

	PRÜF- UND ÜBERWACHUNGSBESTIMMUNGEN	HR 10.01 August 2018
		Revision 0

ROHRE AUS POLYETHYLEN, PE 100-(RC)Ox **MIT HOHER THERMO-OXIDATIVER BESTÄNDIGKEIT** **FÜR ANWENDUNGEN** **BEI HÖHEREN TEMPERATUREN** **UND LANGEN NUTZUNGSDAUERN** **– TECHNISCHE ANFORDERUNGEN UND PRÜFUNG**

Die Prüf- und Überwachungsbestimmungen HR 10.01 umfassen 25 Seiten.

Inhaltsverzeichnis:	Seite
1 Vorwort	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Allgemeines	7
3.1 Geltungsbereich	7
3.2 Bildung von Gruppen	8
3.3 Rohre	8
3.4 Werkstoff	8
4 Kennzeichnung	8
5 Anforderungen und Prüfungen	9
5.1 Werkstoff PE 100	9
5.1.1 Allgemein	9
5.1.2 Werkstoff und Klassifizierung	9
5.1.3 Dichte	9
5.1.4 Schmelze-Massefließrate (MFR)	9
5.1.5 Ruß-Dispersion	9
5.1.6 Rußgehalt	9
5.2 Werkstoff PE 100-Ox	10
5.2.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)	10
5.2.2 Wärmealterung mit Durchfluss	10
5.2.3 Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau	10
5.3 Werkstoff PE 100-RC	10
5.3.1 Allgemein	10
5.3.2 Standzeit im FNCT	10
5.3.3 Verstreckmodul	10
5.3.4 Standzeit im Punktlastversuch (am Vollwandrohr)	10
5.3.5 Kerbprüfung am Vollwandrohr	10
5.3.6 Wärmealterung mit Durchfluss	11
5.4 Werkstoff PE 100-RCOx	11
5.4.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)	11
5.4.2 Wärmealterung mit Durchfluss	11

5.4.3	Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau	11
5.5	Rohre aus PE 100	11
5.5.1	Beschaffenheit	11
5.5.2	Farbe	11
5.5.3	Geometrische Eigenschaften	11
5.5.4	Längsschrumpf	11
5.5.5	Zeitstand-Innendruckprüfung	12
5.5.6	Widerstand gegen langsames Risswachstum	12
5.5.7	Homogenität	12
5.5.8	Schmelze-Massefließrate (MFR)	12
5.5.9	Bruchdehnung	12
5.5.10	Hygienische und toxikologische Prüfung	13
5.6	Rohre aus PE 100-Ox	13
5.6.1	Oxidations-Induktionszeit (OIT)	13
5.6.2	Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau	13
5.7	Rohre aus PE 100-RC	13
5.7.1	Allgemein	13
5.7.2	Standzeit im FNCT	13
5.7.3	Verstreckmodul	14
5.7.4	Standzeit im Punktlastversuch	14
5.7.5	Penetrationsversuch	14
5.8	Rohre aus PE 100-RCOx	14
5.8.1	Oxidations-Induktionszeit (OIT)	14
5.8.2	Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau	14
6	Feststellung der Einhaltung der Anforderungen	14
7	Verwendete Abkürzungen	20
8	Erläuterungen	21
9	Anhang A	22
9.1	Prüfprogramm für Hochdruck-Autoklaven Tests an PE 100-(RC)Ox Werkstoffen	22
9.2	Hochdruck-Autoklavenprüfung an Rohren aus PE 100-RCOx oder PE 100-Ox	23
10	Literaturhinweise	25

1 Vorwort

Die Prüf- und Überwachungsbestimmung HR 10.01 definiert das Prüfungs-, Zulassungs- und Überwachungsverfahren für ROHRE AUS POLYETHYLEN mit hoher thermo-oxidativer Beständigkeit für Anwendungen bei höheren Temperaturen und langen Nutzungsdauern. Beispiele solcher Anwendungen sind Dränrohre im Basisabdichtungssystem, Dränrohre in Tunneln mit großen Überdeckungshöhen, Geothermie-Anwendungen, Kraftwerkstechnik, Mining (Bergbau), erdverlegte Kabelschutzrohre für Energieleitungen für erneuerbare Energien im Rahmen der „Energiewende“ und erdverlegte Rohre in heißen Klimazonen.

Diese Prüf- und Überwachungsbestimmung dient als Ergänzung zum bestehenden Normen- und Richtlinienwerk und gilt speziell für Rohre aus Polyethylen für Anwendungen bei höheren Temperaturen und langen Nutzungsdauern.

Die HR 10.01 legt Eigenschaften, Anforderungen und Prüfverfahren für Rohre aus PE 100-Ox bzw. PE 100-RCOx fest. Der Zusatz „Ox“ in der Bezeichnung steht für hohe thermo-oxidative Beständigkeit. Dabei werden weitergehende Anforderungen definiert, die über die Mindestanforderungen der einschlägigen Normen und Spezifikationen für Rohre aus PE 100 bzw. PE 100-RC hinausgehen. Insbesondere gilt dies neben der Rohstoffwahl für die Stabilisierung. Die Stabilisierung wird indirekt mit der Oxidations-Induktionszeit (OIT) geprüft.

Der Inhalt dieser HR ist die Grundlage für eine Zertifizierung von Rohren. Der Nachweis der Eignung wird mittels SKZ - Zeichen dokumentiert.

Falls der Umfang und die Häufigkeit der Prüfungen an Produkten, die durch Dritte zertifiziert sind, der HR 10.01 entsprechen, müssen diese nicht gesondert bzw. zusätzlich für eine Zertifizierung geprüft werden. Dieser Nachweis ist vom Antragsteller zu erbringen und wird von der Zertifizierungsstelle der SKZ-Testing GmbH geprüft und freigegeben.

