

Überdruck in Gefahrgutverpackungen unter normalen Beförderungsbedingungen

Eva SCHLICK-HASPER¹, Thomas GOEDECKE¹, Matthias KRAUME²

¹ BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

² Technische Universität Berlin, Berlin

Kurzfassung. Für die Durchführung einer Dichtheitsprüfung und für die Bewertung des Ergebnisses ist es wichtig, den sich unter Betriebsbedingungen im Prüfobjekt einstellenden Überdruck zu kennen.

Entspricht der Prüfüberdruck nicht dem Betriebsüberdruck, so ist es oft erforderlich, die unter Prüfbedingungen gemessenen Leckageraten auf den realen Betriebsüberdruck umzurechnen.

Im Bereich der Gefahrgutverpackungen ist jedoch der spätere maximale Betriebsüberdruck nicht genau bekannt. Er hängt für jede einzelne Verpackungsbauart von dem eingefüllten Füllmedium mit seinen spezifischen Stoffeigenschaften, dem Füllgrad sowie den Beförderungsbedingungen, insbesondere der mittleren Transporttemperatur, ab.

Es werden Berechnungsansätze vorgestellt, mit denen sich der Überdruck in Gefahrgutverpackungen unter Beförderungsbedingungen rechnerisch ermitteln lässt.

Die theoretisch berechneten Überdrücke werden mit Überdruck-Messwerten verglichen, die mit verschiedenen Füllmedien in unterschiedlichen Verpackungsbauarten ermittelt wurden.

1. Einführung

Für die Durchführung einer Dichtheitsprüfung ist der Überdruck unter Betriebsbedingungen eine wichtige Größe. Unter der Annahme eines laminar-viskosen Strömungsregimes ist die Absolutdruckdifferenz und somit der Überdruck die treibende Kraft für die Stofffreisetzung. Unter der Annahme eines laminar-viskosen Strömungsregimes gilt für die Geometrie eines zylindrisches Kreisrohrs für die Gasleckagerate: [1] [2]

$$q = \frac{\pi}{256} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{d^4}{l} \cdot (p_1^2 - p_2^2)$$

Die Größen p_1 und p_2 stellen hierbei die absoluten Drücke am Ein- und Austritt dar. d und l stellen Durchmesser und Länge des Kreisrohrs dar, η ist die dynamische Viskosität des strömenden Gases.

In [3] ist dargelegt, dass die Strömungsrichtung während einer Dichtheitsprüfung möglichst identisch mit der unter Betriebsbedingungen sein soll. Der Prüfdruck sollte möglichst nah am Betriebsdruck liegen. Hiermit ist gewährleistet, dass das Prüfobjekt möglichst realistischen Bedingungen ausgesetzt wird. Jedoch ist in der Regel das Prüfgas ein anderes als das Medium unter Betriebsbedingungen. Durch die Verwendung von Umrechnungsformeln zur Berücksichtigung der Gasart lassen sich die Leckageraten der verschiedenen Gase (Prüfgas; Gas unter Betriebsbedingungen) ineinander umrechnen [2]



[3]. Entspricht der Prüfdruck nicht den Betriebsbedingungen, so kann eine Umrechnung vom Prüfdruck auf den Betriebsdruck und umgekehrt erforderlich sein. Unter der Annahme eines laminar-viskosen Strömungsregimes und eines konstanten Leckquerschnitts lässt sich eine Umrechnung vom Prüfgas (Zustand I) auf das Gas unter Betriebsbedingungen (Zustand II) und umgekehrt wie folgt vornehmen: [2] [3]

$$q_{II} = q_I \cdot \frac{(p_{1,II}^2 - p_{2,II}^2)}{(p_{1,I}^2 - p_{2,I}^2)}$$

Durch die Kombination dieser Druckumrechnung mit der Gasartumrechnung ist es möglich, unter Prüfbedingungen gemessene Leckageraten des Prüfgesetzes mit maximal zulässigen Leckageraten (Grenzleckageraten des Betriebsmediums) zu vergleichen.

Im Gegensatz zu anderen technischen Systemen ist der Betriebsdruck für Gefahrgutverpackungen im Vorfeld nicht genau bekannt. Der Überdruck, der sich unter Betriebsbedingungen im freien Dampfraum einer Gefahrgutverpackung einstellt, ist von verschiedenen Parametern abhängig: [4] [5] [6]

- Verpackungsbauart
- Füllmedium (spez. Stoffeigenschaften)
- Füllgrad
- Beförderungsbedingungen
 - Befülltemperatur
 - Transporttemperatur

In den Gefahrgutvorschriften ist 15 °C als übliche Befülltemperatur genannt [7]. Über die Ermittlung der mittleren Transporttemperatur von Gefahrgutverpackungen beim interkontinentalen Gefahrguttransport im Frachtcontainer wurde in [8] berichtet. Zur Berechnung des Überdrucks in Gefahrgutverpackungen wurde eine Reihe von Untersuchungen durchgeführt. Die dort aufgezeigten Methoden werden im Folgenden dargestellt.

