

# **Charakterisierung des Risswachstumsverhaltens von Cracked Round Bar (CRB) Prüfkörpern auf Basis der Materialnachgiebigkeit**

## **Masterarbeit**

von

**Werner Freimann**

erstellt an der

**Polymer Competence Center Leoben GmbH**

eingereicht am

**Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe  
an der Montanuniversität Leoben**



**Betreuung:** Dipl.-Ing. Andreas Frank  
Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pinter

**Begutachtung:** o.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Reinhold W. Lang

Leoben, Juni 2008

## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich dem Vorstand des Institutes für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe an der Montanuniversität Leoben, Herrn o.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Reinhold W. Lang für die Ermöglichung der Durchführung und die Begutachtung meiner Masterarbeit danken.

Mein besonderer Dank gilt meinen beiden Betreuern Dipl.-Ing. Andreas Frank und Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Gerald Pinter für die fachkundige Betreuung, Anleitung sowie der laufenden und raschen Unterstützung bei der Erstellung der vorliegenden Masterarbeit und der vorangegangenen praktischen Arbeiten.

Den übrigen Mitarbeitern des Institutes für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe und der Polymer Competence Center Leoben GmbH die mich in irgend einer Weise bei der Erstellung der vorliegenden Masterarbeit unterstützt haben, danke ich an dieser Stelle ebenfalls für das positive Arbeitsklima.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie, insbesondere meinen Eltern bedanken, die mir das Studium der Kunststofftechnik an der Montanuniversität Leoben ermöglicht haben. Meiner Freundin Petra danke ich für ihre liebevolle und aufbauende Unterstützung sowie für ihre Geduld in den hektischen letzten Monaten meines Studiums.

Die vorliegende Masterarbeit wurde im Rahmen des K<sub>plus</sub>-Projekts " A Novel Qualification Concept for Lifetime and Safety Assessment of PE Pressure Pipes for Arbitrary Installation Conditions" (Projekt Nr. 3.5) an der Polymer Competence Center Leoben GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms K<sub>plus</sub> des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie unter Beteiligung der Montanuniversität Leoben, Agru Kunststofftechnik GmbH (A), Borealis Polyolefine GmbH (A), OMV Exploration & Production GmbH (A), Österreichische Vereinigung für das Gas- und Wasserfach (A) und SABIC Euro Petrochemicals B.V. (NL) erstellt und mit Mitteln des Bundes und der Länder Steiermark und Oberösterreich gefördert.

## Kurzfassung

Druckrohre aus Polyethylen (PE) werden seit mehr als 40 Jahren erfolgreich in der Gas- und Wasserversorgung eingesetzt. Die Abschätzung der erforderlichen Mindestbetriebszeit derartiger Rohre von derzeit 50 Jahren erfolgt dabei auf Basis von Zeitstandinnendruckversuchen und der Standard-Extrapolationsmethode nach EN ISO 9080. Der allgemein für die Lebensdauer anerkannte kritische Versagensmechanismus für PE Rohre ist durch langsames sprödes Risswachstum („slow crack growth“, SCG) gekennzeichnet. Auf Basis der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) ist es möglich, die Kinetik quasi-spröder Risse an Prüfkörpern zu bestimmen und auf reale Bauteile wie z. B. Rohre zu übertragen.

Durch die Weiterentwicklung der Rohstoffe, insbesondere durch Variation der Molmassenverteilung und gezieltem Einbau von Kurzkettenverzweigungen, sind heute PE-Rohrwerkstoffe mit einem deutlich erhöhtem Risswiderstand verfügbar. Durch die deutlich verbesserte Leistungsfähigkeit dieser Materialien eröffnet sich einerseits eine breite Diskussion über garantierte Betriebszeiten von 100 Jahren, andererseits stehen die üblichen Prüfmethode vor neuen Herausforderungen, Versagensmechanismen in den modernen Materialien in beschleunigten Versuchen zu charakterisieren.

Eine Möglichkeit, Prüfzeiten zu verringern, bieten Ermüdungsversuche. Weiteres Potenzial zur Beschleunigung liegt in der Prüfkörpergeometrie, wobei vor allem zylindrische gekerbte („cracked round bar“, CRB) Prüfkörper eine deutliche Verkürzung der Versuchszeiten bewirken. Da eine direkte Messung der Risswachstumsgeschwindigkeit für diese Prüfkörper aufgrund deren Geometrie und des exzentrischen Risswachstums bisher nicht möglich war, stand die Entwicklung einer zuverlässigen Messung der Risskinetik in CRB-Prüfkörpern bei zyklischen Ermüdungsversuchen im Zentrum der vorliegenden Arbeit. Hierfür wurde mit Hilfe von drei gleichmäßig verteilten Extensometern und variierenden Kerbtiefen die Rissöffnungen gemessen und eine materialspezifische Nachgiebigkeitskurve erstellt. Mit Hilfe dieser Kalibrierkurve war es in weiterer Folge möglich, die Risskinetik im CRB-Prüfkörper auf Basis eines einzigen Versuchs zu bestimmen. Weiteres Au-

genmerk wurde auf eine exakte Auswertung der Rissinitiierung gelegt, welche sich aus den drei Extensometersignalen bestimmen lässt. Die entwickelte Prüfmethode wurde an fünf verschiedenen PE-Typen angewandt, wobei auch das Potenzial der Rissinitiierung für ein Materialranking evaluiert wurde.

