



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	16023219
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching
Anfrage vom	10. Mai 2016
Eingang der Auftragserteilung am	21. Juni 2016
Zeichen	---
Prüfmuster	Anaerobes Gewindedichtungsmaterial Loctite 577, Charge 6AD0161; BAM Auftrags-Nr.: 2.1/53 194
Eingang Prüfmuster	21. Juni 2016
Prüfzeitraum	12. bis 13. Juli 2016
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“ Haus 41, Raum 120
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 5 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 folgendes eingereicht:

- 1 Prüfauftrag
„Durchführung von Prüfungen zur sicherheitstechnischen Beurteilung des anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 577, Charge 6AD0161, für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C“
- 1 Sicherheitsdatenblatt Henkel Loctite 577
(13 Seiten, SDB-Nr. 168431, Version 007.0, Erstelldatum: 11. April 2016)
- 1 Materialdatenblatt Loctite 577
(4 Seiten, Erstelldatum: Dezember 2013)
- 4 Tuben zu je 50 ml zur Portionierung des pastenförmigen Materials,
Farbe des Gewindedichtungsmaterials: Gelb



2 Angewandte Prüfverfahren zur sicherheitstechnischen Beurteilung

Das Produkt Loctite 577 soll als anaerobes Gewindedichtungsmaterial 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 pastenförmige 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

Zur Untersuchung des ausgehärteten Materials wurde das pastenförmige 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 abgekratzt und für die Prüfungen verwendet.

4 Prüfungen

4.1 Prüfung des Reaktionsverhaltens bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen bei 60 °C

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.

Weist die Probe nach der Prüfung Veränderungen der Farbe, der Konsistenz oder der Oberflächenbeschaffenheit auf, obwohl kein Temperaturanstieg von mindestens 20 °C festgestellt worden ist, wird dies aus sicherheitstechnischer Sicht bei der Beurteilung von der BAM dennoch berücksichtigt.

4.1.2 Ergebnisse

4.1.2.1 Pastenförmiges Material

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffanfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Reaktion
60	1	30	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	20	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	10	nein*
60	1	15	nein*
60	1	15	Entzündung beim 3. Druckstoß
60	1	10	nein*

* bei fünf Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf Versuchen und einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 1$ bar konnte bei folgenden Prüfbedingungen keine Reaktion des pastenförmigen Materials festgestellt werden:

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffanfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]
60	1	10

4.1.2.2 Ausgehärtetes Material

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffanfangedruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Reaktion
60	1	20	Entzündung beim 3. Druckstoß
60	1	15	nein*
60	1	15	nein*

* bei fünf Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf Versuchen und einem Sauerstoffanfangedruck $p_a = 1$ bar konnte bei folgenden Prüfbedingungen keine Reaktion des ausgehärteten Materials festgestellt werden:

Probentemperatur t_a [°C]	Sauerstoffanfangedruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]
60	1	15

5 Zusammenfassung und Beurteilung

Das Prüfmuster soll als anaerobes Gewindedichtungsmaterial in gasförmigem Sauerstoff eingesetzt werden. Da bei der praktischen Anwendung nicht sichergestellt werden kann, dass dieses auch tatsächlich komplett ausgehärtet vorliegt, wurden daher sowohl das pastenförmige als auch das ausgehärtete Material untersucht.

Bei Einwirkung von Sauerstoffdruckstößen konnten für das pastenförmige bzw. für das ausgehärtete Material bei Enddrücken von 10 bar bzw. 15 bar keine Reaktionen mit dem Sauerstoff festgestellt werden. Da für die sicherheitstechnische Beurteilung der niedrigere Sauerstoffdruck maßgebend ist, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des anaeroben Gewindedichtungsmaterials Loctite 577, Charge 6AD0161, 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 577, Charge 6AD0161, in Anlagen oder Anlagenteilen für flüssigen Sauerstoff. Hierfür ist eine besondere Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff erforderlich.

6 Hinweise

Bei der sicherheitstechnischen Beurteilung wird berücksichtigt, dass im praktischen Einsatz des Materials schnelle Sauerstoff-Druckänderungen - sogenannte Sauerstoffdruckstöße - nicht mit Sicherheit an dem Material ausgeschlossen werden können.

