

DIN EN ISO 3679



ICS 75.180.10; 87.040

Einsprüche bis 2022-05-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3679:2015-06

Entwurf

**Bestimmung des Flammpunkts –
Verfahren zur Bestimmung des Flammpunkts und des
Nicht-Flammpunkts mit einem kleinen geschlossenen Tiegelprüfgerät
(ISO/DIS 3679:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3679:2022**

Determination of flash point –
Method for flash no-flash and flash point by small scale closed cup tester
(ISO/DIS 3679:2022);
German and English version prEN ISO 3679:2022

Détermination du point d'éclair –
Détermination de l'éclair de type passe / ne passe pas –
Méthode rapide à l'équilibre en vase clos (ISO/DIS 3679:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3679:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-03-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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 möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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 oder Große Elbstr. 131, 22767 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 69 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3679:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

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

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

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1513	siehe	DIN EN ISO 1513
ISO 1516	siehe	DIN EN ISO 1516
ISO 1523	siehe	DIN EN ISO 1523
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 4259-1	siehe	DIN EN ISO 4259-1
ISO 4259-2:2017	siehe	DIN EN ISO 4259-2:2018-04
ISO 4259-3	siehe	DIN EN ISO 4259-3
ISO 13736	siehe	DIN EN ISO 13736
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 17034	siehe	DIN EN ISO 17034
ISO/IEC 17043	siehe	DIN EN ISO/IEC 17043

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3679:2015-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Einleitung, Titel und Geltungsbereich geändert, um eine allgemeinere Methodenbeschreibung zu geben;
- Überarbeitung der Definitionen;
- Überarbeitung der Verifizierungsklausel und allgemeine Verifizierungsdaten für Flammpunktmethoden im Anhang;
- Überarbeitung der Verfahren zur Aufnahme des neuen Verfahrens C;
- Überarbeitung des Wortlauts zur Präzision und Einbeziehung der Präzision für Verfahren C;
- Überarbeitung des Anhangs A über die Gerätebeschreibung;

- g) Überarbeitung des Anhangs B über die Verifizierung und Verbindlichkeit dieses Verfahrens.
- h) redaktionelle Überarbeitungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 1516, *Flammpunktbestimmung — Ja/Nein-Verfahren — Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel*

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

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 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4259-2:2018-04, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 2: Anwendung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-2:2017); Deutsche Fassung EN ISO 4259-2:2017*

DIN EN ISO 4259-3, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 3: Monitoring und Management veröffentlichter Präzisionsdaten in Bezug auf Prüfverfahren*

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

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

DIN EN ISO 17034, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern*

DIN EN ISO/IEC 17043, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen*

Bestimmung des Flammpunkts – Verfahren zur Bestimmung des Flammpunkts und des Nicht-Flammpunkts mit einem kleinen geschlossenen Tiegelprüfgerät (ISO/DIS 3679:2022)

Determination of flash point – Method for flash no-flash and flash point by small scale closed cup tester (ISO/DIS 3679:2022)

Détermination du point d'éclair – Détermination de l'éclair de type passe / ne passe pas – Méthode rapide à l'équilibre en vase clos (ISO/DIS 3679:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
4.1 Schnelle Gleichgewichtsverfahren A und B	8
4.2 Nicht-Gleichgewichtsverfahren C	8
5 Chemikalien und Materialien	9
6 Geräte	9
7 Aufstellen der Prüfeinrichtung	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Aufstellungsort der Prüfeinrichtung	10
7.3 Reinigen des Tiegelaufbaus einschließlich des Zubehörs	10
7.4 Verifizieren der Prüfeinrichtung	10
8 Probenahme	11
9 Probenhandhabung	11
9.1 Mineralölprodukte und Fettsäure-Methylester	11
9.1.1 Teilprobenahme	11
9.1.2 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind	12
9.1.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur fest oder pastenförmig sind	12
9.1.4 Proben, die ungelöstes oder freies Wasser enthalten, das nicht Bestandteil des Produktes ist	12
9.2 Beschichtungsstoffe, Lacke und ähnliche Produkte	12
10 Verfahren	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Verfahren A — Flammpunkt Ja/Nein-Verfahren	13
10.3 Verfahren B — Bestimmung des Flammpunktes	14
10.4 Verfahren C — Bestimmung des Flammpunktes	15
11 Berechnung	15
11.1 Umrechnung des abgelesenen Luftdrucks	15
11.2 Korrektur des bestimmten Flammpunktes	16
12 Angabe der Ergebnisse	16
13 Präzision	16
13.1 Allgemeines	16
13.2 Wiederholbarkeit, r	17
13.3 Vergleichbarkeit, R	17
13.4 Relative systematische Abweichung zwischen Verfahren C und Verfahren B	18
14 Prüfbericht	18
Anhang A (normativ) Flammpunktprüfeinrichtung	20
A.1 Prüfeinrichtung	20
A.1.1 Flammpunktziegel mit Zubehör	20
A.1.2 Zündquelle	23
A.1.3 Zeitgeber	23
A.1.4 Temperaturmessgerät	23
A.1.5 Tiegelkühlung (optional)	24
A.1.6 Detektor (optional)	24
A.1.7 Abschirmung für den elektrischen Zünder	24
Anhang B (normativ) Verifizierung der Prüfeinrichtung	25
B.1 Allgemeines	25

B.2	Referenzmaterialien	25
B.3	Durchführung	26
B.4	Auswertung der Ergebnisse	26
B.4.1	Allgemeines	26
Anhang C (informativ)	Verwendung eines Tiegeleinsatzes	29
C.1	Allgemeines	29
C.2	Material des Tiegeleinsatzes	29
C.3	Durchführung	29
C.4	Verifizierung	29
Anhang D (normativ)	Prüfung mit manueller Prüfeinrichtung bei Temperaturen unter Raumtemperatur nach Verfahren A und Verfahren B ohne integrierte Kühlvorrichtungen für den Tiegel	30
D.1	Vorbereitung der Prüfeinrichtung	30
D.2	Durchführung	30
Anhang E (normativ)	Anforderungen an Temperaturmessgeräte	31
Anhang F (informativ)	Flammpunktwerte von Chemikalien	32
Literaturhinweise		33

