

# **Morphologische Charakterisierung von Stumpfschweißverbindungen in Polyethylen-Rohrleitungen**

Masterarbeit

von

**Florian Josef Arbeiter, BSc.**

erstellt an der

**Polymer Competence Center Leoben GmbH**

und eingereicht am

**Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe**

**Department Kunststofftechnik**

**an der Montanuniversität Leoben**



Betreuung: Dipl.-Ing. Dr. mont. Andreas Frank

Begutachtung: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Gerald Pinter

*Leoben, 15. September 2011*

# **MASTERARBEIT**

für Herr Florian Arbeiter

## **Morphologische Charakterisierung von Stumpfschweißverbindungen in Polyethylene-Rohrleitungen**

### Aufgabenstellung:

In der modernen Gas- und Wasserversorgung spielen Rohre aus Polyethylen (PE) eine dominante Rolle. Eine der wichtigsten Technologien zur Erstellung von Rohrverbindungen stellt das Heizelement-Stumpfschweißen dar. Bei dieser einfachen und kostengünstigen Technik werden die Stirnflächen der zu verbindenden Rohre mit einem Heizelement bis über die Schmelztemperatur von PE erwärmt und anschließend unter Druck zusammengepresst. Im Bereich der Schweißzone ergibt sich dabei sowohl an der Rohrrinnen- als auch an der Rohraußenseite ein typischer Schweißwulst, der üblicherweise am Rohr verbleibt.

Die Mindestbetriebszeit derartiger, zumeist unter Innendruck stehender, PE-Rohre beträgt 50 Jahre, wobei für modern PE-Rohrwerkstoffe in Fachkreisen bereits Lebenszeiten von 100 Jahren als gesichert angesehen werden. Der relevante Langzeit-Versagensmechanismus von PE-Druckrohren ist durch langsames quasi-sprödes Risswachstum gekennzeichnet, welches wiederum einerseits von morphologischen Materialeigenschaften, andererseits von der Größe und Form von Anfangsdefekten, welche zur Initiierung quasi-spröder Risse führen, abhängt.

Im Rahmen dieser Masterarbeit sind morphologische und mechanische Materialveränderungen in modernen PE-Rohrtypen zu charakterisieren, welche durch den Stumpfschweißprozess entstehen. Dabei sind einerseits in geeigneter Weise relevante Kennwerte mit dem Standardzugversuch zu ermitteln, andererseits morphologische Veränderungen wie Kristallinitätsgrad und Orientierungen zu untersuchen, wobei stets die Materialeigenschaften im Rohr mit jenen in der Schweißzone gegenüberzustellen sind. Mit Hilfe der Untersuchungen sind eventuell festgestellte Materialveränderungen zu evaluieren. Da für das quasi-spröde Risswachstum existierende Anfangsdefekte maßgeblich verantwortlich zeichnen, sind systematische mikroskopische Untersuchungen der Schweißwulstgeometrien, im speziellen der prozessbedingt entstehenden Kerben an der Rohrrinnenseite durchzuführen. Abschließend ist mit Hilfe von zyklischen Versuchen an Stumpfschweißnahtproben ein bereits existierendes numerisches Simulationsmodell zu validieren. Eine Korrelation zwischen den generierten Messergebnissen und den Schweißparametern mit dem Ziel einer "optimalen" Schweißnaht ist durchzuführen.

Die Ergebnisse der Masterarbeit sind in übersichtlicher Form darzustellen und unter Berücksichtigung einschlägiger Fachliteratur zu diskutieren.

Leoben, 15.11.2010

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. G. Pinter

Eidesstattliche Erklärung:

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, am 25.07.2011

---

Unterschrift

## **DANKSAGUNG**

Die vorliegende Masterarbeit wurde im Rahmen des COMET-Projekts „Comprehensive lifetime assessment of pressurized PE pipe systems by an accelerated fracture mechanics based methodology“ (Projekt Nr. IV-3.01) an der Polymer Competence Center Leoben GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms COMET des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie unter der Beteiligung der Montanuniversität Leoben, AGRU Kunststofftechnik GmbH, DOW Europe GmbH und Öst. Vereinigung für das Gas- und Wasserfach (ÖVGW) erstellt und mit Mittel des Bundes und der Länder Steiermark und Oberösterreich gefördert.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Gerald Pinter, Leiter des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, für die Ermöglichung und Durchsicht dieser Arbeit. Des Weiteren möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Andreas Frank für die ausgezeichnete Betreuung, die vielen fachlichen Diskussionen und natürlich auch die Durchsicht dieser Arbeit herzlichst bedanken. Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei den Firmenpartnern, die diese Arbeit ermöglicht und Materialien zur Verfügung gestellt haben.

Weiters gilt mein Dank Herrn Dipl.-Ing. Michael Feuchter für die Durchführung der Röntgenstreuanalysen. Außerdem gilt mein aufrichtiger Dank den Herren Dipl.-Ing. Dr. mont. Gernot Oreski, Dipl.-Ing. Steffen Stelzer, Frau Dipl.-Ing. Katharina Bruckmoser, Stefan Hinterdorfer, Jürgen Föttinger und Werner Reicher für die Betreuung und Hilfe bei Arbeiten an Geräten und der Prüfkörperfertigung. Natürlich möchte ich mich auch bei allen anderen Mitarbeitern der PCCL GmbH und des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe für das ausgesprochen kollegiale und freundliche Umfeld danken.

Zu guter Letzt möchte ich mich noch bei meinen Eltern, meiner Schwester und meiner Freundin für die aufopferungs- und verständnisvolle Unterstützung danken.

## KURZFASSUNG

Das Ziel dieser Masterarbeit war es die Morphologie und ihren Einfluss auf das Kurz- und Langzeitverhalten von Stumpfschweißnähten aus Polyethylen hoher Dichte (PE-HD) zu charakterisieren. Dazu wurden Stumpfschweißnähte von Rohren mit 160 bzw. 2000 mm Aussendurchmesser mit variierenden Schweißparametern, wie die Art des Schweißdrucks und der Anwärmzeit, produziert.

Um die Morphologie der Schweißnähte und Rohre zu bestimmen, wurden Orientierungsmessungen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) und Infrarot- (IR) Spektroskopie durchgeführt. Weiters wurde der Kristallinitätsgrad der verschiedenen Schweißnähte mit Hilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) eruiert. Basierend auf den Beobachtungen der Morphologie wurden gezielt mechanische und bruchmechanische Versuche durchgeführt, um die zuvor genannten Einflüsse der Morphologie auf das Materialverhalten zu bestimmen.

Um Kurzzeiteigenschaften und Materialparameter wie den Elastizitätsmodul (E-Modul) und die Bruchdehnung ( $\sigma_B$ ), etc. zu bestimmen, wurden Zugversuche durchgeführt. Zur Ermittlung des Widerstandes gegen schlagartige Belastung wurden Pendelschlagversuche durchgeführt.

In Kontrast dazu wurden die Langzeiteigenschaften der Schweißnähte (langsames Risswachstum) mit Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) bestimmt. Um ein qualitatives Ranking der benutzten Schweißparameter zu erstellen, wurden zyklische Tests mit gekerbten zylindrischen Prüfkörpern (CRB) ausgeführt. Bei diesen Tests wurden die Prüfkörper jeweils bei gleichen Belastungsniveaus getestet und hinsichtlich der Zyklenzahl bis zum Bruch gereiht.

Die Ergebnisse der Untersuchungen bestätigen einen Unterschied in der Morphologie je nach Schweißparameter. Sowohl die Art des Druckes, als auch die Anwärmzeit während des Schweißens beeinflussen den Kristallinitätsgrad und die mechanischen Eigenschaften, wobei der Einfluss des Druckprofils bedeutend größer ist. Die Resultate deuten auch darauf hin, dass durch das „Dual-Druck Verfahren“, bei dem der Schweißdruck bereits nach 10 Sekunden auf 1/6 des ursprünglichen Drucks abgesenkt wird, die Langzeiteigenschaften der Schweißnähte im Gegensatz zum „Single-Druck Verfahren“, bei dem der Druck über die gesamte

Abkühlzeit aufrecht erhalten wird, gesteigert werden. Die Ergebnisse zeigen auch, dass sich das Materialverhalten innerhalb der Schweißzone deutlich von der aus der Praxis gewonnenen Erfahrung mit Brüchen von Schweißnähten unterscheidet, da bisher beobachtet wurde, dass Brüche von den Schweißwulstkerben ausgehend im Ausgangsmaterial erfolgen. Diese Abweichung lässt sich dadurch erklären, dass Brüche von Schweißnähten normalerweise zwar an Wulstkerben, die durch das Schweißen entstehen initiieren, sich dann aber durch das Grundmaterial und nicht wie im Versuch in die Schweißzone selbst ausbreiten. Die Ergebnisse der Untersuchungen an den Großrohren deuten darauf hin, dass die Morphologie von Großrohren und ihr Einfluss auf das Langzeitverhalten in Bezug auf die un-einheitliche Verteilung über die Rohrwand weiterer Forschung bedürfen.

## ABSTRACT

The purpose of this Masters thesis was to characterize the morphology and its impact on short- and long-term behaviour of high density Polyethylene (PE-HD) butt-welds. Butt-welds of pipes with diameters of 160 mm and 2000 mm were produced with varying welding parameters, such as pressure mode and heat soak time.

In order to determine the morphology of welds and pipes, orientation measurements via small angle X-ray scattering (SAXS) and infrared spectroscopy (IR) were performed. Furthermore, the crystallinity of the different welds was evaluated with the method of differential scanning calorimetry (DSC). Based on the examination of morphology mechanical and fracture-mechanical testing was performed in order to verify the aforementioned impact of the morphology on material behaviour.

To determine short term behaviour and material parameters such as Young's Modulus (E-Modul) and elongation at break ( $\sigma_B$ ) etc., tensile testing was performed. Further on impact testing was performed to identify material resistance against rapid fracture.

In contrast, long term material behaviour (slow crack growth) was determined with methods of linear elastic fracture mechanics (LEBM). To provide a ranking of used welding parameters cyclic tests with cracked round bar specimens (CRB) were performed. With these tests specimens were tested at the same stress-levels and ranked according to the cycles until fracture occurred.

The results confirm a change in morphology due to welding parameters. Both mode of pressure and heat soaking time during welding influence the crystallinity and mechanical material properties, although the profile of pressure during welding shows a more significant impact. Results also suggest that welding with "Dual-pressure mode", where the welding pressure is reduced to 1/6 of its initial level after ten seconds, improves long term behaviour of welds in comparison to "Single-pressure mode", where the welding pressure remains the same for the whole process. The findings were also most informative, seeing that material behaviour inside the welding zone behaves vastly different from expectations due to experi-

ence with fractures of pipe welds in the field, where fracture usually occurs in the bulk-material after crack initiation at welding beads. This abnormality is explained by the fact that fractures of pipe welds usually initiate at cracks, induced by welding-beads, but actually occur in the bulk material, not inside the welded zone as it was observed during testing. The results of the tests on large diameter pipes suggest that the morphology of large diameter pipes still needs investigation and research in terms of long term behaviour with respect to the non-uniform morphology due to larger wall-thickness.

## INHALTSVERZEICHNIS

<b>Masterarbeit</b> .....	<b>II</b>
<b>Danksagung</b> .....	<b>I</b>
<b>Kurzfassung</b> .....	<b>II</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>IV</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>VI</b>
<b>1 Einleitung und Zielsetzung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen</b> .....	<b>3</b>
2.1 Polyethylen.....	3
2.1.1 Allgemeines.....	3
2.1.2 Polyethylen für Rohranwendungen .....	5
2.2 Stumpfschweißnahtverbindungen .....	6
2.2.1 Allgemeines.....	7
2.2.2 Prozess des Stumpfschweißens .....	8
2.2.3 Großrohre.....	10
2.3 Materialeigenschaften in Stumpfschweißnahtverbindungen .....	11
2.3.1 Morphologische Eigenschaften .....	11
2.3.2 Mechanische Eigenschaften.....	13
2.3.3 Bruchmechanische Eigenschaften .....	20
2.3.4 Einfluss der Struktur und Morphologie auf mechanische und bruchmechanische Eigenschaften.....	26
<b>3 Experimentelles</b> .....	<b>31</b>
3.1 Untersuchte Werkstoffe.....	31
3.2 Prüfkörperherstellung .....	31
3.2.1 Rohrprüfkörper DN 160 mm .....	31
3.2.2 Rohrprüfkörper Großrohr.....	32

---

3.3	Methodenentwicklung.....	34
3.3.1	Optische Charakterisierung.....	34
3.3.2	Dynamische Differenzkalorimetrie.....	35
3.3.3	Orientierungsmessung mittels Infrarot-Spektroskopie.....	38
3.3.4	Orientierungsmessung mittels Röntgenstrahlung.....	40
3.3.5	Zugversuche.....	43
3.3.6	Schlagzähigkeit.....	45
3.3.7	Bestimmung des langsamen Risswachstums.....	48
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion.....</b>	<b>52</b>
4.1	Optische Analyse.....	52
4.2	Morphologie.....	56
4.2.1	Kristallinitätsgrad der DN 160-Rohr-Schweißungen.....	56
4.2.2	Kristallinitätsgrad der Formteilkombinationen.....	57
4.2.3	Kristallinitätsgrad der DN 2000-Rohr-Schweißung.....	59
4.2.4	Orientierungen.....	60
4.3	Mechanische Eigenschaften.....	64
4.3.1	Mechanische Eigenschaften der DN 160 Rohrschweißungen.....	64
4.3.2	Mechanische Eigenschaften der Formteilkombinationen.....	68
4.3.3	Mechanische Eigenschaften der DN 2000-Rohr-Schweißung.....	70
4.4	Bruchmechanische Eigenschaften.....	74
4.4.1	Widerstand gegen rasches Risswachstum.....	74
4.4.2	Widerstand gegen langsames Risswachstum.....	75
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>83</b>
<b>6</b>	<b>Literatur.....</b>	<b>86</b>
<b>7</b>	<b>Abbildungsverzeichnis.....</b>	<b>91</b>
<b>8</b>	<b>Tabellenverzeichnis.....</b>	<b>96</b>

## **1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG**

Rohre aus Polyethylen (PE) werden bereits seit über 40 Jahren erfolgreich für den Transport von Gas und Wasser eingesetzt (Brömstrup, 2004). Bei den heute hergestellten Rohrwerkstoffen geht man von Lebensdauern von bis zu 100 Jahren aus (Lang, et al., 2005; Hessel, 2007). Es gibt auch bereits etablierte Methoden, wie den Zeitstandinnendruckversuch (ZID), den Full Notch Creep Test (FNCT), bzw. seit eher kürzerer Zeit, Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) bei denen mit Hilfe von „Compact Tension“ (CT) bzw. „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörpern die Lebensdauer von Rohren aus PE in relativ kurzer Zeit abgeschätzt wird (Haager, 2006; Pinter, et al., 2007a; Frank, 2010). Diesen Prüfmethoden liegt allen das Prinzip zu Grunde, dass Rohre sowohl in der realen Anwendung, als auch während der Tests, aufgrund von spröden Brüchen die durch Rissinitiierung und Risswachstum bestimmt sind, versagen (Barker, et al., 1983; Lu und Brown, 1992; Lang, et al., 1997). Relativ unerforscht hingegen ist die Beschaffenheit der Verbindungselemente, wie Schweißnähte und Muffen hinsichtlich Lebensdauer und Belastbarkeit. Es gibt zwar ausreichend Regelwerke und Normen nach denen Schweißnähte bezüglich Kurz- und Langzeit-Eigenschaften geprüft werden, allerdings benötigen diese Tests, speziell für moderne PE-Typen, relativ viel Zeit (>10.000 h) zur Bestimmung der Langzeiteigenschaften.

Ausgehend von diesen Tatsachen, ist es Ziel dieser Arbeit, Stumpfschweißnähte von Rohrverbindungen aus PE hoher Dichte (PE-HD) hinsichtlich ihrer Morphologie zu charakterisieren und den Einfluss dieser auf die Langzeit-Eigenschaften zu bestimmen. Weiters gilt es zu überprüfen, ob es möglich ist, mittels Methoden der LEBM Reihungen von Schweißnähten hinsichtlich ihrer Langzeit-Eigenschaften zu erstellen.

Da die Langzeit-Eigenschaften von PE-HD, abgesehen von der Molmasse und Molmassenverteilung, maßgeblich durch die morphologische Struktur und den Kristallinitätsgrad bestimmt werden, sollten diese ebenfalls untersucht und mit den Ergebnissen der LEBM-Methoden verglichen werden. Diese Erkenntnisse sind von großer Bedeutung, da Struktur und Kristallinitätsgrad durch das jeweils angewandte Schweißverfahren, bzw. die angewandten Schweißparameter beeinflusst

werden. Weltweit existiert eine Vielzahl an Normen für das Schweißen von Rohren aus PE-HD mit unterschiedlichen Parametern und Verfahren. Daher soll festgestellt werden, wie groß der Einfluss der verschiedenen Parameter auf die Morphologie und damit auf die Langzeit-Eigenschaften ist.

Es wurden Schweißungen nach DVS-2207-1 (deutsche Norm) und nach ISO 21307 mit variierenden Parametern durchgeführt. Anhand dieser Schweißnähte gilt es den Einfluss von Anwärmzeit und Druckprofil zu untersuchen. Spezielles Augenmerk bei diesen Untersuchungen liegt darauf zu überprüfen, ob das Dual-Schweißverfahren, das in der Praxis für Großrohre (Wandstärke  $t \geq 22$  mm) eingesetzt und bei dem bereits nach 10 Sekunden der Schweißdruck drastisch reduziert wird, auch für Rohre kleinerer Dimensionen einsetzbar ist. Abschließend gilt es anhand einer Großrohrschweißung (Nenndurchmesser (DN): 2.000 mm), für die derzeit noch keine gültigen Schweiß-normen existieren, zu überprüfen, ob bestehende Regelwerke für derart große Rohrdimensionen extrapolierbar sind.

## 2 GRUNDLAGEN

In diesem Kapitel wird auf die für diese Arbeit wichtigsten Grundlagen näher eingegangen. Diese sollen dazu dienen um spätere Schlussfolgerungen und Interpretationen verständlicher zu machen.

### 2.1 Polyethylen

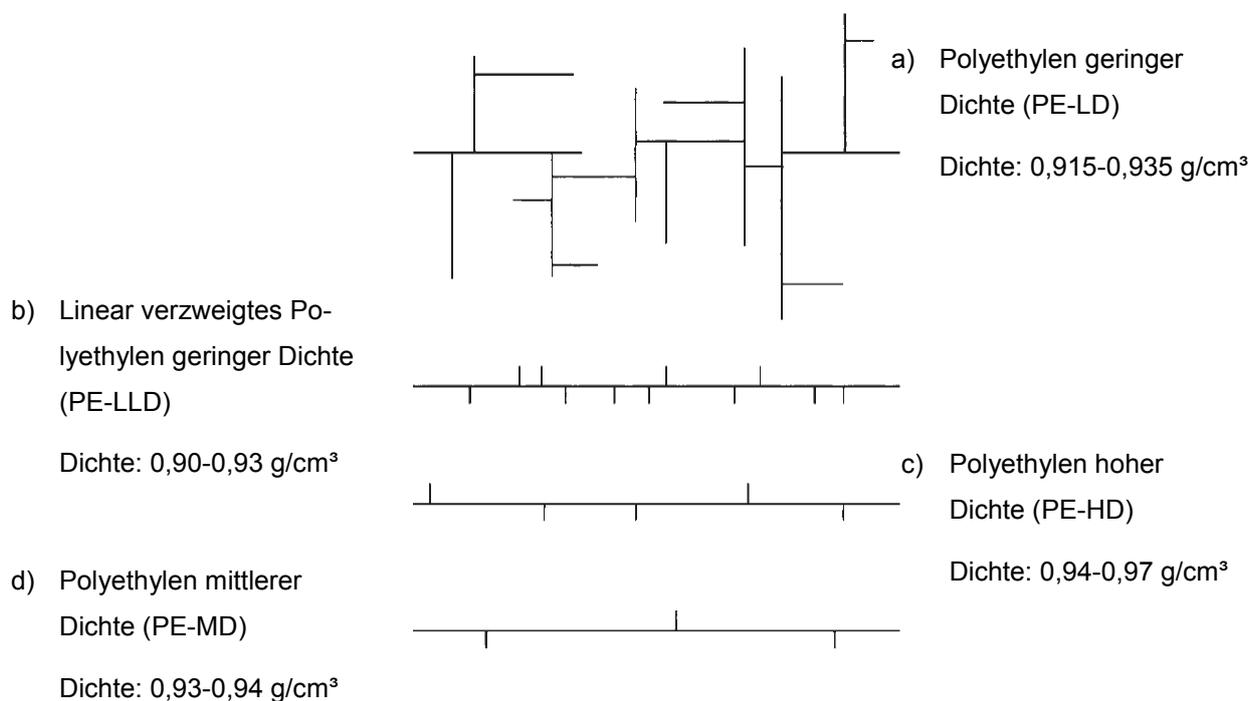
Im ersten Unterpunkt der Grundlagen wird der verwendete Werkstoff ausführlicher behandelt. Es wird ein kurzer Überblick über Geschichte, Struktur, Eigenschaften und die Bedeutung des Werkstoffes für Rohranwendungen gegeben.

#### 2.1.1 Allgemeines

Polyethylen wurde das erste Mal im Jahre 1933 hergestellt. Obwohl es sich dabei um einen Zufall handelte, wurde das Potential dieses Werkstoffes schnell erkannt und bereits im Jahre 1939 lief eine Anlage mit einer Jahresproduktion von 200 Tonnen an (Menges, et al., 2002; Domininghaus, et al., 2008).

Heute ist die Vielfalt an PE je nach Herstellungsverfahren, strukturellem Aufbau und dadurch bedingten Materialeigenschaften so groß, dass stets angegeben werden sollte, um welchen Typen von Polyethylen es sich handelt. In Abb. 2.1, a bis d sind die strukturellen Unterschiede der wichtigsten Typen von Polyethylen schematisch dargestellt (Domininghaus, et al., 2008). Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD, Abb. 2.1, a) wird im Hochdruckverfahren bei 1000 bis 3000 bar hergestellt. Bei diesen Reaktionsbedingungen entstehen weit verzweigte Polyethylenketten. Aufgrund dieser langen Seitenketten, erreicht PE-LD einen Kristallinitätsgrad von maximal 50%. Linear verzweigtes Polyethylen (PE-LLD, Abb. 2.1, b) hat ca. 10-35 kurze Seitenketten je 1000 C-Atomen in der Hauptkette eingebaut und wird durch Co-Polymerisierung mit verschiedenen 1-Alkenen hergestellt. Bei PE-HD (Abb. 2.1, c) sind ca. 4-10 kurze Seitenketten je 1000 C-Atomen in der Hauptkette wodurch ein sehr hoher Kristallinitätsgrad von bis zu 80% erreicht werden kann. PE mittlerer Dichte (PE-MD, Abb. 2.1, d) wird durch das Mischen von PE-LD und PE-HD, oder direkt als ein co-polymeres PE-LLD hergestellt (Menges, et al., 2002; Domininghaus, et al., 2008). Dieser strukturelle Aufbau und die Beschaffen-

heit der Seitenketten haben einen großen Einfluss auf die Morphologie und die Eigenschaften des Kunststoffes.



**Abb. 2.1:** Grundlegende Typen von Polyethylen: a) PE-LD, b) PE-LLD, c) PE-HD, d) PE-MD (Menges, et al., 2002; Dominghaus, et al., 2008).

Einige wichtige Eigenschaften von PE sind (Dominghaus, et al., 2008):

- niedrige Dichte im Vergleich zu anderen Kunststoffen
- hohe Zähigkeit und Reißdehnung
- sehr gute elektrische und dielektrische Eigenschaften
- sehr geringe Wasseraufnahme
- geringe Wasserdampfdurchlässigkeit
- hohe Chemikalienbeständigkeit
- gute Beständigkeit gegen Spannungsrisbildung
- gute Ver- und Bearbeitbarkeit

Die Wichtigkeit von PE-HD als Werkstoff äußert sich auch in den großen Absatzzahlen, die in Tabelle 2.1 dargestellt sind. Zwischen den Jahren 2004 und 2007 stieg der Bedarf an PE-HD um 4,3% auf insgesamt 30,45 Mio. Tonnen pro Jahr.

Knapp 43% dieser Menge werden für die Extrusion verwendet. Der Rohrsektor allein benötigte im Jahr 2007 4,4 Mio. Tonnen PE-HD und es wird für die nächsten Jahre ein Wachstum von ca. 7% p.a. erwartet. Der Markt für Rohre aus PE-HD wächst zudem seit 1980 kontinuierlich weiter (Stechhan, 2008).

**Tabelle 2.1:** Marktanteile und -wachstum von Polyethylen von 1980 bis 2007 (Stechhan, 2008).

	Anteil	1980	1990	1995	1998	2001	2004	2007
<b>Spritzgießen</b>	[%]	32	24	22	21	19,0	19,5	19,0
<b>Extrudieren</b>								
Folien	[%]	8	19	19	20	19,0	19,0	19,0
Rohre / Platten	[%]	12	14	17	18	19,5	20,0	20,3
Bändchen / Monofile	[%]	4	4	4	4	3,5	3,5	3,3
<b>Blasformen</b>								
Kleinhohlkörper	[%]	24	21	20	20	20,0	19,5	19,8
Großhohlkörper	[%]	16	15	14	14	14,5	14,5	14,7
<b>Sonstige</b>	[%]	4	3	4	3	4,5	4,0	3,9
<b>Gesamt</b>	[%]	100	100	100	100	100	100	100

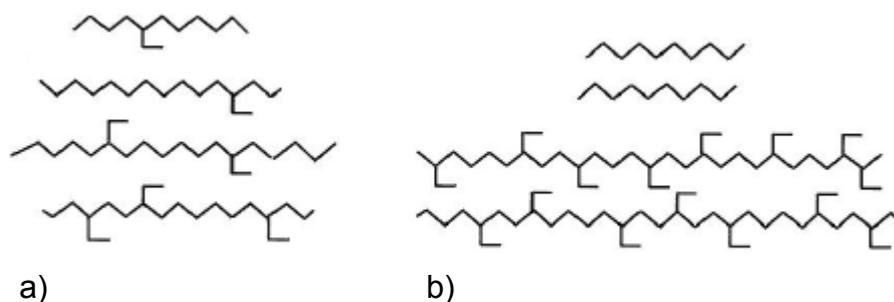
### 2.1.2 Polyethylen für Rohranwendungen

Rohrleitungen aus PE-HD werden inzwischen schon seit über 40 Jahren erfolgreich für den Wasser-, Gas-, und Abwassertransport verwendet (Lang, et al., 1997; Brömstrup, 2004; Schulte, 2006). Wurden die Rohre anfangs noch für niedrige Innendrucke von 4 und 6 bar verwendet, so konnten die möglichen Belastungen dank Verbesserung der Materialeigenschaften auf 10 bar (Gasrohre) und 16 bar (Wasserrohre) gesteigert werden (Frank, 2010).

Laut DIN EN ISO 12162 bzw. ISO 9080 werden PE-HD Typen in drei Generationen unterteilt: PE 32-PE 63, PE 80 und PE 100. Die Zahlen bezeichnen dabei jeweils die mindestens erforderliche Festigkeit (MRS = „minimum required strength“) in MPa nach 50 Jahren Betriebsdauer im Medium Wasser und einer Temperatur von 20°C (Brömstrup, 2004).

Die erste Generation der PE-HD-Werkstoffe bestand aus unverzweigten Makromolekülen, wodurch relativ hohe Dichten erreicht wurden. Dies führte dazu, dass die Werkstoffe sehr geringe Widerstände gegen Risswachstum aufwiesen. Abb. 2.2, a zeigt, wie dieser Umstand in den 70er-Jahren dadurch behoben wurde,

dass die Dichten der Materialien durch integrierte Seitenketten gesenkt wurden. Dadurch verringerte sich allerdings die Steifigkeit des Materials, wodurch es durch äußere Lasten zu größeren Deformationen im Rohr kommt.



**Abb. 2.2:** Struktureller Aufbau von a) unimodal und b) bimodal verteiltem Polyethylen (Brömstrup, 2004).

Die dritte Generation von PE-HD-Werkstoffen, die heutzutage Anwendung finden, bestehen aus bimodal verteilten Makromolekülen (Abb. 2.2, b). Da PE-HD im Normalfall nur 3-6 Verzweigungen je 1000 C-Atomen in der Hauptkette aufweist, werden hier über das Beimengen von geringen Anteilen an Comonomeren ( $C_4$ - bis  $C_8$ -Olefine) gezielt Verzweigungen eingebracht (Brown, et al., 1992; Dominghaus, et al., 2008). Dabei gewährleisten die kurzen unverzweigten Molekülketten eine hohe Steifigkeit und Verarbeitbarkeit des Materials, wohingegen die langkettigen Moleküle mit Verzweigungen durch eine Verringerung des Kristallinitätsgrads und einer hohen Dichte von Tie-Molekülen dem Risswachstum entgegen wirken (Brömstrup, 2004).

## 2.2 Stumpfschweißnahtverbindungen

In diesem Kapitel wird genauer auf den Prozess des Stumpfschweißens eingegangen. Augenmerk liegt dabei auf dem generellen Ablauf des Schweißprozesses, Vor- und Nachteilen dieser Verbindungstechnik und den Problemen, die durch das Fehlen von gültigen Standards und Prüfmaschinen für Großrohre entstehen.

### 2.2.1 Allgemeines

Stumpfschweißnahtverbindungen sind eine in der Praxis häufig angewandte Verbindungstechnik für Extrusions- und Spritzgusserzeugnisse aus thermoplastischen Kunststoffen (Troughton, 2008). Wenn Stumpfschweißnähte entsprechend geltenden Standards und Normen ausgeführt werden, erreichen diese Materialeigenschaften, die annähernd jenen des Grundmaterials entsprechen (Zhao, et al., 2002).

Stumpfschweißen wird für kleine Bauteile in der Größenordnung weniger Zentimeter, bis hin zu Rohren mit äußeren Nenndurchmessern (DN) jenseits der 1600 mm verwendet. Eine häufige Anwendung dieser Verbindungsmethode findet im Automobilbereich statt. Dort werden zum Beispiel Blinker-Gehäuse aus Acryl-Nitril-Butadienstyrol (ABS) mit den Linsen aus Polycarbonat (PC) oder Poly-Methyl-Methacrylat (PMMA) verschweißt. Weitere Beispiele sind Treibstoffbehälter aus PE-HD für Autos und Batteriegehäuse, oder das Verschweißen von Profilen aus Polyvinylchlorid (PVC) zu Fensterrahmen (Troughton, 2008).

#### ***Vor- und Nachteile von Stumpfschweißnahtverbindungen***

Stumpfschweißen ist eine einfache und ökonomische Lösung zum Verbinden zweier Elemente. Es sind kleine und große, simple und komplexe Bauteilformen miteinander verschweißbar. Weiters ist es möglich Oberflächen-Unregelmäßigkeiten während der Aufheizphase zu bereinigen (Abb. 2.4). Außerdem ist es möglich das Verfahren zum Großteil zu automatisieren.

Der größte Nachteil dieses Verfahrens im Vergleich zu anderen Schweißverfahren wie z.B. Ultraschallschweißen, ist die sehr lange Dauer des Vorganges bei großen Werkstücken und die hohen benötigten Temperaturen. Durch die Kombination dieser beiden Faktoren sind thermo-oxidative Schädigungen des geschmolzenen Materials möglich. Es ist auch zu beachten, dass bei kraftgeregelten Schweißungen die Abmessungen der verschweißten Teile aufgrund der unterschiedlich dicken Schicht aufgeschmolzenen Materials und der Sensibilität der Schmelzviskosität in Bezug auf geringe Temperaturänderungen nicht exakt reproduzierbar sind. Ein weiterer Nachteil ist das Entstehen eines Schweißwulstes, der bei Bedarf nachträglich mechanisch entfernt werden muss, um eine durchgängig gleichbleibende Optik zu wahren (Potente, 2004; Troughton, 2008).

### 2.2.2 Prozess des Stumpfschweißens

Es gibt viele nationale und internationale Standards für die Regelung der Parameter und Prozeduren des Schweißprozesses. Je nach verwendetem Material und Standard variiert zum Beispiel der Schweißdruck zwischen 0,1 MPa und 0,5 MPa (Troughton, 2008). Einige Beispiele solcher Standards sind in Tabelle 2.2 abgebildet. Zusätzlich zu diesen nationalen Standards gibt es seit kurzer Zeit die ISO 21307 (aktuell ISO 21307:2009), mit dem Bestreben einen internationalen Standard für Schweißverbindungen von PE 80 und PE 100 Materialien für Gas- und Wasserrohrleitungen zu schaffen.

**Tabelle 2.2:** Normen für das Stumpfschweißen von Rohren und ihre Anwendungsgebiete (Brömstrup, 2004).

Standard	Anwendungsgebiet
DVS 2207-1	Deutschland
NEN 7200	Niederlande
DS/INF 70-2	Dänemark
NBNT 42-010	Belgien
WIS 4-32-08	Großbritannien

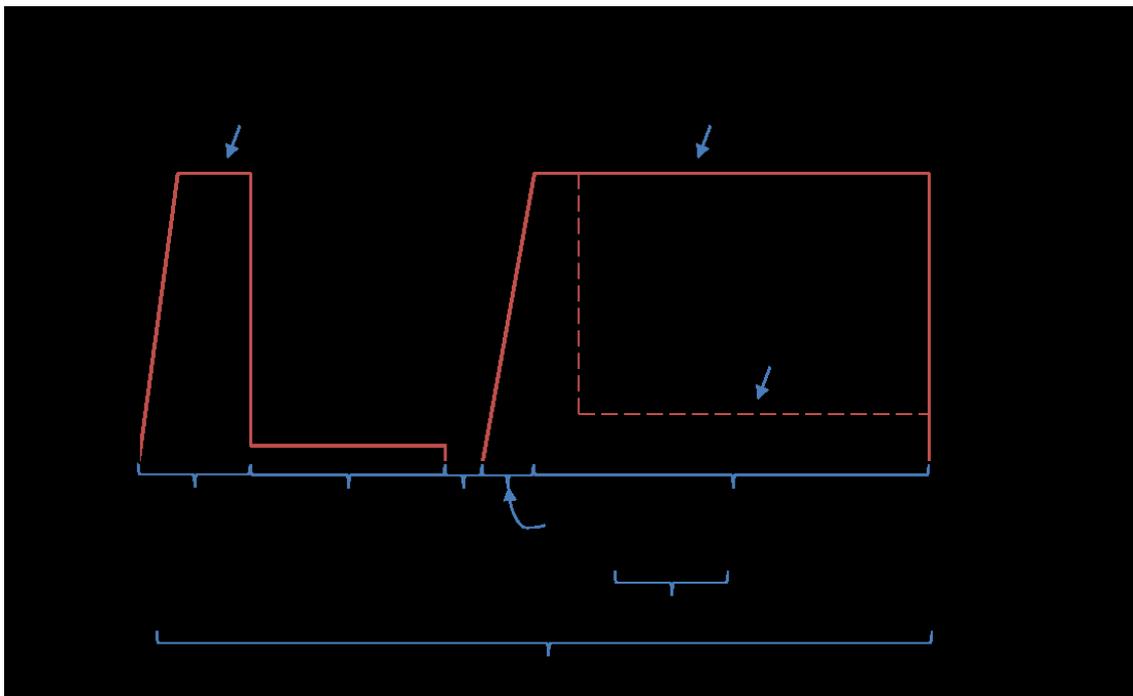
Trotz der vielen verschiedenen Standards ist der prinzipielle Ablauf der Schweißung meist gleich. Der in Abb. 2.3 dargestellte und nachfolgend beschriebene Ablauf zeigt eine druckgeregelte Schweißung gemäß DVS 2207-1 (bzw. ISO 21307 für das Dual-Verfahren).

#### **Angleichen**

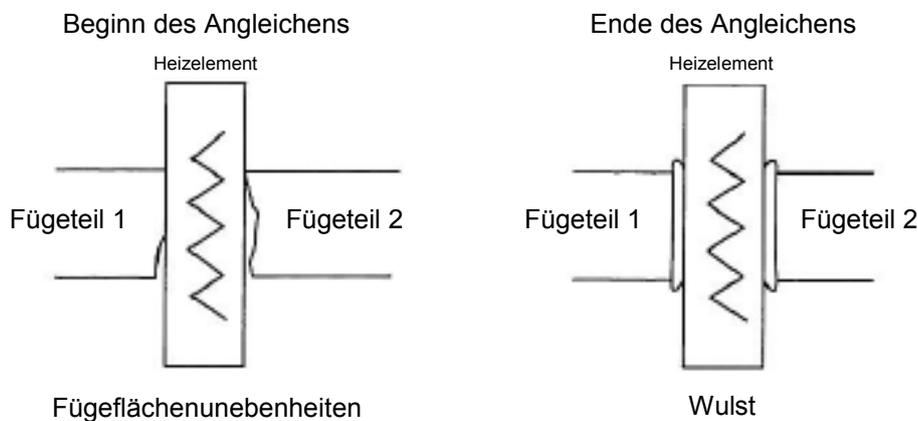
Zuerst werden die zu verschweißenden Fügeflächen mit einem Druck von 0,15 MPa an das Heizelement gedrückt bis beide Flächen planparallel auf dem Heizelement aufliegen. Hierbei werden auch allfällige Unebenheiten ausgeglichen (Abb. 2.4). In diesem Schritt bildet sich bereits ein Wulst aus. Sobald dieser eine vorgegebene Höhe erreicht, ist das Angleichen abgeschlossen.