1.1 Methode 1: Direkte Messung des Überdrucks

Für die direkte Messung des Überdrucks kommen zwei Möglichkeiten in Betracht: Entweder werden die Prüfmuster mit Bohrungen zum Anschluss externer Drucksensoren versehen [4] [5]. Nachteil dieser Methode ist jedoch, dass die Anschlussstellen in geeigneter Weise abgedichtet werden müssen, um einen Druckabfall im Prüfmuster zu verhindern. Zum direkten Einbringen der Drucklogger in die zu prüfende Verpackung müssen die Logger ausreichend klein sein und im Innern der Verpackung im freien Dampfraum fixiert werden [6]. Bei Metallverpackungen kann dies mit Hilfe von Magneten geschehen. Bei Kunststoffverpackungen ist die Fixierung mittels Magneten nur dann möglich, wenn die Wanddicke der Prüfmuster nicht zu hoch ist. In beiden Fällen sollten die Sensoren möglichst explosionsgeschützt sein, um Messungen an brennbaren Flüssigkeiten vorzunehmen. Im Fall der Befestigung der Drucklogger im Innern der Verpackung sollten diese beständig gegenüber dem Füllmedium sein. Grundsätzlicher Nachteil der direkten Messmethode ist, dass in Abhängigkeit von den gefährlichen Eigenschaften des jeweiligen Originalfüllguts umfangreiche Arbeitsschutzmaßnahmen (z. B. Atemschutz, Schutzkleidung) getroffen werden müssen.

1.2 Methode 2: Berechnung des Überdrucks

1.2.1 Starre Verpackung

Der Ausgangspunkt ist die Betrachtung einer starren Verpackung [4] [5] [6] [9]. Diese ist bis zum Füllgrad η befüllt, der atmosphärische Luftdruck beträgt p_0 . Abbildung 1 zeigt das Schema bei deren Erwärmung um den Betrag ΔT von der Temperatur T_1 auf die Temperatur T_2 . Die Volumenausdehnung der Flüssigkeit, beschrieben durch den kubischen Expansionskoeffizienten γ_{fl} , führt zu einer Vergrößerung des anfänglichen Flüssigkeitsvolumens $V_{fl,0}$ auf das Volumen V_{fl} . Die starre Verpackung behält ihr Anfangsvolumen $V_{verp,0}$ bei. Der Sättigungsdampfdruck der erwärmten Flüssigkeit steigt von $p^{lv}(T_1)$ auf $p^{lv}(T_2)$. Im freien Dampfraum der Verpackung bildet sich der Überdruck Δp aus.

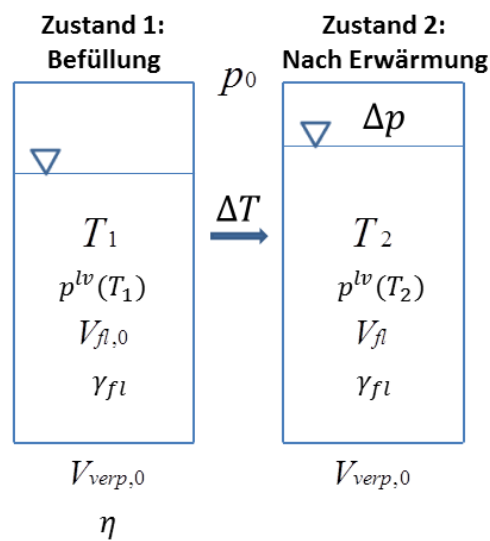


Abb. 1: Schema einer starren Verpackung bei Erwärmung

Für den Zustand des Dampf-Luftgemischs im freien Dampfraum oberhalb des Flüssigkeitsspiegels zum Zeitpunkt des Befüllens und Verschließens der Verpackung können zwei Extremfälle unterschieden werden: [6]

Fall 1 für Befüllzustand: Maximaler Luftanteil im freien Dampfraum [6]

Es wird ein verschwindend kleiner Dampf-Partialdruck angenommen. Zum Zeitpunkt des Verschließens befindet sich dann nur Luft im freien Dampfraum, deren Partialdruck dem atmosphärischen Luftdruck p_0 entspricht. Der Ausdruck für den Überdruck Δp in der Verpackung lautet:

$$\Delta p = \frac{(p_0) \cdot (1 - \eta) \cdot T_2}{T_1 \cdot [1 - \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T)]} + p^{lv}(T_2) - p_0$$

Fall 2 für Befüllzustand: Sättigungszustand im Dampfraum [4] [5] [6] [9]

Dies ist zutreffend bei Vorliegen eines thermodynamischen Gleichgewichts zwischen Dampf und Flüssigkeit. In diesem Fall ist oberhalb des Flüssigkeitsspiegels eine minimale Luftmenge eingeschlossen. Für den Überdruck Δp resultiert in diesem Fall:

$$\Delta p = \frac{(p_0 - p^{lv}(T_1)) \cdot (1 - \eta) \cdot T_2}{T_1 \cdot [1 - \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T)]} + p^{lv}(T_2) - p_0$$

