

DIN EN 17306



ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2018-10-31

Entwurf

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Destillationseigenschaften bei atmosphärischem Druck –
Mikrodestillation;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17306:2018**

Liquid petroleum products –
Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure –
Micro-distillation;
German and English version prEN 17306:2018

Produits pétroliers –
Distillation des produits pétroliers et de combustibles liquides à la pression atmosphérique –
Méthode Micro Distillation;
Version allemande et anglaise prEN 17306:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-08-31 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 51 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17306:2018) 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 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

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.

Flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Destillationseigenschaften bei atmosphärischem Druck — Mikrodestillation

*Produits pétroliers — Distillation des produits pétroliers et de combustibles liquides à la pression atmosphérique —
Méthode Micro Distillation*

*Liquid petroleum products — Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure — Micro-
distillation*

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung.....	7
5 Chemikalien und Hilfsmittel	7
6 Prüfgerät.....	8
6.1 Mikrodestillationseinheit	8
6.2 Barometer für die Kalibrierung	8
6.3 Probenahmegerät	8
6.4 Becherglas für Abfall	8
7 Probenahme.....	8
8 Vorbereitung des Prüfgerätes.....	9
9 Kalibrierung, Verifizierung und Qualitätskontrolle	9
9.1 Allgemeines	9
9.2 Kalibrierung.....	9
9.3 Verifizierung des Messgeräts	10
9.4 Qualitätskontrolle.....	10
9.4.1 Zertifiziertes Referenzmaterial (ZRM)	10
9.4.2 Sekundäres Gebrauchsnorm (SWS)	11
10 Durchführung	11
11 Berechnung	12
12 Angabe der Ergebnisse	12
13 Präzision	12
13.1 Allgemeines	12
13.2 Wiederholbarkeit, r	13
13.3 Vergleichbarkeit, R	14
13.4 Systematische Abweichung	16
13.5 Relative systematische Abweichung.....	16
13.6 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit für FAME	16
13.7 Relative systematische Abweichung für FAME	17
14 Prüfbericht	18
Anhang A (normativ) Mikrodestillationsgerät	19
A.1 Ausführliche Beschreibung des Geräts.....	19
Anhang B (normativ) Präzision des verdampften oder aufgefangenen Volumenanteils bei einer vorgeschriebenen Temperatur	23
Anhang C (informativ) Typische Proben und Einteilung in Gruppen.....	24
Literaturhinweise	25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17306:2018) 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

Die Destillationseigenschaften (die Flüchtigkeitsmerkmale) von Kohlenwasserstoffen und anderen Flüssigkeiten haben einen wesentlichen Einfluss auf die Sicherheit und Gebrauchsfähigkeit, vor allem bei Brennstoffen und Lösemitteln. Der Siedebereich gibt Informationen über die Zusammensetzung, die Eigenschaften und das Verhalten des Brennstoffs bei Lagerung und Gebrauch. Die Flüchtigkeit ist der bestimmende Faktor für die Neigung eines Kohlenwasserstoffgemischs, explosionsfähige Dämpfe zu erzeugen.

Die Destillationseigenschaften sind von entscheidender Bedeutung sowohl für Ottokraftstoffe als auch für Flugbenzin, indem sie Start, Warmlauf und die Neigung zur Dampfblasenbildung bei hoher Betriebstemperatur oder großer Flughöhe oder beidem beeinflussen. Das Vorhandensein von Bestandteilen mit hohem Siedepunkt in diesen und anderen Brennstoffen kann den Grad der Bildung von festen Verbrennungsrückständen wesentlich beeinflussen.

Der Destillationsbereich ist häufig in den Spezifikationen von Mineralölerzeugnissen, in Handelsvertragsvereinbarungen, Prozessoptimierungs-/steuerungsanwendungen und zur Einhaltung behördlicher Vorschriften enthalten.

Dieses Prüfverfahren kann auf verunreinigte Produkte oder Kohlenwasserstoffgemische angewendet werden. Das ist nützlich für eine schnelle Kontrolle der Produktqualität, Überwachung des Raffinierungsprozesses, Prüfung auf Brennstoffverfälschung und andere Zwecke, einschließlich der Verwendung als tragbares Gerät für Feldprüfungen.

