



Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben

Langzeitstudie über den Einsatz von Antioxidantien an Rapsölkraftstoff in der Praxis

Projektleiter: Prof. Dr.-Ing. Horst Harndorf

Lehrstuhl für Kolbenmaschinen und Verbrennungsmotoren
Albert-Einstein-Str. 2
18059 Rostock

Bearbeiter: Dipl.-Chem. Beate Richter
Dr. rer. nat. Ulrike Schümann

Projektlaufzeit: 01.04.2007 bis 31.12.2009

Gefördert durch: Union zur Förderung von Oel- und Proteinpflanzen e.V.
(FKZ 540/072)
Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe e.V. –
Projektträger des Bundesministeriums für Ernährung,
Landwirtschaft und Verbraucherschutz (FKZ 22023206)
Centre for Sustainable Energy Research e.V.

Rostock, im April 2010

Zusammenfassung

Der Einsatz von Rapsölkraftstoff erfordert eine Stabilitätsreserve für den Transport, die Lagerung sowie die Anwendung beim Verbraucher, da unterschiedliche Einflussfaktoren zu einer Minderung der Lagerstabilität führen können. Es ist bekannt, dass das Behältermaterial, die Temperatur, die Lichteinstrahlung und die Sauerstoffverfügbarkeit erhebliche Auswirkungen auf die Oxidationsstabilität von Pflanzenölkraftstoffen haben können.

Im Rahmen dieser Studie wurde die Lagerstabilität verschiedener Rapsölkraftstoffqualitäten mit und ohne Stabilisierung durch ein wirksames Antioxidationsmittel über zweieinhalb Jahre verfolgt. Die Lagerung der Kraftstoffe erfolgte im Tagesgang in zwei verschiedenen Lagerbehältern (Polyethylen und unbeschichteter Stahl). Im Abstand von 4 Wochen wurden Proben aus den Behältern entnommen und auf ihre Oxidationsstabilität bei 110 °C nach DIN 14112 untersucht. Die Bestimmung der Oxidationsstabilität erfolgte mit dem Messgerät „Rancimat® 743“. Zusätzlich wurde ein Praxistest an zwei Common Rail Diesel-Schleppern im Rapsölbetrieb über ein Jahr wissenschaftlich begleitet. Hierbei wurde der Einfluss des Antioxidationsmittels auf den Motorbetrieb sowie auf weitere kraftstoffspezifische Kennwerte untersucht.

Im Ergebnis der Studie wurde festgestellt, dass Rapsölkraftstoff ohne Zugabe eines Antioxidationsmittels nach etwa einjähriger Lagerung im Tagesgang unter den gemäß DIN V 51605 geforderten Grenzwert von mindestens sechs Stunden absinkt. Dieser Grenzwert wurde durch Stabilisierung des Rapsöls mit einem wirksamen Antioxidans der Konzentration 0,1 % (m/m) über eine Lagerdauer von 900 Tagen sicher eingehalten. Es konnten im Rahmen dieser Untersuchungen keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit vom Behältermaterial festgestellt werden. Die eingesetzten Behälter aus unbeschichtetem Stahl und Polyethylen konnten eine vergleichbar gute Lagerqualität des Rapsölkraftstoffes gewährleisten.

Die Begleituntersuchungen des Praxiseinsatzes eines Pflanzenölschleppers, der mit stabilisiertem Rapsölraffinat betrieben wurde, ergaben keine negativen Auswirkungen durch das Additiv auf den Motorbetrieb. Über eine Laufzeit von mehr als 700 Stunden war auf der Basis der überwachten Schmierölkennwerte kein Ölwechsel erforderlich. Diese Resultate verdeutlichen, dass Antioxidantien sicher und ohne Einschränkungen im Praxistest eingesetzt werden können.

Summary

Long-term storage study and field test on using antioxidants in rapeseed oil fuels

During transportation and storage rapeseed oil fuel is exposed to different factors which may cause a quality deficit. It is known that the oxidation stability is influenced by the storage tank's material, temperature, lighting conditions and oxygen availability.

Within this study an effective antioxidant was used for stabilizing rapeseed oil particularly with regard to real storage conditions. This research deals with rapeseed oil stored in different tank materials (uncoated steel and polyethylene). Here, the rapeseed oils' oxidation stabilities were investigated over a period of 900 days. In addition to this storage study a field test on common rail diesel engines was scientifically attended. This field test focused on the examination whether the antioxidant's presence influences the engine operation and further fuel specific parameters.

The results of the long-term storage study confirmed untreated rapeseed oil to be storable for at least twelve months. By adding 0.1 % (m/m) antioxidant the oxidation stability complies with the required limit (six hours) according to DIN V 51605 for 900 days. We showed that uncoated steel and polyethylene as tank materials ensured a comparable storage stability.

The field test of using stabilized rapeseed oil fuel demonstrated that the test engine operated without any noticeable interference. The characteristic values of the lubricating oil did not require an oil change after 700 operating hours.

We found out that rapeseed oil stabilized by an antioxidant can be used securely and without any hesitations.

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Einleitung | 7 |
| 1.1 | Aufgabenstellung | 7 |
| 1.2 | Stand der Technik | 8 |
| 2 | Material und Methoden | 8 |
| 2.1 | Charakteristik der eingesetzten Rapsöle..... | 8 |
| 2.2 | Antioxidationsmittel | 9 |
| 2.2.1 | Herstellen der Additiv-Stammlösung für den Lagerversuch..... | 10 |
| 2.2.2 | Herstellen der Additiv-Stammlösung für den Praxistest..... | 10 |
| 2.3 | Analysenparameter der Rapsöl- und Schmierölanalytik..... | 11 |
| 2.4 | Messverfahren zur Leistungsdiagnostik..... | 12 |
| 3 | Ergebnisse | 13 |
| 3.1 | Lagerstudie | 13 |
| 3.1.1 | Analyse der Oxidationsstabilität..... | 14 |
| 3.1.2 | Wassergehalt..... | 16 |
| 3.1.3 | Säurezahl..... | 18 |
| 3.1.4 | Verkokungsneigung..... | 20 |
| 3.2 | Feldversuch..... | 22 |
| 3.2.1 | Leistungsmessungen..... | 27 |
| 3.2.2 | Schmierölanalytik | 31 |
| 3.2.3 | Rapsölanalytik | 34 |
| 3.2.4 | Problemanalyse bei der Herstellung der Rapsöl-Antioxidans- Mischung | 36 |
| 4 | Schlussfolgerungen | 37 |
| 5 | Verwendete Fachliteratur..... | 38 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|------------|--|----|
| Abb. 2-1: | Chemische Struktur des „Baynox®Plus“-Wirkstoffes..... | 10 |
| Abb. 3-1: | Aufbau des Rapsöllagers. | 13 |
| Abb. 3-2: | Oxidationsstabilität des Rapsölraffinats bei 110 °C in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 15 |
| Abb. 3-3: | Oxidationsstabilität des kaltgepressten Rapsöls bei 110 °C in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 16 |
| Abb. 3-4: | Wassergehalt des Rapsölraffinats in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 17 |
| Abb. 3-5: | Wassergehalt des kaltgepressten Rapsöls mit und ohne Antioxidanzusatz in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 18 |
| Abb. 3-6: | Säurezahl des Rapsölraffinats mit und ohne Antioxidanzusatz in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 19 |
| Abb. 3-7: | Säurezahl des kaltgepressten Rapsöls in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 20 |
| Abb. 3-8: | Verkokungsneigung des Rapsölraffinats in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 21 |
| Abb. 3-9: | Verkokungsneigung des kaltgepressten Rapsöls in Abhängigkeit vom Tankmaterial. | 21 |
| Abb. 3-10: | Einsatzzeiten des Versuchsschleppers OD-19..... | 26 |
| Abb. 3-11: | Einsatzzeiten des Vergleichsschleppers OD-8. | 26 |
| Abb. 3-12: | Leistungskennlinien des Versuchsschleppers OD-19. | 28 |
| Abb. 3-13: | Drehmomentkennlinien des Versuchsschleppers OD-19..... | 29 |
| Abb. 3-14: | Leistungskennlinien des Vergleichsschleppers OD-8..... | 30 |
| Abb. 3-15: | Drehmomentkennlinien des Vergleichsschleppers OD-8. | 30 |
| Abb. 3-16: | Schmierölkennwerte des Versuchsschleppers OD-19 in Abhängigkeit von den gefahrenen Betriebsstunden. | 31 |
| Abb. 3-17: | Schmierölkennwerte des Vergleichsschleppers OD-8 in Abhängigkeit von den gefahrenen Betriebsstunden. | 33 |

Tabellenverzeichnis

| | | |
|-----------|--|----|
| Tab. 2-1: | Verwendete Rapsölqualitäten..... | 9 |
| Tab. 2-2: | Ausgewählte Kenndaten der Rapsöle..... | 9 |
| Tab. 2-3: | Ausgewählte Kenngrößen für Rapsölkraftstoff gemäß DIN V 51605:2006..... | 11 |
| Tab. 2-4: | Ausgewählte Kenngrößen für die Schmierölanalytik..... | 12 |
| Tab. 3-1: | Erläuterung zum Aufbau des Rapsöllagers..... | 14 |
| Tab. 3-2: | Technische Daten des Pflanzenölschleppers John Deere 7920..... | 22 |
| Tab. 3-3: | Überblick der Rapsölproben des Praxistests..... | 23 |
| Tab. 3-4: | Schmierölproben des Versuchsschleppers OD-19..... | 25 |
| Tab. 3-5: | Schmierölproben des Vergleichsschleppers OD-8..... | 25 |
| Tab. 3-6: | Monatliche Einsatzzeiten der beiden Traktoren..... | 27 |
| Tab. 3-7: | Analysenergebnisse der Rapsölproben des Versuchsschleppers OD- 19..... | 34 |
| Tab. 3-8: | Analysenergebnisse der Rapsölproben des Vergleichsschleppers OD-8..... | 36 |

1 Einleitung

Im Rahmen dieser Studie sollte die Unbedenklichkeit der Additivierung von Rapsölkraftstoff mit wirksamen Antioxidantien nachgewiesen werden, um damit eine breite Markteinführung dieses Kraftstoffes in Land- und Forstwirtschaft unter Einhaltung der DIN V 51605 zu ermöglichen. Der Einsatz von Antioxidantien ist beim Gebrauch von Rapsölkraftstoff ratsam, weil hierbei hohe Ansprüche an die Qualitätssicherung für den Kraftstoff gestellt werden. Bei einem Motorschaden muss der Betreiber nachweisen, dass sich zum Zeitpunkt des Schadens im Fahrzeugtank normgerechter Kraftstoff befand. Die Einhaltung des Grenzwertes für die Oxidationsstabilität ist deshalb nicht nur bei Auslieferung des Kraftstoffes, sondern über den gesamten Einsatzzeitraum beim Anwender zu gewährleisten. Erfahrungsgemäß ist dies zurzeit oft nicht der Fall, sodass hier Forschungsbedarf besteht.

1.1 Aufgabenstellung

Ein Schwerpunkt der Untersuchungen war die realitätsnahe Langzeitverfolgung der Lagerstabilität von Rapsölkraftstoff, wobei ein direkter Vergleich von unverändertem Rapsöl und Rapsöl, welches mit einem wirksamen Antioxidationsmittel stabilisiert wurde, erfolgte. Unter gleichzeitiger Variation des Behältermaterials wurden zwei verschiedene Rapsölqualitäten (Rapsölraffinat, kaltgepresstes Rapsöl) über die Dauer von zwei Jahren in definierten Abständen beprobt und analysiert. Neben der Oxidationsstabilität wurden weitere kraftstoffspezifische Parameter (Wassergehalt, Säurezahl, Verkokungsneigung) auf Einhaltung der Grenzwerte in Gegenwart des Antioxidationsmittels untersucht.

Der zweite Projektschwerpunkt war die wissenschaftliche Begleitung eines Feldtestes. Hierbei wurde der Praxiseinsatz eines Antioxidationsmittels an einem Schlepper im Rapsölbetrieb erprobt. Ziel des Feldtestes war die Überprüfung möglicher Auswirkungen des Additivs auf den Motorbetrieb.

1.2 Stand der Technik

In dem Parallelprojekt „Additivierung von Rapsölkraftstoff zur Verbesserung der Oxidationsstabilität“ (Laufzeit 01.05.2007-31.05.2008, gefördert durch die UFOP (Projekt-Nr. 540/071), die Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe (FKZ 2202307), sowie das Centre for Sustainable Energy Research) auf dem Gebiet der Stabilisierung von Rapsölkraftstoff mit Antioxidantien konnten am Lehrstuhl für Kolbenmaschinen und Verbrennungsmotoren der Universität Rostock bereits sehr gute Erfolge erzielt werden (BAHL et al. 2008). Es wurde festgestellt, dass die Oxidationsstabilität von reinen Rapsölproben durch die Einflüsse Rühren sowie Oberflächengröße kaum beeinträchtigt wird. Bei hohen Temperaturen und in Gegenwart von Schwermetallspuren wurden jedoch erhebliche Auswirkungen auf die Rapsölstabilität festgestellt. Durch Additivierung mit einem Antioxidans konnten diese Effekte stark minimiert werden.

