

Methodensammlung

Zementchemie

Prüfverfahren

Prüfverfahrensnummer PV-13

Prüfverfahren: Flp-Bestimmung nach ASTM D 6450 mit Miniflash

Version	Revisionsgrund	Datum	Autor
1		28. Februar 2006	ZP90
2	Verallgemeinerung	4. September 2007	ZP90

1 Technisches Vorgehen

Bestimmung des Flammpunkts mit dem Miniflash-Gerät der Grabner Instruments GmbH, Wien, gemäss ASTM D 6450, „Standard Test Method for Flash-Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)“.

2 Versuchsdurchführung

Die Flammpunkte werden mit der Hochtemperaturlösung des Miniflash-Geräts von Grabner Instruments gemessen. Dieses Gerät arbeitet nach dem Prinzip des „continuously closed cup“ mit elektrischer Zündung und Registrierung des schnellen Druckanstiegs in der geschlossenen Meßanordnung. Dies entspricht dem Standard ASTM D 6450, „Standard Test Method for Flash-Point by Continuously Closed Cup (CCCFP)“.

In einem vernickelten Aluminiumtiegel wird eine Probenmenge von meist weniger als 0.5 g vorgelegt, idealerweise ein Segment einer Prüfkörperscheibe. Tiegel und Probe werden von oben aufgeheizt, indem der Tiegel an ein geheiztes Oberteil gepreßt wird; die Temperaturmessung erfolgt mit einem Thermoelement direkt im Probenmaterial oder knapp über dessen Oberfläche. Kurzfristiges Absenken des Tiegels in regelmäßigen Abständen läßt Abgase entweichen, ein Kompressor sorgt für die nötige Luftzufuhr zur Erzeugung eines zündfähigen Gemisches. Eine Zündung erfolgt alle 3 °C bei einer mit konstanter Heizrate stetig steigenden Temperatur. Der dabei entstehende Druckanstieg wird registriert und zusammen mit der Probenidentifikation, der jeweiligen Temperatur und den Versuchsparametern in Dateien weggeschrieben. Der Flammpunkt wird definiert als die Temperatur, bei der der gemessene Druckanstieg 20 kPa übersteigt. Bei Nichterreichen eines Druckes von 20 kPa wird die Temperatur des ersten deutlichen Druckanstiegs als Flammpunkt gewertet.

Das Gerät wird durch Material mit bekanntem Flammpunkt kalibriert, die Genauigkeit liegt im Bereich $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

Die großen Vorteile der Methode liegen in der geringen Probemenge, der automatischen Druck- und Temperaturerfassung, der Unabhängigkeit vom individuellen Beobachter und der Möglichkeit, bei Zweifelsfällen nachträglich anhand der registrierten Daten auszuwerten. Außerdem wird durch die geschlossene Apparatur eine Kontamination der Umgebung sehr stark eingeschränkt.

3 Versuchsumfang und Auswertung

Es werden mindestens 3 Versuche durchgeführt, empfehlenswert sind bei Bestimmungen an einzelnen Proben wie der Bitumenrohmasse 5 Messungen (oder mehr).

Angegeben werden: Anzahl der Versuche, Mittelwerte und Standardabweichungen für den Flammpunkt, in $^{\circ}\text{C}$.