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung der Norm ASTM D5482 [1], auf der es beruht, technisch gleichwertig.

Dieses Prüfverfahren nutzt ein automatisches Mikrodestillationsgerät, liefert unter Verwendung eines kleinen Probenvolumens schnell Ergebnisse und erspart einen Großteil der Zeit des Bearbeiters und beseitigt einen Großteil von dessen Subjektivität im Vergleich zu EN ISO 3405 oder ASTM D1160 [2].

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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Laborverfahren zur Bestimmung der Destillationseigenschaften von leichten und mittleren Destillaten aus Erdöl und verwandten Produkten mit biologischem oder synthetischem Ursprung, die bei atmosphärischem Druck einen Destillationsbeginn oberhalb von 20 °C und Destillationsendpunkte unterhalb von etwa 400 °C haben, unter Verwendung eines automatischen Mikrodestillationsgerätes fest.

Dieses Prüfverfahren ist anwendbar auf derartige Produkte wie Leicht- und Mitteldestillaten, Ottokraftstoffe, Ottokraftstoffe mit einem Ethanolgehalt von bis zu 20 %, Flugbenzine, Flugturbinenkraftstoffe, (paraffinische) Dieselmkraftstoffe, FAME (B100), Dieselmkraftstoffmischungen mit bis zu 30 % Fettsäuremethylester (FAME), spezielle Petroleumbenzine, Naphthas (Rohbenzine), Testbenzine, Kerosin, Brennstoffe für Brenner und Schifffahrtbrennstoffe.

Das Prüfverfahren ist auch auf Kohlenwasserstoffe mit einem engen Siedebereich anwendbar, wie z. B. organische Lösemittel oder sauerstoffhaltige Verbindungen.

Das Prüfverfahren ist für die Analyse von Destillaten ausgelegt; es ist nicht auf Produkte anwendbar, die beträchtliche Mengen an Rückstandsmaterial enthalten.

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)*

EN ISO 3405, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Destillationsverlaufes bei Atmosphärendruck (ISO 3405)*

EN ISO 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1)*

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: unter <http://www.electropedia.org/>

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

3.1

automatisches Gerät

Mikroprozessor gesteuerte Einheit, die die Verfahren der automatischen Steuerung des Verdampfens einer Flüssigkeitsprobe unter den spezifischen Bedingungen dieses Prüfverfahrens, der Erfassung der Messdaten und Umwandlung dieser Daten mit einem patentierten Algorithmus, um die Destillationsergebnisse entsprechend einem von der Industrie anerkannten Referenzverfahren vorherzusagen, durchführt

3.2

berichtigte angezeigte Temperatur

auf einen Luftdruck von 101,3 kPa berichtigte angezeigte Temperatur

3.3

Destillationsendpunkt

(en: final boiling point)

FBP

höchste Thermometerablesung (berichtigt), die während der Prüfung erreicht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Dies ist üblicherweise nach dem vollständigen Verdampfen der Flüssigkeit vom Boden des Destillierkolbens der Fall.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Benennung Höchsttemperatur wird häufig als Synonym verwendet.

3.4

Innendruck des Kolbens

Druck im Destillierkolben, erhalten während der Prüfung mit einem Differenzdruckgeber des automatischen Geräts

Anmerkung 1 zum Begriff: Der während der Prüfung aufgezeichnete Innendruck des Kolbens wird mit einem vom automatischen Gerät genutzten patentierten Algorithmus automatisch in Daten für den aufgefangenen oder verdampften Volumenanteil in Prozent umgewandelt.

