

DIN EN ISO 2592



ICS 75.080

Entwurf

Einsprüche bis 2016-04-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 2592:2002-09

**Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte –
Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes –
Verfahren mit offenem Tiegel nach Cleveland (ISO/DIS 2592:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 2592:2016**

Petroleum and related products –
Determination of flash and fire points –
Cleveland open cup method (ISO/DIS 2592:2016);
German and English version prEN ISO 2592:2016

Pétrole et produits connexes –
Détermination de l'éclair et de feu points –
Cleveland méthode vase ouvert (ISO/DIS 2592:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 2592:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-02-12 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 (Hausanschrift: Überseering 40, 22297 Hamburg).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2592:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-84 AA „Gemeinschaftsausschuss NA 062-06-42 AA/NA 062-06-61 AA“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 2592 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

IEC 60751	siehe DIN EN 60751
ISO 2719	siehe DIN EN ISO 2719
ISO 3170	siehe DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe DIN EN ISO 3171
ISO 4259	siehe DIN EN ISO 4259
ISO 9038	siehe DIN EN ISO 9038

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 2592:2002-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergänzung des Anhangs D zu einem alternativen Verfahren der Handhabung von Produkten, die eine Haut bilden;
- b) Überarbeitung der Anforderungen an die Temperaturmesseinrichtung in Anhang B;
- c) Änderung der Vergleichbarkeit des Flammpunktes von 17 °C auf 18 °C zur Angleichung an ASTM D92 auf der Grundlage von aktuellen Werten für die Präzision;
- d) Aufnahme eines Verfahrens zur Bestimmung eines annähernden Flammpunktes einer Probe mit unbekanntem erwartetem Flammpunkt zur Angleichung an ASTM D92.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 60751, *Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren*

DIN EN ISO 2719, *Bestimmung des Flammpunktes — Verfahren nach Pensky-Martens mit geschlossenem Tiegel*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

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

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 9038, *Bestimmung der Weiterbrennbarkeit von Flüssigkeiten*

— Leerseite —

Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte — Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes — Verfahren mit offenem Tiegel nach Cleveland (ISO/DIS 2592:2016)

Pétrole et produits connexes — Détermination de l'éclair et de feu points — Cleveland méthode vase ouvert (ISO/DIS 2592:2016)

Petroleum and related products — Determination of flash and fire points — Cleveland open cup method (ISO/DIS 2592:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien und Materialien	6
6 Prüfeinrichtung	7
7 Aufbau der Prüfeinrichtung	7
7.1 Aufstellen der Prüfeinrichtung	7
7.2 Reinigung des Prüftiegels	7
7.3 Vorbehandlung des Prüftiegels	7
7.4 Zusammenbau der Prüfeinrichtung	8
7.5 Verifizierung der Prüfeinrichtung	8
8 Probenahme	8
9 Handhabung der Proben	9
9.1 Probenahme für die Bestimmung	9
9.2 Proben, die nicht gelöstes Wasser enthalten	9
9.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind	9
9.4 Proben, die bei Umgebungstemperatur pastenförmig oder fest sind	9
10 Durchführung der Flammpunktbestimmung	9
11 Durchführung der Brennpunktbestimmung	11
12 Berechnung	11
13 Angabe der Ergebnisse	11
14 Präzision	12
14.1 Allgemeines	12
14.2 Wiederholbarkeit, r	12
14.3 Vergleichbarkeit, R	12
15 Prüfbericht	12
Anhang A (normativ) Prüfeinrichtung mit offenem Tiegel nach Cleveland	13
A.1 Prüftiegel	13
A.2 Heizplatte	14
A.3 Zündvorrichtung	14
A.4 Heizvorrichtung	14
A.5 Halterung für die Temperaturmesseinrichtung	14
A.6 Halterung für die Heizplatte	14
A.7 Vorrichtung zum Löschen der Flammen (optional)	15
Anhang B (normativ) Beschreibung der Temperaturmesseinrichtung	16
Anhang C (informativ) Verifizierung der Prüfeinrichtung	17
C.1 Allgemeines	17
C.2 Referenzmaterialien für die Verifizierung	17
C.3 Verfahren	17