Bilder

Bild A.1 — Tiegel-Deckel-Einheit	20
Bild A.2 — Schnitt des Tiegelblocks durch die Ebene der Prüfflammendüse	21
Bild A.3 — Deckel	22
Bild A.4 — Schieber	22
Bild A.5 — Schnitt der Prüfeinrichtung durch die Ebene der Füllöffnung	23

Tabellen

Tabelle 1 — Prüfbedingungen	13
Tabelle 2 — Präzisionswerte	17
Tabelle 3 — Berechnete Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit von Mineralölerzeugnissen und verwandten Produkten (ohne FAME, Farben und Lacke)	18
Tabelle B.1 — ARV für Flammpunkte und -toleranzen (Fehlergrenzen für Einzelergebnisse) . . .	26
Tabelle E.1 — Thermometeranforderungen	31
Tabelle F.1 — Näherungswerte der Flammpunkte von Chemikalien	32

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3679:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3679:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3679:2022 wurde von CEN als prEN ISO 3679:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

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-Supplementaryinformation.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 28, *Petroleum products and lubricants*, Arbeitsgruppe 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 vierte Ausgabe ersetzt ISO 3679:2015, die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- Einleitung, Titel und Anwendungsbereich wurden geändert, um eine allgemeinere Beschreibung der Verfahren bereitzustellen;
- Begriffsbestimmungen wurden überarbeitet
- Überarbeiteter Abschnitt zur Verifizierung und allgemeine Verifizierungsdaten für Flammpunktverfahren im Anhang;
- Überarbeitete Verfahren zur Aufnahme des neuen Verfahrens C;
- Überarbeitung des Wortlauts der Präzision und Aufnahme der Präzision für Verfahren C;
- Überarbeitung von Anhang A über die Beschreibung der Prüfeinrichtung;
- Überarbeitung von Anhang B über die Verifizierung und obligatorische Einführung dieses Verfahrens.

Einleitung

Dieses Dokument enthält drei Verfahren (A, B und C) zur Bestimmung des Flammpunkts und des Nicht-Flammpunkts. Die schnellen Gleichgewichtsverfahren A und B (siehe 3.1) ermöglichen die Bestimmung des Flammpunktes bzw. des Nicht-Flammpunktes. Beim Nicht-Gleichgewichtsverfahren (C) (siehe 3.5) wird zur Bestimmung des Flammpunkts eine automatische Temperatursteuering des Tiegels verwendet.

ISO 1516 [1] und ISO 1523 [2] beschreiben ebenfalls Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel und sind bei der Auswahl eines Verfahrens zu berücksichtigen.

Die in diesem Dokument festgelegte Prüfeinrichtung ergibt ein mit ISO 1516 und ISO 1523 vergleichbares Ergebnis, wobei schnellere Verfahren A und B und ein kleinerer Probenanteil (2 ml oder 4 ml) als nach ISO 1516 bzw. ISO 1523 vorgeschrieben, benutzt wird. Außerdem kann diese Prüfeinrichtung neben ihrem hauptsächlichen Einsatz in Laboratorien für den mobilen Einsatz umgerüstet werden. Vergleichsmessungen [18] haben gezeigt, dass die mit diesen Verfahren erhaltenen Ergebnisse vergleichbar sind. Das Verfahren C basiert auf den Prüfverfahren IP 534 [20] und ASTM D7236 [16].

Die Flammpunktergebnisse von Lösemittelgemischen, die halogenierte Kohlenwasserstoffe enthalten, sollten mit Vorsicht interpretiert werden, da solche Gemische anomale Ergebnisse zeigen können [4].

Eine begrenzte Studie hat angedeutet, dass einige wasser-basierte Farben einen erhöhten Flammpunkt nach ISO 3679 zeigen können, wenn ein elektrischer Zünder verwendet wird.

Der Flammpunkt findet Anwendung beim Transport, bei der Lagerung, bei der Handhabung und in Sicherheitsvorschriften zur Definition der Klassifizierungen „entflammbarer“ und „brennbarer“ Materialien. Eine genaue Definition der einzelnen Klassen ist in den entsprechenden Vorschriften gegeben.

Ein Flammpunkt weist auf das Vorhandensein von leichtflüchtigen Materialien in einem nichtflüchtigen oder nicht brennbaren Material hin und eine Flammpunktprüfung wird häufig als vorbereitender Schritt für andere Untersuchungen zur Zusammensetzung unbekannter Materialien verwendet.

Für die Bestimmung des Flammpunktes ist es nicht geeignet, diese an möglicherweise instabilen, zersetzbaren oder explosiven Materialien durchzuführen, es sei denn, es wurde vorher bewiesen, dass eine Erwärmung der festgelegten Menge eines solchen Materials, das mit den metallischen Komponenten der Flammpunktprüfeinrichtung, innerhalb des für dieses Verfahren erforderlichen Temperaturbereichs, nicht zu Zersetzung, Explosion oder anderen Beeinträchtigungen führt.

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 und gültige Korrelationen zwischen den erhaltenen Ergebnissen der unterschiedlichen Prüfverfahren oder mit anderen als den nach Norm vorgeschriebenen Prüfeinrichtungen können nicht belegt werden.

ISO/TR 29662 [8] gibt nützliche Hinweise zur Durchführung von Flammpunktprüfungen und der Interpretation der Ergebnisse.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt drei Verfahren (A, B und C) zur Bestimmung des Flammpunkts und des Nicht-Flammpunkts.

Die schnellen Gleichgewichtsverfahren A und B gelten für Prüfungen des Flammpunkts und des Nicht-Flammpunkts von Beschichtungsstoffen, einschließlich wasserverdünnbare Beschichtungsstoffe, Lacke, Bindemittel für Farben und Lacke, Klebstoffe, Lösemittel, Mineralölerzeugnisse, einschließlich Fluggturbinen-, Diesel- und Kerosinkraftstoffe, Fettsäuremethylester und verwandte Produkte im Temperaturbereich von -30 °C bis 300 °C . Die schnellen Gleichgewichtsverfahren dienen dazu, zu bestimmen, ob ein Produkt bei einer festgelegten Temperatur aufflammt oder nicht (Flammpunkt-Verfahren A) bzw. wo der Flammpunkt einer Probe liegt (Verfahren B). Wird der Detektor (siehe A.1.6) eingesetzt, so kann dieses Dokument auch für die Bestimmung der Flammpunkte von Fettsäuremethylestern (FAME) herangezogen werden. Die Gültigkeit der Präzision ist in Tabelle 2 angegeben.

