

DIN EN ISO 2719

ICS 75.080; 75.100

Einsprüche bis 2015-08-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 2719:2003-09

Entwurf

**Bestimmung des Flammpunktes –
Verfahren nach Pensky-Martens mit geschlossenem Tiegel
(ISO/DIS 2719:2015);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 2719:2015**

Determination of flash point –
Pensky-Martens closed cup method (ISO/DIS 2719:2015);
German and English version prEN ISO 2719:2015

Détermination du point d'éclair –
Méthode Pensky-Martens en vase clos (ISO/DIS 2719:2015);
Version allemande et anglaise prEN ISO 2719:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-06-19 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 58 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2719:2015) 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 (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-84 AA „Mineralölerzeugnisse, Schmierstoffe und verwandte Produkte“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 2719 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:

ISO 1513	siehe DIN EN ISO 1513
ISO 1523	siehe DIN EN ISO 1523
ISO 2592	siehe DIN EN ISO 2592
ISO 3170	siehe DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe DIN EN ISO 3171
ISO 3679	siehe DIN EN ISO 3679
ISO 4259	siehe DIN EN ISO 4259
ISO 13736	siehe DIN EN ISO 13736
ISO 15528	siehe DIN EN ISO 15528

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 2719:2003-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einführung von Verfahren C für FAME-Produkte;
- b) Überarbeitung der Anforderungen an Temperaturmessgeräte, die Alternativen zu quecksilberhaltigen Thermometern zulassen;
- c) Streichung des ursprünglichen Anhangs D zum Adapter für Niedrigtemperatur-Thermometer;
- d) Überarbeitung der Verfahren zur Probenahme und Probenhandhabung;
- e) für nach dem 1. Januar 2017 hergestellte automatisierte Prüfeinrichtungen Aufnahme einer Vorrichtung zur automatischen Verteilung eines inerten Gases oder Dampfes über dem Tiegel im Fall eines Tiegelbrandes.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1513, *Beschichtungsstoffe — Prüfung und Vorbereitung von Proben*

DIN EN ISO 1523, *Bestimmung des Flammpunktes — Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel*

DIN EN ISO 2592, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes — Verfahren mit offenem Tiegel nach Cleveland*

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

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

DIN EN ISO 3679, *Bestimmung des Flammpunktes mit dem Ja/Nein-Verfahren — Nach dem schnellen Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel*

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

DIN EN ISO 13736, *Bestimmung des Flammpunktes — Verfahren mit geschlossenem Tiegel nach Abel*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

— Leerseite —

Bestimmung des Flammpunktes — Verfahren nach Pensky-Martens mit geschlossenen Tiegeln (ISO/DIS 2719:2015)

Détermination du point d'éclair — Méthode Pensky-Martens en vase clos (ISO/DIS 2719:2015)

Determination of flash point — Pensky-Martens closed cup method (ISO/DIS 2719:2015)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien und Materialien	7
6 Prüfeinrichtung	7
7 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Standort der Flammpunktprüfeinrichtung	8
7.3 Reinigen des Tiegels	8
7.4 Prüfeinrichtung	8
7.5 Verifizierung der Prüfeinrichtung.....	8
8 Probenahme	9
9 Umgang mit Proben.....	9
9.1 Mineralölerzeugnisse	9
9.1.1 Entnahme von Teilproben.....	9
9.1.2 Proben, die ungelöstes Wasser enthalten	9
9.1.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind	10
9.1.4 Proben, die bei Umgebungstemperatur sehr viskos, halbfest oder fest sind.....	10
9.2 Beschichtungsstoffe	10
10 Durchführung	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Verfahren A.....	11
10.3 Verfahren B.....	12
10.4 Verfahren C.....	12
11 Berechnung	13
11.1 Umrechnung des abgelesenen Luftdrucks	13
11.2 Korrektur des beobachteten Flammpunktes auf Norm(luft)druck	13
12 Angabe der Ergebnisse.....	14
13 Präzision	14
13.1 Allgemeines	14
13.2 Wiederholbarkeit r	14
13.3 Vergleichbarkeit R	15
14 Prüfbericht.....	16
Anhang A (informativ) Verifizierung der Prüfeinrichtung.....	17
A.1 Allgemeines	17
A.2 Standards für die Verifizierungsprüfung.....	17
A.3 Durchführung	17
A.4 Auswertung des Prüfergebnisses.....	18
A.4.1 Allgemeines	18

A.4.2	Einfachbestimmung	18
A.4.3	Mehrfachbestimmungen	19
A.4.4	Konformität der Prüfung	19
A.4.5	Nichtkonformität der Prüfung	19
A.4.6	Fehlersuche	19
Anhang B (normativ) Prüfeinrichtung nach Pensky-Martens mit geschlossenem Tiegel		20
B.1	Allgemeines	20
B.2	Flammpunkttiegel	22
B.3	Deckeleinheit	22
B.4	Heizkammer und Deckplatte	25
Anhang C (normativ) Spezifikation von Temperaturmessgeräten		26
C.1	Elektronisch	26
C.2	Flüssigkeitsthermometer	26
Literaturhinweise		28

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2719:2015) 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 2719:2002 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 2719:2015 wurde vom CEN als prEN ISO 2719:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Flammpunktwerte werden für den Transport, die Lagerung, den Umgang und für Sicherheitsvorschriften, sowie als Klassifizierungsmerkmal verwendet, um „entflammbare“ und „brennbare“ Materialien zu definieren. Genaue Definitionen der Klassen finden sich in den jeweiligen Vorschriften.

