml Kunststoff, geeignet für den Einsatz mit einem Spritzenfilter (6.3).

6.5 Umwälzkühler, der in der Lage ist, das Kühlmittel zur Kraftstoffdüsenanordnung und zum dyna-mischen Drucksensor zurückzubefördern und eine Badtemperatur von (65 ± 5) °C aufrechtzuerhalten.

6.6 Computer für die Ein- und Ausgabe von Daten, mit Druckfunktion und Schnittstellen zum Prüfgerät und zu den maßgeblichen Netzen.

6.7 Einrichtung für das Mischen von PRF im Hause (optional).

6.7.1 Braunglasflaschen, mit geeigneten Verschlüssen, deren Fassungsvermögen den jeweiligen Anforde-rungen entspricht (40 ml bis 100 ml), zur Aufbewahrung von im Hause gemischten PRF.

6.7.2 Flüssigkeitsspender oder elektronisches Pipettendosiergerät, für das volumetrische Mischen, mit einer Fehlergrenze $< 0,2$ %.

6.7.3 Analysenwaage, die in der Lage ist, auf 0,1 mg zu wägen.

7 Probenahme

Sofern nicht anders festgelegt, muss die Probenahme entsprechend den Verfahren nach EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 und/oder in Übereinstimmung mit den Anforderungen von nationalen Vorschriften für die Probenahme des zu prüfenden Produkts erfolgen.

8 Handhabung und Vorbereitung der Probe

8.1 Um die Einwirkung von UV-Strahlung, die zu chemischen Reaktionen führen kann, die Einfluss auf die Messungen des Zündverzugs haben können, auf ein Mindestmaß zu verringern, werden die Proben in Behältern gesammelt und aufbewahrt, die aus Werkstoffen bestehen, die den Lichteinfall auf die Probe auf ein Mindestmaß verringern, wie z. B. in dunkelbraunen Flaschen oder Behälter aus epoxidharzbeschichtetem Metall. Falls Proben in Behältern gesammelt werden, die den Lichteinfall auf die Probe nicht auf ein Mindestmaß verringern, müssen diese nach dem Befüllen umgehend umwickelt oder in lichtundurchlässigen Behältern verpackt werden. Falls die Probe nicht innerhalb von 24 h analysiert werden soll, ist sie in einer dunklen, kühlen Umgebung aufzubewahren, vorzugsweise unter Inertgas.

ANMERKUNG 1 Selbst eine nur kurzzeitige Einwirkung von UV-Strahlung auf mineralölstämmige Kraftstoffe beeinflusst nachweislich den Zündverzug [4].

ANMERKUNG 2 Die Bildung von Peroxiden und freien Radikalen, welche den Zündverzug beeinflussen, wird auf ein Mindestmaß verringert, wenn die Probe dunkel, unter einem Inertgas, wie z.B. Stickstoff oder Argon, in kühlen Umgebung gelagert wird.

8.2 Die Probe und ihr Behälter werden vor dem Öffnen des Behälters auf eine Temperatur von etwa 18 °C bis 32 °C gebracht.

8.3 Die Probe wird auf ausgefallene Paraffine überprüft. Sind Ausfällungen vorhanden, so wird die Probe auf eine Temperatur von min. 14 °C oberhalb des erwarteten Cloudpunktes des zu prüfenden Materials erwärmt, wobei darauf zu achten ist, dass keine leichtflüchtigen Bestandteile verloren gehen. Die Probe wird vorsichtig bewegt, um die Ausfällungen wieder zu lösen, und es wird sichergestellt, dass die Probe vor dem Filtern homogen ist.

8.4 Mit Hilfe der auf Umgebungstemperatur gebrachten Spritze (6.4) werden min. 40 ml der Probe ohne Vakuum durch das Spritzenfilter (6.3) in ein neues Probenfläschchen (6.2) gefiltert, das sofort mit einem neuen Schraubverschluss und Septum (mit der PTFE-Seite innerhalb des Probenfläschchens) versehen wird.

9 Aufstellung des Geräts

Für den Aufbau und die Aufstellung des Geräts werden die Anweisungen des Herstellers befolgt. Anhang A enthält weitere Einzelheiten zum Gerät.