#### **Anwärmen**

Während dem Anwärmen liegen die Fügeflächen nahezu ohne Druck ( $\leq 0,01$  MPa) auf dem Heizelement auf. Während der Anwärmzeit dringt die Wärme in den Kunststoff ein und bringt diesen auf Schweißtemperatur.



**Abb. 2.3:** Schematische Darstellung des Fügeprozesses nach DVS 2207-1 bzw. ISO 21307 (Dual-Verfahren).



**Abb. 2.4:** Ausgleichen von Unebenheiten und Wulstbildung während des Angleichprozesses (Potente, 2004).

### **Umstellzeit**

Nach dem Anwärmen müssen die Fügeflächen vom Heizelement getrennt und dieses entfernt werden. Dabei ist darauf zu achten, dass die Fügeflächen weder beschädigt noch verschmutzt werden. Die Fügeflächen sollen anschließend so schnell wie möglich bis unmittelbar vor der Berührung zusammengefahren wer-

den. Eine kleinstmögliche Umstellzeit ist wichtig, da die Fügeflächen nach dem Entfernen des Heizelements abzukühlen beginnen, was sich nachteilig auf die Qualität der Schweißnaht auswirkt.

### **Fügen**

Die aufgeschmolzenen Flächen sollen mit einer Geschwindigkeit von annähernd Null aufeinander treffen. Anschließend wird der Fügedruck von 0,15 MPa möglichst linear aufgebaut und bis nach Beendigung der Abkühlzeit aufrechterhalten. Eine Ausnahme des beschriebenen Verfahrens besteht, wenn Rohre mit Wandstärken von  $t \geq 22$  mm im sogenannten „Dual-Verfahren“ geschweißt werden. In diesem Fall wird der Fügedruck nach 10 Sekunden auf ein Sechstel reduziert und bis zur Beendigung der Abkühlzeit auf diesem Niveau gehalten (Abb. 2.3). Der restliche Ablauf der Schweißung verläuft gleich dem oben beschriebenen Prozess. Prinzipiell ist es möglich Stumpfschweißen kraft- und weggeregelt durchzuführen. Je nach gewählter Art werden verschiedene Parameter an der Maschine eingestellt (siehe Tabelle 2.3). Da alle in dieser Arbeit verwendeten Proben druckgeregelt geschweißt wurden, ist zukünftig, sofern nicht explizit anders erwähnt, von druckgeregeltem Schweißen die Rede.

#### **2.2.3 Großrohre**

Durch die ständige Weiterentwicklung von Maschinen und Material ist es inzwischen möglich, Rohre aus PE-HD mit einem Außendurchmesser von über 2.000 mm und Wandstärken über 100 mm zu extrudieren. Rohre mit noch größeren Dimensionen werden im Wickelverfahren hergestellt. Allerdings sind die Regelwerke, die derzeit in Verwendung sind, noch nicht für Rohre dieser Dimensionen adaptiert worden (DVS 2207-1 bis  $t \leq 70$  mm Wandstärke) und es gibt keine reglementierten Vorgaben für das Schweißen, bzw. Forderungen an die Verbindungen selbst. Es wurde jedoch bereits beschrieben, dass der bisherige Stand der Technik, der in den Richtlinien dokumentiert ist, erfolgreich auf größere Dimensionen übertragbar ist (Frank, 2008). Ein Problem stellt bisher jedoch die in den Normen beschriebene Prüfung dieser Schweißnähte dar, da es noch keine Maschinen für die Prüfung derart großer Dimensionen gibt (Hessel, 2011).

**Tabelle 2.3:** Ausgewählte Parameter beim Stumpfschweißen.

Verfahrensschritt	Prozess	
	wegeregelt	kraft geregelt
Angleichen	Angleichweg $s_A$	Angleichdruck $p_A$
	Angleichgeschwindigkeit $v_A$	Angleichzeit $t_A$
Druckloses Erwärmen	Heizelementtemperatur $T_H$	
	Erwärmzeit $t_E$	
Umstellen	Umstellzeit $t_U$	
Fügen und Abkühlen	Fügeweg $s_F$	Fügedruck $p_F$
	Fügeschwindigkeit $v_F$	
	Füge- und Abkühlzeit $t_F$	

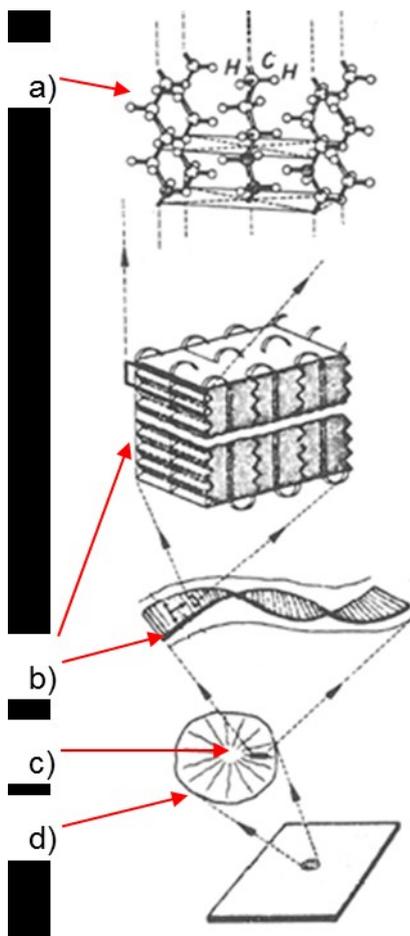
### 2.3 Materialeigenschaften in Stumpfschweißnahtverbindungen

Nach dem Schweißvorgang, bei dem das Material über die Schmelztemperatur erwärmt wird, bilden sich während des Abkühlens kristalline Strukturen aus. Diese beeinflussen maßgeblich die Morphologie, die mechanischen und bruchmechanischen Eigenschaften des Materials.

#### 2.3.1 Morphologische Eigenschaften

Der typische morphologische Aufbau teilkristalliner Polymere ist in Abb. 2.5 schematisch dargestellt. Die Molekülketten (Abb. 2.5, a) ordnen sich dabei in Lamellenpaketen (Abb. 2.5, b) an. Diese Lamellenpakete wachsen ausgehend von Keimen (Abb. 2.5, c) radial-symmetrisch weiter, wodurch sich kugelförmige Sphärolithe (Abb. 2.5, d) bilden. Zwischen diesen Lamellenstrukturen befinden sich amorphe Bereiche (Menges, et al., 2002; Potente, 2004).

Wird die Schmelze während der Abkühlung stark orientiert, entstehen sogenannte Fibrillarstrukturen, bei denen sich die Makromoleküle in Richtung des Strömungsgradienten ausrichten und parallel anordnen. Derartig orientierte Gefügestrukturen wirken sich stark auf das mechanische, bzw. bruchmechanische Verhalten aus.

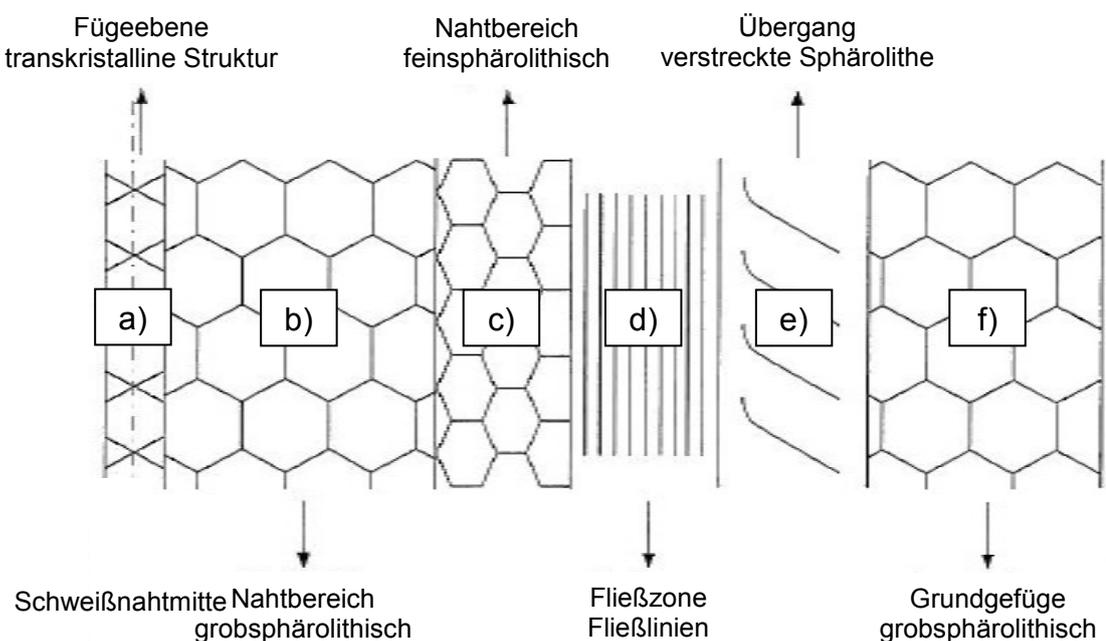


**Abb. 2.5:** Schematische Abbildung der Morphologie von Polyethylen: a) Molekülketten, b) Lamellenpakete, c) Keim, d) Sphärolith (Menges, et al., 2002).

Da, wie bereits gesagt, das Material während des Schweißvorganges über die Schmelztemperatur erwärmt wird, werden alle vorhandenen kristallinen Strukturen geschmolzen. Während des nachfolgenden Abkühlvorganges bildet sich erneut eine morphologische Struktur aus, die sich zu der eines extrudierten Rohres jedoch unterscheidet und somit andere mechanische und bruchmechanische Eigenschaften besitzt. Der typische Aufbau dieser entstehenden Kristallstrukturen ist in Abb. 2.6 schematisch dargestellt (Potente, 2004).

In der Schweißnahtmitte (Abb. 2.6, a) bilden sich feinere, in Linien aufgereichte, Sphärolithe aus. Aufgrund der abrupten Abkühlung der Fügeflächen während der Umstellzeit (vgl. Kapitel 2.2.2) entstehen hier sehr viele Keime die zu feinen Strukturen bzw. einem zeilenförmigen Wachstum von Sphärolithen führen. In der angrenzenden Schicht tritt ein grobes Sphärolitgefüge (Abb. 2.6, b) auf, das mit zu-

nehmendem Abstand von der Nahtmitte feiner wird (Abb. 2.6, c). An diese Schicht anschließend befindet sich die sogenannte Fließzone (Abb. 2.6, d), die durch Fließlinien aufgrund starker Scherdeformationen gekennzeichnet ist. Diese kommen dadurch zu Stande, dass Material während dem Fügevorgang nach außen in den Wulst gepresst wird. Danach kommt ein Übergangsbereich aus verstreckten Sphärolithen (Abb. 2.6, e), der die Fließzone und das unbeeinflusste Grundmaterial (Abb. 2.6, f) verbindet.



**Abb. 2.6:** Darstellung der während des Fügens entstehenden Sphärolithstrukturen (Potente, 2004).

Die prinzipielle Reihenfolge dieses Schichtaufbaus bleibt auch bei Variation der Schweißparameter weitgehend unverändert. Nur die Breite und mehr oder weniger starke Ausbildung der Schichten verändert sich (Potente, 2004).

### 2.3.2 Mechanische Eigenschaften

#### **Schweißfaktoren**

Zur Bestimmung der Güte von Schweißnähten wurden sogenannte Schweißfaktoren eingeführt: Ein Kurzzeit-Schweißfaktor ( $f_z$ ) und ein Langzeit-Schweißfaktor ( $f_l$ ) (DVS 2203). Der Kurzzeit-Schweißfaktor gibt dabei das mechanische Verhalten

der Schweißnaht im Verhältnis des ungeschweißten Materials während kurzer Tests, wie z.B. dem Zugversuch, an. Dabei werden die Materialien wie in Gleichung 2.1 zueinander in Beziehung gesetzt:

$$f_z = \frac{\sigma_{\text{weld}}}{\sigma_{\text{bulk}}} \quad (2.1)$$

Dabei wird nach DVS-2203-2  $\sigma_{\text{weld}}$ , die Streckspannung des geschweißten Materials, und  $\sigma_{\text{bulk}}$ , die Streckspannung des Grundmaterials miteinander verglichen. Kurzzeit-Schweißfaktoren guter Schweißnähte befinden sich normalerweise im Bereich von  $0,8 \leq f_z \leq 1$ , wobei 1 bedeutet, dass die Schweißnaht dieselbe Festigkeit wie das nicht geschweißte Material erreicht. Laut DVS 2203-1 ist für Heizelementschweißungen von PE 100 ein Faktor von mindestens 0,9 gefordert.

Der Langzeit-Schweißfaktor ( $f_l$ ) hingegen wird laut DVS 2203-4 mittels Zeitstandzugversuchen ermittelt. Dabei muss eine ungeschweißte Probe bei vorgegebener Belastung 10.000 h Prüfzeit überdauern. Um auf die Belastung für die geschweißte Probe zu kommen, wird die Belastung der ungeschweißten Probe mit einem Faktor (z.B. 0,8) multipliziert. Dies ergibt die Belastung für die geschweißte Probe, unter der im Zeitstandzugversuch ebenfalls 10.000 h erreicht werden müssen. Ist dies der Fall, erfüllt die Schweißung nach DVS 2203-4 einen Langzeit-Schweißfaktor von 0,8. Langzeit-Schweißfaktoren sind je nach angewandtem Schweißverfahren unterschiedlich hoch. Laut DVS 2203-4 muss er für das Heizelementschweißen von PE 100 mindestens 0,8 betragen. Bei Warmgasschweißungen hingegen genügt ein Faktor von 0,4.

### **Spannungserhöhungen bei Schweißnähten**

Durch Wandstärkenversatz (Abb. 2.7, a) oder Einfallstellen (Abb 2.7, b) bei Schweißungen sind zusätzlich auftretenden Biegespannungen möglich, die das Langzeitverhalten von Rohren beeinträchtigen. Diese lassen sich durch Abänderungen der klassischen Kesselformen folgendermaßen beschreiben (siehe Gleichung 2.2 bis 2.5) (Potente, 2004):

- Bei Wandstärkenversatz (Abb. 2.7, a) gilt:

$$\sigma_a = \frac{p \cdot (D - d)}{4 \cdot d} \left(1 + 3 \cdot \frac{e}{d}\right) \quad (2.2)$$

$$\sigma_t = \frac{p \cdot (D - d)}{2 \cdot d} \left(1 \pm 0,2789 \cdot \frac{e}{d}\right) \quad (2.3)$$

Dabei ist  $\sigma_a$  die axiale und  $\sigma_t$  die tangentielle Spannung im Rohr. Der innen anliegende Druck wird mit  $p$ , der äußere Rohrdurchmesser mit  $D$ , der innere Rohrdurchmesser mit  $d$  und der Wandversatz mit  $e$  beschrieben.

- Bei Einfallstellen (Abb. 2.7, b) gilt:

$$\sigma_a = \frac{p \cdot (D - d)}{2 \cdot d} \left(1 \pm 1,14 \cdot \gamma \cdot \sqrt{\frac{D - d}{d}}\right) \quad (2.4)$$

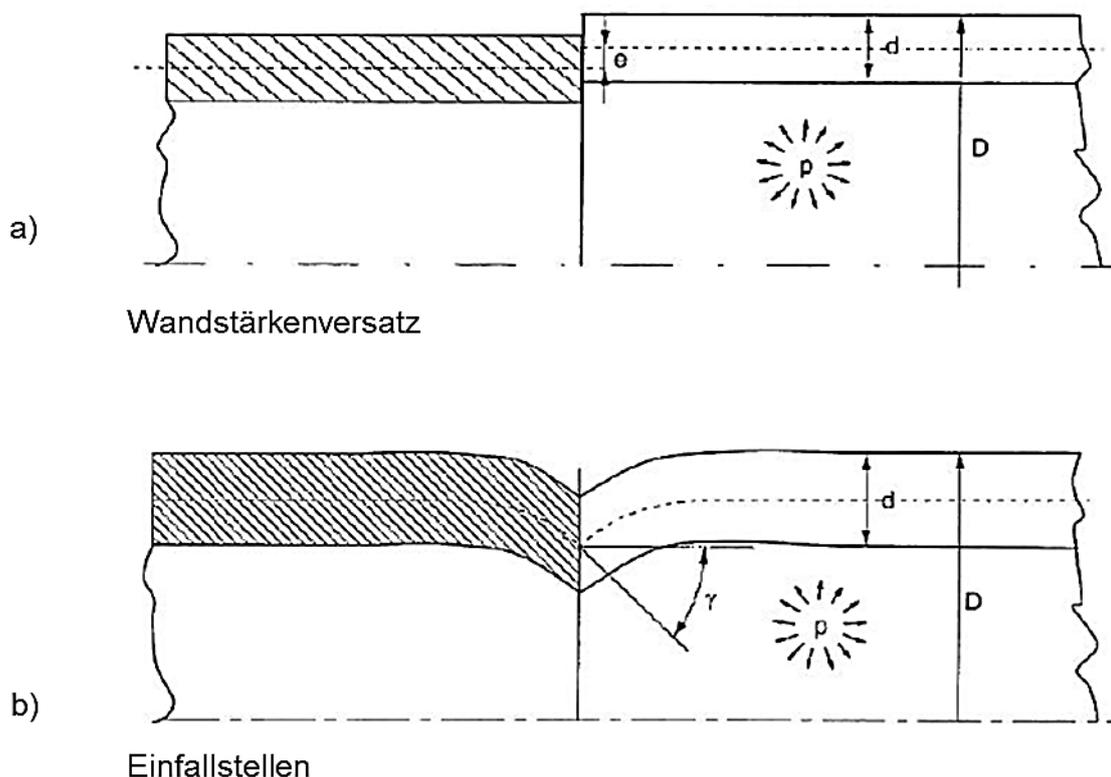
$$\sigma_t = \frac{p \cdot (D - d)}{d} \left(1 \pm 0,658 \cdot \gamma \cdot \sqrt{\frac{D - d}{d}}\right) \quad (2.5)$$

In diesem Fall entspricht  $\gamma$  dem in Abb. 2.7, b abgebildeten „Einfall-Winkel“. Um zusätzliche Spannungserhöhungen zu vermeiden, ist daher bei Schweißungen von Rohren darauf zu achten, dass es zu keinem Versatz der Fügeflächen kommt.

### **Modell für die Festigkeit von Stumpfschweißnähten**

Die Haftfestigkeit ( $\sigma_{\text{Haft}}$ ) einer Fügenaht lässt sich prinzipiell auf drei Mechanismen zurückführen (Potente, 2004):

- Spontane Haftung infolge des Kontakts ( $\sigma_{\text{Kont.}}$ )
- Selbstdiffusion ( $\sigma_{\text{Diff}}$ )
- Eine Festigkeit, die durch eine während des Fügens entstehende Molekülver Streckung und anschließender Relaxation mit Platzwechselvorgängen durch die Grenzfläche, entsteht ( $\sigma_{\text{Def,Rel}}$ ) (Ehrenstein, et al., 2004; Potente, 2004)



**Abb. 2.7:** Spannungserhöhungen bei nicht „idealen“ Schweißungen (Potente, 2004).

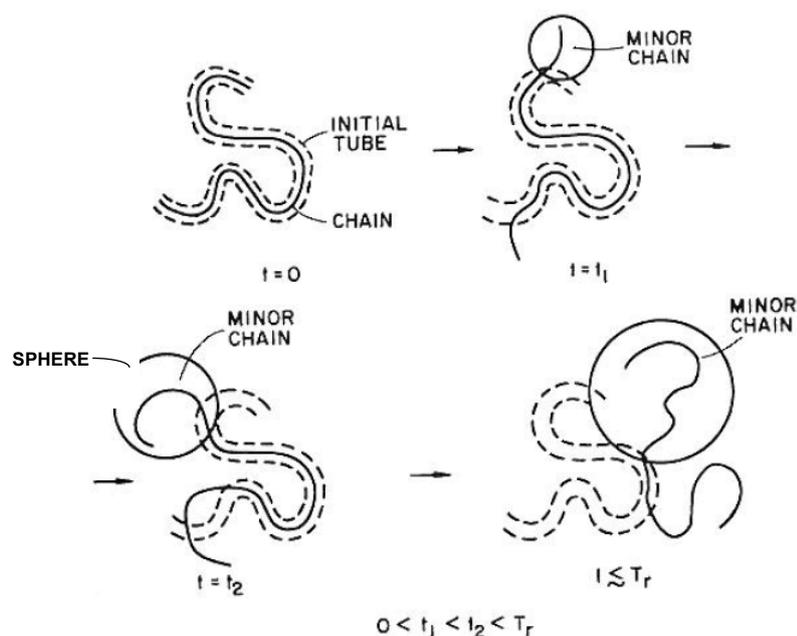
Somit lässt sich die Haftfestigkeit entsprechend Gleichung 2.6 folgendermaßen beschreiben:

$$\sigma_{\text{Haft}} = \sigma_{\text{Kont.}} + \sigma_{\text{Diff}} + \sigma_{\text{Def,Rel}} \quad (2.6)$$

Die Festigkeit infolge des Kontakts ist im Bereich von  $10^{-5}$  MPa und somit sehr gering (Potente, 2004). Die Haftung auf Grund der Selbstdiffusion wird durch das Reptationsmodell erklärt. Dieses Modell wurde durch De Gennes und Doi & Edwards entwickelt (de Gennes, 1979; Doi und Edwards, 1986). Bei diesem in Abb. 2.8 dargestellten Modell wird davon ausgegangen, dass sich Ketten („chain“) in einer Polymerschmelze nur begrenzt bewegen können.

Die Ketten werden durch angrenzende Ketten und Verschlaufungen in einer imaginären Röhre („initial tube“) eingesperrt. Innerhalb dieser Röhren ist es Molekülen zwar möglich sich durch Mikro-Brown'sche Bewegungen fortzubewegen, allerdings sind sie nicht im Stande sich gegenseitig weiter zu durchdringen. Die Enden dieser gefangenen Ketten („minor chains“) bewegen sich freier und entkommen

der Röhre nach und nach. Für diese Enden ist es nicht exakt möglich vorherzusagen, wie sie sich bewegen, weshalb sie besser in Aufenthaltsräumen („sphere“) dargestellt werden. Die Zeit, die die Kette benötigt um ihre ursprüngliche Röhre komplett zu verlassen, wird als Reptationszeit bezeichnet (Brochard-Wyart, 1991; Wool, 1991; Potente, 2004).

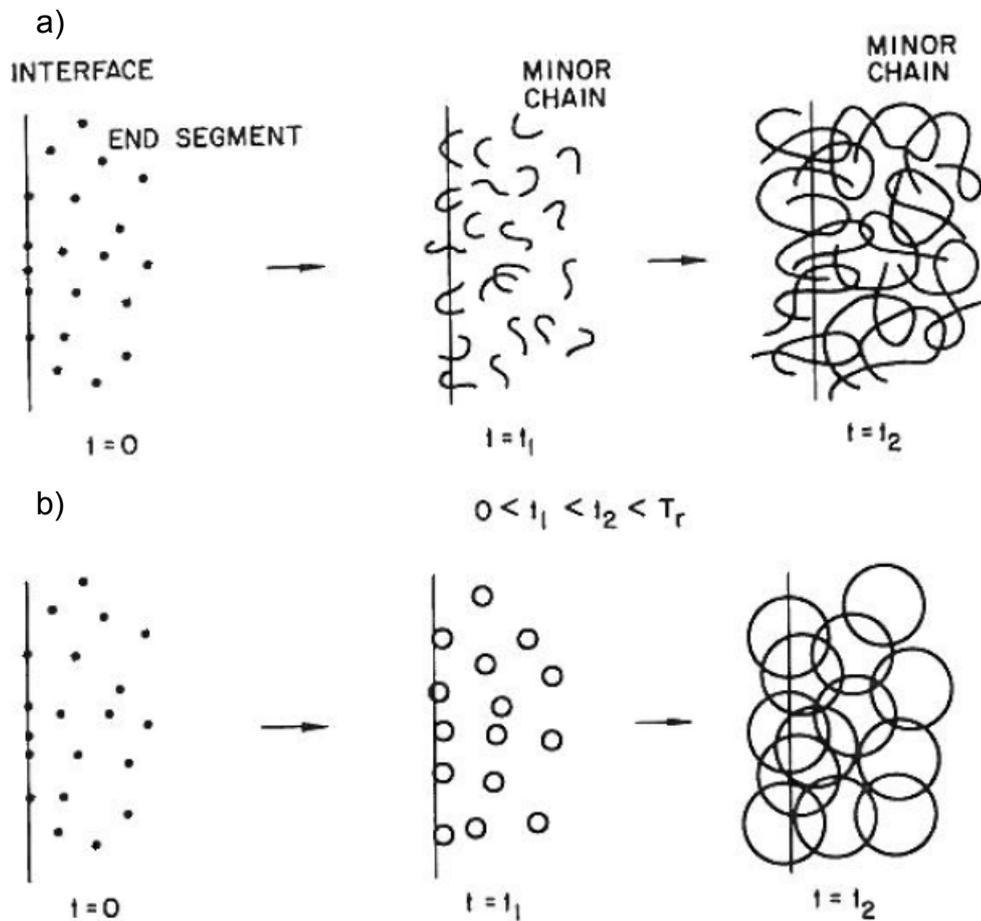


**Abb. 2.8:** Schematischer Verlauf eines Reptationsvorganges (Wool, 1991).

Aufgrund dieser Befreiung aus der ursprünglichen Röhre, kann es an Grenzflächen zwischen zwei Polymeren auch zu Grenzflächendiffusion der „minor chains“ kommen, wodurch ein Teil der Haftfestigkeit entsteht. Dieses Verhalten wird in Abb. 2.9 abgebildet, wobei nur die Kettenendsegmente (Abb. 2.9, a), bzw. die Aufenthaltssphären (Abb. 2.9, b) eines der zwei Polymere abgebildet sind (Wool, 1991).

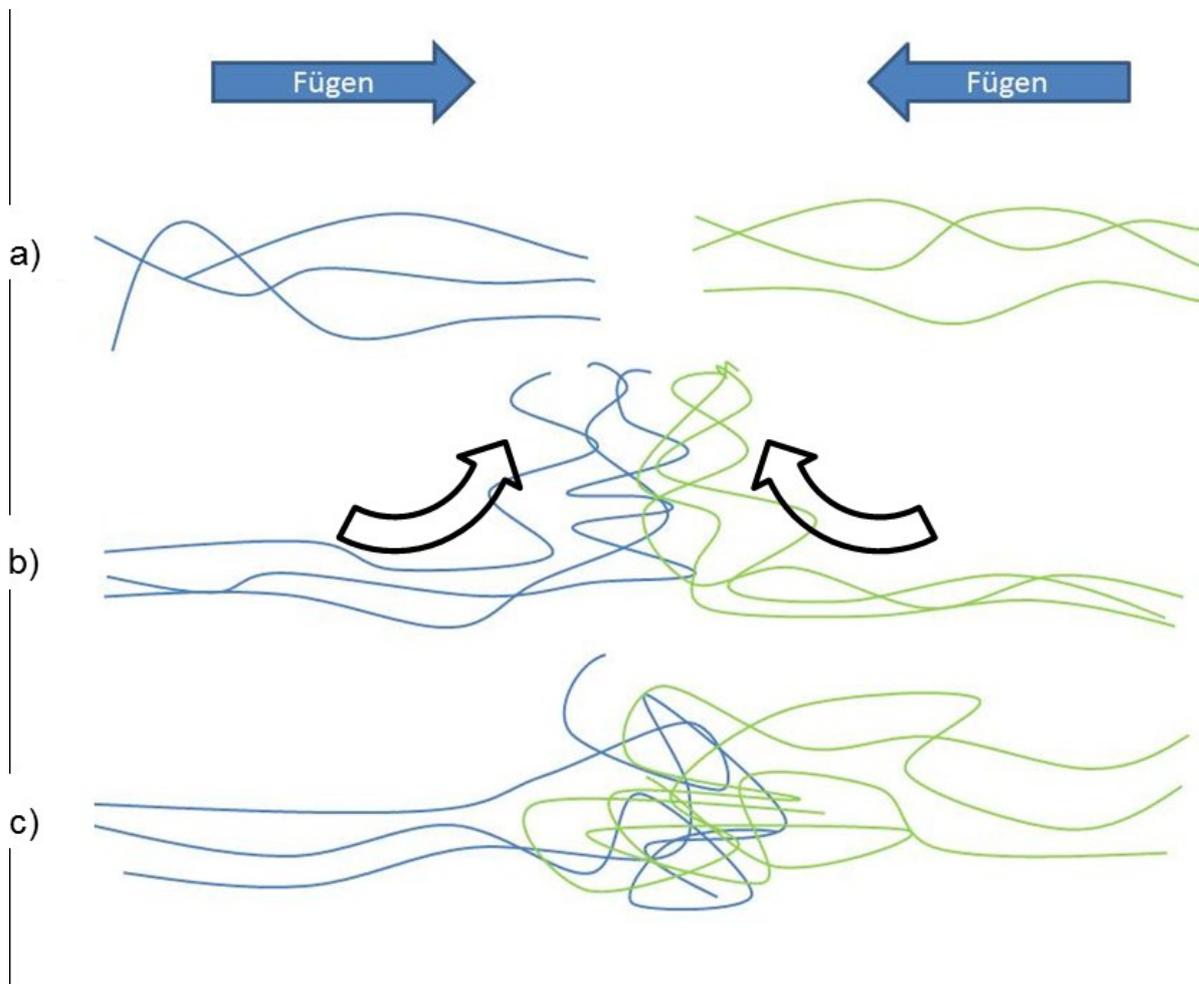
Da dieser Vorgang der Reptation langsam von statten geht, liefert dieser ebenfalls nur einen geringen Beitrag zur Haftfestigkeit. Dadurch ist es legitim anzunehmen, dass der größte Anteil der Festigkeit durch den in Abb. 2.10 dargestellten dritten Prozess, der Molekülverstretchung und anschließender Relaxation während des Fügevorganges, entsteht (Potente, 2004). Zuerst werden die Molekülketten in der Rohrwand (Abb. 2.10, a) durch den Fügeprozess nach Außen gedrückt, wodurch eine Orientierung (Abb. 2.10, b) und der Schweißwulst entstehen. Anschließend

relaxieren die Molekülketten während der Abkühlung und greifen ineinander ein (Abb. 2.10, c). Dadurch entstehen Verschlaufungen, die für die guten Haftungseigenschaften der Stumpfschweißnähte verantwortlich sind.



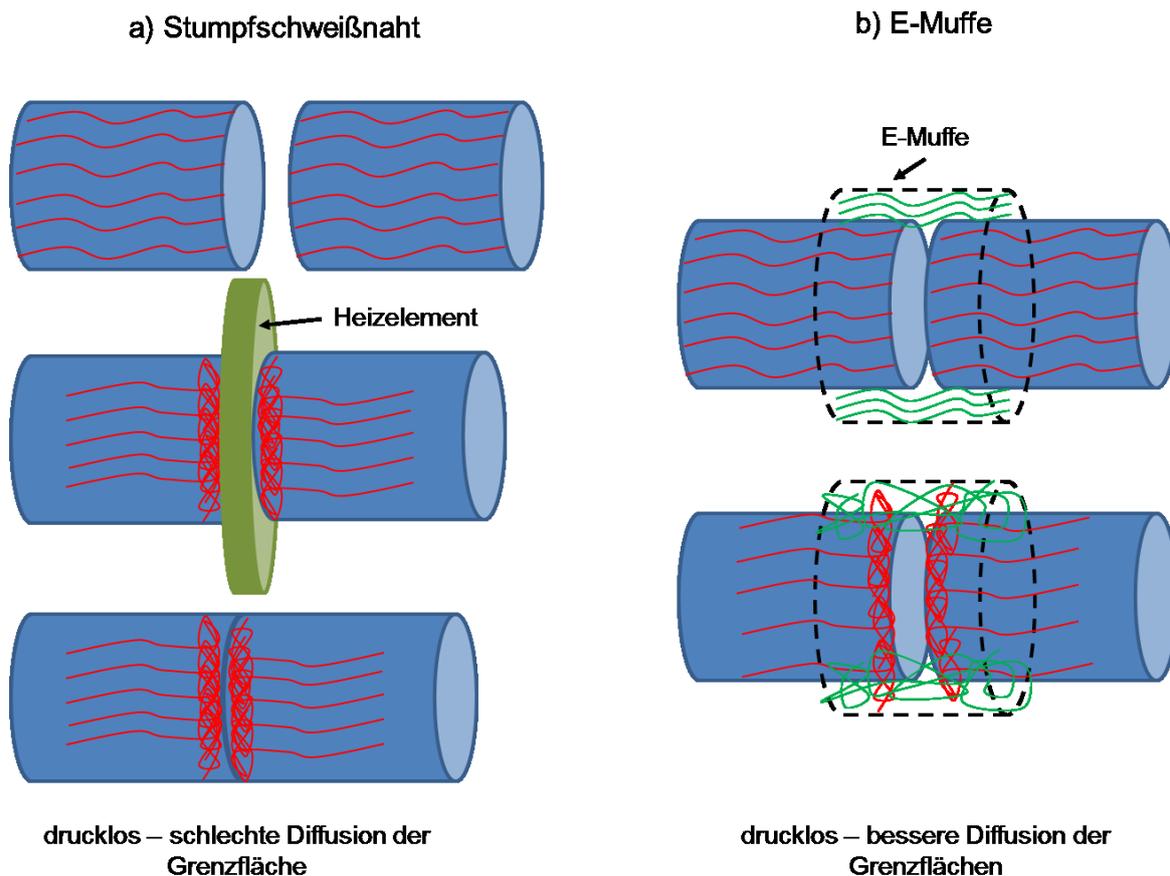
**Abb. 2.9:** Entstehung der Haftfestigkeit an einer Grenzfläche durch Diffusion (Wool, 1991).

Die Notwendigkeit dieser Umlagerung der Ketten während des Fügeprozesses (Abb. 2.10, b) rührt vermutlich daher, dass die Ketten im Rohr verarbeitungsbedingt bevorzugt in axial-Richtung angeordnet sind (Abb. 2.11, a). Werden diese ohnehin bereits orientierten Ketten beim Schweißprozess erwärmt, beginnen diese sich zusammen zu ziehen, um in einen energetisch besseren Zustand zu gelangen (Abb. 2.11, a).



**Abb. 2.10:** Molekülverstreckung und -relaxation während des Fügeprozesses (Potente, 2004; Ehrenstein, 2004).

Bei drucklosem Schweißen diffundieren sie nur zu geringen Teilen durch die Grenzflächen und erzeugen keine gute Festigkeit (Abb. 2.11, a). Bei anderen Schweißverfahren, wie z.B. dem Verbinden mittels Elektroschweißmuffen (E-Muffe), ist diese „Vororientierung“ durch Druckaufbringung nicht unbedingt nötig, da die Orientierungsrichtungen von Rohr und Muffe eine Diffusion durch die Grenzflächen erleichtern (Abb. 2.11, b), bzw. die Grenzflächen durch die Wärmeausdehnung aufeinander gedrückt werden wodurch der Diffusionsvorgang ebenfalls erleichtert wird. Daher ist davon auszugehen, dass bei Stumpfschweißverbindungen von Rohren die Aufbringung von Druck während des Schmelzvorganges für gute mechanische Eigenschaften von hoher Bedeutung ist.



**Abb. 2.11:** Vergleich der Grenzflächendiffusion von Stumpfschweißungen ohne Fügedruck und E-Muffenverbindungen.

### 2.3.3 Bruchmechanische Eigenschaften

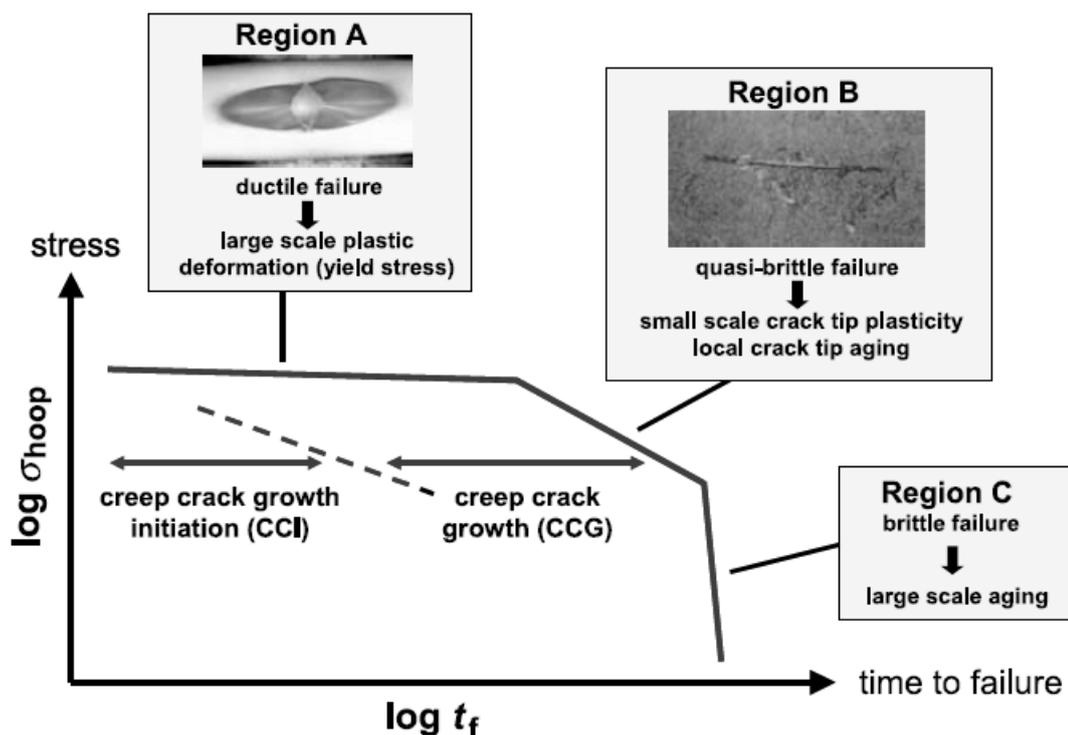
#### ***Versagensverhalten von Rohren unter Innendruck***

Das Langzeitverhalten von Rohren unter Innendruck wird standardmäßig durch Zeitstandinnendruckversuche, die in der EN ISO 9080 festgelegt sind, untersucht. Die dabei auftretenden Versagensmechanismen wurden bereits ausgiebig dokumentiert (Ifwarson, 1989; Lang, et al., 1997). Die Versagemuster entsprechen dabei normalerweise einem der drei Bereiche, die in Abb. 2.12 dargestellt sind (Lang, et al., 2005).