Der Flammpunktwert kann das Vorhandensein von leichtflüchtigen Komponenten in vergleichsweise schwerflüchtigen oder nichtentflammbaren Materialien anzeigen. Die Flammpunktbestimmung kann so ein erster Schritt zur weiteren Untersuchung der Zusammensetzung unbekannter Materialien sein.

Die Durchführung von Flammpunktbestimmungen an potentiell instabilen, zersetzbaren Materialien oder an Explosivstoffen ist ungeeignet, es sei denn, es wurde vorher festgestellt, dass sie sich weder zersetzen, noch explodieren oder andere negative Folgen zu erwarten sind, wenn die erforderliche Menge eines solchen Materials in Kontakt mit den metallischen Bauteilen der Flammpunktprüfeinrichtung auf den für das Bestimmungsverfahren notwendigen Temperaturbereich erhitzt wird.

Flammpunktwerte sind keine konstante physikalisch-chemische Eigenschaft des zu untersuchenden Materials. Sie sind abhängig von der Auslegung und dem Zustand der angewendeten Prüfeinrichtung und von dem durchgeführten Arbeitsablauf. Der Flammpunkt kann deshalb nur in Bezug auf ein genormtes Prüfverfahren angegeben werden. Es kann keine allgemeingültige Korrelation zwischen Ergebnissen sichergestellt werden, die nach unterschiedlichen Prüfverfahren oder mit Prüfeinrichtungen erhalten wurden, die sich von den festgelegten unterscheiden.

ISO/TR 29662 [1] (CEN/TR 15138 [2]) enthält nützliche Hinweise zur Durchführung von Flammpunktbestimmungen und zur Auswertung von deren Ergebnissen.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Europäische Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen in Hinblick auf den Arbeitsschutz einzuleiten und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt drei Verfahren, A, B und C, um mit Hilfe der Prüfeinrichtung mit geschlossenem Tiegel nach Pensky-Martens den Flammpunkt von brennbaren Flüssigkeiten, von Flüssigkeiten, die suspendierte Feststoffe enthalten, von Flüssigkeiten, die dazu neigen unter den Prüfbedingungen einen Oberflächenfilm auszubilden, von Biodiesel und von anderen Flüssigkeiten im Temperaturbereich von 40 °C bis 370 °C zu bestimmen.

ACHTUNG — Bei bestimmten Gemischen wird kein Flammpunkt, wie definiert, beobachtet; stattdessen können eine Vergrößerung der Prüf Flamme (kein Halo-Effekt) und eine Änderung der Farbe der Prüf Flamme von blau zu gelb-orange auftreten. Ein fortgesetztes Erhitzen kann zu einem erheblichen Verbrennen von Dämpfen außerhalb des Tiegels führen und eine potentielle Brandgefährdung darstellen.

ANMERKUNG 1 Obwohl Kerosine fachlich betrachtet mit einem Flammpunkt über 40 °C nach dieser Internationalen Norm geprüft werden können, ist es gängige Praxis, Kerosine nach ISO 13736 [3] zu prüfen. In ähnlicher Weise werden Schmieröle üblicherweise nach ISO 2592 [4] geprüft.

Verfahren A gilt für Destillatkraftstoffe (Diesel, Biodieselmischungen, Heizöl und Fluggastturbinenkraftstoff), neue und in Gebrauch befindliche Schmieröle, Beschichtungsmittel und andere homogene Flüssigkeiten, die nicht in den Anwendungsbereich von Verfahren B oder C fallen.

Verfahren B gilt für Rückstandsheizöle, Verschnittrückstände, gebrauchte Schmieröle, Gemische aus Flüssigkeiten mit Feststoffen, Flüssigkeiten, die dazu neigen, unter Prüfbedingungen einen Oberflächenfilm zu bilden, oder die eine derartige kinematische Viskosität aufweisen, dass sie unter den Bedingungen zu Verfahren A bezüglich des Rührens und Erhitzens nicht gleichmäßig erwärmt werden.

Verfahren C gilt für Fettsäuremethylester (FAME), wie sie in Spezifikationen, wie z. B. EN 14214 [5] oder ASTM D 6751 [6] festgelegt sind.

Diese Internationale Norm gilt nicht für Beschichtungsmittel auf Wasserbasis.