Es darf keine Werbung mit dem SKZ - Zeichen betrieben werden, wenn nicht sicher gestellt ist, dass alle einzelnen Komponenten einer Gütesicherung unterliegen und durch die SKZ - Testing GmbH zertifiziert sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN CEN/TS 12201-7	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Wasserversorgung und für Entwässerungs- und Abwasserdruckleitungen - Polyethylen (PE) - Teil 7: Empfehlungen für die Beurteilung der Konformität (DIN SPEC 11557)
DIN EN 10204	Metallische Erzeugnisse - Arten von Prüfbescheinigungen
DIN EN 12201-1	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Wasserversorgung und für Entwässerungs- und Abwasserdruckleitungen - Polyethylen (PE) - Teil 1: Allgemeines
DIN EN 12201-2	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Wasserversorgung und für Entwässerungs- und Abwasserdruckleitungen - Polyethylen (PE) - Teil 2: Rohre
DIN EN 1555-1	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Gasversorgung - Polyethylen (PE) - Teil 1: Allgemeines
DIN EN 1555-2	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Gasversorgung - Polyethylen (PE) - Teil 2: Rohre
DIN EN 1555-3	Kunststoff-Rohrleitungssysteme für die Gasversorgung - Polyethylen (PE) - Teil 3: Formstücke
DIN EN ISO 1133-1	Kunststoffe - Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten - Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren
DIN EN ISO 11357-6	Kunststoffe - Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC) - Teil 6: Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT) und Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT)
DIN EN ISO 11358-1	Kunststoffe - Thermogravimetrie (TG) von Polymeren – Teil 1: Allgemeine Grundsätze
DIN EN ISO 1167-1	Rohre, Formstücke und Bauteilkombinationen aus thermoplastischen Kunststoffen für den Transport von Flüssigkeiten - Be-

	stimmung der Widerstandsfähigkeit gegen inneren Überdruck - Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren
DIN EN ISO 1167-2	Rohre, Formstücke und Bauteilkombinationen aus thermoplastischen Kunststoffen für den Transport von Flüssigkeiten - Bestimmung der Widerstandsfähigkeit gegen inneren Überdruck - Teil 2: Vorbereitung der Rohr-Probekörper
DIN EN ISO 1183-1	Kunststoffe - Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen - Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren mit Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren
DIN EN ISO 12162	Thermoplastische Werkstoffe für Rohre und Formstücke für Anwendungen unter Druck - Klassifizierung, Werkstoffkennzeichnung und Gesamtbetriebs-(berechnungs-)Koeffizient
DIN EN ISO 13438:2005-02	Geotextilien und geotextilverwandte Produkte - Auswahlprüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsbeständigkeit
DIN EN ISO 13479	Rohre aus Polyolefinen für den Transport von Fluiden - Bestimmung des Widerstandes gegen Rissfortpflanzung - Prüfverfahren für langsames Risswachstum an gekerbten Rohren (Kerbprüfung)
DIN EN ISO 2505	Rohre aus Thermoplasten - Längsschrumpf - Prüfverfahren und Kennwerte
DIN EN ISO 3126	Kunststoff-Rohrleitungssysteme - Rohrleitungsteile aus Kunststoffen - Bestimmung der Maße
DIN EN ISO 6259-1	Rohre aus Thermoplasten - Bestimmung der Eigenschaften im Zugversuch - Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren
DIN EN ISO 6259-3	Rohre aus Thermoplasten - Bestimmung der Eigenschaften im Zugversuch - Teil 3: Polyolefin-Rohre
DIN EN ISO 9080	Kunststoff-Rohrleitungs- und Schutzrohrsysteme - Bestimmung des Zeitstand-Innendruckverhaltens von thermoplastischen Rohrwerkstoffen durch Extrapolation
DIN EN ISO/IEC 17020	Konformitätsbewertung - Anforderungen an den Betrieb verschiedener Typen von Stellen, die Inspektionen durchführen

DIN EN ISO/IEC 17025	Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien
ISO 16770	Kunststoffe - Bestimmung der Spannungsrissbeständigkeit von Polyethylen unter Medieneinfluss (ESC) - Kriechversuch an Probekörpern mit umlaufender Kerbe (FNCT)
ISO 18488	Rohre aus Polyethylen - Widerstand gegen langsames Risswachstum - Prüfung des Kaltverfestigungsindex
ISO 18553 AMD 1	Verfahren zur Bewertung des Grades der Pigment- oder Rußverteilung in Rohren, Formstücken und Formmassen aus Polyolefinen; Änderung 1
KRV-Werkstofflisten	Zugelassene PE-Werkstofftypen für Druckrohre und Formstücke http://www.krv.de/home/zertifizierung/krv-werkstofflisten.html
PAS 1075	Rohre aus Polyethylen für alternative Verlegetechniken - Abmessungen, technische Anforderungen und Prüfung
Arbeitsblatt W 270	Prüfverfahren zur Bestimmung des mikrobiellen Wachstums auf nicht-metallenen Werkstoffen im Kontakt mit Trinkwasser, Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches e.V. (DVGW)
DIN EN 16421	Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen Gebrauch - Vermehrung von Mikroorganismen
KTW-Leitlinie	Leitlinie zur hygienischen Beurteilung von organischen Materialien im Kontakt mit Trinkwasser, Umweltbundesamt (UBA)

3 Allgemeines

3.1 Geltungsbereich

Diese Bestimmungen gelten für Rohre aus Polyethylen PE 100-Ox bzw. PE 100-RCOx. Die Rohre sind einsetzbar für den Transport von flüssigen Medien. Für Rohre gilt eine Dauerbetriebstemperatur von 40°C. Es gelten die Festlegungen im Anhang A der DIN EN 12201-1. Im Hinblick auf den jeweiligen Einsatzbereich ist die Beständigkeit des eingesetzten Werkstoffes, gegenüber dem zu transportierenden Medium, zu überprüfen. Für den Einsatz im Trinkwasserbereich ist ein Nachweis der Eignung durch den Rohstoffhersteller bzw. dem Rohrhersteller zu erbringen.