10 Vorbereitung des Geräts

10.1 Anfahren und Aufwärmen des Systems

10.1.1 Das Ventil wird an der Quelle der Verbrennungsladeluftzufuhr geöffnet, und der Druckregler wird so eingestellt, wie für die Bereitstellung des geforderten Drucks von 2,5 MPa bis 3,0 MPa erforderlich (siehe 5.3).

10.1.2 Die Stromversorgung des Prüfgeräts wird nach den Anweisungen des Herstellers eingeschaltet. Dies aktiviert die elektronischen Komponenten des Prüfgeräts und die unterbrechungsfreie Stromversorgung der Pumpe des Umwälzkühlers (6.5).

10.1.2.1 Es wird überprüft, ob der Computer und der Umwälzkühler eingeschaltet sind.

10.1.2.2 Probenfläschchen werden zu beliebigem Zeitpunkt in das Karussell gesetzt.

10.1.2.3 Unmittelbar nach dem Einschalten dürfen Einzelheiten zur Probe in das entsprechende Computerprogramm eingegeben werden.

10.1.3 Nach der Stabilisierung der Temperatur von Kammerwand und Luft in der Kammer darf mit der automatischen Prüfung der Proben im Prüfgerät begonnen werden.

10.1.4 Für weitere Einzelheiten und im Fall von Fehlermeldungen wird auf die Anweisungen des Herstellers verwiesen.

10.1.5 Zu Beginn jedes neuen Tages oder jeder neuen Schicht wird vor dem Start der routinemäßigen Prüfungen eine Prüfung mit einer QK-Probe durchgeführt und aufgezeichnet. Die Anweisungen des Herstellers können dabei hilfreich sein.

10.2 Standard-Betriebs- und Prüfbedingungen

10.2.1 Die Betriebs- und Prüfbedingungen werden voreingestellt und sind nicht durch den Anwender veränderbar. Die zur Messung dieser Parameter verwendeten Sensoren und ihre Fehlergrenzen sowie sonstige für Diagnose- und Sicherheitszwecke verwendete Sensoren sind in Anhang A aufgeführt.

10.2.2 Wesentliche Betriebs- und Prüfbedingungen sind in Tabelle 2 angegeben. Falls diese Bedingungen nicht eingehalten werden, werden die Anweisungen des Herstellers befolgt.

Tabelle 2 — Wesentliche Betriebs- und Prüfbedingungen

Legende zu Bild A.1	Parameter	Grenzwerte
C14	Statischer Druck in der Kammer während der Reinigung Statischer Druck in der Kammer vor den Prüfeinspritzungen	Nennwert 1,75 MPa 1,75 MPa ± 0,01 MPa
T4 und T5	Lufttemperatur in der Kammer (angezeigt) Stabilität vor jedem Einspritzen	580 °C ± 0,4 °C
P1	Einspritzdruck	100,0 MPa ± 1,5 MPa
	Einspritzzeit (quarzgesteuerter elektronischer Impuls) (siehe Bild B.1)	1 500 µs ± 1 µs

11 Kalibrierung, Überprüfung und Qualitätskontrolle

11.1 Allgemeines

Für die Kalibrierung werden sieben aus PRF-Gemischen bestehende Fluide verwendet (siehe 5.1.3). Für die Überprüfung wird bzw. werden ein oder mehrere aus PRF-Gemischen bestehende Fluide verwendet (siehe 5.1.4).

11.2 PRF-Kalibrierung

11.2.1 Das Prüfgerät wird bei einer der folgenden Gelegenheiten kalibriert:

- a) Aufstellung und Inbetriebnahme;
- b) Austausch oder Anpassung von kritischen Teilen oder Komponenten der Verbrennungskammeranordnung, des Kraftstoffeinspritzsystems, der Temperatur- oder Drucksensoren;
- c) wenn QK- oder Verifizierungsüberprüfungen anzeigen, dass eine Kalibrierung erforderlich ist, und sich mit den Gründen für die Nichtübereinstimmung in angemessener Weise befasst wurde; siehe die vom Hersteller empfohlenen Überprüfungen.