## Abstract

Pressurized pipes made of polyethylene (PE) have been used for more than 40 years, especially in fuel gas and water supplying systems. The assessment of the essential lifetime of those pipes, which is at least 50 years, is based on internal pressure test and the standard extrapolation method by EN ISO 9080. The generally accepted critical failure mechanism of PE pipes under long term applications is characterized by slow crack growth (SCG). Based on the methods of linear elastic fracture mechanics (LEFM) it is possible to determine the kinetics of brittle crack growth with specimen tests and to transform such data to real components like pipes.

As a result of constant development of the basic materials, especially by the variation of the molecular mass distribution and by the selective placement of short chain branches, PE pipe materials with significantly increased crack resistance are available today. Due to this increased material performance, on the one hand discussion concerning operation times of 100 years have been started, on the other hand test methods have to be optimized to characterize failure of the modern materials in accelerated times.

One possibility to reduce testing times is offered by fatigue loading due to an increased tendency for slow crack growth under this loading mode. Another potential to reduce testing times is the geometry of the specimen. Regarding the geometry, cracked round bar (CRB) specimens are helpful to decrease testing times by their high constraint and fast crack initiation. Because of the high tendency of eccentric crack growth in this specimen, a direct measurement of the crack growth rate was not possible so far, the development of a reproducible method to measure the crack kinetics in CRB specimens under cyclic loadings was the main part of this master thesis. For this purpose the crack opening displacement was measured with three evenly distributed extensometers for different initial crack lengths to get a crack length dependent compliance calibration curve. Using this calibration curve it was possible to determine the crack growth kinetics of the CRB specimen within a single test. Moreover, attention was directed to the analysis of

crack growth initiation, which can be assigned accurately with the three extensometer signals. This developed testing method was applied to five different PE types and the potential of crack initiation for material ranking was also evaluated.

## Inhaltsverzeichnis

<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 als Rohwerkstoff .....	3
2.1.1 Molmassenverteilung in Polyethylen.....	4
2.1.2 Kurzkettenverzweigungen und Tie-Moleküle .....	5
2.2 Versagen von Polyethylenrohren unter Innendruck.....	7
2.3 Bruchmechanische Charakterisierung des spröden Risswachstumsverhaltens .....	8
2.3.1 Linear-elastische Bruchmechanik .....	8
2.3.2 Risskinetik unter zyklischer Belastung.....	10
2.3.3 Wichtige Parameter bei zyklischen Belastungen .....	11
2.3.4 Langsames Risswachstum in Polyethylen.....	12
2.4 Bestimmung der Risskinetik auf Basis der Prüfkörpernachgiebigkeit .....	13
<b>3 Experimentelles</b> .....	<b>15</b>
3.1 Werkstoff .....	15
3.2 Prüfkörperherstellung .....	16
3.3 Versuchsdurchführung.....	16
3.3.1 Messung der Rissöffnung mit drei Extensometern .....	17
3.3.2 Ermüdungsversuche mit CRB-Prüfkörpern.....	18
3.3.3 Datenerfassung mittels drei Extensometern am CRB-Prüfkörper.....	21
3.3.4 Nachgiebigkeitsmessung mit CRB-Prüfkörpern.....	21

---

<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b> .....	<b>24</b>
4.1	Kraftunabhängigkeit der Nachgiebigkeit .....	24
4.2	Erstellung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve .....	28
4.3	Ermittlung der Rissskinetik .....	30
4.4	Rissinitiierung und Zeitstandkurve .....	35
4.5	Ergebnisse verschiedener Chargen von PE-100 .....	37
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b> .....	<b>40</b>
<b>6</b>	<b>Literatur</b> .....	<b>42</b>
<b>7</b>	<b>Anhang</b> .....	<b>46</b>

## 1 Einleitung und Zielsetzung

Polyethylen (PE) wird seit mehr als 40 Jahren erfolgreich als Rohrwerkstoff eingesetzt (Brömstrup, 2004). Neben weiteren Thermoplasten wie Polypropylen (PP), Polyvinylchlorid (PVC) und Polybuten-1 (PB), welche auch als Rohrwerkstoff für Wasser-, Abwasser- und Gasrohrleitungen Anwendung finden, wird Polyethylen aufgrund der günstigen Eigenschaftskombination am häufigsten eingesetzt. Hauptanwendung von Polyethylen als Rohrwerkstoff liegt bei Druckleitungen für Gas- und Wasserversorgung, welche üblicherweise für eine Lebensdauer von 50 Jahren ausgelegt werden. Heutzutage könnte die Betriebszeit aufgrund der verbesserten Werkstoffeigenschaften sowie Prüfmethoden bereits auf 100 Jahre festgelegt werden (Brömstrup, 2004).

Im realen Anwendungsfall (Langzeitanwendung unter Innendruck) kommt es zwar nur bei sehr wenigen derartiger Rohre zum Versagen, jedoch konnte anhand von Versagensfällen aus der Praxis und Laborexperimenten gezeigt werden, dass Rissinitiierung und langsames sprödes Risswachstum („slow crack growth“, SCG) die kritischen Versagensmechanismen bei Langzeitbelastung durch Innendruck sind (Gaube et al., 1985; Ifwarson, 1989; Lang et al., 1997; Pinter, 1999). Da es an mikroskopischen Fehlstellen wie Inhomogenitäten und Kerben zu Spannungskonzentrationen kommt, die bei entsprechender Belastung zu Rissinitiierung und sprödem Risswachstum führen können, wird in Laborversuchen versucht, den Widerstand gegen SCG und somit die Langzeiteigenschaften zu simulieren. Mehrere Methoden wurden entwickelt, wovon bereits einige in den Normen verankert sind.

