



**BAM**

Bundesanstalt für  
Materialforschung  
und -prüfung

Stefan Seeger  
Werner Müller

**Langzeitscherfestigkeit  
strukturierter  
Dichtungsbahnen**

256

**Forschungsbericht**



Die Aufgaben  
der Bundesanstalt  
stehen unter der Leitlinie:

## **Sicherheit und Zuverlässigkeit in Chemie- und Materialtechnik**

### **Die Aufgaben**

Die BAM hat gemäß ihrem Gründungserlaß die Zweckbestimmung, die Entwicklung der deutschen Wirtschaft zu fördern. Sie ist im Aufgabenverbund „Material – Chemie – Umwelt – Sicherheit“ zuständig für:

- Hoheitliche Funktionen zur öffentlichen technischen Sicherheit, insbesondere im Gefahrstoff- und Gefahrgutrechtsbereich;
- Mitarbeit bei der Entwicklung entsprechender gesetzlicher Regelungen, z. B. bei der Festlegung von Sicherheitsstandards und Grenzwerten;
- Beratung der Bundesregierung, der Wirtschaft sowie der nationalen und internationalen Organisationen im Bereich der Materialtechnik und Chemie;
- Entwicklung und Bereitstellung von Referenzmaterialien und -verfahren, insbesondere der analytischen Chemie und der Prüftechnik;
- Unterstützung der Normung und anderer technischer Regeln für die Beurteilung von Stoffen, Materialien, Konstruktionen und Verfahren im Hinblick auf die Schadensfrüherkennung bzw. -vermeidung, den Umweltschutz und den Erhalt volkswirtschaftlicher Werte.

### **Die Tätigkeitsbereiche**

Das Tätigkeitsspektrum der BAM umfaßt die sich ergänzenden und aufeinander bezogenen Tätigkeiten:

- Forschung und Entwicklung
- Prüfung, Analyse und Zulassung
- Beratung und Information.

### **Die nationale und internationale Zusammenarbeit**

Die Aufgaben der BAM für Technik, Wissenschaft, Wirtschaft und Gesellschaft erfordern eine interdisziplinäre Zusammenarbeit. Insofern arbeitet die Bundesanstalt mit Technologieinstitutionen des In- und Auslandes, insbesondere den nationalen Schwesterinstituten, eng zusammen. Sie berät Bundesministerien, Wirtschaftsverbände, Industrieunternehmen sowie Verbraucherorganisationen und unterstützt mit Fachgutachten Verwaltungsbehörden sowie Gerichte. Daneben ist sie in die internationale technische Zusammenarbeit eingebunden und im Bereich „Meßwesen – Normung – Prüftechnik – Qualitätssicherung“ (MNPQ) als nationale Institution für die Prüftechnik zuständig. Die Mitarbeiter der Bundesanstalt wirken in zahlreichen Fachgremien, gesetzlichen Körperschaften und normensetzenden Institutionen an der Aufstellung von technischen Regeln und Sicherheitsbestimmungen mit und vertreten die Bundesrepublik in nationalen und supranationalen Einrichtungen.

### **Der Status**

Die BAM ist als technisch-wissenschaftliche Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie Nachfolgeinstitution des 1871 gegründeten Staatlichen Materialprüfungsamtes sowie der 1920 gebildeten Chemisch-Technischen Reichsanstalt (CTR). Sie hat dementsprechend die Funktion einer materialtechnischen und chemisch-technischen Bundesanstalt. In ihr sind etwa 1700 Mitarbeiter, darunter mehr als 800 Wissenschaftler und Ingenieure, auf dem Stammgelände in Berlin-Lichterfelde sowie auf den Zweiggeländen in Berlin-Steglitz und Berlin-Adlershof tätig.

Dr. rer. nat. Stefan Seeger  
Dr. rer. nat. Werner Müller

# **Langzeitscherfestigkeit strukturierter Dichtungsbahnen**

**Forschungsbericht 256**  
Berlin, November 2001

## **Impressum**

### **Forschungsbericht 256**

November 2001

Herausgegeben von

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

Telefon (030) 81 04-0

Telefax (030) 8 11 20 29

Copyright © 2001 by Bundesanstalt für Materialforschung  
und -prüfung

Herstellung und Verlag:

Wirtschaftsverlag NW

Verlag für neue Wissenschaft GmbH

Bürgermeister-Smidt-Str. 74-76, 27511 Bremerhaven

Postfach 10 11 10, 27611 Bremerhaven

Telefon (0471) 9 46 44-0

Telefax (0471) 9 45 44 77/88

Layout: Referat G.1

ISSN 0938-5533

ISBN 3-89701-736-9

## Zusammenfassung

In einem von der Firma GSE Lining Technology GmbH geförderten F+E-Vorhaben wurde die Langzeitscherfestigkeit und die Oxidationsstabilität von deren strukturierten PE-HD-Dichtungsbahnen untersucht. Bei diesen strukturierten Dichtungsbahnen wird das Strukturmaterial in einem eigenen Arbeitsgang aufgebracht. Das PE-HD-Material der Grundbahn war in allen Fällen Vestolen A 3512 R. Für das Strukturmaterial wurden die PE-LLD-Werkstoffe Ladene 118 N mit zwei Rußbatches (Proben 229/1 und 229/2) und Dowlex 2045 E mit zwei Rußbatches (Proben 229/3 und 229/4) verwendet.

Die Langzeitscherfestigkeit wurde in Zeitstand-Scherversuchen in Wasser bei 80 °C getestet und dabei auch die Veränderung der OIT-Werte von Grundbahn und Strukturmaterial gemessen. Die Oxidationsstabilität des Strukturmaterials im Vergleich zur Grundbahn wurde in Autoklavenversuchen an Proben im Wasserbad unter einem Sauerstoffdruck von 20 bar und 80°C geprüft. Nach der Immersion wurde die Veränderung der Reibungsparameter in Scherkastenversuchen ermittelt. Während die Proben 229/3 und 229/4 auch nach zwei Jahren im Zeitstand-Scherversuch stehen, kommt es bei den Proben 229/1 und 229/2 zu einem raschen Versagen mit einer mittleren Standzeit von wenigen Tagen. Die auf sehr geringem Niveau liegenden OIT-Werte aller Strukturmaterialien steigen jedoch überraschend zunächst an und bleiben dann über lange Zeit näherungsweise konstant. Der sehr hohe OIT-Wert der Grundbahn nimmt dagegen zunächst rasch und dann langsam ab. In der Autoklaven-Lagerung wird nach 30 Tagen eine Abnahme der Festigkeit der Grundbahn um 20 Prozent und nach 41 Tagen um 60 Prozent beobachtet. Die Reibungsparameter sind nach 30 Tagen jedoch noch unverändert und erst nach 40 Tagen deutlich verringert. Beim Versagen im Zeitstandversuch, bei der Immersion und beim Reibungsversuch wird immer ein Verlust von Strukturmaterial beobachtet. Eine Abnahme der Masse des Strukturmaterials um ca. 35 Prozent führt im Langzeitversuch zum Versagen.

In einer vorläufigen Interpretation kann man annehmen, dass die Grundbahn das Strukturmaterial zu stabilisieren scheint, so dass oxidativer Abbau der Strukturpartikel keine Rolle spielt. Das rasche Versagen der Bahn mit Ladene-Strukturmaterial im Zeitstand-Scherversuch müsste dann auf ein duktilen Versagen am „Schweißpunkt“ der Strukturpartikel oder auf Spannungsrissbildung zurückgeführt werden. Die Bahnen mit dem Dowlex-Strukturmaterial zeigen dagegen eine ausgezeichnete Langzeitscherfestigkeit.

## Abstract

In a R&D-project, supported by GSE Lining Technology GmbH, the long term shear strength and oxidation stability of textured HDPE-geomembranes manufactured by GSE were tested. The texture material is thermally fixed on the smooth base geomembrane in a special manufacturing process. In all cases the HDPE-material of the base sheet was Vestolen A 3512 R. For the texture material the LLDPE-resins Ladene 118 N mixed in process with two different carbon black batches (sample 229/1 and 229/2) and Dowlex 2045 E mixed in process with the two carbon blacks (sample 229/3 and 229/4) were used.

The long term shear strength was tested in a long term shear test equipment developed at the BAM. The specimen were immersed in a water bath at 80 °C temperature. Also, the change of the OIT-value was monitored during the tests. The oxidation stability of the texture materials was compared with the stability of the base sheet by an accelerating autoclave-immersion test, developed at the BAM. The samples were kept in a water bath at 20 bar oxygen pressure and a temperature of 80 °C. After immersion the change of the friction angles with immersion time was determined in shear box testing.

While two samples (229/3 and 229/4) did not show any failure in the long term test even after almost two years of shear strength testing, two other sample types (229/1 and 229/2) failed within a mean failure time of only a few days. Surprisingly, the very low level OIT-values of all the texture materials increased first and then remained fairly constant. However, the very high OIT-value of the base sheet decreased first rapidly and then more slowly. After 30 d of autoclave-immersion the reduction of the tensile strength of the base sheet was typically 20% and 60% after 41d. No reduction of the friction parameters of the immersed samples was seen before 30 d. Failure in shear strength testing, immersion and shear box testing is always accompanied by a material loss in the texture. A loss of approximately up to 35% was accompanied with failures in the long term test.

In a tentative interpretation we suggest, that the base sheet might stabilise the texture. Therefore oxidation of the texture seems not to be relevant. The short failure time of geomembranes with Ladene texture is assumed to be due to ductile fracture and due to stress cracking. Concluding, in contrast to Ladene, the geomembranes with Dowlex texture have an outstanding long term behaviour in our shear tests.

# Inhaltsverzeichnis

	<b>Zusammenfassung</b>	<b>3</b>
	<b>Abstract</b>	<b>4</b>
	<b>Vorwort</b>	<b>7</b>
<b>1</b>	<b>Einleitung und Fragestellungen</b>	<b>9</b>
1.1	Proben, Charakterisierung des Strukturmaterials	10
<b>2</b>	<b>Zeitstand-Scherversuche, Warmlagerung und Scherkastenversuche</b>	<b>14</b>
2.1	Zeitstand-Scherversuch (Scherzeitstand): Prüfeinrichtung und Methodik	14
2.1.1	Ergebnisse: Standzeiten und Strukturverluste im Zeitstand-Scherversuch	17
2.2	Veränderung der Oxidationsstabilität im Zeitstand-Scherversuch und bei Warmlagerung	18
2.2.1	Messung der Oxidations-Induktions-Zeit (OIT)	18
2.2.2	Ergebnisse der OIT-Messungen, Diskussion	19
2.3	Bestimmung der Reibungsparameter an den im Autoklaven gealterten Proben	21
2.3.1	Diskussion der Ergebnisse aus Scherkastenversuchen	21
<b>3</b>	<b>Oxidative Alterung im Autoklaven</b>	<b>23</b>
3.1	Aufgabenstellung	23
3.2	Versuchsmaterialien	23
3.3	Durchführung der Untersuchungen	23
3.3.1	Untersuchung der Zugfestigkeitseigenschaften	24
3.3.2	Massenverlust der Proben	24
3.4	Ergebnisse der Untersuchungen	24
3.4.1	Vorversuche	24
3.4.2	Untersuchung des Alterungseffekts als Funktion der Lagerdauer	25
3.4.3	Oxidative Vorbehandlung von Proben für die anschließende Prüfung des Reibungsverhaltens	26
3.4.4	Abschließende Wertung der Ergebnisse	27
<b>4</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse/Beurteilung</b>	<b>28</b>
4.1	Diskussion der Ergebnisse	28
4.2	Zusammenfassende Beurteilung	29





## Vorwort

Mit Unterstützung der Firma GSE Lining Technology GmbH wurde 1998 an der BAM ein Forschungs- und Entwicklungsvorhaben begonnen, in dem die Langzeitscherfestigkeit strukturierter PE-HD-Dichtungsbahnen untersucht und Prüftechniken zu deren Charakterisierung entwickelt werden sollten. Das Vorhaben wurde im Labor Deponietechnik unter Beteiligung der Projektgruppe „Untersuchung zur chemischen Beständigkeit von polymeren Werkstoffen“ der BAM durchgeführt. Die Arbeiten wurden von der Firma GSE intensiv unterstützt. Beteiligt mit eigenen Untersuchungen zum Reibungsverhalten war die Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement Prof. Dr.-Ing. Salomo + Partner mbH.

Mit diesem Forschungsbericht werden die Ergebnisse der Untersuchungen vorgelegt. Die Autoren möchten sich vor allem bei der Firma GSE und hier insbesondere bei Herrn B. Richards für die finanzielle und fachliche Unterstützung bedanken, ohne die das Vorhaben nicht möglich gewesen wäre. Der Dank der Autoren gilt weiterhin den Herren *M. C. Mathieson* und *D. Etter*, *Prof. Dr. K.-P. Salomo* sowie *Prof. Dr. H. August* und *R. Preuschmann*, die maßgeblich am zustande kommen des Vorhabens beteiligt waren.

Die Firma GSE hat ohne Zögern ihre Zustimmung gegeben, diesen Bericht als BAM-Forschungsbericht herauszugeben und zu vertreiben. Damit sind die Untersuchungsergebnisse, so hoffen wir, auch für eine breite Fachöffentlichkeit leicht zugänglich.

Berlin, Juni 2001

Stefan Seeger und Werner Müller



# 1 Einleitung und Fragestellungen

Das Forschungsvorhaben „Langzeitscherfestigkeit strukturierter Dichtungsbahnen“ hatte das Ziel, retrospektiv die Langzeitscherfestigkeit bestimmter strukturierter PE-HD-Dichtungsbahnen zu untersuchen, die von der Firma GSE Lining Technology GmbH (GSE) produziert wurden. Es sollte eine wissenschaftliche Grundlage zur Einschätzung der Langzeitscherfestigkeit dieser Dichtungsbahntypen erarbeitet werden.

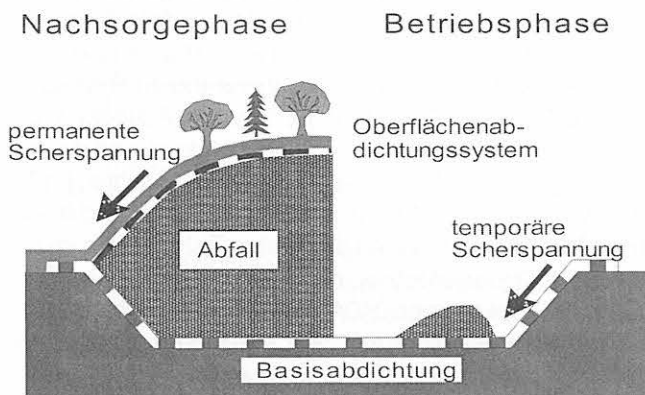


Abb. 1.1: Beanspruchung der strukturierten Oberfläche in Deponieabdichtungen

Die Oberflächen von Kunststoffdichtungsbahnen werden strukturiert damit genügend große Reibungskräfte zwischen der Dichtungsbahn und ihrem Auflager sowie der Schutzschicht über der Dichtungsbahn entstehen. Durch die Reibungskräfte müssen die Hangabtriebskräfte der weiteren Aufbauten auf der Deponieabdichtung sicher aufgenommen und als Scherkräfte in den Untergrund geleitet werden<sup>1)</sup>. Man kann dabei zwei Fälle unterscheiden (Abbildung 1.1): Langzeitig wirksame Reibungskräfte sind z. B. bei sehr langen und steilen Böschungen in Oberflächenabdichtungen zu fordern. Eine Verringerung der Reibungskräfte im Laufe der Zeit kann hier zum Abrutschen des weiteren Aufbaus aus Dränageschicht, Rekultivierungsschicht und Bewuchs führen.

In anderen Fällen genügt es, wenn die Reibungskräfte nur für vorübergehende Einbau- und Betriebszustände der Deponie wirksam sind. Dies gilt z. B. für Grubendeponien. Nach der Verfüllung bliebe das Entstehen einer Gleitfuge zwischen Dichtungsbahn und Schutzschicht ohne nachteilige Auswirkungen auf die Standsicherheit (allerdings muss dabei die Reibung zwischen Auflager und Dichtungsbahn immer größer bleiben als die zwischen Dichtungsbahn und Schutzschicht).

Es gibt jedoch auch bei einer Basisabdichtung den Fall, dass langzeitig wirksame Reibungskräfte erforderlich sind. Man denke etwa an Hügeldeponien, bei denen Spreizkräfte im Deponiekörper durch die Reibungskräfte aufgenommen werden müssen, oder an Hangdeponien.

Inwieweit eine langfristig wirksame Scherkraftübertragung durch die Oberflächenstruktur der Dichtungsbahn tatsächlich erforderlich ist, kann zumeist nur im Einzelfall durch eine geotechnische Begutachtung entschieden werden.

Die Firma GSE verwendet ein Verfahren zur Strukturierung der Dichtungsbahnoberfläche, das Mitte der 80er Jahre von M. Brandt entwickelt und von der Firma Schlegel Lining Technology GmbH (SLT), die später in der GSE aufging, patentiert worden war<sup>2)</sup>. Dabei wird eine PE-Formmasse mit einem Rußbatch vermischt, in einem kleinen Einschneckenextruder aufgeschmolzen und durch eine feine Düse gepresst. Der austretende Schmelzefaden wird von einem Pressluftstrom mit hohem Druck erfasst und versprüht. Durch diesen Verarbeitungsprozess werden die Eigenschaften der Formmasse wegen der sehr hohen Extrudertemperaturen und der starken mechanischen und oxidativen Belastung erheblich verändert.

Alle Gerätekomponenten sind in eine mobile Sprüheinrichtung integriert. Diese Sprüheinrichtung wird gleichmäßig über eine glatte Dichtungsbahn (Grundbahn) geführt. Auf der Oberfläche der Dichtungsbahn entsteht eine wirre Ablage kurzer und dünner Strukturpartikel (Abbildungen 1.2 und 2.7). Die Art dieser Struktur wird oft als rau oder sandrau beschrieben. Vom Hersteller wird die beidseitig raue Dichtungsbahn mit der Abkürzung DRS und die nur einseitig besprühte Dichtungsbahn mit MRS bezeichnet. Durch die Veränderung der Masse aufgesprühten Materials bezogen auf die Flächeneinheit können die Reibungsparameter in gewissem Umfang variiert werden.