Das Nicht-Gleichgewichtsverfahren C ist für Mineralölerzeugnisse einschließlich Fluggturbinen-, Diesel- und Kerosinkraftstoffe sowie verwandte Mineralölerzeugnisse im Temperaturbereich von -20 °C bis 300 °C anwendbar. Das Nicht-Gleichgewichtsverfahren wird zur Bestimmung des Flammpunktes automatisiert. Die Präzision wurde über den Bereich von 40 °C bis 135 °C bestimmt.

Für Spezifikationen und Vorschriften werden routinemäßig die Verfahren A oder B verwendet (siehe 10.1).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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, *Paints and varnishes — Examination and preparation of test samples*

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.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Gleichgewicht

bei Flammpunktprüfverfahren der Zustand, bei dem die Dampfphase über dem Probenteil und der Probenteil zum Zeitpunkt der Anwendung der Zündquelle die gleiche Temperatur haben

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Bedingung kann in der Praxis nicht ganz erreicht werden, da die Temperatur im gesamten Probenteil möglicherweise nicht gleichmäßig ist und der Probendeckel und der Schieber der Prüfeinrichtung kühler oder wärmer sein können.

Anmerkung 2 zum Begriff: Beispiele für Gleichgewichtsverfahren sind ISO 3679, Verfahren A und B, ISO 1516 und ISO 1523.

3.2

Fettsäure-Methylester

FAME

Kraftstoff, der langkettige Fettsäure-Monoalkylester aus pflanzlichen oder tierischen Fetten enthält und als B100 oder Biodiesel (100 %) gekennzeichnet ist

Anmerkung 1 zum Begriff: FAME wird in Anforderungsnormen wie EN 14214 [12] und ASTM D6751 [15] festgelegt.

3.3

Flammpunkt Ja/Nein-Verfahren

Anwendung einer Zündquelle bei einer festgelegten Temperatur des Probenteils nach dem vorgeschriebenen Verfahren, bei Abweichungen des Luftdrucks von 101,3 kPa entsprechend korrigiert, um zu bestimmen, ob sich unter den festgelegten Prüfbedingungen die Dampfphase des Probenteils durch die Zündquelle entzündet und sich dadurch die Flamme über die Oberfläche der Flüssigkeit ausbreitet

3.4

Flammpunkt

niedrigste Temperatur des Probenteils, angepasst, um Abweichungen des atmosphärischen Drucks von 101,3 kPa zu berücksichtigen, bei der unter den festgelegten Prüfbedingungen die Anwendung einer Zündquelle dazu führt, dass sich die Dampfphase des Probenteils entzündet und die Flamme sich über die Oberfläche der Flüssigkeit ausbreitet

3.5

Nicht-Gleichgewicht

bei Flammpunktprüfverfahren der Zustand, bei dem sich der Dampf über dem Probenteil und der Probenteil zum Zeitpunkt der Anwendung der Zündquelle nicht im Temperaturgleichgewicht befinden

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Zustand wird hauptsächlich durch die Erwärmung des Probenteils mit der vorgeschriebenen konstanten Rate verursacht, wobei die Dampftemperatur hinter der Temperatur des Probenteils zurückbleibt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Beispiele für Nicht-Gleichgewichtsverfahren sind ISO 3679, Verfahren C, ISO 2719 [24] und ISO 13736 [25].

4 Kurzbeschreibung

4.1 Schnelle Gleichgewichtsverfahren A und B

Ein 2 ml oder 4 ml Probenteil wird in den Tiegel gefüllt, der auf die erforderliche Temperatur der Probe erwärmt worden ist. Nach einer festgelegten Zeit, wenn davon ausgegangen wird, dass sich die Dampfphasen und das Probenteil im Temperaturgleichgewicht befinden, wird die Zündquelle angewendet und eine Bestimmung durchgeführt (Verfahren A), ob sich eine Entzündung ausbreitet oder nicht. Um den tatsächlichen Flammpunkt der Probe zu bestimmen, werden weitere Prüfungen mit neuen Probenteilen bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt (Verfahren B), bis der Flammpunkt bestimmt ist. Die Temperatur wird unter Verwendung einer Gleichung angepasst, um Abweichungen des atmosphärischen Drucks von 101,3 kPa zu berücksichtigen.

4.2 Nicht-Gleichgewichtsverfahren C

Ein 2 ml Probenteil wird in den Tiegel gefüllt, der auf die erforderliche Starttemperatur erwärmt worden ist. Der Tiegel wird dann mit einer Temperaturänderungs-Geschwindigkeit von 1,5 °C /min auf 2,5 °C /min erwärmt und die Zündquelle in Temperaturintervallen von 1 °C angewendet, bis ein Flammpunkt festgestellt wird. Die festgestellte Flammpunkttemperatur wird unter Verwendung einer Gleichung angepasst, um Abweichungen des atmosphärischen Drucks von 101,3 kPa zu berücksichtigen.

5 Chemikalien und Materialien

5.1 Lösemittel, zur Entfernung von Probenresten aus dem Tiegel und vom Deckel.

Die Wahl des Lösemittels hängt von der zuvor untersuchten Probe und von der Löslichkeit der Rückstände ab. Aromatische (benzolfreie) Lösemittel mit niedrigem Dampfdruck können verwendet werden, um Spuren von Öl zu entfernen. Zum Entfernen gummiartiger Rückstände können Lösemittelgemische geeignet sein.

5.2 Referenzmaterialien, für den Flammpunkt, in Anhang B sind zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) und/oder sekundäre Referenzmaterialien (SWS, en: secondary working standards) beschrieben.

