

DIN EN ISO 3405

ICS 75.080

Entwurf

Einsprüche bis 2017-12-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3405:2011-04

**Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte mit natürlichem oder
synthetischem Ursprung –
Bestimmung des Destillationsverlaufes bei Atmosphärendruck
(ISO/DIS 3405:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3405:2017**

Petroleum and related products from natural or synthetic sources –
Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure (ISO/DIS 3405:2017);
German and English version prEN ISO 3405:2017

Pétrole et produits dérivés à partir de sources naturelle ou synthétique –
Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique
(ISO/DIS 3405:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3405:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-10-20 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 87 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3405:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem 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 Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses 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.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3170 siehe DIN EN ISO 3170

ISO 3171 siehe DIN EN ISO 3171

ISO 4259 siehe DIN EN ISO 4259

ISO 4788 siehe DIN EN ISO 4788

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3405:2011-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Erweiterung des Geltungsbereichs auf synthetische und biologische Produkte im Allgemeinen, mit besonderem Augenmerk auf Benzin/Ethanol-Blends und B30-Biodieselmotorkraftstoff;
- b) Abgleich des Verfahrens mit ASTM D89 [1]; ASTM International hat die Verwendung der Präzisionsdaten am 5. Juli 2017 erlaubt;
- c) Aktualisierung der Präzision (für automatische Geräte) für die Gruppen 1, 2 und 3 unter Verwendung der auf der Geradensteigung basierenden Präzision aus einem Ringversuch aus dem Jahre 2010 [2];
- d) Änderung des gültigen Bereichs für Gruppe 4e hinsichtlich T95 auf 260 °C bis 360 °C sowie Aktualisierung der Präzision. Die Überprüfung des 2006 durchgeführten Ringversuchs ergab das Fehlen mehrerer Gruppe-4-Proben, die einen Siedepunkt in der Nähe von 360 °C und einen Siedeendpunkt oberhalb dieser Temperatur aufweisen;
- e) Einführung eines Konzepts für den Austausch von Quecksilberthermometern.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

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

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

— Leerseite —

Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte mit natürlichem oder synthetischem Ursprung — Bestimmung des Destillationsverlaufes bei Atmosphärendruck (ISO/DIS 3405:2017)

Pétrole et produits dérivés à partir de sources naturelle ou synthétique — Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique (ISO/DIS 3405:2017)

Petroleum and related products from natural or synthetic sources — Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure (ISO/DIS 3405:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfgerät	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Destillierkolben	9
5.3 Kühlrohr und Kühlbad	9
5.4 Schutzgehäuse für den Kolben (nur bei manuellem Prüfgerät)	10
5.5 Heizquelle	13
5.6 Kolbenhalterung	13
5.7 Messzylinder	13
5.8 Temperaturmesssystem	14
5.9 Zentriereinrichtung	15
5.10 Barometer	15
6 Probenahme	17
6.1 Probeneingruppierung	17
6.2 Probenbehandlung vor der Prüfung	17
6.3 Entfernen von Wasser aus der Probe	18
7 Vorbereitung des Prüfgerätes	19
8 Geräteüberprüfung	20
8.1 Niveaufolgeeinrichtung	20
8.2 Elektronische Temperaturfühler	21
8.3 Elektronische Druckmessgeräte	21
9 Durchführung — manuelle Arbeitsweise	21
10 Durchführung — automatisierte Arbeitsweise	24
11 Berechnungen	26
12 Angabe der Ergebnisse	28
13 Präzision (manuelle Durchführung)	29
13.1 Allgemeines	29
13.2 Wiederholbarkeit	30
13.3 Vergleichbarkeit	30
14 Präzision (automatisierte Durchführung)	31
14.1 Allgemeines	31
14.2 Wiederholbarkeit	31
14.3 Vergleichbarkeit	31
14.4 Abweichungen	32
15 Prüfbericht	33

Anhang A (normativ) Anforderungen an Thermometer.....	34
Anhang B (normativ) Bestimmung der Nacheilung von Temperaturfühlern.....	35
Anhang C (normativ) Bestimmung von festgelegten Destillationsdaten.....	36
Anhang D (informativ) Beispiele für Berechnungen.....	38
Anhang E (informativ) Nachbildung von Fadenfehlern	41
Anhang F (informativ) Beispiele für einen Prüfbericht	42
Literaturhinweise.....	44

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3405:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem 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 parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3405:2011 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3405:2017 wurde von CEN als prEN ISO 3405:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 28, *Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources*. Diese Internationale Norm enthält Inhalte und Daten aus ASTM D86 [1] mit Genehmigung der ASTM International, Copyright ASTM International.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 3405:2010). Die folgenden Aktualisierungen wurden dabei berücksichtigt:

- Erweiterung des Anwendungsbereiches auf synthetische und biologische Produkte im Allgemeinen und auf Benzin-Ethanol-Gemische und den Biodieselskraftstoff B30 im Speziellen;
- die Durchführung wurde nach ASTM D86 [1] ausgerichtet und ASTM International hat am 5. Juli 2017 der Verwendung seiner Präzisionsdaten zugestimmt;
- Aktualisierung der Präzision (für automatisierte Prüfgeräte) für die Gruppen 1, 2 und 3 mit einer auf Steilheit basierenden Präzision, die in einem in 2010 durchgeführten Ringversuch [2] ermittelt wurde;
- für T95 hat die Gruppe 4 jetzt einen gültigen Bereich von 260 °C bis 360 °C und eine aktualisierte Präzision, da die Überprüfung eines in 2006 durchgeführten Ringversuches das Fehlen von Proben der Gruppe 4 mit einem Siedepunkt nahe 360 °C ergab; die Destillationsendpunkte liegen ebenfalls darüber;
- Einführung einer Lösung für den Ersatz von Quecksilberthermometern.

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

Diese Internationale Norm legt ein Laborprüfverfahren zur Bestimmung des Destillationsverlaufes von aus Erdöl gewonnenen niedrig siedenden Fraktionen und Mitteldestillaten und verwandten synthetischen oder biologischen Produkten mit einem Destillationsbeginn über 0 °C und einem Destillationsendpunkt unter etwa 400 °C mittels manuellen als auch automatisierten Prüfgeräten fest. Niedrig siedende Fraktionen sind üblicherweise Kraftstoffe, Benzin-Ethanol-Gemische mit einem Ethanolgehalt von bis zu 85 % (V/V), sowie Flugzeugbenzine. Mitteldestillate sind üblicherweise Flugturbinenkraftstoffe, Kerosin, Diesel mit Gehalten an Fettsäuremethylester (FAME) bis zu 30 % (V/V), Brennstoffe und Schifffahrtbrennstoffe, die keine bedeutenden Rückstandsanteile aufweisen.

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

Der Destillationsverlauf (die Flüchtigkeit) von Kohlenwasserstoffen und verwandten Produkten mit natürlichem oder synthetischem Ursprung hat eine große Bedeutung hinsichtlich der Sicherheit und Gebrauchsfähigkeit, vor allem bei Kraftstoffen und Lösemitteln. Der Siedebereich gibt wichtige Informationen über die Zusammensetzung und das Verhalten bei Lagerung und Gebrauch, und die Verdampfungsrate ist ein wichtiger Faktor bei der Verwendung vieler Lösemittel. In den meisten Anforderungen für Destillate auf Mineralölbasis und flüssige Brennstoffe werden Grenzwerte für den Destillationsverlauf festgelegt, um die Endgebrauchsfähigkeit zu kontrollieren und die Bildung von Dämpfen zu begrenzen, die möglicherweise mit Luft explosionsfähige Gemische bilden oder auch als Emissionen (en: volatile organic compounds, VOC) in die Atmosphäre entweichen.

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 918, *Volatile organic liquids for industrial use — Determination of distillation characteristics*

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

ISO 4259, *Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test*

ISO 4788, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Zersetzungsbeginn

Thermometerablesung (berichtigt), bei der die ersten Anzeichen thermischer Zersetzung der Flüssigkeit im Kolben auftreten

Anmerkung 1 zum Begriff: Charakteristische Anzeichen der thermischen Zersetzung sind Nebelbildung und Temperaturschwankungen, die im Allgemeinen einen deutlichen Temperaturabfall zeigen, wenn versucht wird, die Wärmezufuhr nachzuregeln.

3.2

Trockenpunkt

Thermometerablesung (berichtigt), bei welcher der letzte Tropfen der Flüssigkeit vom tiefsten Punkt des Kolbens verdampft ist, wobei irgendwelche Tropfen oder Flüssigkeitsreste, die an den Wandungen des Kolbens oder am Thermometer haften, unbeachtet bleiben

Anmerkung 1 zum Begriff: In der Regel wird der Destillationsendpunkt (final boiling point) und nicht der Trockenpunkt verwendet. Die Angabe des Trockenpunktes kann bei Siedegrenzenbenzinen, wie sie in der Farbenindustrie verwendet werden, erfolgen. Der Trockenpunkt wird auch anstelle des Destillationsendpunktes angegeben, wenn die Probe so beschaffen ist, dass der Destillationsendpunkt durchweg nicht die in den Abschnitten 13 oder 14 festgelegten Präzisionsanforderungen erfüllen kann.