Um die für PE-Rohre erforderliche Lebensdauer nachzuweisen wird dieses Verhalten derzeit üblicherweise mittels zeitaufwendiger und dadurch auch teurer Zeitstandinnendruckversuche an Rohrproben simuliert. Um den Widerstand gegen SCG und somit die Langzeiteigenschaften mittels bruchmechanischer Versuche abschätzen zu können, wurden mehrere Methoden entwickelt, wovon einige bereits in den Normen verankert sind („Full Notch Creep Test“, FNCT; „Pennsylvania Notched Test“, PENT; „Notched Pipe Test“, NPT). Infolge der kontinuierlich steigenden Qualität moderner PE-Rohrwerkstoffe bezüglich der Rissbeständigkeit ist es derzeit mit den oben angeführten Methoden nicht mehr möglich, innerhalb vernünftiger Zeiträume Aussagen über den Widerstand gegen SCG zu treffen. Ein

nünftiger Zeiträume Aussagen über den Widerstand gegen SCG zu treffen. Ein Ausweg ist durch zyklische Versuche gegeben, da sich die Tendenz zu quasi-sprödem Risswachstum durch die wechselnde Belastung erhöht und Versagenszeiten wesentlich reduziert werden können.

In der vorliegenden Arbeit wurde aufbauend auf diesen Erkenntnissen eine Methode entwickelt um an so genannten „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörpern den Widerstand von modernen PE-Rohrwerkstoffen gegen Risswachstum unter zyklischer Last („fatigue crack growth“, FCG) bei Normklima zu charakterisieren. Mittels Extensometern, die in regelmäßigen Abständen rund um den CRB-Probekörper angeordnet wurden, ist es möglich die Rissöffnung direkt am Probekörper zu messen und daraus die Nachgiebigkeit zu berechnen. In weiterer Folge wird eine Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve aus unterschiedlichen Anrisslängen erstellt, wodurch die Berechnung der Risskinetik indirekt möglich wird. Weiteres Augenmerk wurde auf eine exakte Auswertung der Rissinitiierung gelegt, welche sich aus den drei Extensometersignalen bestimmen lässt. Die entwickelte Prüfmethode wurde an fünf verschiedenen PE-Typen angewandt, wobei auch das Potenzial der Rissinitiierung für ein Materialranking evaluiert wurde.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Polyethylen als Rohrwerkstoff

PE-Rohrwerkstoffe für Druckerwendungen werden bezüglich ihrer Langzeitfestigkeit unter Innendruckbelastung in Festigkeitsklassen eingeteilt. Demnach bezeichnet ein PE 100 eine PE-Type mit einer mindest erforderlichen Festigkeit („minimum required strength“, MRS) von 10 MPa bei 23°C für 50 Jahre (ISO 12162). Folglich besitzt eine PE 80 Type eine erforderliche Festigkeit von 8 MPa. Polyethylen für Rohranwendungen wird in drei Generationen eingeteilt, welche sich aufgrund der ständigen Eigenschaftverbesserung unterscheiden. In die Klasse der ersten Generation fallen PE 32, PE 40, PE 50 und PE 63. Dies sind lineare PE-Typen mit hoher Dichte, die keine Kurzkettenverzweigung aufweisen. Zur Erhöhung der Rissbeständigkeit durch gezielten Einbau von Kurzkettenverzweigungen wurden Comonomere (z.B.: Buten, Hexen), zugegeben, woraus die zweite Generationsklasse (PE 80) erreicht wurde. Diese PE 80 Typen können sowohl monomodale als auch bimodale Molmassenverteilung aufweisen. Ein weiterer Verbesserungsschritt zu PE 100 wurde durch die Herstellung von PE-Compounds mit bimodaler Molmassenverteilung erreicht, welche zu erhöhten Streckspannungen und einem besseren Risswachstumswiderstand führt (Janson, 2003; Brömstrup, 2004).

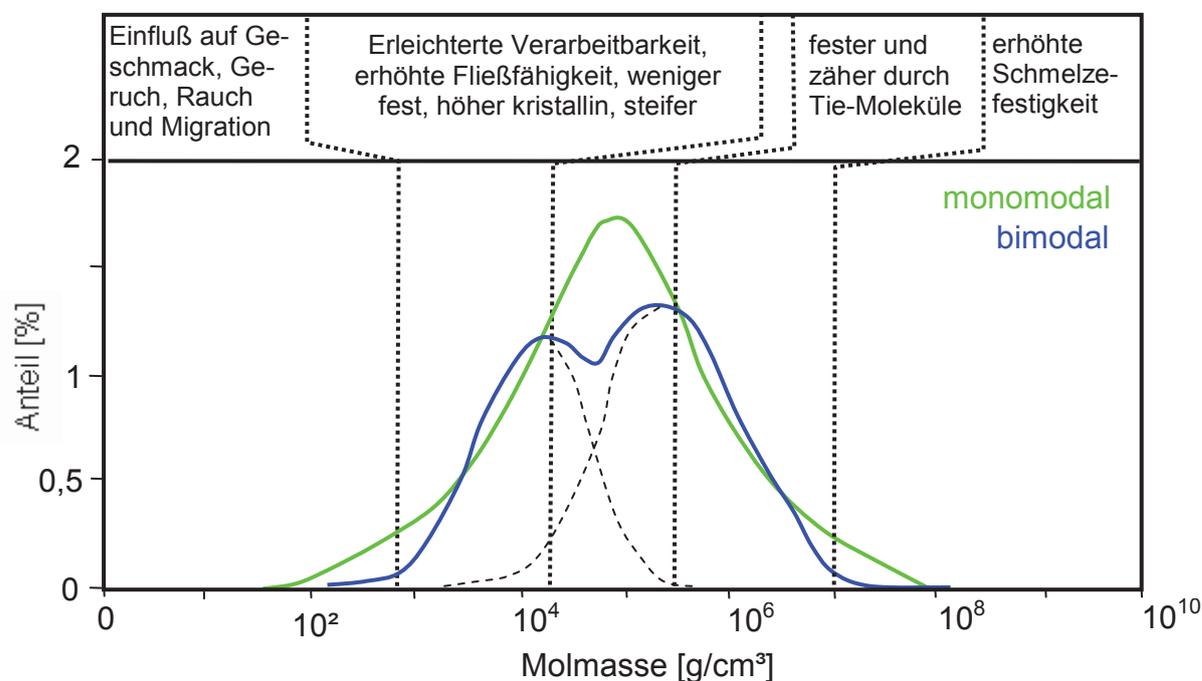
Die Grundeigenschaften von Polyethylen werden im wesentlichen durch den molekularen und morphologischen Aufbau bestimmt, wobei durch Variation der Herstellungsbedingungen und des Polymerisationsverfahrens gezielt PE-Typen mit unterschiedlichen Eigenschaften hergestellt werden können (Eyerer et al., 2005). Heutzutage wird Polyethylen hoher Dichte (PE-HD, „high density polyethylen“) als Rohrwerkstoff eingesetzt, welches sich gegenüber nichtpolymeren Rohrwerkstoffen wie Stahl, Beton etc. durch folgende Vorteile auszeichnet (Bäckmann und Lind, 2002; Hessel, 2001; Jansen et al., 1996):