Für beide Fälle gelten die folgenden Annahmen:

- Vernachlässigung der Löslichkeit der Luft in der Flüssigphase
- Vernachlässigung der Kompressibilität der Flüssigkeit
- Vernachlässigung des Absinkens des Füllstandes durch Verdampfen
- Absolut gasdichte Verpackung

1.2.2 Nachgiebige Verpackung

Als zusätzliche Einflussgröße kommt hier die Flexibilität der jeweiligen Verpackungsbauart, die Expansionsfunktion $k = f(\Delta p)$ hinzu. Diese Funktion kann durch Aufnahme von Messwerten im Rahmen einer hydraulischen Innendruckprüfung z. B. als Polynom 3. Ordnung $k(\Delta p) = b_3 \cdot \Delta p^3 + b_2 \cdot \Delta p^2 + b_1 \cdot \Delta p + b_0$ gewonnen werden [4] [5] [6]. Abbildung 2 zeigt die Erwärmung der nachgiebigen Verpackung. In diesem Fall expandiert die Verpackung vom anfänglichen Volumen $V_{verp,0}$ auf das Endvolumen V_{verp} .

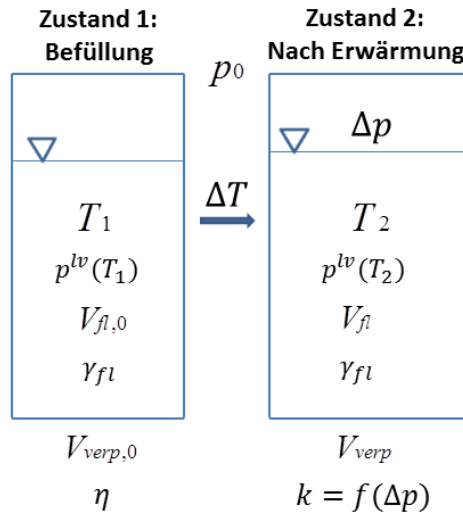


Abb. 2: Schema einer nachgiebigen Verpackung bei Erwärmung

Auch für eine nachgiebige Verpackung kann die Unterscheidung in Befüllzustand 1 und 2 getroffen werden. Im Folgenden die resultierenden Gleichungen für den Überdruck:

Fall 1 für Befüllzustand: Maximaler Luftanteil im Dampfraum [6]

$$\Delta p = \frac{(p_0) \cdot (1 - \eta) \cdot T_2}{T_1 \cdot \left[\left(1 + \frac{k}{100}\right) - \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) \right]} + p^{lv}(T_2) - p_0$$

Durch Einsetzen des Polynoms 3. Ordnung für die Expansionsfunktion $k = f(\Delta p)$ in diese Gleichung erhält man die zu bestimmenden Koeffizienten eines Polynoms 4. Ordnung:

$$a_4 \cdot \Delta p^4 + a_3 \cdot \Delta p^3 + a_2 \cdot \Delta p^2 + a_1 \cdot \Delta p + a_0 = 0$$

$$a_4 = T_1 \cdot b_3$$

$$a_3 = T_1 \cdot b_2 - p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot b_3 + p_0 \cdot T_1 \cdot b_3$$

$$a_2 = T_1 \cdot b_1 - p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot b_2 + p_0 \cdot T_1 \cdot b_2$$

$$a_1 = 100 \cdot T_1 + T_1 \cdot b_0 - 100 \cdot T_1 \cdot \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) - p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot b_1 + p_0 \cdot T_1 \cdot b_1$$

$$a_0 = -100 \cdot p^{lv}(T_2) \cdot T_1 - p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot b_0 + 100 \cdot p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) + 100 \cdot p_0 \cdot T_1 + p_0 \cdot T_1 \cdot b_0 - 100 \cdot p_0 \cdot T_1 \cdot \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T)$$

$$-100 \cdot p_0 \cdot (1 - \eta) \cdot T_2$$

Fall 2 für Befüllzustand: Sättigungszustand im Dampfraum [4] [5] [6] [9]

$$\Delta p = \frac{(p_0 - p^{lv}(T_1)) \cdot (1 - \eta) \cdot T_2}{T_1 \cdot \left[\left(1 + \frac{k}{100}\right) - \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) \right]} + p^{lv}(T_2) - p_0$$

Im Fall 2 für den Befüllzustand sind die maßgeblichen Gleichungen für die Koeffizienten a_4 , a_3 , a_2 und a_1 identisch mit Fall 1. Der Koeffizient a_0 lautet

$$a_0 = -100 \cdot p^{lv}(T_2) \cdot T_1 - p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot b_0 + 100 \cdot p^{lv}(T_2) \cdot T_1 \cdot \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) + 100 \cdot p_0 \cdot T_1 + p_0 \cdot T_1 \cdot b_0 - 100 \cdot p_0 \cdot T_1 \cdot \eta \cdot (1 + \gamma_{fl} \cdot \Delta T) - 100 \cdot (p_0 - p^{lv}(T_1)) \cdot (1 - \eta) \cdot T_2$$

1.3 Überblick über die bisherigen Untersuchungen

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die bisher untersuchten Füllgüter und Verpackungstypen und den Vergleich zwischen Methode 1 (direkte Messung) und Methode 2 (Berechnung des Überdrucks). Die Befülltemperatur T_1 betrug jeweils 15 °C. Es ist ersichtlich, dass für alle bislang durchgeführten Untersuchungen stets die Anwendung des Rechenansatzes (Methode 2) in Kombination mit Fall 2 für den Befüllzustand (Sättigungszustand) bereits zu sicherheitstechnisch konservativen Ergebnissen führte.

