

DIN EN ISO 21404

ICS 75.160.40

Entwurf

Einsprüche bis 2019-05-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 15370-1:2006-12

**Biogene Festbrennstoffe –
Bestimmung des Asche-Schmelzverhaltens (ISO/DIS 21404:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21404:2019**

Solid biofuels –
Determination of ash melting behaviour (ISO/DIS 21404:2019);
German and English version prEN ISO 21404:2019

Biocombustibles solides –
Détermination du comportement à la fusion des cendres (ISO/DIS 21404:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 21404:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-03-01 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 nmp@din.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 DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

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 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21404:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238 „Solid biofuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 335 „Biogene Festbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-82 AA „Biogene Festbrennstoffe“ 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.

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

ISO 16559 siehe DIN EN ISO 16559

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15370-1:2006-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung in eine internationale und europäische Norm auf Grundlage der Verfahren aus CEN/TS 15370-1 „Feste Biobrennstoffe — Verfahren zur Bestimmung des Schmelzverhaltens der Asche — Teil 1: Verfahren zur Bestimmung charakteristischer Temperaturen“, DIN 51730 „Prüfung fester Brennstoffe — Bestimmung des Asche-Schmelzverhaltens“ und ISO 540 „Hard coal and coke — Determination of ash fusibility“;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 16559, *Biogene Festbrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

Biogene Festbrennstoffe — Bestimmung des Asche-Schmelzverhaltens (ISO/DIS 21404:2019)

Biocombustibles solides — Détermination du comportement à la fusion des cendres (ISO/DIS 21404:2019)

Solid biofuels — Determination of ash melting behaviour (ISO/DIS 21404:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Reagenzien	8
6 Prüfeinrichtung	8
7 Prüfatmosfera	10
8 Überprüfung der Kalibrierung	10
9 Durchführung	11
9.1 Herstellung von Asche	11
9.2 Herstellung von Probekörpern	12
9.3 Bestimmung charakteristischer Temperaturen	12
10 Präzision des Verfahrens	13
11 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Definition des Formfaktors	14
Anhang B (informativ) Leistungsdaten	15
Anhang C (informativ) Beispiele für die charakteristischen Temperaturen	17
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21404:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238 „Solid biofuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 335 „Biogene Festbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 15370-1:2006 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21404:2019 wurde von CEN als prEN ISO 21404:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 238, *Solid biofuels* erarbeitet.

Einleitung

Das Schmelzen von Asche ist ein komplexer Vorgang, bei dem auch Sinterung, Schrumpfung und Ausdehnung oder Quellung auftreten können.

Das in dieser Norm beschriebene Prüfverfahren stellt Informationen über das Verschmelzungs- und Schmelzverhalten von gemischten anorganischen Bestandteilen der Asche von biogenen Festbrennstoffen bei hohen Temperaturen zur Verfügung.

Das Prüfverfahren ist empirisch. Die für die Prüfung verwendete Asche ist ein homogenes Material, hergestellt aus dem Brennstoff durch Veraschen bei 550 °C (andere Temperaturen, wie z. B. 710 °C oder 815 °C, dürfen verwendet werden). Die Bestimmung erfolgt bei einer geregelten Aufheizrate in einer geregelten Atmosphäre. Im Gegensatz dazu umfassen die komplexen Verbrennungs- und Verschmelzungsvorgänge unter großtechnischen Bedingungen heterogene Gemische von Partikeln, variable Aufheizraten und Gaszusammensetzungen.

Die bei der Prüfung bestimmten charakteristischen Temperaturen können dazu verwendet werden, die Neigung der Aschen verschiedener Arten und Qualitäten von biogenen Festbrennstoffen, beim Heizen Schmelzablagerungen zu bilden oder eine Versinterung des Untergrundes zu verursachen, miteinander zu vergleichen.

Das Verfahren beruht auf den in ISO 540:2008, DIN 51730:1998 und CEN/TS 15370-1 beschriebenen Verfahren. Die Begriffe Schmelzbarkeit der Asche und Ascheerweichung sind Synonyme für Schmelzen der Asche.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung charakteristischer Temperaturen für das Schmelzverhalten der Asche von biogenen Festbrennstoffen fest.

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).

ISO 16559, *Solid biofuels — Terminology, definitions and descriptions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 16559 und 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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1 Temperatur am Beginn der Schrumpfung SST

(en: shrinkage starting temperature)

definiert als Temperatur, bei der die Fläche des Probekörpers aufgrund des Schrumpfens des Probekörpers unter 95 % der Ausgangs-Probekörperfläche bei 550 °C (oder einer anderen angewendeten Veraschungstemperatur) sinkt

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Schrumpfen kann infolge der Freisetzung von Kohlenstoffdioxid und flüchtigen Alkaliverbindungen erfolgen. Es kann auch durch Sintern bedingt und ein erstes Anzeichen von teilweisem Schmelzen sein.