3.2 Bildung von Gruppen

Für Rohre aus Polyethylen PE 100-Ox bzw. PE 100-RCOx gelten die Abmessungsgruppen, nach DIN CEN/TS 12201-7.

3.3 Rohre

Für den Einsatz im allgemeinen Druckrohrbereich sind die Anforderungen der DIN EN 12201-2 maßgebend.

3.4 Werkstoff

Der Werkstoff ist ein PE 100-Ox bzw. PE 100-RCOx. Er entspricht der Klassifizierung nach DIN EN ISO 12162 und den Zusatzanforderungen der HR 10.01. Die Grundanforderungen aus DIN EN 12201-1 müssen erfüllt werden.

Ein Werkstoff gilt als PE 100, wenn er in den aktuellen KRV-Werkstofflisten (<http://www.krv.de/home/zertifizierung/krv-werkstofflisten.html>) geführt wird, oder die Eignung als PE 100 durch entsprechende Prüfberichte nach DIN CEN/TS 12201-7, Tabelle 3, nachgewiesen wird.

Zusätzlich sind die Anforderungen an die Werkstoffe aus PE 100-RC nach PAS 1075 nachzuweisen.

Werkstoffe unkontrollierter Zusammensetzung dürfen nicht verwendet werden.

Umlaufmaterial, aufbereitet aus nicht ausgelieferten ungebrauchten Rohren und Formteilen sowie dem Verschnitt aus der eigenen Rohrproduktion, im gleichen Herstellwerk, in dem er angefallen ist, darf verwendet werden.

Die Rückverfolgbarkeit der eingesetzten Werkstoffe muss von jeder Produktionscharge sichergestellt sein.

4 Kennzeichnung

Nach positivem Abschluss der Prüfungen nach den Abschnitten 4, 5 und 6 und der Verleihung des SKZ-Zeichens, müssen die Rohre mindestens mit den in Tabelle 1 gelisteten Daten dauerhaft gekennzeichnet werden. Das Herstellerzeichen und das Produktionsdatum können verschlüsselt sein, müssen aber in unverschlüsselter Form bei der Zertifizierungsstelle hinterlegt sein. Die Kennzeichnung der Rohre ist fortlaufend mindestens

einmal pro Meter zu führen. Weitere Informationen dürfen in Eigenverantwortung des Herstellers auf dem Rohr und den Verpackungen angebracht werden.

Tabelle 1: Kennzeichnung der Rohre

Angaben	Beispiel
Herstellerzeichen ¹	XY
SKZ-Zeichen	SKZ A ...
Werkstoff	PE 100-RCOx
Produktionsdatum	23.07.18
Dimension	355 x 32,2
SDR-Wert oder Rohrreihe S	SDR 11
Maschine	Ma8

¹ Bei mehreren Produktionsorten sind diese namentlich mittels Kurzzeichen oder in verschlüsselter Form zu nennen

5 Anforderungen und Prüfungen

5.1 Werkstoff PE 100

5.1.1 Allgemein

Die Anforderungen 5.1.2 bis 5.1.6 können durch bestehende Werkstoffzulassungen nachgewiesen werden.

5.1.2 Werkstoff und Klassifizierung

Anforderung: Werkstoffe nach DIN EN 12201-1 in Verbindung mit DIN EN ISO 9080

Nachweis: Prüfberichte, die nicht älter als 5 Jahre sind
bzw. aktuelle KRV-Werkstofflistung

5.1.3 Dichte

Anforderung: $\geq 945 \text{ kg/m}^3$

Prüfung: DIN EN ISO 1183-1

5.1.4 Schmelze-Massefließrate (MFR)

Anforderung: (0,15 bis 1,5) g/10 min bei Prüftemperatur 190 °C und Nennlast 5 kg

Prüfung: Nachweis vom Werkstoffhersteller durch Abnahmeprüfzeugnis (APZ) 3.1 nach DIN EN 10204, Abs.4.1, bzw. nach DIN EN ISO 1133-1

5.1.5 Ruß-Dispersion

Anforderung: $\leq$ Grad 3, Dispersionsklasse A1, A2, A3, B

Prüfung: ISO 18553

5.1.6 Rußgehalt

Anforderung: (1,8 bis 2,5)%

Prüfung: DIN EN ISO 11358-1

5.2 Werkstoff PE 100-Ox

5.2.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Anforderung: ≥ 40 min bei 210 °C

Prüfung: Nachweis durch APZ DIN EN 10204-3.1 bzw. nach DIN EN ISO 11357-6

5.2.2 Wärmealterung mit Durchfluss

Anforderung: > 8760 h ohne Bruch

Prüfung: nach PAS 1075

Testrohre: D32 SDR11

Temperatur: 90 °C

Überdruck: 1,0 bar

Strömungsgeschwindigkeit: $(1 \pm 0,2)$ m/s

Medium: Trinkwasser (O_2 -Gehalt: 6...9 mg/l)

Mediumwechsel: wöchentlich

5.2.3 Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau

Anforderung: ≥ 100 Jahre bei 40 °C Dauertemperatur

Prüfung: Hochdruck-Autoklavenversuche am Werkstoff nach Anhang A

5.3 Werkstoff PE 100-RC

5.3.1 Allgemein

Die Anforderungen 5.3.2 bis 5.3.6 können durch bestehende Werkstoffzulassungen nach PAS 1075 nachgewiesen werden.

