



PRÜFBERICHT

über die Untersuchung eines nichtmetallischen Materials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

12200 Berlin
T: +49 30 8104-0
F: +49 30 8104-7 2222

Aktenzeichen	18026661
Unser Zeichen	02-3527
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	SGL Carbon GmbH Werner-von-Siemens-Str. 18 86405 Meitingen
Anfrage vom	15. Juni 2018
Ihr Zeichen	Sigraflex Hochdruck BAM 2018
Eingang der unterzeichneten Auftragserteilung	5. Juli 2018
Prüfmuster	Dichtungsmaterial Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge;
Eingang Prüfmuster	10. Juli 2018
Prüfzeitraum / Prüfdatum	1. August bis 26. Oktober 2018
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“ Haus 41
Prüfung in Anlehnung an (In der derzeit gültigen Version)	DIN EN 1797 und ISO 21010 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“; Anhang des Merkblatts M034-1 (BGI 617-1) "Liste der nichtmetallischen Materialien", Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie; TRGS 407 Technische Regeln für Gefahrstoffe „Tätigkeiten mit Gasen - Gefährdungsbeurteilung“ Kapitel 3 „Informationsermittlung und Gefährdungsbeurteilung“ und Kapitel 4 „Schutzmaßnahmen bei Tätigkeiten mit Gasen“

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.
Dieser Prüfbericht besteht aus Seite 1 bis 10 und den Anhängen 1 bis 4.

Dieser Prüfbericht darf nur in vollem Wortlaut und ohne Zusätze veröffentlicht werden. Für veränderte Wiedergabe und für Auszüge ist vorher die widerrufliche, schriftliche Einwilligung der BAM einzuholen. Der Inhalt des Prüfberichts bezieht sich ausschließlich auf die untersuchten Gegenstände/Materialien.

2015-05 / 2015-09-17

PRÜFBERICHT

1 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

1 Prüfauftrag

Sicherheitstechnische Untersuchung des Sicherheitstechnische Untersuchung des nichtmetallischen Dichtungsmaterials Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, Dicke 2 mm, unbekannte Charge, für den Einsatz als Flachdichtung in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 300 °C und 160 bar sowie in flüssigem Sauerstoff

1 Sicherheitsdatenblatt Sigraflex® Hochdruck

(6 Seiten, SGL Carbon GmbH, Revisions-Nr. 1.03, Erstelldatum: 10.01.2017)

15 Rundscheiben Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge, Abmessungen:

Durchmesser 140 mm, Dicke 2 mm

Farbe: Grau, beschriftet mit dem Text „SIGRAFLEX HOCHDRUCK“



2 Angewandte Prüfverfahren

Das nichtmetallische Dichtungsmaterial Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge, soll als Dichtungsmaterial für Flanschverbindungen an/in Armaturen und Anlagenteilen für gasförmigen Sauerstoff bei Drücken bis 160 bar und Temperaturen bis 300 °C sowie in flüssigem Sauerstoff eingesetzt werden.

Folgende Prüfverfahren wurden angewandt:

2.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Die Prüfung wird immer dann durchgeführt, wenn das Material bei Temperaturen oberhalb von 60 °C eingesetzt werden soll.

Die Zündtemperatur ist eine sicherheitstechnische Kenngröße und gibt die Temperatur an, bei der sich das Material in Gegenwart von Sauerstoff ohne eine Zündquelle von selbst entzündet. Sie ist daher maßgebend für die maximale Betriebstemperatur, die auf Grund der besonderen Einbausituation bei Flanschverbindungen 50 °C unter der Zündtemperatur festgelegt wird.

2.2 Prüfung der Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff

Die Prüfung wird immer dann durchgeführt, wenn das Material bei Temperaturen oberhalb von 60 °C eingesetzt werden soll. Dabei wird der Einsatz des Materials in der Praxis simuliert und untersucht, ob sich die Zündtemperatur oder Eigenschaften des Materials durch Alterung verändern.

2.3 Prüfung von Flanschdichtungen in verdichtetem Sauerstoff

Diese Untersuchung simuliert den in der Praxis nicht auszuschließenden fehlerhaften Einbau einer Dichtung in eine Flanschverbindung, wobei das Dichtungsmaterial in die lichte Weite des Rohres hineinragt. Bei dieser Prüfung wird das Brandverhalten einer Dichtung nach künstlich eingeleiteter Zündung in einem Standardflansch untersucht. Es soll festgestellt werden, ob der Brand der Dichtung auf das Metall der Flanschverbindung übertragen wird oder ob die Flanschverbindung undicht wird.

