



PRÜFBERICHT

Aktenzeichen	22049596-I
Ausfertigung	1. Ausfertigung von 2
Auftraggeber	Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG Am Kanal 8-10 2352 Gumpoldskirchen Österreich
Auftrag vom	5. Dezember 2022 und 6. März 2023
Zeichen	-
Eingang der Auftragserteilung	31. Januar 2023
Prüfgegenstand/ Untersuchungsmaterial	Centellen® WS 3820, Charge 72616
Eingegangen am	1. Dezember 2022
Prüfzeitraum	1. Dezember 2022 bis 29. März 2023
Prüfort	BAM – Fachbereich 2.1 „Sicherheit von Energieträgern“ (Haus 41)
Prüfung in Anlehnung an	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“

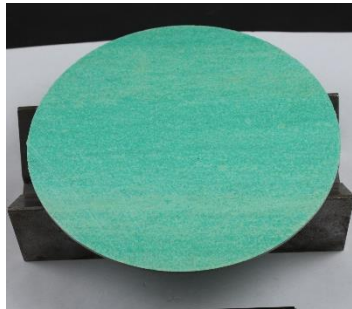
Dieser Prüfbericht besteht aus Seite 1 bis 8 und den Anlagen 1 bis 3

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 folgende Unterlagen und Prüfmuster eingereicht:

- 1 Prüfauftrag
Sicherheitstechnische Untersuchung des Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616, für den Einsatz in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 80 °C und bei Drücken bis 100 bar
- 1 Sicherheitsinformation Centellen® WS 3820 (6 Seiten, Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG, Erstelldatum: 07.11.2022)
- 1 Vollständig ausgefüllter Kundendatenerfassungsbogen (CMDS) (23.11.2022)
- 16 Ronden des Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616
Abmaße: Ø 140 mm, 2 mm dick
Farbe: Türkisgrün



2 Angewandte Prüfverfahren

Das Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616, soll in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 80 °C und bei Drücken bis 100 bar eingesetzt werden. Sauerstoffdruckstöße am Material können im angedachten Anwendungsfall nach Angaben des Auftraggebers sicher ausgeschlossen werden.

Folgende Prüfverfahren wurden angewandt:

2.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Die Bestimmung der Zündtemperatur ist immer dann erforderlich, 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 zusätzliche Zündquelle von selbst entzündet. Sie ist daher maßgebend für die maximale Betriebstemperatur, die im Regelfall bei Flanschdichtungsmaterialien 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 nicht auszuschließenden fehlerhaften Einbau einer Dichtung in eine Flanschverbindung, wobei das Dichtungsmaterial in die lichte Weite des Rohres hineinragt. Bei dieser Prüfung wird das Brandverhalten einer Dichtung 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.

3 Probennahme

Die für die Untersuchung verwendete Materialprobe wurde vom Auftraggeber zur Verfügung gestellt.

3.1 Probenvorbereitung

Für die Prüfungen zur „Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff“ wurde das Material Centellen® WS 3820, Charge 72616, in Teile mit einer Kantenlänge von ca. 1 mm bis 2 mm zerschnitten und in dieser Form verwendet.

Für die Prüfungen der Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff wurde das Material Centellen® WS 3820, Charge 72616, in Teile mit einer Kantenlänge von ca. 20 mm x 40 mm zerschnitten und in dieser Form verwendet.

Da das Dichtungsmaterial elektrisch nichtleitend ist, wurden die Rundscheiben für die Prüfung im Standardflansch gemäß der Mustervorlage in Bild 1 vorbereitet.