In Bereich A („Region A“) bilden sich bei sehr großen Belastungen ( $\sigma_{hoop}$ ) durch Innendruck bereits nach kurzer Zeit große plastische Deformationen und das Rohr versagt duktil. Die Dauer bis zum Eintreten dieser Versagensart („time to failure“) wird hauptsächlich durch die Fließspannung bestimmt (Krishnaswamy, 2005).

Bei geringeren Belastungen kommt es in Bereich B („Region B“) zu quasi-sprödem Versagen. Die Zeitdauer bis zu dieser Art des Versagens wird hauptsächlich durch die Molmasse und die Anzahl der Kurzkettenverzweigungen beeinflusst (Brown, et al., 1992; Pinter, 1999; Krishnaswamy, 2005). Der Versagensmechanismus in diesem Bereich lässt sich in zwei Arten unterteilen, die Rissinitiierung und das langsame Risswachstum (Barker, et al., 1983; Gaube, et al., 1985; Stern, 1995; Lang, et al., 1997; Pinter, 1999), die je nach Material unterschiedliche Beiträge zur Gesamtversagensdauer beisteuern.

Im Bereich C, kommt es aufgrund von globaler Alterung des Rohrwerkstoffes zu sprödem Versagen auch bei kleinen Lasten. Dieser Bereich wird hauptsächlich durch Stabilisatoren, die der Alterung entgegenwirken, beeinflusst (Doerner, 1994).



**Abb. 2.12:** Versagensbereiche von Rohren unter Innendruck (Lang 2005).

### **Langsames Risswachstum**

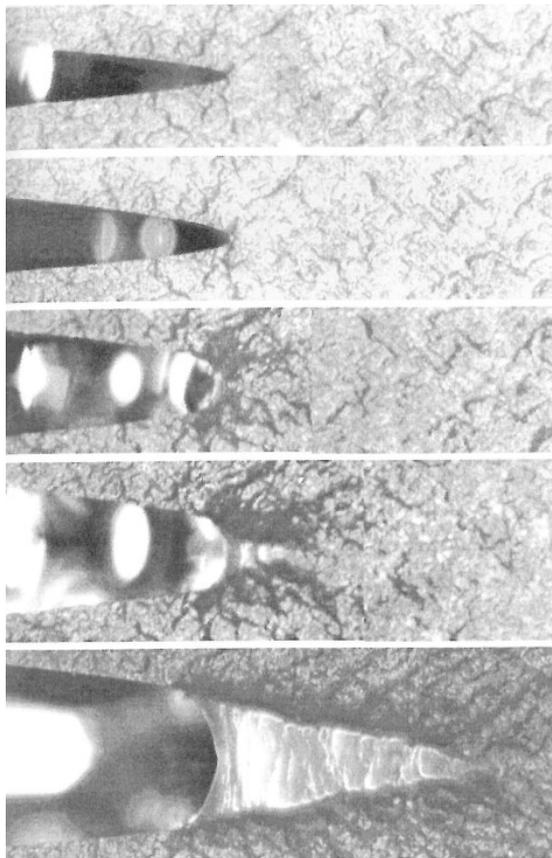
Das langsame Risswachstum, auch „Slow Crack Growth“ (SCG) genannt, ist der kritische Versagensmechanismus bei langzeitbeanspruchten Rohren unter Innendruck (Barker, et al., 1983; Gaube, et al., 1985; Ifwarson, 1989; Frank, 2010).

Ausgelöst wird SCG stets durch einen Anfangsdefekt, der sich typischerweise an oder in der Nähe der Rohrwand befindet (Barker, et al., 1983; Stern, 1995; Pinter, 1999). An diesen Mikrodefekten entstehen lokale Spannungsspitzen (Kinloch und Young, 1983), durch die sich Mikrohohlräume vor der Risspitze ausbilden. Zwischen diesen Hohlräumen wird das Material verstreckt und es entstehen Fibrillen bzw. „Crazes“ aus hochorientiertem Material (Brömstrup, 2004). Durch die anliegende Spannung fließt weiteres Material von den Fibrillengrenzflächen nach und es bilden sich immer größere Fibrillen („Crazing“). Tiefmoleküle beginnen zu entschlaufen, bzw. werden kovalente Bindungen der Molekülketten aufgebrochen, wobei der Mechanismus des Entschlaufens im Vergleich zu den Kettenbrüchen überwiegt (Pinter, 1999). Durch diese Abfolge an Prozessen wächst der Riss, wie in Abb. 2.13 gezeigt, immer weiter durch das Material.

### ***Linear Elastische Bruchmechanik***

Da herkömmlichen Methoden, wie etwa Zeitstandinnendruckversuche, für die Untersuchung von langsamem Risswachstum sehr zeitaufwändig sind, wurde das Langzeitverhalten von Polymeren häufig mit Hilfe der LEBM in beschleunigtem Zeitraum untersucht (Stern, 1995; Parsons et al., 1999; Pinter, 1999; Haager, 2006; Freimann, 2008; Frank, 2010). Ursprünglich wurde die Linear-Elastische Bruchmechanik für das Beschreiben und Berechnen des Versagens metallischer Werkstoffe entwickelt (Irwin, 1957; Broek, 1982; Hertzberg, 1996). In zahlreichen Studien wurde jedoch bereits gezeigt, dass die LEBM ebenfalls erfolgreich für das Versagensverhalten von Kunststoffen verwendet werden kann (Kinloch und Young, 1983; Lang, 1984; Stern, 1995), solange zwei grundlegende Bedingungen erfüllt werden (Lang, 1984):

- Die plastischen Deformationen an der Risspitze müssen großenteils eingeschränkt sein
- Der geprüfte Bauteil bzw. Prüfkörper muss ein linear-elastisches Werkstoffverhalten aufweisen

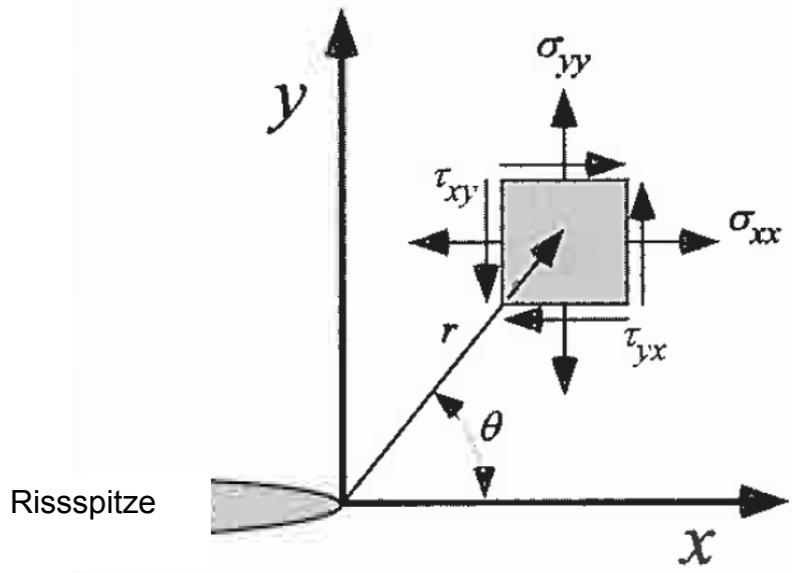


**Abb. 2.13:** Initiierung und Ausbreitung eines Risses in PE-HD unter statischer Belastung (Stern, 1995).

### ***Der Spannungsintensitätsfaktor $K$***

Unter Einhaltung der oben genannten Aspekte ist es für Kunststoffe legitim, die LEBM und den Spannungsintensitätsfaktor ( $K$ ) zu benutzen. Mit Hilfe von  $K$  ist es möglich lokale Spannungszustände an Rissspitzen in Materialien prüfkörperunabhängig zu beschreiben (Abb. 2.14 (Anderson, 2005) und Gleichung 2.7 (Hertzberg, 1996)).

Üblicherweise wird bei einer Angabe von Spannungsintensitätsfaktoren mittels Index I, II und III angegeben (Abb. 2.15), unter welcher Belastung dieser gilt. Dabei entspricht I der Rissöffnung aufgrund einer Zugbelastung, II der Scherung in der Ebene und III der Scherung aus der Ebene. Für die meisten praktischen Anwendungen ist Mode I der bedeutendste Belastungsfall (Broek, 1982; Kinloch und Young, 1983).

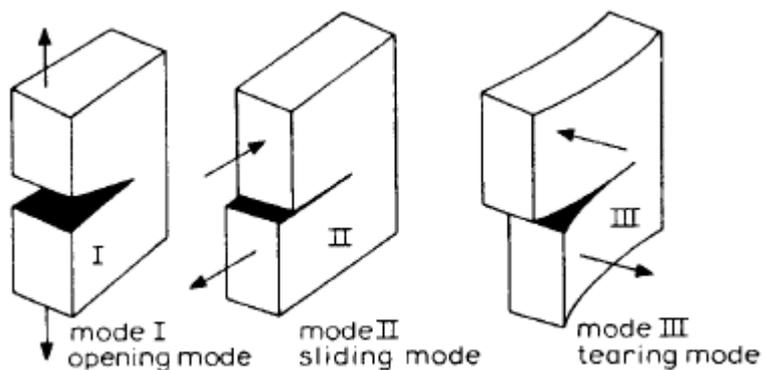


**Abb. 2.14:** Spannungszustand an der Risssspitze einer gleichmäßig belasteten, unendlich großen Probe (Anderson, 2005).

$$\begin{aligned} \sigma_y &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_x &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \tau_{xy} &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \left( \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right) \end{aligned} \tag{2.7}$$

$\sigma_z = 0$  ... ebener Spannungszustand

$\sigma_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y)$  ... ebener Dehnungszustand



**Abb. 2.15:** Belastungsmodi I, II und III (Broek, 1982).

Mit Hilfe dieses K-Konzeptes gelingt es, das Langzeitverhalten von PE-HD schneller zu untersuchen und zu vergleichen. Dazu wird die Risswachstumsgeschwindigkeit als Funktion des K-Wertes unter einer statischen Last bestimmt. Wird die Gültigkeit der LEBM während der Versuche nicht verletzt, kann dieser Materialkennwert zur Berechnung des Langzeitverhaltens verwendet werden. Dafür ist jedoch ein ausgeprägter ebener Dehnungszustand im Prüfkörper von Vorteil. Bei häufig verwendeten Prüfkörpern, wie z.B. dem Compact Tension-Prüfkörper (CT), kommt es aufgrund der Duktilität von Polyethylen bei hohen K-Werten zur Ausbildung großer plastischer Zonen und Verformungen, die die Legitimität der LEBM verletzen. Dieses Problem wird mit Hilfe kleinerer K-Werte und zyklischen Versuchen, bzw. anderer Prüfkörpergeometrien gelöst.

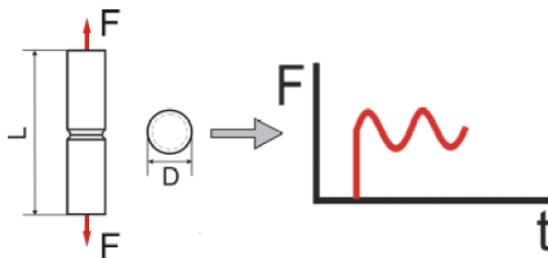
Dazu wurden bereits ausgiebige Untersuchungen sowohl mittels statischer, als auch dynamischer Belastungen durchgeführt und in weiterer Folge auch Modelle zur Berechnung von Lebensdauern von Rohren entwickelt (Stern, 1995; Lang, et al., 1997; Lang, 1997; Parsons et al., 1999; Pinter, 1999; Parsons et al., 2000; Balika, 2003; Haager, 2006; Frank, 2010).

### ***Langzeitverhalten von PE-HD anhand von zyklischen CRB-Tests***

Um das Problem der großen plastischen Zonen zu umgehen, werden Versuche an „Cracked-Round-Bar“ Prüfkörpern (CRB) durchgeführt. Dabei werden wie in Abb. 2.16 dargestellt, zylindrische Prüfkörper (mit dem Durchmesser  $D$ ) mit einer scharfen umlaufenden Kerbe versehen. Durch diese Kerbe kommt es zu einer großen Behinderung im Material, wodurch ein ebener Dehnungszustand ausgebildet wird und den Einsatz der LEBM rechtfertigt.

Das Bestimmen der Langzeiteigenschaften an CRB-Prüfkörpern wurde bereits ausgiebig dokumentiert (Pinter, et al., 2007b; Freimann, 2008; Hartl, 2010; Frank, et al., 2009; Frank, 2010). Die CRB-Prüfkörper werden zyklisch belastet (Kraft  $F$ , Frequenz  $f$ ), wodurch es zu langsamem Risswachstum kommt. Dieses zyklisch-induzierte Risswachstum (FCG, „Fatigue-Crack-Growth“) wird durch die gleichen Parameter beeinflusst, bzw. basiert auf den gleichen Versagensmechanismen wie das SCG in Rohren unter Innendruck (Pinter, et al., 2007b). Daher können von den Ergebnissen der vergleichsweise schnellen zyklischen Untersuchungen

Schlüsse bezüglich des Langzeitversagensverhaltens von Rohren unter Innendruck gezogen werden.



**Abb. 2.16:** Schematische Darstellung des zyklischen CRB-Tests (Pinter, et al., 2006).

Durch die Belastung ( $\Delta F$ ) bzw. die dadurch entstehende Spannung ( $\Delta\sigma$ ), die Risslänge ( $a$ ) und die Beschaffenheit des Prüfkörpers (Geometriefaktor  $Y$ ) stellt sich ein  $K_I$  bzw.  $\Delta K_I = (K_{I\max} - K_{I\min})$  nach Gleichung 2.8 aufgrund der zyklischen Belastung ein (Hertzberg und Manson, 1980).

$$\Delta K_I = \Delta\sigma \sqrt{a} Y \quad (2.8)$$

Wie in Abb. 2.12 gezeigt, werden bei Zeitstandinnendruckversuchen die Versagensspannungen ( $\sigma_{hoop}$ ) über die Versagenszeit ( $t_f$ ) aufgetragen. Bei Materialvergleichen mit den zyklischen CRB-Tests werden die während der Belastung angelegten  $\Delta K_I$ -Werte über die Zyklenzahl ( $N$ ) aufgetragen. Da sowohl, wie durch Gleichung 2.8 ersichtlich,  $\Delta K_I$  proportional zu  $\Delta\sigma$ , als auch die Versagenszyklenzahl ( $N_f$ ) proportional zu  $t_f$  ist, sind diese zwei Auftragungsarten qualitativ miteinander vergleichbar. Die Anwendbarkeit der CRB-Tests wurde bereits auch ausgiebig untersucht (Pinter, et al., 2007a; Pinter, et al., 2007b; Frank, et al. 2011). Dadurch ist es mit schnell durchführbaren CRB-Versuchen möglich ein Ranking bezüglich des Risswachstumswiderstandes zu erstellen. Im Falle dieser Arbeit wurden so Schweißnähten mit unterschiedlichen Schweißparametern untersucht und miteinander verglichen.

### 2.3.4 Einfluss der Struktur und Morphologie auf mechanische und bruchmechanische Eigenschaften

In diesem Kapitel werden die Einflüsse des strukturellen Aufbaus und der Morphologie auf die mechanischen und bruchmechanischen Eigenschaften von PE-HD

für Rohranwendungen genauer erläutert, um spätere Schlüsse und Interpretationen verständlich zu machen.

Generell ist festzuhalten, dass für Materialien in Rohranwendungen sowohl die mechanischen als auch die bruchmechanischen Eigenschaften von großer Bedeutung sind. Durch die mechanischen Eigenschaften wird z.B. sichergestellt, dass die Ringsteifigkeit des Rohres ausreicht um Erdlasten auf Dauer zu tragen. Andererseits wird durch ein zu steifes Rohr (erreicht z.B. durch einen hohen Kristallinitätsgrad) das langsame Risswachstum gefördert, wodurch es zu kürzeren Lebensdauern der Rohre kommt.

Daher wird in den letzten Jahren immer häufiger versucht, neue Materialien zu entwickeln, die beide Eigenschaftsspektren berücksichtigen, woraus sich auch der Trend zu bimodal-verteilten Rohrwerkstoffen erklärt. In den nachfolgenden zwei Kapiteln wird auf diese zwei Struktur-Eigenschaftsbeziehungen näher eingegangen, die oftmals gegenläufig verlaufen.

### ***Mechanische Eigenschaften***

Die mechanischen Eigenschaften von PE-HD hängen stark von der makromolekularen Struktur ab. Eine höhere Dichte, die auf weniger Seitenketten zurückführbar ist, erhöht den möglichen Kristallinitätsgrad und somit z.B. den E-Modul und die Streckgrenze des Werkstoffs (Grellmann und Seidler, 1998), wodurch eine höhere Ringsteifigkeit des Rohres erreicht wird. Dadurch ist das Rohr stabiler gegenüber Verformung und erträgt schwerere Lasten (z.B. Erdlast). Eine Erhöhung der Anzahl der Seitenketten senkt hingegen den Kristallinitätsgrad und somit die Steifigkeit des Rohres. Die Streckdehnung wird hingegen erhöht. Durch die Dichte wird auch das Permeationsverhalten der Rohrwerkstoffe, welches in Bezug auf Leckage und Umweltschutz eine immer größere Rolle spielt, beeinflusst, da die Permeation mit zunehmender Dichte abnimmt (Crank und Park, 1968).

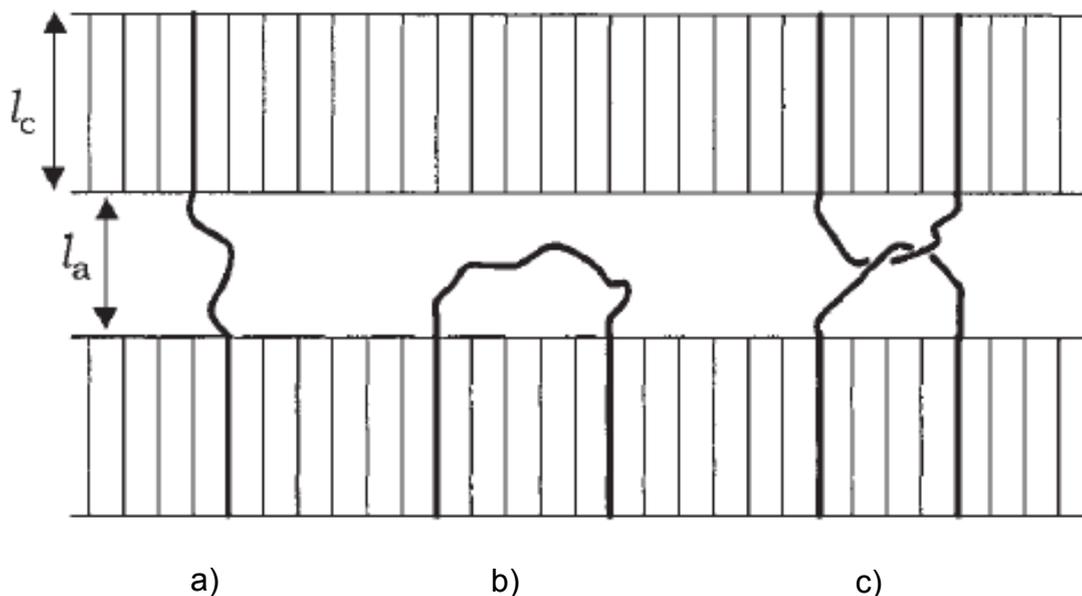
### ***Bruchmechanische Eigenschaften***

Die Hauptparameter, welche die Lebenszeit von PE-HD unter langsamem Risswachstum beeinflussen, sind die Molekulargewichtsverteilung und die Seitenkettdichte. Bei der Molekulargewichtsverteilung sind vor allem die Anteile mit sehr hohen Molekulargewichten ausschlaggebend für eine lange Lebensdauer.

Durch die Erhöhung der Anzahl der Seitenketten wird der Risswachstums-widerstand beträchtlich erhöht. Das Beifügen von 3 bis 6 Seitenketten pro 1000 C-Atomen steigert die Lebensdauer um einen Faktor von  $10^4$ . Der große Einfluss von Molekulargewichtsverteilung und Seitenketten ist dadurch erklärt, dass durch die langen Ketten vermehrt Tie-Molekülen gebildet werden. Diese verhindern bzw. verlangsamen Entschlaufungsvorgänge von Molekülketten, welche bei geringen Belastungen die Hauptursache für langsames Risswachstum darstellen. Weiters verbinden Tie-Moleküle nicht nur Lamellenpakete, sondern teilweise auch ganze Sphäroliten miteinander, wodurch wiederum das langsame Risswachstum entlang der Sphärolitgrenzen behindert wird. In Abb. 2.17 sind verschiedene Arten von Tie-Molekülen dargestellt. Bei Abb. 2.17, a) handelt es sich um ein normales Tie-Molekül, das zwei Lamellenpakete direkt miteinander verbindet, Abb. 2.17, b) zeigt ein loses Tie-Molekül, das keinen wirklichen Beitrag leistet und in Abb. 2.17, c) sind zwei lose Tie-Moleküle abgebildet, die ineinander verschlauft sind und so eine Verbindung zwischen den Paketen bilden (Brown, et al., 1992; Pinter, 1999; Seguela, 2005; Domininghaus, et al., 2008).

Die Erhöhung der Seitenketten führt zu einer Erniedrigung des Kristallinitätsgrad. Dadurch kommt es zu einer Erniedrigung der Fließspannung, was eine großräumige Fibrillierung an der Riss Spitze zur Folge hat, wodurch lokal eine höhere Energieabsorption ermöglicht wird (Pinter, 1999). Allerdings muss auch beachtet werden, dass teilkristalline Polymere um ein vielfaches resistenter gegen langsames Risswachstum sind als amorphe Polymere, da in teilkristallinen Polymeren viel Energie für die Deformation von Kristalliten aufgebracht werden muss (Hertzberg und Manson., 1980).

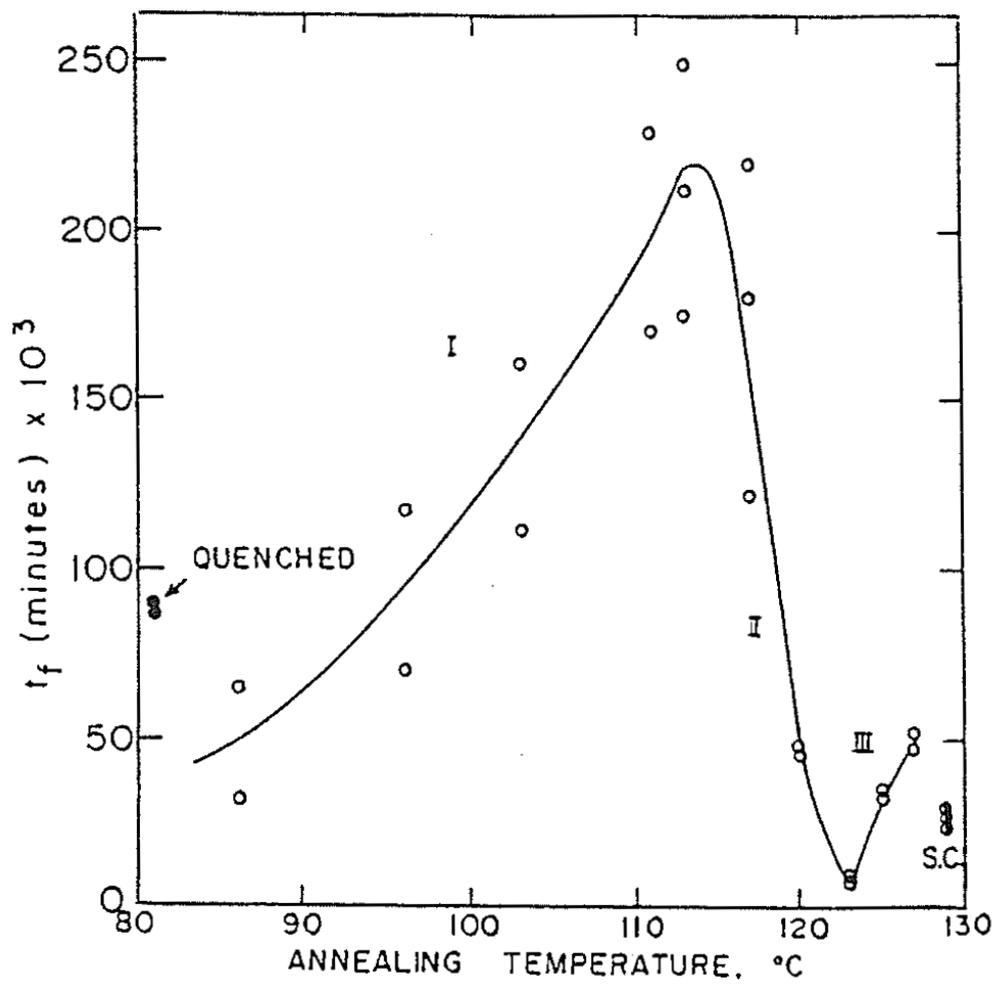
Über den Einfluss der Seitenkettenlänge gibt es verschiedene Meinungen. Es erscheint allerdings sinnvoll anzunehmen, dass längere Seitenketten (derzeit übliche Co-Monomere: Buten, Hexen, Octen) ebenfalls einen positiven Einfluss haben, da nach Hertzberg und Manson (Hertzberg und Manson, 1980) nicht einzelne Moleküle, sondern verschlaufte Netzwerke aus Molekülen crazes überspannen. Das Ausbilden solcher Netzwerke ist durch längere Seitenketten, die auch zu geringeren Kristallinitätsgraden führen, begünstigt.



**Abb. 2.17:** Arten von Tie-Molekülen (Seguela, 2005): a) Tie-Molekül; b) loses Tie-Molekül; c) verschlaufte Tie-Moleküle

Ein weiterer Einflussfaktor, der den Widerstand gegen langsames Risswachstum verändert, ist die Verarbeitung, oder im Fall dieser Arbeit der Schweißprozess. In Abb. 2.18 ist gezeigt, wie sich die Veränderung der Morphologie durch Tempern („annealing temperature“) des Materials auf die Lebensdauer ( $t_f$ ) von linearem PE auswirkt. Dabei ist zu sehen, dass Materialien die unter dem Schmelzpunkt (Abb. 2.18, I und II) getempert werden längere Lebenszeiten, als jene die im Temperaturbereich des Schmelzvorgangs (Bereich Abb. 2.18, III) getempert wurden aufweisen (Brown, et al., 1992).

Der generelle Einfluss eines Tempervorganges auf das langsame Risswachstum in Polyethylen wurde allerdings noch nicht sehr ausführlich erforscht. Weiters ist nur bekannt, dass sich bei PE-MD, aufgrund der größeren Lamellendicken (270 Å im Vergleich zu 160 Å) und daher wahrscheinlich geringeren Anzahl an Tie-Molekülen, der Widerstand gegen langsames Risswachstum verringert (Strebel und Moet, 1995).



**Abb. 2.18:** Temperatureinfluss auf die Lebensdauer von linearem PE (Brown, et al., 1992).

### 3 EXPERIMENTELLES

In diesem Kapitel wird genau auf den experimentellen Teil der Arbeit eingegangen. Dazu werden die Probenvorbereitung, die allgemeinen und die entwickelten bzw. angewandten Messverfahren erläutert.

#### 3.1 Untersuchte Werkstoffe

Im Rahmen der Untersuchungen in dieser Arbeit wurden Versuche an drei verschiedenen PE-HD Typen, die in Tabelle 3.1 aufgelistet sind, durchgeführt. Sämtliche Rohre und Spritzgussformteile wurden bei der Fa. AGRU Kunststofftechnik GmbH (Bad Hall, Ö) unter Produktionsbedingungen hergestellt.

**Tabelle 3.1:** Untersuchte PE-Typen

Bezeichnung	Erklärung
PE 100	Standard PE 100-Type
PE 100-RC	PE 100-Type; modifiziert für höheren Risswachstumswiderstand
PE 100-FT	PE 100-Type; für Spritzguss-Formteile

#### 3.2 Prüfkörperherstellung

Das Kapitel der Prüfkörperherstellung wird entsprechend der Rohrdimensionen in zwei Unterkapitel aufgeteilt. Da von der Herstellung der Rohre bis zum fertigen Prüfkörper viele Verarbeitungsschritte notwendig waren, werden diese hier zwecks Nachvollziehbarkeit genauer beschrieben.

##### 3.2.1 Rohrprüfkörper DN 160 mm

Es wurden Schweißnähte von PE-HD-Rohren mit einem Außendurchmesser von 160 mm und einer nominellen Wandstärke von 14,6 mm untersucht, die mit einem Heizelementschweißgerät verschweißt wurden. Die Schweißungen selbst wurden prinzipiell gemäß der DVS 2207-1 (Schweißen von thermoplastischen Kunststoffen, Heizelementschweißen von Rohren, Rohrleitungsteilen und Tafeln aus PE-HD) durchgeführt. Die Anwärmzeit (in Sekunden = 10x Wandstärke) wurde innerhalb der durch die Richtlinie vorgeschlagenen Gruppe zwischen 120 und 190 Sekunden variiert, aufgrund der Annahme, dass es während Arbeiten im Feld möglich ist, innerhalb der Gruppe eine falsche Geometrie auszuwählen. Aus zeitlichen Gründen wurde die Abkühlzeit, in der die Proben in der Schweißmaschine einge-

spannt bleiben, wie in der DVS 2207-1 vorgeschlagen, auf 10 Minuten (bzw. 600 s) reduziert. Diese Verkürzung ist möglich, da die Schweißungen im Anschluss keinerlei äußeren Belastungen ausgesetzt wurden.

Da auch der Einfluss der Druckart während des Abkühlens von Interesse ist, wurde bei einigen Schweißversuchen die Methode des „Dual-Schweißens“ aus der ISO/DIS 21307 verwendet. Dabei wird der Druck während der Abkühlzeit bereits nach 10 Sekunden auf ein Sechstel des ursprünglichen Druckes reduziert. Diese Art des Schweißens wird normalerweise für Rohre mit Wandstärken  $t > 22$  mm angewandt.

Um die Einflüsse der verschiedenen Polyethylen-Typen und Schweißparameter zu bestimmen, wurden 13 verschiedene Schweißungen je zweimal durchgeführt. Die genauen Parameter sind Tabelle 3.2 zu entnehmen. Alle Schweißungen wurden bei 23°C Umgebungstemperatur und ohne weitere äußere Witterungseinflüsse, wie z.B. Wind und damit verbundene Verschmutzung der Fügeflächen, hergestellt. Die Fügeflächen wurden vor dem Schweißen plan gehobelt und von Verschmutzungen befreit. Die Temperatur des Heizelements wurde vor jeder Messung an vier 90° versetzten Stellen überprüft um einen Einfluss durch die Schweißtemperatur selbst auszuschließen. Nach Beendigung jeder Schweißung wurde die Teflon-Beschichtung des Heizelementes gründlich gereinigt, um keine Rückstände auf die Fügeflächen der nächsten Proben zu bringen.

Für die durchgeführten Werkstoffprüfungen mussten passende Prüfkörper aus den Rohrverbindungen hergestellt werden. Dazu wurden aus den Rohrwänden ca. 15 mm dicke Streifen entlang der Extrusionsrichtung entnommen. Diese wurden anschließend entsprechend den Anforderungen jeder Prüfmethode weiter bearbeitet. Die genauen Prüfkörpervorbereitungen sind den einzelnen Kapiteln zu den Methoden der Prüfverfahren zu entnehmen.

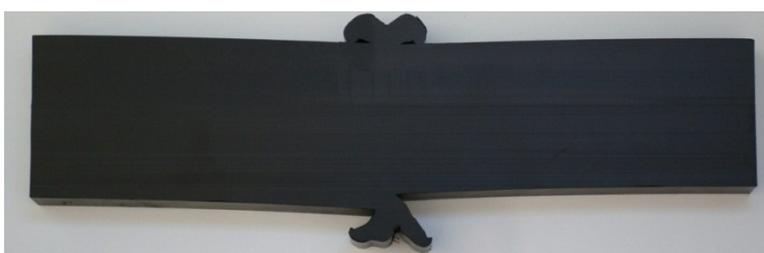
### **3.2.2 Rohrprüfkörper Großrohr**

Da Großrohre immer mehr an Bedeutung gewinnen, wurde auch die Schweißnaht eines solchen im Rahmen dieser Arbeit untersucht. Dazu wurden zwei Rohre mit einem Durchmesser von 2000 mm und einer Nennwandstärke von 85 mm zusammengeschweißt. Die genauen Parameter der Schweißung sind Tabelle 3.2 zu

entnehmen. Es wurde beim Angleichen eine minimale Wulsthöhe von 4,5 mm erreicht und die Umstellzeit während dem Schweißvorgang betrug ca. 60 Sekunden. Da für derartige Rohre derzeit keine Regelwerke existieren, wurden die Schweißparameter der DVS, bzw. ISO-Norm auf diese Wandstärke extrapoliert. Für die weitere Verarbeitung und Prüfkörperherstellung wurde eine Platte der Größe von ca. 470x400 mm<sup>2</sup> herausgearbeitet, welche wiederum in ca. 30 mm dicke Streifen geschnitten wurde (siehe Abb. 3.1). Diese wurden anschließend entsprechend den Anforderungen jeder Prüfmethode weiter bearbeitet. Die genauen Prüfkörpervorbereitungen sind den einzelnen Kapiteln zu den Methoden der Prüfverfahren zu entnehmen.

**Tabelle 3.2:** Variation der Schweißparameter und Materialien.

Material	DN	Druckprofil	Anwärmzeit	Kühlzeit
	[mm]	[/]	[s]	[s]
PE 100	160	Single	120	600
PE 100	160	Single	190	600
PE 100	160	Dual	120	600
PE 100	160	Dual	190	600
PE 100	160	Single	146	600
PE 100-RC	160	Single	120	600
PE 100-RC	160	Single	190	600
PE 100-RC	160	Dual	120	600
PE 100-RC	160	Dual	190	600
PE 100-RC	160	Single	146	600
				600
PE 100 u. PE 100-FT	160	Single	146	600
PE 100-RC u. PE 100-FT	160	Single	146	600
PE 100-FT u. PE 100-FT	160	Single	146	600
PE 100	2000	Dual	840	5580



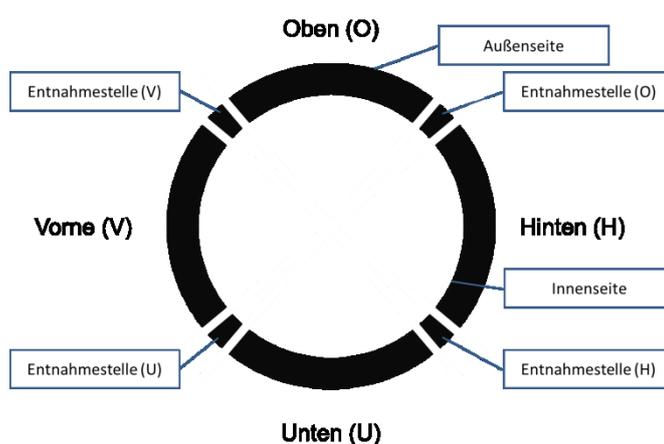
**Abb. 3.1:** Teilstücke der Großrohrverbindung samt Naht und Wulst.

### 3.3 Methodenentwicklung

Da es nicht möglich war alle gewünschten Ergebnisse mit normierten, bzw. standardisierten Messmethoden zu erhalten, werden in diesem Kapitel die Messmethoden genauer erklärt. Dies soll der Nachvollziehbarkeit der Ergebnisse dienen.

#### 3.3.1 Optische Charakterisierung

Bei der optischen Charakterisierung waren vor allem die geometrische Beschaffenheit der Schweißwülste und die durch die Wülste entstandenen „Kerben“ von Interesse. Bisherige Beobachtungen an Schweißnähten haben gezeigt, dass Risse an diesen Wulstkerben initiieren und anschließend durch die Rohrwand wachsen (Frank, 2008; Hessel, 2011). Dazu wurden die in Kapitel 3.2.1 erwähnten Streifen entlang der Schnittflächen mittels Mikrotom glatt und plan geschnitten. Die so vorbereiteten Prüfkörper wurden anschließend mit einem Lichtmikroskop (TYP SZX12 & TYP BX51, Olympus (Hamburg, D)) untersucht. Um die Struktur der Schweißnähte selbst genauer zu bestimmen, wurden 10 µm dicke Schichten auf Objektivträgern aus Glas mittels Lichtmikroskop und Polfiltern untersucht um Änderungen in der Kristallstruktur des Polyethylens zu charakterisieren. Bei den Schweißwülsten wurden prinzipiell sehr verschiedene Formen beobachtet. Auch variierte die Form der Wülste innerhalb einer Schweißung entlang des Umfangs. Aus diesem Grund wurden die untersuchten Rohrverbindungen in 90° versetzte Abstände unterteilt und untersucht (Abb. 3.2).