C.4	Bewertung der Prüfergebnisse	18
C.4.1	Vergleich.....	18
C.4.2	Übereinstimmung	19
Anhang D (informativ) Vermeidung der Hautbildung bei der Prüfung von Bitumen und		
	Asphalten.....	20
D.1	Einleitung	20
D.2	Materialien.....	20
D.3	Vorbereitung der Prüfeinrichtung.....	20
D.4	Verfahren.....	20
D.5	Präzision und systematische Abweichung.....	20
D.5.1	Allgemeines	20
D.5.2	Relative systematische Abweichung	21
	Literaturhinweise.....	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2592:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 2592:2001 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 2592:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 2592:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“ (genauer WG 9) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“, dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ und dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“.

Diese zweite Ausgabe ersetzt ISO 2592:2000, die technisch überarbeitet und an ASTM D92 angepasst wurde.

Die wesentlichen technischen Änderungen sind:

- a) Ergänzung des Anhangs D zu einem alternativen Verfahren der Handhabung von Produkten, die eine Haut bilden;
- b) Überarbeitung der Anforderungen an die Temperaturmesseinrichtung in Anhang B;
- c) Änderung der Vergleichbarkeit des Flammpunktes von 17 °C auf 18 °C zur Angleichung an ASTM D92 auf der Grundlage von aktuellen Werten für die Präzision;
- d) Aufnahme eines Verfahrens zur Bestimmung eines annähernden Flammpunktes einer Probe mit unbekanntem erwartetem Flammpunkt zur Angleichung an ASTM D92.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Flammpunktes und des Brennpunktes von Mineralölprodukten unter Verwendung einer Prüfeinrichtung mit offenem Tiegel nach Cleveland fest. Sie gilt für Mineralölprodukte, deren Flammpunkte im offenen Tiegel zwischen 79 °C und 400 °C liegen, mit Ausnahme von Heizöl, die üblicherweise nach dem Verfahren im geschlossenen Tiegel nach ISO 2719 [5] geprüft werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

**3.1
Flammpunkt**
niedrigste Temperatur der Probe, korrigiert auf den atmosphärischen Normaldruck von 101,3 kPa, bei der unter definierten Prüfbedingungen die Dampfphase der Probe durch die Prüf Flamme entzündet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe 10.10.

**3.2
Brennpunkt**
niedrigste Temperatur der Probe, korrigiert auf einen Luftdruck von 101,3 kPa, bei der unter definierten Prüfbedingungen die Dampfphase der Probe durch die Prüf Flamme entzündet wird und für mindestens 5 s weiterbrennt

4 Kurzbeschreibung

Der Prüftiegel wird mit der Probe bis zu einer bestimmten Füllhöhe gefüllt. Die Temperatur der Probe darf zunächst schnell (5 °C/min bis 17 °C/min) und anschließend gleichbleibend langsam (5 °C/min bis 6 °C/min) erhöht werden, wenn der Flammpunkt erreicht ist. In festgelegten Temperaturintervallen wird eine kleine Prüf Flamme über den Prüftiegel geschwenkt.

Die niedrigste Temperatur, bei der die Prüf Flamme die Dampfphase über der Oberfläche der Flüssigkeit entzündet, wird als Flammpunkt bei Umgebungsluftdruck angesehen. Um den Brennpunkt zu bestimmen, wird die Prüfung fortgesetzt, bis die Dampfphase über der Probe durch die Prüf Flamme entzündet wird und mindestens 5 s lang brennt. Der bei Umgebungsluftdruck ermittelte Flammpunkt und Brennpunkt werden mithilfe einer Gleichung auf atmosphärischen Normaldruck korrigiert.

5 Chemikalien und Materialien

5.1 Reinigungs-Lösemittel, um Probenreste aus dem Tiegel und vom Deckel zu entfernen.

ANMERKUNG Die Wahl des Lösemittels hängt von dem zuvor untersuchten Material und der Löslichkeit der Rückstände ab. Aromatische Lösemittel (benzolfrei) mit niedrigem Dampfdruck dürfen benutzt werden um ölige Rückstände zu entfernen; Lösemittelgemische können bei der Entfernung von Harz-Rückständen wirksam sein.

