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	2-2207/2014
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG Am Kanal 8 - 10 2352 Gumpoldskirchen Österreich
Auftrag vom	7. September 2014
Zeichen	Eb
Eingang der Auftragserteilung am	12. September 2014
Prüfmuster	Flachdichtungsmaterial KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341; BAM Auftrags-Nr.: 2.1/52 262
Eingang Prüfmuster	12. September 2014
Prüfzeitraum	3. November 2014 bis 25. November 2015
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen" Haus 41, Raum 073
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"

PRÜFBERICHT

Alle im Bericht angegebenen Drücke sind Überdrücke.
Dieser Prüfbericht besteht aus Seite 1 bis 7 und den Anhängen 1 bis 3.

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.

1 Unterlagen und Prüfmuster

Die Firma hat folgendes eingereicht:

1 Prüfauftrag
„Prüfung und Beurteilung des nichtmetallischen Materials KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341, für den Einsatz als Flachdichtung in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 95 °C und bei Sauerstoffdrücken bis 130 bar."

1 Sicherheitsdatenblatt KLINGER®top-graph-2000
(6 Seiten, Erstelldatum: 20.01.2011)

15 Ronden, KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341
Abmessungen: Durchmesser 140 mm, Dicke 2 mm
Farbe: Grau
Beschriftung: keine

2 Angewandte Prüfverfahren zur sicherheitstechnischen Beurteilung

Das Produkt KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341, soll als Flachdichtungsmaterial in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 95 °C und Drücken bis 130 bar eingesetzt werden.

Das Verhalten bei Sauerstoffdruckstößen wird nicht untersucht da nach Angaben des Antragstellers Druckstöße bei den vorgesehenen Anwendungen sicher ausgeschlossen werden können.

Folgende Prüfverfahren wurden angewandt:

2.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Wenn das Material bei Temperaturen oberhalb von 60 °C eingesetzt werden soll, ist die Bestimmung der Zündtemperatur erforderlich. 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 bei Flachdichtungsmaterialien 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 möglichen 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. Darüber hinaus soll festgestellt werden, ob der Brand der Dichtung auf das Metall der Flanschverbindung übertragen wird.

3 Probenvorbereitung

Da das Dichtungsmaterial elektrisch nichtleitend ist, wurden fünf Ronden für die Flanschprüfung gemäß der Mustervorlage in Bild 1 vorbereitet.

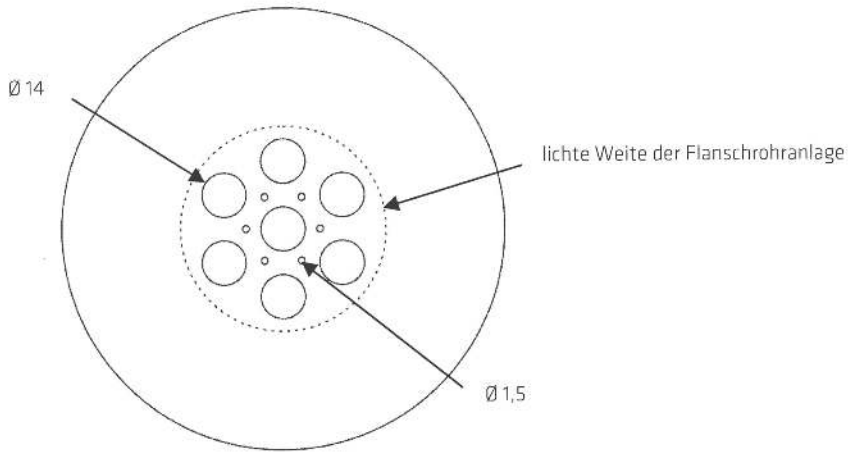


Bild 1: Mustervorlage für elektrisch nichtleitende Flachdichtungsmaterialien

Bei der Probenvorbereitung für die anderen Prüfverfahren wurde eine Ronde des Materials zerkleinert und in ca. 1 mm^3 bis 2 mm^3 große Teile zerschnitten.