3.5

Destillationsbeginn

IBP

berichtigte angezeigte Temperatur, die dem Zeitpunkt entspricht, an dem ein Anstieg des Innendrucks des Kolbens beobachtet wird

3.6

Flüssigkeitstemperatur

Temperatur der Flüssigkeitsprobe im Destillierkolben während der Prüfung, erhalten mit einer Flüssigkeitstemperatur-Messeinrichtung des automatischen Geräts

3.7

aufgefangene Destillatmenge

Volumenanteil der kondensierten Flüssigkeit, die im automatischen Gerät zu einem beliebigen Zeitpunkt der Destillation beobachtet wird, angegeben als Volumenanteil in Prozent der eingesetzten Probenmenge, in Verbindung mit einer gleichzeitigen Temperaturablesung

3.8

insgesamt aufgefangene Destillatmenge

durch das automatische Gerät vorhergesagte Ausbeute, angegeben als Volumenanteil in Prozent der eingesetzten Probenmenge

3.9

Destillationsrückstand

Volumen des Rückstands im Destillierkolben, angegeben als Volumenanteil in Prozent der eingesetzten Probenmenge

3.10

Referenzverfahren

Prüfverfahren oder analoges Verfahren, das häufig für die Angabe der Destillationseigenschaften von Mineralölerzeugnissen in der Industrie angewendet wird

3.11

angezeigte Temperatur

angepasste Dampf- und Flüssigkeitstemperatur unter Anwendung eines Algorithmus des automatischen Geräts, um die Temperaturnacheilung und den Fadenfehler nachzuahmen, wie sie bei der Verwendung eines Flüssigkeitsthermometers zur Bestimmung der Destillationseigenschaften zu beobachten wären

3.12

Dampftemperatur

Temperatur des Dampfes im Destillierkolben während der Prüfung, erhalten mit einer Dampftemperatur-Messeinrichtung des automatischen Geräts

4 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird in den Destillierkolben überführt, der Destillierkolben wird an einer bestimmten Stelle auf dem automatischen Gerät angeordnet und die Wärme wird dem Boden des Destillierkolbens zugeführt.

Das automatische Gerät misst und zeichnet die Dampf- und Flüssigkeitstemperaturen der Probe und den Druck im Destillierkolben auf, da die Probe bei atmosphärischem Druck schrittweise destilliert. Im Verlauf der gesamten Destillation erfolgen automatische Aufzeichnungen und die Daten werden im Speicher des Gerätes gespeichert.

Am Ende der Destillation werden die erfassten Daten mit einem Datenverarbeitungssystem bearbeitet, in Destillationseigenschaften umgewandelt und um den Luftdruck berichtigt.

Die Prüfergebnisse werden üblicherweise als aufgefangene Destillatmenge oder verdampfte Menge in Abhängigkeit von der entsprechenden Temperatur in Übereinstimmung mit einem von der Industrie anerkannten einheitlichen Formular und Referenzverfahren entweder in einer Tabelle oder graphisch als Verlauf der Destillationskurve angegeben.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

5.1 Reinigungslösemittel, geeignet zum Reinigen und Trocknen des Prüfkolbens, wie z. B. Petrolnaphtha und Aceton.

5.2 Toluol, Reinheit 99,5 %.

5.3 *n*-Hexadecan, Reinheit 99 %.

5.4 Chemikalien mit einer Reinheit von mindestens 99 % müssen im Kalibrierverfahren verwendet werden (siehe 9.3).

5.5 Granularer Bimsstein, sauberer und trockener feinkörniger Bimsstein mit einem Durchmesser von 0,8 mm bis 3,0 mm, für jede Prüfung werden etwa 10 Körner benötigt.

5.6 Trocknungsmittel für die Probe, wasserfreies Natriumsulfat hat sich als geeignet erwiesen.

6 Prüfgerät

6.1 Mikrodestillationseinheit

Die Hauptbestandteile der Mikrodestillationseinheit sind der Destillierkolben, ein Kondensatrückgewinnungsbereich mit Becherglas für Abfall, ein Schutzgehäuse für den Destillierkolben mit Heizquelle und Kolbenhalterung, die Messeinrichtung für die Flüssigkeitstemperatur der Probe, die Messeinrichtung für die Dampftemperatur der Probe, die Messeinrichtung für den Innendruck im Destillierkolben, die Umgebungsdruck-Messeinrichtung, die Steuer- und Regelsysteme zur Regulierung des Destillationsprozesses und das Datenverarbeitungssystem zur Umwandlung aufgezeichneter Angaben in ein typisches, von der Industrie anerkanntes einheitliches Berichtsformular.

Eine ausführliche Beschreibung des Geräts ist in A.1 angeführt.