Eine von REMMELE et al. (2007) durchgeführte Lagerstudie beweist, dass die Qualität von Rapsölkraftstoff durch mehrere Faktoren beeinflusst wird. So ist bekannt, dass die Wahl des Lagerungsbehälters einen Einfluss auf die Oxidationsstabilität des Rapsöls hat. Laut Remmele et al. ist Rapsölkraftstoff unter günstigen Bedingungen wie tiefen Temperaturen oder Lichtausschluss bis zu einem Jahr lagerstabil. Inwiefern der Zusatz eines Antioxidationsmittels die Auswirkungen von minderwertigen Lagerbehältern bzw. bei teilweise extremen Lagerbedingungen minimieren kann, sollte im Rahmen dieser Lagerstudie über eine Lagerdauer von zwei Jahren überprüft werden.

2 Material und Methoden

2.1 Charakteristik der eingesetzten Rapsöle

Als Ausgangsprodukte für die Lagerstudie wurden ein kaltgepresstes Rapsöl sowie ein Rapsölraffinat eingesetzt (vgl. Tab. 2-1). Ausgewählte Kenndaten der Rapsöle sind in Tab. 2-2 zusammengefasst.

Tab. 2-1: Verwendete Rapsölqualitäten.
Tab. 2-1: Investigated rapeseed oil samples.

| Rapsölqualität | Lieferant | Lieferdatum |
|-----------------------|---|-------------|
| Kaltgepresstes Rapsöl | Müritz-Biomassehof GbR, D-17292 Varchentin | Mai 2007 |
| Rapsölraffinat | Ölmühle Hamburg GmbH, D-21107 Hamburg ¹⁾ | Mai 2007 |

¹⁾ über Zwischenhändler Müritz-Biomassehof

Tab. 2-2: Ausgewählte Kenndaten der Rapsöle.
Tab. 2-2: Selected characteristics of the rapeseed oil samples.

| Kenngröße | Einheit | Grenzwert nach DIN V 51605:2006 | Kaltgepresstes Rapsöl | Rapsölraffinat |
|---------------------------------------|----------|---------------------------------|-----------------------|----------------|
| Koksrückstand | % (m/m) | max. 0,40 | 0,40 | 0,30 |
| Gesamtverschmutzung | mg/kg | max. 24 | 9 | 3 |
| Säurezahl | mg KOH/g | max. 2,0 | 0,7 | 0,3 |
| Oxidationsstabilität bei 110 °C | h | min. 6,0 | 7,7 | 7,8 |
| Phosphorgehalt | mg/kg | max. 12 | 5,1 | 0,6 |
| Summengehalt an Magnesium und Calcium | mg/kg | max. 20 | 9 | 0,4 |
| Wassergehalt | % (m/m) | max. 0,075 | 0,080 | 0,043 |

x - Mittelwert der Messung

2.2 Antioxidationsmittel

Bei dem eingesetzten Antioxidans handelt es sich um den Biodiesel-Stabilisator „Baynox® Plus“ der Fa. Lanxess Deutschland GmbH und wurde kostenlos vom Hersteller zur Verfügung gestellt. Dieses Additiv liegt pulverförmig als reiner Wirkstoff (Zusammensetzung 100 % (m/m) 6,6'-Di-tert.-butyl-2,2'-methylenebis-p-kresol) vor. In Abb. 2-1 ist die chemische Struktur des Wirkstoffes dargestellt.

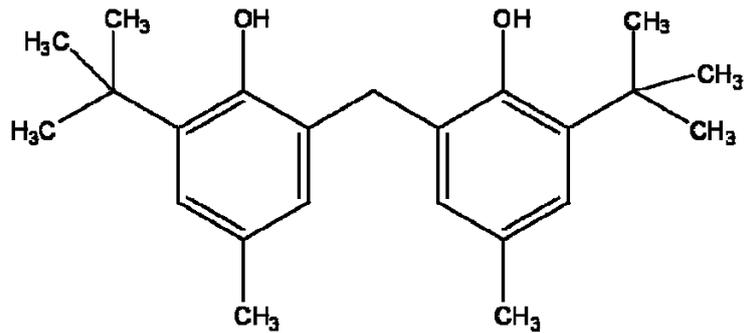


Abb. 2-1: Chemische Struktur des „Baynox®Plus“-Wirkstoffes.
Fig. 2-1: Chemical structure of the active agent of “Baynox® Plus”.

2.2.1 Herstellen der Additiv-Stammlösung für den Lagerversuch

Zur einfacheren Handhabbarkeit wurden für die nachfolgenden Versuchsreihen Additiv-Stammlösungen in kaltgepresstem Rapsöl sowie Rapsölraffinat mit einem Wirkstoffanteil von 10 % (m/m) hergestellt.

Hierzu wurden 2.000 g Rapsöl auf 50 – 60 °C erwärmt, unter kräftigem Rühren anschließend portionsweise insgesamt 350 g Additiv in das Rapsöl eingebracht und letztlich 1.150 g Rapsöl zugefügt. Als Ergebnis wurden klare, orange-rote Additiv-Stammlösungen erhalten.

Höher konzentrierte Lösungen sind problematisch, da das Additiv dann nicht vollständig löslich ist. Durch die Firma Currenta GmbH & Co. KG, Leverkusen, wurden die Additivgehalte der „Baynox®Plus“-Stammlösungen überprüft, wobei folgende Konzentrationen bestätigt wurden:

Kaltgepresstes Öl + 10 % B: 10,04 %

Raffinat + 10 % B: 10,02 %

Diese Stammlösungen kamen in den Lagerversuchen zum Einsatz.

2.2.2 Herstellen der Additiv-Stammlösung für den Praxistest

Für den Einsatz im Feldversuch wurde ebenfalls eine „Baynox® Plus“-Stammlösung hergestellt. Hierzu wurden je 100 Liter Rapsölraffinat in fünf 200 Liter-Stahlfässer gepumpt, die entsprechende Menge „Baynox®Plus“ hinzugegeben, anschließend mit 100 weiteren Litern aufgefüllt und für 2 h bei

70 °C umgewälzt. Auf diese Weise wurde 1 m³ Additiv-Stammlösung hergestellt. Durch die Fa. Currenta wurde ein „Baynox® Plus“-Gehalt von 9,5 % bestimmt.

Die Additiv-Stammlösung wurde anschließend nach Trenthorst transportiert. Für den Einsatz im Versuchsschlepper wurde vor Ort je nach Bedarf eine 0,1 %-ige Rapsöl-Additiv-Lösung hergestellt und zum Betanken des Traktors verwendet. Es wurden stets Proben des Ausgangsrapsöls sowie der Rapsöl-Additiv-Mischung zurückgestellt und anschließend im Betriebsstofflabor analysiert.

2.3 Analysenparameter der Rapsöl- und Schmierölanalytik

Im Rahmen der Langzeitstudie wurden verschiedene kraftstoffrelevante Parameter der Rapsölproben analysiert und überprüft. Tab. 2-3 gibt einen Überblick über die untersuchten Kenngrößen sowie die entsprechenden Prüfverfahren.

Tab. 2-3: Ausgewählte Kenngrößen für Rapsölkraftstoff gemäß DIN V 51605:2006.

Tab. 2-3: Selected characteristics of plant oil fuels according to DIN V 51605:2006.

| Kenngröße | Einheit | Grenzwert nach DIN V 51605:2006 | Prüfverfahren | Vergleichbarkeit |
|---------------------------------|----------|---------------------------------|------------------|------------------------------------|
| Oxidationsstabilität bei 110° C | h | min. 6,0 | DIN EN 14112 | $0,09 x + 0,16$ |
| Verkokungsneigung | % (m/m) | max. 0,40 | DIN EN ISO 10370 | $0,0770 x^{2/3}$ |
| Säurezahl | mg KOH/g | max. 2,0 | DIN EN 14104 | 0,05 mg KOH/g (0,1 - 0,5 mg KOH/g) |
| Wassergehalt | % (m/m) | max. 0,075 | DIN EN ISO 12937 | $0,0187 x^{0,5}$ |

x - Mittelwert der Messung

Die Bestimmung der Oxidationsstabilität erfolgte mit dem „Rancimat“, wobei bei 110 °C die Alterung des Öls forciert wird (vgl. DIN EN 14112, [3]). Über

ein Molekularsieb wird ein Luftstrom (10 l/h) in die Proben eingeleitet. Die entstehenden gasförmigen Oxidationsprodukte werden in eine mit Reinstwasser gefüllte Messzelle überführt, in der mit einer Elektrode kontinuierlich die Messung der elektrischen Leitfähigkeit erfolgt. Das Ende der Induktionsperiode, also der Zeitspanne zwischen dem Beginn der Messung und der Bildung der Oxidationsprodukte, wird durch den sprunghaften Anstieg der Leitfähigkeit angezeigt. Die Zunahme der freien Ladungsträger in der Messzelle ist durch die Absorption und anschließende Dissoziation der flüchtigen Carbonsäuren im Reinstwasser zu erklären. Die Auswertung der Messkurve kann manuell über die Festlegung des Tangentschnittpunktes bzw. automatisch über die Bestimmung des Maximums der zweiten Ableitung erfolgen. Als Oxidationsbeständigkeit wird die Länge der Induktionsperiode in Stunden angegeben.

Von den Rapsölproben aus dem Feldtest wurden ebenso die obigen Parameter analysiert. Weiterhin wurde von den Schmierölproben aus dem Praxistest die in Tab. 2-4 aufgelisteten Kennwerte analysiert.

Tab. 2-4: Ausgewählte Kenngrößen für die Schmierölanalytik.
Tab. 2-4: Selected characteristics for lubricating oil analytics.

| Kenngröße | Einheit | ÖW- Empfehlung bei | Prüfverfahren |
|--------------------------------------|--------------------|--------------------------|---------------|
| Kinematische Viskosität bei 40 °C | mm ² /s | ± 25 % | ASTM D 7042 |
| Rußgehalt | % (m/m) | max. 3 | DIN 51452 |
| Pflanzenölgehalt | % (m/m) | max. 10 | IR-Methode |

x - Mittelwert der Messung, ÖW - Ölwechsel

2.4 Messverfahren zur Leistungsdiagnostik

Die Leistungsmessungen fanden an der Zapfwelle des Getriebes des Traktors statt. Zur Messung wurde der Leistungsprüfstand LPS ZW-301 eingesetzt. Lüfter und Getriebe waren nicht abgekoppelt.

3 Ergebnisse

3.1 Lagerstudie

Die Langzeitverfolgung der Oxidationsstabilität unter Praxisbedingungen (Tagesgang, halbschattiger Standort) erfolgte unter den nachstehenden Randbedingungen:

- zwei verschiedene Rapsölqualitäten (Raffinat, kaltgepresstes Rapsöl),
- zwei verschiedene Tank-Materialien (Stahl-Behälter, Polyethylen-Behälter),
- mit und ohne Additivierung mit 0,1 % „Baynox® Plus“.

Im Versuchszeitraum Juni 2007 bis April 2008 wurden im vierwöchigen Rhythmus die verschiedenen Lagertankproben gezogen und die entsprechenden Parameter analysiert. Die nachfolgenden Probenahmen (ab Mitte April 2008) erfolgten zunächst in vierzehntägigen Intervallen. Auf der Basis der Messwerte wurden anschließend die weiteren Probenahme-Intervalle festgelegt. In der Abb. 3-1 ist der Aufbau des Rapsöllagers gezeigt.



Abb. 3-1: Aufbau des Rapsöllagers.
Fig. 3-1: Setup of the storage study.

Die detaillierte Erläuterung der hier dargestellten Behälter- bzw. Messreihenbeschriftung (Rapsölqualität, Behältermaterial, Zusatz) ist Tab. 3-1 zu entnehmen.

Tab. 3-1: Erläuterung zum Aufbau des Rapsöllagers.
Tab. 3-1: Description of the storage setup.

| | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|------------------|------------------|-----------------------|-----------------------|
| A | Rapsölraffinat | Rapsölraffinat | Kaltgepresstes Rapsöl | Kaltgepresstes Rapsöl |
| | Polyethylen-Tank | Polyethylen-Tank | Polyethylen-Tank | Polyethylen-Tank |
| | Ohne Zusatz | Mit Antioxidans | Ohne Zusatz | Mit Antioxidans |
| | R PE p | R PE a | K PE p | K PE a |
| B | Rapsölraffinat | Rapsölraffinat | Kaltgepresstes Rapsöl | Kaltgepresstes Rapsöl |
| | Stahl-Tank | Stahl-Tank | Stahl-Tank | Stahl-Tank |
| | Ohne Zusatz | Mit Antioxidans | Ohne Zusatz | Mit Antioxidans |
| | R S p | R S a | K S p | K S a |

R - Rapsölraffinat; K - Kaltgepresstes Rapsöl; PE - Polyethylen; S - Stahl; p - pur (ohne Zusatz), a - additiviert (mit Antioxidans)

Die Behälter blieben zwischen den jeweiligen Probenahmen dicht verschlossen. Es fand keine Belüftung sowie keine Umwälzung des Inhaltes statt. Pro Probenahme wurden 500 ml Rapsöl mit einer Vakuumpumpe und Sauglanze aus der Mitte des Ölfasses in 15 cm Höhe über dem Boden entnommen.