ANMERKUNG 2 Beschichtungsmittel auf Wasserbasis können nach ISO 3679 [7] geprüft werden. Flüssigkeiten, die Spuren leichtflüchtiger Materialien enthalten, können nach ISO 1523 [8] oder ISO 3679 geprüft werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Vorschriften, die aufgrund von Verweisen im nachfolgenden Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Zusätzliche Anhänge zu den datierten Normen oder überarbeitete Ausgaben der datierten Normen gelten nicht. Von dieser Internationalen Norm betroffene Parteien sind jedoch gehalten, zu prüfen, ob die neueste Ausgabe der nachfolgend aufgeführten Normen anwendbar ist. Bei nicht datierten Verweisen gilt die jeweils aktuelle Ausgabe. IEC und ISO führen Verzeichnisse gültiger Normen.

ISO 1513, *Paints and varnishes — Examination and preparation of samples for testing*

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Flammpunkt

niedrigste Temperatur der Prüfmenge, korrigiert auf einen Luftdruck von 101,3 kPa, bei der unter den festgelegten Prüfbedingungen die Anwendung einer Zündquelle dazu führt, dass sich die Dämpfe der Prüfmenge entzünden und die Flamme sich über die Oberfläche der Flüssigkeit ausbreitet

4 Kurzbeschreibung

Die Prüfmenge wird in den Tiegel der Pensky-Martens-Prüfeinrichtung gefüllt und so erwärmt, dass sich unter ständigem Rühren ein konstanter Temperaturanstieg ergibt. Eine Zündquelle wird in regelmäßigen Temperaturintervallen durch eine Öffnung im Tiegeldeckel abgesenkt, wobei gleichzeitig das Rühren unterbrochen wird. Die niedrigste Temperatur, bei der die Anwendung der Zündquelle die Dampfphase über der Prüfmenge entzündet und sich eine Flamme über die Oberfläche der Flüssigkeit ausbreitet, wird als Flammpunkt beim absoluten Luftdruck aufgezeichnet. Diese Temperatur wird unter Anwendung der festgelegten Gleichung auf Normdruck korrigiert.

5 Chemikalien und Materialien

5.1 Reinigungslösemittel, um Spuren der Probe aus dem Tiegel und vom Deckel zu entfernen.

Die Wahl des Lösemittels hängt von dem zuvor untersuchten Material und der Zähigkeit der Rückstände ab. Schwerflüchtige aromatische Lösemittel (benzolfrei) dürfen verwendet werden, um Spuren von Öl zu entfernen; Lösemittelgemische, wie z. B. Toluol-Aceton-Methanol, können beim Entfernen gummiartiger Ablagerungen wirksam sein.

5.2 Flüssigkeiten für die Verifizierung, siehe Anhang A.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Flammpunktprüfeinrichtung, wie in Anhang B beschrieben.

Werden automatisierte Prüfeinrichtungen eingesetzt, ist sicherzustellen, dass der Tiegel und die Deckeleinheit den in Anhang B festgelegten Hauptabmessungen entsprechen und dass das in Abschnitt 10 beschriebene Verfahren eingehalten wird. Der Anwender muss sicherstellen, dass alle Anweisungen des Herstellers bezüglich Einstellen und Betrieb des Messgerätes befolgt werden.

ANMERKUNG Unter bestimmten Bedingungen können bei Anwendung elektrischer Zündquellen andere Ergebnisse erhalten werden als bei der Verwendung einer Flamme als Zündquelle.

In Streitfällen ist, sofern nicht ausdrücklich anders vereinbart, der mit einer Flamme als Zündquelle bestimmte Flammpunkt als Schiedsprüfung anzusehen.

6.2 Temperaturmessgerät, das die in Anhang C festgelegten Anforderungen an die Genauigkeit erfüllt und das entsprechende Ansprechverhalten aufweist.

Die Öffnung in der Deckeleinheit und die zum Befestigen des Temperaturmessgerätes erforderliche Anpassung dürfen modifiziert werden, um das eingesetzte Temperaturmessgerät genau anzupassen.

6.3 Barometer, Anzeige des absoluten Drucks, mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5$ kPa und einer Auflösung von 0,1 kPa.

Barometer, deren Luftdruckanzeigen auf Normalnull vorkorrigiert sind, wie z. B. in meteorologischen Stationen und auf Flughäfen eingesetzte Barometer, dürfen nicht verwendet werden.

ANMERKUNG Einige automatisierte Prüfeinrichtungen umfassen ein integriertes Barometer, das den absoluten Luftdruck automatisch misst und aufzeichnet sowie die erforderlichen Korrekturen an dem ermittelten Flammpunkt vornimmt.

6.4 Heizbad oder Wärmeschrank, fähig die Temperatur auf ± 5 °C zu regeln, zum Erwärmen der Probe, sofern erforderlich.

Der Wärmeschrank muss mit einer Lüftung ausgestattet und so gebaut sein, dass keine entflammbaren Dämpfe, die sich beim Erwärmen der Proben bilden können, entzündet werden.

Es wird eine explosionsgeschützte Ausführung des Wärmeschanks empfohlen.

7 Vorbereitung der Prüfeinrichtung

7.1 Allgemeines

In Bezug auf die korrekte Einstellung, Kalibrierung, Verifizierung (7.5) und den Betrieb der Prüfeinrichtung, einschließlich des integrierten Barometers (sofern vorhanden) und des Temperaturmessgerätes (siehe Anhang C), insbesondere Betrieb und Einstellung der Zündquelle, sind die Anweisungen des Herstellers einzuhalten.

