

Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe
Bestimmung des Flammpunktes

Verfahren nach Pensky-Martens im geschlossenen Tiegel
 (ISO 2719 : 1988) Deutsche Fassung EN 22 719 : 1993

DIN
EN 22 719

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm **ISO 2719**

Petroleum products and lubricants; Determination of flash point;
 Pensky-Martens closed cup method; (ISO 2719 : 1988);
 German version EN 22 719 : 1993

Ersatz für
 DIN 51 758/08.85

Produits pétroliers et lubrifiants; Détermination du point d'éclair;
 Méthode Pensky-Martens en vase clos; (ISO 2719 : 1988)
 Version allemande EN 22719 : 1993

Die Europäische Norm EN 22 719 : 1993 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 19 „Prüfverfahren und Anforderungen für Mineralölerzeugnisse“ (Sekretariat: NNI, Niederlande). Die ihr zugrundeliegende Internationale Norm ISO 2719 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ (Sekretariat: ANSI, USA) ausgearbeitet.

Als Thermometer darf auch das Thermometer DIN 12 785 — BE 1/20/200 oder Thermometer DIN 12 785 — BST 0,5/-7/110 verwendet werden (siehe Anhang A, Anmerkung).

Automatische Prüfgeräte dürfen verwendet werden, wenn nachgewiesen wurde, daß die Ergebnisse sich nicht von denen unterscheiden, die mit dem manuellen Verfahren erhalten wurden.

Hochviskose Flüssigkeiten dürfen im Tiegel erst dann gerührt werden, wenn sichergestellt ist, daß ihre Viskosität soweit erniedrigt ist, daß die Probe beim Rühren nicht über die Füllmarke steigt.

Für die im Abschnitt 1 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 1523 siehe DIN 53 213 Teil 1

ISO 2592 siehe DIN ISO 2592

Zitierte Normen

— in der Deutschen Fassung:

Siehe Abschnitt 1

— in nationalen Zusätzen:

DIN 12 785 Laborgeräte aus Glas; Laborthermometer für besondere Zwecke

DIN 53 213 Teil 1 Prüfung von Anstrichstoffen und ähnlichen lösungsmittelhaltigen Erzeugnissen; Flammpunktprüfung im geschlossenen Tiegel; Bestimmung des Flammpunktes

DIN ISO 2592 Mineralölerzeugnisse; Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes; im offenen Tiegel nach Cleveland

Frühere Ausgaben

DIN 51 758: 05.55, 06.57, 05.59, 11.63, 01.78, 08.85

Änderungen

Gegenüber DIN 51 758/08.85 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

— Der Temperaturbereich für die Bestimmung von Flammpunkten wurde erweitert.

Internationale Patentklassifikation

C 10 M 171/00

C 10 L 001/06

C 10 L 001/08

G 01 N 033/22

Fortsetzung 12 Seiten EN-Norm

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

DK 665.7 : 543.873

Deskriptoren: Mineralölerzeugnis, Schmierstoff, Prüfung, Flammpunkt, Gerät nach Pensky-Martens

Deutsche Fassung

Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe

Bestimmung des Flammpunktes

Verfahren nach Pensky-Martens im geschlossenen Tiegel
(ISO 2719 : 1988)

Petroleum products and lubricants; Determination of flash point; Pensky-Martens closed cup method (ISO 2719 : 1988)

Produits pétroliers et lubrifiants; Détermination du point d'éclair; Méthode Pensky-Martens en vase clos (ISO 2719 : 1988)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1993-10-20 angenommen und ist dieselbe wie die obengenannte ISO-Norm..

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die Forderungen der 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 Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in den 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 Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normenorganisationen von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Vorwort

Diese Europäische Norm ist die Anerkennung von ISO 2719 : 1988. Die Anerkennung von ISO 2719 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 "Püfverfahren und Anforderungen für Mineralölerzeugnisse" empfohlen, unter dessen Zuständigkeit diese Europäische Norm künftig fällt.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 1994, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 1994 zurückgezogen werden.

