



PRÜFBERICHT

über die Untersuchung eines nichtmetallischen Materials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

12200 Berlin
T: +49 30 8104-0
F: +49 30 8104-7 2222

Aktenzeichen	19008832
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2
Auftraggeber	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching
Anfrage vom	14. Februar 2019
Ihr Zeichen	UH
Eingang der unterzeichneten Auftragserteilung	25. Februar 2019
Prüfmuster	Gewindedichtungsmaterial Loctite 55, Charge 9M48252106
Eingang Prüfmuster	27. Februar 2019
Prüfzeitraum / Prüfdatum	15. bis 16. April 2019
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.3 (Haus 41)
Prüfung in Anlehnung an	DIN EN 1797 und ISO 21010 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“
(In der derzeit gültigen Version)	Anhang des Merkblatts M034-1 (BGI 617-1) „Liste der nichtmetallischen Materialien“, Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie
	TRGS 407 Technische Regeln für Gefahrstoffe „Tätigkeiten mit Gasen - Gefährdungsbeurteilung“ Kapitel 3 „Informationsermittlung und Gefährdungsbeurteilung“ und Kapitel 4 „Schutzmaßnahmen bei Tätigkeiten mit Gasen“

Dieser Prüfbericht besteht aus Seite 1 bis 4 und dem Anhang 1.
Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.

Dieser Prüfbericht darf nur in vollem Wortlaut und ohne Zusätze veröffentlicht werden. Für veränderte Wiedergabe und für Auszüge ist vorher die widerrufliche, schriftliche Einwilligung der BAM einzuholen. Der Inhalt des Prüfberichts bezieht sich ausschließlich auf die untersuchten Gegenstände/Materialien.

2015-05 / 2015-09-17

1 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

- 1 Prüfauftrag
„Sicherheitstechnische Untersuchung des Gewindedichtungsmaterials Loctite 55, Charge 9M48252106, für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C.
- 1 Sicherheitsdatenblatt 3301-011
(8 Seiten, Fa. Henkel AG & Co. KGaA, SDB-Nr. 168432, V002.4, Erstelldatum: 25.04.2018)
- 1 Materialdatenblatt Loctite® 55 Pipe Cord™
(3 Seiten, Henkel AG & Co. KGaA, Referenz 1.9, Erstelldatum: August 2016)
- 4 Dosen des Gewindedichtungsmaterials Loctite 55, Charge 9M48252106
Farbe des Gewindedichtungsmaterials: Weiß



2 Angewandte Prüfverfahren

Das Gewindedichtungsmaterial Loctite 55, Charge 9M48252106, soll für gasförmigen Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C und Drücken bis 20 bar eingesetzt werden.

Folgende Prüfverfahren wurden angewandt:

2.1 Prüfung des Reaktionsverhaltens bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen

Diese Prüfung ist immer dann erforderlich, wenn im praktischen Einsatz schnelle Sauerstoff-Druckänderungen an dem Material nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden können.

3 Probenvorbereitung

Für die Prüfungen wurde das Material in Teile mit einer Kantenlänge von ca. 1 mm bis 2 mm zerschnitten und in dieser Form verwendet.

4 Prüfungen

4.1 Prüfung des Reaktionsverhaltens bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben. Auf Grund der vom Antragsteller angegebenen maximalen Betriebstemperatur wurde die Prüfung bei 60 °C durchgeführt.

4.1.1 Beurteilungskriterium

Gemäß der DIN EN 1797 „Kryo-Behälter - Verträglichkeit von Gas/Werkstoffen“ und der ISO 21010 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“ ist das Kriterium für eine eindeutige Reaktion des Probenmaterials mit Sauerstoff bei Einwirkung eines Druckstoßes ein Temperaturanstieg von mindestens 20 °C.

Zeigt die Probe nach der Prüfung eine Veränderung der Farbe oder der Konsistenz, so wird dies von der BAM aus Sicherheitsgründen auch als eine Reaktion des Probenmaterials mit Sauerstoff betrachtet, auch wenn kein Temperaturanstieg von mindestens 20 °C festgestellt wurde.

4.1.2 Ergebnisse

Bei den Versuchen entsprach der Sauerstoffanfangedruck p_a dem Umgebungsdruck.

