

# Kalibrier-Ringversuch CaRo 17

## Schlussbericht

1. Zusammenfassung .....	1
2. Explosionskenngrössen Pmax, Kmax.....	3
3. Mindestzündenergie MZE .....	5
4. Teilnehmerverzeichnis .....	6

### 1. Zusammenfassung

---

Gemäss internationalen Normen müssen Prüfmittel periodisch durch Vergleich mit einem Normal oder einem Eich-Prüfmittel kalibriert werden. Diese Kalibrierung gilt sinngemäss auch z.B. für die 20-l-Apparatur bzw. den 1m<sup>3</sup>-Behälter für die Bestimmung von Pmax und Kmax und die Apparatur für die Bestimmung der Mindestzündenergie. Das Prüfverfahren ist ein wichtiger Bestandteil von dieser Kalibrierung. Eine alleinige Überprüfung auf Komponentenebene ist unvollständig und somit unzulässig.

Leider gibt es weltweit weder Normstäube noch geeichte Apparaturen für die Bestimmung dieser Kenngrössen. Deshalb wurde ein Kalibrier-Ringversuch (Calibration-Round-Robin = CaRo) durchgeführt:

Eine ausgewählte Staubprobe wurde vorbereitet und von **74** Prüfstellen untersucht. Die Mittelwerte aus den Prüfergebnissen der teilnehmenden Labors wurden als Referenzwerte mit den dazugehörigen Streubereichen berechnet. Die Prüfstellen wurden mittels Zertifikat über die Auswertung informiert.

#### CaRo 17 – Referenzwerte für die Explosionskenngrössen Pmax und Kmax

<b>Pmax</b> (bar)	<b>8.2 ± 10%</b>	<b>(7.4 ... 9.0)</b>
<b>Kmax</b> (bar·m/s)	<b>243 ± 10%</b>	<b>(219 ... 268)</b>

#### CaRo 17 – Referenzwerte für die Mindestzündenergie MZE

<b>Es / 3</b>	<b>Es</b>	<b>Es · 3</b>
<b>0.5 mJ</b>	<b>1.6 mJ</b>	<b>4.7 mJ</b>

Der Inhalt dieses Berichtes darf nur in vollständiger Form veröffentlicht oder weitergegeben werden.

#### Cesana AG

Baiergasse 56  
CH-4126 Bettingen  
Schweiz

Tel. +41 61 534 01 61  
E-Mail [info@cesana-ag.ch](mailto:info@cesana-ag.ch)  
Internet [www.cesana-ag.ch](http://www.cesana-ag.ch)

## 1.1 Teilnehmer

Weitere Angaben über die Teilnehmer sind im letzten Abschnitt aufgelistet.

	Pmax, Kmax (73)		MZE (73)	
	20-l	1 m <sup>3</sup>	MIKE	Andere
Australien	1		1	
Belgien	2		2	
China	1		2	
Deutschland	14	5	16	1
England	5		4	2
Frankreich	4		5	
Indien			2	
Italien	2		2	
Japan	1		3	
Kanada	2		1	1
Niederlande	1		1	
Norwegen	1		1	
Österreich	2		1	
Polen	1			1
Rumänien	1			
Schweiz	4		5	
Serbien	1			
Spanien	1		1	
Südafrika	1			
Tschech. Republik	1		1	
USA	19	2	17	3
Ungarn	1			
<b>Total:</b>	<b>66</b>	<b>7</b>	<b>65</b>	<b>8</b>

