

**B e r i c h t**über die Prüfung eines Dichtungsmaterials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

Aktenzeichen	2-2076/2012 IV
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	Frenzelit-Werke GmbH Frankenhammer 7 95460 Bad Berneck
Auftrag vom	16. Juli 2012
Zeichen	EMP / BWI
Eingegangen am	31. Juli 2012
Prüf-/ Versuchsmaterial	novaphit® SSTC TA-L für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Rohrleitungen, Anlagentei- len und Armaturen für gasförmigen und flüssigen Sauer- stoff. BAM-Auftrags-Nr.: 2.1/51 189
Eingang des Prüf- materials	17. Juli 2012
Prüfdatum	29. August bis 13. November 2012
Prüfort	BAM - Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“, Haus 41, Raum 073
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 Bundes- anstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) zum Ein- satz in Anlagenteilen für Sauerstoff als geeignet befunden worden sind.", Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie, Stand: September 2011; 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 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

1 **Unterlagen und Prüfmuster**

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

1 Prüfauftrag

„Sicherheitstechnische Beurteilung von novaphit® SSTC TA-L für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen bei Temperaturen oberhalb von 200 °C und Sauerstoffdrücken bis 130 bar sowie bei Verwendung mit flüssigem Sauerstoff.“

15 Ronden novaphit® SSTC TA-L mit Blecheinlage

Abmessungen: Ø 140 mm; Dicke: 3 mm

Farbe: Grau

2 **Prüfverfahren**

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des Dichtungsmaterials novaphit® SSTC TA-L für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Rohrleitungen, Anlagenteilen und Armaturen für gasförmigen Sauerstoff wurden eine Flanschprüfung und eine Zündtemperaturbestimmung sowie eine Alterungsuntersuchung mit anschließender erneuter Zündtemperaturbestimmung des gealterten Dichtungsmaterials bei einem Sauerstoffdruck von 130 bar durchgeführt.

Die sicherheitstechnische Eignung des Dichtungsmaterials novaphit® SSTC TA-L für die Verwendung in flüssigem Sauerstoff wurde durch Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei mechanischer Einwirkung untersucht.

3 **Prüfergebnisse**

3.1 **Zündtemperatur**

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

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

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 50$ bar wurde bis 500 °C keine Entzündung des nichtmetallischen Materials 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	130	225	- 2,6

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials bei 225 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse nahm um 2,6 % ab.

3.2.1 Zündtemperatur nach Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Sauerstoff- anfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoff- enddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	50	132	> 500
2	50	132	> 500
3	50	132	> 500
4	50	132	> 500
5	50	132	> 500

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 50$ bar wurde bis 500 °C keine Entzündung des nichtmetallischen Materials festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck p_e beträgt etwa 132 bar.

3.3 Flanschprüfung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Bemerkungen
1	200	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. Die Flanschverbindung bleibt gasdicht.
2	200	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
3	200	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
4	200	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
5	200	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 130 bar und einer Temperatur von 200 °C verbrannten nur die ins Rohrinne hineintragenden Teile des Dichtungsmaterials innerhalb der lichten Weite des Flansches. Der Brand wurde weder auf den Stahl übertragen, noch brannte die Dichtung zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb 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 1,00 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

Das Material wurde bereits in den Jahren 2004, Tgb.-Nr.: II-1146/2004, geprüft und für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen sicherheitstechnisch beurteilt.

Für das nichtmetallische Material novaphit® SSTC TA-L wurde bei einem Sauerstoffenddruck p_e von etwa 133 bar keine Entzündung des Materials bis 500 °C festgestellt.

Bei 225 °C und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Flachdichtungsmaterial novaphit® SSTC TA-L als nicht alterungsbeständig. Die Probenmasse nahm um 2,6 % ab.

Die festgestellte Massenabnahme in Höhe von 2,6 % ist sicherheitstechnisch nicht von Bedeutung, kann aber die praktische Brauchbarkeit des nichtmetallischen Materials beeinflussen.

Für die gealterte Probe des nichtmetallischen Materials novaphit® SSTC TA-L wurde bei einem Sauerstoffenddruck p_e von etwa 132 bar keine Entzündung des Materials bis 500 °C festgestellt.

Auf Grund der Prüfungsergebnisse bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials novaphit® SSTC TA-L 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 200 °C	maximaler Sauerstoffdruck 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 novaphit® SSTC TA-L 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 die Charge des untersuchten Probenmaterials.

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 und/oder 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, 8. April 2013**

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

Im Auftrag



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

Verteiler: 1. Ausfertigung: Frenzelit-Werke 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 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 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.

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 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.