3.2 Erweichungstemperatur DT

(en: deformation temperature)

Temperatur, bei der die ersten Anzeichen eines Schmelzens auftreten

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Erweichungstemperatur kann als Abrundung der Kanten, Glättung der Oberflächen, Ausdehnung des Zylinders oder allgemeine Änderung der Zylinderform angesehen werden. Wenn der Probekörper beginnt, ohne Abrundung der Kanten zu quellen oder Blasen zu bilden, wird die Temperatur als DT aufgezeichnet (da Quellung und Blasenbildung nur auftreten, wenn ein Teil der Asche geschmolzen ist).

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei einer computergestützten Auswertung kann ein Formfaktor zur Festlegung der Erweichungstemperatur verwendet werden. Zur Definition des Formfaktors siehe Anhang A.

3.3

Halbkugeltemperatur

HT

(en: hemisphere temperature)

Temperatur, bei der die Form des Probekörpers annähernd halbkugelförmig wird, d. h., wenn die Höhe gleich der Hälfte des Durchmessers der Grundfläche ist

3.4

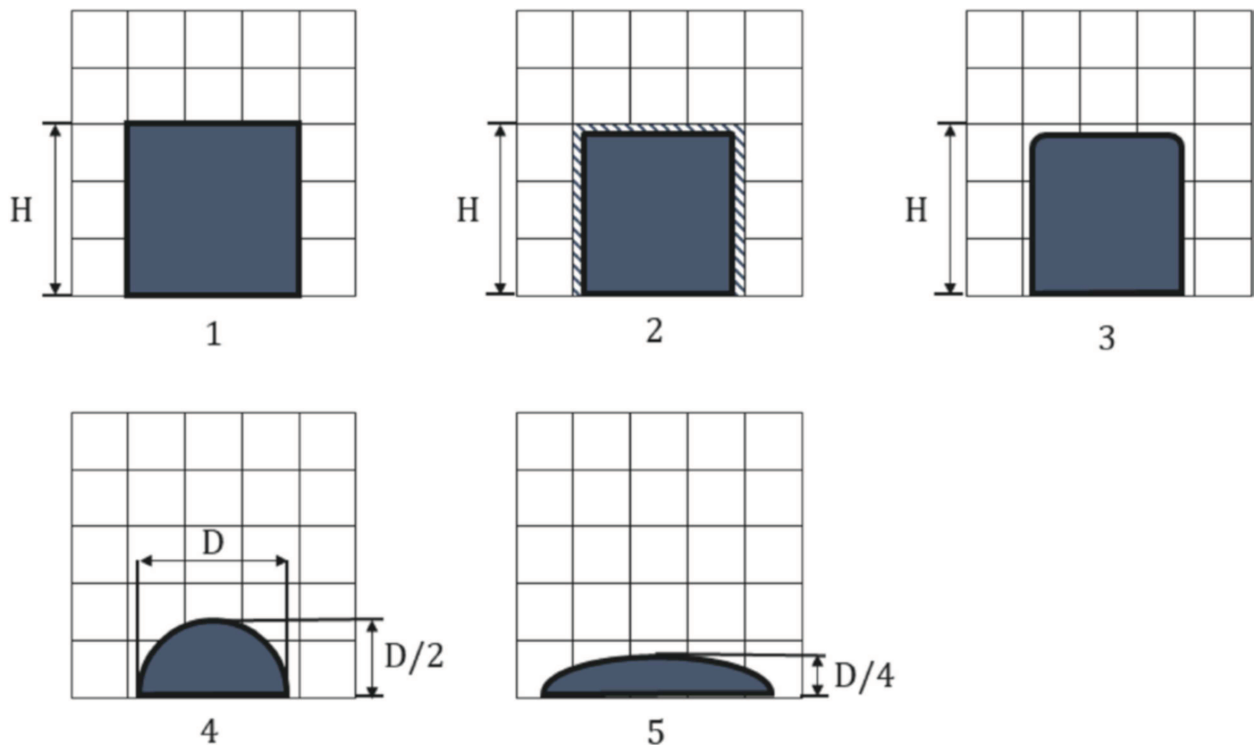
Fließtemperatur

FT

(en: flow temperature)

Temperatur, bei der die Asche auf der sie tragenden Platte in einer Schicht ausgebreitet ist, deren Höhe die Hälfte der Höhe des Probekörpers bei der Halbkugeltemperatur beträgt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Hälfte der Höhe des Probekörpers bei Halbkugeltemperatur wurde aufgrund der häufig auftretenden Blasenbildungseffekte festgelegt. Das ist insbesondere für die automatische Bildauswertung von Bedeutung. Es ist zu beachten, dass sich diese Definition von der in anderen Normen unterscheidet.