6.2 Barometer für die Kalibrierung

Eine Druckmesseinrichtung, die in der Lage ist, den lokalen Druck mit einer Messunsicherheit von 0,1 kPa (1 mm Hg) oder besser zu messen, und zwar bei der gleichen Höhenlage relativ zum Meeresniveau, in der sich das Prüfgerät befindet.

WARNUNG — Das Barometer ist nur für die regelmäßige Kalibrierung der Messeinrichtungen für den Umgebungsdruck erforderlich. Es dürfen keine Ablesewerte von gewöhnlichen Aneroidbarometern, wie sie in Wetterstationen und Flughäfen eingesetzt werden, verwendet werden, da diese vorkorrigiert sind, um Ablesewerte auf Meeresniveaus zu erhalten.

6.3 Probenahmegerät

Glas- oder Kunststoffspritze mit einem Fassungsvermögen von $(10 \pm 0,3)$ ml oder Dispenser mit konstantem Volumen und einem Fassungsvermögen von $(10 \pm 0,3)$ ml.

6.4 Becherglas für Abfall

Glas mit einem Fassungsvermögen von etwa 200 ml, Außendurchmesser etwa 70 mm, Höhe etwa 130 mm, ausgestattet mit einem Deckel, um die Verdunstung zu verringern, Die Ausführung des Deckels muss es ermöglichen, dass das Becherglas zum atmosphärischen Druck hin offen bleibt.

7 Probenahme

7.1 Sofern nicht anders festgelegt, müssen die Proben nach der Beschreibung in EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 bzw. in Übereinstimmung mit den Anforderungen nationaler Normen oder Vorschriften für die Probenahme des zu prüfenden Produkts entnommen werden. Mindestens 50 ml Probe werden empfohlen.

7.2 Die extreme Empfindlichkeit von Flüchtigkeitsmessungen gegenüber Verlusten durch Verdunstung und den sich ergebenden Änderungen in der Zusammensetzung erfordert äußerste Vorsicht bei der Entnahme und Handhabung von Proben flüchtiger Produkte.

7.3 Die Probe muss frei von jeglichen suspendierten Feststoffen oder anderen unlöslichen Verunreinigungen sein. Es wird eine andere Probe entnommen oder die Feststoffteilchen werden durch Filtration entfernt. Während des Filtrationsvorgangs ist darauf zu achten, dass der Verlust an leichtflüchtigen Bestandteilen auf ein Mindestmaß verringert wird.

7.4 Alle Proben müssen in einem dicht verschlossen und leckagesicheren Behälter geschützt vor direkter Einwirkung von Sonnenlicht oder Wärme aufbewahrt werden.

Proben, die leichtflüchtige Materialien mit einem erwarteten Destillationsbeginn unterhalb 100 °C enthalten, werden vor der Prüfung vor zu hohen Temperaturen geschützt. Das kann durch Lagerung des Probenbehälters in einem geeigneten Eisbad oder Kühlschrank bei einer Temperatur unterhalb von 10 °C erreicht werden. Andere Proben können bei Umgebungstemperatur oder niedrigerer Temperatur gelagert werden.

7.5 Wenn sich die Probe bei der Lagerung teilweise oder vollständig verfestigt hat, muss sie vorsichtig auf eine Temperatur erwärmt werden, bei der sie vollständig flüssig ist. Nach dem Verflüssigen und vor dem Öffnen des Probenbehälters muss sie kräftig geschüttelt werden, um die Homogenität sicherzustellen.

7.6 Feuchte Proben von Materialien, die sichtbar Wasser enthalten, sind für die Prüfung nach diesem Prüfverfahren nicht geeignet. Wenn die Probe nicht trocken ist, wird eine andere Probe entnommen, die frei von suspendiertem Wasser ist.

