



Aalborg Universitet

AALBORG UNIVERSITY
DENMARK

Materialeegenskaber

test af polyethylenmembraners egenskaber før og efter accelereret ældning

Rasmussen, Torben Valdbjørn; Hansen, Tessa Kvist; Nielsen, Jens Kromann; Steenstrup, Frederik R.; Ottosen, Lisbeth M.; Petersen, Louise Green; Hansen, Morten Hjørsløv; Shashoua, Yvonne

Creative Commons License
Ikke-specificeret

Publication date:
2020

Document Version
Også kaldet Forlagets PDF

[Link to publication from Aalborg University](#)

Citation for published version (APA):

Rasmussen, T. V., Hansen, T. K., Nielsen, J. K., Steenstrup, F. R., Ottosen, L. M., Petersen, L. G., Hansen, M. H., & Shashoua, Y. (2020). *Materialeegenskaber: test af polyethylenmembraners egenskaber før og efter accelereret ældning*. (1. udgave udg.) Institut for Byggeri, By og Miljø (BUILD), Aalborg Universitet. SBI-rapport Bind SBI 2020 Nr. 06

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal -

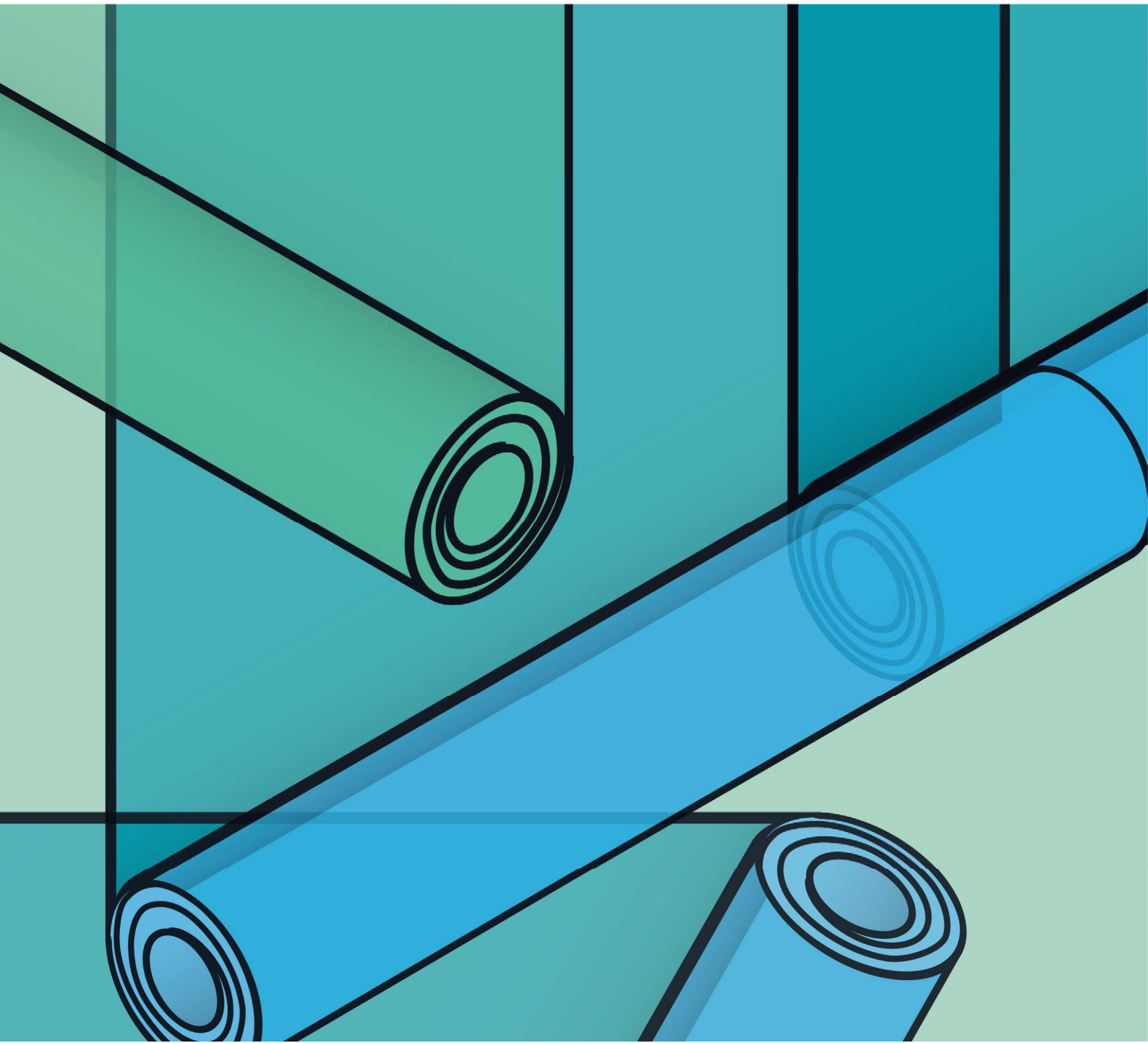
Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us at vbn@aub.aau.dk providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

SBI 2020:06

Materialeegenskaber

Test af polyethylenmembraners egenskaber før og
efter accelereret ældning



MATERIALEEGENSKABER

Test af polyethylenmembraners egenskaber før og efter accelereret ældning

Torben Valdbjørn Rasmussen, Tessa Kvist Hansen, Jens Kromann Nielsen,
Frederik R. Steenstrup, Lisbeth M. Ottosen, Louise Green Petersen,
Morten Hjørsløv Hansen, Yvonne Shashoua

SBi 2020:06
BUILD, Aalborg Universitet København
2020

TITEL	Materialeegenskaber
UNDERTITEL	Test af polyethylenmembraners egenskaber før og efter accelereret ældning
SERIETITEL	SBi 2020:06
UDGIVELSEÅR	2020
FORFATTER	Torben Valdbjørn Rasmussen, Tessa Kvist Hansen, Jens Kromann Nielsen, Frederik R. Steenstrup, Lisbeth M. Ottosen, Louise Green Petersen, Morten Hjorslev Hansen, Yvonne Shashoua
REDAKTION	Lise Jacobsen
SPROG	Dansk
SIDETAL	172
LITTERATURHENVISNINGER	Side 88-89
EMNEORD	Polyethylen, membran, dampspærre, levetid, prøvning, materialeegenskaber, accelereret ældning, regenerat, ren PE, genbrugsplast, egenskaber, kemisk, mekanisk, klimaskærm, bæredygtighed
ISBN	978-87-563-1943-0
OMSLAGSILLUSTRATION	Michael Ulf Bech
UDGIVER	BUILD, Aalborg Universitet A.C. Meyers Vænge 15, 2450 København SV E-post build@build.aau.dk www.build.aau.dk

Der gøres opmærksom på, at denne publikation er omfattet af ophavsretsloven.

INDHOLD

FORORD	6
1 SAMMENFATNING	8
2 INDLEDNING	12
2.1 Projektets formål	12
2.2 PE-membraners funktion i klimaskærmen	12
2.3 Luft- og dampspærremembraner	13
2.4 Ydeevne over tid	13
2.5 Materialeegenskaber	14
2.6 Projektets aktiviteter	14
3 MEMBRANSYSTEMER	18
3.1 Indsamling af membransystemer	22
3.2 Udtagning af materiale til prøvning	23
4 PRØVNINGSMETODER	26
4.1 Visuel gennemgang af membraner af regenereret PE	26
4.2 Accelereret ældning	27
4.3 Kemiske analyser	30
4.4 Fysiske materialeegenskaber	37
5 RESULTATER	50
5.1 Kemiske analyser	50
5.2 Fysiske materialeegenskaber	58
6 DISKUSSION	74
6.1 Kemiske analyser	74
6.2 Fysiske materialeegenskaber	76
6.3 Accelereret ældning	81
7 KONKLUSION	86
8 LITTERATUR	88
9 ENGLISH SUMMARY	92
10 APPENDIX	96

FORORD

I denne forskningsrapport undersøges materialeegenskaberne for dampspærremembraner af polyethylen (PE) før og efter accelereret ældning.

PE-membraner anvendes i stor udstrækning i Danmark som dampspærre, de kan være fremstillet af ren PE, regenereret PE eller en blanding heraf. Tidligere var det almindeligt, at PE-membraner var fremstillet af ren PE, men i dag tilbydes et stigende antal PE-membraner, der indeholder regenereret PE eller en blanding af regenereret PE og ren PE. Som en del af den øgede interesse for at fremme bæredygtighed i byggeriet, er det forventeligt, at en stigende andel af membraner, fremstillet af regenereret PE eller en blanding af ren og regenereret PE, fremadrettet vil blive efterspurgt af byggebranchen.

Når en PE-membran anvendes som dampspærre i en konstruktion, vil membranen typisk også udgøre lufttætningsplanet i de dele af konstruktionen, hvor den sættes op. Baner af membraner samles og fastgøres til bygningens øvrige bygningskomponenter, fx vinduer, døre og tunge bagvægge, med tape eller klæber.

Denne forskningsrapport er udarbejdet som en dokumentationsrapport og samler således resultater for en række gennemførte undersøgelser af udvalgte PE-membraner, der repræsenterer de ovennævnte typer og de samlinger, der hører til de forskellige dampspærresystemer. De undersøgte PE-membraner omfatter fire PE-membraner af ren granulát, hvoraf to er fremstillet af 100 % jomfruelig PE, og to er fremstillet af 100 % ny PE. Derudover er der undersøgt fem membraner af regenereret PE. En af de fem membraner af regenereret PE, består ifølge producenten af et bærelag af regenereret PE mellem to lag PE-membraner af rent PE.

Der er udført prøvninger til bestemmelse af materialeegenskaber for selve membranerne, samt af samlinger udført med tape og af samlinger udført med bånd af butyl. Hovedparten af prøvningerne er udført på prøveemner både før og efter accelereret ældning.

På baggrund af accelereret ældning og yderligere accelereret termisk ældning er membranernes levetid, i forhold til anvendelse som dampspærre i byggeri i Danmark, estimeret og sammenlignet på et fælles grundlag.

Seniorforsker Torben Valdbjørn Rasmussen, BUILD, Aalborg Universitet (tidligere Statens Byggeforskningsinstitut) har ledet projektet. Rapporten er udarbejdet i samarbejde mellem BUILD, AAU, Danmarks Tekniske Universitet (DTU), Teknologisk Institut (TI), Nationalmuseet og BYG-ERFA med økonomisk støtte fra Landsbyggefonden, Byggeskadefonden og Grundejernes Investeringsfond. Projektet er gennemført i tæt samarbejde med projektet *Behov for dampspærre i lofter* (DALO) ledet af Eva B. Møller.

Institut for Byggeri, By og Miljø, BUILD, Aalborg Universitet
Sektion for Byggeteknik og Proces
April 2020

Ruut Peuhkuri
Forskningschef/Sektionsleder

SAMMENFATNING

1 SAMMENFATNING

De indkøbte PE-membraner og dampspærresystemer er undersøgt bl.a. med laboratorieundersøgelser anbefalet af den harmoniserede standard EN 13859-1, der også er optaget som dansk standard. Frem til at DS/EN 13859-1:2014 *Fleksible membraner til fugtisolering - Definitioner og karakteristika for underlag - Del 1: Underlag til diskontinuerlig tagdækning* opnår at blive harmoniseret, kan den ikke anvendes til CE-mærkning. Indtil harmonisering af standarden er opnået, skal DS/EN 13859-1:2010 anvendes.

Laboratorieundersøgelserne er gennemført som prøvning før og efter accelereret ældning på sammenlagt 168 døgn ved 70 °C. Den gennemførte accelererede ældning har til hensigt at efterligne de ældningsprocesser, som materialerne gennemgår under anvendelse blot på kortere tid end realtid. Den accelererede ældning fremmer ideelt set de kemiske forandringer i materialerne til et niveau, der er rimeligt i forhold til ændringen af materialeegenskaber af materialerne under realtid. Membranerne er analyseret før- og efter accelereret ældning vha. 7 forskellige kemiske analyser, og 14 forskellige fysisk- eller mekaniske analyser. Et af disse forsøg til bestemmelse af vanddampdiffusionsmodstand viser, at de undersøgte membraner, både før som efter ældning, kan anvendes som dampspærre i byggeriet.

Når man se på prøvningsresultaterne for tapede samlinger af membraner, for de enkelte membransystemer, og sammenligner klæbestyrken før og efter accelereret ældning, er der stor forskel på, hvor meget klæbestyrken falder for de enkelte membransystemer. For tapede samlinger falder klæbestyrken generelt fra før til efter ældning. På nær for et enkelt membransystem er det muligt at bestemme klæbestyrken. I det pågældende membransystem blev membranen i kontakt og i umiddelbar nærhed af den tapede samling så sprød, at prøvningen ikke kunne gennemføres efter ældning. Dette resultat indikerer, at de undersøgte membraner og membransystemer anvendt til dampspærre har en levetid, som er mere end ca. 15 år, beregnet ud fra den forudsætning, at anvendelsestemperaturen af membransystemet er 20 °C. Ændres forudsætningen til en anvendelsestemperatur på 10 °C kan levetiden antages, til mere end ca. 30 år.

Dette resultat gælder de undersøgte prøver, både dem, der indeholder eller er fremstillet af ren, jomfruelig og ny, og af regenereret PE. Det dampspærresystem, som udviste sprødhed efter accelereret ældning, bestod af en tapet samling (og er beskrevet i detaljer i selve rapporten). Som følge af metoden til at indsamle prøver (ligeledes beskrevet i detaljer i et senere afsnit) bør det fremhæves, at disse resultater kun gælder for de undersøgte prøver. Leverandører af PE-membraner og dampspærresystemer må forventes at have kvalitetssikringssystemer, der sikrer dem imod at sende produkter på markedet med en ydeevne, der afviger fra det deklarerede, men denne rapport forfatter kan ikke garantere på producenterne vegne, og det ville være urimeligt at generalisere de her beskrevne resultater uden yderligere undersøgelser.

I det følgende angives membraner produceret af ren PE, som dækker over jomfrueligt PE og 100 % ny PE med **fed** skrift. Membraner produceret af en kombination af ren og regenereret PE angives i *kursiv*. Membraner, der er produceret af regenereret PE er skrevet med almindelig skrift. Anvendelsen af almindelig -, *kursiv* - og **fed** skrift er anvendt for at læseren lettere, ud fra skrifttypen, kan skelne mellem resultater tilhørende de enkelte membraner. Skrifttypen er anvendt på kaldenavnet for den enkelte membran anvendt i rapporten for at øge gennemsigtigheden af rapportens resultater.

Prøvningsmetoder og -resultater er gennemgået i detaljer i rapporten, så denne sammenfatning tilbyder kun følgende orientering:

- Bestemmelse af trækeegenskaber viser at forskellige membraner har forskellige trækeegenskaber, men der er ingen signifikante ændringer som følge af accelereret ældning på 168 døgn ved 70 °C.
- Ved bestemmelsen af rivestyrken for de undersøgte membraner ses det, at rivestyrken generelt øges efter accelereret ældning, både i længderetningen og tværrretningen. Generelt opnås en højere rivestyrke for membraner af regenereret PE end for membraner af ren PE, sandsynligvis fordi membraner af regenereret PE er tykkere end membraner af ren PE.
- Modstanden imod slagpåvirkning faldt for 7 af de 9 prøvede membraner som følge af accelereret ældning. Undtagelserne var membranerne **T7482-1** og T7482-5, hvor der ikke kunne påvises signifikante forskelle.
- Ved måling af membrantykkelsen af de undersøgte membraner blev der fundet en rimelig overensstemmelse imellem den af producenten deklarerede tykkelse og den målte. Tykkelsesmålingerne blev ikke gentaget efter accelereret ældning.
- Bestemmelserne af vanddampsdiffusionsmodstanden blev gennemført både før og efter ældning, og det vurderes at alle PE-membraner i denne undersøgelse kan anvendes som dampspærre i et system. Vanddampsdiffusionsmodstanden efter ældning er tilstrækkelig til, at membranen kan fungere som dampspærre efter ældning.
- Kemiske analyser af membranernes overflade viser ingen ændringer som følge af accelereret ældning på 168 døgn ved 70 °C
- Bestemmelse af membranernes oxidationsinduktionstid viser et fald for halvdelen af membranerne (nemlig T7482-5, T7482-6 og T7482-8 og T7482-9), mens resten havde en uændret oxidationsinduktionstid.
- Nogle membraner oplyses fra producentens side at være overfladebehandlede for at opnå øget vedhæftning til membranen i samlinger. Prøvning af overfladespænding viser, at membranerne **T7482-2** og T7482-8 har en højere overfladespænding end de øvrige. Det formodes at denne højere overfladespænding skyldes at membranerne er corona-behandlede. Disse membraner har en højere overfladespænding på forsiden. Den højere overfladespænding på den formodede corona-behandlede forside er også højere end overfladespændingen på de øvrige membraner, som har den samme overfladespænding på begge sider. Undersøgelsen tyder på, at effekten af behandlingen forsvinder ved accelereret ældning. For nogle membraner uden overfladebehandling, primært for membraner af regenereret PE, falder overfladespændingen en lille smule efter accelereret ældning.
- Ved bestemmelse af klæbestyrken af PE-membraner klæbet med bånd af butyl var der ingen svækkelse som følge af accelereret ældning (og i få tilfælde steg klæbestyrken efter accelereret ældning). Alle tapede samlinger viste sig at tabe klæbestyrke efter accelereret ældning. For et membransystem viste det sig, at den anvendte klæber i tapen, gjorde membranen sprød, så sprød at klæbestyrken ikke kunne bestemmes.
- Visuel gennemgang af membraner indeholdende regenereret PE viste, at alle membranerne indeholder fragmenter i størrelsesordenen mindre end 1 mm og enkelte fragmenter op til 4 mm, på den lange led. For 3 ud af de 5 undersøgte membraner af regenereret PE viste en visuel gennemgang af i alt 25 ruller, 5 ruller af hver membran, ingen brud i materialet. I to membraner indeholdende regenereret PE blev der observeret brud. For membranen T7482-6 blev der fundet 3 huller i membranens plane flade og 2 huller i selve folden af membranen. Hullerne var mellem 10 og 20 mm i længden og 3 mm i bredden. Hullerne i membranen, hvor den er foldet, var mindre end 3 mm. I membranen T7482-8 blev der fundet 15 huller i membranens plane flade. Hullerne var i størrelser op til 18 mm i længden og 12 mm i bredden.

- Det er af leverandøreren oplyst, at regenereret PE er indsamlet PE, som er oprenset, vasket og tilsat additiver bl.a. stabilisatorer. De udførte analyser på de undersøgte PE-membraner udført før- og efter 168 døgn accelereret ældning viser, at egenskaberne efter ældning for membraner indeholdende regenereret PE er sammenlignelige med egenskaberne efter ældning for membraner indeholdende ren PE. Det er således muligt at oprense og vaske indsamlet PE, samt at tilsætte additiver i form af stabilisatorer (konserveringsmidler), så der opnås egenskaber for den producerede membran, som svarer til membraner af ren PE.
- Produktion af ensartede membraner uden huller er en udfordring for enkelte producenter af regenereret PE og af afgørende betydning for dampspærre.

Der er udført en yderligere termisk accelereret ældning på op til 80 døgn på membraner, som efterfølgende udelukkende er evalueret visuelt og vha. ATR-FTIR, dvs. ikke analyseret med det fulde analyseprogram, der omfattede 21 kemiske-, fysiske- og mekaniske analyser. Resultatet af den yderligere termiske ældning antyder, at der generelt ikke kan skelnes signifikant mellem ældningsegenskaber for hhv. membraner indeholdende materiale af ren, jomfruelig og ny, og regenereret PE.



1

INDLEDNING

2 INDLEDNING

2.1 Projektets formål

Denne forskningsrapport samler resultater for en række gennemførte undersøgelser på 9 forskellige membraner produceret af PE og deres samlinger. Nogle af de undersøgte membransystemer har tapede samlinger og nogle har samlinger klæbet med bånd af butyl.

Projektet har til formål at afdække eventuelle forskelle i de forskellige PE-membraners egenskaber og tidlig stabilitet før og efter, at de er udsat for accelereret ældning, herunder de samlinger, der hører med til de respektive membransystemer og samlinger med bånd af butyl.

2.2 PE-membraners funktion i klimaskærmen

Når PE-membraner bruges som dampspærre, har deres luft- og damptæthed afgørende betydning for de resterende bygningskomponenters levetid, da det kan påvirke fugtforholdene i moderne, isolerede og lette konstruktioner. Membranernes funktion er at sikre en høj lufttæthed og lav vanddampdiffusion. I moderne konstruktioner sikrer en bygnings klimaskærm det termiske indeklima, hvilket om vinteren betyder, at der er en stor temperaturforskel mellem den indvendige side og den udvendige side af klimaskærmen. Des større temperaturredningen er over konstruktionen, des større er betydningen af membranens egenskaber i forhold til at sikre høj lufttæthed. Dette gælder især fugtfølsomme konstruktioner, som fx træskeletkonstruktioner. I konstruktionen skal membranen sikre, at der ikke transporteres vanddamp og fugtig luft fra indeklimaet til de kolde isolerede dele af klimaskærmen. En dampspærre forhindrer således varm og fugtig luft i at trænge ud i isoleringen og blive kølet ned, hvilket ellers vil øge den relative luftfugtighed på grund af temperaturfaldet. Herved ville fugtigheden i isoleringen og tilstødende konstruktionsdele øges til et niveau, hvor der er risiko for vækst af skimmelsvampe og råd, og i nogle tilfælde vil fugten kondensere i isoleringen.

PE-membraner er meget tætte over for luftgennemtrængning og har en meget høj vanddampdiffusionsmodstand. De kan derfor udgøre både det lufttætte – og det damptætte lag i en konstruktion, fx klimaskærmen. PE-membraners egenskaber betyder, at krav til lufttæthed og modstand mod dampdiffusion kan opfyldes for en klimaskærm med en stor temperaturforskel og stor forskel i relativ luftfugtighed mellem inde og ude. Dette forudsætter, at membranen monteres korrekt i konstruktionen. Det luft- og damptætte lag skal udføres meget tæt over for luftgennemtrængning med en tilstrækkelig høj dampdiffusionsmodstand, fx med et membransystem af PE. Membransystemer består typisk af membran og klæbemidler til udførelse af samlinger mellem membran og fastgørelser til øvrige konstruktioner fx beton-elementer, partier af træ og vinduer.

Det er vigtigt at være opmærksom på membranbanernes samlinger, da dette er det `svage` punkt (Rasmussen og Nicolajsen, 2007). PE-membranerne skal samles tilstrækkelig lufttæt, og efter indbygning skal samlingerne forblive tilstrækkelig lufttætte i en rimelig tid, i forhold til de øvrige bygningsdeles levetid.

En bygning skal leve op til det bygningsreglement, den er opført efter i hele dens levetid. En bygning skal derfor vedligeholdes eventuelt ved at udskifte bygningskomponenter, der

har opbrugt deres ydeevne. Lang tids ydeevne er derfor ønskelig for de valgte bygningskomponenter. Da luft- og damptæthedstestplanen udført med PE-membran er en billig komponent med afgørende betydning for klimaskærmens ydeevne, er opretholdelsen af dens ydeevne i lang tid ønskelig for et givent byggeri for at undgå komplekse udskiftninger af bygningskomponenter.

2.3 Luft- og dampspærremembraner

Dampspærremembraner fremstillet af ren og regenereret PE er genstand for dette projekt, fordi disse principielt forskellige materialer indgår i hovedparten af de dampspærresystemer, der anvendes i Danmark.

PE-membraner kan være fremstillet af:

- Ren PE, der kan underopdeles i 2 typer:
 - Jomfrueligt PE, som er materiale, der ikke tidligere har været formgivet.
 - 100 % ny PE, som er materiale, der ikke tidligere har været anvendt samt afskæringer og restmateriale fra produktionen af jomfrueligt PE. 100 % ny PE indeholder en andel af tilsætningsstofferne fra produktionen af jomfrueligt PE. Mængden og arten af tilsætningsstoffer i 100 % ny PE varierer.
- Regenereret PE, som er produceret af indsamlet plast, kaldes også recirkuleret eller cirkuleret plast. Plasteren er sorteret, renses og vasket inden den smeltes og tilsættes tilsætningsstoffer.
- En kombination af ren og regenereret PE, der er lagdelte med et bærelag af regenereret PE og et tyndere lag af 100 % ny PE eller jomfrueligt PE på den ene eller begge sider af bærelaget.

2.4 Ydeevne over tid

Det er problematisk, hvis levetiden af membraner og membransystemer er kortere end levetiden af de konstruktioner, de er bygget ind i. Derfor er det ikke tilstrækkeligt at undersøge ydeevnen af membraner, der lige er købt, eller membransystemer som de forhandles lige nu. Det er også nødvendigt at bestemme deres ydeevne noget tid efter installation. I dette projekt udsættes membraner og tapede samlinger, tilhørende membransystemerne, samt samlinger med klæber af butyl i bånd for accelereret ældning. Rapporten dokumenterer ydeevnen af de undersøgte membraner og de udførte samlinger før og efter, de er udsat for accelereret ældning. Der udføres de samme prøvninger af membraner og samlinger af membransystemer før og efter accelereret ældning. Accelereret ældning er en stresspåvirkning, som kan påføres materialer. Accelereret ældning har til formål at fremme naturlige materialeændringer, som de foregår i materialerne under deres anvendelse i tid. For membraner anvendt i en klimaskærm vil egenskaberne være relateret frem til produktion af materialet, håndtering frem til indbygning og opsætning i konstruktionen samt indbygget i konstruktionen i en rimelig tid.

Accelereret ældning er udført ved, at membransystemerne bestående af PE-membraner og samlinger opbevares i 84 døgn ved 70 °C og 90 % relativ luftfugtighed, RF, efterfulgt af 84 døgn ved 70 °C og 5 % RF. Denne accelererede ældning kan sammenlignes med en realtid på ca. 30 år.

Ud over accelereret ældning er der udført en yderligere accelereret termisk ældning. Den yderligere termiske ældning er ikke en del af selve prøvningsprogrammet. Dette er udført for

at estimere, hvornår membranerne bliver termisk nedbrudt til brud. Ved den yderligere termiske ældning opbevares membranerne ved 70 °C først i 50 døgn ekstra og dernæst i yderligere 30 døgn, dvs. yderligere 14 år i realtid ved 10 °C og 7 år i realtid ved 20 °C.

2.5 Materialeegenskaber

Projektet skal tilvejebringe viden om egenskaber for membraner og membransystemer, og hvordan disse egenskaber ændrer sig under accelereret ældning. Den frembragte viden skal give information om ændringer i membraners og membransystemers egenskaber over tid.

Materialeegenskaber og kemisk sammensætning af de forskellige udvalgte PE-membraner sammenholdes. Nyligt indkøbte membraner og tapede samlinger fra membransystemer samt samlinger af membraner med klæber af butyl i bånd sammenholdes med tilsvarende prøver af membraner og samlinger udsat for accelereret ældning. Formålet med at sammenholde denne viden er at kunne vurdere, hvordan materialernes egenskaber ændres ved en stresspåvirkning og derved se, om nogle membraner eller membransystemer af PE ændrer sig anderledes end andre – altså om der er nogle membraner eller membransystemer, der må antages at have en længere levetid end andre. I undersøgelsen indgår prøvninger af materialeegenskaber, som har betydning i forhold til opsætning af membransystemerne så som prøvninger til bestemmelse af overfladespænding og modstandsevne mod slagpåvirkning. Disse egenskaber er ikke relevante, når først membransystemet er indbygget, men de er relevante i perioden frem til indbygning.

Membraner og membransystemer prøves i forhold til kemisk sammensætning og den kemiske opbygning samt fysiske og mekaniske egenskaber.

Den kemiske sammensætning og den kemiske opbygning af membraner analyseres ved følgende kemiske analyser: Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi, Acid-Detection (A-D) indikator strips, Beilstein test, røntgenfluorescens spektroskopi (XRF), Oxygen Induktionstid (OIT)-test, scanning elektron mikroskopi og glødetab.

De fysiske og mekaniske egenskaber bestemmes ved følgende prøvninger og analyser: Trækstyrke på langs og tværs af produktionsretningen, bestemmelse af Youngs modul, brudforlængelse på langs og tværs af produktionsretningen, rivestyrke på langs og tværs af produktionsretningen, modstand mod slagpåvirkning, fladevægt og tykkelse af materiale, vanddampdiffusionsmodstand, overfladespænding, bøjningstivhed og klæbestyrke på begge sider af membranen – både kombinationer af membran, tape og butyl i bånd indgår i prøvninger.

2.6 Projektets aktiviteter

Overordnet omfatter projektet følgende aktiviteter:

- Indsamling af viden om PE-membraner, herunder om produktion af PE-membraner og produkttyper.
- Bestemmelse af kemiske, mekaniske og fysiske egenskaber for PE-membraner på det danske marked, og for systemløsninger med PE-membraner inklusiv samlinger, herunder vurdering af den forventede levetid af membransystemer, ofte anvendt som dampspærremembraner, af ren, jomfruelig PE og 100 % ny PE, og regenereret PE.
- Formidling af projektets resultater.

Formålet med arbejdet er at finde frem til de eller den parameter, der kan bestemmes i laboratoriet og bruges som grundlag for vurdering af PE-membranernes ydeevne, og derved på

baggrund af en accelereret ældningspåvirkning vurdere levetiden af PE-membraner anvendt i et membransystem i byggeri i Danmark – eller byggeri i et klima, der er sammenligneligt med det danske.

Den første rapport (Rasmussen et al., 2018) redegør for kendt viden om PE-membraner, herunder produktion af PE-membraner og varianter af membraner af PE. Litteratursøgningen redegør for de forskellige typer af PE-membraner, der findes på markedet for dampspærresystemer, som anvendes, og har været anvendt, i Danmark. Litteratursøgningen blev gennemført i databaser, som generelt anvendes af danske universiteter. Der blev søgt information i fagfællebedømt litteratur og lærebøger. Litteratursøgningen giver et overblik over membransystemer med PE-membraner, som er produceret af ren, jomfrueligt PE og ny PE, og regenereret PE. Oplysninger omfatter produkttyper, egenskaber, kemisk sammensætning, struktur, stabilitet og materialeegenskaber ved ældning, når membranerne anvendes i dampspærresystemer. Fokus er på PE-membraner anvendt i byggeri i et klima, der er sammenligneligt med det danske.



3

MEMBRANSYSTEMER

3 MEMBRANSYSTEMER

Ud over en generel introduktion til membransystemer anvendt som dampspærre, og deres virke i en konstruktion, beskrives de PE-membraner rapporten beskæftiger sig med. Ligeledes gives en introduktion, til den måde PE-membraners egenskaber kan designes ved tilsætning af additiver for bedre at kunne modstå nedbrydning og ændring af mekaniske egenskaber. Udfordringer ved anvendelse af regenereret PE til produktion af membraner belyses kort, før de til undersøgelsen anvendte membraner beskrives. Membransystemer valgt til undersøgelsen, beskrives ud fra deres karakteristika. Endeligt angives, hvorledes membransystemerne er indhentet og prøver til prøvning er udtaget.

Membraner i dampspærresystemer, kategoriseres ofte i tre hovedtyper; dampspærre, dampbremse samt fugtadaptiv dampspærre med forskellige specifikationer og begrænsninger (DUKO, 2014). I hovedtræk differentieres disse ved, at dampspærren har en stor vanddampdiffusionsmodstand og er således meget tæt med en Z-værdi over 50 GPa·s·m²/kg. Ved dampbremsen forstås endvidere en mindre vanddampdiffusionsmodstand og en Z-værdi på under 50 GPa·s·m²/kg. Den fugtadaptive dampspærre har en varierende vanddampdiffusionsmodstand, afhængig af fugtigheden.

Der er dampspærresystemer på markedet med forskellige anvendelsesmuligheder og begrænsninger. Dampspærresystemer produceres oftest som banevarer, men pladematerialer benyttes også, især i nyere huse hvor robustheden foretrækkes (Schjønning, Hansen og Brandt, 2015). Af banevarer på markedet for dampspærre findes 1) bitumenbaserede membraner, som kan anvendes på faste underlag, men er besværligt at arbejde med, 2) alu-baserede membraner, som består af et lag aluminiumsfolie med høj vanddampdiffusionsmodstand klæbet til et bærelag (papir/pap/plast), 3) polyethylen (PE) membraner, som er plastmembraner og de mest almindeligt anvendte produkter til dampspærre i Danmark, dog bruges der ofte flydende membraner i vådrum (Brandt, Møller og Due, 2012). PE-membranerne fås i forskellige tykkelser. Generelt har de tykkere membraner højere Z-værdi, og armerede versioner forekommer for robusthed. I denne rapport behandles dampspærremembraner af PE uden armering.

PE-membraner produceres af granulat, der kan forarbejdes på flere måder. Additiver tilføres med forskellige formål, bl.a. forlængelse af levetid med UV-stabilisatorer, der forhindrer foto-oxidativ nedbrydning af polymeren og antioxidanter, der modvirker termo-oxidativ nedbrydning. Andre additiver kan ændre de tekniske egenskaber eller forbedre bearbejdigheden. Der findes mange additiver og valget af hvilken type, der kommer i PE-produkter afhænger af den ønskede funktion og prisen på additivet.

PE er en termoplast, hvilket muliggør at den ved opvarmning til smeltepunktet, formgives, og nedkøling evt. under tilsætning af nye additiver kan genvindes til fremstilling af nye produkter. PE-produkter differentieres i form af den type granulat, der benyttes til fremstillingen, og disse kategoriseres som; Jomfrueligt PE, 100% ny PE, og regenereret PE.

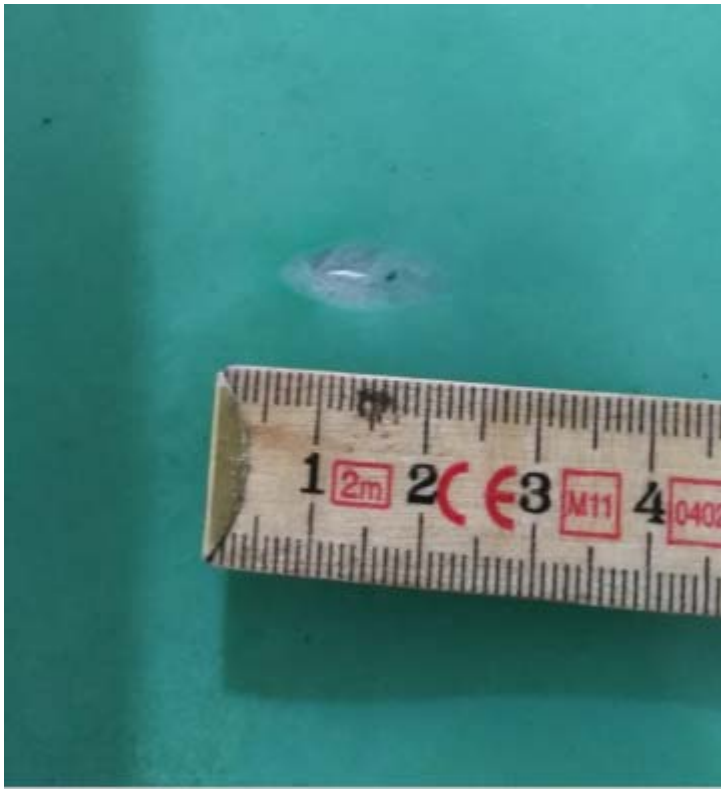
- Jomfrueligt PE er ren PE, der ikke tidligere har været formgivet, og er således PE i sin rene form. Dog er additiver tilsat ved produktion for at opnå de ønskede egenskaber. Derudover, kan de formgivne produkter blive overfladebehandlet bl.a. for at opnå bedre vedhæftningsevne.
- 100% ny PE er PE, der ikke tidligere har været anvendt, men denne type indeholder restmateriale fra produktionen af jomfrueligt PE, der altså har været formgivet. En andel af de additiver og overfladebehandlinger, der var tilført i produktionen af den jomfruelige

PE, vil således kunne genfindes i den 100 % nye PE. Mængden og typen af additiverne kan dermed variere i 100 % ny PE.

- Regenereret PE er produceret af genanvendt, eller recirkuleret, plast. Denne plast har således været i anvendelse, og dens indhold og sammensætning kendes ikke i detaljer. Plasten sorteres, vaskes og renses til den ønskede kvalitet. Det har dog tidligere været påvist, at en ikke uvæsentlig andel af den indsamlede plast til genanvendelse ikke var PE, og egenskaberne for en ukendt sammensætning er således sværere at forudsige. Ved sortering og vask kan grundmaterialet af PE oprenses, og den ønskede kvalitet kan dokumenteres ved stikprøve og kontrol.

PE-membraner kan således være fremstillet af én af ovenstående PE materialer, eller en kombination. En membran, som består af både regenereret PE og enten jomfrueligt PE eller 100% ny PE og er lagdelt. De lagdelte membraner består ofte af et bærelag af regenereret PE mellem to lag ren (jomfrueligt eller 100 % ny) PE. De lagdelte membraner kan også være membraner med armeringsnet mellem to lag PE.

Dampspærrens funktion er så vigtig for konstruktionens sundhed, at det er vigtigt ikke at gå på kompromis med kvaliteten. På grund af de involverede risici, herunder råd, skimmel, forringet indeklima og øget energiforbrug, er det vigtigt at anvende dampspærre med en dokumenteret levetid, tilsvarende den bygningsdel de er indbygget i (Schjønning, Hansen and Brandt, 2015). Ved indbygning af membraner skelnes ikke mellem de forskellige PE-materialer nævnt ovenfor, såfremt krav ift. tæthed ved indbygning opfyldes. Af hensyn til miljøet, er andelen af plastgenanvendelse stigende, og dette må ligeledes forventes for fremstillingen af PE-membraner. Det er dog vigtigt, at dampspærrens egenskaber og levetid, ved brug af genanvendt PE, ikke forringes. Ved genanvendelsen af PE kan der være risiko for forekomst af snavs, fugt eller andre urenheder, hvis forarbejdningen af genbrugsplasten er utilstrækkelig. Dette kan bl.a. medføre varierende tykkelse af membranen som følge af ujævn smeltning af granulat, som i kombination med urenheder eller fragmenter kan danne huller i membranen. Dette kan have uønskede konsekvenser for konstruktionen den er indbygget i. Figur 1 illustrerer et eksempel på en plastdampspærre af genanvendt granulat. Det fremgår tydeligt, at membranens tykkelse ikke er jævn.



FIGUR 1. Plastdampspærre af genbrugsgranulat med fejl (Lundgreen, 2019).

Til denne undersøgelse er der udvalgt 9 forskellige PE-membraner. Disse differentieres bl.a. i anvendt PE-materiale, tykkelse og farve. Membranerne undersøges for deres kemiske og fysiske egenskaber (beskrevet i afsnit 4.3 Kemiske analyser og 4.4 fysiske materialeegenskaber) både før og efter en accelereret ældningsmetode (beskrevet i afsnit 4.2 Accelereret ældning). De udvalgte PE-membraner er afbilledet på figur 2, og nærmere beskrevet i tabel 1 på baggrund af ydeevnedeklarationer. Taper er nærmere beskrevet i tabel 2.



FIGUR 2. De undersøgte PE-membraner.

TABEL 1. De undersøgte PE-membraner, samt PE-materialer suppleret med leverandørernes deklarerede egenskaber.

Membran	Tykkelse [mm]	Farve	Materiale	Angivet vanddampdiffusionsmodstand	Min. Z-værdi [GPa·m ² ·s/kg]	Angivet levetid
T7482-1	0,20	Grøntonet	Jomfrueligt PE	Z-værdi = 450 GPa s m ² /kg	450	Min. 30 år (dokumenteret levetid)
T7482-2	0,12±5%	Transparent	Jomfrueligt PE	Z-værdi > 400 GPa s m ² /kg	400	50 år (forventet levetid)
T7482-3	0,20±25%	Blåtonet	100% ny PE	S _d -værdi = 105 m	525	50 år (aldringsbestandighed ifht. SPF Verksnorm)
T7482-4	0,20	Blåtonet	100% ny PE	S _d -værdi = 62 m	310	15 år (produktgaranti)
T7482-5	0,15	Klar	Regenereret PE	Z-værdi > 350 GPa s m ² /kg	350	Min. 20 år (dokumenteret levetid)
T7482-6	0,20±10%	Grønlig	Regenereret PE	S _d -værdi = 80 m	456*	15 år (funktions- og produktgaranti)
T7482-7	0,20	Klar	Regenereret PE	S _d -værdi = 87 m	435	Min. 20 år (dokumenteret levetid)
T7482-8	0,20±10%	Mørkeblå	Regenereret og ren PE 3-lags	Z-værdi > 300 GPa s m ² /kg	300	> 30 år (forventet levetid)
T7482-9	0,20±30%	Grøn	Regenereret PE	Z-værdi ≥ 360 m ² t hPa/g	130	

* med angivet omregningsfaktor på 5,7. De resterende omregninger fra S_d til Z er med omregningsfaktor 5.

TABEL 2. Taper som indgår i undersøgelsen af klæbende samlinger af de undersøgte PE-membraner. Baseret på leverandørplysninger.

Membran	Dimension	Farve	Opbygning	Klæbekraft	Egenskaber	Anvendelse
T7482-1	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m	Grøn med sort print	Bærelag er LD polyethylen med liner med høj klæbeevne og forsynet med tværgående tråde (netforstærkning).	Høj klæbeevne	Til permanent samling af dampspærremembran. Dampspærretapen er meget blød og fleksibel.	Kan bruge tapen ved både kolde og varme temperaturer. Tapen klæber tillige mod træ, glas, metal m.m. Primer forbedrer hæfteevnen og anvendes på beton, sten, murværk og sugende flader.
T7482-2	Længde: 25 m Bredde: 0,06 m	Translucent med orange print	Opløsningsmiddelfri acrylatdispersionsklæb på silikonebelagt papir.	35 (N/25 mm)	Kraftigt klæbende tape, optimal klæbestyrke mod materialer af PE, høvlet og ru træ, træbaserede plader og stål. Indbygget Polyester net.	Til samlinger mellem dampspærre og tilstødende bygningsdele for sikring af lufttæthed. Anvendelsestemperatur -40 til +100°C.
T7482-3	Længde: 25 m Bredde: 0,06 m	Hvid med logo	Hvid LDPE-membrantape med trådar-	35 (N/25 mm)	Kraftigt klæbende tape, optimal klæbe-	Til samlinger ved alle plastdampspærre for sikring af lufttæthed.

	Tykkelse: 0,25 mm		mering og akrylklæbemasse, brunt afrivningspapir.		styrke mod materialer af PE. Indbygget trådarmering.	Anvendelsestemperatur: -40 til +100°C.
T7482-4	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m	Grøn med print	Bærelag er forsynet med trådarmering på silikonebelagt papir.	Høj klæbeevne	Kraftigt klæbende tape, optimal klæbestyrke mod materialer af PE. Indbygget trådarmering.	Til samlinger ved plastdamp-spærrer for sikring af lufttæthed. Anvendelse ikke til i høj temperatur og høj luftfugtighed.
T7482-5	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m	Grøn med sort print	Bærelag er LD polyethylen med liner med høj klæbeevne og forsynet med tværgående tråde (netforstærkning).	Høj klæbeevne	Til permanent samling af dampspærrefolie. Dampspærre-tæper er meget blød og fleksibel.	Kan bruge tapen ved både kolde og varme temperaturer. Tapen klæber tillige mod træ, glas, metal m.m. Primer forbedrer hæfteevnen og anvendes på beton, sten, murværk og sugende flader.
T7482-6	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m Tykkelse: 0,31 mm	Grøn med hvid print	Bærelag er forsynet med trådarmering på silikonebelagt papir.	30 (N/25 mm)	Kraftigt klæbende tape, optimal klæbestyrke mod materialer af PE og PP.	Til samlinger ved plastdamp-spærrer for sikring af lufttæthed. Anvendelsestemperatur: -30 til +120°C.
T7482-7	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m	Hvid med print	Bærelag af modificeret akryl klæbemasse og PE behandlet, vandafvisende papir på silikonebelagt papir.	Høj klæbeevne	Tape er dimensionsstabil både overfor varme og kulde og har ekstremt høj klæbeevne til alle typer PE-membraner.	Til forsegling af overlæg på dampspærre og OSB plader.
T7482-8	Længde: 25 m Bredde: 0,06 m Tykkelse: 0,34 mm	Hvid med gult tryk	Bærelag af papir med 200 g opløsningsmiddel-fri acryldispersionsklæb.	> 40 (N/25 mm)	Tapen er ikke fleksibel og bør kun anvendes til lufttætte samlinger på lige stræk. Klæber på PE og PP.	Til indendørsbrug. Til samlinger af plastdampspærrer for sikring af lufttæthed. Anvendelsestemperatur: -40 til +100°C.
T7482-9	Længde: 25 m Bredde: 0,05 m	Hvid	Bærelag er forsynet med tværgående tråde (armering) på silikonebelagt papir.	Høj klæbeevne og diffusionstæthed.	Kraftigt klæbende tape. Indbygget trådarmering.	Anvendes til samling af dampspærremembran.

Klæber af butyl er anvendt som bånd. Butylbånd er en syntetisk, gummibaseret ekstruderet tætningliste, der typisk bruges som tætning imellem plader. Det kan anvendes som alternativ til fugemasse. Butyl har en høj klæbeevne på de fleste overflader og har en typisk komprimering på ca. 30 % og en anvendelsestemperatur fra -40 til +90 °C. Butylbåndet er oprullet med en bredde på 20 mm og en tykkelse på 3 mm på silikonebelagt papir.

3.1 Indsamling af membransystemer

De udvalgte PE-membraner, som systemer, er indsamlet over hele landet. Membranerne er udvalgt ud fra det kriterie, at de er hyppigt anvendt i dansk byggeri. Membranerne er indsamlet fra offentligt tilgængelige byggevarercentre som tømmerhandlere og butikker, der forhandler byggevarer. Materialerne er hyldevarer, som de tilbydes forbrugerne, såvel professionelle som private. Membranerne er bestilt, eller fysisk indkøbt, som et membransystem,

membran med tilhørende tape. Membran og tilhørende tape er således leveret af den enkelte leverandør og forhandles som et samlet system. En rulle membran og en rulle tape tilhørende det enkelte membransystem blev indkøbt. Yderligere er butylbånd indkøbt separat.

Materialerne er indkøbt i forår 2018.

Yderligere er der indkøbt ekstra 5 ruller af membranerne T7482-5, T7482-6, T7482-7, T7482-8 og T7482-9 i efteråret 2019.

3.2 Udtagning af materiale til prøvning

I forbindelse med udskæringen af materiale til prøveemner blev 3 m af hver indkøbt rulle med membran rullet ud. Dette stykke blev skåret af og kasseret. Dernæst blev et lignende stykke rullet ud skåret af og rullet sammen. Hvert laboratorium fik dernæst en afskåret rulle af hver membran, hvorfra prøveemner blev tildannet af laboratorierne og pakket. Alle prøveemner til accelereret ældning blev ældet sammen. Efter accelereret ældning blev prøveemner atter pakket i tilhørende respektive poser og leveret retur til det enkelte laboratorium for prøvning.

Samlinger blev udført ved, at tape tilhørende det enkelte membransystem blev cirkuleret mellem laboratorierne, som skulle tildanne prøveemner af membransystemer. Tilsvarende blev den samme rulle butyl cirkuleret.

Produkterne er omfattet af leverandørernes egenkontrol. Undersøgelsen har med andre ord ikke til formål at kvalitetssikre membransystemer. Derimod er en tilfældig produceret rulle membran med tilhørende tape, som den tilbydes forbrugere, anvendt i projektet.

PRØVNINGSMETODER

4 PRØVNINGSMETODER

4.1 Visuel gennemgang af membraner af regenereret PE

Membraner indeholdende regenereret PE gennemgås for revner, større fragmenter og svage områder. Membraner foldes ud i deres fulde bredde og rulles ud i deres fulde længde, så de kan gennemgås, udlagt i et lag. Membranerne gennemgås visuelt stykke for stykke. Revner, større fragmenter og svage områder i den enkelte membran skæres ud og samles for yderligere klassifikation. Den visuelle inspektion har til formål at vurdere, om de først indkøbte membraner købt i forår 2018 er i rimelig overensstemmelse med de membraner, som kan indkøbes i efterår 2019. Den visuelle inspektion af membraner har således til hensigt at efterse, om sortering og oprensningen af regenereret PE kan betragtes som indarbejdet i en tilstrækkelig grad ved produktionen af membraner af regenereret PE og membraner af en kombination af ren og regenereret PE.

Detaljerede oplysninger om fremstillingsprocessen er ikke afsløret af leverandørerne, men sortering, oprensning, vask og tilsætning af stabilisatorer antages at være af afgørende betydning for at kunne fremstille membraner af regenereret PE. Regenererede PE-membraner ekstruderes af smeltet granulat tilsat stabilisatorer. Granulat er forinden sorteret, renset og vasket. Membranen ekstruderes og foldes, inden den rulles op på rulle i længder af typisk 25 eller 50 meter.

Hver enkelt rulle membran pakkes ud af sin emballage. Membranerne købes i ruller af længder af 25 m eller 50 m. Membranerne er ved køb rullet om et paprør. Rullerne er 1 m brede og membraner er foldet på midten. Membraner foldes ud og trækkes hen over et bord, 2 m af gangen. Når membranen ligger på bordet, undersøges folden, membranen er foldet om, hvorefter selve membranens plane flader undersøges, se figur 3.



FIGUR 3. Visuel gennemgang af membran.

4.2 Accelereret ældning

Accelereret ældning er udført ved, at membransystemerne bestående af PE-membraner og samlinger opbevares i 84 døgn ved 70 °C og 90 % RF efterfulgt af 84 døgn ved 70 °C og 5 % RF. DUKO ældningsmetode 2. Accelereret ældning foretages i et klimakammer, se figur 4.



FIGUR 4. Klimakammer anvendt til accelereret ældning.

4.2.1 Accelereret ældning af dampspærresystemer

Der er forskellige metoder til at undersøge plast ved accelereret ældning. Alle materialer ældes eller nedbrydes med tiden og undergår derved ændringer i deres egenskaber. Accelereret ældning har ideelt set til formål at efterligne naturlig ældningsændring af egenskaberne af plast, men på kortere tid. Hastigheden af ændringerne afhænger af plasttypen, og af det miljø plastmaterialet udsættes for. Den betydende ældningsfaktor for PE, anvendt som dampspærre i konstruktioner, er oxygen, uden at lys er til stede (termo-oxidation). Ved tilstedeværelse af oxygen sker der nedbrydning selv ved lavere temperaturer og i betydelig grad ved højere temperaturer (Kirk, 1998). Kemiske nedbrydningsreaktioner med oxygen forårsager typisk brud i den molekylære hovedkæde, hvorved polymermolekylvægten falder. Da materialer baseret på polymerer ligeledes nedbrydes ved tilstedeværelsen af vanddamp, (Allara, 1975) er det relevant også at inkludere vanddamp. Dog skal det bemærkes, at vand kun påvirker polymerer med hydrolyserbare bindinger dvs. polyester, polyamid, polyacetal, og således ikke polyethylen (Allara, 1975).

Accelereret ældning kan således, for PE anvendt som dampspærre, udføres ved at stresspåvirke materialerne ved at udsætte dem for højere temperatur end den, der er i brugsfasen. Temperaturen skal vælges, så den samtidig ligger sikkert under smeltepunktet i en atmosfære indeholdende oxygen fx atmosfærisk luft og for nogle plasttyper vanddamp.

Den valgte accelererede ældning svarer til den accelererede ældning, der er anvendt ved projektet "Dampspærresystemers ydeevne", der netop fokuserer på dampspærresamlingers ydeevne over tid. Projektet "Dampspærresystemers ydeevne" er finansieret af Byggeskadefonden og AAU og lægger sig op ad en del af de krav, der stilles af Dampspærre og Undertagsklassifikationsordning (DUKO) for at klassificere dampspærresystemer.

I kravene til dampspærresystemer under DUKO [www.duko.dk] er der beskrevet to forskellige måder at udføre accelereret ældning på, metoderne fremgår af tabel 3. I dette projekt er metode 2 valgt på baggrund af undersøgelser af, hvad der er relevant for ældning af hhv. dampspærremembraner og klæbede samlinger (Rasmussen et al., 2018).

TABEL 3. Metoder for accelereret ældning som beskrevet i kravene til dampspærresystemer under DUKO [www.duko.dk]. Metode 2 er anvendt i dette projekt.

Betegnelse	Ældningsbetingelser
Metode 1	168 døgn i ventileret ovn ved 90 °C
Metode 2, accelereret ældning	84 døgn klimaskab ved 70 °C og 90 % RF efterfulgt af 84 døgn i ventileret ovn ved 70 °C

Andre måder at ælde bygningsmaterialer på er blandt andet beskrevet af Jelle (2012). Her beskrives en række påvirkninger bygningsmaterialer udsættes for i brug og dermed også, hvilke parametre det kan være relevant at inddrage i forbindelse med en accelereret ældning. I almindelighed ligger dampspærresystemer imidlertid relativt beskyttet, derfor er der en del af de traditionelle ældningsparametre/metoder, der er irrelevante, eksempler herpå er regn, frost og UV-lys; som alle er mekanismer, der typisk benyttes ved accelereret ældning.

4.2.2 Accelereret ældning af membraner

Nedbrydning af membraner, der ligger så beskyttet som dampspærre vil snarere være en kemisk nedbrydning end en mekanisk nedbrydning, og da Arrhenius' lov siger, at kemiske reaktioners hastighed stiger med temperaturen (Jelle, 2012), vil alene det at hæve temperaturen være med til at øge nedbrydningen. En høj temperatur kan dog betyde, at der optræder nedbrydningsmekanismer, der ikke ville forekomme naturligt, da de først sker ved en høj temperatur, som måske aldrig forekommer i virkeligheden med den tilsigtede anvendelse. Temperaturen kan således øges for at fremme nedbrydningen af materialet, dog kun til et godt stykke under smeltepunktstemperaturen, eller en temperatur for hvilken materialet ændrer sig og ikke forekommer under anvendelsen. Jelle (2012) skriver, at de fleste accelererede ældninger af polymerer rapporteres at ske ved temperaturer mellem 65 °C og 70 °C. Den harmoniserede produktstandard EN 13859 anbefaler, at ældning sker i henhold til EN 1296, dvs. ved 70 °C. Sammenlignes DUKO Metode 1, hvor temperaturen er 90 °C, så er accelerationen 4 gange svagere i Metode 2. Samtidig tilføres der fugt i Metode 2, hvilket ikke er tilfældet for Metode 1. Metode 1 benytter samme temperatur og varighed som Verksnorm 2000 (2. udg. Sveriges Plastförbund, 2000/2001). Ældningsbetingelserne i denne standard er tilrettelagt for at give sikkerhed for, at membranen kan holde mindst 50 år. Når der ældes ved 70 °C i stedet for 90 °C, svarer de 168 døgn til ca. 30 år beregnet ud fra den forudsætning, at anvendelsestemperaturen af membransystemet er 10 °C.

Accelereret ældning udføres ved, at membransystemerne bestående af PE-membraner og samlinger opbevares i 84 døgn ved 70 °C og 90 % RF, efterfulgt af 84 døgn ved 70 °C og 5 % RF.

4.2.3 Accelereret ældning af klæbede samlinger

I modsætning til membraner, hvor det er grundmaterialet, der ældes, vil det væsentlige for accelereret ældning af klæbede samlinger være, om klæbeevnen bevarer sine egenskaber.

Der er imidlertid meget lidt litteratur om, hvordan der foretages accelereret ældning af klæbede samlinger. En amerikansk standard ASTM D3611-06 (ASTM, 2019), beskriver hvorledes der kan udføres test af en rulle tape ved at rullen lægges i klimakammer ved 65 °C og 80 % RF i fire døgn, dette vurderes at svare til to års naturlig ældning på en hylde i en butik. På tilsvarende vis, beskriver Santas (1989), hvordan fire døgn accelereret ældning ved 98 °C og 80 % RF af pakketape svarer til to års ældning på hylden i en butik. De to beskrevne metoder illustrerer, hvor svært det er at overføre tid ved accelereret ældning til, hvad denne tid svarer til i tid ved naturlig ældning, eftersom temperatursættet er meget forskelligt, ville man forvente, at den ene accelererede ældning dækkede et længere tidsrum end den anden. Santas (1989) fremhæver ligeså, at en sådan omsætning af tid er meget svær, da det også afhænger af, hvilken egenskab man afprøver. Både ASTM (2011) og Santas (1989) har mest interesseret sig for, hvor længe en rulle tape, eksempelvis plaster, kan holde sig på hylden i en butik. Det skal bemærkes, at metoderne ikke er testet på prøveemner, der trykkes sammen, som fx klæbede samlinger i dampspærresystemer. Årsagen er, at fokus ikke er på byggematerialer, hvor langtidsvirkningen er væsentlig, men på plastre og pakketape, der kun forventes at skulle klæbe i kort tid i forhold til den tid produkterne forventes at ligge på hylden i en butik, lagringstiden, derfor er det for plastre og pakketape mere vigtigt, hvor længe de kan ligge på hylden, altså hvad sidste salgsdato bør være.

I modsætning hertil er der en tysk standard DIN 4108-11 (2018). Den opstiller krav og prøvningsmetoder til vurdering af langtidsklæbeevnen af samlinger af membraner, der skal sikre lufttæthed i bygninger. Ældningsbetingelserne er 65 °C og 80 % RF (ligesom i ASTM D3611 (ASTM, 2019)) men varigheden er 120 døgn. Tiden som denne accelererede ældningsmetode skal svare til i realtid ved naturlig ældning, fremgår ikke af standarden, imidlertid findes der tyske retningslinjer for holdbarhed (DIBt, 2005), hvori der beskrives den brugstid, der forventes for byggeprodukter, der behandles i fx europæiske normer. For produkter, der kun vanskeligt kan repareres eller udskiftes anses den normale brugstid for at være 25 år. Det må derfor forventes, at den accelererede ældning, der beskrives i DIN 4108-11 (2016) må svare til en tid på mindst 25 års almindeligt brug.

For de klæbede samlinger vurderes det, at DUKO ældningsmetode 2, der strækker sig over 168 døgn ved 70 °C, hvor den første halvdel af perioden har en relativ luftfugtighed på 90 % RF, er mindst lige så ældende som DIN metoden på 120 døgn ved 65 °C og 80 % RF i hele perioden.

Da de væsentligste ældningsparametre for såvel membraner som klæbede samlinger synes at være temperatur og relativ luftfugtighed, ved atmosfærisk luft, vurderes DUKO ældningsmetode 2 at være egnet som accelereret ældningsmetode for det samlede dampspærresystem, membran og samlinger, hvorfor den i denne rapport anvendes til den accelererede ældning.

4.2.4 Prøveemner

Prøveemner tildannet til de enkelte prøvninger påføres et hul Ø 5 mm et sted i det tildannede prøveemne uden for arealet til prøvning. Prøveemner tilhørende samme prøvning trækkes på en strip, som fastgøres til en rist placeret øverst i klimakammeret. Det sikres, at prøveemnerne hænger frit og løst under risten, se figur 5.



FIGUR 5. Membran og membransystemer samt samlinger af membraner med bånd af butyl hængt til accelereret ældning.

4.2.5 Yderligere termisk accelereret ældning

Yderligere termisk accelereret ældning er foretaget ved 70 °C og < 5 % RF. Yderligere termisk accelereret ældning er foretaget over to tidsperioder. Først en periode på 50 døgns yderligere termisk accelereret ældning efterfulgt af yderligere 30 døgns yderligere termisk accelereret ældning. Den yderligere termiske accelererede ældning er alene foretaget ved temperaturpåvirkning uden kontrol af den relative luftfugtighed. Den yderligere termisk accelererede ældning er således ikke fuldt sammenlignelig med den accelererede ældning. Betragtningerne for den ækvivalente tid for naturlig ældning er således forbundet med yderligere usikkerhed, og er således kun orienterende.

4.2.6 Prøveemner

Prøveemner til yderligere termisk accelereret ældning er et mindre prøveemne udskåret af membranen, ca. 3 x 3 cm, som lægges i et klimakammer.

4.3 Kemiske analyser

Den kemisk sammensætning og den kemiske opbygning af membraner analyseres ved følgende kemiske analyser:

Bestemmelse af kemiske bindinger, stabilitet, struktur og indehold (før accelereret ældning)

- Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi, som kan identificere bindingstyper på de kemiske forbindelser, der findes på de yderste mikrometer af overfladen, både organisk og uorganisk, i materialer dvs. polymer plus tilsetningsstoffer
- Acid-Detection (A-D) indikator strips, som kan vise afgangning af syre fra materialer ved at skifte farve i løbet af 24 timer.
- Beilstein test, som tydeligt kan vise om PVC er til stede eller ej. Det kræver, at man brænder et stykke af materialet på en kobbertråd.

- Røntgenfluorescens spektroskopi (XRF), viser grundstoffer i materialet.
- OIT-test, som kan anvendes til at vurdere graden af materialets stabilitet. Testen anvendes typisk i forbindelse med en kvalitetsstyringsforanstaltning.
- Scanning elektron mikroskopi, som viser overflader og fragmenter i nanometerskalaen.
- Glødetab, som kan indikere, hvor meget mineralisk tilsætningsstofsætning, der er i det organiske plastmateriale.

Bestemmelse af kemiske bindinger og struktur (før og efter accelereret ældning)

- Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi, som kan vise alle kemiske bindinger, både organisk og uorganisk, i materialer dvs. polymer plus tilsætningsstoffer.
- Acid-Detection (A-D) indikator strips, som kan vise afgasning af syre fra materialer ved at skifte farve i løbet af 24 timer.
- OIT-test, som kan anvendes til at vurdere graden af materialets stabilitet. Testen anvendes typisk i forbindelse med en kvalitetsstyringsforanstaltning.
- Scanning elektron mikroskopi, som viser overflader og fragmenter i nanometerskalaen.

TABEL 4. Oversigt over kemiske analyser.