Tabelle 1. Überblick über die bisher untersuchten Füllgüter und Verpackungstypen

Verpackung	$V_{verp,o}$ [l]	Füllgut	Füllgrad η [%]	T_2 [°C]	Δp (max. gemessen) [mbar]	Methode 2 Fall 2 konservativ	Quelle
Feinstblechkanister	5,6	Ethanol	70, 90, 94	55	252 (70 %)	Ja	[4] [5]
Feinstblechkanister	32,7	Ethanol	70, 90, 94	55	163 (70 %)	Ja	
Stahlfass	20,6	Ethanol	70, 90, 94	55	515 (94 %)	Ja	
Stahlfass	44,0	Ethanol	70, 90, 94	55	400 (94 %)	Ja	
Feinstblechkanister	5,6	Wasser	70, 90, 98	55	122 (70 %)	Ja	[4] [5]
Feinstblechkanister	32,7	Wasser	70, 90, 98	55	76 (70 %)	Ja	
Stahlfass	20,6	Wasser	70, 90, 98	55	241 (70 %)	Ja	
Stahlfass	44,0	Wasser	70, 90, 98	55	203 (70 %)	Ja	
Stahlfass BAM 2640/1A1	7,2	Dichlormethan	90	31	316	Ja	[6]
Stahlfass BAM 1864/1A1	7,1	Dichlormethan	90	31	336	Ja	
Stahlfass BAM 9909/1A1	7,1	Dichlormethan	90	31	335	Ja	
Feinstblechkanister BAM 7547/3A1	5,5	Dichlormethan	90	31	248	Nein (nicht-stetige Expansionsfkt.)	
Kunststoffkanister BAM 11860/3H1	5,4	Dichlormethan	90	31	89	Ja	
Kunststoffkanister BAM 11875/3H1	6,4	Dichlormethan	90	31	152	Ja	

2. Aktuelle Untersuchungen

2.1 Prüfmuster

Bei der untersuchten Bauart handelt es sich um das Stahlfass mit nicht abnehmbarem Deckel D/BAM 2640/1A1 (siehe Abbildung 3). Deren Expansionsfunktion $k = f(\Delta p)$ wurde als Polynom 3. Ordnung im Rahmen einer hydraulischen Innendruckprüfung bereits an drei Prüfmustern ermittelt, siehe Tabelle 2.



Abb. 3. Stahlfass der Bauart D/BAM 2640/1A1

Tabelle 2. Ergebnis der Polynom Anpassung für Bauart D/BAM 2640/1A1 [6]

Bauart	Prüf- muster Nr.	b_3	b_2	b_1	b_0	Bereich [mbar]	R^2 [-]
D/BAM 2640/1A1	L9-1	4,31E-09	-2,39E-06	0,00832	0,15472	0...1000	0,99742
	L9-2	2,17E-09	1,75E-06	0,00596	0,07885	0...1000	0,99727
	L9-3	3,20E-09	-6,23E-07	0,00751	0,08089	0...1000	0,99649

2.2 Prüf Flüssigkeit

Als Versuchsflüssigkeit für die Messung des Überdrucks mit Originalfüllgut (Methode 1) wurde 25 % wässrige Ammoniaklösung gewählt. Aufgrund der gefährlichen Eigenschaften des austretenden Ammoniakgases wurden die Versuche unter Einsatz von Atemschutzfiltern Typ K durchgeführt. Die zur Auswertung der obigen Gleichungen notwendigen Stoffwerte sind im Folgenden aufgelistet.

Allgemeine Werte:

$$p_0 = 1013 \text{ mbar}$$

$$\eta = 0,9, 0,8, 0,7, 0,6$$

$$T_1 = 288,15 \text{ K} = 15 \text{ °C}$$

$$T_2 = 305,15 \text{ K} = 32 \text{ °C}$$

$$\Delta T = 17 \text{ K}$$

Stoffwerte:

$$p^{lv}(T_1) = p^{lv}(288,15 \text{ K}) = 396 \text{ mbar}$$

$$p^{lv}(T_2) = p^{lv}(305,15 \text{ K}) = 825 \text{ mbar}$$

Kubischer Expansionskoeffizient für diesen Temperaturbereich: $\gamma_{fl} = 0,00069 \text{ 1/K}$.
 Die Parameter zur Berechnung dieser Stoffdaten wurden bezogen von der DDBST – Dortmund Data Bank Software & Separation Technology GmbH, Oldenburg.