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Reaktion
60	30	beim 1. Druckstoß
60	25	beim 3. Druckstoß
60	20	nein*
60	20	nein*

* bei einer Serie von fünf Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf aufeinanderfolgenden Druckstößen konnte bei den folgenden Prüfbedingungen keine Reaktion des Gewindedichtungsmaterials Loctite 55, Charge 9M48252106, mit dem Sauerstoff festgestellt werden:

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]
60	20

5 Zusammenfassung der Prüfergebnisse

Bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen bei einer Probentemperatur von 60 °C konnten bei Enddrücken von 20 bar keine Reaktionen des Materials mit dem Sauerstoff festgestellt werden.

6 Meinung und Interpretation

Das Gewindedichtungsmaterial Loctite 55, Charge 9M48252106, soll in Armaturen und Anlagenteilen für gasförmigen Sauerstoff eingesetzt werden.

Basierend auf den Prüfergebnissen sowie unter Berücksichtigung der Anforderungen an Dichtungswerkstoffe, beschrieben im Merkblatt M034, sowie des Anhangs 2 des Merkblattes M034-1, der Technischen Regeln für Gefahrstoffe TRGS 407 sowie den in diesem Bericht zu Grunde gelegten Beurteilungskriterien bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Gewindedichtungsmaterials Loctite 55, Charge 9M48252106, für gasförmigen Sauerstoff bei folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
60	20

Diese Beurteilung gilt nicht für eine Verwendung des Gewindedichtungsmaterials Loctite 55, Charge 9M48252106, in flüssigem Sauerstoff. Hierfür ist eine besondere Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff erforderlich.

7 Hinweise

Die Untersuchungen berücksichtigen, dass beim praktischen Einsatz des Materials schnelle Sauerstoff-Druckänderungen - sogenannte Sauerstoffdruckstöße - nicht mit Sicherheit am Material ausgeschlossen werden können.

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf das geprüfte Muster einer bestimmten Charge.

Die vorliegende Erfahrung zeigt, dass die sicherheitstechnischen Kenngrößen eines Produkts auch von der Produktionscharge eines Herstellers abhängen können. Daher werden heute chargenbezogene Prüfungen von Produkten, die für den Einsatz in Sauerstoff bestimmt sind, empfohlen. In diesem Zusammenhang wird auf die Veröffentlichung aus dem September 2009 verwiesen: „The Importance of Quality Assurance and Batch Testing on Nonmetallic Materials Used for Oxygen Service“, Journal of ASTM International, Vol. 6, No. 8; Paper ID JA1102309. Diese Veröffentlichung kann unter www.astm.org kostenpflichtig erworben werden.

Falls bei einem in den Handel gebrachten Produkt der Hinweis auf eine BAM-Prüfung erfolgt, muss ersichtlich sein, dass nur die Probe einer Charge auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff durch die BAM geprüft und sicherheitstechnisch beurteilt worden ist. Der Hinweis darf keine Vermutungswirkung erzeugen, dass es sich hierbei um eine Zertifizierung handelt, die zum Beispiel eine regelmäßige Überwachung der Produktion beinhaltet.

Das Produkt ist für den genannten Verwendungszweck nur in gasförmigem Sauerstoff einsetzbar. Maximal zulässiger Sauerstoffdruck, maximale Betriebstemperatur sowie eventuell andere Einschränkungen beim Gebrauch müssen deutlich angegeben sein.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
12200 Berlin

3. Mai 2019

Fachbereich 2.3 „Druckgeräte, Ausrüstungsteile, Gaswarngeräte“

im Auftrag



Dr. Thomas Kasch



Verteiler: 1. Ausfertigung: Henkel AG & Co. KGaA
 2. Ausfertigung: BAM - Fachbereich 2.3



Anhang 1

Prüfung auf Reaktionsfähigkeit bei Einwirkung von Sauerstoff-Druckstößen

Etwa 0,2 g bis 0,5 g des pastenartigen oder zerkleinerten festen oder auf Keramikfaser aufgetragenen flüssigen Versuchsmaterials werden in eine Stahlhülse von 15 cm³ Inhalt gegeben. Die von außen beheizte Stahlhülse ist über ein 750 mm langes Rohr von 14 mm Durchmesser und ein Schnellöffnungsventil mit einem Sauerstoff-Druckbehälter verbunden.