Test	Udført før accelereret ældning	Udført efter accelereret ældning
Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi	X	X
Acid-Detection (A-D) indikator strips	X	X
Beilstein test	X	
Røntgenfluorescens analyse	X	
OIT-test	X	X
Scanning elektron mikroskopi	X	X
Glødetab	X	

4.3.1 Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi

Fourier transform infrarød (FTIR) spektroskopi blev brugt til at bestemme, hvilke plasttyper der var med i membranerne og for at evaluere deres kemiske stabilitet med tiden.

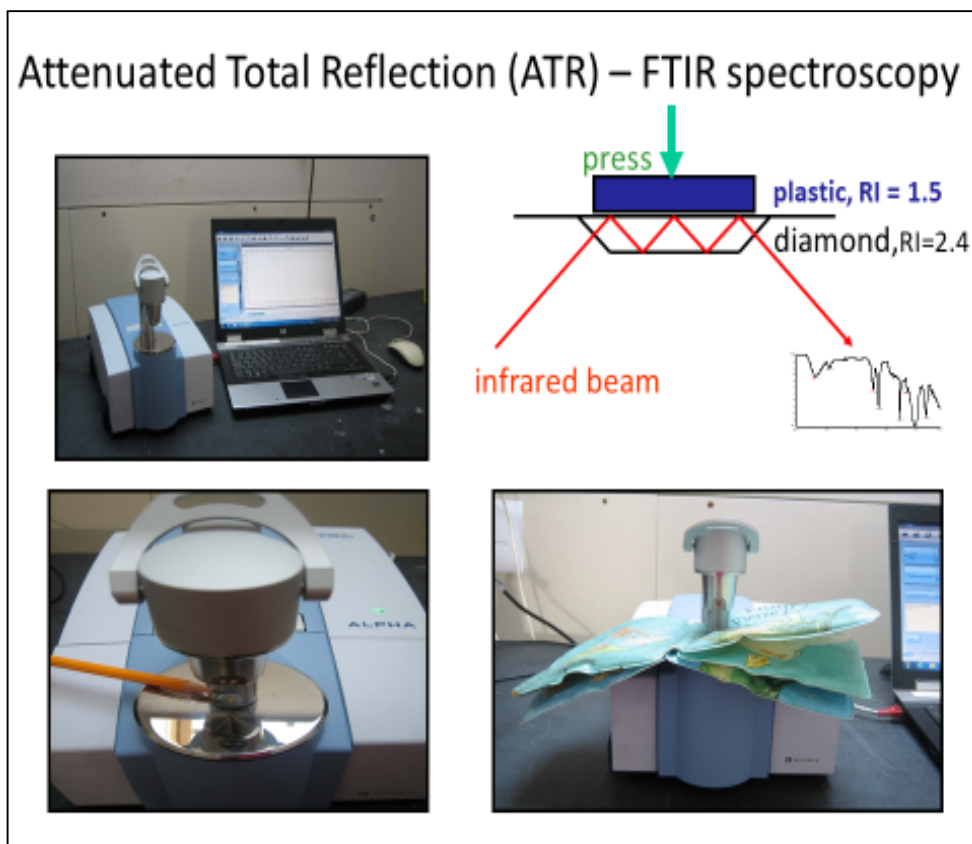
FTIR er en af de mest anvendte teknikker til identifikation af kemiske forbindelser i materialer, herunder polymerer og deres tilsætningsstoffer i plast, via deres evne til karakteristisk absorption af infrarød stråling. Metoden baserer sig på, at atomerne i et molekyle bevæger sig i forhold til hinanden med meget veldefinerede frekvenser for specifikke kemiske grupper. Det infrarøde spektrum af en prøve optages ved at sende infrarødt lys af varierende bølgelængde, og dermed fotonenergier, ind i det materiale, der skal analyseres. Hvis fotonenergien svarer til den mængde energi, der kræves for at gøre en molekylær vibration et niveau kraftigere, absorberes den af molekylet. Andre fotoner får lov til at passere materialet. De bølgelængder, hvor der sker absorption, fungerer derfor som et entydigt fingeraftryk for molekylet og kan benyttes til identifikation, et spektrum. Sammen med styrken af absorptionslinjerne er de endvidere grundlag for en meget detaljeret teoretisk forståelse af molekylernes opbygning og af de kræfter, der binder atomerne sammen.

På faste materialer kan man, med en reflektionsopstilling, anvende en teknik, der analyserer den yderste mikrometer af materialet. Denne metode kaldes ATR-FTIR, hvor ATR står for Attenuated Total Reflection. ATR-teknikken vinder større og større udbredelse, fordi den næsten ikke kræver nogen prøveforberedelse, dog kræver teknikken, at der kan opnås god fysisk kontakt mellem ATR-krystal materialet og prøven.

Udover identifikation af plasttyper, kan ATR-FTIR spektroskopi også anvendes til at undersøge nedbrydning af plast med tiden. Udvikling af nye FTIR-absorptionstoppe i spektre af plastprøver efter accelereret ældning er karakteristisk for oxidative nedbrydningsprodukter.

Metodebeskrivelse

Kemiske strukturer af alle membraner, der var med i projektet, blev undersøgt på Nationalmuseet før og efter accelereret ældning vha. ATR-FTIR spektroskopi. Membraner blev hverken forberedt eller behandlet inden analysen, men undersøgt som modtaget. Fem stykker (ca. 5 cm x 5 cm) blev klippet ud fra forskellige områder i hver PE-membran. FTIR spektre af hver stykke og på begge sider af prøverne blev undersøgt vha. et Bruker Alpha-p FTIR spektrometer ved at placere prøverne i tæt kontakt med en diamant ATR krystal og kører i 20 skan og opløsningen 4 cm^{-1} (figur 6). Gennemsnitlige spektre blev regnet ud for hver prøve (Strange, 2011).



FIGUR 6. ATR-FTIR spektroskopi blev brugt til at analysere membraner på Nationalmuseet.

Kemiske strukturer af alle membraner før accelereret ældning blev undersøgt ved at sammenligne deres ATR-FTIR med referencespektre fra Nationalmuseets referencedatabase. FTIR spektre er som regel unikke, så der er meget lille sandsynlighed for, at to forskellige plasttyper frembringer det samme spektrum. For at undersøge om membraner viser nogle tegn på kemisk nedbrydning med tiden, blev ATR-FTIR spektre af membraner, der var eksponeret for accelereret ældning, sammenlignet med de samme membraner før accelereret ældning og forandringer som følge af ændringer i spektrum noteret.

4.3.2 Acid-Detection (A-D) indikator

Frigivelsen af organiske syrer som gasser fra membraner kan både være sundhedsfarlige for dem, der arbejder med monteringsprocesser og kan også være med til at danne kemisk

ustabilitet, der nedsætter levetiden af materialerne. Acid-Detection, A-D indikator blev brugt til at detektere tilstedeværelsen af syre i membranerne.

A-D-stimler er papirbaserede indikatorer, der bruger pH indikatoren bromocresol grøn til at påvise tilstedeværelsen af syrer i alle materialer, herunder plast. Når A-D-stimler placeres i en lukket beholder med prøveemnet, skifter strimlerne fra blå ved pH 5,4 til grønt (lidt syre til stede) og derefter til gul ved pH 3,8 (meget syre til stede), hvis der frigives syre-gasser. Farven skiftes inden for 24 timer (Nicholson and O'Loughlin, 1996).

Metodebeskrivelse

Et stykke (5 cm x 5 cm) blev klippet ud fra alle membraner før og efter accelereret ældning. Prøveemnerne kom ned i et 25 mL reagensglas sammen med en ny blå A-D strimmel og låget blev sat på (figur 7). Reagensglas blev opbevaret i mørke, i 36 timer, og derefter blev A-D strimler undersøgt visuelt med hensyn til farveændringer. Processen blev gentaget to gange til for hvert prøveemne for at bekræfte resultaterne.



FIGUR 7. A-D indikatorer viser frigivelsen af organiske syrer fra plast ved at ændre farven fra blå til grøn og gul.

4.3.3 Beilsteins test

Plasttypen polyvinyl-chlorid (PVC) er kemisk ustabil, kan afgive giftige blødgørere når det nedbrydes og er besværgelig at genbruge. Derfor er den ikke ønsket i membraner anvendt til dampspærre. Beilsteins test udføres for at bekræfte FTIR analysens resultater om anvendelse af PVC.

Beilsteins test er en enkel metode til at identificere tilstedeværelsen af PVC. Her udnytter man, at der er forskel på en flammes udseende, alt efter om man afbrænder kobber som grundstof eller som kobber(I)ioner. Kobber som grundstof ændrer ikke flammefarven, så den forbliver gul. Kobber som ioner vil brænde med en grøn flamme, og dermed kan man se forskel.

Chloratomerne i PVC er i stand til at oxidere kobberet i en kobbertråd til kobberioner og danne saltet kobberchlorid. Hvis der er chlor til stede i plastmaterialet, vil den smeltede plast lave en kemisk reaktion med kobberet, som efterfølgende kan identificeres ved en grøn flammefarve. Hvis flammen bliver grøn, er der tale om PVC. Hvis ej, så findes PVC ikke i prøveemnet.

Metodebeskrivelse

Til Beilsteins test benyttes en kraftig gasflamme fra f.eks. en bunsen- eller gasbrænder og en ca. 30 cm lang kobbertråd (Beilstein, 1872). Metoden beskrives kort i figur 8, og illustreres på figur 8 (1), figur 8 (2), og figur 8 (3).

1. Spidsen af kobbertråden opvarmes, til den gløder, og alle urenheder er brændt væk.

2. PE-membran berøres med spidsen af kobbertråden.

3. Kobbertråden med plast føres ind i flammen. Hvis flammen bliver grøn, er der tale om PVC. Hvis ej, så findes PVC ikke i prøvemnet.



Forberedelse til Beilsteins test



Prøvetagning



Hvis flammen bliver grøn, er der tale om PVC

FIGUR 8. Metodebeskrivelse med billeder – Beilsteins test.

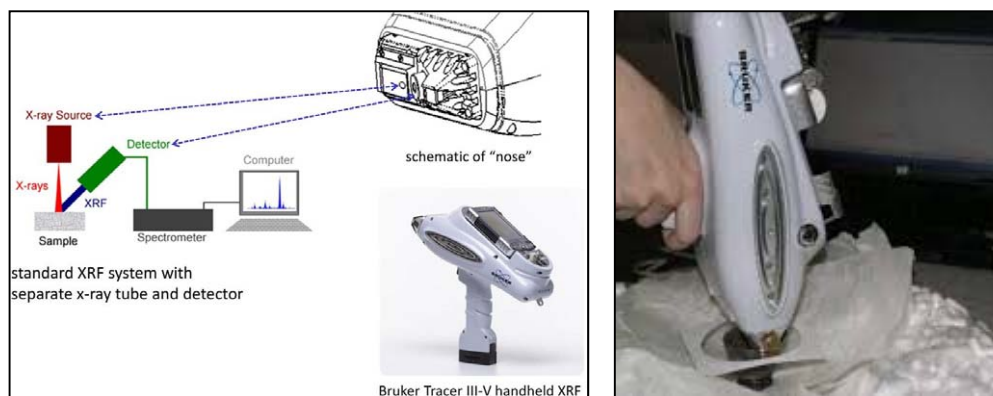
4.3.4 Røntgenfluorescens spektroskopi (XRF)

Tilstedeværelse af visse grundstoffer i plast indikerer uorganiske tilsætningsstoffer, bl.a. udfyldningsmaterialer og flammehæmmende materialer, der kan ændre de fysiske egenskaber af membraner, og derfor er dette blevet undersøgt.

Ved XRF kan man bestemme en prøves grundstofsammensætning. XRF er en overflademåling, som i princippet kan detektere og måle indholdet af alle grundstoffer, dog med en begrænsning for de letteste grundstoffer. Nationalmuseets bærbare røntgenfluorescensudstyr, Bruker Tracer III-V, kan normalt detektere grundstoffer med højere atomnummer end magnesium. XRF er ikke-destruktiv og kan derfor anvendes til forskellige applikationer som fast materiale herunder plast.

Metodebeskrivelse

Prøveemner er holdt i tæt kontakt med XRF spektrometerets hoved og er derefter aktiveret med den primære røntgenstråling. I processen skubbes elektroner ud fra de indre elektronskaller. Elektroner fra ydre elektronskaller fylder de resulterende hulrum, der udsender en fluorescensstråling, som er karakteristisk i sin energifordeling for et bestemt grundstof. Denne fluorescensstråling evalueres af detektoren og er fortolket vha. en referencedatabase (figur 9). Processen tager ca. 30 sekunder (Beckhoff et al., 2006).



FIGUR 9. Bærbar røntgenfluorescens udstyr på Nationalmuseet.

4.3.5 OIT-test

Formålet med testen er at bestemme den oxidative induktionstid (OIT) af dampspærren ved brug af differentiell scanning kalorimetri (DSC). Metoden kan anvendes på polymermaterialer, som er tilsat stabilisatorer. Resultatet af testmetoden, som anvendes i dette projekt, den isoterme OIT-tid, er et tidsrum i minutter. Størrelsen af OIT-tiden indikerer, hvor godt polymermaterialet er stabiliseret imod oxidativ nedbrydning og er et værktøj til at måle og rangere forskellige udgaver af samme materiale. Det skal nævnes, at OIT-tiden ikke direkte kan omregnes til en koncentration af antioxidanter i materialet. Forskellige antioxidanter kan have forskellige OIT-tider, og antioxidanter kan interagere med andre tilsætningsstoffer i det færdigt formulerede materiale.

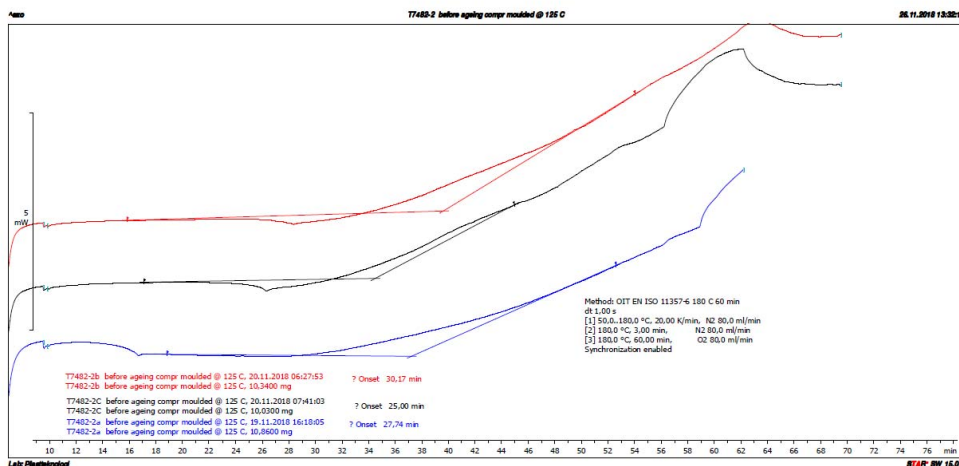
Metodebeskrivelse

Til udførelse af testen følges proceduren beskrevet i DS/EN ISO 11357-6:2018, *Plast – DSC (differential scanning calorimetry) – Del 6: Bestemmelse af oxidationsinduktionstid (isoterme OIT) og oxidationsinduktionstemperatur (dynamisk OIT)*.

Vi måler induktionstiden isotermt ved 180 °C.

Prøveemner er lavet ved varmpresning af flere lag membran ved 125 °C og støbt i 2 x 2 minutter. Der er efterfølgende udstanset prøveemner, som placeres i standard prøveholdere i DSC-apparatet. Der er udført 3 gentagelser pr. membran før og efter accelereret ældning.

Prøvningen foretages ved, at plastprøven opvarmes ved en konstant hastighed, 20 K/min, op til 180 °C i nitrogen atmosfære med en nitrogentilførsel på 80 ml/min. Når temperaturen når 180 °C, skiftes atmosfæregassen i DSC-kammeret til rent oxygen, som tilføres med 80 ml/min. Efter en given tid vil den "termale" kurve, varmeudviklingen, ændres som følge af oxidation. Nedenstående figur 10 viser et eksempel på, hvordan forløbet af varme-kurven kan se ud for et forsøg, hvor exoterm varmeudvikling giver en stigning i termogrammet.



FIGUR 10. Eksempel på et termogram for et OIT-forsøg. Eksemplet er for T7482-2, før accelereret ældning.

Til udførelse af prøvningen anvendes følgende udstyr og gasser:

- Mettler Toledo, DSC 823, figur 11
- Mitutoyo Thickness gauge
- Nitrogen fra AGA med renhed 5.0 og oxygen fra AGA med renhed 3.0.



FIGUR 11. Mettler-Toledo, DSC 823.

Den isoterme OIT-tid bestemmes ved tangentmetoden, som er beskrevet i ISO 11357-6:2008, afsnit 9.6.1. Ovenstående figur 10 viser et eksempel på, hvordan OIT-tiden bestemmes for et prøveforløb.

4.3.6 SEM før og efter accelereret ældning

Membranernes overflade undersøges i scanning elektron mikroskopi (SEM). SEM anvender elektromagnetiske stråling, så man kan opnå en større opløsning (se mindre detaljer) end ved almindelig lysmikroskopering, og man kan således observere objekter ned på nanometerskalaen. I stedet for glaslinser, som benyttes ved lysmikroskopering, benytter man sig ved SEM af elektriske og magnetiske linser, som fokuserer elektronerne på lignende måde, som optiske linser fokuserer lys.

Metodebeskrivelse

Små membranstykker (15 mm x 15 mm) klippes ud fra hver af de undersøgte PE-membraner. Der klippes stykker af PE-membraner før og efter accelereret ældning. Membranstykkerne undersøges i SEM. Det areal, som undersøges er ca. 600 µm langt.

4.3.7 Glødetab

Glødetabet blev målt efter den procedure, som anvendes til miljøprøver så som jord og slam for at finde indholdet af organisk stof. Prøverne glødes ved en temperatur på 550 °C, og vægttabet måles.

Baggrunden for at anvende denne analyse til at bestemme uorganiske tilsætninger/urenheder i PE-membraner er, at PE vil være fuldt nedbrudt ved denne temperatur, hvorimod mineralske urenheder først vil glødes ved meget højere temperaturer. PE glødes til en vægtprocent på 0% ved 480 °C, og det gælder både lavdensitets-polyethylen (LDPE) (Ali et al. 2005) og HDPE (Pouriman et al. 2019). Glødetabet er således et udtryk for vægtprocenten af uorganisk materiale i membranprøven.

Metodebeskrivelse

Membranstykker af 2-2,5 g blev klippet ud af hver af de undersøgte PE-membraner. Stykkerne blev tørret ved 105 °C og derefter glødet ved 550 °C i muffelovn. Massen af de tørrede membranstykker (m_0) og resten af massen efter udglødning (m_g) blev vejet på vægt med 4 decimaler. Glødetabet angives som vægttab ved udglødning beregnes som $((m_0 - m_g)/m_0) * 100$.

4.4 Fysiske materialeegenskaber

De mekaniske egenskaber bestemmes ved følgende prøvninger og analyser:

- Trækstyrke på langs af produktionsretningen angiver materialets styrke ved trækprøvning indtil maksimal belastning og brud.
- Trækstyrke på tværs af produktionsretningen angiver materialets styrke ved trækprøvning indtil maksimal belastning og brud.
- Bestemmelse af Youngs modul.
- Brudforlængelse på langs af produktionsretningen er betegnelsen for forlængelse af materiale, lige inden bruddet indtræffer ved trækstyrkeprøvning.
- Brudforlængelse på tværs af produktionsretning er betegnelsen for forlængelse af materiale, lige inden bruddet indtræffer ved trækstyrkeprøvning.
- Rivestyrke på langs af produktionsretningen angiver materialets evne til at modstå oprivning.
- Rivestyrke på tværs af produktionsretningen angiver materialets evne til at modstå oprivning.
- Modstand mod slagpåvirkning (gennemlokning) for bestemmelse af materialets modstands over for punktering ved slagpåvirkning.
- Fladevægt og tykkelse af materiale.
- Vanddampdiffusionsmodstand, som indikerer vanddamptheden af materialet.
- Overfladespænding, som er afgørende for materialets vedhæftning, hvorfor overfladebehandling kan være nødvendig (plasma- og corona-behandling).
- Klæbestyrke på begge sider af membranen. Kombinationer af membran, tape og bånd af butyl testes.
- Bøjestivhed.

TABEL 5. Oversigt over undersøgte fysiske materialeegenskaber og valgte metoder.

Test	Metode	Udført før accelereret ældning	Udført efter accelereret ældning
Trækstyrke på langs og tværs, samt brudforlængelse og Youngs modul	DS/EN ISO 527-3	X	X
Rivestyrke på langs og på tværs	DS/EN 12310-1	X	X
Modstand mod slagpåvirkning	DS/EN 12691	X	X
Fladevægt	DS/EN 1849-2	X	
Membrantykkelse	DS/EN 1849-2	X	X
Vanddampdiffusionsmodstand	DS/EN 1931	X	X
Overfladespænding	ASTM D2578	X	X
Klæbestyrke	DS/EN 12316-2	X	X
Bøjestivhed	DS/EN ISO 178	X	X

4.4.1 Brudforlængelse, Youngs modul og trækstyrke på langs og på tværs

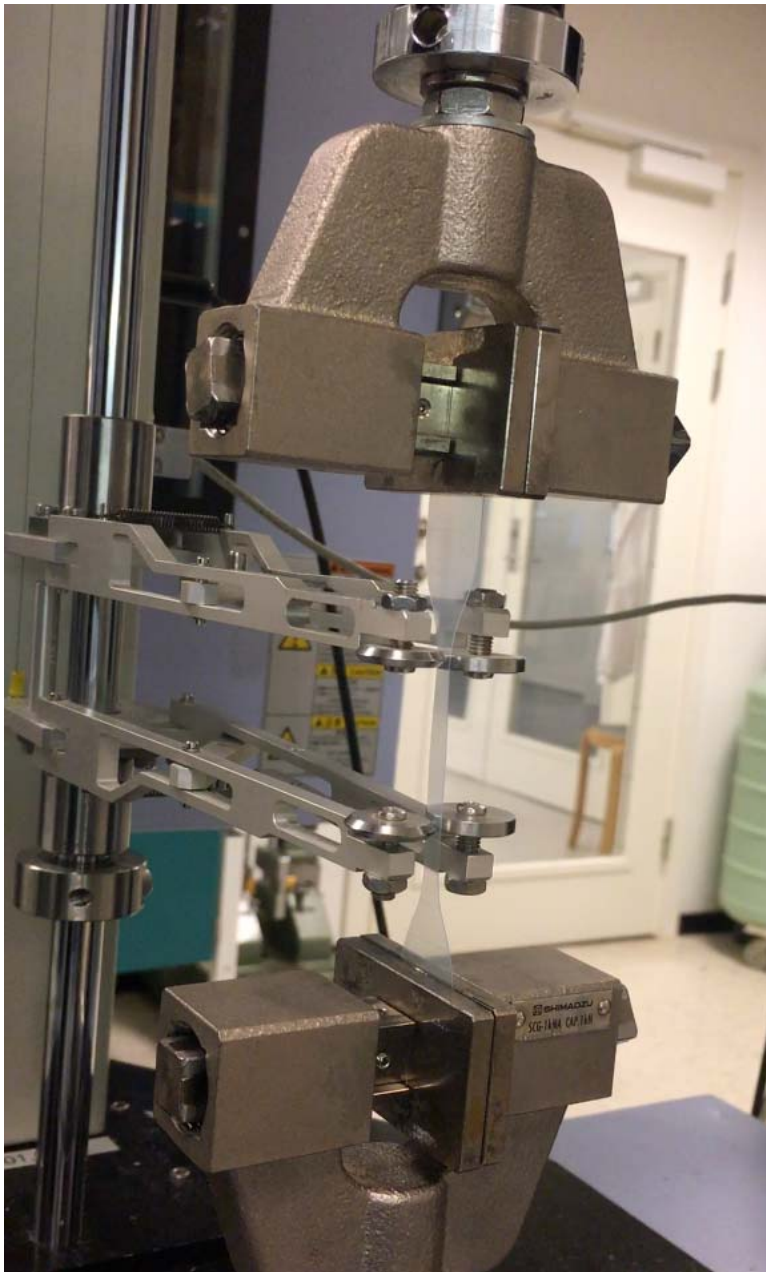
Formålet med testen er at bestemme trækstyrken af de undersøgte PE-membraner. Ved testen bestemmes brudforlængelsen, dvs. tøjningen ved brud og trækstyrken, som er den højst målte spænding under trækforsøget. Desuden angives det målte approksimerede Youngs modul ved 0,5-1,0 % tøjning, selvom det ikke er en del af den benyttede standard ISO 527-3.

Metodebeskrivelse

Til udførelse af testen følges proceduren beskrevet i DS/EN ISO 527-3:2018, *Plast – Bestemmelse af trækegenskaber – Del 3: Prøvningsbetingelser for film og folier*.

Prøveemner er formet som kødben, efter specifikationen beskrevet i ISO 527-3, Type 5 *specifikationen*. Da membraner til dampspærre fremstilles i en folieblæseproces, er der forskel på produktets maskin- og tværretning. Trækegenskaberne bestemmes derfor som gennemsnit af 5 gentagelser i hver retning.

Udstyr: Prøvningen foretages på en trækprøvemaskine af typen: Shimadzu machine model AG-X, class 0.5 load cell 500 N, se figur 12. Til måling af tøjning bruges et click-on extensometer fra Shimadzu, class 1. Til måling af prøvetykkelse bruges et mikrometer af typen: Mitutoyo Thickness gauge.

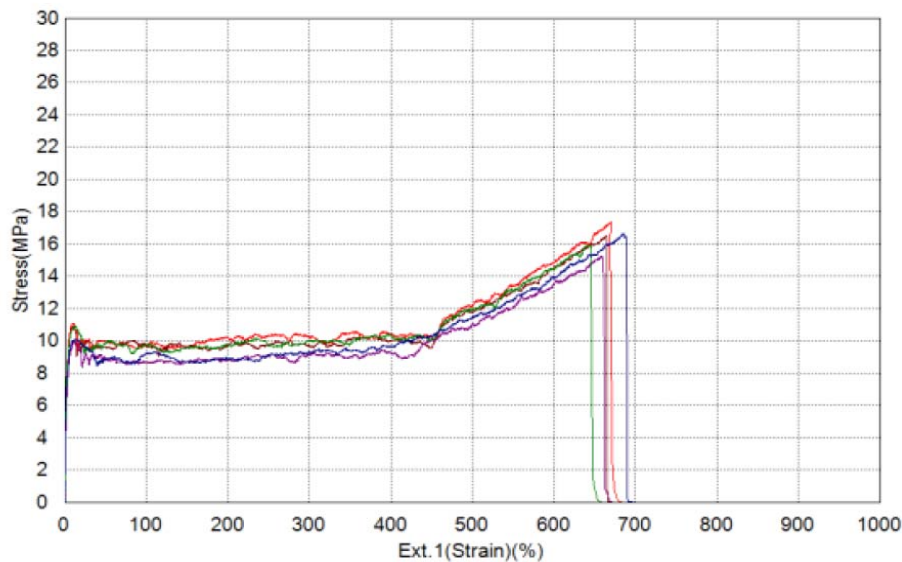


FIGUR 12. Shimadzu machine model AG-X med click-on extensiometer.

Prøvningsbetingelser: Målingerne foretages i et klimastyret laboratorium ved 23 °C og 50 % RF.

Prøve- og test specifikationer: Prøveemner er formet som kødben, efter specifikationen beskrevet i ISO 527-3, Type 5 *specifikationen*. Målinger udføres med 5-dobbelt bestemmelse. Træk hastigheden er 100 mm/min.

Prøvningsresultatet for et trækforsøg er den såkaldte arbejdskurve. Nedenstående figur 13 viser et eksempel på, hvordan spændingen og tøjningen konkret har udviklet sig i et af de udførte forsøg. I det konkrete eksempel ligger brudforlængelsen på mellem 650 % og 700 %. Brudstyrken er spændingen umiddelbart inden brud, hvilket for det viste eksempel er målt til mellem 15,2 MPa og 17,4 MPa. Det approksimerede Youngs modul er hældningen af kurven mellem 0,5-1 % tøjning, hvilket her er ca. 180 MPa, hvilket ikke umiddelbart kan læses af kurven.



FIGUR 13. Eksempel på resultatet af en trækprøvning.

4.4.2 Rivestyrke på langs og på tværs

Formålet med testen er at bestemme rivestyrken af de undersøgte PE-membraner. Rivestyrken bestemmes ved at trække et dorn igennem membranen med en given hastighed og måle kraften det kræver. Da membraner til dampspærre fremstilles i en folieblæseproces, er der forskel på produktets maskin- og tværetning. Rivestyrken bestemmes i begge retninger.

Metodebeskrivelse

Til udførelse af testen følges proceduren beskrevet i DS/EN 12310-1:1999, *Fleksible membraner til fugtisolering*. Del 1: *Tagpap. Bestemmelse af modstandsevne over for sømudtrækning*.

Til udførelse af testen er der lavet prøveemner, som er 100 x 100 mm i størrelse.

Udstyr: Prøvningen foretages på en trækprøvemaskine af typen: Instron tensile testing machine udstyret med en 5 kN vejecelle. PE-membranprøven monteres i trækprøvemaskinen i en prøvefikstur, som vist i figur 14. Fiksturet er også vist i afsnit 5.2 i EN 12310-1.

Forsøgsbetingelser: Målingerne foretages i et klimastyret laboratorium ved 23 °C og 50 % RF.

Prøve- og test specifikationer: Prøveemner er formet som ark, efter specifikationen beskrevet i DS/EN 12310-1:1999. Målinger udføres med 5-dobbelt bestemmelse. Træk hastigheden er 100 mm/min.

Prøverne monteres i det i figur 14 viste fikstur, og perforeres med dertil indrettet dorn. Dornen trækkes igennem PE-membranen med en hastighed på 100 mm/min og trækraften måles løbende under forsøget.



FIGUR 14. Rivestyrkefikstur.

Jævnfør beskrivelsen i afsnit 9.1 i EN 12310-1, er resultat af målingen den maksimalt målte kraft taget som gennemsnittet fra de 5 udførte målinger. Kraften er afrundet til nærmeste 5 Newton.

4.4.3 Modstand mod slagpåvirkning

Formålet med testen er at bestemme, ved hvilken slagpåvirkning membranen bryder, altså ved hvilket slag der kommer et hul i membranen.

Metodebeskrivelse

Måling af slagpåvirkning blev udført som beskrevet i DS/EN 12691: *Fleksible membraner til fugtisolering – tagpap, plast- og gummifolier til tagdækning – Bestemmelse af modstand over for slagpåvirkning.*

Opstilling

Modstanden mod slagpåvirkning udtrykkes som den maksimale højde, hvorfra faldmassen kan slippes uden skade på membran. Faldlodet ses på figur 15. Det vejer $500 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ og diameteren af kuglen nederst på faldhovedet er 12,7 mm.

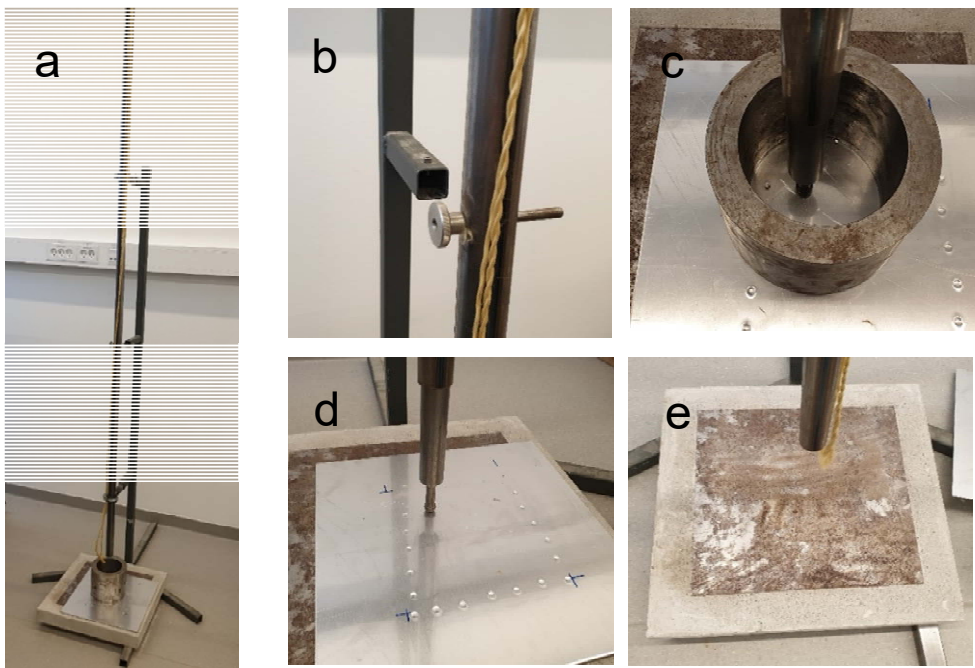


FIGUR 15. Faldlod.

Det anvendte apparat, ses på figur 16 (a-e). Figur 16 a, viser hele opstillingen. Faldloddet kører inde i stålåret, som går til 2 meters højde fra det punkt, hvor faldloddet rammer. Højden, hvorfra faldloddet slippes bestemmes med en split (figur 16 b), som trækkes ud. Afstanden mellem de huller, hvori splitten kan placeres, varierer ned over stålåret: mellem 200-500 mm højde er der 50 mm mellem hullerne, mellem 500-1000 mm er der 100 mm mellem hullerne og for højder over 1000 mm er der 250 mm mellem hullerne.

Membranstykket fastholdes under forsøget mellem et stålår og en aluminiumsplade (figur 16 c). Den indre diameter af stålåret er 100 mm, og aluminiumspladen er 300 mm x 300 mm x 3 mm.

Aluminiumspladen flyttes 25 mm mellem hver måling. Faldloddet afsætter et mærke i pladen (figur 16 d), og det er vigtigt, at faldloddet ved næste forsøg rammer en plan overflade. Under aluminiumspladen er en støbt flise med en stålplade i samme dimensioner som aluminiumspladen (figur 16 e).



FIGUR 16. Opstilling til måling af slagpåvirkning. (a) hele opstillingen, (b) split til indstilling af faldhøjde, (c) stålcylder og aluminiumsplade, hvorimellem membranstykket holdes fast, (d) aluminiumsplade med mærker efter målinger, og (e) ballast-flise af beton med indstøbt stålplade.

Udførelse af måling

PE-membranen placeres mellem stålcylander og aluminiumsplade (figur 16 c), og faldloddet slippes først fra 2000 mm højde. Det vurderes visuelt, om der er hul, og kan et hul ikke ses, undersøges det under vakuum, om membranen er tæt. Er der hverken set hul visuelt eller under vakuum, har membranen bestået denne højde. Er der derimod hul, foretages næste test fra næste højde (lavere faldhøjde).

Modstanden mod slagpåvirkning udtrykkes som den maksimale højde, hvorfra faldmassen kan slippes uden skade på membranen. Ifølge standarden udføres testen i femdobbel bestemmelse (på 5 forskellige stykker membran fra samme rulle), og modstanden mod slagpåvirkningen er den højde, hvor minimum 4 ud af 5 prøver holder.

Der var begrænset membranareal af de ældede prøver. Da de forventes at have mindre modstand mod slagpåvirkning, end de tilsvarende membraner før accelereret ældning, blev den første højde, hvorfra faldloddet blev sluppet, hullet lige under det hul, som angav slagpåvirkningen af membran før accelereret ældning. Hvis der her gik hul, blev næste måling lavet fra et hul lavere. Holdt membranen, blev næste måling udført fra et hul højere.

4.4.4 Fladevægt og tykkelse

Fladevægt og tykkelse blev målt som beskrevet i DS/EN 1849-2 (2010): *Fleksible membraner til fugtisolering – Bestemmelse af tykkelse og vægt pr. arealenhed. Del 2: Plast og gummifolier*. Prøverne blev udtaget fra PE-membranerne i henhold til DS/EN 13416: *Fleksible membraner til fugtisolering - Tagpap, plast- og gummifolier til tagdækning - Regler for prøvetagning*.

Metodebeskrivelse

Fra hver af de undersøgte PE-membraner blev der udtaget 6 prøver med dimensionerne 10 x 10 cm til måling før og efter accelereret ældning. PE-membranprøverne testet før accelereret ældning blev konditioneret ved 27 °C og 56,3 % RF.

Fladevægten blev målt på de udtagne og konditionerede prøver, dvs. på PE-membranestykker med dimensionerne (10.000 ± 100) mm², før accelereret ældning. Prøverne blev vejret på en vægt til nærmeste 0,01 g. Resultatet angives i g/m².

Tykkelsen måles mekanisk med måleur fra Sylvac (figur 17). Tykkelsen angives med en præcision på 0,01 mm. Den målte, plane overflade har en diameter på 10 mm \pm 0,05 mm under et tryk på 20 kPa \pm 10 kPa. Tykkelsen måles før og efter accelereret ældning.



FIGUR 17. Sylvac apparat til måling af membrantykkelse.

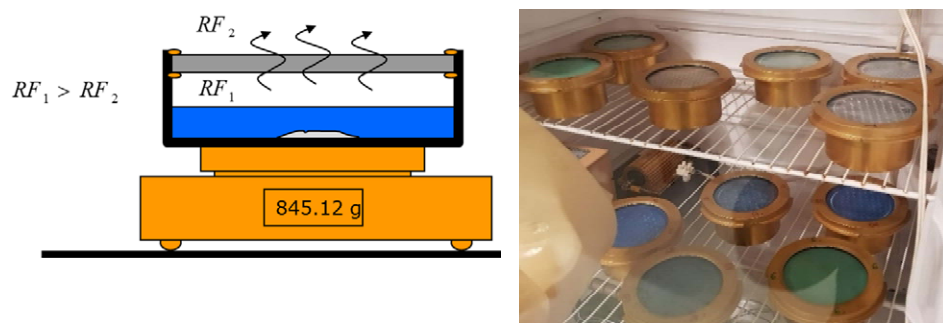
4.4.5 Vanddampdiffusionsmodstand

Vanddampdiffusionsmodstanden er målt efter DS/EN 1931: *Fleksible membraner til fugtisolering – Bitumen, plast- og gummimembraner til fugtisolering af tage – Bestemmelse af vanddampdiffusionsegenskaber.*

Metodebeskrivelse

En mættet saltopløsning (KNO_3) inde i koppen sørger for en konstant relativ fugtighed på 93 %. Temperaturen og den relative fugtighed i klimaskabet, hvor kopperne var placeret, var henholdsvis 23 °C og 50 % RF. Figur 18 viser den mættede saltopløsning i underdelen af koppen. For at sikre at vanddampen ikke bevæger sig uden om prøvelegemet, tættes forbindelsen mellem koppers dele og prøvelegemet med gummiringe. Under membranen placeres et metalnet, som mindsker risikoen for, at saltopløsningen skvulper op på undersiden af prøvelegemet, når kopperne vejes under forsøget. Dette vil i givet fald kunne medføre fejlmålinger.

Åbningen i låget af kopperne, og dermed det membranareal, som vanddampdiffusionen blev målt over, var 0,00785 m² (diametere 10 cm).



FIGUR 18. Venstre: principskitse af forsøgsopsætning med membran monteret i koppers låg (grå), saltopløsning (blå), på en vægt. Højre: kopper med membraner i klimaskab.

Kopperne blev vejet løbende i klimakammeret over 2-3 måneder. Der udføres dobbeltbestemmelse for hver membrantype (både for de undersøgte PE-membraner før accelereret ældning og for de accelererede ældede membraner). Vanddampfluxen findes ved at optegne vægtændringen over tid og finde hældningen af denne kurve, når transporten er blevet stationær. Dette ses ved, at hældningen af kurven er konstant, dvs. når fugtstrømmen beskriver en ret linje.

Fluxen gennem en membran til et givent tidspunkt kan findes ud fra:

$$q_d = \frac{m_2 - m_1}{A \cdot (t_2 - t_1)}$$

hvor

m_i er koppers masse til et givent tidspunkt, t_i , $i = 1, 2$, [kg]

t_i er tiden [s]

A er gennemstrømningsarealet [m²]

Vanddampdiffusionsmodstand (Z) [GPa s m²/kg] er en materialeegenskab, der beskriver et materiales gennemtrængelighed overfor vanddamp:

$$Z = (p_1 - p_2)/q$$

Hvor p_1 og p_2 er partialtrykket i og uden for koppen. Disse partialtryk findes ud fra kendskab til RF og temperatur under forsøget. Temperaturen var 23 °C. RF_1 og RF_2 var henholdsvis

93 % og 50 %. Ved 23 °C er mætningstrykket $p_s = 2810$ Pa (Godfredsen & Nielsen, 2006). Partialtryk $p = p_s \cdot RF$, dvs. $p_1 = 2613$ Pa og $p_2 = 1405$ Pa.

4.4.6 Overfladespænding

Overfladespændingen af dampspærremembraner blev vurderet med Accu Dyne Test™ penne.

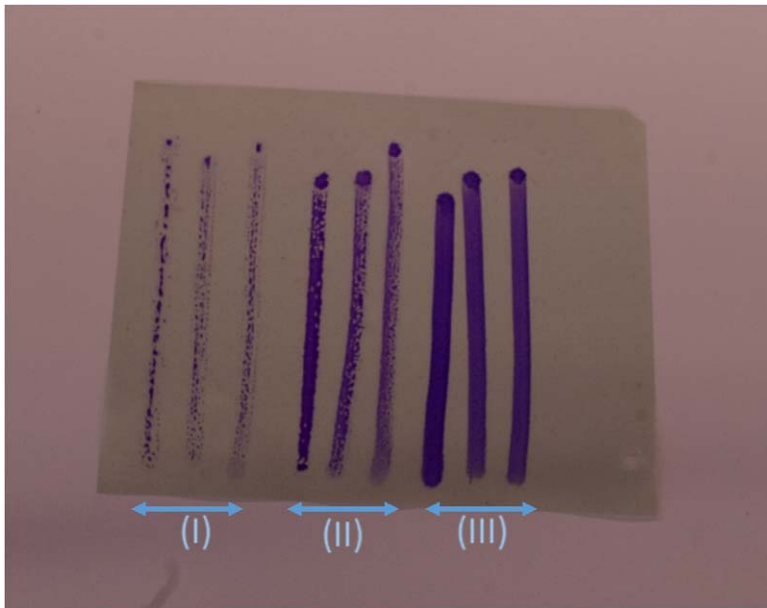
Metodebeskrivelse

Et sæt af penne med forskellige væsker anvendes (figur 19). Metoden bygger på ASTM D2578 *Standard Test Method for Wetting Tension of Polyethylene and Polypropylene Films*, hvor overfladespændingen af PE- og PP-membraner bestemmes ved at måle kontaktvinkler for dråber på membranen med de samme væsker. Accu Dyne Test™ pennene indeholder de samme væsker, men vurderingen af overfladespændingen er gjort nemmere ved brug af pennene. Resultatet af testen er et "dyne-niveau", som kan anvendes til sammenligning af membraner. Information om pennene findes på hjemmesiden <https://www.accudyne-test.com/pentest.html>.



FIGUR 19. Accu Dyne Test™ penne.

Med let hånd tegnes tre parallelle streger på et stykke PE-membran, og det vurderes, hvordan strengen udvikler sig inden for de første tre sekunder. Hvis arealet under strengen forbliver fugtet og strengen er intakt i mere end 3 sekunder, er dyne-niveau for lavt, og pennene med et dyne-niveau højere testes. Hvis strengen derimod skiller eller bliver tynd inden for et sekund, er dyne-niveau for højt, og pennene med et dyne-niveau lavere testes. Det rigtige dyne-niveau findes, når strengen holder formen i et til tre sekunder, inden den løber sammen. Figur 20 viser et eksempel på streger med tre forskellige dyne-niveauer efter 3 sek. Stregerne til venstre (I) er sat med en pen med for højt-dyne niveau, stregerne i midten (II) er med det rigtige dyne-niveau, og stregerne til højre (III) har for lavt et dyne-niveau.



FIGUR 20. (I) for højt dyne-niveau, (II) det rigtige dyne-niveau, og (III) for et lavt dyne-niveau.

I dette projekt startede vi med dyne-niveau 32 og gik op eller ned i niveau efter resultatet vurderet som beskrevet. For at være sikker på at vurdere strengen efter 1-3 sek. som foreskrevet, blev det valgt at filme stregerne, for herved at være helt sikker på, hvordan stregerne udviklede sig i det meget korte tidsinterval.

Membranerne var opbevaret i 24 timer og testen blev udført ved 24-25 °C og 35-38 % RF.

4.4.7 Klæbestyrke

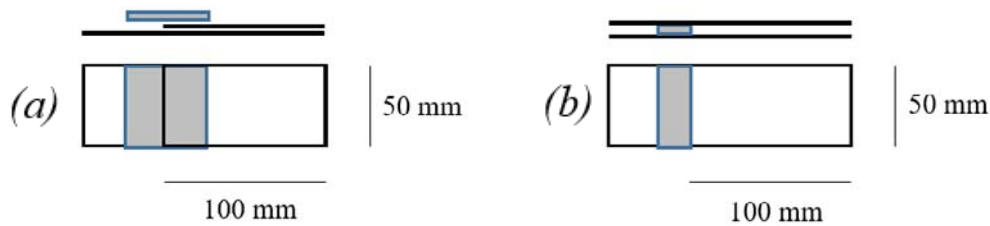
Målingen af klæbestyrke for samling af PE-membraner med tape og bånd af butyl blev målt som beskrevet i DS/EN 12316-2 (2000) *Fleksible membraner til fugtisolering – Bestemmelse af modstandsevne over for peelstyrke – Del 2: Plast og gummimembraner til tagdækning*. Prøverne blev udtaget fra membranrullerne i henhold til DS/EN 13416: *Fleksible membraner til fugtisolering - Tagpap, plast- og gummifolier til tagdækning - Regler for prøvetagning*.

Metodebeskrivelse

Prøver blev udtaget fra 9 PE-membraner. Fra hver PE-membran blev der udtaget prøver med dimensionerne 50 x 100 mm hen til samling (figur 21), samlingerne er trykket med stål-rulle med følgende specifikationer:

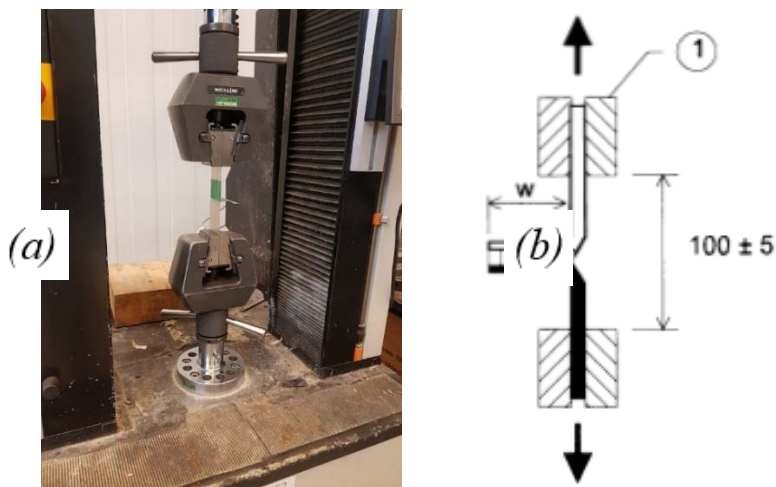
- Udvendig diameter (inklusive gummibandage): $(85 \pm 2,5)$ mm
- Knapvalsens vægt: (2000 ± 10) g
- Bredde: $(50 \pm 1,5)$ mm
- Gummibandagens hårdhed: (80 ± 5) .

14 prøver er samlet med enkeltsideklæbende tape, og 14 prøver med bånd af butyl som mellemlæg, til måling før og efter accelereret ældning. Prøverne testet før accelereret ældning blev konditioneret ved 24 °C og 54 % RF.



FIGUR 21. (a) samling med enkeltsideklæbende tape, (b) butyl.

Klæbestyrken blev målt på de udtagne og konditionerede prøver, dvs. på membranstykker med dimensionerne 50 x 200 mm, før og efter accelereret ældning. Klæbestyrken for prøverne blev målt ved en instron prøvemaskine (figur 22 a), prøverne blev målt ved ensartet hastighed af grebseparationen med 50 mm fra greb til samling (figur 22 b). Klæbestyrken måles ved konstant grebseparationshastighed på 100 mm ± 10 mm/min. Resultatet angives i N.



FIGUR 22. (a) Instron til måling af klæbestyrken, (b) grebseparation [DS/EN 12316.2].

4.4.8 Bøjestivhed

Formålet med at bestemme et index for bøjningstivheden af de undersøgte PE-membraner er at introducere en metode til at sammenligne de forskellige PE-membraners håndterbarhed.

Teori og baggrund:

Det antages, at opsætning af en PE-membran til dampspærre, og håndteringen af den, vil være afhængig af, hvor let bøjelige PE-membranen er. Altså, at en let bøjelig PE-membran er lettere at håndtere og sætte op end en svært bøjelig PE-membran.

Bøjestivheden, se figur 23 og dermed bøjeegenskaberne for et fast emne er beskrevet i Standarden DS/EN ISO 178:2019. Her findes sammenhængen mellem bøjekraften, Youngs modul, tykkelse, bredde og længde.

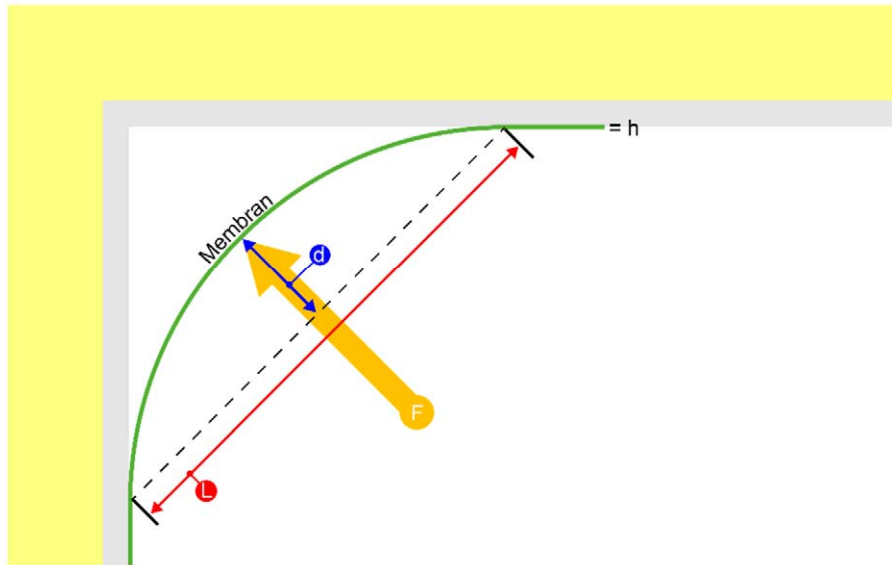
Sammenhængen bestemmes vha. følgende formel:

$$F = E * h^3 * \frac{4wd}{L^3}$$

hvor

- F: Bøjekraft
- E: Youngs modul for PE-membran
- h: tykkelse af PE-membran
- d: udbøjning
- L: Længde mellem supportpunkter
- w: bredde af PE-membran.

Hjørne



FIGUR 23. Bøjestivhed for en membran.



5

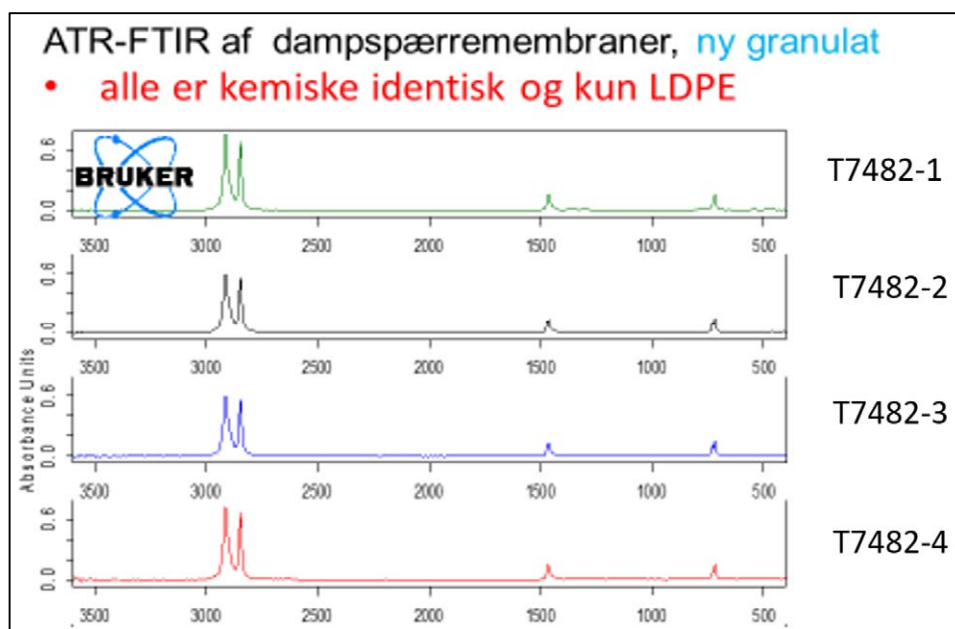
RESULTATER

5 RESULTATER

5.1 Kemiske analyser

5.1.1 Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi

Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared, ATR-FTIR spektre af prøver af ren PE, jomfrueligt PE og 100% ny PE, før accelereret ældning er kemisk identiske med referencoprøver af lavdensitetpolyethylen (LDPE) og indbyrdes sammenlignelige (figur 24). Alle membraner udviser karakteristiske toppe mellem 3000 og 2840 cm^{-1} , der tilskrives asymmetrisk og symmetrisk strækning af CH_2 -grupper, omkring 1469 cm^{-1} på grund af deformation i CH_2 -grupper og omkring 718 cm^{-1} fra gyngevibration af CH_2 -grupper (Shashoua, Y.R. (2008). Ingen andre polymertyper end LDPE kan identificeres i de rene PE-membraner.

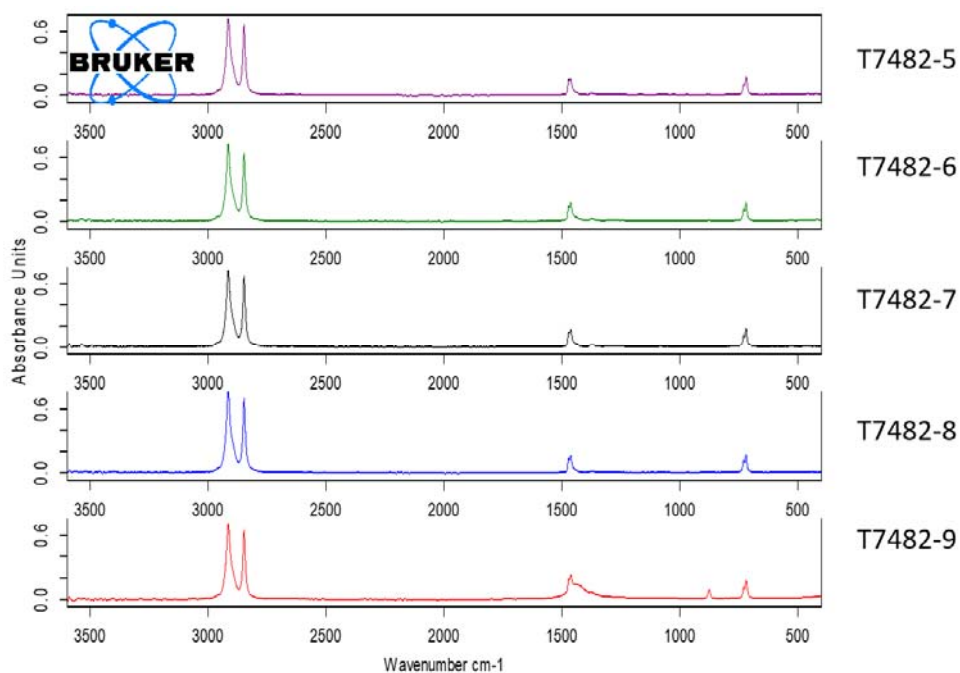


FIGUR 24. ATR-FTIR spektre af membraner af ren PE undersøgt i projektet viser, at membranerne er baseret på lavdensitetpolyethylen.

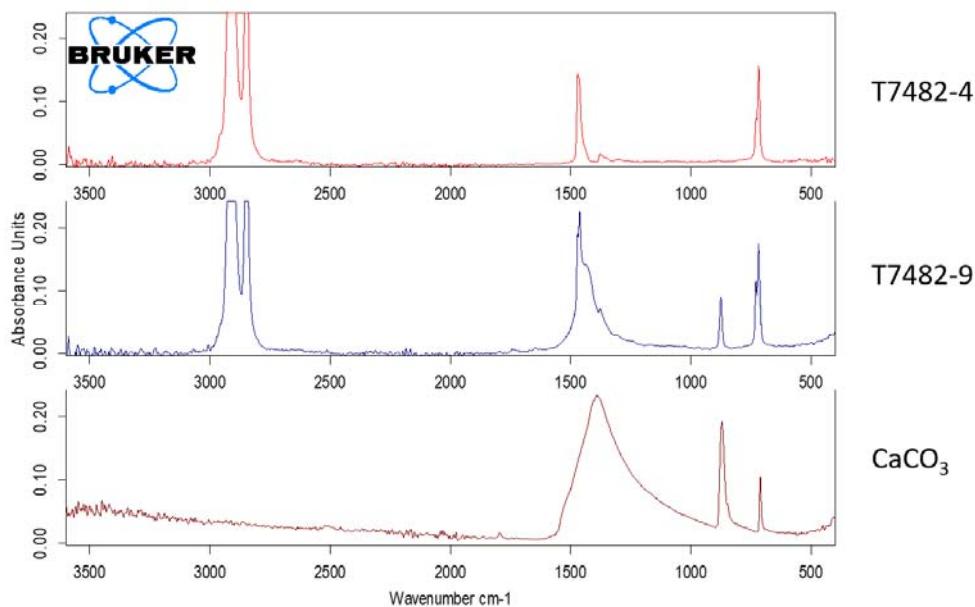
Kemiske ATR-FTIR spektre af prøver af membraner, der indeholder regenereret PE stemmer godt overens med referenceprøver af LDPE, ligesom de rene PE-membraner. Forskellen mellem ATR-FTIR spektre af membraner af ren PE og membraner, der indeholder regenereret materiale er, at de sidstnævnte viser nogle supplerende toppe mellem 1500 og 650 cm^{-1} , der hører til uorganiske tilsætningsstoffer (figur 25). Alle membraner indeholdende regenereret PE udviser karakteristiske toppe mellem 3000 og 2840 cm^{-1} , der tilskrives asymmetrisk og symmetrisk strækning af CH_2 -grupper, omkring 1469 cm^{-1} på grund af deformation i CH_2 -grupper og omkring 718 cm^{-1} fra gyngevibration af CH_2 -grupper (Shashoua, 2008). Ingen andre polymerer end LDPE kan identificeres i membraner, som indeholder regenereret PE.

Ikke alle uorganiske tilsætningsstoffer kan detekteres vha. ATR-FTIR spektroskopi, fordi de fleste uorganiske tilsætningsstoffer absorberer infrarød stråling på bølgelængder, der er lavere end 500 cm^{-1} , hvor ATR krystallen ikke kan måle absorptioner lavere end 650 cm^{-1} .

En undtagelse er calciumkarbonat (CaCO_3). Calciumkarbonat er ofte tilsat polyethylen og andre plasttyper for at forøge deres styrke og reducere opaciteten uden at forøge prisen for meget. Calciumkarbonat absorberer infrarød stråling kraftigt mellem 1450 og 600 cm^{-1} (figur 26). Alle membraner, som indeholder regenereret PE indeholder calciumkarbonat, men T7482-9 indeholder målbart højere koncentrationer end de andre membraner.



FIGUR 25. ATR-FTIR spektre af membraner som indeholder regenereret PE viser, at alle membranerne er baseret på lavdensitetpolyethylen med uorganiske tilsætningsstoffer.

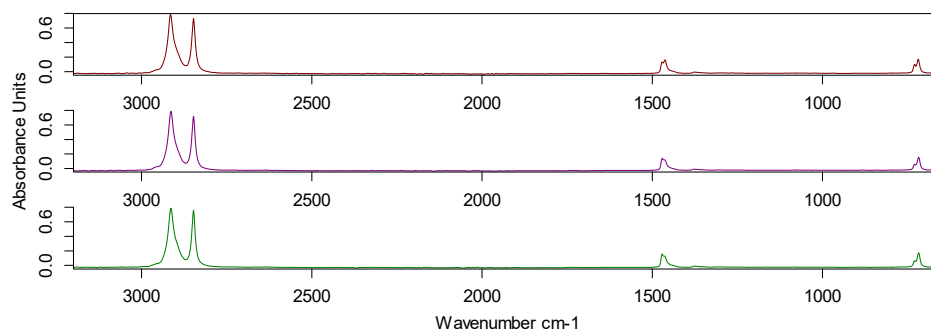


FIGUR 26. T7482-9 indeholder mere calciumkarbonat end de andre regenererede PE-membraner.

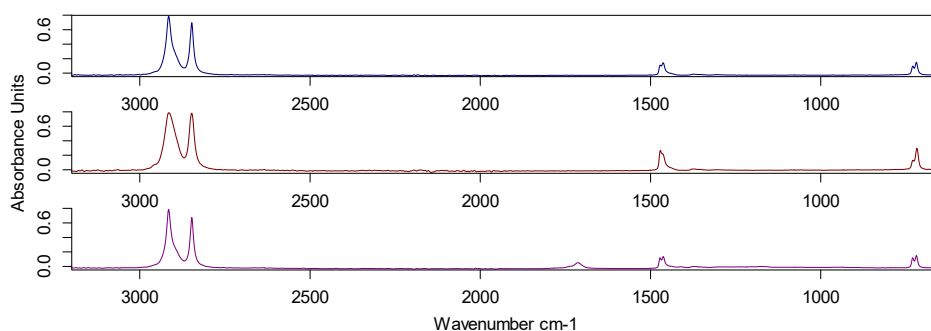
Alle PE-membraner blev udsat for accelereret ældning, beskrevet i afsnit 4.2 *Accelereret ældning*. Fordi der i projektgruppen var en vis bekymring for, at den gennemførte accelererede ældning måske ikke er tilstrækkelig til at nedbryde de udvalgte PE-membraner til svigt dvs. fragmentation eller disintegration, blev ældningen suppleret med yderligere termisk ac-

celereret ældning af de samme prøver af PE-membraner ved 70 °C i 50 døgn ved Nationalmuseet, eller indtil synlige ændringer forekom i mindst et af prøveemnerne for de enkelte PE-membrane. Tilstedeværelsen og omfanget af kemisk nedbrydning blev undersøgt ikke-destruktivt ved anvendelse af ATR-FTIR spektroskopi og efter metoden, der er beskrevet i afsnit 4.3.1 *Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi*.