5.3.2 Standzeit im FNCT

Anforderung: ≥ 8760 h

PAS 1075

Abs. 4.2.1, Lfd. Nr. 1 (Zulassungsprüfung), Abs. 4.2.2, Lfd. Nr. 1 (WPK)

Prüfung: ISO 16770 (80°C, 4 MPa, 2% Arkopal N-100)

5.3.3 Verstreckmodul

(alternativ zu 5.3.2 Standzeit im FNCT)

Anforderung: ≥ 50 MPa

Prüfung: Nachweis durch APZ DIN EN 10204-3.1 bzw. nach ISO 18488

5.3.4 Standzeit im Punktlastversuch (am Vollwandrohr)

Anforderung: ≥ 8760 h (PAS 1075,

Abs. 4.2.1, Lfd. Nr. 2 (Zulassungsprüfung), 4.2.2, Lfd. Nr. 2 (FÜ))

Prüfung: PAS 1075 (80°C, 4 MPa, 2% Arkopal N-100)

5.3.5 Kerbprüfung am Vollwandrohr

Anforderung: ≥ 8760 h (PAS 1075,

Abs. 4.2.1, Lfd. Nr. 4 (Zulassungsprüfung), 4.2.2, Lfd. Nr. 3 (FÜ))

Prüfung: DIN EN ISO 13479

5.3.6 Wärmealterung mit Durchfluss

Anforderung: > 100 Jahre bei 20 °C ohne Bruch (mit Arrheniusansatz)
Prüfung: nach PAS 1075
Testrohre: D32 SDR11
Temperaturen: 80 °C, 90 °C, 100 °C, 110 °C
Überdruck: 1,0 bar
Strömungsgeschwindigkeit: $(1 \pm 0,2)$ m/s
Medium: Trinkwasser (O_2 -Gehalt: 6...9 mg/l)
Mediumwechsel: wöchentlich

5.4 Werkstoff PE 100-RCOx

5.4.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Anforderung: ≥ 40 min bei 210 °C
Prüfung: Nachweis durch APZ DIN EN 10204-3.1 bzw. nach DIN EN ISO 11357-6

5.4.2 Wärmealterung mit Durchfluss

Anforderung: > 8760 h ohne Bruch
Prüfung: nach PAS 1075
Testrohre: D32 SDR11
Temperatur: 90 °C
Überdruck: 1,0 bar
Strömungsgeschwindigkeit: $(1 \pm 0,2)$ m/s
Medium: Trinkwasser (O_2 -Gehalt: 6...9 mg/l)
Mediumwechsel: wöchentlich

5.4.3 Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau

Anforderung: ≥ 100 Jahre bei 40 °C Dauertemperatur
Prüfung: Hochdruck-Autoklavenversuche am Werkstoff nach Anhang A

5.5 Rohre aus PE 100

5.5.1 Beschaffenheit

Anforderung: DIN EN 12201-2, Abs. 5.1
Prüfung: Inaugenscheinnahme

5.5.2 Farbe

Anforderung: DIN EN 12201-2, Abs. 5.2
Prüfung: Inaugenscheinnahme

5.5.3 Geometrische Eigenschaften

Anforderung: DIN EN 12201-2, Abs. 6
Prüfung: DIN EN ISO 3126

5.5.4 Längsschrumpf

Anforderung: DIN EN 12201-2, Abs. 8.2 - Tab. 5
Prüfung: DIN EN ISO 2505

5.5.5 Zeitstand-Innendruckprüfung

Anforderung: Tabelle 2

Prüfung: DIN EN ISO 1167-1
DIN EN ISO 1167-2

Tabelle 2: erforderliche Zeitstand-Innendruckfestigkeit

Bedingung	Temperatur [°C]	Dauer [h]	Spannung [N/mm ²]
A	20	100	12,4
B	80	165	5,4
C	80	1000	5,0

5.5.6 Widerstand gegen langsames Risswachstum

Anforderung: 80°C, 9,2 bar, 500 h (DIN EN 12201-1, Abs. 4.4.2)

Prüfung: DIN EN ISO 13479

5.5.7 Homogenität

Verfahren A:

Anforderung: Inhomogenität in der Querschnittsfläche muss $\leq 0,02 \text{ mm}^2$ sein.

Prüfung: Aus drei Probekörpern (Rohrabschnitte einer Lieferung, die bereits dem Zeitstand-Innendruckversuch bei 80 °C unterworfen waren) wird mindestens je ein Mikrotom-Schnitt von ca. 10 µm Dicke quer zur Rohrachse entnommen.

Bei 75-facher bis 100-facher Vergrößerung werden die Mikrotom-Schnitte auf Größe und Art möglicher Fehlstellen untersucht, wobei die untersuchte Gesamtfläche mindestens 100 mm² beträgt.

Verfahren B:

Anforderung: Pigmentdispersionen $\leq$ Grad 3

Erscheinungsbild nach Annex B: Bild A1, A2, A3 oder B
ab Bild C ist das Erscheinungsbild negativ zu beurteilen

Prüfung: ISO 18553

5.5.8 Schmelze-Massefließrate (MFR)

Anforderung: Durch die Verarbeitung des Werkstoffes zum Rohr darf sich der MFR-Wert max. um $\pm 20\%$ vom Eingangswert des Granulates ändern. Weicht dieser Wert um mehr als $\pm 20\%$ ab, ist der MFR des zugehörigen Granulats nochmals mit dem Wert der jeweiligen Rohr-Produktion zu prüfen. Wird wiederholt eine Abweichung festgestellt, ist diese Produktionscharge zu verwerfen.

Prüfung: DIN EN ISO 1133-1

5.5.9 Bruchdehnung

Anforderung: DIN EN 12201-2, Tabelle 3

Prüfung: DIN EN ISO 6259-1, -3

5.5.10 Hygienische und toxikologische Prüfung

Anforderung: Rohre die für den Trinkwasserbereich in der Bundesrepublik Deutschland in den Handel gebracht werden, müssen in hygienischer und toxikologischer Hinsicht den Bestimmungen des deutschen Bundesgesundheitsamtes entsprechen. Hier gilt die KTW-Leitlinie zur hygienischen Beurteilung von organischen Materialien im Kontakt mit Trinkwasser des Umweltbundesamtes (UBA).