## 1.2 Prüfstaub

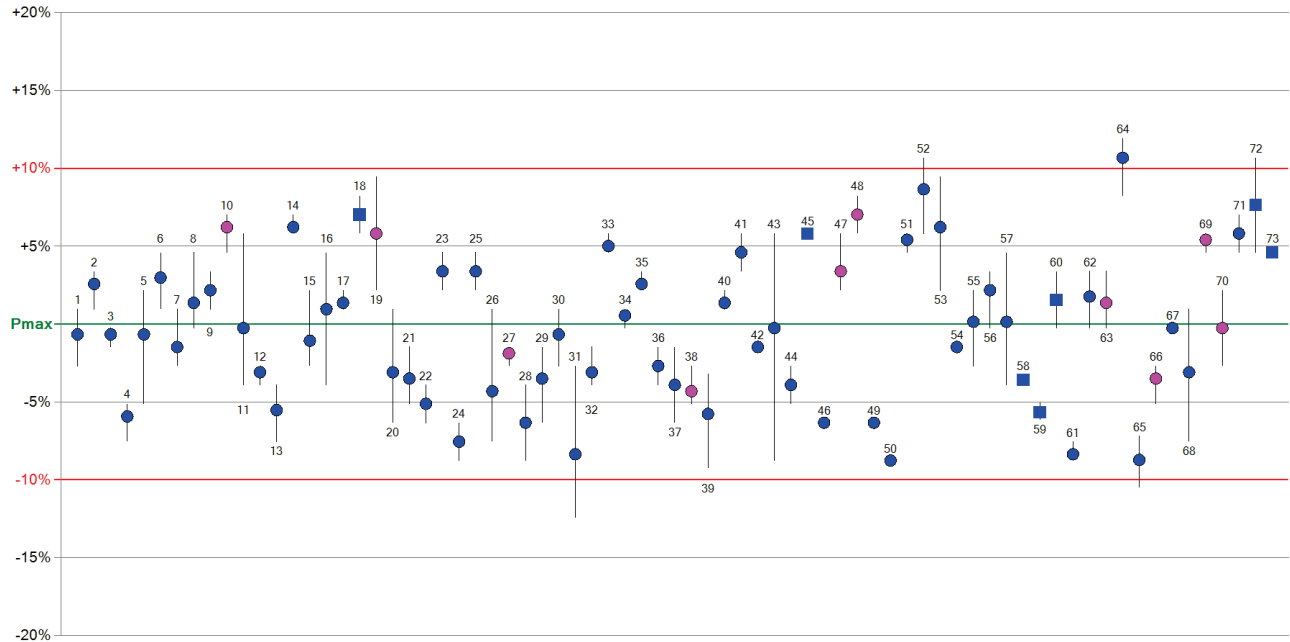
Um eine korrekte Kalibrierung zu gewährleisten, wurde der CaRo 17-Prüfstaub gemahlen, homogenisiert und dicht verpackt. Das Produkt musste somit im „Anlieferungszustand“ untersucht werden.

**CaRo 17 = Niacin USP spezial (Nicotinsäure)**

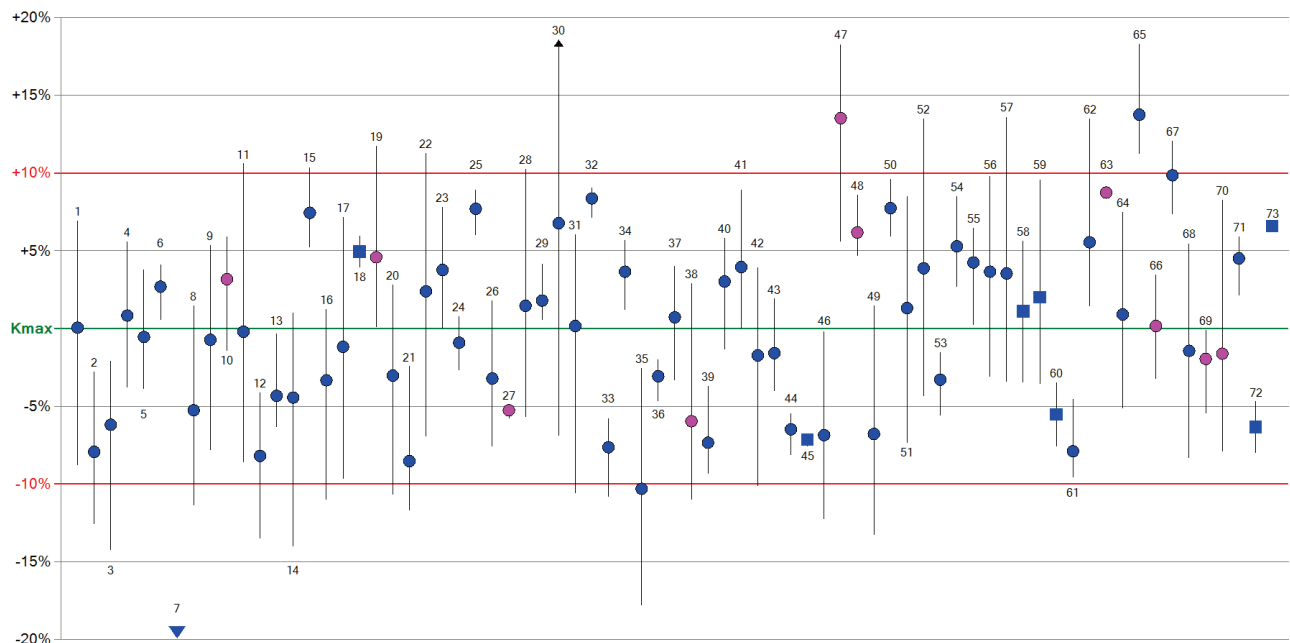
Partikelgrösse	d 10 [µm]	d 50 = median [µm]	d 90 [µm]
Probe 1	3.7	<b>18.8</b>	65.8
Probe 2	3.8	<b>19.1</b>	69.1
Probe 3	3.7	<b>18.5</b>	64.3
Probe 4	3.7	<b>18.1</b>	65.0