Fordi PE før accelereret ældning kun indeholder C-H bindinger, indikerer udvikling af toppe i området 1700-1750 cm^{-1} dannelsen af karbonylgrupper (C = O) i ældet PE, en udvikling af oxidationsprodukter fra ketoner, syrer og estere (Moldovan, Patachia, Buican and Țierean, 2012). Udvikling af karbonyltoppe i polyethylen er tegn på kemisk ustabilitet i polymeren (figur 27 og figur 28). Dannelsen af karbonylgrupper er tit årsagen til misfarvning af polyethylen.



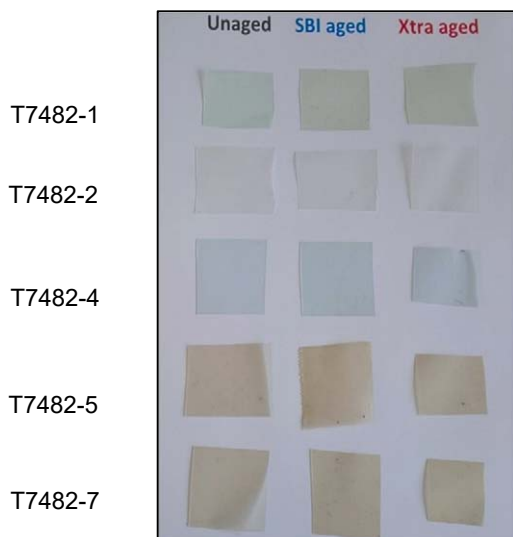
FIGUR 27. T7482-7 viser ingen signifikante kemiske ændringer i ATR-FTIR spektre før accelereret ældning (øverst), efter accelereret ældning (midten) eller efter yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn på Nationalmuseet (nederst).



FIGUR 28. T7482-8 viser ingen kemiske ændringer i ATR-FTIR spektre før accelereret ældning (øverst), eller efter accelereret ældning (midten), men udbredelsen og dannelsen af nye toppe omkring 3000 cm^{-1} og 1720 cm^{-1} , der skyldes oxidation, er tydelig efter yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn på Nationalmuseet (nederst).

ATR-FTIR spektroskopi viser *ingen* ændring i kemisk eller fysisk stabilitet efter den accelererede ældning eller efter den yderligere termiske accelererede ældning i 50 døgn på Nationalmuseet i følgende PE-membraner, også vist i figur 29:

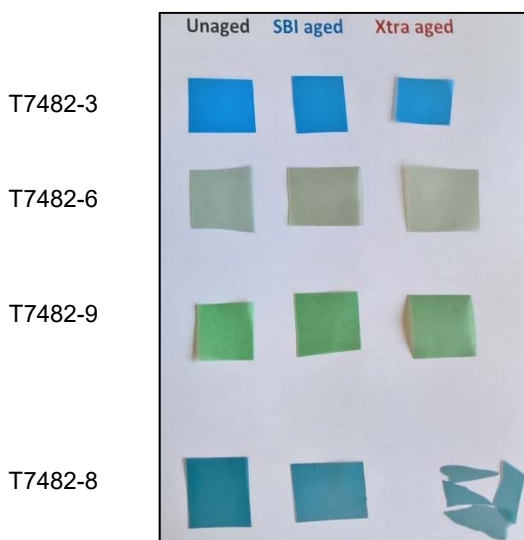
- T7482-1 0,20 mm, grøntonet, jomfrueligt PE
- T7482-2 0,12 mm, transparent, jomfrueligt PE
- T7482-4 0,20 mm, blåtonet, 100% ny PE,
- T7482-5 0,15 mm, klar, regenereret PE
- T7482-7 0,20 mm, klar, regenereret PE



FIGUR 29. Membraner, som ikke har vist ændring i kemisk stabilitet afbildet før og efter accelereret ældning suppleret med yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn.

ATR-FTIR spektroskopi viser *målbart* ændring i kemisk stabilitet efter den accelereret ældning og den yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn på Nationalmuseet i følgende PE-membraner, også vist i figur 30:

- T7482-3, 100% ny PE
- T7482-6, regenereret PE
- T7482-9, regenereret PE
- T7482-8, regenereret PE med ren PE på begge sider

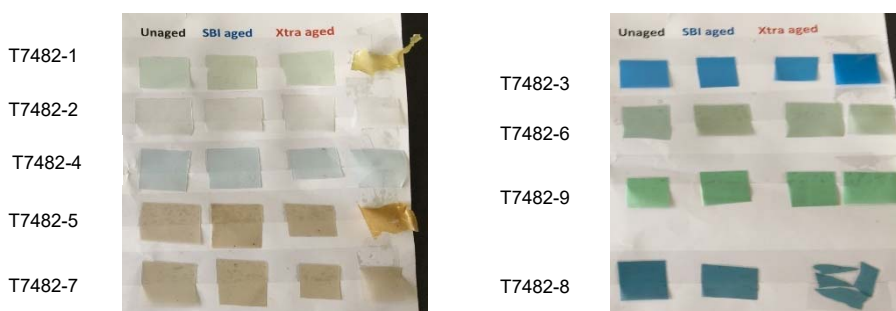


FIGUR 30. Membraner, som har vist målbart ændring i kemisk stabilitet afbildet før og efter accelereret ældning. 'Unaged' er PE-membraner før accelereret ældning, 'SBI aged' er PE-membraner efter accelereret ældning og 'Xtra aged' er PE-membraner efter yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn.

Derpå er der udført 30 døgn yderligere termisk accelereret ældning på PE-membranerne for at undersøge holdbarheden visuelt ved yderligere termisk accelereret ældning. Resultaterne fra den yderligere termiske accelererede ældning som derpå er oppe på 80 døgn præsenteres i figur 31. Det fremgår af billederne, at to membraner har ændret sig visuelt ved denne yderligere termiske accelererede ældning; de er blevet meget gulfarvede, og er gået i stykker. Disse membraner er;

- T7482-1 jomfruelig PE

- T7482-5 regenereret PE



FIGUR 31. Membraner udsat for ekstra termisk accelereret ældning. 'Unaged' er PE-membraner før accelereret ældning, 'SBI aged' er PE-membraner efter accelereret ældning og 'Xtra aged' er PE-membraner efter yderligere termisk accelereret ældning i 50 døgn. Sidste kolonne uden navngivning er PE-membraner efter yderligere termisk accelereret ældning i 30 døgn (sammenlagt yderligere termisk accelereret ældning i 80 døgn).

5.1.2 Acid-Detection (A-D) indikator

Alle Acid-Detection, A-D strimler blev undersøgt visuelt for farveændringer efter 36 timers opbevaring i reagensglas sammen med prøver af PE-membranerne før og efter accelereret ældning. Processen blev gentaget to gange for hver PE-membran, for at bekræfte resultaterne.

De nye A-D strimler var blå inden testen, og i kontakt med PE-membranerne før og efter accelereret ældning fik ingen af dem til at skifte farve fra blå til grøn eller gul. Resultaterne antyder, at ingen af membranerne frigiver syre, hverken før accelereret ældning eller efter accelereret ældning.

5.1.3 Beilstein test

Beilsteins test blev anvendt til at identificere tilstedeværelsen af PVC i PE-membranerne.

Beilsteins test gav negative resultater for samtlige PE-membraner. Dvs., at ingen af flammerne blev grønne under testen. Resultaterne antyder, at ingen af membranerne indeholder PVC. Resultaterne bekræfter resultaterne fra ATR-FTIR-spektroskopi, der viser, at alle PE-membranerne er fremstillet af PE.

5.1.4 Røntgenfluorescens spektroskopi (XRF)

Røntgenfluorescens spektroskopi, XRF er anvendt til at undersøge tilstedeværelsen af uorganiske grundstoffer i de undersøgte PE-membraner. Metoden kan vise om grundstoffer er til stede, men kan ikke kvantificere koncentrationer. XRF kunne ikke detektere nogle uorganiske grundstoffer i membraner af ren PE, Jomfrueligt PE og 100 % ny PE. Til gengæld blev tilsætningsstoffer eller uorganiske additiver, som grundstofferne calcium, titanium og zink i form af calciumkarbonat, titaniumoxid og zinkoxid, identificeret i hver af følgende PE-membraner produceret af regenereret PE eller en kombination af ren og regenereret PE vha.

XRF:

- T7482-5, regenereret PE
- T7482-6, regenereret PE
- T7482-7, regenereret PE
- T7482-8, regenereret PE med ren PE på hver side
- T7482-9, regenereret PE.

Baseret på erfaring med tilsætningsstoffer, uorganiske additiver eller mineralske tilsætningsstoffer virker det sandsynligt, at disse grundstoffer hører til calciumkarbonat, der anvendes

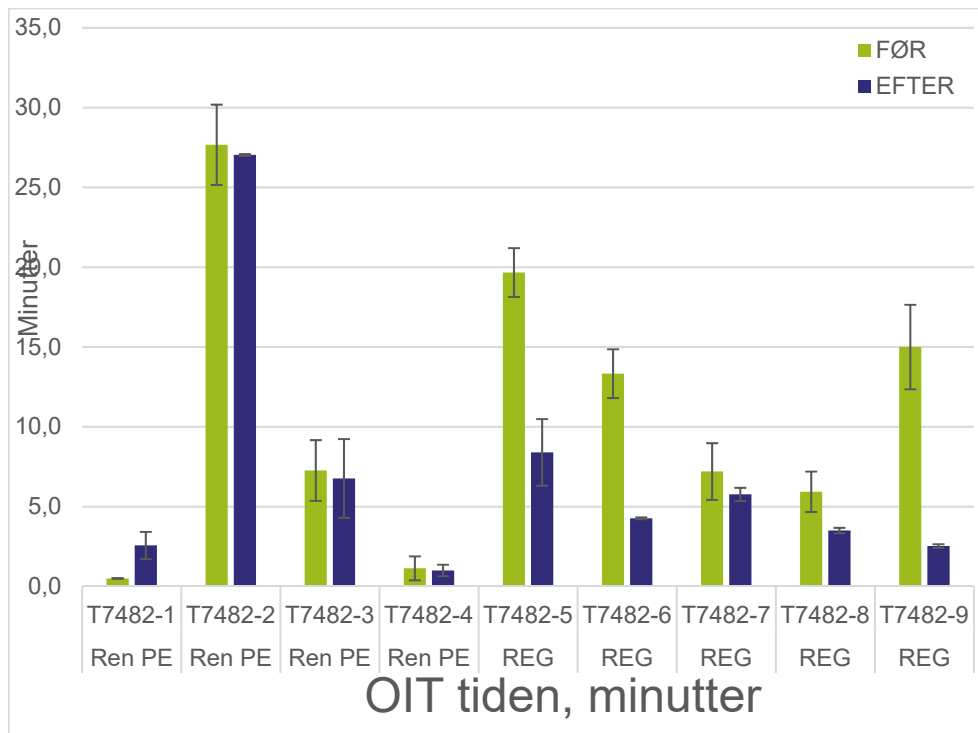
som fyldstof i mange polymerer for at forøge styrke og reducere opaciteten, titaniumoxid, der giver hvid farve og reflekterer UV lyset fra materialets overflader, og zinkoxid, der også beskytter polymeren mod sollyset. Mineraler med bl.a. calcium, titanium og zink kan være tilsat regenereret PE for at forøge stivhed og styrke og reducere opaciteten. Ifølge leverandørerne er stofferne tilsat med vilje og er således ikke at betragte som en fejl eller forurening.

5.1.5 OIT-test

Nedenstående tabel 6 og figur 32 viser resultaterne for OIT-testene for de undersøgte PE-membraner før og efter accelereret ældning. Prøvningsrapporten for OIT-testene af de undersøgte PE-membraner før accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.5 *OIT-test før accelereret ældning*. Prøvningsrapporten for OIT-testene af de undersøgte PE-membraner efter accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.6 *OIT-test efter accelereret ældning*.

TABEL 6. Resultater fra OIT-test.

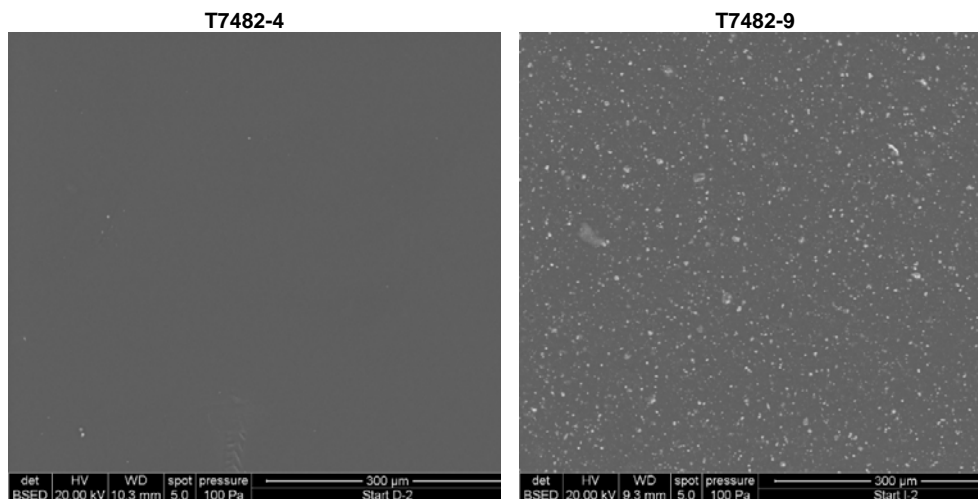
	FØR accelereret ældning				EFTER accelereret ældning			
	OIT, min, a	OIT, min, b	OIT, min, c	OIT, min, avg.	OIT, min, a	OIT, min, b	OIT, min, c	OIT, min, avg.
T7482-1	0.5	0.5	0.5	0.5	3.4	1.7	2.6	2.6
T7482-2	30	25	28	27.7	27	27	27.1	27
T7482-3	9.1	7.4	5.3	7.3	9.6	5.6	5.1	6.8
T7482-4	0.7	2	0.7	1.1	1.4	0.9	0.7	1
T7482-5	18	21	20	19.7	9.4	9.8	6	8.4
T7482-6	13	12	15	13.3	4.3	4.3	4.2	4.3
T7482-7	7.8	8.6	5.2	7.2	6.1	5.3	5.9	5.8
T7482-8	4.8	7.3	5.7	5.9	3.7	3.4	3.4	3.5
T7482-9	13	14	18	15	2.6	2.4	2.6	2.5



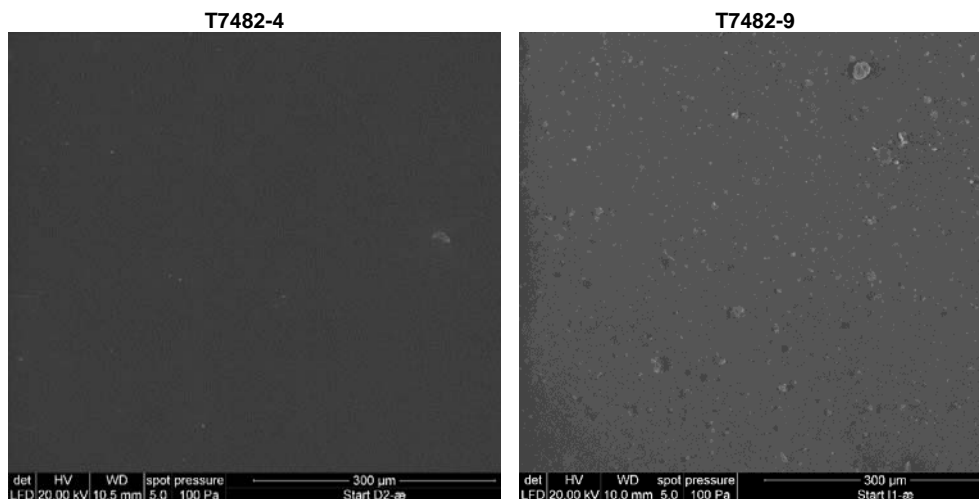
FIGUR 32. Grafisk præsentation af OIT-tiden før og efter accelereret ældning for alle membraner. 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.

5.1.6 SEM før og efter accelereret ældning

Eksempler på resultaterne fra SEM undersøgelserne gives i figur 33 (før ældning) og figur 34 (efter accelereret ældning). Øvrige SEM billeder forefindes i appendix, afsnit 10.1 SEM.



FIGUR 33. Resultater fra SEM undersøgelser før accelereret ældning. Til venstre for PE-membranen T7482-4 og til højre for PE-membranen T7482-9.



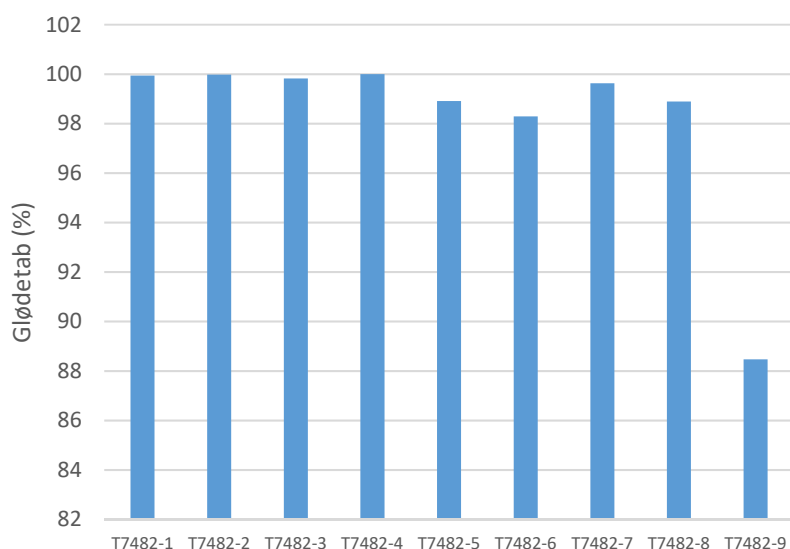
FIGUR 34. Resultater fra SEM undersøgelser efter accelereret ældning. Til venstre for PE-membranen T7482-4 og til højre for PE-membranen T7482-9.

5.1.7 Glødetab

Glødetabet for de undersøgte PE-membraner ses i tabel 7 og figur 35 nedenfor.

TABEL 7. Glødetab for de undersøgte PE-membraner. Resultatet for de to prøver for hver membran er angivet med prøve A og prøve B.

Membran	Glødetab (%)		
	A	B	Middel
T7482-1	99,95	99,93	99,94
T7482-2	99,97	99,99	99,98
T7482-3	99,80	99,84	99,82
T7482-4	100,00	100,00	100,00
T7482-5	98,91	98,9	98,91
T7482-6	98,30	98,27	98,29
T7482-7	99,63	99,63	99,63
T7482-8	98,92	98,86	98,89
T7482-9	88,48	88,45	88,47



FIGUR 35. Glødetab for de undersøgte PE-membraner, angivet ved middelværdien af prøve A og prøve B.

5.2 Fysiske materialeegenskaber

5.2.1 Brudforlængelse, Youngs modul og trækstyrke på langs og på tværs

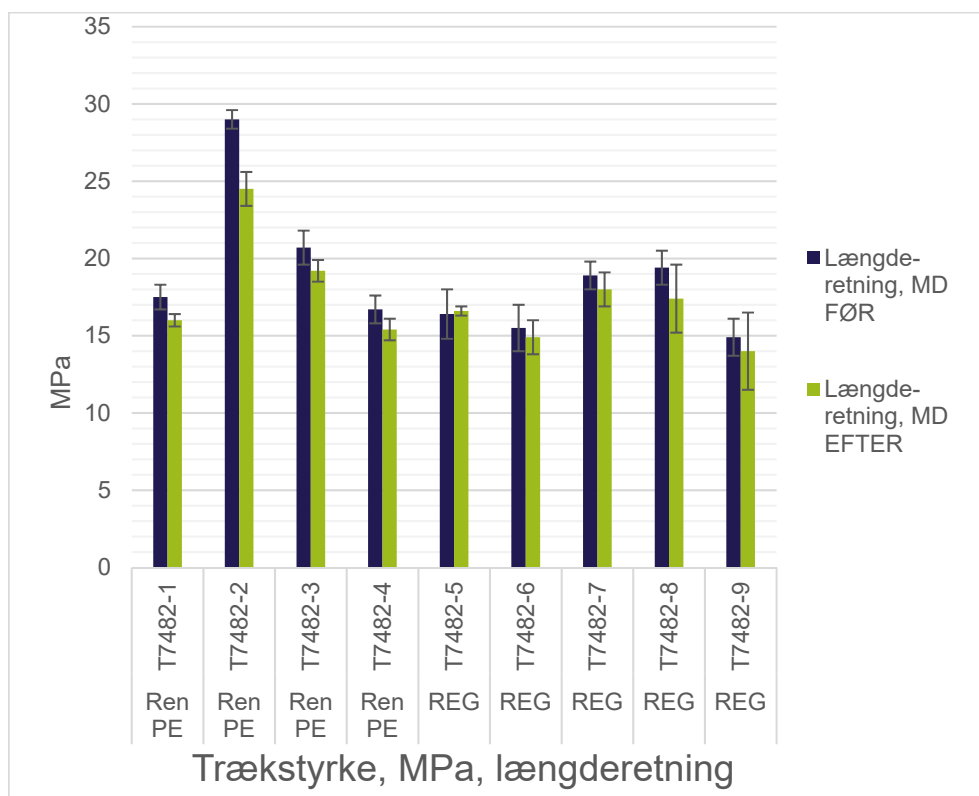
Nedenstående tabel 8 og tabel 9 viser resultaterne for trækstyrketestene for de udvalgte PE-membraner, før og efter accelereret ældning. I tabellen er resultaterne for hhv. brudstyrken, brudforlængelsen og Youngs modul. Målingerne er udført med 5-dobbelt bestemmelse, og alle målte data er vist i bilag. Grafiske præsentationer af hhv. trækstyrke, brudforlængelse og Youngs modul i både tvær- og længderetning findes i hhv. figur 36, figur 37, figur 38, figur 39, figur 40 og figur 41. Prøvningsrapporten for prøvning for brudforlængelse og trækstyrke af PE-membraner, før accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.7 *Brudforlængelse og trækstyrke på langs og på tværs før accelereret ældning*. Prøvningsrapporten for prøvning for brudforlængelse og trækstyrke af PE-membraner, efter accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.8 *Brudforlængelse og trækstyrke på langs og på tværs efter accelereret ældning*.

TABEL 8. Brudforlængelse og trækstyrke målt i længderetning, såvel som approksimeret Youngs modul før og efter accelereret ældning.

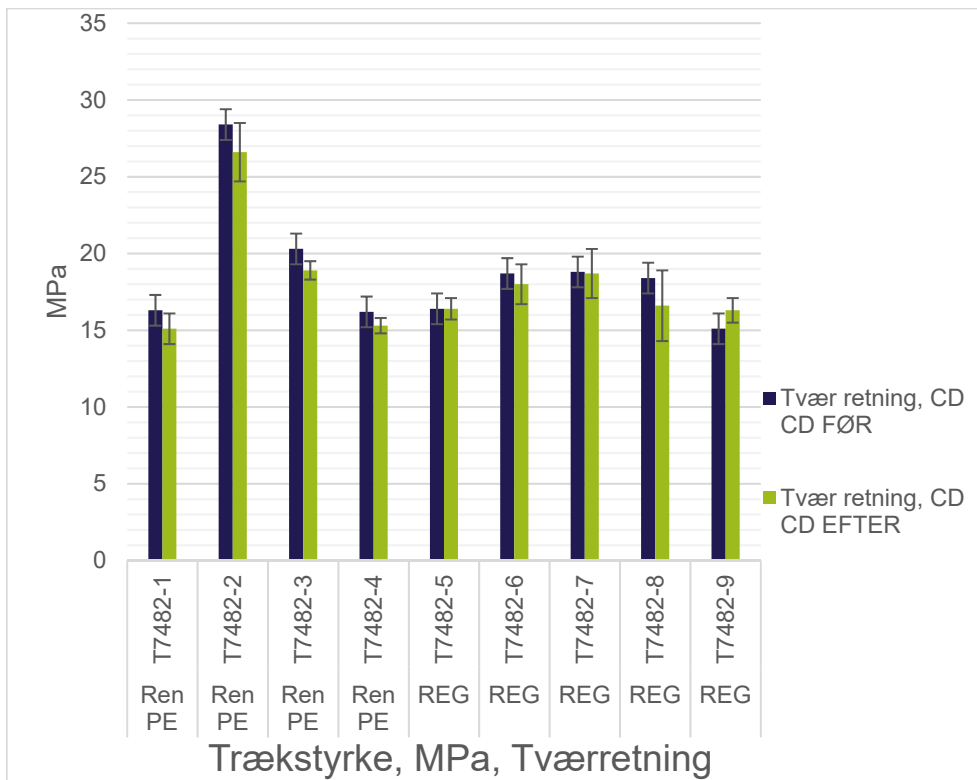
	Længderetning MD (machine direction))					
	Før accelereret ældning			Efter accelereret ældning		
Newton	Brudstyrke, MPa	Brudforlængelse, %	Youngs modul, MPa	Brudstyrke, MPa	Brudforlængelse, %	Youngs modul, MPa
T7482-1	17,5	456	105	16	402	133
T7482-2	29	593	271	24,5	531	210
T7482-3	20,7	402	133	19,2	350	153
T7482-4	16,7	522	177	15,4	485	119
T7482-5	16,4	601	116	16,6	687	106
T7482-6	15,5	480	158	14,9	504	176
T7482-7	18,9	623	162	18	646	153
T7482-8	19,4	530	174	17,4	518	165
T7482-9	14,9	556	158	14	571	191

TABEL 9. Trækstyrke og Brudforlængelse målt i tværretningen, såvel som approksimeret Youngs modul, før og efter accelereret ældning.

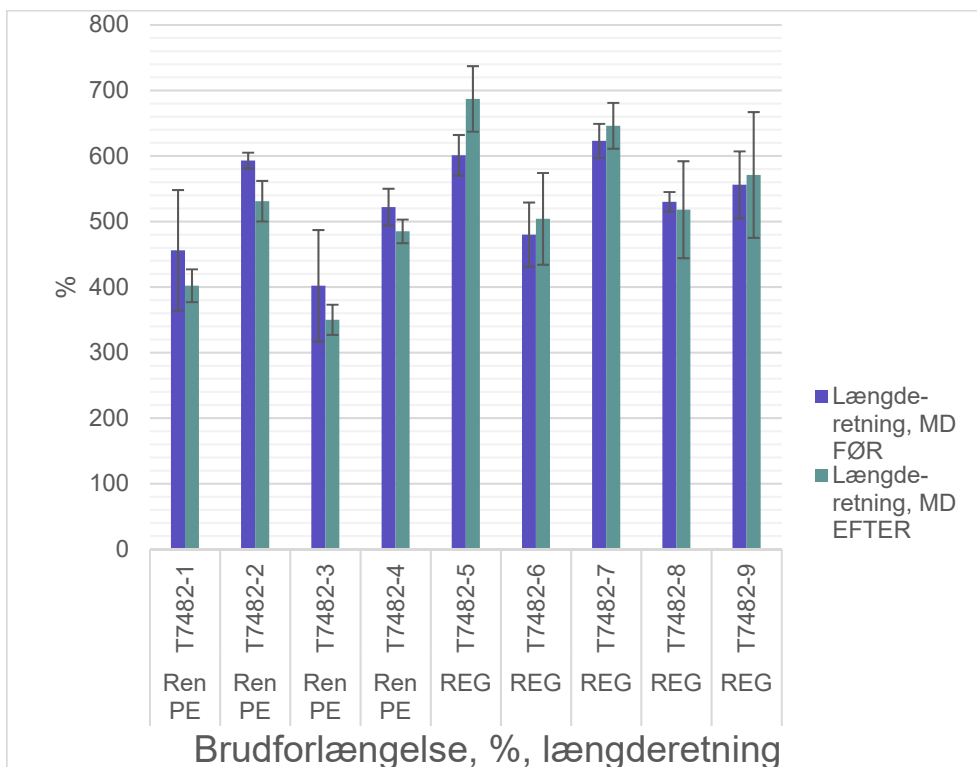
	Tværretning, CD (cross direction)					
	Før accelereret ældning			Efter accelereret ældning		
	Trækstyrke, MPa	Brudforlængelse, %	Youngs modul, MPa	Trækstyrke, MPa	Brudforlængelse, %	Youngs modul, MPa
T7482-1	16,3	688	115	15,1	604	139
T7482-2	28,4	747	274	26,6	688	245
T7482-3	20,3	609	139	18,9	576	133
T7482-4	16,2	652	89	15,3	623	109
T7482-5	16,4	691	156	16,4	718	162
T7482-6	18,7	641	168	18	649	165
T7482-7	18,8	688	187	18,7	769	142
T7482-8	18,4	710	203	16,6	670	172
T7482-9	15,1	621	126	16,3	664	180



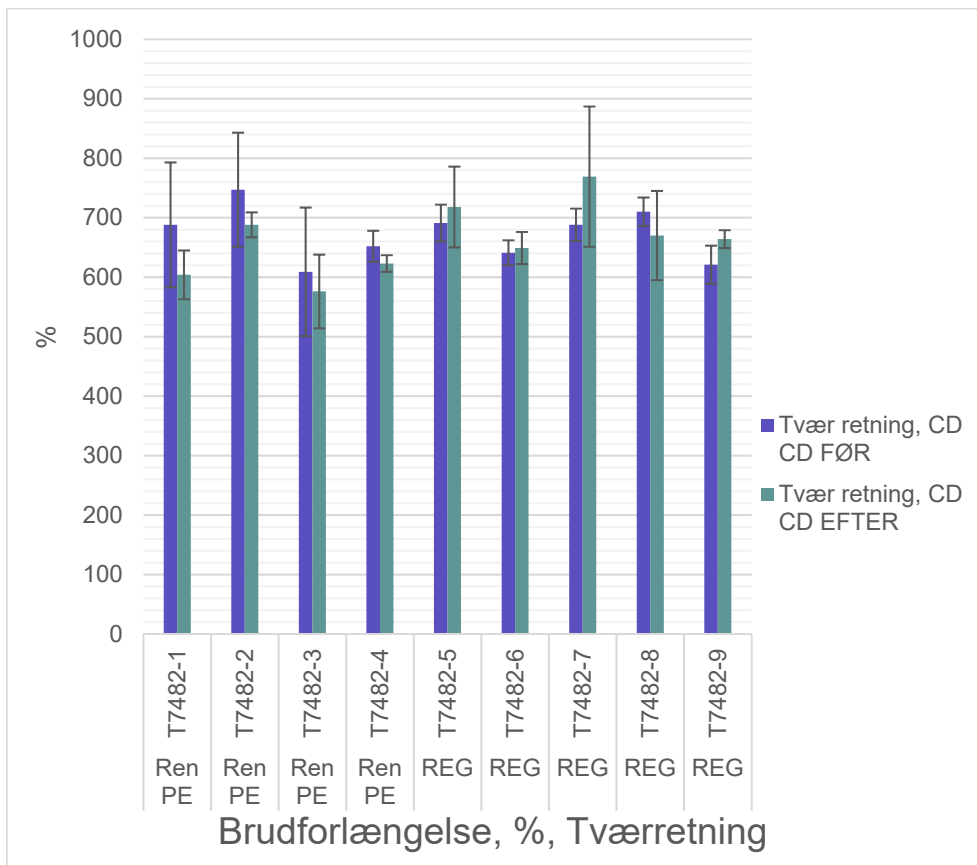
FIGUR 36. Trækstyrke af PE-membraner, før og efter accelereret ældning for tværretningen (CD, Cross Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



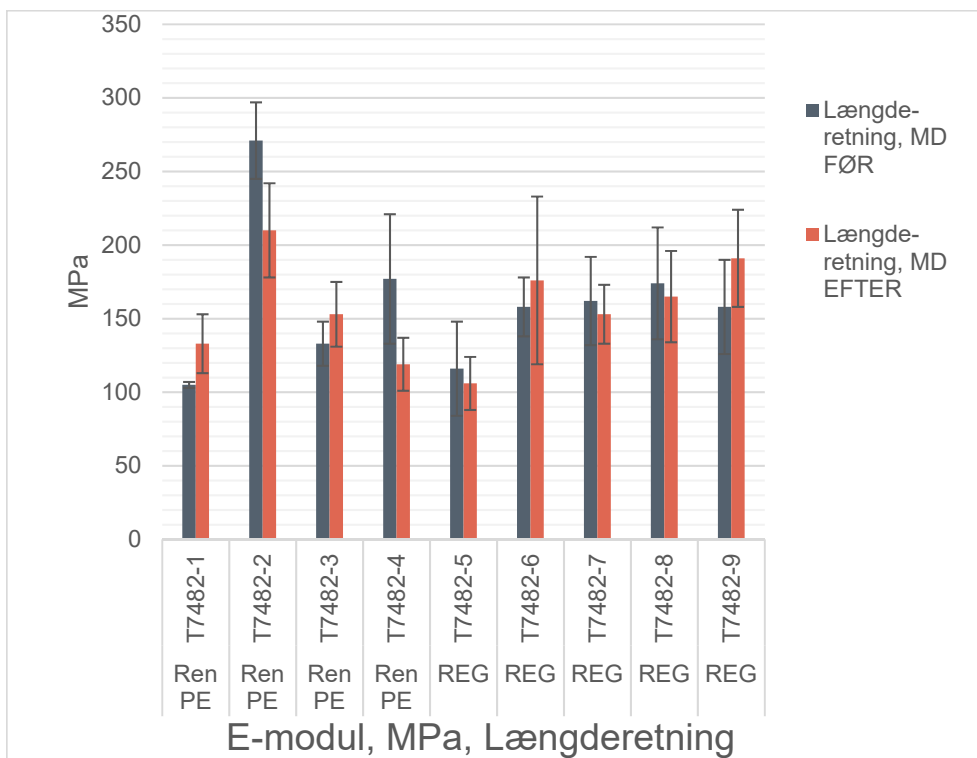
FIGUR 37. Trækstyrke af PE-membraner, før og efter accelereret ældning for længderetningen (MD, Machine Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



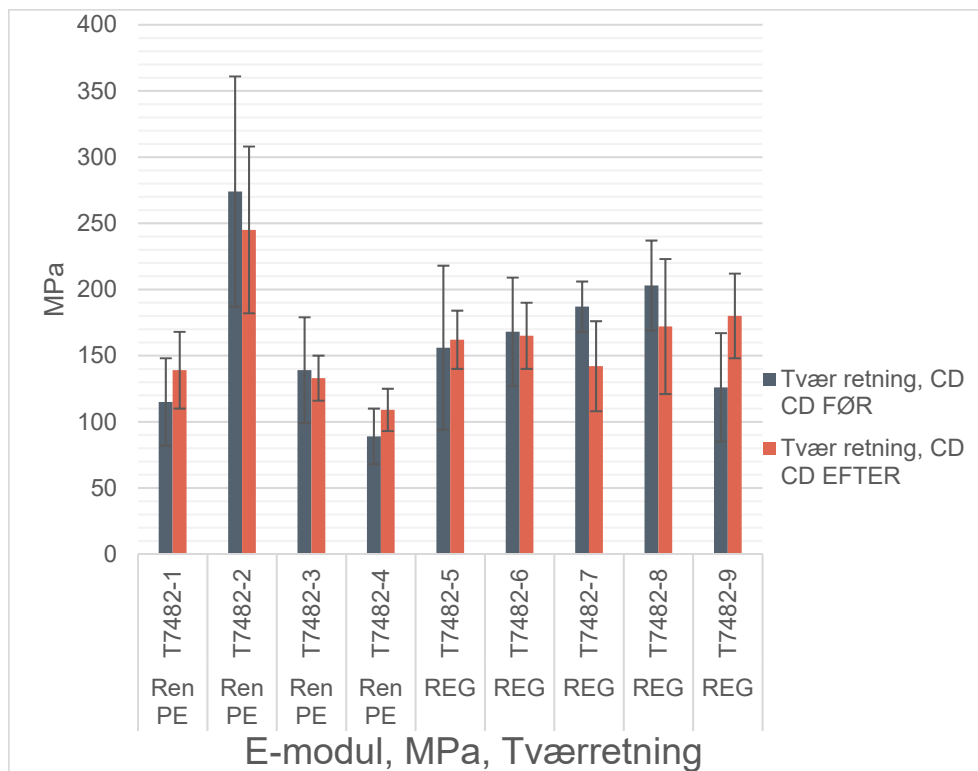
FIGUR 38. Brudforlængelsen af Pe-membraner, før og efter accelereret ældning for længderetningen (MD, Machine Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



FIGUR 39. Brudforlængelsen af PE-membraner, før og efter accelereret ældning for tværetningen (CD, Cross Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



FIGUR 40. Young's modul for PE-membraner, før og efter accelereret ældning for længderetningen (MD, Machine Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



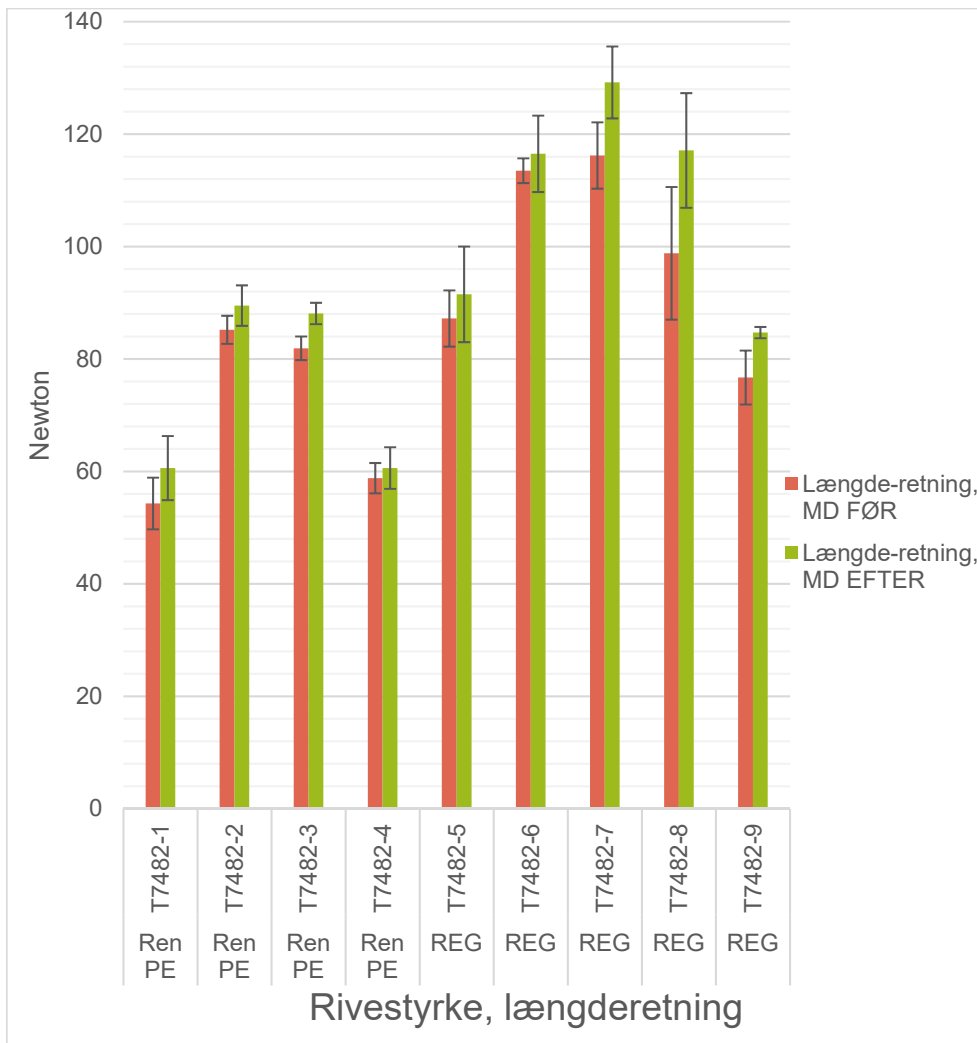
FIGUR 41. Young's modul for PE-membraner, før og efter accelereret ældning for tværreretningen (CD, Cross Direction). 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.

5.2.2 Rivestyrke på langs og på tværs

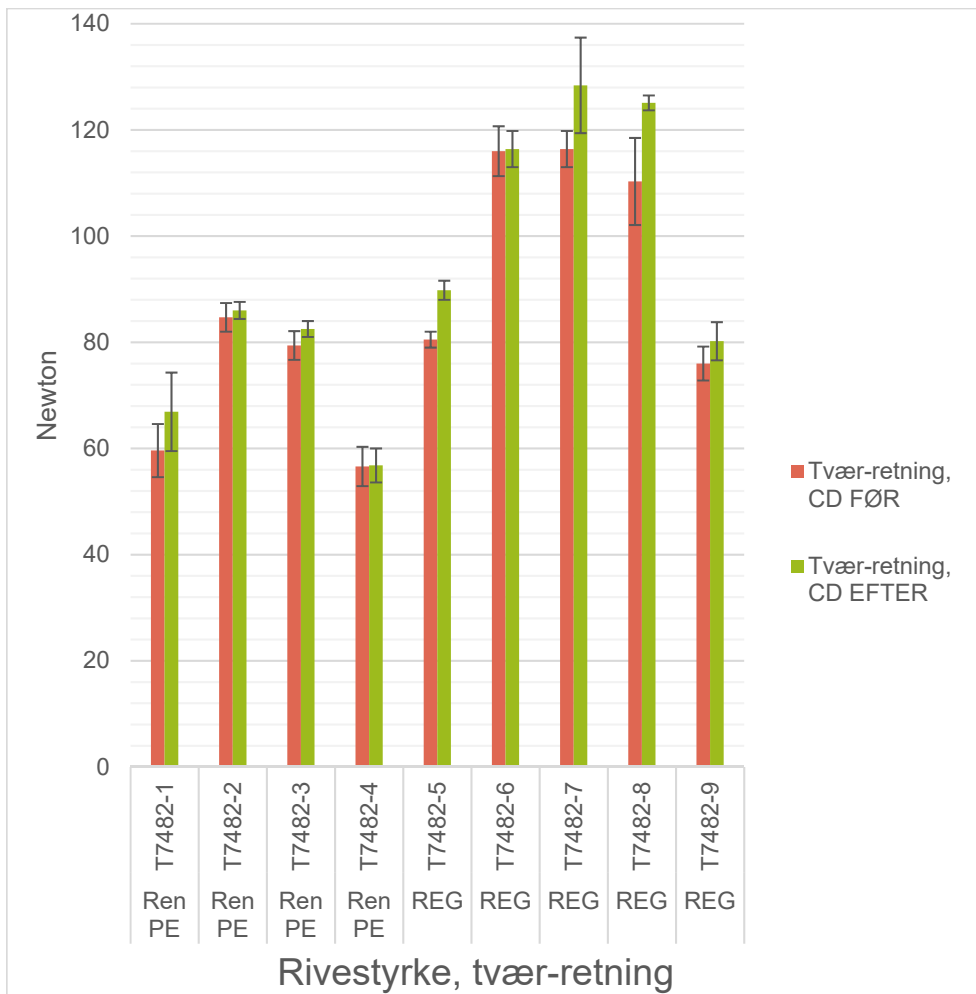
Nedenstående tabel 10 og figur 42 og figur 43 viser resultaterne for rivestyrke for de undersøgte PE-membraner, før og efter accelereret ældning. Rivestyrken er middelværdien af rivestyrken bestemt for 5 prøveemner for hver PE-membran. Prøvningsrapporten for rivestyrke på langs og på tværs af PE-membraner, før accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.9 *Rivestyrke på langs og tværs før accelereret ældning*. Prøvningsrapporten for rivestyrke på langs og på tværs af PE-membraner efter accelereret ældning er vist i appendix, afsnit 10.10 *Rivestyrke på langs og tværs efter accelereret ældning*.

TABEL 10. Resultater for rivestyrke i længde- og tværreretning, før og efter accelereret ældning. Målingerne er afrundet til nærmeste 5 N, jf. standard 12310-1.

Retning	Rivestyrke, længderetning, MD (machine direction) [N]		Rivestyrke, tværreretning, CD (cross direction) [N]	
	Før accelereret ældning	Efter accelereret ældning	Før accelereret ældning	Efter accelereret ældning
PE-membran				
T7482-1	55	60	60	60
T7482-2	85	90	85	90
T7482-3	80	90	80	90
T7482-4	60	60	55	60
T7482-5	85	90	80	90
T7482-6	115	115	115	115
T7482-7	115	130	115	130
T7482-8	110	115	110	115
T7482-9	75	85	75	85



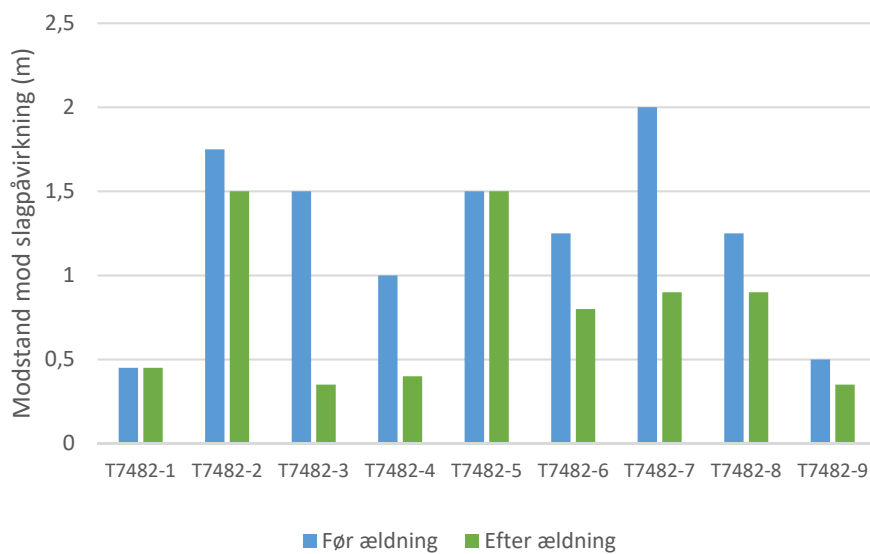
FIGUR 42. Resultater for rivestyrke udført i længderetningen. Ikke afrundede værdier. 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.



FIGUR 43. Resultater for rivestyrke udført i tværretningen. Ikke afrundede værdier. 'Ren PE' er PE-membraner af ren PE. 'REG' er PE-membraner af eller indeholdende regenereret PE.

5.2.3 Modstand mod slagpåvirkning

Resultatet fra testen for modstand mod slagpåvirkning for membranerne før og efter accelereret ældning ses på figur 44.



FIGUR 44. Modstand mod slagpåvirkning for PE-membraner før accelereret ældning og ældede membraner.

5.2.4 Fladevægt og tykkelse

Fladevægten for membranerne før accelereret ældning ses i tabel 11.

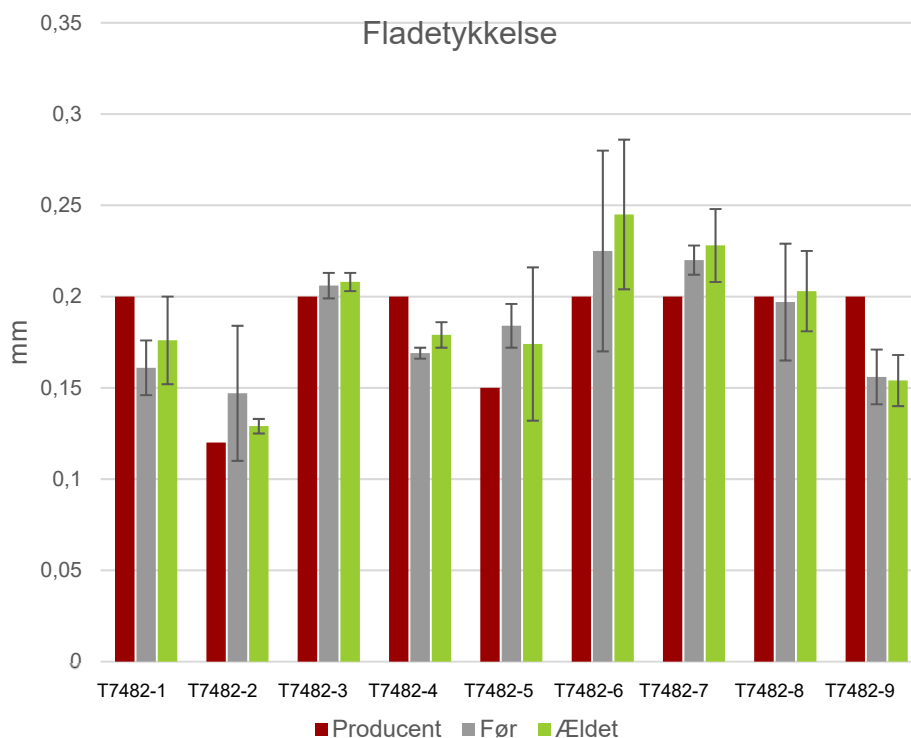
TABEL 11. Fladevægt af PE-membraner målt på PE-membraner før accelereret ældning.

	T7482-1	T7482-2	T7482-3	T7482-4	T7482-5	T7482-6	T7482-7	T7482-8	T7482-9
Vægt i g/m ² Før accelereret ældning	141	109	182	153	123	163	171	152	105

Membrantykkelsen for de undersøgte PE-membraner (før accelereret ældning og efter accelereret ældning) ses på figur 45, sammen med den tykkelse, som er opgivet for producenterne. De målte Membrantykkelser fremgår også af tabel 12.

TABEL 12. Fladetykkelser af PE-membraner før og efter accelereret ældning, samt middelværdi fra målinger før og efter accelereret ældning.

	T7482-1	T7482-2	T7482-3	T7482-4	T7482-5	T7482-6	T7482-7	T7482-8	T7482-9
Membrantykkelse i mm Før accelereret ældning	0,161	0,147	0,206	0,169	0,184	0,225	0,22	0,197	0,156
Membrantykkelse i mm Efter accelereret ældning	0,176	0,129	0,208	0,179	0,174	0,245	0,228	0,203	0,154
Membrantykkelse i mm Middel Før/efter accelereret ældning	0,169	0,138	0,207	0,174	0,179	0,235	0,224	0,200	0,155



FIGUR 45. Membrantykkelse for de undersøgte PE-membraner før accelereret ældning og ældede membraner samt den af producenterne angivne Membrantykkelse.

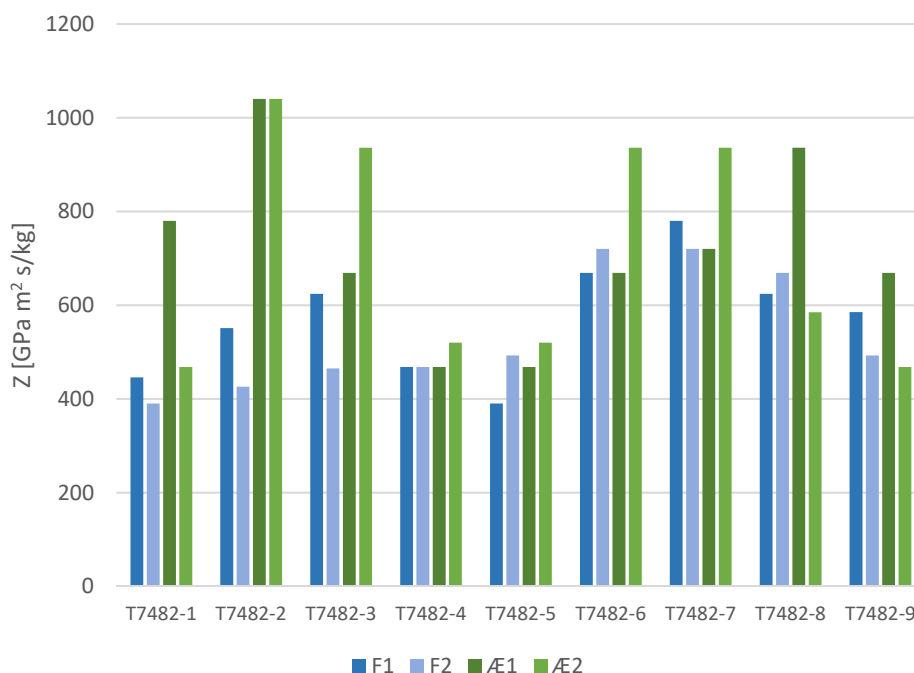
5.2.5 Vanddampdiffusionsmodstand

Resultaterne for vejning af kopperne over tid ses af figurene i Bilag 10.2 Vanddampdiffusionsmodstand. Hældningen af kurverne angives i tabel 13 sammen med R^2 og fluxen gennem PE-membranen, som udregnes ud fra hældningen og arealet på membranen, som angivet i afsnit 4.4.5 *Vanddampdiffusionsmodstand*. Kurver til bestemmelse af vanddampdiffusionsmodstand er vist i appendix, afsnit 10.2 *Vanddampdiffusionsmodstand*.

TABEL 13. Hældning for kurver ved vanddampdiffusionsforsøg, samt R^2 og fluxen gennem PE-membranerne, både før og efter accelereret ældning. Omregnes til Z-værdi eller evt. vanddamppermeabilitet: $Z = -(0,93 - 0,5) * 2810,4 / q_d$ (GPa s m²/kg).

PE-Membran	Membraner før accelereret ældning			Membraner efter accelereret ældning		
	Hældning [10 ⁻¹¹ kg/s]	R ²	Fluxen q_d [10 ⁻⁹ kg/(s*m ²)]	Hældning [10 ⁻¹¹ kg/s]	R ²	Fluxen q_d [10 ⁻⁹ kg/(s*m ²)]
T7482-1	-2,1	0,88	-2,7	1,2	1	1,5
	-2,4	0,95	-3,1	-2	1	-2,6
T7482-2	-1,7	0,99	-2,2	-0,9	0,92	-1,2
	-2,2	0,98	-2,8	-0,9	0,83	-1,2
T7482-3	-1,5	0,97	-1,9	-1,4	0,97	-1,8
	-2	0,97	-2,6	-1	0,97	-1,3
T7482-4	-2	0,95	-2,6	-2	1	-2,6
	-2	0,98	-2,6	-1,8	1	-2,3
T7482-5	-2	0,99	-2,6	-2	1	-2,6
	-2	0,96	-2,6	-1,8	0,98	-2,3
T7482-6	-1,4	0,99	-1,8	-1,4	0,98	-1,8
	-1,3	0,98	-1,7	-1	0,97	-1,3
T7482-7	-1,2	0,99	-1,5	-1,3	0,94	-1,7
	-1,3	0,99	-1,7	-1	0,98	-1,3
T7482-8	-1,5	0,97	-1,9	-1	0,96	-1,3
	-1,5	0,98	-1,9	-1,6	0,98	-2,1
T7482-9	-1,6	0,96	-2,1	-1,4	0,98	-1,8
	-2	0,94	-2,6	-2	0,96	-2,6

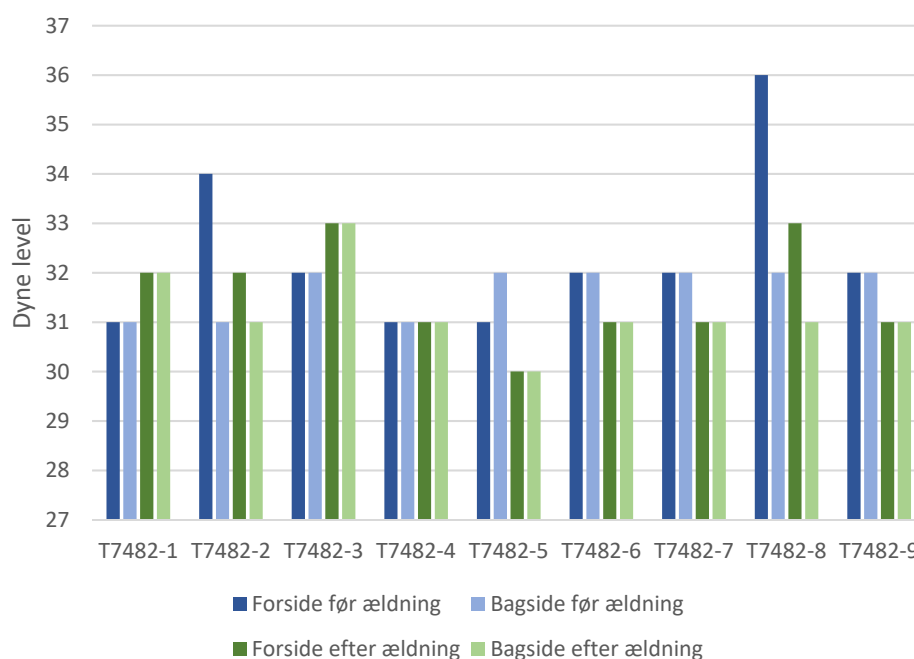
Fugtmodstandstallet (Z) for de undersøgte PE-membraner før accelereret ældning (F1 og F2) og efter accelereret ældning (Æ1 og Æ2) vises beregnet, som beskrevet i afsnit 4.4.5 *Vanddampdiffusionsmodstand*, ses på figur 46.



FIGUR 46. Fugtmodstandstallet (Z) for PE-membraner for dobbeltbestemmelserne før accelereret ældning (F1 og F2) og efter accelereret ældning (Æ1 og Æ2).

5.2.6 Overfladespænding

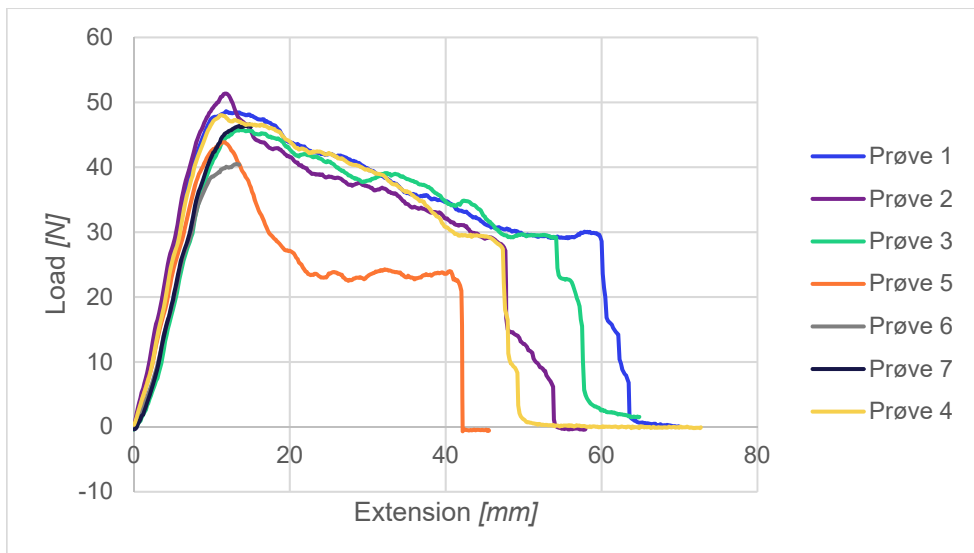
Figur 47 viser resultatet i dyne-niveau for overfladespændingen for forside (med print) og bagside for de undersøgte PE-membraner før og efter accelereret ældning.



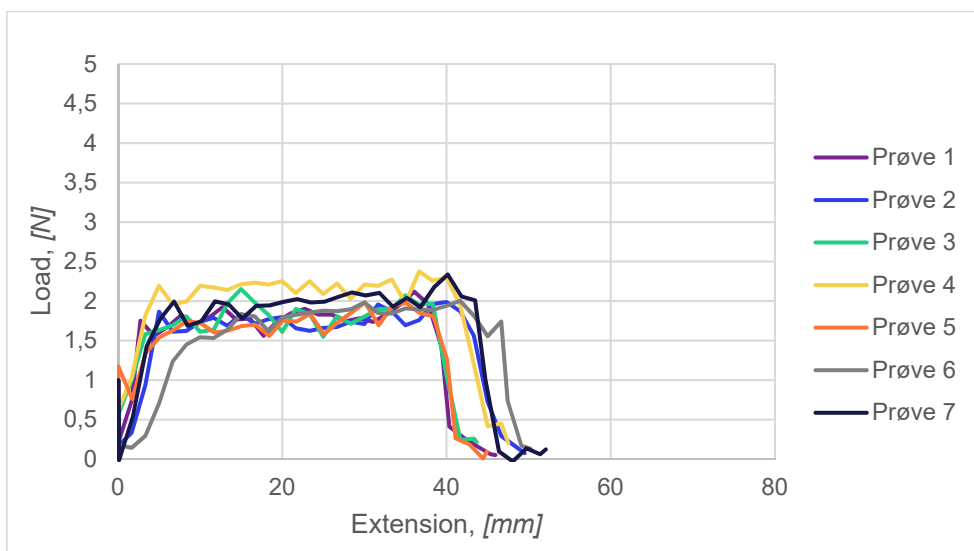
FIGUR 47. Dyne-niveau for de undersøgte PE-membraner på for- og bagside før og efter accelereret ældning.