3.1.1 Analyse der Oxidationsstabilität

Von den jeweiligen Proben wurde die Oxidationsstabilität jeweils in einer Doppelbestimmung ermittelt. In den folgenden Abbildungen sind die Mittelwerte aus den Parallelproben dargestellt.

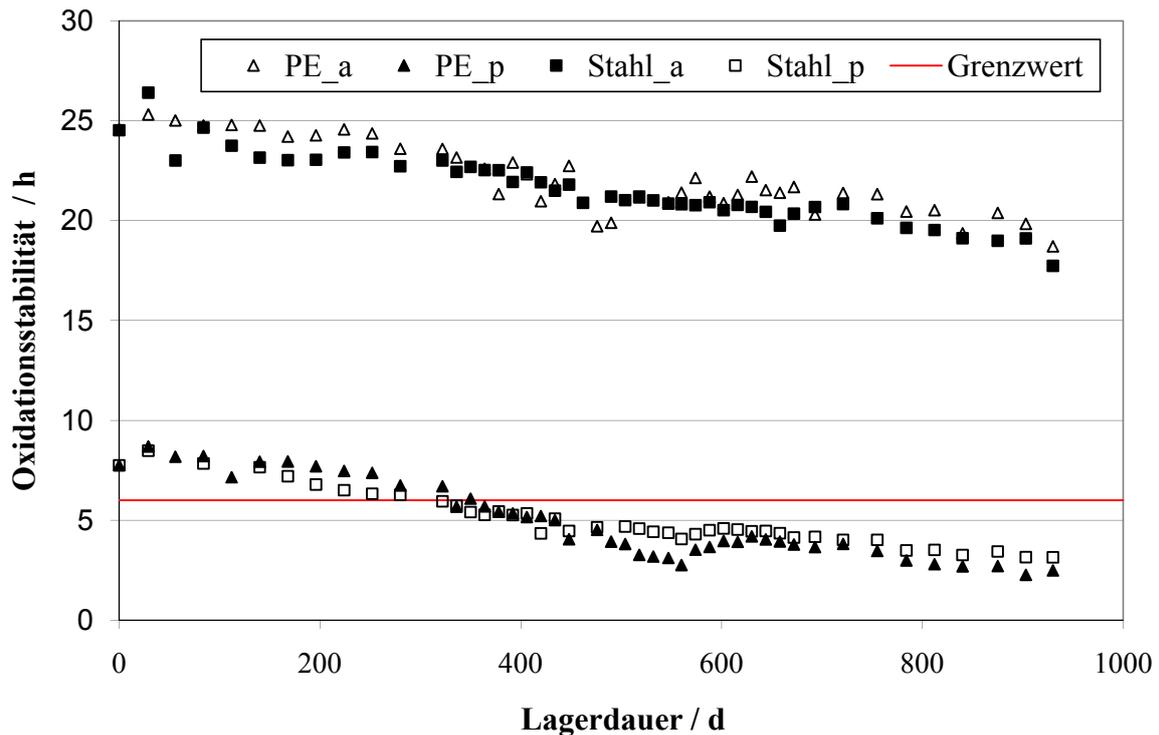


Abb. 3-2: Oxidationsstabilität des Rapsölraffinats bei 110 °C in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-2: Oxidation stability of refined rapeseed oil at 110 °C depending on the tank material.

Wie aus Abb. 3-2 hervorgeht, sinken die Oxidationsstabilitäten der beiden unadditivierten Raffinatproben („PE_p“, „Stahl_p“) nach einer Lagerdauer von etwa 360 Tagen unter den Grenzwert. Es können hierbei keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit vom Tankmaterial festgestellt werden. Die beiden Raffinatproben, die mit dem Antioxidationsmittel stabilisiert worden sind („PE_a“, „Stahl_a“), weisen hingegen auch nach insgesamt 930 Tagen Oxidationsstabilitäten von etwa 18 Stunden auf.

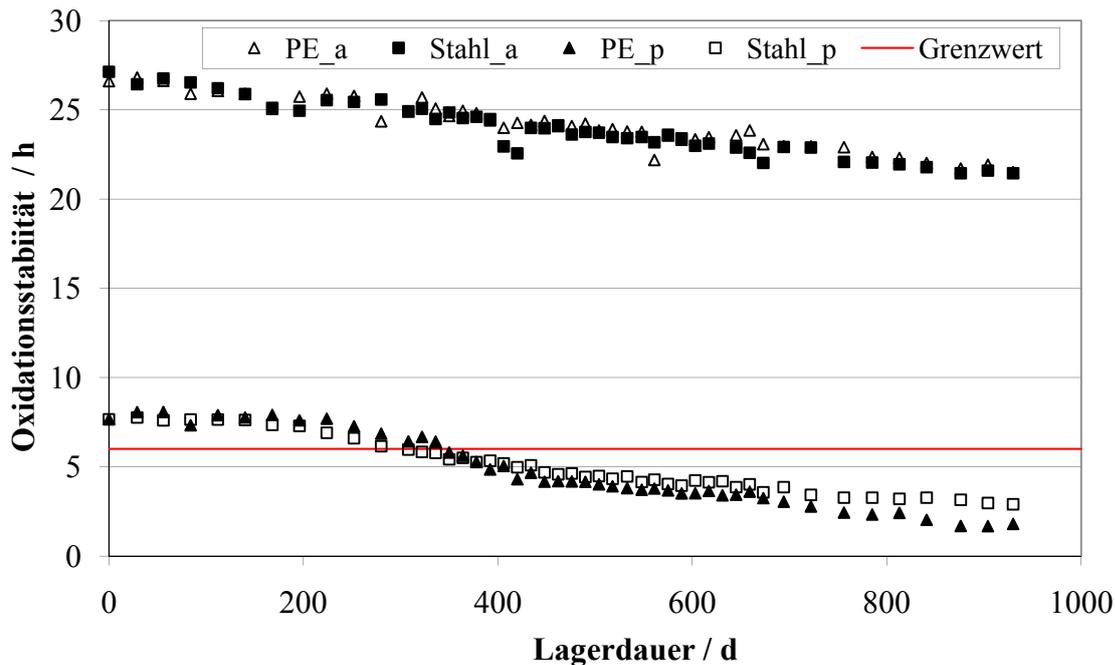


Abb. 3-3: Oxidationsstabilität des kaltgepressten Rapsöls bei 110 °C in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-3: Oxidation stability of cold pressed rapeseed oil at 110 °C depending on the tank material.

Die Proben des kaltgepressten Rapsöls zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf der Oxidationsstabilität in Abhängigkeit von der Lagerdauer und dem Tankmaterial, wie die in Abb. 3-3 dargestellten Ergebnisse verdeutlichen. Die nicht mit dem Antioxidans versetzten Proben unterschreiten den Grenzwert nach etwa 350 Tagen. Demgegenüber liegen die Oxidationsstabilitäten der stabilisierten Proben über den gesamten hier dargestellten Versuchszeitraum deutlich oberhalb von 20 Stunden.

3.1.2 Wassergehalt

Der Wassergehalt einer jeden Probe wurde in zwei parallelen Ansätzen bestimmt, anschließend wurde daraus der Mittelwert gebildet und dieser nachfolgend dargestellt.

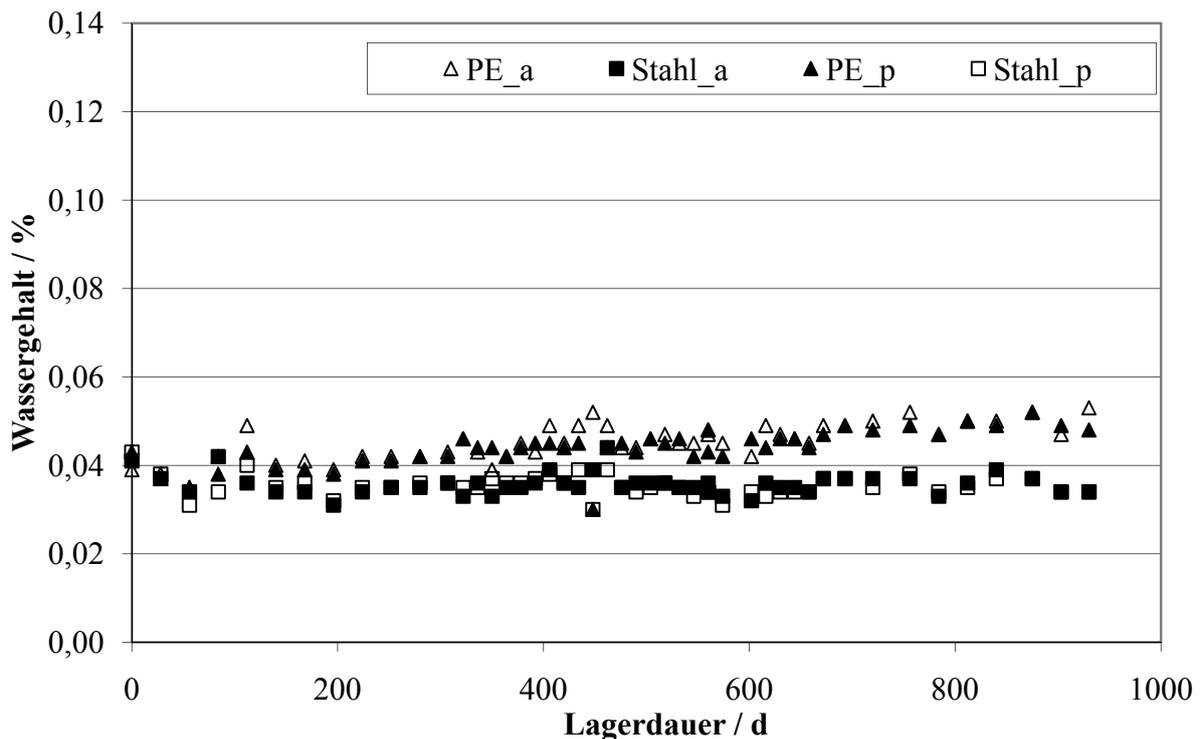


Abb. 3-4: Wassergehalt des Rapsölraffinats in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-4: Water content of refined rapeseed oil depending on the tank material.

Wie aus Abb. 3-4 hervorgeht, ist bei den Kurven der in den Polyethylen-Behältern gelagerten Proben („PE_a“, „PE_p“) ein tendenzieller Anstieg des Wassergehaltes zu verzeichnen. Es ist erkennbar, dass diese Ergebnisse etwas oberhalb der Proben aus den Stahl-Behältern liegen. Die Ursache für den erhöhten Wassereintrag könnte die Größe der Fassöffnung sein. Aufgrund der größeren Öffnung ist die Wahrscheinlichkeit, dass während der Probenahme trotz intensiver Schutzmaßnahmen Feuchtigkeit in die Probe gelangen kann, größer, als bei den Stahl-Fässern mit deutlich kleineren Öffnungen. Es ist jedoch weder bei den Stahl-Behältern noch bei den PE-Behältern eine Abhängigkeit des Wassergehaltes vom Antioxidationsmittelzusatz erkennbar.

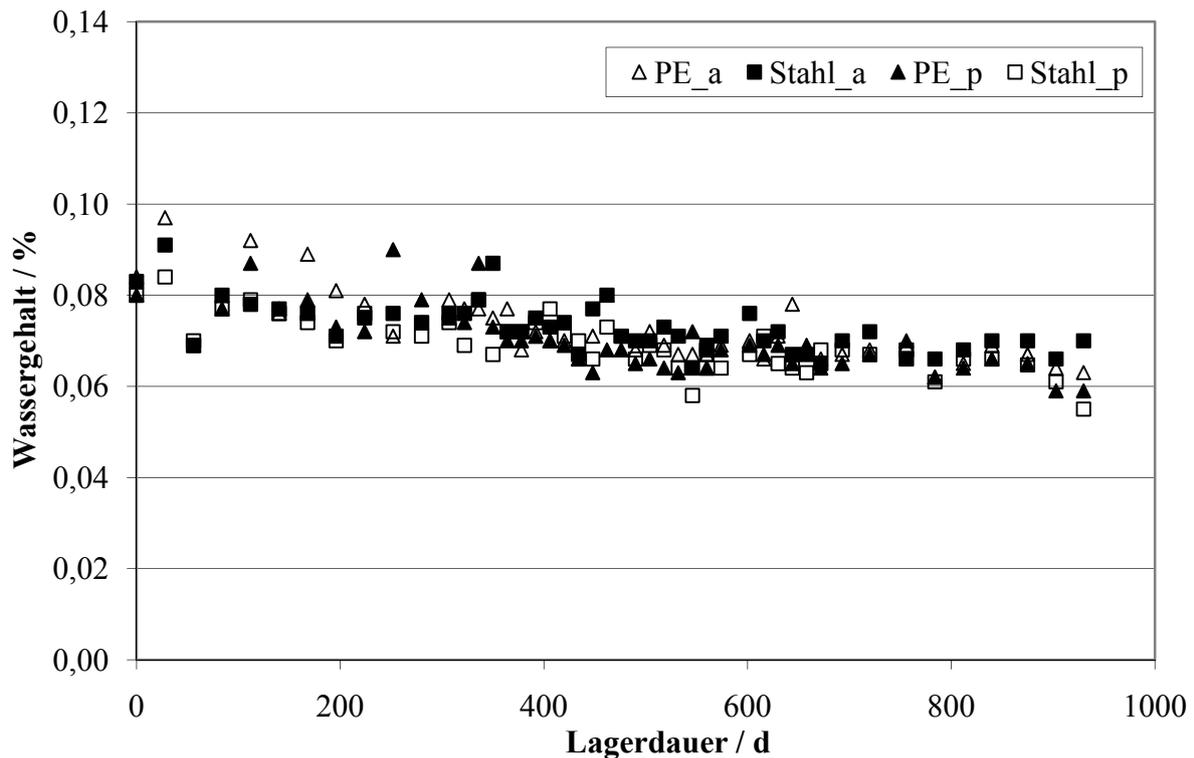


Abb. 3-5: Wassergehalt des kaltgepressten Rapsöls mit und ohne Antioxidanzzusatz in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-5: Water content of cold pressed rapeseed oil depending on the tank material and storage duration.