5.3 Gas für die Zündvorrichtung und Zündflamme, bei einer elektrischen Zündvorrichtung ist dies nicht erforderlich. Es dürfen Butan, Propan, Kohlegas oder Erdgas verwendet werden.

6 Geräte

6.1 Flammpunkt-Prüfgerät, wie in Anhang A beschrieben.

6.2 Barometer, das den absoluten Luftdruck auf $\pm 0,5$ kPa anzeigt. Barometer, die zur Messung von Meereshöhen vorkorrigiert wurden, z. B. zur Verwendung in Wetterstationen und auf Flughäfen, dürfen nicht verwendet werden.

6.3 Heizbad oder Wärmeschränk (optional), zum Erwärmen der Proben, falls erforderlich.

Bad und Ofen müssen zur Verwendung mit leichtflüchtigen oder entflammbaren Materialien geeignet sein.

6.4 Kühlbad oder Gefrierschränk (optional), zur Kühlung der Proben, falls erforderlich, geeignet, die Proben auf 10 °C unterhalb des erwarteten Flammpunktes zu kühlen.

Bad und Gefrierschränk müssen zur Verwendung mit leichtflüchtigen oder entflammbaren Materialien geeignet sein.

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

6.6 Tiegeleinsatz (optional), siehe Anhang C.

Für Proben, die sich nur schwer wieder entfernen lassen, kann ein dünner Metalleinsatz verwendet werden, jedoch wurde hierfür keine Präzision ermittelt.

6.7 Spritzen

6.7.1 Spritze, geeignet, um $(2,00 \pm 0,05)$ ml zu dosieren, und mit einer für die geforderte Prüftemperatur und die Prüfeinrichtung passenden Kanüle ausgestattet.

Um 4 ml Probenteil zu dosieren kann diese Spritze zwei Mal verwendet werden.

6.7.2 Spritze, geeignet, um $(4,00 \pm 0,10)$ ml zu dosieren, und mit einer für die geforderte Prüftemperatur und die Prüfeinrichtung passenden Kanüle ausgestattet.

7 Aufstellen der Prüfeinrichtung

7.1 Allgemeines

7.1.1 Die geeignete Prüfeinrichtung wird für das entsprechende Verfahren und die zu erwartende Flamm-
punktemperatur ausgewählt. Es werden die Herstellerangaben bezüglich Aufbau, Verifizierung (siehe 7.4) und
Betrieb der Prüfeinrichtung, insbesondere bezüglich Betrieb und Aufbau der Zündquelle, befolgt.

7.1.1.1 Verfahren C ist automatisiert und erfordert eine automatisierte Temperaturänderungs-Steuerung;
für Prüfungen bei Temperaturen unter Raumtemperatur ist eine integrierte Kühlung erforderlich (siehe A.1.5).

7.1.2 Die Anwendung eines Tiegeleinsatzes (6.6) für möglicherweise klebende Proben ist in Anhang C
beschrieben.

7.1.3 Bei der Prüfung von FAME (Verfahren A und B) wird ein $(2 \pm 0,05)$ ml-Probenteil und ein Zeitraum
von (60 ± 2) s in Verbindung mit einem elektronischen, thermischen Flammdetektor (siehe A.1.6) verwendet.

7.1.4 Bei Prüftemperaturen unter Raumtemperatur wird Anhang D angewendet, vorausgesetzt, die Prüfein-
richtung verfügt über eine integrierte Kühlung der Prüfbehälter.

7.2 Aufstellungsort der Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung (Anhang A) wird auf einer ebenen, stabilen Fläche in einem zugfreien Raum aufgestellt.

Wenn Zugluft nicht zu verhindern ist, wird die Verwendung eines Zugschutzes (6.5) empfohlen.

**WARNUNG — Werden Proben vermessen, die giftige Dämpfe entwickeln können, sollte die Prüfeinrich-
tung in einem Abzug mit regulierbarem Abluftvolumenstrom aufgestellt werden. Der Abluftvolumen-
strom ist so einzustellen, dass die Dämpfe abgeführt werden, ohne dass dabei über dem Tiegel während
der Prüfung Luftwirbel entstehen.**

7.3 Reinigen des Tiegelaufbaus einschließlich des Zubehörs

Der Tiegel und der Deckel, einschließlich seines Zubehörs, werden mit einem geeigneten Lösemittel (5.1) gerei-
nigt, um jegliche Reste oder gummiartige Rückstände aus der vorherigen Prüfung zu entfernen. Sie werden
trocken gewischt, um jegliche Lösemittelrückstände zu entfernen.

Die Herstellerangaben bzgl. der Wartung der Prüfeinrichtung werden beachtet, besonders im Hinblick auf die
elektrische Zündvorrichtung und die empfindlichen Flammendetektoren.

Die letzten Reste des Lösemittels können mit Hilfe eines sauberen trockenen Luftstroms, z. B. Druckluft, ent-
fernt werden.

Die Einfüllöffnung kann mit einem geeigneten Reinigungsgerät, z. B. einer kleinen Bürste, gereinigt werden.

7.4 Verifizieren der Prüfeinrichtung

7.4.1 Die Temperaturmesseinrichtung und das Barometer werden mindestens einmal im Jahr überprüft, um
sicherzustellen, dass sie den Anforderungen nach A.1.4, Anhang E bzw. 6.2 entsprechen.

7.4.2 Das einwandfreie Funktionieren von Zündquellen wird nach der Gebrauchsanweisung des Herstellers
und diesem Prüfverfahren sichergestellt.

7.4.3 Mindestens einmal jährlich wird die Fehlergrenze des Flammpunktprüfgeräts durch Prüfen mit einem
zertifizierten Referenzmaterial (CRM) (siehe 5.2 und Anhang B) verifiziert. Es wird empfohlen, häufiger Veri-
fizierungsprüfungen mit Referenzmaterialien (siehe 5.2 und Anhang B) vorzunehmen.

7.4.4 Das für ein Referenzmaterial erzielte Ergebnis einer einzelnen Prüfung muss gleich oder kleiner als $R/\sqrt{2}$ vom zertifizierten Wert des CRM oder vom anerkannten Bezugswert (ARV, en: accepted reference value) des SWS sein, wobei R die Vergleichbarkeit des Prüfverfahrens ist.