5.2.7 Peel klæbestyrke

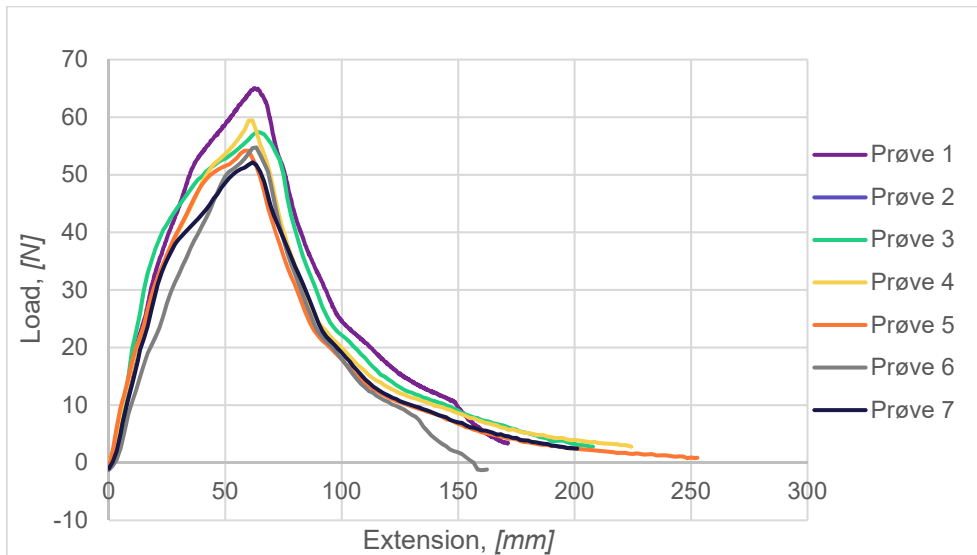
Klæbestyrken måles i N/50 mm. Der er gennemført 7 gentagelser af prøvningen for hver kombination af PE-membran og samling med henholdsvis tape og med bånd af butyl. Som eksempel er resultaterne for de gennemførte prøveemner med PE-membran T7482-6 vist i figur 48 (tapet samling før accelereret ældning), figur 49 (tapet samling efter accelereret ældning), figur 50 (samlet med bånd af butyl før accelereret ældning) og figur 51 (samlet med bånd af butyl efter accelereret ældning). Klæbestyrken er det højeste punkt på kurven.



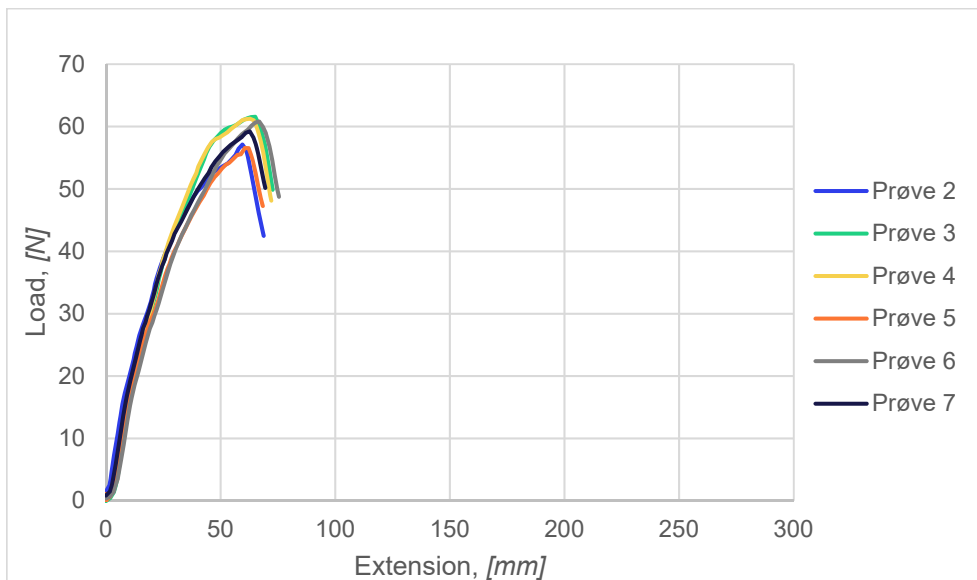
FIGUR 48. Peel klæbestyrke for tapet samling før accelereret ældning, måling af maks. peelstyrke for PE-membran T7482-6.



FIGUR 49. Peel klæbestyrke for tapet samling efter accelereret ældning, måling af gennemsnitlig peelstyrke for PE-membran T7482-6.



FIGUR 50. Peel klæbestyrke for PE-membran samlet med bånd af butyl før accelereret ældning, måling af maks. peelstyrke for PE-membran T7482-6.



FIGUR 51. Peel klæbestyrke for PE-membran samlet med bånd af butyl efter accelereret ældning, måling af maks. peelstyrke for PE-membran T7482-6.



FIGUR 52. Afrivningsform for tapet samling. Billedet til venstre er PE-membransystem T7482-6 og billedet til højre er PE-membransystem T7482-4.

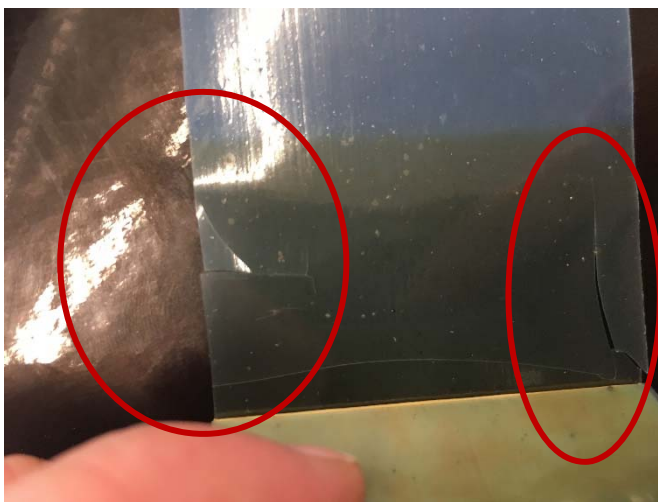


FIGUR 53. Afrivningsforskel for PE-membransystem T7482-2 med tapet samling før (a) og efter (b) accelereret ældning.



FIGUR 54. Afrivningsform for PE-membran samlet med bånd af butyl.

Samtlige 7 prøveemner af tapede samlinger af membransystemet T7482-8 knækkede efter accelereret ældning ved indsættelse i kæberne på Instron og kunne derfor ikke måles (figur 55).

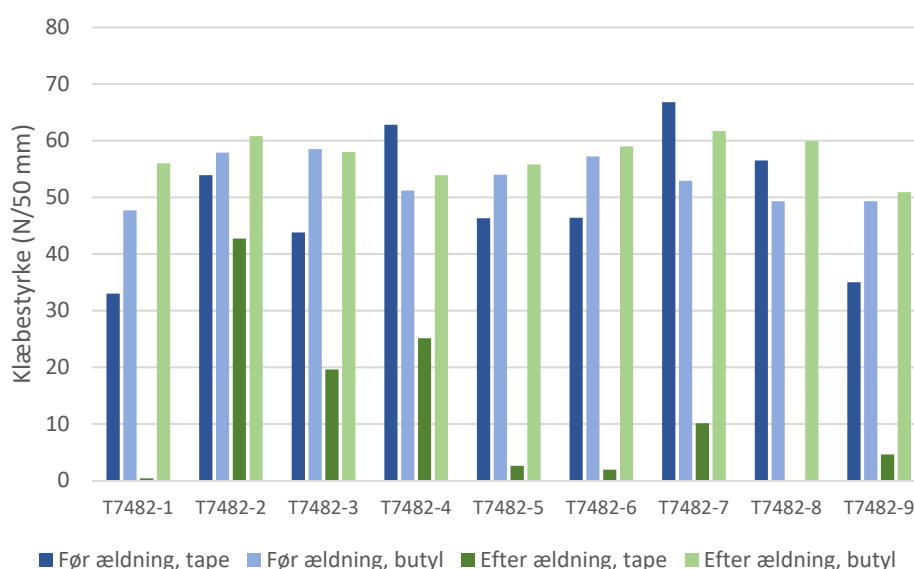


FIGUR 55. Knækket plast, for ældet PE-membran T7482-8.

Klæbestyrken for samlingen af PE-membranerne med henholdsvis tapet samling og PE-membran samlet med bånd af butyl før og efter accelereret ældning ses i tabel 14. Værdien er gennemsnit af de syv prøveemner for hver PE-membransystem udtrykt ved en middelværdi og en spredning.

TABEL 14. Peel klæbestyrke af PE-membransystemer samlet med tape eller butyl, før og efter accelereret ældning.

Maks. klæbestyrke [N/50mm]	Før accelereret ældning		Efter accelereret ældning	
	Tape	Butyl	Tape	Butyl
T7482-1	33,0 ±3,7	47,7 ±3,5	0,4 ±0,1	56,0 ±3,5
T7482-2	53,9 ±1,7	57,9 ±2,2	42,7 ±2,8	60,8 ±2,8
T7482-3	43,8 ±1,8	58,5 ±1,9	19,6 ±5,2	58 ±3
T7482-4	62,8 ±1,7	51,2 ±0,8	25,1 ±5,0	53,9 ±3,7
T7482-5	46,3 ±1,0	54,0 ±2,5	2,6 ±0,2	55,8 ±3,2
T7482-6	46,4 ±3,2	57,2 ±4,2	1,9 ±0,2	59,0 ±2,0
T7482-7	66,8 ±1,3	52,9 ±1,7	10,1 ±1,3	61,7 ±2,3
T7482-8	56,5 ±6,6	49,3 ±4,0	Ej målt	59,9 ±2,0
T7482-9	35,0 ±6,5	49,3 ±2,0	4,6 ±1,6	50,9 ±0,6



FIGUR 56. Peel klæbestyrke (middelværdier af 7 målinger) for PE-membransystemer før og efter accelereret ældning for tapet samling (tape) og til sammenligning klæbestyrke mellem membraner samlet med bånd af butyl.

5.2.8 Bøjestivhed

Beregnet bøjestivhed er vist i tabel 15. PE-membran T7482-1 har laveste bøjestivhed og tildeles index 100. De øvrige PE-membraners bøjestivhed er til sammenligning indekseret i forhold til PE-membran T7482-1.

Det ses, at PE-membran T7482-6 har en bøjestivhed, som er 4 gange højere end PE-membran T7482-1, hvilket skyldes en kombination af højere Youngs modul og primært en større tykkelse, idet tykkelsen vægtes i 3. potens.

TABEL 15. Beregnet bøjestivhed for de undersøgte PE-membraner, forudsat at d=1 mm, L=10 mm, w=1m. De anvendte moduler er de målte værdier i længderetning før accelereret ældning.

Type		Youngs modul, MPa	Tykkelse, meter	Tykkelse, my	Bøjekraft, F [newton]	Håndterbarhedsindeks
Ren PE	T7482-1	105	0.000161	161	1.75	100
	T7482-2	271	0.000147	147	3.44	196
	T7482-3	133	0.000206	206	4.65	265
	T7482-4	177	0.000169	169	3.42	195
Regenereret PE	T7482-5	116	0.000184	184	2.89	165
	T7482-6	158	0.000225	225	7.20	411
	T7482-7	162	0.00022	220	6.90	394
	T7482-8	174	0.000197	197	5.32	304
	T7482-9	158	0.000156	156	2.40	137

5.2.9 Visuel gennemgang af membraner med regenereret PE

Visuel gennemgang blev gennemført på 5 ruller PE-membran indeholdende 250 m² eller 500 m² af hver af de undersøgte PE-membraner T7482-5, T7482-6, T7482-7, T7482-8 og T7482-9. PE-membranerne indeholder regenereret PE. Membranbaner gennemgås for revner, større fragmenter og svage områder. Membranbaner gennemgås visuelt stykke for stykke. Revner, større fragmenter og svage områder blev identificeret og skåret ud for dokumentation. De indsamlede udskårede områder med revner, større fragmenter og svage områder inddeles i typer og tælles op. Antallet angivet i de enkelte typer af svagheder og brud svarer til inspektion af 5 ruller PE-membran indeholdende 250 m² eller 500 m² af hver af de undersøgte membraner indeholdende regenereret PE er vist i tabel 16. PE-membranerne gennemgås i laboratorie ved stuetemperatur. Typer af de noterede observationer er vist i Bilag 10.4 *Observationer fra visuel inspektion af membraner indeholdende regenereret PE*. De enkelte PE-membraner erhverves i ruller som var emballeret ved køb. Det blev konstateret, at alle emballager var intakte forud for udpakning og den visuelle gennemgang.

TABEL 16. Antal af huller og revner i fold, for de enkelte membraner af PE.

Membrantype	Antal huller	Antal brud i fold	Fragmenter	Længde i m	Areal i m ²
T7482-5	0	0	Ja	125	250
T7482-6	3	2	Ja	250	500
T7482-7	0	0	Ja	250	500
T7482-8	15	0	Ja	250	500
T7482-9	0	0	Ja	250	500

DISKUSSION

6 DISKUSSION

6.1 Kemiske analyser

6.1.1 Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi

Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) spektroskopi blev foretaget på alle de PE-membraner, der indgår i undersøgelsen. Dette blev gjort for at bestemme plasttyperne i de enkelte PE-membraner og for at vurdere deres kemiske stabilitet ved ældning. Metoden er almindeligt anvendt til identifikation af kemiske forbindelser i plast og oxidative nedbrydningsprodukter, som er et resultat af ældning. Alle PE-membranerne, både dem af ren- og regenereret PE, viste sig at være baseret på lavdensitets-PE, LDPE. Ingen andre polymerer end LDPE blev fundet. Membranerne af regenereret PE indeholder rester af uorganiske tilsætningsstoffer: Mineraler med bl.a. calcium, titanium og zink i form af calciumkarbonat, titaniumoxid og zinkoxid. Ifølge leverandørerne er stofferne tilsat med vilje, og er således ikke at betragte som en fejl eller forurening. På den baggrund antages det, at oprensningen af grundmaterialet til produktionen af membraner af regenereret PE er effektiv i forhold til at frasortere andre plasttyper.

Tegn på kemisk nedbrydning ved ældning viser sig ved dannelsen af karbonylgrupper (C = O) og er tegn på kemisk ustabilitet i polymeren. Ligeledes er dannelsen af karbonylgrupper ofte årsagen til misfarvning af PE. Den accelererede ældning viste ingen tegn på kemisk nedbrydning af de undersøgte PE-membraner.

Først efter yderligere termisk accelereret ældning – først på 50 døgn og dernæst på 30 døgn – udviste PE-membranerne tegn på kemisk ustabilitet i polymeren. Tildeles de undersøgte PE-membraner, på den baggrund, levetid efter accelereret ældningspåvirkning med en gruppering efter kortest levetid, mellemste levetid og længste levetid, fordeler de sig på følgende måde:

- T7482-8 er PE-membranen med kortest levetid.
- T7482-1 og T7482-5 er PE-membraner med mellemste levetid.
- T7482-2, T7482-3, T7482-4, T7482-6, T7482-7 og T7482-9 er PE-membraner med længste levetid.

For gruppen af PE-membraner med den længste levetid viser PE-membranerne T7482-3, T7482-6 og T7482-9 begyndende tegn på kemisk ustabilitet, hvor PE-membranerne T7482-2, T7482-4 og T7482-7 ingen tegn viser på kemiske ustabilitet. Prøveemnerne til bestemmelse af klæbestyrken af tapede samlinger for membransystemet T7482-8 viste tegn på kemisk ustabilitet efter accelereret ældning. Den accelererede ældning resulterede i, at PE-membranen i membransystemet T7482-8 i kontakt med og i umiddelbar nærhed af tapen var blevet for sprød. Klæbestyrken kunne således ikke bestemmes, da samtlige 7 prøveemner for T7482-8 knækkede ved indsættelse i kæberne på Instron prøvemaskinen.

6.1.2 Acid-Detection (A-D) indikator

Ved prøvningen undersøgte alle PE-membranerne, for om de frigiver organiske syrer. Syre kan være med til at danne kemisk ustabilitet, der nedsætter levetiden. Alle PE-membranerne blev testet ved to prøver før og efter accelereret ældning. Tilstedeværelsen af syre i membranmaterialet, eller som frigives som gas, blev prøvet efter tre niveauer: ingen syre til stede

i membranmaterialet, lidt syre til stede i membranmaterialet og meget syre til stede i membranmaterialet. Ingen af de undersøgte PE-membraner indikerede frigivelse af syre, eller frigivelse af syre som gas, hverken før eller efter accelereret ældning.

6.1.3 Beilsteins test

Prøvningen er en anden måde at bestemme tilstedeværelsen af plasttypen polyvinyl chlorid (PVC) i membranerne, som indgår i undersøgelsen. Beilsteins test udføres for at bekræfte FTIR analysens resultater om tilstedeværelsen af PVC.

Beilsteins test viste negative resultater for samtlige af de undersøgte PE-membraner. Membranerne som indgår i undersøgelsen, indeholder således ikke PVC. Resultaterne bekræftes af ATR-FTIR-spektroskopi, hvor der heller ikke blev fundet PVC.

6.1.4 Røntgenfluorescens spektroskopi (XRF)

Prøvningen anvendes til at undersøge for tilstedeværelsen af uorganiske grundstoffer og blev gennemført for alle PE-membraner, som indgår i undersøgelsen. Resultatet viser, at membraner af ren PE, jomfrueligt PE og 100 % ny PE, ikke indeholder uorganiske grundstoffer. Membraner produceret af regenereret PE, eller en kombination af ren og regenereret PE, indeholder uorganiske grundstoffer som calcium, titanium og zink. Grundstoffer som kan stamme fra det indsamlede plast, forureninger af den indsamlede plast eller fra processen med at oprense grundmaterialet inden produktion af PE-membraner eller blot tilsat til genbrugsgranulatet. Mineraler med bl.a. calcium, titanium og zink i form af calciumkarbonat, titaniumoxid og zinkoxid kan også være tilsat regenereret PE for at forøge stivhed, styrke og reducere opaciteten. Calcium, titanium og zink er således ofte tilsat med vilje og kan ikke umiddelbart betragtes som en fejl eller forurening.

6.1.5 OIT-test

OIT-testen blev gennemført for alle 9 PE-membraner, som indgår i undersøgelsen. Resultatet ses, med angivelse af antal minutter ved 180 °C og 100% O₂, før exoterm varmeudvikling kunne observeres. **T7482-1** viser ingen OIT-tid før accelereret ældning, hvilket skyldes, at der i OIT-forsøget på prøven ikke kunne fastslås et acceptabelt vandret stykke på den exoterme graf. OIT-forsøget kan ikke bruges til at karakterisere PE-membranen **T7482-1**. Derfor er **T7482-1** ikke taget med i betragtningen i de kommende kommentarer og observationer.

Inkluderet i figurerne, se Figur 32 og Bilagene 10.5 *OIT-test før accelereret ældning* og 10.6 *OIT-test efter accelereret ældning* er fejlmarginer, der angiver standardafvigelsen. Længden på fejllinjen er 2 standardafvigelser, 2 x SD, og højden på hver søjle er gennemsnittet. Resultaterne er altså angivet som gennemsnittet, ± SD.

For de andre PE-membraner er fastlagt en OIT-tid, både før og efter accelereret ældning.

Der ses for 8 ud af 9 PE-membraner, at OIT-tiden er lavere efter accelereret ældning end før accelereret ældning, hvilket er forventeligt (undtagelsen er **T7482-1** som omtalt ovenfor).

Standardafvigelse overlapper for PE-membranerne **T7482-2**, **T7482-3** og **T7482-4**, det vil sige for prøverne af ren PE. Det betyder, at disse prøver, inden for måleusikkerheden, har samme OIT-tid før og efter accelereret ældning. For PE-membranerne **T7482-5**, **T7482-6**, **T7482-8** og **T7482-9** overlapper standardafvigelse ikke, og de nævnte prøver har derfor forskellig OIT-tid før og efter accelereret ældning. PE-membranerne **T7482-5** - **T7482-9** er regenereret PE (**T7482-8** er en lagdelt membran med et bærelag af regenereret PE og et lag af ren PE på hver side).

For prøverne af ren PE, kan det ikke fastslås, at OIT-tiden ændres som følge af accelereret ældning. PE-membranen **T7482-1** indgår ikke i betragtningen. PE-membranen **T7482-4**

viser også en lav OIT-tid inden accelereret ældning, hvorfor betragtninger draget på membranen **T7482-4** er usikre og heller ikke bør medtages. Reelt kan der kun drages betragtninger på to af PE-membranerne af ren PE, og det er membranerne **T7482-2** og **T7482-3**. Det vurderes, at det er for lille et datamateriale at vurdere på, om PE-membraner af ren PE ændrer OIT-tid som følge af accelereret ældning.

OIT-prøvningerne viser, at de regenererede PE-membraner viser en lavere OIT-tid efter accelereret ældning.

Resultatet af OIT-prøvningerne viser ligeledes, at der stadig er stabilisatorer og aktive antioxidant i de ældede PE-membraner, hvilket ses ved, at der kan måles en OIT-tid efter accelereret ældning for alle PE-membraner undtagen **membranen T7482-1**. Hvis stabilisatorerne var inaktive, eller "brugt op", ville OIT-tiden efter accelereret ældning være ~ 0 minutter. Dette tyder på, at den accelererede ældning ikke har haft et tilstrækkeligt langt forløb til at kunne observere forskelle i ældningseffekter imellem de forskellige PE-membraner. Eksempler på ældningseffekter er ændrede mekaniske egenskaber.

Den accelererede ældning har ud fra OIT-testen haft et for kort forløb til endeligt at bestemme, om PE-membraner af ren PE og PE-membraner af regenereret PE har forskellige ældningsegenskaber.

6.1.6 SEM

SEM analyse af de undersøgte PE-membraner før og efter accelereret ældning viser en tydelig forskel i strukturen på PE-membranerne, hvor membran T7482-9 har mange "urenheder" sammenlignet med fx membran **T7482-4**, som fremstår uden særlige urenheder. Der fremstår umiddelbart ingen ændring ved accelereret ældning, som kan påvises med SEM.

6.1.7 Glødetab

Der er stor overensstemmelse mellem de to glødetabsmålninger for henholdsvis prøve A og B for hver enkelt PE-membran. Kun membranen **T7482-4** består af 100% organisk materiale, som udglødes ved 550°C. **T7482-4** består således af PE, som er et organisk materiale og eventuelt små mængder, mindre end 0,1%, organiske additiver, fx organiske antioxidant, smører og glidemidler, som også glødes ud ved 550°C. PE-membranerne **T7482-1**, **T7482-2** og **T7482-3** har alle <0,1% uorganisk materiale fx udfyldningsmaterialet calciumkarbonat i forhold til glødetabet. Membranen T7482-9 har et glødetab på ca. 88,5% og er således den membran, der har det største indhold af uorganisk materiale. PE-membranerne T7482-5, T7482-6, T7482-7 og T7482-8 har et glødetab på mellem 0,37% og 1,71%.

6.2 Fysiske materialeegenskaber

6.2.1 Brudforlængelse, Youngs modul og trækstyrke på langs og på tværs

Figur 36, figur 37, figur 38, figur 39, figur 40 og figur 41 viser grafisk resultaterne af prøvning til bestemmelse af hhv. trækstyrke, brudforlængelse og Youngs modul i både tvær- og længderetning for de undersøgte PE-membraner. Inkluderet i figurene er fejllinjer, der angiver standardafvigelsen. Længden på fejllinjen er to standard afvigelser, 2 x SD, og højden på hver søjle er gennemsnittet. Resultaterne er altså angivet som gennemsnittet, $\pm 1 \times SD$.

Der kan bl.a. gøres følgende observationer:

Trækstyrken, længde - og tværretning:

Trækstyrken, "Tensile Strength", for PE-membranerne ligger på et forholdsvis ens niveau, på omkring 15-16 MPa, med undtagelse af membran **T7482-2**, se figur 38, som er betydeligt højere. Det skal i den forbindelse bemærkes, at der ved udregning af trækstyrken (der har

enheden Pa), bliver taget hensyn til tykkelsen af prøven. Trækstyrken kan sammenlignes med en materialeegenskab for membranmaterialet.

En anden observation for trækstyrken er, at variationerne mellem målingerne før- og efter accelereret ældning er små. Ved at tage standardafvigelse i betragtning ses det, at der for alle PE-membraner, som indeholder regenereret PE (dvs. membran T7482-5 - T7482-8), er et overlap i standardafvigelses-intervallerne før – og efter accelereret ældning. For membraner an ren PE, membranerne **T7482-1 - T7482-4**, ses lignende tendenser, dog ses der for membranen **T7482-2** at trækstyrken i længderetningen falder efter accelereret ældning, og at standardafvigelse her ikke overlapper. Det samme ses i mindre grad for membran **T7482-1** i længderetning og for membranen **T7482-3** i tværretning.

Dog er den generelle tendens, at trækstyrke-egenskaberne er ens, før og efter accelereret ældning.

Brudforlængelse, længde- og tværretning:

Figur 39 viser brudforlængelsen med tilhørende fejllinjer for hver af de undersøgte PE-membraner. Det fremgår, at brudforlængelsen i tværretningen ved alle membraner, både før og efter accelereret ældning, ligger imellem 550% og 750%, uafhængig af om PE-membranen indeholder ren PE eller regenereret PE. I tværretningen er der større variationer i målingerne, dog fortæller den absolutte værdi af brudforlængelse ikke noget om PE-membranernes ældningsegenskaber.

Ved at betragte standardafvigelse, dvs. fejllinjerne, ses, at der for de undersøgte membraner indeholdende regenereret PE og ren PE, er et overlap i standardafvigelse før – og efter accelereret ældning. Der kan med andre ord ikke registreres nogen ændring af PE-membranernes brudforlængelse som følge af accelererede ældning.

Youngs modul, længde- og tværretning:

Figur 40 viser Youngs modul med tilhørende fejllinjer for de undersøgte PE-membraner. Youngs modul er beregnet ved 0,5-1% tøjning og er medtaget i denne rapport, selvom det ikke er en del af ISO 527-3 standarden. Youngs modul beregnes af trækmaskinens software, men det er dog behæftet med stor måleusikkerhed, fordi det beregnes i et meget snævert tøjningsinterval, hvilket også ses ved, at standardafvigelse er relativt store.

Effekten af accelereret ældning diskuteres, som for de øvrige materialeegenskaber draget af samme test, ud fra overlap af intervallerne, som repræsenterer målingernes standardafvigelse før og efter accelereret ældning. For alle de undersøgte membraner, indeholdende ren PE og regenereret PE eller indeholdende både ren PE og regenereret PE, ses overlap. Med undtagelse af membranen **T7482-1** i længderetning, hvilket sandsynligvis skyldes, at standardafvigelse er usædvanlig lille for den pågældende måling af Youngs modul.

Der kan umiddelbart ikke påvises nogen effekt af den påførte accelererede ældning.

6.2.2 Rivestyrke på langs og på tværs

Figur 42 og figur 43 viser resultater af prøvning for rivestyrke for de undersøgte PE-membraner før og efter accelereret ældning i hhv. længderetningen, MD (machine direction) og tværretningen, CD (cross direction). Retningerne er angivet i forhold til retningen for ekstrudering af membraner. Standardafvigelse er angivet ved fejllinjer. Længden på fejllinjen er angivet som to standardafvigelse, 2 x SD, og højden på hver søjle er gennemsnittet for den bestemte rivestyrke. Resultaterne er altså angivet som gennemsnittet, ± standardafvigelse, ± 1 x SD. Standarden EN 12310 foreskriver afrundede værdier som vist i tabel 10.

Ved at betragte standardafvigelse, dvs. fejllinjerne, for tværretningen, viser det sig, at der er overlap mellem standardafvigelse før og efter accelereret ældning for de fleste PE-membraner, der indgår i undersøgelsen undtagen for membranerne T7482-5 og T7482-8. I

længderetningen er der ligeledes overlap mellem standardafvigelse før og efter accelereret ældning for de fleste PE-membraner, med undtagelse af resultaterne for membranerne **T7482-3**, T7482-7 og T7482-9. Det kan konstateres, at der ikke er sammenfald mellem de undersøgte membraner i forhold til afvigelse for prøvningen i henholdsvis længde- og tværretningen. Årsagen til det manglende overlap i standardafvigelse for fx membranerne T7482-5 i tværretning, T7482-8 i tværretning og T7482-9 i længderetningen er, at standardafvigelsen for disse PE-membraner er lavere end for de øvrige.

Der kan ikke ud fra prøvningen påvises en nævneværdig ændring i rivestyrken for PE-membraner udsat for accelereret ældning. Dog skal det bemærkes, at den gennemsnitlige rivestyrke for membraner generelt er en anelse højere efter accelereret ældning end før accelereret ældning.

6.2.3 Modstand mod slagpåvirkning

Det ses af figur 44, at der er meget stor forskel i modstand mod slagpåvirkning PE-membraner imellem, hvor modstanden var 2,0 m for den stærkeste af membraner og 0,45 m for den svageste. Derudover ses det, at af PE-membraner har samme modstand mod slagpåvirkning før og efter accelereret ældning, hvorimod de resterende syv PE-membraner har mindre modstand mod slagpåvirkning efter accelereret ældning. Efter accelereret ældning lå modstanden mod slagpåvirkning mellem 1,75 m og 0,35 m, og der er også her en meget stor forskel membraner imellem.

Der ses ingen sammenhæng mellem modstand mod slagpåvirkning og PE-membraner indeholdende ren PE og regenereret PE.

6.2.4 Fladevægt og fladetykkelse

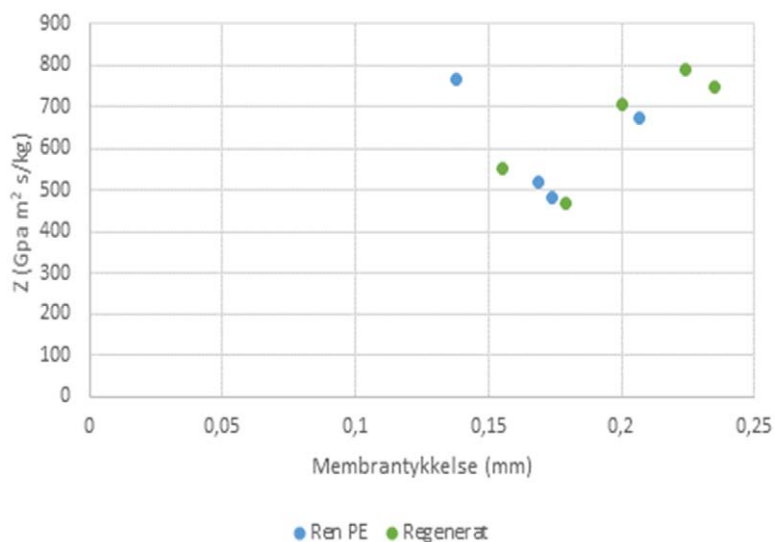
Den tyndeste af PE-membraner før accelereret ældning var **T7482-2** med 0,14 mm og den tykkeste var T7482-6 med 0,23 mm. Middelværdien for membrantykkelsen er ikke den samme efter accelereret ældning som før accelereret ældning. Der er ikke nogen entydig sammenhæng, som fortæller, om middelværdien stiger eller falder med accelereret ældning. Betragtes spredningerne mellem de 6 målinger for hver enkelt PE-membran, ses det også, at disse er overlappende før og efter accelereret ældning, så der er ikke tale om en reel forskel.

Der er ingen tendens til, at membraner af regenereret PE er tykkere eller tyndere end membraner af ren PE.

6.2.5 Vanddampdiffusionsmodstand

Fugtmodstandstallet (Z) for PE-membraner med tykkelsen 0,15 mm angives i (Gottfredsen & Nielsen, 2006) til at ligge mellem 300 og 600 GPa m² s/kg. Det kan noteres, at der ikke er membraner i denne undersøgelse med fugtmodstandstal under de 300 GPa m² s/kg. Membranerne i denne undersøgelse er, med undtagelse af membranen **T7482-2**, tykkere end de 0,15 mm, se Tabel 12; de har en tykkelse på op til 0,23 mm, så derfor kan intervallet for Z forventes at ligge lidt højere, hvad de målte værdier for Z også gør for alle de undersøgte PE-membraner. Z -værdien ses på figur 46.

Såfremt selve PE-materialet skulle have samme modstand mod dampdiffusion, skal der være en sammenhæng mellem membrantykkelse og Z . For de undersøgte PE-membraner er dette forhold indtegnet på figur 57, gennemsnitstykkelsen for membraner før og efter accelereret ældning og gennemsnittet af Z for før og efter accelereret ældning udgør de anvendte værdier. Det ses, at der generelt er god overensstemmelse mellem placeringen af punkterne, og at Z -værdien stiger med tykkelsen. Et punkt falder dog uden for denne tendens, og det er punktet for membran **T7482-2**, den tyndeste af membraner.



FIGUR 57. Membrantykkelse i forhold til bestemt Z-værdi for de enkelte PE-membraner T7482-1 til T7482-9

6.2.6 Overfladespænding

Figur 47 viser resultatet i dyne-niveau for overfladespændingen for forside og bagside for de undersøgte PE-membraner før og efter accelereret ældning. Det ses, at membranerne T7482-2 og T7482-8 (før accelereret ældning) skiller sig ud ved at have mere end et dyne-niveau til forskel mellem forside og bagside, hvor forsiden er højst. Efter accelereret ældning er forskellen i dyne-niveau for siderne på disse to membraner mindre, men dog stadig sådan, at dyne-niveau er højst for forsiden.

6.2.7 Klæbestyrke

Inden for de 7-dobbelte bestemmelser for hvert membransystem og membraner samlet med bånd af butyl fulgte målingen af klæbestyrke ens forløb i forhold til forlængelsen i mm (figur 48 og figur 49). Klæbestyrken findes som højeste punkt på kurverne.

Klæbestyrken mellem PE-membran og butyl blev ikke forringet under accelereret ældning for de undersøgte PE-membraner, da den ligger i samme niveau før og efter. Derimod tegner der sig et klart billede (figur 56) af, at klæbestyrken for systemer med tapede samlinger er lavere for de ældede prøver end for de tilsvarende systemer før accelereret ældning. Den mindste effekt af accelereret ældning blev fundet for PE-membransystemerne T7482-2, T7482-4 og T7482-3. For PE-membransystemerne T7482-1, T7482-5 og T7482-6 er klæbestyrken under 3 N/50 mm for de ældede prøver. For samtlige 7 prøveelementer af PE-membransystemet T7482-8 revnede membranen i umiddelbar nærhed af den tapede samling ved håndteringen (figur 55), og det var, for dem, derfor ikke muligt at måle klæbestyrken for det system. Membranen T7482-8 med tapet samling var blevet meget skrøbelige under accelereret ældning, men en tilsvarende skrøbelighed kunne ikke genfindes i forhold til samme membran klæbet men bånd af butyl. Systemerne ses på figur 58, hvor membranens skrøbelighed for systemet med tapet samling må antages at være forbundet med tapens opførsel eller tapens påvirkning af membranen under den accelererede ældning. Tapen krøller membranen op, sandsynligvis pga. forskellige udvidelseskoefficienter under den accelererede ældning, forårsaget af varme, fugt eller begge dele. Ingen af de øvrige testede tapede samlinger udviste samme opførsel som membransystemet T7482-8, men forblev glatte som samlingerne med mellemlæg af butyl, se figur 58.

Opklarende blev den del af membranen T7482-8, der var i direkte kontakt med tapen, som var meget sprød og havde skiftet farve undersøgt nærmere (se Figur 58). Den del af membranen T7482-8, der lå ovenpå det tapede stykke var også gulnet og sprød. Den

sprøde, gulnede membran ville umiddelbart ikke kunne karakteriseres for trækstyrke eller stivhed, Youngs modul, idet prøven var så sprød, at fx brudforlængelsen vurderes erfaringsmæssigt, på Teknologisk Institut, til at være under 5% forlængelse.

Der er udført supplerede prøvning på den gule, sprøde del af PE-membranen T7482-8 vha. FTIR-spektroskopi med gennemlysning. Denne prøvning blev udført med inspiration fra bestemmelserne i Svensk Standard SS 3613 *Plastrør – Bestämning av relativ oxidationsgrad*. Absorptionen ved 1717 cm^{-1} , A_{1717} , indikerer tilstedeværelse af karbonylforbindelser, hvilket er et produkt af oksidativ nedbrydning. Højden af denne absorptionstop måles og relateres til absorptionstoppen ved 2020 cm^{-1} , A_{2020} , hvilket er signalet for kulstof-kulstof polymerkæden, således at:

$$\text{Relativ oxidationsgrad} = A_{1717} / A_{2020}$$

Resultatet viser at $A_{1717} / A_{2020} = 47$ for membranen T7482-8 på det omtalte gule område. På Teknologisk Institut har erfaringen vist, at når den relative oxidationsgrad er større end 2, vil polyethylenmaterialet udvise reduceret brudforlængelse og derfor være mindre anvendeligt. Målingen på øvrige områder, dvs. områder af membranen, der ikke har været i kontakt med tapen blev også foretaget, og her var $A_{1717} / A_{2020} = 0,9$ for membranen T7482-8.

Det skal bemærkes, at målingen ikke følger SS 3613 præcist, idet standarden foreslår at bruge absorptionen ved 2850 cm^{-1} som reference. Standarden bestemmer at karbonylbåndet, som findes mellem 1710 cm^{-1} og 1740 cm^{-1} , bruges som oxidationsindikator, hvilket også blev gjort i denne måling, se appendix 10.3 *FTIR målinger på T7482-8*.

For tapede samlinger reduceres klæbestyrken efter accelereret ældning. Klæbestyrken reduceres med henholdsvis;

- 21 % for membranen **T7482-2**
- 55 % for membranen **T7482-3**
- 60 % for membranen **T7482-4**
- 85 % for membranen T7482-7
- 87 % for membranen T7482-9
- 94 % for membranen T7482-5
- 96 % for membranen T7482-6
- 99 % for membranen **T7482-1** og
- Ukendt for membranen T7482-8, sammenlignet med klæbestyrken før accelereret ældning.



FIGUR 58. PE-membran T7482-8, til venstre samlet med mellemlæg af bånd af butyl og til højre samlet med tape efter accelereret ældning og før måling af klæbestyrke. Det ses, at tapen har krøllet sig sammen under accelereret ældning.

6.2.8 Bøjestivhed

Bøjekraften for de undersøgte PE-membraner er bestemt og indekseret i forhold til hinanden. Indekset for bøjning skal sammenholdes med spredningen på de bestemte tykkelser af de undersøgte membraner, da spredningen på bestemmelsen af tykkelsen vurderes at vise ensartetheden af membranen.

En indeksemæssig let bearbejdelig PE-membran har en værdi på 100 eller tæt på 100, og en indeksemæssig sej bearbejdelig membran har et indeks højere end 100. Et øget indeks, der er højere end 100 medfører, at membranen betragtes som mere sej.

Indekseret bøjestivhed for de undersøgte PE-membraner sorteret efter mest bearbejdelig membran er **T7482-1**, T7482-9, T7482-5, **T7482-4**, **T7482-2**, **T7482-3**, T7482-8, T7482-7 og T7482-6.

6.2.9 Visuel gennemgang af membraner med regenereret PE

Den visuelle gennemgang af de undersøgte PE-membraner indeholdende regenereret PE viste, at alle disse membraner indeholder fragmenter i størrelsesordenen mindre end 1 mm og enkelte fragmenter op til 4 mm på den lange led. Yderligere viste gennemgangen af membranerne T7482-5, T7482-7 og T7482-9, at der er rimelig overensstemmelse mellem de 5 gennemgåede ruller og membranerne, hvorfra prøveemner er taget fra for hver membran. Membranerne T7482-6 og T7482-8 viste ikke en rimelig overensstemmelse mellem de membraner, der er udtaget prøveemner fra og de yderligere 5 ruller af membran, som blev gennemgået. Der blev fundet revner og huller i membraner fra flere forskellige ruller. For membranen T7482-6 blev der fundet 3 huller i membranens plane flade og 2 huller i selve folden af membranen. Hullerne er mellem 10 mm og 20 mm lange og 3 mm bredde. Hullerne blev fundet ved at gennemgå 500 m² membran. Hullerne i membranen hvor den er foldet er mindre end 3 mm. Hullerne blev fundet ved at gennemgå 250 m membran. For membranen T7482-8 blev der ikke fundet huller i selve folden af membranen. Derimod blev der fundet 15 huller i membranens plane flade i størrelser op til 18 mm i længden og 12 mm bredde. Hullerne blev fundet ved at gennemgå 500 m² membran.

Regenereret PE kan sorteres og vaskes til en kvalitet, der er så god, at materialet kan genanvendes til produktion af PE-membraner som kan anvendes til dampspærre. For enkelte producenter af PE-membraner er ensartet og tilstrækkelig sortering og vask fortsat en udfordring, hvilket gør sortering og vask af granulat af genbrugsplast af afgørende betydning for membraner til dampspærre indeholdende regenereret PE.

6.3 Accelereret ældning

Stresspåvirkningen af PE-membraner, tapede samlinger af membransystemer og samlinger af PE-membraner med klæber af butyl er foretaget for at simulere ældning i tid.

Accelereret ældning er udført på prøveemner for at accelerere de kemiske processer, der finder sted i materialerne over tid. Med den gennemførte accelererede ældning er det formålet at undersøge, om materialerne beholder deres ydeevne i så lang tid, det er nødvendigt, for at opretholde ydeevnen af den konstruktion, hvor de anvendes. Det tilstræbes ofte, at den ækvivalente levetid er 50 år ved den accelererede ældning. Materialernes modstand mod ældning bestemmes ved måling af materialeegenskaber før og efter accelereret ældning, svarende til naturlig ældning på ca. 30 års realtid.

Prøvningerne viste, at den påførte accelererede ældning for en tapet samling tilhørende et membransystem, T7482-8, resulterede i en påvirkning, som betød, at trækstyrken af den klæbede samling efter accelereret ældning ikke kunne bestemmes ved prøvning. Den accelererede ældning påvirkede selve PE-membranen i en grad, at prøvning til bestemmelse af selve klæbestyrken ikke kunne gennemføres. En yderligere termisk accelereret ældning på

50 døgn resulterede i, at PE-membranerne **T7482-3**, T7482-6, T7482-8 og T7482-9 analyseret visuelt, i forhold til bestemmelse af kemisk stabilitet af de kemiske strukturer, viste tegn på ændringer i PE-materialet. For et materiale betød påvirkningen med den yderligere 50 døgn termisk accelereret ældning, at membranen T7482-8 blev sprød. En yderligere 30 døgn termisk accelereret ældning (alt i alt 80 døgn yderligere termisk accelereret ældning) af de resterende undersøgte PE-membraner viste, at membranerne **T7482-1** og T7482-5 blev sprøde.

Den accelererede ældning vurderes på den baggrund, for de undersøgte PE-membraner, at kunne udvides med op til 50 døgn for PE-membraner. Sammenholdes accelereret ældning med resultaterne for klæbestyrken af tapede samlinger for membransystemer kan ældningen ikke udvides tilsvarende, da disse samlinger er kritiske for membransystemerne anvendt som dampspærre.

For at få et estimat for levetiden af selve de undersøgte PE-membraner, giver den yderligere termiske accelererede ældning, på henholdsvis 50 døgn og yderligere 30 døgn, en rangorden af PE-membranerne grupperet efter kortest levetid, mellemste levetid og længste levetid, således at membraner med;

kortest levetid: T7482-8

mellemste levetid: **T7482-1** og T7482-5, og

længste levetid: **T7482-2**, **T7482-3**, **T7482-4**, T7482-6, T7482-7 og T7482-9.

For gruppen af PE-membraner med den længste levetid udviser membranerne **T7482-3**, T7482-6 og T7482-9 visuelle tegn på begyndende kemiske ændringer, efter at være udsat for den længste yderligere termiske accelereret ældning på samlet 80 døgn. Membranerne **T7482-2**, **T7482-4** og T7482-7 viser ingen tegn på kemiske ændringer efter at være udsat for samme yderligere termiske accelereret ældning.

6.3.1 Accelereret ældning af materialer

Accelereret ældning foretages i et klimakammer. Det accelererede ældningsregime anvendt i denne rapport består af 84 døgn ved 70 °C og 90% RF efterfulgt af 84 døgn ved 70 °C og 5% RF. Accelereret ældning er udført på prøveemner af PE-membraner, prøveemner af membransystemer med tapede samlinger og PE-membraner klæbet med mellemlæg af butyl.

Yderligere termisk accelereret ældning er foretaget ved 70 °C i 50 døgn efterfulgt af yderligere termisk accelereret ældning ved 70 °C i 30 døgn.

Ved accelereret ældning af plast anvendes temperatur ofte som den accelererende parameter. Des højere temperatur des hurtigere foregår fordampningen af de flygtige stoffer i materialet, og des hurtigere sker der forandringer i molekylestrukturen og dermed materialets mekaniske egenskaber. Benyttes sammenhængen mellem accelereret termisk ældning og valget af temperaturen under accelereret ældning at have sammenhæng, som den generelt kan beskrives med et Arrhenius' hastighedsudtryk (Kamal, 1967), mellem hastigheden hvormed ældningen går, k, tiden, t, og temperaturen, T, kan ældningen beskrives ved udtrykket:

$$k = A \cdot \exp(-E/(RT))$$

Hvor:

E = aktiveringsenergien

A = den præeksponentielle faktor

R = den universelle gaskonstant

T = temperaturen i Kelvin.

Af udtrykket fås at hastigheden hvormed ældningen går, ofte kaldet ældningshastigheden, som tommelfingerregel fordobles hastigheden for hver gang, temperaturen forøges med 10 °C. Holmström og kolleger har undersøgt, hvorvidt denne tommelfingerregel også passer for LDPE, og arbejdet er refereret i Verksnorm 2000 udgivet af Sveriges Plastförbund (Sveriges Plastförbund, 1979).

Hvis der tages udgangspunkt i, at en dampspærre ved anvendelse i det færdige byggeri har en gennemsnitstemperatur på 10 °C, vil en ældningstemperatur på 70 °C svare til: $2^{(60/10)} = 64$ gange hurtigere ældning. 100 døgn accelereret ældning ved 70 °C svarer altså til 6400 døgn, dvs. naturlig ældning på ca. 18 år ved 10 °C.

Hvis referencetemperaturen derimod er 15 °C frem for 10 °C, svarer 100 døgn ved 70 °C derimod kun til ca. 12 år. Ældningshastighedens afhængighed af temperaturen er vist i tabel 17. Jo lavere gennemsnitstemperaturen er for anvendelse af dampspærre i det færdige byggeri er, jo længere er den mindst antaget levetid i år.

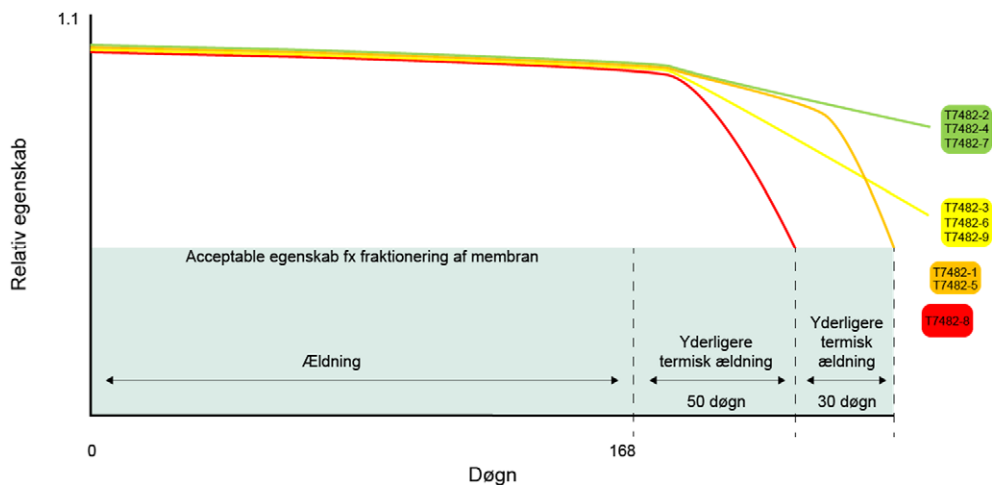
TABEL 17. Mindst antaget naturlig ældning i år afrundet til nærmeste hele tal, beskrevet ved Arrhenius' hastighedsudtryk (Kamal, 1967) for udført accelereret ældning (70 °C i 168 døgn).

Referencetemperatur i °C	Naturlig ældning i år, Arrhenius' hastighedsudtryk
0	59
5	41
10	30
15	21
20	15
25	10
30	7
35	5
40	4
45	3
50	2

Antages det, at dampspærre ved anvendelse i det færdige byggeri har en gennemsnitstemperatur på 10 °C, udgør accelereret ældning ca. 30 år. Bestemmelsen af levetid ved anvendelse af accelereret ældning med tilknyttede teoretiske udtryk er forbundet med en vis usikkerhed. Ligeledes er den foretagne yderligere termiske accelereret ældning forbundet med usikkerhed. Antages valget af temperaturen under den udførte ældning at have sammenhængen, som den beskrives med et Arrhenius' hastighedsudtryk (Kamal, 1967) kan ældningen omregnes til år i runde tal. Kortest levetid svarer således til en realtid på mellem ca. 30 og 40 år, mellemste levetid svarer til en realtid på mellem ca. 40 og 45 år, og længste levetid svarer til en realtid længere end ca. 45 år, vel at mærke med en gennemsnitlig anvendelsestemperatur på 10 °C

Benyttes resultaterne fra den kemiske analysemetode ATR-FTIR efter den accelererede ældning og den yderligere termisk accelererede ældning på henholdsvis 50 døgn og 30 døgn, kan der laves en rangorden af membranerne grupperet efter hvilke membraner, der ikke er blevet sprøde efter accelereret ældningspåvirkning og yderligere termisk accelereret ældningspåvirkning.

Analysen af membranerne efter den supplerende yderligere termiske ældning er alene baseret på visuelle vurderinger af membranerne og den kemiske analysemetode, ATR-FTIR spektroskopi, med sprødhed som afgørende ændring af egenskaber, er vist i figur 59.



FIGUR 59. Egenskabsniveau afhængig af tid for membraner af PE. Egenskabsniveauer er vurderet ud fra den kemiske analysemetode ATR-FTIR.

Tildeles membranerne levetid efter accelereret ældningspåvirkning med korteste, mellemste og længste levetid, fordeler de sig på følgende måde:

- T7482-8 er membranen med kortest levetid (ca. 30 til 40 år).
- T7482-1 og T7482-5 er membraner med mellemste levetid (ca. 40 til 45 år).
- T7482-2, T7482-3, T7482-4, T7482-6, T7482-7 og T7482-9 er membraner med længste levetid (mere end ca. 45 år).

Gruppen af membraner med den længste levetid indeholder membraner fremstillet af både ren PE og membraner, der er produceret af regenereret PE. Dog udviser membranerne T7482-3, T7482-6 og T7482-9 visuelle begyndende tegn på kemiske ændringer, hvorimod membranerne T7482-2, T7482-4 og T7482-7 ingen tegn viser på kemiske ændringer.



7

KONKLUSION

7 KONKLUSION

Undersøgelsen har med de anvendte metoder ikke kunnet påvise, at der generelt er forskel i ydeevnen af membraner eller membransystemer, alene ud fra om produkterne er produceret af ren PE, jomfrueligt PE og 100 % ny PE, regenereret PE eller en kombination af ren og regenereret PE. Yderligere viste bestemmelsen af vanddampdiffusionsmodstand, at de undersøgte PE-membraner både før som efter ældning kan anvendes som dampspærre i byggeriet.

De undersøgte PE-membraner viser sig at være baseret på lavdensitetpolyethylen, LDPE, alene. Ingen andre polymerer blev fundet, og ingen af de undersøgte membraner indikerede frigivelse af syre eller frigivelse af syre som gas, hverken før eller efter accelereret ældning.

Prøver af membraner, samlinger af membraner med tape og samlinger af membraner med mellemlæg af bånd af butyl er i laboratoriet ældet ved, i en periode på 168 døgn at være udsat for 70 °C, svarende til ca. 30 år realtid, beregnet ud fra den forudsætning, at anvendelsestemperaturen af membraner og membransystemer er 10 °C. Ændres forudsætningen til en anvendelsestemperatur på 20 °C, svarer realtiden til ca. 15 år.

For de tapede samlinger af membraner er der med de anvendte analyser og prøvningsmetoder påvist, at der er forskel i klæbeeviden før og efter accelereret ældning. Det var muligt at bestemme klæbestyrken for alle membransystemer på nær et enkelt. Her blev membranen i kontakt med og i umiddelbar nærhed af den tapede samling så sprød, at prøveemnerne til trækprøvningen af samlingen ikke kunne gennemføres efter accelereret ældning.

Det er af leverandører af de undersøgte membraner oplyst, at regenereret PE består af indsamlet PE, som bliver sorteret, vasket, oprenset og tilsat additiver bl.a. stabilisatorer. Undersøgelsen viser, at det er muligt at sortere, vaske og oprense indsamlet PE samt at tilsætte additiver i form af stabilisatorer (konserveringsmidler), så der opnås egenskaber for den producerede membran svarende til egenskaber for membraner af ren PE. Visuel gennemgang af membraner indeholdende regenereret PE viste, at alle disse membraner indeholder fragmenter typisk mindre end 1 mm, dog op til 4 mm for enkelte membraner. For 2 ud af 5 af de undersøgte membraner af regenereret PE blev der observeret brud og huller i membranen i størrelsesordenen 3 mm til 20 mm. At producere membraner, som skal anvendes til dampspærre uden væsentlige fejl, er således en udfordring for enkelte producenter, af membraner indeholdende regenereret PE.

Der er udført en yderligere termisk accelereret ældning på op til 80 døgn på de undersøgte PE-membraner, som efterfølgende udelukkende er evalueret visuelt og vha. infrarød spektroskopi (FTIR), dvs. ikke analyseret med det fulde analyseprogram. Resultatet af den yderligere termiske ældning bekræfter, at der generelt ikke kan skelnes mellem membraners ældningsegenskaber alene ud fra, om de indeholder materiale af jomfruelig -, ny - eller regenereret PE.



8

LITTERATUR

8 LITTERATUR

Ali, Z. I.; Youssef, H. A.; Said, H.M., Saleh, H. H., 2005. Thermal stability of LDPE, iPP and their blends. *Thermochimica Acta*, 438(1-2), 70-75.

Allara, D.L. (1975): Aging of Polymers, *Environmental Health Perspectives* Vol. 11, pp. 29-33, 1975.

ASTM D3611 - 06 (2019): Standard Practice for Accelerated Aging of Pressure-Sensitive Tapes Pouriman, M.; Dahresobh, A.; Moradipour, M.; Caparanga, A.R., 2019. Thermal and nondestructive analysis of high density polyethylene filled with milled salago fiber. *Journal of Applied Polymer Science* 47873 (1 of 7).

Beckhoff, B., Kanngießner, B., Langhoff, N., Wedell, R., Wolff, H., *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer, 2006, ISBN 3-540-28603-9.

Beilstein F. (1872). "Ueber den Nachweis von Chlor, Brom und Jod in organischen Substanzen". *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* 5 (2): 620–21. doi:10.1002/cber.18720050209).

Brandt, E., Møller, E. B. and Due, L. (2012) 'Installation of vapour barriers in existing buildings – obstacles and solutions', in *Proceedings 5th International Conference on Building Physics (IBPC): Role of Building Physics in Resolving Carbon Reduction Challenge and Promoting Human Health in Buildings*. Kyoto, Japan: Kyoto University, pp. 449–456.

DIN 4108-11 (2018): Wärmeschutz und Energie-Einsparung in Gebäuden – Teil 11: Mindestanforderungen an die Dauerhaftigkeit von Klebeverbindungen mit Klebebändern und Klebemassen zur Herstellung von luftdichten Schichten.

DUKO (2014) 'Klassifikation af dampspærre systemer'. DUKO. Available at: https://duko.dk/userfiles/Dampspaerre_folder_080514_low.pdf.

Godtfredsen & Nielsen (2006). 'Bygningsmaterialer - grundlæggende egenskaber'. Polyteknisk forlag. Lyngby. Danmark.

Schjønnning, C., Hansen, M. H. and Brandt, E. (2015) 'Dampspærrematerialer og fugttransport - væg- og loftkonstruktioner | BYG-ERFA (39) 151228'. Copenhagen, Denmark: BYG-ERFA.

Jelle, B.P. (2012): Accelerated climate ageing of building materials, components and structures in the laboratory, *J Mater Sci* 47:6475–6496.

Kamal, M.R. (1967). *Weatherability of Plastic Materials*. Applied Polymer Symposia, Interscience, New York.

Kirk, R.E., & Othmer, D.F. (1998). *Encyclopedia of Chemical Technology* (Volume 10, 5th Edition). New York: Wiley-Interscience. Leblanc, R. (2017). *Plastic Recycling Facts and Figures*. Lokaliseret maj 2018 på: <https://www.thebalancesmb.com/plastic-recycling-facts-and-figures-2877886>.

Lundgreen, L. (2019). *Lufttæt byggeri*. Indlæg ved bygningsfysikdagen 2019.

Moldovan, A., Patachia, S., Buican, R., Țierean, M.H., (2012). *Characterization of polyolefins wastes by FTIR spectroscopy. Bulletin of the Transilvania University of Braşov Series I: Engineering Sciences, Vol. 5 (54) No. 2.*

Nicholson C. & O'Loughlin E. (1996). The Use of A-D Strips for Screening Conservation and Exhibit Materials. American Institute for Conservation. 24th Annual Meeting. June 10-16. Norfolk Virginia. <https://cool.conservation-us.org/coolaic/sg/bpg/annual/v15/bp15-11.html>.

Rasmussen, T. V. & Nicolajsen, A. (2007). Klimaskærmens lufttæthed. SBI-anvisning 214. Statens Byggeforskningsinstitut, Aalborg Universitet, Hørsholm, København.

Rasmussen, T. V., Møller, E. B., Steenstrup, F. R., Nielsen, J. K., Ottosen, L. M., Petersen, L. G., Hansen, M. H. & Shashoua, Y. (2018). PE-membraners levetid i byggeriet: et litteraturstudie. København, Danmark: SBI forlag. 42 s. (SBI-rapport; Nr. SBI 2018:11, Bind 1).

Santas, D. (ed.) (1989): *Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology*, Santas & Associates, Warwick, RI, 3rd edition, 239-260.

Shashoua, Y.R. (2008). *Conservation of Plastics*. Oxford: Butterworth-Heinemann.

Strange, M. (2011). FTIR-mikroskopi- nye muligheder for analyse og visualisering, Dansk Kemi 92. nr. 11. 2011.

Sveriges Plastförbund. (1979). *Plastfilmer avsedda för montering i byggnader som luft- och ångspärrar: kvalitetsfordringar och provningsmetoder (SPF verksnorm 2000)*. Sverige: Sveriges Plastförbund.

Svensk Standard SS 3613 "Plaströr – Bestämning av relativ oxidationsgrad.

ENGLISH SUMMARY

9 ENGLISH SUMMARY

This study evaluated and compared the long-term performances of moisture barrier membranes comprising virgin polyethylene (PE), 100 % new PE, recycled PE and a combination of new and recycled PE. Membranes were evaluated both alone and as part of assembled systems. All membranes, tapes and adhesives were purchased for this study to maintain independence.

Although the membranes were described by their suppliers only by the general term polyethylene, chemical analysis suggested that all were based on low density polyethylene, LDPE, alone. No other polymers were identified.

Information provided by suppliers of the membranes stated that recycled PE comprised polyethylene that was sorted, washed, cleaned and enhanced with additives including stabilizers. The study suggested that this treatment produced moisture barrier membranes with similar properties to those membranes produced from new PE. Visual examination of membranes containing recycled PE showed that all had inclusions of fragments ranging in size between 1mm and, in one case, 4mm. Two out of the 5 membranes containing recycled PE revealed fractures and holes ranging in size from 3 to 20 mm. This suggested that it is difficult to produce moisture barrier membranes from recycled PE without physical defects.

The moisture barrier membranes and assembled systems purchased for this project were evaluated and compared using, amongst others, standard laboratory tests described by the standard EN 13859-1 that is currently also accepted as a Danish standard. Evaluating tests were conducted on the materials before and after an accelerated ageing regime comprising 168 days at 70 °C in total. The purpose of accelerated ageing was to promote the chemical changes expected to take place within the normal service lifetimes of the moisture barrier membranes so that they took place within a convenient period for the study. The ageing regimen used was equivalent to approximately 30 years of real time, calculated on the basis that the service temperature of the membranes and assembled systems is 10 °C. However, if the assumed usage temperature is increased to 20 °C, the real time corresponds to approximately 15 years.

Materials were evaluated using 7 types of chemical analyses and 14 physico-mechanical tests. All membranes examined were chemically stable and none released acidic or corrosive gases either before or after accelerated aging. Tests to evaluate chemical properties included infrared spectroscopy, X-ray diffraction and oxidation induction time. Techniques to evaluate physico-mechanical properties include appearance, thickness measurements, tensile and tear tests, puncture tests, surface energy measurements and adhesion tests.

Measurement of adhesive properties of taped membrane assemblies suggested that there was a general reduction in adhesion after accelerated aging. It was possible to determine the adhesive strength of all membrane systems except a single one in which the area of the membrane in the immediate vicinity of the taped assembly became so brittle that it could not be tested after ageing.