Werden Rohre in Ländern außerhalb der Bundesrepublik Deutschland in den Handel gebracht, entscheidet die jeweilige Länderbehörde welche Anforderungen hinsichtlich der hygienischen und toxikologischen Eignung gestellt werden.

Dieser Nachweis ist im jeweiligen Anwendungsfall eine Leistung die der Hersteller zu erbringen hat.

Prüfung: Die Prüfung erfolgt nach den jeweils gültigen Richtlinien, DIN EN 16421 und KTW-Leitlinie des UBA bei 20 °C oder 60 °C.
Außerhalb der Bundesrepublik Deutschland müssen die landesspezifischen Vorschriften eingehalten werden.

5.6 Rohre aus PE 100-Ox

5.6.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Anforderung: ≥ 40 min bei 210 °C

Prüfung: DIN EN ISO 11357-6

5.6.2 Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau

Anforderung: ≥ 100 Jahre bei 40 °C Dauertemperatur

Prüfung: Hochdruck-Autoklavenversuche am Rohr nach Anhang A

5.7 Rohre aus PE 100-RC

5.7.1 Allgemein

Die Anforderungen 5.7.2 bis 5.7.5 können durch bestehende Zertifizierungen nach PAS 1075 nachgewiesen werden.

5.7.2 Standzeit im FNCT

Anforderung: ≥ 3300 h (PAS 1075,
Abs. 4.2.3, Lfd. Nr 1 (Zulassungsprüfung),
4.2.4, Lfd. Nr 1 (Wiederholungsprüfung))

Prüfung: ISO 16770 (80°C, 4 MPa, 2% Arkopal N-100)
alternativ: 2NCT (PAS 1075, Anhang A2)
in Produktionsrichtung
oder in einem beschleunigten korrelierten Verfahren

5.7.3 Verstreckmodul

(alternativ zu 5.7.2 Standzeit im FNCT)

Anforderung: ≥ 50 MPa (-10%)

Prüfung: ISO 18488
in Produktionsrichtung

5.7.4 Standzeit im Punktlastversuch

Anforderung: ≥ 8760 h (PAS 1075,
Abs. 4.2.3, Lfd. Nr 2 (Zulassungsprüfung),
4.2.4, Lfd. Nr 2 (Wiederholungsprüfung))
Prüfung: PAS 1075 (80°C, 4 MPa, 2% Arkopal N-100)
Rohrdimension: DN 110 SDR 11

5.7.5 Penetrationsversuch

Anforderung: $\geq 50\%$ Restwanddicke (PAS 1075,
Abs. 4.2.3, Lfd. Nr. 3 (Zulassungsprüfung))
Prüfung: PAS 1075, Anhang A4 (9000 h)

5.8 Rohre aus PE 100-RCOx

5.8.1 Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Anforderung: ≥ 40 min bei 210 °C
Prüfung: DIN EN ISO 11357-6

5.8.2 Beständigkeit gegen thermo-oxidativen Abbau

Anforderung: ≥ 100 Jahre bei 40 °C Dauertemperatur
Prüfung: Hochdruck-Autoklavenversuche am Rohr nach Anhang A

6 Feststellung der Einhaltung der Anforderungen

Die Einhaltung der in Abs. 3, 4 oder 5 geforderten Eigenschaften wird durch eine Erst-Typprüfung eines nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Prüflabors festgestellt.

Für zugelassene PE 100 bzw. PE 100-RC Werkstoffe müssen lediglich die erhöhten Anforderungen an die Oxidationsbeständigkeit zusätzlich nachgewiesen werden.

Für Rohre ist diese an mindestens zwei Dimensionen nachzuweisen.

Des Weiteren wird die fortlaufende Einhaltung der Anforderungen nach positivem Abschluss der Erst-Typprüfung (ITT) durch eine Überwachung, bestehend aus Eigen- und Fremdüberwachung (bzw. Inspektion), gesichert.

Die Durchführung der Eigen- oder Fremdüberwachung erfolgt nach den Bedingungen zur Führung des SKZ - Zeichens Blatt A 01.

Die Fremdüberwachung bzw. Inspektion wird von einer nach DIN EN ISO/IEC 17020 akkreditierten Inspektionsstelle durchgeführt. Prüfungen erfolgen in einem für die jeweiligen Prüfungen nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Prüflabor.

Bei Veränderungen der Rohrkonstruktion, bzw. wegen einer neuen oder zusätzlichen Produktionsstätte sind ggf. Ergänzungs-, Konformitäts-, oder erneute Erst-Typprüfungen erforderlich.

Zu berücksichtigen sind die in den folgenden Tabellen angegebenen Prüfungen oder Häufigkeiten.

Tabelle A-1: Erst-Typprüfungen (ITT), werkseigene Produktionskontrolle (WPK) und Fremdüberwachung (AT) des Werkstoffs PE 100-(RC)Ox

Eigenschaften	HR 10.01 Abschnitt	Erst-Typprüfung (ITT) Häufigkeit je Werkstoffrezeptur	Eigenüberwachung (PVT, BRT) Häufigkeit je Extruder, Dimension und Werkstoffrezeptur	Fremdüberwachung (AT) Durchführung / Prüfungsumfang
Prüfungen am Werkstoff				
Dichte	5.1.3	X	Abnahmeprüfzeugnisses 3.1 bei jeder Lieferung	mind. 2x jährlich
Schmelze-Massefließrate (MFR)	5.1.4	X	bei jeder Rohstofflieferung	Kontrolle der Aufzeichnungen
Oxidations-Induktionszeit (OIT)	5.2.1 / 5.4.1	X	Abnahmeprüfzeugnisses 3.1 bei jeder Lieferung	mind. 2x jährlich
Ruß-Dispersion	5.1.5	X		
Rußgehalt	5.1.6	X		
Standzeit (FNCT)	5.3.2	X		
Verstreckmodul (SHT)	5.3.3	X	alternativ zu 5.3.2	mind. 2x jährlich
Standzeit (Punktlastversuch)	5.3.4	X	---	ALLE 3 JAHRE
Standzeit (Wärmealterung)	5.2.2 / 5.4.2	X	---	---
Standzeit (Kerbprüfung)	5.3.5	X	---	ALLE 3 JAHRE
Standzeit (Thermo-oxidative Alterung)	5.2.3 / 5.4.3	X	---	mind. 2x jährlich