2.4 Prüfung des Reaktionsverhaltens mit flüssigem Sauerstoff bei mechanischer Einwirkung

Diese Prüfung ist immer dann erforderlich, wenn im praktischen Einsatz der direkte Kontakt des Materials mit flüssigem Sauerstoff und mechanische Einwirkungen nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden können.

3 Probenvorbereitung

Da das Dichtungsmaterial elektrisch leitend ist, wurden die Rundscheiben für die Prüfung im Standardflansch gemäß der Mustervorlage in Bild 1 vorbereitet. In die zentrale Bohrung wurde eine nichtmetallische Zündhilfe eingesetzt, die über einen Zünddraht die Zündung künstlich einleitete.

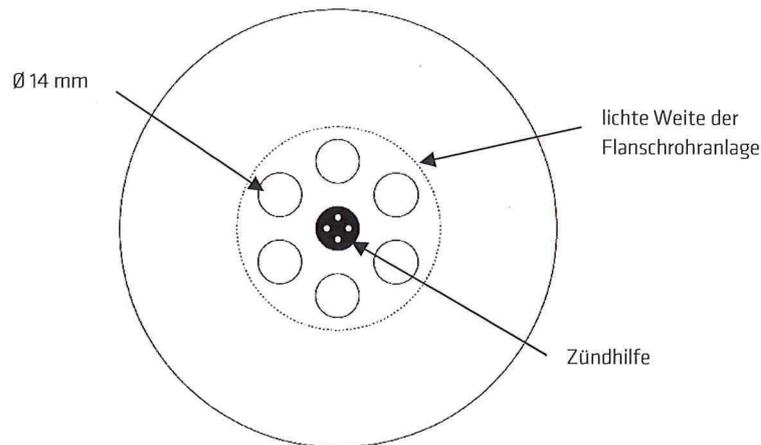


Bild 1: Mustervorlage für elektrisch leitende Flachdichtungsmaterialien

Für die anderen Prüfverfahren wurde die Graphit-Dichtauflage von den Metallfolien getrennt, in Teile mit einer Kantenlänge von ca. 1 mm bis 2 mm zerschnitten und in dieser Form verwendet.

4 Prüfungen

4.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben.

Auf Grund der vom Antragsteller angegebenen Betriebsbedingungen wurde die Bestimmung der Zündtemperatur bei einem Sauerstoffenddruck von etwa 160 bar durchgeführt.

4.1.1 Beurteilungskriterium

Das Kriterium für eine eindeutige Reaktion des Probenmaterials mit Sauerstoff ist ein plötzlicher Druckanstieg und ein mehr oder weniger steiler Temperaturanstieg.

4.1.2 Ergebnisse

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	62	165	> 500
2	62	162	> 500
3	62	166	> 500
4	62	163	> 500
5	62	165	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem mittleren Sauerstoffenddruck von 164 bar konnte bei Temperaturen bis 500 °C keine Entzündung der Probe festgestellt werden. Die Zündtemperatur der Probe liegt damit über 500 °C. Dies ist auch die maximale Betriebstemperatur der Prüfapparatur.

4.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren wird im Anhang 2 beschrieben.

Üblicherweise wird das Verhalten bei künstlicher Alterung beim maximalen Betriebsdruck sowie bei erhöhter Temperatur, in der Regel 25 °C oberhalb der vorgesehenen Betriebstemperatur, untersucht. In diesem Fall wurde die Prüfung daher bei einem Sauerstoffenddruck von 160 bar und einer Temperatur von 325 °C durchgeführt.

4.2.1 Beurteilungskriterien

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des Alterungsverhaltens werden drei Kriterien berücksichtigt:

Bei einer Massenänderung $\Delta m \leq 1\%$ gilt die Probe als alterungsbeständig, bei $\Delta m > 1\%$ und $\Delta m \leq 2\%$ gilt die Probe als ausreichend alterungsbeständig, bei $\Delta m > 2\%$ gilt die Probe als nicht alterungsbeständig.

Weist die Probe nach der Prüfung Veränderungen der Farbe, der Konsistenz, der Form oder der Oberflächenbeschaffenheit auf oder werden Ausgasungen festgestellt, wird dies aus sicherheitstechnischer Sicht bei der Beurteilung von der BAM berücksichtigt.