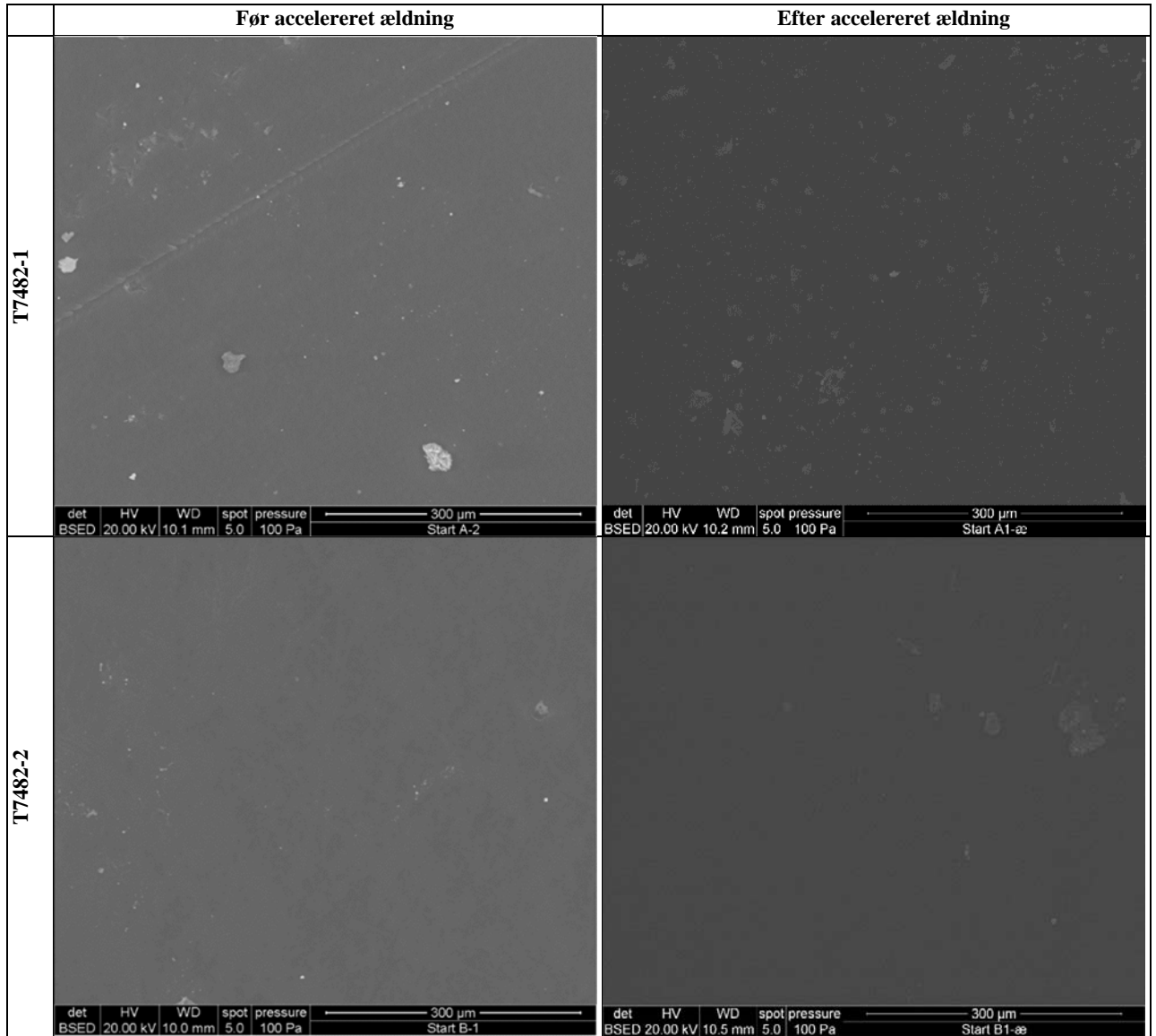
This study indicated that the fact that moisture membranes comprised virgin polyethylene (PE), 100 % new PE, recycled PE or a combination of new and recycled PE was not a significant factor in their performance either alone or when included in an assembled system. Importantly, measurement of their resistance to water vapour before and after accelerated ageing, indicated that all of the membranes evaluated would perform satisfactorily as moisture barrier membranes in buildings. Additional thermal accelerated ageing of up to 80 days was performed on all membranes prior to re-examining them visually and chemically using

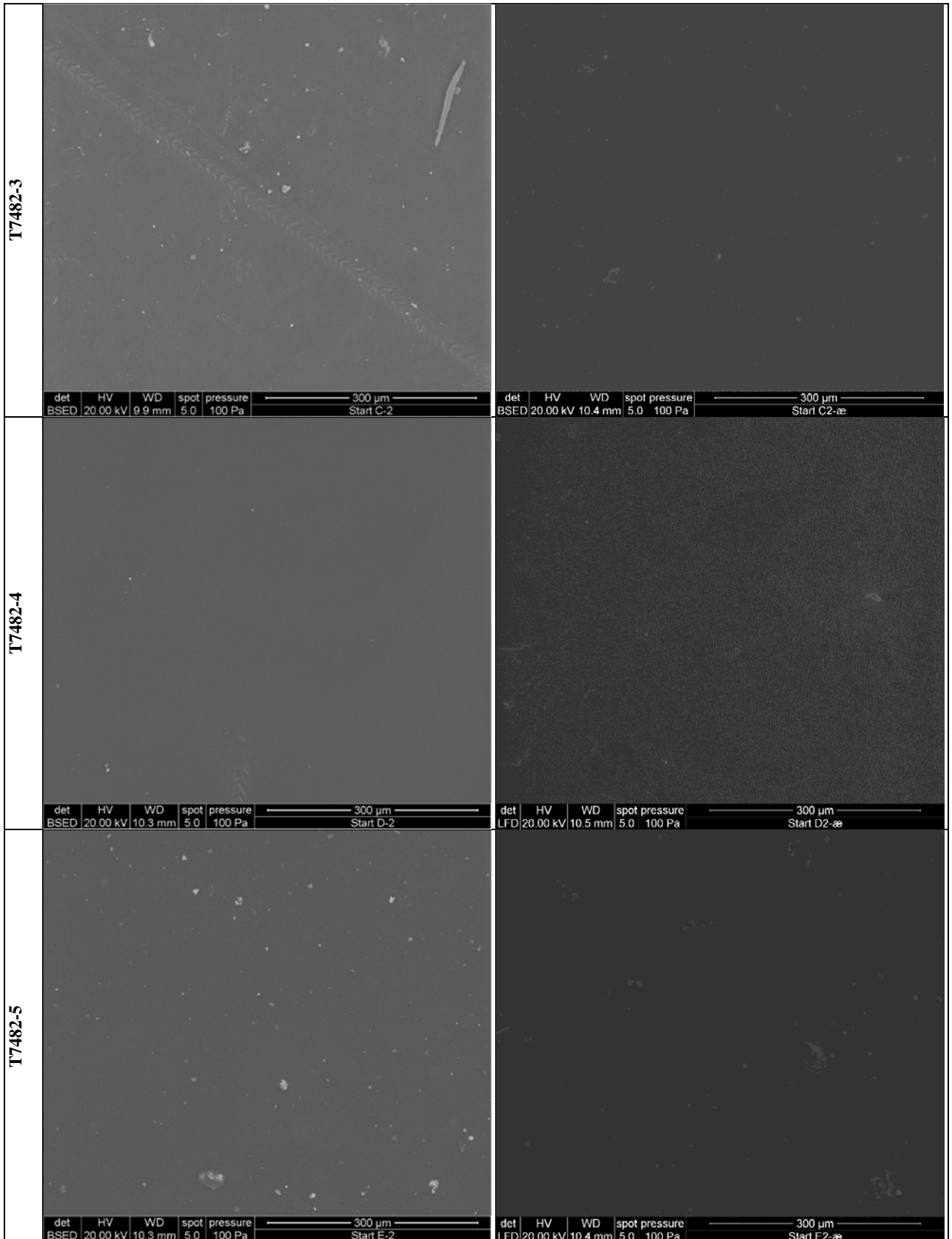
infrared spektroskopi (FTIR). The findings confirmed that there was no significant differences in the performances of moisture membranes comprising virgin PE, 100 % new PE, recycled PE or a combination of new and recycled PE.

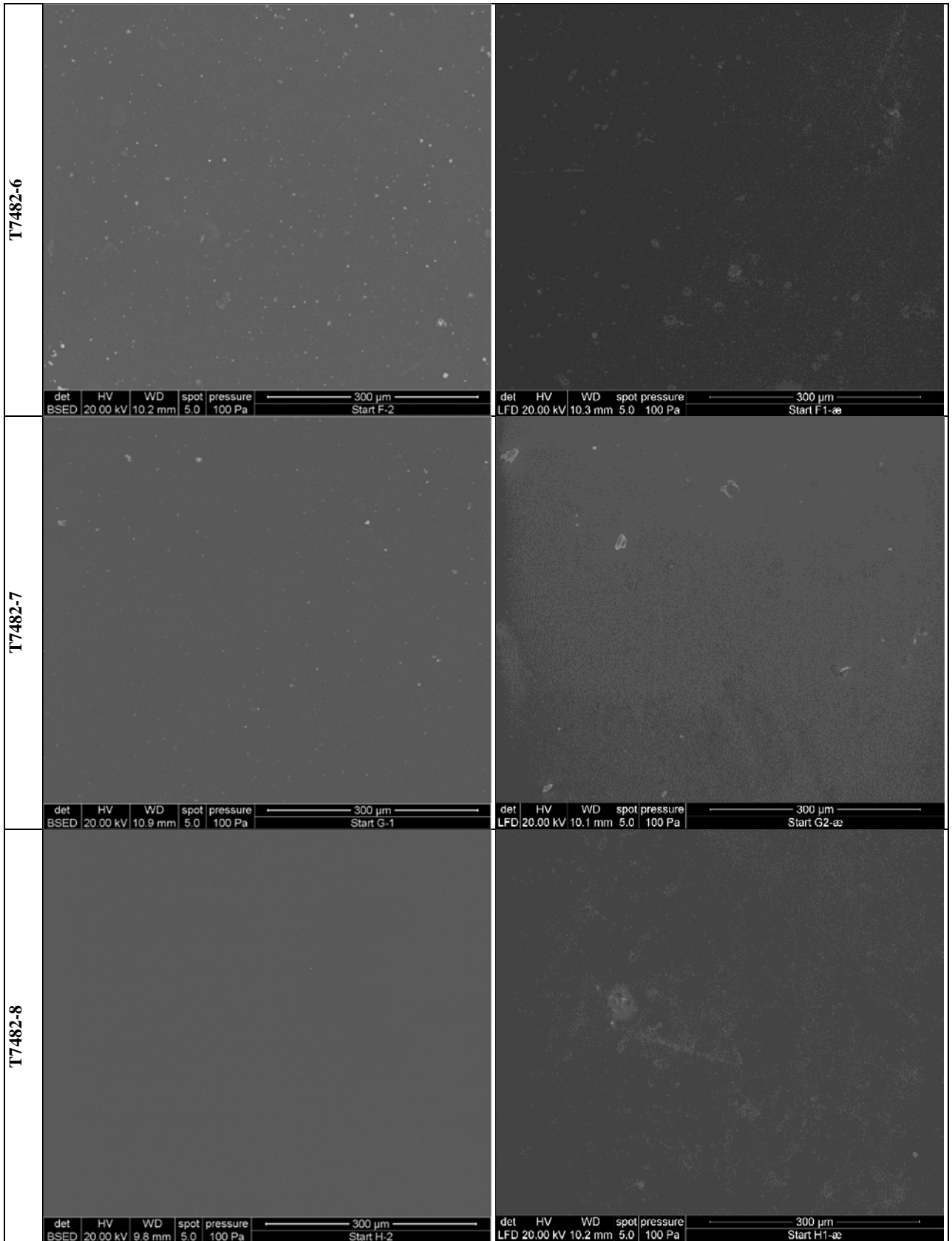
APPENDIX

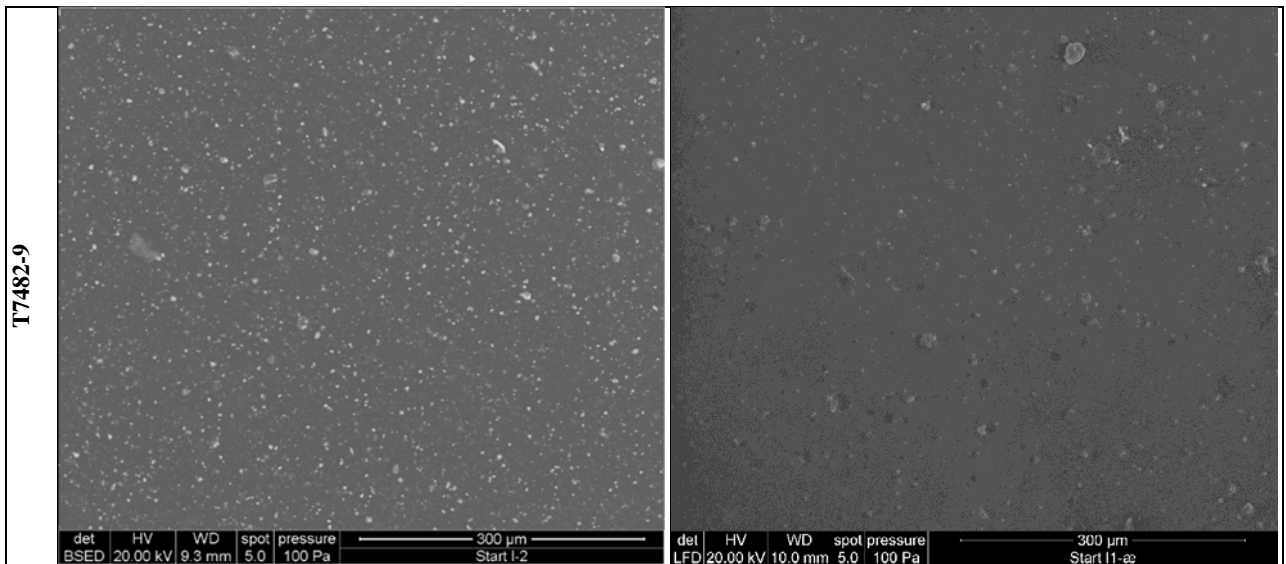
10 APPENDIX

10.1 SEM





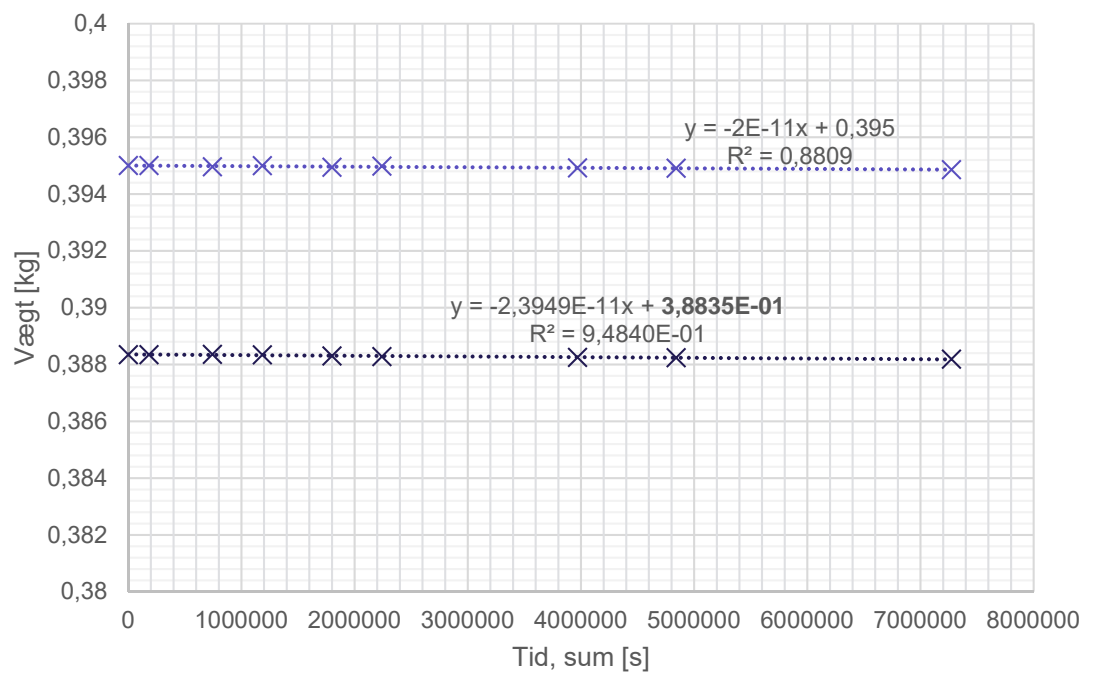




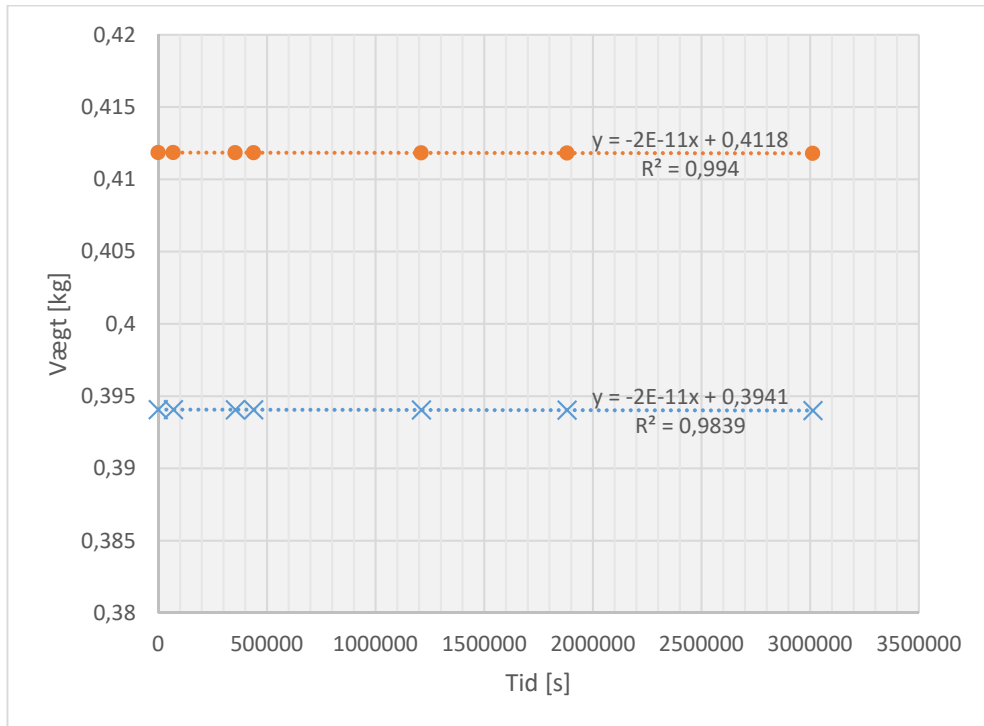
10.2 Vanddampdiffusionsmodstand

Membraner før accelereret ældning

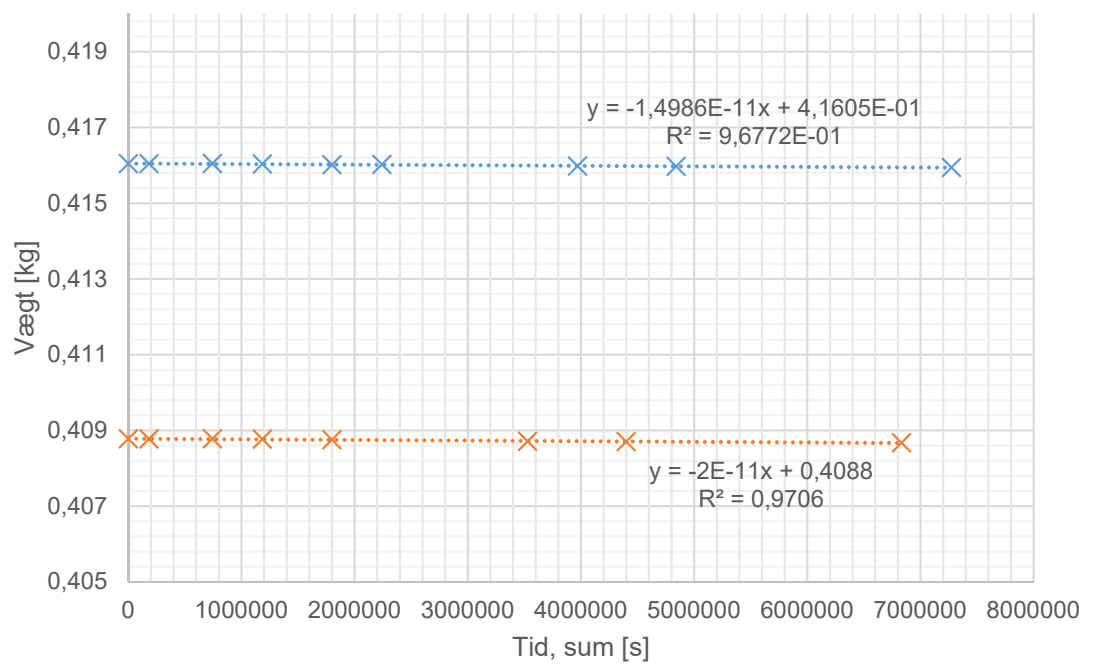
1. T7482-1



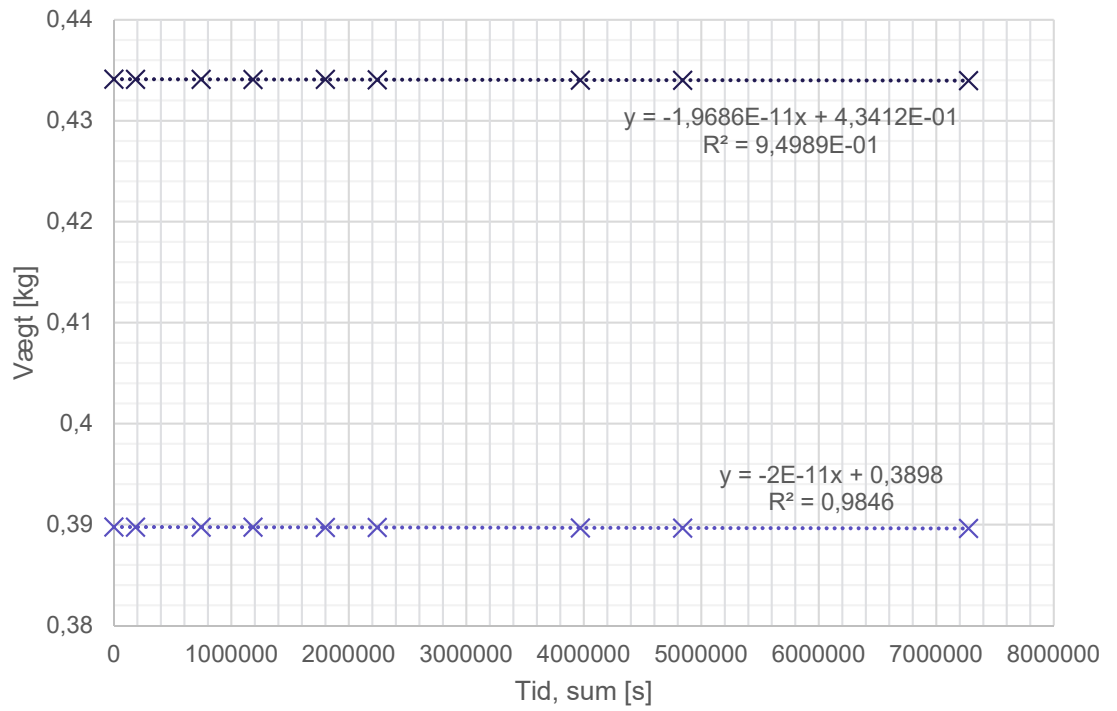
2. T7482-2



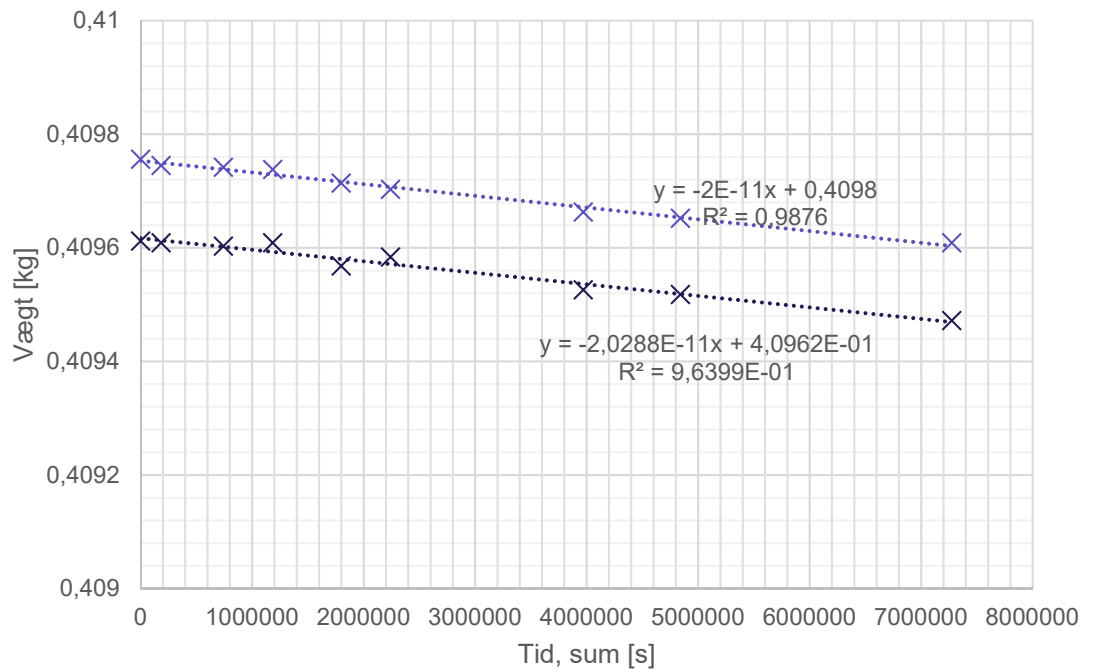
3. T7482-3



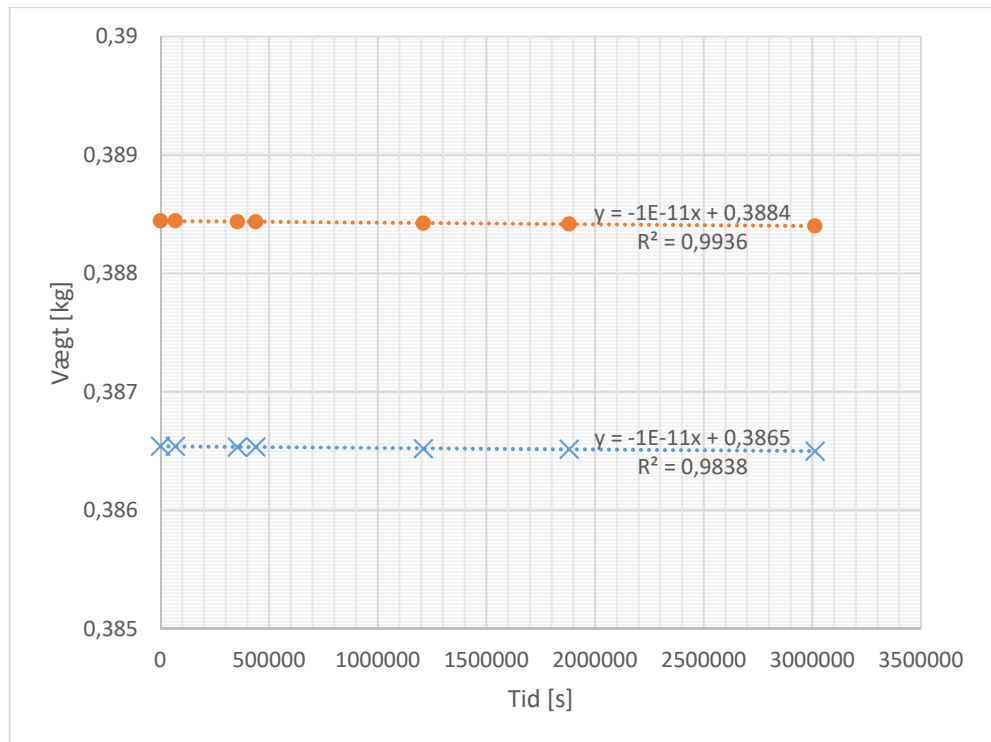
4. T7482-4



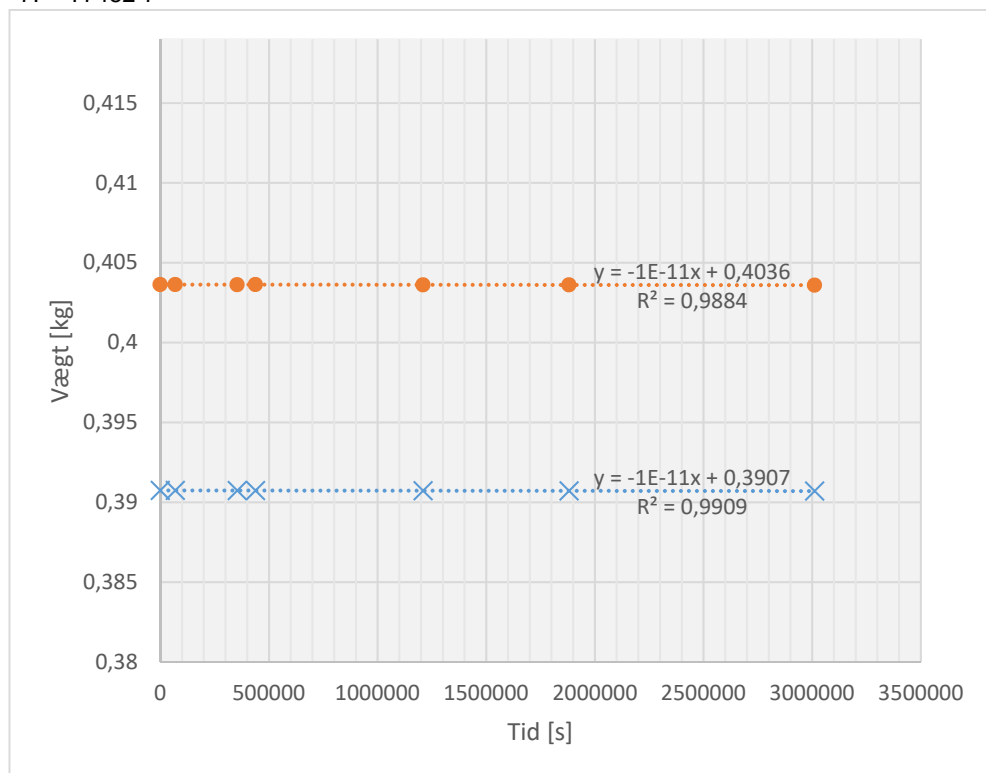
5. T7482-5



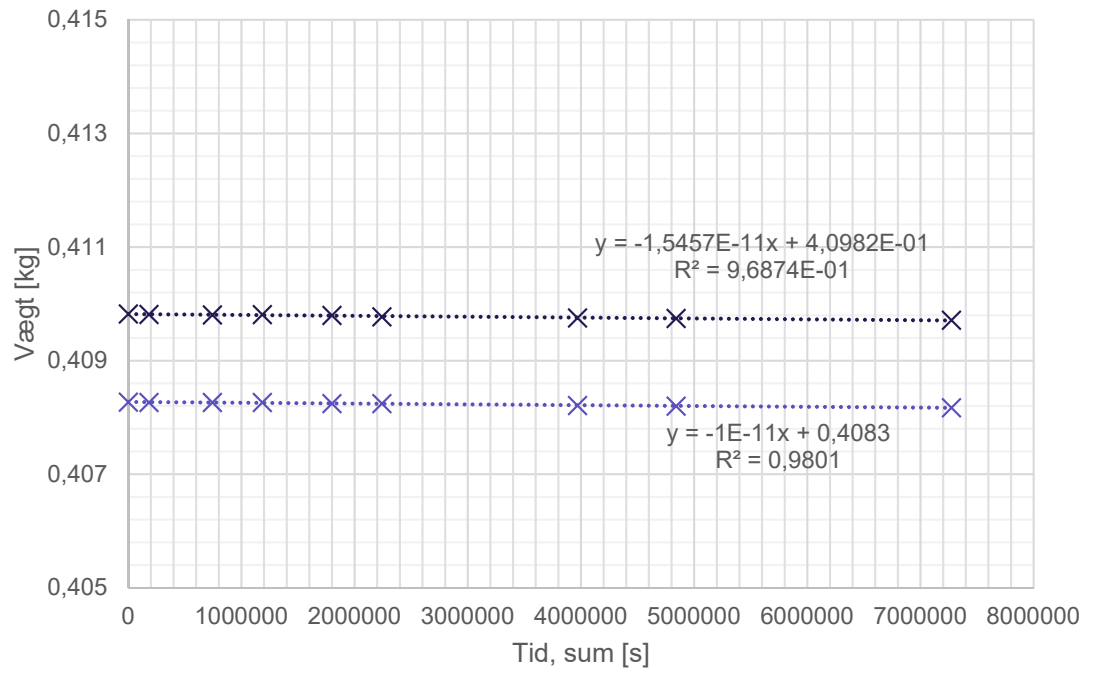
6. T7482-6



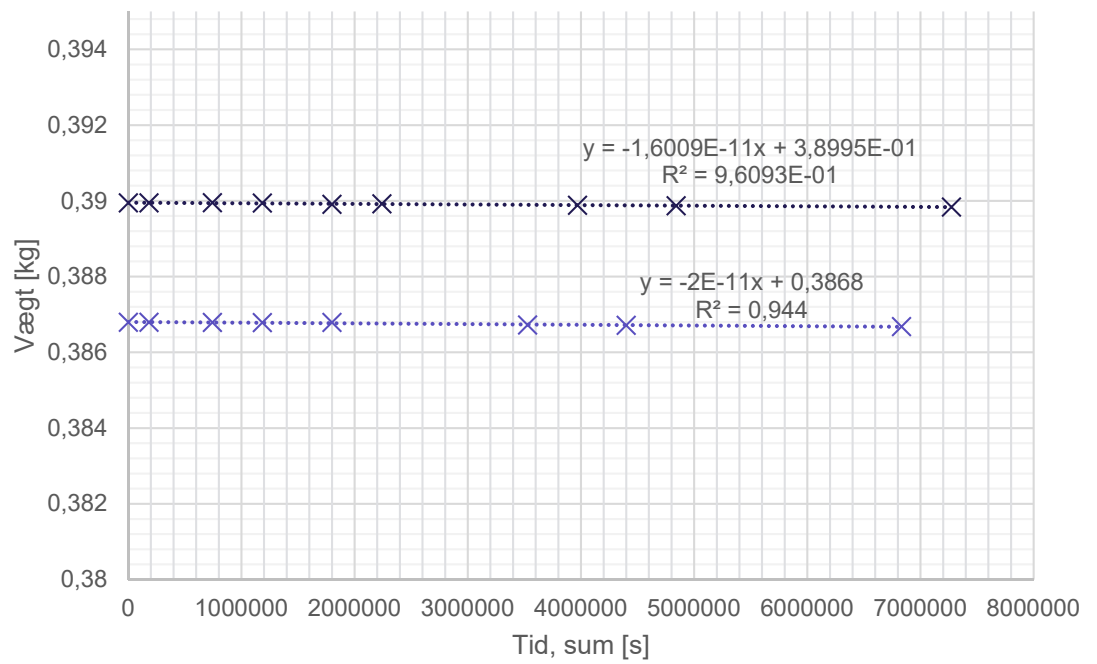
7. T7482-7



8. T7482-8

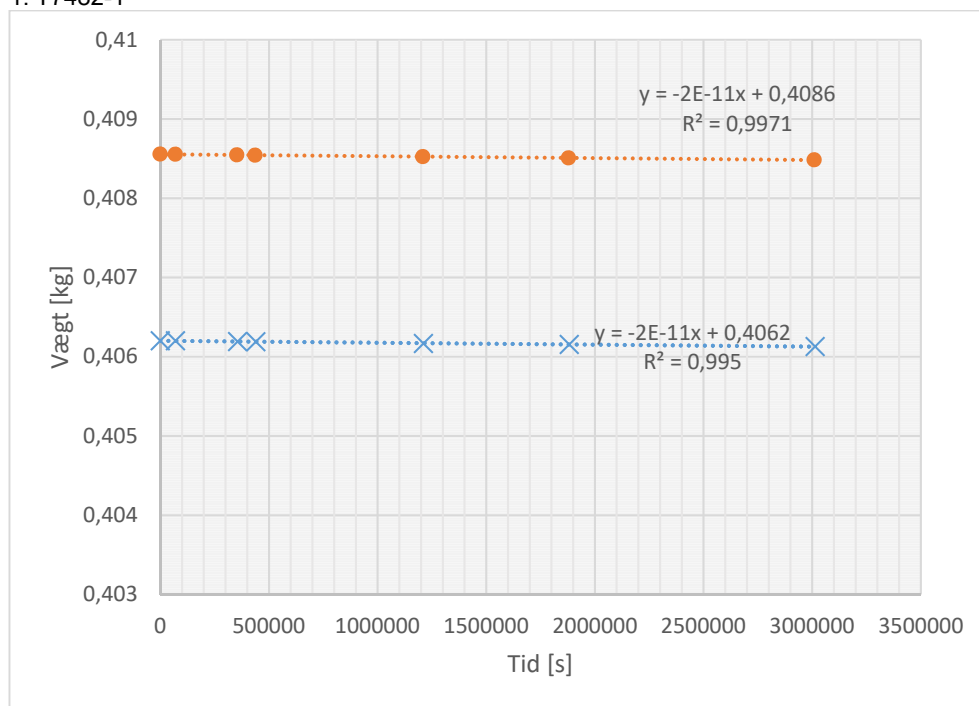


9. T7482-9

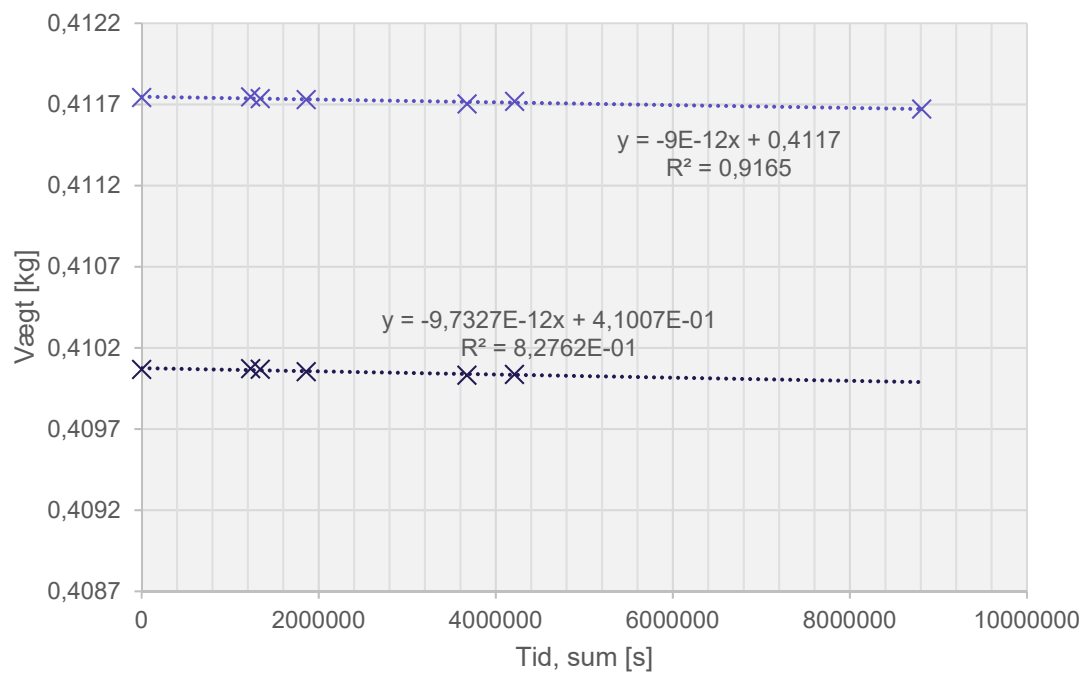


ÆLDEDE MEMBRANER

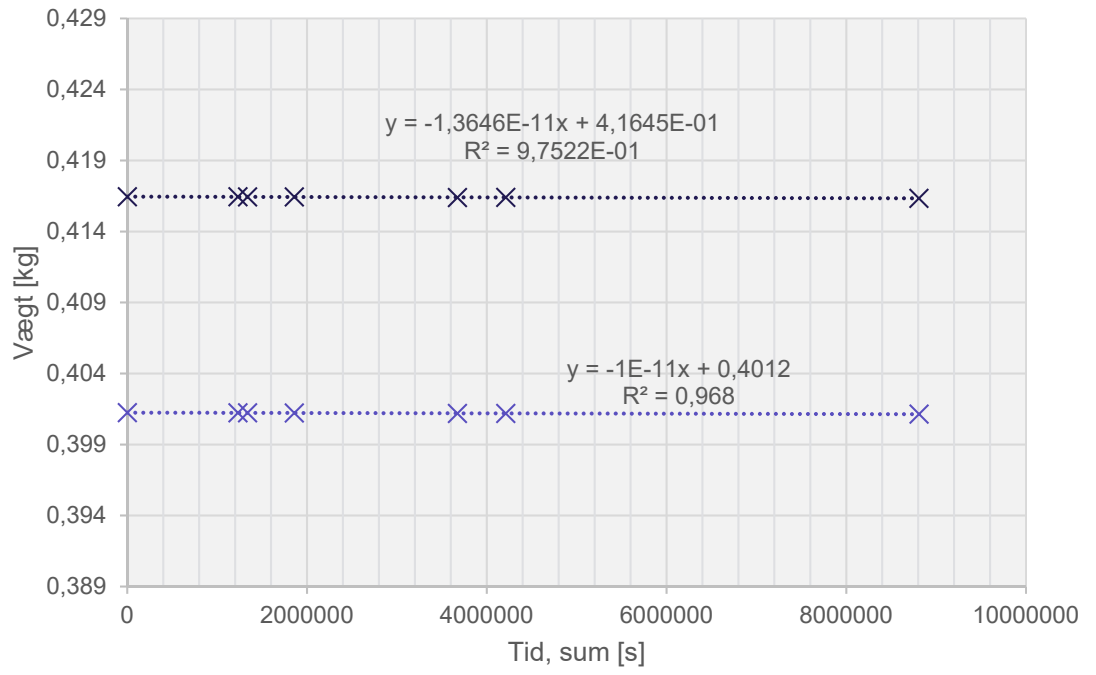
1. T7482-1



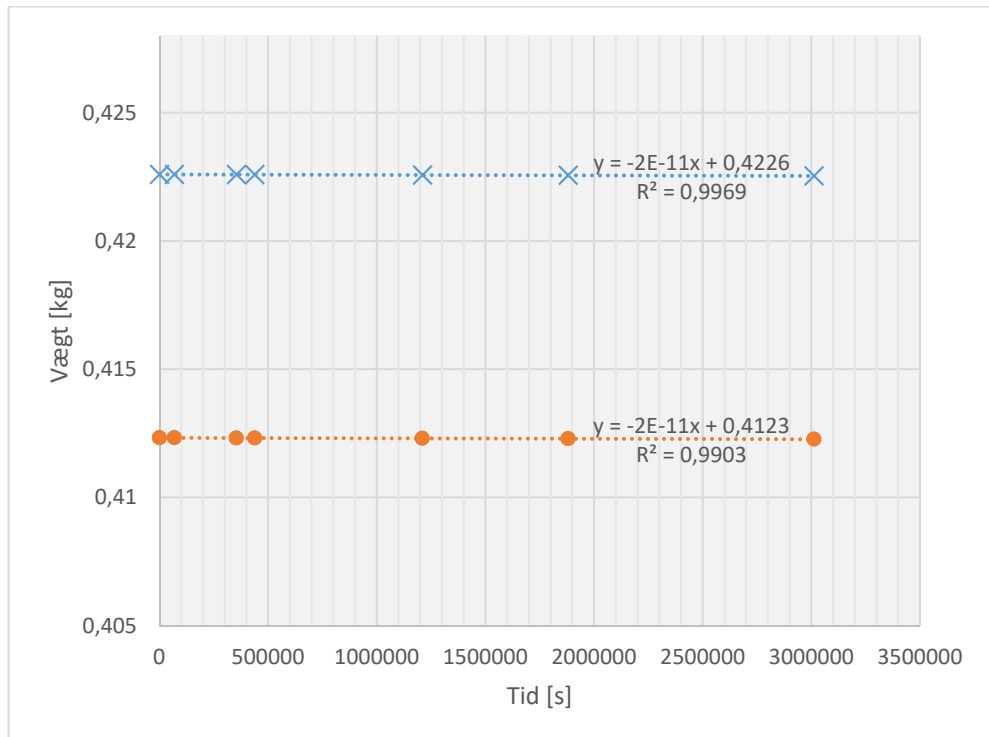
2. T7482- 2(I og II)



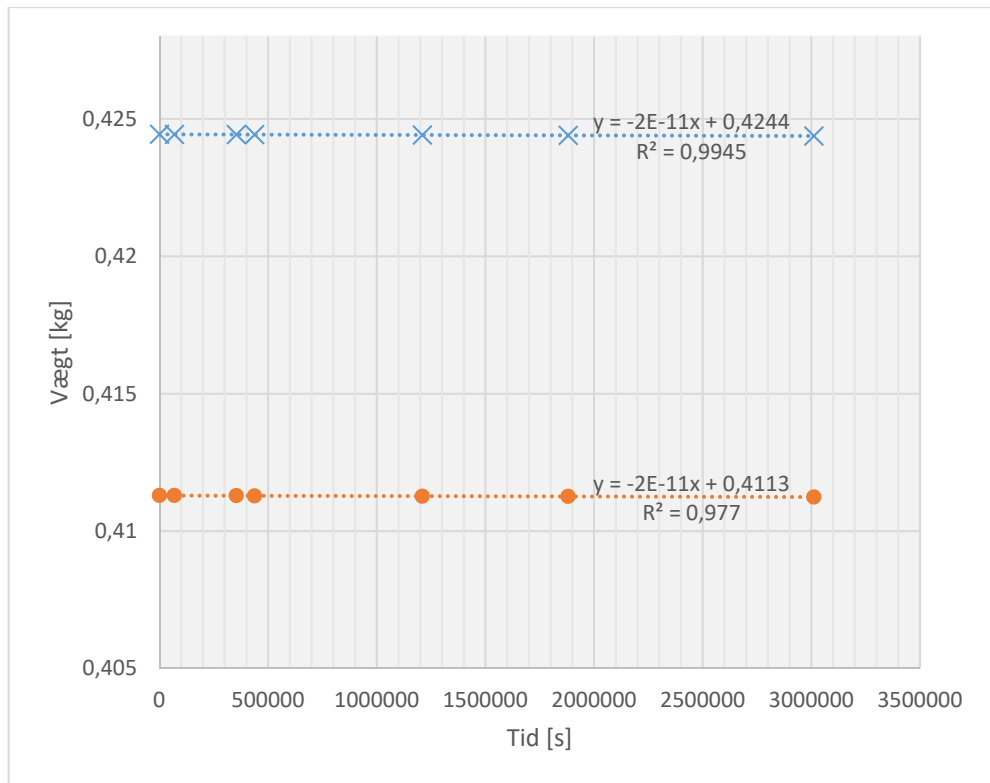
3. T7482-3 (I og II)



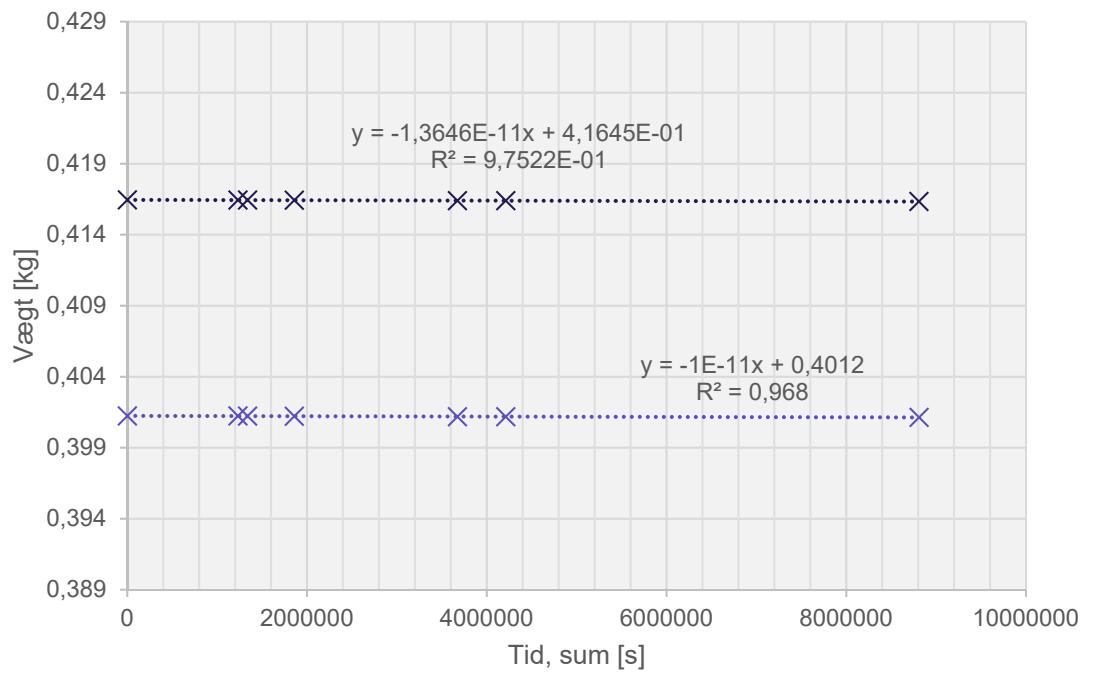
4. T7482-4



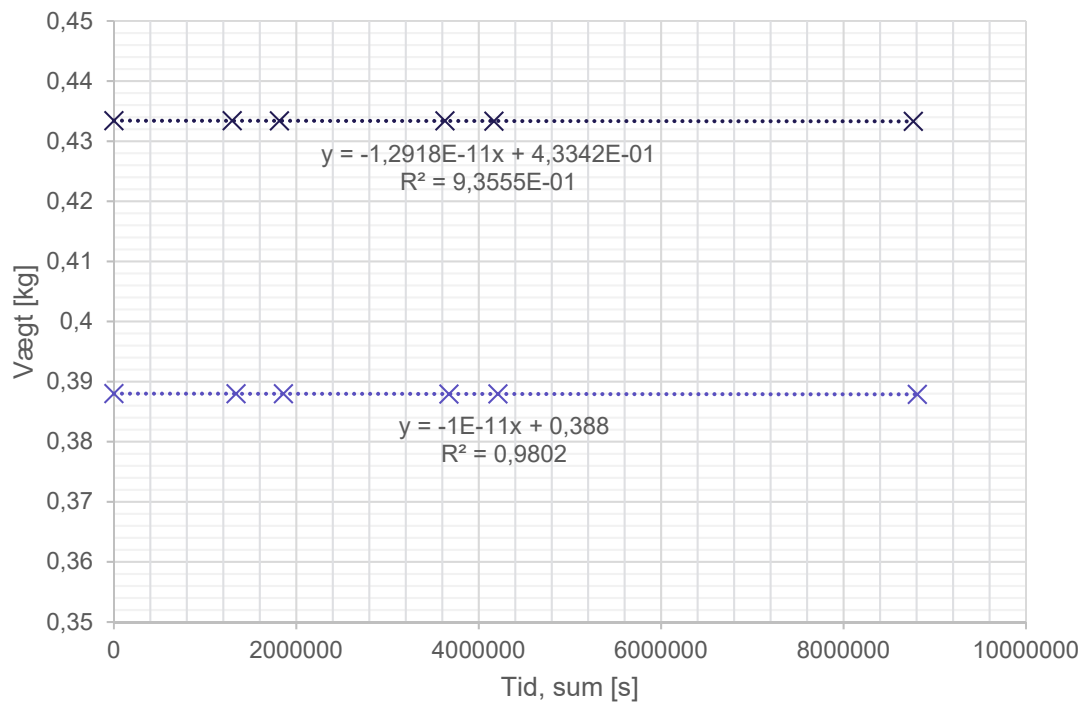
5. T7482-5



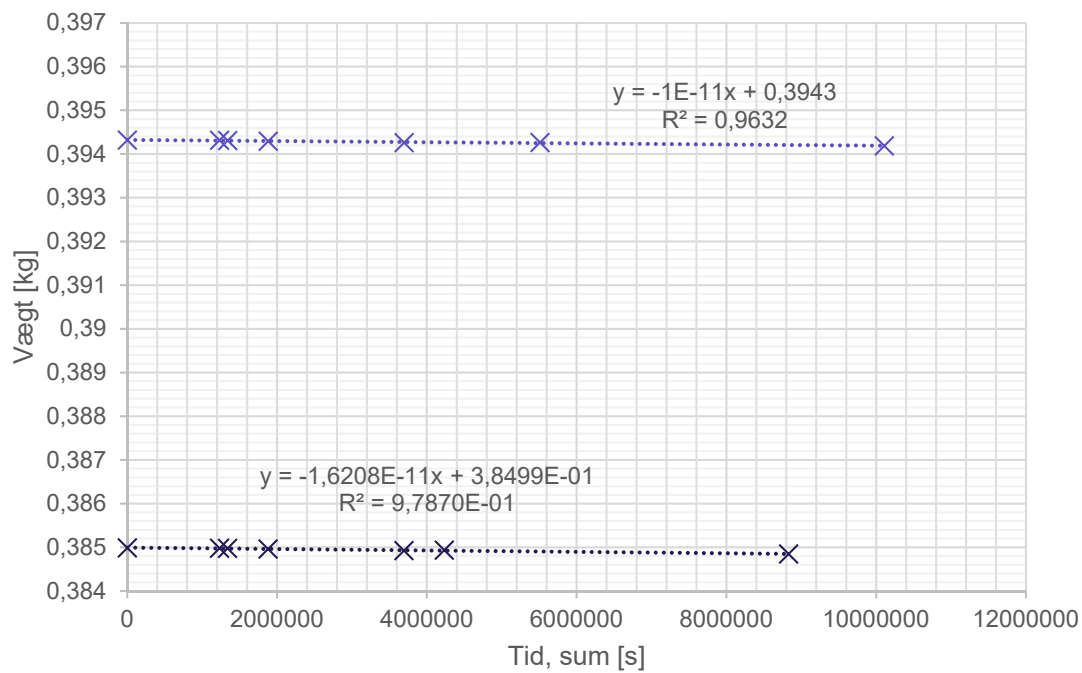
6. T7482-6 (I og II)



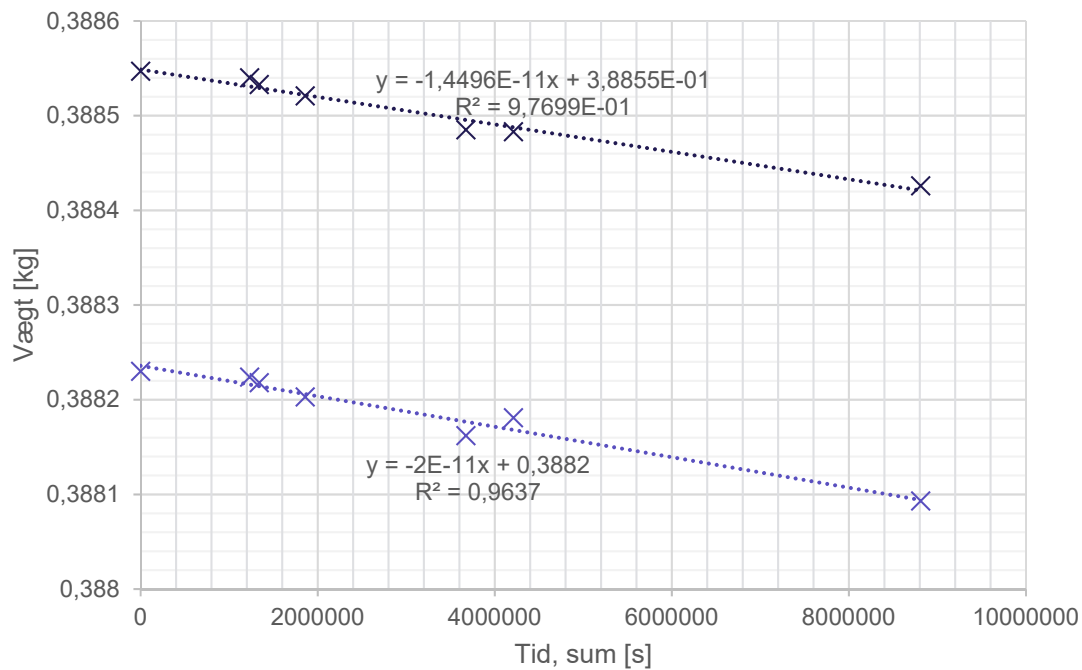
7. T7482- 7(I og II)



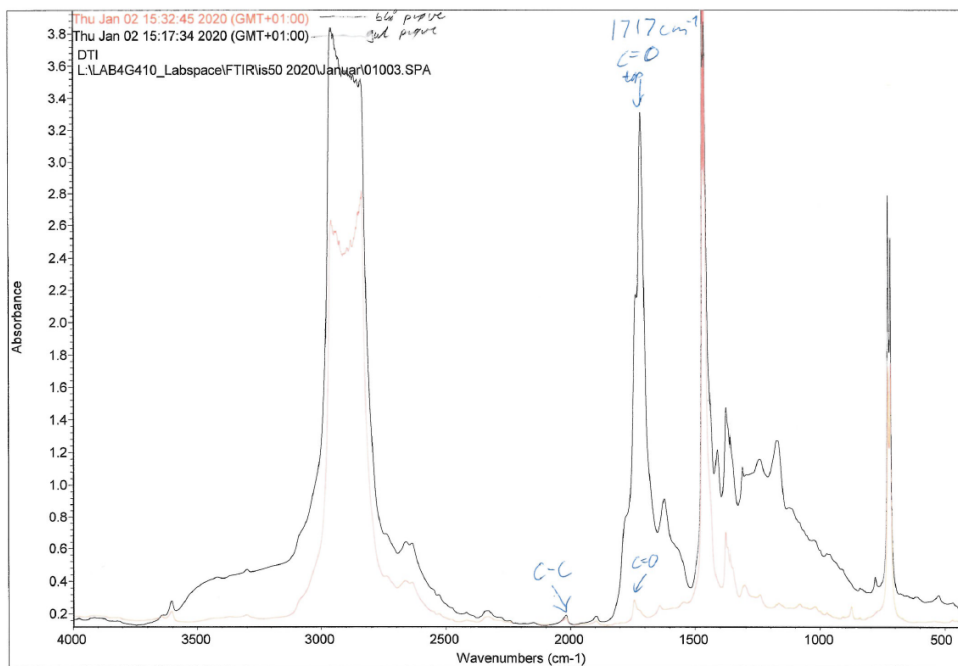
8. T7482- 8(I og II)