5.2 Referenzflüssigkeiten, zertifiziertes Referenzmaterial (CRM, en: certified reference material) oder sekundäre Referenzmaterialien (SWS, en: secondary working standards); siehe z. B. C.2.

5.3 Stahlwolle, jeder Feinheitsgrad, der zur Entfernung von Rußrückständen geeignet ist, ohne den Prüftiegel zu beschädigen.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Prüfeinrichtung nach Cleveland mit offenem Tiegel, wie in Anhang A festgelegt.

Wenn automatisierte Geräte eingesetzt werden, muss sichergestellt werden, dass nachgewiesen wurde, dass die erhaltenen Ergebnisse innerhalb der Präzision dieser Internationalen Norm liegen, dass der Prüftiegel und die Zündvorrichtung den wichtigsten in Anhang A festgelegten Abmessungen und mechanischen Anforderungen entsprechen und dass die in den Abschnitten 7, 10 und 11 beschriebenen Verfahren eingehalten werden. Wenn automatisierte Prüfgeräte verwendet werden, muss der Benutzer sicherstellen, dass alle Herstelleranweisungen bezüglich der Justierung und des Betriebes der Einrichtung befolgt werden.

Bei Zweifeln muss der manuell bestimmte Flammpunkt als Schiedsprüfung angesehen werden.

6.2 Schutzvorrichtung, die mindestens drei Seiten des Tiegels umfasst. Einige Prüfeinrichtungen können bereits über einen integrierten Windschutz verfügen.

6.3 Temperaturmesseinrichtung, muss den in Anhang B festgelegten Anforderungen an die Genauigkeit entsprechen und das Ansprechverhalten aufweisen.

6.4 Barometer, das den absoluten Druck mit einer Messunsicherheit von 0,5 kPa und einer Auflösung von 0,1 kPa anzeigt. Barometer, deren Messwerte auf Normalnull korrigiert wurden, beispielsweise solche, die in meteorologischen Stationen und auf Flughäfen eingesetzt werden, dürfen nicht verwendet werden.

7 Aufbau der Prüfeinrichtung

7.1 Aufstellen der Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung (siehe 6.1) wird auf einer ebenen, stabilen Fläche in einem zugfreien Raum aufgestellt (siehe nachstehende Angaben). Der obere Teil der manuellen Prüfeinrichtung wird mit geeigneten Mitteln vor starkem Lichteinfall geschützt, um die Feststellung des Flammpunktes ermöglichen.

Wenn Zugluft nicht verhindert werden kann, wird als bewährte Verfahrensweise das Anbringen einer Schutzvorrichtung um die Prüfeinrichtung herum empfohlen.

Wenn Proben untersucht werden, die giftige Dämpfe entwickeln, darf die Prüfeinrichtung in einem Abzug mit regulierbarem Abluftvolumenstrom aufgestellt werden, der so eingestellt wird, dass die Dämpfe abgeführt werden, ohne dabei Luftströmungen über dem Prüftiegel zu verursachen.

7.2 Reinigung des Prüftiegels

Der Prüftiegel wird mit einem geeigneten Lösemittel (5.1) gereinigt, um alle Harzreste oder sonstigen Rückstände von zuvor durchgeführten Prüfungen zu entfernen. Der Prüftiegel wird mithilfe eines sauberen Luftstroms getrocknet, um die vollständige Entfernung des verwendeten Lösemittels sicherzustellen. Wenn Rußrückstände vorhanden sind, werden diese mithilfe von Stahlwolle (5.3) entfernt.

7.3 Vorbehandlung des Prüftiegels

7.3.1 Wenn das alternative Verfahren, auf das in 10.1 verwiesen wird, angewendet wird, müssen die Anweisungen in Anhang D befolgt werden.

7.3.2 Vor dem Einsatz muss der Prüftiegel auf mindestens 56 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes gekühlt werden.

