

Bericht

über die Prüfung eines Dichtungsmaterials
auf Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff

Aktenzeichen	2-1379/2011 II
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2 Ausfertigungen
Auftraggeber	GARLOCK GmbH Falkenweg 1 41468 Neuss
Auftrag vom	1. Juni 2011
Eingegangen am	9. Juni 2011
Prüf-/ Versuchsmaterial	GYLON STYLE 3501-E ziegelrot für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoff- leitungen/-anlagenteilen und -armaturen für gasförmigen und flüssigen Sauerstoff. BAM-Auftrags-Nr.: 2.1/50 633
Eingang des Prüf- materials	7. Juni 2011
Prüfdatum	8. September 2011 bis 7. März 2012
Prüfört	BAM - Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“, Haus 41, Raum 073 und Raum 120
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 6 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
- 1 Materialdatenblatt
- 1 Sicherheitsdatenblatt
- 15 Ronden GYLON STYLE 3501-E ziegelrot
Durchmesser 140 mm, Dicke 2 mm
Farbe: Ziegelrot

2 **Prüfverfahren**

Das Material wurde bereits im Jahr 1991 geprüft und unter der Tgb.-Nr. 11429/91; 4-4655 für Betriebsbedingungen bis 200 °C und 25 bar Sauerstoffdruck sowie für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff beurteilt. Weiterhin wurde das Material im Jahr 2001 geprüft und unter der Tgb.-Nr. II-4126/2001 für Betriebsbedingungen bis 100 °C und 65 bar Sauerstoffdruck sowie für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff beurteilt. Im vorliegenden Fall wurde das Verhalten bei 260 °C und 83 bar sowie bei 100 °C und 65 bar für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff sowie für den Einsatz in flüssigem Sauerstoff untersucht.

Für die sicherheitstechnische Prüfung und Beurteilung des Dichtungsmaterials GYLON STYLE 3501-E ziegelrot für den Einsatz als Flachdichtung in Flanschverbindungen an/in Sauerstoffleitungen/-anlagenteilen und -armaturen bei Betriebsbedingungen bis 260 °C und 83 bar wurde eine Flanschprüfung bei 260 °C und 83 bar Sauerstoffdruck sowie eine Zündtemperaturbestimmung und eine Alterung mit anschließender erneuter Zündtemperaturbestimmung des gealterten Dichtungsmaterials durchgeführt.

Die sicherheitstechnische Eignung des Dichtungsmaterials 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.	Sauerstoff- anfangsdruck p_a [bar]	Sauerstoff- enddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	32	83	476
2	32	84	484
3	32	84	483
4	32	85	487
5	32	85	481

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 32$ bar wurde eine Zündtemperatur von 482 °C mit einer Standardabweichung von ± 4 °C ermittelt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck p_e beträgt etwa 84 bar.

3.2 Verhalten bei künstlicher Alterung

Das Prüfverfahren ist im Anhang 2 beschrieben.

Ergebnis:

Zeit [h]	Temperatur [°C]	Sauerstoffdruck [bar]	Massenänderung [%]
100	285	83	-0,1

Nach der Alterung des Dichtungsmaterials bei 285 °C und 83 bar Sauerstoffdruck war die Probe augenscheinlich unverändert. Die Probenmasse nahm um 0,1 % 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	32	83	483
2	32	84	483
3	32	85	485
4	32	84	483
5	32	85	488

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffanfangsdruck $p_a = 32$ bar wurde eine Zündtemperatur von 484 °C mit einer Standardabweichung von ± 2 °C für das gealterte Dichtungsmaterial ermittelt. Der zugehörige Sauerstoffenddruck p_e beträgt etwa 84 bar.

Dies zeigt, dass die Zündtemperatur der gealterten Probe im Rahmen der Messgenauigkeit der Zündtemperatur entspricht, die bei der nicht gealterten Probe ermittelt worden war.

3.3 Flanschprüfung

3.3.1 Flanschprüfung bei 260 °C und 83 bar

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Druck [bar]	Temperatur [°C]	Bemerkungen
1	83	260	Dichtung brennt 4 mm bis 8 mm zwischen den Flanschdichtflächen. Die Verbindung bleibt gasdicht. Auf Grund dieses Ergebnisses wurden die Prüfbedingungen gemäß der Prüfergebnisse aus dem Jahr 1991 geändert.
2	25	200	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. Die Verbindung bleibt gasdicht.
3	25	200	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 2
4	25	200	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 2
5	25	200	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 2
6	25	200	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 2

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 25 bar und einer Temperatur von 200 °C verbrennen nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Dichtungsmaterials 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.

3.3.2 Flanschprüfung bei 100 °C und 65 bar

Das Prüfverfahren ist im Anhang 3 beschrieben.

Ergebnis:

Versuch Nr.	Druck [bar]	Temperatur [°C]	Bemerkungen
1	65	100	Dichtung brennt nur innerhalb der lichten Weite. Die Verbindung bleibt gasdicht.
2	65	100	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	65	100	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	65	100	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	65	100	Dichtung reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einem Sauerstoffdruck von 65 bar und einer Temperatur von 100 °C verbrennen nur die ins Rohrinne hineintragenden Teile des Dichtungsmaterials 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.