3.3

Destillationsendpunkt

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

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

3.4

Destillationsbeginn

Thermometerablesung (berichtigt), die beim Abfallen des ersten Destillattropfens vom unteren Ende des Kühlrohres angezeigt wird

3.5

insgesamt verdampfte Menge

Summe aus der aufgefangenen Destillatmenge und dem Destillationsverlust

3.6

Destillationsverlust

100 minus Gesamtausbeute

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein mitunter benutzter Ausdruck ist der „Anfangsverlust“ (front-end loss). Dies ist die Menge an unkondensiertem Material, die bei Beginn der Destillation verloren geht.

3.7

berichtigter Destillationsverlust

auf Normdruck berichtigter Destillationsverlust

3.8

aufgefangene Destillatmenge

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

- 3.9**
insgesamt aufgefangene Destillatmenge
größte aufgefangene Destillatmenge nach 9.10
- 3.10**
Destillationsrückstand
nach 9.11 gemessenes Volumen des Destillationsrückstandes, das in Prozent des eingesetzten Probenvolumens angegeben wird
- 3.11**
Gesamtausbeute
Summe aus der insgesamt aufgefangenen Destillatmenge und dem Destillationsrückstand im Kolben nach 10.1
- 3.12**
Thermometerablesung
angezeigte Temperatur, gemessen durch das Temperaturmessgerät im gesättigten Dampf im Kolbenhals unterhalb des Dampfableitrohrs, und zwar nach den für dieses Verfahren festgelegten Bedingungen
- 3.13**
Temperaturablesung
auf einen Luftdruck von 101,3 kPa berichtigte Ablesung von einem Thermometer oder von einem anderen Temperaturmessgerät (3.12)
- 3.14**
Fadenfehler
Abweichung bei der Temperaturanzeige, verursacht durch eine nur zum Teil eintauchende Verwendung eines Quecksilberthermometers der voll eintauchenden Bauart
- Anmerkung 1 zum Begriff: Der herausragende Teil der Quecksilbersäule befindet sich auf einer niedrigeren Temperatur als der eintauchende. Dies führt zu einer niedrigeren Temperaturanzeige im Vergleich zu der Kalibrierung, bei der das Thermometer vollständig eingetaucht wird.
- 3.15**
Temperaturnacheilung
Abweichung in der Temperaturanzeige zwischen einem Quecksilberthermometer und einem elektronischen Temperaturmessgerät, verursacht durch eine unterschiedliche Ansprechzeit der Messsysteme

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird einer von vier Destillationsgruppen zugeordnet, und zwar aufgrund ihrer Zusammensetzung und der erwarteten Flüchtigkeitseigenschaft. Für jede Gruppe sind Anordnung der Prüfgeräte, Kühltemperatur und Betriebskenngrößen definiert. Ein Probenteil von 100 ml wird unter den entsprechenden, für die gewählte Destillationsgruppe zutreffenden Bedingungen destilliert. Die Destillationstemperaturen mit den zugehörigen kondensierten Destillatmengen werden systematisch erfasst. Der Destillationsrückstand im Kolben wird bestimmt und der Destillationsverlust wird notiert. Die Destillationstemperaturen werden in Bezug auf den Luftdruck berichtigt. Die so ermittelten Werte werden dann mithilfe der Probenart und den Produktanforderungen entsprechenden Berechnungen eingesetzt.

5 Prüfgerät

5.1 Allgemeines

Typische Anordnungen für manuell zu bedienende Prüfgeräte sind in Bild 1 und Bild 2 gezeigt. Automatisierte Prüfgeräte sind zusätzlich zu den in Abschnitt 5 beschriebenen Komponenten mit einer automatisierten Messung und Aufzeichnung für die Dampftemperatur sowie mit einer Aufzeichnungseinrichtung für das zur Temperaturablesung zuzuordnende im Auffangzylinder aufgefangene Volumen ausgestattet.

Automatisierte Apparaturen, die 1999 und später hergestellt wurden, müssen für den Fall eines Feuers mit einer automatischen Stromabschaltung sowie mit einer Vorrichtung zur Zufuhr von Inertgas oder Dampf in die Kammer mit dem Destillierkolben ausgerüstet sein.

ANMERKUNG Ursachen für den Ausbruch von Feuer können zum Beispiel Glasbruch des Destillierkolbens, elektrischer Kurzschluss, Schaumbildung oder Leckagen aus der oberen Öffnung des Destillierkolbens sein.

5.2 Destillierkolben

Destillierkolben müssen ein Nennvolumen von 125 ml aufweisen und aus hitzebeständigem Glas mit den Maßen und Grenzabweichungen nach Bild 3 hergestellt sein.

Für Prüfungen, die den Trockenpunkt festlegen, werden besonders ausgewählte Kolben mit einheitlicher Wanddicke von Boden und Seitenwandung empfohlen.

5.3 Kühlrohr und Kühlbad

5.3.1 Typische Ausführungen von Kühlrohr und Kühlbad sind in Bild 1 und Bild 2 gezeigt.

Prüfgeräte anderer Bauart dürfen benutzt werden, wenn die mit ihnen erzielten Prüfergebnisse mit denen korrelieren, die bei Verwendung der gezeigten Prüfgeräte erhalten werden, und wenn die Präzisionsanforderungen nach den Abschnitten 13 oder 14 erfüllt werden.

5.3.2 Das Kühlrohr muss aus einem nahtlosen, korrosionsbeständigen Metallrohr bestehen mit einer Länge von $560 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$, einem Außendurchmesser von 14 mm und einer Wanddicke von 0,8 mm bis 0,9 mm.

ANMERKUNG Kupferzinklegierungen (Bronze) oder nichtrostender Stahl sind geeignete Werkstoffe.

5.3.3 Das Kühlrohr muss so ausgelegt sein, dass $393 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ seiner Länge Kontakt mit dem Kühlmittel haben, wobei das obere Ende $50 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ und das untere Ende $114 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ aus dem Kühlbad herausragen. Der Neigungswinkel des oberen Kühlrohrteiles muss $75^\circ \pm 3^\circ$ zur Senkrechten betragen. Innerhalb des Kühlbades muss das Kühlrohr geradlinig oder gleichmäßig gekrümmt verlaufen. Der mittlere Gradient muss $15^\circ \pm 1^\circ$ zur Waagerechten betragen, und kein Abschnitt von 100 mm darf einen Gradienten außerhalb eines Bereiches von $15^\circ \pm 3^\circ$ besitzen. Das untere Kühlrohrteil muss auf eine Länge von 76 mm nach unten gekrümmt und am unteren Ende spitzwinklig abgeschnitten sein. Es muss sichergestellt werden, dass das Destillat ohne Störung an der Wand des Auffangzylinders herunterfließen kann. Bild 4 zeigt das untere Ende des Kühlrohres.

Das Herunterfließen des Destillats an der Wand des Messzylinders kann entweder durch einen Tropfenablenker, der in den Auffang eingeführt wird, oder dadurch erreicht werden, dass das abwärts in den Auffang weisende Ende etwas nach rückwärts gebogen ist, so dass dessen Spitze für die Aufnahme des Destillates an einem Punkt zwischen 25 mm bis 32 mm unterhalb des oberen Randes des Auffangzylinders die Innenwand des Auffangzylinders berührt.