Wenn eine solche Probe nicht erhalten werden kann, wird das freie Wasser entfernt, indem etwa 30 ml der zu prüfenden Probe in einen Erlenmeyerkolben aus Glas gegeben werden, der etwa 10 g Trocknungsmittel enthält. Der Kolben wird mit einem Stopfen verschlossen und leicht geschüttelt. Die Mischung wird für etwa 15 min absetzen gelassen. Wenn die Probe kein visuell erkennbares Wasser mehr zeigt, wird ein dekantierter Teil der Probe für die Analyse verwendet. Es wird empfohlen, verbliebenes oder suspendiertes Trocknungsmittel aus dem Probenteil abzufiltrieren. Während dieser Trocknungs- und Filtrationsvorgänge ist darauf zu achten, dass der Verlust an leichtflüchtigen Bestandteilen auf ein Mindestmaß verringert wird. Im Bericht wird angegeben, dass die Probe unter Zugabe eines Trocknungsmittels getrocknet wurde.

8 Vorbereitung des Prüfgerätes

Das Analysegerät wird nach den Anweisungen des Herstellers für den Betrieb installiert.

Dieses Messgerät muss vor direktem Sonnenlicht, Quellen direkter Hitzeeinwirkung oder Luftzug geschützt angeordnet werden.

Der Hauptnetzschalter des Analysegerätes wird eingeschaltet.

9 Kalibrierung, Verifizierung und Qualitätskontrolle

9.1 Allgemeines

Das Gerät wird bei jedem der folgenden Anlässe kalibriert und verifiziert:

- nach der Installation und Inbetriebnahme;
- nach dem Austausch entscheidender Teile oder Komponenten;
- wenn Bestimmungen an Qualitätskontrollproben nicht unter statistischer Kontrolle (nicht beherrscht) sind und die Ursachen für die Nichtübereinstimmung bei der Qualitätskontrolle in geeigneter Weise behandelt wurden.

9.2 Kalibrierung

9.2.1 Bei der Verifizierung des ordnungsgemäßen Betriebs des Gerätes werden die Anweisungen des Herstellers eingehalten.

9.2.2 Temperaturmesssystem

In Zeitabständen von nicht mehr als sechs Monaten oder nachdem das System ausgetauscht oder repariert wurde, oder beides, wird die Kalibrierung der Messfühler für die Flüssigkeits- und Dampftemperatur durch Destillation von reinen Verbindungen, wie z. B. Toluol und *n*-Hexadecan, nach der Bedienungsanleitung des Geräts überprüft. Wenn die Probe fest ist, wird sie auf etwa 25 °C erwärmt und es wird gewartet, bis das gesamte Material flüssig ist, bevor mit der Prüfung begonnen wird.

ANMERKUNG Der Schmelzpunkt von *n*-Hexadecan ist 18 °C.

9.2.3 Umgebungsdruck-Messeinrichtung

In Zeitabständen von nicht mehr als sechs Monaten oder nachdem das System ausgetauscht oder repariert wurde, oder beides, muss der Ablesewert der Umgebungsdruck-Messeinrichtung des Geräts gegen ein Barometer (6.3) verifiziert werden.

9.2.4 Differenzdruck-Messeinrichtung

In Zeitabständen von nicht mehr als sechs Monaten oder nachdem das System ausgetauscht oder repariert wurde, oder beides, muss der Ablesewert der Differenzdruck-Messeinrichtung des Geräts nach den Anweisungen des Herstellers verifiziert werden.

9.3 Verifizierung des Messgeräts

9.3.1 Zur Verifizierung des Temperaturmesssystems wird hochreines Toluol nach dem vorliegenden Prüfverfahren destilliert und die angezeigte Temperatur bei destillierten 50 % verglichen. Wenn sich die angezeigte Temperatur um mehr als 0,5 °C von der erwarteten Temperatur von 109,3 °C (siehe 9.2.2) unterscheidet, wird die Kalibrierung des Messgeräts überprüft (siehe 9.2).

9.3.2 Zur Verifizierung des Temperaturmesssystems bei erhöhten Temperaturen wird *n*-Hexadecan verwendet und die Temperatur bei destillierten 50 % aufgezeichnet. Wenn sich die angezeigte Temperatur um mehr als 1,0 °C von der erwarteten Temperatur von 278,6 °C (siehe 9.2.2) unterscheidet, wird die Kalibrierung des Messgeräts überprüft (siehe 9.2).

ANMERKUNG Die Temperaturen entsprechen denen, die erhalten werden würden, wenn Toluol und Hexadecan unter Anwendung von EN ISO 3405 destilliert werden würden und sind nicht die Zahlenwerte, die in der Literatur als die Siedepunkte dieser Materialien angeführt sind.