## 2. Explosionskenngrossen Pmax, Kmax

**Pmax = 8.2 bar ± 10% (7.4 ... 9.0) bei 505 g/m<sup>3</sup>**



**Kmax = 243 bar·m/s ± 10% (219 ... 268) bei 677 g/m<sup>3</sup>**



● 20L Sobbe    ■ 1m3 Sobbe    ● 20L Simex    ■ 1m3 Simex

Die Einzelwerte sind relativ zum arithmetischen Mittel aus allen Resultaten und in chronologischer Reihenfolge (Zertifikat-Nummer) aufgetragen.

## 2.1 Prüfverfahren:

Die Bestimmungsmethoden sind in den „Anweisungen CaRo 17“ definiert.

## 2.2 Auswertung:

Als Kenngröße für den maximalen Explosionsdruck  $P_{max}$  und den maximalen zeitlichen Druckanstieg  $(dP/dt)_{max}$  wird der Mittelwert aus den Maximalwerten einer jeden Serie angegeben, kurz Mittel aus Maxima genannt.  $(dP/dt)_{max}$  wird dann in  $K_{max}$  umgerechnet.

## 2.3 Streuung von $P_{max}$ und $K_{max}$ :

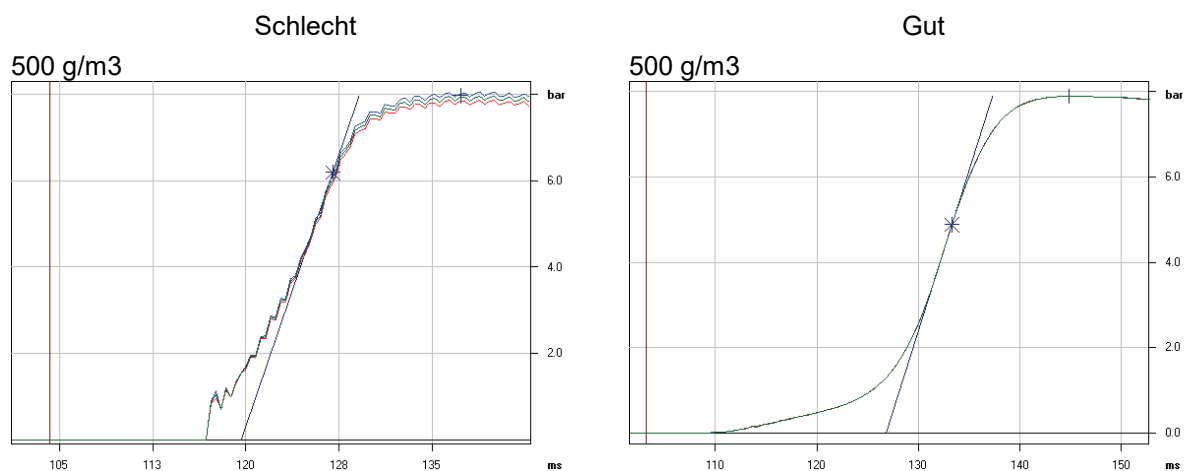
Jedes der Maxima darf nicht mehr als **10%** von  $P_{max}$  bzw.  $K_{max}$  abweichen. Andernfalls musste diese Serie wiederholt werden!