Im direkten Vergleich zwischen den beiden Rapsölqualitäten ist ersichtlich, dass das kaltgepresste Rapsöl einen höheren Ausgangswassergehalt besitzt (Abb. 3-5). Bei den hier dargestellten Messergebnissen sind jedoch keine signifikanten Unterschiede des Wassergehaltes im Hinblick auf das Behältermaterial zu erkennen. Die jeweils auftretenden Schwankungen innerhalb einer Versuchsreihe liegen im Rahmen der Messungenauigkeit der Methode und sind somit zu vernachlässigen.

3.1.3 Säurezahl

Die Ermittlung der Säurezahl erfolgte durch jeweils zwei Parallel-Bestimmungen pro Probe mit anschließender Mittelwertbildung.

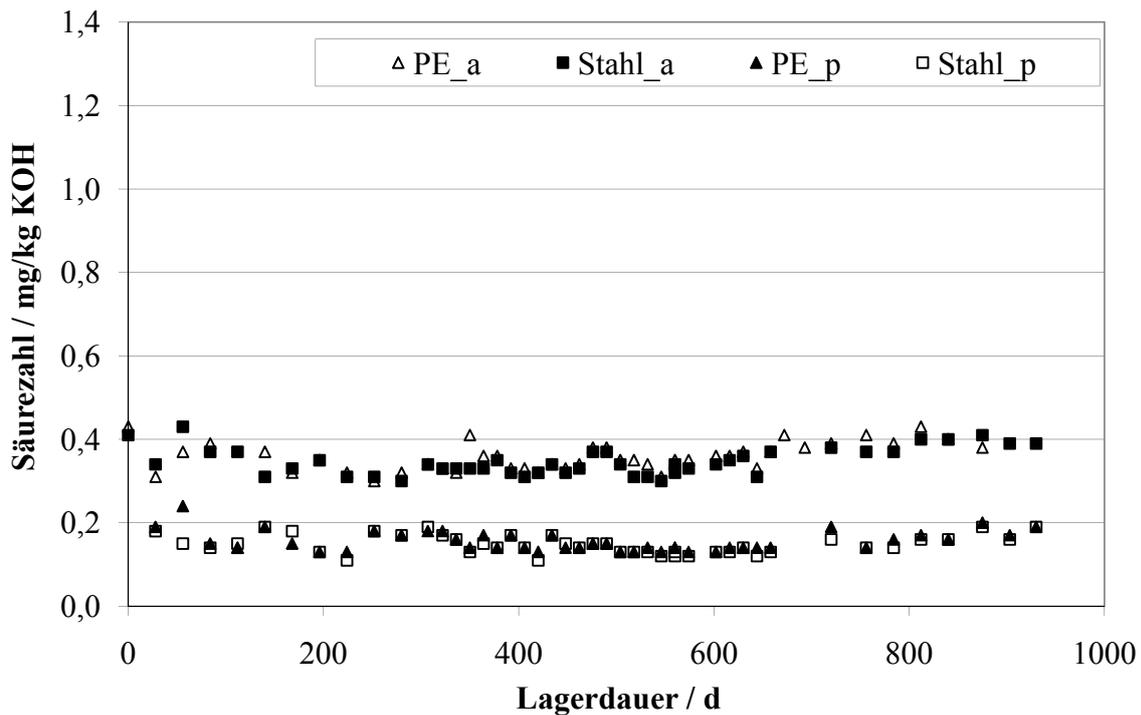


Abb. 3-6: Säurezahl des Rapsölraffinats mit und ohne Antioxidanzzusatz in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-6: Acid number of refined rapeseed oil depending on the tank material.

In der Abb. 3-6 sind für die vier Raffinatproben die Abhängigkeiten der Säurezahl von der Lagerdauer dargestellt. Die Resultate verdeutlichen, dass die mit „Baynox® Plus“ behandelten Rapsölraffinate („PE_a“, „Stahl_a“) durch eine minimal höhere Säurezahl definiert sind, was durch die chemische Struktur des Additivs hervorgerufen wird. Die im Antioxidans enthaltenen phenolischen Hydroxygruppen gehen mit dem Reagenz eine chemische Reaktion ein, wodurch eine höhere Säurezahl ermittelt wird. Es können jedoch keine Auswirkungen des Behältermaterials auf die Säurezahl festgestellt werden.

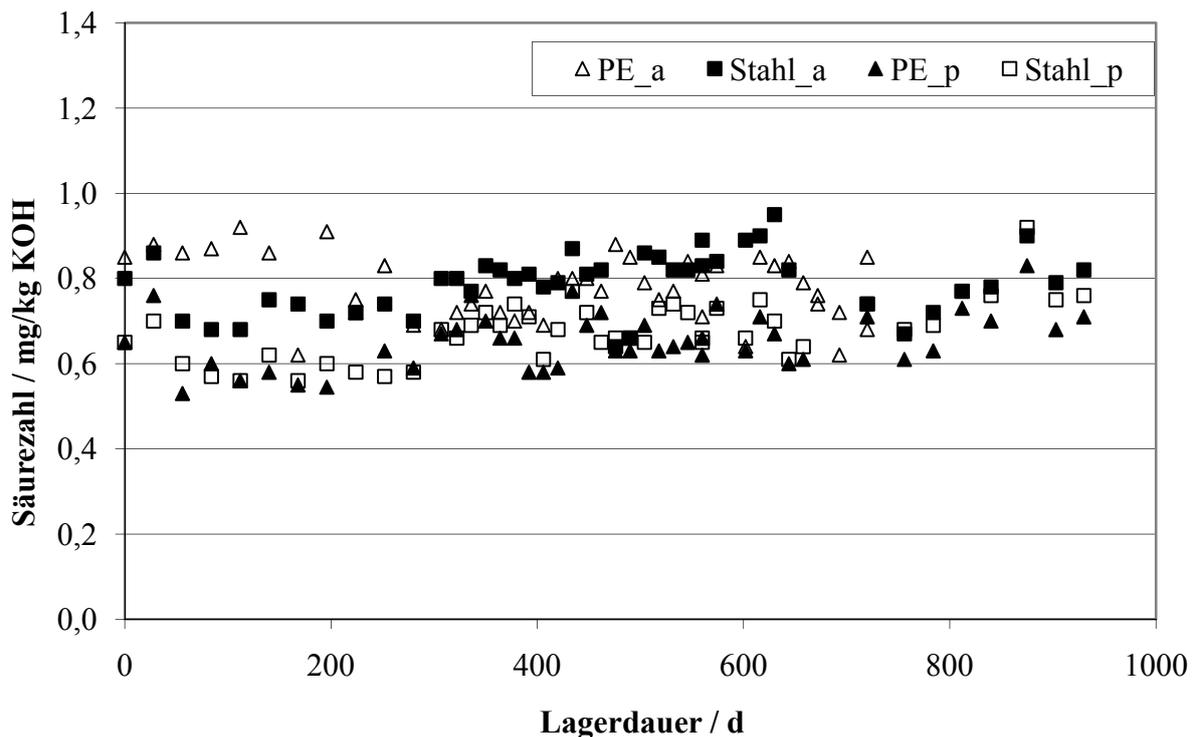


Abb. 3-7: Säurezahl des kaltgepressten Rapsöls in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-7: Acid number of cold pressed rapeseed oil depending on the tank material.

Bei dem kaltgepressten Rapsöl ergibt sich ein ganz ähnlicher Verlauf (vgl. Abb. 3-7). Tendenziell ist auch hier erkennbar, dass die mit dem Antioxidans stabilisierten Proben eine geringfügig höhere Säurezahl aufweisen. Ein signifikanter Einfluss des Lagermaterials kann jedoch nicht festgestellt werden.

3.1.4 Verkokungsneigung

In den nachfolgenden Abbildungen sind die Verkokungsneigungen (Verkokungsrückstand, *engl.*: Conradson Carbon Residue, *Abk.* CCR) der jeweiligen Rapsölproben in Abhängigkeit von der Lagerdauer und dem Tankmaterial dargestellt. Gezeigt werden hierbei die Mittelwerte der einzelnen Proben nach einer Doppelbestimmung.

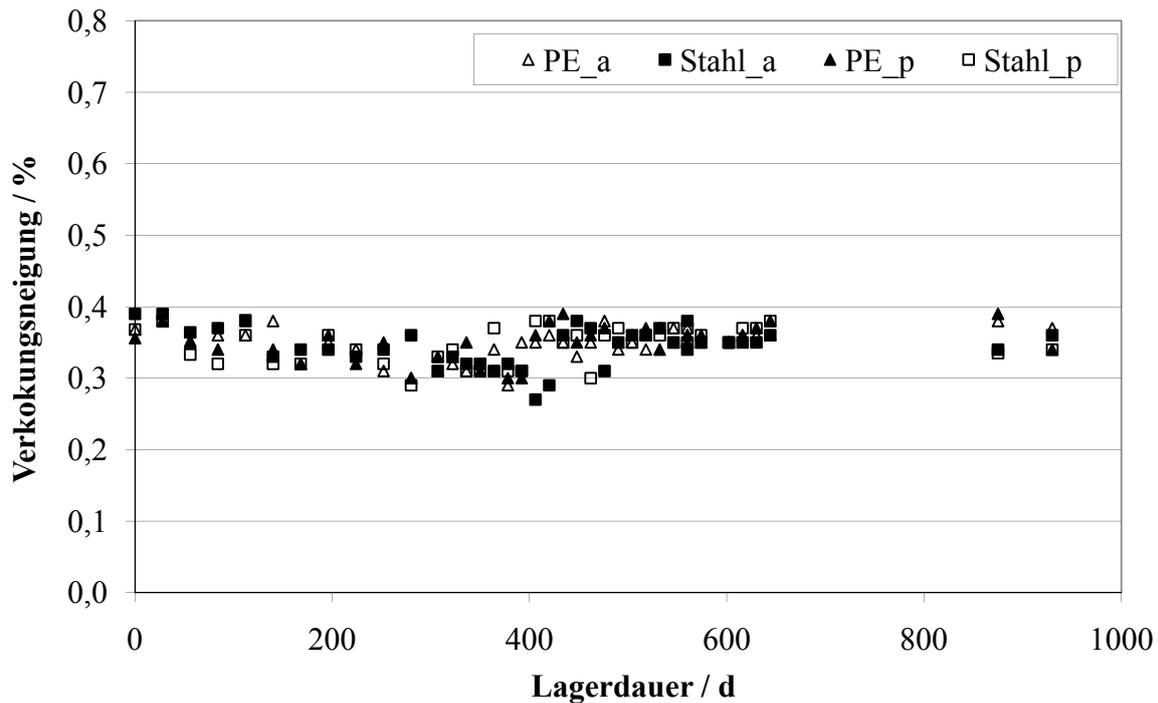


Abb. 3-8: Verkokungsneigung des Rapsölraffinats in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-8: *Conradson Carbon Residue of refined rapeseed oil depending on the tank material.*

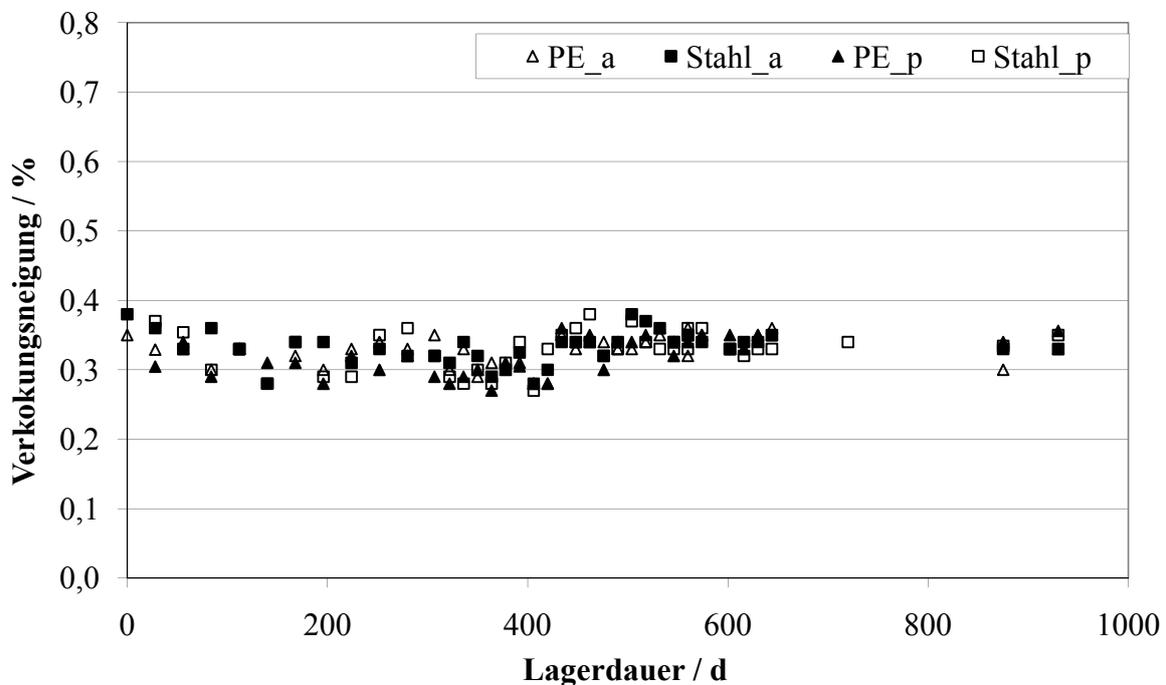


Abb. 3-9: Verkokungsneigung des kaltgepressten Rapsöls in Abhängigkeit vom Tankmaterial.