9.3.3 Die Verifizierung des Leistungsverhaltens des Geräts unter dynamischen Bedingungen und bei breitem Temperaturbereich kann durch Destillation eines zertifizierten Referenzmaterials (ZRM, 9.4.1) oder sekundären Gebrauchsnormals (en: Secondary Working Standard, SWS, 9.4.2) erfolgen.

9.4 Qualitätskontrolle

9.4.1 Zertifiziertes Referenzmaterial (ZRM)

Ein ZRM ist ein stabiles Kohlenwasserstoffgemisch oder ein anderes stabiles Mineralölerzeugnis mit einer verfahrensspezifischen Destillationseigenschaft, die nach EN ISO 4259-1 oder Guide 35 [3] durch einen verfahrensspezifischen Ringversuch bestimmt wurde. Lieferanten von ZRM stellen Zertifikate aus, in denen die verfahrensspezifische Destillationseigenschaft für jedes Material der Charge aus der laufenden Produktion angegeben ist.

9.4.2 Sekundäres Gebrauchsnorm (SWS)

Ein SWS ist eine stabile Mischung aus reinen Kohlenwasserstoffen oder ein anderes Mineralölerzeugnis, von dessen Zusammensetzung bekannt ist, dass sie annähernd stabil bleibt. Unter Anwendung genormter statistischer Techniken werden der Mittelwert von Kontrollpunkten und die statistischen Regelgrenzen für das SWS ermittelt.

10 Durchführung

10.1 Material mit einem Destillationsbeginn von 100 °C und darunter — Die Temperatur der Probe und des Behälters wird vor dem Öffnen des Probenbehälters auf eine Temperatur gebracht, die mindestens 10 °C unterhalb des erwarteten Destillationsbeginns des Materials liegt.

10.2 Material mit einem Siedepunkt oberhalb von 100 °C — Die Probe und der zugehörige Behälter werden auf Umgebungstemperatur gebracht. Wenn sich die Probe bei der Lagerung teilweise oder vollständig verfestigt hat, wird sie erwärmt, bis sie flüssig ist, und dann durch leichtes Schütteln gemischt.

10.3 Die Nichtbeachtung der in 10.1 angeführten Anforderungen kann zur fehlerhaften Ermittlung des IBP an Proben führen, die flüchtige Materialien enthalten. Wenn der erwartete Destillationsbeginn der zu prüfenden Probe unbekannt ist, wird angeraten, eine Prüfung bei Umgebungsbedingungen durchzuführen. Wenn die Destillationsergebnisse zeigen, dass die Anforderungen von 10.1 nicht beachtet wurden, werden die Ergebnisse verworfen und die Prüfung wird unter strenger Einhaltung der Bedingungen wiederholt.

10.4 Es wird sichergestellt, dass der Destillationsmesskopf des automatischen Geräts Umgebungstemperatur erreichen konnte und dass das gesamte verbliebene Kondensat entfernt wurde.

10.5 Es wird überprüft, ob der Destillierkolben sauber und trocken ist.

10.6 Mindestens 10 Körner von sauberem und trockenem granularem Bimsstein werden in den Destillierkolben gegeben. Einige Geräte stellen einen geeigneten Spender für Siedesteinchen zur Verfügung. Wenn die Probe aus FAME (B100) besteht, darf kein Bimsstein verwendet werden.

10.7 Mit dem Probenahmegerät (siehe 6.4) wird ein Probenteil von $(10 \pm 0,3)$ ml abgemessen. Wenn die Probe aus FAME (B100) besteht, wird ein Probenteil von $(5 \pm 0,3)$ ml abgemessen. Es wird auf das Vorhandensein von Blasen geprüft und wenn Blasen vorhanden sind, wird der Probenteil verworfen und blasenfreies Material nachgefüllt. Der blasenfreie Probenteil wird in den vorbereiteten Destillierkolben überführt, wobei darauf geachtet wird, dass keine Flüssigkeit in das Dampf(ableit)rohr fließt.

Für jede neue Probenahme wird eine neue Einwegspritze oder Einwegspitze des Dispensers verwendet, um eine Kreuzkontamination der Produkte zu vermeiden, die zu fehlerhaften Destillationsergebnissen führen kann.