- Geringe Rohstoffkosten
- Kostengünstiges Herstellverfahren (Extrusion)
- Hohe Zähigkeit und Reißdehnung
- Hohe Chemikalien- und Korrosionsbeständigkeit

- Hoher Widerstand gegen Risswachstum (hohe Lebensdauer)
- Geringe Dichte
- Hohe Flexibilität
- Ausgereifte Verbindungstechnik
- Einfache Verlegung

### 2.1.1 Molmassenverteilung in Polyethylen

Die Grundeigenschaften von Polyethylen werden vor allem von der Molmassenverteilung (s. Abbildung 2.1) sowie der Comonomerart und deren Verteilung beeinflusst, wobei man zwischen monomodalem und bimodalem PE unterscheidet. Polyethylen mit monomodaler Molekulargewichtsverteilung (2. Generationsklasse) weist durch Zugabe von Comonomeren gezielt eingebaute Kurzkettenverzweigungen im sonst linearen Werkstoff auf. Bedingt durch den einstufigen Herstellungsprozess, werden die gewünschten Kurzkettenverzweigungen überwiegend in den kürzeren und auch in den längeren Makromolekülen eingebaut (Hiesch, 2005; Haager, 2006).

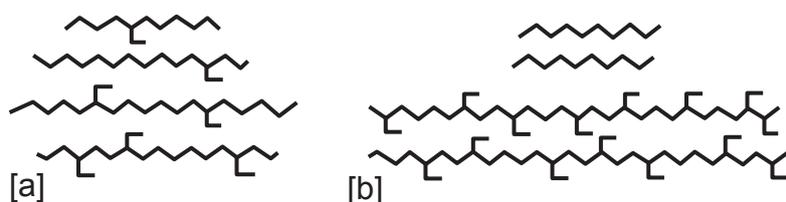


**Abb. 2.1:** Schematische Darstellung einer monomodalen und einer bimodalen Molmassenverteilung bei PE (Ehrenstein, 1999).

Verglichen mit monomodalem PE, welches eine glockenförmige Molmassenverteilung aufweist, besitzt ein bimodales PE (3. Generationsklasse) zwei Verteilungsmaxima. Eines im nieder- und eines im hochmolekularen Bereich, womit sich bei bimodalem PE keine einheitliche, glockenförmige Verteilung wie bei monomodalen PE ergibt. Diese unterschiedlichen Molekulargewichtsverteilungen im bimodalen PE wirken sich auf die Eigenschaften im Gebrauch und bei der Verarbeitung aus. PE mit Molekulargewicht  $M_w < 400$  g/mol neigt zum Migrieren und beeinflusst Geschmack und Geruch. Mit  $10^3 < M_w < 10^4$  g/mol wird die Fließfähigkeit der Schmelze erleichtert. Die Moleküle relaxieren schnell und vermeiden daher eingefrorene Orientierungen, zudem kristallisieren sie leichter und regelmäßiger als lange Ketten. Makromoleküle mit  $10^5 < M_w < 10^7$  g/mol sorgen für eine größere Schmelzefestigkeit. Durch gezielten Einbau von Kurzkettenverzweigungen in diesem Bereich wird die Zähigkeit und die Spannungsrisssbeständigkeit in Folge der vermehrten Bildung von Tie-Molekülen und interlamellaren Verschlaufungen erhöht (Ehrenstein, 1999).