11.2.2 Es werden die Anweisungen des Herstellers zur Auswahl des PRF-Kalibriermodus befolgt, die Kalibrierfluide werden in das Karussell eingesetzt, und die Einzelheiten zu den ICZ der Kalibrierfluide werden in den Computer eingegeben. Die Einzelheiten zu den ICZ der Kalibrierfluide können auch vorher in den Computer geladen werden.

11.2.3 Vor Beginn der Kalibrierung wird sichergestellt, dass der Behälter für das Reinigungsfluid voll ist.

11.2.4 Das Kalibrierverfahren umfasst das automatische Spülen der zur Kraftstoffdüse führenden Leitungen und die Reinigung der Kraftstoffdüse mit Hilfe des Reinigungsfluids (5.4).

11.2.5 Im automatischen Kalibrierprozess werden alle Kalibrierfluide zweimal geprüft. Die ZV für jedes der Kalibrierfluide werden verwendet, um eine Kalibrierkurve der ZV über den ICZ für die Verwendung während der normalen Prüfungen zu berechnen.

11.2.6 Die Kalibrierkurve wird automatisch, mit Hilfe der angepassten *R*-quadratierten Statistik und einem Bestanden-Kriterium von $\geq 0,998$ auf ihre „Anpassungsqualität“ überprüft. Falls das Kriterium nicht erfüllt ist, werden die Anweisungen des Herstellers befolgt, bevor der Versuch einer erneuten Kalibrierung unter-
nommen wird.

11.2.7 Die für die Kalibrierkurve geltende Gleichung, das Kalibrierdatum, die zugehörigen ZV und ICZ sind verfügbar; um Zugriff auf diese Daten zu erhalten, wird bei Bedarf den Anweisungen des Herstellers gefolgt.

11.3 Überprüfung des Geräts

11.3.1 Die Leistung des Geräts wird unter Verwendung eines Kontrollfluids (5.1.4) in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers mit einer ICZ überprüft, die der typischen Cetanzahl des zu prüfenden Kraftstoffs am nächsten kommt. Es darf keiner der in Tabelle 1 aufgeführten ICZ-Werte verwendet werden.

Das Gerät arbeitet innerhalb der dafür geltenden Festlegungen, wenn das ICZ-Prüfergebnis innerhalb von $R/\sqrt{2}$ der zugeordneten ICZ des verwendeten Kontrollfluids liegt, wobei *R* die Vergleichspräzision des Prüfverfahrens ist (siehe 1.2 und 15.1.3).

11.3.2 Das Gerät wird bei einer der folgenden Gelegenheiten überprüft:

- a) nach einer Kalibrierung; oder
- b) wenn die Ergebnisse der QK-Überprüfungen außerhalb der zulässigen Abweichungen liegen.

11.3.3 Für die Prüfung des Kontrollfluids werden die Abschnitte 10 und 12 befolgt. Falls das Prüfergebnis der Überprüfung außerhalb der in 11.3.1 angegebenen Leistungswerte liegt, werden die Anweisungen des Herstellers hinsichtlich der Diagnoseverfahren befolgt, bevor eine erneute PRF-Kalibrierung durchgeführt wird.

11.3.4 Falls das Prüfergebnis der Überprüfung innerhalb der in 11.3.1 angegebenen Leistungsanforderungswerte liegt, die Ergebnisse der QK-Überprüfungen aber außerhalb der zulässigen Toleranz liegen, werden die Anweisungen des Herstellers hinsichtlich der Diagnoseverfahren befolgt. Falls die Ergebnisse der QK-Überprüfungen weiterhin außerhalb der zulässigen Toleranz liegen, wird eine erneute PRF-Kalibrierung durchgeführt.

11.4 Qualitätskontrolle (QK)

11.4.1 Geeignete Verfahren zur Qualitätskontrolle müssen vorliegen, um einen durchgehenden zufrieden stellenden Betrieb des Prüfgerätes sicherzustellen. Qualitätskontrollproben (5.2) müssen in Abständen geprüft werden, und die Aufzeichnungen der Ergebnisse sind aufzubewahren.