Die Norm wurde angenommen, und entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 2719 : 1988 wurde vom CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt Verfahren unter Verwendung des Gerätes mit geschlossenem Tiegel nach Pensky-Martens zur Bestimmung des Flammpunktes von brennbaren Flüssigkeiten, Flüssigkeiten mit suspendierten Feststoffen, Schmierölen, Flüssigkeiten, die unter Versuchsbedingungen zur Ausbildung eines Oberflächenfilms neigen und anderen Flüssigkeiten.

Flammpunkte und Brennpunkte im offenen Tiegel von Mineralölerzeugnissen werden nach ISO 2592 : 1973 "Mineralölerzeugnisse; Bestimmung von Flamm- und Brennpunkten; Verfahren nach Cleveland im offenen Tiegel" bestimmt. Flammpunkte von Farben und Lacken sowie von trocknenden Ölen werden nach ISO 1523 : 1983 "Farben, Lacke, Petroleum und verwandte Erzeugnisse; Bestimmung des Flammpunktes; Gleichgewichtsmethode im geschlossenen Tiegel" bestimmt.

ANMERKUNG 1: Das in dieser Internationalen Norm beschriebene Verfahren kann angewandt werden zum Nachweis geringer Anteile leichtflüchtiger Verunreinigungen in Schmierölen, wie sie auch häufig in Wärmeübertragungsölen aufgrund von partiellen Zersetzungsreaktionen (Cracken) auftreten. Die tiefste Temperatur, bei welcher eine derartige Flüssigkeit eine zündfähige Atmosphäre bilden kann, kann niedriger sein, als sie mit Hilfe dieser Methode bestimmt wird (siehe Abschnitt 6, 2. Absatz und Abschnitt 7.3, Anmerkung).

ANMERKUNG 2: Diese Internationale Norm ist zur Messung und zur Beschreibung des Verhaltens von Materialien, Erzeugnissen oder Systemen bei Hitze- und Flammeneinwirkung unter kontrollierten Laboratoriumsbedingungen zu verwenden. Unter praktischen Brandbedingungen kann das Verhalten gegenüber Hitze- und Flammeneinwirkung hiervon abweichen.

2 Definition

Flammpunkt: Die niedrigste Temperatur, korrigiert auf einen Barometerstand von 101,3 kPa, bei der unter Anwendung einer Zündflamme unter den vorgeschriebenen Versuchsbedingungen die Entflammung der Dämpfe der Probe erfolgt.

ANMERKUNG 1: Der Flammpunkt des Versuchsmaterials ist erreicht, wenn eine breite Flamme erscheint, die sich sofort über die Oberfläche des Versuchsmaterials ausbreitet.

ANMERKUNG 2: Gelegentlich bildet sich, insbesondere bei Annäherung an den Flammpunkt, bei Anwendung der Zündflamme eine blaue Lichterscheinung (Aureole) oder eine Vergrößerung der Flamme aus; dies ist jedoch nicht der Flammpunkt und ist nicht zu werten.

3 Prinzip

Der Probenteil wird mit einer konstanten, langsamen Geschwindigkeit unter fortwährendem Rühren in einem mit Verschußdeckel versehenen Tiegel aufgeheizt. Eine kleine Flamme wird durch eine Öffnung in festgelegten Temperaturintervallen unter gleichzeitiger Unterbrechung des Rührvorganges eingetaucht (in der Zeit zwischen den Zündversuchen bleibt der Verschußdeckel des Tiegels geschlossen). Der Flammpunkt ist die niedrigste Temperatur, bei der sich unter Einwirkung der Zündflamme der Dampf über dem Probenteil entzündet.

4 Gerät

4.1 Thermometer, teilweise eintauchend,

entsprechend der in Anhang A angegebenen Spezifikation:

- Niedriger Temperaturbereich, für Proben mit einem Flammpunkt zwischen 10°C und 110°C
- Mittlerer Temperaturbereich, wie für Thermometer nach ASTM 88C oder IP 101C angegeben
- Hoher Temperaturbereich, für alle Proben mit einem Flammpunkt zwischen 110°C und 370°C.