**Abb. 3.2:** Entnahmestellen der Prüfkörper entlang des Rohrumfangs für die optische Charakterisierung.

### 3.3.2 Dynamische Differenzkalorimetrie

Die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) wird dazu verwendet, um die Wärmemenge zu bestimmen, die für eine physikalische oder chemische Umwandlung eines Stoffes aufgebracht werden muss, oder dabei freigesetzt wird. Bei konstantem Druck wird die innere Energie eines Stoffes als Enthalpie (H) bezeichnet. Ändert sich die Enthalpie auf Grund einer Umwandlung, ist es möglich diesen Vorgang mittels DSC zu beobachten und zu charakterisieren. Bei der praktischen Anwendung des Verfahrens wird vor allem die Differenz der Enthalpie zwischen zwei Zuständen ( $\Delta H$ ), wie in Gleichung 3.1, bei der  $c_p$  für die spezifische Wärmekapazität des Materials und  $\Delta T$  für die Temperaturdifferenz steht, verwendet (Ehrenstein, et al., 2003). Eine Übersicht über physikalische und chemische Ursachen für die Änderung von  $\Delta H$ , bzw. die Ausbildung von Peaks in einer DSC-Kurve ist in Tabelle 3.3 beschrieben.

$$\Delta H = \int c_p \cdot \Delta T \quad (3.1)$$

**Tabelle 3.3:** Chemische und physikalische Ursachen für die Änderung der Enthalpie (Grellmann und Seidler, 2007).

physikalische Ursachen			chemische Ursachen		
	endotherm	exotherm		endotherm	exotherm
Schmelzen	X		Chemisorption		X
Kristallisation		X	Desolvation	X	
Evaporation	X		Abbau	X	X
Sublimation	X		oxidativer Abbau		X
Adsorption		X	Redox-Reaktion	X	X
Absorption	X		Polymerisation		X
Desorption	X		Vernetzung		X
Glasübergang	kein Peak, nur Übergang		Verbrennung		X

Mit Hilfe eines Kalorimeters wird die Änderung der Enthalpie durch die Abweichung des Wärmestroms ( $\dot{Q}$ ) von der Basislinie gemessen. Über die Gleichungen (3.1 und (3.2, bei der m die Masse der Probe, v die Heizrate und  $c_p$  die spezifische Wärmekapazität ist, lässt sich die Änderung der Enthalpie kalkulieren (Ehrenstein, et al., 2003).

$$\frac{\dot{Q}}{m} = v \cdot c_p \quad (3.2)$$

Prinzipiell gibt es in der dynamischen Differenzkalorimetrie zwei verschiedene Verfahren.

- Dynamische Wärmestrom – Differenzkalorimetrie (DWDK)
- Dynamische Leistungs – Differenzkalorimetrie (DLDK)

Bei der DWDK befinden sich Probe und Referenzmaterial zusammen in einem gemeinsamen Ofen, der nach einem vorgegebenen Programm geheizt und gekühlt wird. Sowohl bei der Probe als auch der Referenz, die sich auf einer wärmeleitenden Metallscheibe befinden, wird kontinuierlich die Temperatur gemessen. Solange beide Substanzen dem Temperaturprogramm gleichermaßen folgen, bleibt die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz gleich. Findet in der Probe eine der in Tabelle 3.3 beschriebenen Umwandlungen statt, benötigt die Probe mehr oder weniger Energie als die Referenzprobe. Aus dieser Temperaturdifferenz resultiert die Wärmestromänderung ( $\Delta\dot{Q}$ ).

Bei der DLDK sind Probe und Referenzmaterial in getrennten Öfen, die unabhängig voneinander geregelt werden. Kommt es während des Aufheiz- oder Abkühlvorgangs aufgrund einer Umwandlung zu einer Temperaturdifferenz  $\Delta T$  zwischen den zwei Öfen, wird diese durch verstärktes oder verringertes Heizen ausgeglichen.

Der Vorteil der DWDK liegt in der robusteren Bauweise und einfachen Handhabung der Geräte, jener der DLDK in der Fähigkeit, aufgrund der kleinen Zeitkonstanten der Öfen besonders schnelle Reaktionen zu messen. Im allgemeinen Sprachgebrauch werden beide Verfahren meist als „Differential Scanning Calorimetry“ (DSC) bezeichnet (Ehrenstein, et al., 2003).

### **Angewandte Methode**

In dieser Arbeit wurden alle Messungen mittels DWDK, auf einem Gerät des Typs DSC822e der Firma Mettler Toledo (Schwerzenbach, CH) durchgeführt und mittels STARe Software ausgewertet. Bei den Untersuchungen wurden Unterschiede in den Kristallinitätsgraden über die Wandstärke sowohl in der Schweißnaht, als

auch im Rohr ermittelt. Dazu wurden aus den in Kapitel 3.2 erwähnten Streifen mittels Mikrotom 200  $\mu\text{m}$  dicke Schichten geschnitten und mit Hilfe eines Teppichmessers ca. 2 mg schwere Proben entnommen. Um den Kristallinitätsgrad zu berechnen, wurde die Schmelz- bzw. Kristallisationsenergie, die durch den Schmelz- bzw. Kristallisationsprozess verbraucht wird bzw. entsteht, mit der eines theoretischen 100% kristallinen Polyethylens ( $\Delta H_m^0 = 293 \text{ J/g}$ ) verglichen (Ehrenstein, et al., 2003).

Mit den Proben wurde folgendes Programm gefahren (Heiz- und Kühlraten 10 K/min):

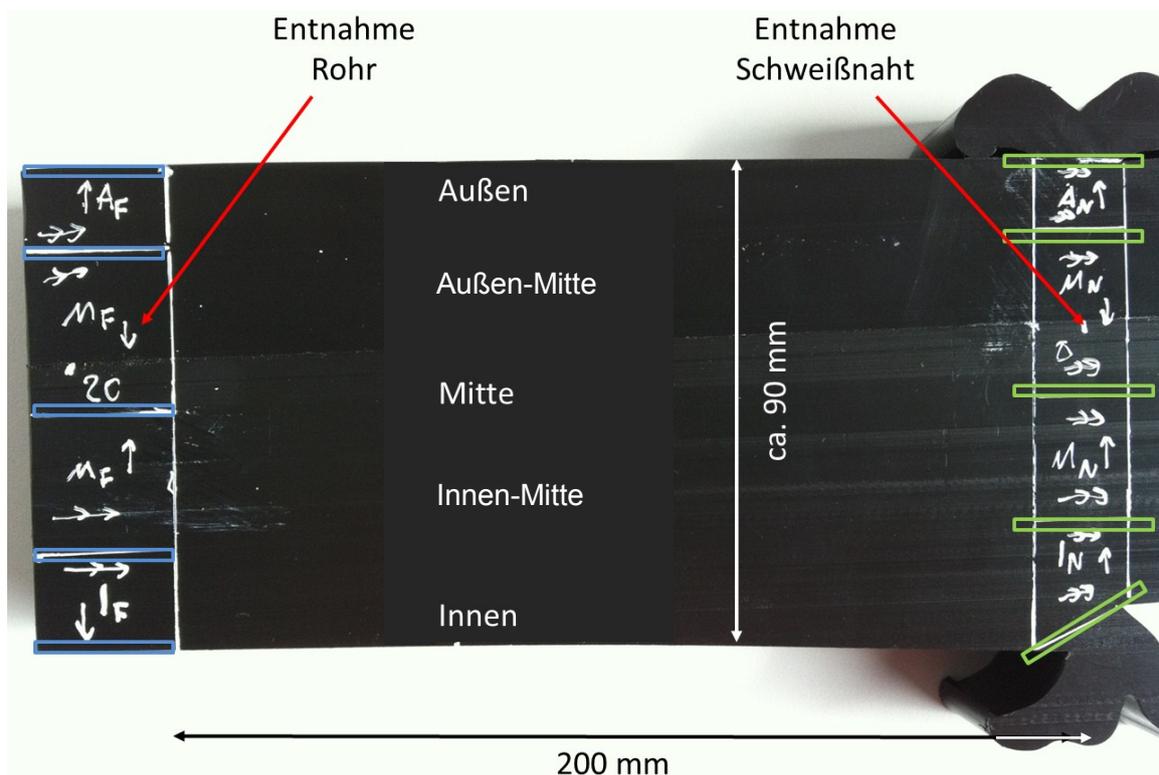
- Temperierung auf 30°C
- kontrolliertes Aufheizen auf 190°C
- kontrolliertes Abkühlen auf 30°C
- kontrolliertes Aufheizen auf 190°C

### ***Schweißungen von Rohren mit 160 mm Durchmesser***

Bei diesen Schweißungen wurden Proben an drei verschiedenen Stellen der Rohrwand entnommen: Außen, Innen und in der Mitte. Da sich herausstellte, dass der Kristallinitätsgrad in der Mitte stets mit der Innenseite vergleichbare Werte lieferte, wurden aus zeitsparenden Gründen für die restlichen Versuche nur noch die Innen- und Außenseite gemessen. Nachdem alle drei verwendeten Materialien untersucht worden sind, wurde auch auf die Charakterisierung des zweiten Aufheizvorganges, bzw. Abkühlvorgang verzichtet, da sich die Ergebnisse dieser Messungen nur verändern, wenn es im Material selbst zu Veränderungen auf molekularer Ebene, wie z.B. chemische Alterung, kommt, was nicht der Fall war (Ehrenstein, et al., 2003).

### ***Schweißung von Rohren mit 2000 mm Durchmesser***

Bei dieser Schweißung war es auf Grund der großen Wandstärken von ca. 85 mm möglich, wie in Abb. 3.3 dargestellt, an fünf verschiedenen Stellen Proben zu entnehmen: Außen, Außen-Mitte, Mitte, Innen-Mitte und Innen. Wiederum wurde das Material hinsichtlich des Kristallinitätsgrad in Schweißnaht und Rohr in Abhängigkeit zur Rohrwandposition untersucht.



**Abb. 3.3:** Probenentnahme für DSC beim Großrohr.

### 3.3.3 Orientierungsmessung mittels Infrarot-Spektroskopie

Das Hauptanwendungsgebiet der Infrarot-Spektroskopie (IR) besteht in der Identifikation von Stoffen. Die Infrarotspektroskopie basiert auf absorptionspektroskopischen Methoden und verarbeitet Wellenlängen ( $\lambda$ ) von ca. 780 nm bis hin zu 1 mm. Der für die Identifikation von Polymeren wichtigste Spektralbereich befindet sich zwischen 2,5 und 25  $\mu\text{m}$ . Die Spektren werden bei der IR-Spektroskopie oft mittels Wellenzahlen ( $\nu$ ) gem. Gleichung 3.3, dargestellt (Grellmann und Seidler, 2007), woraus sich der zu untersuchende Bereich zwischen 4000 und 400  $\text{cm}^{-1}$  ergibt.

$$\nu = \frac{1}{\lambda} \quad (3.3)$$

Die so aufgenommenen Spektren weisen Absorptionsbanden auf, die je nach Wellenzahl den Vibrationen bestimmter Molekülgruppen zugeordnet werden. Anhand der so identifizierten Molekülgruppen werden mittels Datenbanken-vergleich Stoffe identifiziert.

### **Angewandte Methode - Orientierungsmessungen mittels Dichroic-Factor**

Die Idee hinter der Orientierungsmessung mittels IR-Spektroskopie lässt sich folgendermaßen zusammenfassen: Der Strahl des Spektroskops wird mittels Polfilter in einer Ebene polarisiert und auf die Probe gelenkt. Ist der Vektor des polarisierten Strahls ( $\vec{E}$ ) parallel zum Transition-Vektor ( $\vec{M}$ ), tritt eine hohe Absorption ( $I$ ) auf, sind die beiden Vektoren normal aufeinander tritt keine  $I$  auf. Die so auftretende  $I$  ist proportional zum Quadrat des Skalar-Produkts von  $\vec{E}$  und  $\vec{M}$ . Dieser Zusammenhang wird in Gleichung 3.4 dargestellt, wobei  $C$  eine Proportionalitätskonstante und  $\theta$  der eingeschlossene Winkel zwischen  $\vec{E}$  und  $\vec{M}$  sind (Koenig, 1992).

$$I = C(\vec{E} \cdot \vec{M})^2 = (E \cdot M \cdot \cos(\theta))^2 \quad (3.4)$$

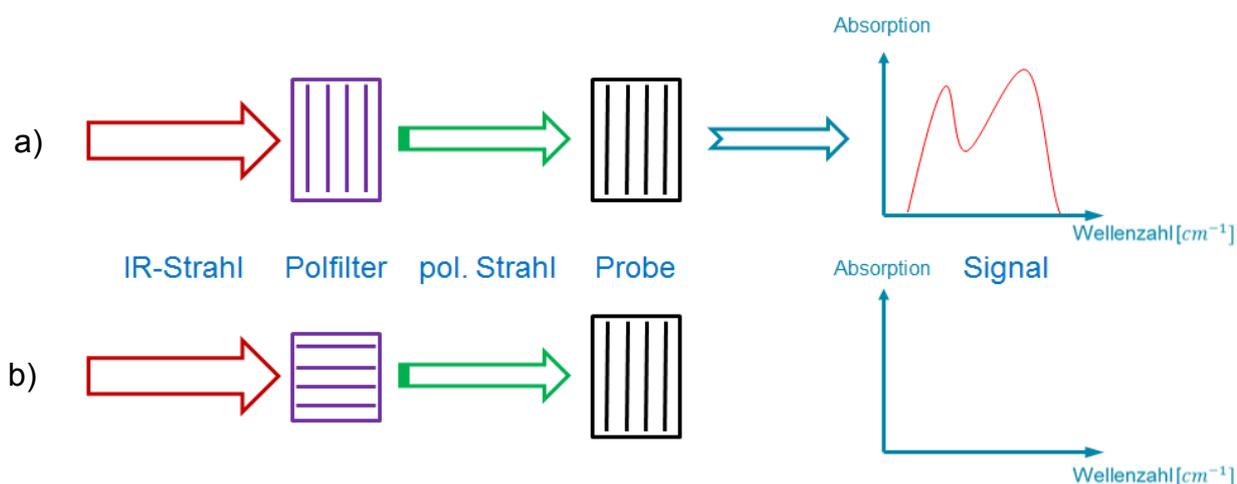
Sind in einem Feststoff absorbierende Gruppen orientiert, so tritt Absorption auf, die nicht nur von der Anzahl, sondern auch von der Orientierung der Gruppen abhängig ist. Mit Hilfe dieser Methode wird der lineare Dichroic-Factor eines Stoffes, der Auskunft über die Orientierung in einer Ebene gibt, ermittelt. Dazu wird die Absorption der Gruppen einmal mit parallel polarisiertem Licht (Abb. 3.4, a;  $A_{||}$ ) und einmal normal dazu (Abb. 3.4, b;  $A_{\perp}$ ) gemessen. Diese zwei Werte werden anschließend wie in Gleichung 3.5 gezeigt miteinander ins Verhältnis gesetzt.

$$R = \frac{A_{||}}{A_{\perp}} \quad (3.5)$$

Dies ergibt  $R=1$  für Proben ohne bevorzugter Orientierungsrichtung. Bei einer Orientierung in Richtung  $A_{||}$  ergeben sich Werte im Bereich  $1 < R < \infty$ , für Orientierungen in  $A_{\perp}$  Werte im Bereich  $0 < R < 1$  (Jasse und Koenig, 1979; Koenig, 1992; Krishnaswamy, 2000).

Das Problem dieser Messmethode ist, dass sie bisher meist nur für hochverstreckte und hochorientierte Proben von PE-HD, PE-LLD (biaxial verstreckte Filme), PET, etc. verwendet wurde, oder dazu diente die Änderung der Orientierung während der Verstreckung zu bestimmen (Read und Stein, 1968; Glenz und Peterlin, 1970; Holland-Moritz und van Werden, 1980; Krishnaswamy, 2000). Da es bisher nur wenige Untersuchungen gibt, bei denen wenig orientierte Proben miteinander verglichen worden sind (Leskovics, et al., 2006), war es ein Ziel dieser Arbeit zu

überprüfen, ob diese Methode auch für Proben mit geringeren Orientierungen verwendet werden kann. Dazu wurden Messungen in Transmission, und Absorption (ATR – „attenuated total reflection“) durchgeführt.

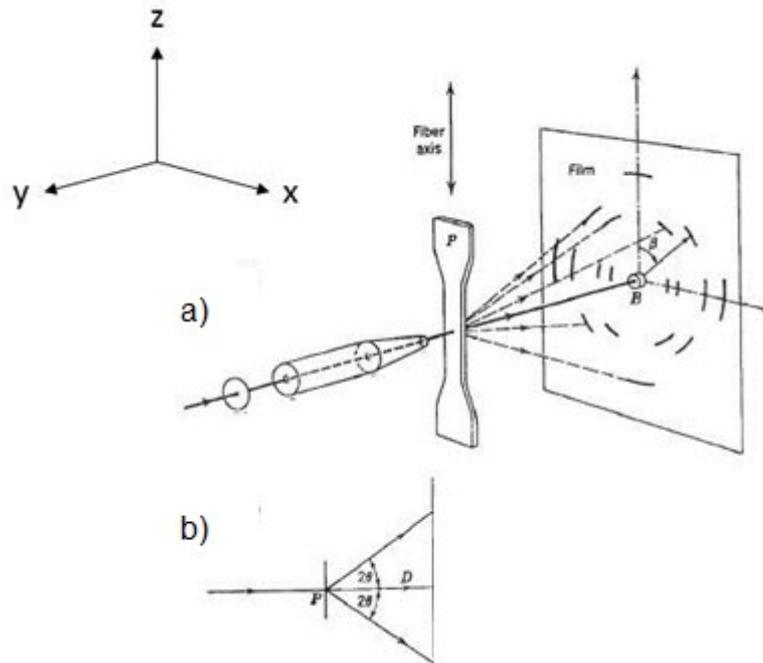


**Abb. 3.4:** Funktionsweise des Polfilters für den linearen Dichroic-Factors einer ideal orientierten Probe (Koenig, 1992).

Die Untersuchungen wurden auf einem Infrarotspektroskop der Marke Spectrum GX von Perkin Elmer (Schwerzenbach, CH) durchgeführt und mit der Software Spectrum ausgewertet. Für die Polarisation der Strahlung wurde ein linearer Polfilter des Typs GS12000 der Marke Specac (Slough, GB) verwendet.

### 3.3.4 Orientierungsmessung mittels Röntgenstrahlung

Bei der Röntgenkleinwinkelstreuung („small angle x-ray scattering“ – SAXS) werden Röntgenstrahlen an den Elektronenwolken rund um Atomkerne gestreut. Betrachtet man größere Bereiche mit vielen dieser Wolken, ist davon auszugehen, dass die Streuungen mit der Variation in der Elektronendichte korrelieren. Wenn diese Dichteunterschiede periodisch, ausgelöst durch z.B. orientierte Lamellenpakete oder Fasern, auftreten, kommt es zu Interferenzen der Röntgenstrahlen wie an Kristallgittern. Die Winkel ( $\theta$ ) der Streuungen, die durch Lamellenpakete ausgelöst werden, überschreiten im Normalfall  $2\text{-}3^\circ$  nicht. Durch die Interferenzen entstehen sogenannte Streubilder (Abb. 3.5, a) aus denen auftretende konstruktive Interferenzen und deren Winkel ( $\beta$ ) abgelesen werden können (Alexander, 1969).



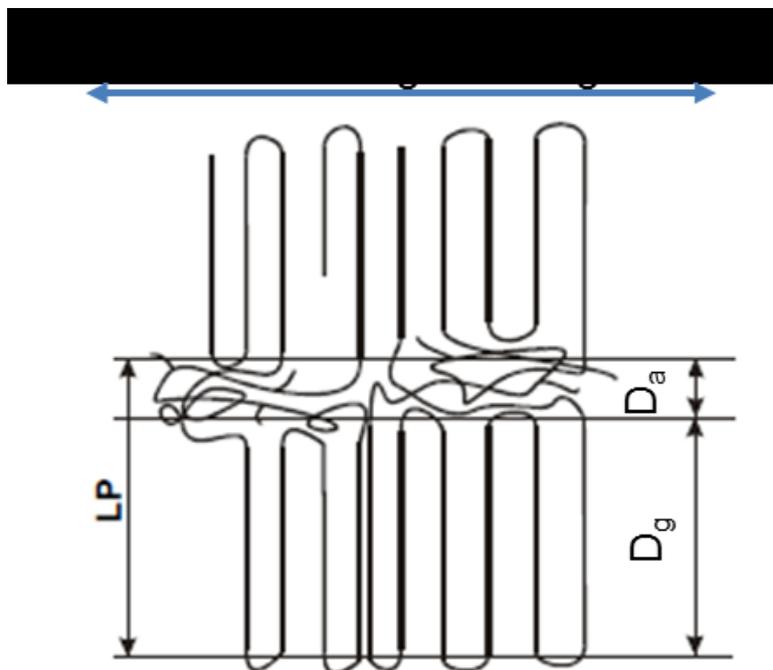
**Abb. 3.5:** Schematischer Aufbau a) und geometrische Zusammenhänge b) einer SAXS-Untersuchung (Alexander, 1969).

Im Fall des Beispiels in Abb. 3.5 handelt es sich um die Orientierung von Fasern in einem Zugprüfstab (P). Die Fasern sind in Z-Richtung orientiert. Durch die Streuung treten vermehrt positive Interferenzen unter einem Winkel ( $\beta$ ) von  $90^\circ$  auf, d.h. die Winkel der auftretenden Interferenzen in den Streubildern geben immer die Richtung normal zur Orientierungsrichtung an. Aufgrund der geometrischen Beschaffenheit der Probenpositionierung vor dem Aufnahmefilm (Abb. 3.5, b) und des durch die Bragg-Gleichung beschriebenen Zusammenhangs zwischen Gitterabstand ( $d$ ), Wellenlänge der Strahlung ( $\lambda$ ), und des Streuwinkels ( $\theta$ ), der in Gleichung 3.6 dargestellt ist, wird ebenfalls auf den Abstand der Fasern rückgeschlossen (Alexander, 1969).

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (3.6)$$

Wird dieses Verfahren auf Polymere mit Lamellenpaketen statt Fasern bezogen, bleibt das Prinzip dasselbe. Die Röntgenstrahlung wird allerdings an der Inhomogenität der Elektronendichte, die durch Lamellenpakete und angrenzende amorphe Bereiche entsteht, gestreut. Dabei tritt, wie in Abb. 3.6 die Langperiode (LP), die die Dicke eines Lamellenpaketes ( $D_g$ ) und der anschließenden amorphen Phase ( $D_a$ ) beschreibt, an die Stelle von  $d$ . So ist es möglich auch Vorzugsrichtun-

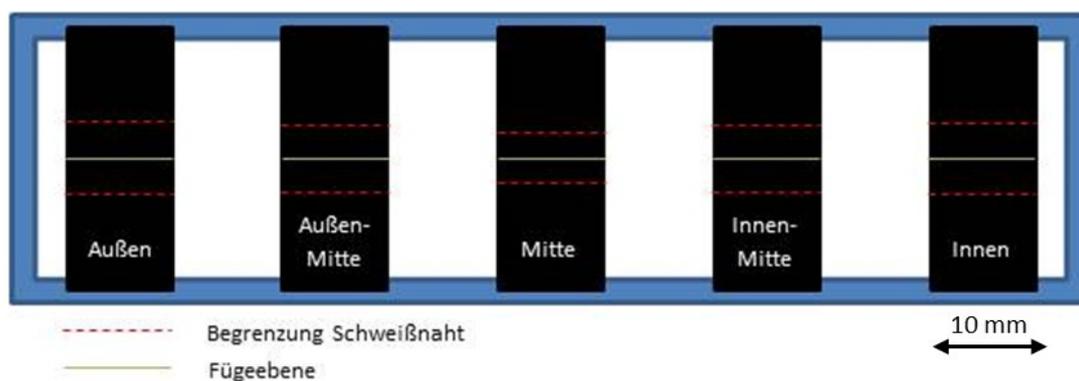
gen von Lamellenpaketen in Polymeren zu bestimmen (Alexander, 1969; Pinter, 1999).



**Abb. 3.6:** Aufbau der lamellaren Struktur eines teilkristallinen Polymers (Pinter, 1999).

### **Angewandte Methode**

Um die Ergebnisse der Orientierungsmessungen mittels IR-Spektroskopie zu überprüfen, wurden Referenzmessungen mittels Röntgenstreuung durchgeführt. Dazu wurden aus einer Großrohrschweißung und einem Großrohr, ähnlich der Untersuchungen mittels DSC (vgl. Kapitel 3.3.2, Abb. 3.3) fünf Proben mit Dicken von 200  $\mu\text{m}$  entnommen. Diese wurden, wie in Abb. 3.7 schematisch dargestellt, auf einem Rahmen befestigt und anschließend mittels Kleinwinkelstreuung innerhalb der Schweißnaht vermessen. Ein zweiter Rahmen mit Vergleichsproben aus dem Rohr wurde ebenfalls vermessen um die Orientierungen im unbeeinflussten Rohr zu bestimmen. Die Messungen und Auswertungen der Streubilder wurden mit einem Gerät des Typs NanoSTAR (Bruker AXS, Karlsruhe, D) durchgeführt.

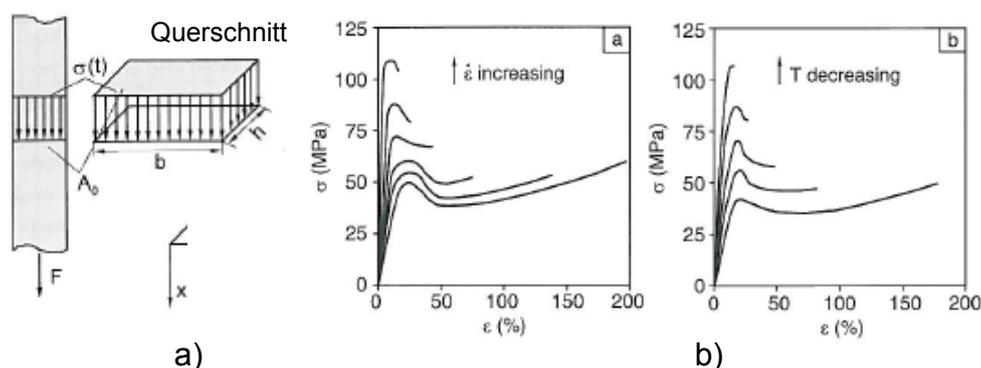


**Abb. 3.7:** Probenpositionierung für Röntgenstreuversuche.

### 3.3.5 Zugversuche

Mittels Zugversuch werden die Werkstoffeigenschaften bei einer monotonen einachsigen Zugbeanspruchung ermittelt. Es wird dabei davon ausgegangen, dass in der Querschnittsfläche des Prüfkörpers anfangs eine gleichmäßige Spannungsverteilung (Abb. 3.8, a) vorliegt. Später kommt es bei Kunststoffen, die duktil genug sind um eine Streckgrenze auszubilden, zu einer Einschnürung.

Die durch den Zugversuch gewonnen Kennwerte, geben Einblicke in das Spannungs- Dehnungsverhalten von Kunststoffen und werden zur Qualitätskontrolle, Kunststoffspezifikation oder zur Berechnung kurzzeitig beanspruchter Bauteile verwendet. Es ist zu beachten, dass die ermittelten Kennwerte von einigen Faktoren beeinflusst werden, wie in Abb. 3.8, b an den Beispielen Dehnungsgeschwindigkeit ( $\dot{\epsilon}$ ) und Temperatur (T) demonstriert ist. Es ist zu beachten, dass eine erhöhte  $\dot{\epsilon}$ , bzw. niedrigere T zu spröderem Verhalten führt als geringe  $\dot{\epsilon}$ , bzw. höhere T. Daher muss stets angegeben werden, unter welchen Bedingungen die gemessenen Kennwerte ermittelt wurden. Um diese Begebenheit zu vereinfachen und zu standardisieren, wurden internationale Normen (z.B. ISO 527) entwickelt, in denen Prüfkörpergeometrien, Prüfbedingungen und Auswertemethoden festgehalten sind (Hellerich, et al., 2004; Grellmann und Seidler, 2007).



**Abb. 3.8:** Spannungsverteilung über den Querschnitt einer Zugprobe a); Einfluss von Dehnungsgeschwindigkeit und Temperatur auf die Spannungs-Dehnungskurve b) (Grellmann und Seidler, 2007).

### Angewandte Methode

Bei den Zugversuchen wurden die Materialkennwerte Elastizitätsmodul ( $E$ ), Streckspannung ( $\sigma_y$ ) und -dehnung ( $\epsilon_y$ ), sowie Zugfestigkeit ( $\sigma_M$ ) und Bruchdehnung ( $\epsilon_B$ ) in Anlehnung an die Norm ISO 527 bestimmt. Die Versuche wurden auf einer Maschine des Typs Zwick Z010 der Firma Zwick/Roell (Ulm, D) durchgeführt. Der Elastizitätsmodul wurde bei einer Dehnungsgeschwindigkeit von 1 mm/min, alle weiteren Kennwerte bei 50 mm/min bestimmt.

Ähnlich der Versuche mit der DSC (Kapitel 3.3.2) wurden die Kennwerte für die Mitte der Rohrwand, die Rohrwandinnen- und die Rohrwandaußenseite, bzw. später nur noch für Rohrwandinnen- und Rohrwandaußenseite bestimmt. Die Prüfkörper wurden aus 200  $\mu\text{m}$  dicken Schichten gestanzt. Die Einspannlänge der Prüfkörper betrug 20 mm. In der Mitte der Prüfkörper befand sich, wie in Abb. 3.9 dargestellt, die Schweißnaht. Diese wurde mit zwei weißen Farbtupfern bzw. -strichen markiert, um festzustellen, ob die erste Einschnürung während des Zugversuches innerhalb oder außerhalb der Schweißnaht stattfindet. Bei guten Schweißnähten sollte der Prüfkörper sowohl außerhalb als auch innerhalb der Schweißnaht einschnüren, wodurch davon ausgegangen werden kann, dass der Kurzzeitschweißfaktor ( $f_z$ ) ca. 1 beträgt. Wird außerdem in Betracht gezogen, dass die langsame Abkühlung nach dem Schweißprozess für einen höheren E-Modul innerhalb der Naht sorgt, sollten die Prüfkörper eher außerhalb der Naht einschnü-

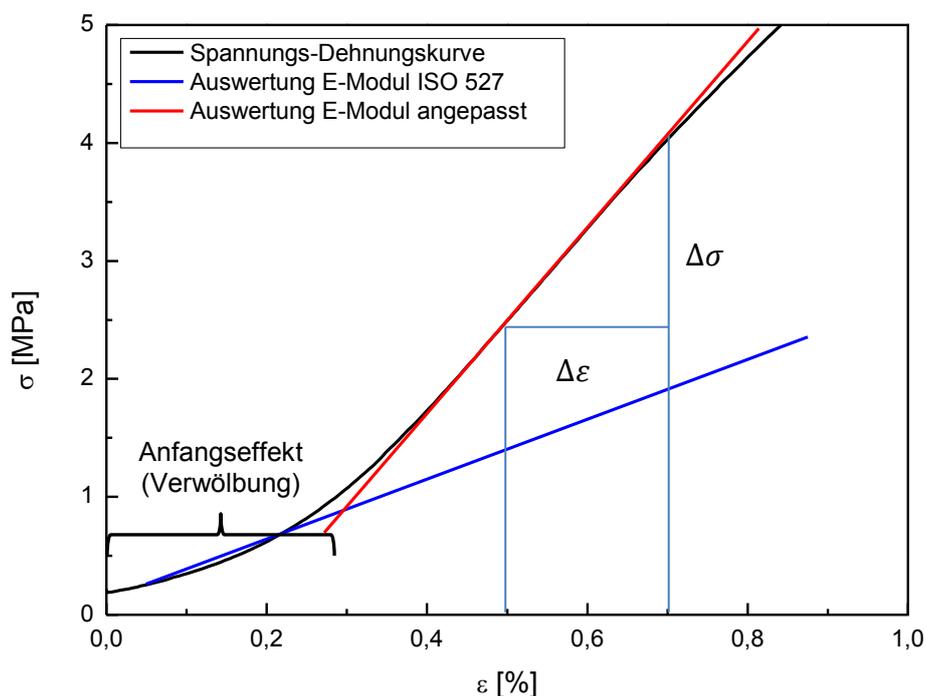
ren. Dieses Phänomen wurde auch bereits in der Literatur beobachtet (Runčev und Trpkovski, 2008).



**Abb. 3.9:** Prüfkörper für Zugversuche mit Schweißnaht.

Aufgrund der Verwölbung der dünnen Prüfkörper konnte der E-Modul nicht exakt nach Norm im Bereich  $0,05 \% < \varepsilon < 0,25 \%$  bestimmt werden. Die Kurven wurden um den jeweiligen Verwölbungseffekt nach links verschoben und gemäß Gleichung 3.7 und Abb. 3.10 ausgewertet um auf korrekte Werte zu kommen.

$$E_{\text{Zug}} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (3.7)$$



**Abb. 3.10:** Auswertung des Elastizitätsmoduls mittels Sekantenmethode.

### 3.3.6 Schlagzähigkeit

Mit Hilfe der Pendelschlagversuche wird festgestellt, wie Kunststoffe auf Belastungen mit sehr hohen Belastungsgeschwindigkeiten reagieren. Da das Materialver-

halten von äußeren Faktoren wie Temperatur, Belastungs-geschwindigkeit, multi-axiale Spannungen, Eigenspannungen, etc. abhängig ist, soll mit Hilfe dieser Tests sichergestellt werden, dass Bauteile bei schlagartigen Belastungen nicht spröd versagen. Da Spannungskonzentrationen und –überhöhungen an Kerben und Kerbgründen besonders förderlich für spröde Brüche sind, werden auch gekerbte Proben geprüft. Dazu wird mittels Pendel ein Schlag auf einen Prüfkörper mit oder ohne Kerbe ausgeführt um zu sehen, ob dieser zu einem spröden oder duktilen Bruch führt.

Bei diesen Versuchen ist es wichtig zu beachten, dass es sich bei den ermittelten Werten um keine Materialkennwerte handelt und diese nicht einfach auf Bauteile übertragen sind. Die Versuche dienen lediglich einer Unterscheidung von Kunststoffen hinsichtlich ihrer Schlag- und Kerbschlagzähigkeit (Grellmann und Seidler, 2007; Hellerich, et al., 2004).

### **Angewandte Methode**

Die Schlagzähigkeitsversuche wurden in Anlehnung an ISO 179-1 an Prüfkörpern mit der Geometrie  $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$  mit gefräster V-Kerbe (hergestellt durch die Firma AGRU (Bad Hall, Ö)) durchgeführt. Zusätzlich zu der gefrästen Kerbe wurde eine Einwegrasierklinge ca. 1 mm weit eingedrückt, um einen scharfen Anriss zu gewährleisten. Es wurden alle 13 Schweißnähte von Rohren mit 160 mm Durchmesser, sowie Proben ohne Schweißnähte aller drei vorkommenden Materialien (Nullproben) untersucht.

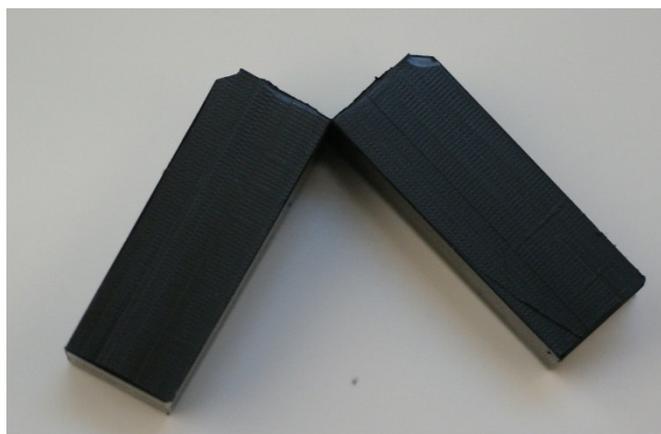
Geschlagen wurden die Prüfkörper auf einem Gerät des Typs Resil25 der Firma Ceast (Pianezza, It) mit einem 2-Joule-Pendel bei voller Auslenkung, einem Backenabstand von 40 mm und Raumtemperatur. Laut ISO 179-1 wird die Kerbschlagzähigkeit entsprechend der Gleichung 3.8(3.8 berechnet.

$$a_{cN} = \frac{E_c}{h \cdot b_N} \cdot 10^3 \quad (3.8)$$

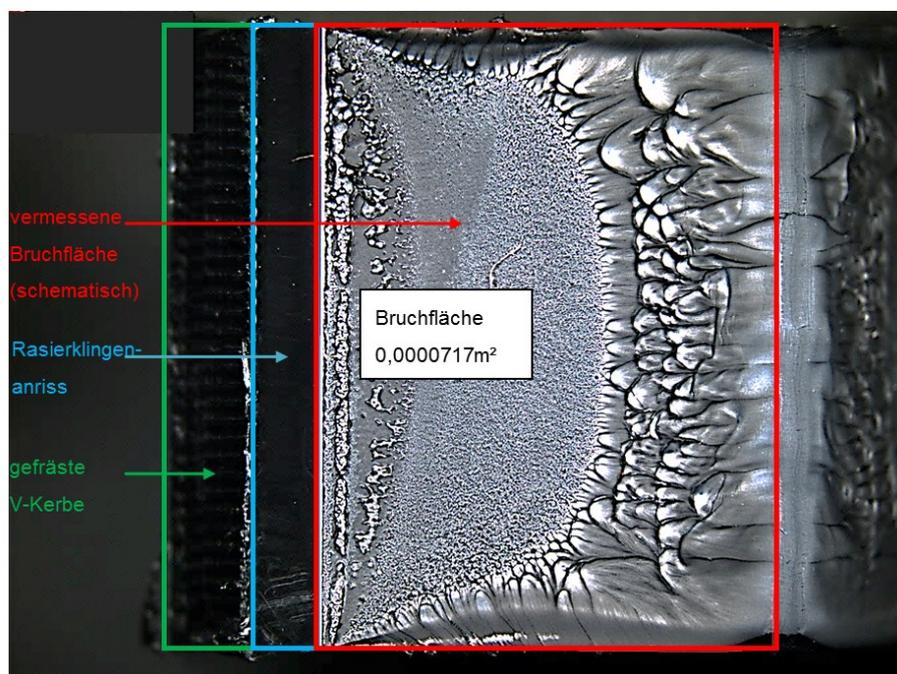
Wobei die Kerbschlagzähigkeit ( $a_{cN}$ ) in  $\text{kJ/m}^2$ , die um die Verlustarbeit korrigierte Schlagarbeit ( $E_c$ ) in J, die Höhe des Prüfkörpers ( $a$ ) in mm und die um die Kerbtiefe reduzierte Restbreite des Prüfkörpers ( $b_N$ ) in mm angegeben wird. Üblicherweise ist eine Auswertung von  $a_{cN}$  nur bei vollständigen Brüchen zulässig. Da in

der gegenständlichen Arbeit alle Prüfkörper als Schanierbruch versagten (Abb. 3.11), wurden die Bruchflächen anschließend, wie in Abb. 3.12 dargestellt, mittels Mikroskop vermessen und die Kerbschlagzähigkeit gemäß der Gleichung 3.9(3.9, bei der  $A_N$  für die vermessene Bruchfläche steht, ausgewertet um trotzdem einen Vergleich der Messdaten durchführen zu können.

$$a_{cN} = \frac{E_c}{A_N} \cdot 10^3 \quad (3.9)$$



**Abb. 3.11:** Schanierbruch nach dem Kerbschlagversuch.



**Abb. 3.12:** Vermessung der Bruchflächen der Pendelschlagprüfkörper .

### 3.3.7 Bestimmung des langsamen Risswachstums

Der Widerstand gegen das langsame Risswachstum wurde mittels CRB-Tests gemessen. Diese Tests wurden gemäß dem Entwurf der Prüfvorschrift „Bestimmung des Widerstandes gegenüber langsamem Risswachstum in Polyethylen mit Cracked Round Bar (CRB) Prüfkörpern“ (Pinter, et al., 2007b) durchgeführt. Alle Versuche wurden auf einer servo-hydraulischen Prüfmaschine des Typs MTS 858 Table Top System der Firma MTS (Eden Prairie, MN USA) gemessen. Die Prüfkörper wurden, wie in Abb. 3.14 a) und b), bzw. Abb. 3.15 dargestellt, aus Teilen der Rohr- bzw. Formteilmwand gefertigt.