Die so hergestellten PE-HD-Dichtungsbahnen haben auf der Oberfläche Strukturpartikel, die aufgrund der Eigenschaften der verarbeiteten Werkstoffe, der Auswirkungen des Verarbeitungsprozesses, der spezifischen Oberfläche und der langzeitigen Scherbeanspruchung einen hinsichtlich der erforderlichen Langzeiteigenschaften besonders exponierten Teil der Dichtungsbahn darstellen. In der Patentschrift wird noch auf Anwendungen gezielt, bei denen die Verbindung zwischen Strukturpartikel und Grundbahn eine Sollbruchstelle niedriger Festigkeit darstellen kann<sup>3)</sup>. Für den Deponiebereich ist jedoch, wie oben bereits erläutert, insbesondere bei Oberflächenabdichtungen, oft eine langzeitbeständige Verbindung hoher Festigkeit erforderlich. Seit etwa 15 Jahren liegen Anwendungserfahrungen mit diesen Dichtungsbahnen vor. In der Fachwelt sind in dieser Zeit keine negative Erfahrungen mit der Struktur bekannt geworden und auch nach Aussagen der Firma GSE sind nie solche Fälle aufgetreten.

Mit dem Forschungsvorhaben sollte nun die über diesen Zeitrahmen hinausgehende Langzeitscherfestigkeit der strukturierter Dichtungsbahnen untersucht werden. Dazu wurden die folgenden Detailsaspekte bearbeitet:

<sup>1)</sup> Müller, W.: Scherverhalten zwischen Kunststoffdichtungsbahnen und Boden. Geotechnik 19 (1996) H. 1, S. 35-42 und Müller, W.: Zum Standsicherheitsnachweis bei Abdichtungssystemen. Geotechnik 20 (1997) H. 4, S. 297-299

<sup>2)</sup> Patentschrift DE 36 22 559 C2 und United States Patent No. 4885201

<sup>3)</sup> Krause, R.: Profilierte Dichtungsbahnen. In: Tagungsband der 6. Fachtagung „Die sichere Deponie“; Knipschild, F. W. (Hrsg.) Würzburg: Süddeutsches Kunststoffzentrum (SKZ) 1990

1. Duktiles Versagen durch Kriechvorgänge im Fügebereich zwischen Strukturpartikel und Grundbahn oder auch eine dort konzentrierte Spannungsrissbildung können das Langzeitverhalten gravierend beeinflussen. Deshalb mussten die Beanspruchungen im Verlaufe der Einbauphase und im eingebauten Zustand in ihren wesentlichen Merkmalen simuliert werden. Die im Rahmen der BAM-Zulassung wesentliche Langzeitprüfung für die Beurteilung der Formmasse einer Dichtungsbahn ist der Zeitstand-Rohrinnen-Druckversuch. In Anlehnung an diesen Versuch war an der BAM ein Scherzeitstand entwickelt worden. An den strukturierten Dichtungsbahnen sollten damit Langzeitscherversuche durchgeführt werden, um einen Vergleich des Langzeitverhaltens der strukturierten Dichtungsbahn zum Langzeitverhalten der glatten Dichtungsbahn unter anwendungsnahen Beanspruchungen zu ermöglichen.

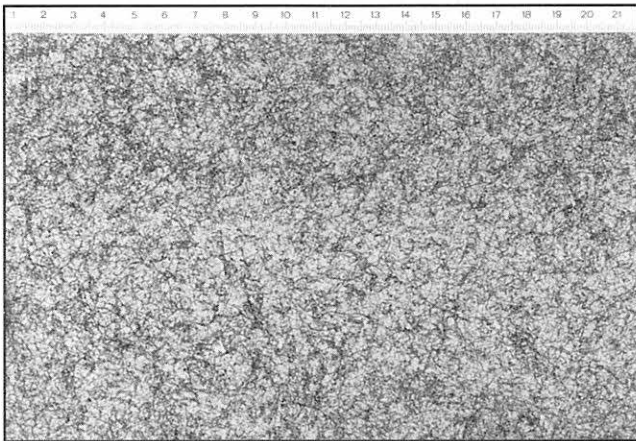


Abb. 1.2: Wirrgelege von aufgespritzten Fäden auf der Oberfläche der DRS-Dichtungsbahn

2. Es sollte die grundlegende Frage beantwortet werden, ob sich bei oxidativer Beanspruchung eine im Vergleich zur Grundbahn vorzeitige nachteilige Veränderung der Strukturpartikel und ihrer Haftung mit Auswirkungen auf die Reibungsparameter ergibt und wie rasch eine eventuelle nachteilige Veränderung sich auswirkt. Deshalb wurde das Alterungsverhalten der Haftung der Strukturpartikel im Vergleich zu dem der Zugfestigkeit des Materials der Grundbahn untersucht. Hierfür wurden Immersionsversuche bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Sauerstoffdruck konzipiert und durchgeführt, welche die Oxidation von Grundbahn und Strukturmaterial unter im Vergleich zu den Anwendungsbedingungen extremen Prüfbedingungen in kurzer Zeit erzwingen. An so gelagerten Proben wurde die relative Veränderung der Reibungsparameter sowie der mechanischen Kennwerte der Grundbahnen ermittelt und verglichen. Parallel hierzu wurde der oxidative Abbau anhand der Oxidations-Induktionszeiten (OIT) von verschieden gealterten Proben von Grundbahn und Strukturpartikeln untersucht. Zur Simulation der Einbauphase, d.h. von photooxidativen Prozessen bei gleichzeitiger eluierender Einwirkung von Atmosphärien (Regenwasser/Tau), wurde auch eine Bewitterung im Global-UV-Testgerät begonnen.

Die anschließenden Zeitstand-Scherversuche konnten jedoch aus Zeitgründen noch nicht abgeschlossen werden.

3. Die retrospektiven Untersuchungen umfassten vier Materialkombinationen (eine Grundbahn, kombiniert mit zwei Formmassen und zwei Batches), siehe *Tabelle 1-2*. Ein wichtiger Aspekt bestand daher in der Herausarbeitung von eventuellen, durch Materialauswahl und Materialkombination bedingten Unterschieden im Langzeitverhalten. Die Versuche wurden daher so angelegt, dass sie einen Materialvergleich ermöglichten.

Dieser Bericht stellt die im Rahmen des Vorhabens erarbeiteten Prüfergebnisse zusammen, erläutert die Prüfverfahren und gliedert sich dazu in drei Hauptteile. Im ersten Teil wird über die Zeitstand-Scherversuche und die Messung der Veränderung der Oxidations-Induktionszeit, im zweiten Teil über die Lagerungen in einem Autoklaven bei hoher Temperatur und hohem Sauerstoffdruck und die sich dabei ergebenden Materialveränderungen berichtet. Im Teil drei werden die Ergebnisse zusammengefasst und diskutiert. Die Untersuchungen des ersten Teils wurden im Labor IV.32 *Deponietechnik*, die des zweiten Teils im Rahmen der Projektgruppe 0404-VI-0229 *Untersuchungen zur chemischen Beständigkeit von polymeren Werkstoffen* durchgeführt. Die Scherkastenversuche zur Ermittlung der Reibungsparameter führte die Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement Prof. Dr.-Ing. Salomo + Partner mbH durch.

Inzwischen wurden auf der Grundlage der Ergebnisse des Vorhabens für spezielle Werkstoffkombinationen von Grundbahn und aufgespritztem Material uneingeschränkt geltende Zulassungen erteilt <sup>4)</sup>.

## 1.1 Proben, Charakterisierung des Strukturmaterials

Untersucht wurden die von GSE im Werk Rechlin in der Vergangenheit produzierten strukturierten Dichtungsbahnen. Nach den Angaben von GSE wurden als Ausgangsmaterial für das Aufspritzen der Struktur zwei PE-LLD-Formmassen, nämlich Ladene 118 N der Firma Saudi Basic Industries Corporation (SABIC) und Dowlex 2045 E der Firma Dow Europe S. A. verwendet. Diese Formmassen wurden mit zwei verschiedenen Batches, FC 7303 LD und PPM 1202/4B, der Firma Polyplast Müller GmbH kombiniert. Formmasse und Batch wurden jeweils im Extruder der Spritzpistole gemischt. Dowlex 2045 E ist ein Ethen-Octen-Copolymer, Ladene 118 N ein Ethen-Buten-Copolymer.

Auf die ursprünglich geplante Probenahme auf mit diesem Material belieferten Deponien wurde verzichtet, da nach Angaben von GSE mit Hilfe der Fertigungsunterlagen die Maschinen- und Geräteeinstellungen, die bei der Besprühung der Dichtungsbahnen in der Vergangenheit eingestellt worden waren, rekonstruiert werden konnten. Statt dessen wurde das Probenmaterial am 10.06.1998 bei GSE

<sup>4)</sup> Die aktuelle Liste aller von der BAM zugelassenen Dichtungsbahnen kann über [www.bam.de/deponietechnik.htm](http://www.bam.de/deponietechnik.htm) eingesehen werden.

in Reclin im Beisein von Vertretern der BAM mit den entsprechenden Maschinen- und Geräteeinstellungen hergestellt.

Beide Seiten einer glatten sieben Meter breiten Dichtungsbahn wurden besprüht. Die glatte Dichtungsbahn war nach den Anforderungen der BAM-Zulassung aus dem Werkstoff Vestolen A 3512 R hergestellt worden (siehe *Tabelle 1.1*).

Tabell 1.1: Eigenschaften der glatten Grundbahn.

Glatte Grundbahn aus Vestolen A 3512 R	
Kenngröße	Kennwert
Schmelzindex	1,6 ± 0,2 g/10 min
Dichte	0,942 ± 0,003 g/cm <sup>3</sup>
Rußgehalt	2,1 ± 0,3 Gew.-%
OIT-Wert	> 100 min

Angegeben sind die Herstellerspezifikationen

\*) Gemessen bei 180 °C im Cu-Tiegel

Für die Untersuchungen wurden vier Strukturmaterialien produziert: die Grundbahnen wurden beschichtet mit zwei verschiedenen Formmassen, die jeweils mit zwei unterschiedlichen Batches ausgerüstet wurden, siehe *Tabelle 1.2*. Aus diesen vier Dichtungsbahntypen wurden Abschnitte von ca. 10 m Länge herausgeschnitten und der Breite nach in drei ca. 2,30 m breite Teile, rechter Rand, Mitte und linker Rand, zerlegt. Die zwölf Rollen erhielten die in *Tabelle 1.2* angegebenen BAM-internen Probennummern.

Tabelle 1.2: Kennzeichnung der Proben.

Nr.	Formmasse + Rußbatch	BAM-Probennummer
1	Ladene 118 N + FC 7303 LD	229/1
2	Ladene 118 N + PPM 1202 / 4B	229/2
3	Dowlex 2045 E + FC 7303 LD	229/3
4	Dowlex 2045 E + PPM 1202 / 4B	229/4

Proben vom rechten Rand, der Mitte oder dem linken Rand wurden, soweit erforderlich, mit dem Zusatz R, M oder L gekennzeichnet, also z. B. 229/1 M. Für die Untersuchungen wurden jedoch nur Proben aus der mittleren Teilrolle verwendet. Die Grundbahn weist herstellungsbedingt eine

Tabelle 1.3: Vergleich der Kennwerte des Materials für die Struktur vor und nach Verarbeitung.

Materialkombination (Strukturmaterial)	Kenngröße	Kennwert Ausgangsmaterial <sup>a)</sup>	Kennwert verarbeitetes Strukturmaterial	Flächenbezogene Masse <sup>e)</sup>
Nr.1 (Ladene 118 N)	Schmelzindex <sup>a)</sup>	1,0 g/10 min	7,3 g/10 min	52 ± 2 g/m <sup>2</sup>
	Dichte	0,918 g/cm <sup>3</sup>	0,920 ± 0,006 g/cm <sup>3</sup>	
	OIT-Wert	(4 ± 1 min) <sup>g)</sup>		
Nr.2 (Ladene 118 N)	Schmelzindex <sup>a)</sup>	1,0 g/10 min	8,0 g/10 min	52 ± 2 g/m <sup>2</sup>
	Dichte	0,918 g/cm <sup>3</sup>	0,922 ± 0,009 g/cm <sup>3</sup>	
	OIT-Wert		(2,5 ± 1,0 min) <sup>h)</sup>	
Nr. 3 (Dowlex 2045 E)	Schmelzindex <sup>a)</sup>	1,0 g/10min	8,0 g/10 min	54 ± 2 g/m <sup>2</sup>
	Dichte	0,920 g/cm <sup>3</sup>	0,924 ± 0,002 g/cm <sup>3</sup>	
	OIT-Wert	(9 ± 3 min) <sup>g)</sup>	(3 ± 1 min) <sup>i)</sup>	
Nr. 4 (Dowlex 2045 E)	Schmelzindex <sup>a)</sup>	1,0 g/10 min	6,0 ± 0,1 g/10min	68 ± 11 g/m <sup>2</sup>
	Dichte	0,920 g/cm <sup>3</sup>	0,925 ± 0,004 g/cm <sup>3</sup>	
	OIT-Wert			

Angegeben sind die Standardabweichungen der Messungen an einer Einzelprobe

glänzende und eine matte Seite auf. Es wurde ausschließlich die matte Seite der strukturierten DRS-Dichtungsbahnen untersucht. Die matte Seite liegt laut Angaben des Herstellers bei der Verlegung stets oben, steht also in vollflächigem Kontakt mit nachfolgend aufgetragenen Schichten und Materialien.

Die Formmasse für die Struktur wird beim Sprühprozess sowohl mechanisch wie thermisch (Extrudertemperatur von 400 °C) außerordentlich stark belastet. Es kommt daher zu einem erheblichen Abbau schon während der Verarbeitung.

Damit verändern sich auch die Kennwerte des verarbeiteten Materials in den aufgespritzten Strukturpartikeln gegenüber denen des Ausgangsmaterials. Die *Tabelle 1.3* stellt die wesentlichen Kennwerte zusammen: Einmal die Herstellerangaben für das Granulat der LLD-PE-Formmasse (Ausgangsmaterial) und zum anderen Messwerte, die nach der Verarbeitung am Strukturmaterial gemessen wurden.

Dazu wurde Strukturmaterial auf eine Metallplatte gesprüht und aus dem entstehenden „Materialklumpen“ die Proben für die einzelnen Messungen entnommen. Für die OIT-Messungen wurde auch Strukturmaterial abgekratzt.

Der oxidative Abbau kann beim Polyethylen zu einer Verschiebung der Molekülmassenverteilung zu niedrigeren Werten hin führen, bei der jedoch die Breite der Verteilung erhalten bleibt<sup>5)</sup>.

Dieser Effekt wurde auch bei einer Messung der Veränderung der Molekülmassenverteilung einer PE-HD-Formmasse durch den Sprühprozess beobachtet<sup>2)</sup>. Während sich die mittlere Molekülmasse  $M_n$  (Zahlenmittel) halbierte, blieb die Uneinheitlichkeit ( $U = (M_w/M_n) - 1$ ) mit  $M_w$  als Massenmittel), die die Breite der Verteilung charakterisiert, konstant.

a) 190 °C/2,16 kg, gemessen nach ASTM D1238 oder DIN ISO 1133

b) Nach den Angaben des Datenblatts für die PE-LLD-Formmasse

c) Strukturmaterial auf einer Seite der Grundbahn

d) Gemessen bei 180 °C im Cu-Tiegel, abgekratzt, Mittelwert über mehrere Proben (siehe *Tabelle 2.2*)

e) Gemessen bei 180 °C im Cu-Tiegel, Ladene N 118 Granulat, naturfarben

f) Gemessen bei 180 °C im Al-Tiegel, Mittelwert über mehrere Proben (abgekratzt und Klumpen)

g) Gemessen bei 180 °C im Al-Tiegel, Dowlex 2045 E Granulat, naturfarben

5) Emanuel, N. M. und Buchachenko, A. L.: Chemical Physics of Polymer Degradation and Stabilisation. Utrecht, Netherland: VNU Science Press 1987, S. 175.

6) unveröffentlichte Mitteilung des Formmassenherstellers

Vor dem Versprühen wurde dem Granulat der Formmasse Granulat von einem Rußbatch beigemischt. Das Mischungsverhältnis wurde dabei so gewählt, dass im Sprühmaterial eine Rußkonzentration von 1 Gew.-% entstehen sollte. Die Homogenisierung im Extruder der Sprüheinrichtung reichte jedoch nicht aus, um eine gleichmäßige, homogene Verteilung des Rußes in den Strukturpartikeln zu erreichen. Die Strukturpartikel der DRS-Dichtungsbahn sind daher unterschiedlich stark mit Ruß durchsetzt.

Zur Untersuchung der Homogenität der Rußverteilung wurde Strukturmaterial auf eine Platte aufgesprüht, bis ein größerer "Materialklumpen" entstanden war. Aus dieser Probe wurden Dünnschnitte geschnitten. Die *Abbildung 1.3* zeigt eine vergrößerte Aufnahme eines Dünnschnitts vom Strukturmaterial der Materialkombination Nr. 3, das als Granulatgemisch verarbeitet wurde. Die runden schwarz-weißen Flecken sind Löcher im Dünnschnitt. Die ausgeprägten Schlieren zeigen die starke Inhomogenität der Rußverteilung, die dazu führt, dass die Strukturpartikel in unterschiedlich starkem Maße mit Ruß schwarz eingefärbt sind.

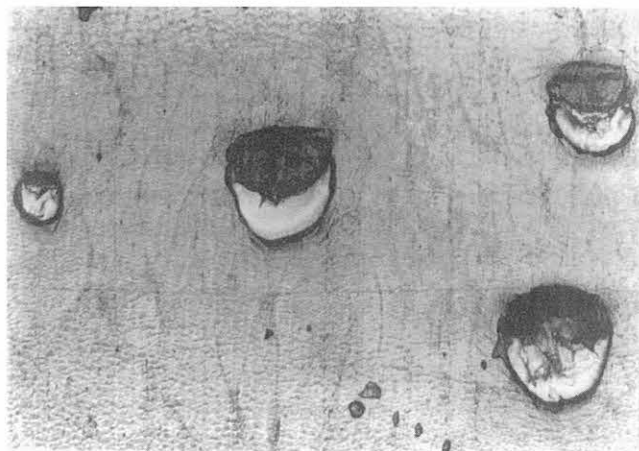
Im Vergleich dazu zeigt *Abbildung 1.4* einen Dünnschnitt des Strukturmaterials, bei dem das Granulatgemisch bereits vom Batchhersteller homogenisiert worden war.

In diesem Falle wurde also ein bereits schwarz eingefärbtes Granulat versprüht. Der Ruß führt hier zu einer gleichmäßigen Einfärbung.

