BAM
Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung

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

PRÜFBERICHT

über die Untersuchung eines nichtmetallischen Materials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

Aktenzeichen	16031283
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG Am Kanal 8 - 10 2352 Gumpoldskirchen Österreich
Anfrage vom	27. Juni 2016
Zeichen	Eb
Eingang der Auftragserteilung am	22. September 2016
Prüfmuster	KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161; BAM Auftrags-Nr.: 2.1/53 227
Eingang Prüfmuster	1. September 2016
Prüfzeitraum	27. September 2016 bis 25. Januar 2017
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen" Haus 41
Prüfung in Anlehnung an (In der zum Zeitpunkt der Prüfung 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 9 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

2015-05

PRÜFBERICHT

1 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgendes eingereicht:

1 Prüfauftrag
„Prüfung und Beurteilung des nichtmetallischen Materials KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161, für den Einsatz als Flachdichtung in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 200 °C und 100 bar sowie in flüssigem Sauerstoff."

1 Sicherheitsinformation KLINGER® top-chem 2005
(6 Seiten, Erstelldatum: 20.01.2011)

15 KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161,
Abmessungen: Ø 140 mm, Dicke 2 mm
Farbe: Rotbraun

2 Angewandte Prüfverfahren zur sicherheitstechnischen Beurteilung

Da im praktischen Einsatz des Flachdichtungsmaterials nach Angaben des Antragstellers schnelle Sauerstoffdruckänderungen – sogenannte Sauerstoffdruckstöße – sicher ausgeschlossen werden können, wird keine Druckstoßprüfung durchgeführt

Das nichtmetallische Material soll als Dichtungsmaterial für Flanschdichtungen in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 200 °C und Drücken bis 100 bar sowie in flüssigem Sauerstoff eingesetzt werden.

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 im Regelfall bei Dichtungsmaterialien 100 °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 Flachdichtung in eine Flanschverbindung, wobei das Dichtungsmaterial in die lichte Weite des Rohres hineinragt. Bei dieser Prüfung wird das Brandverhalten einer Dichtungsplatte 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 nichtleitend ist, wurden die Ronden gemäß der Mustervorlage in Bild 1 vorbereitet.

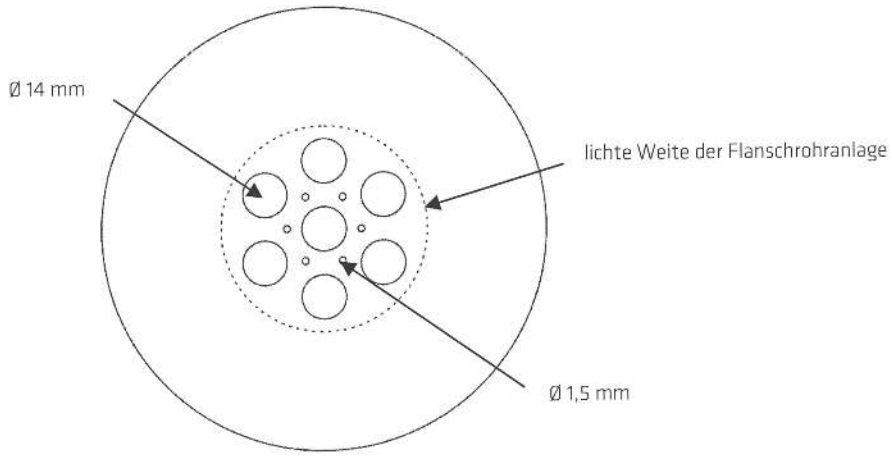


Bild 1: Mustervorlage für elektrisch nichtleitende Flachdichtungsmaterialien

Bei der Probenvorbereitung für die anderen Prüfverfahren wurde das Dichtungsmaterial in ca. 1 mm^3 bis 2 mm^3 große Teile zerschnitten und für die Prüfungen verwendet.

4 Prüfungen

4.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben. Auf Grund der vom Antragsteller angegebenen Einsatzbedingungen wurde die Bestimmung der Zündtemperatur bei einem Sauerstoffenddruck von etwa 100 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	40	102	462
2	40	103	465
3	40	104	464
4	40	104	467
5	40	105	469

Bei fünf Versuchen konnten beim angegebenen mittleren Sauerstoffdruck p_e für die Probe folgende mittlere Zündtemperatur und Standardabweichung festgestellt werden:

Mittlerer Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Mittlere Zündtemperatur [°C]	Standardabweichung [°C]
104	465	± 3

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 100 bar und einer Temperatur von 225 °C durchgeführt.