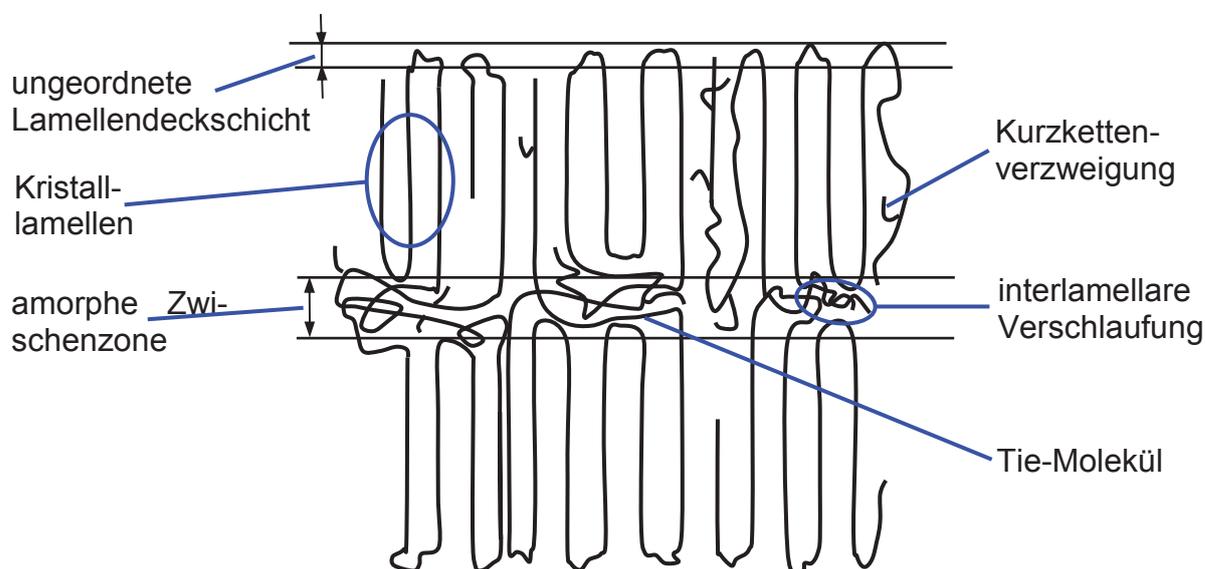
### 2.1.2 Kurzkettenverzweigungen und Tie-Moleküle

Um den Widerstand gegen langsames Risswachstum zu erhöhen, werden bei dem in einem mehrstufigen Herstellungsprozess hergestelltem bimodalen PE-HD die Comonomere vorwiegend in die längere Fraktion eingebaut (Scholten und Rijpkema, 1992; DesLauriers et al., 2005). Daraus resultieren eine lineare niedermolekulare Fraktion, welche hohe Kristallinität und störungsfreie Kristalllamellen zur Folge haben, und eine hochmolekulare Fraktion mit Kurzkettenverzweigungen, welche die effektive Bildung von Tie-Molekülen und interlamellaren Verschlaufungen erhöht (s. Abbildung 2.2) (Brömstrup, 2004).



**Abb. 2. 2:** Schematische Darstellung der molekularen Struktur von [a] monomodal verteiltem PE und [b] bimodal verteiltem PE (Brömstrup, 2004).

Tie-Moleküle sind Makromoleküle, die kristalline Bereiche über die dazwischen liegenden amorphen Bereiche hinweg verbinden. Durch diese Verbindung sind Tie-Moleküle im Stande, Kräfte zwischen den kristallinen Bereichen zu übertragen, wodurch die Zähigkeit des Werkstoffes, insbesondere in den amorphen Bereichen erhöht wird, was folglich zu einem langsameren Risswachstum führt (Lustiger, 1986; Wright, 1996; Pinter, 1999). Eine höhere Dichte der Tie-Moleküle wirkt sich durch die Verteilung der anliegenden Beanspruchung auf die einzelnen Tie-Moleküle positiv auf den Risswachstumswiderstand aus (Lustiger, 1986). Ein Modell der Morphologie eines bimodal verteilten PE-HD ist in Abbildung 2.3 dargestellt.



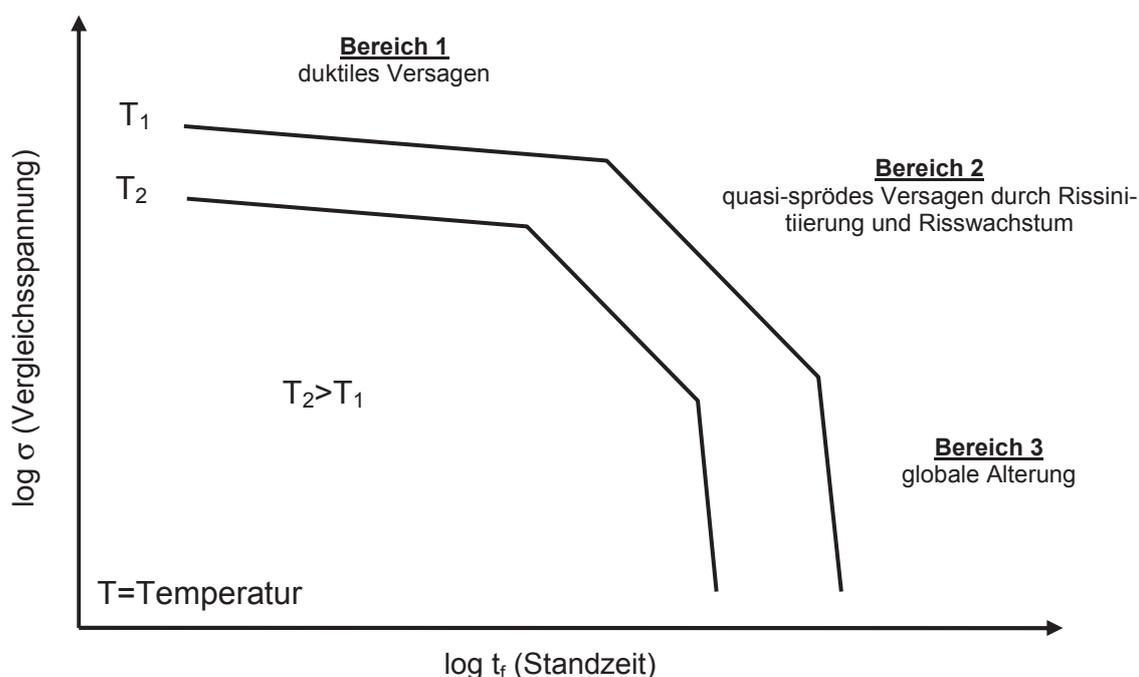
**Abb. 2. 3:** Modell der Teilkristallinität in PE-HD (Pinter, 1999).