Legende

- 1 Ausgangsform bei Referenztemperatur (Veraschungstemperatur)
- 2 SST, Temperatur am Beginn der Schrumpfung
- 3 DT, Erweichungstemperatur
- 4 HT, Halbkugeltemperatur
- 5 FT, Fließtemperatur

Bild 1 — Phasen, die während des Schmelzvorgangs der Asche auftreten können

4 Kurzbeschreibung

Die Asche des biogenen Brennstoffs wird unter geregelten Bedingungen von Zeit und Gerätespezifikationen bei einer geregelten Temperatur von $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$ hergestellt. Diese Asche wird homogenisiert und aus der vorbereiteten Asche wird ein Probekörper hergestellt. Er wird mit einer konstanten Rate erwärmt und ständig beobachtet. Die Temperaturen, bei denen charakteristische Formänderungen auftreten, werden aufgezeichnet. Die charakteristischen Temperaturen sind in Abschnitt 3 definiert. Im informativen Anhang C stellen anschauliche Bilder Beispiele für die charakteristischen Temperaturen dar.

Bei einigen bei 550°C hergestellten Aschen ist es aufgrund der Freisetzung von Kohlenstoffdioxid aus Carbonaten in den Aschen, die zu einer starken Schrumpfung der Probekörper führt, möglicherweise schwierig, die Erweichungstemperatur zu bestimmen. Bei einer Veraschung bei höheren Temperaturen werden die Carbonate aus der Asche entfernt, allerdings auch mögliche Gehalte an niedrigschmelzenden Salzen. Für einige Zwecke (wie z. B. Suche nach Glasschmelzproblemen in Bezug auf Holzpellets) dürfen höhere Veraschungstemperaturen wie $(710 \pm 10)^\circ\text{C}$ oder $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ angewendet werden, wenn sie im Prüfbericht genau angegeben werden.

5 Reagenzien

5.1 Ethanol, mit einer Reinheit $\geq 95\%$.

5.2 Golddraht, mit einem Durchmesser von 0,5 mm oder größer oder eine **Goldplatte** mit einer Dicke von 0,5 mm bis 1,0 mm, mit einer Reinheit von 99,99 % oder einem zertifizierten Schmelzpunkt (z. B. $1\,064^\circ\text{C}$).

5.3 Nickeldraht, mit einem Durchmesser von 0,5 mm oder größer oder eine **Nickelplatte** mit einer Dicke von 0,5 mm bis 1,0 mm, mit einer Reinheit von 99,9 % oder einem zertifizierten Schmelzpunkt (z. B. $1\,455^\circ\text{C}$).

Nickel wird nur zur Reduzierung der Atmosphäre verwendet.

5.4 Palladiumdraht, mit einem Durchmesser von 0,5 mm oder größer oder eine **Palladiumplatte** mit einer Dicke von 0,5 mm bis 1,0 mm, mit einer Reinheit von 99,9 % oder einem zertifizierten Schmelzpunkt (z. B. $1\,554^\circ\text{C}$).

5.5 Kohlenstoffdioxid, Kohlenstoffmonooxid, Wasserstoff oder Fertiggemisch von Kohlenstoffdioxid und Kohlenstoffmonooxid aus Kohlenstoffmonooxid mit einem Volumenanteil von 55 % bis 65 % und Kohlenstoffdioxid mit einem Volumenanteil von 35 % bis 45 % oder **Fertiggemisch von Wasserstoff und Kohlenstoffdioxid** aus Wasserstoff mit einem Volumenanteil von 45 % bis 55 % und Kohlenstoffdioxid mit einem Volumenanteil von 45 % bis 55 %.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Schalen für die Veraschung aus inertem Werkstoff, wie z. B. Platin oder Graphit, und so bemessen, dass die Belegung mit der Prüfmenge 1 g/cm^2 der Bodenfläche nicht überschreitet, können für alle Biomassematerialien verwendet werden. Vor dem ersten Gebrauch muss die Schale für 60 Minuten auf Veraschungstemperatur erwärmt werden. Der Werkstoff der Schale darf nicht mit der Probe oder der Asche der Probe reagieren. Bei der Verwendung von Schalen aus anderen Werkstoffen (z. B. Porzellan) muss überprüft werden, dass beim Veraschungsprozess keine Reaktion mit den Aschen/Biomassematerialien auftritt, d. h. die Asche sollte ein loses Pulver sein (keine Sinterung oder Schmelze) und die Oberfläche der Schalen muss nach der Veraschung unversehrt sein.