9. T7482- 9(I og II)

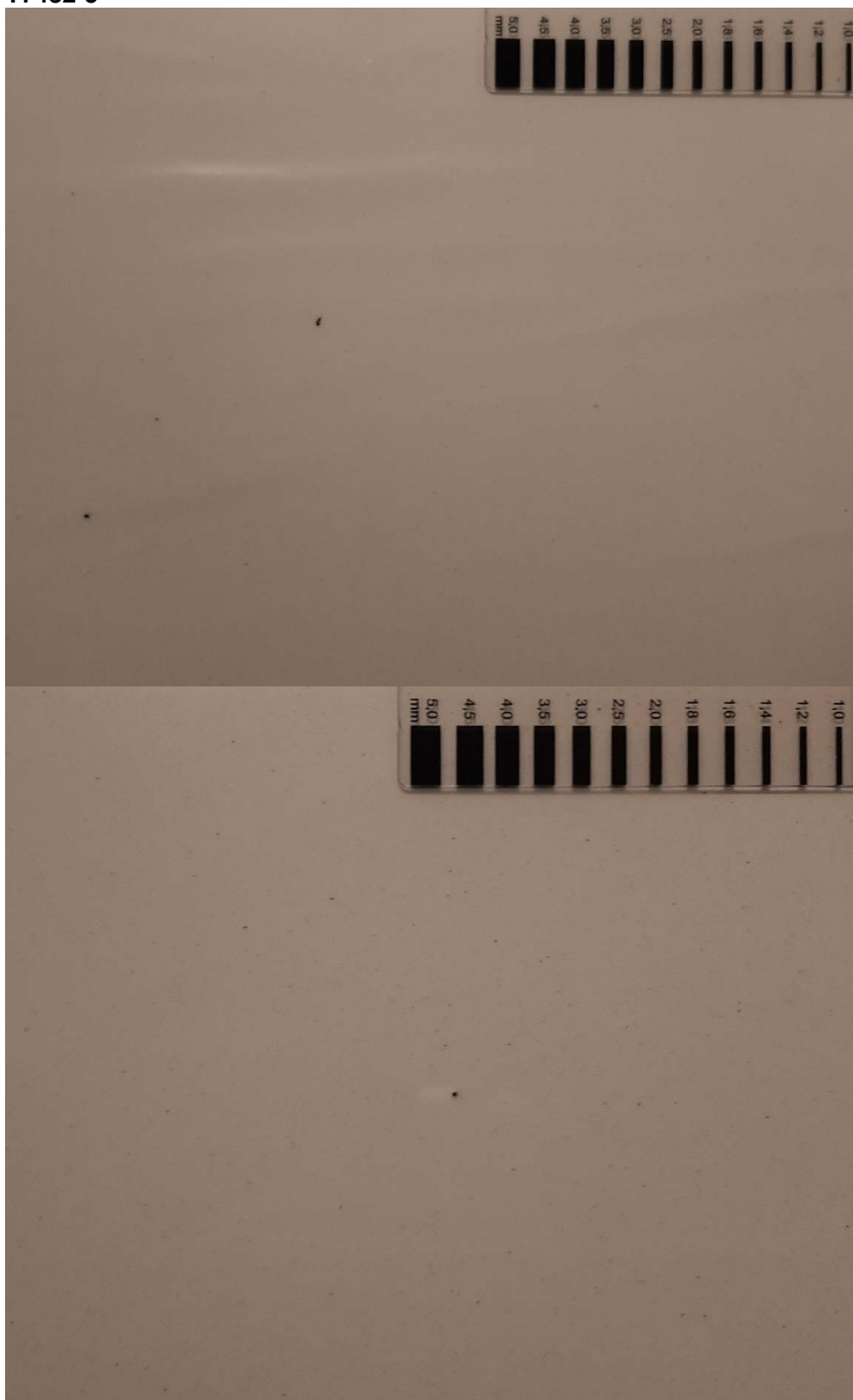


10.3 FTIR målinger på T7482-8

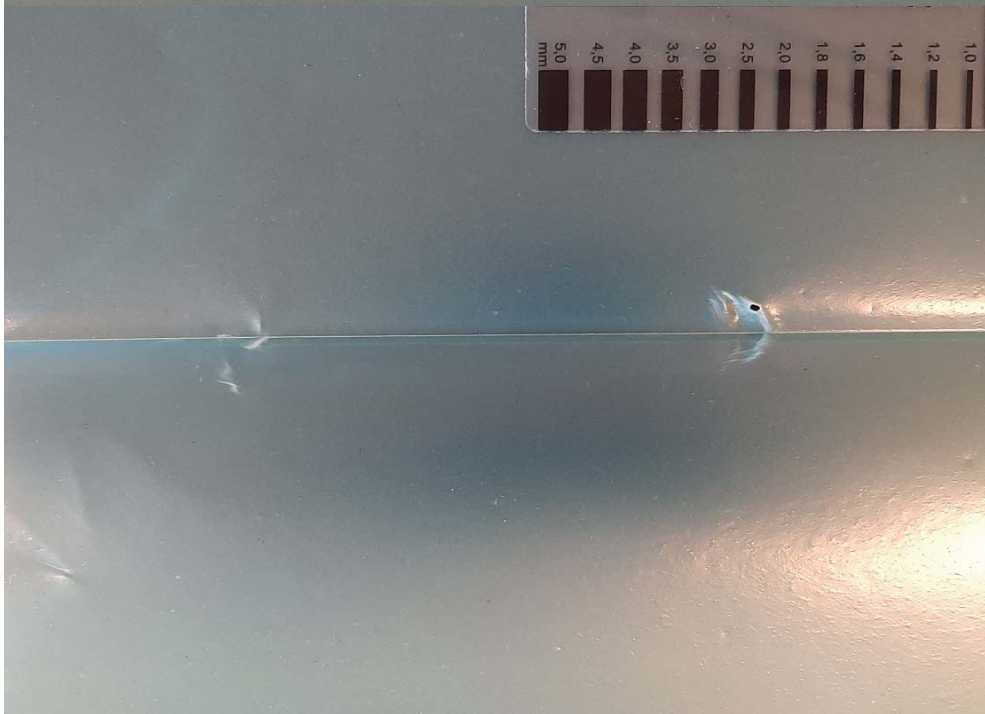
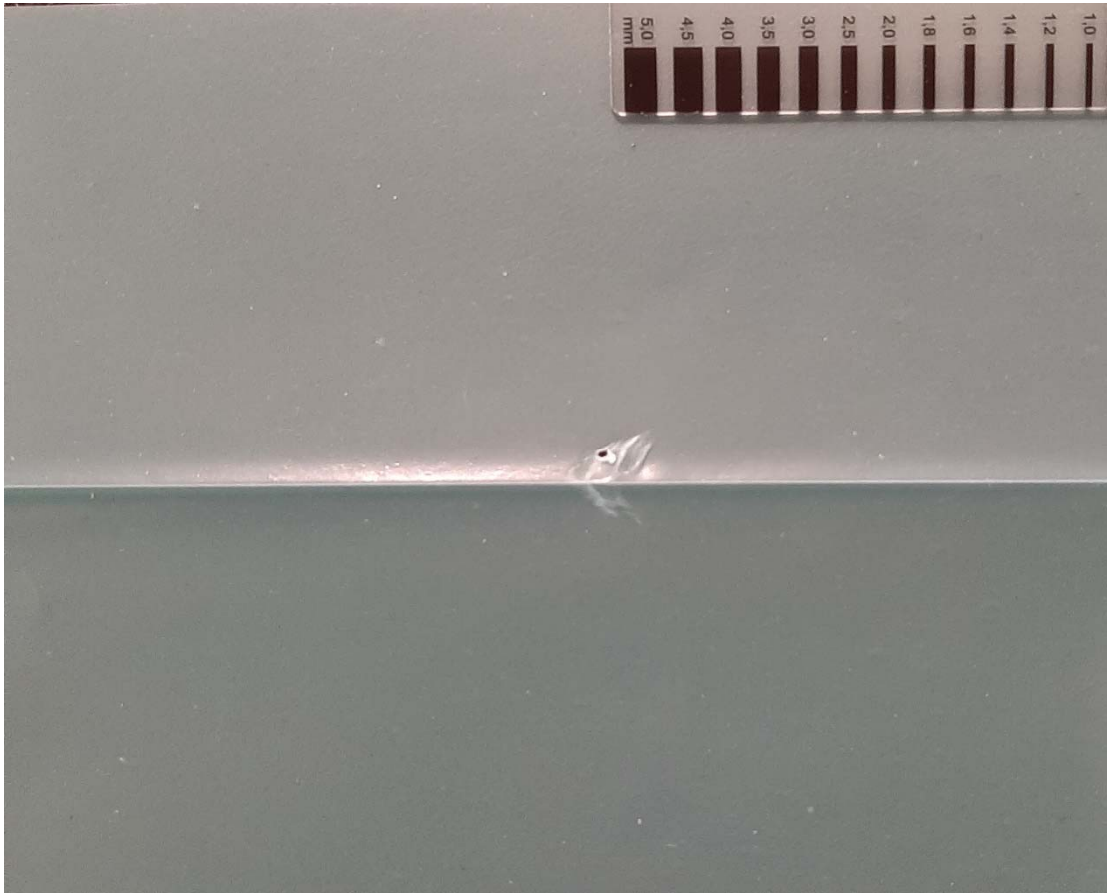


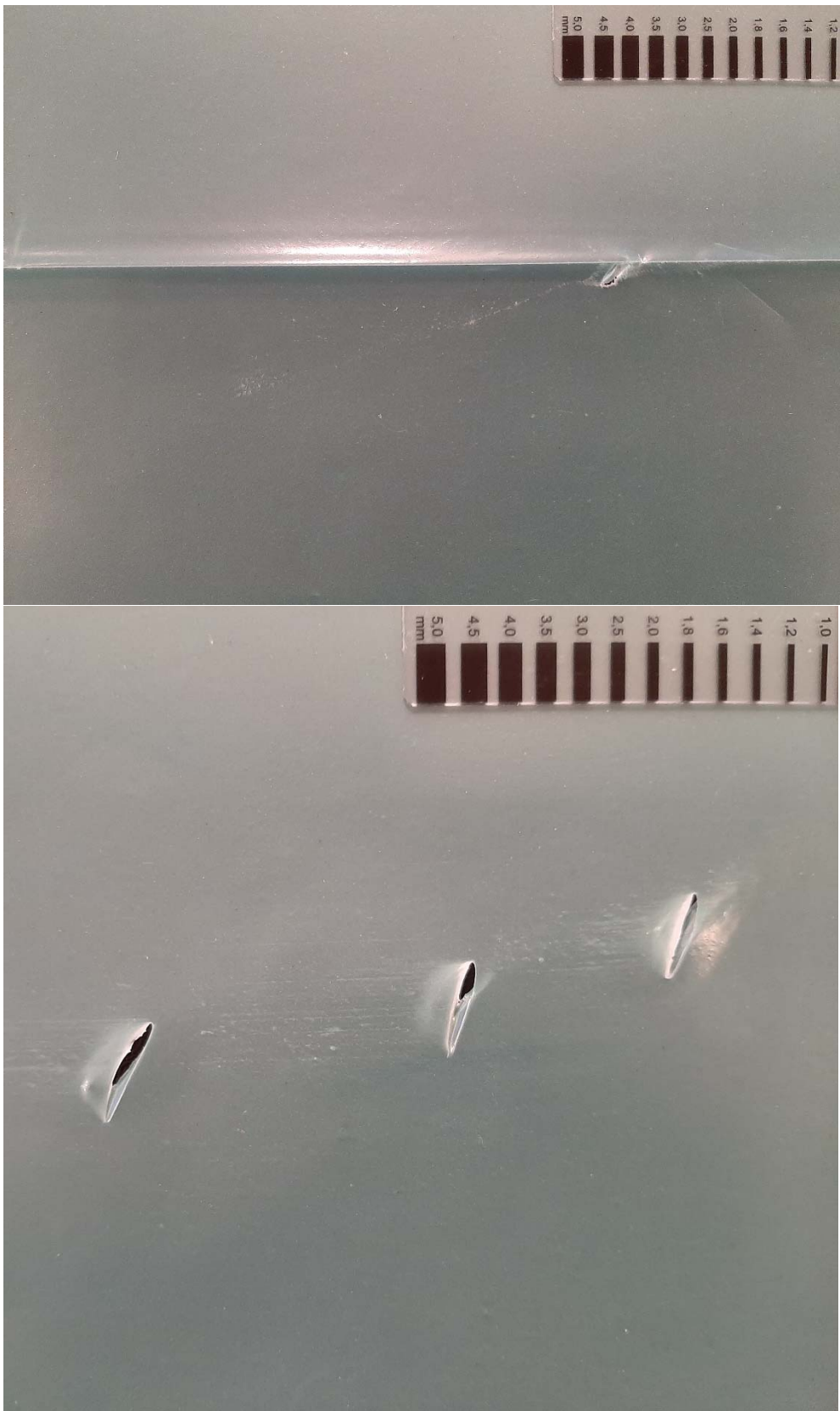
10.4 Observationer fra visuel inspektion af membraner indeholdende regenereret PE

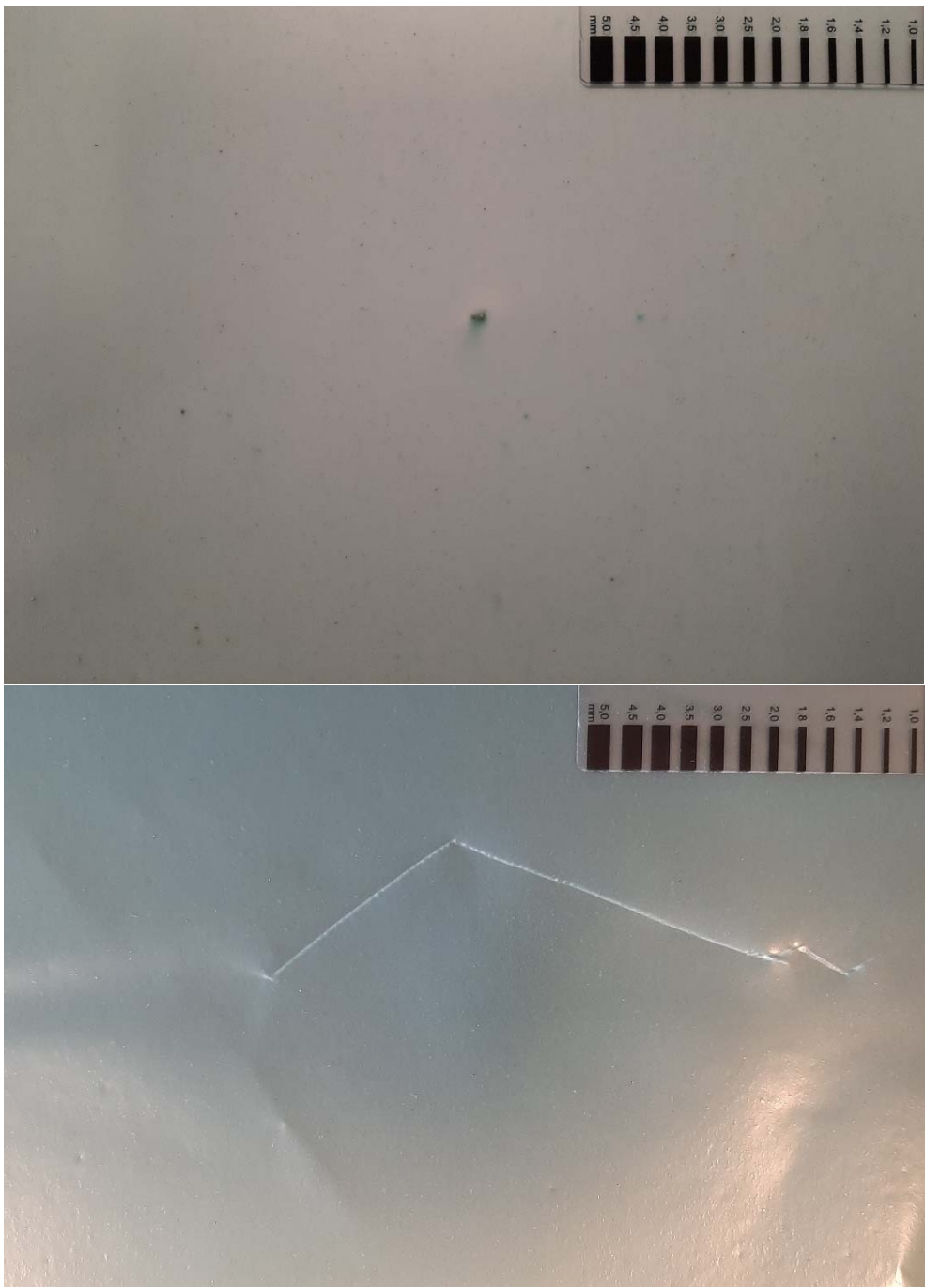
T7482-5

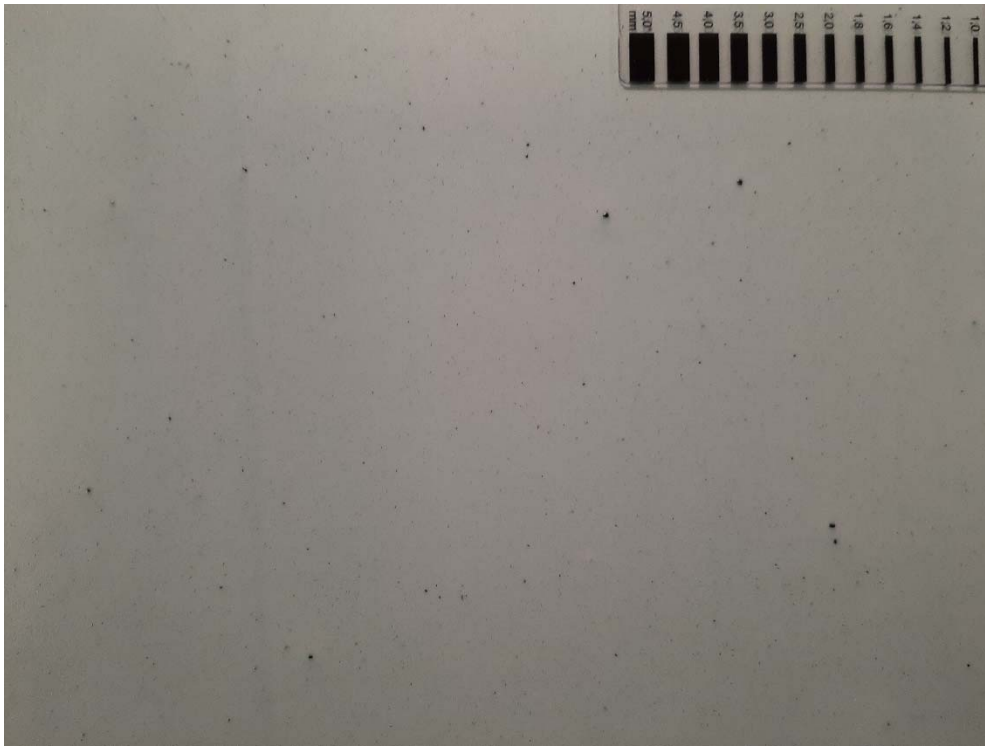


T7482-6

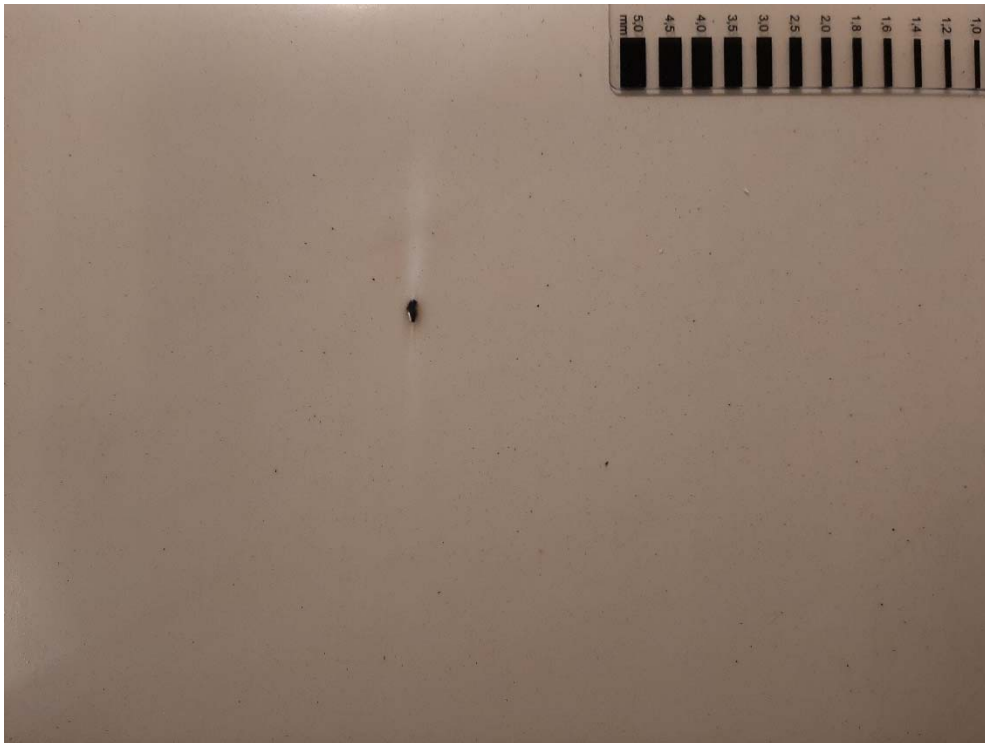


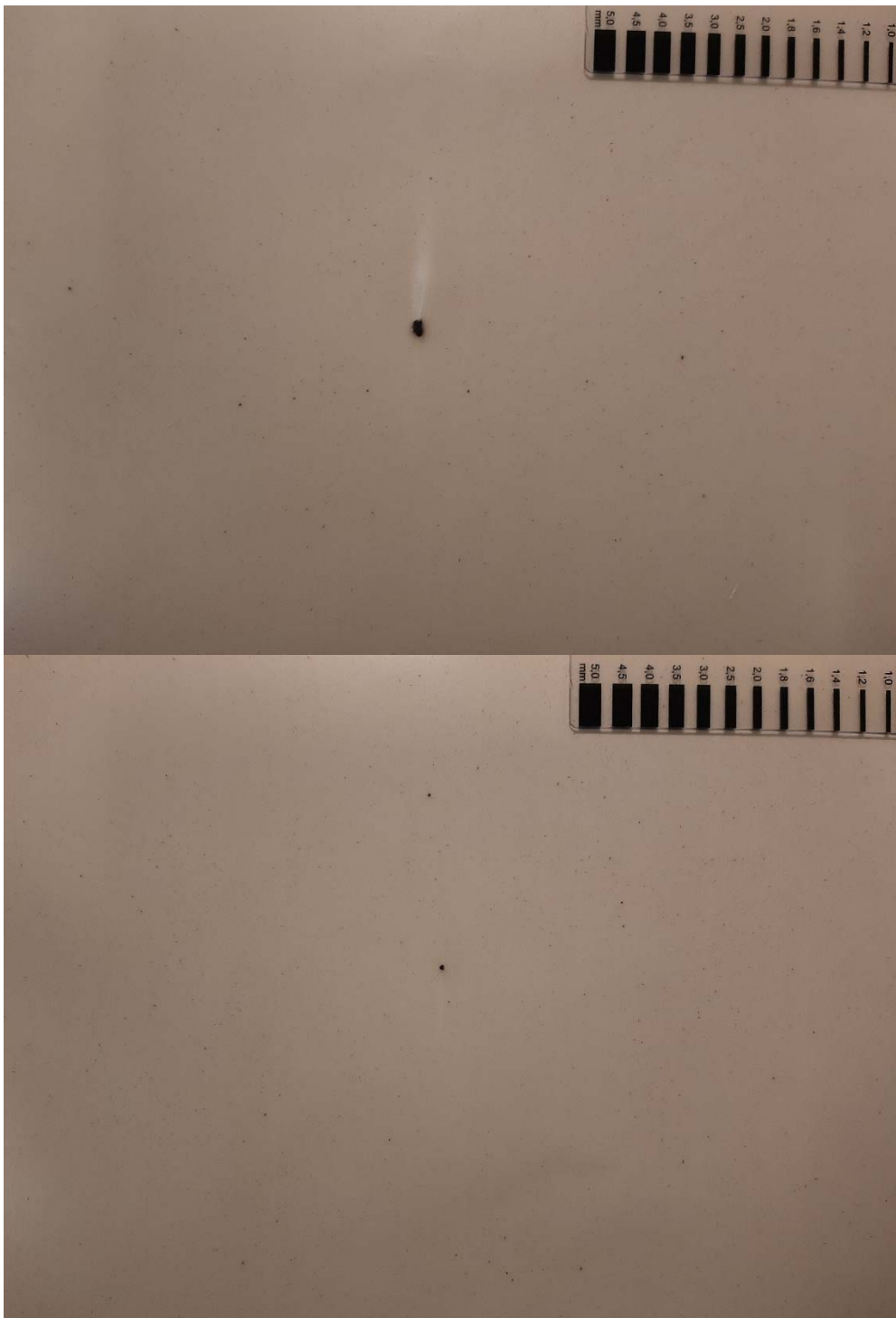




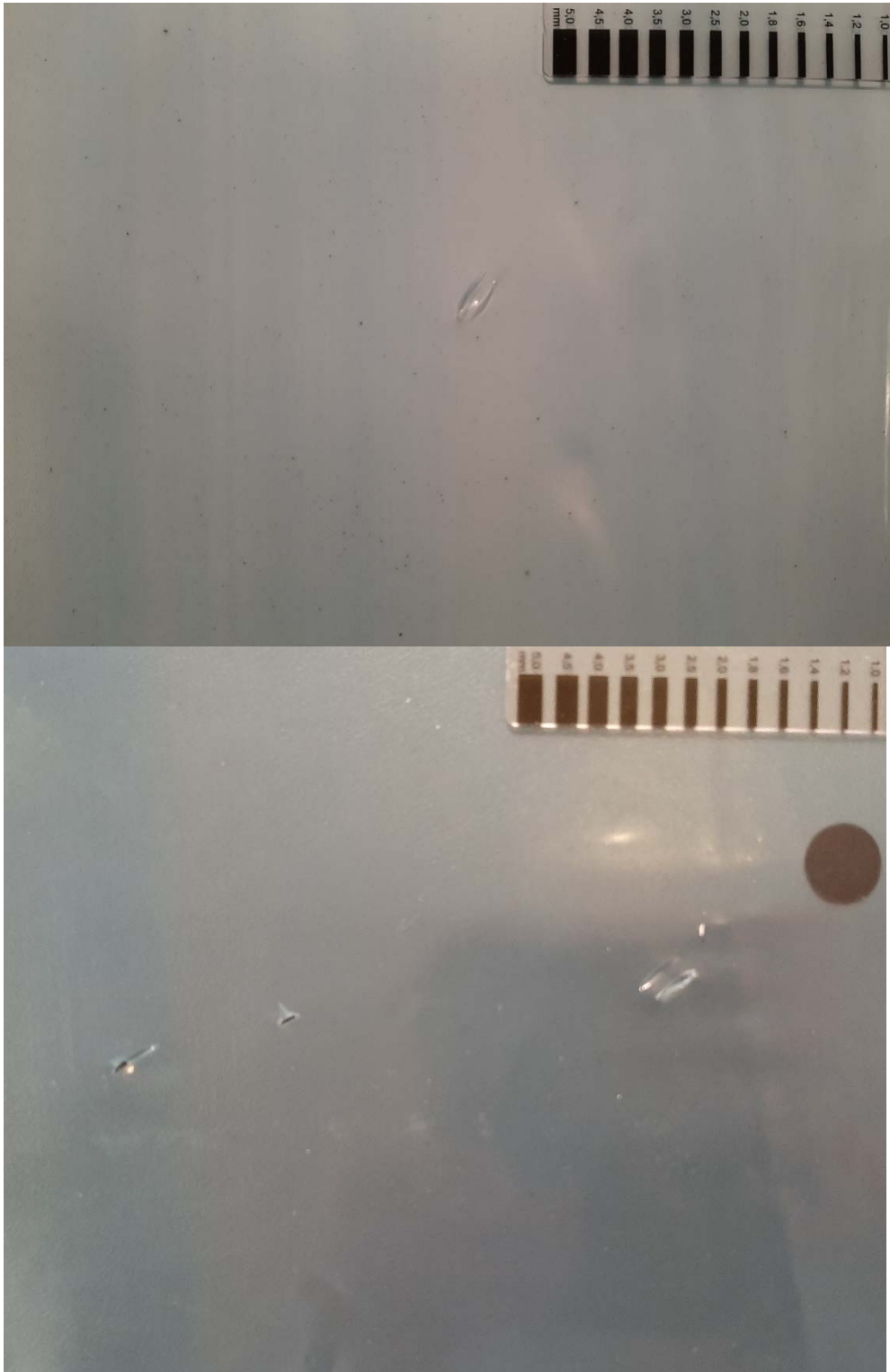


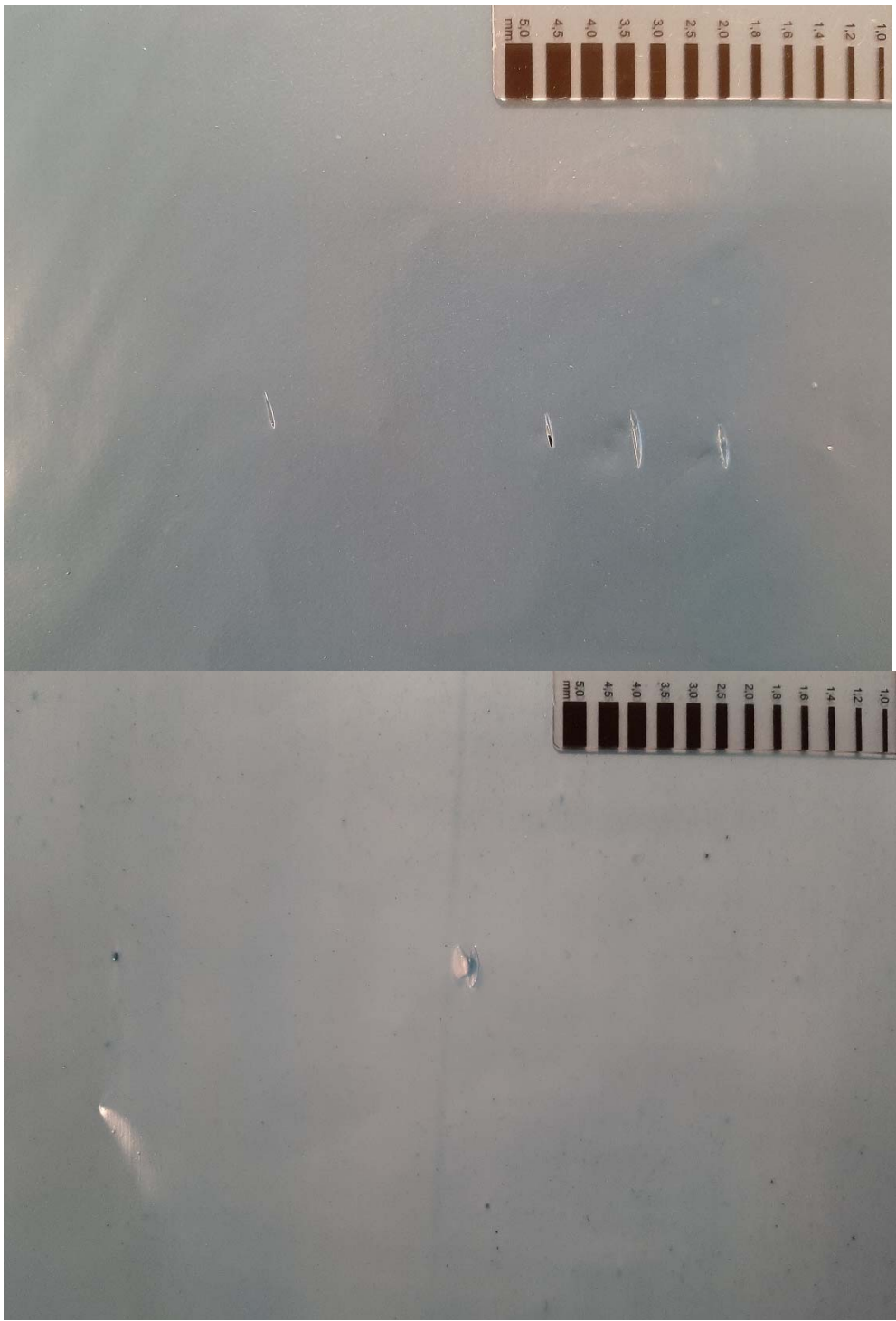
T7482-7

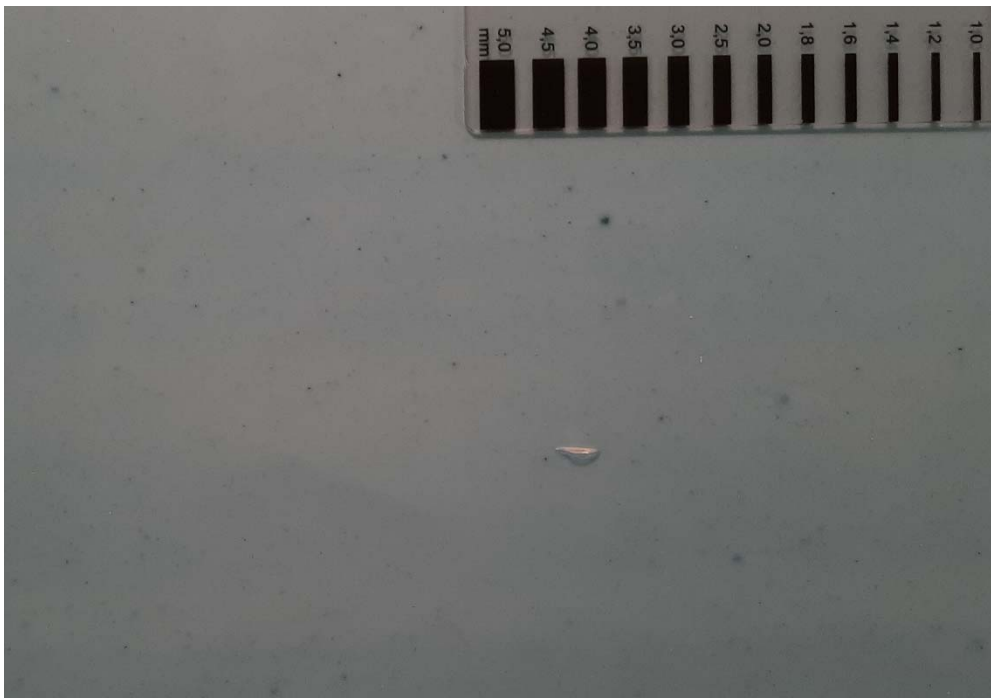


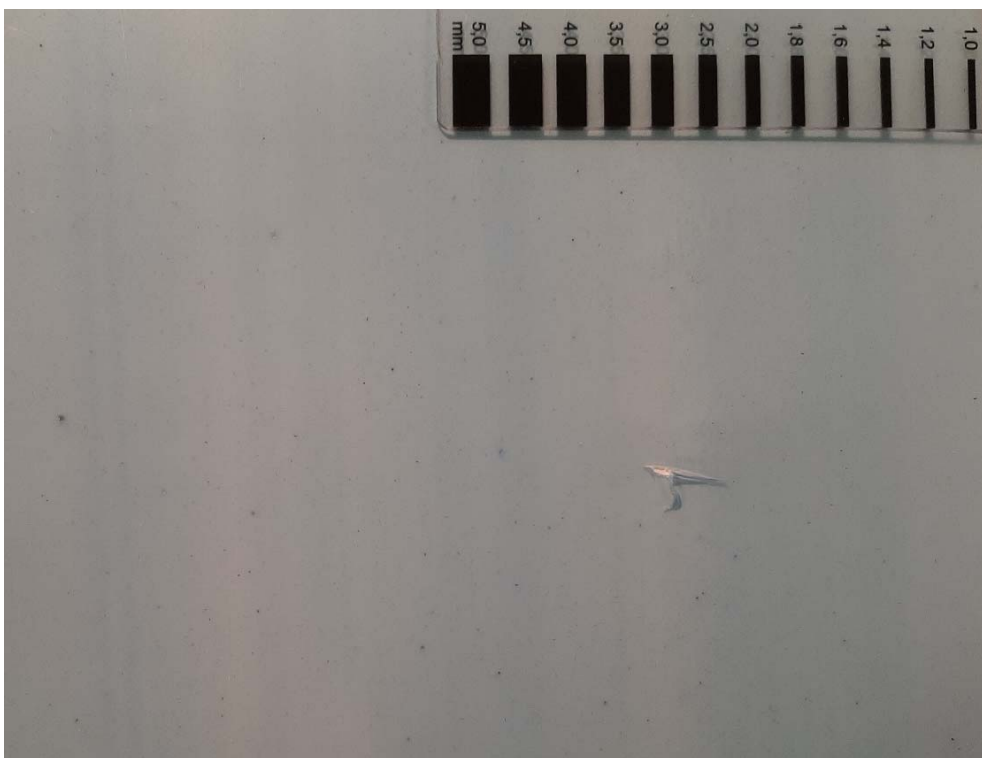
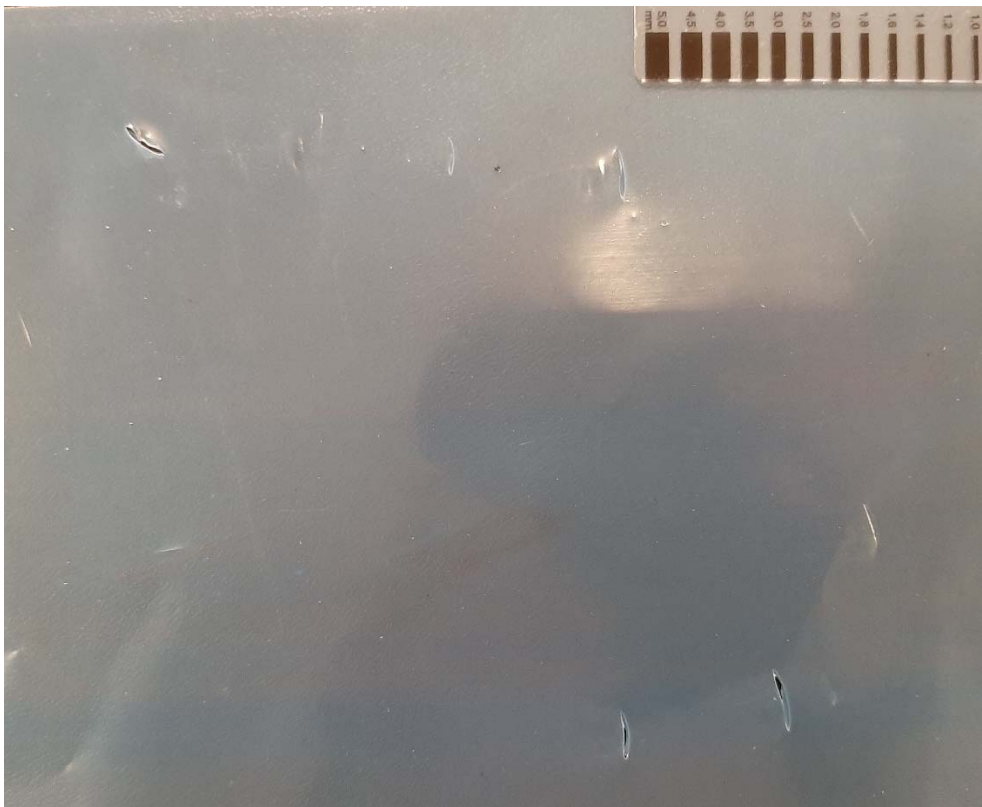


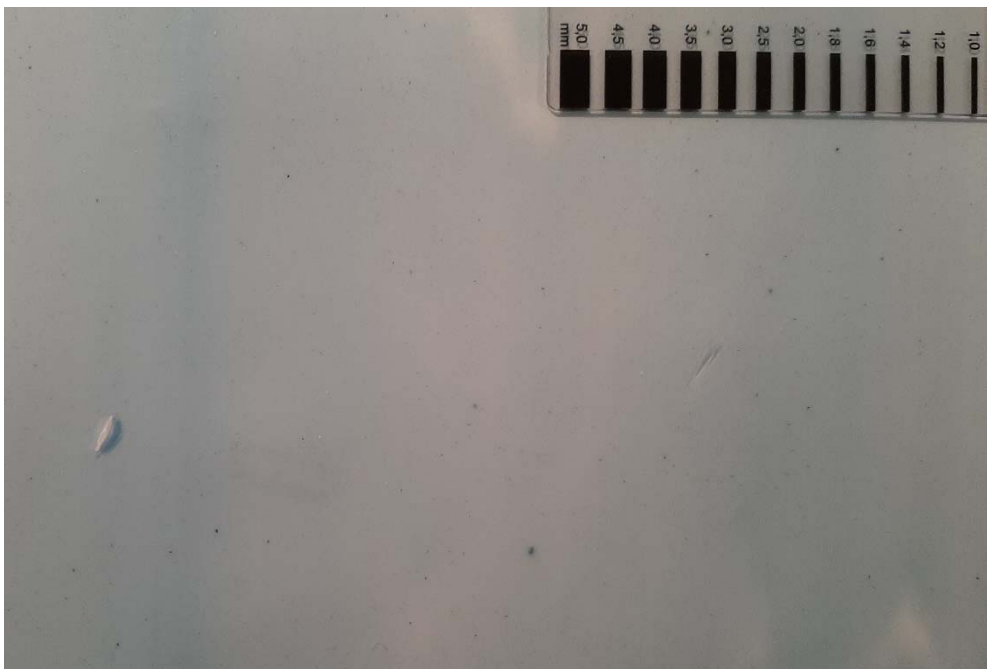
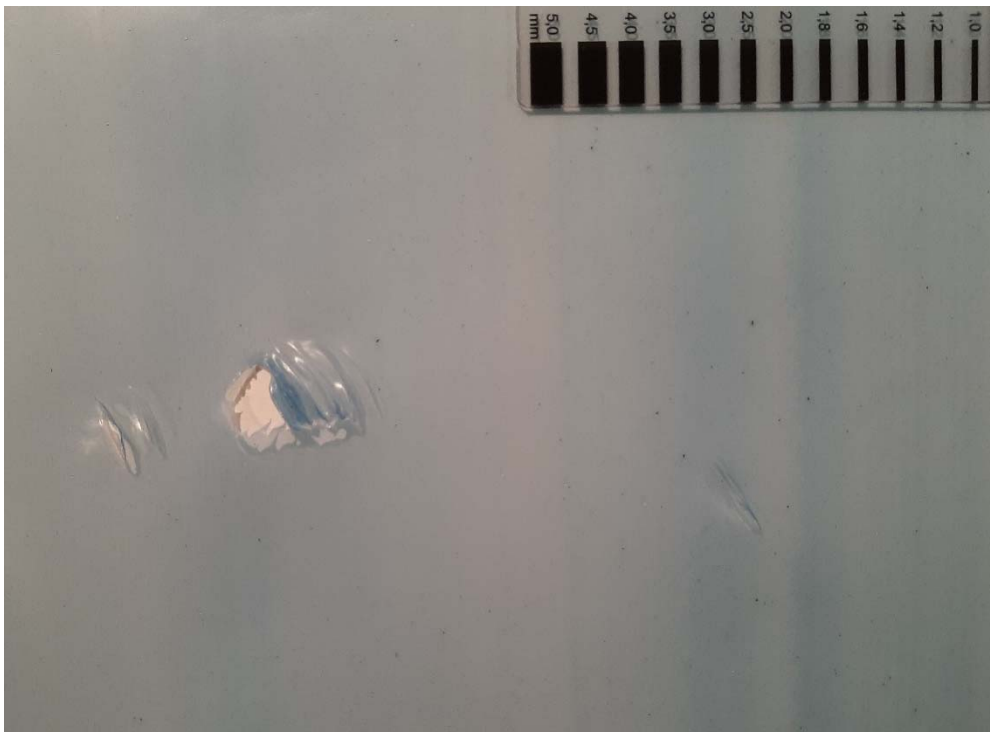
T7482-8

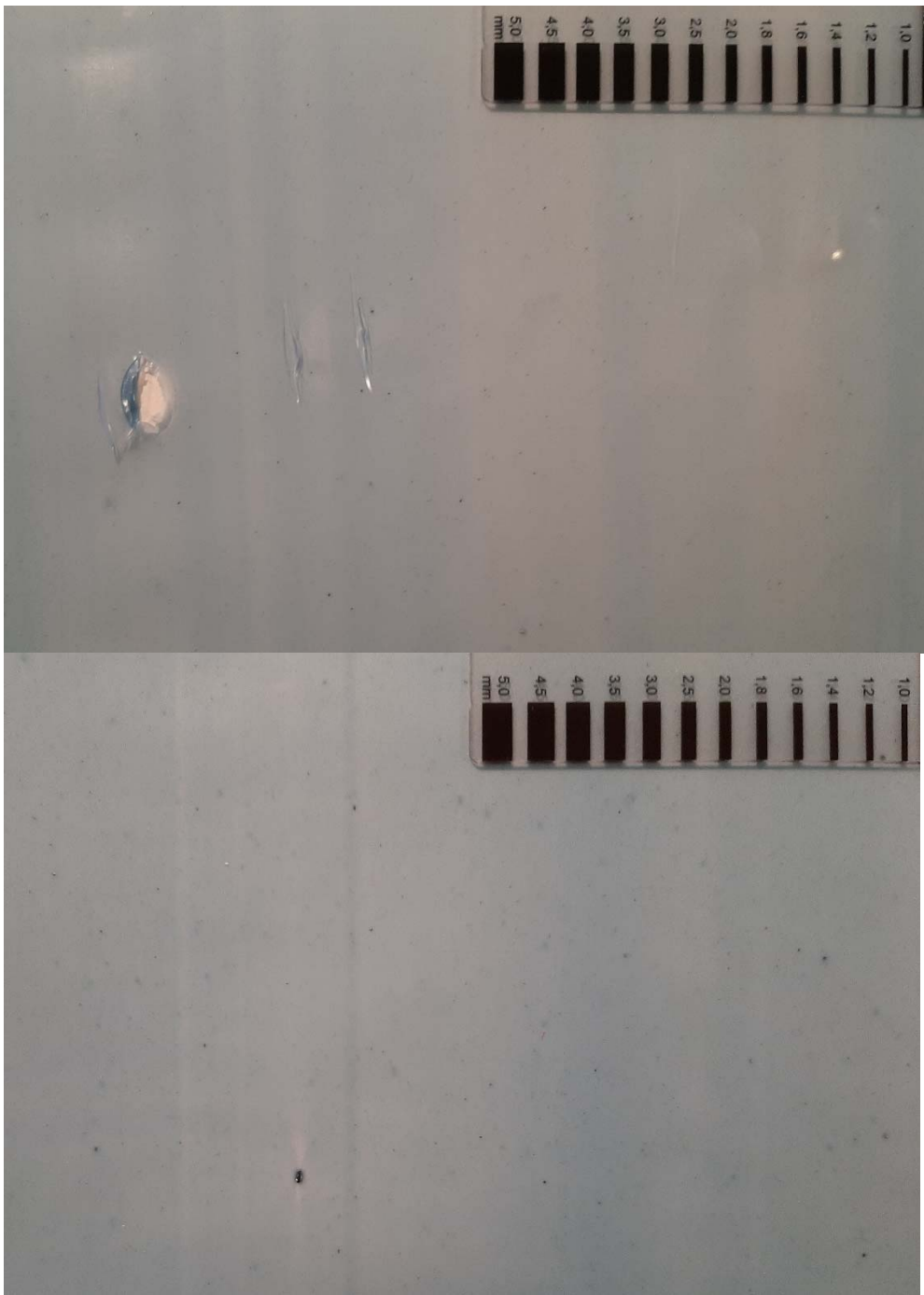


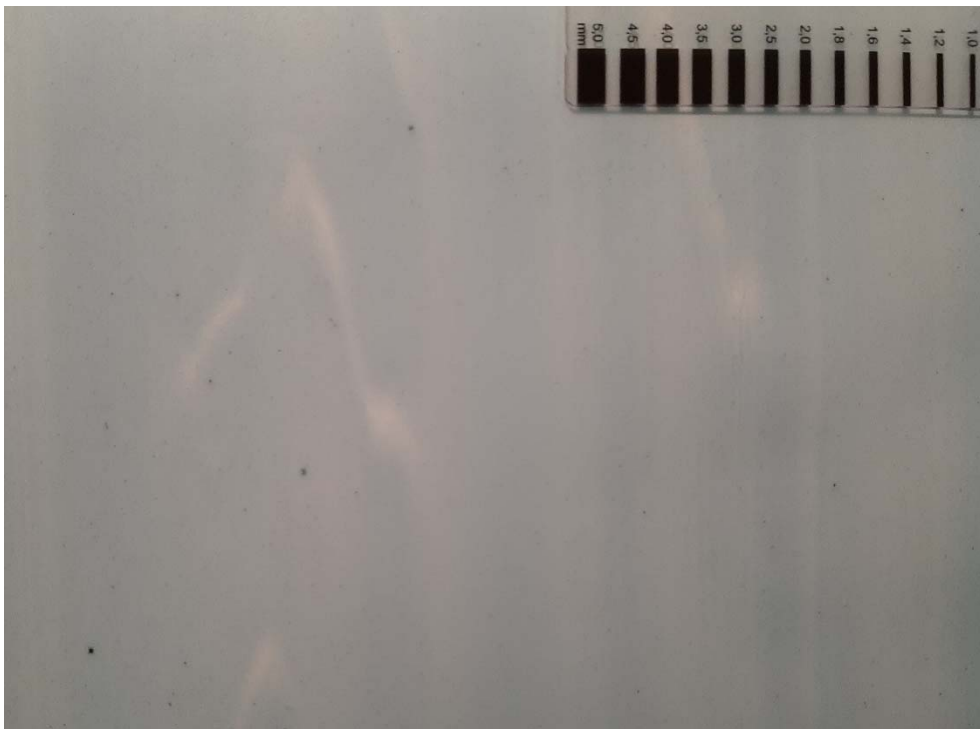






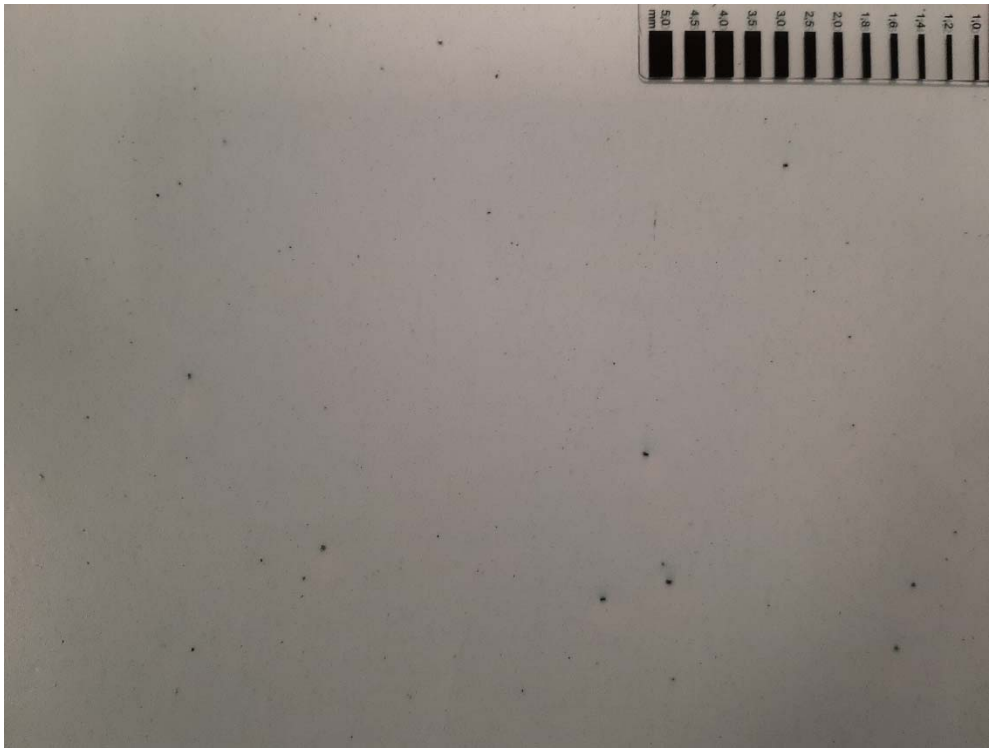






T7482-9





10.5 OIT-test før accelereret ældning

Test report

REPORT NO.:
2005526-9



**DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE**

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

19 March 2019

Page 1 of 2
No. of encl.: 9
Init.: fhgs
Cosign.: decr

- Customer:** The project "Ivetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S
- Samples:** Nine types of plastic foils before ageing (more details on page 2)
- Sampling:** The foil samples have been received here on 15 December 2017. Spot samples were taken on different parts of the foils and combined to test specimens
- Period:** The testing has been carried out from 19-22 November 2018
- Procedure:** Oxidative stability testing according ISO 11357-6:2008 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) -- Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)
- Test performed by:** Frederik R Steenstrup, Team Manager
- Result:** See page 2
- Storage:** According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute
- Remarks:** None
- Conditions:** Accredited testing was carried out in compliance with international requirements (EN/ISO/IEC 17025:2005) and in compliance with Danish Technological Institute's General Terms and Conditions regarding Commissioned Work accepted by Danish Technological Institute. The test results apply to the tested products only. This report may be quoted in extract only if the laboratory has granted its written consent.
The customer may not mention or refer to Danish Technological Institute or Danish Technological Institute's employees for advertising or marketing purposes unless Danish Technological Institute has granted its written consent in each case.
- Place:** Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology
- Signature:**

Frederik R Steenstrup
Team Manager

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk



Samples

Foil material was delivered to DTI Plastics laboratory on 15 December 2017.

Sheets of the foils were cut out from different locations and compression-moulded into flat sheet with a thickness $650 \pm 100 \mu\text{m}$. Compression-moulding temperature was $125 \text{ }^\circ\text{C}$ and limited to 2x2 min. Using a bore-hole cutter with diameter of 5 mm, 3 specimens (a, b and c) were punched out from the plate.

Test

Comparative testing of oxidative stability

Test method

ISO 11357-6:2018 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)

Specific agreements Isothermal OIT @ $180 \text{ }^\circ\text{C}$
3 determinations for each sample
Intercept point determined by tangent method
Sample preparation using compression-moulding at $125 \text{ }^\circ\text{C}$ for 2x2 min

Equipment

32T11.10 Mitutoyo Thickness gauge
32T07.02 Mettler-Toledo, DSC 823
Gases Nitrogen (purity grading 5 from Aga)
 Oxygen (purity grading 3 from Aga)

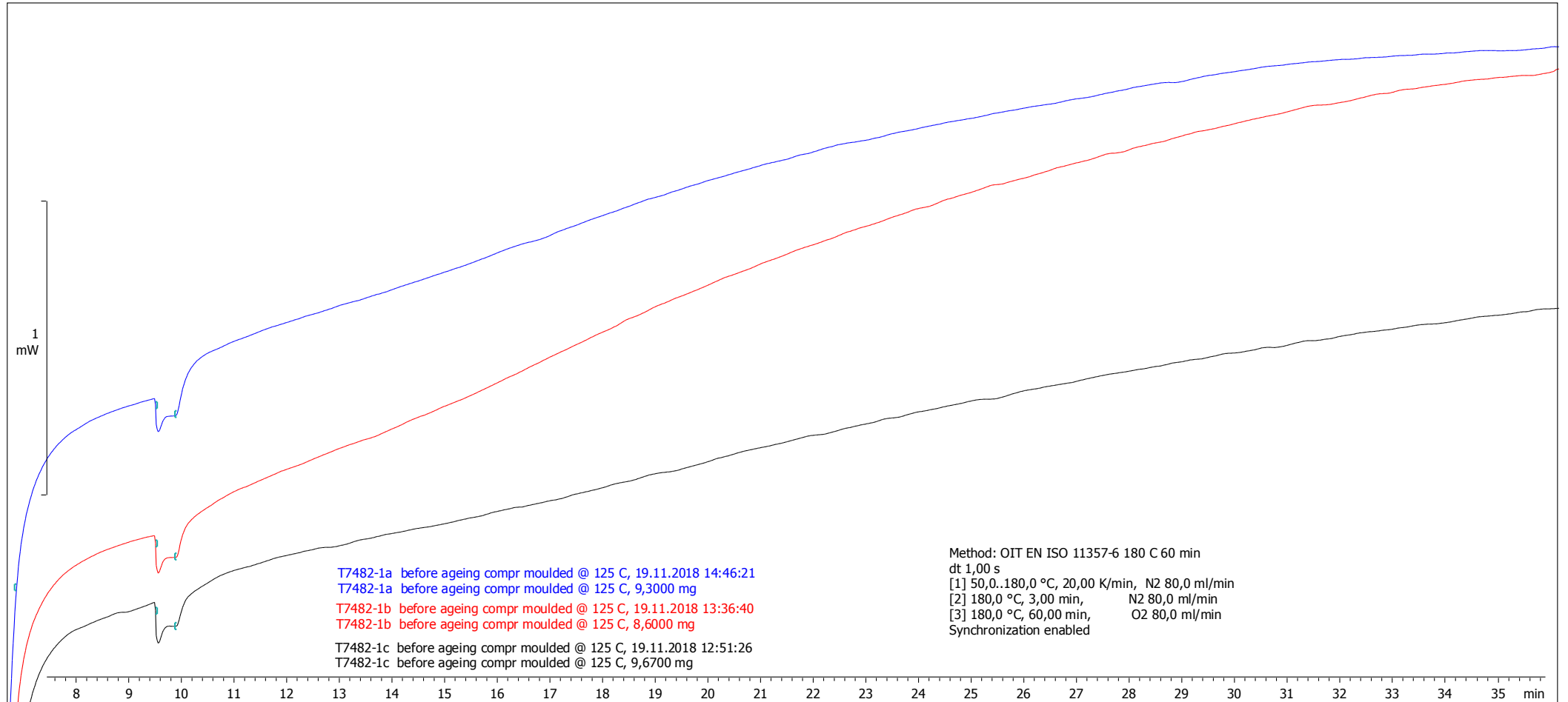
Test results

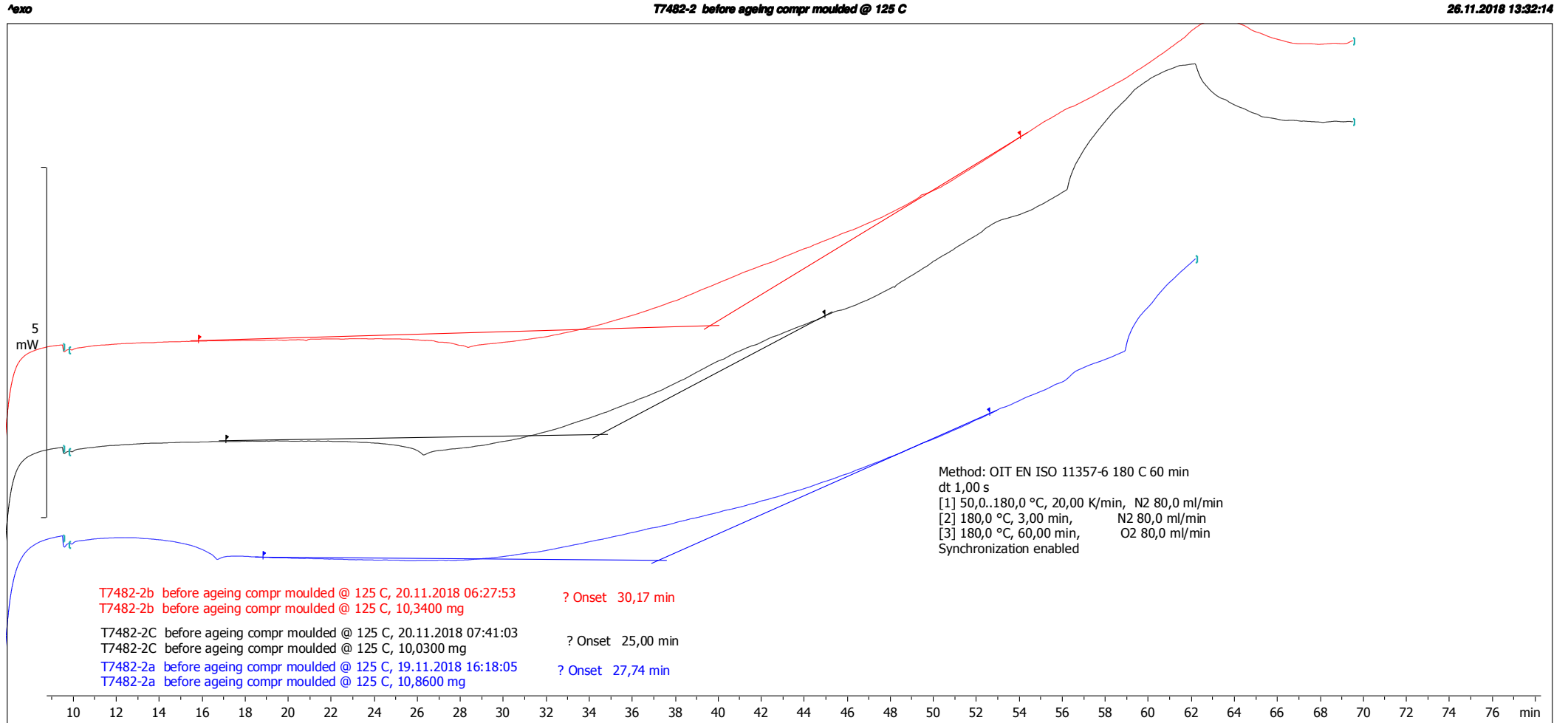
DTI Lab #	Number of plies	Aver. thickness of test specimen	Sample mass,	OIT, min (a)	OIT, min (b)	OIT, min (c)	Aver. OIT @ $180 \text{ }^\circ\text{C}$	Encl.#
T7482-1	6	0.73 mm	9 mg	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5 min	1
T7482-2	6	0.65 mm	10 mg	30	25	28	28 min	2
T7482-3	4	0.71 mm	10 mg	9.1	7.4	5.3	7.3 min	3
T7482-4	5	0.68 mm	10 mg	0.7	2.0	0.7	1.1 min	4
T7482-5	5	0.56 mm	10 mg	18	21	20	20 min	5
T7482-6	4	0.65 mm	10 mg	13	12	15	13 min	6
T7482-7	4	0.70 mm	10 mg	7.8	8.6	5.2	7.2 min	7
T7482-8	3	0.71 mm	11 mg	4.8	7.3	5.7	5.9 min	8
T7482-9	6	0.63 mm	12 mg	13	14	18	15 min	9

