



ACL Instruments
understanding oxidation

Industriestr. 11
Postfach 10
3210 Kerzers

T +41 (0)31 755 46 66

F +41 (0)31 755 66 16

Email fabian.kaeser@aclinstruments.com

URL www.aclinstruments.com

Kerzers, 22. September 2011

Muster-Untersuchungsbericht B100 gemäss DIN E 51835-1:2011-01

Sehr geehrte Damen und Herren

Anbei finden Sie unseren Muster-Untersuchungsbericht über die in unserem Hause durchgeführten Chemilumineszenz-Analysen an einer B100 (100% FAME, verestertes Pflanzenöl) Probe gemäss DIN E 51835-1:2011-01.

Wir haben folgende Untersuchungen durchgeführt:

- OIT-Bestimmung an B100 bei verschiedenen isothermalen Temperaturprofilen in Luftatmosphäre

Bitte kontaktieren Sie mich, falls Sie Fragen zu den Ergebnissen und/oder unserem Bericht haben.

Mit freundlichen Grüssen

Fabian Käser
Managing Director

Deposits to ACL Instruments AG:

Bank account: 0923 09261.01J
IBAN: CH15 0023 0926101 J

Clearing No.: 235 Bank: UBS AG Bern
SWIFT (=BIC) : UBSWCHZH80A

Zip: 3011 City: Bern
VAT No.: 703 080

110919...LINE_Untersuchungsbericht_DIN E 51835-1_B100

Untersuchungsbericht Nr. 1108-1002-a01:

Dienstleistungs-Nr.
Musterbericht

Ihre Referenz:
Kunde

unsere Referenz:
Fabian Käser

Auftragserteilung

a) Untersuchung gemäss DIN E 51835-1:2011-01

Eine B100 Probe (100% FAME, verestertes Pflanzenöl) wurden mit der Chemilumineszenz-Methode (CL) gemäss DIN E 51835-1:2011-01 in Luftatmosphäre bei unterschiedlichen Temperaturprofilen untersucht; dabei wurden die *Oxidation Induction Time OIT* in Abhängigkeit der Temperaturprofile ausgewertet.

b) Probebezeichnung

Bei der/den untersuchten Probe/n handelt es sich um

- B100, ohne Probebezeichnung

c) Probemenge und ggf. Vorbehandlung der Probe

Es wurden jeweils Volumina von 20 μ L in die Probegefässe pipettiert, dabei resultierten Probemassen im Bereich von 21,17 und 22,84mg.

Die Probegefässe wurden anschliessend in die Ofenzelle des Prüfgeräts (zentriert) platziert. Es wurden keinerlei wärmeleitende Hilfsmittel (bspw. Wärmeleitpaste) verwendet, um eine Wechselwirkung mit der Probe zu verhindern (bspw. Querkontamination).

d) Art und Grösse des Probegefäss

Als Probegefässe wurden tellerförmige Wegwertiegel von ACL Instruments AG verwendet:

- Glastiegel: Durchmesser 22mm, Borosilikatglas

e) Prüfbedingungen und Temperaturprofile

Folgende Prüfbedingungen wurden angewendet:

Name Methode	OIT
Art der Methode	isothermal, statisch
Dauer	variabel
Temperaturprofil	iso-70..160°C, $\Delta T = 5K$
Temperaturtoleranz	$\pm 0.02K$
Heizrata β^*	0K/min
Sampling Interval	1'000 ms, 3/3
Gas Atmosphäre	N ₂ , Air jeweils 30 ml/min

Tab. 1: Prüfbedingungen

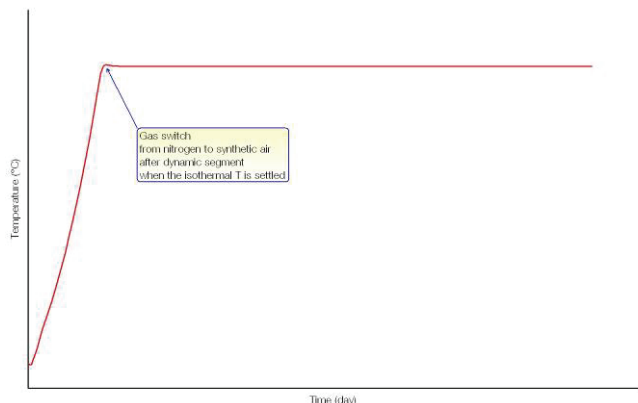


Abb. 1: typisches Temperaturprofil

*Die Proben wurden während 10min von Raumtemperatur auf die Prüftemperatur in Stickstoffatmosphäre aufgeheizt. Anschliessend (bei Erreichen der Prüftemperatur) wurde die Reaktionsatmosphäre auf synthetische Luft umgeschaltet.