Fig. 3-9: *Conradson Carbon Residue of refined rapeseed oil depending on the tank material and storage duration.*

Es können hierbei weder bei dem Rapsölraffinat (Abb. 3-8) noch bei dem kaltgepressten Rapsöl (vgl. Abb. 3-9) signifikante Änderungen der Verkokungsneigung in Abhängigkeit vom Behältermaterial bzw. Antioxidationsmittelzusatz festgestellt werden. Da innerhalb der ersten 650 Tage Lagerdauer kein Einfluss auf die Verkokungsneigung verzeichnet werden konnte, wurden die Analysenintervalle entsprechend vergrößert.

3.2 Feldversuch

Als Kooperationspartner für die Feldversuche konnte das Johann Heinrich von Thünen-Institut (Bundesforschungsinstitut für Ländliche, Räume, Wald und Fischerei) gewonnen werden. Der Praxistest wurde durch das Institut für ökologischen Landbau in Trenthorst vom 01.03.2009 bis 31.12.2009 durchgeführt. Es wurden zwei baugleiche Ein-Tank-Schlepper (John Deere 7920, Umrüster: Vereinigte Werkstätten für Pflanzenöltechnologie) mit Common Rail-Technologie im Pflanzenölbetrieb betreut. Die technischen Daten des Pflanzenölschleppers sind in Tab. 3-2 aufgelistet.

Tab. 3-2: Technische Daten des Pflanzenölschleppers John Deere 7920.
Tab. 3-2: Technical data of plant oil traction engine John Deere 7920.

| | |
|-------------------------------|-----------------------------|
| Zylinderhub [mm] | 129 |
| Zylinderbohrung [mm] | 116 |
| Anzahl Zylinder | 6 |
| Hubvolumen [cm ³] | 8100 |
| Nenn Drehzahl [U/min] | 2100 |
| Nennleistung [kW] | 147 |
| Maximales Drehmoment | 969 bei 1400 U/min |
| Einspritzsystem | Hochdruck Common Rail |
| Ventile | 2 Ventiltechnik |
| Abgasnorm | EURO II |
| Abgasturbolader | Turbolader mit Luft-zu-Luft |

Der Vergleichsschlepper (Kfz-Kennzeichen OD-8) wurde mit reinem Rapsölraffinat aus der Hoftankstelle betrieben, während der Versuchsschlepper (Kfz-Kennzeichen OD-19) mit stabilisiertem Rapsölraffinat (Zugabe von 0,1 % (m/m) „Baynox® Plus“). Zum Herstellen der Rapsöl-Antioxidans-Mischung wurde ebenfalls Rapsölraffinat aus der Haustankstelle verwendet. In Tab. 3-3 sind die Labornummern und Eingangsdaten aller im Rahmen dieses Feldtests analysierten Rapsöle aufgelistet.

Tab. 3-3: Überblick der Rapsölproben des Praxistests.

Tab. 3-3: Summary of the field test's rapeseed oil samples.

| Nr. | Labor-Nr. | Datum | Produktbeschreibung |
|-----|-----------|------------|---|
| 1 | 5796 | 25.02.2009 | Raffinat für Additiv- Stammlsg. (aus Mittelschicht von 1 m ³ RÖ) |
| 2 | 5798 | 02.03.2009 | Raffinat + 10 % Baynox Plus |
| 3 | 5839 | 01.04.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 24.03. 2009, Charge 1 |
| 4 | 5854 | 09.04.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 06.04.2009, Wiederholung Charge 1 |
| 5 | 5873 | 21.04.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, vom 17.04.09, Charge 2 |
| 6 | 5887 | 28.04.2009 | OD-19, Rapsöl, vom 17.04.09 |
| 7 | 5893 | 05.05.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, Restmenge aus Vorrat, Entnahme 27.04.09 |
| 8 | 5894 | 05.05.2009 | OD-8, Raffinat aus Tankstelle, |
| 9 | 5907 | 25.05.2009 | OD-19, Rapsöl vom 15.05.09 |
| 10 | 5908 | 25.05.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 15.05.09, Charge 3 |
| 11 | 5918 | 09.06.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung Additivmischung vom 15.05.09, neu aufgerührt, Wdhg. Charge 3 |
| 12 | 5969 | 06.08.2009 | OD-19 RÖ-Additiv-Mischung, 23.07.09, Charge 4 |
| 13 | 5970 | 06.08.2009 | OD-19, Rapsöl vom 23.07.09 |
| 14 | 5982 | 24.08.2009 | OD-19, Rapsöl vom 17.08.09 |
| 15 | 5983 | 24.08.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 17.08.09, Charge 5 |
| 16 | 6000 | 27.08.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 23.07.09 (neu aufgerührt am 13.08.09), vgl. 5969 (Wdhg. Charge 4) |
| 17 | 6010 | 10.09.2009 | OD-19, Rapsöl vom 03.09.09 |

| | | | |
|----|------|------------|---|
| 18 | 6011 | 10.09.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 03.09.09, Charge 6 |
| 19 | 6012 | 10.09.2009 | OD-19, Rapsöl vom 07.09.09 |
| 20 | 6013 | 10.09.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 07.09.09, Charge 7 |
| 21 | 6038 | 28.09.2009 | OD-19, Restmenge RÖ-Additiv-Mischung vom 17.08.09, Entnahme am 24.09.09 (neue Lieferung 5983, Wdhg. Charge 5) |
| 22 | 6039 | 28.09.2009 | OD-19, Restmenge RÖ-Additiv-Mischung vom 03.09.09, Entnahme am 24.09.09 (neue Lieferung 6013, Wdhg Charge 7) |
| 23 | 6042 | 01.10.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 25.09.09, Fass 1, Charge 8 |
| 24 | 6043 | 01.10.2009 | OD-19, Rapsöl vom 25.09.09, Fass 1 |
| 25 | 6044 | 01.10.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 25.09.09, Fass 2, Charge 9 |
| 26 | 6045 | 01.10.2009 | OD-19, Rapsöl vom 25.09.09, Fass 2 |
| 27 | 6046 | 01.10.2009 | OD-19, Restmenge von der RÖ-Additiv-Mischung, 07.09.09, Entnahme 25.09.09 (Restmenge Charge 7) |
| 28 | 6064 | 23.10.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 19.10.09, Charge 10 |
| 29 | 6065 | 23.10.2009 | OD-19, Rapsöl vom 19.10.09 |
| 30 | 6067 | 23.10.2009 | OD-19, Restmenge RÖ-Additiv-Mischung vom 25.09.09, Fass 1, Probenahme 20.10.09, (Restmenge Charge 8) |
| 31 | 6068 | 23.10.2009 | OD-19, Restmenge RÖ-Additiv-Mischung vom 25.09.09, Fass2, Probenahme 20.10.09, (Restmenge Charge 9) |
| 32 | 6093 | 09.11.2009 | OD-19, RÖ-Additiv-Mischung, 04.11.09, Charge 11 |
| 33 | 6094 | 09.11.2009 | OD-19, Rapsöl vom 04.11.09 |
| 34 | 6095 | 09.11.2009 | OD-19, Restmenge der RÖ-Additiv Mischung vom 19.10.09, Probenahme 04.11.09 (Restmenge Charge 10) |

Bei dem eingesetzten Motorenöl handelte es sich um ein mineralisches Schmieröl der Sorte 10W40 (Avia Turbosynth, CFE 10W40, SHPD). In Abständen von ca. 50 Betriebsstunden wurden bei beiden Schleppern Schmierölproben entnommen und diese im Betriebsstofflabor analysiert. In den beiden nachfolgenden Tabellen sind alle Schmierölproben den jeweiligen Traktoren entsprechend aufgelistet.

Tab. 3-4: Schmierölproben des Versuchsschleppers OD-19.
Tab. 3-4: *Lubricating oil samples of the test engine OD-19.*

| Probe | Datum | Betriebsstunden, gesamt | Betriebsstunden, nach ÖW |
|-------|------------|----------------------------|-----------------------------|
| 5981* | 07.04.2009 | - | - |
| 5898 | 29.04.2009 | 2.500 | 53 |
| 5906 | 15.05.2009 | 2.548 | 101 |
| 5930 | 18.06.2009 | 2.596 | 149 |
| 5972 | 30.07.2009 | 2.659 | 212 |
| 5974 | 07.08.2009 | 2.700 | 253 |
| 5985 | 14.08.2009 | 2.745 | 298 |
| 6001 | 25.08.2009 | 2.800 | 353 |
| 6009 | 04.09.2009 | 2.849 | 402 |
| 6018 | 13.09.2009 | 2.900 | 453 |
| 6036 | 21.09.2009 | 2.953 | 505 |
| 6047 | 26.09.2009 | 3.000 | 553 |
| 6057 | 02.10.2009 | 3.051 | 603 |
| 6070 | 20.10.2009 | 3.100 | 653 |
| 6118 | 02.12.2009 | 3.145 | 698 |

* Frischölprobe

Tab. 3-5: Schmierölproben des Vergleichsschleppers OD-8.
Tab. 3-5: *Lubricating oil samples of the reference engine OD-8.*

| Probe | Datum | Betriebsstunden, gesamt | Betriebsstunden, nach ÖW |
|-------|------------|----------------------------|-----------------------------|
| 5892 | 23.04.2009 | 2594 | 101 |
| 5949 | 30.06.2009 | 2646 | 52* |
| 5975 | 07.08.2009 | 2697 | 103 |
| 5987 | 18.08.2009 | 2749 | 155 |
| 6006 | 28.08.2009 | 2799 | 205 |
| 6017 | 12.09.2009 | 2849 | 255 |
| 6035 | 22.09.2009 | 2898 | 304 |
| 6051 | 29.09.2009 | 2950 | 356 |
| 6069 | 20.10.2009 | 2996 | 402 |
| 6162 | 13.01.2010 | 3042 | 448 |

* am 23.04.2009 erfolgte ein Schmierölwechsel

Im Traktoren-Tagebuch wurden die gefahrenen Betriebsstunden, die verrichtete Arbeit, die getankte Menge Rapsöl, die Außentemperatur bei Start sowie der Füllstand des Schmieröls dokumentiert.

In dem begleiteten Zeitraum (April bis Dezember 2009) wurden der Versuchsschlepper insgesamt 698 Betriebsstunden und der Vergleichsschlepper 547 Betriebsstunden im Feldeinsatz betrieben. Die Einsatzzeiten sind in Abb. 3-10 und Abb. 3-11 den Monaten entsprechend dargestellt.

