

## B e r i c h t

über die Prüfung eines Dichtungsmaterials  
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

**Aktenzeichen** II-3407/2005  
**Ausfertigung** 1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen

### 1 Auftrag

**Auftraggeber** SGL Carbon GmbH  
Postfach 11 93  
86400 Meitingen

**Auftrag vom** 16. August 2005 bzw. 30. August 2005

**Zeichen** Silvia Mechen; Bestellnr. 114-10-45073965

**Eingegangen am** 22. August 2005

**Prüf-/  
Versuchsmaterial** Dichtungsmaterial<sup>®</sup> SIGRAFLEX UNIVERSAL<sup>PRO</sup> für  
den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen  
an Sauerstoffleitungen und -armaturen für gasförmigen  
Sauerstoff bei Drücken bis zu 130 bar und für flüssigen  
Sauerstoff;  
BAM-Auftrags-Nr. II.1/48 185

**Eingang des Prüf-  
materials** 19. August 2005

**Prüfdatum** 15. September bis 30. September 2005

**Prüfort** BAM - Arbeitsgruppe „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“,  
Haus 41, Raum 120 und 073

**Prüfung gemäß** DIN EN 1797:2002-02 „Kryo-Behälter – Verträglichkeit  
von Gas/Werkstoffen“ bzw. „Liste der nichtmetallischen  
Materialien, die von der Bundesanstalt für Materialfor-  
schung und -prüfung (BAM) zum Einsatz in Anlageteilen  
für Sauerstoff als geeignet befunden worden sind.“,  
Stand: 31. August 2005, nach der berufsgenossenschaft-  
lichen Regel BGR 500 „Betreiben von Arbeitsmitteln“,  
Teil 2, Kapitel 2.32 „Betreiben von Sauerstoffanlagen“,  
Stand: Februar 2005 bzw. zu Merkblatt M 034 „Umgang  
mit Sauerstoff (BGI 617)“ der Berufsgenossenschaft der  
chemischen Industrie.

Dieser Prüfbericht besteht aus Blatt 1 bis 4 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**



## **2    Unterlagen und Prüfmuster**

Die Firma hat folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

- 1    Prüfauftrag,
- 1    Bestellung,
- 10   Ronden, Ø 140 mm x 2 mm;  
die Prüfmuster bestehen aus einer imprägnierten flexiblen Graphitfolie, verstärkt durch eine Spießblecheinlage aus Edelstahl 316 (L); beschriftet mit SGL CARBON GROUP, ®SIGRAFLEX UNIVERSALPRO, DIN 28091-GR-10-I-1M-Cr, V20010C21-P, TA Luft; Farbe: anthrazit.
- 1    BAM-Prüfbericht II-1489/2005 vom 14. Juli 2005

## **3    Prüfverfahren und -ergebnisse**

Das Dichtungsmaterial ®SIGRAFLEX UNIVERSALPRO ist bereits im BAM-Prüfbericht II-1489/2005 vom 14. Juli 2005 für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 250 °C und Drücken bis 100 bar sowie für die Verwendung in flüssigem Sauerstoff in sicherheitstechnischer Hinsicht positiv beurteilt worden. Seit dem Zeitpunkt dieser Prüfung ist das Dichtungsmaterial ®SIGRAFLEX UNIVERSALPRO nach Information der Firma SGL Carbon GmbH in seiner Zusammensetzung und Herstellung nicht verändert worden.

Es sollte nun untersucht werden, inwieweit das Dichtungsmaterial auch bei Sauerstoffdrücken bis 130 bar und Temperaturen bis 200 °C sicherheitstechnisch geeignet ist. Unter Berücksichtigung der Prüfergebnisse des o.g. BAM-Berichts und der hier vorliegenden Erfahrungen über Graphitdichtungen konnte auf eine erneute Zündtemperaturbestimmung vor der Alterungsuntersuchung verzichtet werden.

### **3.1    Zündtemperatur**

Das Prüfverfahren ist im Anhang 1 beschrieben.

Ergebnis gemäß des BAM-Berichts II-1489/2005 vom 14. Juli 2005:

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck  $p_a = 39$  bar wurde keine Zündung des Dichtungsmaterials bis 500 °C festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck  $p_e$  beträgt etwa 104 bar.