4.2 Gerät nach Pensky-Martens mit geschlossenem Tiegel

(wie in Anhang B angegeben)

Es werden auch automatische Flammpunkt-Prüfgeräte verwendet, welche im Hinblick auf Zeitersparnis, die Verwendung geringerer Probemengen und in anderer Hinsicht vorteilhaft sein können. Falls Automaten verwendet werden, hat der Anwender sicherzustellen, daß sämtliche Vorschriften des Herstellers in bezug auf Kalibrierung, Einstellung und Bedienung des Gerätes eingehalten werden.

In allen Streitfällen ist der mit dem Handgerät bestimmte Flammpunkt maßgebend.

4.3 Adapter zur Verwendung von Thermometern mit niedrigem Temperaturbereich

(siehe Anhang C)

5 Vorbereiten des Gerätes

Das Gerät wird auf einem waagerechten, stabilen Tisch aufgestellt. Auch wenn die Versuche in einem zugfreien Raum durchgeführt werden, ist es vorteilhaft, jedoch keine Vorschrift, das Gerät an drei Seiten mit einer Abschirmung von 400 mm Breite und 600 mm Höhe zu umgeben.

6 Probenvorbereitung

Proben dürfen nicht in Polyethylen-, Polypropylen- oder anderen Kunststoff-Flaschen aufbewahrt werden, weil infolge von Diffusion leichtflüchtige Anteile durch die Gefäßwände entweichen können.

Wenn die Möglichkeit besteht, daß die Probe flüchtige Verunreinigungen enthält, ist die in 6.1 und 6.2 beschriebene Behandlung zu unterlassen.

6.1 Sehr viskose Proben dürfen vor Versuchsdurchführung so weit erwärmt werden, bis sie hinreichend fließfähig sind. Andererseits darf die Probe niemals stärker erwärmt werden als absolut notwendig. Eine Probe darf niemals auf eine Temperatur höher als 17 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes erwärmt werden.

Wenn die Temperaturdifferenz zwischen Schmelzpunkt und Flammpunkt einer Flüssigkeit weniger als 20 °C beträgt, wird die Probe auf $(3 \pm 1)^\circ\text{C}$ über den Schmelzpunkt erwärmt, der Probenteil sofort in den Tiegel überführt und nach Abschnitt 8 weiterbehandelt, wobei die dort angegebenen Mindesttemperaturen nicht beachtet werden.

6.2 Proben, die gelöstes oder freies Wasser enthalten, dürfen mit Hilfe von Calciumchlorid oder durch Filtration durch qualitatives Filterpapier oder eine lose gepackte Schicht von Trocknungswolle getrocknet werden. Erwärmung der Probe ist zulässig, jedoch nicht für längere Zeit oder auf eine Temperatur höher als 17 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes.

Es ist wahrscheinlich, daß bei der Entfernung von Wasser auch vorhandene wasserlösliche brennbare Bestandteile verlorengehen.

6.3 Liegt der zu erwartende Flammpunkt unterhalb der Umgebungstemperatur, wird das Gerät wie folgt vorbereitet.

6.3.1 Der Tiegeleinsatz (einschließlich Verschlußdeckel, Thermometer und Rührer) wird aus dem Gerät entnommen.

6.3.2 Der Tiegeleinsatz wird in ein geeignetes Kühlbad gebracht (es kann Wasser oder eine Mischung von Wasser und Ethylenglykol im Verhältnis 1 : 1 verwendet werden). Das Bad muß mit Rührer und Deckel ausgestattet sein. Auf einer Abstelleneinrichtung im Bad ist der Tiegeleinsatz derart abzustellen, daß Verschlußdeckel und Oberkante waagerecht ausgerichtet sind und daß der Tiegel direkt mit der Badflüssigkeit in Kontakt steht, wobei das Niveau des Probenteils im Tiegel und das Niveau der Flüssigkeit im Wasserbad übereinstimmen müssen.

ANMERKUNG: Falls Aceton und Trockeneis zur Kühlung des Bades verwendet werden, dürfen sie nicht in direktem Kontakt mit der Badflüssigkeit stehen.

6.3.3 Wenn das in den Probenteil eintauchende Thermometer eine Temperatur von mindestens 5 °C unterhalb des zu erwartenden Flammpunktes anzeigt, wird das Kühlbad entfernt. Bei Ansteigen der Temperatur des Probenteils um jeweils 1 °C (verursacht durch die höhere Umgebungstemperatur) ist ein Zündversuch durchzuführen.