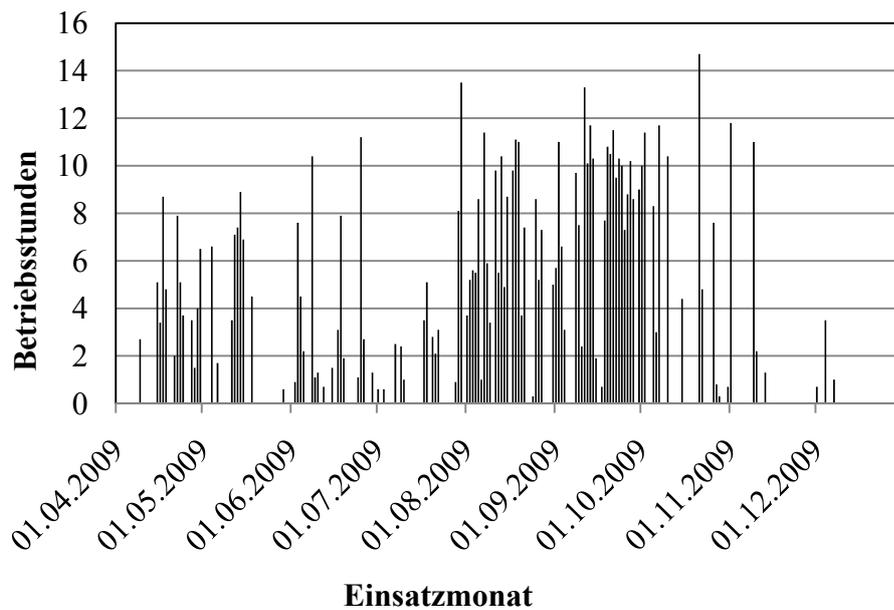


Abb. 3-10: Einsatzzeiten des Versuchsschleppers OD-19.
Fig. 3-10: Operation period of the test engine OD-19.

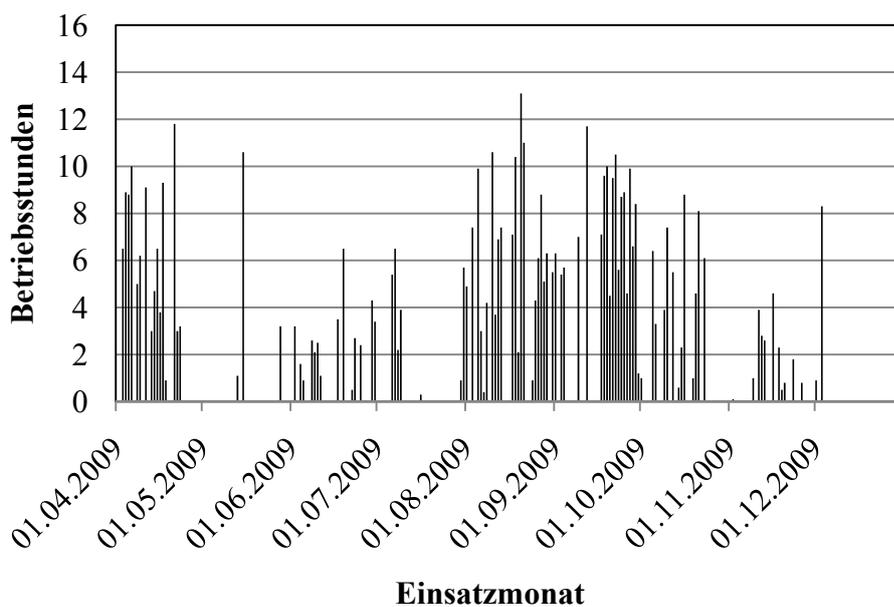


Abb. 3-11: Einsatzzeiten des Vergleichsschleppers OD-8.
Fig. 3-11: Operation period of the reference engine OD-8.

Auffällig ist hierbei, dass der Versuchsschlepper im Vergleich besonders in den Sommermonaten deutlich mehr im Einsatz war. Eine Übersicht der gefahrenen Betriebsstunden pro Monat ist in Tab. 3-6 zusammengestellt.

Tab. 3-6: Monatliche Einsatzzeiten der beiden Traktoren.

Tab. 3-6: Monthly operation terms of the test and reference engines.

| 2009 | | |
|-----------------|-------|------|
| Betriebsstunden | | |
| Monat | OD-19 | OD-8 |
| April | 59 | 101 |
| Mai | 47 | 15 |
| Juni | 59 | 37 |
| Juli | 46 | 25 |
| August | 159 | 139 |
| September | 208 | 141 |
| Oktober | 88 | 59 |
| November | 26 | 21 |
| Dezember | 5 | 9 |
| Summe | 697 | 547 |

3.2.1 Leistungsmessungen

Um den ordnungsgemäßen Betriebszustand der beiden Schlepper zu Beginn des Projektes feststellen zu können, wurde im November 2008 eine erste Leistungsmessung im Rapsölbetrieb durchgeführt. Vergleichend hierzu wurde eine zweite Aufnahme der Leistungs- und Drehmomentkennlinie nach dem Praxistest im Dezember 2009 vorgenommen.

In Abb. 3-12 ist die Leistungskennlinie des Versuchsschleppers OD-19 dargestellt. Zum Vergleich ist ebenfalls die Kennlinie der Erstvermessung des Traktors bei Inbetriebnahme im Jahr 2005, d. h. vor der Umrüstung auf Pflanzenölbetrieb abgebildet.

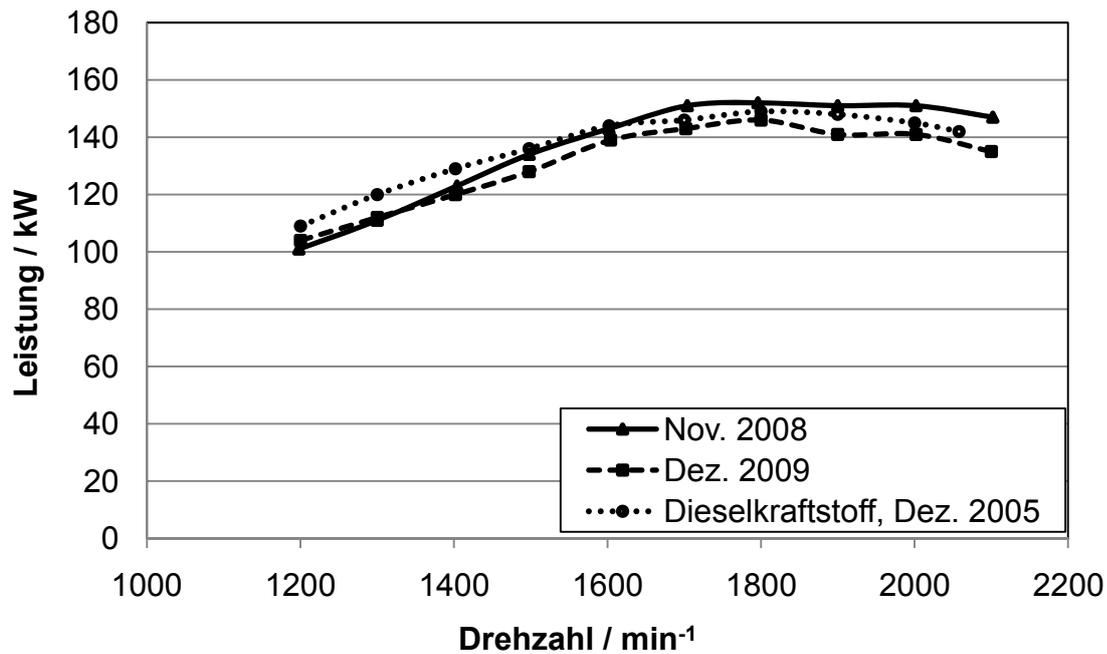


Abb. 3-12: Leistungskennlinien des Versuchsschleppers OD-19.

Fig. 3-12: Performance characteristic of the test engine.

Bei der Betrachtung der Leistungskurven von Dezember 2005 und November 2008 ist erkennbar, dass die Umrüstung von Diesel- auf Pflanzenölbetrieb einen minimalen Leistungsgewinn verursacht hat. Dies ist auf die eventuell vorgenommenen Modifizierungen durch den Umrüster zurückzuführen. Im Dezember 2009 wurde die abschließende Leistungsmessung bei 3.141 Gesamtbetriebsstunden durchgeführt. Die resultierende Kurve liegt unterhalb der Kurven von November 2008 und Dezember 2005. Im Rahmen der Messgenauigkeit der Leistungsmessung sind keine signifikanten Veränderungen festzustellen. Der Abb. 3-13 ist die Drehmomentkennlinie für den Versuchsschlepper zu entnehmen.

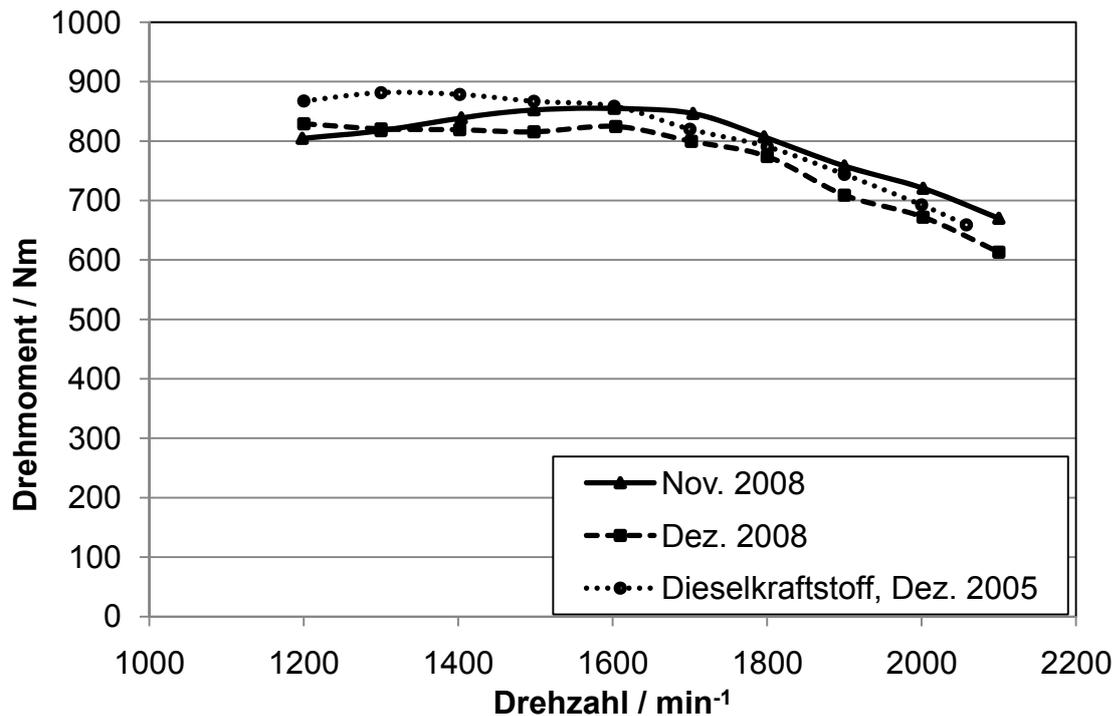


Abb. 3-13: Drehmomentkennlinien des Versuchsschleppers OD-19.
Fig. 3-13: Torque characteristic of the test engine.

Für den Vergleichsschlepper OD-8 liegen keine Leistungskennlinien im Dieselbetrieb vor. In sind die Ergebnisse der Leistungsmessung von November 2008 (2.429 Gesamt-Betriebsstunden) sowie Dezember 2009 (3.032 Gesamt-Betriebsstunden) dargestellt. Die auftretenden Schwankungen sind nicht signifikant und innerhalb der Messgenauigkeit des Verfahrens konstant.

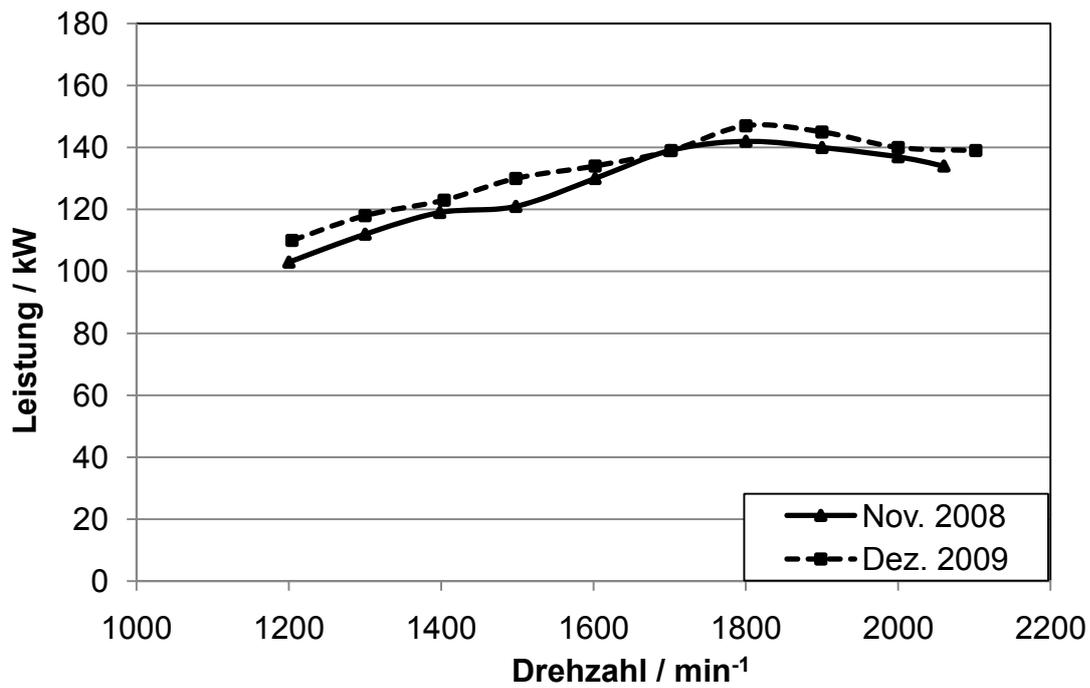


Abb. 3-14: Leistungskennlinien des Vergleichsschleppers OD-8.
Fig. 3-14: Performance characteristic of the reference engine.

