



**Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung**

Hinweise zu den Prüfungen B4: Mai 2012

Bestimmung der Durchlässigkeit von geosynthetischen Dichtungsbahnen aus Polyethylen hoher Dichte (PEHD) gegen flüchtige Flüssigkeiten (gravimetrisches Verfahren)

herausgegeben vom
Fachbereich 4.3 „Schadstofftransfer und Umwelttechnologien“

Die *Hinweise zu den Prüfungen* und die Richtlinie für die Zulassung von Kunststoffdichtungsbahnen für Deponieabdichtungen sowie Listen zugelassener Kunststoffdichtungsbahnen, weiterer auf der Grundlage der Deponieverordnung zugelassener Produkte und Zulassungsrichtlinien für Geokunststoffe und Dichtungskontrollsysteme können als pdf-Dateien von der Internetseite der BAM unter:

www.bam.de/de/service/amtliche_mitteilungen/abfallrecht/index.htm heruntergeladen werden.

Vorwort

Dieser Hinweis zu den Prüfungen, auf den in der Tabelle 1 Nr. 1.10 der *Richtlinie für die Zulassung von Kunststoffdichtungsbahnen für Deponieabdichtungen* verwiesen wird, wurde zusammen mit der Arbeitsgruppe *Kunststoffdichtungsbahnen* des Fachbeirats erarbeitet. Nach der Deponieverordnung (Anhang 1 Absatz 2.4) berät der Fachbeirat die BAM bei der Erarbeitung von Zulassungsrichtlinien für Geokunststoffe, Polymere und Dichtungskontrollsysteme, die in Deponieabdichtungen eingesetzt werden.

Inhalt

Vorwort	3
1. Anwendungsbereich	5
2. Normative Verweisungen	5
3. Begriffe.....	5
3.1. Durchlässigkeitsrate (Permeationsrate)	6
3.2. Anlaufzeit (Induktionszeit)	6
4. Geräte	7
4.1. Prüfgefäß	7
4.2. Waage	7
4.3. Wärmeschrank.....	7
5. Messprobe	8
6. Durchführung der Prüfung	8
7. Auswertung	8
8. Prüfbericht.....	9
Literaturhinweis.....	11

1. Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Durchlässigkeit von geosynthetischen Dichtungsbahnen aus Polyethylen hoher Dichte (PEHD) für flüchtige Flüssigkeiten durch Diffusion in die freie Atmosphäre fest. Gemessen werden die Durchlässigkeitsrate (Permeationsrate) und die Anlaufzeit (Induktionszeit). Das Verfahren ist auf Durchlässigkeitsraten von mehr als 0,2 g/(m² × d) beschränkt. Es kann auch bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt werden. Das Prüfverfahren kann auch zur Bestimmung der Durchlässigkeit von Dampf angewandt werden. In diesem Fall steht die Dichtungsbahn nicht in direktem Kontakt mit der Prüfflüssigkeit. Das Verfahren lehnt sich eng an die Norm DIN EN ISO 6179: 2010-08, *Elastomerfolien und elastomerbeschichtete Gewebe – Bestimmung der Durchlässigkeitsrate von flüchtigen Flüssigkeiten (gravimetrisches Verfahren)* und die zurückgezogene Norm DIN 53532: 1986-06, *Bestimmung des Verhaltens gegen Flüssigkeiten, Dämpfe und Gase (Prüfung von Kautschuk und Elastomeren)* an.

PEHD-Dichtungsbahnen sind geosynthetische Dichtungsbahnen aus Polyethylen oder Polyethylen- α -Olefin-Kopolymeren mit einer Dichte des Grundwerkstoffs vor \geq 0,932 g/cm³. Ruß, Antioxidantien und Verarbeitungshilfen werden dem Grundwerkstoff in gewissen Umfang schon bei dessen Herstellung oder bei der Herstellung der Dichtungsbahn hinzu gemischt. Die Oberfläche der Dichtungsbahn kann glatt oder strukturiert sein. Die Dichtungsbahnen werden in der Geotechnik verwendet.

2. Normative Verweisungen

Die im Folgenden aufgeführten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die Ausgabe, auf die Bezug genommen wird. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des Dokuments einschließlich aller Änderungen.

DIN EN ISO 291, *Kunststoffe - Normalklimate für Konditionierung und Prüfung*

DIN EN ISO 9862, *Geokunststoffe – Probenahme und Vorbereitung der Messproben*

DIN EN ISO 9863-1, *Verfahren C, Geokunststoffe - Bestimmung der Dicke unter festgelegten Drücken – Teil 1: Einzellagen*

ISO 188, *Elastomere oder thermoplastische Elastomere – Prüfung zur Bestimmung der beschleunigten Alterung und Hitzebeständigkeit*

3. Begriffe

3.1. Durchlässigkeitsrate (Permeationsrate)

Die Masse in Gramm einer flüchtigen Flüssigkeit je Flächeneinheit einer Dichtungsbahn und je Tag, die unter den nach in diesem Dokument festgelegten Bedingungen durch die Dichtungsbahn hindurchtritt.

