



Schnellprüfgeräte

REMBE® Research+Technology Center GmbH

Zur Heide 39, D-59929 Brilon, Deutschland

www.rembe-rtc.de

Produktion, Verkauf und Support

info@rembe-rtc.de

+49 2961 7405 390

MP-1 Brennprüfung	2
MP-3 Fallhammer	3
Lütof-Ofen	4
Grewer-Ofen	5
Mini-Autoklav	6
Warmlagerprüfung	7
BAM Ofen	9
Modifiziertes Hartmann-Rohr	10
Sipcon	11

MP-1 Brennprüfung



Bestimmung der Brennbarkeit eines trockenen, pulverförmigen Feststoffes nach folgenden Kriterien:

- Kann das Produkt entzündet werden?
- Wird die Entzündung weitergeleitet?
- Zeigt die Reaktion eine Flamme?
- Abbrenngeschwindigkeit?

Brennprüfung bei Raumtemperatur

Etwa 4 ml des gemahlene und getrocknete Produktes werden auf einer feuerfesten Unterlage als Streifen von rund 4 cm Länge aufgeschüttet. Ein elektrisch beheizter, glühender Platindraht (Temperatur rund 1000°C) wird am Ende der Aufschüttung während etwa 5 Sekunden in das Pulver eingetaucht. Das Brennverhalten des Produktes wird durch eine Bewertungszahl charakterisiert.

Brennprüfung bei erhöhter Temperatur

Die Entflammbarkeit und Brennbarkeit eines Stoffes interessiert oft nicht nur bei Raumtemperatur, sondern auch bei erhöhter Temperatur, insbesondere im Hinblick auf Trocknungsprozesse. Es ist deshalb empfehlenswert, die Brennprüfung sowohl bei Raumtemperatur als auch bei erhöhter Temperatur (zum Beispiel bei der vorgesehenen Trocknungstemperatur) durchzuführen. Oft werden dabei wesentliche Unterschiede im Brennverhalten beobachtet.

Abtrenngeschwindigkeit

Mit Hilfe einer speziellen Schüttrinne wird auf einer feuerfesten Unterlage von dem getrocknete und gemahlene Produkt ein Streifen von 25 cm Länge aufgeschüttet. Der Produktstreifen wird mit Hilfe des glühenden Platindrahtes an einem Ende entzündet. Mit einer Stoppuhr wird die Zeit gemessen, die ein Produktstreifenstück von 20 cm braucht, um abzubrennen. (Beginn der Zeitmessung, nachdem 3 cm des Streifens schon abgebrannt sind).

MP-3 Fallhammer

Prüfung auf Schlagempfindlichkeit



Bestimmung der Schlagempfindlichkeit eines festen oder flüssigen Stoffes.

Prüfung von Feststoffen nach Lütolf / ESCIS

Proben von 100mg der gemahlene und getrocknete Substanz werden in Alufolie verpackt und unter dem Fallhammer einer Schlagbeanspruchung ausgesetzt. Der Versuch wird so oft durchgeführt, bis eine Detonation beobachtet wird, höchstens aber zehnmal. Wird bei diesem Vorgehen eine Detonation beobachtet, so wird die Prüfung ohne die sensibilisierend wirkende Alufolie wiederholt und ebenfalls bis zehnmal durchgeführt. Substanzen, die ohne Aluminiumfolie unter dem Fallhammer bei einer Beanspruchung von 39Nm detonieren, sind schlagempfindlich.

Prüfung von Feststoffen oder Flüssigkeiten nach Koenen / BAM, OECD

Auch hier wird der Versuch so oft durchgeführt, bis eine Detonation beobachtet wird, höchstens aber zehnmal. Wird eine Detonation festgestellt, ist die Substanz schlagempfindlich

Lütolf-Ofen

Prüfung auf Exothermie im offenen Gefäß



Bestimmung der niedrigsten Temperatur, bei der eine Substanz im offenen Gefäß unter sauerstoffarmen Bedingungen eine exotherme Reaktion zeigt.

Temperaturprogrammierte Prüfung

etwa 2 g der zu prüfenden Substanz und 2 g Graphit als Referenzsubstanz werden in je einem Reagenzglas in einem gemeinsamen Heizblock mit 2,5°C/min aufgeheizt. Die Temperatur der Proben wird aufgezeichnet. Eine Exothermie zeigt sich dadurch an, dass die Temperaturkurve der Prüfsubstanz diejenige der Referenzsubstanz übersteigt.