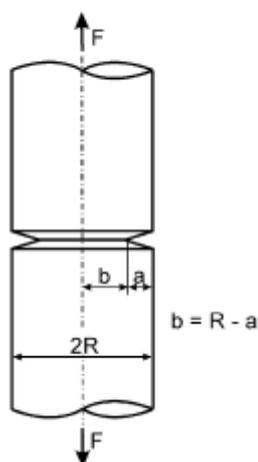
Die in Abb. 3.13 schematisch dargestellten Prüfkörper wurden mit einer Rasierklinge rundum 1,5 mm tief gekerbt. Anschließend werden die Prüfkörper mit  $\Delta K_I$  Werten von ca. 0,55-0,75 MPam<sup>0.5</sup> (berechnet nach Benthem und Koiter, Gleichung 3.10 und 3.11 (Benthem und Koiter, 1973; Scibetta, et al., 2000; Pinter, et al., 2007b) zyklisch, bei einer Prüftemperatur von 23°C und einem Lastverhältnis (R) von 0,1 belastet. Die  $\Delta K_I$ -Werte wurden in einem Diagramm über die Lastzyklen bis zum Versagen ( $N_f$ ) aufgetragen, um so Versagenslinien zu erhalten, die miteinander vergleichbar sind.

$$\Delta K_I = \frac{\Delta F}{\pi \cdot b^2} \cdot \sqrt{\frac{\pi \cdot a \cdot b}{R}} \cdot f\left(\frac{b}{R}\right) \quad (3.10)$$

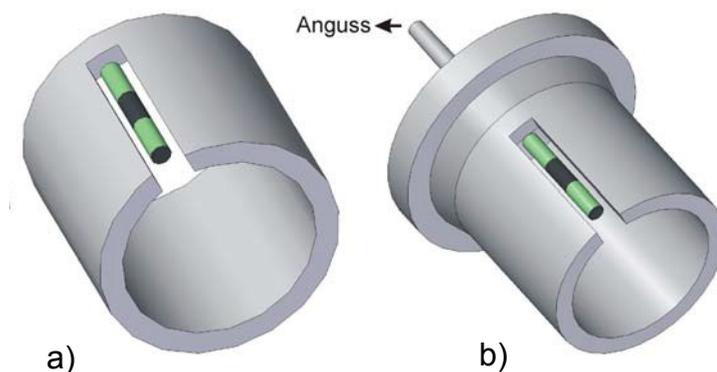
$$f\left(\frac{b}{R}\right) = \frac{1}{2} \cdot \left[ 1 + \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{b}{R}\right) + \frac{3}{8} \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^2 - 0,363 \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^3 + 0,731 \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^4 \right] \quad (3.11)$$

Wobei  $\Delta F$  die Differenz zwischen  $F_{\max}$  und  $F_{\min}$ , R der Radius des Prüfkörpers, b der Radius des Ligaments und a die Risslänge sind.

Um die Rissinitiierungszeiten festzustellen, wurden rund um den Prüfkörper in 120° versetzten Abständen (Abb. 3.16) drei Extensometer angebracht. Durch den Einsatz der Extensometer war es möglich die Rissöffnungsamplituden ( $\Delta COD$ : „crack opening displacement“) aufzuzeichnen. Sobald sich  $\Delta COD$  verändert, beginnt der Riss zu wachsen. Dieses Verfahren wurde ausgiebig in den Diplom- und Masterarbeiten von Freimann und Hartl behandelt (Freimann, 2008; Hartl, 2010).



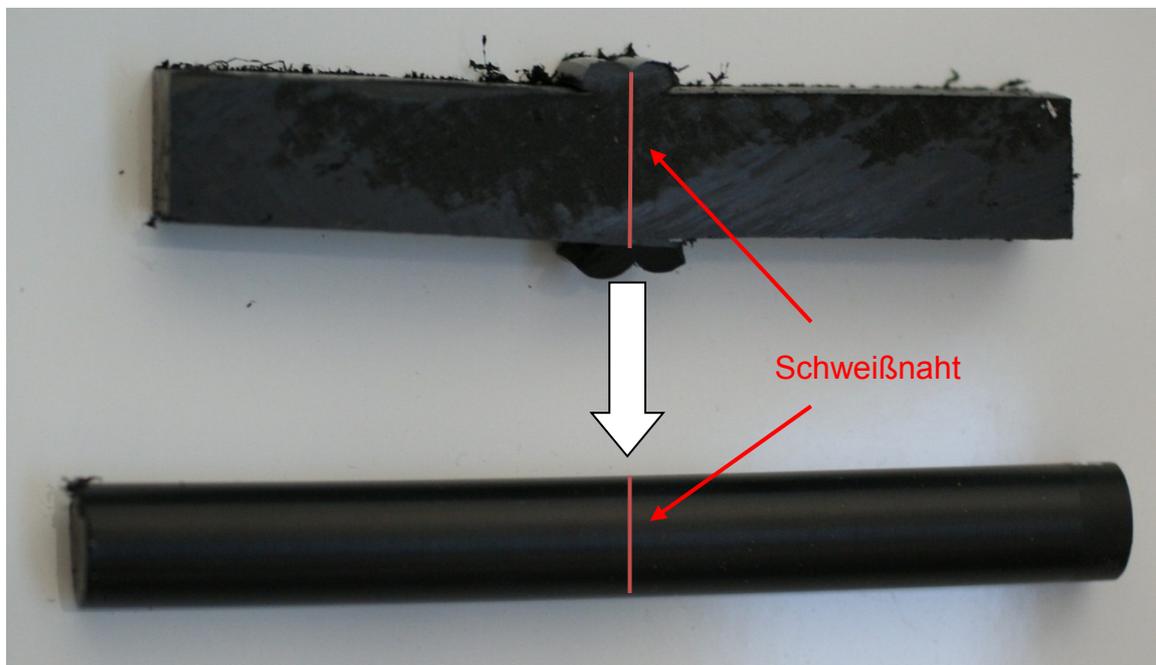
**Abb. 3.13:** schematische Darstellung eines CRB-Prüfkörpers (Pinter, et al., 2007b).



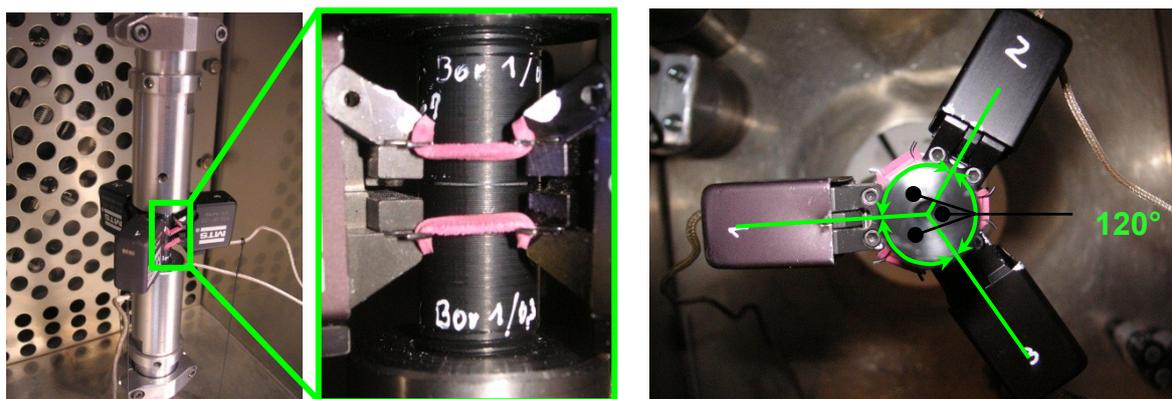
**Abb. 3.14:** Fertigung von CRB-Prüfkörpern aus Rohren a) und Formteilen b) (Haager, 2006).

Für die Charakterisierung des Risswachstums ist weiters der Pfad des Risses von Bedeutung. Wie bereits erwähnt, existieren innerhalb einer Schweißnaht verschiedene kristalline Strukturen, die jeweils unterschiedliche Widerstände gegenüber Risswachstum aufweisen. In der gegenständlichen Arbeit wurden deshalb anschließend an die Versuche die geprüften CRB-Prüfkörper unter dem Mikroskop untersucht, um festzustellen, ob die Kerbe tatsächlich in der Schweißnaht eingebracht wurde und ob der Riss in der Schweißnaht, dem Grundmaterial, oder in der Zwischenschicht gewachsen ist. Bisher wurden Risspfade nur mittels technologischen Biegeversuchs an Proben mit Schweißnähten direkt aus dem Rohr überprüft (Abb. 3.17 a und Abb. 3.17 b), bei denen festgestellt wurde, dass der Riss

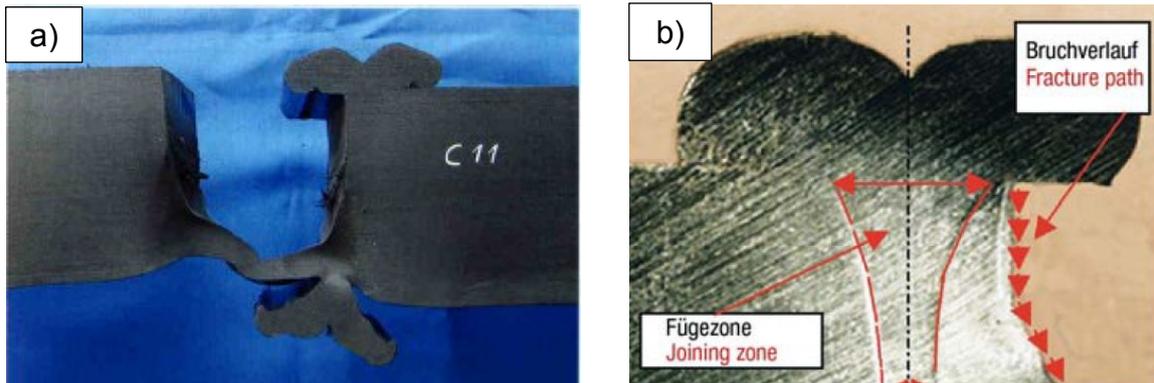
stets von einer Wulstkerbe ausgehend durch das Grundmaterial und nicht direkt durch die Schweißzone wächst (Fleissner, 1998; Haager, et al., 2007 (für PP&PVDF); Frank, 2008; Hessel, 2011).



**Abb. 3.15:** CRB-Prüfkörper aus Teilstücken der Rohrwand inklusive Schweißnaht.



**Abb. 3.16:** Positionierung der Extensometer um den CRB-Prüfkörper (Freimann, 2008).



**Abb. 3.17:** Brüche von Schweißnähten bei PE-Rohren: a) (Hessel, 2011);  
b) (Frank, 2008).

## 4 ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Im Ergebnisteil der gegenständlichen Arbeit, werden alle durch die Messungen erhaltenen Informationen präsentiert. Zusätzlich werden diese mit bereits in der Literatur vorhandenem Wissen vergleichend interpretiert.

### 4.1 Optische Analyse

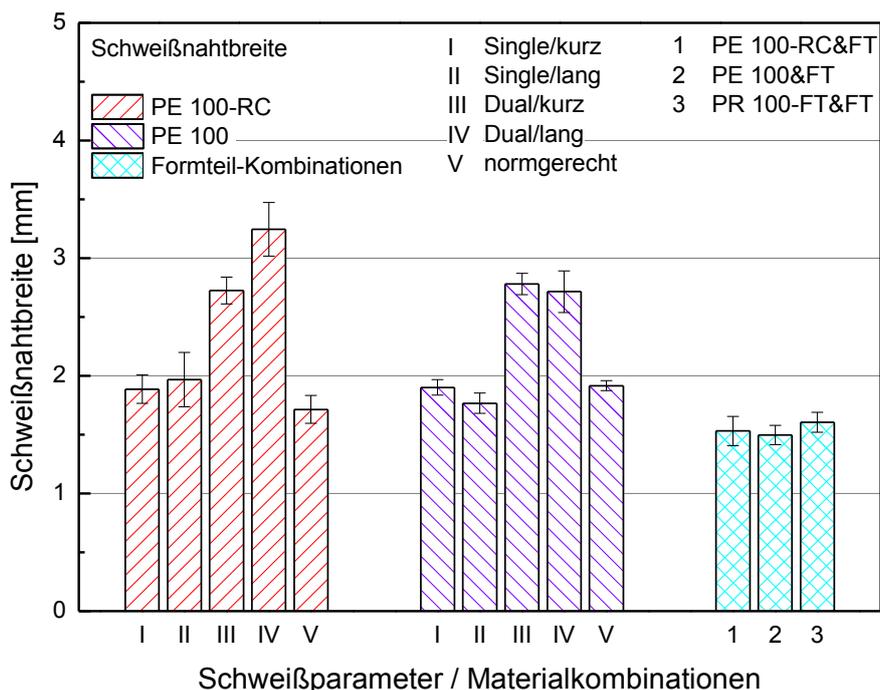
#### **Schweißnaht**

Bei der Untersuchung der Schweißnahtbreiten stellte sich heraus, dass die Schweißungen, die mittels Dual-Verfahren verschweißt wurden, beachtlich dickere Nähte (gemessen an der dünnsten Stelle der Naht), ausgelöst durch den geringeren Druck während des Abkühlvorganges, aufwiesen. Dieses Verhalten wird in Abb. 4.1 gezeigt, in der die Variationen der Schweißparameter (I-V) und die Formteilkombinationen (1-3) abgebildet sind. Für die Variation der Anwärmszeit (kurz (120 s) normgerecht (146 s) und lang (190 s)) wurde kein eindeutiger Trend erkannt. Weiters war auffallend, dass die Schweißnähte der Formteil-Verbindungen dünnere Nähte als die Rohr-Verbindungen aufwiesen. Dies wird durch die laut Datenblatt höhere Schmelzeflussrate des Formteilmaterials erklärt, wodurch das Material bei der gleichen Temperatur fließfähiger ist und dadurch leichter verdrängt wird.

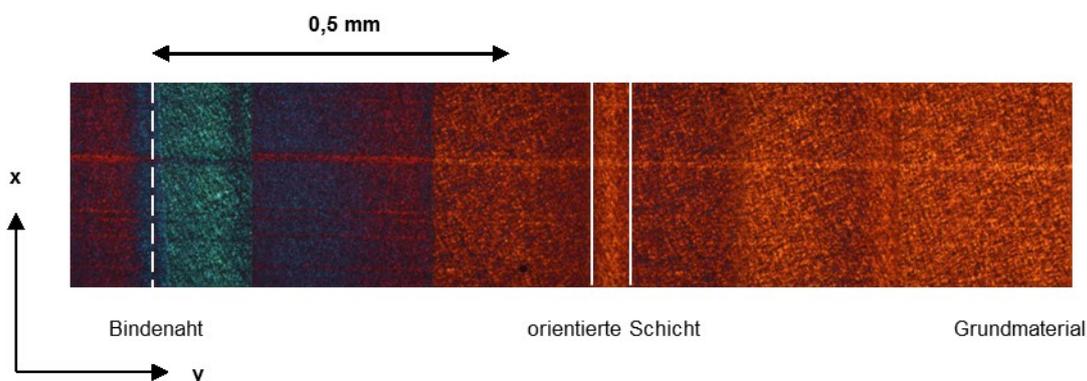
#### **Schweißwulst**

Bei den Untersuchungen der Schweißwülste zeigte sich, dass diese in Form und Größe stark variierten. Wie in Kapitel 3.3.1 vermerkt, wurden daher die Schweißwulstgeometrien an vier verschiedenen Stellen entlang des Umfangs untersucht. Für etwaige später Simulationen wurden die Geometriedaten mittels analySIS-Software ermittelt.

Weiters wurde eine Schweißnaht mittels Mikroskop und Polfilter hinsichtlich ihrer morphologischen Struktur untersucht. Wie in Abb. 4.2 gezeigt, ist unter anderem die Bindenaht zu sehen. Dem bereits vorgestellten Modell (Abb. 2.6) gemäß, wurde auch eine Schicht identifiziert, bei der die Strukturen in x-Richtung orientiert sind. In weiterer Entfernung zur Schweißnaht selbst, findet sich Material, das vom Erscheinungsbild her dem Grundmaterial entspricht.



**Abb. 4.1:** Breite der Schweißnaht in Abhängigkeit der Schweißparameter bzw. Materialkombinationen.



**Abb. 4.2:** Morphologische Struktur einer ausgewählten Schweißnaht und thermisch beeinflusster Bereich.

Während der Vermessungen wurde offensichtlich, dass bestimmte Typen von Geometrie immer wieder auftreten. Daher erfolgte eine Unterteilung der insgesamt 104 untersuchten Wülste (13 Schweißnähte an 4 Positionen untersucht mit je 2 Wülsten (Innen und Außen)) in folgende fünf Typen (Abb. 4.3 – Typen A-E).

Eine genaue Gegenüberstellung der Typen ist in Tabelle 4.1 ersichtlic.

- Bei Typ A handelt es sich um einen „Parade“-Wulst (nach DVS). Hierbei ist der Wulst symmetrisch und das nach außen gedrückte Material liegt direkt an der Rohrwand an. Diese Art wurde bei 7 von 104 Wülsten beobachtet.
- Typ B weicht etwas von der Norm ab, da die Wulstflanken nicht auf ihrer ganzen Länge an der Rohrwand anliegen. Die Enden der Flanken stehen <1 mm von der Wand ab. Dieser Typ wurde bei 25 von 104 Wülsten beobachtet.
- Typ C ist ähnlich dem Typ B, mit dem Unterschied, dass die Enden der Flanken >1 mm von der Wand abstehen. Ein Teil des Wulstes liegt dennoch noch auf der Rohrwand auf. Dieser Typ wurde in 39 von 104 Wülsten beobachtet.
- Typ D entstand bei Schweißungen zwischen Formteilen und bei Schweißungen zwischen Formteilen und Rohren. Aufgrund der Viskositätsunterschiede der zwei Materialien sind diese öfters asymmetrisch ausgeprägt. Dieser Typ wurde in 31 von 104 Fällen beobachtet.
- Typ E wurde ausschließlich bei Dual-Schweißungen mit kurzer Anwärmzeit beobachtet. Dabei stehen die Flanken der Wülste stark ab und berühren die Rohrwand nach dem Austritt aus dem Inneren nicht. Dieser Fall wurde nur in 2 von 104 Fällen beobachtet.

### **Kerbgründe**

Wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben, wurden mittels Lichtmikroskop die Kerbgründe der Wulstkerben untersucht. Bei der maximalen Vergrößerung (Abb. 4.4, 500x) konnten diese allerdings immer noch nicht sinnvoll bezüglich ihres Kerbradius vermessen werden. Es wäre ratsam weiterführende Messungen mit besser geeigneten Verfahren, wie der Raster-Elektronen-Mikroskopie durchzuführen. Jedoch wurde festgestellt, dass die Kerben bei umgeklappten, anliegenden Wülsten (Abb. 4.4, a), die durch Single-Schweißungen entstehen, generell länger waren als jene, die durch das Dual-Verfahren (Abb. 4.4, b) entstehen. Auffällig war ebenfalls, dass viele der Risse nicht nach Innen in die Rohrwand, sondern nach Außen in den Wulst gerichtet waren.

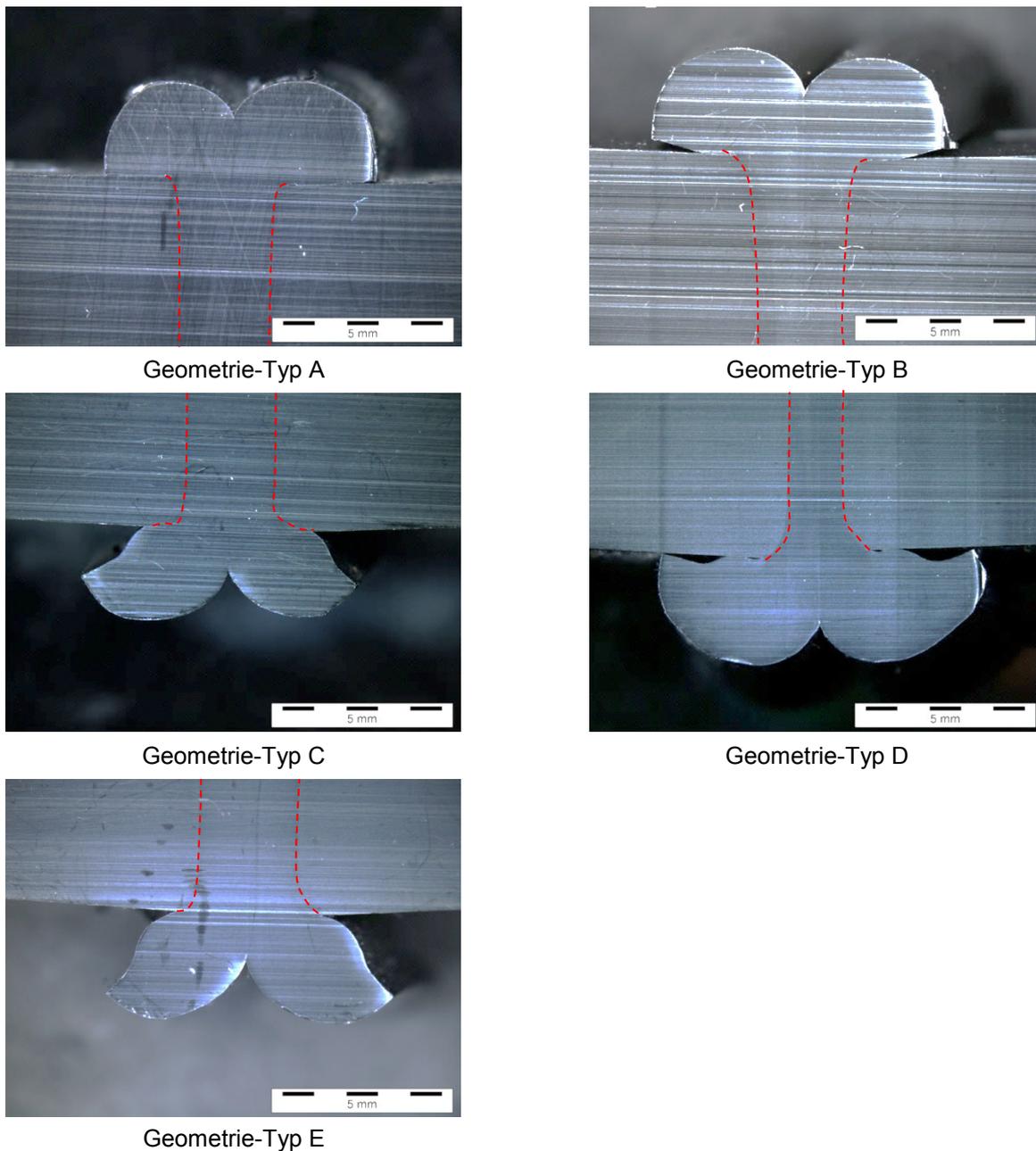


Abb. 4.3: Typen von Schweißwulst-Geometrien.

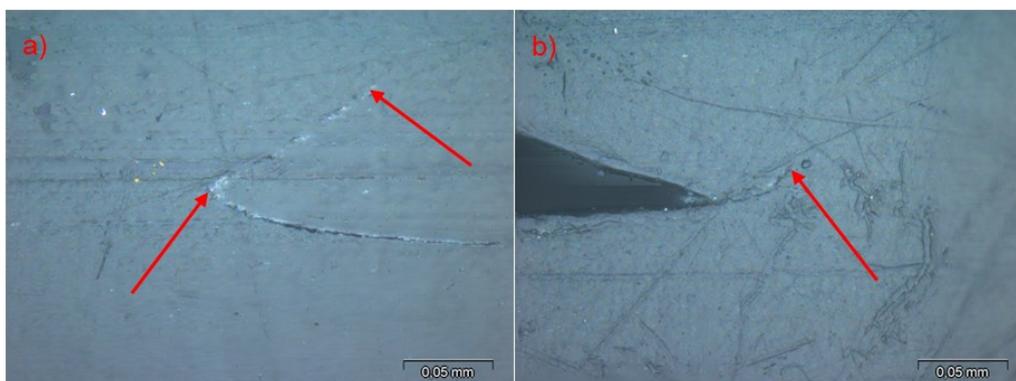


Abb. 4.4: Kerbgründe zweier Wulstkerben a) Single-; b) Dual-Schweißung.

**Tabelle 4.1:** Häufigkeit von Schweißwulst-Geometrien.

Typ	Häufigkeit	Tendenz	Auftreten	
			Innen	Außen
A	7/104	Außen; nur bei Single-Verfahren	Innen	0
			Außen	7
B	25/104	Eher bei Single-Verfahren	Innen	8
			Außen	17
C	39/104	Gehäuft bei Dual-Verfahren	Innen	22
			Außen	17
D	31/104	Formteil, bzw. FT-Rohr Verbindungen	Innen	20
			Außen	11
E	2/104	Nur Dual-Verfahren	Innen	2
			Außen	0
	$\Sigma$ 104/104		Gesamt	$\Sigma$ 104

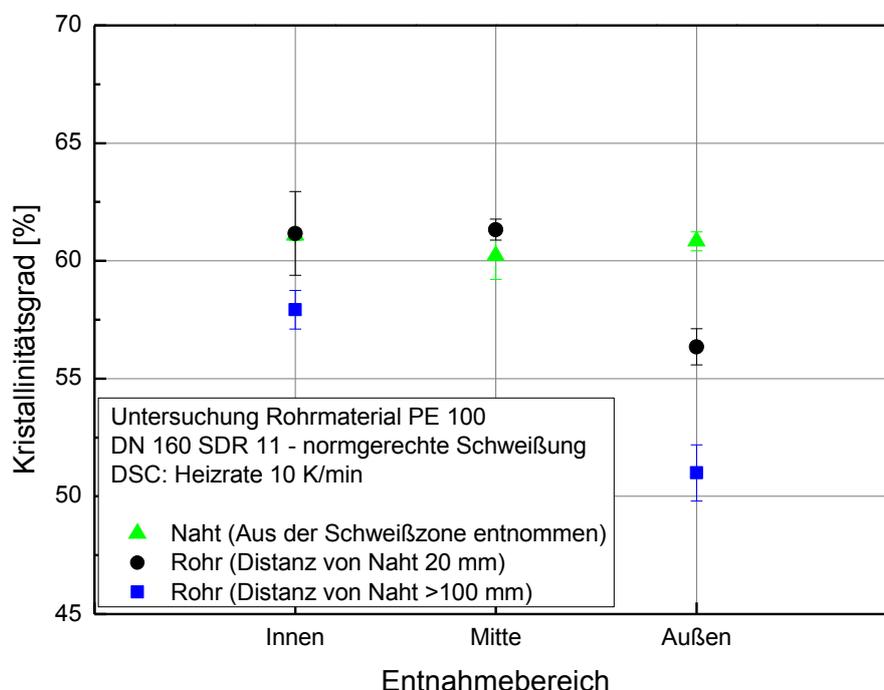
## 4.2 Morphologie

In diesem Kapitel wird die durch den Schweißprozess entstehende Morphologie näher untersucht. Dazu werden Kristallinitätsgrad und Orientierungen innerhalb der Schweißnaht und dem Grundmaterial verglichen.

### 4.2.1 Kristallinitätsgrad der DN 160-Rohr-Schweißungen

Zuerst wurde untersucht, ob der Kristallinitätsgrad ( $\alpha$ ) in Rohr und Schweißnaht gleich sind, oder sich der Kristallinitätsgrad in der Naht durch den Schweißprozess verändert hat. Dazu wurden von DN 160-Rohren aus allen drei verwendeten Materialien Proben aus der Rohrwand in- und außerhalb der Schweißnaht entnommen. Die in Abb. 4.5 dargestellten Ergebnisse zeigen, dass der Schweißprozess einen Einfluss auf den Kristallinitätsgrad der Schweißnaht und des schweißnahen Bereichs hat. In diesem Beispiel wurden zwei PE 100 bzw. PE 100-RC Rohre normgerecht im Single-Verfahren miteinander verschweißt. Sowohl bei PE 100 (Abb. 4.5), als auch bei PE 100-RC (Abb. 4.6) wurde beobachtet, dass sich  $\alpha$  direkt in und in der Nähe der Schweißzone gegenüber dem von der Schweißung unbeeinflussten Rohr (Distanz >100 mm von der Schweißnaht) veränderte. Im Rohr selbst war der Kristallinitätsgrad erwartungsgemäß an der Innenseite des Rohres und an der Außenseite des Rohres geringer als in der Mitte, was sich auf die Abkühlung des Rohres während des Extrusionsprozesses zurückführen lässt. In der Nähe der Schweißnaht (ca. 20 mm entfernt) wurde bereits beobachtet, dass

der Kristallinitätsgrad der Innen- und Außenseite höher als im unbeeinflussten Rohr war. In der Schweißnaht selbst, war der Kristallinitätsgrad über die Rohrwand bei PE 100 und PE 100-RC annähernd konstant auf einem Niveau von ca. 60 bis 62 %.



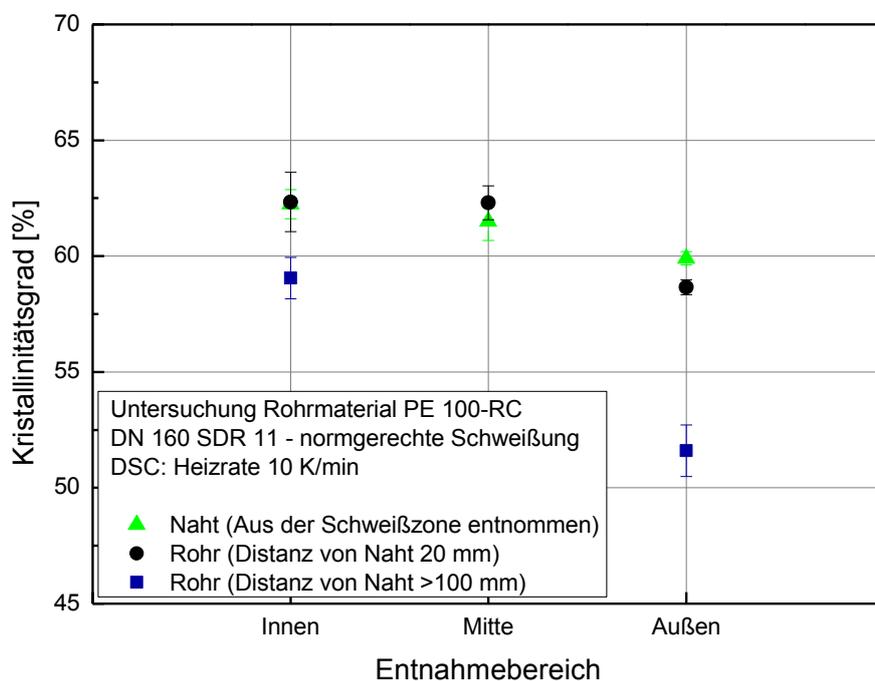
**Abb. 4.5:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100 Rohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition.

#### 4.2.2 Kristallinitätsgrad der Formteilkombinationen

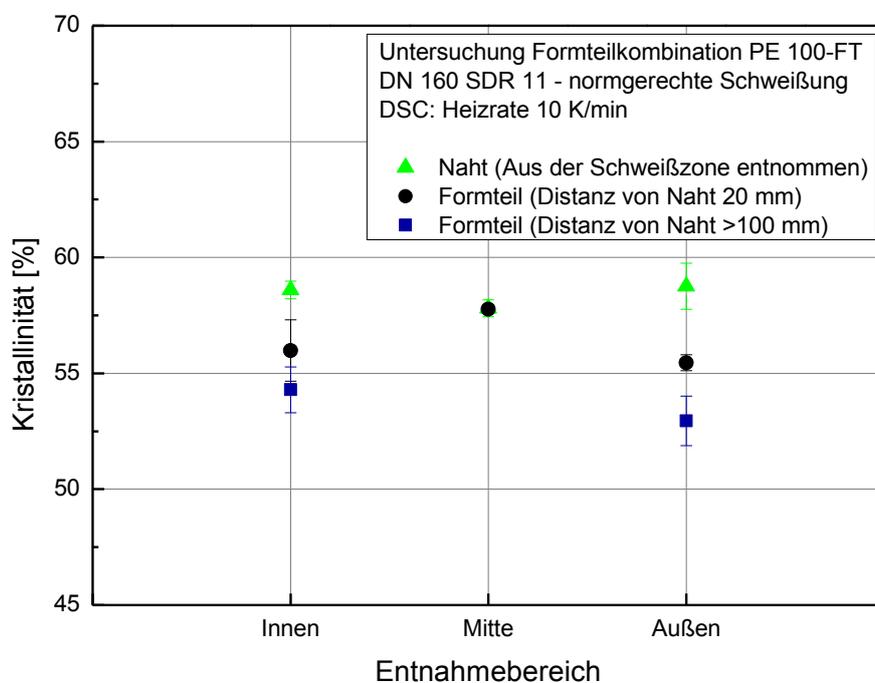
Der Kristallinitätsgrad des Formteilmaterials ist in Abb. 4.7 dargestellt und lag im Durchschnitt etwas tiefer, bei ca. 57 bis 58 %, als die der Rohrmaterialien, was durch die, im Normalfall kürzeren Abkühlzeiten im Spritzguss erklären lässt. Wieder wurde beobachtet werden, dass  $\alpha$  sich in Abhängigkeit der Entfernung von der Schweißnaht veränderte. In diesem Fall ist die Veränderung von  $\alpha$  an der Innenseite stärker ausgeprägt als bei den Rohrmaterialien. Dies ist durch die beidseitige Abkühlung des Materials während des Spritzgusszyklus erklärbar.

Der Anstieg von  $\alpha$  mit Annäherung an die Naht ist dadurch zu erklären, dass durch den Schweißprozess der Verarbeitungseinfluss, den das Material durch das Spritzgießen, bzw. Extrudieren erfahren hat, gelöscht wird. Während der Abkühlung der Schweißnaht, die unter normalen Prozessbedingungen um ein vielfaches

langsamer ist als im Spritzgieß- oder Rohrextrusionsprozess, bildet sich so ein gleichmäßigerer Kristallinitätsgrad aus.

