

Bericht



BAM

Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung

D-12200 Berlin
Telefon: 0 30/81 04-0
Telefax: 0 30/8 11 20 29

über die Prüfung eines Dichtungsmaterials auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

Aktenzeichen II-2473/2007 IV
Ausfertigung 1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen

1 Auftrag

Auftraggeber SGL Carbon GmbH
Werner-von-Siemens-Straße 18
86405 Meitingen

Auftrag vom 8. Oktober 2007

Eingegangen am 18. Oktober 2007

**Prüf-/
Versuchsmaterial** Dichtungsmaterial SIGRAFLEX® UNIVERSAL für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Anlagen oder Anlagenteilen für gasförmigen Sauerstoff bei 130 bar und Temperaturen bis 200 °C und für flüssigen Sauerstoff.
BAM-Auftrags-Nr. II.1/49 045

Eingegangen am 17. Oktober 2007

Prüfdatum 18. Februar 2008 bis 21. April 2008

Prüfort BAM - Arbeitsgruppe „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“,
Haus 41, Raum 073

Prüfung gemäß DIN EN 1797:2002-02
Kryo-Behälter – Verträglichkeit von Gas/Werkstoffen
Anhang vom Merkblatt M034-I (BGI 617-1)
„Liste der nichtmetallischen Materialien, die von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) zum Einsatz in Anlagenteilen für Sauerstoff als geeignet befunden worden sind.“,
zu Merkblatt M 034 „Sauerstoff“ (BGI 617),
Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie
Stand: Oktober 2007;
nach Kapitel 3.17 „Gleitmittel und Dichtwerkstoffe“
der Berufsgenossenschaftlichen Regel BGR 500
Betreiben von Arbeitsmitteln, Teil 2,
Kapitel 2.32 „Betreiben von Sauerstoffanlagen“,
Stand: März 2007.

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.

Dieser Prüfbericht besteht aus Blatt 1 bis 5 und den Anhängen 1 bis 4.

Prüfberichte dürfen nur in vollem Wortlaut und ohne Zusätze veröffentlicht werden. Für veränderte Wiedergabe und Auszüge ist vorher die widerrufliche schriftliche Einwilligung der BAM einzuholen. Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf die untersuchten Gegenstände.

PRÜFBERICHT



2 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

- 1 Prüfauftrag
- 1 Sicherheitsdatenblatt
- 15 Ronden SIGRAFLEX® UNIVERSAL mit Blecheinlage
Durchmesser 140 mm; 2 mm dick
Beschriftung: SIGRAFLEX® UNIVERSAL
Farbe: grau
- 3 Platten SIGRAFLEX® UNIVERSAL mit Blecheinlage
Abmessungen: 150 mm x 98 mm x 2 mm
Farbe: grau

3 Prüfverfahren und -ergebnisse

3.1 Zündtemperatur

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

| Versuch Nr. | Sauerstoffdruck p_a [bar] | Sauerstoffdruck p_e [bar] | Zündtemperatur [°C] |
|-------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------------|
| 1 | 49 | 130 | > 500 |
| 2 | 49 | 131 | > 500 |
| 3 | 49 | 130 | > 500 |
| 4 | 49 | 132 | > 500 |
| 5 | 49 | 132 | > 500 |

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 49$ bar wurde bis 500 °C keine Zündung festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck p_e beträgt etwa 131 bar.

3.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

| Zeit [h] | Temperatur [°C] | Sauerstoffdruck [bar] | Massenänderung [%] |
|-------------|--------------------|--------------------------|-----------------------|
| 100 | 225 | 130 | 0 |

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX® UNIVERSAL bei 225 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse blieb unverändert.

3.2.1 Zündtemperatur nach Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

| Versuch Nr. | Sauerstoffdruck p_a [bar] | Sauerstoffdruck p_e [bar] | Zündtemperatur [°C] |
|-------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------------|
| 1 | 49 | 132 | > 500 |
| 2 | 49 | 131 | > 500 |
| 3 | 49 | 132 | > 500 |
| 4 | 49 | 132 | > 500 |
| 5 | 49 | 132 | > 500 |

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 49$ bar wurde keine Zündung des gealterten Dichtungsmaterials SIGRAFLEX® UNIVERSAL bis 500 °C festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck p_e beträgt etwa 132 bar.

Sowohl bei der gealterten Probe wie bei der nicht gealterten Probe wurde keine Zündung bis 500 °C festgestellt.

3.3 Flanschprüfung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

| Versuch Nr. | Druck [bar] | Temperatur [°C] | Bemerkungen |
|----------------|----------------|--------------------|--|
| 1 | 130 | 200 | Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. |
| 2 | 130 | 200 | Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. |
| 3 | 130 | 200 | Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. |
| 4 | 130 | 200 | Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. |
| 5 | 130 | 200 | Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. |

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 130 bar und einer Temperatur von 200 °C verbrennen nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX® UNIVERSAL innerhalb der lichten Weite des Flansches. Der Brand wird weder auf den Stahl übertragen, noch brennt die Dichtung zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung bleibt gasdicht.