3.3 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	0,33	250	heftige
3	0,17	125	heftige

Bei Fallhöhen des Hammers von 0,67 m, 0,33 m und 0,17 m (Schlagenergie 500 Nm, 250 Nm und 125 Nm) konnten bei den Versuchen heftige Reaktionen des nichtmetallischen Materials mit dem flüssigen Sauerstoff beobachtet werden.

4 Zusammenfassung und Beurteilung

Das Dichtungsmaterial GYLON STYLE 3501-E ziegelrot hat bei einem Sauerstoffdruck p_e von etwa 84 bar eine Zündtemperatur von 482 °C mit einer Standardabweichung von ± 4 °C.

Bei 285 °C und 83 bar Sauerstoffdruck erwies sich das Dichtungsmaterial GYLON STYLE 3501-E ziegelrot als ausreichend alterungsbeständig. Die Probenmasse hat um 0,1 % abgenommen.

Auf Grund dieser Versuchsergebnisse und der Ergebnisse der Flanschprüfungen bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Dichtungsmaterials GYLON STYLE 3501-E ziegelrot 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	65 bar
200 °C	25 bar

Entsprechend dem BAM-Standard "Prüfung auf Reaktionsfähigkeit mit flüssigem Sauerstoff bei Schlagbeanspruchung", beschrieben im Anhang 4, ist das Dichtungsmaterial GYLON STYLE 3501-E ziegelrot in sicherheitstechnischer Hinsicht für eine Verwendung in Anlagen und Anlagenteilen für flüssigen Sauerstoff nicht geeignet.

5 Hinweise

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf die Charge des untersuchten Probenmaterials.

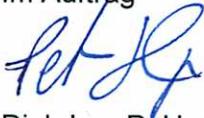
Falls bei einem in den Handel gebrachten Produkt, der Hinweis auf eine BAM-Prüfung erfolgt, muss ersichtlich sein, dass nur die Probe einer Charge auf Eignung für den Einsatz in Sauerstoff durch die BAM geprüft und sicherheitstechnisch beurteilt worden ist. Der Hinweis darf keine Vermutungswirkung erzeugen, 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 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, 13. April 2012**

Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

Im Auftrag



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

Verteiler: 1. Ausfertigung: GARLOCK GmbH
2. Ausfertigung: BAM - Fachbereich 2.1 „Gase, Gasanlagen“

- Arbeitsgebiet „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 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.

- 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.

- Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“ -

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.



- Arbeitsgebiet „Sicherer Umgang mit Sauerstoff“ -

Anhang 4

Prüfung auf Reaktionsfähigkeit bei Einwirkung von Sauerstoff-Druckstößen

Etwa 0,2 g bis 0,5 g des pastenartigen oder zerkleinerten festen oder auf Keramikfaser aufgetragenen flüssigen Versuchsmaterials werden in eine Stahlhülse von 15 cm³ Inhalt gegeben. Die von außen beheizte Stahlhülse ist über ein 750 mm langes Rohr von 14 mm Durchmesser und ein Schnellöffnungsventil mit einem Sauerstoff-Druckbehälter verbunden.

Nach Erwärmen der Hülse auf die Versuchstemperatur und anschließendem Füllen des Rohres und der Hülse mit Sauerstoff bis zum Anfangsdruck p_a wird das Schnellöffnungsventil geöffnet. Auf 60 °C vorgewärmter Sauerstoff mit dem Enddruck p_e strömt schlagartig in das Rohr und in die Hülse ein. Der im Rohr und in der Hülse befindliche Sauerstoff wird dadurch annähernd adiabatisch vom Druck p_a auf den Druck p_e verdichtet und erwärmt. Tritt hierbei eine Reaktion des Versuchsmaterials mit dem Sauerstoff ein, erkennbar am aufgezeichneten steilen Temperaturanstieg in der Hülse, so werden die Versuche bei einem verringerten Druckverhältnis p_e/p_a fortgesetzt. Wenn dagegen nach 30 Sekunden Wartezeit eine Reaktion des Versuchsmaterials mit dem Sauerstoff nicht zu erkennen ist, wird die Hülse wieder druckentlastet und der Versuch noch vier mal unter gleichen Bedingungen und mit gleichem Material wiederholt. Ist auch nach dem fünften Einzelversuch der jeweiligen Versuchsreihe keine Reaktion eingetreten, so werden die Versuche mit jeweils neuen Proben bei höheren Druckverhältnissen p_e/p_a fortgesetzt, bis schließlich jenes Druckverhältnis ermittelt ist, bei dem innerhalb einer Versuchsreihe aus fünf Einzelversuchen gerade noch keine Reaktion eintritt. Führt eine Wiederholung dieser Versuchsreihe mit einer neuen Probe zum gleichen Ergebnis, kann die Prüfung beendet bzw. bei einer anderen Versuchstemperatur fortgesetzt werden.