7.4 Zusammenbau der Prüfeinrichtung

Das Flüssigkeitsthermometer wird in senkrechter Ausrichtung so positioniert, dass sich die Unterkante des Thermometergefäßes ($6,4 \pm 0,2$) mm über dem Boden des Prüftiegels befindet; das Thermometer muss sich dabei an einem Punkt zwischen Mittelpunkt und Seitenwand des Prüftiegels auf einem Durchmesser befinden, der senkrecht zu dem Bogen (oder zu der Geraden), den die Prüf Flamme beschreibt, ausgerichtet ist. Ferner muss sich das Thermometer auf der Seite gegenüber der Zündvorrichtung befinden. Es ist nicht erforderlich, die Ausrichtung elektronischer Temperaturmesseinrichtungen auf die senkrechte Ausrichtung zu beschränken, sofern ihre Leistung den Anforderungen des Prüfverfahrens entspricht.

Die senkrechte Ausrichtung der Temperaturmesseinrichtung darf festgelegt werden, indem sie so lange abgesenkt wird, bis sie den Boden des Prüftiegels berührt und daraufhin wieder ($6,4 \pm 0,2$) mm angehoben wird.

7.5 Verifizierung der Prüfeinrichtung

7.5.1 Das korrekte Funktionieren der Prüfeinrichtung muss mindestens einmal im Jahr verifiziert werden, indem ein zertifiziertes Referenzmaterial (CRM, 5.2) geprüft wird. Das ermittelte Ergebnis muss gleich oder kleiner $R/\sqrt{2}$ des zertifizierten Wertes des CRM sein; dabei ist R die Vergleichbarkeit des Verfahrens (siehe Abschnitt 14).

Es wird empfohlen, den ermittelten Flammpunkt während der Verifizierung einer automatisierten Prüfeinrichtung durch Sichtprüfung auf ordnungsgemäßes Funktionieren zu überwachen.

Es wird empfohlen, die Verifizierungsprüfungen häufiger und unter Verwendung sekundärer Referenzmaterialien (SWS, en: secondary working standards), (5.2) oder anderer Referenzmaterialien mit einem belegten Wert durchzuführen.

Anhang C beschreibt ein empfohlenes Verfahren zur Verifizierung der Prüfeinrichtung mithilfe von CRM und SWS sowie zur Herstellung der SWS.

7.5.2 Die Zahlenwerte, die während der Verifizierungsprüfung erhalten werden, dürfen weder zur Bestimmung systematischer Abweichungen noch zur Korrektur der anschließend mit der Prüfeinrichtung bestimmten Flammpunkte benutzt werden.

7.5.3 Eine bewährte Verfahrensweise besteht in der Auswahl eines CRM oder SWS, dessen zertifizierter Wert dem Flammpunkt der geprüften Produkte sehr nahe kommt.

8 Probenahme

8.1 Wenn nicht anders festgelegt, werden die Proben für die Analyse in Übereinstimmung mit den beschriebenen Verfahren in ISO 3170, ISO 3171 oder einer ähnlichen nationalen Norm erhalten.

8.2 Die Proben werden in dicht verschlossene Behälter, die für das Material der Probe geeignet sind, aufbewahrt. Aus Sicherheitsgründen muss sichergestellt werden, dass der Probenbehälter nur zu 85 % bis 95 % seines Fassungsvermögens gefüllt ist.

8.3 Die Proben werden unter Bedingungen gelagert, in denen die Verdampfungsverluste und der Druckanstieg auf ein Mindestmaß reduziert bleiben. Lagertemperaturen von mehr als 30 °C müssen vermieden werden.

9 Handhabung der Proben

9.1 Probenahme für die Bestimmung

Die Probenahme für die Bestimmung wird bei einer Temperatur von mindestens 56 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes durchgeführt. Wenn vor der Prüfung eine Teilprobe der ursprünglichen Probe gelagert werden soll, muss sichergestellt werden, dass der Behälter zu mehr als 50 % seines Fassungsvermögens gefüllt ist.

ANMERKUNG Die Ergebnisse der Flammpunktbestimmungen können beeinflusst werden, wenn das Probenvolumen unter 50 % des Fassungsvermögens des Behälters sinkt.