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

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.

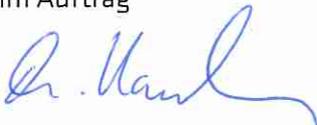
Es muss eindeutig erkennbar sein, dass das Produkt für den genannten Verwendungszweck nur in gasförmigem Sauerstoff einsetzbar ist. Maximal zulässiger Sauerstoffdruck, maximale Betriebstemperatur sowie eventuell andere Einschränkungen beim Gebrauch müssen deutlich angegeben sein.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) 12200 Berlin

13. Oktober 2016

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 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 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	16023219 E
Copy	1. copy of 2 copies
Customer	Henkel AG & Co. KGaA Gutenbergstraße 3 85748 Garching Germany
Date of Request	May 10, 2016
Receipt of Signed Contract	June 21, 2016
Reference	---
Test Samples	Anaerobic thread sealant Loctite 577, batch 6AD0161; BAM Order-No.: 2.1/53 194
Receipt of Samples	June 21, 2016
Test Date	July 12 to July 13, 2016
Test Location	BAM – Division 2.1 „Gases, Gas Plants“; building no. 41, room 120
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 5 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 the anaerobic thread sealant Loctite 577, batch 6AD0161, for gaseous oxygen service at temperatures up to 60 °C“
- 1 Safety Data Sheet Henkel Loctite 577
(13 pages, SDB-No. 168431, version 007.0, date of issue: April 11, 2016)
- 1 Material Data Sheet Loctite 577
(4 pages, date of issue: December 2013)
- 4 Dispensers each with a volume of 50 ml of the paste-like material;
Color of the thread sealant: Yellow



2 Applied Test Methods for Evaluating the Technical Safety

The product Loctite 577 is an anaerobic thread sealant that 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, both the paste-like 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

The paste-like 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 had been scraped off from the copper plates and was used for testing.

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 Results

4.1.2.1 Paste-like Material

Sample Temperature t_a [°C]	Initial Oxygen Pressure p_i [bar]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]	Reaction
60	1	30	Ignition on 1. impact
60	1	20	Ignition on 1. impact
60	1	10	no reaction*
60	1	15	no reaction*
60	1	15	Ignition on 3. impact
60	1	10	no reaction*

* Within a series of five consecutive impacts

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

Sample Temperature t_a [°C]	Initial Oxygen Pressure p_i [bar]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]
60	1	10

4.1.2.2 Cured Material

Sample Temperature t_a [°C]	Initial Oxygen Pressure p_i [bar]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]	Reaction
60	1	20	Ignition on 3. impact
60	1	15	no reaction*
60	1	15	no reaction*

*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 material with oxygen could be observed at following conditions:

Sample Temperature t_a [°C]	Initial Oxygen Pressure p_i [bar]	Final Oxygen Pressure p_f [bar]
60	1	15

5 Summary and Evaluation

It is intended to use the product as an anaerobic thread sealant for gaseous oxygen service. In practical applications, however, it cannot be guaranteed that the product will be always fully cured. Therefore, for technical safety, both the paste-like and the cured product were tested.

Ignition sensitivity testing of the material showed that no reactions could be detected at final oxygen pressures of 10 bar for the paste-like and 15 bar for the cured material. As for technical safety reasons, the lower final oxygen pressure has to be considered, there are no objections with regard to technical safety, to use the anaerobic thread sealant Loctite 577, batch 6AD0161, 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 577, batch 6AD0161, for liquid oxygen service. For this case, a particular test for reactivity with liquid oxygen needs to be carried out.

6 Comments

This safety evaluation considers the fact, that rapid oxygen pressure changes - so-called oxygen pressure surges - cannot be safely excluded on the material in usage.

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

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.

It shall be clear that the product may only be used for gaseous 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 13, 2016

Division 2.1 "Gases, Gas Plants"

By order



Dr. Thomas Kasch

Distribution list: 1. copy: Henkel AG & 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_1 , 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_1 to p_F 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_1 . 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_1 , 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 .