3.2. Anlaufzeit (Induktionszeit)

Die Zeit bis zum ersten merklichen Durchgang von Flüssigkeit unter den in diesem Dokument festgelegten Bedingungen.

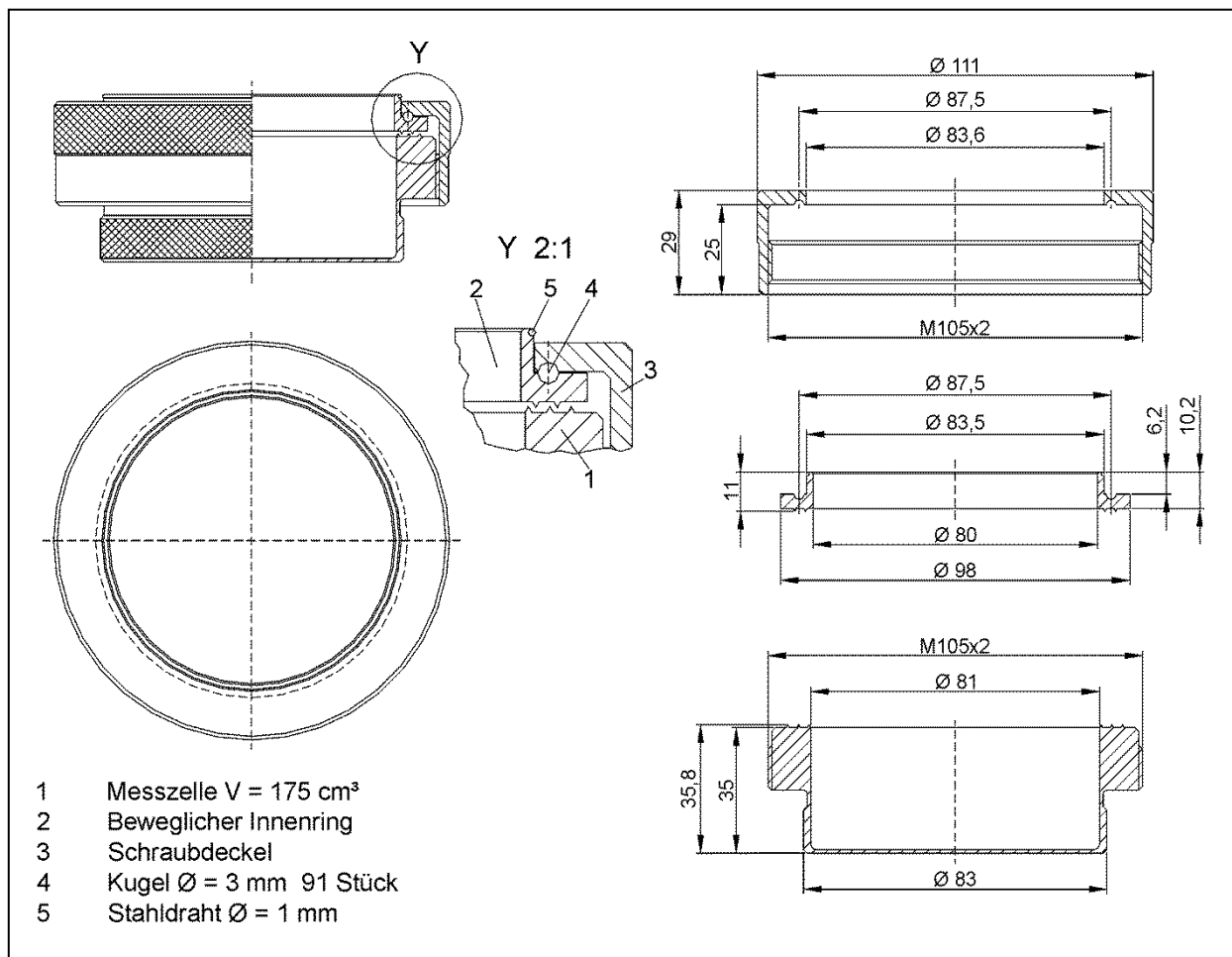


Abbildung 1: Technische Zeichnung einer Messzelle

4. Geräte

4.1. Prüfgefäß

Zur Prüfung wird ein zylindrisches, aus Aluminium gefertigtes Prüfgefäß verwendet, das an einer Seite offen ist und dort mit der Messprobe gasdicht verschlossen wird. Die Öffnung des Prüfgefäßes muss so groß sein, dass eine Messprobe mit einer freien Fläche von ca. 50 cm² eingespannt werden kann. Das Fassungsvermögen für die Prüfflüssigkeit sollte etwa 150 cm³ sein. Das Gesamtgewicht (Prüfgefäß, Prüfflüssigkeit und Messprobe) muss im Hinblick auf die Belastungsgrenze der Waage begrenzt werden.