2.3 Versuchsdurchführung für die direkte Druckmessung (Methode 1)

Für die vier Füllgrade 90 %, 80 %, 70 % und 60 % wurden jeweils zwei Prüfmuster mit der auf 15 °C vorgekühlten Versuchsflüssigkeit befüllt. In jedem Prüfmuster sorgte jeweils ein Temperaturlogger SL52T (Fa. Signatrol) in der Flüssig- und in der Dampfphase für die Aufzeichnung der Temperaturen. Der absolute Überdruck im Prüfmuster wurde mittels des Druckloggers PR 140 (Fa. Madge Tech) aufgenommen. Die Aufzeichnung des atmosphärischen Luftdrucks außerhalb der Prüfmuster erfolgte mittels des Temperatur- und Druckloggers DCX-22 (Fa. Keller).

3. Ergebnisse

3.1 Methode 1 (Direkte Messung des Überdrucks)

Abbildung 4 zeigt die Messung des absoluten Drucks bei der Erwärmung der 25 % Ammoniaklösung von 15 °C auf 32 °C in den Stahlfässern der Bauart D/BAM 2640/1A1, exemplarisch für den Füllgrad 70 %. Dargestellt ist der Mittelwert beider Prüfmuster. Tabelle 3 zeigt die Zusammenfassung der Messungen für die vier Füllgrade. Der Überdruck im jeweiligen Prüfmuster ergibt sich aus dem maximalen absoluten Druck in der Dampfphase abzüglich des atmosphärischen Luftdrucks p_0 beim Befüllen und Verschließen. Geringfügige Änderungen des atmosphärischen Luftdrucks über die Messdauer werden vernachlässigt.

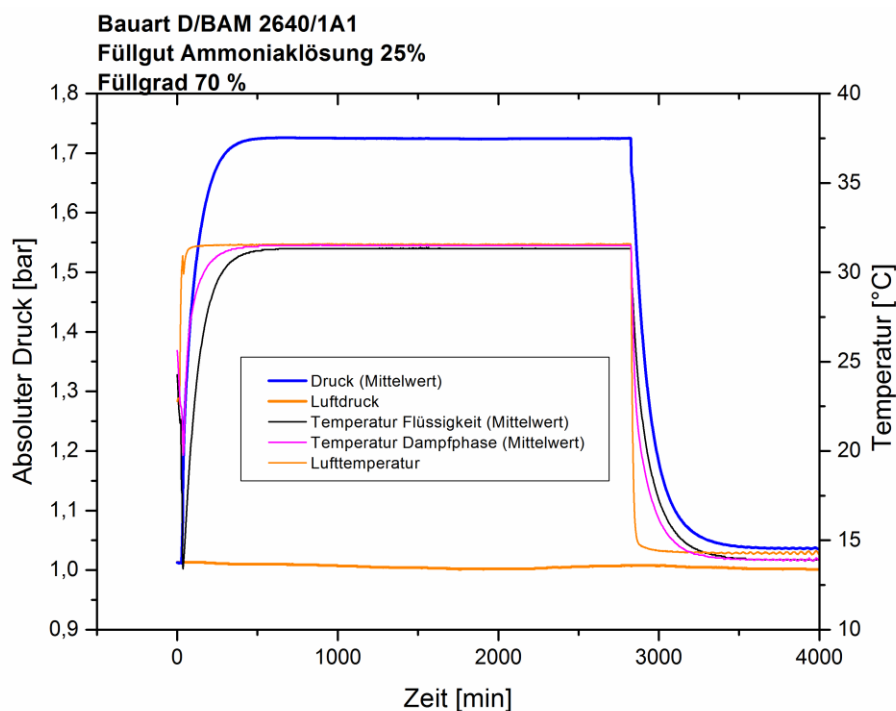


Abb. 4. Direkte Messung des Überdrucks in Bauart D/BAM 2640/1A1, 25 % Ammoniaklösung, Füllgrad 70 %

Tabelle 3. Direkte Messung des Überdrucks (Methode 1) bei der Erwärmung von 25 % Ammoniaklösung von 15 °C auf 32 °C in Bauart D/BAM 2640/1A1 (Zusammenfassung für die vier Füllgrade)

Füllgrad [%]	Prüfmuster Nr.	Max. abs. Druck in Dampfphase [bar]	p_0 [bar]	Δp [mbar]	Δp [mbar] (Mittelwert)
90	L25-02	1,578	1,009	569	581
	L25-03	1,602	1,009	593	
80	L25-12	1,681	1,013	668	670,5
	L25-17	1,686	1,013	673	
70	L25-04	1,723	1,013	710	712
	L25-05	1,727	1,013	714	
60	L25-13	1,753	1,010	743	740,5
	L25-20	1,748	1,010	738	

Insgesamt ergibt sich jeweils eine gute Übereinstimmung der beiden Prüfmuster für denselben Füllgrad. Es zeigt sich, dass der gemessene Überdruck mit sinkendem Füllgrad zunimmt.