Die Reibungsparameter der matten Seite der DRS-Dichtungsbahn im Verbund mit einem PP-Vlies, das auch in den Zeitstandscherversuchen als Reibungspartner diente (siehe Abschnitt 2.1), wurden in einem Rahmenscherversuch in Anlehnung an DIN18 137 bzw. an die GDA-Empfehlung 3-8, *Reibungsverhalten von Geokunststoffen*, ermittelt. Die Versuche wurden von der Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement Prof. Dr.-Ing. Salomo + Partner mbH (IGU) geführt.



*Abb. 1.3: Vergrößerte Aufnahme eines Dünnschnitts von einem "Materialklumpen" aus Strukturmaterial, das beim Sprühen durch Zugabe eines Rußbatch schwarz eingefärbt wurde. Die Breite des Bildes entspricht 1,2 mm und die Höhe 0,9 mm, die Vergrößerung beträgt also etwa 70:1.*



*Abb. 1.4: Dünnschnitt von einem "Materialklumpen" aus Strukturmaterial, das bereits vor dem Sprühen in einem eigenen Arbeitsgang homogen schwarz eingefärbt wurde. Die Vergrößerung entspricht der in Abb. 1.3.*

*Tabelle 1.4: Reibungsparameter der DRS-Dichtungsbahn (Probe 229/4).*

Reibungsparameter 229/4	
Reibungspartner	PP-Vlies, 1200 g/m <sup>2</sup>
Auflastbereich	25-75 kN/m <sup>2</sup>
Reibungswinkel (°)	23,6
Adhäsion (kN/m <sup>2</sup> )	6
Korrelation	0,9975

Die Prüfbedingungen wurden dabei folgendermaßen gewählt: Probengröße 900 cm<sup>2</sup>, Prüfgeschwindigkeit 0,167 mm/min, Konsolidierungsdauer nach Einbau und Belastung: 60 min. Die Versuche wurden unter Wasser durchgeführt. Es wurde bei drei Auflasten, nämlich 25, 50 und 75 kN/m<sup>2</sup>, je einmal geschert. Aus dem Diagramm der Scherspannung über dem Scherweg wurde die maximale Scherspannung abgelesen. Alle Kurvenverläufe in den Diagrammen zeigten ein ausgeprägtes Maximum. Ermittelt wurden die Reibungsparameter dann aus dem Diagramm der maximalen Scherspannung über der Normalspannung. *Tabelle 1.4* gibt das Ergebnis für die Probe 229/4. Diese Werte sind typisch für alle untersuchten DRS-Dichtungsbahntypen.

Im Laufe der Untersuchung ergaben sich bemerkenswerte Effekte im Langzeitverhalten der Oxidationsstabilität (OIT-Werte) des Strukturmaterials im Vergleich zur Grundbahn.

Es wurden daher noch weitere Proben aus unterschiedlichen DRS- und MRS-Dichtungsbahnen in die Untersuchung mit einbezogen, um die Ergebnisse breiter abzuschern. Die *Tabelle 1.5* gibt eine Übersicht der dabei untersuchten Proben.

Die BAM-interne Probennummer 189 bezeichnet eine DRS-Dichtungsbahn von einer Deponiebaustelle, die 1996 produziert worden war<sup>7)</sup>. An dieser Probe wurden Warmlagerungsversuche im Wasserbad bei 80 °C über gut vier Jahre durchgeführt.

<sup>7)</sup> Rollnummer PC 3534 HH-RR, Deponie Neustadt-Hohenacker, Produktionsdatum 24. Woche 1996. Das Sprühmaterial dieser Dichtungsbahn ist nicht bekannt.

Am Ende der Lagerzeit wurden Proben entnommen und die OIT-Werte der Grundbahn und des Strukturmaterials gemessen.

Die DRS-Dichtungsbahn mit der BAM-Probennummer 198 war bei der Firma GSE am 05.12.1996 mit Vestolen A 3512 R besprüht worden (Rollnummer BC 7836 HH). Auch an dieser Probe wurden Warmlagerungsversuche im Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung und im Wasserbad bei 80 °C durchgeführt und die Veränderung der OIT-Werte gemessen.

Eine ähnliche Dichtungsbahn (Grundbahn aus Vestolen A 3512 R und Sprühmaterial Vestolen A 3512 R) war im Auftrage der Firma GSE am Süddeutschen Kunststoffzentrum (SKZ) durch eine Warmlagerung in Luft bei 120 °C und 110 °C gealtert worden<sup>8</sup>. An Proben aus diesen Versuchen (BAM-Probennummer 240) wurde die Oxidationsstabilität gemessen.

Schließlich wurde eine Bewitterungsprüfung mit einer begleitenden Messung der Oxidationsstabilität und anschließenden Zeitstand-Scherversuchen an der Probe 259 (BAM-Probennummer) durchgeführt. Bei dieser Dichtungsbahn handelt es sich um eine am 22.09.99 hergestellte DRS-Dichtungsbahn mit einer Grundbahn aus dem Werkstoff Dowlex 2 342 M mit dem Rußbatch FC 7 352 LD und einem Strukturmaterial auf der Basis der Formmasse Dowlex 2 045 E. Diese Formmasse war während des Herstellungsprozesses mit dem Rußbatch FC 7 303 LD gemischt worden.

Das Strukturmaterial entspricht also dem der Proben 229/3. Die Bewitterungsprüfung wurde nach DIN EN12 224:2 000-11, *Geotextilien und geotextilverwandte Produkte – Bestimmung der Witterungsbeständigkeit*, durchgeführt. Die gesamte Bewitterungsdauer betrug 1 500 Stunden. Dies entspricht in etwa einer Freibewitterung über zwei Jahre.

Tabelle 1.5: Übersicht der untersuchten Proben. Im Mittelpunkt standen die Zeitstand-Scherversuche und die Autoklaven-Lagerung an den DRS-Dichtungsbahnen mit der Probennummer 229. Die Untersuchung der Oxidationsstabilität wurde ergänzt durch Messungen an den Proben 189, 198 und 240. Das Bewitterungsverhalten des Strukturmaterials der Proben 229/3 wurde an der Dichtungsbahn 259 überprüft.

BAM-Probennummer	Werkstoff Grundbahn	Werkstoff Strukturmaterial	Rollnummer bzw. Herstellungsdatum	Art der Untersuchungen
189	Vestolen A 3512 R	unbekannt	PC 3534 HH-RR, Deponiebaustelle Sept. 96	Warmlagerung in Wasser, OIT-Messung
198	Vestolen A 3512 R	Vestolen A 3512 R	BC 7836 HH 05.12.96	Warmlagerung in Luft und Wasser, OIT-Messung
229	Vestolen A 3512 R	siehe Tabelle 2-1	10.06.98	Zeitstand-Scherversuch, OIT-Messung, Autoklaven-Alterung, Scherkastenversuche
240	Vestolen A 3512 R	Vestolen A 3512 R	BE 0372 HH, 16.01.1998	Warmlagerung in Luft, OIT-Messung, mechanische Kennwerte, Scherkastenversuche
259	Dowlex 2342 M Batch FC 7352 LD	Dowlex 2045 E Batch FC 7303 LD	22.09.1999	Bewitterungsprüfung, OIT-Messung, Zeitstand-Scherversuche

<sup>8</sup> Prüfzeugnis Nr. 34687/98 vom 08.02.1999 des Süddeutschen Kunststoffzentrums

## 2 Zeitstand Scherversuche, Warmlagerung und Scherkastenversuche (S. Seeger, W. Müller, I. Jakob)

### 2.1 Zeitstand-Scherversuch (Scherzeitstand): Prüfeinrichtung und Methodik

In Anlehnung an die Zeitstand-Rohrinnendruckversuche wurden für das Vorhaben Prüfstände weiterentwickelt, mit denen das Langzeitverhalten von strukturierten Kunststoffdichtungsbahnen unter Scherbeanspruchung untersucht werden kann. Diese Scherzeitstände sind folgendermaßen aufgebaut: Ein Ausschnitt aus dem zu untersuchenden Produkt (ca. 12 x 15 cm) wird auf die schiefe Ebene eines Stahlkeils montiert. Auf einen baugleichen Stahlkeil wird analog ein Geotextil (Vliesstoff) befestigt (Steigungswinkel der Stahlkeile 21,8°; bzw. 1:2,5). Die Keile werden aufeinander gesetzt, siehe *Abbildung 2.1*. Über einen Hebelmechanismus wird eine für Oberflächenabdichtungen repräsentative Kraft (Auflast) auf den oberen Keil ausgeübt. Der hangparallele Anteil der Auflast wirkt als Scherspannung über das Geotextil auf die strukturierte Dichtungsbahn. Der obere Keil wird nur durch die Reibung zwischen Geotextil und strukturierter Bahn am Abgleiten gehindert. Der Aufbau befindet sich in einem heizbaren Wasserbad ( $T_{max} \sim 80 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$ ). Durch erhöhte Temperatur wird analog zu den Rohrinnendruck-Zeitständen das Kriechen, die Spannungsrisssbildung und der oxidative Abbau beschleunigt ablaufen. Wählbare Versuchsparameter sind Auflast (bzw. Auflast/Scherkraft-Verhältnis) und Temperatur. Über einen senkrecht angeordneten Wegaufnehmer wird die Kompression und Scherverformung des Geotextils in der Scherebene über lange Zeit mit hoher Präzision ( $\Delta s \sim 2/10 \text{ mm}$ ) automatisch erfasst. Ein Versagen des Probekörpers, d. h. zum Beispiel ein Abgleiten von Geotextillage und oberem Keil nach Verlust der Haftung zwischen Strukturpartikel und Grundbahn, kann hierdurch dokumentiert werden, unabhängig davon, ob sich dieser Prozess eher schlagartig oder sehr langsam vollzieht. *Abbildung 2.2* zeigt die gesamte Versuchseinrichtung.

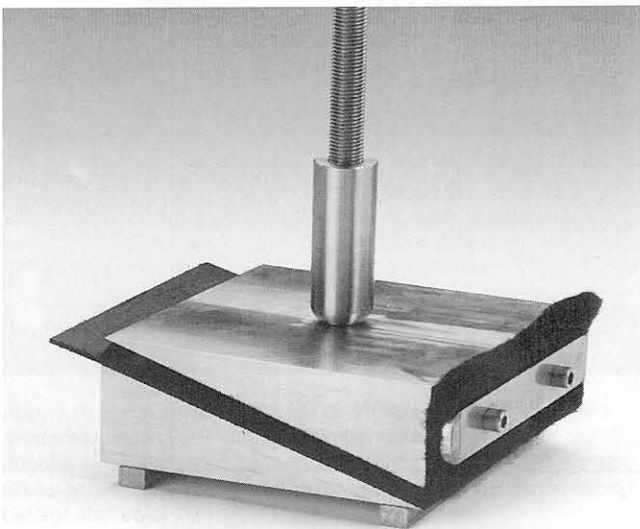


Abb.2.1: Vorrichtung zum Einspannen der Probekörper.



Abb. 2.2: Prüfvorrichtung für den Zeitstand-Scherversuch

Im Zeitstand-Scherversuch muss sich beim Aufbringen der Last zunächst eine stabile Scherkraftübertragung ausbilden. Bei der Messung der vertikalen Komponente des Scherwegs wird daher zunächst eine leichte Abwärtsbewegung des oberen Keils beobachtet, die dann in eine nur allmähliche Verschiebung übergeht (*Abbildung 2.3*).

Drei Mechanismen tragen zu diesem Vorgang bei, der in dieser Weise bei allen Versuchen beobachtet wurde: Einmal wird mit Aufbringen der Last das Vlies so weit geschert und gespannt, dass es die Scherkraft aufnehmen und in die Dichtungsbahn weiterleiten kann. Daneben wird das Vlies durch die zur Fläche senkrechte Kraftkomponente allmählich komprimiert. Schließlich finden im Vlies unter der Scherspannung Kriechvorgänge statt, die zu einer allmählichen Vergrößerung des Scherweges führen können. Der erstgenannte Beitrag ist mit Abstand der Größte und bedingt den raschen Abfall der vertikalen Komponente des Scherwegs um etwa 2 mm binnen weniger Stunden. Der weitere Abfall rührt überwiegend von der Kompression des Vlieses her, wie in Kompressionsversuchen an Vliesen bei 80 °C mit vergleichbaren Auflasten festgestellt wurde. Der letztgenannte Mechanismus spielt daher praktisch keine Rolle.

Da sich beim Abgleiten die Größe der Kontaktfläche vom oberen Keil zum unteren Keil verkleinert, würde sich bei einer über die ganze Keilfläche aufliegenden strukturierten Oberfläche die Scherspannung während des Abgleitens erhöhen. Dieser Effekt würde den Versagensvorgang unkontrolliert beschleunigen. Um dies zu vermeiden, wurde auf der Oberseite der auf dem unteren Keil befestigten Dichtungsbahn die Struktur teilweise abgekratzt. Auf der von Struktur befreiten Fläche war die Reibung des Vlieses nur noch gering. Die Reibungskraft wurde daher nahezu vollständig in die verbleibende rechteckige, strukturierte Fläche von 0,0132 m<sup>2</sup> (110 x 120 mm<sup>2</sup>) eingetragen, die der obere Keil trotz des langsamen Abgleitens bis zum



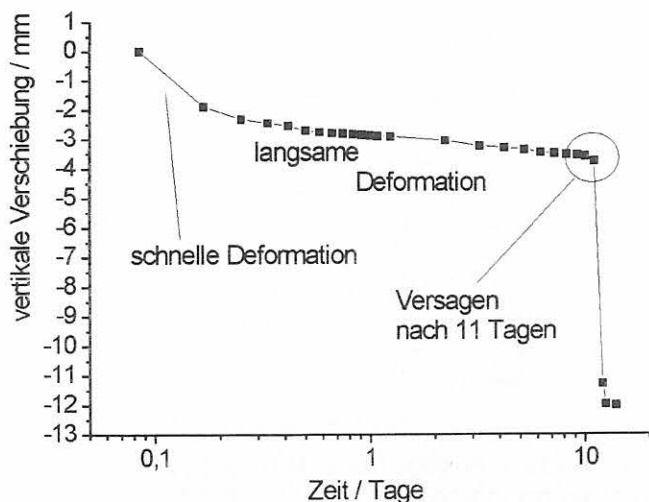


Abb. 2.3: Typisches Diagramm des Verlaufs der mit einem Weg-aufnehmer gemessenen vertikalen Komponente der Verschiebung der Keile.

Versagen der Struktur vollständig bedeckte. Auf diese Weise konnte die Scherspannung annähernd konstant gehalten werden. Abbildung 2.4 illustriert diese Zusammenhänge.

Mit dem allmählich anwachsenden Scherweg schiebt sich der Belastungsstab ebenfalls allmählich um einen kleinen Winkel aus der exakt vertikalen Position. Die dabei zu überwindenden Reibungskräfte und die Veränderung der Scherkraft sind jedoch vernachlässigbar.

Für das Vorhaben wurden insgesamt achtundzwanzig Scherzeitstände aufgebaut, getestet und mit Proben bestückt. Als Versuchsbedingungen wurden gewählt:

<b>Medium</b>	entionisiertes Wasser
<b>Temperatur</b>	80 °C
<b>Auflast</b>	50 kN/m <sup>2</sup>
<b>Steigung</b>	21,8 ° entsprechend einer Steigung von 1:2,5

<b>Reibungspartner der KDB</b>	Vliesstoff PP HaTe B 1200 Typ O, 1200 g/m <sup>2</sup> ca. 15 x 12 cm
--------------------------------	---

<b>Probengröße</b>	
<b>Probenfläche unter Scherbeanspruchung</b>	0,0132 m <sup>2</sup> (ca. 12 x 11 cm)

Es wurde darauf geachtet, dass in jedem Einzelversuch die gleiche Orientierung der Kunststoffdichtungsbahn und der geotextilen Auflage (Maschinenrichtung = Fallrichtung) beibehalten wurde.

Um zu Langzeitaussagen zu kommen, können die Ergebnisse der Zeitstand-Scherversuche in Anlehnung an die Verfahren zur Beurteilung des Langzeitverhaltens aus dem Zeitstand-Rohrinnendruckversuch bewertet werden. Deshalb sei hier auch dieses Prüfverfahren geschildert.

Das Prüfverfahren des Zeitstand-Rohrinnendruckversuchs wird in der DIN 8075, *Rohre aus Polyethylen hoher Dichte (PE-HD), Allgemeine Güteanforderungen, Prüfung* und in der DIN 16 887, *Prüfung von Rohren aus thermoplastischen Kunststoffen, Bestimmung des Zeitstand-Rohrinnendruckverhaltens* beschrieben<sup>9)</sup>.

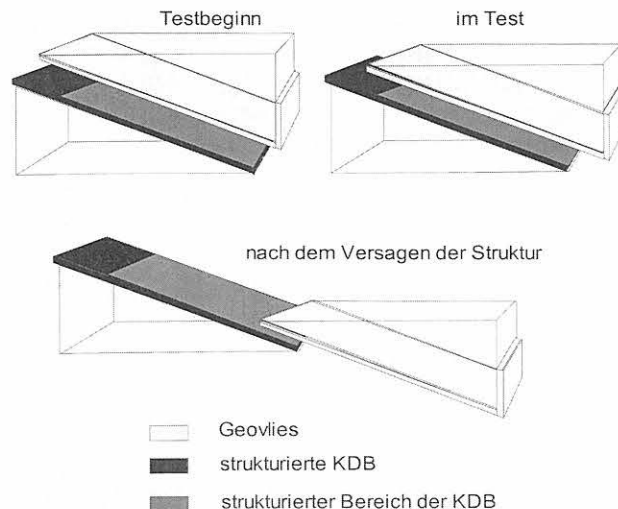


Abb 2.4: Schematische Illustration der unterschiedlichen Positionen der Keile. Indem von der auf dem unteren Keil aufliegenden Dichtungsbahn die Struktur der obere Bereich (schwarz) auf der Oberseite abgekratzt wurde, blieb in allen Stadien der Prüfung die effektive Reibungsfläche zwischen Vlies (hellgrau) und strukturiertem Bereich der Dichtungsbahn (dunkelgrau) gleich.

Aus dem zu untersuchenden Werkstoff werden Rohrab-schnitte hergestellt. Die Rohre werden an beiden Enden mit Verschlussstücken abgeschlossen, durch eine Öffnung mit Wasser gefüllt, in ein temperiertes Wasserbad gehängt und über die Öffnung dann mit einem Innendruck beaufschlagt. Der Innendruck  $p$  führt zu einem dreiaxigen Spannungszustand in der Rohrwand. Die tangentielle Spannungskomponente  $\sigma_{\varphi}$  in Umfangsrichtung verhält sich zur axialen Spannungskomponente  $\sigma_z$  in Richtung der Rohrachse näherungsweise wie 2:1. Für diese größte Spannungskomponente  $\sigma_{\varphi}$ , die Prüfspannung, gilt nach der Kesselformel:

$$\sigma_{\varphi} = p \frac{d - s}{2s},$$

( $d$  = mittlerer Außendurchmesser des Rohrs;  
 $s$  = Mindestwanddicke im Rohrabchnitt).