ANMERKUNG Diese Referenzmaterialien (RM) und internen Qualitätskontrollproben können bei Bedarf auch zur Überwachung der Stabilität und Ermittlung statistischer Regelgrenzen nach ISO 4259-4 [26] oder einer gleichwertigen Norm eingesetzt werden.

7.4.5 Die Zahlenwerte, die während der Verifizierung erhalten werden, dürfen weder dazu benutzt werden, systematische Abweichungen zu bestimmen, noch dürfen sie dazu benutzt werden, die anschließend mit dieser Prüfeinrichtung zu bestimmenden Flammpunkte entsprechend zu korrigieren.

7.4.6 Wenn das Gerät die Verifizierungsprüfung nicht besteht, wird empfohlen, den Herstellerangaben zu folgen und Folgendes zu überprüfen, und anschließend wird die Verifizierung der Prüfeinrichtung wiederholt:

- a) das gasdichte Schließen des Deckels auf dem Tiegel;
- b) das lichtdichte Schließen des Schiebers;
- c) die geeignete Wärmeleitpaste umschließt das in den Tiegelaufbau eingelassene Temperaturmessgerät;
- d) die fehlerfreie Funktion der Zündquelle;
- e) die Funktion des Flammendetektors (A.1.6) (falls vorhanden);
- f) die korrekte Anzeige des Temperaturmessgerätes.

8 Probenahme

8.1 Wenn nicht anders gefordert, wird die Probenahme nach ISO 1513, ISO 15528, ISO 3170, ISO 3171 oder nach entsprechenden nationalen Normen durchgeführt.

8.2 Ein für die Bestimmung ausreichendes Volumen der Probe wird in einem dicht schließenden Behälter aus einem für die Probe geeigneten Material gelagert. Aus Sicherheitsgründen wird darauf geachtet, dass der Behälter nur zu 85 % bis 95 % gefüllt wird.

8.3 Die Lagerbedingungen werden so gewählt, dass sowohl Verdampfungsverluste als auch der Aufbau von Überdruck auf ein Mindestmaß reduziert sind. Lagertemperaturen über 30 °C werden vermieden.

9 Probenhandhabung

9.1 Mineralölprodukte und Fettsäure-Methylester

9.1.1 Teilprobenahme

Die Probe, von welcher der für die Bestimmung notwendige Probenteil genommen wird, und der Behälter werden vor dem Öffnen auf eine Temperatur von mindestens 10 °C unterhalb der zuerst gewählten Prüftemperatur gekühlt. Wenn ein Aliquot der Originalprobe bis zur Messung noch gelagert werden muss, wird der Behälter zu 85 % bis 95 % gefüllt. Die entnommene Teilprobe wird vorsichtig durchmischt, um sicherzustellen, dass sie homogenisiert ist. Dies wird so durchgeführt, dass so wenig wie möglich der leichtflüchtigen Bestandteile und Niedersieder entweichen.

ANMERKUNG Das Ergebnis der Flammpunktbestimmung kann beeinflusst werden, wenn der Füllgrad der Behälter unter 50 % fällt.

9.1.2 Proben, die bei Umgebungstemperatur flüssig sind

Sofern die Proben ausreichend flüssig sind, werden sie vor der Entnahme des notwendigen Probenteils durch vorsichtiges Schütteln per Hand durchmischt, damit so wenig wie möglich der flüchtigen Komponenten entweichen. Es wird sichergestellt, dass die Temperatur der Proben mindestens 10 °C unterhalb der gewählten Prüftemperatur liegt, bevor der Behälter geöffnet und der für die Bestimmung notwendige Probenteil entnommen wird. Bei leichtflüssigen Materialien wird die Probe vorsichtig geschüttelt. Sofern erforderlich, wird die Probe in ihrem Behälter auf eine Temperatur, bei der sie durch leichtes Schütteln durchmischt werden kann, oder auf eine Temperatur, die 10 °C unterhalb der gewählten Prüftemperatur liegt, erwärmt, je nachdem, welche der beiden Temperaturen niedriger ist. Es wird sichergestellt, dass im Behälter kein Überdruck entsteht.

9.1.3 Proben, die bei Umgebungstemperatur fest oder pastenförmig sind

Wenn die Proben durch Erwärmen nach 9.1.2 nicht entsprechend flüssig gemacht werden können, um sie durch die Einfüllöffnung in den Tiegel zu füllen, wird der notwendige Probenteil mit einem Feststoffdosierer oder Spatel bei geöffnetem Deckel eingebracht. Die Größe des Probenteils kann das Massenäquivalent des erforderlichen Volumens sein und der Probenteil sollte so gleichmäßig wie möglich auf dem Tiegelboden verteilt werden.

9.1.4 Proben, die ungelöstes oder freies Wasser enthalten, das nicht Bestandteil des Produktes ist

Enthält die Probe keine flüchtigen Komponenten mit niedrigem Flammpunkt, kann das Wasser dekantiert oder die Probe mit Calciumchlorid entwässert werden.

9.2 Beschichtungsstoffe, Lacke und ähnliche Produkte

Probenvorbereitung nach ISO 1513.

10 Verfahren

10.1 Allgemeines

Für Festlegungen und Vorschriften werden die Verfahren A oder B verwendet, sofern nicht das Verfahren C festgelegt ist.

10.1.1 Die jeweilige Prüftemperatur wird entsprechend den Anweisungen des Herstellers eingestellt.

10.1.2 Werden Fettsäure-Methylester (FAME) vermessen, muss ein Detektor (siehe A.1.6) eingesetzt werden.

10.1.3 Für jeden Versuch wird ein neuer Probenteil verwendet. Nach jedem Versuch werden die Pilotflamme und die Prüf Flamme (wenn verwendet) unter Verwendung der Gaskontrollwerte gelöscht. Sobald die Temperatur des Tiegels auf ein unbedenkliches Niveau gesunken ist, wird der Probenteil verworfen und die Prüfeinrichtung gereinigt.