3.2 Methode 2 (Berechnung des Überdrucks)

3.2.1 Starre Verpackung

Ergebnis für Fall 1 (Maximaler Luftanteil im Dampfraum):

In Tabelle 4 sind die Ergebnisse für die Berechnung aufgeführt.

Tabelle 4. Berechnung des Überdrucks (Methode 2) für eine starre Verpackung und Annahme für den Befüllzustand nach Fall 1 (Maximaler Luftanteil im Dampfraum)

Füllgrad	90 %	80 %	70 %	60 %
Überdruck [mbar]	1011,5	937,4	914,7	903,7

Ergebnis für Fall 2 (Sättigungszustand im Dampfraum):

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse für die Berechnung aufgeführt.

Tabelle 5. Berechnung des Überdrucks (Methode 2) für eine starre Verpackung und Annahme für den Befüllzustand nach Fall 2 (Sättigungszustand im Dampfraum)

Füllgrad	90 %	80 %	70 %	60 %
Überdruck [mbar]	542,0	497,0	483,1	476,4

3.2.2 Nachgiebige Verpackung

Ergebnis für Fall 1 (Maximaler Luftanteil im Dampfraum):

In Tabelle 6 sind die Ergebnisse für die Berechnung aufgeführt.

Tabelle 6. Berechnung des Überdrucks (Methode 2) für Bauart D/BAM 2640/1A1 und Annahme für den Befüllzustand nach Fall 1 (Maximaler Luftanteil im Dampfraum)

Füllgrad [%]	Prüf-muster	a_4	a_3	a_2	a_1	a_0	Δp [mbar]	Δp [mbar] (Mittel)
90	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	3072,458158	-2597543,481	580,0	587,7
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	2922,518614	-2601660,959	597,0	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	3007,225205	-2601550,247	586,1	

80	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	5987,863961	-5139625,452	669,5	674,7
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	5837,924417	-5143742,93	680,8	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	5922,631008	-5143632,218	673,6	
70	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	8903,269765	-7681707,423	714,8	718,7
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	8753,330221	-7685824,9	723,4	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	8838,036812	-7685714,189	718,0	
60	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	11818,67557	-10223789,39	742,9	746,1
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	11668,73602	-10227906,87	749,9	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	11753,44262	-10227796,16	745,5	

Ergebnis für Fall 2 (Sättigungszustand im Dampfraum):

In Tabelle 7 sind die Ergebnisse für die Berechnung aufgeführt.

Tabelle 7. Berechnung des Überdrucks (Methode 2) für Bauart D/BAM 2640/1A1 und Annahme für den Befüllzustand nach Fall 2 (Sättigungszustand im Dampfraum)

Füllgrad [%]	Prüfmuster	a_4	a_3	a_2	a_1	a_0	Δp [mbar]	Δp [mbar] (Mittel)
90	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	3072,458158	-1388111,971	357,5	365,2
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	2922,518614	-1392229,449	374,3	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	3007,225205	-1392118,737	363,9	
80	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	5987,863961	-2720762,432	394,9	399,9
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	5837,924417	-2724879,91	405,7	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	5922,631008	-2724769,198	399,0	
70	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	8903,269765	-4053412,893	411,6	415,3
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	8753,330221	-4057530,37	419,7	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	8838,036812	-4057419,659	414,6	
60	L9-1	1,24E-06	-4,54E-04	2,27E+00	11818,67557	-5386063,354	421,2	424,1
	L9-2	6,24E-07	6,22E-04	1,81E+00	11668,73602	-5390180,831	427,6	
	L9-3	9,21E-07	-6,13E-06	2,13E+00	11753,44262	-5390070,12	423,6	

3.3 Vergleich von Methode 1 und Methode 2

In Abbildung 5 sind die Ergebnisse der direkten Messung (Methode 1) und der Berechnung (Methode 2) in Abhängigkeit vom Füllgrad aufgetragen.

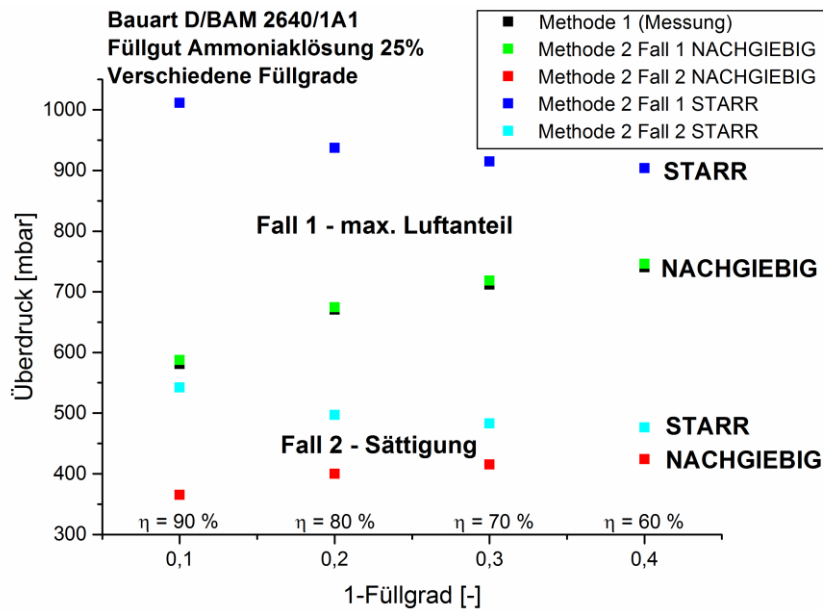


Abb. 5. Ergebnisse der direkten Messung des Überdrucks (Methode 1) und der Berechnung (Methode 2)