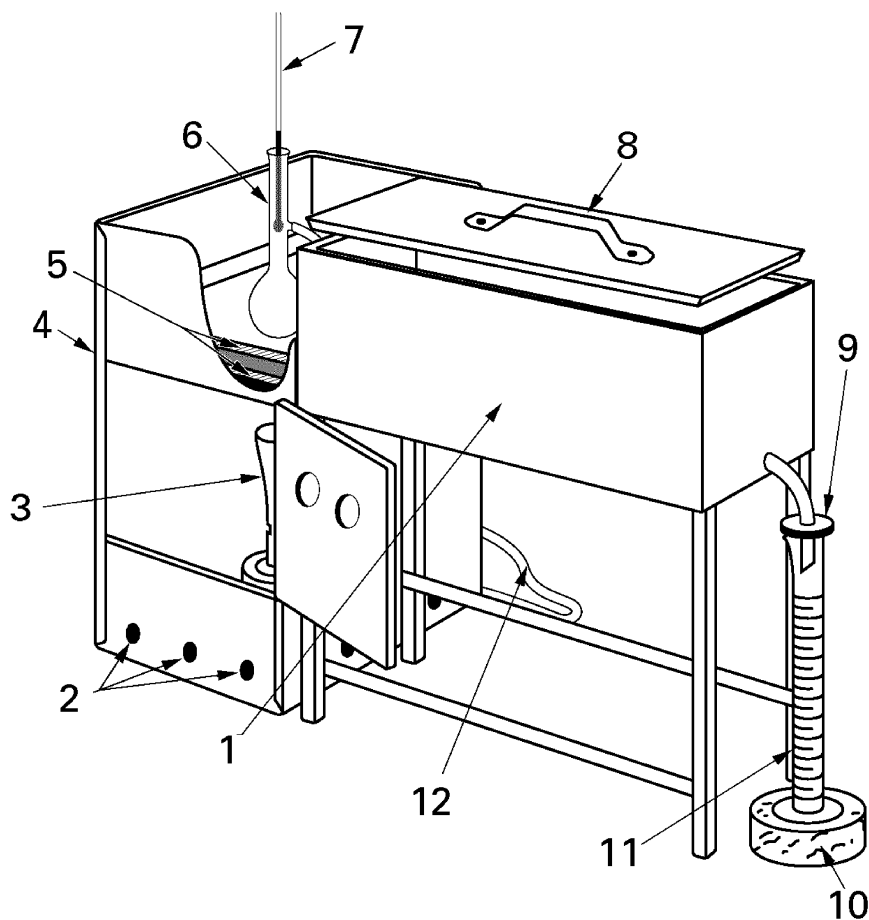
5.3.4 Das Fassungsvermögen und die Bauart des Kühlbades hängen vom verwendeten Kühlmittel ab. Das Kühlvermögen des Kühlbades muss so ausgelegt sein, dass die für die gewünschte Kühlerleistung erforderliche Temperatur eingehalten wird. Ein Kühlbad darf für mehrere Kühlrohre verwendet werden.

5.4 Schutzgehäuse für den Kolben (nur bei manuellem Prüfgerät)

Ein Schutzgehäuse für die Abschirmung muss vorhanden sein, um den Betreiber während des Betriebes des Prüfgerätes zu schützen und um den Destillierkolben vor Zugluft zu schützen. Die Abschirmung muss einen leichten Zugang zum Destilliervorgang erlauben und mit mindestens einem Fenster versehen sein, um am Ende der Destillation den Trockenpunkt beobachten zu können.

ANMERKUNG 1 Ein typisches Schutzgehäuse für ein Prüfgerät mit Gasbrenner wäre 480 mm hoch, 280 mm lang und 200 mm breit und bestünde aus Metallblech mit einer Wanddicke von etwa 0,8 mm (siehe Bild 1).

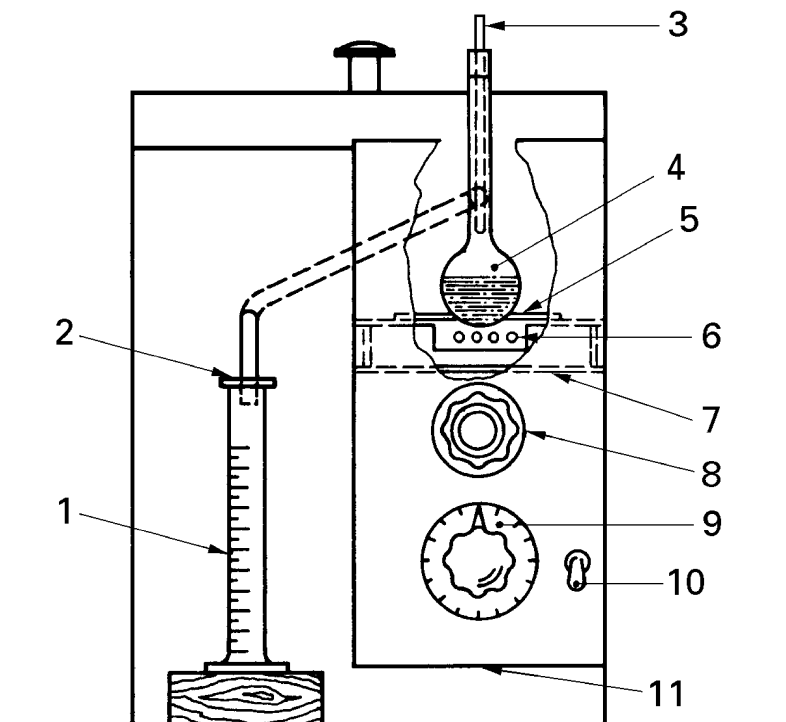
ANMERKUNG 2 Ein typisches Schutzgehäuse für ein Prüfgerät mit Elektroheizung wäre 440 mm hoch, 200 mm lang und 200 mm breit und bestünde aus Metallblech mit einer Wanddicke von etwa 0,8 mm (siehe Bild 2).



Legende

- | | | | |
|---|--------------------|----|---------------|
| 1 | Kühlbad | 7 | Thermometer |
| 2 | Luftzufuhr | 8 | Kühlbaddeckel |
| 3 | Brenner | 9 | Filterpapier |
| 4 | Schutzgehäuse | 10 | Halterung |
| 5 | feuerfeste Platten | 11 | Messzylinder |
| 6 | Destillierkolben | 12 | Gasleitung |

Bild 1 — Anordnung des Prüfgerätes mit Gasbrenner



Legende

- 1 Auffangzylinder
- 2 Filterpapier
- 3 Thermometer
- 4 Destillierkolben
- 5 Platte für den Kolben
- 6 elektrische Heizung
- 7 Kolbenhalterung
- 8 Einstellknopf für die Kolbenhalterung
- 9 Heizungsregler
- 10 Schalter
- 11 Schutzgehäuse mit offenem Boden
- 12 Kühlbad
- 13 Kühlrohr
- 14 Schutzgehäuse