Isoperibole Prüfung

(quasi-isotherme Prüfung bei konstanter Ofentemperatur) Wurde in der Temperaturprogrammierten Prüfung eine exotherme Reaktion gefunden, wird die Substanz noch unter isoperibolen Bedingungen geprüft. Wiederum werden 2 g Substanz eingesetzt, wobei die erste Prüftemperatur derjenigen Temperatur entspricht, bei der während der temperaturprogrammierten Prüfung die erste Exothermie festgestellt wurde. Die isoperibole Prüfung wird mit frischen Proben in absteigenden Temperaturintervallen von 10°C solange wiederholt, bis die Substanz während 8 Stunden keine merkliche Exothermie mehr zeigt.

Die Prüfeinrichtung besteht aus:

- Elektrisch geheizter Aluminiumblock, mit 6 Bohrungen für Reagenzgläser (1 Referenz und 5 Proben)
- Temperaturregler und Messgerät: Sipcon
- Thermoelemente in Schutzgläsern

Grewer-Ofen

Prüfung auf Exothermie im Luftstrom



Bestimmung der tiefsten Temperatur, bei der ein trockener Feststoff im Warmluftstrom (z.B. Lufttrockner) eine Exothermie zeigt.

Etwa 7-8 ml der gemahlene und getrocknete Prüfsubstanz und eine gleiche Menge Graphitpulver als Referenzsubstanz werden in je einem feinmaschigen Drahtkorbchen im Warmluftstrom mit 1°C pro Minute aufgeheizt. Die Temperatur der Proben wird aufgezeichnet. Ein Überschreiten der Temperaturkurve der Prüfsubstanz über diejenige der Referenzsubstanz wird als Exothermie gewertet. Die Prüftemperatur wird vorteilhaft bis auf 100°C über die vorgesehene Prozesstemperatur gesteigert, sofern das Produkt nicht schon vorher schmilzt.

Ist Inertgasatmosphäre vorgesehen, so wird die Prüfung mit dem vorgesehenen Inertgas wiederholt.

Die Prüfeinrichtung besteht aus:

- Elektrisch beheizter rostfreier Stahlblock, mit 6 Bohrungen für 1 Referenz und 5 Proben. Der untere Teil des Ofens enthält eine lose Packung von Kupferringen durch die der Luftstrom strömt.
- Temperaturregler und Messgerät: Sipcon
- Thermolemente in Schutzgläsern

Mini-Autoklav

Prüfung auf Exothermie und Druckaufbau im geschlossenen Gefäß



Bei den Prüfungen auf Exothermie im offenen Gefäß (Ofen nach Lütolf) tritt oft die Schwierigkeit auf, dass die exotherme Zersetzungsreaktion von endothermen Vorgängen, wie Sieden von Flüssigkeiten oder Gasentwicklung, überlagert wird. In solchen Fällen wird die Substanz (2 g) in einem geschlossenen System, im Miniautoklaven, geprüft.

Dabei kann neben dem Temperaturverlauf auch der zeitliche Verlauf des Druckes während der Zersetzung registriert werden. Die Messung des Druckes erfolgt über ein Kapillarrohr.

Prüfungen werden temperaturprogrammiert und isoperibol, mit und ohne Zusatzstoffe, durchgeführt. Dabei wird die niedrigste Temperatur ermittelt, bei der die zu prüfende Substanz eine exotherme Reaktion zeigt. Aus dem Druckverhalten im Miniautoklaven kann auch die Menge der entstandenen Zersetzungsgase abgeleitet werden; die untere Erfassungsgrenze liegt bei etwa 0,1 l/kg.

Die Prüfeinrichtung besteht aus:

- Elektrisch beheizter Aluminiumblock mit 2 Heizzonen
- 2 Stk. Mini-Autoklaven aus rostfreiem Stahl
- 1 Stk Referenz-Autoklav Druckmesseinrichtung (2 Kanäle)
- Temperaturregler und Messgerät: Sipcon Mantelthermoelemente

Warmlagerprüfung

Warmlager- und Wärmestau-Prüfung



Werden Pulverprodukte längere Zeit einer warmen Luftatmosphäre ausgesetzt, so kann je nach Produkt durch exotherme Vorgänge eine Selbsterwärmung auftreten, die bis zur Entzündung führt.

