

Bericht

über die Prüfung eines nichtmetallischen Materials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff



**Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung**

12200 Berlin
Telefon: 030 8104-0
Telefax: 030 8112029

Aktenzeichen	2-1432/2014
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	SGL Carbon GmbH Werner-von-Siemens-Str. 18 86405 Meitingen
Auftrag vom	10. Juni 2014 und Auftragsenerweiterung vom 15. Juli 2014
Zeichen	Lieferschein 31015513
Eingegangen am	12. Juni 2014 und 15. Juli 2014
Prüf-/ Versuchsmaterial	Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für den Einsatz als Dichtungsmaterial in Armaturen und Anlagenteilen bei Temperaturen bis 250 °C sowie als Flanschdichtungsmaterial in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 250 °C und 130 bar sowie für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff; BAM Auftrags-Nr.: 2.1/52 150
Eingegangen am	11. Juni 2014
Prüfdatum	2. Juli bis 5. September 2014
Prüfort	Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“, Haus 41, Raum 073 und Raum 120
Prüfung bzw. Erfordernis gemäß	DIN EN 1797: 2002-02 „Kryo-Behälter - Verträglichkeit von Gas/Werkstoffen“ ISO 21010: 2004-07 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“ Anhang vom Merkblatt M034-1 (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.“ Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie, Stand: September 2011 TRGS 407 Technische Regeln für Gefahrstoffe „Tätigkeiten mit Gasen - Gefährdungsbeurteilung“ Kapitel 3 „Informationsermittlung und Gefährdungsbeurteilung“ und Kapitel 4 „Schutzmaßnahmen bei Tätigkeiten mit Gasen“, Stand: Juni 2013

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.

Dieser Prüfbericht besteht aus Blatt 1 bis 7 und den Anhängen 1 bis 5.

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.



1 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

- 1 Prüfauftrag
- 1 Materialdatenblatt (2 Seiten, Erstelldatum 03/2011)
- 1 Sicherheitsdatenblatt
(7 Seiten, Revision Nr. 1.02, Erstelldatum 24. April 2014)
- 15 Ronden Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge
Außen-Ø: 140 mm; Dicke: 0,5 mm
Farbe: Grau

2 Prüfverfahren

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für den Einsatz als Armaturendichtung in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 250 °C wurden Druckstoßprüfungen bei 60 °C, 200 °C und 250 °C sowie eine Zündtemperaturbestimmung und eine Alterung mit anschließender erneuter Zündtemperaturbestimmung des gealterten Materials durchgeführt.

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für den Einsatz als Flanschdichtungsmaterial in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 250 °C und 130 bar wurde zusätzlich eine Flanschprüfung bei 250 °C und 130 bar durchgeführt.

Die sicherheitstechnische Eignung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für die Verwendung in flüssigem Sauerstoff wurde durch Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei mechanischer Einwirkung untersucht.

3 Prüfergebnisse

3.1 Verhalten bei Sauerstoffdruckstößen

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnisse:

Proben- temperatur t_a [°C]	Sauerstoff- anfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoff- enddruck p_e [bar]	Verhalten beim Druckstoß
60	1	450	keine Reaktion *
60	1	450	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	440	Entzündung beim 4. Druckstoß
60	1	430	Entzündung beim 2. Druckstoß *
60	1	420	keine Reaktion *
60	1	420	Entzündung beim 1. Druckstoß

* bei fünf Druckstößen

Proben- temperatur t_a [°C]	Sauerstoff- anfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoff- enddruck p_e [bar]	Verhalten beim Druckstoß
60	1	410	keine Reaktion *
60	1	410	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	400	keine Reaktion *
60	1	400	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	390	keine Reaktion *
60	1	390	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	380	Entzündung beim 3. Druckstoß
60	1	370	keine Reaktion *
60	1	370	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	360	keine Reaktion *
60	1	360	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	350	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	340	Entzündung beim 2. Druckstoß
60	1	320	keine Reaktion *
60	1	320	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	300	keine Reaktion *
60	1	300	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	280	keine Reaktion *
60	1	280	Entzündung beim 1. Druckstoß
60	1	270	keine Reaktion *
60	1	270	keine Reaktion *
200	1	270	keine Reaktion *
200	1	270	keine Reaktion *
250	1	270	keine Reaktion *
250	1	270	Entzündung beim 1. Druckstoß
250	1	250	keine Reaktion *
250	1	260	Entzündung beim 4. Druckstoß
250	1	250	keine Reaktion *

* bei fünf Druckstößen

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf Versuchen und einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 1$ bar wurde keine Entzündung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, bei Sauerstoffendrücken von 270 bar und Temperaturen von 60 °C und 200 °C festgestellt.

Bei zwei Versuchsreihen mit je fünf Versuchen und einem Sauerstoffanfangedruck $p_a = 1$ bar wurde keine Entzündung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, bei Sauerstoffenddrücken von 250 bar und einer Temperatur von 250 °C festgestellt.