Sowohl für die starre Verpackung als auch für die nachgiebige Verpackung liegt das Rechenergebnis des Befüllzustands Fall 2 (Sättigungszustand) jeweils unter Fall 1. Da im Fall 1 die maximal mögliche Luftmenge im Prüfmuster eingeschlossen wird, führt dies jeweils zum maximalen berechneten Überdruck. Es ist zu erkennen, dass für die starre Verpackung der Überdruck mit sinkendem Füllgrad sinkt. Im Fall der realen, nachgiebigen Verpackung steigt sowohl für die direkte Messung (Methode 1) als auch für die Berechnung (Methode 2) der Überdruck mit sinkendem Füllgrad an. Eine Erklärung hierfür ist, dass sich bei einem höheren Füllgrad die Expansion des Behälters stärker druckmindernd auswirkt als bei kleinen Füllgraden. Mit zunehmendem Füllgrad wird der Kompressionseffekt im Kopfraum gemindert [4].

In Tabelle 8 ist das Verhältnis K des berechneten Überdrucks (Methode 2) zum direkt gemessenen Überdruck (Methode 1) für die beiden Annahmen des Befüllzustands gegenübergestellt.

$$K = \frac{\Delta p(\text{Methode 2})}{\Delta p(\text{Methode 1})}$$

Tabelle 8. Verhältnis des berechneten Überdrucks (Methode 2) zum gemessenen Überdruck (Methode 1) für Befüllzustand Fall 1 (Maximaler Luftanteil im Dampfraum) und Fall 2 (Sättigungszustand im Dampfraum)

Füllgrad [%]	K [-] Fall 1	K [-] Fall 2
90	1,01	0,62
80	1,01	0,60
70	1,01	0,58
60	1,01	0,57

Es zeigt sich, dass im Fall von 25 % Ammoniaklösung der Fall 2 für den Befüllzustand (Sättigungszustand im Dampfraum) nicht zu einer sicherheitstechnisch konservativen Abschätzung führt wie bei den bisher untersuchten Versuchsflüssigkeiten (siehe Tabelle 1). Die Berechnung unter der Annahme von Fall 1 (maximaler Luftanteil im Dampfraum) führt dagegen zu einer sehr guten Abschätzung der Messwerte. Eine mögliche Erklärung hierfür liegt in der relativen Dampfdichte der Versuchsflüssigkeit im Vergleich zu Luft. Zwei der bisher verwendeten Füllgüter verfügen über wesentlich höhere relative Dampfdichten als Luft (Ethanol: 1,6; Dichlormethan: 2,93). Bei diesen Füllgütern ist damit

zu rechnen, dass die während des Befüllvorgangs freigesetzten Dampf in der Verpackung verbleiben und nicht nach oben entweichen. Hierdurch ist die Annahme des Sättigungszustands (Fall 2) zutreffend. Die relative Dichte von Ammoniakgas beträgt allerdings nur ca. 0,6. Dies kann dazu führen, dass während der Befüllung freigesetztes Ammoniakgas nach oben entweicht und sich nicht im freien Innenraum der Verpackung anreichern kann. Dadurch ist für den Befüllzustand die Annahme nach Fall 1 (maximaler Luftanteil) realistischer.

Besonders interessant ist hierbei der direkte Vergleich zwischen den beiden Versuchssubstanzen Dichlormethan und 25 % Ammoniaklösung. Diese beiden Flüssigkeiten verfügen über ein sehr ähnliches Dampfdruckniveau bei den betrachteten Temperaturen. Dichlormethandämpfe sind jedoch wesentlich schwerer als Luft, weswegen für diese Substanz Fall 2 (Sättigungszustand) zutreffend ist, für 25 % Ammoniaklösung dagegen Fall 1 (maximaler Luftanteil).

