

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 16091:2022

Flüssige Mineralölerzeugnisse - Mitteldestillat- und Fettsäure- Methylester (FAME)-Kraftstoffe und - Mischungen - Bestimmung der

Produits pétroliers liquides - Distillats
moyens, esters méthyliques d'acides gras
(EMAG) et leurs mélanges -
Détermination de la stabilité à

Liquid petroleum products - Middle
distillates and fatty acid methyl ester
(FAME) fuels and blends - Determination
of oxidation stability by rapid small scale

10/2022

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN 16091:2022 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN 16091:2022 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

Deutsche Fassung

Flüssige Mineralölerzeugnisse - Mitteldestillat- und Fettsäure- Methylester (FAME)-Kraftstoffe und -Mischungen - Bestimmung der Oxidationsstabilität mit beschleunigtem Oxidationsverfahren und kleiner Probenmenge (RSSOT)

Liquid petroleum products - Middle distillates and fatty
acid methyl ester (FAME) fuels and blends -
Determination of oxidation stability by rapid small scale
oxidation test (RSSOT)

Produits pétroliers liquides - Distillats moyens, esters
méthyliques d'acides gras (EMAG) et leurs mélanges -
Détermination de la stabilité à l'oxydation par méthode
d'oxydation accélérée à petite échelle (RSSOT)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. September 2022 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien und Materialien.....	5
6 Prüfgerät.....	5
7 Probenahme und Handhabung der Proben.....	6
8 Funktionskontrolle des Prüfgerätes	6
9 Vorbereitung des Prüfgerätes.....	6
10 Durchführung.....	6
11 Angabe der Ergebnisse	7
12 Präzision	7
12.1 Allgemeines	7
12.2 Wiederholbarkeit, r	8
12.3 Vergleichbarkeit, R	8
13 Prüfbericht.....	8
Anhang A (normativ) Prüfgerät-Beschreibung	9
A.1 Allgemeine Anforderung.....	9
A.2 Prüfgeräte-Aufbau.....	9
A.3 Reaktionsgefäß.....	9
A.4 Schraubdeckel	9
A.5 Elektro-Heizung	10
A.6 O-Ring-Dichtungen.....	10
A.7 Ventile.....	10
A.8 Druckaufnehmer.....	10
A.9 Temperaturfühler	10
A.10 Verbindungsrohre.....	10
A.11 Kühlventilator.....	10
Anhang B (informativ) Bestimmung der Induktionszeit	11
Anhang C (informativ) Prüfverfahren und Präzisionsdaten bei 120 °C	12
C.1 Hintergrund.....	12
C.2 Kurze Beschreibung der Implementierung des RSSOT-Verfahrens unter Verwendung einer reduzierten Messtemperatur von 120 °C.....	12
C.3 Präzision	12
C.3.1 Allgemeines	12
C.3.2 Wiederholbarkeit, r	13
C.3.3 Vergleichbarkeit, R	13
C.4 Ergebnis des Ringversuchs	13
Literaturhinweise.....	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16091:2022) 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.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 16091:2011.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe EN 16091:2011 wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- a) ein informativer Anhang C wurde aufgenommen, um Arbeiten einzubeziehen, die mit einem modifizierten beschleunigten Oxidationsverfahren und kleiner Probenmenge bei 120 °C durchgeführt wurden;
- b) Überarbeitung des Abschnitts 8: die Funktionskontrolle des Prüfgerätes und das empfohlene Kalibrierverfahren wurden in Abschnitt 8.1 zusammengelegt;
- c) der Anhang zum Kalibrierverfahren wurde entfernt;
- d) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Mitteldestillat- und Fettsäure-Methylester (FAME)-Kraftstoffen und Mischungen aus beiden unter beschleunigten Bedingungen fest; dies geschieht durch Messung der Induktionszeit bis zum definierten Bezugspunkt, die in einem mit der Probe und mit Sauerstoff befüllten Reaktionsgefäß bei 140 °C ermittelt wird.

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

ANMERKUNG 2 Die Induktionszeit wird als ein Hinweis auf Oxidationsbeständigkeit von Mitteldestillat- und Fettsäure-Methylester (FAME)-Kraftstoffen und Mischungen aus beiden verwendet. Diese Korrelation kann in Abhängigkeit von verschiedenen FAMES, Dieselmischungen und Bedingungen deutlichen Schwankungen unterliegen.