Warmlagerprüfung im Drahtkorb

Die Warmlagerprüfung im Drahtkorb bestimmt im isoperibolen Versuch die tiefste Temperatur, bei der ein trockener Feststoff in warmer Luftatmosphäre gerade noch eine exotherme Wärmetönung zeigt.

Die „Warmlagerprüfung im Drahtkorb“ kann als isoperibole, empfindlichere Variante der „Prüfung auf Exothermie im Frischluftstrom“ (Ofen nach Grewer) betrachtet werden. Diesem Test werden denn auch vor allem Produkte unterworfen, die bei der „Prüfung auf Exothermie im Frischluftstrom“ eine erste exotherme Reaktion bei einer Temperatur $\leq 200^{\circ}\text{C}$ zeigten.

Die gemahlene und getrocknete Prüfsubstanz wird in einen zylindrischen Drahtkorb von 400 ml, gegebenenfalls 1600 ml Nutzvolumen, eingefüllt und in einen auf die Prüftemperatur vorgeheizten Ofen mit Entlastungsöffnung gestellt. Gleichzeitig wird ein mit Graphit gefülltes Gefäß (z.B. Erlenmeyerkolben) in den Ofen gestellt. Die Temperatur der Prüfsubstanz und diejenige des Graphits werden mit Thermoelementen gemessen und aufgezeichnet. Die Temperatur des Graphits gilt als Referenztemperatur.

Eine Selbsterwärmung zeigt sich dadurch an, dass die Temperaturkurve der Prüfsubstanz über diejenige der Referenzsubstanz ansteigt. Die Prüftemperatur wird für den ersten Versuch so gewählt, dass sie 20-30 $^{\circ}\text{C}$ unter derjenigen Temperatur liegt, die bei der Prüfung im Ofen nach Grewer zu einer ersten Exothermie führte.

Die Prüfung wird mit frischem Produkt solange bei jeweils 10 $^{\circ}\text{C}$ tieferer Temperatur wiederholt, bis während 24 Stunden keine Exothermie mehr festgestellt wird.

Das Ergebnis der Prüfung ist unter anderem vom Volumen des verwendeten Drahtkorbes bzw. der Substanzmenge abhängig. Diese sind deshalb bei der Berichterstattung stets anzugeben.

Prüfung auf Wärmestau im Dewar-Gefäss

Bedingungen im Langzeitversuch eine exotherme Reaktion zeigt.

Diesem Test werden vor allem jene Produkte unterworfen, die bei der "Prüfung auf Exothermie im offenen Gefäss" eine erste exotherme Reaktion bei einer Temperatur $\leq 180^{\circ}\text{C}$ zeigten.

Üblicherweise werden für die Prüfung Dewar-Gefässe mit einem Nenninhalt von 200 ml verwendet.

Gegebenenfalls werden die Versuche in grösseren Dewar-Gefässen (500 ml, 1000 ml oder 2000 ml) wiederholt; dabei steigert sich die Empfindlichkeit der Prüfung.

Rund 200 ml der gemahlenden und getrockneten Prüfsubstanz (bzw. der zu prüfenden Flüssigkeit) werden in ein Dewar-Gefäss bis etwa 2 cm unter den Rand eingefüllt und das Dewar-Gefäss mit einem Korkzapfen, durch den ein Thermoelement in das Produkt eingeführt wird, verschlossen. Der Korkzapfen kann mit einer dünnen Teflonfolie geschützt werden. Vorteilhaft wird vorher die Prüfsubstanz auf $10\text{-}20^{\circ}\text{C}$ unterhalb der Prüftemperatur vorgewärmt. Das Gefäss wird in einen auf Prüftemperatur vorgeheizten Ofen mit Entlastungsöffnung gestellt. Gleichzeitig wird ein mit Graphit gefülltes Gefäss (z.B. Erlenmeyerkolben) in den Ofen gestellt. Die Temperatur der Prüfsubstanz und diejenige des Graphits werden mit Thermoelementen gemessen und aufgezeichnet. Die Temperatur des Graphits gilt als Referenztemperatur. Die Prüftemperatur für den ersten Versuch soll $20\text{-}30^{\circ}\text{C}$ unter derjenigen Temperatur liegen, welche bei der Prüfung im Ofen nach Lütolf zu einer ersten Exothermie führte.