Nach Erwärmen der Hülse auf die Versuchstemperatur von mindestens 60 °C und anschließendem Füllen des Rohres und der Hülse mit Sauerstoff bis zum Anfangsdruck p_a wird das Schnellöffnungsventil geöffnet. Auf 60 °C vorgewärmter Sauerstoff mit dem Enddruck p_e strömt schlagartig in das Rohr und in die Hülse ein. Der im Rohr und in der Hülse befindliche Sauerstoff wird dadurch annähernd adiabatisch vom Druck p_a auf den Druck p_e innerhalb von $17,5 \text{ ms} \pm 2,5 \text{ ms}$ (gemäß DIN EN 1797 und ISO 21010) verdichtet und erwärmt. Tritt hierbei eine Reaktion des Versuchsmaterials mit dem Sauerstoff ein, erkennbar am aufgezeichneten steilen Temperaturanstieg in der Hülse, so werden die Versuche bei einem verringerten Druckverhältnis p_e/p_a fortgesetzt. Wenn dagegen nach 30 Sekunden Wartezeit eine Reaktion des Versuchsmaterials mit dem Sauerstoff nicht zu erkennen ist, wird die Hülse wieder druckentlastet und der Versuch noch vier mal unter gleichen Bedingungen und mit gleichem Material wiederholt. Ist auch nach dem fünften Einzelversuch der jeweiligen Versuchsreihe keine Reaktion eingetreten, so werden die Versuche mit jeweils neuen Proben bei höheren Druckverhältnissen p_e/p_a fortgesetzt, bis schließlich jenes Druckverhältnis ermittelt ist, bei dem innerhalb einer Versuchsreihe aus fünf Einzelversuchen gerade noch keine Reaktion eintritt. Führt eine Wiederholung dieser Versuchsreihe mit einer neuen Probe zum gleichen Ergebnis, kann die Prüfung beendet bzw. bei einer anderen Versuchstemperatur fortgesetzt werden.





TEST REPORT

on Testing a Nonmetallic Material for Reactivity with Oxygen

12200 Berlin, Germany
P: +49 30 8104-0
F: +49 30 8104-7 2222

Reference Number	19008832-E
Copy	1 st copy of 2
Customer	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching Germany
Date of Request	February 14, 2019
Receipt of Signed Contract	February 25, 2019
Reference	UH
Test Samples	Thread Sealing Material Loctite 55, batch 9M48252106
Receipt of Samples	February 27, 2019
Test Date	April 15 to April 16, 2019
Test Location	BAM – Division 2.3 (building no. 41)
Test Procedure or Requirement According to	DIN EN 1797 und ISO 21010 "Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility"
(in the current version at test time)	Annex of code of practice M 034-1 (BGI 617-1) "List of nonmetallic materials compatible with oxygen", by German Social Accident Insurance Institution for the raw materials and chemical industry
	TRGS 407 Technical Rules for Hazardous Substances "Tätigkeiten mit Gasen - Gefährdungsbeurteilung" chapter 3 "Informationsermittlung und Gefährdungsbeurteilung" and chapter 4 "Schutzmaßnahmen bei Tätigkeiten mit Gasen"

This test report consists of page 1 to 4 and annex 1.
All pressures of this report are excess pressures.

This test report may only be published in full wording and without any additions. A revocable written consent shall be obtained from BAM beforehand for any amended reproduction or the publication of any excerpts. The content of the test report refers exclusively to the objects/materials tested.

The German version is legally binding, except an English version is issued exclusively.

2015-06 / 2015-09-17

1 Documents and Test Samples

The following documents and samples were submitted to BAM:

- 1 Test application
"Testing and evaluating the thread sealing material Loctite 55, batch 9M48252106, for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C"
- 1 Safety Data Sheet 3301-011
(8 pages, Fa. Henkel AG & Co. KGaA, SDB-Nr. 168432, V002.4, date of issue: April 25, 2018)
- 1 Material Data Sheet Loctite® 55 Pipe Cord™
(3 pages, Henkel AG & Co. KGaA, Referenz 1.9, date of issue: August 2016)
- 4 Boxes of the thread sealing material Loctite 55, batch 9M48252106
Color of the material: White



2 Applied Test Methods

The thread sealing material Loctite 55, batch 9M48252106, shall be used for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C and pressures up to 20 bars.

The following test methods were applied:

2.1 Testing for Ignition Sensitivity to Gaseous Oxygen Impacts

This test method is required if rapid oxygen pressure changes, so-called gaseous oxygen impacts, on the material cannot be safely excluded in usage.

3 Preparation of Samples

For the tests, the material was cut into parts of ca. 1 mm to 2 mm in edge length.

4 Tests

4.1 Testing for Reactivity to Gaseous Oxygen Impacts

The test method is described in annex 1. Based on the specified use conditions by the customer, the test was performed at 60 °C.

4.1.1 Assessment Criterion

According to DIN EN 1797 "Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility" and to ISO 21010 "Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility" the criterion for a reaction of the sample to gaseous oxygen impacts is a temperature rise of at least 20 °C.