10.1.4 Der Flammpunkt darf nicht mit einer bläulichen Aureole verwechselt werden, die manchmal die Zündquelle bei Temperaturen kurz vor dem Flammpunkt umgibt.

ANMERKUNG Der optionale Detektor (siehe A.1.6) wird nicht durch Aureolen beeinflusst. Außerdem ist es nicht erforderlich, den Zündversuch direkt zu beobachten.

10.1.5 Der absolute Luftdruck zum Zeitpunkt der Bestimmung wird mit Hilfe eines Barometers (6.2) in Nähe der Prüfeinrichtung festgestellt und notiert.

ANMERKUNG Es ist nicht notwendig, den Umgebungsdruck auf 0 °C zu korrigieren, obwohl einige Barometer diese Korrektur automatisch vornehmen.

10.1.6 Es wird sichergestellt, dass die Größe der Prüf Flamme angemessen eingestellt wurde oder der Aufbau des elektrischen Zünders fehlerfrei erfolgt ist, da ein fehlerhafter Aufbau das Prüfergebnis maßgeblich beeinflussen kann.

10.2 Verfahren A — Flamm punkt Ja/Nein-Verfahren

10.2.1 Der Tiegel und Deckel werden auf Sauberkeit und fehlerfreie Funktion überprüft, besonders im Hinblick auf die Dichtheit des O-Rings (A.1.1.3), die Funktion des Schiebers, die Größe oder Intensität der Zündquelle und die Position der Zündquelle (A.1.2). Wenn erforderlich, wird gereinigt (7.3). Der Deckel wird angebracht und sicher geschlossen.

10.2.2 Die erforderliche Prüf temperatur für das Ja/Nein-Verfahren wird entsprechend dem absoluten Umgebungsdruck nach Gleichung (1) korrigiert. Jede bekannte Thermometerkorrektur wird berücksichtigt und anschließend auf die nächsten 0,5 °C gerundet.

$$t_t = t_s - 0,25 \times (101,3 - p) \quad (1)$$

Dabei ist

t_t die tatsächliche Prüf temperatur, in °C;

t_s die bestimmte oder unkorrigierte Zielprüf temperatur, in °C;

p der absolute Umgebungsdruck, in kPa;

0,25 eine Konstante, in °C/kPa;

101,3 der Standarddruck, in kPa.

10.2.3 Die Prüf temperatur und Prüf dauer werden entsprechend den Angaben des Herstellers eingestellt. Das Volumen des Probenteils und die Prüf dauer werden entsprechend den Angaben in Tabelle 1 ausgewählt:

Tabelle 1 — Prüfbedingungen

Probe	Prüf temperaturen	Volumen des Probenteils	Prüf dauer
Alle außer FAME	≤ 100 °C	2 ml	60 s
Alle außer FAME	> 100 °C	4 ml	120 s
FAME	≤ 300 °C	2 ml	60 s

10.2.4 Wenn der Tiegel die Prüf temperatur erreicht hat, wird die geeignete Spritze (6.7) mit der zu prüfenden Probe gefüllt. Der Behälter wird sofort nach der Entnahme verschlossen, um den Verlust von flüchtigen Komponenten zu minimieren. Die Spritze wird in den Einfüllstutzen gesteckt, wobei darauf geachtet wird, dass nichts von der Probe verloren geht. Der Probenteil wird in den Tiegel gefüllt, indem der Spritzenkolben vollständig nach unten gedrückt wird. Danach wird die Spritze wieder entfernt.

10.2.5 Der Zeitgeber wird gestartet. Die Pilotflamme wird entzündet und die Prüf flamme (wenn verwendet) wird angepasst, um der 4-mm-Markierung zu entsprechen.

10.2.6 Wenn das Ende der Prüf zeit angezeigt wird, wird eine Zündquelle angesetzt, indem während 2 s bis 3 s der Schieber langsam und gleichmäßig geöffnet und wieder geschlossen wird. Wenn kein Flamm detektor verwendet wird, wird auf eine Entflammung an den Öffnungen des Tiegels geachtet. Je Probenteil darf die Zündquelle nur einmal abgesenkt werden.

Der Probenteil gilt als aufgeflammt, wenn eine Flamme auftritt und sich unmittelbar auf der Probenoberfläche ausbreitet. Gelegentlich kann die Prüf Flamme, besonders nahe dem tatsächlichen Flammpunkt, zu einem blauen Lichtkreis oder einer vergrößerten Prüf Flamme führen; dies ist jedoch nicht die Zündung und sollte ignoriert werden.

10.2.7 Die Prüftemperatur und das Ergebnis der Prüfung als „Ja“ (en: flash) oder „Nein“ (en: no flash) werden notiert.

10.3 Verfahren B — Bestimmung des Flammpunktes

10.3.1 Dieses Verfahren wiederholt die Flammpunkt Ja/Nein-Prüfung, beschrieben in Verfahren A (10.2.4 bis 10.2.7), mehrmals. Für jeden Flammpunkt Ja/Nein-Versuch werden ein neuer Probenteil und eine andere Temperatur verwendet. Die Prüfung bei verschiedenen Temperaturen ermöglicht die Bestimmung von Temperaturen, die um 1 °C oder 0,5 °C auseinanderliegen, wobei die niedrigere Temperatur nicht zu einer Entflammung führte, jedoch die höhere Temperatur (der Flammpunkt).

10.3.2 Der erwartete Flammpunkt der Probe wird als Anfangsprüftemperatur ausgewählt.

10.3.2.1 Wenn der zu erwartende Flammpunkt nicht bekannt ist, kann Verfahren C verwendet werden, um eine Anfangsprüftemperatur für Materialien zu erhalten, die dem Anwendungsbereich von Verfahren C entsprechen.

10.3.3 Die Prüftemperatur und Prüfdauer werden entsprechend den Angaben des Herstellers eingestellt. Das Volumen des Probenteils und die Prüfdauer werden entsprechend den Angaben in Tabelle 1 ausgewählt.

10.3.4 Wenn der Tiegel die Prüftemperatur erreicht hat, wird die geeignete Spritze (6.7.1 oder 6.7.2) mit der zu prüfenden Probe gefüllt.