6.2 Ofen für die Veraschung, der in der Lage sein muss, eine Zone gleichmäßiger Wärme bei den geforderten Temperaturen bereitzustellen und diese Temperaturen innerhalb der festgelegten Zeiten zu erreichen. Der Luftaustausch im Ofen muss ausreichend sein, um die während der Zersetzung des biogenen Brennstoffs gebildeten Abgase SO_2 und CO_2 zu entfernen, bevor diese Gase während des Erwärmungsvorgangs mit den Aschebestandteilen reagieren.

ANMERKUNG Bei der Herstellung von Kohleaschen nach ISO 1171 sind 5 Luftwechsel/min bis 10 Luftwechsel/min erforderlich, um eine Reaktion von SO_2 und CO_2 mit der Asche auszuschließen. Bezüglich Biomasse gibt es derzeit keinen wissenschaftlichen Beweis für den Einfluss der Luftwechsel im Veraschungsofen auf die Ergebnisse des Schmelzens von Asche, obwohl ein Einfluss erwartet wird. Biomasse hat üblicherweise einen geringeren Aschegehalt und die Asche ist leicht im Vergleich zu Kohleasche. Diese Eigenschaft kann dazu führen, dass die Asche vom Veraschungstiegel geblasen wird, was die Möglichkeiten des Luftaustauschs begrenzen kann. Außerdem ist auch eine homogene Temperaturverteilung im Ofen entscheidend und sollte mit dem Einfluss des Luftaustausches in einem ausgewogenen Verhältnis stehen. Eine Sensitivitätsanalyse der Auswirkung der Variation dieser Parameter auf das Ergebnis des Schmelzverhaltens der Asche kann für eine bestimmte Konstellation wertvoll sein.

6.3 Probenbehälter oder -beutel, luftdicht, geeignet für die Aufnahme von 1 g bis 10 g veraschter Probe, wobei ein minimaler freier Luftraum belassen wird, z. B. Zip-Lock-Beutel aus LDPE oder Weithalsflaschen aus HDPE für max. 50 ml.

6.4 Ofen für die Bestimmung des Schmelzverhaltens von Asche, elektrisch aufgeheizt, der die folgenden Bedingungen erfüllt:

- a) er muss die zur Bestimmung der Eigenschaften der Asche erforderliche Höchsttemperatur erreichen können (eine Temperatur von 1 500 °C oder höher kann erforderlich sein);
- b) er muss eine adäquate Zone von gleichmäßiger Temperatur aufweisen, in dem der/die Probekörper aufgeheizt werden;
- c) er muss Einrichtungen aufweisen, mittels derer der/die Probekörper mit gleich bleibender Rate von 550 °C an aufwärts aufgeheizt wird/werden;
- d) er muss in der Lage sein, um den/die Probekörper herum die erforderliche Prüfatmosfera (siehe Abschnitt 7) beizubehalten;
- e) er muss über Einrichtungen verfügen, mittels derer die Formveränderung des/der Probekörper(s) während des Erwärmens beobachtet wird. Die Anforderungen an den Betrieb/die Auslegung des Ofens müssen derart sein, dass eine Möglichkeit zur Beobachtung der Prüfung unter schlechten Lichtverhältnissen festgelegt ist, sei es die Beleuchtung(ssstärke) oder die Kameraempfindlichkeit.

6.5 Pyrometer, bestehend aus einem Platin-/Platin-Rhodium-Thermopaar.

6.6 Form, aus Messing, nichtrostendem Stahl oder einem anderen geeigneten Werkstoff zur Herstellung des Probekörpers.

6.7 Federdruck-Handpresse zur Herstellung des Probekörpers.

6.8 Unterlage für den Probekörper, aus einem Werkstoff, der weder verformt wird, noch mit der Asche reagiert oder diese während der Bestimmung absorbiert.

ANMERKUNG Unterlagen aus Zirkondioxid sind geeignet, oder es kann eine nicht absorbierende Zwischenschicht, wie beispielsweise Platinfolie, zwischen der ursprünglichen Unterlage und dem Probekörper verwendet werden. Es hat sich gezeigt, dass Unterlagen aus Sinterkorund oder feinkörnigem Mullit das Ergebnis, insbesondere für FT, aufgrund der Reaktion oder Absorption von flüssiger Asche beeinflussen und vermieden werden sollten.