Eine Selbsterwärmung des Produkts zeigt sich dadurch an, dass die Temperaturkurve der Prüfsubstanz über diejenige der Referenzsubstanz ansteigt.

Die Prüfung wird mit frischem Produkt solange bei jeweils 10°C tieferer Temperatur wiederholt, bis während drei Tagen keine Exothermie mehr festgestellt wird.

Nachdrücklich wird darauf hingewiesen, dass das Ausmass und die Geschwindigkeit einer Selbsterwärmung von der eingesetzten Substanzmenge abhängig sind; diese ist deshalb im Prüfprotokoll immer anzugeben.

Die Prüfeinrichtung besteht aus:

- Elektrisch beheizter und Temperaturregelter Ofen mit Entlastungseinrichtung
- Drahtkörbe aus rostfreiem Stahl
- Dewar-Gefäss
- Temperaturregler und Messgerät: Sipcon
- Thermoelemente in Schutzgläsern

BAM Ofen

Zündprüfung für aufgewirbelten Staub



Bestimmung der tiefsten Temperatur (Grenztemperatur), bei der eine Substanz unter wärmestauenden Bestimmung der niedrigsten Temperatur einer Oberfläche, die beim Kontakt mit aufgewirbeltem Staub, diesen zu entzünden vermag.

Mit Hilfe eines Gummiball-Handgebläses wird eine kleine Probe des Staubes auf eine heisse Oberfläche geblasen. Als heisse Oberfläche dient ein Spezialofen (Konstruktion der Deutschen Bundesanstalt für Materialprüfung, BAM) mit einer stufenlosen Temperaturregelung der Kontaktfläche bis 600°C.

Die erste Prüfung wird bei einer Oberflächentemperatur von 600°C vorgenommen. Die Prüfung ist gegebenenfalls mit verschiedenen grossen Probemengen zu wiederholen, da die Zündfähigkeit auch von der Staubkonzentration in der Luft abhängt. Ergibt sich innerhalb von 5 s eine Entzündung des Staubes, wird die Prüfung mit frischen Proben in absteigenden Temperaturintervallen von jeweils 10°C so lange wiederholt, bis innerhalb von 5 s nach dem Einblasen des Staube keine Entzündung (Flammenerscheinung, Knall) mehr erfolgt.

Nach jeder Einzelprüfung wird der Ofen durch Ausblasen mit Druckluft von Staubresten gereinigt. Die niedrigste Oberflächentemperatur, bei der noch eine Entzündung innerhalb von 5 s nach dem Einblasen des Staubes erfolgt, ist die Zündtemperatur des aufgewirbelten Staubes.

Modifiziertes Hartmann-Rohr



Das Staubexplosionsverhalten wird im Sinne eines Screenings im modifizierten Hartmannrohr geprüft.

Die getrocknete und auf eine Korngröße von mindestens 50% < 64µm gemahlene oder gesiebte Probe wird im modifizierten Hartmannrohr (vertikales Pyrexglasrohr) durch einen Pressluftstoss aufgewirbelt. Gleichzeitig wird über eine Hochspannungs-Dauerfunkenstrecke von 4mm ein stehender Funken erzeugt (Funkenenergie ~ 10 Joule).

Die Prüfung wird als positiv beurteilt, wenn das Indikatorgerät durch Aufklappen des Deckels eine Staubexplosion anzeigt (Anzeige "1" oder "2"), oder wenn ein Staubbrand beobachtet wird (auch ohne Aufklappen des Deckels).

Brennbare Stäube, die in der modifizierten Hartmannapparatur "negativ" bewertet werden, sind in der Regel der Staubexplosionsklasse St1 - in Ausnahmefällen auch den Staubexplosionsklassen St2 oder St3 - zuzuordnen. Für deren Zündung sind stärkere Zündquellen erforderlich als sie im Screeningtest angewendet werden. Die Mindestzündenergie der im modifizierten Hartmannrohr "negativ" bewerteten Stäube liegt im Bereich > 1J.