4. Zusammenfassung und Ausblick

Der Vergleich von Überdruckmessungen, die am Originalfüllgut 25 % Ammoniaklösung bei verschiedenen Füllgraden im Stahlfass D/BAM 2640/1A1 durchgeführt wurden (Methode 1), mit Berechnungen (Methode 2) zeigt, dass unter der Annahme eines maximalen Luftanteils im Dampfraum während der Befüllung (Fall 1) die Messwerte sehr gut abgeschätzt werden. Die Anwendung des Rechenansatzes unter der Annahme für den Befüllzustand Fall 2 (Sättigungszustand) unterschätzt dagegen die Messwerte. Eine mögliche Erklärung ist die geringe relative Dichte von Ammoniakgas im Vergleich zu Luft, wodurch eine Anreicherung im freien Dampfraum in der Verpackung während der Befüllung erschwert sein kann. Für die vorliegende Konstellation von Füllgut und Verpackung ergeben sich sowohl bei der direkten Messung (Methode 1) als auch bei der Berechnung (Methode 2) höhere Überdrücke mit sinkendem Füllgrad.

In künftigen Untersuchungen sollte die Anwendbarkeit der Berechnung des Überdrucks (Methode 2) auch auf Verpackungen mit größerem Volumen geprüft werden.

5. Formelzeichen

Symbol	Beschreibung	Einheit
$a_0 \dots a_4$	Koeffizienten eines Polynoms 4. Ordnung	-
$b_0 \dots b_3$	Koeffizienten eines Polynoms 3. Ordnung	-
d	Durchmesser eines zylindrischen Kreisrohrs	m
K	Verhältnis des berechneten zum gemessenen Überdruck	-
k	Relative Expansion (relative Volumenzunahme der Verpackung)	%
l	Länge eines zylindrischen Kreisrohrs	m
p_1, p_2	Druck (absolut) am Leckeintritt, Leckaustritt	Pa
$p^{lv}(T_i)$	Sattdampfdruck der Flüssigkeit bei der Temperatur T_i (absolut)	Pa
p_0	Atmosphärischer Luftdruck (absolut)	Pa
Δp	Überdruck im freien Dampfraum der Verpackung	Pa
q	Gasleckagerate	Pa m ³ /s
R^2	Bestimmtheitsmaß	-
T	Absolute Temperatur	K
T_1	Anfangstemperatur der Flüssigkeit (Befülltemperatur)	K
T_2	Temperatur der Flüssigkeit während Beförderung	K
ΔT	Temperaturdifferenz	K
$V_{fl,0}, V_{fl}$	(Anfangs-) Volumen der Flüssigphase	m ³
$V_{verp,0}, V_{verp}$	(Anfangs-) Volumen der Verpackung	m ³

Griechische Symbole

Symbol	Beschreibung	Einheit
η	Dynamische Viskosität	Pa s
η	Füllgrad der Verpackung	-
γ_{fl}	Kubischer Expansionskoeffizient der Flüssigkeit	K ⁻¹

6. Referenzen

1. Jousten K. Wutz Handbuch Vakuumtechnik. 10. Auflage. Vieweg + Teubner: Wiesbaden, 2010. ISBN: 978-3-8348-0695-6.
2. DGZfP-DP 2: 2009-12 Richtlinie DP 2 - Richtlinie zur Umrechnung der mit Prüfgasen gemessenen Leckageraten in andere Medien (Gase, Flüssigkeiten). Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung e. V: Berlin, 2009.
3. DIN EN 1779: 1999-10 (E) Non-destructive testing - Leak testing - Criteria for method and technique selection. Beuth-Verlag: Berlin, 1999.
4. Elies R. Diplomarbeit - Untersuchung der Volumenänderung von Metallverpackungen in Abhängigkeit vom Innendruck (Diploma thesis - Investigations on the change of volume of metal packagings as a function of internal pressure). Technische Fachhochschule Berlin: Berlin, 1997.
5. Blümel P, Elies R, Yapi YJ. Total gauge pressure in packagings. 11th IAPRI World Conference on Packaging Proceedings. Singapore, 7-9 July 1999.
6. Schlick-Hasper E, Bethke J, Jahnke W, Drousch B, Goedecke T, Kraume M. Maximum Gauge Pressure in Dangerous Goods Packagings Under Normal Conditions of Carriage - Comparison of Direct Measurement and Calculation. *Packaging Technology And Science* 2015; **28**(5): 437-460, DOI: 10.1002/pts.2111.
7. European Agreement Concerning the International Carriage of Dangerous Goods by Road (ADR), applicable as from 1 January 2013. Available from: <http://www.unece.org/trans/danger/publi/adr/adr2013/13ContentsE.html>. United Nations: New York and Geneva, 2012.
8. Schlick-Hasper E, Bethke J, Jahnke W, Goedecke T, Kraume M. Normale Beförderungsbedingungen beim Gefahrguttransport im Frachtcontainer und ihr Einfluss auf den inneren Überdruck in Gefahrgutverpackungen. 44. Jahrestagung der Gesellschaft für Umweltsimulation (GUS), 179-193. Stutensee-Blankenloch, 25.-27.3.2015. ISBN: 978-3-9816286-4-7.
9. Steen H. Maximaler Überdruck in gasdichten Behältern zur Lagerung und Beförderung gefährlicher Flüssigkeiten (Maximum overpressure in gastight containers for the storage and transport of dangerous liquids) PTB-Bericht W-9. Physikalisch-Technische Bundesanstalt: Braunschweig, 1977.