

DIN EN ISO 3680

ICS 75.080; 87.040

Ersatz für
DIN 55680:1983-08

**Bestimmung des Flammpunktes –
Ja/Nein-Verfahren –
Schnelles Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel
(ISO 3680:2004);
Deutsche Fassung EN ISO 3680:2004**

Determination of flash/no flash –
Rapid equilibrium closed cup method (ISO 3680:2004);
German version EN ISO 3680:2004

Essai de point d'éclair de type passe/ne passe pas –
Méthode rapide à l'équilibre en vase clos (ISO 3680:2004);
Version allemande EN ISO 3680:2004

Gesamtumfang 25 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN

Die Europäische Norm EN ISO 3680:2004 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 19 „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ (Sekretariat: NEN; Niederlande). Die ihr zugrunde liegende Internationale Norm ISO 3680:2004 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ (Sekretariat: ANSI, USA) unter Mitwirkung von ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ ausgearbeitet. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NMP 661 „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP verantwortlich.

Für die in dieser Norm zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 1513	siehe DIN EN ISO 1513
ISO 3170	siehe DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe DIN EN ISO 3171
ISO 3679	siehe DIN EN ISO 3679
ISO 15528	siehe DIN EN ISO 15528

Änderungen

Gegenüber DIN 55680:1983-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Mineralöle wurden in den Anwendungsbereich aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN 55680: 1983-08
DIN ISO 3680: 1977-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1513, *Lacke und Anstrichstoffe — Vorprüfung und Vorbereitung von Proben für weitere Prüfungen (ISO 1513:1992); Deutsche Fassung EN ISO 1513:1994.*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170:2004); Deutsche Fassung EN ISO 3170:2004.*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171:1988); Deutsche Fassung EN ISO 3171:1999.*

DIN EN ISO 3679, *Bestimmung des Flammpunkts — Gleichgewichtsschnellverfahren mit geschlossenem Tiegel (ISO 3679:2004); Deutsche Fassung EN ISO 3679:2004.*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme (ISO 15528:2000); Deutsche Fassung EN ISO 15528:2000.*

Deutsche Fassung

**Bestimmung des Flammpunktes – Ja/Nein-Verfahren –
Schnelles Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel
(ISO 3680:2004)**

Determination of flash/no flash —Rapid equilibrium closed
cup method (ISO 3680:2004)

Essai de point d'éclair de type passe/ne passe pas –
Méthode rapide à l'équilibre en vase clos (ISO 3680:2004)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 1. März 2004 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 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, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien und Materialien	5
6 Prüfeinrichtung	6
7 Aufstellen der Prüfeinrichtung	6
8 Probenahme	7
9 Probenhandhabung	8
10 Durchführung	8
11 Berechnung	9
12 Angabe der Ergebnisse.....	10
13 Präzision	10
14 Prüfbericht.....	11
Anhang A (normativ) Flammpunktprüfeinrichtung	12
Anhang B (normativ) Thermometeranforderungen	17
Anhang C (informativ) Verifizierung des Gerätes	18
Anhang D (informativ) Verwendung eines Tiegeleinsatzes	21
Literaturhinweise	22
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	23

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 3680:2004) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2004, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2004 zurückgezogen werden.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 3680:2004 wurde vom CEN als EN ISO 3680:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Einleitung

Diese Internationale Norm beschreibt eines von zwei Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel zur Ausführung des 'Ja/Nein'-Verfahrens für Beschichtungsstoffe (einschließlich wasserverdünnbare Beschichtungsstoffe), Bindemittel für Beschichtungsstoffe, Lösemittel, Klebstoffe, Mineralölprodukte und verwandte Produkte. Es ist deshalb sinnvoll diese Norm mit dem zweiten Gleichgewichtsverfahren ISO 1516 [4] zu vergleichen, bevor eines dieser Verfahren ausgewählt wird. Diese Internationale Norm ist auch für die Prüfung von Fettsäuremethylestern (FAME) geeignet, wenn der Detektor (siehe A.1.6) benutzt wird.

Sowohl bei ISO 3680 als auch bei ISO 1516 wird der Zündversuch nur dann durchgeführt, wenn sich die zu untersuchende Probe und das Dampf/Luft-Gemisch über der Probe annähernd im Temperaturgleichgewicht befinden.