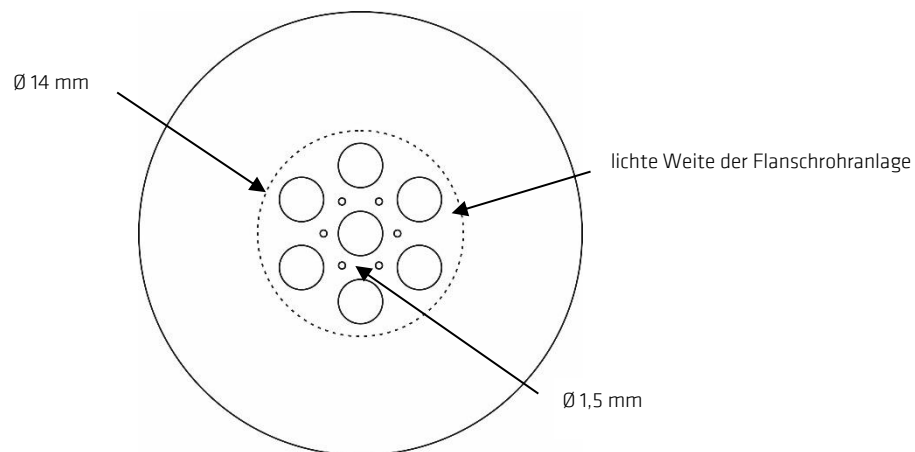


Bild 1: Mustervorlage für elektrisch nichtleitende Flachdichtungsmaterialien

4 Prüfungen

4.1 Bestimmung der Zündtemperatur in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 1 beschrieben.

Auf Grund des vom Antragsteller angegebenen maximalen Betriebsdrucks 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.	Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Zündtemperatur [°C]
1	101	158
2	103	158
3	102	155
4	103	158
5	103	157

Bei fünf Versuchen konnte für die Probe folgende mittlere Zündtemperatur festgestellt werden:

Mittlerer Sauerstoffenddruck p_e [bar]	Mittlere Zündtemperatur [°C]	Standardabweichung [°C]
102	157	± 1

4.2 Prüfung der Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff

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 maximalen Betriebstemperatur, untersucht. In diesem Fall betrug die Prüftemperatur daher 105 °C. Basierend auf den Angaben des Auftraggebers über den maximalen Betriebsdruck wurde die Prüfung bei einem Sauerstoffenddruck von 100 bar durchgeführt.

4.3.1 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 auch berücksichtigt.

Die Zündtemperatur der gealterten Probe wird bestimmt und mit der der nichtgealterten Probe verglichen. Für den Fall, dass sich die beiden Zündtemperaturen unterscheiden, wird aus sicherheitstechnischer Sicht 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	105	100	+ 4,9

Die Probe war nach der Alterung versprödet, leicht verfärbt und hatte einen strengen Geruch. Die Probenmasse erhöhte sich um 4,9 %.

Die Probe hat die „Prüfung der Alterungsbeständigkeit in verdichtetem Sauerstoff“ nicht bestanden.

Nach Rücksprache mit dem Kunden und abweichend von der ursprünglichen Prüfanfrage und Bestellung wurde der BAM am 06.03.2023 per E-Mail mitgeteilt, dass das Material nun nur noch für eine Betriebstemperatur von 60 °C geprüft werden soll. In diesem Fall wird nur die „Prüfung von Flanschdichtungen in Hochdruck-Sauerstoff“ bei 60 °C durchgeführt.

Die Durchführung der „Bestimmung der Zündtemperatur des gealterten Materials in verdichtetem Sauerstoff“ wurde daher nicht mehr durchgeführt.

4.3 Prüfung von Flanschdichtungen in verdichtetem Sauerstoff

Das Prüfverfahren wird im Anhang 3 beschrieben.

Auf Grund des vom Auftraggeber genannten maximalen Betriebsdrucks und der verringerten Betriebstemperatur wurde die Prüfung von Flanschdichtungen in verdichtetem Sauerstoff bei einem Druck von 100 bar und bei einer Temperatur von 60 °C durchgeführt.

4.3.1 Beurteilungskriterium

Verbrennen nach der künstlich eingeleiteten Zündung des Prüfmusters bei fünf Einzelversuchen nur die ins Rohrinne hineintragenden Teile des Dichtungsmaterials, ohne dass sich der Brand mehr als 2,0 mm zwischen den Flanschflächen fortsetzt, und bleibt die Verbindung gasdicht, hat das Prüfmuster die Prüfung bestanden. Dieses positive Ergebnis muss durch vier weitere Prüfungen bestätigt werden.

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	60	100	Das Prüfmuster reagierte innerhalb der lichten Weite vollständig. Es traten keine Undichtigkeiten auf.
2	60	100	Das Prüfmuster reagiert wie bei Versuch Nr. 1
3	60	100	Das Prüfmuster reagiert wie bei Versuch Nr. 1
4	60	100	Das Prüfmuster reagiert wie bei Versuch Nr. 1
5	60	100	Das Prüfmuster reagiert wie bei Versuch Nr. 1

Bei fünf Versuchen mit einer Temperatur von 60 °C und einem Sauerstoffenddruck von 100 bar verbrannten nur die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Prüfmusters innerhalb der lichten Weite des Flansches.

In allen Versuchen wurde der Brand weder auf den Stahl übertragen noch brannte das Prüfmuster zwischen den Flanschen. Die Flanschverbindung blieb jeweils gasdicht. Die geprüften Prüfmuster wiesen auch nach den Versuchen im Bereich der Dichtflächen eine Dicke von ca. 2,0 mm auf.