Tabelle A-2: Erst-Typprüfungen (ITT), werkseigene Produktionskontrolle (WPK) und Fremdüberwachung (AT) der Rohre PE 100-(RC)Ox

Eigenschaften	HR 10.01 Abschnitt	Erst-Typprüfung (ITT) Häufigkeit je Werkstoffrezeptur	Eigenüberwachung (PVT, BRT) Häufigkeit je Extruder, Dimension und Werkstoffrezeptur	Fremdüberwachung (AT) Durchführung / Prüfungsumfang
Prüfungen am Rohr				
Kennzeichnung	4	X	kontinuierlich mit täglicher Aufzeichnung	mind. 2x jährlich je Abmessungsgruppe
Beschaffenheit	5.5.1	X	kontinuierlich, mit Aufzeichnung alle 4 Stunden	
Farbe	5.5.2	X	bei jedem Produktions-Start oder kontinuierlich, mit Aufzeichnung alle 4 Stunden	
Geometrische Eigenschaften	5.5.3	X	fortlaufend, mit Aufzeichnung mind. je Fertigungseinheit	
Längsschrumpf	5.5.4	X	1x pro Woche	
Oxidations-Induktionszeit (OIT)	5.6.1 / 5.8.1	X	---	mind. 2x jährlich je Abmessungsgruppe
Zeitstand-Innendruckprüfung	5.5.5	Bedingung A, B und C	Bedingung A: 1 x pro Woche, Bedingung B: Folgeprüfung im Falle von Ver- formungsbrüchen nach Bedingung A	mind. 2x jährlich nach Bedingung C je Abmessungsgruppe
Widerstand gegen langsames Risswachstum	5.5.6	X	---	---
Homogenität	5.5.7	Verfahren B	1x Woche und Maschine Verf. A	mind. 2x jährlich je Abmessungsgruppe Verf. B
Schmelze-Massefließrate (MFR)	5.5.8	X	bei jedem Anfahren des Extruders oder jeder Produktionscharge	mind. 2x jährlich je Abmessungsgruppe
Bruchdehnung	5.5.9	X	---	---
Standzeit (FNCT)	5.7.2	X	X	---
Verstreckmodul (SHT)	5.7.3	X	alternativ zu 5.6.2	mind. 2x jährlich je Abmessungsgruppe
Standzeit (Punktlastversuch)	5.7.4	X	Fertigungsgruppe 1 und 2 jährlich, Fertigungsgruppe 3, alle 3 Jahre	---
Restdicke (Penetrationsversuch)	5.7.5	X	---	---
Standzeit (Thermo-oxidative Alterung)	5.6.2 / 5.8.2	X	---	mind. 1 x jährlich

Tabelle B-1: Typprüfung (TT) am Werkstoff PE 100-(RC)Ox nach Veränderungen der Werkstoffrezeptur

Eigenschaften	HR 10.01 Abschnitt	Prüfung ist durchzuführen bei		Durchführung / Prüfungsumfang
		Änderung des Polymers ¹	Änderung der Additive ²	
Prüfungen am Werkstoff				
Dichte	5.1.3	X	X	eine Bewertung je Rezeptur
Schmelze-Massefließrate (MFR)	5.1.4	X	X	
Oxidations-Induktionszeit (OIT)	5.2.1 / 5.4.1	X	X	
Ruß-Dispersion	5.1.5	X	X	
Rußgehalt	5.1.6	X	X	
Standzeit (FNCT)	5.3.2	X	X	
Verstreckmodul (SHT)	5.3.3	X	X	
Standzeit (Punktlastversuch)	5.3.4	X	X	
Standzeit (Wärmealterung)	5.2.2 / 5.4.2	X	X	
Standzeit (Kerbprüfung)	5.3.5	X	X	
Standzeit (Thermo-oxidative Alterung)	5.2.3 / 5.4.3	X	X	
Werkstoffzusammensetzung		X	X	Vorlage eines Abnahmeprüfzeugnisses 3.1 nach DIN EN 10204

¹ Wechsel des Rohstoffherstellers, Änderung des Polymerisationsverfahrens, Änderung der chemischen Eigenschaften des Polymers

² Veränderung eines Additivanteils (z.B. Pigmente, Antioxidantien) um mehr als 30 Gew.-%, Änderung der chemischen Eigenschaften oder Additivart

Tabelle B-2: Typprüfung (TT) am Rohr PE 100-(RC)Ox nach Veränderungen der Werkstoffrezeptur

Eigenschaften	HR 10.01 Abschnitt	Prüfung ist durchzuführen bei		Durchführung / Prüfungsumfang
		Änderung des Polymers ¹	Änderung der Additive ²	
Prüfungen am Rohr ³⁾				
Beschaffenheit	5.5.1	X	X	eine Dimension je Rezeptur je Abmessungsgruppe
Farbe	5.5.2	X	X	
Geometrische Eigenschaften	5.5.3	X	X	
Veränderung nach Wärmebehandlung	5.5.4	X	X	
Oxidations-Induktionszeit (OIT)	5.6.1 / 5.8.1	X	X	
Zeitstand-Innendruckprüfung	5.5.5	Bedingung A, B und C	Bedingung A, B und C	je eine Dimension nach Bedingung B und nach Bedingung C, je Abmessungsgruppe
Widerstand gegen langsames Risswachstum	5.5.6	X	X	eine Dimension je Rezeptur je Abmessungsgruppe
Homogenität	5.5.7	Verfahren B	Verfahren B	
Schmelze-Massefließrate (MFR)	5.5.8	X	X	
Bruchdehnung	5.5.9	X	X	
Standzeit (FNCT)	5.7.2	X	X	
Verstreckmodul (SHT)	5.7.3	X	X	
Standzeit (Punktlastversuch)	5.7.4	X	X	
Restdicke (Penetrationsversuch)	5.7.5	X	X	

