

B e r i c h tüber die Prüfung eines Dichtungswerkstoffes
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff**Aktenzeichen** II-3796/2002**Ausfertigung** 1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen**1 Auftrag****Auftraggeber** SGL TECHNOLOGIES GmbH
Postfach 12 33
86401 Meitingen**Auftrag vom** 18. September 2002 und Fax vom 1. Oktober 2002**Zeichen** Silvia Mechern und Bestell-Nr. 030-12-16128273**Eingegangen am** 24. September 2002 und 1. Oktober 2002**Prüf-/
Versuchsmaterial** Dichtungswerkstoff [®]SIGRAFLEX MF (V...11Z3MF) für
den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen
an Sauerstoffleitungen und -armaturen für gasförmigen
und flüssigen Sauerstoff;
BAM-Auftrags-Nr. II.1/46 518**Eingegangen am** 24. September 2002**Prüfdatum** 9. Oktober bis 21. November 2002**Prüfort** BAM-Laboratorium II.13, Haus 41, Raum 073**Prüfung gemäß** Anhang der "Liste der nichtmetallischen Materialien die
von der Bundesanstalt für Materialforschung und
-prüfung (BAM) zum Einsatz in Anlageteilen für Sauer-
stoff als geeignet befunden worden sind." (Stand:
31. August 2002) zur berufsgenossenschaftlichen Vor-
schrift B 7 "Sauerstoff" der Berufsgenossenschaft der
chemischen Industrie

Dieser Prüfbericht besteht aus Blatt 1 bis 4 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 Prüfantrag, Bestellung und
16 Stück Ronden, Ø 140 mm x 2,3 mm dick;
ein Prüfmuster besteht aus einer Grundmatrix [®]SIGRAFLEX HOCHDRUCK (Graphit) auf der beidseitig eine 0,05 mm dicke Edelstahlfolie (Werkstoff-Nr. 1.4401) aufgebracht ist und die wiederum als äußerste Schicht eine 0,05 mm dicke PTFE-Schicht (Hostaflon TFM 1700) besitzt;
Farbe: silbergrau;

3 Prüfverfahren und -ergebnisse

3.1 Zündtemperatur

Bei der Zündtemperaturbestimmung wurden der Werkstoff der Grundmatrix [®]SIGRAFLEX HOCHDRUCK (Graphit) und die PTFE-Folie aus Hostaflon TFM 1700 getrennt untersucht. Bei der PTFE-Folie handelt es sich um eine Kontrolluntersuchung. Das Material ist bereits im Jahr 1984 unter der Tgb.-Nr.4479/1984; 4-1664 I beurteilt worden.

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

3.1.1 Zündtemperatur des Werkstoffes [®]SIGRAFLEX HOCHDRUCK (Graphit)

Ergebnis:

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck $p_a = 53$ bar wurde keine Zündung des Werkstoffes bis 500 °C festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck p_e beträgt etwa 141 bar.

3.1.2 Zündtemperatur der PTFE-Folie Hostaflon TFM 1700

Ergebnis:

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck $p_a = 54$ bar wurde eine Zündtemperatur von 467 °C mit einer Standardabweichung von ± 2 °C ermittelt. Der zugehörige Sauerstoffdruck p_e beträgt etwa 137 bar.

3.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Nach der Alterung des Werkstoffes [®]SIGRAFLEX HOCHDRUCK (Graphit) bei 300 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse hatte sich nicht verändert.

Bei der Zündtemperaturbestimmung der gealterten Probe wurde bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck $p_a = 53$ bar keine Zündung des Werkstoffes bis 500°C festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck p_e beträgt etwa 141 bar.

3.3 Flanschprüfung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnisse:

Die Prüfung des Dichtungswerkstoffes ®SIGRAFLEX MF (V...11Z3MF) bei 130 bar Sauerstoffdruck und 250°C ergab, dass nur die ins Rohrinnere hineinragenden Teile der Dichtung innerhalb der lichten Weite des Flansches verbrennen; der Brand wird weder auf den Stahl übertragen, noch brennt die Dichtung zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb gasdicht. Darauf wurde der Versuch bei 130 bar und 250°C noch viermal wiederholt. Auch hierbei wurde das gleiche Ergebnis wie zuvor erhalten.

3.4 Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 4 beschrieben.

Ergebnisse:

Bei 1,0 m Fallhöhe des Hammers (Schlagenergie 750 Nm) konnten bei zehn Einzelversuchen weder Explosionen noch sonstige Reaktionen des Werkstoffes mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

4 Zusammenfassung und Beurteilung

Die Versuche haben ergeben, dass eine Entzündung des Werkstoffes ®SIGRAFLEX HOCHDRUCK (Graphit) in verdichtetem Sauerstoff bis 500°C bei einem Sauerstoffdruck von 141 bar nicht eintritt.

Bei 300°C und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich der Werkstoff als ausreichend alterungsbeständig.

Die Versuche der PTFE-Folie Hostaflon TFM 1700 haben eine Zündtemperatur von $(467 \pm 2)^\circ\text{C}$ bei einem Sauerstoffdruck von 137 bar ergeben. Die geforderte Sicherheitsspanne zwischen Betriebstemperatur und Zündtemperatur von 100°C wird eingehalten.

Aufgrund der Prüfergebnisse bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungswerkstoffes ®SIGRAFLEX MF (V...11Z3MF) 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:

Temperatur	maximaler Sauerstoffdruck
bis 250°C	bis 130 bar

Aufgrund der Prüfergebnisse bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung von ®SIGRAFLEX MF (V...11Z3MF) 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

Die Gültigkeit dieser Beurteilung endet sofort, wenn die Zusammensetzung des untersuchten Materials verändert wird. Sie endet spätestens am 31. Januar 2013. Eine Verlängerung über dieses Datum hinaus ist möglich, wenn der Antragsteller zum genannten Zeitpunkt schriftlich bestätigt, dass das Produkt dann noch identisch ist mit dem zu dieser Beurteilung eingereichten Material.