7.2 Standort der Flammpunktprüfeinrichtung

Die Flammpunktprüfeinrichtung (6.1) wird auf einer ebenen, stabilen Fläche, die vor Zugluft geschützt ist, aufgestellt.

ANMERKUNG Wenn Zugluft nicht verhindert werden kann, hat sich das Umgeben der Prüfeinrichtung mit einer Abschirmung bewährt.

Die Prüfeinrichtung darf in einem Abzug mit einer Einzelsteuerung des Abluftvolumenstroms aufgestellt werden, wobei dieser so eingestellt wird, dass die Dämpfe abgeführt werden, ohne dass dabei während der Prüfung um den Tiegel herum Luftströmungen entstehen.

7.3 Reinigen des Tiegels

Der Tiegel und der Deckel einschließlich seines Zubehörs werden mit einem geeigneten Lösemittel (5.1) gereinigt, um jegliche Spuren von Gummi oder Rückstände einer vorausgegangenen Prüfungen zu entfernen. Der Tiegel wird mit einem sauberen Luftstrom getrocknet, um das vollständige Entfernen des verwendeten Lösemittels sicherzustellen.

7.4 Prüfeinrichtung

Der Tiegel, der Deckel und die anderen Teile werden untersucht, um sicherzustellen, dass sie keine Anzeichen von Beschädigungen und Ablagerungen aufweisen. Die Prüfeinrichtung wird nach Anhang B zusammengebaut.

7.5 Verifizierung der Prüfeinrichtung

7.5.1 Das korrekte Funktionieren der Prüfeinrichtung wird mindestens einmal im Jahr verifiziert, indem ein zertifiziertes Referenzmaterial (en: certified reference material, CRM) (5.2) geprüft wird. Die Abweichung des erhaltenen Ergebnisses vom zertifizierten Wert des CRM muss geringer als oder gleich $R/\sqrt{2}$ sein, dabei ist R ist die Vergleichbarkeit dieses Verfahrens, wie in Tabelle 4 angeführt.

7.5.1.1 Die Vergleichbarkeit von Verfahren A (Tabelle 4) ist für die Berechnung der Verifizierungstoleranz für die Verifizierungsmaterialien zertifiziert für Verfahren A, B oder C zu verwenden.

Es wird empfohlen, häufiger Verifizierungsprüfungen mit sekundären Arbeitsstandards (secondary working standards, SWSs) (5.2) vorzunehmen.

In Anhang A ist ein empfohlenes Verfahren für die Verifizierung der Prüfeinrichtung mit Hilfe von CRMs und SWSs und die Herstellung von SWSs beschrieben.

7.5.2 Die Zahlenwerte, die während der Verifizierungsprüfung erhalten werden, dürfen weder dazu benutzt werden, systematische Abweichungen anzugeben, noch dürfen sie dazu benutzt werden, die anschließend mit dieser Prüfeinrichtung bestimmten Flammpunkte zu korrigieren.

8 Probenahme

8.1 Sofern nicht anders festgelegt, werden nach den in ISO 3170, ISO 3171, ISO 15528 oder entsprechenden nationalen Normen angeführten Verfahren repräsentative Proben für die Analyse erhalten.

8.2 Wenn eine Probe von Rückstandsheizöl entnommen wird, darf der Behälter nur zu 85 % bis 95 % gefüllt sein. Bei FAME-Proben wird empfohlen, einen typischen Ein-Liter-Behälter bis zu 85 % des Volumens zu füllen. Bei anderen Arten von Proben muss die Größe des Behälters so gewählt werden, dass der Behälter zu höchstens 85 % oder zu mindestens 50 % gefüllt ist, bevor ein Aliquot der Probe entnommen wird.

8.3 Fehlerhaft hohe Flammpunkte können erhalten werden, wenn keine Vorkehrungen getroffen werden, um den Verlust an flüchtigen Stoffen zu vermeiden. Um einen Verlust an flüchtigen Stoffen oder das mögliche Einbringen von Feuchte zu verhindern, dürfen die Behälter nicht unnötig geöffnet werden. Die Lagerung von Proben bei Temperaturen von über 30 °C ist zu vermeiden. Proben für die Lagerung müssen mit inneren Dichtungen dicht verschlossen werden. Es darf keine Überführung erfolgen, solange sich die Temperatur der Probe nicht mindestens 18 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes befindet.

8.4 Die Proben dürfen nicht in gasdurchlässigen Behältern gelagert werden, da die flüchtigen Stoffe durch die Wände der Umhüllung diffundieren können. Proben in undichten Behältern sind verdächtig und keine Quelle für gültige Ergebnisse.

9 Umgang mit Proben

9.1 Mineralölerzeugnisse

9.1.1 Entnahme von Teilproben

9.1.1.1 Die Entnahme einer Teilprobe erfolgt bei Temperaturen von mindestens 18 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes.