Brennbare Stäube, die in der modifizierten Hartmannapparatur mit der Anzeige "0" oder "1" positiv bewertet werden, sind erfahrungsgemäss der Staubexplosionsklasse St1 zuzuordnen; einzelne Ausnahmen sind aber bekannt. Die Mindestzündenergie der im modifizierten Hartmannrohr "positiv" bewerteten Stäube liegt im Bereich < 10J.

Brennbare Stäube, die in der modifizierten Hartmannapparatur mit der Anzeige "2" positiv bewertet werden, können der Staubexplosionsklasse St1, St2 oder St3 entsprechen. Falls eine genaue Feststellung der Staubexplosionsklasse erforderlich ist, sind quantitative Tests in der 20-L-Kugel durchzuführen.

Die Zuordnung zu einer Staubexplosionsklasse sagt nichts aus darüber, wie leicht - oder wie schwer - ein Staub/Luft-Gemisch gezündet werden kann, sondern nur darüber, wie heftig eine Explosion nach erfolgter Zündung verläuft.

Sipcon

Mess- und Regel-System

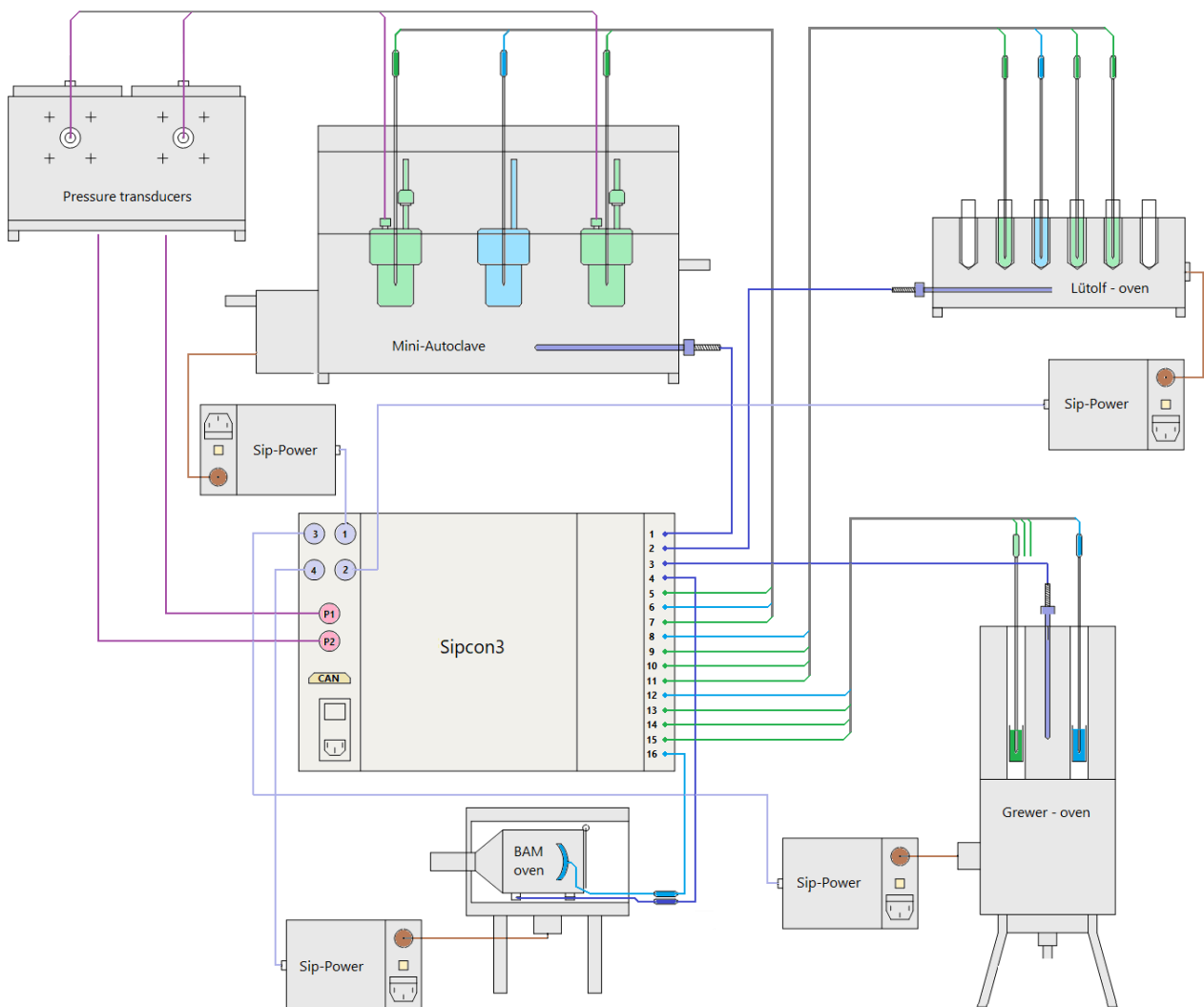