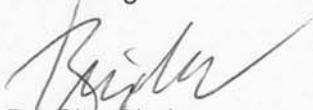
In den Handel gebrachte Produkte, die von uns auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff geprüft worden sind, müssen entsprechend unserer Beurteilung im BAM-Prüfbericht gekennzeichnet werden. D. h., der Hinweis allein auf einem Produkt, dass eine BAM-Prüfung erfolgte und/oder das Anführen unserer Tagebuch-Nr. 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 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, 27. Januar 2003

Fachgruppe II.1
"Gase, Gasanlagen"

im Auftrag


Dr. Chr. Binder
Laborleiter

Laboratorium II.13
"Gaseinrichtungen, Sauerstoff"

im Auftrag


Dipl.-Ing. K. Arlt
Sachbearbeiterin

Verteiler:
1. Ausfertigung: SGL TECHNOLOGIES GmbH
2. Ausfertigung: BAM – II.13, Dr. Binder

Anhänge

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 (Rauminhalt etwa 34 cm³) gegeben. Nach dem gasdichten Verschließen wird der Autoklav mit Sauerstoff bis zum Druck p_a gefüllt und in einer Niederfrequenz-Erwärmungsanlage 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 und durch einen Kompensationsschreiber registriert. Gleichzeitig wird auch der Druckverlauf mit Hilfe eines Druckaufnehmers gemessen und registriert. Mit steigender Temperatur erhöht sich kontinuierlich der Sauerstoffdruck im Autoklaven. Die Entzündung der Probe ist an einem plötzlichen steilen Temperatur- und Druckanstieg erkennbar. Der bei der Zündtemperatur vorliegende Sauerstoffdruck p_e wird berechnet.

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

Anhang 2

Prüfung auf Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff

Eine abgewogene Probe des Versuchsmaterials wird in einer Chrom-Nickel-Stahl-Hülse in einem Autoklaven 100 Stunden bei erhöhter Temperatur der Einwirkung verdichteten Sauerstoffs ausgesetzt. Die Versuchstemperatur liegt in der Regel 100 °C unterhalb der Zündtemperatur.

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 Probenmasse und des Wertes der Zündtemperatur nach der Alterung.

Anhang 3

Prüfung von Flanschdichtungen für Sauerstoff-Stahlrohrleitungen

Die Prüfapparatur besteht im wesentlichen aus zwei je etwa 2 m langen Stahlrohren DN 65 PN 160, an die entsprechende Normflansche angeschweißt sind. Unter Verwendung der zu prüfenden Dichtung werden beide Rohrabschnitte gasdicht geflanscht. Die Dichtung ist so bemessen, daß sie in das Rohrinnere hineinragt. Die Prüfapparatur wird durch Heizmanschetten auf die jeweils vorgesehene Versuchstemperatur erwärmt, die mindestens 50 °C niedriger ist als die Zündtemperatur des Dichtwerkstoffs. Nach dem Verschließen wird die Apparatur bis zum vorgesehenen Prüfdruck mit Sauerstoff gefüllt und der ins Rohrinnere hineinragende Teil der Dichtung 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 (PTFE, Gummi) verwendet, dessen 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 (meist wird hierbei ein Teil der Prüfapparatur zerstört), so gilt die Dichtung von vornherein als ungeeignet. Sofern nur die ins Rohrinnere hineinragenden Teile der Dichtung verbrennen, der Brand jedoch nicht auf die Rohrleitung bzw. auf die Flansche übertragen wird und die Dichtung auch nicht zwischen den Flanschen weiterbrennt, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung der Dichtung bis zu dem angewandten Prüfdruck und der vorgegebenen Temperatur.

Dieses günstige Ergebnis muß auch bei viermaliger Wiederholung des Versuchs bestätigt werden. Zeigt sich dagegen, daß die Flanschverbindung während des Versuchs undicht wird, z. B. durch Erweichen oder Weiterbrennen der Dichtung zwischen den Flanschen, muß die Prüfung bei niedrigeren Temperaturen und Sauerstoffdrücken fortgesetzt werden, 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 flüssigen oder zerkleinerten festen Versuchsmaterials werden in einen schalenförmigen Probenbehälter ($h = 10 \text{ mm}$, $d = 30 \text{ mm}$) aus 0,01 mm dickem Kupferblech gegeben, mit flüssigem Sauerstoff überschüttet und der Schlagwirkung eines Fallhammers (Masse = 76,5 kg) ausgesetzt. Die Fallhöhe des Hammers ist veränderlich. Als Unterlage für den Probenbehälter dient ein Stahlamboß mit einer Auflageplatte aus Chrom-Nickel-Stahl. Der Amboß, der etwa die achtfache Masse des Fallhammers hat, wird von vier, auf den Stahlrahmen des Versuchsgeräts aufgesetzten, Dämpfungselementen getragen. Das Versuchsgerät selbst steht auf einem Betonfundament.

Eine Reaktion der zu untersuchenden Probe mit dem flüssigen Sauerstoff ist in der Regel an einer Flammenbildung und einem mehr oder weniger heftigen Explosionsknall erkennbar. Durch Verändern der Fallhöhe des Hammers wird jene Schlagenergie ermittelt, bei der gerade noch keine Reaktion eintritt. Dieses Ergebnis muß bei zehnmaliger Ausführung des Versuchs 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 oder weniger) Reaktionen beobachtet werden. In diesem Fall gilt der Werkstoff sicherheitstechnisch als ungeeignet für Flüssigsauerstoff-Anlagen.