Der Behälter wird sofort nach der Entnahme verschlossen, um den Verlust von flüchtigen Komponenten zu minimieren.

Die Spritze wird in den Einfüllstutzen gesteckt, wobei darauf geachtet werden muss, dass nichts von der Probe verloren geht. Der Probenteil wird in den Tiegel gefüllt, indem der Spritzenkolben vollständig nach unten gedrückt wird. Danach wird die Spritze wieder entfernt.

10.3.5 Der Zeitgeber wird gestartet. Die Pilotflamme wird entzündet und die Prüf Flamme (wenn verwendet) wird angepasst, um der 4-mm-Markierung zu entsprechen.

10.3.6 Wenn das Ende der Prüfzeit angezeigt wird, wird eine Zündquelle angesetzt, indem während 2 s bis 3 s der Schieber langsam und gleichmäßig geöffnet und wieder geschlossen wird. Wenn kein Flammdetektor verwendet wird, wird auf eine Flamme an den Öffnungen des Tiegels geachtet. Je Probenteil darf die Zündquelle nur einmal abgesenkt werden.

10.3.7 Der Probenteil gilt als aufgeflammt, wenn eine Flamme auftritt und sich unmittelbar auf der Probenoberfläche ausbreitet. Gelegentlich kann die Prüf Flamme, besonders nahe dem tatsächlichen Flammpunkt, zu einem blauen Lichtkreis oder einer vergrößerten Prüf Flamme führen. Dies ist nicht die Zündung und sollte ignoriert werden.

10.3.8 Die Prüftemperatur und das Ergebnis der Prüfung als „Ja“ (en: flash) oder „Nein“ (en: no flash) werden notiert.

10.3.9 Die Pilot- und Prüf flammen, wenn verwendet, werden gelöscht. Der verwendete Probenteil wird verworfen. Ist der Probenteil heiß, werden geeignete Maßnahmen getroffen.

10.3.10 Ist eine Flamme festgestellt, werden die Schritte in 10.3.3 bis 10.3.9 mit einem neuen Probenteil bei jeweils einer um 5 °C niedrigeren Temperatur wiederholt, bis keine Flamme festgestellt werden kann. Anschließend wird mit 10.3.12 fortgefahren.

10.3.11 Wird keine Flamme festgestellt, werden die Schritte in 10.3.3 bis 10.3.9 mit einem neuen Probenteil bei jeweils einer um 5 °C höheren Temperatur wiederholt, bis eine Flamme festgestellt wird.

10.3.12 Tritt eine Flamme innerhalb von zwei, um 5 °C auseinanderliegenden Temperaturen auf, werden die Schritte in 10.3.3 bis 10.3.9 bei 1 °C-Intervallen, beginnend bei der niedrigeren Temperatur, wiederholt, bis eine Flamme festgestellt wird.

10.3.13 Ein neuer Probenteil wird bei einer Temperatur, die 0,5 °C unter der, bei der in 10.3.12 eine Flamme festgestellt wurde, liegt, geprüft. Wird keine Flamme festgestellt, wird die Temperatur in 10.3.12 als Flammpunkt, auf 0,5 °C gerundet, festgehalten. Wird eine Flamme bei der niedrigeren Temperatur festgestellt, so wird diese (niedrigere) Temperatur als der bestimmte Flammpunkt unter Berücksichtigung aller bekannten Temperaturkorrekturen notiert. Der korrigierte Flammpunkt wird nach Gleichung (2) berechnet.

ANMERKUNG Ergebnisse, die direkt nach 10.3.12 ohne Durchführung des genaueren Schrittes in 10.3.13 erhalten wurden, sind zulässig, jedoch wird die Präzision möglicherweise beeinflusst.

10.4 Verfahren C — Bestimmung des Flammpunktes

10.4.1 Die Temperatur des Tiegels wird auf $(15,0 \pm 5,0)$ °C unter der zu erwartenden Flammpunkttemperatur eingestellt.

10.4.2 Wenn der Tiegel die erforderliche Temperatur erreicht hat, wird die Spritze (6.7.1) mit 2 ml der zu prüfenden Probe gefüllt. Der Behälter wird sofort nach der Entnahme verschlossen, um den Verlust von flüchtigen Komponenten zu minimieren. Die Spritze wird in den Einfüllstutzen gesteckt, wobei darauf geachtet wird, dass nichts von der Probe verloren geht. Der Probenteil wird in den Tiegel gefüllt, indem der Spritzenkolben vollständig nach unten gedrückt wird. Danach wird die Spritze wieder entfernt.

ANMERKUNG Für alle Prüftemperaturen in Verfahren C wird eine 2-ml-Probe verwendet.

10.4.3 Die Pilotflamme wird entzündet und die Prüf Flamme (wenn verwendet) wird angepasst, um der 4-mm-Markierung zu entsprechen.

10.4.4 Der Tiegel wird so erhitzt, dass die vom Thermometer angezeigte Temperatur um 1,5 °C/min bis 2,5 °C/min ansteigt. Die Prüf Flamme wird in 1 °C-Intervallen bei Temperaturen bis einschließlich 100 °C und bei Temperaturen über 100 °C alle 2 °C in den Tiegel getaucht.

10.4.4.1 Wenn beim Öffnen des Schiebers und dem Einführen der Prüf Flamme in der Einfüllöffnung eine durchgehende leuchtende Flamme brennt, liegt der Flammpunkt deutlich unterhalb der Prüftemperatur. In solchen Fällen wird die Prüfung mit einem niedrigeren erwarteten Flammpunkt unter Verwendung eines neuen Probenteils wiederholt.

10.4.5 Liegt die Temperatur, bei der die Entflammung festgestellt wird, unter 10 °C oder über 30 °C ab der ersten Anwendung der Prüf Flamme, ist das Ergebnis ungültig. Die Prüfung wird mit einem neuen Probenteil wiederholt, wobei die Temperatur der ersten Anwendung der Prüf Flamme so lange angepasst wird, bis eine gültige Bestimmung durchgeführt wurde.

10.4.6 Die am Temperaturfühler abgelesene Temperatur wird aufgezeichnet, wenn die Anwendung der Prüf Flamme ein Entflammen verursacht. Der korrigierte Flammpunkt wird nach Gleichung (2) berechnet.