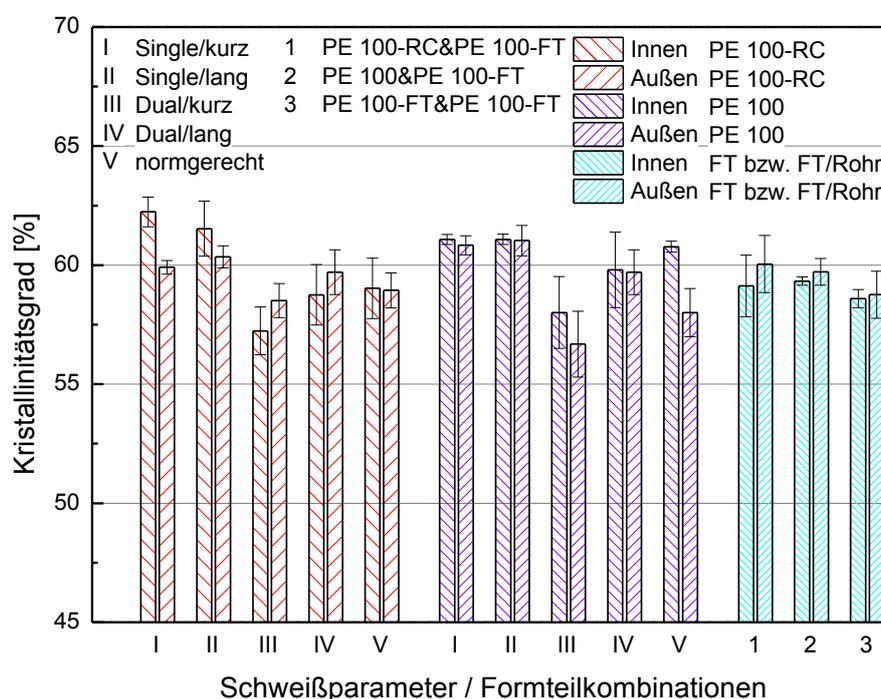


**Abb. 4.6:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100-RC Rohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition.



**Abb. 4.7:** Kristallinitätsgrad in einer geschweißten PE 100-FT Kombination in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition.

In Abb. 4.8 sind die Kristallinitätsgrade der Schweißnähte mit unterschiedlichen Schweißparametern dargestellt. Dabei wird schnell ersichtlich, dass  $\alpha$  der Dualgeschweißten Proben mit verkürzter Anwärmzeit deutlich geringer ist, als die Single-, bzw. normgerecht geschweißten Proben. Der Kristallinitätsgrad der Schweißnähte der Formteilkombination bzw. der Rohr-Formteilkombinationen ist annähernd konstant. Es ist nur eine kleine Erhöhung des Kristallinitätsgrades der Rohr-Formteilkombinationen im Vergleich zu der reinen Formteilschweißung zu erkennen.



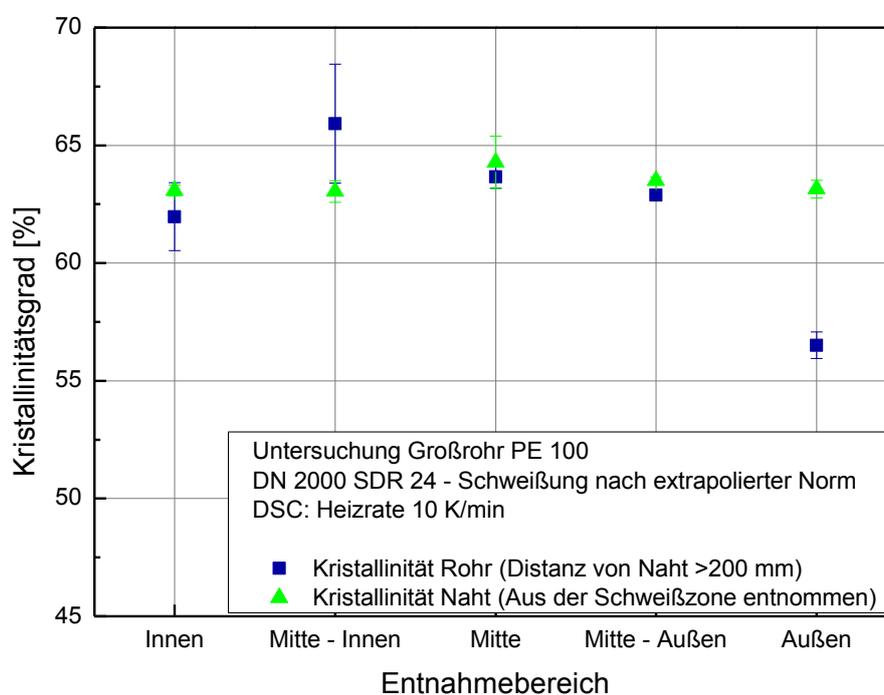
**Abb. 4.8:** Vergleich des Einflusses der Schweißparameter bzw. Formteilkombinationen auf den Kristallinitätsgrad der Schweißnähte.

#### 4.2.3 Kristallinitätsgrad der DN 2000-Rohr-Schweißung

Bei den Untersuchungen des Kristallinitätsgrads des Großrohres, die in Abb. 4.9 dargestellt sind, stellte sich heraus, dass diese in der Schweißnaht über die gesamte Rohrwand hinweg annähernd konstant bleibt. Der Kristallinitätsgrad im Rohr selbst hingegen variiert zwischen 56,5 % an der Rohrwandaußenseite und 63 bis 66 % im Inneren der Rohrwand. Der beinahe konstant bleibende Kristallinitätsgrad in der Schweißnaht ist abermals dadurch erklärt, dass das erneute Schmelzen des Materials während des Schweißvorganges die Verarbeitungsvor-

geschichte des Extrusionsprozesses (Kühlung der Außenseite) löscht und anschließend gleichmäßiger abkühlt und kristallisiert.

Trotz der bedeutend langsameren Abkühlungsgeschwindigkeit des Materials im Inneren der Großrohrwand, ist der Kristallinitätsgrad kaum höher als in den kleinen Rohren, was die Vermutung nahelegt, dass aufgrund der molekularen Struktur des Materials ein maximaler Kristallinitätsgrad von ca. 65% erreicht werden kann. Für letzteres spricht die Tatsache, dass auch die zweiten und dritten Runs der DSC, bei denen die Verarbeitungsvorgeschichte bereits gelöscht ist, keine höheren Werte ergaben.



**Abb. 4.9:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100 Großrohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und der Rohrwandposition.

#### 4.2.4 Orientierungen

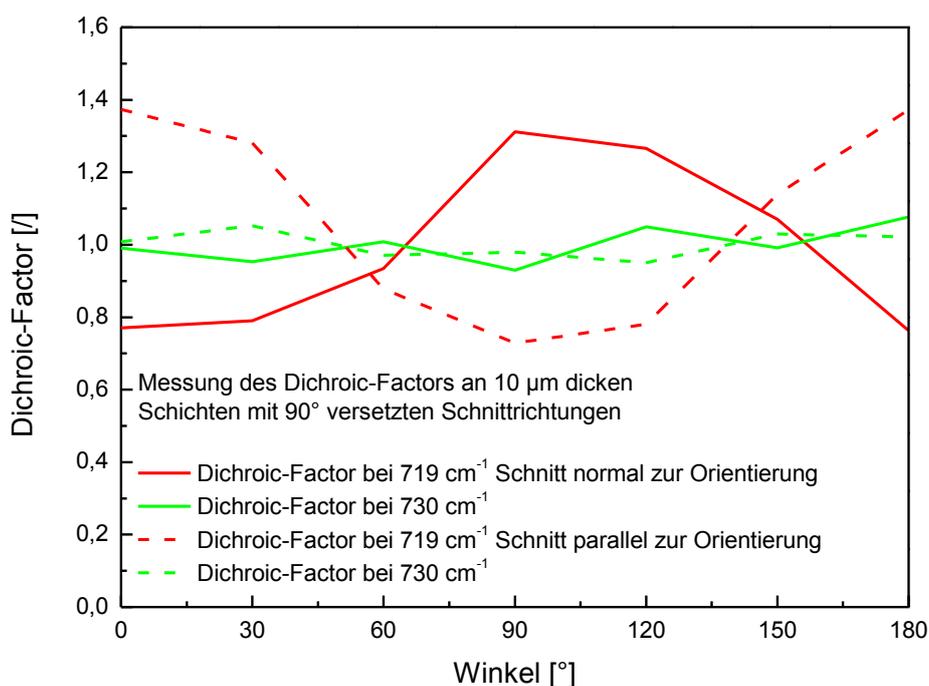
Der zweite Teil der morphologischen Untersuchungen in dieser Arbeit besteht aus den Untersuchungen der Orientierungen. Dazu wurden Untersuchungen mittels IR-Spektroskopie und SAXS durchgeführt.

##### **Infrarot-Spektroskopie**

Wie in Kapitel 3.3.3 erklärt, war es ein Ziel dieser Arbeit Orientierungen mittels Dichroic-Factors im Rohr und in der Schweißnaht zu bestimmen, wie dies bereits

durch Leskovics gezeigt wurde (Leskovics, et al., 2006). Da dieses Verfahren bisher sonst fast ausschließlich bei uni- bzw. biaxial hochverstreckten Materialien verwendet wurde, galt es die Anwendbarkeit für Materialien mit geringen Orientierungen zu überprüfen.

Die ersten Versuche zur Bestimmung des Dichroic-Factors wurden in Form von Transmissionsmessungen durchgeführt, da diese Messungen leichter quantifizierbar sind (Koenig, 1992). Weiters ist das Verfahren der ATR-Messungen eher für stark absorbierende Substanzen wie wässrige Lösungen bzw. für Oberflächenveränderungen wie Verwitterung, Korrosion etc. geeignet (Gottlieb, 1967) und im Vergleich zur Transmissionsmessung auch bereits ohne Polfilter sehr sensibel und fehleranfällig auf Orientierungen, auch aufgrund möglicher inhärenter Polarisatoneigenschaften des ATR-Kristalls (Flourneoy und Schaffers, 1966). Es wurde festgestellt, dass bei Folien mit Dicken  $>10\ \mu\text{m}$  die Absorption zu stark war und Aufgrund der Totalabsorption keine Spektren aufgenommen werden konnten. Bei Versuchen mit Folien von  $10\ \mu\text{m}$  Dicke, konnten Spektren aufgenommen werden. Allerdings waren diese sehr stark von der Prüfkörperfertigung beeinflusst, wie durch Abb. 4.10 verdeutlicht wird. Dabei handelt es sich um Messungen zweier Proben, die sich nur durch die Schnitttrichtung während der Probenvorbereitung mittels Mikrotom unterscheiden.



**Abb. 4.10:** Auswirkung der Probenfertigung auf den Dichroic-Factor.

Es war nicht möglich, Schnitte unter Stickstoffkühlung herzustellen, die groß genug sind um sie auf Blenden für die Transmissions-Messung aufzuspannen. Aufgrund dieser Beobachtung wurden trotz der oben genannten Einschränkungen Dichroic-Factoren mittels ATR ermittelt.

Es zeigte sich, dass die unterschiedliche Abdeckung des Kristalls, die durch Rotation oder Wechseln der Probe entstehen kann, die Peakflächen der Spektren stärker beeinflusst, als die Orientierung selbst. Weiters ist es mit den zur Verfügung stehenden Mitteln nicht möglich den Kristall der ATR-Einheit selbst hinsichtlich polarisierender Eigenschaften zu untersuchen. Dadurch war eine exakte Quantifizierung der Peak-Flächen und somit eine Auswertung der Orientierungen nicht möglich. Aus diesen Erkenntnissen ist ersichtlich, dass die Methode für Untersuchungen von Orientierungen in Ruß-gefüllten Materialien nicht geeignet ist.

### **Röntgenstreuung**

Die Orientierungsmessungen mittels SAXS wurden an der Schweißnaht und dem Grundmaterial des Großrohres durchgeführt. Für diese untersuchte Probe wurde festgestellt, dass prinzipiell nur ein geringer Anteil von ca. 10 – 20 % der kristallinen Bereiche entlang einer Vorzugsrichtung und die restlichen 80 – 90 % zufällig orientiert waren. Geht man von einem durchschnittlichen Kristallinitätsgrad von ca. 60 % aus, sind somit nur 6 bis 12 % des Materials von einer Aussage über die Orientierung betroffen. Die ermittelten Ergebnisse davon sind in Tabelle 4.2 und grafisch in Abb. 4.11 dargestellt, wobei eine Orientierung von 0° der Extrusionsrichtung und 90° der Umfangsrichtung entspricht.

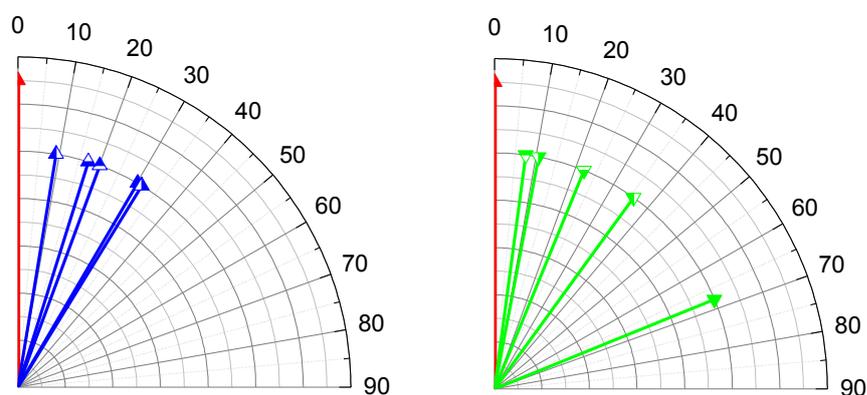
**Tabelle 4.2:** Orientierungsmessungen mittels SAXS

<b>Proben - Rohr</b>	<b>Außen</b>	<b>Außen-Mitte</b>	<b>Mitte</b>	<b>Innen-Mitte</b>	<b>Innen</b>
<b>Orientierungsgrad [%]</b>	10,2	19,4	21,2	21,5	22,6
<b>Richtung [°]</b>	30,2	20,1	31,4	17,2	9,2
<b>Proben - Naht</b>	<b>Außen</b>	<b>Außen-Mitte</b>	<b>Mitte</b>	<b>Innen-Mitte</b>	<b>Innen</b>
<b>Orientierungsgrad [%]</b>	13,7	16,1	14,7	15,5	13,1
<b>Richtung [°]</b>	67,7	7,5	10,7	22,1	35,8

Es ist ersichtlich, dass die Orientierung der Lamellenpakete im Rohr innerhalb eines Bereiches von 10° bis ca. 30°, abweichend von der Extrusionsrichtung, liegt.

Innerhalb der Schweißzone befinden sich die Vorzugsrichtungen der Orientierung in einem Bereich von  $10^\circ$  bis  $70^\circ$ . Dieser Umstand ist darauf zurückzuführen, dass die Lamellenpakete innerhalb des Naht-Bereiches zufälliger orientiert sind, als im unbeeinflussten Rohr, was auch dadurch bekräftigt wird, dass in der Naht durchschnittlich ein geringerer Orientierungsgrad als im Rohr vorliegt (vgl. Tabelle 4.2).

Diese Anteile sind unter Umständen zu gering, um wirklich aussagekräftige Schlüsse bezüglich einer bevorzugten Orientierungsrichtung zu ziehen. Die Resultate weisen jedoch darauf hin, dass weder innerhalb des Rohres, noch innerhalb der Schweißnaht eine stark-ausgeprägte Orientierung vorliegt, was auch mit den Untersuchungen von Trifonova (Trifonova, et al., 1997), zumindest in Bezug auf das Rohr, übereinstimmt. Die Ergebnisse deuten weiter darauf hin, dass aufgrund der langsamen Extrusions- und Abkühlgeschwindigkeit während der Herstellung des Großrohrs, nur geringe Orientierungen in das Material eingebracht werden, bzw. die Molekülketten anschließend genügend Zeit haben zu relaxieren.



**Abb. 4.11:** Orientierungen im extrudierten Rohr und der Naht eines geschweißten Großrohrs.

### 4.3 Mechanische Eigenschaften

Im folgenden Kapitel werden die gemessenen mechanischen Eigenschaften der DN 160 Rohrschweißungen, der DN 160 Formteilkombinationen und der DN 2000 Großrohrschweißung dargestellt. In den Abb. 4.12 bis Abb. 4.21 werden ausgewählte Ergebnisse grafisch dargestellt und diskutiert. Alle weiteren Werte befinden sich in Tabelle 4.3, Tabelle 4.4 und Tabelle 4.5.

Wie in Kapitel 3.3.5 bereits erwähnt betrug die Einspannlänge der Prüfkörper 20 mm. Da mittels DSC-Ergebnisse bereits gezeigt wurde, dass sogar in einem Abstand von 20 mm von der Schweißnaht das Material durch den Schweißprozess thermisch beeinflusst wird, sind die in diesem Kapitel ermittelten Ergebnisse Mittelwerte aus dem Material in der Schweißzone selbst und thermisch beeinflusstem Material. Die Verformungen während der Tests wurden über den Traversenweg der Prüfmaschine ermittelt. Um genauere Ergebnisse hinsichtlich der einzelnen Bereiche (Schweißnaht, beeinflusstes Material, etc.) zu erhalten, wäre es möglich Verformungen über optische Messsysteme aufgenommen werden.

#### 4.3.1 Mechanische Eigenschaften der DN 160 Rohrschweißungen

Während der Zugversuche wurde festgestellt, dass die Einschnürung der Prüfkörper keinen eindeutigen Trends folgte, sondern sowohl innerhalb, als auch außerhalb der Schweißnaht und auch in der Nähe der Einspannbacken stattfand. Dies erlaubt die Schlussfolgerung, dass der Kurzzeit-Schweißfaktor  $f_z$  annähernd 1 ist und die mechanischen Kurzzeiteigenschaften innerhalb der Schweißnaht annähernd ident mit denen des Grundmaterials sind. Im Detail schnürten 92% der Prüfkörper während der Versuche außerhalb der Schweißnaht und 8% innerhalb der Schweißnaht ein. Auffallend dabei war, dass knapp 80% der innerhalb der Naht eingeschnürten Prüfkörper jene waren, die im Dualverfahren mit verkürzter Anwärmzeit gefertigt wurden. Eventuell sind geringfügige Unterschiede in der Morphologie, wie z.B. der in Abb. 4.8 dargestellte geringere Kristallinitätsgrad bei der kurzen Anwärmzeit von 120 s, verantwortlich für diesen Effekt.

#### ***Elastizitätsmodul***

Exemplarisch für die Ergebnisse, sind die E-Moduln des PE 100-Materials in Abhängigkeit der Schweißparameter in Abb. 4.12 dargestellt, alle weiteren Ergebnis-

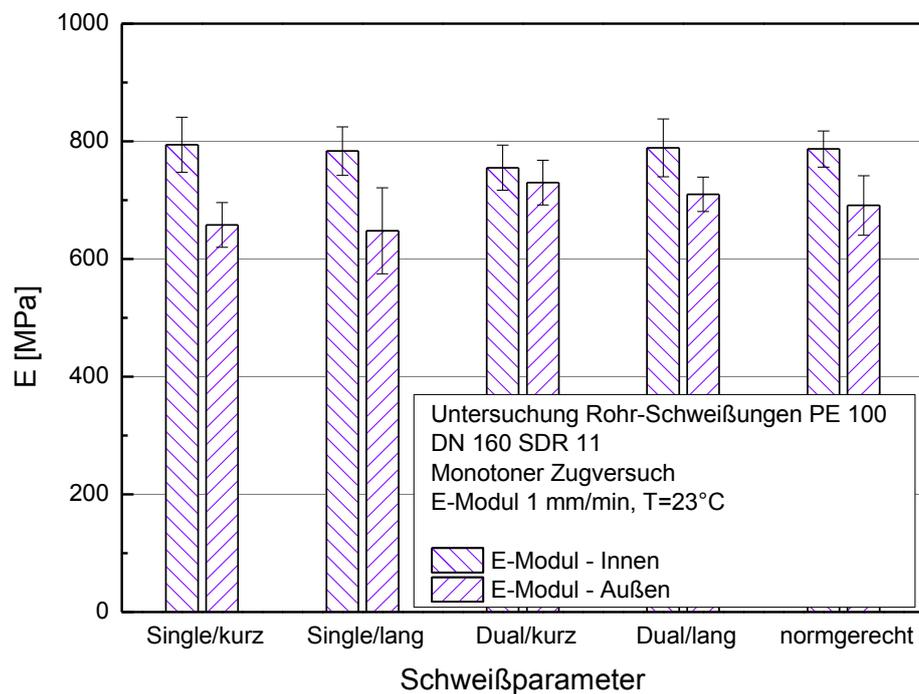
se befinden sich in Tabelle 4.3. Bei der Untersuchung der E-Moduln wurden bei allen Materialien keine großen Veränderungen in Abhängigkeit der Schweißparameter festgestellt. Einzig auffällig war, dass die Innenseite stets einen höheren E-Modul als die Außenseite aufwies, was sich durch den geringeren Kristallinitätsgrad der Außenseite aufgrund des Abkühlprozesses während der Extrusion erklären lässt.

### **Streckgrenze und –dehnung**

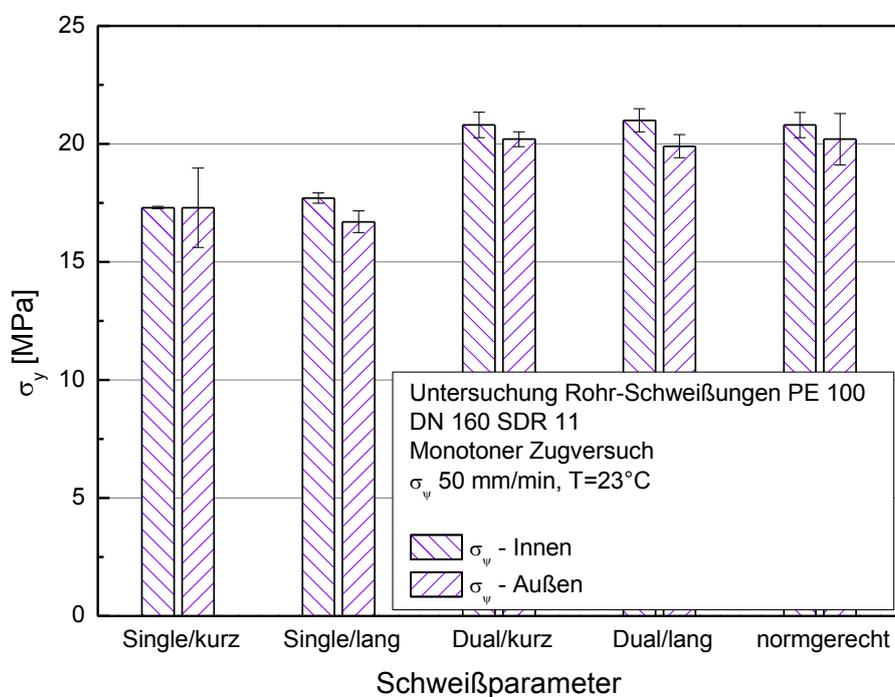
Exemplarisch für die PE 100-Prüfkörper sind in Abb. 4.13 die Streckgrenze ( $\sigma_y$ ) und in Abb. 4.14 die Streckdehnung ( $\varepsilon_y$ ) in Abhängigkeit der verschiedenen Schweißparameter sowohl für die Rohrrinnen- als auch für die Rohraußenseite dargestellt. Die entsprechenden Werte sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Die Ergebnisse weisen auf einen Einfluss der Schweißparameter hin, wobei im Single-Verfahren deutlich niedrigere  $\sigma_y$  gemessen wurden, als in der normgerechten Schweißung bzw. im Dual-Verfahren (Abb. 4.13). Im Falle der Streckdehnung wurden für die Prüfkörper aus dem Single-Verfahren höhere Werte für  $\varepsilon_y$  gemessen (Abb. 4.14). Üblicherweise stehen diese mechanischen Kennwerte mit der Morphologie bzw. dem Kristallinitätsgrad des Materials in Zusammenhang. Ein höherer Kristallinitätsgrad führt demnach zu einem steiferen Materialverhalten, was sich durch eine Erhöhung in E-Modul und  $\sigma_y$  bzw. einer Verringerung in  $\varepsilon_y$  äußert. Im Falle des Single-Verfahrens wurde ein im Vergleich zu den anderen Verfahren höherer Kristallinitätsgrad festgestellt (vgl. Abb. 4.8), sodass die im Zugversuch festgestellte Verringerung der Steifigkeit nicht mit der Morphologieänderung erklärbar ist.

### **Zugfestigkeit und Bruchdehnung**

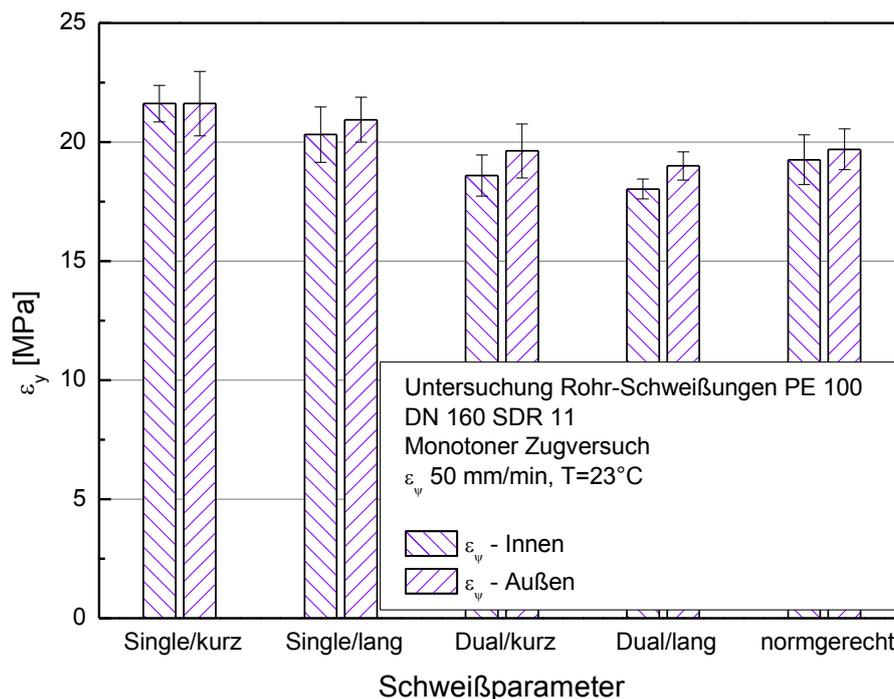
In Abb. 4.15 ist dargestellt, wie bei den Variationen des PE 100 Materials eine Steigerung von  $\sigma_M$  von 25 auf 28 bis 30 MPa entsteht, wenn die Rohre mittels Dual-Schweißverfahren verbunden werden. Bei den Untersuchungen von  $\sigma_M$  zeigte sich weiter, dass die Variation der Schweißparameter auf das PE 100-RC Material wenig Einfluss hatte (vgl. Tabelle 4.3). Alle fünf Variationen befanden sich in einem Bereich von 25 MPa. Die Parametervariationen zeigten keine signifikanten Einflüsse auf die Ergebnisse der Bruchdehnung (vgl. Tabelle 4.3).



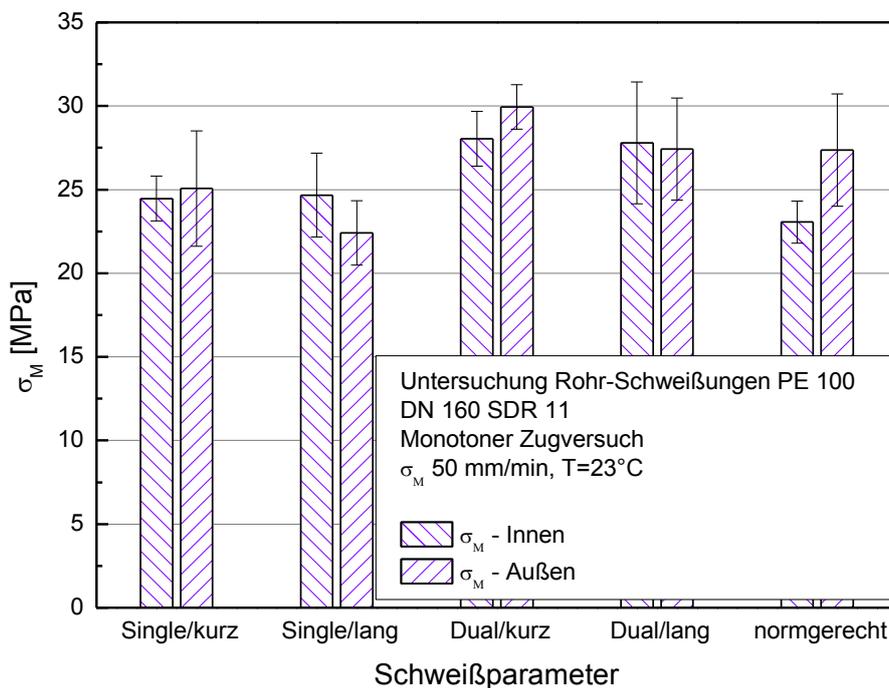
**Abb. 4.12:** Einfluss der Schweißparameter auf die E-Moduln von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten.



**Abb. 4.13:** Einfluss der Schweißparameter auf die Streckgrenze von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten.



**Abb. 4.14:** Einfluss der Schweißparameter auf die Streckdehnung von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten.



**Abb. 4.15:** Einfluss der Schweißparameter auf die Zugfestigkeit von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten.

**Tabelle 4.3:** Mechanische Eigenschaften der DN 160 Rohrschweißungen aus dem Zugversuch.

PE 100	Position	E-Modul [MPa]	$\sigma_y$ [MPa]	$\varepsilon_y$ [%]	$\sigma_M$ [MPa]	$\varepsilon_B$ [%]
Single/kurz	Innen	766 ( $\pm 74$ )	17,3 ( $\pm 0,1$ )	21,6 ( $\pm 0,8$ )	24,5 ( $\pm 1,3$ )	1133 ( $\pm 55$ )
	Außen	658 ( $\pm 38$ )	17,3 ( $\pm 1,7$ )	21,6 ( $\pm 1,4$ )	25,1 ( $\pm 3,4$ )	1197 ( $\pm 75$ )
Single/lang	Innen	783 ( $\pm 42$ )	17,7 ( $\pm 0,2$ )	20,3 ( $\pm 1,2$ )	24,7 ( $\pm 2,5$ )	1131 ( $\pm 103$ )
	Außen	648 ( $\pm 73$ )	16,7 ( $\pm 0,46$ )	20,9 ( $\pm 0,9$ )	22,4 ( $\pm 1,9$ )	1109 ( $\pm 83$ )
Dual/kurz	Innen	755 ( $\pm 38$ )	20,8 ( $\pm 0,5$ )	18,6 ( $\pm 0,9$ )	28 ( $\pm 1,6$ )	1043 ( $\pm 146$ )
	Außen	730 ( $\pm 38$ )	20,2 ( $\pm 0,3$ )	19,6 ( $\pm 1,1$ )	30 ( $\pm 1,3$ )	1147 ( $\pm 127$ )
Dual/lang	Innen	789 ( $\pm 49$ )	21,0 ( $\pm 0,5$ )	18,0 ( $\pm 0,4$ )	27,8 ( $\pm 3,6$ )	1076 ( $\pm 129$ )
	Außen	710 ( $\pm 29$ )	19,9 ( $\pm 0,5$ )	19,0 ( $\pm 0,6$ )	27,4 ( $\pm 3,1$ )	1140 ( $\pm 101$ )
normgerecht	Innen	787 ( $\pm 31$ )	20,8 ( $\pm 0,5$ )	19,3 ( $\pm 1,0$ )	23,1 ( $\pm 1,3$ )	918 ( $\pm 71$ )
	Außen	691 ( $\pm 51$ )	20,2 ( $\pm 1,1$ )	19,7 ( $\pm 0,9$ )	27,4 ( $\pm 3,4$ )	1114 ( $\pm 113$ )
PE 100-RC	Position	E-Modul [MPa]	$\sigma_y$ [MPa]	$\varepsilon_y$ [%]	$\sigma_M$ [MPa]	$\varepsilon_B$ [%]
Single/kurz	Innen	770 ( $\pm 14$ )	71,2 ( $\pm 0,6$ )	22,6 ( $\pm 2,1$ )	22,3 ( $\pm 3,2$ )	1057 ( $\pm 117$ )
	Außen	665 ( $\pm 32$ )	17,1 ( $\pm 1,4$ )	22,3 ( $\pm 2,3$ )	25,0 ( $\pm 2,9$ )	1180 ( $\pm 70$ )
Single/lang	Innen	740 ( $\pm 89$ )	17,4 ( $\pm 0,4$ )	21,8 ( $\pm 0,9$ )	23,2 ( $\pm 2,4$ )	1082 ( $\pm 96$ )
	Außen	689 ( $\pm 50$ )	17,1 ( $\pm 1,0$ )	21,2 ( $\pm 0,4$ )	25,6 ( $\pm 0,3$ )	1216 ( $\pm 55$ )
Dual/kurz	Innen	779 ( $\pm 32$ )	20,6 ( $\pm 0,6$ )	18,8 ( $\pm 0,6$ )	27,1 ( $\pm 1,2$ )	1082 ( $\pm 26$ )
	Außen	713 ( $\pm 69$ )	19,1 ( $\pm 0,3$ )	18,9 ( $\pm 1,3$ )	25,6 ( $\pm 3,9$ )	1112 ( $\pm 159$ )
Dual/lang	Innen	806 ( $\pm 22$ )	20,6 ( $\pm 0,1$ )	18,5 ( $\pm 0,5$ )	25,4 ( $\pm 1,5$ )	1021 ( $\pm 57$ )
	Außen	748 ( $\pm 28$ )	19,6 ( $\pm 0,3$ )	18,6 ( $\pm 0,8$ )	23 ( $\pm 4,1$ )	976 ( $\pm 181$ )
normgerecht	Innen	777 ( $\pm 17$ )	20,0 ( $\pm 0,3$ )	19,3 ( $\pm 0,8$ )	24,8 ( $\pm 3,1$ )	1033 ( $\pm 121$ )
	Außen	684 ( $\pm 36$ )	19,0 ( $\pm 0,5$ )	19,3 ( $\pm 0,8$ )	26,2 ( $\pm 5,2$ )	1133 ( $\pm 180$ )

#### 4.3.2 Mechanische Eigenschaften der Formteilkombinationen

Für die mechanischen Eigenschaften der Formteilkombinationen gelten prinzipiell die gleichen Beobachtungen wie für die DN 160 Rohrschweißungen, mit der Ausnahme, dass die Einschnürung bei den Rohr-Formteil-Schweißungen immer im Bereich des Formteilmaterials stattfand. Die gesamten Messergebnisse sind in Tabelle 4.4 dargestellt.

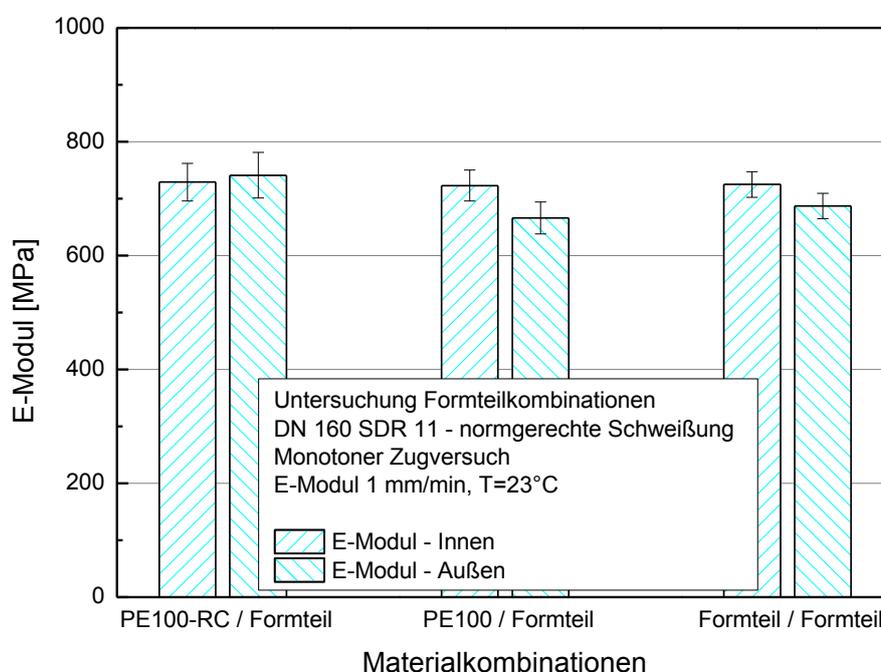
##### **Elastizitätsmodul**

Wie in Abb. 4.16 gezeigt, sind die E-Moduln aller Formteil-Rohr und Formteil-Formteilkombinationen annähernd gleich hoch. Es ist zu beachten, dass es sich

bei den Ergebnissen wieder um Mittelwerte (diesmal von Schweißnaht, beeinflusster Zonen unterschiedlicher Materialien) handelt.

### **Streckgrenze und –dehnung**

Durch die Messergebnisse, die in Tabelle 4.4 gezeigt werden, ist ersichtlich, dass ähnlich dem E-Modul, Streckgrenze und –dehnung der Kombination von PE 100 bzw. PE 100-RC und PE 100-FT ermittelt wurden. Weiters ist zu beachten, dass sich die erste Einschnürung des Materials immer im Formteilmaterial befand. Nur bei der Kombination des PE 100-RC Rohres und Formteil war eine leichte Steigerung von  $\sigma_y$  bzw. eine Verminderung  $\varepsilon_y$  im Gegensatz zu der Formteil-Formteil bzw. Formteil-PE 100 Kombination bemerkbar.