Die Zündtemperatur der gealterten Probe wird bestimmt und mit der der nichtgealterten Probe verglichen. Für den Fall, dass sich die Zündtemperaturen der gealterten und der nichtgealterten Probe unterscheiden, wird aus Sicherheitsgründen der niedrigere Wert berücksichtigt.

4.2.2 Ergebnisse

4.2.2.1 Prüfung auf Änderung der Masse bzw. der äußeren Beschaffenheit

Zeitdauer [h]	Prüftemperatur [°C]	Sauerstoffprüfdruck [bar]	Massenänderung Δm [%]
100	325	160	- 2,0

Die Probe war nach der Alterung augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse verringerte sich um 2,0 %

4.2.2.2 Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben.

Die Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials wurde bei gleichen Prüfbedingungen wie unter 4.1 beschrieben durchgeführt.

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	62	164	> 500
2	62	163	> 500
3	62	163	> 500
4	62	165	> 500
5	62	163	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem mittleren Sauerstoffenddruck von 163 bar konnte bei Temperaturen bis 500 °C keine Entzündung der gealterten Probe festgestellt werden. Die Zündtemperatur der gealterten Probe liegt damit über 500 °C. Dies ist auch die maximale Betriebstemperatur der Prüfapparatur.

4.3 Prüfung von Flanschdichtungen in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 3 beschrieben.

Auf Grund der vom Antragsteller angegebenen maximalen Betriebsbedingungen wurde die Flanschprüfung bei einem Sauerstoffenddruck von 160 bar und einer Temperatur von 300 °C durchgeführt.

4.3.1 Beurteilungskriterium

Verbrennen nach der künstlich eingeleiteten Zündung des Prüfmusters bei fünf Einzelversuchen nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Dichtungsmaterials, ohne dass sich der Brand zwischen den Flanschflächen fortsetzt, und bleibt die Verbindung gasdicht, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials als Flachdichtung bei diesen Betriebsbedingungen.

Zeigen die Versuche hingegen, dass sich der Brand des Prüfmusters zwischen den Flanschflächen fortsetzt oder dass die Flanschverbindung undicht wird, hat das Material die Prüfung nicht bestanden. In diesem Fall kann die Prüfung nach Rücksprache mit dem Antragsteller gegebenenfalls bei niedrigeren Temperaturen und/oder Sauerstoffdrücken fortgesetzt werden.

4.3.2 Ergebnisse

Versuch Nr.	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Bemerkungen
1	300	160	Das Prüfmuster reagiert innerhalb der lichten Weite vollständig. Die Flanschdichtflächen bleiben unversehrt. Es treten keine Undichtigkeiten auf.
2	300	160	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	300	160	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	300	160	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	300	160	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einer Temperatur von 300 °C und einem Sauerstoffenddruck von 160 bar verbrannten nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Prüfmusters innerhalb der lichten Weite des Flansches.

In allen Versuchen wurde der Brand weder auf den Stahl übertragen, noch brannte das Prüfmuster zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb jeweils gasdicht. Die geprüften Prüfmuster wiesen nach den Versuchen im Bereich der Dichtflächen eine Dicke von 2,1 mm auf.

4.4 Reaktionsverhalten mit flüssigem Sauerstoff bei mechanischer Einwirkung

Das Prüfverfahren wird im Anhang 4 beschrieben.

4.4.1 Beurteilungskriterium

Gemäß dem BAM-Standard "Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung" gilt ein nichtmetallisches Material grundsätzlich als ungeeignet für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff, wenn bei einer Fallhöhe von 0,17 m (Schlagenergie 125 Nm) oder weniger Reaktionen mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

4.4.2 Ergebnis

Versuchsreihe Nr.	Fallhöhe [m]	Schlagenergie [Nm]	Verhalten bei mechanischer Einwirkung
1	0,83	625	Keine Reaktion bei 1 Einzelversuch
2	1,00	750	Keine Reaktion bei 10 Einzelversuchen

Bei einer Fallhöhe des Hammers von 1,00 m (Schlagenergie 750 Nm) wurden bei 10 Einzelversuchen keine Reaktionen der Probe mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet.

5 Zusammenfassung der Prüfergebnisse

Das Prüfmuster hat bei einem Sauerstoffenddruck p_e von etwa 160 bar eine Zündtemperatur, die oberhalb von 500 °C liegt.