9.2 Proben, die nicht gelöstes Wasser enthalten

Die Ergebnisse der Flammpunkte können durch vorhandenes Wasser beeinflusst werden; wenn eine Probe nicht gelöstes Wasser enthält, muss vor dem Mischen eine wasserfreie Teilprobe dekantiert werden.

ANMERKUNG Die Ergebnisse der Flamm- und Brennpunkte können durch das Vorhandensein von Wasser beeinflusst werden und Spritzen kann auftreten.

9.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind

Die Proben werden durch vorsichtiges Schütteln von Hand durchmischt, bevor die Prüfmenge entnommen wird; dabei muss darauf geachtet werden, dass der Verlust der flüchtigen Bestandteile auf ein Mindestmaß beschränkt bleibt. Im Anschluss wird nach Abschnitt 10 fortgefahren.

9.4 Proben, die bei Umgebungstemperatur pastenförmig oder fest sind

Die Probe wird in ihrem Behälter in einem Heizbad oder Ofen erwärmt, dessen Temperatur 56 °C unter dem erwarteten Flammpunkt liegt. Es muss sichergestellt werden, dass sich in dem Behälter kein hoher Druck aufbaut. Ein Überhitzen der Probe muss vermieden werden, da dadurch flüchtige Bestandteile entweichen könnten. Nach vorsichtigem Schütteln wird nach Abschnitt 10 fortgefahren.

10 Durchführung der Flammpunktbestimmung

10.1 Proben, die während der Prüfung eine Haut bilden können, dürfen geprüft werden, nachdem die gebildete Haut wie in 10.6 beschrieben entfernt wurde. In Anhang D ist ein alternatives Verfahren angegeben.

10.2 Der absolute Luftdruck wird zum Zeitpunkt der Prüfung mithilfe eines Barometers (6.4) in der Nähe der Prüfeinrichtung festgehalten.

ANMERKUNG Es wird nicht als notwendig angesehen, den Anzeigewert des Luftdrucks auf 0 °C zu korrigieren, obwohl einige Barometer so ausgelegt sind, diese Korrektur automatisch vorzunehmen.

10.3 Der Prüftiegel wird bei Umgebungstemperatur oder erhöhter Temperatur (9.4) gefüllt, so dass sich die Oberkante des Meniskus auf einer Linie mit der Füllmarke befindet. Der Prüftiegel wird in die Mitte der Heizplatte gestellt. Wenn zu viel von der Probe in den Prüftiegel gefüllt wurde, muss der Überschuss mit einer Pipette oder einem anderen geeigneten Gerät entfernt werden; wenn jedoch Teile der Probe an die Außenfläche der Prüfeinrichtung gelangen, muss diese geleert, gereinigt und erneut gefüllt werden. Luftblasen oder Schaum auf der Probenoberfläche müssen zerstört oder entfernt werden, wobei der geforderte Füllgrad der Probe im Prüftiegel erhalten bleiben muss. Wenn auch in den letzten Phasen der Prüfung Schaum vorhanden ist, muss das Ergebnis verworfen werden.

10.4 Die Prüf Flamme wird angezündet und auf einen Durchmesser zwischen 3,2 mm und 4,8 mm eingestellt.

10.4.1 Aus Sicherheitsgründen wird dringend empfohlen, bei der Verwendung einer automatisierten oder manuellen Prüfeinrichtung vor der Erwärmung des Prüftiegels und der Probe die Prüf Flamme über die Probe in dem Prüftiegel zu führen, um zu überprüfen, ob unerwartetes flüchtiges Material vorhanden ist. Ferner wird empfohlen, anschließend in Schritten von 10 °C auf Aufflammen zu prüfen, bis die Temperatur der Probe vor dem erwarteten Flamm punkt innerhalb von 56 °C liegt.