Das Mess- und Regel-System Sipcon 3 ersetzt die bisherigen Regelgeräte und mehrkanaligen Registriereinrichtungen bei den Sicherheitsprüfgeräten.

Jedes Sipcon 3 enthält 16 Messkanäle für Thermoelemente und 2 Eingänge für Druckmessumformer.

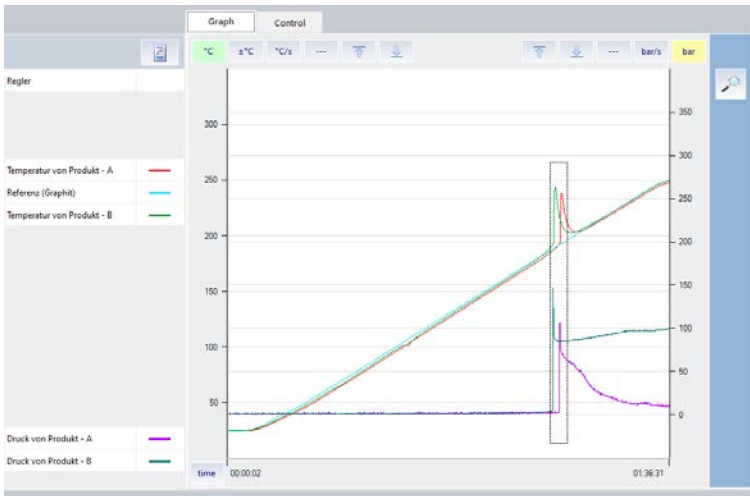
Es werden bis zu 4 unabhängige Prüfapparaturen von einem einzelnen Sipcon bedient.

Dafür sind 4 Softwareregler mit je einem Ausgang für das Leistungsmodul Sip-Power zur Ansteuerung von Heizkreisen vorgesehen.

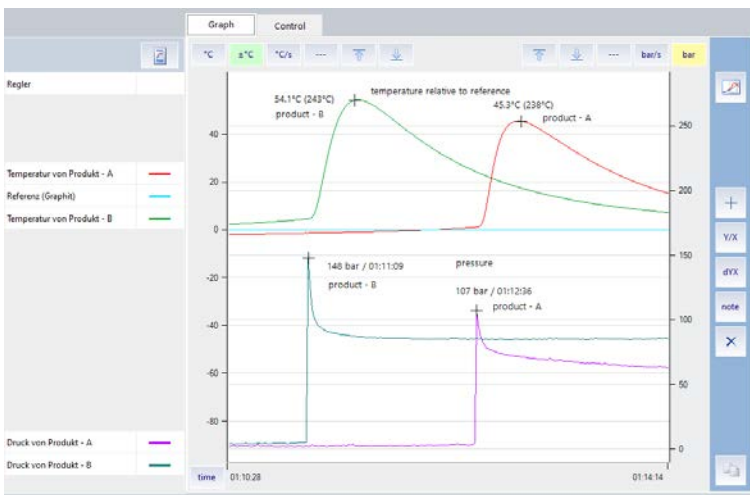


Die Messresultate werden in numerischer und graphischer Form, getrennt nach Prüfsubstanz, angezeigt (Produktidentifikation).

Beispiel: Lineare Aufheizung, Übersicht, absolut



Beispiel: Lineare Aufheizung, Ausschnitt relativ zu Referenz



Cesana AG

Baiergasse 56, CH-4126 Bettingen, Schweiz

www.cesana-ag.ch

Elektronik, Software und Support

info@cesana-ag.ch

+41 61 534 01 61