Bei einer Temperatur von 325 °C und einem Sauerstoffdruck von 160 bar erwies sich das Material als ausreichend alterungsbeständig.

Die Untersuchung des Brandverhaltes von Rundscheiben des Materials in einem Standardflansch hat ergeben, dass bei einer Temperatur von 300 °C und einem Sauerstoffdruck von 160 bar nur die in das Rohrinne hineintragenden Teile des Prüfmusters innerhalb der lichten Weite des Flansches brennen. Die Prüfmuster brannten nicht zwischen den Flanschdichtflächen. In allen Fällen blieb die Flanschverbindung gasdicht.

Bei der Prüfung des Materials auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung wurden bei 10 Einzelversuchen mit einer Schlagenergie von 750 Nm keine Reaktionen festgestellt.

6 Meinung und Interpretation

Das nichtmetallische Dichtungsmaterial Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge, soll als Dichtungsmaterial für Flanschverbindungen an/in Armaturen und Anlagenteilen für gasförmigen Sauerstoff eingesetzt werden.

Basierend auf den Prüfergebnissen sowie unter Berücksichtigung der Anforderungen an Dichtungswerkstoffe, beschrieben im Anhang 1 des Merkblattes M034, sowie des Anhanges 2 des Merkblattes M034-1, der Technische Regeln für Gefahrstoffe TRGS 407 und der in der BAM zu Grunde gelegten Sicherheits-Philosophie bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des nichtmetallischen Dichtungsmaterials Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge, mit einer maximalen Dicke von 2 mm zum Abdichten von Flanschverbindungen aus Kupfer, Kupferlegierungen oder Stahl für gasförmigen Sauerstoff bei folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
300	160

Dies gilt für Flansche mit glatter Dichtleiste und auch für Flansche mit Vor- und Rücksprung oder mit Nut und Feder.

Es bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung des nichtmetallischen Dichtungsmaterials Sigraflex® Hochdruck V20011Z3I, unbekannte Charge, mit einer maximalen Dicke von 2 mm, in flüssigem Sauerstoff. Da ein auf den flüssigen Sauerstoff ausgeübter Druck keine wesentliche Konzentrationsänderung bewirkt, also auch keinen merklichen Einfluss auf die Reaktionsfähigkeit des nichtmetallischen Materials hat, ist eine Begrenzung auf einen bestimmten Druckbereich nicht erforderlich.

7 Hinweise

Die Untersuchung berücksichtigt, dass beim praktischen Einsatz des nichtmetallischen Materials in Sauerstoffarmaturen und -anlagenteilen schnelle Sauerstoff-Druckänderungen - sogenannte Sauerstoffdruckstöße - mit Sicherheit an dem Material ausgeschlossen werden können.

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf das geprüfte Muster einer bestimmten Charge.

Die vorliegende Erfahrung zeigt, dass die sicherheitstechnischen Kenngrößen eines Produkts auch von der Produktionscharge eines Herstellers abhängen können. Daher werden heute chargenbezogene Prüfungen von Produkten, die für den Einsatz in Sauerstoff bestimmt sind, empfohlen. In diesem Zusammenhang wird auf die Veröffentlichung aus dem September 2009 verwiesen: „The Importance of Quality Assurance and Batch Testing on Nonmetallic Materials Used for Oxygen Service“, Journal of ASTM International, Vol. 6, No. 8; Paper ID JAI102309. Diese Veröffentlichung kann unter www.astm.org kostenpflichtig erworben werden.

Falls bei einem in den Handel gebrachten Produkt der Hinweis auf eine BAM-Prüfung erfolgt, muss ersichtlich sein, dass nur die Probe einer Charge auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff durch die BAM geprüft und sicherheitstechnisch beurteilt worden ist. Der Hinweis darf keine Vermutungswirkung erzeugen, dass es sich hierbei um eine Zertifizierung handelt, die zum Beispiel eine regelmäßige Überwachung der Produktion beinhaltet.

Das Produkt ist für den genannten Verwendungszweck in gasförmigem und flüssigem Sauerstoff einsetzbar. Maximal zulässiger Sauerstoffdruck, maximale Betriebstemperatur sowie eventuell andere Einschränkungen beim Gebrauch müssen deutlich angegeben sein.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) 12200 Berlin

7. November 2018

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

Im Auftrag



Dr. Thomas Kasch

Verteiler:	1. Ausfertigung:	SGL Carbon GmbH
	2. Ausfertigung:	BAM - Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“