



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	18003249
Unser Zeichen	02-3487
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching
Anfrage vom	19. Januar 2018
Eingang der Auftragserteilung am	10. September 2018
Zeichen	- - -
Prüfmuster	Anaerobes Gewindedichtungsmaterial Loctite 271, Charge L37LAC9735
Eingang Prüfmuster	20. September 2018
Prüfzeitraum	27. bis 28. September 2018
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“, Haus 41
Prüfung in Anlehnung an (In der zum Zeitpunkt der Prüfung gültigen Version)	DIN EN 1797 und ISO 21010 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“; 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“

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.
Dieser Prüfbericht besteht aus Seite 1 bis 6 und dem Anhang 1.

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
Prüfung und sicherheitstechnische Beurteilung eines anaeroben Gewindedichtungsmaterials für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C
- 1 Henkel Sicherheitsdatenblatt Loctite 271
(14 Seiten, Fa. Henkel AG & Co. KGaA, SDB-Nr. 173041, Version V004.0, Erstelldatum: 24.10.2017)
- 1 Henkel Materialdatenblatt Loctite 271
(4 Seiten, Fa. Henkel, Referenz 1.8, Erstelldatum: März 2012)
- 3 Flaschen Gewindedichtung Loctite 271 mit je 50 ml, Charge L37LAC9735
Farbe des Dichtmaterials: Rot



2 Angewandte Prüfverfahren

Das anaerobe Gewindedichtungsmaterial Loctite 271, Charge L37LAC9735, soll in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C eingesetzt werden. Bei der praktischen Anwendung dieses Produkts kann nicht davon ausgegangen werden, dass es auch tatsächlich komplett ausgehärtet vorliegt. Daher wurden aus sicherheitstechnischer Hinsicht sowohl das flüssige als auch das ausgehärtete Produkt untersucht.

Folgendes Prüfverfahren wurde 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

Bei der Probenvorbereitung werden in der BAM flüssige Probenmaterialien mit ausgeglühten inerten Keramikfasern vermischt. Das Mischungsverhältnis wird bis zum Erreichen einer cremigen Konsistenz angepasst. Bei der Durchführung der Prüfung betrug das Mischungsverhältnis in diesem Fall 1 : 8 (1 g Fasern zu 8 g Gewindedichtungsmaterial Loctite 271, Charge L37LAC9735).

Zur Untersuchung des ausgehärteten Materials wurde das flüssige Prüfmuster bei der Probenvorbereitung dünn zwischen zwei Kupferplatten aufgetragen und dann 24 h lang bei Raumtemperatur getrocknet. Anschließend wurde das ausgehärtete Material von den Kupferplatten gelöst und in Stücke mit 1 bis 2 mm Kantenlänge zerschnitten und für die Prüfungen verwendet.

4 Prüfungen

4.1 Prüfung des Reaktionsverhaltens bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben. Basierend auf 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.

4.1.2.1 Ergebnisse flüssiges Material

Bei den Versuchen entsprach der Sauerstoffanfangsdruck p_a dem Umgebungsdruck.

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Reaktion
60	20	beim 2. Druckstoß
60	15	beim 5. Druckstoß
60	10	nein*
60	10	nein*

* bei einer Serie von fünf aufeinander folgenden Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf aufeinanderfolgenden Druckstößen konnte bei den folgenden Prüfbedingungen keine Reaktion des flüssigen anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735, mit dem Sauerstoff festgestellt werden:

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]
60	10

4.1.2.2 Ergebnisse ausgehärtetes Material

Bei den Versuchen entsprach der Sauerstoffanfangedruck p_a dem Umgebungsdruck.

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Reaktion
60	20	beim 1. Druckstoß
60	15	nein*
60	15	nein*

* bei einer Serie von fünf aufeinander folgenden Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf aufeinanderfolgenden Druckstößen konnte bei den folgenden Prüfbedingungen keine Reaktion des ausgehärteten anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735, mit dem Sauerstoff festgestellt werden:

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]
60	15

5 Zusammenfassung der Prüfergebnisse

Bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen bei einer Probentemperatur von 60 °C konnten bei Enddrücken von 10 bar keine Reaktionen des flüssigen anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735 mit dem Sauerstoff festgestellt werden.

Bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen bei einer Probentemperatur von 60 °C konnten bei Enddrücken von 15 bar keine Reaktionen des ausgehärteten anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735 mit dem Sauerstoff festgestellt werden.

6 Meinung und Interpretation

Das anaerobe Gewindedichtungsmaterial Loctite 271, Charge L37LAC9735, soll in gasförmigem Sauerstoff bis 60° C eingesetzt werden.