Die für die Versuche gewählten Prüfspannungen liegen immer im Bereich unterhalb der Streckspannung, die im Kurzzeitversuch beobachtet wird.

Die komplexe Beanspruchung durch mehraxiale Spannung, Wasser als einwirkendes Medium und hohe Temperatur führt nach gewissen Zeiten zum Riss im Rohr. Abhängig von den Prüfbedingungen und den daraus resultierenden Prüfzeiten zeigen sich verschiedene Bruchbilder. Bei sehr hohen Spannungen verstreckt das Material an einer zufälligen Schwachstelle. Der verstreckte Bereich verbreitert sich längs zur Achse des Rohres, wölbt auf und reißt. Dieser sogenannte duktile Bruch ist durch das Kriechen unter hoher Spannung bedingt. Bei mittleren Spannungen entsteht nach sehr langen Zeiten ein spröder Bruch. Die glatte Bruchfläche eines Risses ist durch die Rohrwand gewandert. Nur am äußersten Rand der Bruchfläche zeigen sich duktile Verformungen.

<sup>9)</sup> Gebler, H.: Langzeitverhalten und Alterung von PE-HD-Rohren. Kunststoffe 79 (1989) S. 823-826

Materialproben aus so versagenden Rohren haben im Zugversuch jedoch die gleichen Eigenschaften (z. B. Bruchdehnung, Festigkeit usw.) wie das Ausgangsmaterial. Dieses Versagen wird daher durch die Spannungsrissbildung und nicht durch Materialveränderungen (Alterung) bewirkt.

Auch bei sehr kleinen Spannungen kann es nach extrem langen Zeiten zum glatten Bruch kommen. Sind die Materialproben aus dem Rohr dabei jedoch versprödet, was sich im Zugversuch durch nur noch geringe Bruchdehnung und Festigkeit zeigt, so kann als Versagensursache die oxidative Alterung, die in diesen Fällen bereits begonnen hat, angenommen werden.

Solche Zeitstands-Prüfungen werden an PE-Werkstoffen schon seit vielen Jahrzehnten durchgeführt. Aus den Erfahrungen und der Vielzahl von Daten wurden Extrapolationsfaktoren abgeleitet, in der ISO/TR 9080:1992-07, *Thermoplastic pipes for the transport of fluids – Methods of extrapolation of hydrostatic stress rupture data to determine the long-term hydrostatic strength of thermoplastics pipe materials*, bzw. im Entwurf der ISO/DIS 9080:1998-02, *Kunststoff-Rohrleitungssysteme – Bestimmung der Zeitstand-Rohrinnendruckfestigkeit von Rohren aus Thermoplasten mittels Extrapolation* festgelegt und erläutert und dann auch in die DIN 16 887 übernommen. Die Extrapolationsfaktoren wurden an gemessenen Zeitstandkurven von Polyethylenrohren überprüft<sup>10)</sup>.

Die Extrapolationsfaktoren  $K_e$  in der *Tabelle 2.1* geben die zeitlichen Grenzen einer noch zulässigen Extrapolation der Zeitstandkurven in folgendem Sinne an: Bei mehreren Prüftemperaturen mit  $T_{max}$  als maximaler Prüftemperatur seien die Standzeiten gemessen und daraus die gesamte Zeitstandkurve bei einer bestimmten Anwendungstemperatur  $T_s$  nach dem Verfahren der ISO/TR 9080 extrapoliert worden.  $t_{max}$  sei nun der Mittelwert der fünf längsten Standzeiten bei  $T_{max}$ . Die rechnerisch ermittelte gesamte Zeitstandkurve bei  $T_s$  darf dann bis zu einer Zeit  $t_e = K_e t_{max}$  für die Extrapolation zulässiger Spannungswerte herangezogen werden.  $K_e$  ist dabei eine Funktion von  $\Delta T = T_{max} - T_s$ , d.h. je höher die Temperaturdifferenz zwischen gemessenen Daten und zu extrapolierenden Werten ist, um so stärker ist die zulässige Zeitgrenze für die Extrapolation bei  $T_s$  zu längeren Zeiten hin verschoben. *Tabelle 2.1* listet die Extrapolationsfaktoren auf.

Man kann die so definierten Extrapolationsfaktoren aber auch auf die bei  $T_{max}$  ermittelte Zeitstandkurve anwenden: Wurde bei  $T_{max}$  nach der Zeit  $t_{max}$  eine bestimmte noch zulässige Prüfspannung ermittelt, so wird bei  $T_s$  und dieser Prüfspannung auf alle Fälle eine Standzeit von  $t_e$  erreicht.

Auch bei den Zeitstand-Scherversuchen, in denen die Strukturpartikel mechanisch beansprucht werden, kann es zum Versagen durch duktilen Abreißen der Strukturpartikel an der Verbindungsstelle zur Grundbahn, durch Spannungsrissbildung in diesem Bereich oder durch oxidative Versprödung kommen. Da die Versagensmecha-

*Tabelle 2.1: Extrapolationsfaktoren für die Bestimmung von Zeitspannen, über die sich die Extrapolation bei einem Unterschied von  $\Delta T$  zwischen Prüftemperatur und Temperatur, bei der extrapoliert werden soll, erstrecken darf.*

$\Delta T$ (°C)	$K_e$
$\leq 10$	1
$> 10$ bis $\leq 15$	3
$> 15$ bis $\leq 20$	5
$> 20$ bis $\leq 25$	9
$> 25$ bis $\leq 30$	16
$> 30$ bis $\leq 35$	28
$> 35$ bis $\leq 40$	50

nismen ähnlich sind wie beim Zeitstand-Rohrinnendruckversuch werden in Analogie hierzu die gleichen Extrapolationsfaktoren herangezogen, um für die Zeitstand-Scherversuche die erforderlichen Prüfdauern abzuschätzen. Es handelt sich dabei aber um einen reinen Analogieschluss: Eine experimentelle Absicherung von Extrapolationsfaktoren konnte im zeitlichen Rahmen des Vorhabens nicht durchgeführt werden.

Die Analogie wird durch die folgende Erfahrungstatsache gestützt. Die Van't Hoff Regel oder RTG (Reaktionsgeschwindigkeit-Temperatur)-Regel ist eine grobe Faustregel mit der man abschätzen kann, wie relevant experimentelle Lagerungszeiten bzw. Standzeiten für die Anwendung sind. Sie besagt, dass Alterungsprozesse bei einer Temperaturerhöhung um 10 °C um den Faktor 2-3 beschleunigt werden. Die Regel wird durch viele Beispiele erstaunlich gut bestätigt. Auch die Extrapolationsfaktoren des Rohrinnendruck-Zeitstandsversuchs stimmen in etwa mit dieser Regel überein.

In Anlehnung an die Anforderungen, die für die Werkstoffe der Dichtungsbahnen gelten, wurde daher das folgende Kriterium für die Langzeiteignung von strukturierten Dichtungsbahnen aufgestellt: Die Bahnen müssen im Zeitstand-Scherversuch bei typischen Scherspannungen, wie sie in einer Oberflächenabdichtung entstehen, und bei einer Prüftemperatur von 80 °C mindestens eine Standzeit von 10 000 h erreichen. Bei 20 °C wäre dann nämlich eine untere Grenze der Funktionsdauer von etwa 100 Jahren zu erwarten.

Man sollte jedoch immer berücksichtigen, dass diese Zahlen für den Zeitstand-Scherversuch aus plausiblen und erfahrungsgestützten Analogieschlüssen abgeleitet sind, aber nicht experimentell durch eine Arrhenius-Extrapolation von Messdaten überprüft wurden.

<sup>10)</sup> Schulte, U.: 100 Jahre Lebensdauer, Langzeitfestigkeit von Druckrohren aus bimodalem PE-HD nach ISO/TR 9080. *Kunststoffe* 87 (1997) H. 2, S. 203-206

### 2.1.1 Ergebnisse: Standzeiten und Strukturverluste im Zeitstand-Scherversuch

Aus den gemessenen Standzeiten ergibt sich ein eindeutiger Befund. Für die Proben Nr. 229/3 und Nr. 229/4, also nach *Tabelle 1.2* die Proben mit dem Sprühmaterial Dowlex 2045 E, wurde innerhalb eines zweijährigen Prüfzeitraums kein einziger Versagensfall beobachtet, welcher sich auf das Versagen der Struktur zurückführen ließe. Die wenigen an diesen Proben beobachteten Versagensfälle waren eindeutig durch das Reißen des Vliesstoffes an der Keilkante bedingt. Ein Verlust an Struktur war hierbei nicht zu verzeichnen. Bei den Proben Nr. 229/1 und 229/2 hingegen kam es zumeist innerhalb von wenigen Tagen zum Versagen. Es wurde dabei eine logarithmische Normalverteilung der Standzeiten gefunden, wie man es typischerweise für solche Zeitstand-Versuche erwartet. Die *Abbildung 2.5* stellt die Versuchsergebnisse für diese Proben graphisch dar.

Wenn es nach einer gewissen Standzeit zum Versagen kam, so rutschte der obere Keil innerhalb weniger Sekunden ab, wie es in *Abbildung 2.3* am zeitlichen Verlauf der Verschiebung der Keile exemplarisch deutlich wird. Dieses Verhalten wurde in allen Versagensfällen beobachtet. Mit dem Versagen war, ebenfalls in allen Fällen, ein mehr oder weniger starker, systematischer Verlust an Strukturmaterial verbunden, siehe dazu *Abbildung 2.6*.

Der Verlust an Strukturmaterial wurde bestimmt, indem nach dem Versagen die ausgebaute Dichtungsbahnprobe getrocknet und gewogen wurde. Das Gewicht wurde dann mit dem Ausgangsgewicht verglichen. Das abgelöste Strukturmaterial fand sich überwiegend im Vlies. Teile davon schwammen jedoch auch im Wasser des Prüfgefäßes. Die Masse an abgelöstem Strukturmaterial hing von der Standzeit ab: bei kurzen Standzeiten war nur wenig Strukturmaterial verloren gegangen. Zu langen Standzeiten hin scheint sich der Mittelwert bei etwa 35 Prozent der mittleren flächenbezogenen Masse (ca. 60 g/m<sup>2</sup> pro Seite, siehe *Tabelle 1.3*) des Strukturmaterials einzustellen.

Auf den *Abbildungen 2.7 bis 2.9* sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Probenoberflächen zu sehen.

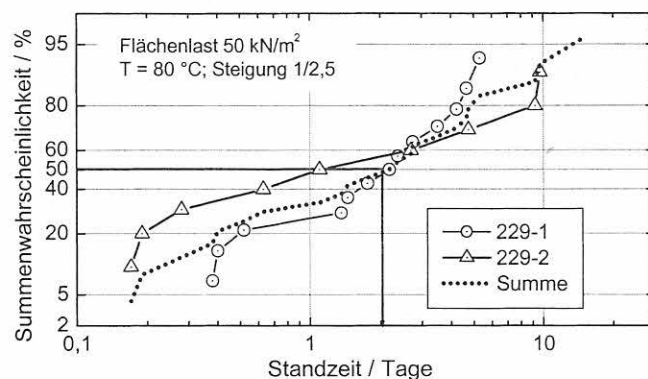


Abb. 2.5: Kumulative Verteilung sämtlicher gemessener Standzeiten der Proben 229/1 und 229/2. An den Proben Nr. 3 und 4 wurde kein Versagen der Struktur beobachtet.

Abb. 2.7 zeigt einen Ausschnitt einer fabrikneneu Oberfläche mit darauf verstreuten Strukturpartikeln. *Abbildung 2.8* und *Abbildung 2.9* zeigen vergrößerte Ausschnitte einer Probenoberfläche nach Versagen. Während das Bruchbild in *Abbildung 2.8* eher einen spröden Bruch vermuten lässt, zeigt die *Abbildung 2.9* Anzeichen für ein duktilen Abreißen des Strukturpartikels von der Oberfläche. Die Morphologie der Bruchflächen müsste jedoch für eine weitergehende Analyse systematischer untersucht werden.

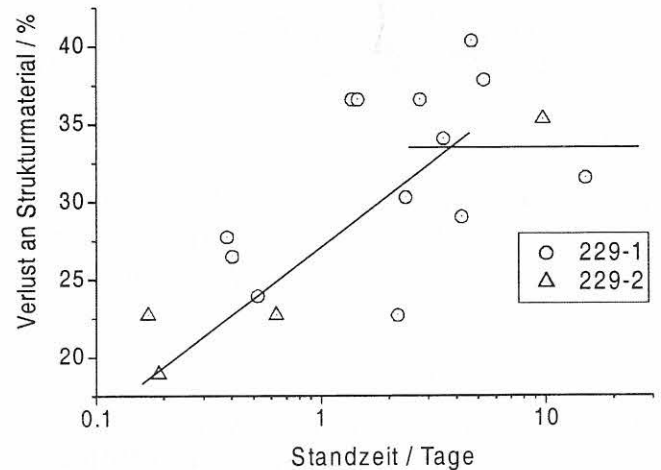


Abb. 2.6: Verlust an Strukturmaterial als Funktion der Standzeit. Bei längerer Standzeit geht deutlich mehr Strukturmaterial mit dem Abgleiten verloren. Zu langen Standzeiten hin scheint sich ein Wert um 35 Prozent einzustellen



Abb. 2.7: Unbehandelte Probenoberfläche

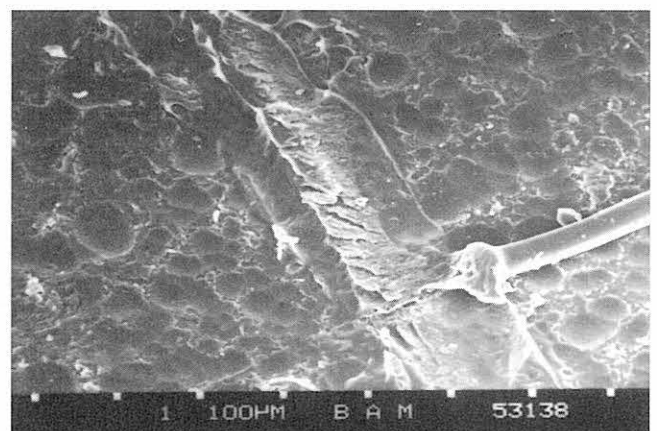


Abb. 2.8: Spröder Bruch eines Strukturpartikels

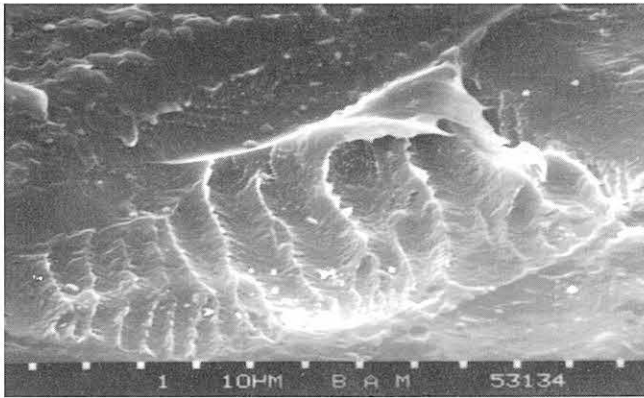


Abb. 2.9: Duktiler Bruch eines Strukturpartikels

## 2.2 Veränderung der Oxidationsstabilität im Zeitstand-Scherversuch und bei Warmlagerung

### 2.2.1 Messung der Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Bei der Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit wird die zurechtgeschnittene Probe in einem kleinen Ofen auf eine konstante, hohe Temperatur  $T_{\text{Mess}}$  oberhalb der Schmelztemperatur gebracht und dann einer oxidierenden Atmosphäre ausgesetzt (Messbeginn). Dies geschieht in einer DSC-Apparatur (Differential Scanning Calometry oder DDK, Dynamische Wärmestrom-Differenz-Kalometrie), mit der die Differenz im Wärmestrom  $\Delta W$  als Funktion der Zeit aufgezeichnet werden kann, die sich zwischen dem Ofen mit Probe und einem Referenzofen ergibt. Der von der gewählten Messtemperatur abhängige Einsatzpunkt eines exothermen Wärmestromes (Oxidationsbeginn) wird durch das Abknicken der Messkurve (siehe Abbildung 2.10) markiert. Die Oxidations-Induktionszeit (OIT-Oxidation Induction Time) ist die Zeitspanne vom Messbeginn bis zum Oxidationsbeginn. Zur Angabe der Oxidations-Induktionszeit eines Werkstoffs gehört immer auch die Angabe der dazugehörigen Messtemperatur. Aus dem OIT-Wert kann nicht unmittelbar die Oxidationsstabilität eines Werkstoffs abgelesen werden. Er hängt ab von der Konstitution und Morphologie des Polymers und der Art und der Menge der Zusätze (Stabilisatoren etc.). Wohl aber kann die Veränderung der Oxidationsstabilität bei einer Beanspruchung durch die Verarbeitung und durch die Alterung anhand der Messung der Veränderung der OIT-Werte charakterisiert werden<sup>11)</sup>. Für das Vorhaben wurde ein handelsübliches Gerät (DSC7-Dynamisches Leistungsdifferenzkalorimeter, Perkin Elmer) benutzt.

Für die OIT-Messungen an der Dichtungsbahn wurden kleine Zylinder (ca. 3 mm Durchmesser) aus der Dichtungsbahn gestanzt und in ca. 0,5-1 mm dicke Scheiben zerlegt. Die mittlere Scheibe wurde dann für die OIT-Messung in einem offenen Cu-Tiegel verwendet. Für die OIT-Messung am Strukturmaterial wurde nach einem einheitlichen Verfahren ein definierter Probekörper hergestellt.