3.4 Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 4 beschrieben.

Ergebnis:

| Versuch Nr. | Fallhöhe [m] | Schlagenergie [Nm] | Reaktionen |
|----------------|-----------------|-----------------------|------------|
| 1 | 0,67 | 500 | keine |
| 2 | 1,00 | 750 | keine |
| 3 | 1,00 | 750 | keine |
| 4 | 1,00 | 750 | keine |
| 5 | 1,00 | 750 | keine |
| 6 | 1,00 | 750 | keine |
| 7 | 1,00 | 750 | keine |
| 8 | 1,00 | 750 | keine |
| 9 | 1,00 | 750 | keine |
| 10 | 1,00 | 750 | keine |
| 11 | 1,00 | 750 | keine |

Bei 1 m Fallhöhe des Hammers (Schlagenergie 750 Nm) konnten bei zehn Einzelversuchen weder Explosionen noch sonstige Reaktionen des nichtmetallischen Materials mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

4 Zusammenfassung und Beurteilung

Für das Dichtungsmaterial SIGRAFLEX® UNIVERSAL wurde bei einem Sauerstoffdruck p_e von etwa 131 bar keine Zündung des Dichtungsmaterials bis 500 °C festgestellt.

Bei 225 °C und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Dichtungsmaterial SIGRAFLEX® UNIVERSAL als ausreichend alterungsbeständig. Es wurde keine Veränderung der Masse festgestellt.

Auf Grund dieser Versuchsergebnisse und der Ergebnisse der Flanschprüfung bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX® UNIVERSAL zum Abdichten von Flanschverbindungen aus Kupfer, Kupferlegierungen oder Stahl für gasförmigen Sauerstoff, und zwar sowohl in Flanschen mit glatter Dichtleiste als auch in Flanschen mit Vor- und Rücksprung oder mit Nut und Feder, bei folgenden Betriebsbedingungen:

| | |
|-----------------------------------|--|
| maximale Temperatur bis 200 °C | maximaler Sauerstoffdruck bis 130 bar |
|-----------------------------------|--|

Entsprechend dem BAM-Standard "Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung", beschrieben im Anhang 4, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX® UNIVERSAL in Anlagen und Anlagenteilen für flüssigen Sauerstoff. Da ein auf den flüssigen Sauerstoff ausgeübter Druck keine wesentliche Konzentrationsänderung bewirkt, also auch keinen merklichen Einfluss auf die Reaktionsfähigkeit des Dichtungsmaterials hat, ist eine Begrenzung auf einen bestimmten Druckbereich nicht erforderlich.

5 Hinweise

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf das untersuchte Probenmaterial.

Ein in den Handel gebrachtes Produkt, von dem eine Probe auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff geprüft worden ist und bei dem der Hinweis auf eine BAM-Prüfung erfolgt, muss entsprechend unserer Beurteilung im BAM-Prüfbericht gekennzeichnet werden.

Das Anführen unserer Tagebuch-Nr. ohne zusätzliche Angabe des Verwendungszwecks und der zulässigen Betriebsbedingungen ist in sicherheitstechnischer Hinsicht nicht zu verantworten.

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

**Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
12200 Berlin, 30. April 2008**

**Fachgruppe II.1
"Gase, Gasanlagen"**

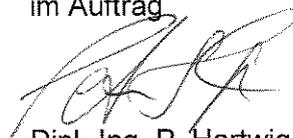
im Auftrag



Dr. Chr. Binder
Leiter der Arbeitsgruppe

**Arbeitsgruppe
"Sicherer Umgang mit Sauerstoff"**

im Auftrag



Dipl.-Ing. P. Hartwig
Sachbearbeiter

Verteiler:

1. Ausfertigung: SGL Carbon GmbH
2. Ausfertigung: BAM - Arbeitsgruppe „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“

Anhang 1

Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Etwa 0,2 g bis 0,5 g des pastösen oder zerkleinerten festen oder auf Keramikfaser aufgetragenen flüssigen Versuchsmaterials werden in einen mit Chromnickelstahl ausgekleideten Autoklaven mit einem Volumen von 34 cm³ gegeben. Nach dem gasdichten Verschließen wird der Autoklav mit Sauerstoff bis zum Anfangsdruck p_a gefüllt und induktiv aufgeheizt, wobei die Temperatur fast linear um etwa 110 K/min ansteigt.

Der Temperaturverlauf wird mit Hilfe eines Thermoelementes am Ort der Probe gemessen. Gleichzeitig wird auch der Druckverlauf mit Hilfe eines Druckaufnehmers über ein PC-System erfasst. Mit steigender Temperatur erhöht sich kontinuierlich der Sauerstoffdruck im Autoklaven. Die Entzündung der Probe ist an einem plötzlichen Druckanstieg und einem mehr oder weniger steilen Temperaturanstieg erkennbar. Der bei der Zündtemperatur vorliegende Sauerstoffenddruck p_e wird berechnet.