If the sample exhibits a change in color, or in consistency after testing, this is also considered as a positive reaction by BAM for safety reasons, even if there is no temperature rise detectable of at least 20 °C.

4.1.2 Results

In each of the test series, the initial oxygen pressure p_i was at ambient pressure.

Sample Temperature t_a [°C]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]	Reaction
60	30	on 1 st impact
60	25	on 3 rd impact
60	20	no*
60	20	no*

* within a series of five consecutive impacts

In two separate tests, each consisting of a series of five consecutive impacts, no reactions of the sample with oxygen could be observed at following conditions:

Sample Temperature t_a [°C]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]
60	20

5 Summary of the Test Results

In two separate tests, each consisting of a series of five consecutive impacts, no reactions of the sample with oxygen could be observed at 60 °C and a final pressure of 20 bar.

6 Opinion and Interpretation

It is intended to use the sealing material Loctite 55, batch 9M48252106 for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C and pressures up to 20 bars.

On basis of the test results, the requirements for sealing materials, described in the code of practice M034, annex 2 of code of practice M034-1, Technical Rules for Hazardous Substances TRGS 407 and based on the assessment criteria described in this test report, there are no objections regarding technical safety, to use the thread sealing material Loctite 55, batch 9M48252106, for gaseous oxygen service at following use conditions:

Maximum Temperature [°C]	Maximum Oxygen Pressure [bar]
60	20

This evaluation does not cover the use of the thread sealing material Loctite 55, batch 9M48252106, for liquid oxygen service. For this application, a particular test for reactivity with liquid oxygen needs to be carried out.

7 Comments

This safety-related investigation considers the fact, that rapid oxygen pressure changes - so-called oxygen pressure surges – cannot be safely excluded in usage.

This evaluation is based exclusively on the results of the tested sample of a particular batch.

Our experience shows, that the safety characteristics of a product may vary from batch to batch. Therefore, today, we recommend batch testing of products, that are included for oxygen service. In this context, we would like to mention our paper from September 2009: "The Importance of Quality Assurance and Batch Testing on Nonmetallic Materials Used for Oxygen Service", Journal of ASTM International, Vol. 8th; Paper ID JA1102309. This publication can be purchased at www.astm.org.

Products on the market that contain a reference to BAM testing shall be marked accordingly. It shall be evident that only a sample of a batch has been tested and evaluated for oxygen compatibility. The reference shall not produce a presumption of conformity that monitoring of the production on a regular basis is being performed by BAM.

The product may only be used for gaseous oxygen service. The maximum safe oxygen pressure of the product and its maximum use temperature as well as other restrictions in use shall be given.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

12200 Berlin

Mai 3, 2019

Division 2.3 "Pressure Equipment, Accessories, Gas Detectors"

by order


Dr. Thomas Kasch



Distribution list: 1st copy: Henkel AG & Co. KGaA
2nd copy: BAM - Division 2.3



Annex 1

Testing for Ignition Sensitivity to Gaseous Oxygen Impacts

Approximately 0.2 g to 0.5 g of the pasty or divided solid sample is placed into a heatable steel tube, 15 cm³ in volume. In case of liquids to be tested, ceramic fibre, soaked with the sample, is used. The sample tube is connected by a 750 mm long pipe (internal diameter 14 mm) and a pneumatically operated quick opening valve to a high-pressure oxygen accumulator.

A heater allows to set the sample tube to the test temperature t_a . After the tube and pipe are at test pressure p_I , the quick opening valve is opened and preheated oxygen of 60 °C and of pressure p_F flows abruptly into the pipe and tube. In this way, the oxygen in the tube and in the pipe is almost adiabatically compressed from pressure p_I to p_F in 17.5 ms \pm 2.5 ms (according to DIN EN 1797 and ISO 21010) and heated. If there is a reaction of the sample with oxygen, indicated by a steep temperature rise in the tube, further tests with a new sample are performed at a lower pressure ratio p_F/p_I . If, however, no reaction of the sample with oxygen can be detected after a waiting period of 30 seconds, the tube is de-pressurized and the test is repeated (up to four times) until a reaction takes place. This means, each test series consists of a maximum of five single tests with the same material under the same conditions. If no reaction can be observed, even after the fifth single test of a test series, testing is continued with new samples at greater pressure ratios p_F/p_I , until finally that pressure ratio is determined, at which no reaction can be observed within a test series of five single tests. If the repetition of that test series with a new sample shows the same result, the test can be finished or continued at a different test temperature t_a .