f) Art des Messgeräts

Bei dem verwendeten Messgerät handelt es sich um die Geräte-Nr. 205, Basisinstrumentierung von ACL Instruments AG (<http://www.aclinstruments.com/de/produkte-nutzen/analysegeraete/basisinstrumentierung/>). Die verwendete Instrumentierung zeichnet sich durch folgende Merkmale aus:

- Photon Counting Mode
- Photonennachweisgrenze ~0.5 count/s
- Dynamik des Detektors: > 6 Dekaden
- Toleranz der Temperatur: $\pm 0.02\text{K}$

Die Temperaturregelung des Messgeräts wurde hinsichtlich der Verwendung der jeweiligen Probegefässe (Glastiegel) spezifisch kalibriert.

g) Methode der Datenauswertung

Die Messdaten (CL-Intensität) wurden hinsichtlich der Probemasse normiert (counts/mg/s). Die Visualisierung und Auswertung der OIT erfolgte mit der Software *Calisto Processing V. 1,084* (<http://www.akts.com/tga-dsc-dta-tma-ftir-ms-analysis-software/download-calisto-processing-software.html>).

h) Anzahl der Messungen und ggf. statistische Auswertung

Jede Prüfbedingung wurde jeweils einmal durchgeführt ($n = 1$). Auf Mehrfachbestimmungen wurde verzichtet.

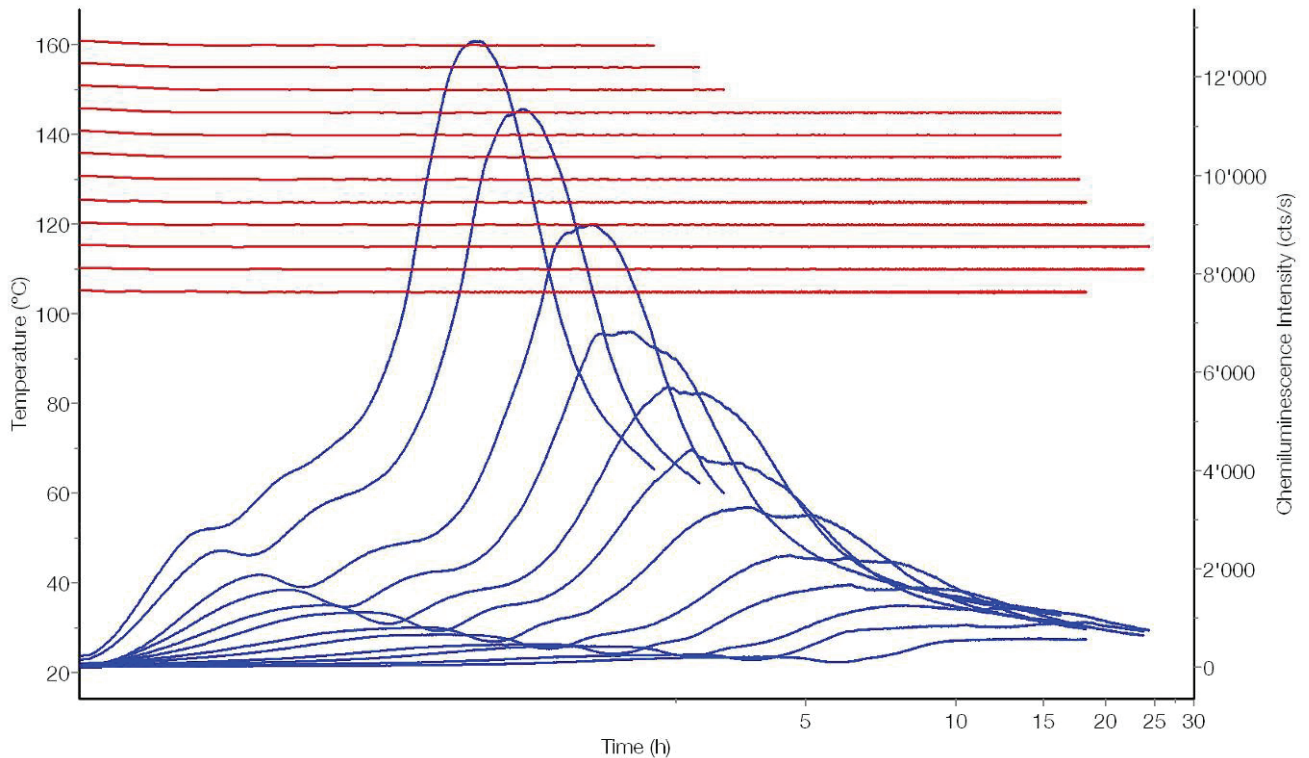
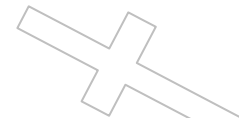