3.2 Zündtemperatur

Da der maximale Betriebsdruck von Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für den Einsatz als Flanschdichtungsmaterial 130 bar beträgt, wurde die Prüfung in Absprache mit dem Auftraggeber bei einem Sauerstoffenddruck von etwa 130 bar durchgeführt. Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangedruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	50	134	> 500
2	50	133	> 500
3	50	134	> 500
4	50	134	> 500
5	50	133	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangedruck $p_a = 50$ bar wurde bis 500 °C keine Entzündung der Probe festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck p_e beträgt etwa 133 bar.

3.3 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Zeit [h]	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Massenänderung [%]
100	275	130	± 0

Nach der Alterung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, bei 275 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse blieb unverändert.

3.3.1 Zündtemperatur nach Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangedruck p_a [bar]	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	50	131	> 500
2	50	133	> 500
3	50	133	> 500
4	50	134	> 500
5	50	131	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 50$ bar wurde bis 500 °C keine Entzündung der gealterten Probe festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck p_e beträgt etwa 132 bar. Dies zeigt, dass die gealterte Probe wie die nicht gealterte Probe bis 500 °C keine Entzündung aufweist.

3.4 Flanschprüfung

Da die maximalen Betriebsbedingungen von Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, für den Einsatz als Flanschdichtungsmaterial 130 bar und 250 °C betragen, wurde die Flanschprüfung bei einem Druck von 130 bar und einer Temperatur von 250 °C durchgeführt. Das Prüfverfahren ist im Anhang 4 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Druck [bar]	Temperatur [°C]	Bemerkungen
1	130	250	Probe brennt nur innerhalb der lichten Weite, die Dichtflächen bleiben unversehrt. Es treten keine Undichtigkeiten auf.
2	130	250	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	130	250	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	130	250	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	130	250	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 130 bar und einer Temperatur von 250 °C verbrennen nur die ins Rohrinne hineintragenden Teile des Flanschdichtungsmaterials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, 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.

3.5 Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung

Grundsätzlich gilt, falls bei einer Fallhöhe des Hammers von 0,17 m (Schlagenergie 125 Nm) oder weniger Reaktionen beobachtet werden, gilt das nichtmetallische Material sicherheitstechnisch als ungeeignet für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff. Das Prüfverfahren ist im Anhang 5 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Fallhöhe [m]	Schlagenergie [Nm]	Reaktionen
1	0,83	625	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 1,00 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

Bei fünf Versuchen wurde bis 500 °C keine Entzündung des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, bei einem Sauerstoffdruck von etwa $p_e = 133$ bar festgestellt.

Bei einer Temperatur von 275 °C und einem Sauerstoffdruck von 130 bar erwies sich das Material als alterungsbeständig. Die Probenmasse blieb unverändert.

Bei fünf Versuchen wurde bis 500 °C keine Entzündung des gealterten Materials bei einem Sauerstoffdruck von etwa $p_e = 132$ bar festgestellt. Dies zeigt, dass sowohl die gealterte Probe wie auch die nicht gealterte Probe bis 500 °C keine Entzündung aufweisen.

Grundsätzlich wird bei der sicherheitstechnischen Beurteilung nichtmetallischer Materialien für den Einsatz in Sauerstoff eine Sicherheitsspanne von 100 °C zwischen der maximalen Betriebstemperatur und der Zündtemperatur berücksichtigt. Da die maximale Betriebstemperatur 250 °C beträgt, erfüllt Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, dieses Kriterium.

Das Kriterium für eine eindeutige Reaktion des Probenmaterials mit Sauerstoff bei Einwirkung eines Druckstoßes ist gemäß der DIN EN 1797: 2002-02 „Kryo-Behälter - Verträglichkeit von Gas/Werkstoffen“ und der ISO 21010: 2004-07 „Cryogenic Vessels - Gas/Material Compatibility“ ein Temperaturanstieg von mindestens 20 °C.

Unter Berücksichtigung dieses Kriteriums und der Prüfergebnisse bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung von Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, als Dichtungsmaterial in Armaturen und anderen Anlagenteilen für gasförmigen Sauerstoff bei folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
60	270
> 60 bis 250	130

Unter Berücksichtigung der Prüfergebnisse sowie der Ergebnisse der Flanschprüfung bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung von Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, als Flanschdichtungsmaterial mit einer maximalen Dicke von 0,5 mm 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 [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
250	130

Entsprechend der Prüfergebnisse und dem BAM-Standard "Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung", beschrieben im Anhang 5, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung von Sigraflex® Folie Typ E, unbekannte Charge, 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 Materials hat, ist eine Begrenzung auf einen bestimmten Druckbereich nicht erforderlich.

5 Hinweise

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf die untersuchte Charge des nichtmetallischen Materials Sigraflex® Folie Typ E.

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 der Beurteilung im BAM-Prüfbericht gekennzeichnet werden.

Das Anführen unseres BAM-Aktenzeichens 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 flüssigem Sauerstoff verwendbar ist. Maximal zulässiger Sauerstoffdruck, maximale Betriebstemperatur sowie eventuell andere Einschränkungen beim Gebrauch müssen deutlich angegeben sein.

**BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
12200 Berlin, 15. September 2014**

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

Im Auftrag



Dr. Thomas Kasch

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