11.4.2 Qualitätskontrollmessungen werden an einer oder mehreren Qualitätskontrollprobe(n) mindestens einmal täglich nach der Vorbereitung des Gerätes sowie nach jedem Austausch der Verbrennungsladeluft und nach der Kalibrierung durchgeführt.

11.4.2.1 Berücksichtigt wird auch das Volumen der externen Leitungen für Verbrennungsladeluft, die nach jedem Austausch der Verbrennungsladeluftversorgung an das Messgerät angeschlossen werden. Bei extrem langen Hochdruck-Luftleitungen können viele Prüfungen bereits abgeschlossen sein, bevor die neue Luft das Prüfgerät erreicht.

11.4.2.2 Bei durchgehender Verwendung ist es gute Praxis, QK-Überprüfungen mindestens nach jeder 10. Probe durchzuführen.

11.4.2.3 Für die Prüfung der Qualitätskontrollprobe werden die Abschnitte 10 und 12 befolgt.

11.4.3 Wann immer QK-Probenbestimmungen nicht unter statistischer Kontrolle sind, wie durch Verfahren wie z. B. ASTM D6299 [5] oder gleichwertige¹⁾ bestimmt, werden Korrekturmaßnahmen ergriffen, indem die Anweisungen des Herstellers befolgt werden, um eine Reinigungssequenz unter Verwendung des Reinigungsfluids (5.4) durchzuführen. Falls die Verwendung des Reinigungsfluids nicht dazu führt, dass die QK-Probe wieder unter statistischer Kontrolle ist, wird, sofern erforderlich, mit der Überprüfung des Prüfgeräts nach 11.3 und anschließend der PRF-Kalibrierung nach 11.2 fortgefahren.

12 Prüfverfahren

12.1 Es wird sichergestellt, dass das Prüfgerät die in Abschnitt 11 angegebenen Anforderungen an die Kalibrierung, Überprüfung und Qualitätskontrolle sowie die in Abschnitt 10 angegebenen Anforderungen an die Vorbereitung der Geräte erfüllt.

12.2 Es wird sichergestellt, dass die im Probenfläschchen befindliche Probe in Übereinstimmung mit den in Abschnitt 8 angegebenen Anforderungen an die Handhabung und Vorbereitung der Probe vorbereitet wurde.

12.3 Es werden die Anweisungen des Herstellers befolgt, um die Probenfläschchen mit der Probe zu befüllen, die Einzelheiten zur Probe einzugeben und das Fläschchen in das Probenwechslerkarussell einzusetzen.

12.4 Es werden die Anweisungen des Herstellers befolgt, um mit der Prüfung zu beginnen, die dann bis zum Ende automatisch abläuft. Falls sich weitere Proben im Karussell befinden, können diese ohne ein Eingreifen des Bedienungspersonals geprüft werden, nachdem die sie betreffenden Einzelheiten in den Computer eingegeben wurden.

12.5 In Anhang B werden die während der Prüfung auszuführenden (automatischen) Verfahren beschrieben.

13 Berechnung

Die 12 Verbrennungszyklus-ZV werden mit Hilfe des Peirceschen Kriteriums [6] statistisch auf Ausreißer untersucht. Falls es einen oder mehrere Ausreißer gibt, wird ein 13. Verbrennungszyklus durchgeführt. Sofern von den dann vorliegenden 13 Messwerten 12 gültig sind, wird der Ausreißer eliminiert. Enthalten diese 13 Messwerte zwei oder mehr Ausreißer, so wird ein 14. Verbrennungszyklus durchgeführt. Verbleiben dann noch zwei Ausreißer, so werden diese eliminiert. Aus den verbleibenden ZV wird der Mittelwert gebildet (siehe B.2.5). Falls die Anzahl an gültigen Messwerten kleiner als 10 ist, muss die gesamte Prüfung wiederholt werden. Das ICZ-Ergebnis wird automatisch aus der PRF-Kalibrierkurve erhalten.

1) Im derzeit in Entwicklung befindlichen Teil 3 von EN ISO 4259 [7] sollen diese Verfahren ebenfalls behandelt werden.