7 Durchführung

7.1 Vor Versuchsbeginn sind alle Teile des Tiegels und seines Zubehörs sorgfältig zu reinigen und zu trocknen. Es ist zu beachten, daß alle Spuren des zur Reinigung verwendeten Lösemittels vollständig entfernt sind. Der Tiegel wird mit dem Probenteil bis zur Füllmarke gefüllt. Der Verschlußdeckel wird auf den Tiegel aufgesetzt, und dieser wird in die Heizvorrichtung eingesetzt (oder in das Kühlbad, falls der erwartete Flammpunkt niedriger als die Umgebungstemperatur liegt — siehe 6.3). Die richtige Stellung des Tiegels ist zu kontrollieren. Das Thermometer wird eingesetzt. Die Zündflamme wird angezündet und auf einen Durchmesser von $(4 \pm 0,5)$ mm eingestellt. Es wird mit einem am Thermometer angezeigten Temperaturanstieg von 5 bis 6 °C/min aufgeheizt. Der Rührer wird auf eine Drehzahl von 90 bis 120 min⁻¹ einreguliert, so daß der Probenteil von oben nach unten strömt.

7.2 Bei Erzeugnissen, deren Flammpunkt bei 110 °C oder tiefer liegt, wird der Zündversuch je 1 °C Temperaturanstieg bis 110 °C durchgeführt, wobei mit einer Temperatur begonnen wird, die zwischen 18 °C und 28 °C unterhalb des zu erwartenden Flammpunktes liegt. Die Zündflamme wird durch Betätigen der Vorrichtung auf dem Verschlußdeckel (diese Vorrichtung steuert den Verschluß sowie den Zündflammenbrenner innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels) abgesenkt, verbleibt dort für 1 s und wird dann rasch zurückgezogen. Für die Dauer des Zündversuches wird der Probenteil nicht gerührt (siehe auch 6.1, 2. Absatz).

7.3 Wenn für den Probenteil ein Flammpunkt über 110 °C erwartet wird, wird der Zündversuch in der eben geschilderten Weise durchgeführt, und zwar alle 2 °C, beginnend bei einer Temperatur, die zwischen 17 °C und 28 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes liegt.

ANMERKUNG: Die in 7.2 und 7.3 beschriebene Vorgehensweise ist nicht anwendbar, wenn der Versuch zu dem Zweck durchgeführt wird, eine mögliche Anwesenheit von flüchtigen Verunreinigungen festzustellen.

7.4 Als Flammpunkt wird die am Thermometer abgelesene Temperatur angegeben, bei der beim zweiten oder dem folgenden, höchstens jedoch dem zwanzigsten Zündversuch eine deutliche Entflammung im Inneren des Tiegels auftritt. Der tatsächliche Flammpunkt darf nicht verwechselt werden mit der bläulichen Lichterscheinung (Aureole), die mitunter bei Zündversuchen kurz vor dem Erreichen des wirklichen Flammpunktes die Zündflamme umgibt.

Wenn bereits beim ersten Zündversuch Entflammung eintritt, oder wenn bis zum zwanzigsten Zündversuch keine Entflammung eingetreten ist, ist die Bestimmung mit einem frischen Probenteil zu wiederholen, wobei von einem tieferen bzw. höheren zu erwartenden Flammpunkt auszugehen ist. Falls Entflammung bereits beim ersten Zündversuch eintritt, keine Entflammung jedoch bei einer tieferen Temperatur beobachtet wird, dann ist die Temperatur der ersten Entflammung als der tatsächliche Flammpunkt anzusehen.

8 Abgeänderte Durchführung für hochviskose Erzeugnisse

8.1 Die Probe und das Prüfgerät werden auf eine Temperatur von $(15 \pm 5)^\circ\text{C}$ gebracht oder auf eine Temperatur, die 11 °C unter der erwarteten Flammpunkttemperatur liegt, je nachdem, welche der beiden Temperaturen niedriger ist. Der Rührer wird auf eine Drehzahl von (250 ± 10) min⁻¹ eingestellt, derart, daß der Probenteil von oben