6.9 Durchfluss-Messgeräte, zum Messen der Bestandteile der reduzierenden Gase (siehe 7.1) und/oder zum Messen des Durchflusses des oxidierenden Gases.

6.10 Mörser und Stößel aus Achat oder Zirkoniumdioxid oder andere geeignete Mahlwerkzeuge, wie z. B. Kugelmühle aus abriebbeständigem Werkstoff.

6.11 Optisches Gerät, das eine Beobachtung des Probekörperprofils während der gesamten Bestimmung mittels einer Kamera oder einer Videoausrüstung ermöglicht.

7 Prüfatmosphäre

In Abhängigkeit von der Anwendung kann eine oxidierende oder reduzierende Atmosphäre verwendet werden. Eine oxidierende Atmosphäre wird mit Luft oder Kohlenstoffdioxid erzielt, die/das mit einem linearen Durchfluss von 100 mm/min bis 250 mm/min, berechnet bei Umgebungstemperatur, am Probekörper vorbei in den Ofen eingeleitet wird. Eine reduzierende Atmosphäre wird mit einem Gemisch aus

- a) Kohlenstoffmonooxid mit einem Volumenanteil von 55 % bis 65 % und Kohlenstoffdioxid mit einem Volumenanteil von 35 % bis 45 % oder
- b) Wasserstoff mit einem Volumenanteil von 45 % bis 55 % und Kohlenstoffdioxid mit einem Volumenanteil von 45 % bis 55 % erhalten, das mit demselben Durchfluss wie bei der oxidierenden Atmosphäre in den Ofen eingeleitet wird.

ANMERKUNG Der Durchfluss ist nicht entscheidend, vorausgesetzt, dass er bei reduzierender Atmosphäre ausreicht, um einem Lufteinbruch in den Ofen vorzubeugen. Derselbe Durchfluss wird jedoch auch für die oxidierende Atmosphäre empfohlen. Bei Öfen mit einem größeren Durchmesser kann für die reduzierende Atmosphäre ein Durchfluss von 400 mm/min erforderlich sein. In jedem Fall sind auch die Anweisungen des Herstellers zu beachten. Der Durchfluss für die Rotameteereinstellung kann aus dem Produkt von Durchfluss in mm/min und der inneren Querschnittsfläche des Ofenrohres errechnet werden, wobei die Einheiten in l/min umgewandelt werden.

WARNUNG — Bei Verwendung der vorstehend angeführten reduzierenden Atmosphäre werden die aus dem Ofen entweichenden Gase einen Kohlenstoffmonooxidanteil enthalten; es ist daher von grundlegender Bedeutung sicherzustellen, dass diese Gase in die äußere Atmosphäre entlüftet werden, vorzugsweise mittels eines Abzugs oder eines wirksamen Lüftersystems. Falls in der reduzierenden Atmosphäre Wasserstoff verwendet wird, ist mit großer Sorgfalt darauf zu achten, dass eine Explosion verhindert wird, indem sowohl vor dem Einleiten des Wasserstoffs als auch nach dem Abschalten der Wasserstoffzufuhr mit Kohlenstoffdioxid durchgespült wird. Wenn ein zuvor hergestelltes Gemisch aus Kohlenstoffdioxid und Wasserstoff für die Prüfatmosphäre verwendet wird, kann Stickstoffgas zum Durchspülen eingesetzt werden.

8 Überprüfung der Kalibrierung

Das Pyrometer wird mindestens einmal jährlich und bei Bedarf, z. B. nach dem Austausch von Heizelementen, unter den routinemäßigen Prüfbedingungen durch Ablesen des Schmelzpunktes von Gold (5.2) und, wenn möglich, bei der Höchsttemperatur des Ofens (6.4) durch Ablesen des Schmelzpunktes von Palladium (5.4) überprüft. Der Referenzdraht wird an verschiedenen Stellen im Ofen angeordnet. Die reduzierende Atmosphäre ist durch Ablesen des Schmelzpunktes von Nickel (5.3) zu prüfen.

Wenn sich die abgelesenen Schmelzpunkte von Gold oder Palladium um mehr als 10 °C von den Schmelzpunkten der in 5.2 und 5.4 angegebenen Werkstoffe unterscheiden, ist eine Neueinstellung oder Neukalibrierung durchzuführen.

Eine Alternative zu den Ablesungen der Schmelzpunkte von Gold und Palladium ist die Überprüfung des Pyrometers unter Verwendung eines durch ein anerkanntes Referenzlaboratorium zertifizierten Thermopaars oder mit einer Kalibrierung, die auf ein Standard-Referenzlaboratorium rückführbar ist.