4.2.1 Beurteilungskriterium

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 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	225	100	0

Die Probenmasse blieb unverändert, die Probe war nach der Alterung augenscheinlich unverändert.

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	40	103	470
2	40	103	465
3	40	102	464
4	40	103	464
5	40	103	463

Bei fünf Versuchen konnten beim angegebenen mittleren Sauerstoffdruck p_e für die gealterte Probe folgende mittlere Zündtemperatur und Standardabweichung festgestellt werden:

Mittlerer Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Mittlere Zündtemperatur [°C]	Standardabweichung [°C]
103	465	± 3

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 100 bar und einer Temperatur von 200 °C durchgeführt.

4.3.1 Beurteilungskriterium

Verbrennen nach der künstlich eingeleiteten Zündung des Prüfmusters bei fünf Einzelversuchen nur die ins Rohrinnere 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 Betriebsbedingungenbedingungen.

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	200	100	Die Flanschdichtung reagiert innerhalb der lichten Weite vollständig; Es treten keine Undichtigkeiten auf.
2	200	100	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	200	100	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	200	100	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	200	100	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einer Temperatur von 200 °C und einem Sauerstoffdruck von 100 bar verbrannten nur die ins Rohrinnere hineinragenden Teile des Prüfmusters innerhalb der lichten Weite des Flansches. Der Brand wurde weder auf den Stahl übertragen, noch brannte das Prüfmuster zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb gasdicht. Die geprüften Prüfmuster hatten nach den Versuchen im Bereich der Dichtflächen eine Dicke von etwa 2,0 mm.

4.4 Reaktionsverhalten mit flüssigem Sauerstoff bei mechanischer Einwirkung

Das Prüfverfahren wird im Anhang 4 beschrieben.

4.4.1 Beurteilungskriterium

Gemäß des BAM-Standards "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.

4.1.2 Ergebnis

Versuch Nr.	Fallhöhe [m]	Schlagenergie [Nm]	Reaktion
1	0,83	625	heftige
2	0,67	500	keine
3	0,67	500	keine
4	0,67	500	heftige
5	0,50	375	heftige
6	0,33	250	keine
7	0,33	250	heftige
8	0,17	125	keine
9	0,17	125	keine
10	0,17	125	keine
11	0,17	125	keine
12	0,17	125	keine
13	0,17	125	keine
14	0,17	125	keine
15	0,17	125	keine
16	0,17	125	keine
17	0,17	125	keine

Bei 0,17 m Fallhöhe des Hammers (Schlagenergie 125 Nm) konnten bei zehn Einzelversuchen weder Explosionen noch sonstige Reaktionen der Probe mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

5 Zusammenfassung und Beurteilung

Das Produkt KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161, soll als Flachdichtung in Armaturen und Anlagenteilen für gasförmigen und flüssigen Sauerstoff eingesetzt werden.

Bei 225 °C und 100 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Flachdichtungsmaterial als alterungsbeständig.

Auf Grund der Prüfergebnisse bestehen keine Bedenken gegen den Einsatz des nichtmetallischen Materials KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161, als Flachdichtung mit einer Dicke von 2 mm in Flanschverbindungen aus Kupfer, Kupferlegierungen oder Stahl für gasförmigen Sauerstoff bei den folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
200	100

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 Flachdichtungsmaterials KLINGER® top-chem 2005, Charge 5161, 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.

6 Hinweise

Bei der sicherheitstechnischen Beurteilung des Dichtungsmaterials für den Einsatz in Sauerstoffarmaturen und -anlagenteilen wird berücksichtigt, dass im praktischen Einsatz schnelle Sauerstoff-Druckänderungen - sogenannte Sauerstoffdruckstöße – mit Sicherheit an dem Material ausgeschlossen werden können. Der direkte Kontakt des Materials mit flüssigem Sauerstoff und mechanische Einwirkung können hingegen nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden.

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

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. März 2017

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen"

Im Auftrag

Dipl.-Ing. Peter Hartwig

Verteiler:	1. Ausfertigung:	Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG
	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^3 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 Sauerstoffenddruck 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 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 Rohrinnere hineinragt. Die Prüfapparatur wird durch Heizmanschetten auf die jeweils vorgesehene Versuchstemperatur erwärmt, die mindestens 50 °C niedriger sein muss als die Zündtemperatur des Dichtungswerkstoffs. Die geschlossene Apparatur wird bis zum vorgesehenen Prüfdruck mit Sauerstoff gefüllt und der ins Rohrinnere hineinragende 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 Rohrinnere hineinragenden 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.

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.