Abb. 4: CL-Messdaten, isothermale Temperaturprofile 105..150°C, $\delta T = 5K$, in synthetischer Luft auf Glas-tiegel. Die Messdaten 70..100°C sind nicht abgebildet. Gut erkennbar ist das sog. Multistep-Reaktionsverhalten (das Auftreten mehrerer Oxidationsreaktionen, welche sich grösstenteils überlagern).

i) Oxidations-Induktionszeit OIT (Oxidation Induction Time)

Die OIT-Werte sind in der nachfolgenden Tabelle Nr. 2 wiedergegeben:

T (°C)	1/T (1/K)	1000/T (1000/K)	OIT1	OIT 2	Ln[OIT1]	Ln[OIT2]
160	0.00230867	2.31		0:27:03		-3.97471
155	0.00233563	2.34		0:32:07		-3.80302
150	0.00236323	2.36		0:41:13		-3.55356
145	0.00239149	2.39		0:52:55		-3.30368
140	0.00242043	2.42		1:02:45		-3.13324
135	0.00245008	2.45		1:10:50		-3.01207
130	0.00248047	2.48		1:22:33		-2.85899
125	0.00251162	2.51		1:51:47		-2.55584
120	0.00254356	2.54		2:22:08		-2.31563
115	0.00257632	2.58		3:22:21		-1.96240
110	0.00260994	2.61	0:00:00	4:05:54		-1.76747
105	0.00264445	2.64	0:26:31	6:16:47	-3.99462	-1.34073
100	0.00267989	2.68	0:42:03	8:44:55	-3.53354	-1.00916
95	0.00271628	2.72	1:02:02	12:15:58	-3.14473	-0.67121
90	0.00275368	2.75	2:14:44	18:21:47	-2.36910	-0.26771
85	0.00279213	2.79	4:19:44	26:57:02	-1.71274	0.11595
80	0.00283166	2.83	7:30:00	35:23:12	-1.16315	0.38828
75	0.00287233	2.87	10:24:14	54:24:32	-0.83587	0.81847
70	0.00291418	2.91	25:31:39	78:27:44	0.06170247	1.18456

Tab. 2: OIT-Werte (Format hh:mm:ss). OIT1 erfolgt beim Umschalten der oxidativen Prüfbedingung spontan bei Temperaturprofilen höher als 105°C, OIT2 repräsentiert den Onset der Hauptoxidationsreaktion.

j) Vorfälle, die das Prüfergebnis beeinflussen haben können

Es wurden keinerlei Vorfälle erkannt, welche das Prüfergebnis beeinflussen können.