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Molekül gleichzeitig in zwei Kristalllamellen eingebaut ist, steigt mit der Länge der Moleküle, wodurch Tie-Moleküle in PE vorwiegend von längeren Molekülen gebildet werden und somit erklärt werden kann, warum sich eine größere mittlere Molmasse positiv auf das Risswachstumsverhalten von Polyethylen auswirkt (Lustiger und Ishikawa, 1991; Egan und Delatycki, 1995; Soares et al., 2000; Pinter und Lang, 2005). Weiters wird die Anzahl und Wirkung von Tie-Molekülen durch den Einbau von Comonomeren, welche zu Kurzkettenverzweigungen führen, erhöht. Durch Kurzkettenverzweigungen kommt es zu einer Behinderung der Kristallisation wodurch es zur Entstehung von dünneren Lamel-

len kommt und somit wiederum die Konzentration von Tie-Molekülen steigt (Lustiger, 1986; Egan und Delatycki, 1995; Altstädt, 2005).

## 2.2 Versagen von Polyethylenrohren unter Innendruck

Werden PE-Rohre mit Innendruck belastet, kommt es je nach anliegender Vergleichsspannung bzw. Belastungszeit zu unterschiedlichen Versagensmechanismen. Die Darstellung dieser Versagensmechanismen erfolgt über die Zeitstandinnendruckkurven, wobei die Vergleichsspannung  $\sigma$  über die Versagenszeit  $t_f$  in einem doppelt-logarithmischen Diagramm aufgetragen wird (s. Abbildung 2.4). Diese Zeitstandkurve wird durch drei unterschiedliche Versagensmechanismen in drei lineare Bereiche unterteilt (Gaube et al., 1987; Lang et al., 1997; Pinter, 1999; Chung et al., 2004).



**Abb. 2.4:** Zeitstandinnendruckverhalten und mögliche Versagensfälle von PE-Rohren bei Belastung durch Innendruck (Gaube et al, 1987).

Bei hohen Innendrücken kommt es nach relativ kurzen Zeiten zu einem duktilen Verformungsbruch. Dieses Verhalten wird in den Zeitstandinnendruckkurven durch den Bereich 1 beschrieben und wird vor allem durch die Streckspannung des Werkstoffes beeinflusst. Das Versagen in diesem Bereich tritt üblicherweise an der

kleinsten Wandstärke des Rohres oder an Fehlstellen auf (Krishnaswamy, 2005; Zhou et al., 2005).

Werden etwas geringere Drücke verwendet, so ergeben sich bereits wesentlich längere Standzeiten, die für den Bereich 2 charakteristisch sind. Rissinitiierung gefolgt von langsamem Risswachstum sind für das Versagen in diesem Bereich verantwortlich und führen zu einem quasi-spröden Bruch mit geringen Verformungen. Bei diesem Bruchvorgang wird der Riss meist durch Spannungsspitzen an mikroskopischen Fehlstellen und Defekten nahe der Rohrinneinitiation initiiert und wächst unter dem Einfluss der lokalen Rissspitzenalterung bis zur Außenoberfläche des Rohres, wodurch Versagen eintritt (Barker et al., 1983; Pinter, 1999).

Bei vergleichsweise niedrigen Drücken und nach sehr langen Zeiten tritt alterungsbedingtes Versagen ein (Bereich 3). Der chemische Abbau des Polymers ist zu diesem Zeitpunkt so weit fortgeschritten, dass es zur Versprödung und in Folge dessen zur Bildung vieler Risse kommt, wodurch bereits geringe Belastungen genügen um einen Bruch hervorzurufen.

### **2.3 Bruchmechanische Charakterisierung des spröden Risswachstumsverhaltens**

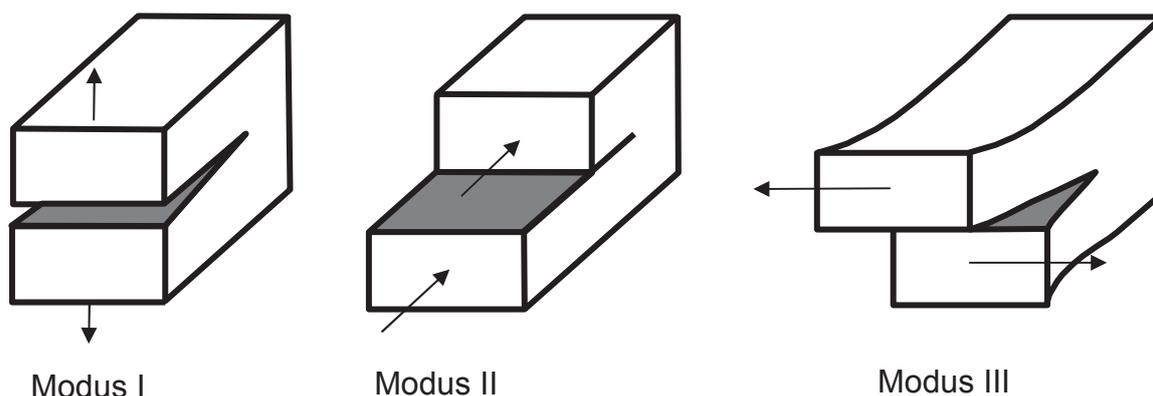
Die Bruchmechanik charakterisiert das Versagen von Werkstoffen unter dem Einfluss von Defekten (Inhomogenitäten, Einschlüsse, Mikrorisse, etc.). Im Gegensatz zu traditionellen Methoden der Bauteilauslegung berücksichtigt die Bruchmechanik, dass derartige Defekte, die in jedem realen Werkstoff vorhanden sind, durch äußere Beanspruchung zur Bildung und Wachstum von Rissen führen können und somit zu einem kritischen Parameter für das Bauteilversagen werden (Kausch, 1987; Anderson, 2005).