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

ANMERKUNG 4 Weiterführende Angaben zu den Präzisionsdaten bei einer Prüftemperatur von 120 °C siehe Anhang C.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

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

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Bezugspunkt

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

3.2

Induktionszeit

Zeitspanne vom Beginn des Aufheizvorgangs des mit der Probe und Sauerstoff befüllten Reaktionsgefäßes bis zum Bezugspunkt, gemessen in Minuten

4 Kurzbeschreibung

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

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

5 Chemikalien und Materialien

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

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

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

5.3 Reinigungstücher, fusselfreie Tücher zur Reinigung empfindlicher galvanischer Überzüge, ohne Kratzer zu verursachen.

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

ANMERKUNG Im Allgemeinen ist eine Prüflüssigkeit mit einer zertifizierten Induktionszeit beim Gerätehersteller erhältlich.

6 Prüfgerät

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

- schnell beheizbarem Probenbehälter;
- Drucksensor, geeignet zur Messung von Drücken von 1 kPa bis zu 2 000 kPa, mit einer Auflösung von 1 kPa;
- Temperaturfühler mit einer Auflösung von $0,1 \text{ °C}$;
- Einrichtung zur Aufzeichnung von Druck und Temperatur in Zeitabständen von 1 s.

Das Reaktionsgefäß für die Oxidation muss mit Füll- und Ablassventilen zur Druckentspannung sowie mit einem Ventilator zur Abkühlung des Gerätes von der Prüftemperatur auf die Umgebungstemperatur versehen sein.

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

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

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

7 Probenahme und Handhabung der Proben

Sofern nicht anders festgelegt, muss die Probenahme wie in EN ISO 3170 oder EN ISO 3171 beschrieben vorgenommen werden.

Die Proben müssen zur Minimierung der Lichteinstrahlung in einem undurchsichtigen Behälter entnommen und aufbewahrt werden.

8 Funktionskontrolle des Prüfgerätes

8.1 Der ordnungsgemäße Betrieb des Gerätes wird unter Verwendung der Prüfflüssigkeit (5.4) nach dem Verfahren in Abschnitt 10 geprüft. Liegt das Ergebnis der Nachweismessung innerhalb des zertifizierten Bereichs, funktionieren Druck- und Temperatursensor ordnungsgemäß und das Reaktionsgefäß erreicht $140\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ in der geforderten Zeit von $270\text{ s} \pm 30\text{ s}$.

8.2 Falls die ermittelte Induktionszeit der Prüfflüssigkeit nicht der festgelegten Zeit entspricht, wird der Vorgang nach 8.1 wiederholt. Falls der Vorgang ein weiteres Mal fehlschlägt, wird nach den Anweisungen des Herstellers verfahren.

9 Vorbereitung des Prüfgerätes

9.1 Der Probenteil aus einer vorangegangenen Prüfung wird mit Hilfe einer Pipette oder einer ähnlichen Vorrichtung entfernt.

9.2 Die gebrauchte O-Ring-Dichtung wird entfernt und entsorgt.

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

9.3 Der Probenbecher, die Dichtungsnut und der Deckel werden mit einem fusselfreien Reinigungstuch (5.3), getränkt mit dem Lösemittel zur Reinigung (5.1), solange abgewischt, bis sie frei von Harz und anderen Oxidationsrückständen sind.

9.4 Der Probenbecher und der Deckel werden an der Luft getrocknet und visuell auf Sauberkeit überprüft.

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

9.5 Eine neue O-Ring-Dichtung (6.3) wird eingesetzt.

10 Durchführung

10.1 Das Reaktionsgefäß und die zu prüfende Probe werden auf Raumtemperatur gebracht.

10.2 Eine Probenmenge von $5,0\text{ ml} \pm 0,1\text{ ml}$ wird mit einer Pipette (6.2) in den Probenbecher des Reaktionsgefäßes eingebracht.

10.3 Der Probenbecher wird mit dem Schraubdeckel abgedeckt (siehe Abschnitt A.2) und das Reaktionsgefäß verschlossen.

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

10.5 Unmittelbar nach 10.4 wird die Prüfung durch Einschalten der Heizung begonnen.