Dieses Prüfverfahren bestimmt nicht den Flammpunkt der zu untersuchenden Probe, sondern lediglich ihr Verhalten bei der gewählten Temperatur. Dies kann erforderlich sein, um Anforderungen aus Gesetzen und Verordnungen für das Lagern, den Transport und den Umgang brennbarer Stoffe zu erfüllen. Für diese Zwecke ist es nicht notwendig den genauen Flammpunkt zu bestimmen. Es ist jedoch erforderlich zu bestimmen, ob bei einer bestimmten Temperatur eine Entzündung auftreten kann oder nicht.

Die in dieser Internationalen Norm festgelegte Prüfeinrichtung ergibt ein mit ISO 1516 vergleichbares Ergebnis, wobei ein schnelleres Verfahren und eine kleinere Probemenge (2 ml oder 4 ml), als nach ISO 1516 vorgeschrieben ist, benutzt wird. Außerdem kann die Prüfeinrichtung zusätzlich zu ihrem hauptsächlichen Einsatz in Laboratorien für Vor-Ort-Messungen umgerüstet werden.

Vergleichsmessungen (siehe [6] in den Literaturhinweisen) haben gezeigt, dass die mit diesen beiden Normen erhaltenen Ergebnisse vergleichbar sind. Die Ergebnisse von Lösemittelgemischen die halogenierte Kohlenwasserstoffe enthalten, müssen sehr vorsichtig und kritisch interpretiert werden, da solche Gemische anormale Ergebnisse zeigen können (siehe [7] in den Literaturhinweisen).

Flammpunkte sind keine physikalisch-chemischen Stoffkonstanten des zu untersuchenden Stoffes. Sie hängen ab von den Abmessungen der Prüfeinrichtung, den Bedingungen der benutzten Prüfeinrichtung und der Durchführung. Deshalb gilt der Flammpunkt streng genommen nur mit Bezug auf die jeweilige Norm. Verlässliche Korrelationen zwischen den Ergebnissen der unterschiedlichen Methoden oder Ergebnissen mit anderen als den nach Norm vorgeschriebenen Prüfeinrichtungen lassen sich nicht belegen.

WARNUNG: Bei der Anwendung dieser Internationalen Norm kann das Benutzen gefährlicher Substanzen und Ausrüstungen, sowie das Durchführen gefährlicher Tätigkeiten erforderlich werden. Diese Internationale Norm nimmt nicht für sich in Anspruch alle Sicherheitsprobleme, die bei ihrer Anwendung auftreten können, aufzuzeigen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Internationalen Norm entsprechende Sicherheitsmaßnahmen und Vorkehrungen zum Schutz der Gesundheit zu ergreifen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren fest, mit dem bestimmt werden kann, ob Beschichtungsstoffe (einschließlich wasserverdünnbare Beschichtungsstoffe), Bindemittel, Lösemittel, Mineralölprodukte und verwandte Erzeugnisse, so sie bei einer gewählten Prüftemperatur zwischen -30 °C und 300 °C nach festgelegtem Verfahren temperiert werden, bei dieser Temperatur genügend brennbare Dämpfe abgeben, um diese durch eine externe Prüf Flamme, betätigt nach festgelegtem Verfahren, zu entzünden. Diese Internationale Norm ist auch geeignet bei Fettsäuremethylestern (FAME) die Entscheidung 'Entzündbarkeit Ja/Nein' zu treffen, wenn der Detektor (siehe A.1.6) benutzt wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1513:1992, *Paints and varnishes — examination and preparation of samples for testing*.

ISO 3170:2004, *Petroleum liquids — Manual sampling*.

ISO 3171:1988, *Petroleum liquids — automatic pipeline sampling*.

ISO 3679:2004, *Paints, varnishes, petroleum and related products — Determination of flashpoint — Rapid equilibrium method*.

ISO 15528:2000, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Flammpunkt Ja/Nein-Verfahren

Prüfung, um bei vorgegebener, auf 101,3 kPa korrigierter Temperatur der Probe, nach vorgeschriebenem Verfahren, zu entscheiden, ob sich die Dämpfe der Probe nach Betätigen einer Prüfflamme sofort entzünden, und eine Flamme sich dann über die gesamte Oberfläche der Flüssigkeit ausbreitet

4 Kurzbeschreibung

Die vorgeschriebene Probemenge wird in den auf Prüftemperatur gehaltenen Tiegel gefüllt. Nach der vorgeschriebenen Zeit wird die Prüfflamme betätigt und beobachtet, ob eine Entzündung stattfindet oder nicht.