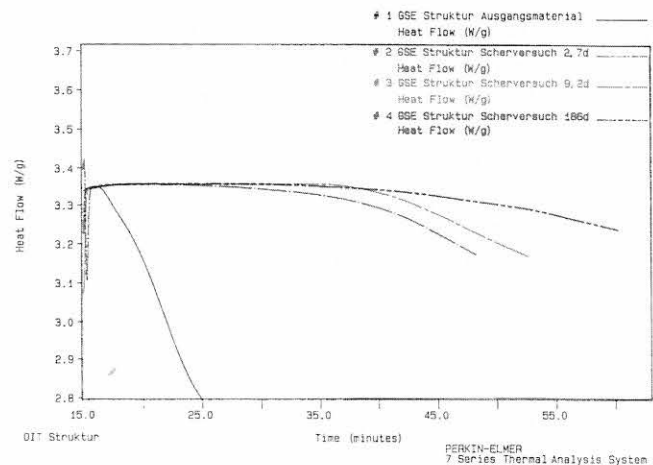


Abb. 2.10: OIT-Messkurven am Strukturmaterial 229/2 nach unterschiedlichen Standzeiten im Zeitstand-Scherversuch

Dazu wurden Strukturpartikel von der Dichtungsbahn heruntergekratzt und in einen kleinen Aluminiumtiegel gegeben. Der Tiegel wurde mit einem gelochten Deckel aus Aluminium geschlossen. Die Probe wurde im Al-Tiegel unter Inertgas ( $N_2$ ) aufgeschmolzen. Dieses Verfahren wurde gewählt, weil dabei die Strukturpartikel zu einem Körper mit geschlossener Oberfläche zusammenschmelzen und damit ein ausreichender thermischer Kontakt zum Tiegelboden sowie eine bei verschiedenen Proben vergleichbar große Oberfläche für den Sauerstoffangriff entsteht. An diesem Probekörper wurde dann im offenen Cu-Tiegel die OIT-Messung durchgeführt.

Für das Aufschmelzen wurde folgendes Prüfprogramm verwendet:

#### Probebehälter:

Al-Tiegel, 50 ml, geschlossen (Deckel mit Loch)

#### Verfahrensschritt:

1. *isotherme Gasspülung*  
Raumtemperatur, Spülgas  $N_2$ ,  
30 ml/min; Dauer ca. 1 min.
2. *Aufheizung*  
Spülgas  $N_2$ , 30 ml/min  
Heizrate 10 °C/min, bis  $T_{\text{max}} = 180$  °C oder 200 °C
3. *Abkühlung*  
Kühlrate 10 °C/min, bis  $T_{\text{min}} = 25$  °C  
Spülgas  $N_2$ , 30 ml/min

Die OIT-Messung selbst lief nach folgendem Prüfprogramm ab:

#### Probebehälter:

Cu-Tiegel, 40 ml, offen

#### Verfahrensschritt:

1. *isotherme Gasspülung*  
Raumtemperatur, Spülgas  $N_2$ , 30 ml/min  
Dauer ca. 1 min
2. *Aufheizung*  
Heizrate 10 °C/min bis  $T_{\text{Mess}} = 180$  °C oder 200 °C  
Spülgas  $N_2$ , 30 ml/min.
3. *isotherme Gasspülung*  
Temperatur halten bei  $T_{\text{Mess}}$ .  
Spülgas  $N_2$ , 30 ml/min  
Dauer ca. 1 min

<sup>11)</sup> W. Müller, Handbuch der PE-HD-Dichtungsbahnen in der Geotechnik, Basel: Birkhäuser Verlag 2001

4. *isotherme Oxidation*  
Temperatur halten bei  $T_{Mess}$   
Umschalten des Spülgases auf  $O_2$ , 3 bar Druck vor dem Einlassventil, frei strömender Sauerstoff über der Probe.

## 2.2.2 Ergebnisse der OIT-Messungen, Diskussion

Die OIT-Werte des Strukturmaterials der DRS-Dichtungsbahnen sowie der zugehörigen Grundbahn wurden nach verschiedenen Standzeiten im Zeitstand-Scherversuch ermittelt. In beiden Fällen wurde die Messung bei 180 °C im Cu-Tiegel durchgeführt. Dabei wurde sowohl am Strukturmaterial von der glänzenden Seite der Grundbahn (u), die mit der Oberfläche des stählernen Keils in Kontakt stand, wie auch von der matten Seite (o), auf der der PP-Vliesstoff auflag, gemessen.

Tabelle 2.2 stellt die Ergebnisse zusammen. Angegeben werden der Mittelwert, die Standardabweichung, sowie dahinter in Klammern die Anzahl von Einzelmessungen, aus denen die Standardabweichung berechnet wurde. Abbildung 2.11 stellt diese Ergebnisse grafisch dar. Der Befund ist offensichtlich: Während der hohe OIT-Wert der Grundbahn zunächst steil und dann allmählich abfällt und damit das typische Verhalten des OIT-Wertes bei der Wärmealterung von PE-HD-Dichtungsbahnen<sup>12)</sup> zeigt, wächst

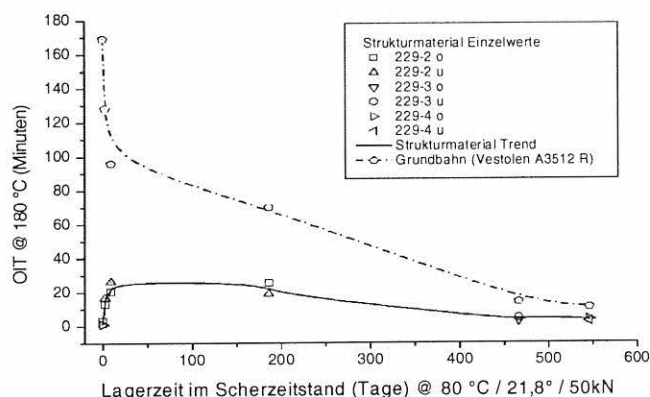


Abb. 2.11: Ergebnisse der OIT-Messungen am Strukturmaterial und an der Grundbahn nach unterschiedlichen Standzeiten im Zeitstand-Scherversuch (o = matte Seite, u = glänzende Seite der Grundbahn). In beiden Fällen wurde der OIT-Wert bei 180 °C im Cu-Tiegel gemessen

Tabelle 2.2: Ergebnisse der OIT-Messungen an Proben aus dem Zeitstand-Scherversuch (o = Strukturmaterial von matter Seite, u = von glänzender Seite der Grundbahn)

OIT-Werte (min) von Proben aus dem Zeitstand-Scherversuch ( $T_{Mess} = 180\text{ °C}$ , Cu-Tiegel)							
Standzeit /d	229-2 o	229-2 u	229-3 o	229-3 u	229-4 o	229-4 u	Grundbahn
0	2,0 ± 0,2 (6)				1,4 ± 0,1 (3)		170 ± 31 (4)
0	1,6 ± 0,1 (3)						
0	3,3 ± 0,3 (3)						
2.7	13 ± 3 (3)	17 ± 3 (3)					129 ± 64 (5)
9.2	20,5 ± 2 (3)	27 ± 3 (3)					96 ± 36 (4)
186	25,5 ± 4 (3)	19,1 ± 0,4 (3)					70 ± 2 (4)
466			3,0 ± 0,8 (3)	4,7 ± 0,1 (3)			14 ± 3 (3)
546					3,9 ± 0,2 (3)	2,8 ± 0,1 (2)	11 ± 1 (3)

der OIT-Wert des Strukturmaterials zunächst rasch an und fällt dann erst allmählich ab.

Dieser Effekt wurde auch bei der Warmlagerung in Wasser und in Luft mit anderen Grundbahnen und anderem Strukturmaterial beobachtet. Zum Vergleich seien dazu die Untersuchungen an drei weiteren Proben (BAM-Probennummer 189, 198, 240) aus strukturierten Dichtungsbahnen der Firma GSE erwähnt.

Die Untersuchungen an der Probe 189, bei der allerdings nicht bekannt ist, um welches Strukturmaterial es sich handelt, bietet die Möglichkeit das Verhalten der Oxidationsstabilität des Strukturmaterials bei der Warmlagerung (80 °C) über sehr lange Zeit im Wasser zu prüfen. Der Ausgangswert des Strukturmaterials betrug hier allerdings nur 4 min, gemessen bei 150 °C im Cu-Tiegel, bei der Mess-temperatur von 180 °C war kein OIT-Wert zu ermitteln. Der Ausgangswert der Dichtungsbahn war 32 min bei 200 °C im Cu-Tiegel. Nach einer Lagerung von 1 504 Tagen war der OIT-Wert des Strukturmaterials Null und die der Dichtungsbahn betrug nur noch 1 min. Dennoch war bei der Inaugenscheinnahme keine merkliche Veränderung der Haftung (Abkratzen mit dem Spatel) festzustellen.

Bei der Probe mit der BAM-Probennummer 198 handelt es sich um eine strukturierte Dichtungsbahn, deren Grundbahn aus dem Werkstoff Dowlex 2342 M, einem für BAM-zugelassenen Dichtungsbahnen häufig verwendeten Material, gefertigt wurde und deren Strukturpartikel durch Versprühen des Materials Vestolen A 3512 R entstanden waren. Die Probe 198 wurde im Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung bei 120 °C über 167 Tage gelagert. Der Ausgangs-OIT-Wert der Grundbahn war (42 ± 8) min ( $T_{Mess} = 200\text{ °C}$ , Cu-Tiegel), der des Strukturmaterials (11 ± 1) min ( $T_{Mess} = 180\text{ °C}$ , Cu-Tiegel). Nach der Warmlagerung war der OIT-Wert der Grundbahn auf (8 ± 1) min abgefallen. Der OIT-Wert des Strukturmaterials lag dagegen immer noch bei (13 ± 2) min. Die Ergebnisse der Lagerung im Wasserbad bei 80 °C zeigt Abbildung 2.12. Auch hier wird wie in Abbildung 2.11 deutlich, dass der sehr hohe OIT-Wert der Grundbahn stetig abnimmt, während der geringe OIT-Wert der Struktur zunächst ansteigt und erst wieder abnimmt, wenn der OIT-Wert der Grundbahn ein ähnliches Niveau erreicht hat. Man beachte, dass der bei 200 °C gemessene OIT-Wert der Grundbahn mit dem Faktor 4 multipliziert wurde, um in etwa mit dem bei nur

<sup>12)</sup> Müller, W. und Jakob, I.: Comparison of Oxidation Stability of various Geosynthetics. In: Proceedings of the Second European Geosynthetics Conference. Cancelli, A., Cazzuffi, D. und Soccodato, C. (Hrsg.). Bologna: Pàtron Editore 2000.

Bestimmung der Oxidationsstabilität an Dichtungsbahn Nr. 198 nach Lagerung bei 80 °C in Wasser

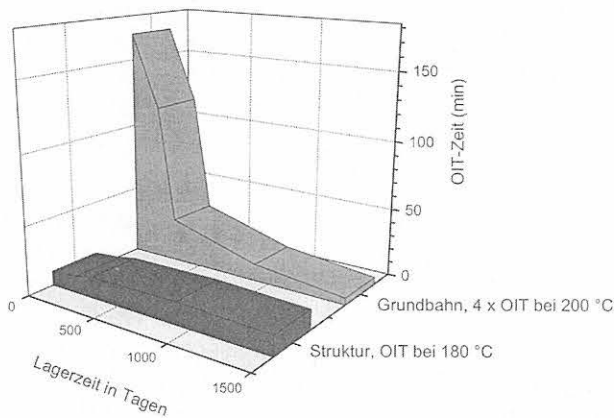


Abb. 2.12: Veränderung der OIT-Werte von Struktur und Grundbahn bei der Lagerung in 80 °C heißem Wasser. Der OIT-Wert der Grundbahn wurde bei 200 °C im Cu-Tiegel gemessen, der OIT-Wert des Strukturmaterials bei nur 180 °C im Cu-Tiegel. Zur übersichtlicheren Darstellung wurde daher der OIT-Wert der Dichtungsbahn mit dem Faktor 4 multipliziert.

180 °C gemessenen OIT-Wert der Strukturpartikel vergleichbar zu sein.

Vom Süddeutschen Kunststoffzentrum (SKZ) waren im Auftrag der Firma GSE ebenfalls Warmlagerungen an strukturierten Dichtungsbahnen durchgeführt worden. Die strukturierte Dichtungsbahn war aus der Formmasse Vestolen A 3 512 R hergestellt und mit diesem Material auch besprüht worden. Die detaillierten Angaben zu den Proben (BAM-Probennummer 240) können dem Prüfbericht des SKZ entnommen werden<sup>13</sup>. Die Proben wurden am SKZ im Wärmeschrank bei Umluftbetrieb und Lagerungstemperaturen von 110 °C und 120 °C gelagert. Dabei wurden regelmäßig Proben entnommen und die mechanischen Kennwerte im Zugversuch nach DIN EN ISO 527-3 ermittelt. Bei der Lagerungstemperatur von 110 °C wurde über den gesamten Versuchszeitraum von 330 Tagen keine wesentliche Änderung in den mechanischen Kennwerten beobachtet. Bei einer Lagerungstemperatur von 120 °C zeigt sich dagegen nach 220 Tagen eine signifikante Abnahme der Bruchdehnung, die schließlich nach 330 Tagen auf nur noch zehn Prozent des Ausgangswertes abgefallen war.

An den über 330 Tage wärmegealterten Proben wurden dann Scherkastenversuche zur Ermittlung der Reibungsparameter im Auflastbereich zwischen 50 und 200 kPa durchgeführt<sup>14</sup>. Zum einen wurde als Reibungspartner ein sogenannter „CEN-Normsand“ nach DIN EN 196-1, verwendet, zum anderen ein PE-HD-Vlies, Typ D 1 200, der Firma Huesker Synthetics. Die Reibungsfläche war 30 x 30 cm<sup>2</sup>, die Schergeschwindigkeit betrug 1 mm/min. Die Versuche wurden so gefahren, dass die Grenzfläche unter Wasser stand. Die Tabelle 2.3 zeigt die Ergebnisse.

Tabelle 2.3: Ergebnisse für die Reibungsparameter an einer in Luft wärmegealterten strukturierten Dichtungsbahn (BAM-Probennummer 240).

Probe	Reibungs-partner	Reibungs-winkel (°)	Adhäsion (kPa)
Ausgangsmaterial	Sand	32	4
330 Tage bei 110 °C		32	13
330 Tage bei 120 °C		31	6
Ausgangsmaterial	Vlies	26	9
330 Tage bei 110 °C		28	8
330 Tage bei 120 °C		28	8

An diesen Proben wurden an der BAM ebenfalls OIT-Messungen durchgeführt, einmal im Cu-Tiegel bei 180 °C und zum anderen im Al-Tiegel bei 210 °C. Die folgende Tabelle 2.4 zeigt die OIT-Werte für die Grundbahn und für das Strukturmaterial:

Tabelle 2.4: Ergebnisse für die OIT-Werte von Grundbahn und Strukturmaterial an einer in Luft wärmegealterten strukturierten Dichtungsbahn (BAM-Probennummer 240)

Probe	Cu-Tiegel bei $T_{Mess} = 180\text{ °C}$		Al-Tiegel bei $T_{Mess} = 210\text{ °C}$	
	Grundbahn	Struktur-material	Grundbahn	Struktur-material
Ausgangsmaterial	180 ± 60 min	26 ± 8 min	45 ± 6 min	14 ± 1 min
330 Tage bei 110 °C	13 ± 1 min	16 ± 2 min	4 ± 1 min	4 ± 1 min
330 Tage bei 120 °C	0	0	0	0

Die Warmlagerung an Luft und im Wasserbad bestätigen daher den Befund, der in den Zeitstand-Scherversuchen gefunden worden war. Der Effekt eines über lange Zeit stabilen OIT-Wertes der Strukturpartikel ist bei unterschiedlichen Grundbahnen, unterschiedlichen Strukturmaterialien und unterschiedlich hohen Prüfungstemperaturen in Luft und im Wasser zu beobachten. Wie dieser Effekt sich aber zu niedrigen Temperaturen hin entwickelt, ist experimentell noch nicht geklärt.

Deutlich anders ist die Veränderung der Oxidationsstabilität in der Bewitterungsprüfung. Die Prüfung wurde an der Probe 259 durchgeführt. Nach der Prüfnorm DIN EN 12 224 wird als Lichtquelle eine UV-Leuchtstofflampe oder UV-Leuchtstofflampenkombinationen verwendet.

Die spektrale Verteilung der Bestrahlungsstärke ist in der Norm genau vorgegeben. Die Bewitterung erfolgt in Nass-/Trockenzyklen. Jeder Zyklus besteht aus einer fünf Stunden dauernden Trockenperiode mit einer Schwarzstandard-Temperatur von (50 ± 3) °C bei einer Luftfeuchtigkeit von (10 ± 5) Prozent und einer einstündigen Besprühung mit Wasser bei einer Schwarzstandard-Temperatur von (25 ± 3) °C.

<sup>13</sup> Prüfzeugnis Nr. 34687/98 vom 08.02.1999 des Süddeutschen Kunststoffzentrums

<sup>14</sup> Prüfbericht vom 15.06.1999, Probenmaterial der Fa. GSE, Hamburg, Untersuchung zum Reibungsverhalten zwischen Kunststoffdichtungsbahn und Sand sowie zwischen Kunststoffdichtungsbahn und Vlies, der Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement, Prof. Dr. rer. nat. Urban, Dipl.-Ing. Hilmer mbH (IGU)

Der Ausgangswert der Oxidationsstabilität von Strukturmaterial und Dichtungsbahn waren  $(5,6 \pm 0,9)$  min ( $T_{Mess} = 180$  °C, Al-Tiegel) bzw.  $(47,8 \pm 0,6)$  min ( $T_{Mess} = 210$  °C, Al-Tiegel). Nach 323 Stunden Bewitterung war der OIT-Wert des Strukturmaterials stark abgefallen:  $(1,7 \pm 0,8)$  min ( $T_{Mess} = 180$  °C, Al-Tiegel), danach wurde nur noch eine sehr geringe Oxidationsstabilität gemessen: ca. 0,5 min. Der OIT-Wert der Grundbahn hatte sich dagegen nur relativ wenig verändert. Nach 1500 Stunden Bewitterung betrug er noch  $(37,7 \pm 1,5)$  min ( $T_{Mess} = 210$  °C, Al-Tiegel). Bei der in Augenscheinnahme und beim Abkratzen schien das Strukturmaterial jedoch auch nach der 1 500 Stunden langen Bewitterung noch gut zu haften. Es waren so jedenfalls keine Auffälligkeiten festzustellen. Nach der Bewitterung wurden die Proben in den Scherzeitstand eingebaut und dann auch an diesen Proben die oben beschriebenen Zeitstand-Scherversuche durchgeführt. Diese Versuche laufen noch. UV-Strahlung scheint der Oxidationsstabilität des Strukturmaterial also zunächst stark zuzusetzen. Vielleicht erklärt sich damit auch der Unterschied zwischen dem OIT-Wert des Strukturmaterials der im Werk entnommenen Proben 229 und dem deutlich geringeren OIT-Wert der auf einer Baustelle entnommenen Probe 189.