9.1.1.2 Es dürfen aufeinanderfolgende Prüfmengen aus demselben Probenbehälter entnommen werden. Wiederholungsprüfungen liegen nachweislich innerhalb der Präzision des Verfahrens, wenn die zweite Prüfmenge entnommen wird, wenn der Probenbehälter zu mindestens 50 % gefüllt ist (siehe Anmerkung 1 in 10.1.1).

9.1.2 Proben, die ungelöstes Wasser enthalten

9.1.2.1 Die Flammpunktergebnisse können durch das Vorhandensein von Wasser beeinflusst werden, wenn eine Probe ungelöstes Wasser enthält, wird ein Aliquot vor dem Mischen vom Wasser dekantiert.

9.1.2.2 Bei bestimmten Heizölen und Schmierstoffen ist es nicht immer möglich, die Probe vom freien Wasser zu dekantieren. In solchen Fällen wird das Wasser vor dem Mischen physikalisch von dem Aliquot abgetrennt, oder, wenn auch dies nicht möglich ist, wird das Material nach ISO 3679 [7] geprüft.

9.1.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind

Die Proben werden durch vorsichtiges Schütteln per Hand durchmischt, bevor die Prüfmenge entnommen wird; dabei ist darauf zu achten, dass der Verlust an flüchtigen Komponenten auf ein Mindestmaß verringert wird; anschließend wird nach Abschnitt 10 fortgefahren.

9.1.4 Proben, die bei Umgebungstemperatur sehr viskos, halbfest oder fest sind

Die Proben müssen 30 min in ihren Behältern bei der niedrigsten zum Verflüssigen von Feststoffen geeigneten Temperatur, die mindestens 18 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes liegt, erwärmt werden, wobei der Deckel/die Kappe leicht gelöst ist, um den Aufbau eines gefährlichen Drucks zu vermeiden. Ist die Probe dann noch nicht vollständig flüssig, wird die Erwärmzeit um weitere 30 min-Intervalle verlängert, solange dies erforderlich ist. Vor dem Überführen in den Tiegel wird die Probe zum Durchmischen vorsichtig geschüttelt, wie z. B. durch horizontales Kreisen des Behälters. Die Probe darf nach einem Erwärmen erst überführt werden, wenn die Temperatur mehr als 18 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes liegt.

WICHTIG — Wenn der Deckel/die Kappe des Probenbehälters zu lose ist, können beim Erwärmen flüchtige Dämpfe austreten.

9.2 Beschichtungsstoffe

Die Probenvorbereitung erfolgt nach ISO 1513.

10 Durchführung

10.1 Allgemeines

10.1.1 Die Anwendbarkeit der drei Verfahren A, B und C wird im Anwendungsbereich angegeben.

Bei diesem Verfahren muss eine elektronische Flammpunktdetektion angewendet werden, da es schwierig ist, eine Zündung visuell zu beobachten.

ANMERKUNG Die Ergebnisse der Flammpunktbestimmung können beeinträchtigt werden, wenn das Probenvolumen unter 50 % vom Fassungsvermögen des Behälters sinkt.

Wenn Proben von Rückstandsheizölen, die beträchtliche Mengen Wasser enthalten, geprüft werden, ist darauf zu achten, dass sie beim Erwärmen aufschäumen und überkochen können.

10.1.2 Als Sicherheitsmaßnahme wird dringend empfohlen, vor dem Erwärmen des Tiegels und der Prüfmenge die Zündquelle bei der Prüfmenge im Tiegel anzuwenden, um eine Prüfung auf das Vorhandensein von unerwarteten flüchtigen Stoffen vorzunehmen.

10.1.3 Als Sicherheitsmaßnahme wird dringend empfohlen, bei einem erwarteten Flammpunkt von mehr als 130 °C im Verlauf der Prüfung die Zündquelle alle 10 °C abzusenken, bis die Probentemperatur 28 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes erreicht, und dann das vorgeschriebene Absenkverfahren einzuhalten. Diese Verfahrensweise verringert nachweislich die Wahrscheinlichkeit eines Brandes und beeinträchtigt das Ergebnis nicht signifikant.

10.1.4 Am Ende der Prüfung, wenn die Prüfeinrichtung auf eine sichere Handhabungstemperatur abgekühlt ist, werden der Deckel und der Tiegel entnommen und die Prüfeinrichtung wird nach den Empfehlungen des Herstellers gereinigt.

10.2 Verfahren A

10.2.1 Der absolute Luftdruck im Labor zum Zeitpunkt der Prüfung wird aufgezeichnet (siehe 6.3).

Es ist nicht notwendig, den Luftdruck auf 0 °C zu korrigieren, obwohl einige Barometer so ausgelegt sind, dass sie diese Korrektur automatisch vornehmen.