## 2.4 Berechnung der Referenzwerte:

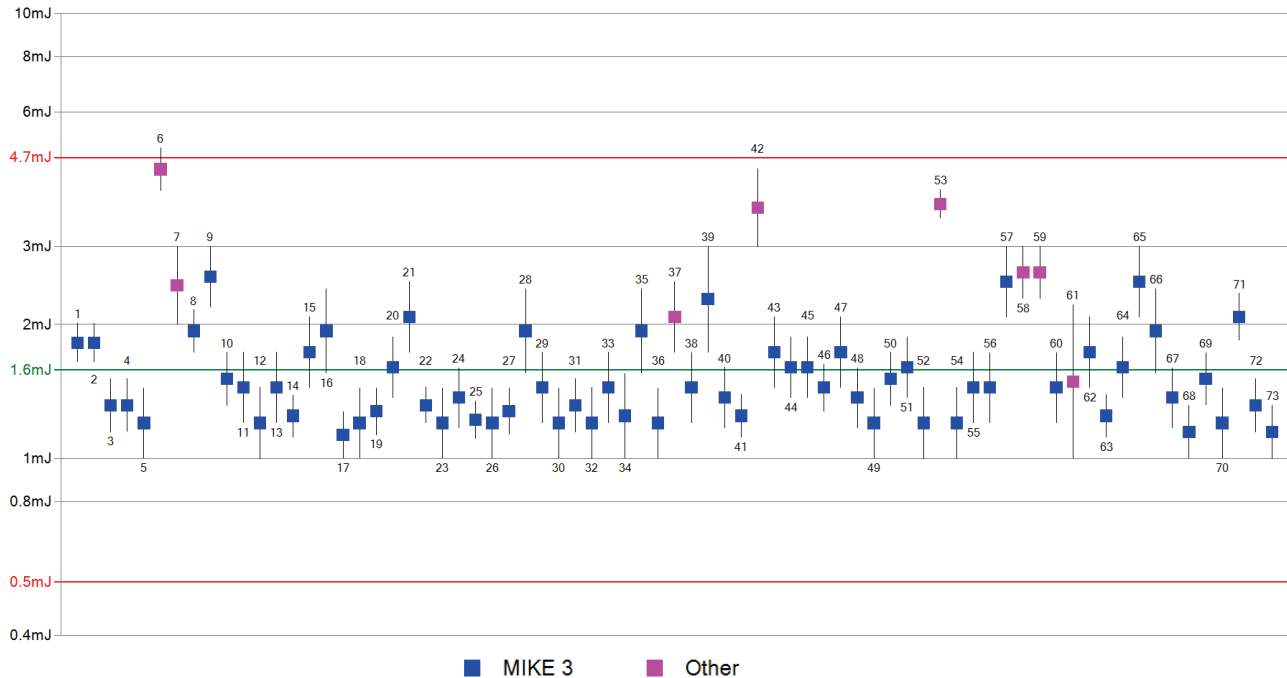
Zuerst wurde der Mittelwert aus allen Prüfergebnissen (73) gebildet. In einem 2. Schritt wurden alle Resultate, die ausserhalb des 10%-Toleranzbandes lagen für die erneute Mittelwertbildung ausgeschlossen. Auf Grund der grossen Anzahl der Teilnehmer haben sich dabei die Mittelwerte nicht verändert.

## 2.5 Probleme mit Simex-Zünder

Von Simex wurden fehlerhafte Zünder mit Druckschwingungen ausgeliefert. Diese erhöhen die Turbulenz und somit den  $K_{max}$ -Wert. Die automatische Auswertung wird durch die überlagerte Schwingung erschwert oder gar verunmöglicht und die Tangente muss manuell angelegt werden. Das Verhalten der Zünder variiert je nach Produktionslos stark. Zünder die Schwingungen zeigen führen zu falschen Ergebnissen. Kontaktieren Sie in diesem Fall den Hersteller der Zünder.