k) Abweichungen von der Norm DIN E 51835-1:2011-01

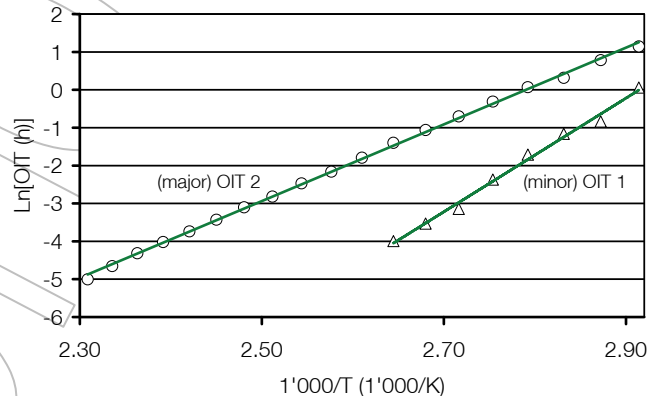
- Verwendung von synthetischer Luft anstelle von reinem Sauerstoff (O₂)
- Gasstrom 30ml/min anstelle von 50ml/min
- Verwendung von tellerförmigen Glasgefäßen anstelle von konkaven Aluminium-Probegefäßen
- Verzicht auf die Verwendung von Wärmeleitpaste
- Probemenge 20uL anstelle von 5uL

l) Datum der Prüfungen

Die Prüfungen erfolgten im Juli und August 2011.

m) Arrhenius-Auswertung und -Diagramm

T (°C)	1/T (1/K)	1000/T (1000/K)	OIT1	OIT 2	Ln[OIT1]	Ln[OIT2]
160	0.00230867	2.31		0:27:08		-3.97471
155	0.00233563	2.34		0:32:07		-3.80302
150	0.00236323	2.36		0:41:13		-3.55356
145	0.00239149	2.39		0:52:55		-3.30368
140	0.00242043	2.42		1:02:45		-3.13324
135	0.00245008	2.45		1:10:50		-3.01207
130	0.00248047	2.48		1:22:33		-2.85899
125	0.00251162	2.51		1:51:47		-2.55584
120	0.00254356	2.54		2:22:08		-2.31563
115	0.00257632	2.58		3:22:21		-1.96240
110	0.00260994	2.61	0:00:00	4:05:54		-1.76747
105	0.00264445	2.64	0:26:31	6:16:47	-3.99462	-1.34073
100	0.00267989	2.68	0:42:03	8:44:55	-3.53354	-1.00916
95	0.00271628	2.72	1:02:02	12:15:58	-3.14473	-0.67421
90	0.00275368	2.75	2:14:44	18:21:47	-2.36910	-0.26771
85	0.00279213	2.79	4:19:44	26:57:02	-1.71274	0.11595
80	0.00283166	2.83	7:30:00	35:23:12	-1.16315	0.58828
75	0.00287233	2.87	10:24:14	54:24:32	-0.83587	0.81847
70	0.00291418	2.91	25:31:39	78:27:44	0.06170247	1.18456



Tab. 3: Arrhenius-Parameter

Abb. 5: Arrhenius-Diagramm mit Regressionsgeraden

Die grünen Trendlinien entsprechen normgerechten Datenwerten.

n) Aktivierungsenergie für das OIT-Ereignis nach Arrhenius

Nachfolgend sind die OIT-Aktivierungsenergien nach Arrhenius wiedergegeben. Bitte beachten Sie, dass die angegebenen Werte ausschliesslich für die entsprechenden OIT-Ereignisse gültig sind (nicht für die gesamte Oxidationsreaktion).

	(minor) OIT 1	(major) OIT 2
Temperatur Bereich	70..160°C	70..160°C
Regressionsgerade	y = 14.898x - 43.451	y = 10.12x - 28.237
Korrelationskoeff. R ²	0.993	0.999
Aktivierungsenergie (kJ/mol)	122.9	84.1

Tab. 4: Aktivierungsenergie-Parameter. Die Korrelationskoeffizienten beider Reaktion sind normgerecht, und als annehmbar zu bezeichnen).

Bemerkungen

Bei dem vorliegenden Untersuchungsbericht handelt es sich um ein Musterexemplar. Der Inhalt und die Ergebnisse des Untersuchungsberichts sind alleiniges Eigentum von ACL Instruments AG.

Wollen Sie den vorliegenden Untersuchungsbericht und/oder Teile davon verwenden und/oder veröffentlichen benötigen Sie dazu zwingend die schriftliche Ermächtigung von ACL Instruments AG.

Haben Sie Fragen zum vorliegenden Untersuchungsbericht oder zu Ihren spezifischen Proben? Wir beraten Sie gerne! Als unabhängiger Dienstleister unterstützen und prüfen wir gerne für Sie!

Kerzers, 22. September 2011

ACL Instruments



Fabian Käser
Managing Director

Musterbericht