10.8 Der Destillationsmesskopf wird nach den Anweisungen des Herstellers sicher in seine Position auf dem Destillierkolben gebracht.

10.9 Der Destillierkolben wird in der Heizeinfassung angeordnet und der Seitenarm des Destillierkolbens wird in die Dichtung des Kühlerrohres eingeführt, bei gleichzeitigem Anbringen der Halterung.

10.10 Die Heizquelle oder Kolbenhalterung wird um den unteren Teil des Destillierkolbens angeordnet.

10.11 Die Heizeinfassung wird geschlossen, indem das Schutzschild in seiner Position angeordnet wird.

10.12 Es wird überprüft, ob unter dem hervorstehenden unteren Ende des Kühlerrohres ein Becherglas zum Sammeln von Abfall angeordnet ist. Es wird sichergestellt, dass das Becherglas zum Sammeln von Abfall zum atmosphärischen Druck hin offen bleibt.

Es wird überwacht, dass der Flüssigkeitsstand im Becherglas für Abfall zwei Drittel des gesamten Fassungsvermögens nicht überschreitet und das Becherglas wird in regelmäßigen Zeitabständen entleert.

10.13 Der Destillationsprozess wird ohne Verzögerung nach den Anweisungen des Geräteherstellers begonnen. Von diesem Punkt an bis einschließlich der Beendigung der Messung steuert das Gerät automatisch alle Abläufe. Das Messgerät führt der Probe Wärme zu und reguliert die Heizleistung während des Destilliervorgangs unter Nutzung der Temperaturdaten für die Probenflüssigkeit automatisch. Die Destillationsbedingungen, Innendruck im Destillierkolben, Flüssigkeits- und Dampftemperatur der Probe, werden während der Prüfung vom Steuer- und Regelsystem automatisch gemessen und aufgezeichnet. Die Destillation wird automatisch beendet, wenn der Innendruck des Kolbes zu seinem Ausgangswert zurückkehrt. Die gesammelten Prüfdaten werden automatisch verarbeitet, erscheinen auf der Anzeige und werden nach Abschluss des Prüflaufs ausgedruckt. Der Kühllüfter der Heizeinfassung wird automatisch aktiviert.

10.14 Die Prüfdaten werden aufgezeichnet.

10.15 Der Destillierkolben wird abkühlen gelassen und aus dem Gerät genommen.

11 Berechnung

Falls vom Bearbeiter keine spezifischen Datenanforderungen festgelegt wurden, werden vom Gerät üblicherweise die berichtigten angezeigten Temperaturen gegen die aufgefangene Destillatmenge oder verdampfte Menge angegeben.

Falls erforderlich, wird der Destillationsverlust nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{Destillationsverlust \%} = 100 - (\text{insgesamt aufgefangene Destillatmenge} + \text{Destillationsrückstand}) \quad (1)$$

12 Angabe der Ergebnisse

Der Bericht enthält üblicherweise den IBP, FBP, 5 %, 95 % und jedes 10-%-Inkrement von 10 % bis 90 % sowie die insgesamt aufgefangene Destillatmenge und den Destillationsrückstand.

Alle Volumenanteile in Prozent werden auf 0,1 % (V/V) angegeben.

Alle angezeigten Temperaturen werden auf 0,1 °C angegeben.

13 Präzision

13.1 Allgemeines

Die Präzision, die durch statistische Untersuchungen nach EN ISO 4259-1 anhand von Ringversuchsergebnissen bestimmt wurde, ist in 13.2 und 13.3 angegeben. Unterstützende Daten wurden am ASTM International Headquarters hinterlegt und können durch Anforderung der Forschungsberichte (Research Report) [4], [5] und [6] erhalten werden.

Üblicherweise werden die Proben für die Destillation nach Gruppennummern eingeteilt (siehe Anhang C). Das vorliegende Dokument erfordert diese Einteilung nicht, zum Zweck des Vergleichs der Präzision und der verfahrensübergreifenden Vergleichbarkeit wurden die Präzision und die systematische Abweichung entsprechend der Gruppennummer abgeleitet.