10.2.2 Der Tiegel (siehe 7.3) wird bis zur Füllmarke mit der Prüfmenge gefüllt. Der Tiegel wird mit dem Deckel verschlossen und in die Heizkammer gestellt. Dabei ist sicherzustellen, dass die Aufnahme- oder Verriegelungsvorrichtung ordnungsgemäß eingerastet ist; anschließend wird das Temperaturmessgerät (6.2) eingesetzt. Die Prüfflamme wird angezündet und auf einen Durchmesser von 3,2 mm bis 4,8 mm eingestellt, oder die alternative Zündquelle eingeschaltet. Die Wärme wird so zugeführt, dass die Temperatur der Prüfmenge, angezeigt durch das Temperaturmessgerät, mit 5,0 °C/min bis 6,0 °C/min steigt. Diese Heizrate wird während der gesamten Prüfung beibehalten. Die Prüfmenge wird mit einer Geschwindigkeit von plus/minus 90 U/min bis 120 U/min so gerührt, dass eine nach unten gerichtete Strömung erzeugt wird.

10.2.3 Wenn der Flammpunkt der Prüfmenge bei 110 °C oder darunter erwartet wird, ist die erste Anwendung der Zündquelle dann vorzunehmen, wenn die Temperatur der Prüfmenge (23 ± 5) °C unter dem erwarteten Flammpunkt liegt, und weiterhin in Intervallen von 1 °C. Das Rühren wird unterbrochen und die Zündquelle wird durch Betätigung des Mechanismus am Deckel angewendet, der den Verschlusschieber und die Zündquelle so steuert, dass die Zündquelle innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels abgesenkt wird, dort für 1 s verbleibt und schnell wieder in ihre obere Position zurückgeholt wird.

10.2.4 Wenn der Flammpunkt der Prüfmenge über 110 °C erwartet wird, ist die erste Anwendung der Zündquelle dann durchzuführen, wenn die Temperatur der Prüfmenge (23 ± 5) °C unter dem erwarteten Flammpunkt liegt und weiterhin in Intervallen von 2 °C. Das Rühren wird unterbrochen und die Zündquelle wird durch Betätigung des Mechanismus am Deckel angewendet, der den Verschlusschieber und die Zündquelle so steuert, dass die Zündquelle innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels abgesenkt wird, dort für 1 s verbleibt und schnell wieder in ihre obere Position zurückgeholt wird.

10.2.5 Wird ein Material mit unbekanntem Flammpunkt geprüft, wird ein Vorversuch bei einer geeigneten Anfangstemperatur durchgeführt. Bei 5 °C über der Anfangstemperatur wird die erste Anwendung der Zündquelle vorgenommen, anschließend wird nach 10.2.3 oder 10.2.4, je nachdem, was zutrifft, weiter verfahren.

10.2.6 Als ermittelter Flammpunkt wird die Temperatur der Prüfmenge aufgezeichnet, die das Temperaturmessgerät zu dem Zeitpunkt anzeigt, zu dem die Anwendung der Zündquelle eine eindeutige Entzündung im Inneren des Tiegels bewirkt. Der wahre Flammpunkt darf nicht mit einem bläulichen Halo (Lichthof) verwechselt werden, der manchmal die Zündquelle bei Anwendungen umgibt, die dem tatsächlichen Flammpunkt vorausgehen.

10.2.7 Wird bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt, ist die Prüfung abubrechen, das Ergebnis zu verwerfen und die Prüfung mit einer neuen Prüfmenge zu wiederholen. Es wird empfohlen, die erste Anwendung der Zündquelle bei der neuen Prüfmenge bei etwa 23 °C unterhalb der Temperatur vorzunehmen, bei der bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt wurde.

10.2.8 Wenn die Temperatur, bei der der Flammpunkt festgestellt wird, weniger als 18 °C oder mehr als 28 °C von der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle entfernt ist, muss das Ergebnis als annähernd angesehen werden. Die Prüfung wird mit einer neuen Prüfmenge bei einer angepassten Anfangstemperatur der ersten Anwendung der Zündquelle wiederholt, bis eine gültige Bestimmung erhalten wird, d. h. bei der der Flammpunkt 18 °C bis 28 °C über der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle liegt.

10.3 Verfahren B

10.3.1 Der absolute Luftdruck im Labor zum Zeitpunkt der Prüfung wird aufgezeichnet (siehe 10.2.1).

10.3.2 Der Tiegel (siehe 7.3) wird bis zur Füllmarke mit der Prüfmenge gefüllt. Der Tiegel wird mit dem Deckel verschlossen und in die Heizkammer gestellt. Dabei ist sicherzustellen, dass die Aufnahme- oder Verriegelungsvorrichtung ordnungsgemäß eingerastet ist; anschließend wird das Temperaturmessgerät (6.2) eingesetzt. Die Prüf Flamme wird angezündet und auf einen Durchmesser von 3,2 mm bis 4,8 mm eingestellt, oder die alternative Zündquelle eingeschaltet. Die Wärme wird so zugeführt, dass die Temperatur der Prüfmenge, angezeigt durch das Temperaturmessgerät, mit 1,0 °C/min bis 1,5 °C/min steigt. Diese Heizrate wird während der gesamten Prüfung beibehalten. Die Prüfmenge wird mit einer Geschwindigkeit von (250 ± 10) U/min so gerührt, dass eine nach unten gerichtete Strömung erzeugt wird.