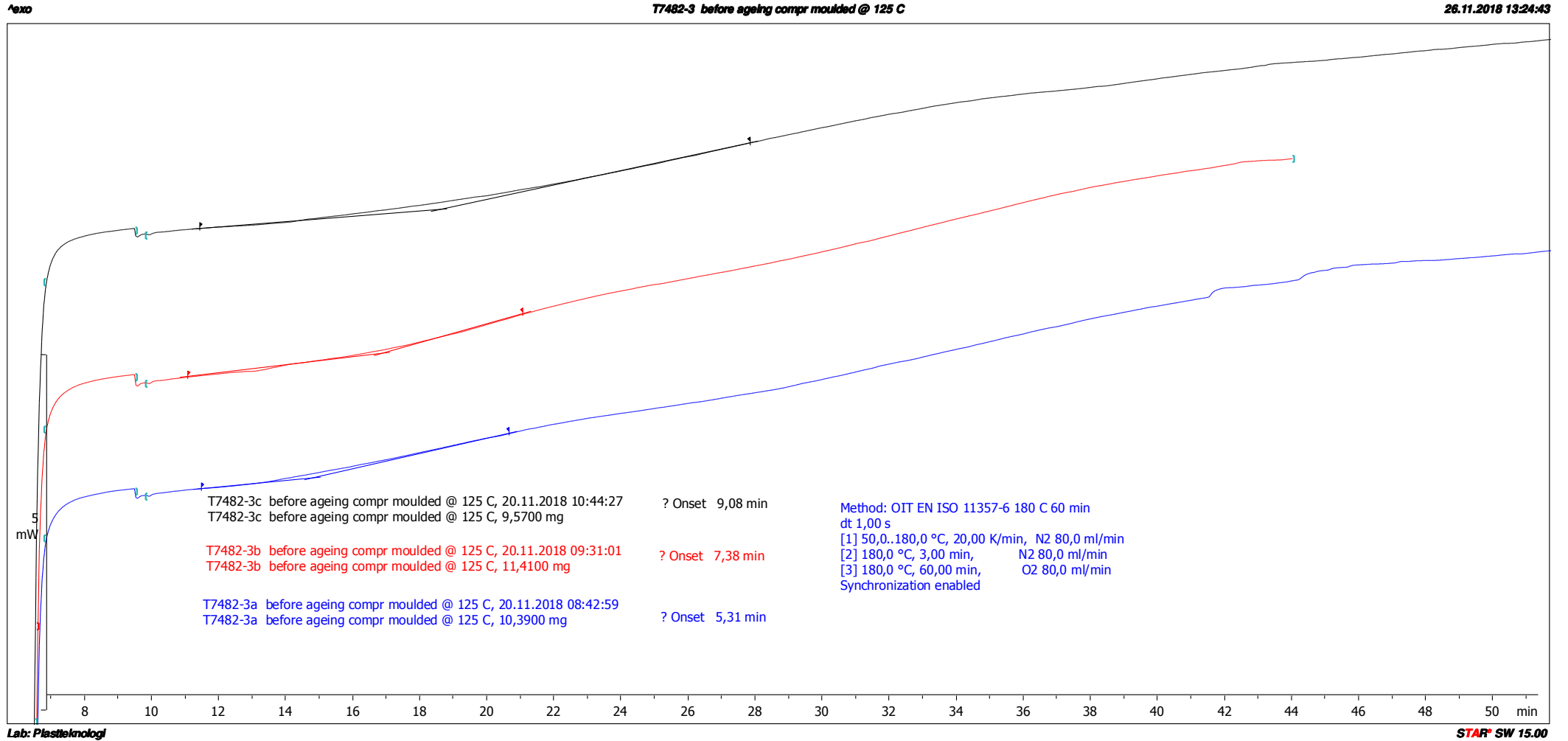
exo

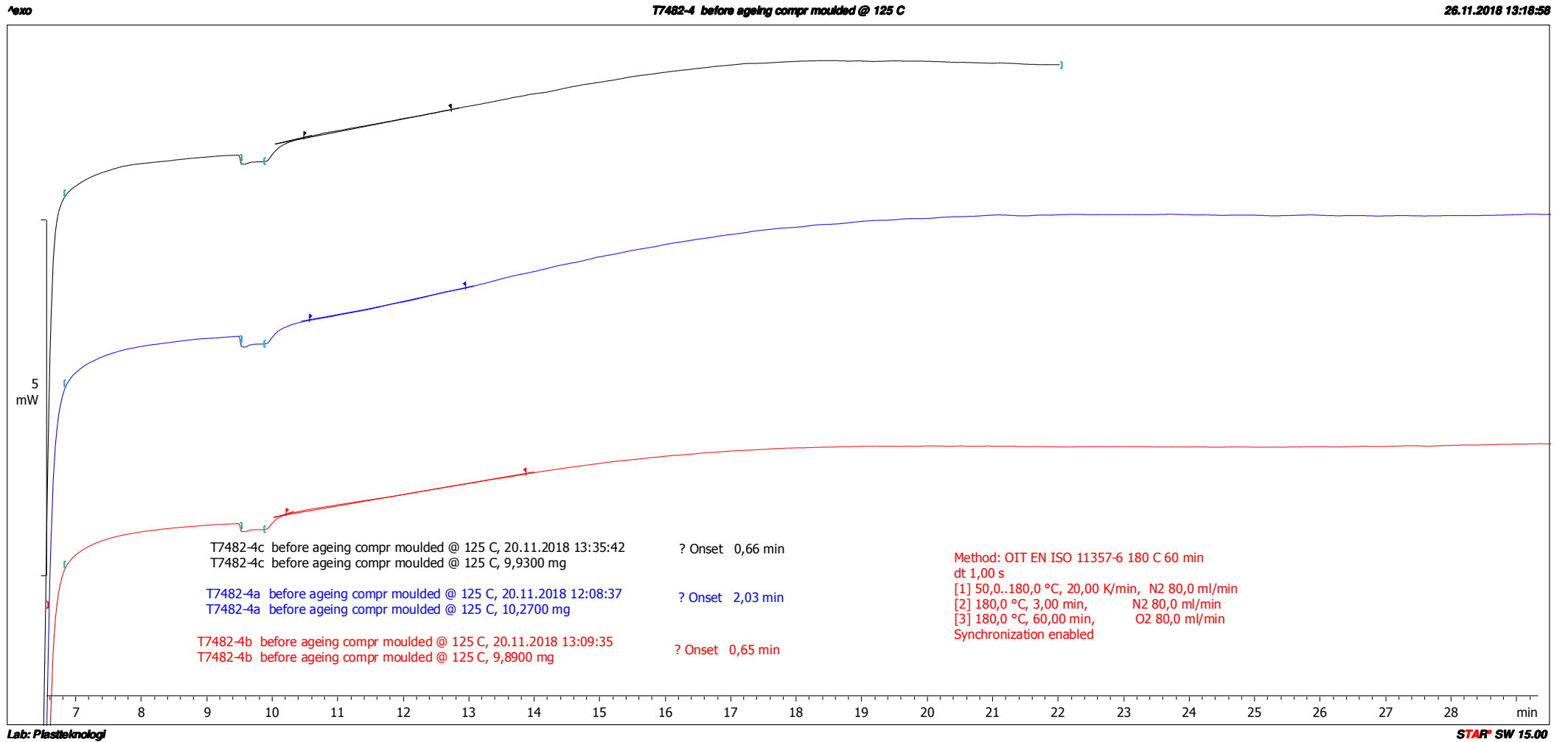
T7482-1 before ageing compr moulded @ 125 C

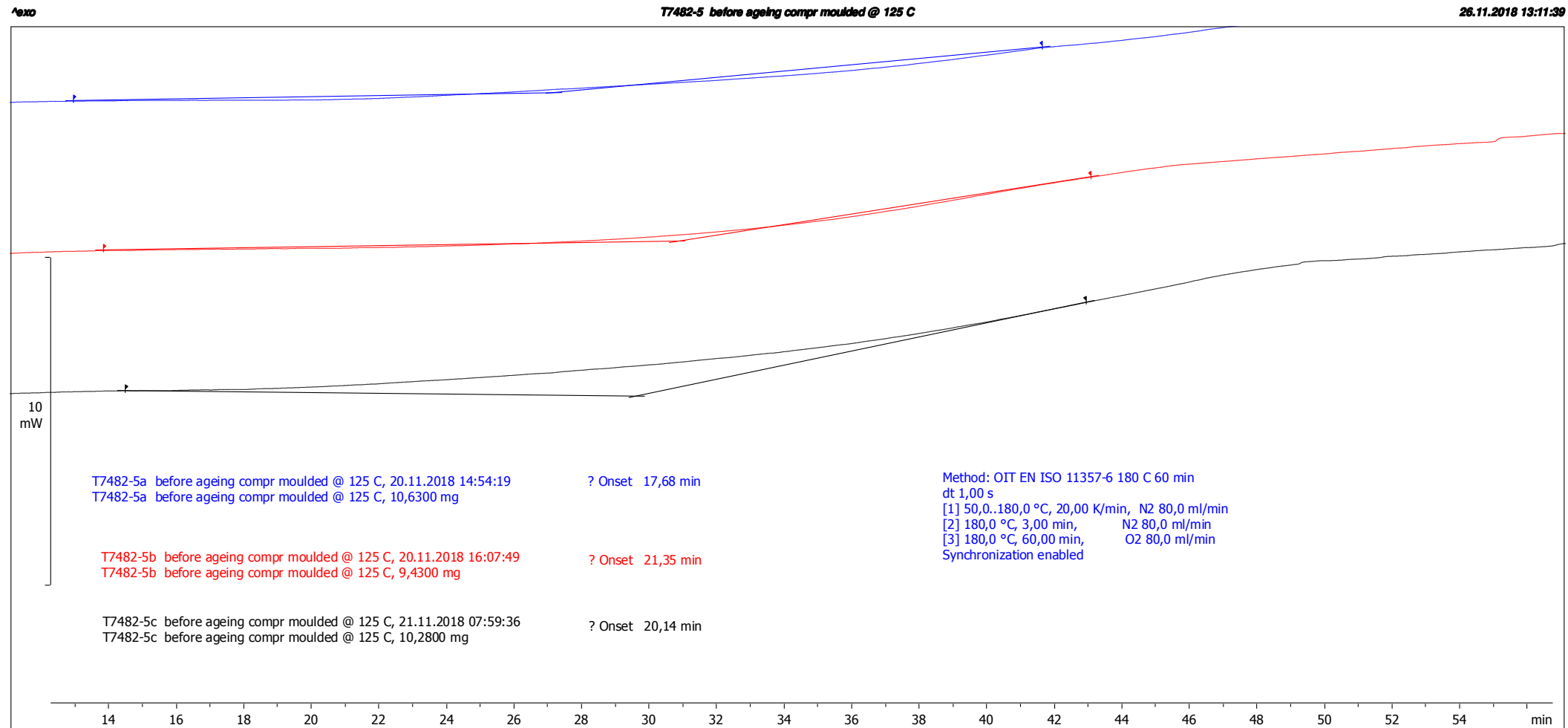
26.11.2018 13:36:14

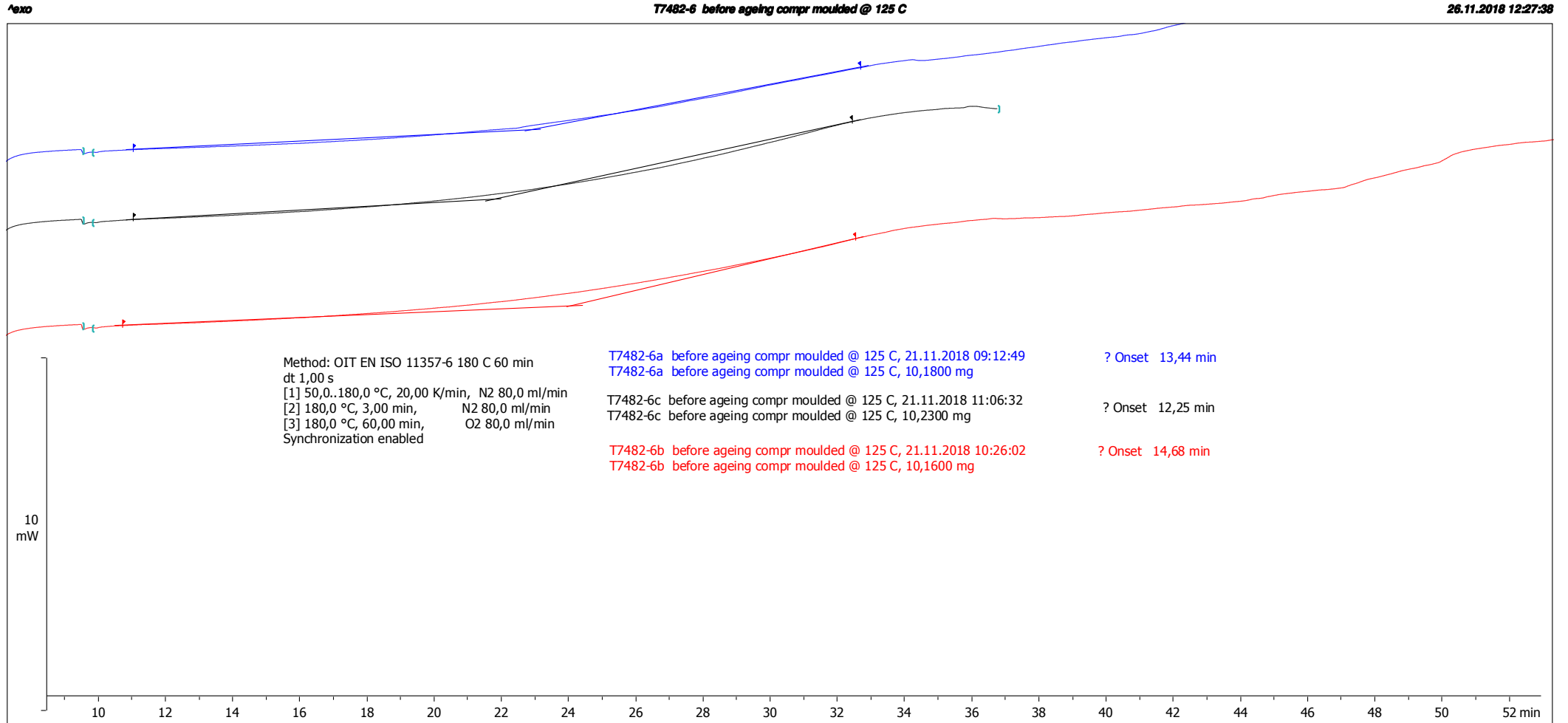


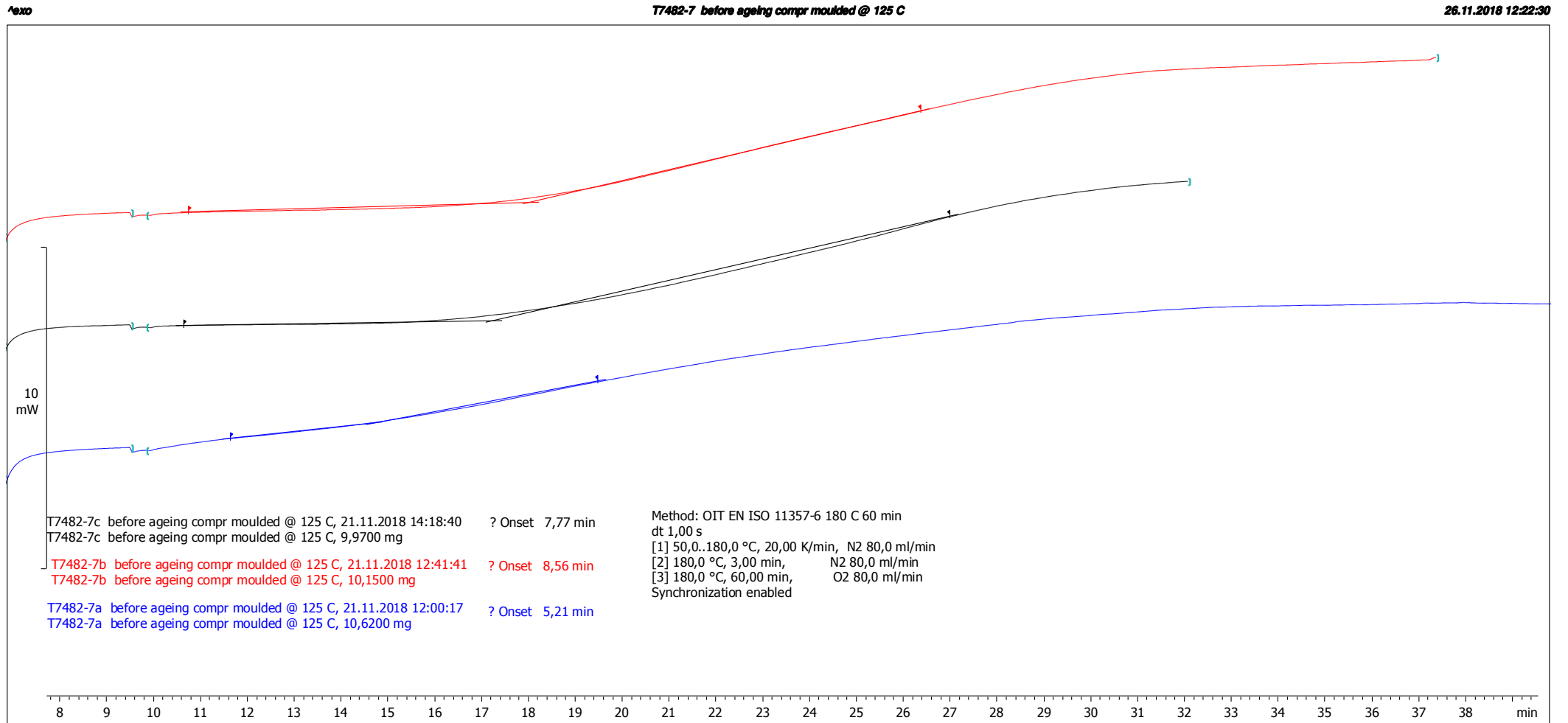


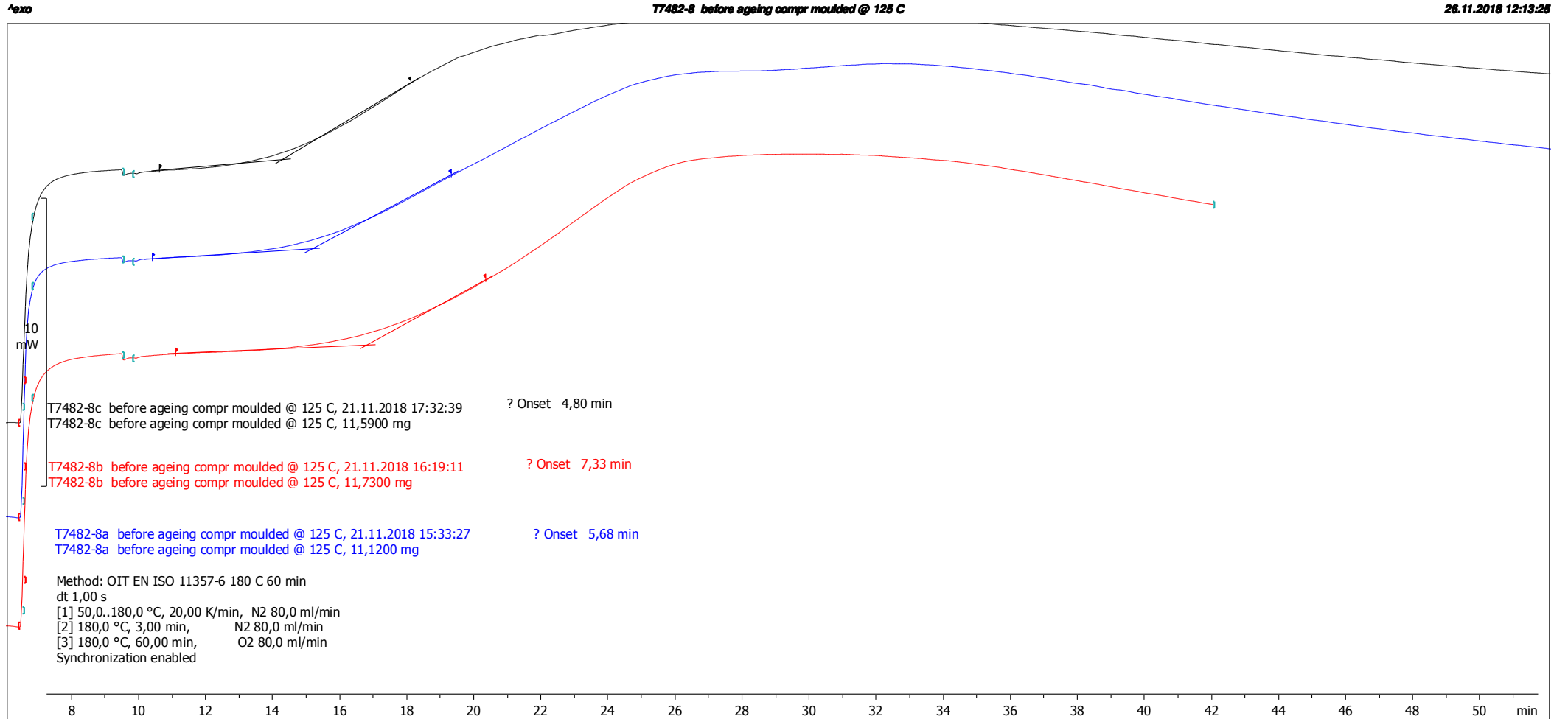


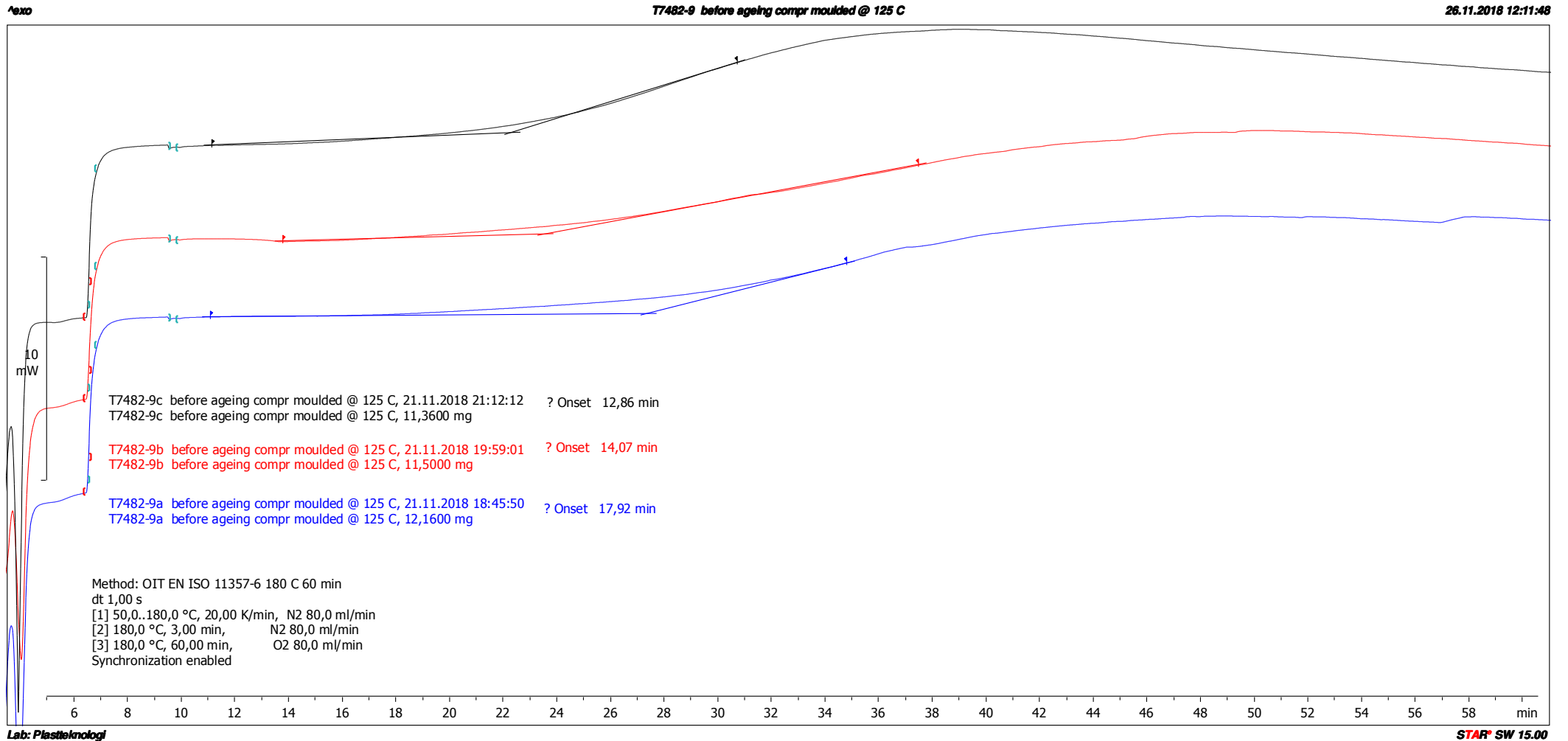












10.6 OIT-test efter accelereret ældning

Test report

REPORT NO.:
2005526-7



**DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE**

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

5 December 2018

Page 1 of 2
No. of encl.: 9
Init.: fhgs/eta
Cosign.: decr

Customer: The project "Ilevetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S

Samples: Nine types of aged plastic foils (more details on page 2)

Sampling: The aged samples have been received here on 18 September 2018. Spot samples were taken on different parts of the foils and combined to test specimens

Period: The testing has been carried out from 9-10 November 2018

Procedure: Oxidative stability testing according ISO 11357-6:2008 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) -- Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)

Test performed by: Frederik R Steenstrup, Team Manager

Result: See page 2

Storage: According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute

Remarks: None

Conditions: Accredited testing was carried out in compliance with international requirements (EN/ISO/IEC 17025:2005) and in compliance with Danish Technological Institute's General Terms and Conditions regarding Commissioned Work accepted by Danish Technological Institute. The test results apply to the tested products only. This report may be quoted in extract only if the laboratory has granted its written consent.
The customer may not mention or refer to Danish Technological Institute or Danish Technological Institute's employees for advertising or marketing purposes unless Danish Technological Institute has granted its written consent in each case.

Place: Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology

Signature:

Frederik R Steenstrup
Team Manager

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk



 **DANAK**
Test Reg. nr. 300

Sheets of the foils were cut out from different locations and compression-moulded into flat sheet with a thickness $650 \pm 100 \mu\text{m}$. Compression-moulding temperature was $125 \text{ }^\circ\text{C}$ and limited to 2x2 minutes. Using a bore-hole cutter with diameter of 5 mm, 3 specimens (a, b and c) were punched out from the plate.

Test

Comparative testing of oxidative stability

Test method

ISO 11357-6:2008 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) -- Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)

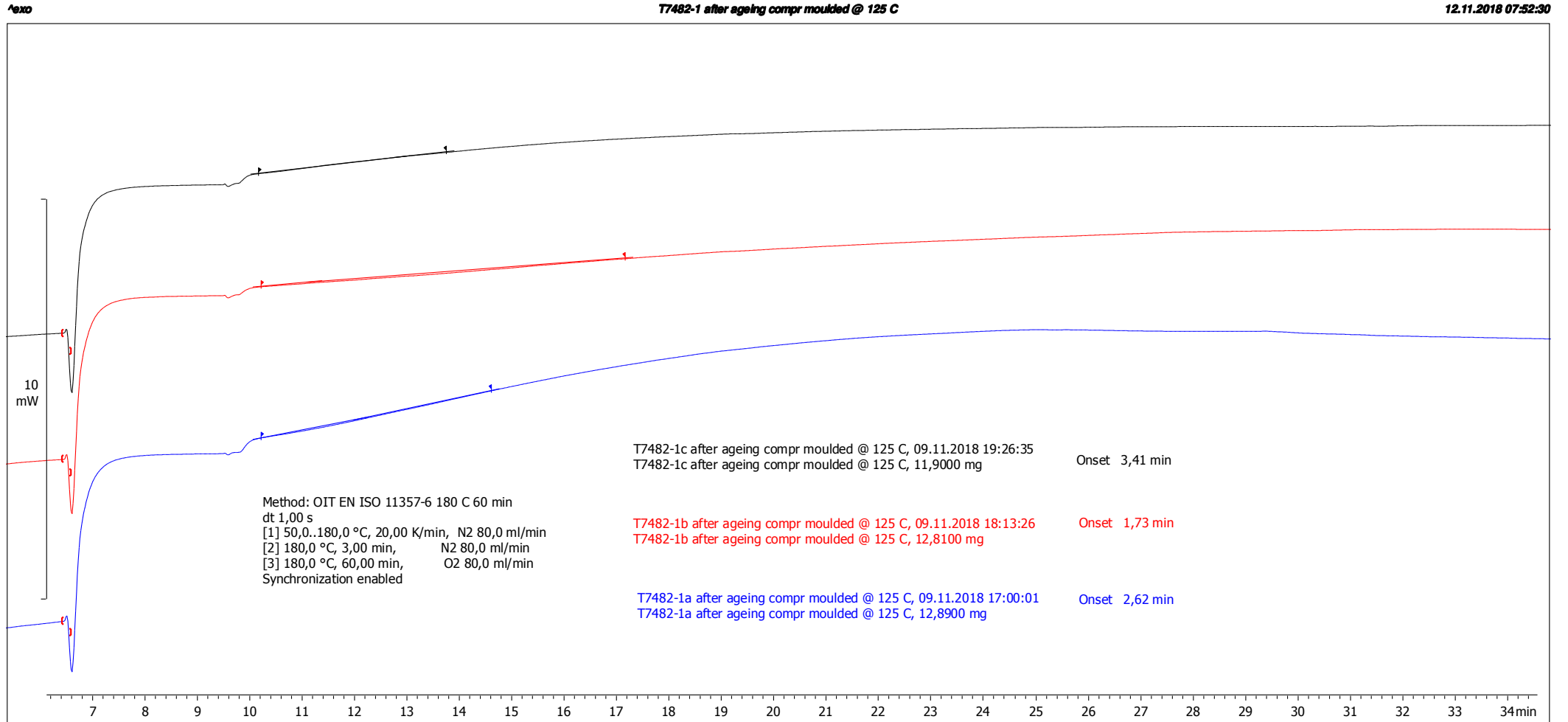
Specific agreements Isothermal OIT @ $180 \text{ }^\circ\text{C}$
 3 determinations for each sample
 Intercept point determined by tangent method
 Sample preparation using compression-moulding at $125 \text{ }^\circ\text{C}$ for 2x2 min

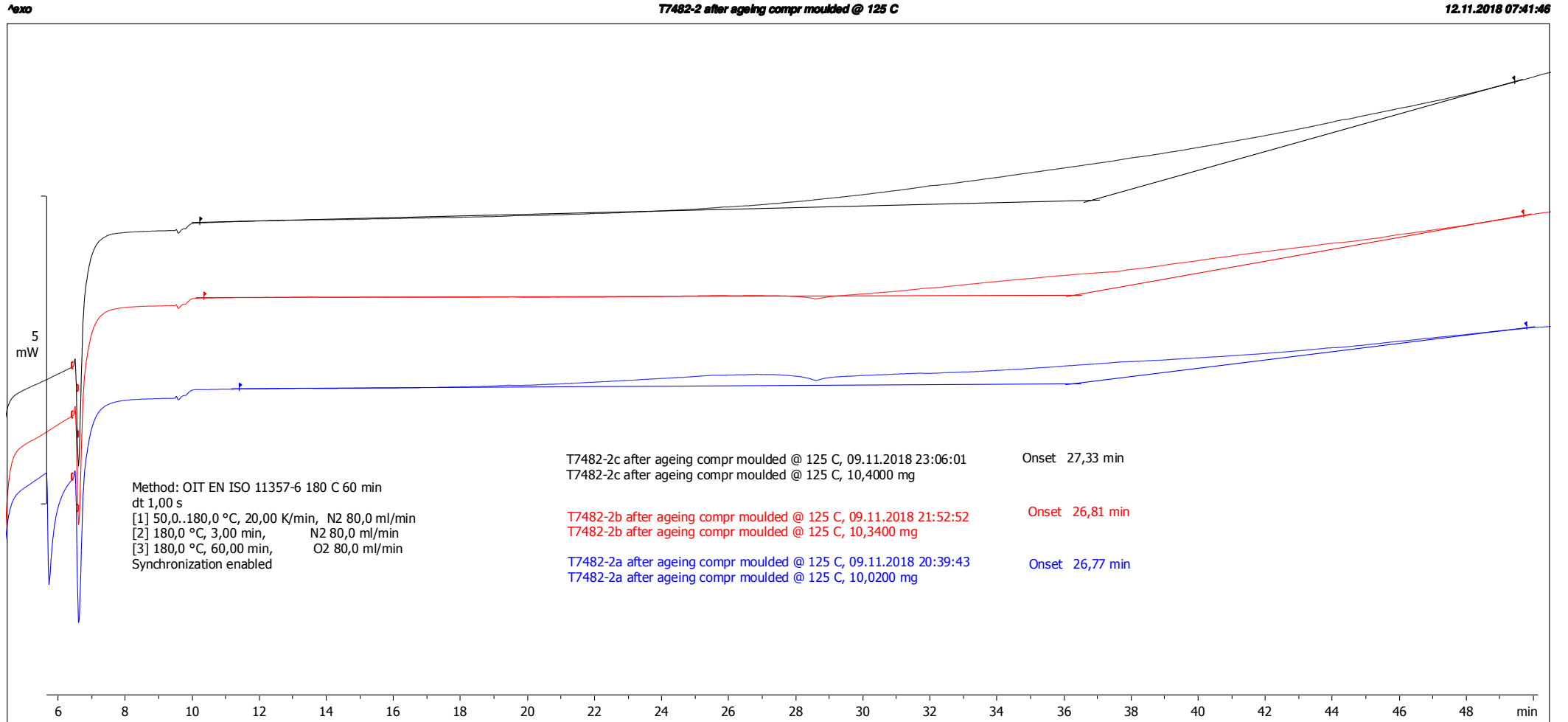
Equipment

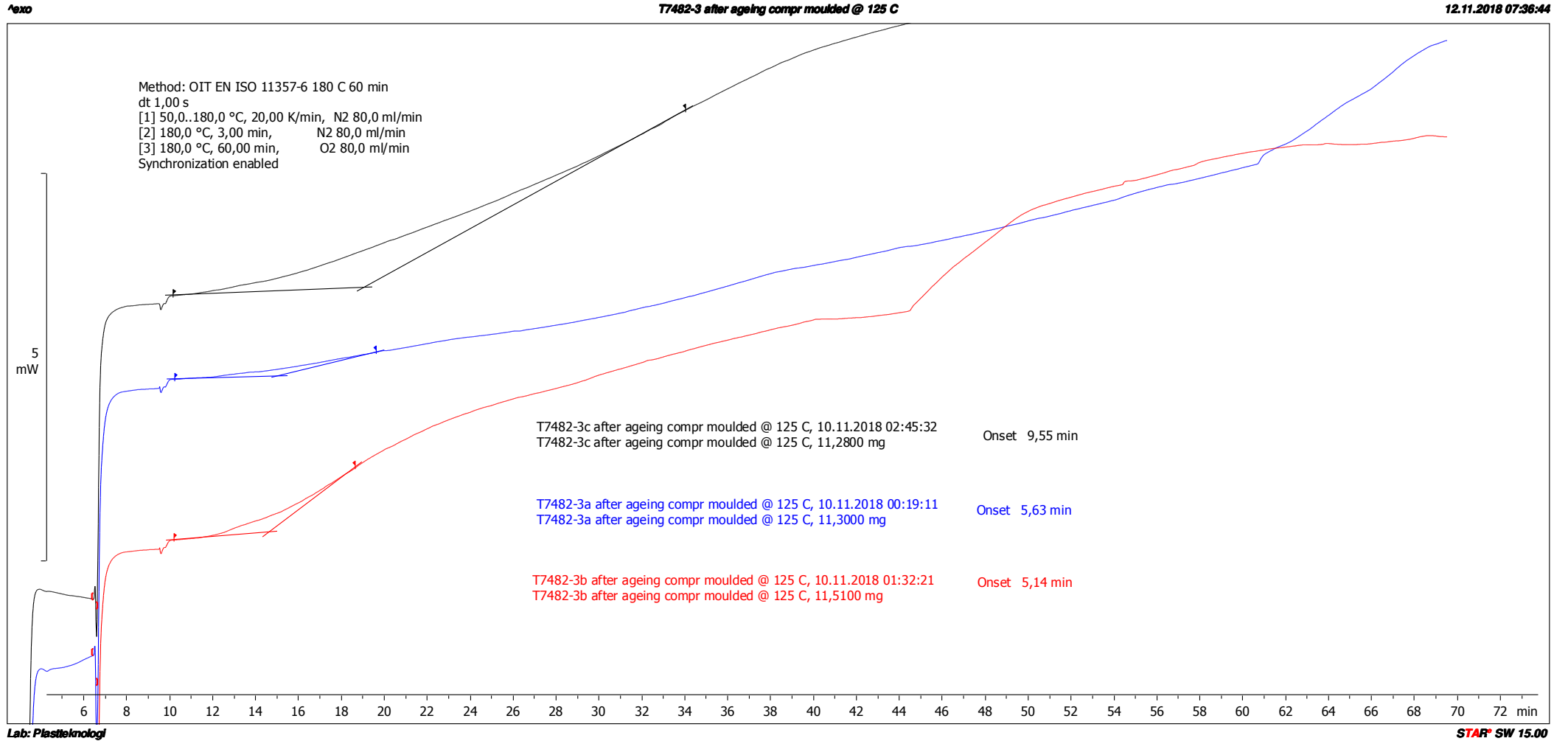
32T11.10 Mitutoyo Thickness gauge
 32T07.02 Mettler-Toledo, DSC 823
 Gasses Nitrogen (purity grading 5 from Aga)
 Oxygen (purity grading 3 from Aga)

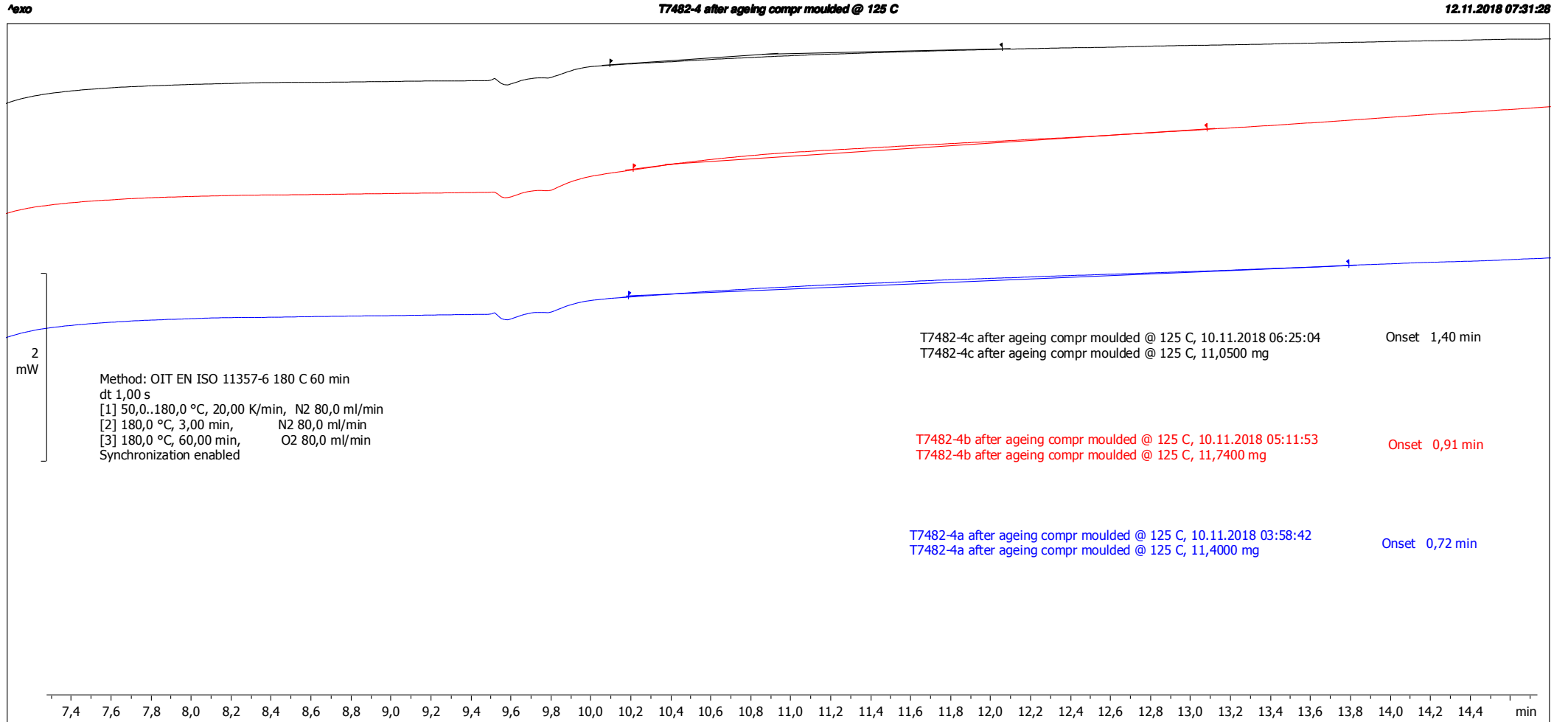
Test results

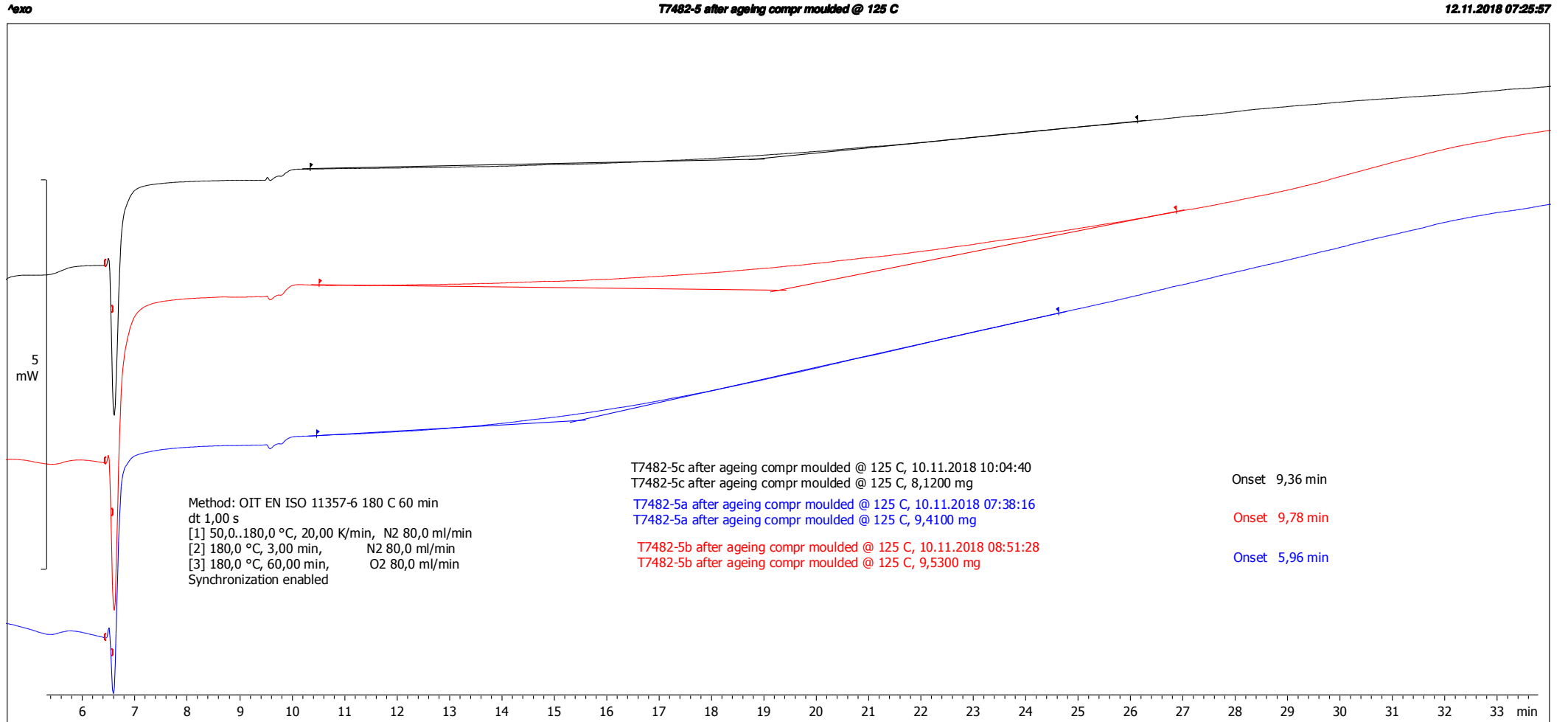
DTI Lab #	Number of plies	Aver. thickness of test specimen	Sample mass,	OIT, min (a)	OIT, min (b)	OIT, min (c)	Aver. OIT @ $180 \text{ }^\circ\text{C}$	Encl.#
T7482-1	6	0.74 mm	13 mg	3.4	1.7	2.6	2.6 min	1
T7482-2	6	0.66 mm	10 mg	27	27	27	27 min	2
T7482-3	4	0.74 mm	11 mg	9.6	5.6	5.1	6.8 min	3
T7482-4	5	0.71 mm	11 mg	1.4	0.9	0.7	1.0 min	4
T7482-5	4	0.56 mm	9 mg	9.4	9.8	6.0	8.4 min	5
T7482-6	4	0.66 mm	10 mg	4.3	4.3	4.2	4.3 min	6
T7482-7	4	0.71 mm	11 mg	6.1	5.3	5.9	5.8 min	7
T7482-8	4	0.73 mm	11 mg	3.7	3.4	3.4	3.5 min	8
T7482-9	6	0.64 mm	11 mg	2.6	2.4	2.6	2.5 min	9

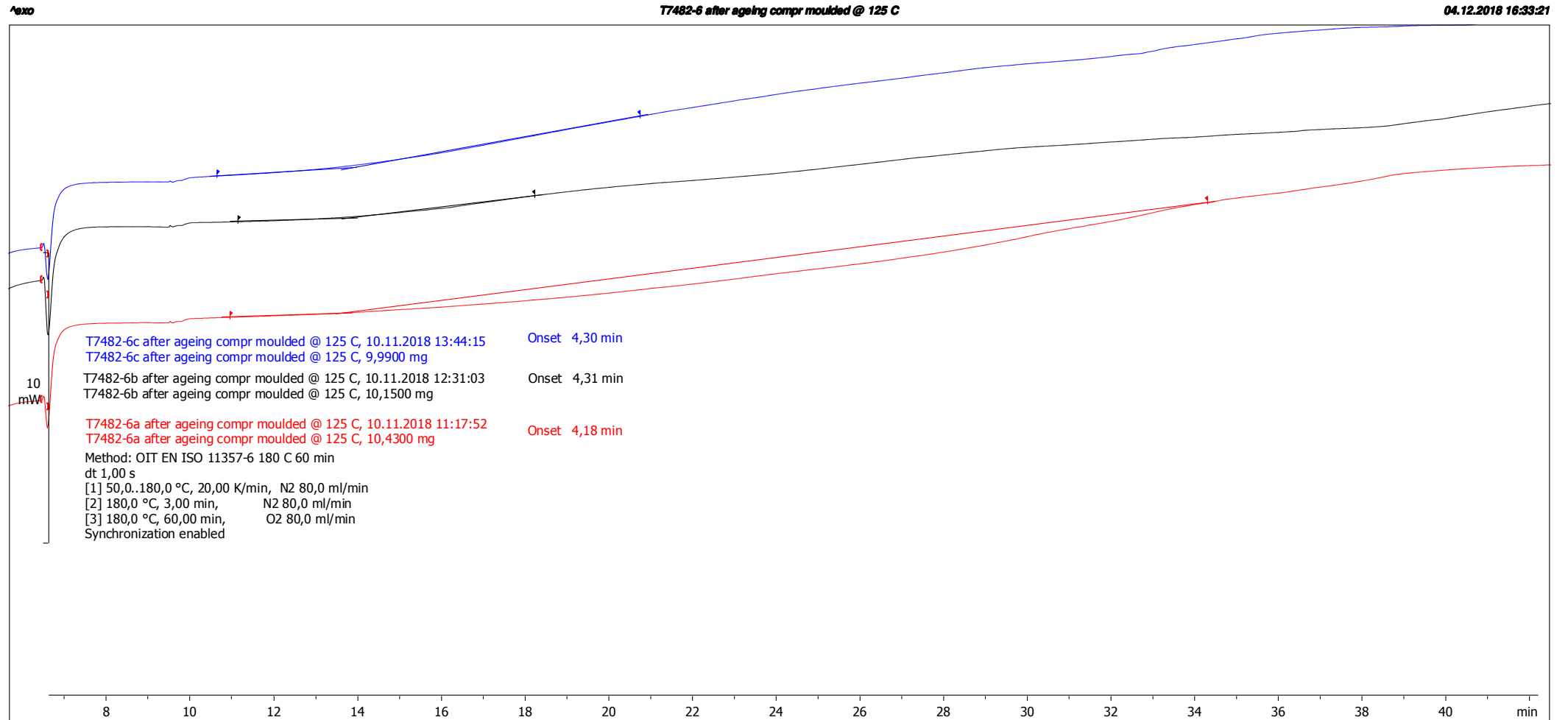


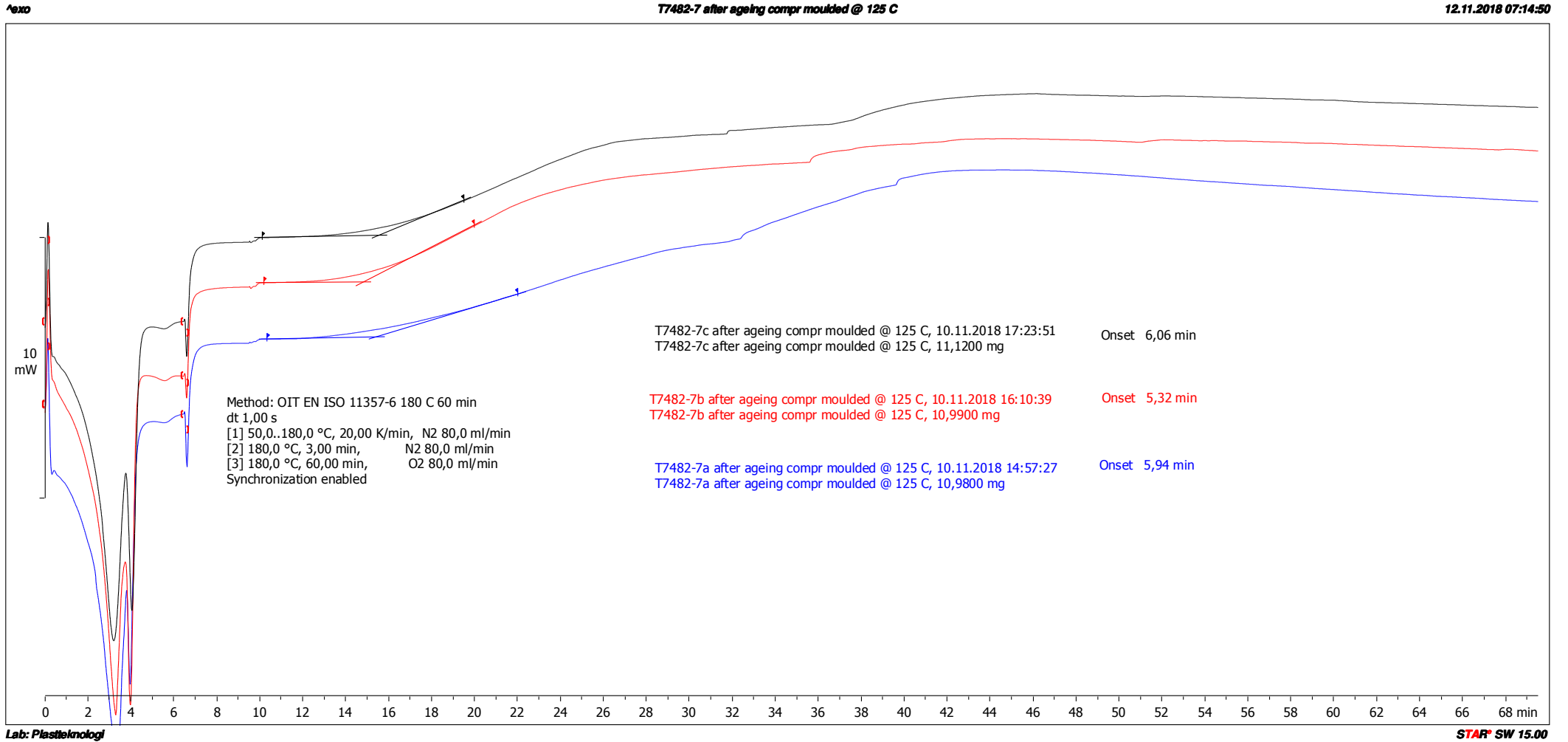


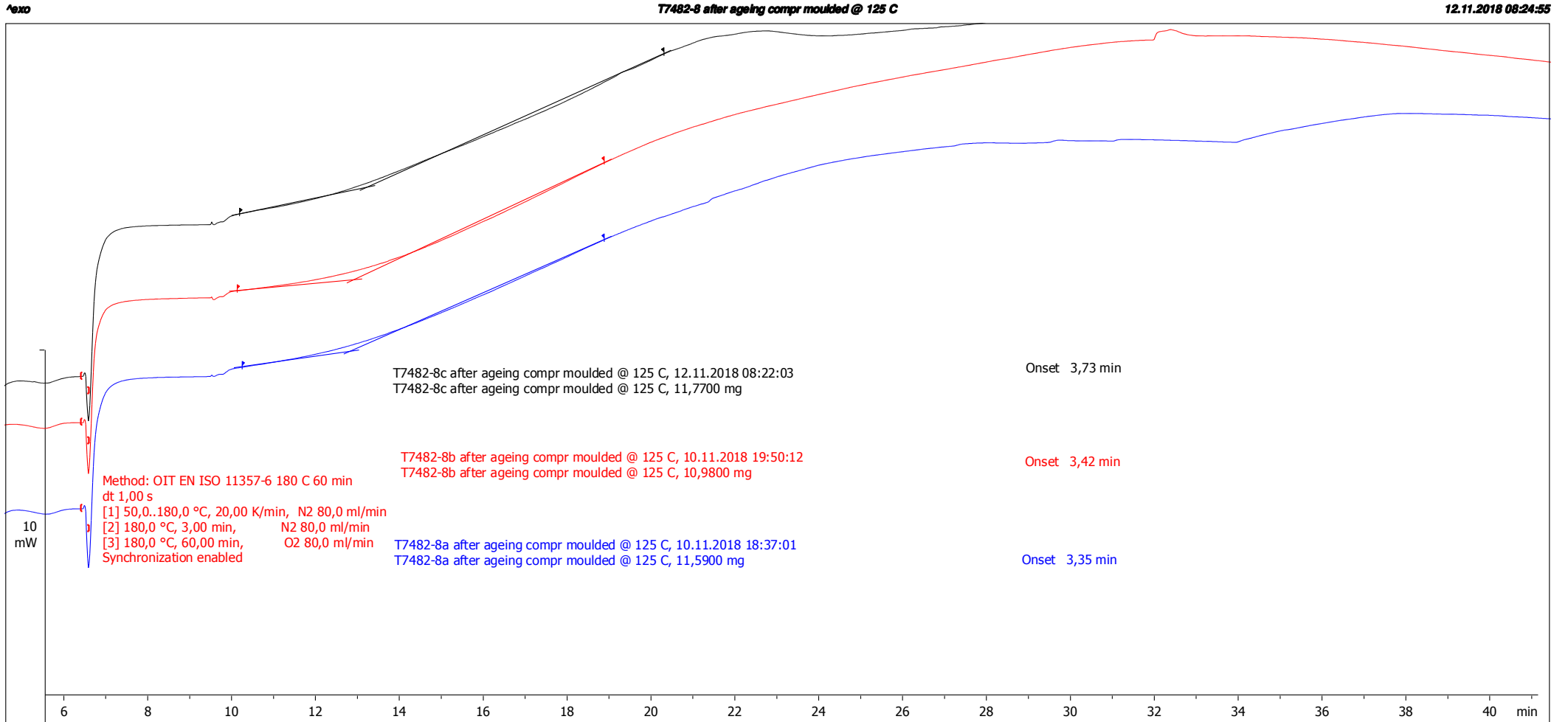


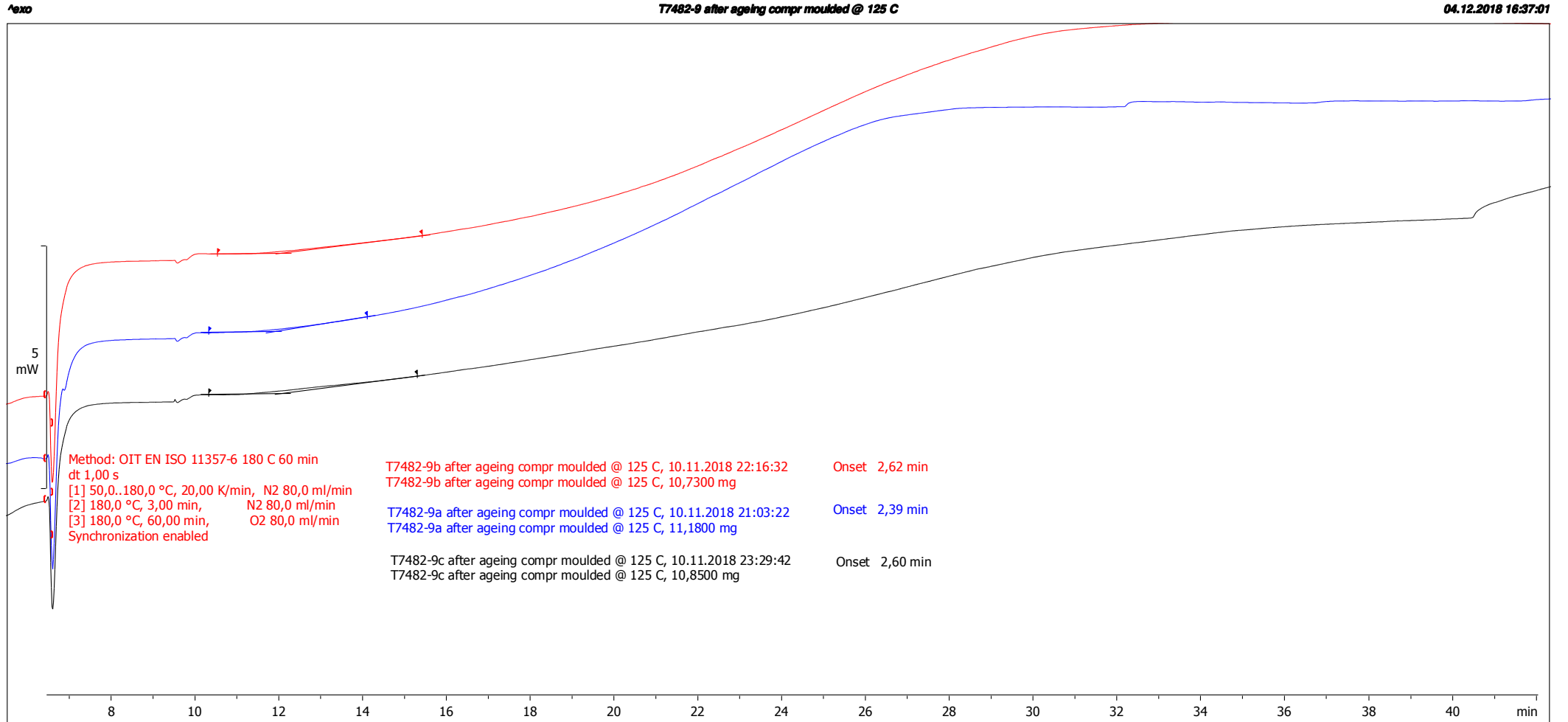












10.7 Brudforlængelse og trækstyrke på langs og på tværs før accelereret ældning

Test report – Revision 1

Report no.:
F2005526RA04



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

17 Sept 2019
Page 1 of 2
No. of encl.: 1
Init.: fhgs/eta
Cosign.: *DECR*

- Customer:** The project "levetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S
- Contact person:** Torben Valdbjørn Rasmussen
- Samples:** Nine types of plastic foils (more details on page 2)
- Sampling:** Spot samples were taken on different parts of the foils and combined to test specimens (more details on page 2)
- Period:** Testing was done 2-11 April 2018
- Procedure:** Tensile testing acc. ISO 527-3 Plastics - Determination of tensile properties -- Part 3: Test conditions for films and sheets
- Result:** See page 2
- Storage:** According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute
- Remarks:** This is a revised report, which replaces the previously forwarded report dated 12 June 2018. The reason for the revision is that the estimated standard deviation for the sample "T7482-2, CD" was erroneous, cf. Enclosure 1 page 1 of 5. Our version of the report dated 12 June 2018 is hereby declared invalid.
- Conditions:** The test has been performed according to the conditions laid down by DANAK (The Danish Accreditation), cf. www.danak.dk, and the general terms and conditions of The Danish Technological Institute. The results from DTI's work in this report, i.e. analyses, assessments and instructions may only be used or reported in their entirety. The customer may not mention or refer to DTI or DTI's employees for advertising or marketing purposes unless the DTI has granted its written consent in each case
- Place:** Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology
- Signature:**

Frederik R Steenstrup
Team manager

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk




Test Reg. nr. 300

Samples

Test specimens (type 5) were punched out of the foil samples both parallel with the machine direction (MD) and perpendicular hereto (CD). The table on the right displays DTI Laboratory ID with client ID.