10.5 Zu Beginn erfolgt die Erwärmung so, dass die Geschwindigkeit des Temperaturanstieges der Probe 5 °C/min bis 17 °C/min beträgt. Wenn die Probe eine Temperatur von etwa 56 °C unterhalb des erwarteten Flamm punktes erreicht hat, wird die Wärme verringert, so dass die Geschwindigkeit des Temperaturanstieges bei den letzten 28 °C vor dem erwarteten Flamm punkt 5 °C/min bis 6 °C/min beträgt.

10.6 Eine Verwirbelung der Dampfphase im Prüftiegel durch unachtsame Bewegungen oder durch Atmen in der Nähe des Prüftiegels muss vermieden werden (siehe 7.1).

10.7 Die Prüf flamme wird angewendet, wenn die Temperatur der Probe 28 °C unter dem erwarteten Flamm punkt liegt. Die Prüf flamme wird innerhalb von $(1 \pm 0,1)$ s mit einer weichen, durchgehenden Bewegung in eine Richtung angewendet; dabei wird sie über die Mitte des Prüftiegels geführt, im rechten Winkel zu dem Durchmesser, der durch das Thermometer verläuft, entweder in einer geraden Linie oder entlang des Umfangs eines Kreises, dessen Radius mindestens 150 mm beträgt. Der Mittelpunkt der Prüf flamme muss sich auf einer waagerechten Ebene, nicht mehr als 2 mm über der Ebene des oberen Randes des Prüftiegels, bewegen. Bei der nächsten Anwendung der Prüf flamme wird sie in die entgegengesetzte Richtung geführt.

ANMERKUNG Einige automatisierte Prüfeinrichtungen führen die Prüf flamme nur in eine Richtung.

10.8 Wenn bei dieser Anwendung der Prüf flamme oder während der vorausgehenden Anwendung (10.4.1) ein Aufflammen festgestellt wird, muss die Prüfung unterbrochen und mit einer neuen Probe mit einem erwarteten Flamm punkt von mindestens 28 °C unter dem vorherigen Prüf wert wiederholt werden.

10.8.1 Wenn sich auf der Oberfläche der Probe eine Haut bildet, muss diese mit einem Spatel oder Kamm vorsichtig zur Seite gezogen und die Bestimmung fortgesetzt werden.

10.8.2 Wenn kein Aufflammen festgestellt wurde, wird die Prüf flamme anschließend immer bei einer Temperatur, die ein Vielfaches von 2 °C ist, weiter angewendet.

ANMERKUNG Es wurden höhere Flamm punkte ermittelt, wenn es auf den Oberflächen der Proben zur Bildung einer Haut kam, die nicht entfernt wurde.

10.9 Bei der Prüfung einer Probe, deren erwartete Flamm punkt-Temperatur unbekannt ist, darf die Probe in dem Prüftiegel auf höchstens 50 °C erwärmt werden; oder wenn eine Erwärmung der Probe erforderlich war, um sie in den Prüftiegel zu füllen, muss die Probe in dem Prüftiegel auf diese Temperatur erwärmt werden. Die Prüf flamme muss in der in 10.7 beschriebenen Weise angewendet werden, beginnend bei mindestens 5 °C über der Ausgangstemperatur. Die Probe wird mit 5 °C/min bis 6 °C/min weiter erwärmt und alle 2 °C, wie in 10.7 beschrieben, geprüft, bis der Flamm punkt erreicht ist.

ANMERKUNG Ergebnisse für Flamm punkte, die mit einem unbekannten Flamm punkt bestimmt wurden, sollten als Näherungswerte angesehen werden. Dieser Wert kann als erwarteter Flamm punkt genutzt werden, wenn eine neue Probe im Normalbetrieb geprüft wird.

10.10 Als ermittelter Flamm punkt wird die Temperatur der Probe aufgezeichnet, die das Thermometer zu dem Zeitpunkt anzeigt, an dem die Prüf flamme die Dampfphase der Probe unter den festgelegten Prüf bedingungen an einer beliebigen Stelle der Oberfläche der Probe entzündet und sich eine große Flamme über die Flüssigkeitsoberfläche ausbreitet.

Der Flamm punkt darf nicht mit der bläulichen Aureole verwechselt werden, die die Prüf flamme manchmal umgibt.