## 2.3 Bestimmung der Reibungsparameter an den im Autoklaven gealterten Proben

Bei der Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement (IGU)<sup>15)</sup> wurden an den im Autoklaven gealterten Proben Scherkastenversuche zur Bestimmung der Reibungsparameter durchgeführt, und zwar an den Probenplättchen aus der Dichtungsbahn 229/3, siehe dazu *Tabelle 1.2 und 1.3*. Das Verfahren der oxidativen Beanspruchung im Autoklaven wird ausführlich im *Teil 3.3* beschrieben. Die Ergebnisse der Autoklaven-Alterung an den anschließend im Scherkastenversuch untersuchten Proben wird im *Teil 3.4* diskutiert. Die Versuche wurden im trockenen Zustand bei einer Auflast von 20 kN/m<sup>2</sup>, 40 kN/m<sup>2</sup> und 60 kN/m<sup>2</sup> in einem Rahmenschergerät mit einer Reibungsfläche von 10 x 10 cm<sup>2</sup> durchgeführt. Reibungspartner war dabei ein PP-Vlies HaTe B 1200 O der Firma Huesker Synthetic in Gescher mit einem Flächengewicht von 1 200 g/m<sup>2</sup>, also jener Vliestyp, der auch in den Zeitstand-Scherversuchen verwendet worden war. Die Versuche wurden mit einer Schergeschwindigkeit von 0,167 m/s gefahren. Vor und nach den Scherversuchen wurde die flächenbezogene Masse bestimmt und daraus der Masseverlust an Strukturmaterial errechnet.

Die erste Probenserie war 31 Tage im Autoklaven gelagert worden. Die Ergebnisse der Scherkastenversuche an dieser Serie zeigt die *Tabelle 2.5*. Im Scherversuch wurde Strukturmaterial heruntergerieben: Der Mittelwert des Masseverlustes während der Scherung betrug 0,05 g, also etwa 10 Prozent des Strukturmaterials. Dabei wurde kei-

ne Abhängigkeit des Masseverlustes von der Auflast beobachtet. Der Wert liegt im Bereich des Masseverlustes, wie er schon während der Alterung im Autoklaven aufgetreten war, dort waren es nämlich ca. 6 Prozent des Strukturmaterials, was absolut etwa 0,03 g (siehe *Abbildung 3.7*) entspricht. Insgesamt gingen im gesamten Versuchsprogramm (Autoklaven-Lagerung und Scherkastenversuch) also knapp 0,10 g oder rund 16 Prozent des Strukturmaterial verloren.

Die zweite Probenserie war 40 Tage im Autoklaven gelagert worden. Die Ergebnisse der Scherkastenversuche an diesen Proben zeigt die *Tabelle 2.6*. Der Mittelwert des Verlustes an Strukturmaterial während der Scherung betrug hier 0,15 g, also etwa 27 Prozent des Ausgangsmaterials. Auch dies liegt im Bereich des Masseverlustes, wie er schon während der Alterung im Autoklaven aufgetreten war, nämlich ca. 25 Prozent des Strukturmaterials, also etwa 0,13 g (siehe *Abbildung 3.7*). Insgesamt ging unter diesen Versuchsbedingungen also maximal etwa bis zur Hälfte des Strukturmaterials verloren.

### 2.3.1 Diskussion der Ergebnisse aus Scherkastenversuchen

Man liest aus der *Abbildung 2.13* ab, dass bei einer Auflast von 50 kN/m<sup>2</sup> die Haftreibung für die 31 Tage gealterten Proben 33 kN/m<sup>2</sup> beträgt, für die 41 Tage gealterten Proben hingegen nur 25 kN/m<sup>2</sup>. Die Haftreibung fällt also nach Verlängerung der Autoklaven-Lagerung von über 33 kN/m<sup>2</sup> auf 25 kN/m<sup>2</sup> ab. Zum Vergleich wurde in einem Scherkastenversuch mit ähnlichen Prüfparametern, bei denen die Grenzfläche allerdings unter Wasser stand, an einer neuen Probe aus der Dichtungsbahn 229/4 eine Haftreibung von 32,5 kN/m<sup>2</sup> bei 50 kN/m<sup>2</sup> Auflast gemessen<sup>16)</sup>.

*Tabelle 2.5: Masseverlust und Haftreibung im Scherkastenversuch mit den über 31 Tage im Autoklaven gelagerten Plättchen. Die Haftreibung ist dabei ermittelt als Maximalwert der Messkurve im Scherspannung-Scherweg-Diagramm. Die Reibungswinkel und die Adhäsion wurde aus der Ausgleichsgeraden an die Datenpunkte im Scherspannung-Auflast-Diagramm ermittelt, siehe *Abbildung 2.13*. Als Daten dienten dabei die Mittelwerte der Haftreibungen für jede Auflaststufe.*

Auflast (kN/m <sup>2</sup> )	Plattennummer	Masseverlust Strukturmaterial (g)	Haftreibung (kN/m <sup>2</sup> )	Reibungswinkel (°)	Adhäsion (kN/m <sup>2</sup> )
20	1	-0,028	19	30 ± 1	4,3 ± 0,6
	10	-0,040	16		
	20	-0,067	14		
40	2	-0,077	25		
	11	-0,065	27		
	21	-0,041	30		
60	6	-0,051	40		
	14	-0,048	45		
	25	-0,033	32		

<sup>15)</sup> Prüfbericht, Projekt 97024 vom 01.03.2001, Ergänzende Untersuchungen zum Reibungsverhalten unterschiedlich gealterter Kunststoffdichtungsbahnen Typ DRS der GSE Lining Technology GmbH, 2. Bericht, der Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement, Prof. Dr.-Ing. Salomo, Prof. Dr. rer. nat. Urban, Dipl.-Ing. Hilmer mbH (IGU).

Tabelle 2.6: Masseverlust und Haftreibung im Scherkastenversuch mit den über 40 Tage im Autoklaven gelagerten Plättchen. Die Haftreibung ist dabei ermittelt als Maximalwert der Messkurve im Scherspannung-Scherweg-Diagramm. Die Reibungswinkel und die Adhäsion wurde aus der Ausgleichsgeraden an die Datenpunkte im Scherspannung-Auflast-Diagramm ermittelt, siehe Abbildung 2.13. Als Daten dienten die Mittelwerte der Haftreibungen für jede Auflaststufe.

Auflast (kN/m <sup>2</sup> )	Plattennummer	Masseverlust Strukturmaterial (g)	Haftreibung (kN/m <sup>2</sup> )	Reibungswinkel(°)	Adhäsion (kN/m <sup>2</sup> )
20	3	-0,127	13	22 ± 2	5,6 ± 0,6
	5	-0,135	14		
	8	-0,113	14		
40	2	-0,135	20		
	15	-0,145	20		
	17	-0,154	24		
60	19	-0,167	28		
	22	-0,175	32		
	23	-0,167	29		

Auch wenn die Reibungsparameter von Versuchen mit trockener und nasser Reibungsfläche nicht ohne weiteres verglichen werden dürfen, so liegen die Reibungsparameter der über 31 Tage gealterten Probe wohl noch im Bereich des ungealterten Materials. Bei einer Lagerung von 41 Tagen ist jedoch schon ein deutlicher Abfall in der Reibungskraft aufgetreten. Der Verlust an Strukturmaterial erhöht sich dabei von ca. 16 Prozent auf bis zu 50 Prozent. Der *Abbildung 3.6* kann man entnehmen, dass die Festigkeit der Dichtungsbahn nach etwa 20-30 Tagen Autoklaven-Lagerung abzunehmen beginnt. Zu diesem Zeitpunkt ist zwar schon Strukturmaterial verloren gegangen, die Reibungsparameter dieser Proben sind jedoch noch relativ hoch, erst danach fallen dann die Reibungsparameter, wie auch die Festigkeit der Grundbahn stark ab.

In den Zeitstand-Scherversuchen, die ja unter Wasser durchgeführt wurden, muss zum Zeitpunkt des Versagens die Haftreibung vom Ausgangswert (rund 32 kN/m<sup>2</sup>) auf 18,6 kN/m<sup>2</sup> abgesunken sein. Bei einer Böschungsneigung von 1:2,5 entspricht eine Auflast von 50 kN/m<sup>2</sup> gerade einer Scherspannung von 18,6 kN/m<sup>2</sup> = 50 kN/m<sup>2</sup> x sin (21,8°). Bei den Proben 229/1 und 229/2 trat dieser Fall ein, wenn rund 35 Prozent der Strukturpartikel die Haftung zur Grundbahn verloren hatten, siehe *Abbildung 2.6*.

Auch wenn man die Daten wegen der unterschiedlichen Bedingungen, Kurzzeit-Scherversuch versus Langzeit-Scherversuch, Proben 229/1 und 229/2 versus 229/3, trockener Zustand in der Grenzfläche versus nasse Grenzfläche, nicht direkt vergleichen kann, so zeigt sich dennoch, dass ein Verlust des Strukturmaterials, sei es durch mangelnde Haftung oder Spannungsrisssbildung im Zeitstand-Scherversuch, sei es durch oxidative Alterung im Autoklaven, zu einer erheblichen Reduzierung der Haftreibung und des Reibungswinkels führt.

In der *Abbildung 2.13* ist dieser Sachverhalt für die Scherkastenversuche nochmals grafisch dargestellt. Bei den Kurzzeit-Scherversuchen im Scherkasten scheint die Reibungskraft bei einem bestimmten Masseverlust an Strukturmaterial jedoch noch deutlich größer zu sein als im Zeitstandscherversuch.

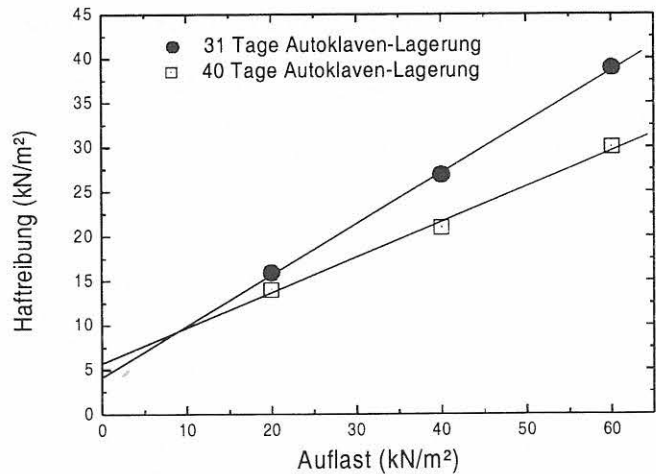


Abbildung 2.13: Scherspannung-Auflast-Diagramm für die maximale Scherspannung, gemittelt aus drei Einzelversuchen bei einer Auflast, für Proben, die über 31 Tage und 40 Tage im Autoklaven gealtert wurden. Gezeigt werden außerdem die Ausgleichsgeraden an die Datenpunkte. Die zugehörigen Reibungsparameter sind in den Tabellen 2.5 und 2.6 angegeben

<sup>19</sup> Ingenieurgesellschaft für Geotechnik und Umweltmanagement, Prof. Dr. Salomo und Partner (IGU), Schreiben der vom 19.04.2000



### 3 Oxidative Alterung in Autoklaven

(H. F. Schröder, H. Bahr und G. Kneip)

#### 3.1 Aufgabenstellung

Den Autoklavenversuchen lagen die folgenden Teilaufgaben zu Grunde:

1. Es sollten geeignete Vorrichtungen und Versuchsbedingungen zur Realisierung eines definierten, reproduzierbaren Alterungszustandes entwickelt werden. Dies wurde realisiert durch die beschleunigte oxidative Alterung von Probenkörpern der vorgelegten strukturierten Dichtungsbahnen im wässrigen Milieu in einem geheizten Autoklaven unter erhöhtem Sauerstoffdruck. Es wurden hierzu nach verschiedenen Lagerungen im Autoklaven die Unterschiede im Ausmaß der Schädigung von Grundbahn und Struktur durch Ermittlung der mechanischen Kenngrößen der Grundbahn (Bruchkraft und -dehnung im Zugversuch) einerseits, und andererseits durch Messung des Verlustes von Strukturpartikeln untersucht.

2. Es sollte untersucht werden, ob a) unter stark oxidierenden Bedingungen im Autoklaven die Schädigung der Strukturpartikel rascher erfolgt als die Schädigung der Grundbahn und ob b) sich eine eventuell raschere Schädigung der Struktur ungünstig auf das Reibungsverhalten auswirkt. Hierzu wurde das folgende Kriterium entwickelt: Als charakteristisches Merkmal für den reproduzierbaren Beginn der oxidativen Schädigung der Grundbahn unter den gewählten Versuchsbedingungen wurde ein Verlust der Bruchkraft bzw. Bruchdehnung von etwa 20 Prozent festgelegt. Es wurden Proben diesem Kriterium entsprechend im Autoklaven oxidiert. Anschließend wurde die Auswirkung der Schädigung des Strukturmaterials auf das Reibungsverhalten in Kurzzeit-Scherversuchen beurteilt. Die Kurzzeit-Scherversuche wurden durch die IGU (Prof. Salomo) durchgeführt, siehe dazu Abschnitt 2.3.

#### 3.2 Versuchsmaterialien

Es wurden Untersuchungen an den Materialien Nr. 3 und 4 (siehe *Tabelle 1.2*) durchgeführt. Diese Materialien sind im Teil 1 näher beschrieben.

#### 3.3 Durchführung der Untersuchungen

Es soll ein fortgeschrittener Alterungszustand hergestellt werden, bei dem bereits mechanische Eigenschaften der Grundbahn betroffen sind. Da unter atmosphärischen Bedingungen bekanntlich bei erhöhten Temperaturen leicht Prüfzustände erzielt werden, bei denen eine unrealistische Oxidation nur an der Oberfläche der Probe wegen limitierender Sauerstoffdiffusion erzielt wird, wurde die Oxidation bei 80 °C und 20 bar Sauerstoff durchgeführt.

Die Probe befand sich dazu in einem kontinuierlich durchmischten, wässrigen Medium bei konstantem pH-Wert. Dadurch war während des Versuchs eine gleichbleibende Umgebung der Probe gewährleistet. Der hohe Sauerstoffdruck sorgt dafür, dass in der Probe kein merklicher Sauerstoffgradient auftritt. Damit ist der Oxidationsvorgang weitgehend unabhängig von der Dicke des Materials. Dies sollte auch unter den zu simulierenden Vorgängen bei deutlich tieferen Einsatztemperaturen der Fall sein, da dann die Oxidationsgeschwindigkeit sehr niedrig ist. Zusätzlich zu der Zeitraffung durch Sauerstoffdruck und Temperatur tritt durch Extraktion von Stabilisatoren eine Beschleunigung des Alterungsvorganges ein. Dieser letzte Vorgang ist von der Probenoberfläche abhängig. Er sollte bei isotropen Werkstoffen der Größe der Oberfläche proportional sein.

Das Prüfverfahren befindet sich derzeit in der Normung im Stadium pr ISO 13 438 (2001). Erfahrungen mit dem Verfahren wurden veröffentlicht<sup>17)</sup>. Als ein verwandter Vorgänger des Verfahrens kann die DIN 53 508, *Abschnitt 5.5* angesehen werden.

Aus Zeitgründen war die systematische Untersuchung des zeitraffenden Effekts von Temperatur, Sauerstoffdruck und Lagermedium für die zu untersuchenden Materialien nicht möglich. Statt dessen wurden aufgrund vorliegender Erfahrungen geeignete Alterungsbedingungen (z. B. 80 °C, 20 bar Sauerstoff) festgelegt, unter denen in vertretbaren Zeiträumen deutliche Veränderungen der mechanischen Eigenschaften erzielt werden sollten.

Bei diesen Versuchsbedingungen wurde dann die Änderung der Zugfestigkeitseigenschaften Bruchkraft und Bruchdehnung der Dichtungsbahn sowie der Masseverlust der Proben als Funktion der Lagerdauer untersucht.

Die Versuche wurden in einer von der BAM gebauten Autoklavenanlage (*Abb. 3.1*) durchgeführt. Hierbei galten folgende Versuchsbedingungen:

<b>Temperatur</b>	80 °C
<b>Lagermedium<sup>1)</sup></b>	0,01 mol/l NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> in Wasser, bei 20 °C eingestellt mit 1 N NaOH auf pH = 7,
<b>Verhältnis Probenmasse/Masse des Mediums</b>	>1:20
<b>Dampfraum oberhalb des Mediums</b>	> 20 % des Mediumvolumens
<b>Prüfgas</b>	Sauerstoff 5.0 (Reinheit 99,999 %)
<b>Druck</b>	20 bar

<sup>1)</sup> Bei den Vorversuchen wurde vergleichend als weiteres Medium 0,01 mol/l NaHCO<sub>3</sub> in Wasser, eingestellt mit 1 N NaOH auf pH = 10, eingesetzt.

<sup>17)</sup> Schröder, H. F., Bahr, H., Lorenz, E.: "Kunststoffe in der Geotechnik", München März 1997, Sonderheft der Geotechnik (1997) S. 177, Schröder, H.F., Bahr, H., Herrmann, P., Kneip, G., Lorenz, E., Schmuecking I.: "Proceedings of the Second European Geosynthetic Conference", Bologna, 15-18 October 2000, Volume 1, Ed. by Patron Editore, I-40050 Bologna, 459 pp H.F.Schröder (BAM VI.1), E. Zeynalov (ICPC, Baku), B. Ladeur (Amoco-BP), H. Bahr (BAM VI.1), P. Herrmann (BAM II.43), G. Kneip, E. Lorenz, I. Schmuecking (all BAM VI.1) : "11 th Int. Techtexil-Symposium 2001 for Technical Textiles, Nonwovens and Textile-Reinforced Materials", 23 - 26 April 2001, Frankfurt a. M., CD-ROM, contribution No. 436

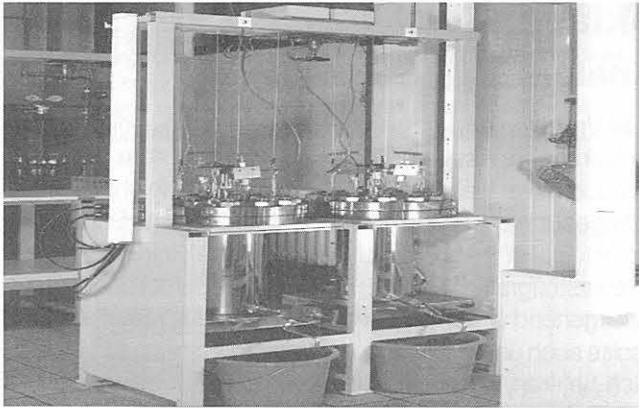


Abb. 3.1: Fotografien von zwei Autoklaven und den Peripheren Geräten für die Versuche bei erhöhtem Sauerstoff

Die Proben wurden im Autoklaven in speziellen Probenhalterungen vertikal bei allseitig freiem Zutritt des flüssigen Mediums gelagert. Zur Verbesserung der Temperaturverteilung wurde das Lagermedium umgewälzt (Magnetrührer). Den prinzipiellen Aufbau eines Autoklaven zeigt *Abbildung 3.2*.