¹ Wechsel des Rohstoffherstellers, Änderung des Polymerisationsverfahrens, Änderung der chemischen Eigenschaften des Polymers

² Veränderung eines Additivanteils (z.B. Pigmente, Antioxidantien) um mehr als 30 Gew.-%, Änderung der chemischen Eigenschaften oder Additivart

³ Die Typprüfung (TT) wird an einer Dimension je Abmessungsgruppe, nach DIN CEN/TS 12201-7, durchgeführt.

7 Verwendete Abkürzungen

APZ:	Abnahmeprüfzeugnis, genormt in DIN EN 10204
AT:	Audit Test (= Überwachungsprüfung)
BRT:	Batch Release Test (= Freigabeprüfung im Rahmen der WPK)
DVGW:	Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches e.V.
KTW:	Kontakt mit Trinkwasser
FNCT:	Full Notch Creep Test, genormt in ISO 16770
HR:	SKZ Hausrichtlinie
ITT:	Initial Type Test (= Erst-Typprüfung)
KRV:	Kunststoffrohrverband e.V.
MFR:	Schmelze-Massefließrate
OIT:	Oxidations-Induktionszeit (isotherme OIT), aber nicht zu verwechseln mit der Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT), auch Oxidation Onset Temperature (OOT) genannt
PAS:	Publicly Available Specification (= Technische Regel)
PE 100:	Werkstoffklasse für Polyethylen nach DIN EN 12201-1
PE 100-Ox:	Werkstoffklasse für Polyethylen nach DIN EN 12201-1 und Zusatzanforderung Abschnitt 5.2
PE 100-RC:	Werkstoffklasse für Polyethylen nach PAS 1075
PE 100-RCOx:	Werkstoffklasse für Polyethylen nach PAS 1075 und Zusatzanforderung Abschnitt 5.4
PVT:	Process Verification Test (= Prozessüberprüfung)
SHT:	Strain Hardening Test, genormt in ISO 18488
TT:	Type Test (= Typprüfung)
UBA:	Umweltbundesamt (Deutschland)
WPK:	Werkseigene Produktionskontrolle (Englisch: Factory Production Control)

8 Erläuterungen

Diese Bestimmungen beschreiben nach dem Stand der Technik die Anforderungen oder Prüfungen sowie die Überwachung der Erzeugnisse. Änderungen auf Grund neuer Erkenntnisse bleiben vorbehalten.

Bei Verweisungen auf datierte Normen gilt die jeweils datierte Ausgabe, bei nicht datierten Ausgaben gilt die jeweils aktuelle Ausgabe der Norm.

Im Übrigen gelten die Bedingungen zur Führung des SKZ-Zeichens A 01 sowie die Festlegungen aus dem Überwachungsvertrag.

9 Anhang A

9.1 Prüfprogramm für Hochdruck-Autoklaven Tests an PE 100-(RC)Ox Werkstoffen

Zur Ermittlung der Beständigkeit von PE 100-(RC)Ox Werkstoffen gegen thermo-oxidativen Abbau sind Hochdruck-Autoklavenprüfungen (HPAT) durchzuführen. Die Alterungsprüfung folgt der Methodik nach DIN EN ISO 13438:2005, Methode C. In diesem Prüfprogramm wird die Einlagerung so lange fortgeführt bis ein vorher definiertes Versagenskriterium überschritten wird. Ziel ist es, aus den Versagenszeiten bei erhöhten Temperaturen und erhöhten Sauerstoffdrücken eine Nutzungsdauer für 100 Jahre bei 40 °C Dauertemperatur abzuschätzen.

Prüfprogramm:

Aus PE 100-(RC)Ox Granulat werden - durch Spritzgießen oder Pressen von Platten - Probekörper Typ 2 nach DIN EN ISO 6259-3 mit 4 mm Dicke hergestellt. Diese werden im Hochdruck-Autoklaven bei folgenden Prüfbedingungen eingelagert:

- (1) Hochdruck-Autoklavenversuch bei 90 °C / 50 bar Sauerstoffüberdruck,
- (2) Hochdruck-Autoklavenversuch bei 90 °C / 5 bar Sauerstoffüberdruck,
- (3) Hochdruck-Autoklavenversuch bei 90 °C / 1,5 bar Sauerstoffüberdruck,
- (4) Hochdruck-Autoklavenversuch bei 80 °C / 50 bar Sauerstoffüberdruck,
- (5) Hochdruck-Autoklavenversuch bei 70 °C / 50 bar Sauerstoffüberdruck.

Nach bestimmten Zeitintervallen wird die Bruchdehnung nach DIN EN ISO 6259-3 und die Oxidations-Induktions-Zeit (OIT) nach DIN EN ISO 11357-6 ermittelt. Zusätzlich wird der Sauerstoffdruck kontinuierlich aufgezeichnet.

Als ein Kriterium für das Versagen unter Prüfbedingungen gilt das Erreichen von 50% Rest-Bruchdehnung.