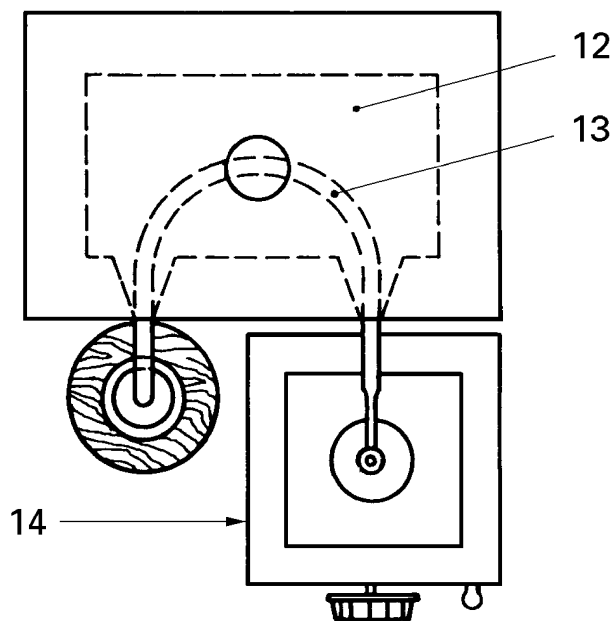


Bild 2 — Anordnung des Prüfgerätes mit Elektroheizung

Maße in Millimeter

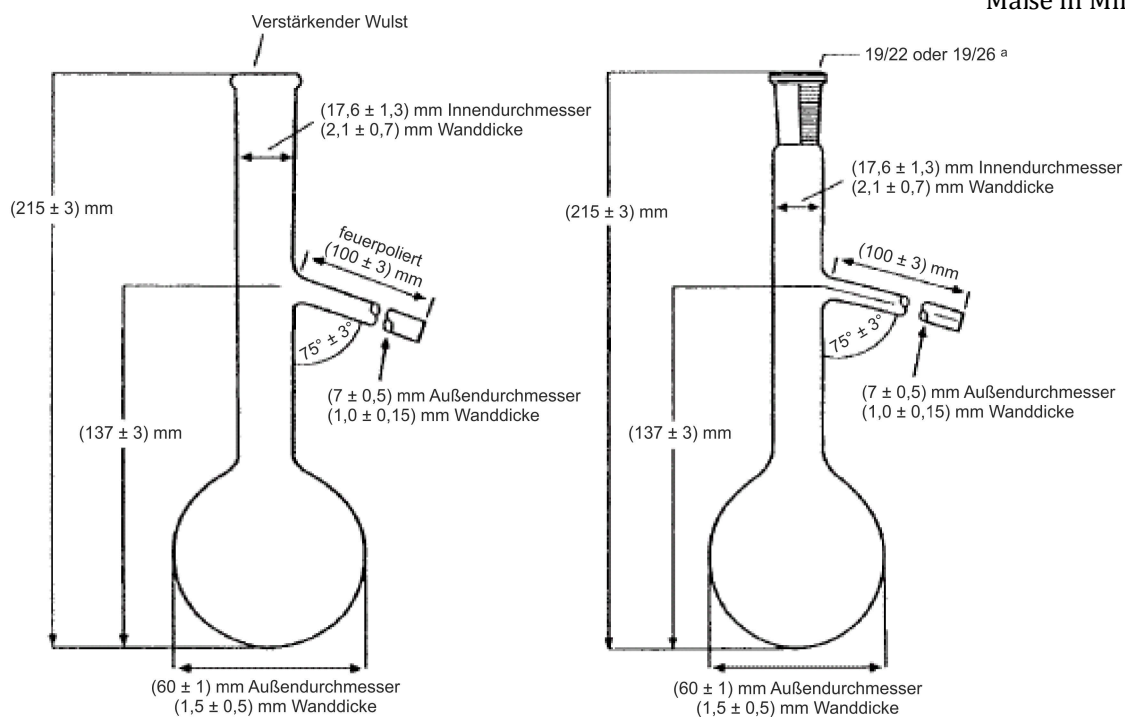
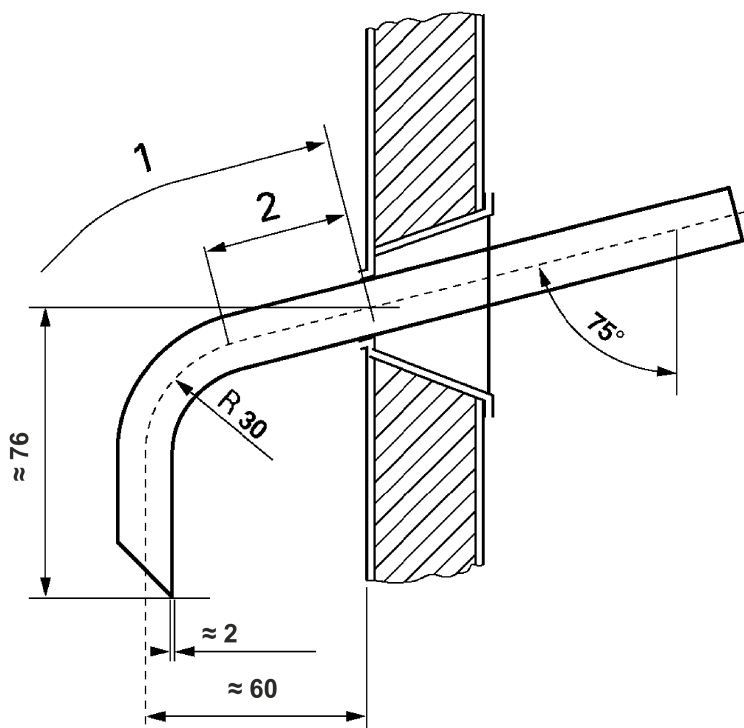


Bild 3 — 125 ml-Destillierkolben mit alternativer Ausführung für den Kolbenhals

Maße in Millimeter



Legende

- 1 Gesamtlänge 114 ± 3
- 2 Linearer Abschnitt etwa 38

Bild 4 — Unteres Ende des Kühlrohres

5.5 Heizquelle

5.5.1 Gasbrenner (siehe Bild 1), muss imstande sein, den ersten Tropfen innerhalb der festgelegten Zeit vom Kaltstart an überzubringen und mit der festgelegten Destillerrate fortzufahren. Ein empfindliches Regelventil und konstanter Gasdruck müssen zur einwandfreien Regelung der Heizleistung vorhanden sein.

5.5.2 Elektroheizung (siehe Bild 2), muss eine niedrige Wärmespeicherung besitzen und von 0 W bis 1 000 W regelbar sein.

5.6 Kolbenhalterung

5.6.1 Typ 1 bei Einsatz des Gasbrenners (siehe Bild 1). Entweder muss ein laborüblicher an einem Stativ im Schutzgehäuse befestigter Stativring mit einem Durchmesser von 100 mm oder mehr oder eine Plattform, die von außen am Schutzgehäuse einstellbar ist, verwendet werden.

Die Kolbenhalterung muss aus einer 3 mm bis 6 mm dicken Platte aus Keramik oder einem anderem feuerfesten Material bestehen und muss in der Mitte eine kreisrunde Öffnung mit einem Durchmesser nach den Angaben in Tabelle 2 besitzen. Das Außenmaß muss ausreichend groß sein, damit sichergestellt ist, dass die Wärmezufuhr allein über die kreisrunde Öffnung erfolgt und dass eine sonstige Wärmezufuhr von außen minimiert ist. In Übereinstimmung mit den Anweisungen zur Positionierung des Destillierkolbens darf die Platte, die den Kolben hält, ein wenig so bewegt werden, dass direkte Wärme dem Kolben nur durch die Öffnung in dieser Platte zugeführt wird. Die richtige Lage des Kolbens wird dadurch erreicht, dass die Länge des in das Kühlrohr eingeführten Seitenarms entsprechend angepasst wird.

5.6.2 Typ 2 bei Einsatz einer Elektroheizung (siehe Bild 2). Die Kolbenhalterung besteht aus einer Plattform über der Elektroheizung und ist von außen am Schutzgehäuse einstellbar. Die in 5.6.1 beschriebene Platte wird auf dieser Halterung angebracht. Die obere Platte, die den Kolben hält, muss in der Waagerechten etwas zu bewegen sein, damit sichergestellt ist, dass eine direkte Wärmezufuhr nur durch die festgelegte Öffnung in dieser Platte geschieht. Die gesamte Kolbenhalterung muss senkrecht zu bewegen sein, damit während der Destillation der Boden des Destillierkolbens in Kontakt mit der Platte bleibt, die den Kolben hält, und damit der Destillierkolben leicht ein- und ausgebaut werden kann.

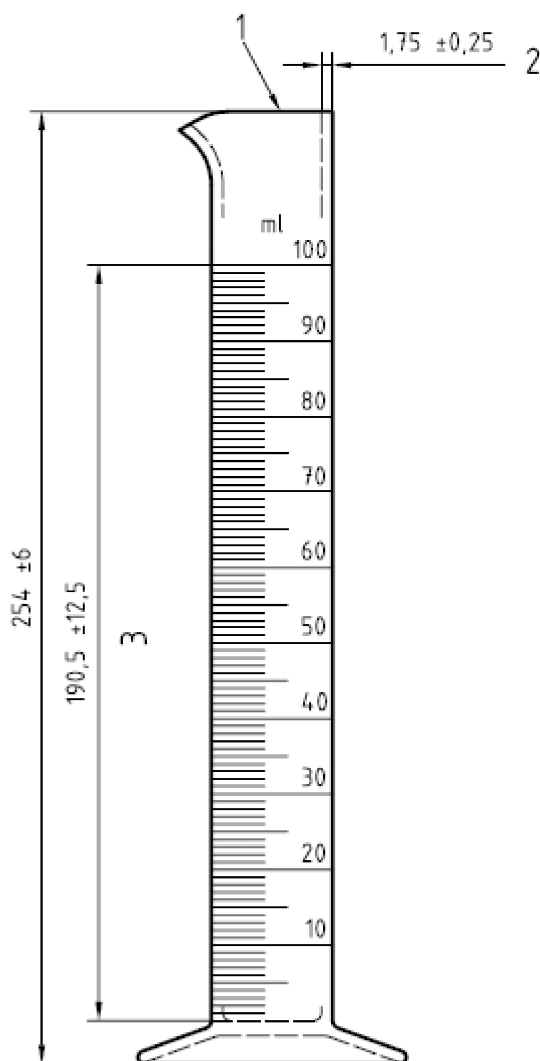
5.7 Messzylinder

5.7.1 Auffangzylinder, Nennvolumen $100 \text{ ml} \pm 1,0 \text{ ml}$, im Allgemeinen nach ISO 4788. Er muss eine Füllmarke bei 100 ml besitzen und beginnend bei mindestens 5 ml eine Zwischenteilung mit Intervallen von jeweils 1 ml aufweisen. Der Zylinderfuß muss so beschaffen sein, dass der Auffangzylinder nicht umfällt, wenn er leer auf eine Fläche gestellt wird, die einen Neigungswinkel von 13° zur Waagerechten hat. In Bild 5 sind Konstruktionsmerkmale und Grenzabweichungen zu finden.

Bei automatisierten Prüfgeräten muss der Messzylinder den in diesem Abschnitt beschriebenen Anforderungen, mit Ausnahme der Zwischenteilungen genügen. Die Füllmarke bei 100 ml ist jedoch erforderlich. Auffangzylinder für automatisierte Prüfgeräte dürfen auch einen Metallfuß haben.

Falls erforderlich, muss der Auffangzylinder bis über die 100-ml-Füllmarke in die Kühlflüssigkeit eines Kühlbades, z. B. hoher Becher aus klarem Glas oder durchsichtigem Kunststoff, eingetaucht oder in eine thermostatisierte Umluftkammer gebracht werden.