4 Prüfungen

4.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben. Auf Grund des vom Antragsteller angegebenen maximalen Betriebsbedingungen wurde die Bestimmung der Zündtemperatur bei einem Sauerstoffenddruck von etwa 130 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	90	130	154
2	90	130	156
3	90	127	143
4	90	134	159
5	90	131	152

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]
130	153	± 6

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 130 bar und einer Temperatur von 120 °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	120	130	+ 3

Die Probenmasse nahm um 3 % zu und die Probe war nach der Alterung stark versprödet.

4.2.2.2 Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials in verdichtetem Sauerstoff

Aufgrund des Ergebnisses der Alterungsuntersuchung wurde die Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials nicht durchgeführt.

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 des Dichtungsmaterials bei 95 °C und einem Sauerstoffenddruck von 130 bar 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 fortzusetzt 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	95	130	Das Prüfmuster brennt nur innerhalb der lichten Weite, die Dichtflächen der Flansche bleiben unversehrt. Es treten keine Undichtigkeiten auf. Die Dichtflächen der Flansche bleiben unversehrt.
2	95	130	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	95	130	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	95	130	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	95	130	Probe reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einer Temperatur von 95 °C und einem Sauerstoffdruck von 130 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 mm.

5 Zusammenfassung und Beurteilung

Das Prüfmuster soll als Flachdichtungsmaterial in gasförmigem Sauerstoff eingesetzt werden.

Das Verhalten bei Sauerstoffdruckstößen wurde nicht untersucht. Nach Angaben des Antragstellers können Druckstöße bei den vorgesehenen Anwendungen sicher ausgeschlossen werden.

Das Prüfmuster hat bei einem Sauerstoffenddruck p_e von etwa 130 bar eine Zündtemperatur von 153 °C mit einer Standardabweichung von ± 6 °C.

Bei einer Temperatur von 120 °C und einem Sauerstoffdruck von 130 bar erwies sich das Material als nicht alterungsbeständig. Die Probe war nach der Alterung stark versprödet, die Probenmasse nahm um 3 % zu. Aufgrund dieses Ergebnisses wurde die Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials nicht mehr durchgeführt.

Bei fünf Versuchen mit einer Temperatur von 95 °C und einem Sauerstoffdruck von 130 bar verbrennen nur die ins Rohrinnere hineinragenden Teile des Flachdichtungsmaterials 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.

Aufgrund des Ergebnisses der Alterungsuntersuchung wird das Dichtungsmaterial Klinger top-graph 2000, Charge 19341, aus sicherheitstechnischer Hinsicht nur für den Einsatz als Flachdichtung in gasförmigem Sauerstoff bei einem Sauerstoffdruck von 130 bar und einer Temperatur von 60 °C beurteilt.

Unter Berücksichtigung aller Prüfergebnisse sowie der Voraussetzung, dass im Betrieb Sauerstoffdrückstöße sicher ausgeschlossen werden können, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Flachdichtungsmaterials KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341, 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]
60	130

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

Diese Beurteilung gilt nicht für eine Verwendung des Flachdichtungsmaterials KLINGER®top-graph 2000, Charge 19341, in Anlagen oder Anlagenteilen für flüssigen Sauerstoff. Hierfür ist eine besondere Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff erforderlich.

6 Hinweise

Bei der sicherheitstechnischen Beurteilung wird berücksichtigt, dass im praktischen Einsatz des Materials 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.

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.

Es muss eindeutig erkennbar sein, dass das Produkt für den genannten Verwendungszweck nur in gasförmigem Sauerstoff einsetzbar ist. Maximal zulässiger Sauerstoffdruck, maximale Betriebstemperatur sowie eventuell andere Einschränkungen beim Gebrauch müssen deutlich angegeben sein.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
12200 Berlin

18. Juli 2016

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen"

Im Auftrag

i. V. Dr. Hartwig

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.