### 3. Mindestzündenergie MZE



Die Einzelwerte sind in chronologischer Reihenfolge (Zertifikat-Nummer) aufgetragen.

#### 3.1 Prüfverfahren:

Die Bestimmungsmethoden sind in den „Anweisungen CaRo 17“ definiert.

#### 3.2 Abschätzung der statistischen Energie (Es):

Die Mindestzündenergie MZE liegt, gemäss Definition, zwischen zwei Energiewerten:  $E_1 < MZE < E_2$   
 Für den Vergleich der Resultate von verschiedenen Apparaturen und deren Kalibrierung ist die alleinige Angabe des Energiebereiches ( $E_1, E_2$ ) zu wenig genau. Deshalb muss für die Kalibrierung mit Hilfe der Zündwahrscheinlichkeit ein einzelner statistischer Energiewert ( $E_s$ ) an Stelle des Energiebereiches ( $E_1, E_2$ ) wie folgt abgeschätzt werden (EN 13821):

$$E_s = 10^{\log E_2 - \frac{I[E_2] \cdot (\log E_2 - \log E_1)}{(NI + I) \cdot [E_2] + 1}}$$

wobei gilt:  $I[E_2]$  = Anzahl der Versuche mit Zündung bei der Energie  $E_2$   
 $(NI+I) [E_2]$  = gesamte Anzahl der Versuche bei der Energie  $E_2$

#### 3.3 Kriterium für die Konformität:

Konformität zwischen zwei Apparaturen (a, b) ist gegeben, wenn deren statistische Energiewerte ( $E_s$ ) sich um weniger als den Faktor 3 unterscheiden (EN 13821):  $1/3 < E_s(a) / E_s(b) < 3$

Dem entsprechend gilt:

Konformität im CaRo 17 ist gegeben, wenn der statistische Energiewert der einzelnen Apparatur sich um weniger als den Faktor 3 vom Mittelwert ( $E_s$ ) aus allen Apparaturen unterscheidet:

<b>Es / 3</b>	<b>Es</b>	<b>Es · 3</b>
<b>0.5 mJ</b>	<b>1.6 mJ</b>	<b>4.7 mJ</b>

#### 4. Teilnehmerverzeichnis

Land	Firma Prüflabor	E-Mail	Pmax Kmax	MZE
Australien	Simtars	negar.fasihiani@simtars.com.au	✓	✓
Belgien	Adinex N.V.	info@adinex.be	✓	✓
China	BASF Advanced Chemicals Co. Ltd.	jjayu.lu@basf.com		✓
China	Shanghai Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd.	zhousrici@163.com	✓	✓
Deutschland	BASF SE	johannes.a.fischer@basf.com	✓	✓
Deutschland	BAYER AG	martin.drafz@bayer.com	✓	✓
Deutschland	BGN	matthias.schmitt@bgn.de	✓	✓
Deutschland	Boehringer Ingelheim Pharma GmbH & Co. KG	juergen.leininger@boehringer- ingelheim.com	✓	✓
Deutschland	consilab Gesellschaft für Anlagensicherheit mbH	jonas.kremer@consilab.de	✓	✓
Deutschland	DEKRA EXAM GmbH	matthias.reinecke@dekra.com	✓	✓
Deutschland	EVONIK Technology & Infrastructure GmbH	matthias.vorwinkel@evonik.com	✓	✓
Deutschland	Henkel AG & Co. KGaA	michaela.berchter@henkel.com	✓	✓
Deutschland	IBExU	f.flemming@ibexu.de	✓	✓
Deutschland	IFA - DGUV	sascha.hohmann@dguv.de	✓	✓
Deutschland	Inburex Consulting GmbH	martin.gosewinkel@Inburex.com	✓	✓
Deutschland	Merck KGaA	thomas.keil@merckgroup.com		✓
Deutschland	Siemens AG	michael.nau@siemens.com	✓	✓
Deutschland	Wacker Chemie AG	alfred.augsberger@wacker.com	✓	✓
England	Chilworth Technology / Dekra Insight	aidan.bushell@dekra.com	✓	✓
England	Health and Safety Executive	wayne.rattigan@hsl.gsi.gov.uk	✓	✓
England	Kindlow Safety Services	james.coady@kindlow.co.uk	✓	✓
England	Sigma-HSE (UK) Ltd	groggers@sigma-hse.com		✓
England	Syngenta	mathew.brooks@syngenta.com	✓	✓
Frankreich	CNRS - University of Lorraine	olivier.dufaud@univ-lorraine.fr		✓