5.7.2 Messzylinder für Rückstandsmessung, Nennvolumen 5 ml, im Allgemeinen nach ISO 4788.



Legende

- 1 feuerpoliert
- 2 Wanddicke
- 3 Länge der Messskala

Bild 5 — 100-ml-Auffangzylinder (Abweichung $\pm 1,0$ ml)

5.8 Temperaturmesssystem

5.8.1 Thermometer müssen, falls verwendet, Quecksilberthermometer aus Glas sein mit Stickstofffüllung, Skalenteilung am Schaft und emaillierter Rückseite, und sie müssen den Anforderungen nach Anhang A genügen.

WARNHINWEIS — Unter bestimmten Prüfbedingungen kann die Temperatur des Thermometergefäßes 28 °C über der angezeigten Temperatur liegen, und bei einer Temperaturanzeige von 370 °C nähert sich die Gefäßtemperatur einem kritischen Bereich im Glas. Es wird daher dringend empfohlen, Destillationstemperaturen über 370 °C zu vermeiden. Falls Thermometer angezeigten Temperaturen über 370 °C ausgesetzt waren, dürfen sie nicht wieder verwendet werden, bevor nicht ihr Eispunkt zwecks Bestätigung der Kalibrierung überprüft wurde.

5.8.2 Elektronische Temperaturfühler, falls verwendet, müssen gleiche Temperaturnacheilung, Fadeneffekt und Ablesegenauigkeit aufweisen wie gleichwertige Quecksilberthermometer.

Um die Temperaturnacheilung eines Quecksilberthermometers nachzuempfinden, müssen Schaltkreis und/oder Algorithmen des elektronischen Systems diese Tatsache berücksichtigen.

Alternativ darf der Temperaturfühler so in eine Umhüllung mit bedeckter Spitze gebracht werden, dass die Anordnung wegen der angepassten thermischen Masse und Leitfähigkeit eine gleichartige Temperaturnacheilung wie Quecksilberthermometer aufweist.

Falls nicht anders vereinbart, müssen Schiedsprüfungen mithilfe des vorgeschriebenen Quecksilberthermometers durchgeführt werden.

Hilfsmittel zur Bestimmung der Differenz zwischen den Nacheilzeiten von elektronischen Temperaturmesssystemen und Quecksilberthermometern finden sich in Anhang B.

5.9 Zentriereinrichtung

Das Temperaturmessgerät muss dicht sitzend durch eine Vorrichtung, die für die mechanische Zentrierung des Temperaturmessgerätes im Hals des Destillierkolbens sorgt, so eingebracht werden, dass kein Dampf entweichen kann. Die Verwendung eines Korkens oder Silikonstopfens mit einem Loch in der Mitte ist für diesen Zweck nicht geeignet. Beispiele für brauchbare Zentriervorrichtungen finden sich in Bild 6 und Bild 7.

Beim manuellen Prüfverfahren können im Falle von Produkten mit niedrigem Destillationsbeginn durch die Zentriervorrichtung eine oder mehrere Temperaturablesungen erschwert werden.

Andere Zentriervorrichtungen als die in Bild 6 und Bild 7 gezeigten dürfen verwendet werden, wenn sie das Temperaturmessgerät in der richtigen Lage, d. h. in der Mitte des Halses des Destillierkolbens halten.

5.10 Barometer

Das Barometer muss geeignet sein, den Luftdruck mit einer Fehlergrenze von 0,1 kPa oder besser zu messen, und zwar bei der gleichen Höhenlage relativ zum Meeresniveau wie das Prüfgerät im Laboratorium. Druckwerte von Aneroidbarometern, die auf Meeresniveau (Normalnull) vorkorrigiert sind, sind nicht zu verwenden.

Im Idealfall sollte sich das Barometer im gleichen Raum befinden, in dem die Destillation durchgeführt wird.

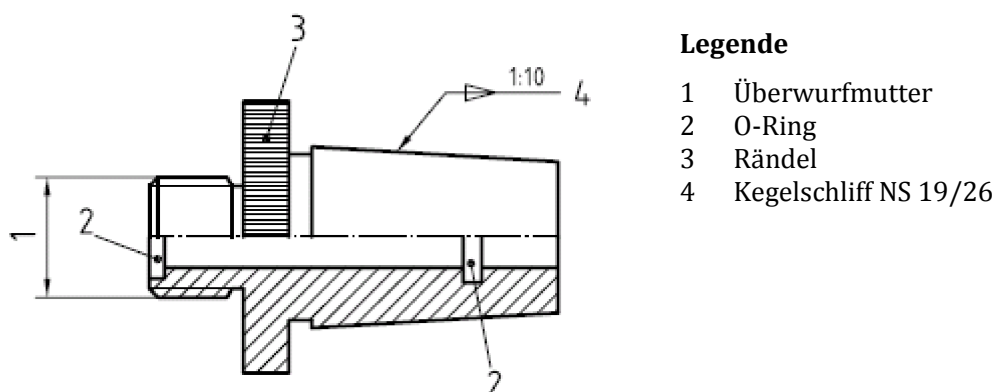
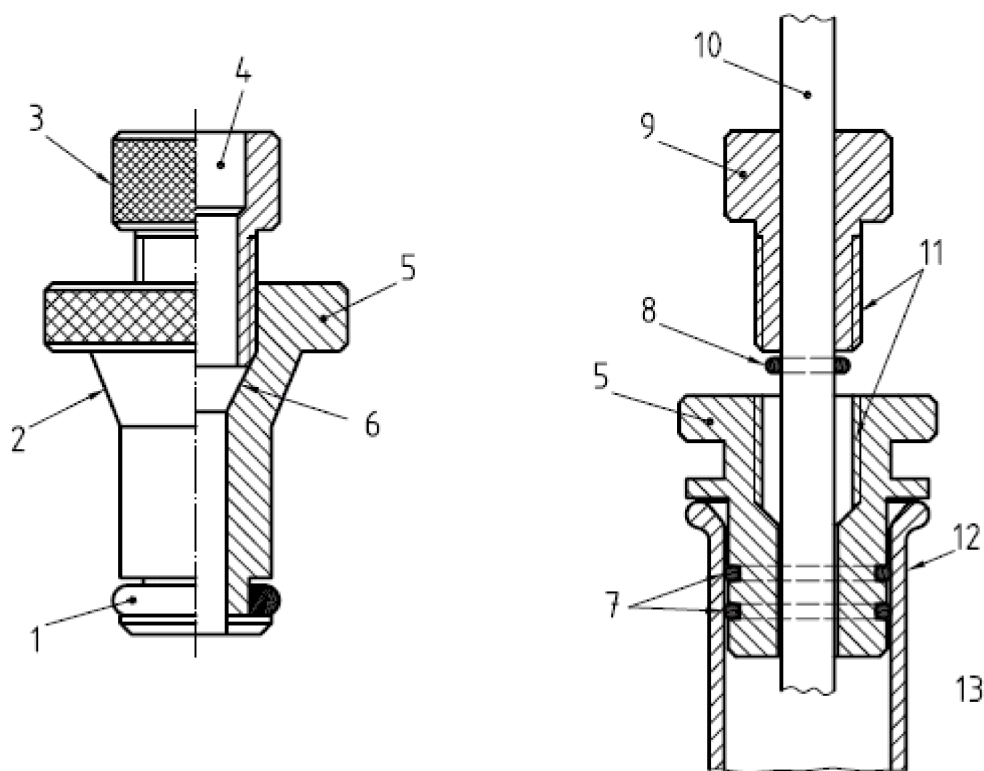


Bild 6 — PTFE-Zentriervorrichtung mit Kernschliff



Legende

- 1 einfacher O-Ring, Viton oder Perfluoroelastomer
- 2 kegelförmig zur perfekten Zentrierung im Hals des Destillierkolbens
- 3 Dichtmutter (PTFE)
- 4 Bohrung passend für Pt-100-Fühler
- 5 PTFE-Körper
- 6 Dichtung ohne O-Ring
- 7 Doppel-O-Ringe, Viton oder Perfluoroelastomer
- 8 Dichtungs-O-Ring
- 9 Dichtmutter
- 10 Thermometer oder Pt-100-Fühler
- 11 Gewinde
- 12 Hals des Destillierkolbens
- 13 genau passende lichte Weite des Kolbenhalses

Bild 7 — Zwei Ausführungsbeispiele von Zentriervorrichtungen für Kolben mit geradem Hals

6 Probenahme

6.1 Probeneingruppierung

Die Art des Produktes, von dem die Probe genommen wird, wird bestimmt und die Probe wird der zugehörigen Gruppe nach Tabelle 1 zugeordnet. Diese gibt auch allgemeine Hinweise auf die Bedingungen der Probenahme.