Test method

ISO 527-3:1996/AC:2001 Plastics - Determination of tensile properties -- Part 3: Test conditions for films and sheets

Specific agreements Type 5 specimens (width 6 mm)
 Tensile speed 100 mm/min
 Gauge length: 25 mm
 2 x 5 determinations (MD/CD)
 An approximate modulus is calculated @ 0.5-1% strain even though part 3 of ISO 527 does not support modulus calculations

Equipment

32T11.10 Mitutoyo Thickness gauge
 32T01.60 Shimadzu machine model AG-X, class 0.5 load cell 500 N
 32T01.63 Shimadzu clip-on extensometer (class 1)

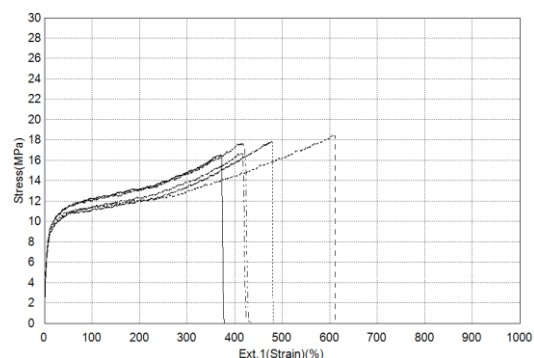
Test results

Test conditions: ISO 527-3/5/100 at 23 °C, 50% RH (average of 5 determinations)

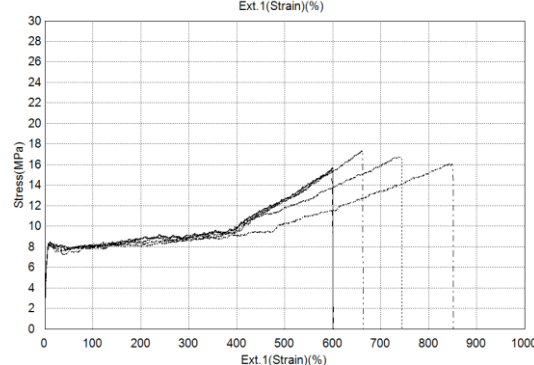
DTI Lab #	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
T7482-1 MD	0.166	17.5	456	105
T7482-1 CD	0.144	16.3	688	115
T7482-2 MD	0.124	29.0	593	271
T7482-2 CD	0.123	28.4	747	274
T7482-3 MD	0.194	20.7	402	133
T7482-3 CD	0.193	20.3	609	139
T7482-4 MD	0.178	16.7	522	117
T7482-4 CD	0.170	16.2	652	89
T7482-5 MD	0.167	16.4	601	116
T7482-5 CD	0.173	16.4	691	156
T7482-6 MD	0.213	15.5	480	158
T7482-6 CD	0.203	18.7	641	168
T7482-7 MD	0.218	18.9	623	162
T7482-7 CD	0.211	18.8	688	187
T7482-8 MD	0.187	19.4	530	174
T7482-8 CD	0.188	18.4	710	203
T7482-9 MD	0.147	14.9	556	158
T7482-9 CD	0.146	15.1	621	126

Detailed results (reproduced without rounding)

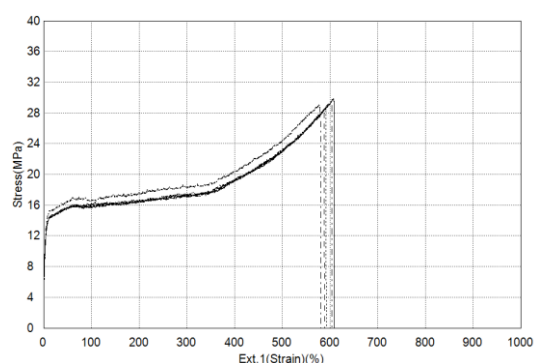
T7482-1, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.160	16.5	371	103.6
Specimen 2	0.171	18.5	606	106.8
Specimen 3	0.174	17.9	478	105.2
Specimen 4	0.168	16.7	411	101.6
Specimen 5	0.159	17.7	416	107.5
Average	0.166	17.5	456	105
Est.st.dev	0.007	0.8	92	2



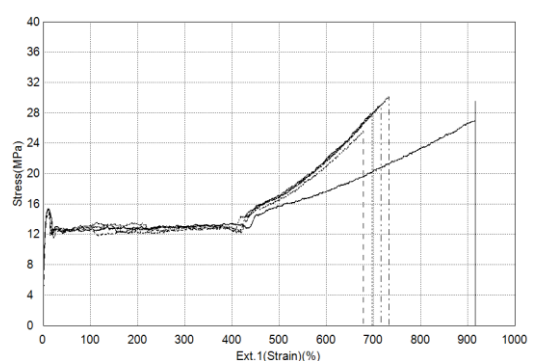
T7482-1, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.151	15.7	600	94.4
Specimen 2	0.145	15.5	596	147.3
Specimen 3	0.134	16.7	740	128.3
Specimen 4	0.135	16.1	845	69.3
Specimen 5	0.154	17.3	660	137.8
Average	0.144	16.3	688	115
Est.st.dev	0.009	0.7	105	33



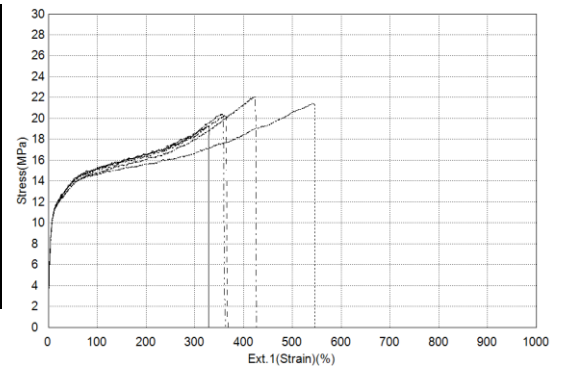
T7482-2, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.124	29.8	607	246.5
Specimen 2	0.127	28.3	587	281.9
Specimen 3	0.124	28.6	590	259.1
Specimen 4	0.119	29.1	578	312.5
Specimen 5	0.128	29.4	603	257.0
Average	0.124	29.0	593	271
Est.st.dev	0.004	0.6	12	26



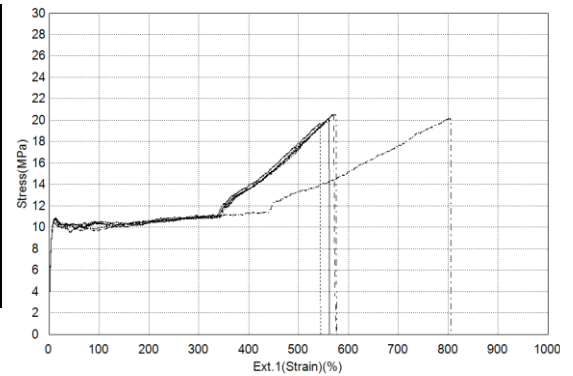
T7482-2, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.122	29.5	916	285.6
Specimen 2	0.128	25.6	678	137.2
Specimen 3	0.121	27.9	696	259.9
Specimen 4	0.121	30.2	732	371.8
Specimen 5	0.122	29.0	715	314.0
Average	0.123	28.4	747	274
Est.st.dev	0.003	1.8	96	87



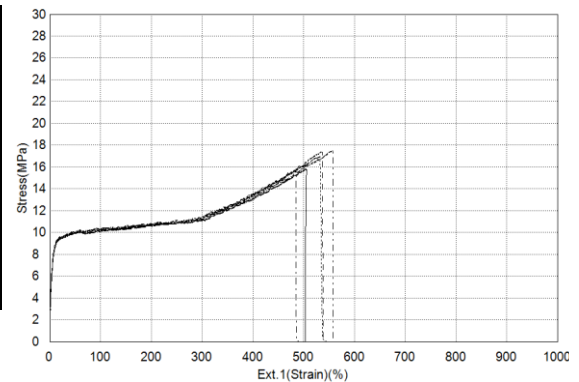
T7482-3, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.193	19.3	327	157.2
Specimen 2	0.190	20.4	363	123.4
Specimen 3	0.198	21.4	541	120.2
Specimen 4	0.196	22.1	423	128.5
Specimen 5	0.192	20.4	356	137.4
Average	0.194	20.7	402	133
Est.st.dev	0.003	1.1	85	15



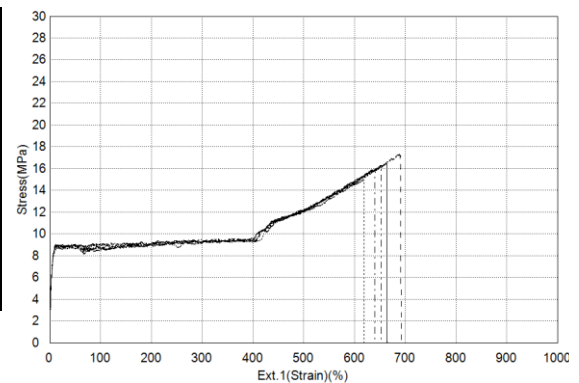
T7482-3, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.195	20.2	561	178.4
Specimen 2	0.196	20.6	569	102.4
Specimen 3	0.185	19.8	544	185.5
Specimen 4	0.200	20.2	802	117.1
Specimen 5	0.189	20.6	570	112.1
Average	0.193	20.3	609	139
Est.st.dev	0.006	0.3	108	40



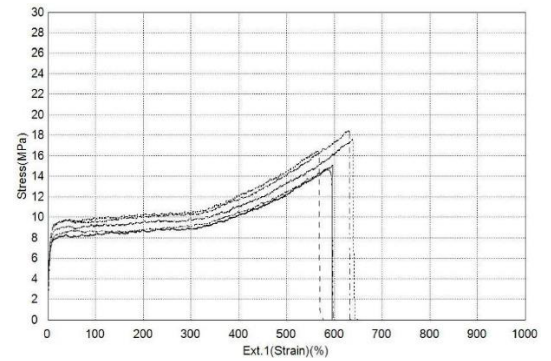
T7482-4, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.182	15.8	504	72.4
Specimen 2	0.168	17.4	534	188.6
Specimen 3	0.179	17.0	532	120.7
Specimen 4	0.180	15.7	484	98.8
Specimen 5	0.180	17.5	557	102.7
Average	0.178	16.7	522	117
Est.st.dev	0.006	0.9	28	44



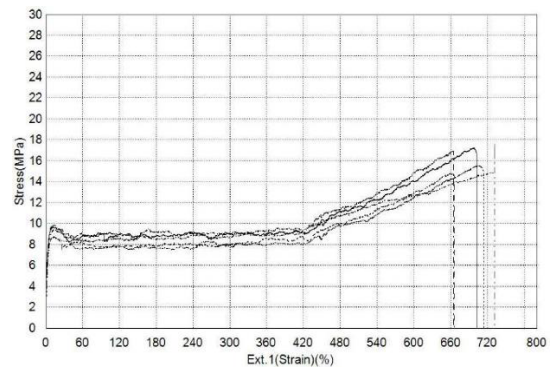
T7482-4, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.174	16.5	662	79.9
Specimen 2	0.165	17.3	689	67.3
Specimen 3	0.177	15.1	618	108.4
Specimen 4	0.173	15.9	640	114.5
Specimen 5	0.162	16.3	651	76.0
Average	0.170	16.2	652	89
Est.st.dev	0.006	0.8	26	21



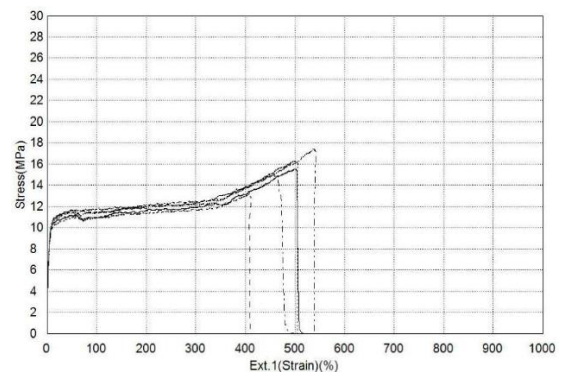
T7482-5, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.173	15.1	596	71.3
Specimen 2	0.154	16.4	564	115.5
Specimen 3	0.160	17.6	637	153.3
Specimen 4	0.163	18.4	629	138.7
Specimen 5	0.184	14.7	581	98.8
Average	0.167	16.4	601	116
Est.st.dev	0.012	1.6	31	32



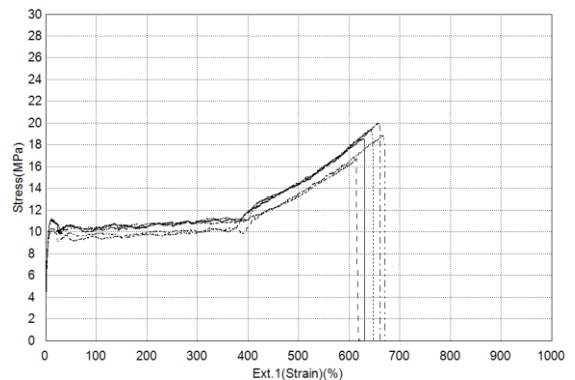
T7482-5, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.161	17.2	698	249.3
Specimen 2	0.181	14.8	657	97.5
Specimen 3	0.193	15.5	704	103.1
Specimen 4	0.158	17.0	662	177.3
Specimen 5	0.172	17.6	732	154.2
Average	0.173	16.4	691	156
Est.st.dev	0.014	1.2	31	62



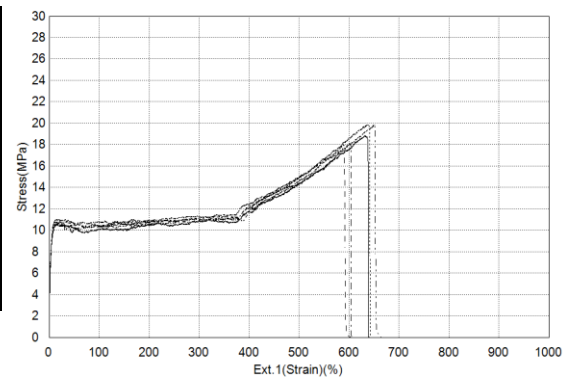
T7482-6, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.226	15.5	498	175.9
Specimen 2	0.216	13.3	409	142.6
Specimen 3	0.202	16.3	497	137.1
Specimen 4	0.217	15.0	456	153.0
Specimen 5	0.203	17.4	539	180.7
Average	0.213	15.5	480	158
Est.st.dev	0.010	1.5	49	20



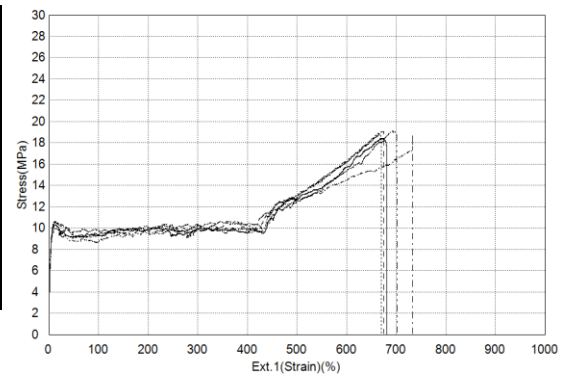
T7482-6, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.201	18.6	628	196.8
Specimen 2	0.219	16.8	613	201.0
Specimen 3	0.205	19.4	644	105.2
Specimen 4	0.187	20.0	657	188.2
Specimen 5	0.202	18.9	665	151.0
Average	0.203	18.7	641	168
Est.st.dev	0.011	1.2	21	41



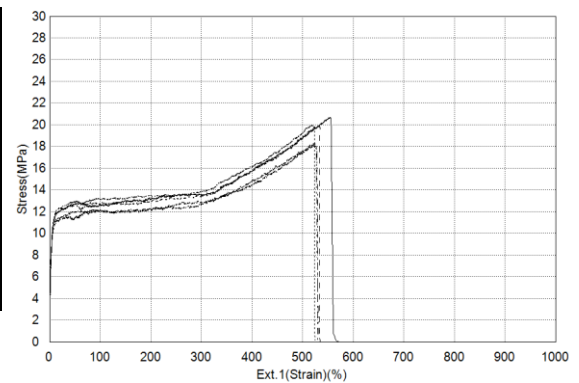
T7482-7, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.211	18.8	632	121.8
Specimen 2	0.216	18.0	589	163.3
Specimen 3	0.220	19.9	639	168.4
Specimen 4	0.223	18.1	602	204.5
Specimen 5	0.218	19.8	651	152.3
Average	0.218	18.9	623	162
Est.st.dev	0.005	0.9	26	30



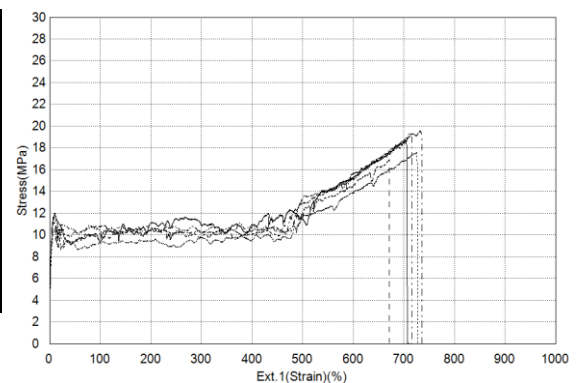
T7482-7, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.216	18.4	674	198.6
Specimen 2	0.202	19.1	675	210.5
Specimen 3	0.220	18.8	666	181.7
Specimen 4	0.219	18.6	734	160.7
Specimen 5	0.197	19.1	693	181.6
Average	0.211	18.8	688	187
Est.st.dev	0.011	0.3	27.3	19



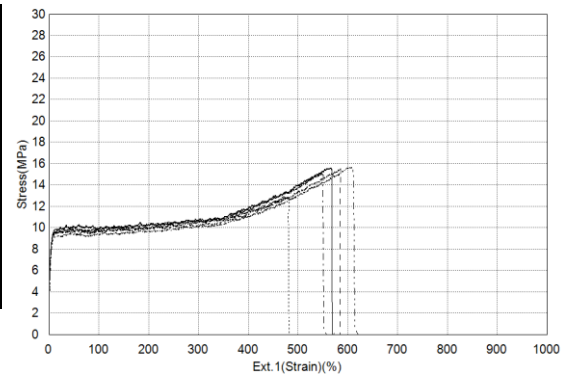
T7482-8, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.209	20.7	554	211.2
Specimen 2	0.203	19.9	532	151.2
Specimen 3	0.210	20.0	517	181.4
Specimen 4	0.155	18.3	524	122.0
Specimen 5	0.160	18.1	521	206.3
Average	0.187	19.4	530	174
Est.st.dev	0.027	1.1	15	38



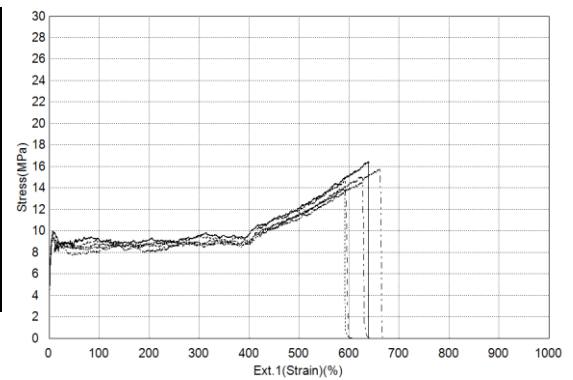
T7482-8, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.176	18.7	704	171.8
Specimen 2	0.188	16.9	671	178.3
Specimen 3	0.180	17.6	726	196.7
Specimen 4	0.188	19.6	732	258.1
Specimen 5	0.207	19.2	715	211.4
Average	0.188	18.4	710	203
Est.st.dev	0.012	1.1	24	34



T7482-9, MD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.133	15.6	565	198.1
Specimen 2	0.139	15.5	585	114.1
Specimen 3	0.135	12.9	473	161.0
Specimen 4	0.160	15.0	549	176.0
Specimen 5	0.169	15.6	606	140.0
Average	0.147	14.9	556	158
Est.st.dev	0.016	1.2	51	32



T7482-9, CD	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.140	16.4	639	191.0
Specimen 2	0.143	14.6	591	85.5
Specimen 3	0.146	13.9	588	97.9
Specimen 4	0.148	15.0	626	135.5
Specimen 5	0.151	15.8	662	118.2
Average	0.146	15.1	621	126
Est.st.dev	0.004	1.0	32	41



10.8 Brudforlængelse og trækstyrke på langs og på tværs efter accelereret ældning

Test report

REPORT NO.:
2005526-5



**DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE**

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

22 November 2018
Page 1 of 2
No. of encl.: 1
Init.: fhgs/bbi
Cosign.: decr

Customer: The project "levetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S

Samples: Nine types of aged plastic foils (more details on page 2)

Sampling: The aged samples have been received here on 18 September 2018.

Period: The testing has been carried out from 24 October to 5 November 2018.

Procedure: Tensile testing acc. ISO 527-3 Plastics - Determination of tensile properties -- Part 3: Test conditions for films and sheets

Test performed by: Deepa Chakkamadathil Ramachandran, Technical Consultant, M.Tech.

Result: See page 2

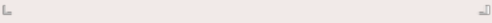
Storage: According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute

Remarks: None

Conditions: Accredited testing was carried out in compliance with international requirements (EN/ISO/IEC 17025:2005) and in compliance with Danish Technological Institute's General Terms and Conditions regarding Commissioned Work accepted by Danish Technological Institute. The test results apply to the tested products only. This report may be quoted in extract only if the laboratory has granted its written consent.
The customer may not mention or refer to Danish Technological Institute or Danish Technological Institute's employees for advertising or marketing purposes unless Danish Technological Institute has granted its written consent in each case.

Place: Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology

Signature: 


Frederik R Steenstrup
Team Manager

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk



Test Reg. nr. 300

Samples

Test specimens (type 5) were punched out of the foil samples both parallel with the machine direction (MD) and perpendicular hereto (CD). The table on the right displays DTI Laboratory ID with client ID.

Test method

ISO 527-3:1996/AC:2001 Plastics - Determination of tensile properties -- Part 3: Test conditions for films and sheets

Specific agreements Type 5 specimens (width 6 mm)
 Tensile speed 100 mm/min
 Gauge length: 25 mm
 2 x 5 determinations (MD/CD)
 An approximate modulus is calculated @ 0.5-1% strain even though part 3 of ISO 527 does not support modulus calculations

Equipment

32T11.10 Mitutoyo Thickness gauge
 32T01.60 Shimadzu machine model AG-X, class 0.5 load cell 500 N
 32T01.63 Shimadzu clip-on extensometer (class 1)

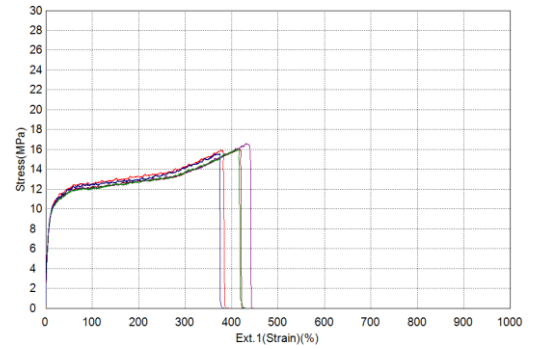
Test results

Test conditions: ISO 527-3/5/100 at 23 °C, 50% RH (average of 5 determinations)

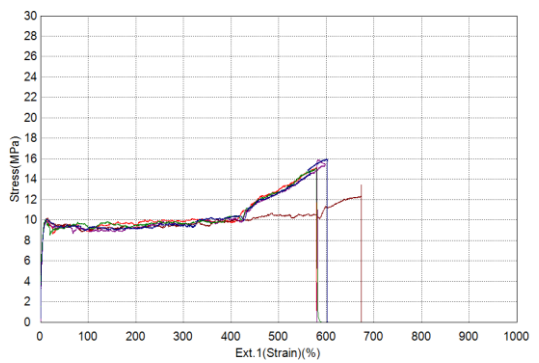
Results after aging				
DTI Lab #	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
T7482-1 MD	0.165	16.0	402	133
T7482-1 CD	0.176	15.1	604	139
T7482-2 MD	0.126	24.5	531	210
T7482-2 CD	0.125	26.6	688	245
T7482-3 MD	0.197	19.2	350	153
T7482-3 CD	0.201	18.9	576	133
T7482-4 MD	0.168	15.4	485	119
T7482-4 CD	0.163	15.3	623	109
T7482-5 MD	0.170	16.6	687	106
T7482-5 CD	0.171	16.4	718	162
T7482-6 MD	0.207	14.9	504	176
T7482-6 CD	0.202	18.0	649	165
T7482-7 MD	0.223	18.0	646	153
T7482-7 CD	0.220	18.7	769	142
T7482-8 MD	0.170	17.4	518	165
T7482-8 CD	0.197	16.6	670	172
T7482-9 MD	0.144	14.0	571	191
T7482-9 CD	0.152	16.3	664	180

Detailed results (reproduced without rounding)

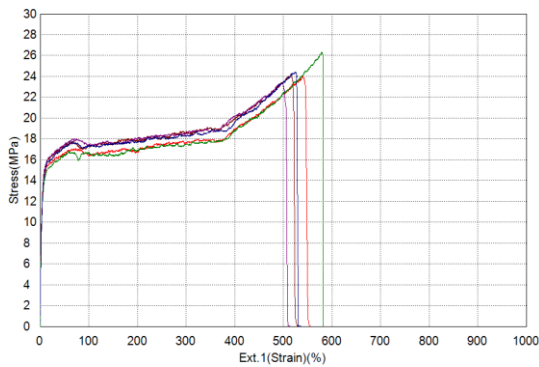
T7482-1, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.161	15.9	378	110.1
Specimen 2	0.173	16.1	413	157.3
Specimen 3	0.175	16.6	432	114.5
Specimen 4	0.157	16.0	414	136.2
Specimen 5	0.161	15.6	375	145.6
Average	0.165	16.0	402	133
Est.st.dev	0.008	0.4	25	20



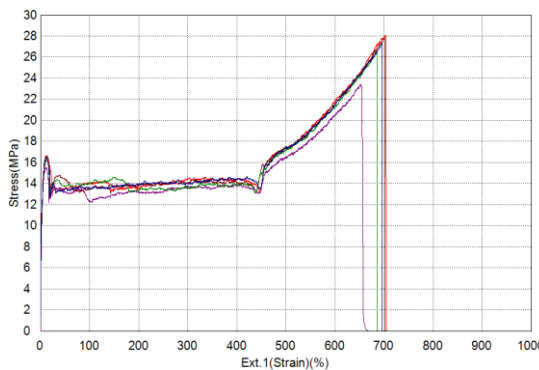
T7482-1, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.169	15.1	579	150.4
Specimen 2	0.183	13.5	675	128.1
Specimen 3	0.173	15.9	585	183.4
Specimen 4	0.183	15.1	578	107.3
Specimen 5	0.172	16.0	601	126.7
Average	0.176	15.1	604	139
Est.st.dev	0.007	1.0	41	29



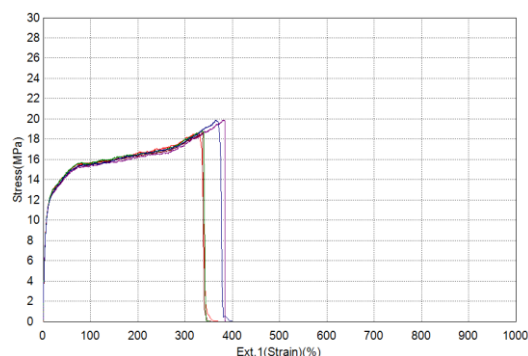
T7482-2, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.131	24	538	205.3
Specimen 2	0.120	24.2	516	222.1
Specimen 3	0.122	23.4	497	186.1
Specimen 4	0.136	26.3	579	177.2
Specimen 5	0.123	24.4	524	257.5
Average	0.126	24.5	531	210
Est.st.dev	0.007	1.1	31	32



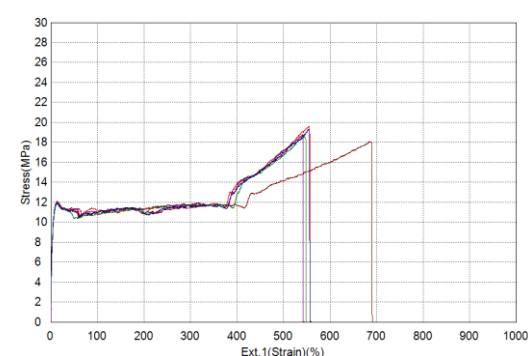
T7482-2, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.123	28.1	704	243.7
Specimen 2	0.121	27.9	701	204.7
Specimen 3	0.132	23.4	652	220.3
Specimen 4	0.124	26.4	685	202.2
Specimen 5	0.123	27.3	696	354.6
Average	0.125	26.6	688	245
Est.st.dev	0.004	1.9	21	63



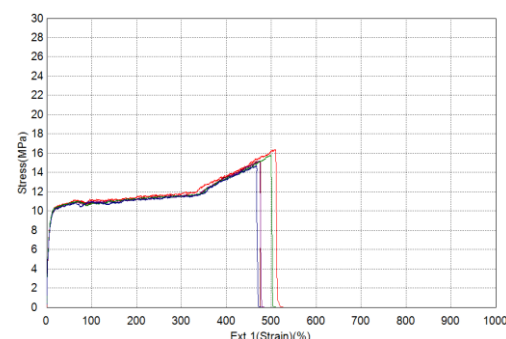
T7482-3, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.195	18.6	328	135
Specimen 2	0.201	18.6	337	157.6
Specimen 3	0.201	19.9	382	167.2
Specimen 4	0.193	18.8	337	125.8
Specimen 5	0.195	19.9	366	179
Average	0.197	19.2	350	153
Est.st.dev	0.004	0.7	23	22



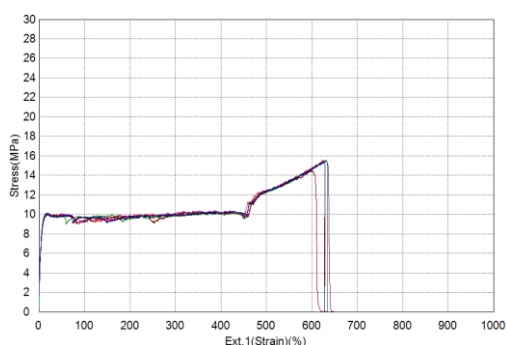
T7482-3, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.200	19.6	555	140.2
Specimen 2	0.199	18.1	686	134.4
Specimen 3	0.207	18.8	541	129.6
Specimen 4	0.207	18.6	544	106.7
Specimen 5	0.191	19.3	555	154.5
Average	0.201	18.9	576	133
Est.st.dev	0.007	0.6	62	17



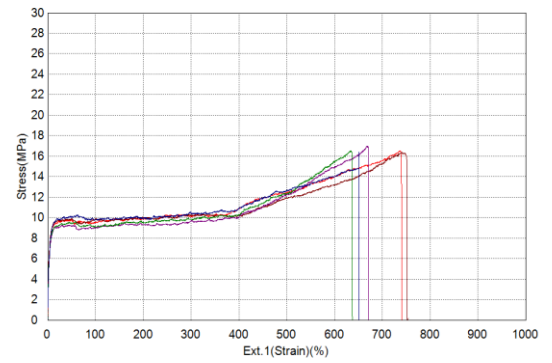
T7482-4, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.157	16.4	509	142.2
Specimen 2	0.178	15.2	475	92.0
Specimen 3	0.176	15.2	475	120.4
Specimen 4	0.164	15.8	498	112.8
Specimen 5	0.165	14.7	466	125.7
Average	0.168	15.4	485	119
Est.st.dev	0.009	0.7	18	18



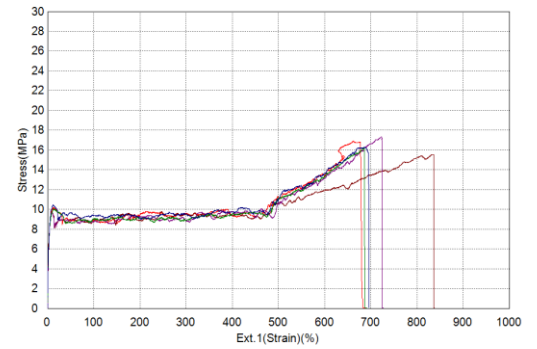
T7482-4, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.162	15.5	624	111.8
Specimen 2	0.162	14.4	600	128.8
Specimen 3	0.160	15.5	631	92.5
Specimen 4	0.165	15.5	633	118.1
Specimen 5	0.164	15.4	629	92.9
Average	0.163	15.3	623	109
Est.st.dev	0.002	0.5	14	16



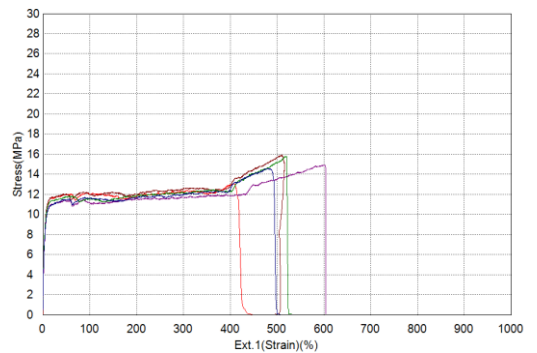
T7482-5, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.166	16.5	739	105.2
Specimen 2	0.172	16.4	741	94.3
Specimen 3	0.177	17.0	668	136.1
Specimen 4	0.175	16.5	634	106.4
Specimen 5	0.162	16.4	652	88.4
Average	0.170	16.6	687	106
Est.st.dev	0.006	0.3	50	18



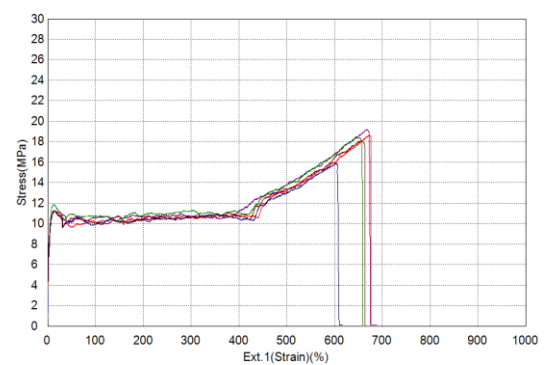
T7482-5, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.175	16.9	663	183.3
Specimen 2	0.169	15.5	834	153.2
Specimen 3	0.171	17.3	722	179.8
Specimen 4	0.170	16.2	685	165.5
Specimen 5	0.170	16.3	686	128.2
Average	0.171	16.4	718	162
Est.st.dev	0.002	0.7	68	22



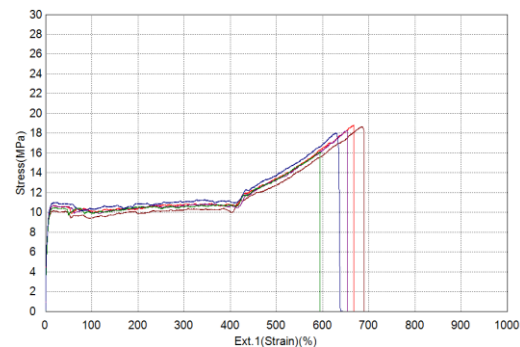
T7482-6, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.189	13.1	409	186.3
Specimen 2	0.209	15.9	511	261.9
Specimen 3	0.198	14.9	602	103.9
Specimen 4	0.213	15.8	519	162.4
Specimen 5	0.226	14.6	481	167.3
Average	0.207	14.9	504	176
Est.st.dev	0.014	1.1	70	57



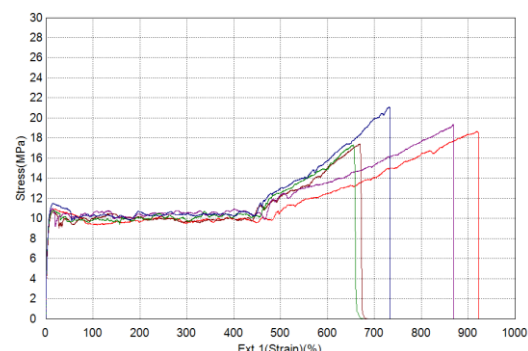
T7482-6, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.203	18.6	672	195.6
Specimen 2	0.204	18.1	651	156.4
Specimen 3	0.197	19.2	667	182.7
Specimen 4	0.202	18.4	649	130.0
Specimen 5	0.206	15.9	604	157.7
Average	0.202	18.0	649	165
Est.st.dev	0.003	1.3	27	25



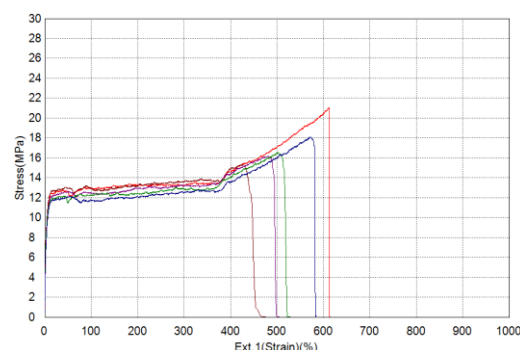
T7482-7, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.226	18.8	667	179.5
Specimen 2	0.230	18.6	685	140.6
Specimen 3	0.220	18.3	653	127.7
Specimen 4	0.226	16.1	594	158.4
Specimen 5	0.215	18.0	629	157.4
Average	0.223	18.0	646	153
Est.st.dev	0.006	1.1	35	20



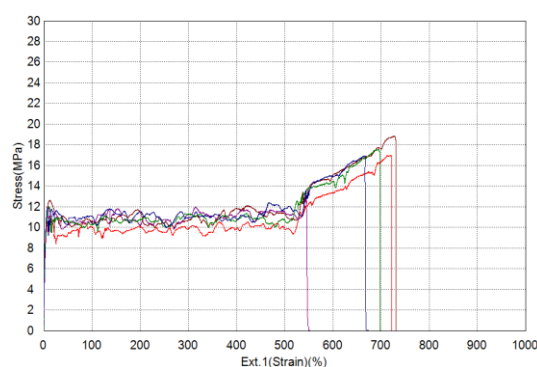
T7482-7, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.222	18.6	918	135.4
Specimen 2	0.222	17.4	669	114.3
Specimen 3	0.221	19.3	868	112.4
Specimen 4	0.214	17.3	656	152.0
Specimen 5	0.219	21.1	732	194.6
Average	0.220	18.7	769	142
Est.st.dev	0.003	1.6	118	34



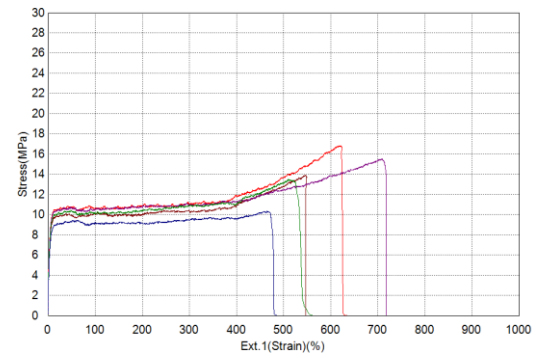
T7482-8, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.168	21	612	169.4
Specimen 2	0.167	15.3	426	196.7
Specimen 3	0.174	16.2	479	189.3
Specimen 4	0.169	16.6	502	147.6
Specimen 5	0.174	18.1	572	122.2
Average	0.170	17.4	518	165
Est.st.dev	0.003	2.2	74	31



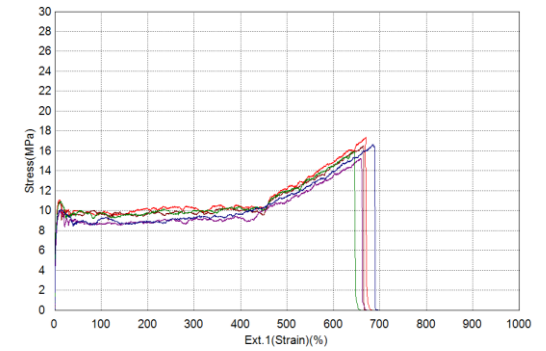
T7482-8, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.199	17.0	721	135.2
Specimen 2	0.208	18.9	727	129.9
Specimen 3	0.194	12.8	543	185.5
Specimen 4	0.189	17.5	695	154.7
Specimen 5	0.196	16.9	666	254.4
Average	0.197	16.6	670	172
Est.st.dev	0.007	2.3	75	51



T7482-9, MD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.129	16.8	622	162.1
Specimen 2	0.157	13.9	547	206.9
Specimen 3	0.134	15.6	710	231.4
Specimen 4	0.142	13.5	511	200.1
Specimen 5	0.159	10.3	466	152.2
Average	0.144	14.0	571	191
Est.st.dev	0.013	2.5	96	33



T7482-9, CD After aging	Specimen thickness, mm	Tensile Strength, MPa	Elongation @ break, %	Approx. Modulus, MPa
Specimen 1	0.150	17.4	670	217.8
Specimen 2	0.156	16.5	664	193.4
Specimen 3	0.150	15.2	659	148.5
Specimen 4	0.153	15.9	644	145.8
Specimen 5	0.150	16.6	685	196.6
Average	0.152	16.3	664	180
Est.st.dev	0.003	0.8	15	32



10.9 Rivestyrke på langs og tværs før accelereret ældning

Test report

Report no.:
F2005526R02



**DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE**

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

13 March 2018
Assignment no.: 2005526

Page 1 of 2
No. of encl.: 1
Init.: fhgs/eta
Cosign.: *DECR*

Customer: The project "levetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S

Contact person: Torben Valdbjørn Rasmussen

Samples: 9 types of plastic foils (more details on page 2)

Sampling: Foil samples were delivered via Jens Kromann Nielsen on 15 December 2017

Period: Testing was done 6-8 February 2018

Procedure: Tear resistance testing according to DS/EN 12310-1:1999 Flexible sheets for waterproofing - Part 1: Bitumen sheets for roof waterproofing - Determination of resistance to tearing (nail shank)

Result: See page 2

Storage: According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute

Remarks: None

Conditions: The test has been performed according to the conditions laid down by DANAK (The Danish Accreditation), cf. www.danak.dk, and the general terms and conditions of The Danish Technological Institute. The results from DTI's work in this report, i.e. analyses, assessments and instructions may only be used or reported in their entirety. The customer may not mention or refer to DTI or DTI's employees for advertising or marketing purposes unless the DTI has granted its written consent in each case

Place: Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology

Signature:

Frederik R Steenstrup
Scientific head of lab

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk




Test Reg. nr. 300

Samples

Test specimens were cut out of the foil both along the machine direction and across.

Test

Tear resistance

Test method

DS/EN 12310-1:1999 Flexible sheets for waterproofing - Part 1: Bitumen sheets for roof waterproofing - Determination of resistance to tearing (nail shank)

Equipment

32T01.12.1 Instron tensile testing machine equipped with 5 kN load cell

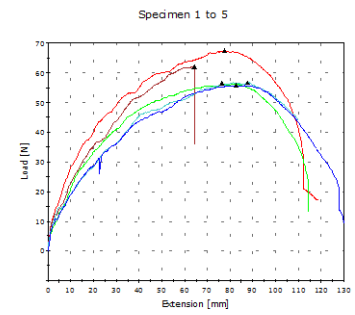
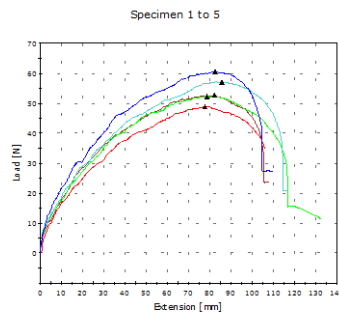
Test results

Following section 9.1 in EN 12310-1, the result table below displays the average of the max force recorded during testing rounded to the nearest 5 N. Enclosure 1 provides detailed values as well as the estimated standard deviation value.

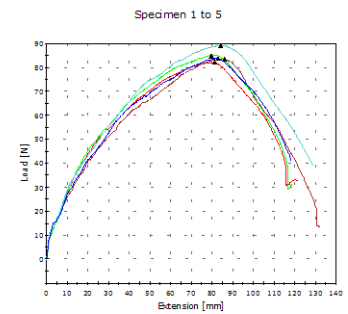
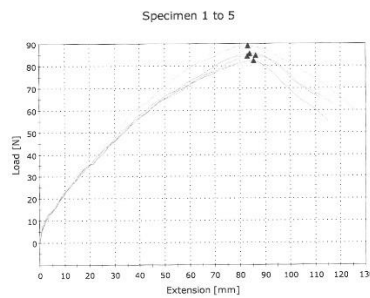
DTI Lab #	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
T7482-1	55	60
T7482-2	85	85
T7482-3	80	80
T7482-4	60	55
T7482-5	85	80
T7482-6	115	115
T7482-7	115	115
T7482-8	100	110
T7482-9	75	75

Detailed results

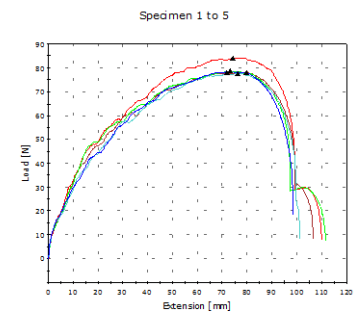
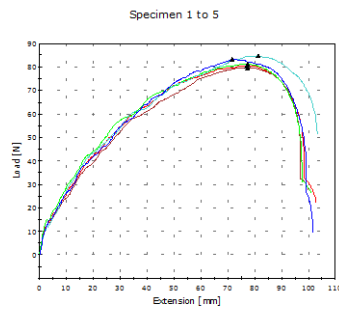
T7482-1	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	48.9	67.3
Specimen 2	52.7	62.0
Specimen 3	52.3	56.4
Specimen 4	57.1	56.7
Specimen 5	60.6	55.7
Average	54.3	59.6
Est.st.dev	4.6	5.0



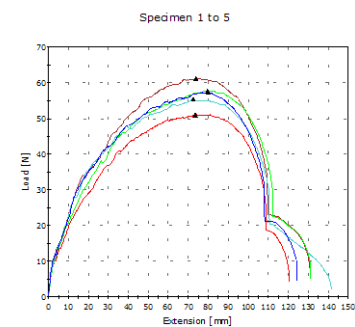
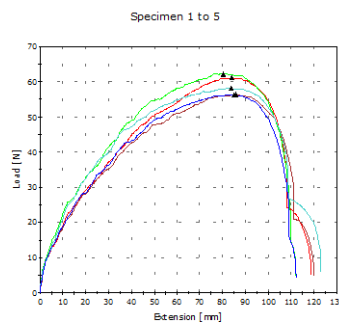
T7482-2	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	85.7	82.0
Specimen 2	82.4	83.5
Specimen 3	89.1	84.9
Specimen 4	84.4	89.2
Specimen 5	84.7	83.7
Average	85.2	84.7
Est.st.dev	2.5	2.7



T7482-3	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	80.4	84.1
Specimen 2	79.7	78.3
Specimen 3	81.2	78.7
Specimen 4	84.8	77.7
Specimen 5	83.3	78.2
Average	81.9	79.4
Est.st.dev	2.1	2.7

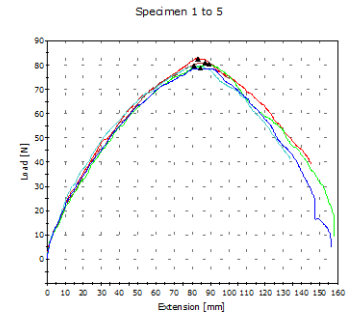
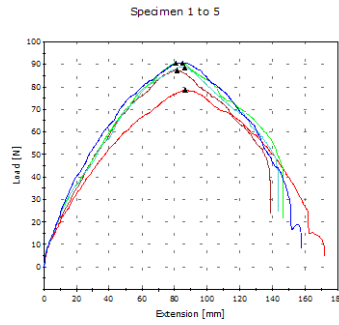


T7482-4	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	61.2	51.1
Specimen 2	56.4	61.2
Specimen 3	62.2	57.7
Specimen 4	58.1	55.5
Specimen 5	56.3	57.3
Average	58.8	56.6
Est.st.dev	2.7	3.7

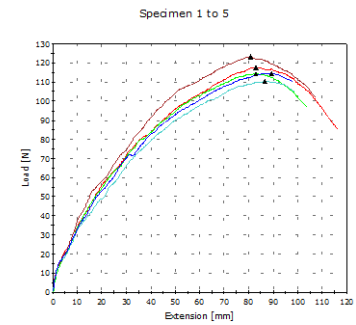
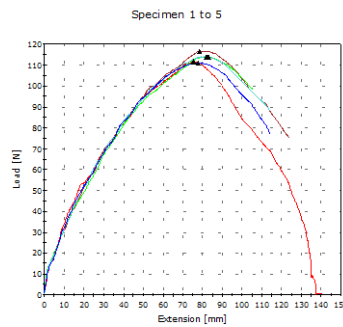


Detailed results

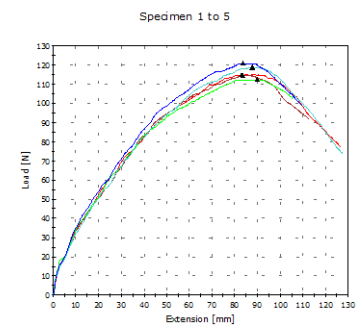
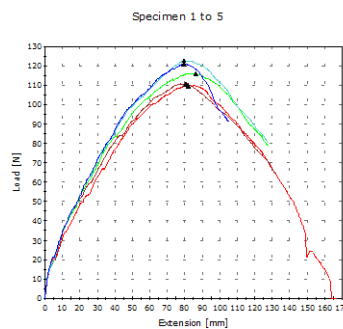
T7482-5	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	78.6	82.6
Specimen 2	87.4	80.9
Specimen 3	90.7	80.4
Specimen 4	88.7	79.8
Specimen 5	90.7	78.7
Average	87.2	80.5
Est.st.dev	5.0	1.5



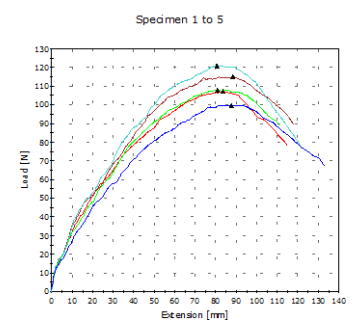
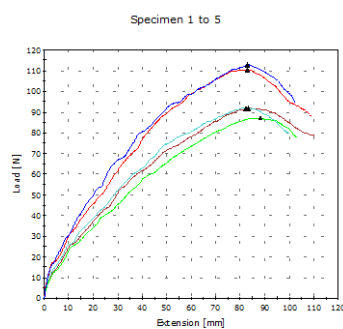
T7482-6	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	111.6	117.7
Specimen 2	116.7	123.1
Specimen 3	113.9	114.4
Specimen 4	114.0	110.4
Specimen 5	111.2	114.5
Average	113.5	116.0
Est.st.dev	2.2	4.7



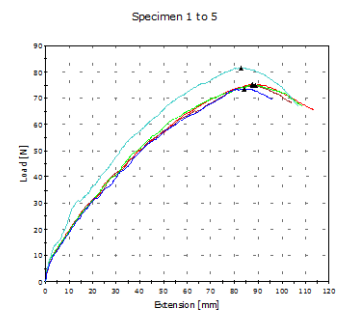
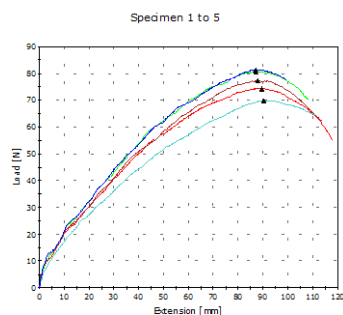
T7482-7	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	109.8	115.0
Specimen 2	110.9	114.8
Specimen 3	116.1	112.5
Specimen 4	122.7	118.8
Specimen 5	121.2	121.0
Average	116.2	116.4
Est.st.dev	5.9	3.4



T7482-8	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	110.4	107.1
Specimen 2	91.8	115.2
Specimen 3	87.1	107.9
Specimen 4	91.9	121.2
Specimen 5	112.7	100.0
Average	98.8	110.3
Est.st.dev	11.8	8.2



T7482-9	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	74.3	75.2
Specimen 2	77.3	74.7
Specimen 3	80.7	74.9
Specimen 4	69.9	81.5
Specimen 5	81.4	73.5
Average	76.7	76.0
Est.st.dev	4.8	3.2



10.10 Rivestyrke på langs og tværs efter accelereret ældning

Test report

REPORT NO.:
2005526-6



**DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE**

Gregersensvej
DK-2630 Taastrup
+45 72 20 20 00
Info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

22 November 2018
Page 1 of 2
No. of encl.: 1
Init.: fhgs/bbi
Cosign.: decr

Customer: The project "levetid af PE-folier"
Lead by Statens Byggeforskningsinstitut, SBI, AAU, Byggeteknik og Proces
A. C. Meyers Vænge 15
DK-2450 København S

Samples: Nine types of aged plastic foils (more details on page 2)

Sampling: The aged samples have been received here on 18 September 2018.

Period: The testing has been carried out from 29 to 31 October 2018.

Procedure: Tear resistance testing according to DS/EN 12310-1:1999 Flexible sheets for waterproofing - Part 1: Bitumen sheets for roof waterproofing - Determination of resistance to tearing (nail shank)

Test performed by: Deepa Chakkamadathil Ramachandran, Technical Consultant, M.Tech.

Result: See page 2

Storage: According to the general terms and conditions of The Danish Technological Institute

Remarks: None

Conditions: Accredited testing was carried out in compliance with international requirements (EN/ISO/IEC 17025:2005) and in compliance with Danish Technological Institute's General Terms and Conditions regarding Commissioned Work accepted by Danish Technological Institute. The test results apply to the tested products only. This report may be quoted in extract only if the laboratory has granted its written consent.
The customer may not mention or refer to Danish Technological Institute or Danish Technological Institute's employees for advertising or marketing purposes unless Danish Technological Institute has granted its written consent in each case.

Place: Danish Technological Institute, Taastrup, Plastics and Packaging Technology

Signature:

Frederik R Steenstrup
Team Manager

Mobil: +45 72 20 23 57
Mail: fhgs@teknologisk.dk



Test Reg. nr. 300

Test specimens were cut out of the foil both along the machine direction and across.

Test

Tear resistance

Test method

DS/EN 12310-1:1999 Flexible sheets for waterproofing - Part 1: Bitumen sheets for roof waterproofing - Determination of resistance to tearing (nail shank)

Test speed: 100 mm/min
Width of sample: 100 mm

Equipment

32T01.12.1 Instron tensile testing machine equipped with 5 kN load cell

Test results

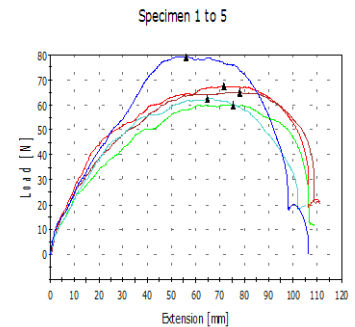
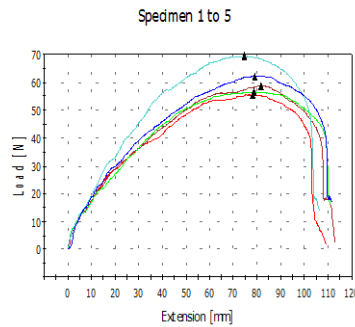
Following section 9.1 in EN 12310-1, the result table below displays the average of the max force recorded during testing rounded to the nearest 5 N. Enclosure 1 provides detailed values as well as the estimated standard deviation value.

Test conditions : 23°C / 50 % R.H

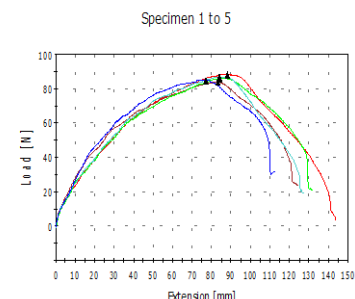
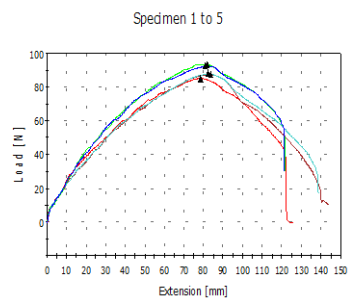
Results after aging		
DTI Lab #	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
T7482-1	60	65
T7482-2	90	85
T7482-3	90	80
T7482-4	60	60
T7482-5	90	90
T7482-6	115	115
T7482-7	130	130
T7482-8	115	125
T7482-9	85	80

Detailed results

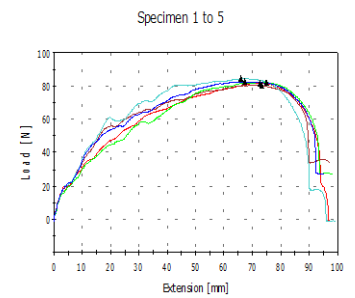
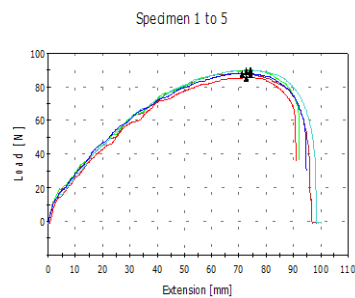
T7482-1 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	55,4	67,6
Specimen 2	58,8	65,1
Specimen 3	56,7	60,0
Specimen 4	69,6	62,6
Specimen 5	62,4	79,2
Average	60,6	66,9
Est.st.dev	5,7	7,4



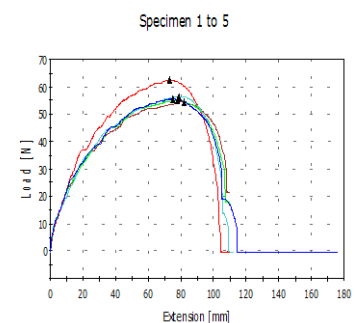
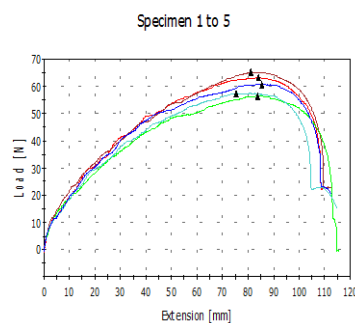
T7482-2 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	85,3	88,2
Specimen 2	87,6	84,2
Specimen 3	93,7	85,9
Specimen 4	88,0	86,9
Specimen 5	92,7	84,9
Average	89,5	86,0
Est.st.dev	3,6	1,6



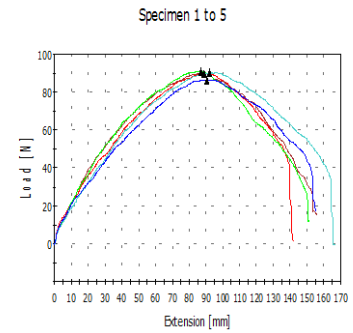
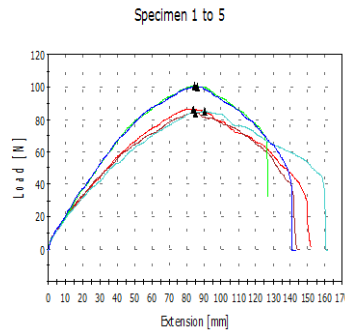
T7482-3 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	85,2	82,0
Specimen 2	87,9	80,6
Specimen 3	90,0	82,4
Specimen 4	89,6	84,6
Specimen 5	87,8	82,8
Average	88,1	82,5
Est.st.dev	1,9	1,5



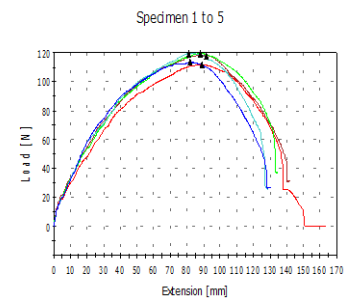
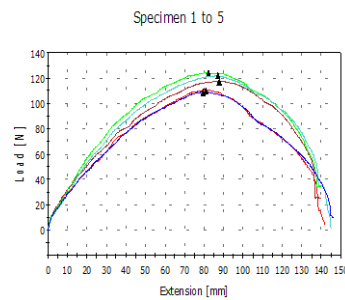
T7482-4 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	63,3	62,5
Specimen 2	65,2	54,6
Specimen 3	56,4	55,1
Specimen 4	57,4	56,4
Specimen 5	60,8	55,6
Average	60,6	56,8
Est.st.dev	3,7	3,2



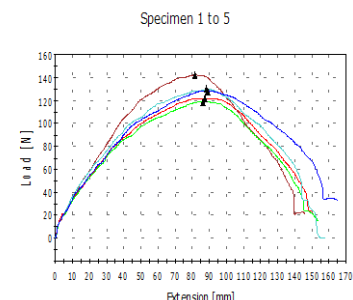
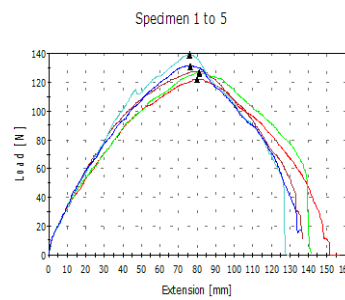
T7482-5 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	86,8	90,0
Specimen 2	84,1	90,3
Specimen 3	101,1	91,4
Specimen 4	85,0	90,6
Specimen 5	100,3	86,7
Average	91,5	89,8
Est.st.dev	8,5	1,8



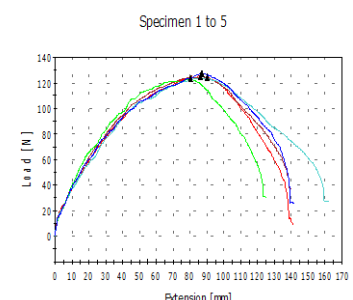
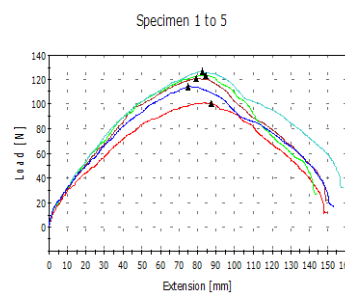
T7482-6 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	110,6	111,9
Specimen 2	117,5	117,9
Specimen 3	124,1	119,3
Specimen 4	121,7	119,5
Specimen 5	108,7	113,6
Average	116,5	116,4
Est.st.dev	6,8	3,4



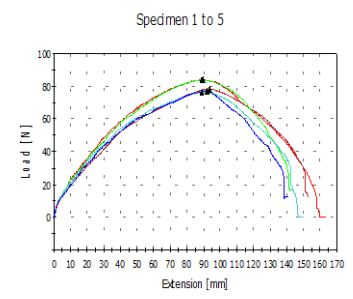
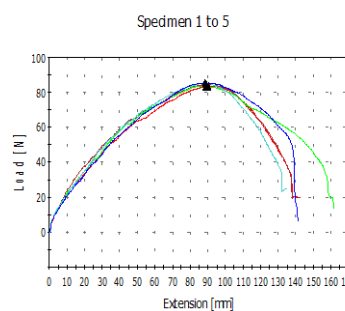
T7482-7 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	122,0	121,8
Specimen 2	127,3	142,1
Specimen 3	126,4	119,0
Specimen 4	139,1	130,0
Specimen 5	131,3	128,8
Average	129,2	128,4
Est.st.dev	6,4	9,0



T7482-8 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	100,8	125,5
Specimen 2	120,9	125,2
Specimen 3	123,3	123,6
Specimen 4	126,6	124,0
Specimen 5	114,1	127,2
Average	117,1	125,1
Est.st.dev	10,2	1,4



T7482-9 After aging	Max force MD, Newton	Max force CD, Newton
Specimen 1	83,6	84,0
Specimen 2	84,9	78,6
Specimen 3	83,6	84,0
Specimen 4	85,7	76,7
Specimen 5	85,6	77,4
Average	84,7	80,2
Est.st.dev	1,0	3,6



I forskningsrapporten – Materialeegenskaber, test af polyethylenmembraners egenskaber før og efter accelereret ældning – undersøges levetiden for dampspærre produceret af polyethylen (PE). Undersøgelsen omfatter dampspærre af ren PE og dampspærre produceret af regenereret PE samt kombinationer af ren og regenereret PE.

Der undersøges 9 forskellige dampspærre, tapede samlinger tilhørende de enkelte dampspærresystemer og samlinger klæbet med bånd af butyl.

Tidligere var det almindeligt, at dampspærre var fremstillet af ren PE, men i dag kan man finde et stigende antal dampspærre, som indeholder regenereret PE, eller en blanding af regenereret PE og ren PE, i handelen. Som en del af den øgede interesse for at fremme bæredygtighed i byggeriet, er det forventeligt, at en stigende andel af dampspærre fremstillet af regenereret PE eller en blanding af ren og regenereret PE, fremadrettet vil blive mere efterspurgt.

Undersøgelsen omfatter blandt andet de udvalgte dampspærres vanddampdiffusionsmodstand, rivestyrke, fladevægt og overfladespænding, og emnerne er undersøgt før og efter accelereret ældning. Accelereret ældning er udført i klimakammer. Ud fra ældningen er dampspærreernes levetid bestemt.

