

## Bericht

über die Prüfung eines Dichtungsmaterials auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

<b>Aktenzeichen</b>	2-1244/2012 I
<b>Ausfertigung</b>	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
<b>Auftraggeber</b>	Frenzelit-Werke GmbH Frankenhammer 7 95460 Bad Berneck
<b>Auftrag vom</b>	24. April 2012
<b>Zeichen</b>	EMP / BWI
<b>Eingegangen am</b>	16. Mai 2011
<b>Prüf-/ Versuchsmaterial</b>	novatec® PREMIUM XP für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Rohrleitungen, Anlagenteilen und Armaturen für gasförmigen und flüssigen Sauerstoff. BAM-Auftrags-Nr.: 2.1/51 093
<b>Eingang des Prüfmaterials</b>	15. Mai 2012
<b>Prüfdatum</b>	25. Juli 2012 bis 27. November 2012
<b>Prüfort</b>	BAM - Arbeitsgruppe „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“, Haus 41, Raum 073
<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: 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 novatec® PREMIUM XP für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen bei Temperaturen oberhalb von 60 °C und Sauerstoffdrücken bis 130 bar sowie bei Verwendung mit flüssigem Sauerstoff.“

### 10 Ronden novatec® PREMIUM XP

Abmessungen: Ø 140 mm; Dicke: 3 mm

Beschriftung: novatec® PREMIUM XP

Farbe: Blau

## 2 Prüfverfahren

Für die sicherheitstechnische Beurteilung des Dichtungsmaterials novatec® PREMIUM XP für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Rohrleitungen, Anlagenteilen und Armaturen für gasförmigen Sauerstoff wurde 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 novatec® PREMIUM XP 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	92	136	163
2	92	132	150
3	92	135	157
4	92	133	153
5	92	133	149

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck  $p_a = 92$  bar wurde eine Zündtemperatur von 154 °C mit einer Standardabweichung von  $\pm 6$  °C ermittelt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck  $p_e$  beträgt 134 bar.

### 3.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Zeit [h]	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Massenänderung [%]
100	130	130	- 4,5

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials bei 130 °C und 130 bar Sauerstoffdruck wies die Probe eine starke Versprödung auf. Die Probenmasse nahm um 4,5 % 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	92	188	323
2	92	189	331
3	92	194	337
4	92	192	332
5	92	189	323

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck  $p_a = 92$  bar wurde eine Zündtemperatur von 329 °C mit einer Standardabweichung von  $\pm 6$  °C für das gealterte Dichtungsmaterial novatec® PREMIUM XP ermittelt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck  $p_e$  beträgt etwa 191 bar.

### 3.3 Flanschprüfung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Bemerkungen
1	105	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
2	105	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
3	105	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
4	105	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.
5	105	130	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite.

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 130 bar und einer Temperatur von 105 °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	Heftige
2	0,50	375	Keine
3	0,50	375	Keine
4	0,50	375	Heftige
5	0,33	250	Keine
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 Fallhöhen des Hammers von 0,67 m bis 0,33 m (Schlagenergie 500 Nm bis 250 Nm) konnten bei den Versuchen heftige Reaktionen des nichtmetallischen Materials mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

Bei 0,17 m Fallhöhe des Hammers (Schlagenergie 125 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 2005, Tgb.-Nr.: II-1492/2005 E, und 2006, Tgb.-Nr. II-304/2006, geprüft und für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen sicherheitstechnisch beurteilt.

Das Dichtungsmaterial novatec® PREMIUM XP hat bei einem Sauerstoffenddruck  $p_e$  von 134 bar eine Zündtemperatur von 154 °C mit einer Standardabweichung von  $\pm 6$  °C.

Bei 130 °C und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Flachdichtungsmaterial novatec® PREMIUM XP als nicht ausreichend alterungsbeständig. Auf Grund der festgestellten Versprödung des Materials nach der Alterung in verdichtetem Sauerstoff, kann ein Einsatz der Flachdichtung novatec® PREMIUM XP nur für Flanschverbindungen befürwortet werden, die keinen dynamischen Beanspruchungen ausgesetzt sind. Darüber hinaus kann das ungünstige Alterungsverhalten die praktische Verwendung des Dichtungsmaterials einschränken.



Die Zündtemperatur der gealterten Probe war mit 329 °C und einer Standardabweichung von  $\pm 6$  °C bei etwa 191 bar Sauerstoffdruck wesentlich höher als die, die bei der nicht gealterten Probe ermittelt worden war.

Auf Grund der Prüfungsergebnisse und des Ergebnisses der Zündtemperaturbestimmung des nicht gealterten Materials bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials novatec® PREMIUM XP 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
100 °C	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 novatec® PREMIUM XP 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, 3. Dezember 2012

### **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 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 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 Rohrinne 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.