6.2 Probenbehandlung vor der Prüfung

6.2.1 Allgemeines

Wenn nichts anderes festgelegt ist, muss die Probenahme nach den in ISO 3170 oder ISO 3171 beschriebenen Verfahren durchgeführt werden, unter Berücksichtigung der besonderen Bedingungen nach Tabelle 1. Vor der Prüfung werden die Proben bei den in Tabelle 1 festgelegten Temperaturen gehalten und vor direkter Einwirkung von Wärme oder Sonnenlicht geschützt.

6.2.2 Gruppen 1 und 2

Die Probe wird in einen vorher auf unter 10 °C gekühlten Behälter gefüllt. Der Behälter wird gereinigt, vorzugsweise durch Eintauchen in die Flüssigkeit, falls möglich, und die erste Probe wird verworfen. Wo ein Eintauchen nicht möglich ist, muss das Ziehen der Probe in den vorher gekühlten Behälter auf solche Weise geschehen, dass die Bewegung der Probe minimiert wird. Der Behälter wird sofort mit einem Stopfen dicht verschlossen und die Probe wird in einem Eisbad oder Kühlschrank auf einer Temperatur gehalten, die unterhalb der festgelegten ist. Bei der Lagerung wird vorzugsweise eine Temperatur von oder unter 10 °C gehalten. Vor der Prüfung wird eine Temperatur von unter 10 °C gehalten. Wo die Einhaltung einer Temperatur für die Lagerung unterhalb von 10 °C nicht möglich bzw. nicht praktikabel ist, ist eine Temperatur bis höchstens 20 °C erlaubt, allerdings unter der Voraussetzung, dass die Probe immer auf eine Temperatur unter 10 °C gebracht wird, bevor der Behälter geöffnet wird.

6.2.3 Gruppen 3 und 4

Die Probe wird auf Umgebungstemperatur gehalten. Wenn die Probe bei dieser Temperatur nicht flüssig ist, wird sie auf eine Temperatur von 9 °C bis 21 °C oberhalb ihres Pourpoints gebracht und vor der Entnahme eines Probenteils zwecks Homogenisierung kräftig geschüttelt; in diesem Fall wird der Temperaturbereich nach Tabelle 2 für den Auffangzylinder nicht berücksichtigt. Vor der Prüfung wird der Auffangzylinder auf etwa die gleiche Temperatur wie die Probe gebracht, und der erwärmte Probenteil wird genau bis zur 100-ml-Füllmarke eingefüllt. Der Probenteil wird dann so rasch und vollständig wie möglich in den Destillierkolben überführt.

ACHTUNG — Ein vollständig gefüllter und versiegelter Behälter wird wahrscheinlich beim Erwärmen aufbrechen.

Tabelle 1 — Probengruppen und Probenahmebedingungen

Gruppennummer	1	2	3	4
Typische Probenart	Benzin	Benzin	Flugkraftstoff – weiter Schnitt	Kerosin/Gasöl
Dampfdruck nach Reid, kPa	≥ 65,5	< 65,5	< 65,5	< 65,5
Destillationsverlauf				
Destillationsbeginn (IBP), °C	—	—	≤ 100	> 100
Destillationsendpunkt (FBP), °C	≤ 250	≤ 250	> 250	> 250
Temperatur des Probenbehälters, °C	< 10	-	—	—
Temperatur der Probe bei der Probenahme, °C	≤ 10	≤ 10	Umgebungstemperatur ^a	Umgebungstemperatur ^a
Temperatur der gelagerten Probe, °C	< 10 ^b	< 10 ^b	Umgebungstemperatur	Umgebungstemperatur
Wenn Probe Wasser enthält	Neue Probe oder trocknen	Neue Probe oder trocknen	Trocknen	Trocknen
(Verweis)	(6.3.2)	(6.3.2)	(6.3.3)	(6.3.3)
^a Die Proben müssen immer eine Temperatur von 9 °C bis 21 °C oberhalb ihres Pourpoints haben, wenn sie bei Umgebungstemperatur nicht flüssig sind. ^b Falls Geräte zur Lagerung bei unter 10 °C nicht verfügbar sein sollten, dann dürfen die Proben unter der Voraussetzung, dass der Behälter dicht verschlossen ist, bei unter 20 °C gelagert werden. Siehe 6.2.2.				

6.3 Entfernen von Wasser aus der Probe

6.3.1 Allgemeines

Proben von Produkten, die visuell erkennbar trübe sind (gelöstes Wasser) oder von ihnen vermutet wird, das sie Wasser enthalten, sind für die Prüfung nicht geeignet.

6.3.2 Gruppen 1 und 2

Wenn die Probe nicht trocken ist, wird eine neue Probe für die Prüfung gezogen, die frei von suspendiertem Wasser ist. Wenn eine solche Probe nicht erhalten werden kann, wird eine ausreichende Menge von wasserfreiem Natriumsulfat oder einem anderen geeigneten Trocknungsmittel in die bei 0 °C bis 10 °C gehaltene Probe gegeben, und das Wasser wird dann durch Schütteln entfernt. Wenn die Probe kein visuell erkennbares Wasser mehr zeigt, wird ein dekantierter Teil der bei 0 °C bis 10 °C temperierten Probe für die Analyse benutzt. Es wird notiert, dass die Probe mithilfe eines Trocknungsmittels getrocknet wurde.

Ringversuchsergebnisse haben gezeigt, dass suspendiertes Wasser aus trüben Proben der Gruppe 1 und Gruppe 2 mithilfe des oben genannten Verfahrens entfernt werden kann, ohne dass die Prüfergebnisse statistisch signifikant beeinflusst werden.

6.3.3 Gruppen 3 und 4

Für den Fall, dass eine wasserfreie Probe praktisch nicht erhältlich ist, wird das suspendierte Wasser durch Schütteln der Probe mit wasserfreiem Natriumsulfat oder einem anderen geeigneten Trocknungsmittel entfernt, und die Probe wird durch Dekantieren vom Trocknungsmittel getrennt.

7 Vorbereitung des Prüfgerätes

7.1 Mithilfe der Tabelle 2 wird das Prüfgerät durch Wahl des geeigneten Destillierkolbens, des Temperaturmesssystems und der Kolbenhalterung vorbereitet, wie für die entsprechende Gruppe vorgeschrieben. Bei einem Gasbrenner wird eine Kolbenhalterung vom Typ 1 (5.6.1) benutzt; bei einer Elektroheizung wird eine Kolbenhalterung vom Typ 2 (5.6.2) benutzt. Die Temperatur des Auffangzylinders, des Kolbens, des Temperaturmessgerätes und des Kühlbades wird auf die vorgeschriebene Temperatur gebracht.

7.2 Es werden alle notwendigen Vorkehrungen getroffen, damit die Temperatur des Kühlbades und des Auffangzylinders auf der vorgeschriebenen Temperatur gehalten wird. Der Auffangzylinder muss so in das Kühlbad gestellt werden, dass entweder das Flüssigkeitsniveau mindestens bis zur 100-ml-Füllmarke reicht oder der gesamte Zylinder von einer Umluftkammer umgeben ist.

Für die Gruppen 1, 2 und 3 werden geeignete Kühlmittel für niedrige Temperaturen wie zerkleinertes Eis mit Wasser, gekühlte Sole und gekühltes Ethylenglykol verwendet.

Für die Gruppe 4 werden geeignete Kühlmittel für Umgebungs- und höhere Temperaturen wie kaltes Wasser bzw. heißes Wasser und erwärmtes Ethylenglykol verwendet.

7.3 Zum Entfernen von Destillatresten wird das Kühlrohr mit einem weichen, faserfreien Stück Tuch ausgewischt, das an einem Faden oder Draht befestigt ist.

7.4 Bei Proben der Gruppen 1, 2 und 3 wird das Temperaturmessgerät für den niedrigen Bereich samt dicht passendem Korken oder Silikonstopfen fest in den Hals des Probenbehälters eingesetzt, und die Probentemperatur auf den in Tabelle 2 festgelegten Wert gebracht.

Tabelle 2 — Vorbereitung des Prüfgerätes

Gruppennummer	1	2	3	4
Temperaturmesssystem (siehe 5.8)	Niedriger Bereich	Niedriger Bereich	Niedriger Bereich	Hoher Bereich
Lochdurchmesser für die Platte der Kolbenhalterung, mm	38	38	50	50
Temperatur zu Beginn der Prüfung, °C				
— Kolben und Thermometer	13 bis 18	13 bis 18	13 bis 18	≤ Umgebungs- temperatur
— Kolbenhalterung und Schutzgehäuse	≤ Umgebungs- temperatur	≤ Umgebungs- temperatur	≤ Umgebungs- temperatur	—
— Auffangzylinder und Probe	13 bis 18	13 bis 18	13 bis 18	13 bis Umgebungs- temperatur

7.5 Wenn die Probentemperatur bestätigt ist, wird der Probenteil genau bis zur 100-ml-Füllmarke des Auffangzylinders eingefüllt und dann so vollständig wie möglich in den Destillierkolben überführt; es ist darauf zu achten, dass keine Flüssigkeit in das Dampfrohr fließt.