10.3.3 Wenn der Flammpunkt der Prüfmenge bei 110 °C oder darunter erwartet wird, ist die erste Anwendung der Zündquelle dann vorzunehmen, wenn die Temperatur der Prüfmenge (23 ± 5) °C unter dem erwarteten Flammpunkt liegt, und weiterhin in Intervallen von 1 °C. Das Rühren wird unterbrochen und die Zündquelle wird durch Betätigung des Mechanismus am Deckel angewendet, der den Verschlusschieber und die Zündquelle so steuert, dass die Zündquelle innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels abgesenkt wird, dort für 1 s verbleibt und schnell wieder in ihre obere Position zurückgeholt wird.

10.3.4 Wenn der Flammpunkt der Prüfmenge über 110 °C erwartet wird, ist die erste Anwendung der Zündquelle dann vorzunehmen, wenn die Temperatur der Prüfmenge (23 ± 5) °C unter dem erwarteten Flammpunkt liegt und weiterhin in Intervallen von 2 °C. Das Rühren wird unterbrochen und die Zündquelle wird durch Betätigung des Mechanismus am Deckel angewendet, der den Verschlusschieber und die Zündquelle so steuert, dass die Zündquelle innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels abgesenkt wird, dort für 1 s verbleibt und schnell wieder in ihre obere Position zurückgeholt wird.

10.3.5 Wird ein Material mit unbekanntem Flammpunkt geprüft, wird ein Vorversuch bei einer geeigneten Anfangstemperatur durchgeführt. Bei 5 °C über der Anfangstemperatur wird die erste Anwendung der Zündquelle vorgenommen, anschließend wird nach 10.3.3 oder 10.3.4, je nachdem, was zutrifft, weiter verfahren.

10.3.6 Als ermittelter Flammpunkt wird die Temperatur der Prüfmenge aufgezeichnet, die das Temperaturmessgerät zu dem Zeitpunkt anzeigt, zu dem die Anwendung der Zündquelle eine eindeutige Entzündung im Inneren des Tiegels bewirkt. Der wahre Flammpunkt darf nicht mit einem bläulichen Halo verwechselt werden, der manchmal die Zündquelle bei Anwendungen umgibt, die dem tatsächlichen Flammpunkt vorausgehen.

10.3.7 Wird bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt, ist die Prüfung abubrechen, das Ergebnis zu verwerfen und die Prüfung mit einer neuen Prüfmenge zu wiederholen. Es wird empfohlen, die erste Anwendung der Zündquelle bei der neuen Prüfmenge bei etwa 23 °C unterhalb der Temperatur vorzunehmen, bei der bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt wurde.

10.3.8 Wenn die Temperatur, bei der der Flammpunkt festgestellt wird, weniger als 18 °C oder mehr als 28 °C von der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle entfernt ist, muss das Ergebnis als annähernd angesehen werden. Die Prüfung wird mit einer neuen Prüfmenge bei einer angepassten Anfangstemperatur der ersten Anwendung der Zündquelle wiederholt, bis eine gültige Bestimmung erhalten wird, d. h. bei der der Flammpunkt 18 °C bis 28 °C über der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle liegt.

10.4 Verfahren C

10.4.1 Der absolute Luftdruck im Labor zum Zeitpunkt der Prüfung wird aufgezeichnet (siehe 10.2.1).

10.4.2 Der Tiegel (siehe 7.3) wird bis zur Füllmarke mit der Prüfmenge gefüllt. Der Tiegel wird mit dem Deckel verschlossen und in die Heizkammer gestellt. Dabei ist sicherzustellen, dass die Aufnahme- oder Verriegelungsvorrichtung ordnungsgemäß eingerastet ist; anschließend wird das Temperaturmessgerät (6.2) eingesetzt. Die Prüf Flamme wird angezündet und auf einen Durchmesser von 3,2 mm bis 4,8 mm eingestellt, oder die alternative Zündquelle eingeschaltet. Die Wärme wird so zugeführt, dass die Temperatur der Prüfmenge, angezeigt durch das Temperaturmessgerät, mit 2,5 °C/min bis 3,5 °C/min steigt. Diese Heizrate wird während der gesamten Prüfung beibehalten. Die Prüfmenge wird mit einer Geschwindigkeit von 90 U/min bis 120 U/min so gerührt, dass eine nach unten gerichtete Strömung erzeugt wird.

10.4.3 Für die erste Prüfung an der Probe wird ein erwarteter Flammpunkt von 100 °C verwendet.

10.4.4 Die erste Anwendung der Zündquelle wird vorgenommen, wenn die Temperatur der Prüfmenge etwa 24 °C unterhalb des erwarteten Flammpunkts liegt, und weiterhin in Intervallen von 2 °C. Das Rühren wird unterbrochen und die Zündquelle wird durch Betätigung des Mechanismus am Deckel angewendet, der den Verschlussschieber und die Zündquelle so steuert, dass die Zündquelle innerhalb von 0,5 s in den Dampfraum des Tiegels abgesenkt wird, dort für 1 s verbleibt und schnell wieder in ihre obere Position zurückgeholt wird.