5 Chemikalien und Materialien

5.1 Lösemittel zum Reinigen

Ein geeignetes Lösemittel um Probereste aus dem Tiegel und vom Deckel zu entfernen.

ANMERKUNG Die Wahl des Lösemittels hängt vom zuvor geprüften Material und von der Oberflächenspannung der Rückstände ab. Aromatische (benzolfreie) Lösemittel mit niedrigem Dampfdruck können verwendet werden, um Spuren von Öl zu entfernen. Zum Entfernen gummiartige Rückstände können Lösemittelgemische wie Toluol-Aceton-Methanol geeignet sein.

5.2 Referenzmaterialien

In Anhang C ist eine Reihe zertifizierter Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) und sekundärer Referenzmaterialien (SWS, en: secondary working standards) beschrieben.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Allgemeines

Die Prüfeinrichtung einschließlich der Details des Tiegels und des Tiegeldeckels sowie Abmessungen und besondere Anforderungen sind in Anhang A beschrieben und in Bild A.1 bis Bild A.5 gezeigt. Die Prüfung auf Entzündbarkeit Ja/Nein über den gesamten Temperaturbereich von -30 °C bis 300 °C kann mehr als eine Prüfeinrichtung erfordern.

6.2 Spritzen

6.2.1 2-ml-Spritze, falls notwendig mit einer Kanüle versehen, um $2,00\text{ ml} \pm 0,05\text{ ml}$ zu dosieren. Die Spritze muss für den Einsatz in der Prüfeinrichtung bei Temperaturen bis einschließlich 100 °C geeignet sein. Werden Fettsäuremethylester vermessen, beträgt die Probemenge 2 ml, ungeachtet der Temperatur.

6.2.2 5-ml-Spritze, falls notwendig mit einer Kanüle versehen, um $4,00\text{ ml} \pm 0,05\text{ ml}$ zu dosieren. Die Spritze muss für den Einsatz in der Prüfeinrichtung bei Temperaturen über 100 °C geeignet sein. Eine 5-ml-Spritze wird nicht benötigt, wenn Fettsäuremethylester vermessen werden.

6.3 Barometer, Genauigkeit $0,1\text{ kPa}$. Barometer, deren Luftdruckangabe auf Normalnull korrigiert sind, sind nicht zu verwenden. (Derartige Barometer werden in meteorologischen Stationen und auf Flughäfen eingesetzt.)

6.4 Heizbad oder Wärmeschrank (optional), falls erforderlich werden die Proben damit erwärmt. Das Heizbad bzw. der Wärmeschrank muss die Temperatur auf $\pm 5\text{ K}$ regeln können. Wird ein Wärmeschrank verwendet, muss er eigensicher sein.

Es wird empfohlen, einen explosionsgeschützten Wärmeschrank zu verwenden.

6.5 Kühlbad oder Gefrierschrank (optional), falls erforderlich werden die Proben damit auf 10 K unterhalb der gewählten Prüftemperatur gekühlt. Das Kühlbad bzw. der Gefrierschrank müssen die Temperatur auf $\pm 5\text{ K}$ regeln können. Wird ein Gefrierschrank verwendet muss er explosionsgeschützt sein.

6.6 Zugschutz (optional), falls erforderlich kann Zugluft reduziert werden, indem hinten und an den beiden Seiten ein Zugschutz aufgestellt wird.

ANMERKUNG Ein Zugschutz mit folgenden Abmessungen ist geeignet: h : 350 mm, b : 480 mm, t : 240 mm.

6.7 Tiegeleinsatz (optional). Siehe Anhang D.

ANMERKUNG Für Proben, die sich nur schwer wieder entfernen lassen, kann ein dünner Metalleinsatz verwendet werden.

7 Aufstellen der Prüfeinrichtung

7.1 Allgemeines

Entsprechend der gewählten Prüftemperatur wird die geeignete Prüfeinrichtung ausgewählt. Wenn die Prüfung Entzündbarkeit Ja/Nein bei einer in Vorschriften oder Spezifikationen genannten Temperatur durchgeführt wird, muss die Prüftemperatur vor der Prüfung (siehe 11.2) auf den aktuellen Luftdruck korrigiert werden. Die Prüfeinrichtung ist entsprechend der Gebrauchsanweisung aufzustellen und zu betreiben. Die Anwendung des Tiegeleinsatzes (6.7) für möglicherweise klebende Proben ist in Anhang D beschrieben.