### 3.3.1 Untersuchung der Zugfestigkeitseigenschaften

Die Zugversuche wurden bei allen Proben nach DIN EN ISO 527-2 (Ausgabe Juli 1996) durchgeführt. Im Einzelnen wurden folgende Prüfbedingungen gewählt.

<b>Prüfgerät</b>	elektronische Universalprüfmaschine Typ 1 445 der Fa. Zwick
<b>Probekörper</b>	Typ 5A
<b>Prüfgeschwindigkeit</b>	50 mm/min
<b>Prüfrichtung</b>	quer zur Extrusionsrichtung
<b>Dehnungsmessung</b>	Traversenweg
<b>Anzahl der Probekörper</b>	7-10

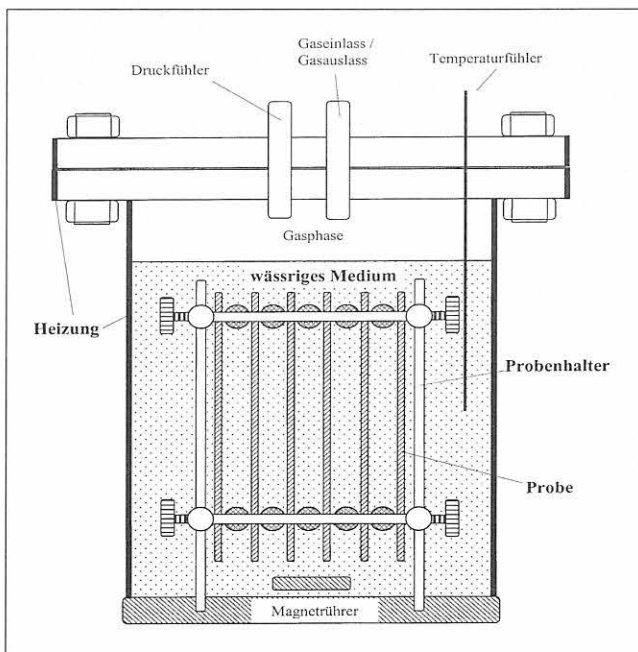


Abb. 3.2: Schemazeichnung des Autoklaven mit der Erläuterung der einzelnen Bauteile.

### 3.3.2 Masseverlust der Proben

Die Masse der Proben wurde vor und nach der Lagerung bestimmt und die prozentuale Abnahme ermittelt. Zusätzlich wurde näherungsweise der prozentuale Verlust an Strukturmaterial ermittelt. Hierzu wurde der relative Masseverlust der gelagerten Proben in Beziehung gesetzt zum relativen Masseanteil des Strukturmaterials im Ausgangszustand. Dabei setzt die Berechnung voraus, dass der Masseverlust der gelagerten Proben ausschließlich durch den Verlust an Strukturmaterial entstanden ist. Die Ergebnisse sind in *den Abbildung 3.7 und 3.10* dargestellt.

## 3.4 Ergebnisse der Untersuchungen

### 3.4.1 Vorversuche

Es wurden Vorversuche zur Festlegung geeigneter Versuchsparameter (Temperatur, Druck) und zur Reproduzierbarkeit der Versuche durchgeführt, auf die hier nicht in allen Einzelheiten eingegangen wird. Exemplarisch werden hier aber die Ergebnisse der Untersuchung des Einflusses zweier Lagermedien vorgestellt. Als wässrige Lagermedien wurden

- 0,01 mol/l Natriumhydrogencarbonatlösung ( $\text{NaHCO}_3$ ), eingestellt auf pH = 10, sowie
- 0,01 mol/l Natriumdihydrogenphosphatlösung ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ) eingestellt auf pH = 7

verwendet. Die erste Lösung ist ein Lagermedium zur Simulation des Einflusses alkalischer Bodenwässer. Die zweite Lösung simuliert neutrales Bodenwasser. Beide verwendeten Salze haben einen Puffereffekt (Konstanthaltung des pH-Wertes). Ein Einfluss der Medien ist durch deren eluierende Wirkung und deren Wirkung auf Zwischenprodukte des oxidativen Abbaus denkbar.

Die *Abbildungen 3.3 und 3.4* zeigen, dass jeweils nach einer Induktionsphase, bei der innerhalb der Fehlergenauigkeit kein Abfall der Bruchkraft bzw. -Dehnung nachweisbar ist, eine deutliche Minderung dieser Eigenschaften auftritt. Dieses Phänomen wird bekanntlich so gedeutet, dass in der Induktionsphase ein Verbrauch der Stabilisatoren stattfindet.

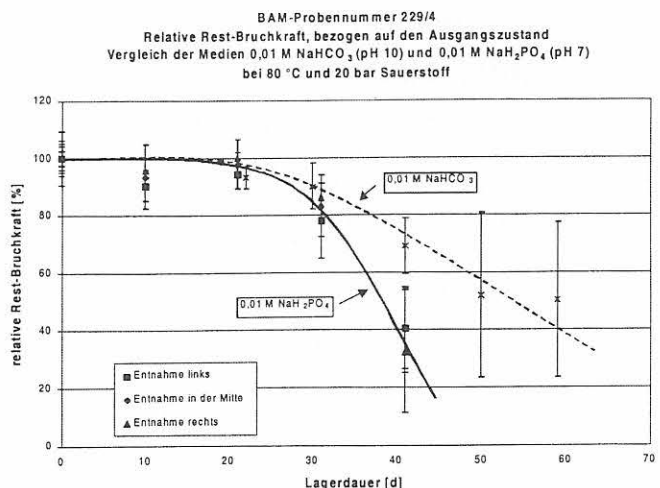


Abb. 3.3: Relative Bruchkraft über Lagerungsdauer für verschiedene Medien und Entnahmepositionen

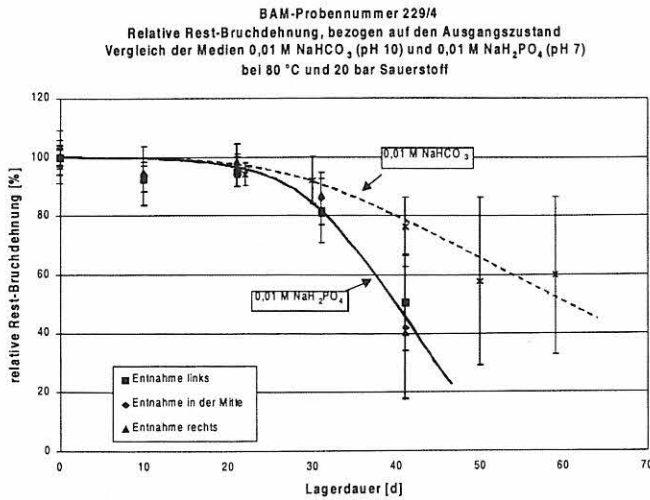


Abb. 3.4: Relative Bruchkraft über Lagerungsdauer für verschiedene Medien und Entnahmepositionen

Sobald die kritische schützende Stabilisatorkonzentration unterschritten ist, setzt der molekulare Abbau durch Oxidation ein und führt zur Verminderung der mechanischen Eigenschaften. Die Abbildungen zeigen weiterhin, dass ein Einfluss des Mediums besteht. Hier soll die Ursache für den Unterschied nicht näher untersucht werden. Denkbar ist z. B. eine unterschiedliche Extraktionswirkung des Mediums.

Da als Kriterium für die Beendigung des Versuchs eine Minderung von 20 Prozent der Festigkeitseigenschaften herangezogen werden sollte, wurde in Abstimmung mit den Forschungspartnern das rascher arbeitende Phosphatmedium für die weiteren Versuche ausgewählt.

Schließlich enthalten die beiden Diagramme noch das Ergebnis einer Homogenitätsuntersuchung am hier untersuchten mittleren Streifen der Dichtungsbahn.

Die aus diesem Streifen aus linker, mittlerer und rechter Position entnommenen Norm-Probekörper liegen in den Diagrammen jeweils dicht benachbart. Dies lässt darauf schließen, dass die Materialkomponenten, die für die oxidative Beständigkeit des Materials BAM 229/4 verantwortlich sind, ausreichend homogen in dem Materialabschnitt verteilt sind.

### 3.4.2 Untersuchung des Alterungseffekts als Funktion der Lagerdauer

Die Untersuchungen wurden unter den vorgenannten Versuchsbedingungen an den Dichtungsbahnen mit den Probennummern BAM 229/3 und BAM 229/4 jeweils aus der Position Mitte durchgeführt. Es wurden Norm-Probekörper des Typs 5A nach DIN EN ISO 527-4 eingelagert. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 3.5 bis 3.10 dargestellt.

In den Abbildungen 3.5 und 3.6 bzw. 3.8 und 3.9 sind die Festigkeits-Ergebnisse der Lagerungen von Norm-Probekörpern in Natriumhydrogenphosphat für BAM 229/3 bzw. BAM 229/4 dargestellt und den Ergebnissen von Versuchen gegenübergestellt, bei denen 12 cm x 12 cm Platten des Materials für Scherversuche zunächst in diesem Medium oxidativ beansprucht und erst danach die Norm-Probekörper hergestellt wurden. Es zeigt sich ein deutlicher Einfluss der Probengröße auf den Festigkeitsverlust

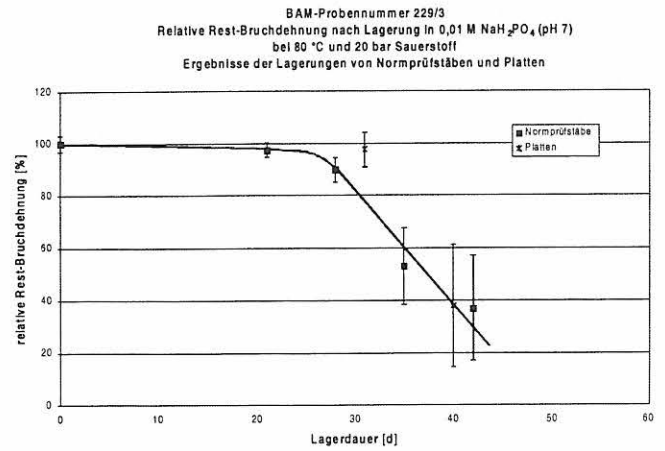


Abb. 3.5: Probe 229/3, relative Bruchdehnung über Lagerungsdauer

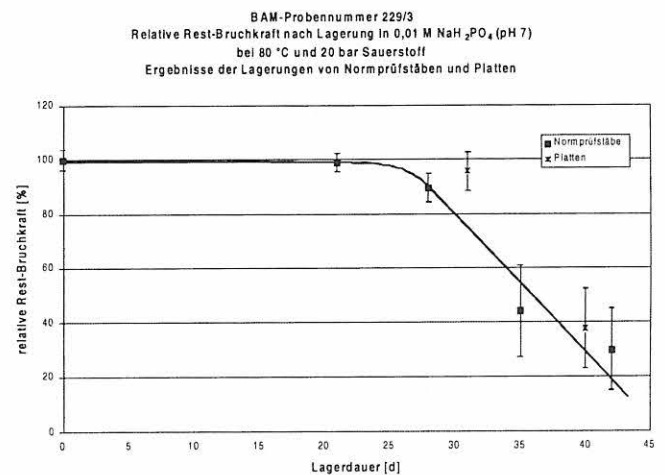


Abb. 3.6: Probe 229/3, relative Bruchkraft über Lagerungsdauer bei der Hochdrucklagerung (verschieden Probenformen).

und den Verlust an Strukturpartikeln besonders am Ende der Induktionsphase. Daraus ist zu schließen, dass für den späteren Vergleich mit den Scherversuchen nur die Ergebnisse an den oxidativ beanspruchten Platten herangezogen werden dürfen.

Die naheliegende Deutung der langsameren Schädigung der Platten ist deren geringere massenbezogene Oberfläche. Dies muss zu einer langsameren Extraktion von Additiven, insbesondere Stabilisatoren führen.

In den Abbildungen 3.7 und 3.10 sind die Masseverluste der Normstäbe und Platten und die zugehörigen Masseverluste an Strukturmaterial dargestellt. Man erkennt, dass diese Massenänderungen eng miteinander verbunden sind. Die hauptsächlichsten Masseverluste ergeben sich offenbar aus dem Verlust an Strukturmaterial.

Die Masseverluste an den Platten korrelieren mit der schon beim Festigkeitsverhalten gefundenen höheren Stabilität der kompakten Plattenproben. Da unter den hier angewandten hohen Sauerstoffkonzentrationen keine Sauerstoffgradienten in den Proben auftreten sollten, ist die konsistente Deutung, dass die höhere Oxidationsbeständigkeit der Plattenproben auf deren langsameren Stabilisatorverlust durch Extraktion bedingt ist. Dabei ist die geringere spezifische Oberfläche der Platten entscheidend. An den Platten liegt in der Tat eine um etwa 25 Prozent niedrigere spezifische Oberfläche als bei den Normstäben vor.

Eine Zusammenstellung aller Ergebnisse erfolgte in *Tabelle 3.1*. Dabei wurde als vereinbarter Kennwert jeweils die Beanspruchungsdauer im Autoklaven bis zur Minderung der Bruchkraft bzw. -Dehnung um 20 Prozent herangezogen. In die Tabelle werden auch die bei diesen Zeiten gefundenen prozentualen Verluste an Strukturmaterial aufgeführt.

Aus diesen Ergebnissen wurden die Lagerdauern von 31 und 40 Tagen für die oxidative Vorbeanspruchung der Platten-Proben für die Prüfung des Scherverhaltens festgelegt.

Diese Zeiten entsprechen an Normstäben aus den gelagerten Platten einem Festigkeitsverlust von etwa 5 Prozent bei 31 Tagen und einem deutlichen Verlust zwischen 40 und 60 Prozent nach 40 Tagen. Die Verluste an Strukturmaterial nach diesen Zeiten betragen nach 31 Tagen etwa fünf Prozent und nach 40 Tagen etwa 20 Prozent. Diese Ergebnisse sind für den Vergleich mit den Scherversuchen interessant. Beim gemessenen Verlust an Strukturmaterial ist zu beachten, dass dabei nur soweit gelockertes Material erfasst wurde, das beim vorsichtigen Abspülen der Proben verloren ging. Der funktionell beim Scherversuch nicht mehr wirksame Anteil ist sicher höher anzusetzen.

Bei den direkt gelagerten Normstäben waren nach diesen Zeiten Festigkeitsverluste von etwa 20 Prozent nach 31 Tagen und 60 Prozent nach 40 Tagen und entsprechen höhere Verluste an Strukturmaterial beobachtet worden. Diese Probenform gibt daher nur unter Berücksichtigung der Oberflächenverhältnisse brauchbare Aussagen für die Scherproben. Die Diskussion der Scherversuche erfolgt in Abschnitt 2.3.

### 3.4.3 Oxidative Vorbehandlung von Proben für die anschließende Prüfung des Reibungsverhaltens

Aus den Dichtungsbahnen mit den BAM-Probennummern 229/3 und BAM 229/4 wurden Platten von 12 cm x 12 cm entnommen und getrennt nach Materialien für 31 bzw. 40 Tage wie vorher beschrieben in den Autoklaven immersionsgelagert. Zur Überprüfung des Alterungseffekts wurde der Masseverlust der Proben bestimmt. Weiterhin wurden aus einigen der Platten nach der Lagerung Norm-Probekörper des Typs 5A nach DIN EN ISO 527-2 gestanzt und im Zugversuch geprüft.

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind vergleichend zu den Untersuchungen unter Abschnitt 3.4.2, bei denen von vornherein direkt Norm-Probekörper des Typs 5 A gelagert und geprüft wurden, ebenfalls in den *Abbildungen 3.5 bis 3.10* aufgetragen.

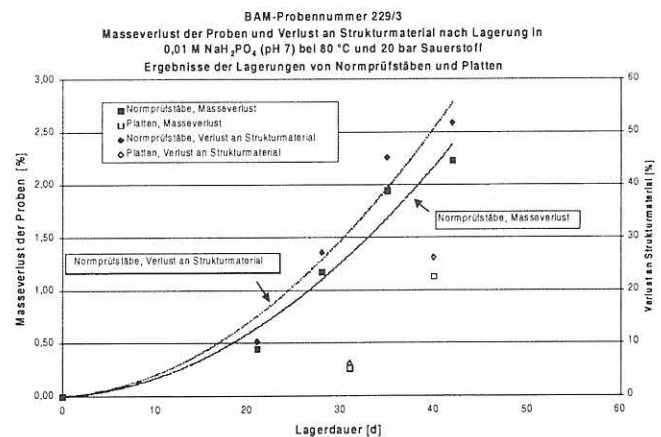
Bei beiden Materialien zeigt sich, dass es bei den Platten signifikant länger dauert, bis die Schädigung beginnt. Die Geschwindigkeit der Schädigungszunahme ist dann beim Material mit der BAM-Probennummer 229/3 etwas höher als beim Material mit der Probennummer BAM 229/4.

Die Verlängerung der Zeit bis zum Beginn einer merklichen Schädigung lässt sich, wie schon vorher erläutert, darauf zurückführen, dass die Platten ein um etwa 25 Prozent geringeres Verhältnis Oberfläche zum Volumen aufweisen als die Normprüfstäbe. Die Extraktion von Additiven, insbesondere der hier interessierenden Antioxidantien, kann für einen isotropen Werkstoff als proportional zur Oberfläche der Probekörper angesetzt werden. Dies kann in erster Näherung hier angesetzt werden. Eine Abhängigkeit der Oxidationsgeschwindigkeit von den Abmessungen ist unter den gewählten Versuchsbedingungen hinsichtlich der Temperatur und dem Sauerstoffdruck jedoch nicht anzunehmen. Auf die Scherkastenversuche an diesen Proben zur Bestimmung der Reibungsparameter wird ausführlich im Abschnitt 2.3 eingegangen. Bei diesem Vergleich sind die Ergebnisse an den Platten bzw. an Normstäben, die erst nach der oxidativen Beanspruchung gestanzt wurden, zugrunde zu legen.