Unter Berücksichtigung aller Prüfergebnisse sowie unter Berücksichtigung der Anforderungen an Dichtungswerkstoffe, beschrieben im Anhang 1 zu Anlage 2 des Merkblattes M034, sowie des Anhanges 2 des Merkblattes M034-1, der Technische Regeln für Gefahrstoffe TRGS 407 und der in der BAM zu Grunde gelegten Sicherheits-Philosophie bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735, in gasförmigem Sauerstoff bei folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
60	10

Diese Beurteilung gilt nicht für eine Verwendung des anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 271, Charge L37LAC9735, 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 JAI102309. 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 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

10. Oktober 2018

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

Im Auftrag



Dr. Thomas Kasch

Verteiler: 1. Ausfertigung: Henkel AG & Co. KGaA
 2. Ausfertigung: BAM - Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“



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	18003249 E
Our Reference	02-3487
Copy	1. copy of 2 copies
Customer	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching Germany
Date of Request	January 19, 2018
Receipt of Signed Contract	September 10, 2018
Reference	---
Test Samples	Anaerobic thread sealant Loctite 271, batch L37LAC9735
Receipt of Samples	September 20, 2018
Test Date	September 27 to 28, 2018
Test Location	BAM – Division 2.1 „Gases, Gas Plants“; building no. 41
Test Procedure or Requirement according to (in the current version at test time)	DIN EN 1797 und ISO 21010 “Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“; 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“

All pressures of this report are excess pressures.
This test report consists of page 1 to 6 and annex 1.

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 an anaerobic thread sealant, for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C“
- 1 Safety Data Sheet Henkel Loctite 271
(14 pages, Fa. Henkel AG & Co. KGaA, SDB-No. 173041, version V004.0, date of issue: October 24, 2017)
- 1 Material Data Sheet Loctite 271
(4 pages, Fa. Henkel, reference 1.8, date of issue: March 2012)
- 3 Dispenser with 50 ml fill quantity of Loctite 271, batch L37LAC9735;
Color of the thread sealant material: Red



2 Applied Test Methods for Evaluating the Technical Safety

The anaerobic thread sealant material Loctite 271, batch L37LAC9735, shall be used for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C. In practical applications, it cannot be guaranteed that the product will be always fully cured. Therefore, for technical safety, the liquid and the cured product were tested.

The following test method was applied:

2.1 Testing for Ignition Sensitivity to Gaseous Oxygen Impacts

Generally, this test method is required if rapid oxygen pressure changes on the material cannot be safely excluded in usage.

3 Preparation of Samples

According to BAM's test procedure, liquids are mixed with inert ceramic fibers. The mixing ratio is varied to achieve a creamy consistency. In this case, the mixing ratio was 1 : 8 (1 g ceramic fibers mixed with 8 g Loctite 271, batch L37LAC9735).

The liquid material had been thinly applied between two copper plates and had been allowed to dry at room temperature for 24 hours. Thereafter, the cured material was scraped off from the copper plates and was cut into parts of ca. 1 mm to 2 mm in edge length.

4 Tests

4.1 Ignition Sensitivity Testing to Gaseous Oxygen Impacts at 60 °C

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 of color, of consistency, or of surface texture 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.

4.1.2.1 Results Liquid Material

Sample Temperature t_i [°C]	Final Oxygen Pressure p_F [bar]	Reaction
60	20	on 2. impact
60	15	on 5. impact
60	10	no*
60	10	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 liquid sample with oxygen could be observed at following conditions:

Sample Temperature t_i [°C]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]
60	10

4.1.2.2 Results Cured Material

Sample Temperature t_i [°C]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]	Reaction
60	20	on 1. impact
60	15	no*
60	15	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 cured sample with oxygen could be observed at following conditions:

Sample Temperature t_i [°C]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]
60	15

5 Summary of the Test Results

In two separate tests, each consisting of a series of five consecutive impacts, no reactions of the liquid sample with oxygen at 60 °C and a final pressure of 10 bars were observed.

In two separate tests, each consisting of a series of five consecutive impacts, no reactions of the cured sample with oxygen at 60 °C and a final pressure of 15 bars were observed.

6 Opinion and Interpretation

The anaerobic thread sealant material Loctite 271, batch L37LAC9735, shall be used for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C.

On basis of the test results, the requirements for lubricants according to attachment 1 of code of practice M034, annex 2 of code of practice M034-1, Technical Rules for Hazardous Substances TRGS 407 and BAM's safety philosophy, there are no objections regarding technical safety, to use the anaerobic thread sealant Loctite 271, batch L37LAC9735, for gaseous oxygen service at following operating conditions:

Maximum Temperature [°C]	Maximum Oxygen Pressure [bar]
60	10

This evaluation does not cover the use of the anaerobic thread sealant Loctite 271, batch L37LAC9735, 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.

Our opinion and interpretation are 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 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

October 10, 2018

Division 2.1 "Gases, Gas Plants"

By order


Dr. Thomas Kasch

Distribution list: 1. copy: Henkel AC & Co. KGaA
2. copy: BAM - Division 2.1 "Gases, Gas Plants"



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 .