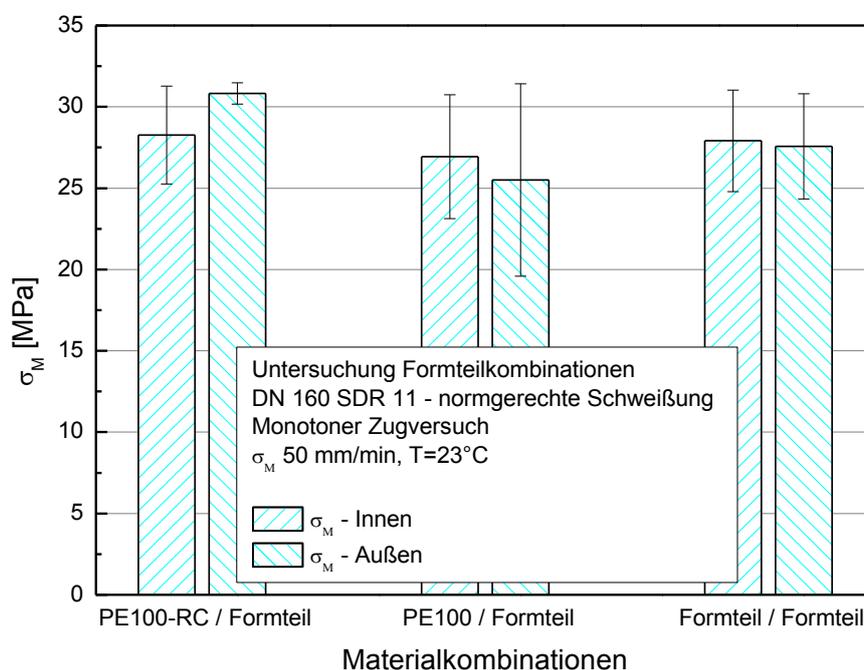


**Abb. 4.16:** Einfluss der Schweißparameter auf den E-Modul von Formteilkombinationen, gemessen an den Innen- und Außenseiten.

### **Zugfestigkeit und Bruchdehnung**

Wie in Abb. 4.17 dargestellt, zeigte sich bei den Formteilkombinationen, dass die Zugfestigkeit der Kombination von PE 100-RC-Rohr und Formteil weniger stark in den Ergebnissen streute und etwas höher lag, als die von PE 100-Rohr und Formteil, bzw. der Formteil-Formteil-Schweißung. Die etwas höhere Zugfestigkeit deutet auf eine erhöhte Anzahl an Tie-Molekülen hin, die durch das RC-Material eingebracht werden. Durch die Werte in Tabelle 4.4 wird ersichtlich, dass für die

Bruchdehnung wie bei den DN 160-Rohrschweißungen kein eindeutiger Trend gefunden wurde.



**Abb. 4.17:** Einfluss der Schweißparameter auf  $\sigma_M$  von Formteilkombinationen, gemessen an den Innen- und Außenseiten.

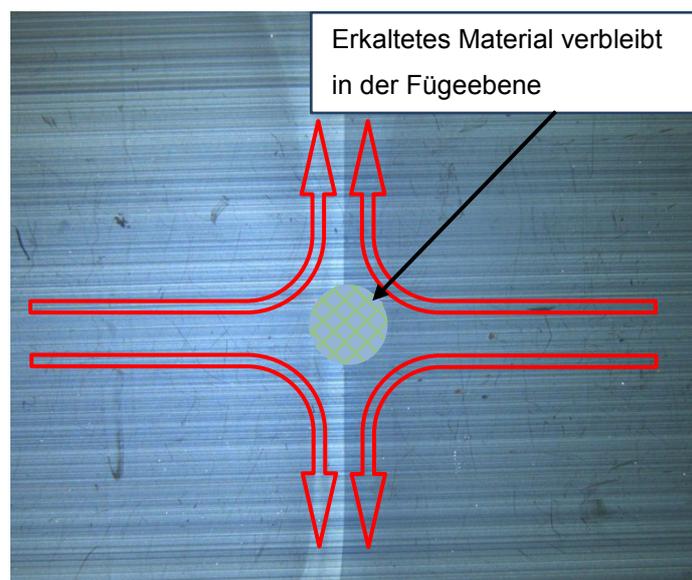
#### 4.3.3 Mechanische Eigenschaften der DN 2000-Rohr-Schweißung

Im Großrohr wurden die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Entnahmeposition in der Rohrwand untersucht. Dabei wurden Prüfkörper an fünf verschiedenen Stellen aus der Rohrwand des Großrohres von der Innen- bis zur Außenseite entnommen.

**Tabelle 4.4:** Mechanische Eigenschaften der Formteilkombinationen aus dem Zugversuch.

Formteilkombinationen	Position	E-Modul [MPa]	$\sigma_y$ [MPa]	$\epsilon_y$ [%]	$\sigma_M$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]
PE 100-RC / PE 100-FT	Innen	729 ( $\pm 33$ )	20,1 ( $\pm 0,5$ )	18,1 ( $\pm 0,9$ )	28,3 ( $\pm 3,0$ )	1131 ( $\pm 120$ )
	Außen	741 ( $\pm 40$ )	20,0 ( $\pm 0,3$ )	19,4 ( $\pm 0,8$ )	30,8 ( $\pm 0,7$ )	1210 ( $\pm 140$ )
PE 100 / PE 100-FT	Innen	723 ( $\pm 27$ )	19,4 ( $\pm 0,3$ )	18,7 ( $\pm 1,2$ )	26,9 ( $\pm 3,8$ )	1156 ( $\pm 129$ )
	Außen	666 ( $\pm 28$ )	18,4 ( $\pm 0,7$ )	19,0 ( $\pm 2,8$ )	25,5 ( $\pm 5,9$ )	1140 ( $\pm 184$ )
PE 100-FT / PE 100-FT	Innen	725 ( $\pm 23$ )	18,8 ( $\pm 0,4$ )	21,0 ( $\pm 2,4$ )	27,9 ( $\pm 3,1$ )	1264 ( $\pm 98$ )
	Außen	687 ( $\pm 22$ )	18,5 ( $\pm 0,6$ )	21,6 ( $\pm 1,2$ )	27,6 ( $\pm 3,2$ )	1175 ( $\pm 176$ )

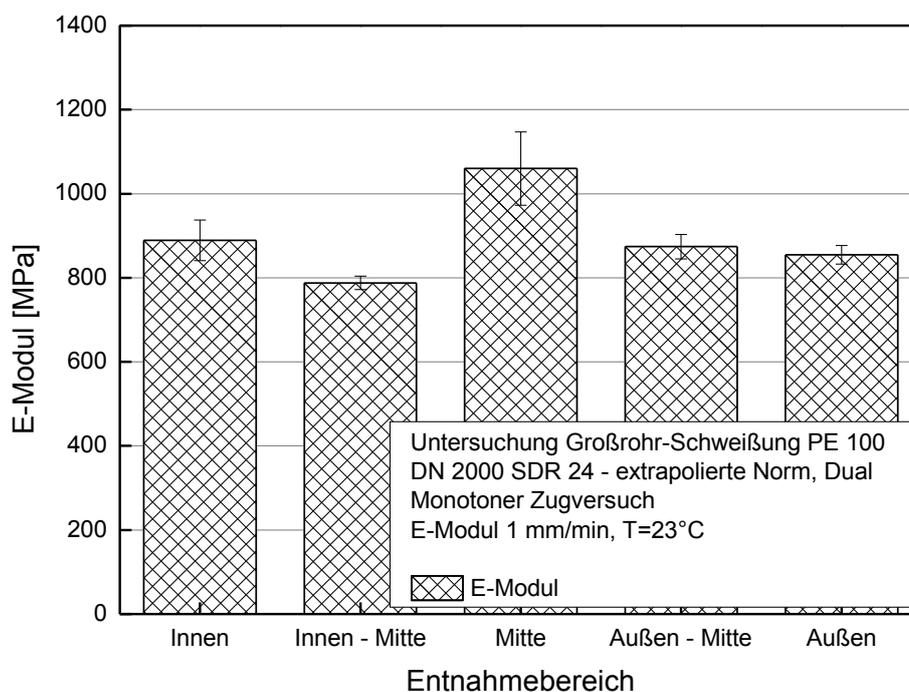
Bei der Untersuchung des Großrohres war auffällig, dass die Einschnürungen der Prüfkörper während der Prüfung zu 68% innerhalb der Schweißzone stattfanden. Die restlichen Versuche schnürten außerhalb (20%) und an der Grenzfläche zwischen Schweißnaht und Grundmaterial (12%) ein. Eine Erklärung wären Binde-nahteffekte, die durch die relativ lange Umstellzeit und damit verbundenen Abkühlung der Fügeflächen entstehen. Da  $\alpha$  über die Schweißnaht hinweg relativ konstant ist, deuten die Ergebnisse darauf hin, dass wieder die thermisch beeinflusste Zone bzw. eine Kombination von beeinflusster Zone und Schweißnaht charakterisiert wurde. Das vermehrte Einschnüren der Probe innerhalb der Schweißnaht und die verminderte Bruchdehnung in der Mitte lassen sich durch den Umstellprozess erklären. Der Umstellprozess derart großer Rohrschweißungen benötigt bedeutend länger als bei kleinen Dimensionen, wodurch es zu einer Abkühlung der Fügeflächen kommt. An den äußeren Stellen der Fügeflächen sind die erwarteten Auswirkungen nur gering, da das meiste Material, das sich unmittelbar an der Oberfläche der Fügefläche befindet und am stärksten abgekühlt ist, während des Fügeprozesses nach außen in den Wulst gedrückt wird. Das Material genau in der Mitte der Rohrwand verbleibt unter Umständen allerdings an Ort und Stelle (vgl. Abb. 4.18) und kann dort zu Binde-nahteffekten führen. Durch die größeren Dimensionen des Großrohres, bzw. der Schweißnaht ist die Wahrscheinlichkeit, dass solch eine Stelle bei der Schweißung entsteht bedeutend größer als, bei kleineren Dimensionen.



**Abb. 4.18:** Materialfluss während des Fügeprozesses (Potente, 2004).

### Elastizitätsmodul

Wie in Abb. 4.19 dargestellt, nimmt der Elastizitätsmodul in der Mitte der Rohrwand im Vergleich zu den außen gelegenen Entnahmebereichen von ca. 850 MPa auf ca. 1050 MPa zu, was im Zusammenhang mit einem höheren Kristallinitätsgrad in der Mitte der Rohrwand steht (Hellerich, et al., 2004).



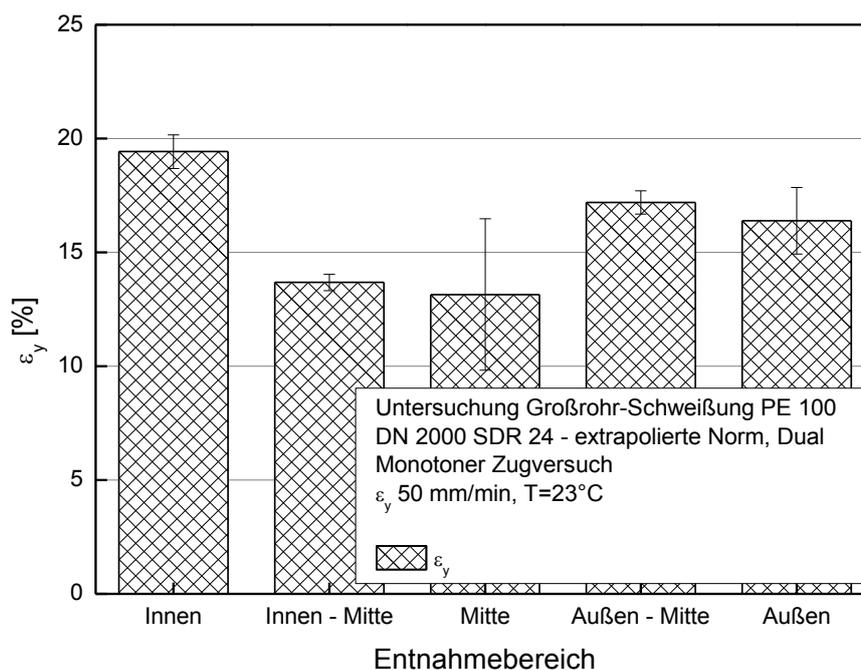
**Abb. 4.19:** Einfluss der Rohrwandposition auf den Elastizitätsmodul einer PE 100 Großrohrschweißung.

### Streckgrenze und -dehnung

Die Streckgrenze blieb ungeachtet der Entnahmestelle konstant auf einem Niveau von 22,3 bis 23 MPa (Tabelle 4.5). Nur in der Mitte der Rohrwand war sie mit 24,6 MPa geringfügig höher, was abermals auf den Kristallinitätsgrad zurückzuführen ist. Wie in Abb. 4.20 dargestellt, waren hingegen deutlichere Unterschiede bei der Streckdehnung festzustellen, wobei die Streckdehnung im Inneren der Rohrwand von knapp 20 % (Innen) auf 13,4 % (Mitte) deutlich abnahm, was dadurch erklärbar ist, dass der Kristallinitätsgrad eine größere Auswirkung auf die Streckdehnung, als auf die Streckgrenze besitzt.

### Zugfestigkeit und Bruchdehnung

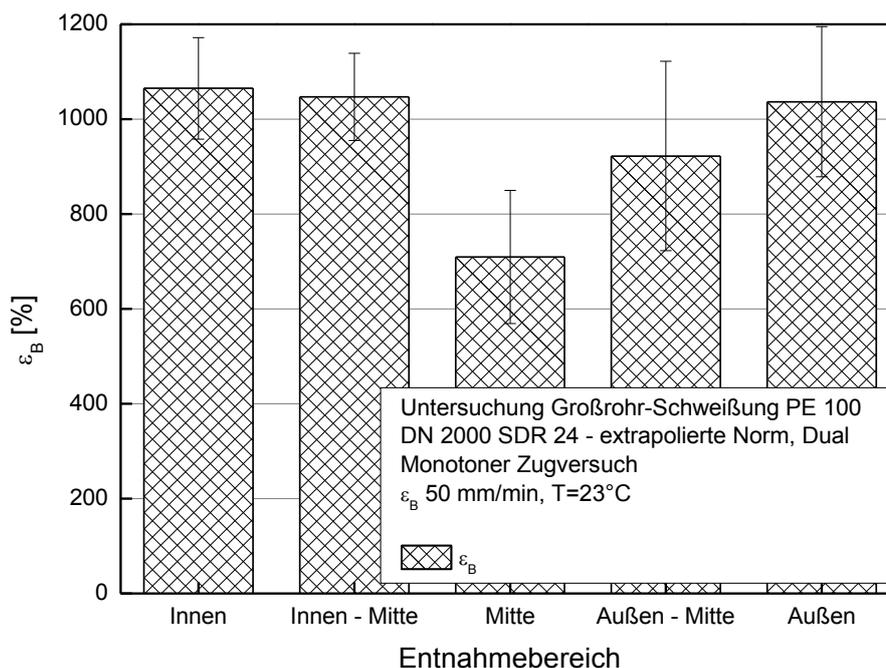
Die Zugfestigkeit zeigte keine signifikanten Unterschiede je nach Entnahmebereich (Tabelle 4.5). Sie befand sich konstant bei ca. 26 MPa, ausgenommen der Außenseite, bei der sie 24,3 MPa betrug. Obwohl die Bruchdehnung ein eher stark streuender Wert ist, konnte doch ein Trend festgestellt werden, da sie in der Mitte des Rohres von über 1000 % auf unter 800 % abfällt (Abb. 4.21).



**Abb. 4.20:** Einfluss der Rohrwandposition auf die Streckdehnung einer PE 100 Großrohrschweißung.

**Tabelle 4.5:** Ergebnisse der Streckgrenzenbestimmungen des Großrohres

Entnahmebereich	E-Modul [MPa]	$\sigma_y$ [MPa]	$\epsilon_y$ [%]	$\sigma_M$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]
Innen	889 (±48)	23,0 (±0,4)	19,4 (±0,7)	26,2 (±3,5)	1065 (±107)
Innen - Mitte	788 (±16)	22,4 (±0,5)	13,7 (±0,4)	26,5 (±3,7)	1047 (±92)
Mitte	1059 (±87)	24,6 (±1,8)	13,2 (±3,3)	25,8 (±1,5)	709 (±140)
Außen - Mitte	874 (±29)	23,0 (±0,5)	17,2 (±0,5)	25,5 (±2,2)	922 (±200)
Außen	855 (±22)	22,3 (±0,5)	16,4 (±1,6)	24,3 (±3,7)	1037 (±158)



**Abb. 4.21:** Einfluss der Rohrwandposition auf die Bruchdehnung einer PE 100 Großrohrschweißung.

#### 4.4 Bruchmechanische Eigenschaften

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der bruchmechanischen Untersuchungen dargestellt. Speziell wird auf den Widerstand der Schweißverbindungen gegen rasches und langsames Risswachstum eingegangen, die anhand des Pendelschlag- und CRB-Versuchs ermittelt wurden.

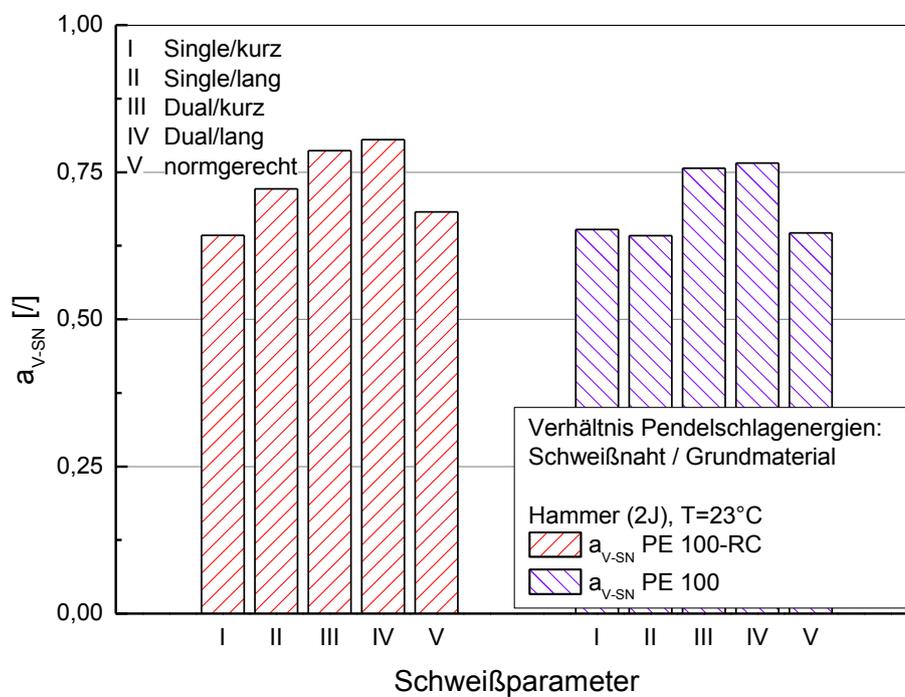
##### 4.4.1 Widerstand gegen rasches Risswachstum

Die ermittelten Kerbschlagenergien der Schweißvariationen wurden ins Verhältnis zu den ungeschweißten Nullproben des jeweiligen Materials gesetzt. Dieses Verhältnis wird fortan als Faktor  $a_{V-SN}$  bezeichnet.

##### ***Pendelschlagversuche an gekerbten Proben***

In Abb. 4.22 sind die Ergebnisse der Pendelschlagversuche abgebildet. Es stellte sich heraus, dass die Kerbschlagenergie durch die Anwendung des Dual-Schweißverfahrens sowohl für PE 100 als auch PE 100-RC, im Gegensatz zur Normschweißung und des Single-Schweißverfahrens, leicht stiegen. Lag das Verhältnis der Single und Normschweißungen noch zwischen  $a_{V-SN} = 0,60$  und

ca. 0,70 für PE 100-RC und PE 100, konnten diese mittels Dual-Verfahren auf 0,75 erhöht werden.



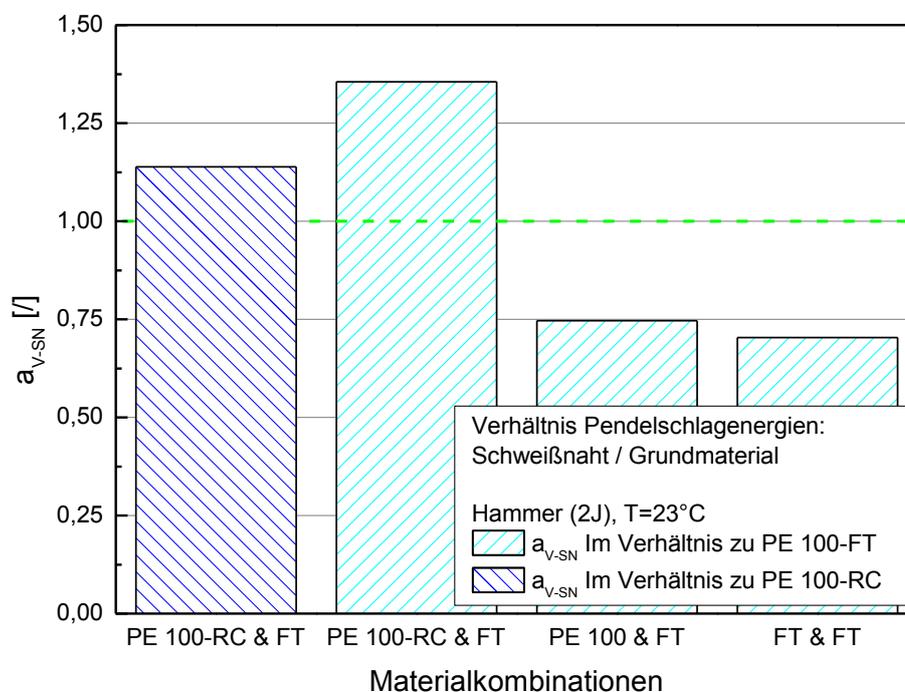
**Abb. 4.22:** Verhältnis  $a_{V-SN}$  der Schweißnähte und der Rohre aus PE 100-RC und PE 100 in Abhängigkeit der Schweißparameter.

Bei den Formteilschweißungen und Formteil-Rohrschweißungen, die in Abb. 4.23 abgebildet sind, stellte sich heraus, dass die Kombination von Formteilmaterial und PE 100-RC eine bedeutend höheres Verhältnis ( $a_{V-SN} > 1,35$  im Vergleich zu PE 100-FT bzw. 1,14 im Vergleich zu PE 100-RC) aufwies, als die Kombinationen von PE 100-FT und PE 100 (0,75) bzw. der reinen PE 100-FT-Schweißung (0,70). Diese Steigerung hängt möglicherweise mit den kürzeren Molekülketten des Spritzgussmaterials in Zusammenhang, welches mit den Enden der langen Extrusionsmaterialketten bzw. den Seitenketten eine bessere Verbindung bewirkt.

#### 4.4.2 Widerstand gegen langsames Risswachstum

Für die Charakterisierung des Widerstandes gegen SCG wurden zyklische CRB-Versuche mit ausgewählten Schweißungen durchgeführt. Als Referenz wurden

auch Proben aus den Rohren ohne Schweißnaht gefertigt. Anschließend sind einige ausgewählte Ergebnisse in Abb. 4.24 bis Abb. 4.29 dargestellt.



**Abb. 4.23:** Verhältnis  $a_{V-SN}$  der Schweißnähte der Formteilkombinationen aus PE 100-RC bzw. PE 100 mit PE 100-FT.

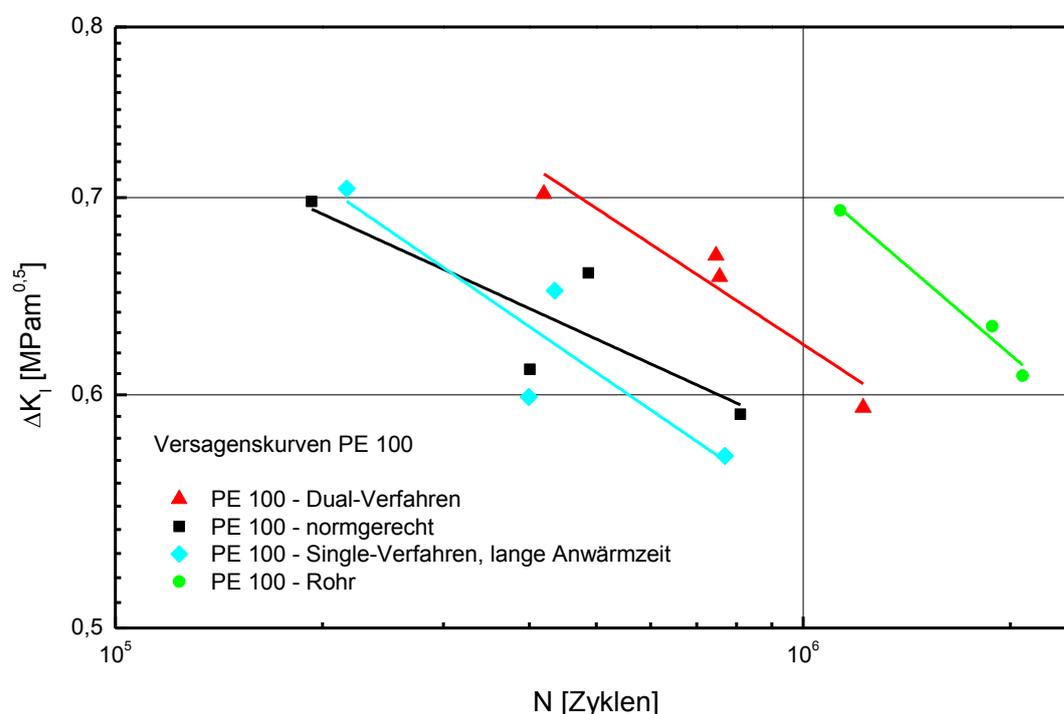
### Zyklische Versuche an CRB-Prüfkörpern

In Abb. 4.24 sind die Versagenskurven unterschiedlicher PE 100 abgebildet. Dabei ist in Kreisen die Versagenskurve des ungeschweißten Rohrmaterials abgebildet und im Vergleich dazu in Dreiecken eine Schweißung im Dual-Verfahren, in Rauten eine Schweißung im Single-Verfahren mit verlängerter Anwärmzeit und in Quadraten eine normgerechte Schweißung.

Bei den Ergebnissen ergab sich das Schema, dass die Schweißungen generell bei geringeren Zyklenzahlen versagten als die Prüfkörper aus den Rohrwänden. Die im Dual-Verfahren geschweißten Nähte weisen höhere  $N_f$  auf als normgerechte bzw. im Single-Verfahren geschweißte Nähte, was den Trend der Pendelschlagenergieergebnisse widerspiegelt. Ergänzend sind in Abb. 4.25 auch noch die Ergebnisse der Formteilschweißungen dargestellt. Durch diese Grafik wird ersichtlich, dass

entgegen dem Trend aus den Pendelschlagversuchen die Formteil-Formteilschweißungen (Kreis) einen höheren Risswachstumswiderstand aufweisen als Formteil-Rohrschweißungen mit PE 100 (Viereck) und PE 100-RC in Rot (Dreieck).

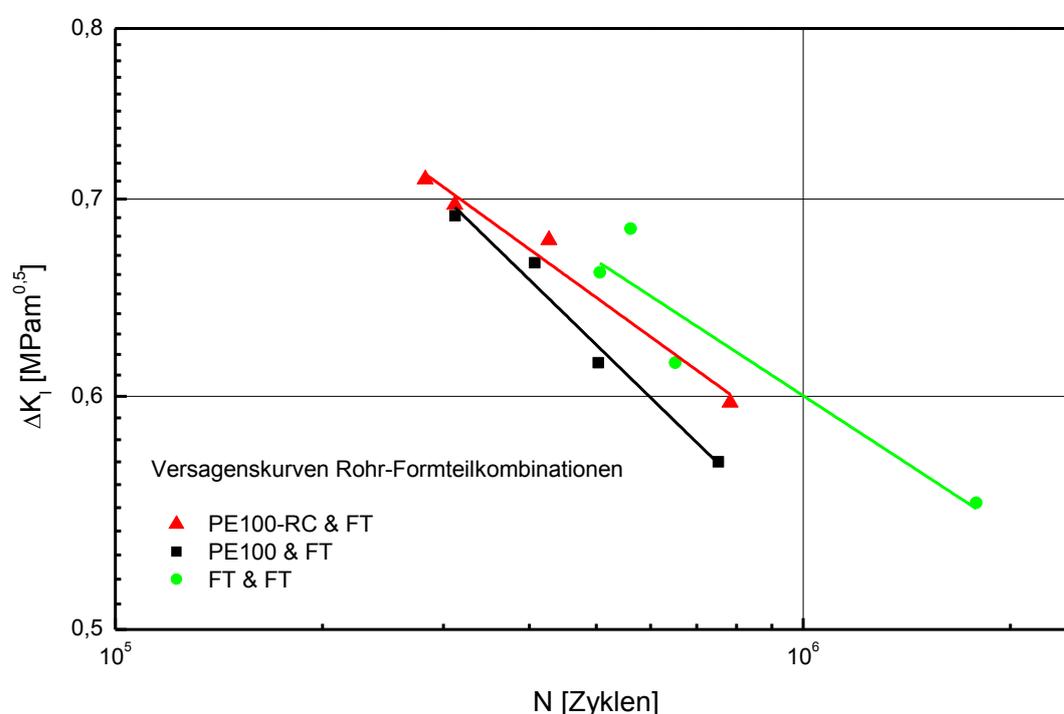
Der Umstand, dass die geschweißten Prüfkörper früher Versagen als die ungeschweißten Prüfkörper deutet darauf hin, dass die Kerbe, an der der Riss initiiert, im CRB-Prüfkörper direkt in die Schweißzone eingebracht wurde. Aufgrund des strukturellen Aufbaus der Schweißzonen (Abb. 2.6), legt dies die Vermutung nahe, dass der Riss im CRB-Prüfkörper entlang orientierter Strukturen, z.B. Sphärolithen, (Abb. 2.6 d & e) wächst, wodurch er sich viel schneller ausbreitet als im Grundmaterial (Kinloch und Young, 1983). Die Ergebnisse der ungeschweißten Proben hingegen charakterisieren den Widerstand gegen SCG des Rohrmaterials selbst, der für das Versagensverhalten von Rohrschweißungen in der Praxis ausschlaggebend ist, da Risse wie erwähnt durch das Grundmaterial selbst, und nicht durch die Schweißzone wachsen.



**Abb. 4.24:** Versagenskurven des zyklischen CRB-Tests für DN 160-Variationen im Vergleich zum ungeschweißten Rohr.

Um zu überprüfen, ob der Riss innerhalb der Schweißzone bleibt, oder hinauswächst, wurden Mikrotom-Schnitte angefertigt, die anschließend mit Hilfe von Po-

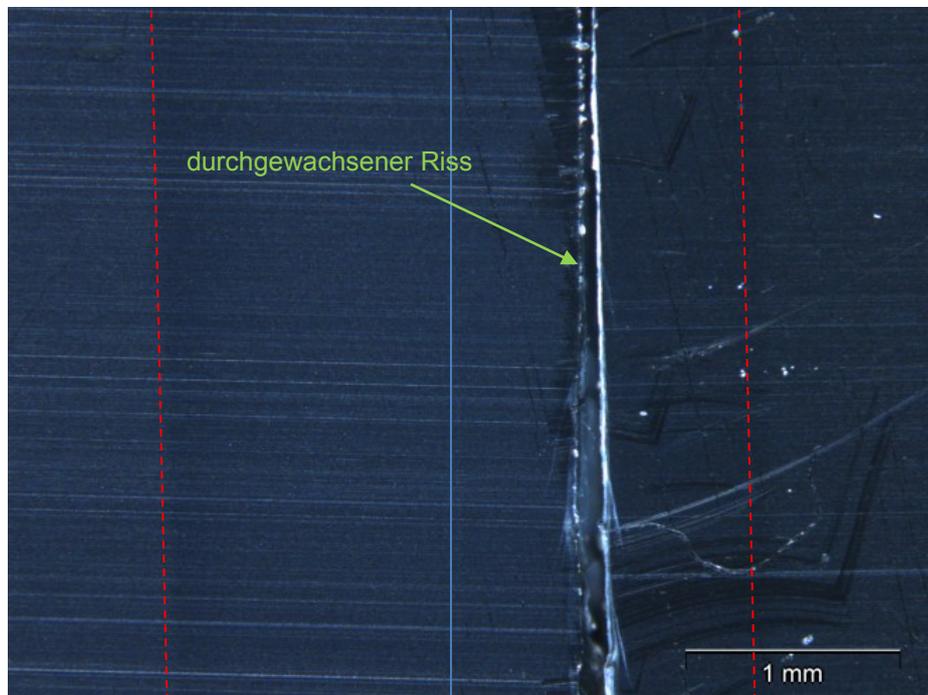
larisationsfiltern untersucht wurden. Wie in Abb. 4.26 zu erkennen, verbleibt der Riss innerhalb der Schweißzone und breitet sich dort bis zum Versagen des Prüfkörpers aus ohne in eine andere Risswachstumsebene zu wechseln. Diese optischen Analysen bestätigen, dass die ermittelten Ergebnisse das Material innerhalb der Schweißzone charakterisieren und nicht das Grundmaterial, wie es herkömmliche Tests, wie z.B. der technologische Biegeversuch nach DVS-2204, tun. Da wie bereits erwähnt in praktischen Fällen die Risse an Wulstkerben initiieren und anschließend durch das Grundmaterial und nicht die Schweißzone wachsen, sind die Ergebnisse in Hinsicht auf die Praxis wenig aussagekräftig.



**Abb. 4.25:** Versagenskurven des zyklischen CRB-Tests für Formteilkombinationen.

Durch den Einsatz der in Kapitel 3.3.7 beschriebenen Extensometer war eine zusätzliche Untersuchung der Rissinitiierungszeiten möglich. Bei den Untersuchungen zeigten sich große Unterschiede zwischen Prüfkörpern mit bzw. ohne Schweißnaht. Obwohl der Anfangsdefekt bei beiden Prüfkörpern der gleiche ist, beginnen die Risse innerhalb der Schweißnaht deutlich früher zu wachsen als im unbeeinflussten Rohrmaterial. Dieser Verhalten ist in Abb. 4.27 und Abb. 4.29 gezeigt. Dabei sind die  $\Delta\text{COD}$ -Signale als Funktion von  $N$  einer Schweißnaht, bzw. einer Probe der Rohrwand dargestellt. Zusätzlich ist in Abb. 4.28 die Rissinitiie-

ung einer Dual-geschweißten Probe abgebildet, bei der klar zu sehen ist, dass die Risse erst später, als in der normgerechten Schweißung, zu wachsen beginnen und sich anschließend langsamer durch das Material bewegen.



**Abb. 4.26:** Bestimmung des Risspfades mittels Polarisationsmikroskopie: Markierung der Schweißzone (strichlierte Linie) und der Fügeebene (durchgezogene Linie).

Der Trend der Verbesserung durch das Dual-Verfahren wurde auch in den Rissinitiationszeiten wiedergegeben, was auf eine Verbesserung durch den während des Dual-Verfahrens geringeren in der Fügeebene herrschenden Drucks hindeutet. Durch den länger anhaltenden Druck im Single-Verfahren ist es möglich, dass sich während des Abkühlens Eigenspannungen in der Naht ausbilden, die sich negativ auf die Rissbeständigkeit auswirken. Eine andere Erklärung, sind durch den aufrechterhaltenen Druck im Single-Verfahren eingefrorene Orientierungen in den Fügeebenen. Entlang dieser Orientierungen ist es Rissen möglich schneller zu wachsen als im Material mit weniger ausgeprägten Orientierungen. Die dargestellten Ergebnisse deuten darauf hin, dass mit der bruchmechanischen Charakterisierung zwar ein Ranking der Schweißparameter bezüglich der Schweißzone, jedoch nicht in Bezug auf das gesamte Rohrsystem erstellt wird.

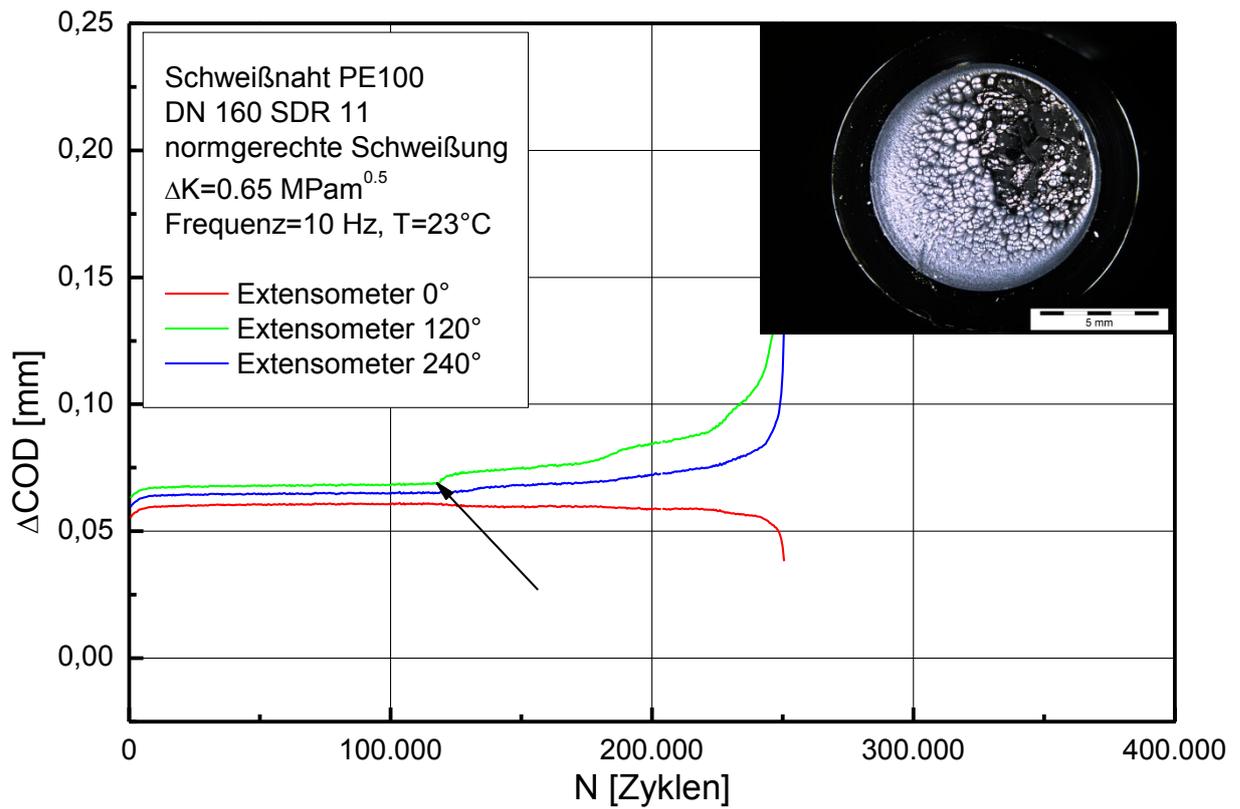


Abb. 4.27:  $\Delta$ COD-Kurve einer normgerechten PE 100-Schweißung.