#### **2.3.1 Linear-elastische Bruchmechanik**

Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) beschreibt das Spannungsfeld vor der Risspitze und das Wachstum von Rissen bei linear-elastischem Materialverhalten. Da Kunststoffe viskoelastisches Materialverhalten zeigen, also zeit- und belastungsabhängige Eigenschaften aufweisen, kann die Anwendbarkeit der LEBM in Frage gestellt werden. Die Praxis zeigt aber, dass die LEBM ihre Gültigkeit behält, wenn sich nichtlinear-viskoelastische Deformationen auf die unmittelbare Umgebung der Risspitze beschränken und die vor der Risspitze gebildeten

plastischen Zonen klein im Vergleich zu den wichtigen geometrischen Abmessungen bleiben (Anderson, 1991; Hertzberg, 1980; Lang, 1984; Kausch, 1987; Lang et al., 2004).

Wie in Abbildung 2.5 dargestellt, können Risse grundsätzlich bei drei verschiedenen Arten der Belastung auftreten. Modus I Belastung ist eine reine Zugbelastung, die den Riss öffnet, Modus II ist eine Scherbeanspruchung in der Rissebene und Modus III liefert eine Scherung aus der Rissebene heraus. Reale rissbehaftete Bauteile sind üblicherweise einer Überlagerung dieser drei Belastungsfälle ausgesetzt. Modus I ist aufgrund seiner großen technischen Bedeutung der am ausführlichsten untersuchte Belastungsfall (Williams, 1987; Hertzberg, 1989). Reale Rohre aus PE-Werkstoffen weisen aufgrund ihrer Verarbeitung Zugspannungen an der Rohrinneenseite auf, was zur Rissöffnung entsprechend Mode I Belastung führt.



**Abb. 2. 5:** Grundlegende Arten der Rissöffnung (Anderson, 2005).

In der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) wird die Spannungsverteilung bei reiner Zugbelastung (Mode I) rund um die Risspitze durch den Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  beschrieben. Der Spannungsintensitätsfaktor kann für gängige Geometrien nach Gleichung 2.1 berechnet werden

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y \quad (\text{Gl. 2.1})$$

wobei  $\sigma$  für die globale Spannung,  $a$  für die Risslänge und  $Y$  für eine von der Bauteil- bzw. Prüfkörpergeometrie abhängige Korrekturfunktion steht. Mit diesem Zusammenhang ist es möglich, das Risswachstumsverhalten eines Probekörpers auf

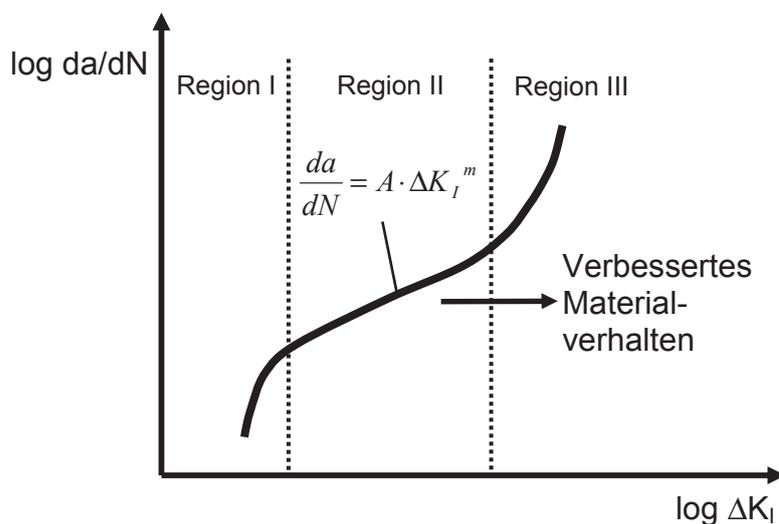
reale Bauteile wie z.B. Rohre zu übertragen (Anderson, 2005, Kinloch und Young, 1983).

### 2.3.2 Rissskinetik unter zyklischer Belastung

Die Darstellung des Risswachstumsverhaltens unter zyklischer Last (s. Abbildung 2.6) erfolgt üblicherweise durch Auftragen der Risswachstumsgeschwindigkeit,  $da/dN$ , über der Differenz des Spannungsintensitätsfaktors  $\Delta K_I$  ( $K_{I,max} - K_{I,min}$ ) in einem doppeltlogarithmischen Diagramm und gliedert sich in drei Regionen. In Region I nimmt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit kleiner werdenden  $\Delta K_I$  rasch ab, bis das Risswachstum bei Erreichen eines Schwellwertes ( $\Delta K_{I,th}$ ) schließlich zum Stillstand kommt. In Region II erfolgt eine stabile Rissausbreitung mit stetigem Risswachstum, das meistens einen linearen Verlauf aufweist. Dieser lineare Zusammenhang lässt sich mit einer von Paris und Erdogan vorgeschlagenen Exponentialbeziehung (s. Gleichung 2.3) beschreiben.

$$\frac{da}{dN} = A \cdot \Delta K_I^m \quad (\text{Gl.2.3})$$

wobei A und m werkstoff- und prüfparameterspezifische Konstanten sind.