Als zusätzlicher Indikator für das Ende der Prüfzeit kann der Onset-Point des Sauerstoffdruckabfalls herangezogen werden. Der Sauerstoffdruckabfall setzt ein, wenn das Polymer oxidiert und dabei Sauerstoff verbraucht wird. Weiterhin bietet die Auftragung des OIT-Wertes über die Prüfzeit eine Möglichkeit den Zeitpunkt abzuschätzen, ab dem das

Polymer nicht mehr durch Antioxidantien stabilisiert ist. Dies geschieht nachdem der OIT-Wert nahezu den Wert Null erreicht hat.

Für die Abschätzung der Nutzungsdauer bei Anwendungsbedingung (40 °C und 0,21 bar Sauerstoffpartialdruck) wird eine 3D-Extrapolation durchgeführt. Hierfür werden die Versagenszeiten bei Versuchsbedingungen in einer Arrhenius-typischen Auftragung der inversen Temperatur (1/T) über der logarithmierten Zeit (ln t) und über der Menge an dem im wässrigen Medium gelöstem Sauerstoff (ln c(O₂)) dargestellt. Die Extrapolation auf Anwendungsbedingung (40 °C Dauertemperatur und 0,21 bar Sauerstoffpartialdruck (entspricht 6,9 mg/l bei 40 °C)) erfolgt über die Gleichung (1):

$$t = A \cdot e^{\frac{B}{T}} \cdot c^D \quad (1)$$

mit

t	Versagenszeit;
A	Konstante;
B	Konstante;
D	Konstante;
T	absolute Temperatur;
c	Konzentration des im Medium gelösten Sauerstoffs.

Anmerkung: Die Konzentration des im Medium gelösten Sauerstoffs hängt von Sauerstoffpartialdruck und der Temperatur ab. (Geng & Duan (2010) [5])

Als Anforderung gilt hier eine abgeschätzte Nutzungsdauer ≥ 100 Jahren bei 40 °C Anwendungstemperatur und 0,21 bar Sauerstoffpartialdruck (= Atmosphärendruck).

9.2 Hochdruck-Autoklavenprüfung an Rohren aus PE 100-RCOx oder PE 100-Ox

Zur Überprüfung von Rohren, welche aus nach dieser Richtlinie zertifizierten Werkstoffen hergestellt wurden, wird das Rohr auf thermo-oxidative Beständigkeit im „Einpunkt“-Hochdruck-Autoklaventest (HPAT) überprüft.

Aus einem Rohrabschnitt mit ausreichend großer Rohrwandstärke werden in Extrusionsrichtung aus der Rohrwandmitte Probekörper Typ 2 nach DIN EN ISO 6259-3 herausgefräst. Diese werden einem HPAT nach DIN EN ISO 13438:2005 bei 90 °C Dauertempera-

tur und 5 bar Sauerstoffüberdruck unterzogen. Nach einer für den zertifizierten Werkstoff vorgegeben Prüfzeit muss die Rest-Bruchdehnung mindestens 50% betragen.

Die Anforderung an die Prüfzeit, bei der die Rest-Bruchdehnung $> 50\%$ betragen muss, ist bestimmt durch die Druck- und Temperaturabhängigkeit des Rohstoffs/Materials. Die Abhängigkeiten von Druck und Temperatur wurden im Rahmen der HPAT-Prüfung am Werkstoff ermittelt. Diese Ergebnisse werden genutzt, um die Anforderung (zulässige Versagenszeit bei 90 °C und 5 bar Sauerstoffüberdruck) an den aus dem Rohr entnommenen Probekörpern zu berechnen:

Die durch umfassende HPAT am Werkstoff erhaltene Ebene (Auftragung der inversen absoluten Temperatur ($1/T$) über der logarithmierten Zeit ($\ln t$) und über der Menge an dem im wässrigen Medium gelöstem Sauerstoff ($\ln c(\text{O}_2)$)), verläuft i.d.R. nicht durch den Punkt bei 100 Jahren Nutzungsdauer bei 40 °C und 0,21 bar Sauerstoffpartialdruck (entspricht 6,9 mg/l). Bei thermo-oxidativ beständigeren Materialien schneidet die Ebene bei Anwendungsbedingung die Zeitachse bei längeren Zeiten. Die Ebene ist entlang der Zeitachse zu verschieben, dass sie bei 40 °C und 0,21 bar Sauerstoff-Partialdruck genau durch $t = 100$ Jahre verläuft. Die Mindest-Prüfzeit an der Rohrprobe ist bei den Prüfbedingungen (90 °C und 5 bar Sauerstoffüberdruck (entspricht 140 mg/l bei 90 °C) daraus zu berechnen.

Die erforderliche Prüfzeit an der Rohrprobe entspricht der berechneten Mindest-Prüfzeit am Werkstoff. Erfahrungsgemäß liegt die erforderliche Prüfzeit im Bereich von 1 bis 2 Monaten.

Nach Ablauf der erforderlichen Prüfzeit werden 5 Probekörper entnommen und im Zugversuch nach DIN EN ISO 6259-3 geprüft. Die Restbruchdehnung muss $> 50\%$ sein.

10 Literaturhinweise

- [1] Martin, A. / Zanzinger, H. / Engelsing, K. (2018): Durability assessment of polyethylene geopipes in landfills – examination after several years in service. 11th International conference on Geosynthetics, Seoul, Korea
- [2] Martin, A. / Zanzinger, H. (2018): Comparative study: Oven tests and high-pressure autoclave tests (HPAT) on one commercially available PE-HD material. 11th International conference on Geosynthetics, Seoul, Korea
- [3] Arbeitsblatt W 270
Prüfverfahren zur Bestimmung des mikrobiellen Wachstums auf nicht-metallenen Werkstoffen im Kontakt mit Trinkwasser, Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches e.V. (DVGW)
- [4] DIN EN 16421:2015-05
Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen Gebrauch - Vermehrung von Mikroorganismen
- [5] Geng, M. / Duan, Z. (2010): Prediction of oxygen solubility in pure water and brines up to high temperatures and pressures, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 74, 5631-5640