5 Zusammenfassung der Prüfergebnisse

Das Prüfmuster hat bei einem mittleren Sauerstoffenddruck p_e von 102 bar eine mittlere Zündtemperatur von 157 °C mit einer Standardabweichung von ± 1 °C.

Bei einer Temperatur von 105 °C und einem Sauerstoffdruck von 100 bar erwies sich das Material als nicht alterungsbeständig.

Die Untersuchung des Brandverhaltes von Rundscheiben des Materials in einem Standardflansch ergab, dass bei einer Temperatur von 60 °C und einem Sauerstoffdruck von 100 bar die ins Rohrinne hineinragenden Teile des Prüfmusters nur innerhalb der lichten Weite des Flansches brannten. Das Prüfmuster brannte darüber hinaus nicht mehr als 2 mm zwischen den Flanschdichtflächen. Die Flanschverbindung blieb gasdicht.

6 Messunsicherheit

Die Prüfungen werden in Anlehnung an die auf dem Deckblatt dieses Berichts genannten Normen, Richtlinien bzw. Standards durchgeführt. Danach soll die Temperaturmessung eine maximale Abweichung von ± 2 K und die Druckmessung eine maximale Abweichung von ± 2 bar haben.

Für die Prüfung in Kapitel 4.1 hat die verwendete Temperatur-Messkette (gemäß Kalibrierprotokoll vom 23.01.2023) eine erweiterte Messunsicherheit von 0,7 K, und die verwendete Druck-Messkette hat (gemäß Kalibrierprotokoll vom 25.01.2023) eine Messunsicherheit von 0,3 bar.

Für die Prüfung in Kapitel 4.2 hat die verwendete Temperatur-Messkette (gemäß Kalibrierprotokoll vom Februar 2023) eine erweiterte Messunsicherheit von 1,0 K, und die verwendete Druck-Messkette hat (gemäß Kalibrierprotokoll vom Februar 2023) eine Messunsicherheit von 0,3 bar.

Für die Prüfung in Kapitel 4.3 hat die verwendete Temperatur-Messkette (gemäß Kalibrierprotokoll vom 27.02.2023) eine erweiterte Messunsicherheit von 1,0 K, und die verwendete Druck-Messkette hat (gemäß Kalibrierprotokoll vom 08.09.2022) eine Messunsicherheit von 0,7 bar.

7 Aussagen zur Konformität

Die Prüfungen werden in Anlehnung an die auf dem Deckblatt dieses Berichts genannten Normen, Richtlinien bzw. Standards durchgeführt. Abweichende oder ergänzende Prüfkriterien werden im jeweiligen Unterkapitel „Beurteilungskriterium“ im Kapitel 4 „Prüfungen“ beschrieben.

8 Meinung und Interpretation

Das Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616, soll in gasförmigem Sauerstoff bei Temperaturen bis 60 °C und bei Drücken bis 100 bar eingesetzt werden. Sauerstoffdruckstöße am Material können im angedachten Anwendungsfall nach Angaben des Auftraggebers sicher ausgeschlossen werden.

Unter Berücksichtigung aller Prüfergebnisse sowie unter Berücksichtigung der Anforderungen an Dichtungswerkstoffe, beschrieben im Merkblatt M034, sowie des Anhangs 2 des Merkblattes M034-1, der Technischen Regeln für Gefahrstoffe TRGS 407 sowie den im Merkblatt M034-1 und in diesem Bericht zu Grunde gelegten Beurteilungskriterien bestehen in sicherheitstechnischer Hinsicht keine Bedenken gegen eine Verwendung des Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616, in gasförmigem Sauerstoff bei folgenden Betriebsbedingungen:

maximale Temperatur [°C]	maximaler Sauerstoffdruck [bar]
60	100

9 Hinweise

Die Untersuchungen berücksichtigen, dass beim praktischen Einsatz des Materials schnelle Sauerstoff-Druckänderungen - sogenannte Sauerstoffdruckstöße - am Material mit Sicherheit ausgeschlossen werden können. Außerdem berücksichtigen die Untersuchungen, dass das Material bei Temperaturen bis 60 °C in Sauerstoff eingesetzt werden soll.

Der Inhalt des Prüfberichtes bezieht sich ausschließlich auf die geprüfte Probe des Flanschdichtungsmaterials Centellen® WS 3820, Charge 72616.