Die Angabe des Sauerstoffdrucks p_e ist insofern von Bedeutung, als die Zündtemperatur eines Stoffes druckabhängig ist. Die Zündtemperatur sinkt mit steigendem Sauerstoffdruck.

Anhang 2

Prüfung auf Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff

Eine Probe des Versuchsmaterials mit bekannter Masse wird in einer Chrom-Nickel-Stahl-Hülse in einem Autoklaven 100 Stunden der Einwirkung verdichteten Sauerstoffs ausgesetzt. Die Versuchstemperatur liegt in der Regel 25 °C über der Betriebstemperatur.

Bei dieser künstlichen Alterung wird ermittelt, ob die Probe allmählich mit Sauerstoff reagiert oder sonstige erkennbare Veränderungen auftreten. Kriterien für eine Beständigkeit gegen Sauerstoff unter den jeweiligen Versuchsbedingungen sind – unter Berücksichtigung gewisser Toleranzen – die Beibehaltung der äußeren Beschaffenheit der Probe, der Vergleich der Probenmasse und der Zündtemperaturwerte vor und nach der Alterung.

Anhang 3

Prüfung von Flanschdichtungen für Sauerstoff-Stahlrohrleitungen

Die Prüfapparatur besteht aus zwei je etwa 2 m langen Stahlrohren DN 65 PN 160, an die entsprechende Normflansche angeschweißt sind. Diese werden unter Verwendung der zu prüfenden Dichtung gasdicht geflanscht. Die Dichtung ist so bemessen, dass sie in das Rohrinne hineintragt. Die Prüfapparatur wird durch Heizmanschetten auf die jeweils vorgesehene Versuchstemperatur erwärmt, die mindestens 50 °C niedriger sein muss als die Zündtemperatur des Dichtungswerkstoffes. Die geschlossene Apparatur wird bis zum vorgesehenen Prüfdruck mit Sauerstoff gefüllt und der ins Rohrinne hineintragende Teil der Dichtung dann durch einen elektrischen Glühdraht gezündet. Für den Fall, dass die Dichtung elektrisch leitfähig ist, z. B. bei Spiraldichtungen oder Graphitfolien, wird eine nicht leitfähige Zündpille aus organischem Werkstoff, z. B. PTFE oder Gummi, verwendet, deren Flamme auf die Dichtung einwirkt.

Maßgebend für die Beurteilung der Dichtung ist ihr Verhalten nach Zündeinleitung. Verbrennt die Dichtung mit so heißer Flamme, dass der Brand auf den Stahl übertragen wird, so gilt die Dichtung als ungeeignet. Sofern nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile der Dichtung verbrennen, der Brand nicht auf die Rohrleitung bzw. auf die Flansche übertragen wird, die Dichtung auch nicht zwischen den Flanschen weiterbrennt und die Flanschverbindung gasdicht bleibt, gilt die Dichtung als geeignet. Kann dieses positive Prüfergebnis in vier weiteren Versuchen unter den gleichen Prüfbedingungen bestätigt werden, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung der Dichtung bis zu dem angewendeten Prüfdruck und der vorgegebenen Versuchstemperatur.

Besteht die Flanschdichtung die Prüfung dagegen nicht, so wird die Prüfung bei niedrigeren Temperaturen und Sauerstoffdrücken fortgesetzt, bis bei fünf Versuchen das oben beschriebene günstige Ergebnis erhalten wird.

Anhang 4

Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung

Jeweils etwa 0,5 g des pastenartigen oder zerkleinerten festen Versuchsmaterials werden in einen schalenförmigen Probenbehälter von 10 mm Höhe und 30 mm Durchmesser und 0,01 mm dickem Kupferblech gegeben. Der Probenbehälter wird mit flüssigem Sauerstoff gefüllt und der Schlagwirkung eines Fallhammers mit einer Masse von 76,5 kg ausgesetzt. Die Fallhöhe des Hammers ist veränderlich. Als Unterlage für den Probenbehälter dient ein Stahlamboss mit einem Einsatz aus Chrom-Nickel-Stahl.

Eine Reaktion der zu untersuchenden Probe mit dem flüssigen Sauerstoff ist in der Regel an einer Flammenbildung zu erkennen, die messtechnisch durch Photoelemente erfasst und auf einem Speicheroszilloskop registriert wird. Es ist gleichzeitig ein mehr oder weniger heftiger Explosionsknall wahrnehmbar. Durch Verändern der Fallhöhe des Hammers wird jene Schlagenergie ermittelt, bei der gerade noch keine Reaktion eintritt. Dieses Ergebnis muss durch zehn Einzelversuche unter gleichen Bedingungen bestätigt werden.

Die Versuche werden abgebrochen, falls bei einer Schlagenergie von 125 Nm oder weniger, entsprechend einer Fallhöhe des Hammers von 0,17 m, Reaktionen beobachtet werden. In diesem Fall gilt der Werkstoff sicherheitstechnisch als ungeeignet für Flüssigsauerstoff-Anlagen.