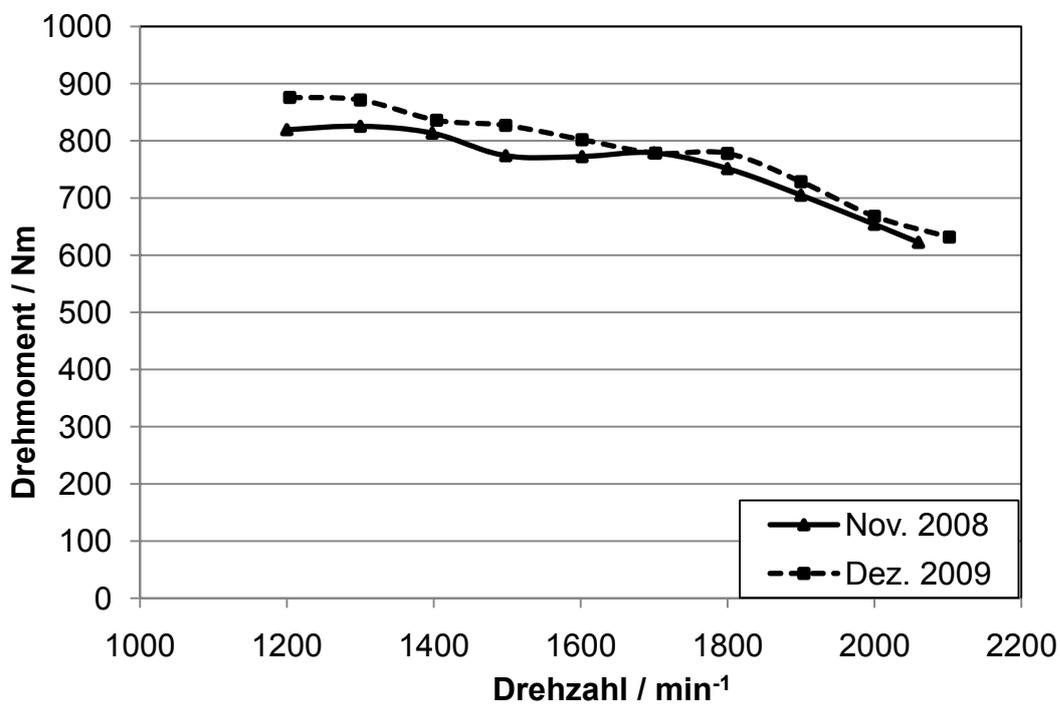


Abb. 3-15: Drehmomentkennlinien des Vergleichsschleppers OD-8.
Fig. 3-15: Torque characteristic of the reference engine.

3.2.2 Schmierölanalytik

Von den beiden Schleppern wurden in Abständen von etwa 50 Bh Schmierölproben entnommen. In Abb. 3-16 sind der Rußgehalt, die Viskosität bei 40 °C sowie der Rapsölgehalt der Schmierölproben des Versuchsschleppers OD-19 dargestellt.

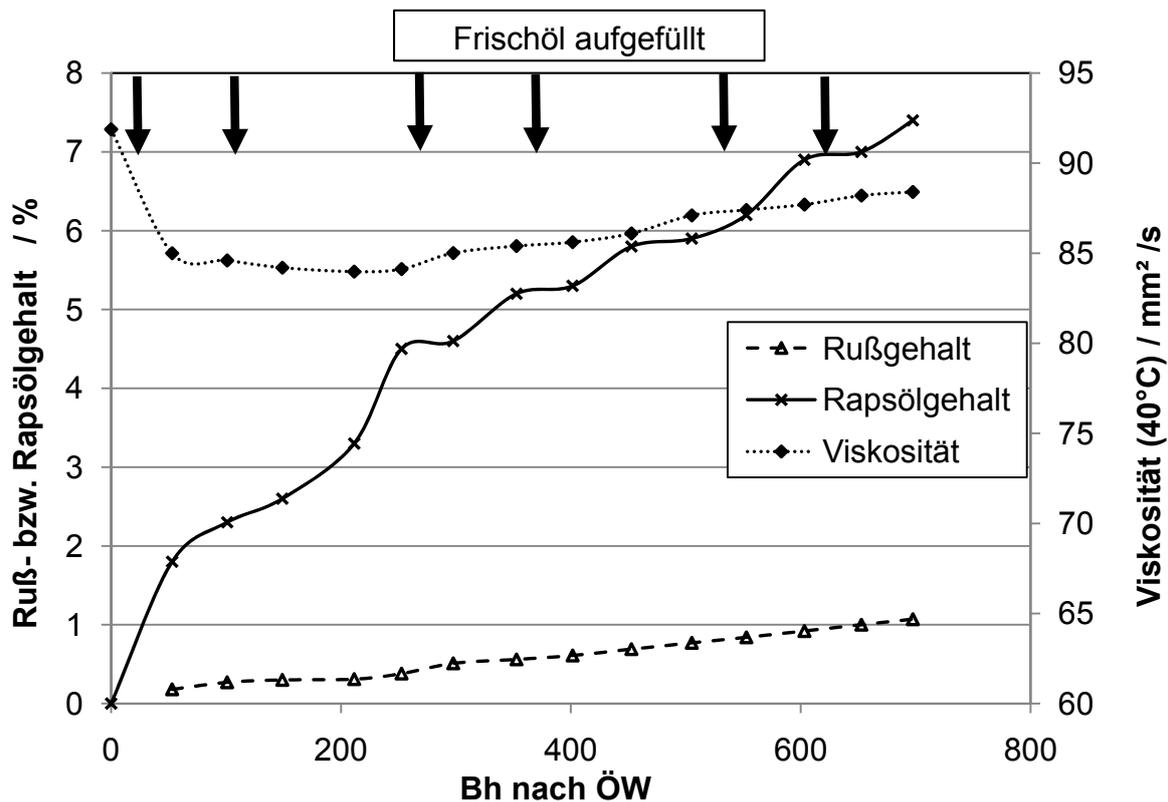


Abb. 3-16: Schmierölkennwerte des Versuchsschleppers OD-19 in Abhängigkeit von den gefahrenen Betriebsstunden.

Fig. 3-16: Characteristic values of the test engine's lubricating oil samples.

Der OD-19 wurde im Rahmen dieses Projekts 700 Bh ohne Schmierölwechsel betrieben. Die Kriterien für einen Ölwechsel liegen bei einem Viskositätsunterschied zwischen Frischöl und Gebrauchöl von mehr als 25 %, einem Rapsölgehalt über 10 % und einem Rußgehalt von mehr als 3 %. Sobald einer dieser Parameter überschritten wird, wird ein Schmierölwechsel empfohlen, um Schäden am Fahrzeug zu verhindern.

Die Viskositätskurve (vgl. Abb. 3-16) nimmt einen für Rapsölbetrieb typischen Verlauf. Ausgehend von der Frischölprobe (92 mm²/s) sinkt die Viskosität zunächst auf 84 mm²/s (200 Bh) und steigt dann schließlich kontinuierlich auf 88 mm²/s. Das anfängliche Absinken ist auf den steigenden Rapsölgehalt und

die daraus resultierende Verdünnung zurückzuführen. Der Viskositätsanstieg kann durch die beginnende Eindickung des Schmieröls begründet werden. Durch den Eintrag reaktiver Kraftstoffkomponenten können Polymerisationsreaktionen und komplexe kolloidchemische Prozesse ausgelöst werden, die zu einem plötzlichen Anstieg der Viskosität führen. Mittels HPSEC-Analyse konnte jedoch noch kein signifikanter Anstieg des Polymergehaltes im Schmieröl festgestellt werden. Der hier bestimmte Viskositätsanstieg ist daher als unkritisch einzustufen.

Auch der ermittelte Rapsölgehalt von 7,5 % nach insgesamt 700 Bh liegt noch unterhalb des empfohlenen Grenzwertes für einen Ölwechsel. Insgesamt wurden während der Projektlaufzeit sechsmal je zwei Liter Frischöl aufgefüllt, was in der Abb. 3-16 durch die entsprechenden Pfeile gekennzeichnet ist. Die Schmierölverdünnung ist deutlich an den Plateaus in der Kurve des Rapsölgehalts erkennbar. Der Rußgehalt des Schmieröls steigt stetig bis auf 1 % an und liegt demzufolge deutlich unterhalb der maximalen Grenze von 3,5 %. Anhand der ermittelten Kennwerte bestand keine Veranlassung bei 700 Bh einen Schmierölwechsel durchführen. Da der Schlepper jedoch anschließend für die Winterpause (drei Monate) abgestellt werden sollte, wurde das Öl aus Sicherheitsgründen trotzdem gewechselt.

Der Vergleichsschlepper OD-8 wurde im Rahmen dieses Projektes 550 Bh eingesetzt. Nach den ersten 100 Bh wurde aufgrund eines Kommunikationsfehlers mit der Werkstatt ein routinemäßiger Schmierölwechsel durchgeführt, so dass nur ein verkürztes Ölwechselintervall von 450 Bh in die Auswertung einbezogen werden konnte. In der nachfolgenden Abb. 3-17 sind die Analysenparameter des Schmieröls aus diesem Ölwechselintervall dargestellt.

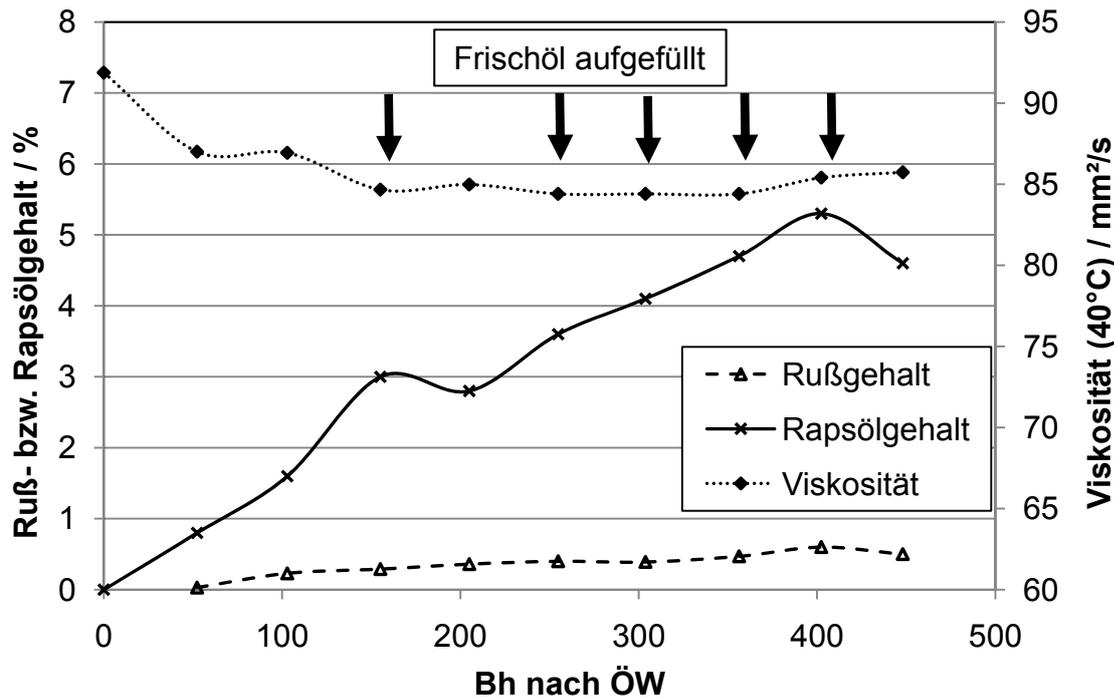


Abb. 3-17: Schmierölkennwerte des Vergleichsschleppers OD-8 in Abhängigkeit von den gefahrenen Betriebsstunden.

Fig. 3-17: Characteristic values of the reference engine's lubricating oil samples.

Die Viskositätskurve des OD-8 zeigt einen ähnlichen Verlauf wie die des OD-19. Zu Beginn sinkt die Viskosität bei steigendem Rapsöleintrag. Nach 150 Bh wurden zwei Liter Frischöl aufgefüllt, wodurch ein minimales Absinken des Rapsölgehalts und ein leichter Anstieg der Viskosität hervorgerufen wurden. Insgesamt wurde nachfolgend viermal mindestens ein Liter Frischöl aufgefüllt, was jedoch auf den weiteren Kurvenverlauf der Viskosität kaum Einfluss hatte. Die Viskosität blieb über einen großen Zeitraum annähernd konstant. Erst nach 350 Bh wird ein leichter Anstieg verzeichnet. Ursache hierfür sind wie oben beschrieben die einsetzenden Polymerisationsreaktionen.