Die vorliegende Erfahrung zeigt, dass die sicherheitstechnischen Kenngrößen eines Produkts auch von der Produktionscharge eines Herstellers abhängen können. Daher werden heute chargenbezogene Prüfungen von Produkten, die für den Einsatz in Sauerstoff bestimmt sind, empfohlen. In diesem Zusammenhang wird auf die Veröffentlichung aus dem September 2009 verwiesen: „The Importance of Quality Assurance and Batch Testing on Nonmetallic Materials Used for Oxygen Service“, Journal of ASTM International, Vol. 6, No. 8; Paper ID JA1102309. Diese Veröffentlichung kann unter www.astm.org kostenpflichtig erworben werden.

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 nur in gasförmigem 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**

8. Mai. 2023

Fachbereich 2.1 „Sicherheit von Energieträgern“

Im Auftrag

Dr. Thomas Kasch
Prüfleiter

Dr. Kai Holtappels
Fachbereichsleiter

Dieses Dokument wurde elektronisch erstellt und ist ohne Unterschrift gültig.

Verteiler: 1. Ausfertigung: Rich. Klinger Dichtungstechnik GmbH & Co. KG
 2. Ausfertigung: BAM - Fachbereich 2.1

Anlage 1

Bestimmung der Zündtemperatur nichtmetallischer Materialien in verdichtetem Sauerstoff (V 2023-01)

0,2 g bis 0,5 g des pastenartigen, zerkleinerten festen oder auf Keramikfaser aufgetragenen flüssigen Materials werden in 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 Temperatur- und Druckverlauf werden über ein PC-System erfasst und aufgezeichnet. Mit steigender Temperatur erhöht sich kontinuierlich der Sauerstoffdruck im Autoklav. Die Entzündung des Materials ist an einem plötzlichen Temperaturanstieg und einem mehr oder weniger steilen Druckanstieg erkennbar.

Auf diese Art wird die Zündtemperatur bei einem bestimmten Sauerstoffenddruck p_e ermittelt. Grundsätzlich ist die Zündtemperatur eines Materials druckabhängig. Die Zündtemperatur sinkt mit steigendem Sauerstoffenddruck.

Bei dieser Prüfung beträgt der maximale Prüfdruck 250 bar, die maximale Prüftemperatur beträgt 500 °C.

Anlage 2

Prüfung auf Alterungsbeständigkeit nichtmetallischer Materialien in verdichtetem Sauerstoff (V 2023-01)

Eine Probe des festen Materials wird in einem Autoklaven 100 Stunden der Einwirkung von verdichtetem Sauerstoff und erhöhter Temperatur ausgesetzt. Vor der Prüfung wird die Probenmasse bestimmt.

Diese Prüfung soll den Einsatz des Materials in der Praxis simulieren und aufzeigen, ob sich die Materialeigenschaften wie zum Beispiel Farbe, Konsistenz, Oberflächenbeschaffenheit oder die Zündtemperatur des Materials durch den Alterungsprozess ändern.

Bei dieser Prüfeinrichtung beträgt der maximale Prüfdruck 250 bar, die maximale Prüftemperatur beträgt 325 °C.

Anlage 3

Prüfung nichtmetallischer Flanschdichtungen für Sauerstoff-Stahlrohrleitungen (V 2023-01)

Die Prüfapparatur besteht aus zwei je etwa 2 m langen Stahlrohren DN 65 PN 160, an die entsprechende Normflansche angeschweißt sind. Das zu untersuchende Flanschdichtungsmaterial wird in Rondenform zur Verfügung gestellt. Damit werden die Normflansche gasdicht geflanscht.

Die Prüfapparatur wird auf die vom Antragsteller vorgegebene maximale Betriebstemperatur erwärmt und bis zum vorgegebenen maximalen Betriebsdruck mit Sauerstoff gefüllt. Anschließend wird der ins Rohrinne hineintragende Teil des Flanschdichtungsmaterials gezündet.

Die Prüfung gilt nur als bestanden, wenn das Flanschdichtungsmaterial nur innerhalb der lichten Weite reagiert, sich der Brand nicht mehr als 2 mm zwischen den Dichtflächen fortsetzt und die Flanschdichtung gasdicht bleibt. Die Prüfung wird beendet, wenn keine Reaktion des Materials in fünf Einzelversuchen festgestellt wurde.

Wird dagegen eine Reaktion festgestellt, so kann die Prüfung des Flanschdichtungsmaterials nach Rücksprache mit dem Antragsteller für den Einsatz bei niedrigeren Betriebsbedingungen fortgesetzt werden.

Bei dieser Prüfung beträgt der maximale Prüfdruck 160 bar, die maximale Prüftemperatur beträgt 300 °C.