### **3.2    Verhalten bei künstlicher Alterung**

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials ®SIGRAFLEX UNIVERSALPRO bei 225 °C und 130 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse hatte um 1,5 % abgenommen.

Bei fünf Versuchen mit der gealterten Probe und einem Sauerstoffdruck  $p_a = 50$  bar wurde keine Zündung des Dichtungsmaterials bis  $500\text{ °C}$  festgestellt. Der zugehörige Sauerstoffdruck  $p_a$  betrug etwa 130 bar.

### **3.3 Flanschprüfung**

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Die Prüfung des Dichtungsmaterials <sup>®</sup>SIGRAFLEX UNIVERSALPRO bei 130 bar Sauerstoffdruck und  $200\text{ °C}$  ergab, dass nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile der Dichtung innerhalb der lichten Weite des Flansches verbrennen; der Brand wird weder auf den Stahl übertragen, noch brennt die Dichtung zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb gasdicht. Darauf wurde der Versuch bei 130 bar und  $200\text{ °C}$  noch viermal wiederholt. Auch hierbei wurde das gleiche Ergebnis wie zuvor erhalten.

### **3.4 Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung**

Das Prüfverfahren ist im Anhang 4 beschrieben.

Ergebnis gemäß des BAM-Berichts II-1489/2005 vom 14. Juli 2005:

Bei 1,0 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**

Bei  $225\text{ °C}$  und 130 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Material als ausreichend alterungsbeständig. Die festgestellte Massenabnahme ist sicherheitstechnisch nicht von Bedeutung, kann aber die praktische Brauchbarkeit des Produkts beeinträchtigen.

Aufgrund der Prüfergebnisse bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterial <sup>®</sup>SIGRAFLEX UNIVERSALPRO 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:

Temperatur	maximaler Sauerstoffdruck
bis $200\text{ °C}$	bis 130 bar

Entsprechend des BAM-Standards "Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung", beschrieben im Anhang 4, und des Ergebnisses des bereits im Juli 2005 geprüften und unter dem Aktenzeichen II-1489/2005 beurteilten Dichtungsmaterials <sup>®</sup>SIGRAFLEX UNIVERSALPRO, bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht auch keine Bedenken gegen eine Verwendung von <sup>®</sup>SIGRAFLEX UNIVERSALPRO 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**

Die Gültigkeit dieser Beurteilung endet sofort, wenn die Zusammensetzung des untersuchten Materials verändert wird. Sie endet spätestens am 30. September 2015. Eine Verlängerung über dieses Datum hinaus ist möglich, wenn der Antragsteller zum genannten Zeitpunkt schriftlich bestätigt, dass das Produkt dann noch identisch ist mit dem zu dieser Beurteilung eingereichten Material.

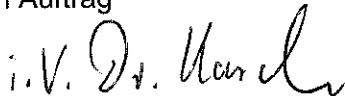
In den Handel gebrachte Produkte, die von uns auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff geprüft worden sind, müssen entsprechend unserer Beurteilung im BAM-Prüfbericht gekennzeichnet werden. D. h., der Hinweis allein auf einem Produkt, dass eine BAM-Prüfung erfolgte und/oder das Anführen unserer Tagebuch-Nr. ohne zusätzliche Angabe des Verwendungszwecks und der zulässigen Betriebsbedingungen, ist in sicherheitstechnischer Hinsicht nicht zu verantworten.

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

**Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)**  
12200 Berlin, 7. Oktober 2005

**Fachgruppe II.1**  
**"Gase, Gasanlagen"**

im Auftrag



Dr. Chr. Binder  
Leiter der Arbeitsgruppe

**Arbeitsgruppe**  
**"Sicherer Umgang mit Sauerstoff"**

im Auftrag



Dipl.-Ing. P. Hartwig  
Sachbearbeiter

Verteiler: 1. Ausfertigung: SGL Carbon GmbH  
2. Ausfertigung: BAM - Arbeitsgruppe „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“

## 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 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 einer Chrom-Nickel-Stahl-Hülse 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.