Der Rapsölgehalt steigt auf über 5 % an (bei 400 Bh nach dem Ölwechsel). Bei diesem Betriebsstundenstand wurden erneut zwei Liter Frischöl aufgefüllt, wodurch aufgrund der Schmierölverdünnung eine Verringerung des Rapsölgehaltes hervorgerufen wurde. So betrug der Rapsölgehalt der folgenden Probe bei 450 Bh nur noch 4,6 %. Beim Betrachten der Kurve für den Rußgehalt ist erkennbar, dass der Rußanteil im Schmieröl langsam steigt und nach 450 Bh 0,5 % beträgt.

Es kann zusammenfassend festgestellt werden, dass auf der Basis der Ergebnisse der Schmierölanalytik auch bei dem Vergleichsschlepper OD-8 kein Ölwechsel

bei 450 Bh erforderlich gewesen wäre. Das Öl wurde jedoch aus dem gleichen Grund wie bei dem Versuchsschlepper vor der Winterpause gewechselt.

3.2.3 Rapsölanalytik

Bei den untersuchten Parametern Oxidationsstabilität, Wassergehalt, Säurezahl und Verkokungsneigung wurden die Normvorgaben nach DIN V 51605 bei jeder Charge eingehalten. Die Resultate der Rapsölanalytik sind für den Versuchsschlepper OD-19 in Tab. 3-7 und für den Vergleichsschlepper OD-8 in Tab. 3-8 aufgelistet. Die ausführliche Beschreibung der jeweiligen Rapsölproben ist Tab. 3-3 zu entnehmen.

Tab. 3-7: Analyseergebnisse der Rapsölproben des Versuchsschleppers OD-19.

Tab. 3-7: Analysis data of the test engine's rapeseed oil samples.

| Labor-Nr. | OS | H ₂ O | SZ | Verkokungsneigung | Bemerkung |
|-----------|--------|------------------|------------|-------------------|-------------------------|
| | [h] | [% (m/m)] | [mg KOH/g] | [% (m/m)] | |
| GW | min. 6 | max. 0,075 | max. 2,0 | max. 0,40 | |
| 5796 | 8,0 | 0,028 | 0,2 | 0,38 | |
| 5798 | 107,9 | - | - | - | Antioxidans-Stammlösung |
| 5839 | 42,9 | 0,028 | 1,2 | 0,38 | C 1 |
| 5854 | 23,6 | 0,028 | 0,4 | 0,37 | Wdhg. C 1 |
| 5873 | 30,3 | - | - | 0,37 | C 2 |
| 5887 | 7,3 | 0,034 | 0,3 | 0,37 | |
| 5893 | 21,7 | - | - | - | Wdhg. C 2, Restmenge |
| 5907 | 6,9 | 0,030 | 0,3 | 0,38 | |
| 5908 | 50,0 | 0,032 | 0,3 | 0,39 | C 3 |
| 5918 | 19,2 | 0,034 | 0,3 | 0,40 | Wdhg. C 3 |
| 5969 | 48,8 | 0,060 | 0,5 | 0,36 | C 4 |
| 5970 | 7,5 | 0,050 | 0,5 | 0,36 | |

| | | | | | |
|------|------|-------|-----|------|--------------------------|
| 5982 | 7,4 | 0,042 | 0,5 | 0,30 | |
| 5983 | 41,7 | 0,043 | 0,5 | 0,33 | C 5 |
| 6000 | 26,7 | 0,043 | 0,5 | 0,34 | Wdhg. C 4 |
| 6010 | 7,5 | 0,041 | 0,2 | 0,37 | |
| 6011 | 27,2 | 0,042 | 0,2 | 0,38 | C 6 |
| 6012 | 7,6 | 0,043 | 0,2 | 0,38 | |
| 6013 | 52,0 | 0,042 | 0,2 | - | C 7 |
| 6038 | 29,7 | 0,065 | 0,7 | 0,38 | Wdhg. C 5, Restmenge |
| 6039 | 27,4 | 0,056 | 0,3 | 0,39 | Wdhg. C 6, Restmenge |
| 6042 | 25,6 | 0,040 | 0,2 | 0,39 | C 8 |
| 6043 | 7,1 | 0,044 | 0,2 | 0,37 | |
| 6044 | 25,0 | 0,042 | 0,2 | 0,34 | C 9 |
| 6045 | 7,4 | 0,043 | 0,2 | 0,34 | |
| 6046 | 27,1 | 0,042 | 0,2 | 0,34 | Wdhg. C 7, Restmenge |
| 6064 | >90 | 0,038 | 0,7 | 0,41 | C 10 |
| 6065 | 7,4 | 0,042 | 0,4 | 0,35 | |
| 6067 | 45,3 | 0,047 | 0,3 | 0,36 | Wdhg. C 8, Restmenge |
| 6068 | 55,8 | 0,043 | 0,3 | 0,36 | Wdhg. C 9, Restmenge |
| 6093 | 36,4 | 0,047 | 0,4 | 0,33 | C 11 |
| 6094 | 8,1 | 0,041 | 0,4 | 0,29 | |
| 6095 | 35,8 | 0,045 | 0,2 | 0,35 | Wdhg. C 10, Restmenge |

OS - Oxidationsstabilität, SZ - Säurezahl, GW - Grenzwert nach DIN V 51605, C - Charge

Auch bei der Kraftstoffqualität des Schleppers OD-8 gab es keine Beanstandungen, wie die in Tab. 3-8 aufgelisteten Resultate verdeutlichen.

Tab. 3-8: Analyseergebnisse der Rapsölproben des Vergleichsschleppers OD-8.

Tab. 3-8: Analysis data of rapeseed oil samples of the reference engine OD8.

| Labor-Nr. | OS | H ₂ O | SZ | Verkokungsneigung |
|-----------|--------|------------------|------------|-------------------|
| | [h] | [%(m/m)] | [mg KOH/g] | [%(m/m)] |
| GW | min. 6 | max. 0,075 | max. 2,0 | max. 0,40 |
| 5781 | 7,06 | 0,036 | 0,3 | 0,38 |
| 5894 | 6,13 | 0,032 | 0,3 | 0,39 |
| 5948 | 6,61 | 0,036 | 0,3 | 0,35 |
| 5971 | 6,64 | 0,051 | 0,5 | 0,36 |
| 5986 | 6,06 | 0,043 | 0,5 | 0,34 |
| 6005 | 6,25 | 0,045 | 0,5 | 0,34 |
| 6016 | 7,46 | 0,040 | 0,2 | 0,37 |
| 6037 | 7,51 | 0,042 | 0,2 | 0,38 |
| 6052 | 7,58 | 0,048 | 0,2 | 0,34 |
| 6066 | 7,12 | 0,042 | 0,3 | 0,35 |

OS - Oxidationsstabilität, SZ - Säurezahl, GW- Grenzwert nach DIN V 51605

3.2.4 Problemanalyse bei der Herstellung der Rapsöl-Antioxidans-Mischung

Es wurden insgesamt 11 Chargen à 1.000 Liter Rapsöl-Antioxidans-Mischung in Trenthorst hergestellt. Von jeder Charge wurden Proben genommen und durch das Betriebsstofflabor analysiert. Außerdem wurden die Restmengen einer jeden Charge (ca. 100 Liter) analysiert und anschließend für die neuen Ansätze wieder verwendet. Eine Reinigung der Charge vor Neubefüllung erfolgte nicht.

Bei korrekter Dosierung des Antioxidans-Stammlösung im Rapsöl und einer homogenen Durchmischung wird eine Oxidationsstabilität von etwa 25 h erwartet. Anhand der ermittelten Resultate konnten die Schwierigkeiten, die beim Herstellen der Rapsöl-Antioxidans-Mischungen auftraten, aufgezeigt werden. Von dem Erwartungswert abweichende Oxidationsstabilitäten wiesen sofort auf eine unzureichende Durchmischung hin. Bei Proben die deutlich von diesem Wert abwichen, wurde deshalb um erneutes Durchmischen des Containers gebeten und eine entsprechende Wiederholungsprobe angefordert.

Erst bei Einhaltung der entsprechenden Vorgaben wurde die Kraftstoff-Charge für den Einsatz im Versuchstraktor freigegeben.

In Tab. 3-7 sind Proben, die vom Erwartungswert der Oxidationsstabilität stark abwichen, fett hervorgehoben. Aus den Ergebnissen ist erkennbar, dass bei mehreren Chargen zunächst keine sorgfältige Durchmischung stattgefunden hat, wodurch erhöhte Oxidationsstabilitäten in Teilmengen der Mischung hervorgerufen wurden.

Bei Rücksprache wurde durch den Kooperationspartner bestätigt, dass sich das sorgfältige Durchmischen der Rapsöl-Antioxidans-Mischung als schwierig erwies. Deshalb wurde die Mischprozedur entsprechend angepasst. Zunächst wurde eine Teilmenge Kraftstoff (100 Liter) im Container vorgelegt und dann die Additivkonzentratmischung zu dosiert. Anschließend wurde die Mischung mit einem Rührwerk mindestens zehn Minuten bei hoher Drehzahl zu gerührt. Erst dann wurde die Restmenge aufgefüllt und wiederum kräftig 10 min umgewälzt. Die Probenahme sollte einen Tag nach dem Herstellen der Mischung erfolgen. Mit dieser Verfahrensweise konnte zunächst eine Verbesserung erzielt werden (Charge 6, 8 und 9), jedoch traten sporadisch immer wieder Probleme (Charge 7 und 10) auf, so dass hier erheblicher Verbesserungsbedarf besteht.

Das Additiv sollte wie bereits bei Biodiesel üblich in Form eines in Kraftstoff gelösten Konzentrates von Hersteller vertrieben werden und nach Möglichkeit bereits in der Ölmühle zum frischgepressten Öl hinzu dosiert werden. Damit wird ein unverhältnismäßig hoher Arbeitsaufwand beim Anwender vermieden.

4 Schlussfolgerungen

Die Langzeitverfolgung der Oxidationsstabilität hat ergeben, dass Rapsölkraftstoff ohne Zugabe eines Antioxidationsmittels nach etwa einjähriger Lagerung im Tagesgang unter den gemäß DIN V 51605 geforderten Grenzwert von mindestens sechs Stunden absinkt. Nach Unterschreiten des Grenzwertes bleibt jedoch eine Reststabilität von 4 bis 2,5 Stunden über einen Zeitraum von etwa 500 Tagen erhalten.

Durch Stabilisierung des Rapsöls mit 0,1 % (m/m) „Baynox® Plus“ wird der Grenzwert nach der Lagerung im Tagesgang von über 900 Tagen sicher eingehalten. Nach den vorliegenden Ergebnissen ist eine Reduzierung der Antioxidansmenge denkbar. Eine ausreichende Lagerstabilität kann auch mit

einer niedrigeren Ausgangsoxidationsstabilität von z. B. zwölf Stunden sichergestellt werden.

Es konnten im Rahmen dieser Untersuchungen keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit vom Behältermaterial festgestellt werden. Die eingesetzten Behälter aus unbeschichtetem Stahl und Polyethylen können eine vergleichbar gute Lagerqualität des Rapsölkraftstoffes gewährleisten.

Die Analyse weiterer kraftstoffrelevanter Parameter (Wassergehalt, Säurezahl, Verkokungsneigung) hat ergeben, dass das Behältermaterial keinen Einfluss auf die jeweiligen Kenngrößen ausübt. Es traten keine signifikanten Änderungen in Abhängigkeit von der Versuchsdauer auf.

Durch die Begleituntersuchungen des Praxiseinsatzes eines Pflanzenölschleppers, der mit „Baynox® Plus“ stabilisiertem Rapsölraffinat betrieben wurde, konnten bisher keine negativen Auswirkungen durch das Additiv auf den Motorbetrieb festgestellt werden. Die Begutachtung der Einspritzdüsen steht noch aus.

Die Handhabbarkeit des Additivs und insbesondere das Verfahren zur Herstellung der Rapsöl-Antioxidans-Mischungen müssen herstellerseitig verbessert werden.

5 Verwendete Fachliteratur

- BAHL, B., SCHÜMANN, U; HARNDORF, H; 2008: Additivierung von Rapsölkraftstoff zur Verbesserung der Oxidationsstabilität - Einflussfaktoren, ökologische Unbedenklichkeit und Applikation, Abschlussbericht, Universität Rostock.
- REMMELE, E; STOTZ, K; WITZELSPERGER, J; GASSNER, T; 2007: Qualitätssicherung bei der dezentralen Pflanzenölerzeugung für den Nicht-Nahrungsbereich - Technologische Untersuchungen und Erarbeitung von Qualitätssicherungsmaßnahmen. Berichte aus dem TFZ 12, Technologie- und Förderzentrum im Kompetenzzentrum für nachwachsende Rohstoffe, Straubing
- DIN EN 14112:2003: Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen – Fettsäure-Methylester (FAME); Bestimmung der Oxidationsstabilität (beschleunigter Oxidationstest)