Das Prüfgefäß besteht aus einem Topf mit aufschraubbarer Kappe. Der Flansch des Topfes wird mit drei und der in der Kappe mit zwei Dichtrippen versehen, die zueinander versetzt angeordnet sind. Der Dichtflansch ist in der Kappe auf Kugeln gelagert. Die Dichtrippen dürfen nicht zu scharfkantig sein, um Beschädigungen der Messprobe zu vermeiden. Abbildung 1 stellt die technische Zeichnung eines Prüfgefäßes dar.

Verwendet wird weiterhin ein Gestell, auf dem die Prüfgefäße gelagert werden, in der Regel so, dass die mit der Dichtungsbahn verschlossene Öffnung nach unten zeigt. Eine freie Zirkulation der Luft um das Gestell und die Prüfgefäße herum muss gewährleistet sein.

Insbesondere bei der Prüfung von dünnen Dichtungsbahnen bei höheren Temperaturen muss zum Abfangen des inneren Drucks ein kreisförmiges Drahtnetz aus rostfreiem Stahl mit einer Maschenweite von mindestens 2 mm an der Außenseite der freien Fläche montiert werden.

4.2. Waage

Der Wägebereich muss im Hinblick auf das Gesamtgewicht von Prüfgefäß, Messprobe und Prüfflüssigkeit ausreichend sein. Die Fehlergrenze (garantierter Höchstwert für positive oder negative Abweichungen der Anzeige vom richtigen Wert) muss bei mindestens 0,01 g liegen.

4.3. Wärmeschrank

Für die Prüfung bei höheren Temperaturen kann ein zwangsbelüfteter, thermostatisch geregelter Wärmeschrank nach den Anforderungen der ISO 188 verwendet werden. Je nach Art der Flüssigkeit können sich dabei besondere Anforderungen im Hinblick auf den Explosions- und den Arbeitsschutz ergeben, die strikt beachtet werden müssen.

5. Messprobe

Die Proben werden nach DIN EN ISO 9862 entnommen. Aus den Proben wird eine kreisförmige Messprobe gestanzt oder geschnitten. Die Oberfläche muss eben, glatt, sauber und frei von Fehlern sein. Der Durchmesser muss entsprechend der Größe des Prüfgefäßes so gewählt werden, dass die Probe passgenau eingebaut und fixiert werden kann. Die Dicke der Messproben wird nach DIN EN ISO 9863-1 Verfahren C ermittelt. Für jede Prüfung sind mindestens 3 Messproben erforderlich. An den Messproben ermittelte Dickenwerte sollten nicht mehr als 10 % vom Medianwert abweichen.

6. Durchführung der Prüfung

Die Messproben werden im Normalklima 23/50 nach DIN EN ISO 291 bei 23 ± 2 °C und bei 50 ± 10 % relativer Luftfeuchte für 24 Stunden gelagert. Soweit nicht bei höheren Temperaturen im Wärmeschrank geprüft werden soll, erfolgt die Prüfung unter den gleichen klimatischen Bedingungen.

Das Prüfgefäß wird mit mindestens 100 cm³ der Prüfflüssigkeit gefüllt. Danach wird die Messprobe eingebaut und das Prüfgefäß verschlossen. Das Prüfgefäß wird gewogen und dann mit der Verschlussseite nach unten in das Prüfgestell eingesetzt. Mit diesem Zeitpunkt beginnt die Messung mit einer Ausgangsmasse m_0 . Nach etwa 8 Stunden erfolgt die zweite Wägung. Zu dieser und jeder weiteren Wägung gehört eine Wägezeit t_i (in Tagen), die vom Beginn der Messung an gezählt wird. Ein frühzeitiger, steiler Anstieg der Masseänderung deutet auf eine Undichtigkeit hin. Der Flanschring muss dann unter Umständen während der Anlaufphase nachjustiert werden, um die Flächenpressung zu erhöhen. Gegebenenfalls muss der dichte Abschluss des Gefäßes mit einem zusätzlich aufgetragenen Klebemittel sichergestellt werden. In jeweils etwa verdoppelten Zeitabständen erfolgen die weiteren Wägungen zur Bestimmung der Masse des Prüfgefäßes m_i .

Nach einer gewissen Anlaufzeit wird ein sich allmählich steigender, signifikanter Masseverlust auftreten. Die Messdauer insgesamt beträgt mindestens das 10-fache dieser Anlaufzeit. Mit Beginn des Flüssigkeitsaustritts wird ein in etwa gleicher Zeitabstand zwischen den Wägungen gewählt, der in etwa der Anlaufzeit entspricht. An drei Messproben wird jeweils eine solche Messung durchgeführt.

