

## Bericht

über die Prüfung eines Flachdichtungsmaterials  
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

<b>Aktenzeichen</b>	2-813/2013 I
<b>Ausfertigung</b>	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
<b>Auftraggeber</b>	SGL CARBON GmbH Postfach 11 93 86400 Meitingen
<b>Auftrag vom</b>	1. März 2013
<b>Eingegangen am</b>	8. März 2013
<b>Prüf-/ Versuchsmaterial</b>	SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen für gasförmigen Sauerstoff bei 130 bar und Temperaturen bis 250 °C; BAM-Auftrags-Nr. 2.1/51 485
<b>Eingegangen am</b>	8. März 2013
<b>Prüfdatum</b>	23. Mai bis 20. September 2013
<b>Prüfort</b>	BAM - Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“, Haus 41, Raum 073 und Raum 120
<b>Prüfung bzw. Erfordernis gemäß</b>	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: März 2013; Berufsgenossenschaftlichen Regel BGR 500 Betreiben von Arbeitsmitteln, Teil 2, Kapitel 2.32 "Betreiben von Sauerstoffanlagen", Kapitel 3.17 "Gleitmittel und Dichtwerkstoffe" Stand: April 2008.

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.  
Dieser Prüfbericht besteht aus Blatt 1 bis 5 und den Anhängen 1 bis 3.

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, Revisions-Nr. 02 2009/0)
- 1 Sicherheitsdatenblatt  
(5 Seiten, Revisions-Nr. 1.00, überarbeitet: 11. März 2011)
- 15 Ronden SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023  
Außen-Ø: 140 mm  
Farbe: Grau
- 3 Metallplatten,  
beschichtet mit SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023  
Maße: 145 mm x 145 mm; Dicke: 2 mm  
Farbe: Grau

## 2 Prüfverfahren

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen für gasförmigen Sauerstoff bei 130 bar und Temperaturen bis 250 °C wurden eine Flanschprüfung sowie eine Zündtemperaturbestimmung und eine Alterung mit anschließender erneuter Zündtemperaturbestimmung des gealterten Dichtungsmaterials durchgeführt.

## 3 Prüfergebnisse

### 3.1 Zündtemperatur

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangsdruck $p_a$ [bar]	Sauerstoffenddruck $p_e$ [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	50	132	> 500
2	50	133	> 500
3	50	132	> 500
4	50	131	> 500
5	50	134	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck  $p_a = 50$  bar wurde bis 500 °C keine Entzündung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck  $p_e$  beträgt etwa 133 bar.

### 3.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Zeit [h]	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Massenänderung [%]
100	275	130	- 0,6

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V... 11Z2MF), Charge 12050023, bei 275 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse nahm um 0,6 % ab.

#### 3.2.1 Zündtemperatur nach Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Sauerstoffanfangsdruck $p_a$ [bar]	Sauerstoffenddruck $p_e$ [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	50	132	> 500
2	50	134	> 500
3	50	131	> 500
4	50	131	> 500
5	50	134	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck  $p_a = 50$  bar wurde keine Entzündung des gealterten Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V... 11Z2MF), Charge 12050023, bis 500 °C festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck  $p_e$  beträgt etwa 132 bar.

Dies zeigt, dass sowohl die gealterte Probe wie auch die nicht gealterte Probe bis 500 °C keine Entzündung aufweisen.

### 3.3 Flanschprüfung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Druck [bar]	Temperatur [°C]	Bemerkungen
1	130	250	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite
2	130	250	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	130	250	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	130	250	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	130	250	Dichtung 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 Rohrrinnere hineinragenden Teile des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, 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.

#### **4 Zusammenfassung und Beurteilung**

Für das Dichtungsmaterial SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, wurde bei einem Sauerstoffenddruck  $p_e$  von etwa 133 bar keine Entzündung bis 500 °C festgestellt.

Bei 275 °C und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Dichtungsmaterial SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, als ausreichend alterungsbeständig. Die Probenmasse nahm um 0,6 % ab. Für das gealterte Dichtungsmaterial SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, wurde bei einem Sauerstoffenddruck  $p_e$  von etwa 132 bar keine Entzündung bis 500 °C festgestellt. Dies zeigt, dass sowohl die gealterte Probe wie auch die nicht gealterte Probe bis 500 °C keine Entzündung aufweisen.

Zwischen der maximalen Betriebstemperatur und der Zündtemperatur ist aus sicherheitstechnischer Hinsicht eine Sicherheitsspanne von 100 °C zu berücksichtigen. Da die maximale Betriebstemperatur 250 °C beträgt, erfüllt das Dichtungsmaterial SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, diese Anforderung.

Auf Grund dieser Versuchsergebnisse und der Ergebnisse der Flanschprüfung bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung der Charge 12050023 des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF) 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	maximaler Sauerstoffdruck
250 °C	130 bar

Diese Beurteilung gilt nicht für eine Verwendung des Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF), Charge 12050023, in Anlagen oder Anlagenteilen für flüssigen Sauerstoff. Hierfür ist eine besondere Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff erforderlich.

#### **5 Hinweise**

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf die Charge 12050023 des untersuchten Dichtungsmaterials SIGRAFLEX MF (V...11Z2MF).

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 z. B. eine regelmäßige Überwachung der Produktion beinhaltet.

Es muss eindeutig erkennbar sein, dass das Produkt für den genannten Verwendungszweck nur in gasförmigem 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, 9. Dezember 2013**

**Fachbereich 2.1  
„Gase, Gasanlagen“**

Im Auftrag



Dipl.-Ing. P. Hartwig  
Prüfleiter „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“

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

## 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 cm<sup>3</sup> 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 Sauerstoffdruck  $p_e$  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.

- Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“ -

## Anhang 2

### **Prüfung auf Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff**

Eine Probe des Versuchsmaterials mit bekannter Masse wird in einem Becherglas 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 hineintragenden 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.