Informationen zur Präzision der verdampften Menge oder der aufgefangenen Destillatmenge bei einer vorgeschriebenen Temperatur sind in Anhang B angeführt.

Die Präzision dieses Prüfverfahrens bei der Anwendung auf Biodiesel (FAME), die durch statistische Untersuchungen der Ringversuchsergebnisse bestimmt wurde, ist in 13.6 angeführt.

13.2 Wiederholbarkeit, r

Die Differenz zwischen zwei unabhängigen Ergebnissen, die bei üblicher und korrekter Durchführung desselben Prüfverfahrens an als identisch angesehenem Prüfmateriail in kurzen Zeitintervallen unter den gleichen Prüfbedingungen erhalten wurden und für die erwartet wird, dass sie aufgrund von zufälligen Schwankungen mit einer Wahrscheinlichkeit von 5 % überschritten wird, ist in Tabelle 1 und Tabelle 2 angeführt.

Dabei ist

E Temperatur der verdampften Menge innerhalb des beschriebenen gültigen Bereichs;

T Temperatur der aufgefundenen Destillatmenge innerhalb des beschriebenen gültigen Bereichs.

Tabelle 1 — Wiederholbarkeit für die Gruppen 1, 2, 3

	Wiederholbarkeit r	Gültiger Bereich
IBP	3,3	20 °C bis 50 °C
E5	1,1	25 °C bis 60 °C
E10	1,1	30 °C bis 65 °C
E20	1,2	40 °C bis 70 °C
E30	1,8	50 °C bis 85 °C
E40	2,7	55 °C bis 100 °C
E50	2,4	60 °C bis 120 °C
E60	2,4	75 °C bis 125 °C
E70	1,8	100 °C bis 140 °C
E80	2,1	115 °C bis 160 °C
E90	1,9	140 °C bis 180 °C
E95	2,0	150 °C bis 200 °C
FBP	3,0	140 °C bis 260 °C

Tabelle 2 — Wiederholbarkeit für Gruppe 4

	Wiederholbarkeit r	Gültiger Bereich
IBP	$r = 3,9$	145 °C bis 195 °C
T5	$r = T * 0,011\ 94$	175 °C bis 250 °C
T10	$r = T * 0,009\ 54$	160 °C bis 265 °C
T20	$r = T * 0,009\ 32$	180 °C bis 275 °C
T30	$r = T * 0,007\ 82$	190 °C bis 285 °C
T40	$r = T * 0,008\ 22$	200 °C bis 290 °C
T50	$r = T * 0,006\ 14$	170 °C bis 295 °C
T60	$r = T * 0,005\ 34$	220 °C bis 305 °C
T70	$r = T * 0,004\ 05$	230 °C bis 315 °C
T80	$r = T * 0,004\ 41$	240 °C bis 325 °C
T90	$r = T * 0,004\ 1$	180 °C bis 340 °C
T95	$r = 2,03$	260 °C bis 360 °C
FBP	$r = 3,93$	195 °C bis 365 °C

Bei Naphthas, Lösemitteln und anderen ähnlichen Materialien, bei denen die aufgefangene Destillatmenge im Bericht angegeben wird und der Destillationsverlust üblicherweise geringer als ein Prozent ist, können die Temperaturen der aufgefangenen Destillatmenge als identisch mit den Temperaturen der verdampften Menge angesehen werden und die Präzision kann wie für die Gruppen 1, 2, 3 angegeben berechnet werden.

13.3 Vergleichbarkeit, R

Die Differenz zwischen zwei unabhängigen Ergebnissen, die bei üblicher und korrekter Durchführung desselben Prüfverfahrens an als identisch angesehenem Prüfmaterial unter unterschiedlichen Prüfbedingungen erhalten wurden und für die erwartet wird, dass sie aufgrund von zufälligen Schwankungen mit einer Wahrscheinlichkeit von 5 % überschritten wird, entspricht den in Tabelle 3 und Tabelle 4 angeführten Werten.

Dabei ist

- E Temperatur der verdampften Menge innerhalb des beschriebenen gültigen Bereichs;
- T Temperatur der aufgefangenen Destillatmenge innerhalb des beschriebenen gültigen Bereichs.