7. Auswertung

Für die verschiedenen Wägezeiten t_i (in Tagen) wird die Masseänderung $\Delta m_i = m_0 - m_i$ (in g) und

die zugehörige Masseänderung bezogen auf den Flächeninhalt A der freien Probenfläche $\Delta m_i / A$ (in g / m^2) berechnet. Die Wertepaare $\Delta m_i / A$ und t_i werden in ein Diagramm eingetragen (s. Abb. 2) und einer linearen Regressionsanalyse unterworfen. Aus der Analyse ergibt sich die Durchlässigkeitsrate als Steigung der Ausgleichsgerade. Für die Durchlässigkeitsrate wird das 95 %-Vertrauensintervall berechnet. Die Anlaufzeit wird als Zeitkoordinate des Schnittpunkts der Ausgleichsgeraden mit der Zeitachse bestimmt. Die Auswertung wird jeweils für die drei Messungen durchgeführt.

Weichen die Einzelwerte der Durchlässigkeitsrate und der Induktionszeit stark voneinander ab, z. B. um mehr als 20 % vom Medianwert, so ist dies ein Hinweis auf prüftechnische Probleme, z. B. bei der Abdichtung des Prüfgefäßes und beim Wägen. Nach Feststellung und Behebung der Probleme muss die Prüfung wiederholt werden.

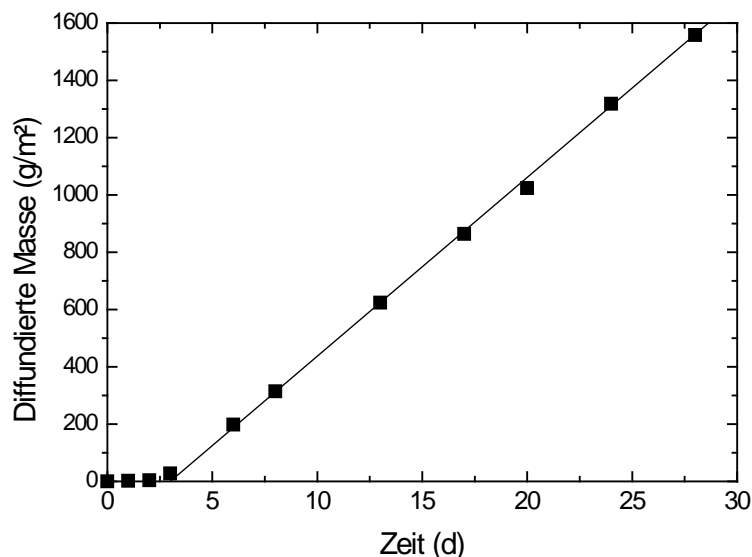


Abbildung 2: Masse von Trichlorethylen bezogen auf die Einheit der Dichtungsbahnläche, die aus dem mit flüssigem Trichlorethylen gefüllten Prüfgefäß bei der gravimetrischen Prüfung im Laufe der Zeit diffundierte. Eingebaut war eine 2,5 mm dicke PEHD-Dichtungsbahn. Die Ausgleichsgerade an die Datenpunkte im stationären Zustand liefert die Durchlässigkeitsrate (hier: $30 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})$) und die Induktionszeit (hier: 3 Tage).

8. Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Angaben enthalten:

- Prüfstelle, Ort und Datum der Prüfung
- Verweisung auf dieses Dokument sowie Beschreibung jeder eventuell gewählten Abweichung

- c) Vollständige Angaben zur Identifikation des geprüften Produkts (z. B. Hersteller, Kennzeichnungen (z. B. Zulassungsnummer), Werkstoff, Dichte, Schmelze-Massefließrate, Rußgehalt, Dicke, Breite, Oberflächenbeschaffenheit)
- d) Angaben zur eindeutigen Identifikation der Prüfflüssigkeit
- e) Einzelheiten zum Prüfgefäß, zur Waage und zum Wärmeschrank nach Abschnitt 4
- f) Angaben zur Probeentnahme und zu den Messproben nach Abschnitt 5, insbesondere Angabe der Messwerte aus der Dickenmessung an den Proben
- g) Einzelheiten zur Durchführung der Prüfung nach Abschnitt 6
- h) Prüfergebnis nach Abschnitt 7 (Einzelwerte der Durchlässigkeitsrate, zugehöriges 95 %-Vertrauensintervall und Anlaufzeit), graphische Darstellung der Datensätze

Literaturhinweis

Müller, W. W.: Handbuch der PE-HD-Dichtungsbahnen in der Geotechnik. Basel: Birkhäuser Verlag 2001.

Crank, J. C.: The Mathematics of Diffusion. Oxford: Clarendon Press 1975.