11 Berechnung

11.1 Umrechnung des abgelesenen Luftdrucks

Ist der nach 10.1.5 abgelesene Luftdruck in einer anderen Einheit als Kilopascal angegeben, so wird die Umrechnung in Kilopascal nach folgenden, vorgegebenen Umrechnungen vorgenommen:

— Ablesung in hPa $\times 0,1 =$ kPa;

— Ablesung in mbar $\times 0,1 = \text{kPa}$;

— Ablesung in mmHg $\times 0,133 = \text{kPa}$.

11.2 Korrektur des bestimmten Flammpunktes

Diese Anpassung zur Berücksichtigung von Abweichungen des Luftdrucks von 101,3 kPa ist nur für Verfahren B und Verfahren C erforderlich. Der korrigierte Flammpunkt, t_c , wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$t_c = t_d + 0,25 \times (101,3 - p) \quad (2)$$

Dabei ist

t_d der ermittelte Flammpunkt, in °C (siehe 10.3.13);

p der absolute Umgebungsdruck, in kPa;

0,25 eine Konstante, in °C/kPa;

101,3 der Standarddruck, in kPa.

ANMERKUNG 1 Gleichung (2) gilt ausdrücklich nur für den Luftdruckbereich von 82,0 kPa [20] bis 104,7 kPa.

ANMERKUNG 2 Nach Gleichung (2) entspricht ein Unterschied im Luftdruck in Höhe von 4 kPa einer Änderung der Flammpunkttemperatur um 1 °C.

12 Angabe der Ergebnisse

Es wird aufgezeichnet:

- a) für Verfahren A – die Flammpunkt Ja/Nein-Temperatur, um den Standardluftdruck korrigiert, auf die nächsten 0,5 °C gerundet, oder
- b) für Verfahren B und C – der korrigierte Flammpunkt, t_c , auf die nächsten 0,5 °C gerundet.

13 Präzision

13.1 Allgemeines

Die in 13.2, 13.3 und Tabelle 2 angegebenen Präzisionsdaten wurden durch statistische Auswertung von Ergebnissen von Vergleichsmessungen mehrerer Laboratorien für Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte, Beschichtungsstoffe und verwandte Produkte und FAME enthaltende Produkte abgeleitet.

Tabelle 3 zeigt Beispiele von für Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte (ausgenommen Farben und Lacke) berechnete Präzisionsdaten.

ANMERKUNG 1 Die Präzision für Proben, die bei Umgebungstemperatur fest sind, wurde nicht ermittelt.

ANMERKUNG 2 Die Präzision wurde anhand der in Tabelle 2 genannten Zünder berechnet. Falls andere Zünder verwendet werden, kann die Präzision abweichen.

ANMERKUNG 3 Den drei Fachgremien ASTM D02.08.B0 TG D3828 Revision, EI SC-B-4 Flammability und ISO/TC 28/WG 9 JWG Flash Point Test Methods, die an der Überarbeitung von ASTM D3828, IP 523 bzw. ISO 3679 beteiligt sind, wurden jeweils der Forschungsbericht aus den Ringversuchen (ILS, en: interlaboratory study) und die Ergebnisse der Ringversuche vorgelegt, und alle drei Gremien stimmten darin überein, dass eine Kombination aus Gas- und elektrischen Daten für die Präzision des in den Prüfverfahren verwendeten Verfahrens B verwendet werden sollte.

Für Verfahren A ist keine Präzision angegeben. Jedoch ist die Präzision dieses Verfahrens bei der Auswahl der für dieses Verfahren festzulegenden Prüftemperatur erforderlich, um die Fehlerspanne und die generelle Zuverlässigkeit des Ergebnisses abschätzen zu können. Die Einschätzung erfolgt auf Basis der Präzision von Verfahren B bei der Prüftemperatur.

Die Präzision für Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte sowie für FAME wurde in Übereinstimmung mit ISO 4259 [3] ermittelt. Es ist nicht bekannt, ob die Präzision für Farben und verwandte Produkte in Übereinstimmung mit ISO 4259 ermittelt wurde.

13.2 Wiederholbarkeit, r

Die Differenz zwischen zwei unabhängigen Ergebnissen, welche unter Anwendung dieses Verfahrens an als identisch angesehenem Prüfmateri al in demselben Labor, durch denselben Bearbeiter und unter Verwendung derselben Ausrüstung innerhalb kurzer Zeitintervalle bei üblicher und korrekter Durchführung des Verfahrens erhalten werden und für die erwartet wird, dass sie aufgrund zufälliger Schwankungen mit einer ungefähren Wahrscheinlichkeit von 5 % überschritten wird, ist in Tabelle 2 und Tabelle 3 angegeben.

13.3 Vergleichbarkeit, R

Die Differenz zwischen zwei unabhängigen Ergebnissen, welche unter Anwendung dieses Verfahrens an als identisch angesehenem Prüfmateri al in unterschiedlichen Laboren bei üblicher und korrekter Durchführung des Verfahrens erhalten werden (unterschiedliche Labore bedeutet dabei unterschiedliche Bearbeiter, unterschiedliche Ausrüstung, unterschiedliche geographische Lage sowie unterschiedliche Überwachungssteuerung) und für die erwartet wird, dass sie aufgrund zufälliger Schwankungen mit einer ungefähren Wahrscheinlichkeit von 5 % überschritten wird, ist in Tabelle 2 und Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 2 — Präzisionswerte

Verfahren	Produkt	Temperaturbereich °C	Zünder^a	Wiederholbarkeit °C	Vergleichbarkeit °C
B	Mineralöl- erzeugnisse und verwandte Produkte [21]	20 bis 220	G/E	0,015 20 ($X + 110$) ^b	0,025 61 ($X + 110$) ^b
B	Beschichtungs- stoffe und verwandte Produkte mit kinematischer Viskosität [22]				
	$\leq 5,8 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei 37,8 °C	4 bis 82	G	1,7	3,3
	$> 5,8 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei 37,8 °C	17 bis 52	G	3,3	5,0