*Tabelle 3.1: Versuchsdauern bis zur Reduzierung der Bruchkraft und -dehnung um 20 Prozent.*

*Gezeigt wird auch der Prozentsatz, um den sich bei den strukturierten Dichtungsbahnen die Masse des anhaftende Strukturmaterials nach diesem Zeitpunkt verringert hat.*

Proben-Bezeichnung	t <sub>20</sub> Bruchkraft [d]	t <sub>20</sub> Bruchdehnung [d]	Verlust an Strukturmaterial bei	
			t <sub>20</sub> Bruchkraft [%]	t <sub>20</sub> Bruchdehnung [%]
229/3	30	31	30	31
229/4	31	32	22	23



*Abb. 3.7: Probe 229/3, Verlust von Strukturmaterial nach der oxidativen Lagerung*

### 3.4.4 Abschließende Wertung der Ergebnisse

Durch beschleunigte Alterung bei erhöhtem Sauerstoffdruck konnten bei 80 °C Alterungszustände der zu untersuchenden Materialien der Probennummern BAM 229/3 und BAM 229/4 reproduzierbar innerhalb von 40 Tagen hergestellt werden, bei denen bereits Schädigungen der mechanischen Kennwerte der Dichtungsbahn auftraten. Dieser Zustand beginnender mechanischer Schädigungen ist nach üblicher Deutung durch den Verbrauch der Antioxidantien des Materials charakterisiert.

Der Beginn der mechanischen Schädigungen wurde mit dem Auftreten von Abminderungen der Bruchkraft bzw. Bruchkraft-Dehnung um 20 Prozent an Normstäben des Typs 5A nach DIN EN ISO 527-2 charakterisiert. Ergänzend wurden die Minderungen der Probenmassen bzw. der Verlust an Strukturmaterial ermittelt.

Es ergab sich, dass der Beginn der Festigkeitsverluste und Strukturmaterialverluste etwa synchron erfolgt. Eine signifikant vorzeitige Schädigung der Haftung der Strukturpartikel war also an den untersuchten Materialien nicht zu beobachten.

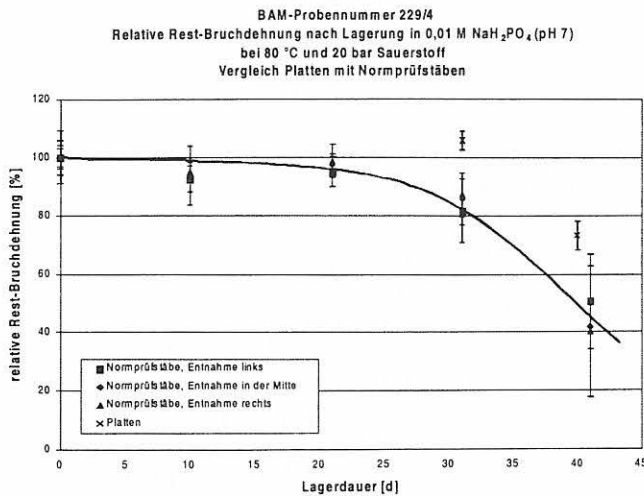


Abb. 3.8: Probe 229/4, relative Bruchdehnung über Lagerungsdauer (verschiedene Entnahmepositionen und Probenformen)

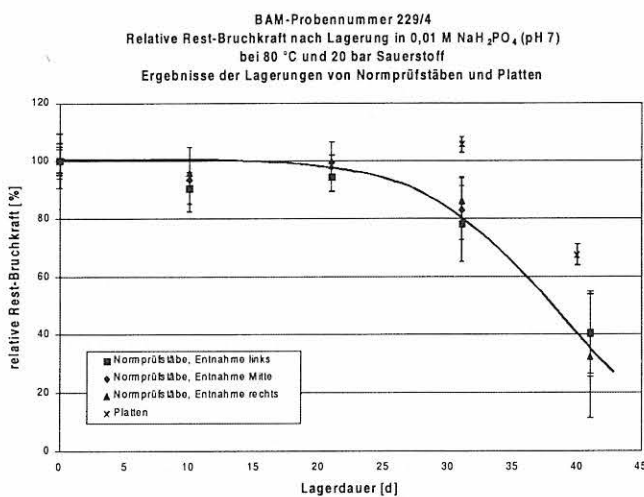


Abb. 3.9: Probe 229/4, relative Bruchkraft über Lagerungsdauer bei der Hochdrucklagerung (verschiedene Entnahmepositionen und Probenformen)

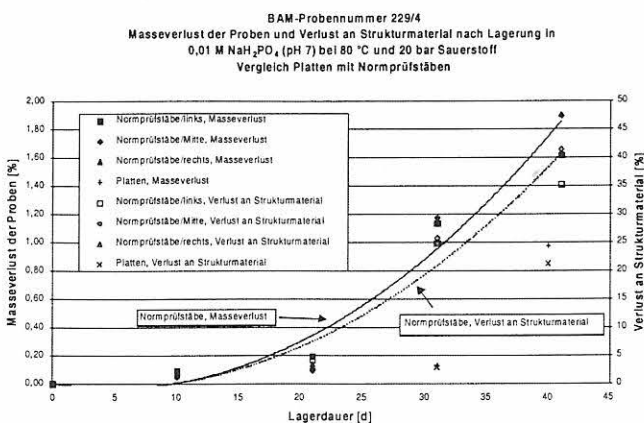


Abb. 3.10: Probe 229/4, Verlust von Strukturmaterial nach der Hochdrucklagerung

## 4 Diskussion der Ergebnisse/Beurteilung (S. Seeger und W. Müller)

### 4.1 Diskussion der Ergebnisse

Ausgangspunkt der Untersuchungen war die Aufgabenstellung für zwei von der Firma GSE für strukturierte Dichtungsbahnen verwendete Strukturmaterialien einen Nachweis der Langzeitscherfestigkeit zu führen. Da sich die Strukturmaterialien beim Herstellungsprozess, bei dem sie unter hoher Temperatur mit hohem Luftdruck versprüht werden, in ihren molekularen Strukturen und ihrer Oxidationsstabilität stark verändern, konnte zunächst nicht ausgeschlossen werden, dass es insbesondere zu einem vorzeitigen oxidativen Abbau der Strukturmaterialien, zu einer Versprödung der Strukturpartikel und dann zum Abreißen unter Scherbeanspruchung kommt. Daneben waren noch andere Versagensmechanismen zu erwägen: Duktiles Versagen, wenn die Verschmelzung der Strukturpartikel mit der Grundbahn keine ausreichende Langzeitfestigkeit besitzt oder Spannungsrissbildung im Bereich der Kontaktflächen.

Zur Lösung dieser Aufgabe wurden Zeitstand-Scherversuche konzipiert, getestet und in Langzeitversuchen eingesetzt. An den Proben aus dem Zeitstand-Scherversuch wurde die Veränderung der Oxidationsstabilität gemessen. Die Versuche wurden durch Warmlagerungsversuche in Luft und Wasser begleitet, an denen zum Vergleich ebenfalls OIT-Messungen durchgeführt wurden. Die Befunde aus diesem Untersuchungsprogramm sind, trotz weiteren wissenschaftlichen Klärungsbedarfs in der Detailinterpretation eindeutig.

**1.** In keinem Fall wurde ein frühzeitiges Verspröden des Strukturmaterials nach Warmlagerung beobachtet. Die OIT-Werte in den Strukturpartikeln steigen sogar allmählich an und sinken erst wieder ab, wenn die zunächst wesentlich höheren OIT-Werte der Grundbahn schon stark reduziert sind. Die Interpretation drängt sich auf, dass die allmähliche Migration von Antioxidantien aus der Grundbahn dazu führt, dass sich der Stabilisator in den auf der Oberfläche haftenden, deutlich niedermolekularen PE-Strukturpartikel anreichert. Diese gewinnen dadurch zunächst an Oxidationsstabilität. Die Grundbahn dient gleichsam als Antioxidantienreservoir für die Strukturpartikel. Für einen direkten Beleg dieser Interpretation müsste der Gehalt an Antioxidantien und seine Veränderung in den Strukturpartikeln direkt gemessen werden. Diese Interpretation ist daher zunächst nur eine plausible Arbeitshypothese.

Beachtet werden muss weiterhin, dass Ergebnisse bislang nur während der Lagerung bei 80 °C gewonnen wurden. Es ist daher noch nicht experimentell untermauert, dass die „Stabilisierung“ des Strukturmaterials (d.h. ein Ansteigen der OIT-Werte) auch bei Anwendungstemperaturen in diesem Ausmaß auftritt. Es ist jedoch kein Grund erkennbar, warum der Effekt nicht nach einer RTG-Regel, siehe Abschnitt 2.1, zu tiefen Temperaturen hin extrapoliert werden kann.

**2.** Der Sprühprozess mit einem Gemisch aus naturfarbener Formmasse und Rußbatch führt nicht zu einer homogenen Verteilung des Rußes in den Strukturpartikeln. Der Rußgehalt ist zudem im Vergleich mit der Grundbahn gering (ca. 1 Gew.-Prozent zu 2 Gew.-Prozent). Die UV-Strahlung auf die freiliegenden strukturierten Dichtungsbahnen könnte daher ebenfalls die Oxidationsstabilität beeinflussen. Bei der künstlichen Bewitterung von strukturierten Dichtungsbahnen, die so hergestellt wurden, zeigten sich jedoch auch nach 1 500 Stunden noch keine augenscheinlichen Veränderungen. Diese Beanspruchung entspricht grob einer Freibewitterung über einen Zeitraum von zwei Jahren. Die Untersuchungen zur Rückwirkung der Bewitterung auf die Langzeit-Scherfestigkeit laufen jedoch noch. Man kann nach den vorliegenden Erkenntnissen aber davon ausgehen, dass eine Freibewitterung für einen stark begrenzten Zeitraum (14 Tage) wohl keinerlei Auswirkungen auf die Langzeitscherfestigkeit haben wird.

**3.** Obwohl der oxidative Abbau im Strukturmaterial keine Rolle für deren Zeitstandverhalten zu spielen scheint, wurden drastische Unterschiede im Zeitstandverhalten beobachtet. Die Auswahl von Strukturmaterialien hat offenbar einen erheblichen Einfluss auf das Langzeitscherfestigkeit. Während die mit dem Strukturmaterial Dowlex 2045 E hergestellten Dichtungsbahnen außerordentlich lange Standzeiten von mehr als 450 Tagen erreichen, kommt es bei den mit Ladene 118 N besprühten Dichtungsbahnen zum raschen Abgleiten und Versagen im Zeitstand-Scherversuch. Offensichtlich ist im Zeitstand die Haftung eines Gutteils der Strukturpartikel (bis zu 40 %) aus diesem Material verloren gegangen. Der Versagensmechanismus kann anhand der vorliegenden Daten nicht im Detail geklärt werden. Anhand der fotografisch dokumentierten Befunde müssen mehrere Möglichkeiten diskutiert werden: Beim Strukturmaterial Ladene 118 N könnte eine zu geringe Verschweißung zumindest eines Teils der Strukturpartikel mit der Grundbahn vorliegen, wobei der „Schweißpunkt“ dann unter Scherbeanspruchung abreißt. Die Kontaktfläche zwischen Strukturpartikel und Grundbahn kann eine Schwachstelle für die Spannungsrissbildung durch Kerbwirkung sein, die im Zeitstand-Scherversuch zutage tritt. Grundsätzlich ist anzunehmen, dass die Formmasse Ladene 118 N wegen des niedermolekularen Comonomers deutlich spannungsrissempfindlicher ist als Dowlex 2 045 E.

Ein rasches Versagen im Zeitstand wurde bisher lediglich bei nur einer Belastungsstufe (50 kN/m<sup>2</sup>) bei 80 °C gemessen. Daher existiert noch keine ausreichende Datenbasis für die Extrapolation auf Anwendungstemperaturen und/oder andere Auflasten. Hierzu wären weitere zeitraubende Zeitstand-Scherversuche bei tieferen Temperaturen und anderen Auflasten erforderlich, die im Rahmen dieses Forschungsprojektes zwar in kleinem Maßstab begonnen, jedoch noch nicht zum Abschluss gebracht werden konnten.

4. Bei der Bewertung der Autoklaveneinlagerungen aus Teil 3 muss beachtet werden, dass die erzeugten Schädigungszustände charakterisiert sind durch den völligen Verbrauch von Stabilisatoren und den Beginn des oxidativen Abbaus der Polymere. Hingegen ist für die Langzeitbeständigkeit unter typischen Anwendungsbeanspruchungen das Migrations- und Elutionsverhalten von Stabilisatoren praktisch für lange Zeit maßgeblich. Die hier künstlich hergestellten Zustände sind mit Alterungszuständen, die in absehbaren Zeiträumen in der Praxis zu erwarten sind, nicht vergleichbar. Unter diesen im Vergleich zu den Anwendungsbedingungen extremen Bedingungen hat sich gezeigt, dass die Reibungsparameter der strukturierten Dichtungsbahn sich nicht wesentlich rascher zum schlechteren verändern als deren mechanischen Festigkeitseigenschaften.

5. Die Untersuchung des Reibungsverhaltens an im Autoklaven extrem gealterten Proben wie auch die Ergebnisse der Zeitstand-Scherversuche haben gezeigt, dass ein wie auch immer verursachter Verlust eines erheblichen Teils der Strukturpartikel (ab ca. 16 %) den Reibungswinkel erheblich verringert. Bei einem Verlust von 35-50 Prozent an Strukturmaterial ist langfristig keine ausreichende Reibung mehr vorhanden. Die dauerhafte Haftung des Großteils der Strukturpartikel ist demnach für die Langzeitsicherheit von strukturierten DRS- und MRS-Dichtungsbahnen ein entscheidender Qualitätsfaktor.

## 4.2 Zusammenfassende Beurteilung

Das folgende Resümee kann gezogen werden: Es bestehen keine Bedenken hinsichtlich der Langzeit-Scherfestigkeit der strukturierten Dichtungsbahnen aus der Grundbahn Vestolen A 3 512 R mit dem Strukturmaterial Dowlex 2045 E. Diese Aussage gilt unter dem Vorbehalt, dass die Dichtungsbahnen im Feld nicht sehr lange (kleiner zwei Wochen) und nicht sehr intensiv der Bestrahlung durch die Sonne ausgesetzt waren. Vorausgesetzt wird dabei natürlich auch, dass sie in der gleichen Weise produziert wurden, wie die hier untersuchten Proben.

Bei Dichtungsbahnen mit dem Strukturmaterial Ladene 118 N kommt es bei dauerhafter Scherbelastung unter den Prüfbedingungen des Zeitstandscherversuchs zum relativ raschen Versagen. Wünschenswert wäre hier zu wissen, wie sich das Versagensverhalten bei 80 °C zu tieferen Temperaturen hin und über einen gewissen Auflastbereich verändert. Dazu sind jedoch weitere zeitaufwendige Untersuchungen erforderlich. Darüber hinaus sollte man durch morphologische Untersuchungen den Charakter des Versagensmechanismus näher bestimmen. Der offenbar deutlich reduzierten Haftung der Strukturpartikel im Zeitstandversuch und der damit möglichen Veränderung der Reibungsparameter muss jeweils im Einzelfall durch eine geotechnische Betrachtung Rechnung getragen werden.





## ***Die Entwicklung der BAM in Daten und Stichworten***

- 1870** Das Preußische Ministerium für Handel, Gewerbe und öffentliche Arbeiten veranlasst die Errichtung einer Mechanisch-technischen Versuchsanstalt mit der Aufgabe, Versuche im allgemeinen wissenschaftlichen und öffentlichen Interesse sowie Festigkeitsprüfungen durchzuführen.
- 1904** Das Königliche Materialprüfungsamt wird durch Vereinigung der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt mit der Königlichen Prüfungsstation für Baumaterialien (gegr. 1875) und der Königlichen chemisch-technischen Versuchsanstalt (gegr. 1877) in Berlin-Dahlem errichtet.
- 1919** Das neu benannte Staatliche Materialprüfungsamt (MPA) ressortiert beim Preußischen Ministerium für Wissenschaft, Kunst und Volksbildung; ab 1936 wird die Reichs-Röntgenstelle in das MPA einbezogen.
- 1920** Die Chemisch-Technische Reichsanstalt (CTR) wird beim Reichsministerium des Innern errichtet; sie ging hervor aus dem 1889 als Zentralversuchsstelle für Explosivstoffe geschaffenen Militärversuchsanstalt.
- 1945** MPA und CTR werden unter Betreuung durch den Magistrat von Berlin zusammengefasst.
- 1954** MPA/CTR werden als Bundesanstalt für mechanische und chemische Materialprüfung (BAM) – ab 1956 Bundesanstalt für Materialprüfung – von der Bundesrepublik Deutschland übernommen. Die BAM wird zusätzlich mit der Wahrnehmung amtlicher Materialprüfungsaufgaben für das Land Berlin beauftragt.
- 1969** Die BAM wird durch das Gesetz über explosionsgefährliche Stoffe (Sprengstoffgesetz) Bundesoberbehörde; bei der Gesetzesnovellierung 1986 wird der Begriff Forschung in den Namen der BAM aufgenommen.
- 1975** Durch das Gesetz über die Beförderung gefährlicher Güter werden der BAM weitere Aufgaben im Bereich der öffentlichen technischen Sicherheit übertragen.
- 1990** Mit der deutschen Vereinigung wird entsprechend einer Empfehlung des Wissenschaftsrates die Funktion der BAM als chemisch-technische Bundesanstalt verstärkt. Dazu wird Personal des aufgelösten Amtes für Standardisierung, Meßwesen und Warenprüfung (ASMW) und der aufgelösten Akademie der Wissenschaften der DDR eingestellt. Die amtlichen Materialprüfungsaufgaben für das Land Berlin werden schrittweise aufgegeben.
- 1995** Die BAM erhält nach umfassender Reorganisation durch Erlass des Bundesministeriums für Wirtschaft ein neues Statut, neue Managementinstrumente und ein zukunftsorientiertes Profil als Bestandteil der technisch-wissenschaftlichen Infrastruktur der Bundesrepublik Deutschland.
- 1998** Die Europäische Explosivstoffrichtlinie von 1993 wird durch Novellierung des Gesetzes über explosionsgefährliche Stoffe in deutsches Recht umgesetzt und die BAM als zuständige Institution benannt. Mit bestätigter Rechtsstellung als Bundesoberbehörde wird die BAM Notified Body im europäischen Konformitätsbewertungssystem.
- 1999** Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) und die BAM schließen eine Rahmenvereinbarung über die Zusammenarbeit im Bereich der Metrologie in der Analytischen Chemie. Die BAM wird einbezogen in die globale Kooperation der Meterkonvention und das „Arrangement for mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes“.