Land	Firma Prüflabor	E-Mail	Pmax Kmax	MZE
Frankreich	INERIS	ghislain.binotto@ineris.fr	✓	✓
Frankreich	SANOFI	cecile.masson-rojas@sanofi.fr	✓	✓
Frankreich	SOLVAY	noel.michel@solvay.com	✓	✓
Indien	GVS Cibatech Private Limited	vijay.bhujle@cibatech.com		✓
Italien	Innovhub Stazioni Sperimentali per l'Industria	antonella.mazzei@mi.camcom.it	✓	✓
Italien	Redox s.r.l.	info@labredox.com	✓	✓
Japan	Technology Institution of Industrial Safety	nishimura@tiis.or.jp		✓
Japan	Toho KK	h.watanabe@j-toho-kk.co.jp	✓	✓
Kanada	Dalhousie University	paul.amyotte@dal.ca	✓	✓
Kanada	Jensen Hughes	mclouthier@jensenhughes.com	✓	✓
Niederlande	AkzoNobel Polymer Chemistry	albert.colomer@akzonobel.com	✓	✓
Norwegen	Gexcon AS	dorthea.jensen@gexcon.com	✓	✓
Österreich	AUVA	stp@auva.at	✓	✓
Österreich	FireX Greßlehner GmbH	dietmar.gresslehner@firex.at	✓	
Polen	Central Mining Institute	zdydych@gig.eu	✓	✓
Rumänien	INCD INSEMEX Petrosani	insemex@insemex.ro	✓	
Schweiz	DSM	romeo.isner@dsm.com		✓
Schweiz	Firmenich S.A.	marie.agnes.aeschlimann@firmenich.com	✓	
Schweiz	Givaudan International	vania.glaus@givaudan.com	✓	✓
Schweiz	Syngenta Crop Protection	julien.parra@syngenta.com		✓
Schweiz	TÜV SÜD Process Safety	mischa.schwaninger@tuev-sued.ch	✓	✓
Spanien	LOM-AT.	liliana.medic@upm.es	✓	✓
Südafrika	CSIR	imthombe@csir.co.za	✓	
Tschechische Republik	V V U U, a.s	mokosl@vuuu.cz	✓	✓
Ungarn	University of Miskolc	simenfalvi@uni-miskolc.hu	✓	
USA	Ashland LLC	jforman@ashland.com	✓	✓
USA	BASF Corporation	andrew.charlick@basf.com	✓	✓
USA	Chilworth Technology, Inc.	don.churchwell@dekra.com	✓	✓

Land	Firma Prüflabor	E-Mail	Pmax Kmax	MZE
USA	DuPont (CW)	jesse.s.jones@dupont.com		✓
USA	EMSL Analytical, Inc.	emirica@emsl.com	✓	✓
USA	Exponent, Inc.	mstern@exponent.com	✓	✓
USA	Fauske & Associates, LLC	dastidar@fauske.com	✓	✓
USA	Fike Corporation FPS	adam.morrison@fike.com	✓	✓
USA	Firmenich Inc.	peter.de.rege@firmenich.com	✓	✓
USA	FM Approvals LLC	john.travers@fmapprovals.com	✓	
USA	IEP Technologies	john.lussier@hoerbiger.com	✓	✓
USA	ioKinetic	barrett.c.iokinetic@iomosaic.com	✓	✓
USA	Merck & Co., Inc.	michael_toth@merck.com	✓	✓
USA	Missouri University of Science & Technology	johnsonce@mst.edu	✓	
USA	Texas A&M University	mashuga@tamu.edu		✓
USA	The Dow Chemical Company	rjbellair@dow.com		✓