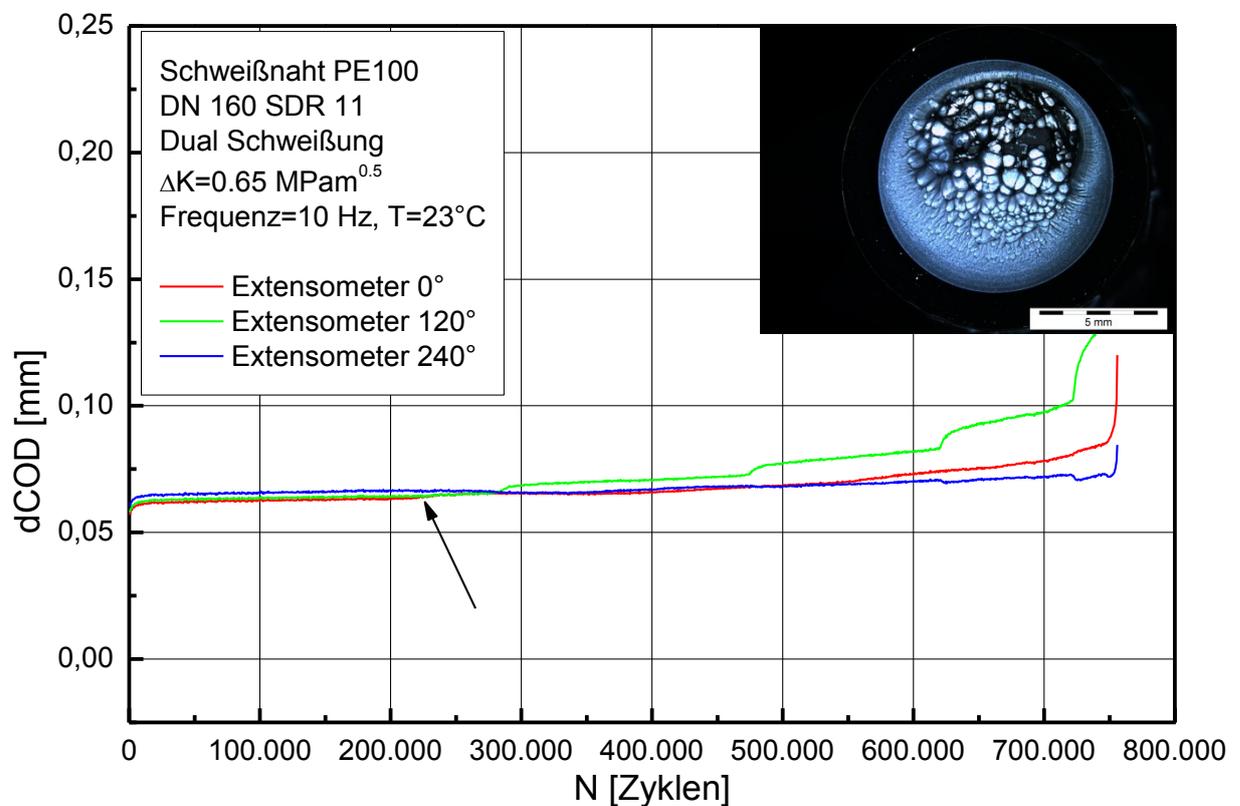
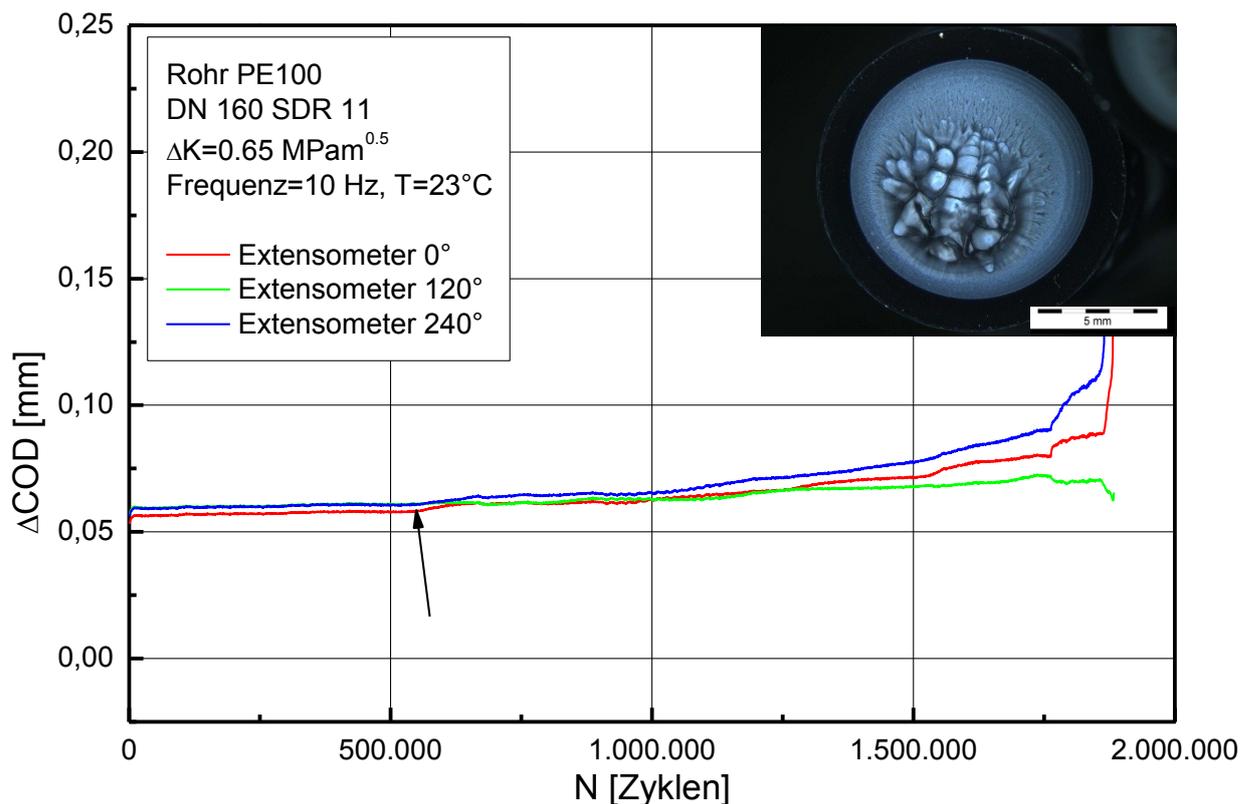


Abb. 4.28:  $\Delta$ COD-Kurve einer PE 100-Schweißung im Dual-Verfahren.



**Abb. 4.29:**  $\Delta\text{COD}$ -Kurve des unbeeinflussten Rohrmaterials.

Um den Einfluss von Initiierung und Risswachstum besser untersuchen zu können, sind in Abb. 4.30 die Anteile der Initiierungs- und Risswachstumszyklen von PE 100 und PE 100-RC ins Verhältnis gesetzt. Dadurch ist es möglich zu bestimmen, ob die Zyklen bis zum Versagen durch die Initiierung oder das Risswachstum maßgeblich bestimmt sind. Die Abbildung zeigt, dass mit sinkender Belastung die Bedeutung des langsamen Risswachstums im Vergleich zur Initiierung zunimmt. Weiters ist ersichtlich, dass bei ungeschweißten Proben aus PE 100 und PE 100-RC das langsame Risswachstum die Versagenszeit stärker beeinflusst als die Zeit bis zur Rissinitiierung. Bei den Dual-Schweißungen ist der Anteil des Wachstums ebenfalls noch groß. Die Single- und normgerechten Schweißungen zeigen eine größere Abhängigkeit von der Rissinitiierung. Dies deutet darauf hin, dass der Riss nach der Initiierung rascher durch das Material wächst als im unbeeinflussten Rohrmaterial bzw. dem Dual-geschweißten Prüfkörper. Diese Tatsache stimmt mit den bisherigen Ergebnissen überein und bestärkt die Vermutung, dass bei Single- und normgerechter Schweißung aufgrund des länger aufrechterhaltenen Schweißdrucks größere Orientierungen in der Schweißzone auftreten,

entlang derer es Rissen möglich ist sich schneller als im Dual-geschweißten, bzw. unbeeinflussten Rohrmaterial fortzupflanzen.

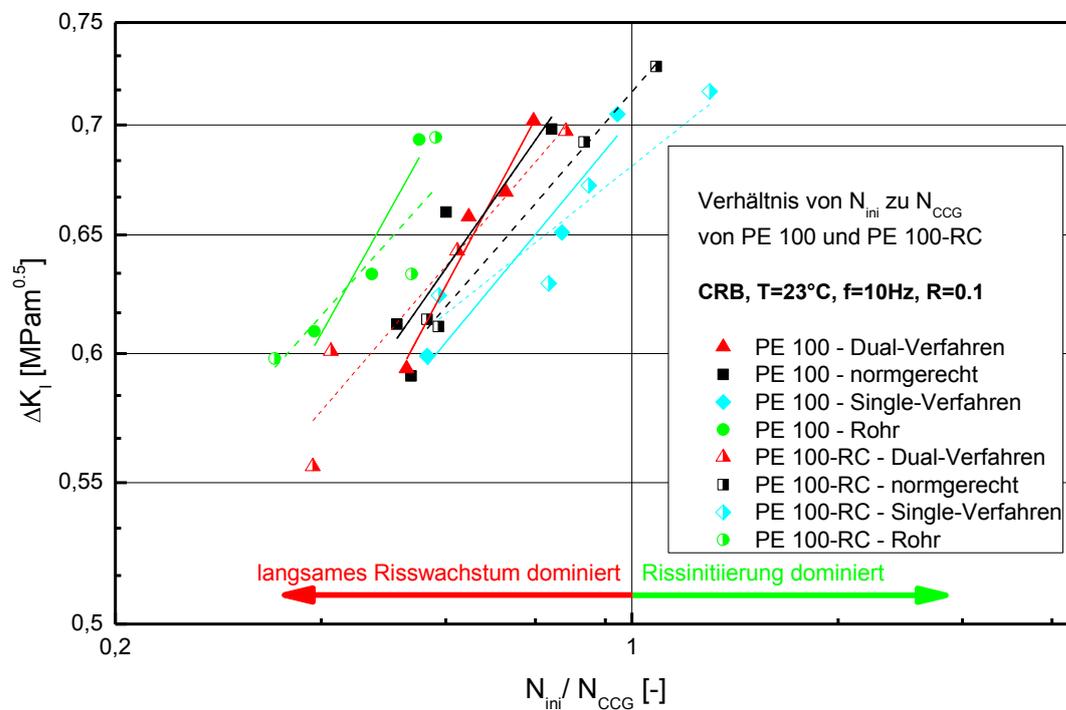


Abb. 4.30 Verhältnis der Zyklenzahlen von Rissinitierung zu langsamem Risswachstum für PE 100 und PE 100-RC

## 5 ZUSAMMENFASSUNG

In dieser Arbeit wurden Stumpfschweißnähte von Rohren hinsichtlich ihrer Morphologie und daraus resultierenden mechanischen und bruchmechanischen Eigenschaften untersucht. Dafür wurden drei verschiedene PE-HD Rohrwerkstoffe der dritten Generation (PE 100) zu Rohre mit 160 mm Außendurchmesser extrudiert und anschließend mit variierenden Anwärmzeiten und Druckarten verschweißt. Die Anwärmzeit wurde innerhalb einer Gruppe (Wandstärken von 14 bis 19 mm) von Rohrdimensionen der DVS-2207-1 variiert. Zur Bestimmung des Einflusses des Druckes wurden zwei Arten gegenübergestellt. Das Single-Schweißen, bei dem der Druck über den ganzen Abkühlprozess unverändert bleibt, und das Dual-Schweißen, bei dem der Druck bereits nach sehr kurzer Zeit auf ein Sechstel reduziert wird.

Weiters wurde eine Großrohrschweißung (Durchmesser 2000 mm) angefertigt. Ein Problem für Rohre dieser Größe ist, dass es bisher keine Regelwerke gibt, die für diese Dimensionen Gültigkeit besitzen. Daher war es die Aufgabe zu untersuchen, ob derzeit existierende Regelwerke für Schweißungen dieser Dimension extrapolier- und anwendbar sind. Es wurde gezeigt, dass die lange Umstellzeit zwar einen negativen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften besitzt, die extrapolierten Parameter dennoch prinzipiell anwendbar sind, da auch für das Großrohr ein Kurzzeitschweißfaktor von ca. 1 für die mechanischen Eigenschaften erreicht wird, was bedeutet, dass die Eigenschaften der Schweißnaht in etwa denen des ungeschweißten Rohres entsprechen.

Bei der Charakterisierung der Morphologie ging es in erster Linie um den Kristallinitätsgrad und in weiterer Folge auch um die Bestimmung von Orientierung des teilkristallinen Werkstoffes. Ein Einfluss auf den Kristallinitätsgrad durch die Schweißparameter wurde nur für die Schweißnähte im Single-Verfahren festgestellt, bei denen der Kristallinitätsgrad von 58-60 % auf ca. 62% anstieg. Für die Bestimmung der Orientierung wurde ein in anderen Bereichen eingesetztes Verfahren für die Infrarot-Spektroskopie angewandt und anschließend mittels Kleinwinkelstreuung überprüft. Dabei zeigte sich, dass die Bestimmung von Orientierungen mittels Infrarotspektroskopie prinzipiell möglich, für den Fall von rußgefüllten Rohren bzw. Schweißnähten aber nicht verlässlich anwendbar ist, da

bei Messungen im ATR-Modus nicht sensibel genug sind um die geringen Orientierungen zu messen, bzw. es nicht möglich war passende Proben für Messungen in Transmission herzustellen. Die Untersuchung mittels Röntgenstreuung ergab, dass die Molekülketten im Rohr überwiegend zufällig angeordnet sind. Nur ca. 10-20 % des Materials weisen eine Vorzugsrichtung auf, die meist ungefähr 30 % von der Extrusionsrichtung abweicht. Es wurde auch festgestellt, dass der Winkel der Abweichung in der Schweißnaht stärker variiert als im Rohr selbst. Dies, wie auch die in der Schweißnaht im Gegensatz zum Rohr konstanten Kristallinitätsgrade, sind höchstwahrscheinlich auf den durch das Schweißen eingebrachten Temperatureffekt zurückzuführen.

Bei den Untersuchungen mittels Zugversuch wurde gezeigt, dass die geschweißten Proben sehr gute mechanische Eigenschaften aufweisen, die durchaus mit denen des unbehandelten Rohrmaterials vergleichbar sind ( $f_z \approx 1$ ). Der Einfluss des Kristallinitätsgrads auf mechanische Eigenschaften wie Elastizitätsmodul, Streckgrenze und Zugfestigkeit wurde bei Untersuchungen an Prüfkörpern aus unterschiedlichen Entnahmebereichen der Rohrwand dargestellt. Die unterschiedlichen Schweißparameter zeigten bei diesen Untersuchungen nur geringe Einflüsse auf die Zugfestigkeit und Streckgrenze, beziehungsweise auf die jeweiligen Dehnungen. Bei den im Dual-Verfahren geschweißten Rohren kam es jedoch zu einer Erhöhung von  $\sigma_y$  von 17 auf 21 MPa, bzw. Verminderung von  $\varepsilon_y$  von 22 auf 19 %. Bei den Proben aus dem Großrohr wurde ein vermehrtes Einschnüren innerhalb der Schweißnaht beobachtet, was eventuell durch Bindenahteffekte aufgrund der langen Umstellzeit und damit verbundenen Abkühlung der Fügeflächen erklärbar ist. E-Modul und  $\sigma_y$  zeigten keine Veränderung.

Die Einflüsse auf die bruchmechanischen Eigenschaften wurden mittels Pendelschlagversuch und zyklischen CRB-Tests untersucht. Bei den Ergebnissen der Pendelschlagversuche zeigte sich abermals eine Verbesserung durch den Einsatz des Dual-Schweißverfahrens, bei dem sich  $a_{V-SN}$  von 0,6 auf 0,8 steigerte. Bei der Kombination von PE 100-FT und PE 100-RC wurden sogar Werte über 1 erreicht. Der Trend der Verbesserung durch das Dual-Verfahren wurde auch bei den zyklischen CRB-Tests festgestellt. Bei diesen Versuchen zeigte sich, dass die Rissinitiation innerhalb der Schweißnaht bei zum Rohrmaterial vergleichsweise geringen

N stattfindet. Die Versagenszyklenzahl ist im Vergleich zum Rohrmaterial ebenfalls deutlich geringer, wurde jedoch durch Anwendung des Dual-Verfahrens gesteigert. Das Verhältnis von Initiierungs- zu Wachstumszyklen verschiebt sich durch den Schweißprozess in Richtung Rissinitiierung. Das bedeutet, dass es Rissen nach der Initiierung möglich ist schneller durch das geschweißte Material zu wachsen. Die Differenz zwischen Rohrmaterial und Schweißung ist dadurch erklärbar, dass sich Risse innerhalb der Schweißnaht entlang orientierter Strukturen, die durch den Fügeprozess in Radialrichtung entstehen schneller fortpflanzen können, als im Rohrmaterial. In der Praxis wachsen Risse jedoch von den Wulstkerben weg durch das Grundmaterial und nicht innerhalb der orientierten Schweißzone. Dadurch ist erklärbar, dass Schweißnähte in der Anwendung annähernd gleichlange Lebenszeiten wie Rohre selbst aufweisen. Die Ergebnisse der CRB-Tests charakterisieren dementsprechend den Widerstand gegen SCG innerhalb der Schweißnaht bzw. der getemperten Zone rund um die Schweißnaht, der dann von großer Bedeutung ist, wenn dort aufgrund von eingebrachten Fehlstellen Risse initiieren und zu wachsen beginnen. Dadurch lässt sich ableiten, wie wichtig es ist die Fügeflächen vor dem Fügeprozess gründlich zu reinigen um das Einbringen von Fehlstellen innerhalb dieser Zone zu vermeiden.

## 6 LITERATUR

*Alexander, L. E.* (1969). "X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science", John Wiley & Sons Inc., New York.

*Anderson, T. L.* (2005). "Fracture Mechanics - Fundamentals and Applications", CRC Press, New York.

*Balika, W.* (2003). "Rissausbreitung in Kunststoff-Rohrwerkstoffen unter statischer und zyklischer Belastung", Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Barker, M. B.* (1983). *Journal of Materials Science* **18**, 1095.

*Benthem, J. P., Koiter, W.T.* (1973). In „Method of Analysis and Solutions of Crack“, (Sih, G. C., Hrsg.), Edition 3, 131-178, Noordhoff International Publishing, Groningen.

*Brochard-Wyart, F.* (1991). In "Fundamentals of Adhesion" (Lee L. H., Hrsg.) Edition 1, 181-204, Plenum Press, New York.

*Broek, D.* (1982). "Elementary engineering fracture mechanics", Martinus Nijhoff Publishers, Den Haag.

*Brömstrup, H.* (2004). "PE 100 Pipe Systems". Vulkan-Verlag, Essen.

*Brown, N., Lu, X., Huang, Y., Harrison, I.P., Ishikawa, N.* (1992), *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* **17**(4), 255-258.

*Crank, J., Park, G. S.* (1968). "Diffusion in Polymers", Academic Press Inc., London.

*De Gennes, P. G.* (1979). "Scaling concepts in polymer physics", Cornell University Press, Ithaca.

*Doerner, G. F.* (1994). „Stabilisatoreinflüsse auf das Alterungs- und Zeitstandverhalten von Rohren aus PE-MD“, Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

Doi, M., Edwards, S. F. (1986). "The Theory of Polymer Dynamics", Oxford University Press, Oxford.

Domininghaus, H. Elsner, P., Eyerer, P., Hirth T. (2008). "Kunststoffe - Eigenschaften und Anwendungen", Springer-Verlag, Berlin.

Ehrenstein, G. W., (2004). „Handbuch Kunststoff-Verbindungstechnik“, Carl Hanser Verlag, München.

Ehrenstein, G. W., Riedel, G., Trawiel, P. (2003) „Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen“, Carl Hanser Verlag, München.

Fleissner, M. (1998). Polymer Engineering and Science, **38**(2), 330-340.

Flourneoy, P. A., Schaffers, W. J. (1966). Spectrochimica Acta **22**, 5-13.

Frank, A., Pinter, G., Lang, R. W. (2009). In Proc. „Antec“, (Society of Plastics Engineers, ed.), 2169-2174, Chicago, Illinois.

Frank, A. (2010). "Fracture Mechanixs Based Lifetime Assesment and Long-Term Behavior of Polyethylene Pressure Pipes", Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

Frank, T. (2008). Joining Plastics **4**, 272-284.

Frank, A., Redhead, A., Kapur, M., Chang, D., Schramm, D., Bensason, S., Pinter, G. (2011). In Proc. „Antec“ (Society of Plastics Engineers, ed.), Boston, Massachusetts.

Freimann, W. (2008). „Charakterisierung des Risswachstumsverhaltens von Cracked Round Bar (CRB) Prüfkörpern auf Basis der Materialnachgiebigkeit“, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

Gaube, E., Gebler, H., Müller, W., Gondro, C. (1985), Kunststoffe **75**(7), 412-415.

Glenz, W., Peterlin, A. (1970). Journal of Macromol. Sci.-Phys. **3**(4), 473-490.

Gottlieb, K. (1967). Z. Instr. **75**(3), 125-130.

Grellmann, W., Seidler, S. (1998). „Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen“, Springer Verlag, Berlin – Heidelberg.

*Grellmann, W., Seidler, S.* (2007). „Polymer Testing“, Carl Hanser Verlag, München.

*Haager, M.* (2006). „Bruchmechanische Methoden zur beschleunigten Charakterisierung des langsamen Risswachstums von Polyethylen-Rohrwerkstoffen“, Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Haager, M., Frank, T., Lueghammer, A.* (2007). *Joining Plastics* **1**, 75-83.

*Hartl, A. M.* (2010). „Bewertung von Oberflächendefekten und bruchmechanische Lebensdauerabschätzung von innendruckbelasteten Rohren aus Polyethylen“, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Hellerich, W., Harsch, G., Haenle, S.* (2004). „Werkstoff-Führer Kunststoffe - Eigenschaften, Prüfungen, Kennwerte“, Carl Hanser Verlag, München – Wien.

*Hertzberg, R. W.* (1996), „DEFORMATION AND FRACTURE MECHANICS OF ENGINEERING MATERIALS“, John Wiley & Sons Inc., New York.

*Hertzberg, R. W., Richard, W., Manson, J. A.* (1980). „Fatigue of Engineering Plastics“, Academic Press, Inc., New York.

*Hessel, J.* (2007). *3R* **46**(4), 242-246.

*Hessel, J.* (2011). *3R* **4-5**, 314-317.

*Holland-Moritz, K., van Werden, K.* (1980). *Makromol. Chem.* **182**, 651-655.

*Ifwarson, M.* (1989). *Kunststoffe* **79**(6), 525-529.

*Irwin, G. R.* (1957). *Journal of Applied Mechanics* **24**, 167-170.

*Jasse B., Koenig, J. L.* (1979). *Journal of Macromolecular Science. Macromolecular Chemistry* **C17**(1), 61-135.

*Kinloch, A. J., Young, R. J.* (1983). „Fracture Behaviour of Polymers“, Applied Science Publishers LTD, Barking, Essex.

*Koenig, J. L.* (1992). „Spectroscopy of Polymers“, American Chemical Society, Washington, DC.

*Krishnaswamy, R. K.* (2000). *Journal of Polymer Science* **38**, Part B: Polymer Physics, 182-193.

*Krishnaswamy, R. K.* (2005). *Polymer* **46**, 11664-11672.

*Lang, R. W.* (1984). "Applicability of Linear Elastic Fracture Mechanics to Fatigue in Polymers and short-fiber Composites", Dissertation, Lehigh University, Bethlehem, Pennsylvania.

*Lang, R. W.* (1997). *3R* **36**, 40-44.

*Lang, R. W., Pinter, G., Balika, W.* (2005). *3R*, **44**(1), 33-41.

*Lang, R. W., Stern, A., Doerner, G.* (1997). *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* **247**, 131-147.

*Leskovics, K., Kollár, M., Bárczy, P.* (2006). *Materials Science & Engineering A* **419**, 138-143.

*Lu, X., Brown, N.* (1992). *Polymer Testing* **11**(4), 309-319.

*Menges G., Haberstroh, E., Michaeli, W., Schmachtenberg, E.* (2002). „Werkstoffkunde Kunststoffe“, Carl Hanser Verlag, München – Wien.

*Parsons, M., Stepanov, E. V., Hiltner, A., Baer, E.* (1999). *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* **34**, 3315-3326.

*Parsons, M., Stepanov, E. V., Hiltner, A., Baer, E.* (2000). *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* **35**, 2659-2674.

*Pinter, G., Lang, R. W., Haager, M.* (2007a). *Monatshefte für Chemie* **138**, 347-355.

*Pinter, G.* (1999). „Risswachstumsverhalten von PE-HD unter statischer Belastung“, Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Pinter, G. Haager, M., Balika, W., Lang, R. W.* (2007b). *Polymer Testing* **26**, 180-188.

*Pinter, G., Haager, M., Lang, R. W.* (2006). In Proc. „Antec“ (Society of Plastics Engineers, ed.), 2480-2484, Charlotte, North Carolina.

---

*Potente, H.* (2004) "Fügen von Kunststoffen - Grundlagen, Verfahren, Anwendung", Carl Hanser Verlag, München – Wien.

*Read, B. E., Stein, R. S.* (1968). *Macromolecules* **2**(1), 116-126.

*Runčev, D., Trpkovski, Lj.* (2008). In Proc. "Advanced Manufacturing Operations", 21-25, Kranevo, Bulgarien.

*Schulte, U.* (2006). *Kunststoffe* **1**, 46-49.

*Scibetta, M., Chaouadi, R., Van Walle, E.* (2000). *International Journal of Fracture* **104**, 145-168.

*Seguela, Ro.* (2005). *Journal of Polymer Science*. 2005, Bd. Part B: Polymer Physics **43**, 1729-1748.

*Stechhan, M.* (2008). *Kunststoffe* **10**, 98-105.

*Stern, A.* (1995). "Fracture Mechanical Characterization of the Long-Term Behavior of Polymers under Static Loading", Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Strebel, J. J., Moet, A.* (1995). *Journal of Polymer Science*. Part B: Polymer Physics **33**, 1969-1984.

*Trinova, D. Drouillon, P., Ghanem, A., Vancso, G. J.* (1997), *Journal of Applied Polymer Science* **66**, 515-523.

*Troughton, M. J.* (2008). "Handbook of Plastics Joining: A Practical Guide", William Andrew Inc., Norwich, New York.

*Wool, R. P.* (1991). In "Fundamentals of Adhesion" (Lee L. H., Hrsg.) Edition 1, 207-246, Plenum Press, New York.

*Zhao, J. Q., Daigle, L., Beaulieu, D.* (2002). *Canadian Journal of Civil Engineering* **29**(5), 778-798.

## 7 ABBILDUNGSVERZEICHNIS

- Abb. 2.1:** Grundlegende Typen von Polyethylen: a) PE-HD, b) PE-LLD, c) PE-HD, d) PE-MD (Menges, et al., 2002; Dominghaus, et al., 2008). 4
- Abb. 2.2:** Struktureller Aufbau von a) unimodal und b) bimodal verteiltem Polyethylen (Brömstrup, 2004). 6
- Abb. 2.3:** Schematische Darstellung des Fügeprozesses nach DVS 2207-1 bzw. ISO 21307 (Dual-Verfahren). 9
- Abb. 2.4:** Ausgleichen von Unebenheiten und Wulstbildung während des Angleichprozesses (Potente, 2004). 9
- Abb. 2.5:** Schematische Abbildung der Morphologie von Polyethylen: a) Molekülketten, b) Lamellenpakete, c) Keim, d) Sphärolith (Menges, et al., 2002). 12
- Abb. 2.6:** Darstellung der während des Fügens entstehenden Sphärolithstrukturen (Potente, 2004). 13
- Abb. 2.7:** Spannungserhöhungen bei nicht „idealen“ Schweißungen (Potente, 2004). 16
- Abb. 2.8:** Schematischer Verlauf eines Reptationsvorganges (Wool, 1991). 17
- Abb. 2.9:** Entstehung der Haftfestigkeit an einer Grenzfläche durch Diffusion (Wool, 1991). 18
- Abb. 2.10:** Molekülverstretchung und -relaxation während des Fügeprozesses (Potente, 2004; Ehrenstein, 2004). 19
- Abb. 2.11:** Vergleich der Grenzflächendiffusion von Stumpfschweißungen ohne Fügedruck und E-Muffenverbindungen. 20
- Abb. 2.12:** Versagensbereiche von Rohren unter Innendruck (Lang 2005). 21
- Abb. 2.13:** Initiierung und Ausbreitung eines Risses in PE-HD unter statischer Belastung (Stern, 1995). 23

<b>Abb. 2.14:</b>	Spannungszustand an der Risspitze einer gleichmäßig belasteten, unendlich großen Probe (Anderson, 2005).	24
<b>Abb. 2.15:</b>	Belastungsmodi I, II und III (Broek, 1982).	24
<b>Abb. 2.16:</b>	Schematische Darstellung des zyklischen CRB-Tests (Pinter, et al., 2006).	26
<b>Abb. 2.17:</b>	Arten von Tie-Molekülen (Seguela, 2005): a) Tie-Molekül; b) loses Tie-Molekül; c) verschlaufte Tie-Moleküle	29
<b>Abb. 2.18:</b>	Tempereinfluss auf die Lebensdauer von linearem PE (Brown, et al., 1992).	30
<b>Abb. 3.1:</b>	Teilstücke der Großrohrverbindung samt Naht und Wulst.	33
<b>Abb. 3.2:</b>	Entnahmestellen der Prüfkörper entlang des Rohrfumfangs für die Optische Charakterisierung.	34
<b>Abb. 3.3:</b>	Probenentnahme für DSC beim Großrohr.	38
<b>Abb. 3.4:</b>	Funktionsweise des Polfilters für den linearen Dichroic-Factors einer ideal orientierten Probe (Koenig, 1992).	40
<b>Abb. 3.5:</b>	Schematischer Aufbau a) und geometrische Zusammenhänge b) einer SAXS-Untersuchung (Alexander, 1969).	41
<b>Abb. 3.6:</b>	Aufbau der lamellaren Struktur eines teilkristallinen Polymers (Pinter, 1999).	42
<b>Abb. 3.7:</b>	Probenpositionierung für Röntgenstreuversuche.	43
<b>Abb. 3.8:</b>	Spannungsverteilung über den Querschnitt einer Zugprobe a); Einfluss von Dehnungsgeschwindigkeit und Temperatur auf die Spannungs-Dehnungskurve b) (Grellmann und Seidler, 2007).	44
<b>Abb. 3.9:</b>	Prüfkörper für Zugversuche mit Schweißnaht.	45
<b>Abb. 3.10:</b>	Auswertung des Elastizitätsmoduls mittels Sekantenmethode.	45
<b>Abb. 3.11:</b>	Schanierbruch nach dem Kerbschlagversuch.	47
<b>Abb. 3.12:</b>	Vermessung der Bruchflächen der Pendelschlagprüfkörper .	47

- Abb. 3.13:** schematische Darstellung eines CRB-Prüfkörpers (Pinter, et al., 2007b). 49
- Abb. 3.14:** Fertigung von CRB-Prüfkörpern aus Rohren a) und Formteilen b) (Haager, 2006). 49
- Abb. 3.15:** CRB-Prüfkörper aus Teilstücken der Rohrwand inklusive Schweißnaht. 50
- Abb. 3.16:** Positionierung der Extensometer um den CRB-Prüfkörper (Freimann, 2008). 50
- Abb. 3.17:** Brüche von Schweißnähten bei PE-Rohren: a) (Hessel, 2011); b) (Frank, 2008). 51
- Abb. 4.1:** Breite der Schweißnaht in Abhängigkeit der Schweißparameter bzw. Materialkombinationen. 53
- Abb. 4.2:** Morphologische Struktur einer ausgewählten Schweißnaht und thermisch beeinflusster Bereich. 53
- Abb. 4.3:** Typen von Schweißwulst-Geometrien. 55
- Abb. 4.4:** Kerbgründe zweier Wulstkerben a) Single-; b) Dual-Schweißung. 55
- Abb. 4.5:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100 Rohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition. 57
- Abb. 4.6:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100-RC Rohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition. 58
- Abb. 4.7:** Kristallinitätsgrad in einer geschweißten PE 100-FT Kombination in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und Rohrwandposition. 58
- Abb. 4.8:** Vergleich des Einflusses der Schweißparameter bzw. Formteilkombinationen auf den Kristallinitätsgrad der Schweißnähte. 59

- Abb. 4.9:** Kristallinitätsgrad in einem geschweißten PE 100 Großrohr in Abhängigkeit des Abstandes zur Schweißnaht und der Rohrwandposition. 60
- Abb. 4.10:** Auswirkung der Probenfertigung auf den Dichroic-Factor. 61
- Abb. 4.11:** Orientierungen im extrudierten Rohr und der Naht eines geschweißten Großrohrs. 63
- Abb. 4.12:** Einfluss der Schweißparameter auf die E-Moduln von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 66
- Abb. 4.13:** Einfluss der Schweißparameter auf die Streckgrenze von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 66
- Abb. 4.14:** Einfluss der Schweißparameter auf die Streckdehnung von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 67
- Abb. 4.15:** Einfluss der Schweißparameter auf die Zugfestigkeit von PE 100 Rohrschweißnähten, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 67
- Abb. 4.16:** Einfluss der Schweißparameter auf den E-Modul von Formteilkombinationen, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 69
- Abb. 4.17:** Einfluss der Schweißparameter auf  $\sigma_M$  von Formteilkombinationen, gemessen an den Innen- und Außenseiten. 70
- Abb. 4.18:** Materialfluss während des Fügeprozesses (Potente, 2004). 71
- Abb. 4.19:** Einfluss der Rohrwandposition auf den Elastizitätsmodul einer PE 100 Großrohrschweißung. 72
- Abb. 4.20:** Einfluss der Rohrwandposition auf die Streckdehnung einer PE 100 Großrohrschweißung. 73

---

<b>Abb. 4.21:</b>	Einfluss der Rohrwandposition auf die Bruchdehnung einer PE 100 Großrohrschweißung.	74
<b>Abb. 4.22:</b>	Verhältnis $a_{V-SN}$ der Schweißnähte und der Rohre aus PE 100-RC und PE 100 in Abhängigkeit der Schweißparameter.	75
<b>Abb. 4.23:</b>	Verhältnis $a_{V-SN}$ der Schweißnähte der Formteilkombinationen aus PE 100-RC bzw. PE 100 mit PE 100-FT.	76
<b>Abb. 4.24:</b>	Versagenskurven des zyklischen CRB-Tests für DN 160-Variationen im Vergleich zum ungeschweißten Rohr.	77
<b>Abb. 4.25:</b>	Versagenskurven des zyklischen CRB-Tests für Formteilkombinationen.	78
<b>Abb. 4.26:</b>	Bestimmung des Risspfades mittels Polarisationsmikroskopie: Markierung der Schweißzone (strichlierte Linie) und der Fügeebene (durchgezogene Linie).	79
<b>Abb. 4.27:</b>	$\Delta$ COD-Kurve einer normgerechten PE 100-Schweißung.	80
<b>Abb. 4.28:</b>	$\Delta$ COD-Kurve einer PE 100-Schweißung im Dual-Verfahren.	80
<b>Abb. 4.29:</b>	$\Delta$ COD-Kurve des unbeeinflussten Rohrmaterials.	81
<b>Abb. 4.30</b>	Verhältnis der Zyklenzahlen von Rissinitiierung zu langsamen Risswachstum für PE 100 und PE 100-RC	82

## 8 TABELLENVERZEICHNIS

<b>Tabelle 2.1:</b> Marktanteile und -wachstum von Polyethylen von 1980 bis 2007 (Stechhan, 2008).	5
<b>Tabelle 2.2:</b> Normen für das Stumpfschweißen von Rohren und ihre Anwendungsgebiete (Brömstrup, 2004).	8
<b>Tabelle 2.3:</b> Ausgewählte Parameter beim Stumpfschweißen.	11
<b>Tabelle 3.1:</b> Untersuchte PE-Typen	31
<b>Tabelle 3.2:</b> Variation der Schweißparameter und Materialien.	33
<b>Tabelle 3.3:</b> Chemische und physikalische Ursachen für die Änderung der Enthalpie (Grellmann und Seidler, 2007).	35
<b>Tabelle 4.1:</b> Häufigkeit von Schweißwulst-Geometrien.	56
<b>Tabelle 4.2:</b> Orientierungsmessungen mittels SAXS	62
<b>Tabelle 4.3:</b> Mechanische Eigenschaften der DN 160 Rohrschweißungen aus dem Zugversuch.	68
<b>Tabelle 4.4:</b> Mechanische Eigenschaften der Formteilkombinationen aus dem Zugversuch.	70
<b>Tabelle 4.5:</b> Ergebnisse der Streckgrenzenbestimmungen des Großrohres	73