ANMERKUNG 1 Jede Stoffmenge, die während des Umfüllens verdampft, trägt zum Verlust bei; jede Stoffmenge, die im Auffangzylinder verbleibt, trägt zur aufgefangenen Destillatmenge zum Zeitpunkt des Destillationsbeginns bei.

Falls unregelmäßiges Sieden (Stoßen) erwartet wird, wird eine geringe Anzahl sauberer und trockener Siedesteine dem Probenteil beigelegt.

ANMERKUNG 2 Zwar ist theoretisch das Volumen von Ablagerungen auf den Siedesteinen Teil des Destillationsrückstandes, dieses Volumen ist jedoch vernachlässigbar klein und braucht nicht berücksichtigt zu werden.

7.6 Das geeignete Temperaturmessgerät wird durch die Zentriervorrichtung (5.9) eingepasst. Im Falle eines Quecksilberthermometers wird das Thermometergefäß im Kolbenhals zentriert, und das untere Ende der Kapillare fluchtet mit dem höchsten Punkt der unteren Innenwand des Dampfrohres (siehe Bild 8). Im Falle eines elektronischen Temperaturfühlers ist den Vorschriften des Herstellers in Bezug auf die Anbringung zu folgen, so dass sich die wärmeempfindliche Position gerade unterhalb der Ebene des Seitenarms des Destillierkolbens befindet.

Auf die Passflächen der Zentriervorrichtung aus Polytetrafluorethylen (PTFE) wird eine geringe Menge Vakuumfett angebracht, um das Zerlegen nach der Prüfung zu erleichtern.

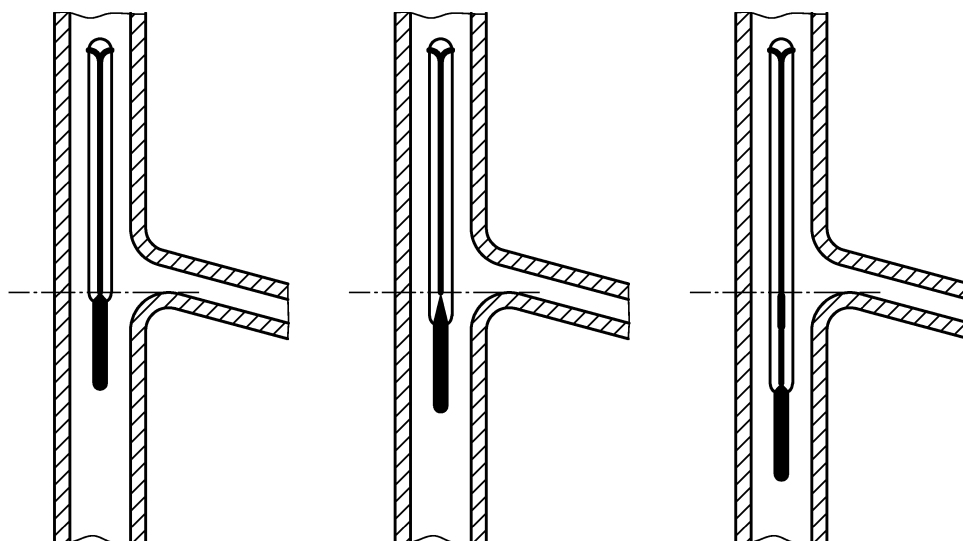


Bild 8 — Position des Thermometers im Hals des Destillierkolbens

7.7 Das Dampfrohr des Kolbens, das mit einem eng anliegenden, gut gerollten Korken oder Silikonstopfen versehen ist, wird dicht in das Kühlrohr eingepasst. Der Destillierkolben wird in senkrechter Lage so ausgerichtet, dass sich das Dampfrohr auf eine Länge von 25 mm bis 50 mm in das Kühlrohr hinein erstreckt. Die Kolbenhalterung wird so angehoben und eingestellt, dass die Platte eng am Boden des Kolbens anliegt.

7.8 Der Auffangzylinder, der zum Abmessen des Probenteils benutzt wurde, wird ohne Trocknen und, falls erforderlich, mit einem Tropfenablenker so in das Kühlbad unter das untere Ende des Kühlrohres gestellt, dass sich das Ende des Kühlrohres in der Mitte des Zylinders befindet und in diesen mindestens 25 mm hineinragt; es darf sich jedoch nicht unterhalb der 100-ml-Füllmarke befinden. Beim manuellen Verfahren wird der Auffangzylinder gut abgedeckt, und zwar mit einem Stück Filterpapier oder ähnlichem Material, das so zugeschnitten ist, dass es eng am Kühlrohr anliegt. Beim automatisierten Verfahren wird der Auffangzylinder, wenn erforderlich, mit der mit dem Prüfgerät gelieferten Abdeckung abgedeckt.

7.9 Die Raumtemperatur und der vorherrschende Luftdruck werden notiert. Mit der Destillation wird dann nach Abschnitt 9 oder Abschnitt 10 sofort begonnen.

8 Geräteüberprüfung

8.1 Niveaufolgeeinrichtung

Bei automatisierten Prüfgeräten muss die Niveaufolgevorrichtung mit Registriergerät ein Auflösungsvermögen von 0,1 ml bei einem maximalen Fehler von höchstens 0,3 ml haben, und zwar zwischen den 5-ml- und 100-ml-Markierungen. Die Kalibrierung der gesamten Anordnung muss nach den Vorschriften des Herstellers in einem Prüfintervall von nicht mehr als 3 Monaten kontrolliert werden.

ANMERKUNG Bei einer typischen Überprüfung wird die Ausgabe mit einer Befüllung des Auffangzylinders mit 5 ml bzw. 100 ml des Materials kontrolliert.

8.2 Elektronische Temperaturfühler

8.2.1 Temperaturmessgeräte, die nicht aus den vorgeschriebenen Quecksilberthermometern bestehen, müssen die gleiche Temperaturnacheilung, Anzeigegenauigkeit und den gleichen Fadenfehler wie entsprechende Quecksilberthermometer aufweisen. Die Kalibrierung dieser Temperaturfühler muss in einem Prüfintervall von nicht mehr als 6 Monaten erfolgen. Die Funktionsfähigkeit von Widerstandsthermometern muss mithilfe eines Normalwiderstandes kontrolliert werden. Bei der Durchführung dieser Kontrolle ist sicherzustellen, dass jegliche Algorithmen zur Korrektur der Temperatur auf Nacheilung und Fadenfehler nicht verwendet werden (siehe Vorschriften des Herstellers). Das Ansprechverhalten des Temperaturmesssystems selbst muss auch überprüft werden, und zwar durch eines der in 8.2.2 oder 8.2.3 beschriebenen Verfahren.

8.2.2 Toluol, Reinheitsgrad zur Analyse, wird nach ISO 918 destilliert, und es wird verglichen, ob die bei aufgefangenen 50 % (V/V) erhaltene Temperatur im folgenden Temperaturbereich liegt. Toluol zur Analyse wird für diese Prüfung verwendet, es sei denn, dass nachgewiesen werden kann, dass eine andere vorgeschlagene Qualität genügend rein ist, um den Gebrauch zu erlauben, ohne die Präzision der Bestimmung zu mindern.

Toluol dient als Referenzflüssigkeit im Hinblick auf Abweichungen; es bietet aber fast keine Information darüber, wie gut ein elektronisches Messsystem die Temperaturnacheilung eines Quecksilberthermometers widerspiegelt. In Anhang B wird ein Verfahren beschrieben, wie diese Differenz in der Ansprechzeit zu bestimmen ist.

Zur Überprüfung des Ansprechverhaltens bei höheren Temperaturen wird Hexadecan eingesetzt.

ANMERKUNG 1 In Referenzhandbüchern wird der Siedepunkt mit den Bedingungen nach ISO 918, in der ein teilweise eintauchendes Thermometer verwendet wird, für Toluol mit 110,6 °C und für Hexadecan mit 287,0 °C angegeben. Da diese Internationale Norm allerdings Thermometer verwendet, die ganz eintauchend kalibriert sind, werden die Ergebnisse niedriger und für jedes verschieden sein. Ungefähre Werte aus einem Ringversuch sind wie folgt:

	Manuelle Prüftemperatur	Automatisierte Prüftemperatur
Toluol (Gruppen 1, 2, 3)	105,9 °C bis 111,8 °C	108,5 °C bis 109,7 °C
Hexadecan (Gruppe 4)	272,2 °C bis 283,1 °C	277,0 °C bis 280,0 °C

ANMERKUNG 2 Zertifizierte Referenzflüssigkeiten, die aus festgelegten Mischungen einzelner Verbindungen bestehen, sind für Produktarten der Gruppe 1 und der Gruppe 4 im Handel erhältlich.