10.4.5 Als ermittelter Flammpunkt wird die Temperatur der Prüfmenge aufgezeichnet, die das Temperaturmessgerät zu dem Zeitpunkt anzeigt, zu dem die Anwendung der Zündquelle eine eindeutige Entzündung im Inneren des Tiegels bewirkt.

10.4.6 Wird bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt, ist die Prüfung abubrechen, das Ergebnis zu verwerfen und die Prüfung mit einer neuen Prüfmenge zu wiederholen. Es wird empfohlen, die erste Anwendung der Zündquelle bei der neuen Prüfmenge bei etwa 24 °C unterhalb der Temperatur durchzuführen, bei der bei der ersten Anwendung ein Flammpunkt festgestellt wurde.

10.4.7 Wenn die Temperatur, bei der der Flammpunkt festgestellt wird, weniger als 16 °C oder mehr als 30 °C von der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle entfernt ist, muss das Ergebnis als annähernd angesehen werden. Die Prüfung wird mit einer neuen Prüfmenge bei einer angepassten Anfangstemperatur der ersten Anwendung der Zündquelle wiederholt, bis eine gültige Bestimmung erhalten wird, d. h. bei der der Flammpunkt 16 °C bis 30 °C über der Temperatur der ersten Anwendung der Zündquelle liegt.

11 Berechnung

11.1 Umrechnung des abgelesenen Luftdrucks

Ist der Luftdruck, der abgelesen wird, in anderen Einheiten als Kilopascal angegeben, wird er wie folgt umgerechnet:

- Abgelesener Wert in hPa $\times 0,1 = \text{kPa}$;
- Abgelesener Wert in mbar $\times 0,1 = \text{kPa}$;
- Abgelesener Wert in mmHg $\times 0,133\,3 = \text{kPa}$.

11.2 Korrektur des beobachteten Flammpunktes auf Norm(luft)druck

Der korrigierte Flammpunkt, T_C , wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$T_C = T_d + 0,25(101,3 - p) \quad (1)$$

Dabei ist

- T_d der ermittelte Flammpunkt, angegeben in Grad Celsius;
- p der absolute Luftdruck, angegeben in Kilopascal;
- 0,25 eine Konstante mit den Dimensionen Grad Celsius je Kilopascal;
- 101,3 der Normdruck, in Kilopascal.

ANMERKUNG Die vorstehend angeführte Formel wurde für einen Luftdruck bis hinunter zu 82,0 kPa nachgewiesen [9] und trifft nur bis zu 104,7 kPa genau zu.

12 Angabe der Ergebnisse

Der auf den Normluftdruck korrigierte Flammpunkt wird gerundet auf die nächsten 0,5 °C aufgezeichnet.

13 Präzision

13.1 Allgemeines

Die Präzision, ermittelt durch statistische Auswertung von Ringversuchsergebnissen nach ISO 4259 [10], ist in 13.2 und 13.3 angegeben.

ANMERKUNG Die Präzision für in Gebrauch befindliche Schmieröle, wie die unter Anwendung von Verfahren A als Teil eines Schmierstoff-Überwachungssystems geprüften Schmieröle, wurde nicht bestimmt.

13.2 Wiederholbarkeit r

Die Differenz zwischen zwei Prüfergebnissen, erhalten von demselben Bearbeiter mit derselben Prüfeinrichtung unter konstanten Betriebsbedingungen an identischem Untersuchungsmaterial, überschreitet bei üblicher und korrekter Durchführung des Prüfverfahrens auf Dauer die in den Tabellen 1, 2 und 3 aufgeführten Werte nur in einem von 20 Fällen.

Tabelle 1 — Werte Wiederholbarkeit für Verfahren A

Material	Flammpunktbereich °C	Wiederholbarkeit, r °C
Beschichtungsstoffe	—	1,5
Destillate und ungebrauchte Schmieröle	40 bis 250	0,029 X^a

^a X ist der Mittelwert der zu vergleichenden Prüfergebnisse. Die Präzisionsdaten wurden 1991 durch ASTM D02 [11] und 1994 durch das Energieinstitut [12] erarbeitet.

Tabelle 2 — Werte Wiederholbarkeit für Verfahren B

Material	Flammpunktbereich °C	Wiederholbarkeit, r °C
Rückstandsheizöle und Verschnittbitumen	40 bis 110	2,0 ^a
Gebrauchte Schmieröle	170 bis 210	5 ^b
Flüssigkeiten, die dazu neigen einen Oberflächenfilm auszubilden; Flüssigkeiten mit suspendierten Feststoffen, hochviskose Materialien	—	5,0 ^c

^a Die Präzisionsdaten wurden vom Energieinstitut bestimmt [12].
^b Die Daten wurden von 20 Laboratorien an einer Probe gebrauchten Dieselschmieröls erhalten.
^c Die Präzisionsdaten wurden vom ASTM-Komitee D01 bestimmt.