8.3 Elektronische Druckmessgeräte

Druckmessgeräte müssen in Prüfintervallen von nicht mehr als 6 Monaten sowie nach jeder Reparatur und nach jedem Ersatzteileinbau mit einem Barometer in der Ausführung nach 5.10 überprüft werden.

9 Durchführung — manuelle Arbeitsweise

9.1 Der gefüllte Destillierkolben (5.2) wird erwärmt, wobei die Abtropfspitze des Kühlrohres (siehe 5.3) bis zur Beobachtung der ersten Kondensation nicht an der Innenwand des Auffangzylinders (5.7.1) anliegen darf. Die Wärmezufuhr (5.5) wird dann so geregelt, dass die Einstellungen zwischen der ersten Wärmezufuhr und dem Destillationsbeginn den Angaben in Tabelle 3 entsprechen.

9.2 Die Temperatur für den ersten Kondensattropfen wird als Destillationsbeginn auf 0,5 °C aufgezeichnet. Wenn kein Tropfenablenker benutzt wird, wird der Auffangzylinder so bewegt, dass die Abtropfspitze des Kühlrohres die Innenwand berührt.

Tabelle 3 — Bedingungen während der Prüfung

Gruppennummer	1	2	3	4
Temperatur des Kühlbades, °C	0 bis 1	0 bis 5	0 bis 5	0 bis 60
Temperatur des Kühlmittels um den Auffangzylinder, °C	13 bis 18	13 bis 18	13 bis 18	±3 der Füllung
Anheizdauer bis zum Destillationsbeginn, min	5 bis 10	5 bis 10	5 bis 10	5 bis 15
Zeitdauer vom Destillationsbeginn bis zu 5 % (V/V) aufgefangen, s	60 bis 100	60 bis 100	—	—
Gleichmäßige durchschnittliche Kondensationsrate von den ersten 5 % (V/V) Destillat bis zu 5 ml Rückstand im Kolben, ml/min	4 bis 5	4 bis 5	4 bis 5	4 bis 5
Zeit von 5 ml Rückstand bis zum Destillationsende, min	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5

9.3 Die Wärmezufuhr wird so geregelt, dass die Destillierdauer ab Destillationsbeginn bis zu 5 % (V/V) aufgefangener Destillatmenge den in Tabelle 3 angegebenen Werten entspricht.

9.4 Mit der Regelung der Wärmezufuhr wird so fortgefahren, dass die gleichmäßige durchschnittliche Kondensationsrate von den ersten 5 % (V/V) Destillat bis zu 5 ml Rückstand im Kolben 4 ml/min bis 5 ml/min beträgt.

Wegen der Konfiguration des Destillierkolbens und der Prüfbedingungen sind Dampf und Flüssigkeit in der Umgebung des Temperaturmessgerätes (siehe 5.8) nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Die Destillerrate wird dadurch die gemessene Dampftemperatur beeinflussen, und deshalb sollte die Destillerrate während der gesamten Prüfung so konstant wie möglich gehalten werden.

ANMERKUNG Bei der Prüfung von Produkten der Gruppe 1 oder Gruppe 2 können die Kondensate gegebenenfalls nicht mischbare Phasen bilden, und es kann bei einer Dampftemperatur von etwa 160 °C zur Abscheidung von Tropfen am Thermometer und am Kolbenhals kommen. Dies wird begleitet von einem scharfen Abfallen der Dampftemperatur (etwa 3 °C) und einer Abnahme der Kondensationsrate. Diese Erscheinung kann 10 s bis 30 s dauern, bevor die Temperatur wieder ansteigt und das Kondensat wieder zu fließen beginnt. Dieser Punkt wird auch „Verzögerungspunkt“ genannt.

9.5 Jede Destillation, die nicht die in 9.1 bis 9.4 beschriebenen Bedingungen erfüllt, wird wiederholt.

9.6 Falls ein Zersetzungspunkt beobachtet wird, wird die Wärmezufuhr beendet und weiter nach 9.10 verfahren.

9.7 In dem Intervall vom Destillationsbeginn bis zum Destillationsendpunkt werden alle zur Berechnung und Angabe der Prüfergebnisse notwendigen Daten beobachtet und aufgezeichnet, wie sie nach den Anforderungen an das zu prüfende Produkt oder aufgrund vorheriger Vereinbarung erforderlich sind.

Diese beobachteten Daten können Temperaturen bei festgelegten Destillatmengen in Prozent oder Destillatmengen in Prozent bei speziell festgelegten Temperaturen umfassen.

Alle Volumina im Auffangzylinder und alle Temperaturen werden auf 0,5 ml bzw. auf 0,5 °C gerundet angegeben.

Falls keine speziellen Datenanforderungen vorliegen, werden für die Gruppen 1, 2, 3 und 4 Destillationsbeginn, Destillationsendpunkt oder Trockenpunkt oder beide, und die Temperaturablesungen bei 5 %, 15 %, 85 % und 95 % aufgefangener Destillatmengen sowie bei jedem 10 %-Vielfachen der aufgefangenen Destillatmenge von 10 % bis 90 % einschließlich angegeben.

Wird für Gruppe 4 das Hochtemperatur-Thermometer zur Prüfung von Kerosinen benutzt, können durch die Zentriervorrichtung zweckdienliche Temperaturanzeigen verdeckt werden. Wenn die Angabe dieser Temperaturen erforderlich ist, wird eine zweite Destillation nach dem Verfahren für Gruppe 3 durchgeführt. In diesen Fällen werden die mit dem Niedrigtemperatur-Thermometer gemessenen Temperaturen als Ersatz für die bei Verwendung des Hochtemperatur-Thermometers verdeckten Temperaturen angegeben, was im Prüfbericht vermerkt werden muss. Wird auf die Angabe der verdeckten Temperaturen verzichtet, muss dies auch im Prüfbericht vermerkt werden (siehe Abschnitt 15).

Falls bei einer Probe verlangt wird, die Temperatur bei einem bestimmten verdampften oder aufgefangenen Volumenanteil in Prozent anzugeben und die Probe gerade in diesem Bereich eine Destillationskurve mit einer sich rasch ändernden Steigung aufweist, sind Temperaturangaben bei jedem 1 % (V/V) aufgefangener Destillatmenge erforderlich. Die Steigung gilt als sich rasch ändernd, wenn die Änderung der Steilheit, C , der in 9.7.2 beschriebenen Messpunkte in diesem speziellen Bereich größer ist als 0,6, und zwar nach Gleichung (1) berechnet:

$$C = \frac{(T_2 - T_1)}{(V_2 - V_1)} - \frac{(T_3 - T_2)}{(V_3 - V_2)} \quad (1)$$

Dabei ist

- T_1 die Temperatur, abgelesen bei dem Volumenanteil, der vor dem infrage kommenden liegt, in Grad Celsius;
- T_2 die Temperatur, am Messpunkt des infrage kommenden Volumenanteils, in Grad Celsius;
- T_3 die Temperatur, abgelesen bei dem Volumenanteil, der nach dem infrage kommenden liegt, in Grad Celsius;
- V_1 der Volumenanteil, der unmittelbar vor dem infrage kommenden liegt, in % (V/V);
- V_2 der Volumenanteil, am infrage kommenden Messpunkt, in % (V/V);
- V_3 der Volumenanteil, der unmittelbar nach dem infrage kommenden liegt, in % (V/V).

9.8 Wenn die Restflüssigkeit im Destillierkolben etwa 5 ml beträgt, wird eine letzte Regelung der Wärmezufuhr vorgenommen. Um zu bestimmen, wann die Restflüssigkeit im Destillierkolben etwa 5 ml beträgt, wird der geschätzte Verlust von 93,5 ml abgezogen, um die im Auffangzylinder zu diesem Zeitpunkt aufgefangene Menge abzuschätzen. Die Destillierdauer ab 5 ml flüssigen Rückstandes im Destillierkolben bis zum Destillationsendpunkt muss sich in den Grenzen nach Tabelle 3 befinden. Wenn diese Bedingung nicht erfüllt ist, wird die Prüfung wiederholt, und zwar mit entsprechender Änderung der letzten Heizregelung.

Wenn der tatsächliche Verlust um mehr als 2 ml von dem geschätzten Wert abweicht, wird die Prüfung wiederholt.

Da es sehr schwierig ist, die Menge der siedenden Restflüssigkeit im Destillierkolben zu bestimmen, wird sie über die zu diesem Zeitpunkt im Messzylinder aufgefangene Destillatmenge geschätzt. Der dynamische Stau an diesem Punkt wurde zu etwa 1,5 ml bestimmt, und ohne Verluste kann so angenommen werden, dass die Menge von 5 ml im Destillierkolben mit einer Menge von 93,5 ml im Messzylinder korrespondiert.

9.9 Der Destillationsendpunkt oder der Trockenpunkt, oder beide, falls erforderlich, werden beobachtet und aufgezeichnet, und die Wärmezufuhr wird beendet.