**Abb. 2. 6:** Schematische Darstellung der Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor (Kausch, 1987).

In Region III kommt es zu einem starken Anstieg der Rissgeschwindigkeiten bis das Material bei der Annäherung der Risszähigkeit  $K_{IC}$  versagt. Ein verbessertes Werkstoffverhalten, also höherer Widerstand gegen Risswachstum, führt zu einer Verschiebung der Risswachstumskurve nach rechts bzw. nach unten (Kausch, 1987).

### 2.3.3 Wichtige Parameter bei zyklischen Belastungen

Ein wesentlicher Parameter bei der Ermüdungsbeanspruchung von Materialien ist das R-Verhältnis. Es ergibt sich wie in Gl. 2.2 dargestellt aus dem Verhältnis der minimalen zur maximalen Belastung.

$$R = \frac{F_{\min}}{F_{\max}} = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \quad (\text{Gl. 2,2})$$

R legt zusammen mit der maximalen ( $F_{\max}$ ), minimalen ( $F_{\min}$ ) und der mittleren Belastung ( $F_m = (F_{\max} + F_{\min})/2$ ) die Kräfte während des Versuches fest. Unter Berücksichtigung von Gl. 2.2 reichen allerdings zwei dieser Parameter aus, um den Belastungszustand eindeutig zu beschreiben.

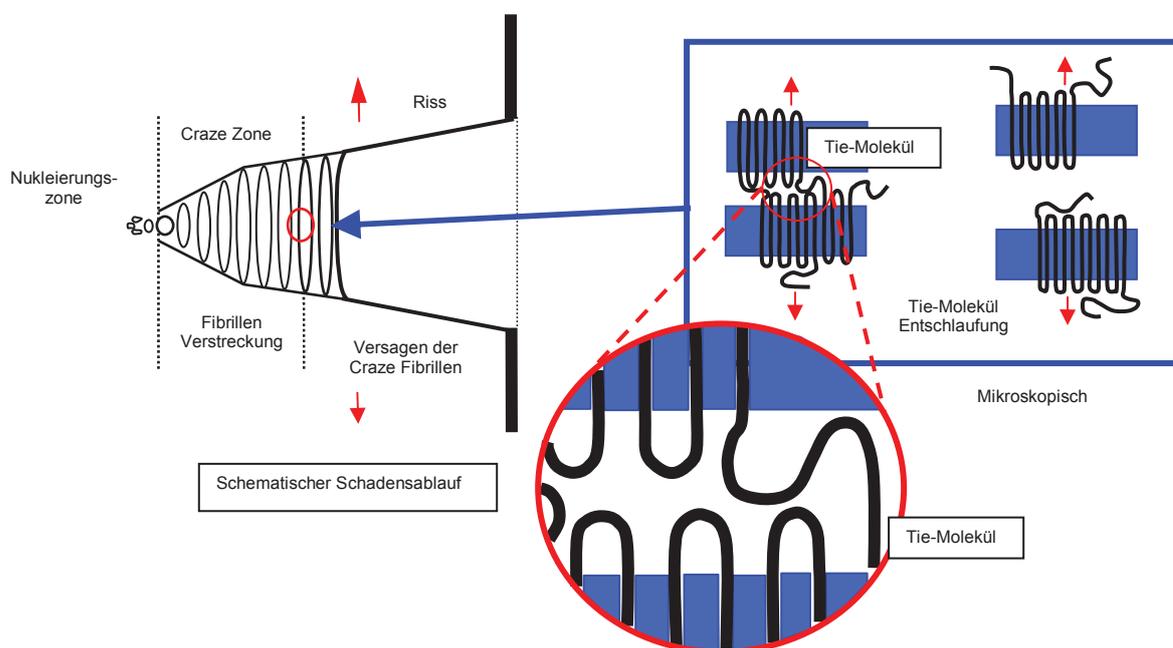
Polymere Werkstoffe, insbesondere auch Polyethylen, zeigen bei einer Änderung des R-Verhältnisses unterschiedliches Verhalten. Ob mit steigendem R die Risswachstumsgeschwindigkeit ansteigt, abfällt oder gleich bleibt, hängt dabei von den übrigen Prüfparametern ( $F_{\max}$ ,  $F_m$ , Temperatur) sowie von der verwendeten PE-Type ab (Haager, 2006).

Ein weiterer wichtiger Parameter für die Ermüdungsbelastung ist die Prüffrequenz  $f$ , welcher die Anzahl der Belastungszyklen pro Sekunde angibt. Bei der Wahl der Prüffrequenz ist darauf zu achten, dass es zu keiner hysteretischen Erwärmung an der Risspitze kommt, die Prüfzeiten aber trotzdem möglichst kurz gehalten werden. Aktuelle Untersuchungen an PE-Rohrtypen haben gezeigt, dass es bei Frequenzen von 5 Hz bzw. 10 Hz zu keinen deutlichen Erwärmungen kommt, die das Ergebnis beeinflussen (Balika et al., 2004). Bei PE wird unter höheren Frequenzen meist ein verbesserter Risswachstumswiderstand festgestellt, was durch Einflüsse der Viskoelastizität und der Viskoplastizität (Abhängigkeit des Moduls und der Streckspannung von der Dehnungsrate) sowie durch hysteretische Erwärmung (lokale Erwärmung vs. globale Erwärmung) der Probe erklärt werden kann (Lang,

1984, Van der Grinten und Wichers-Schreur, 1996, Parsons et al., 2000, Balika et al., 2004).

### 2.3.4 Langsames Risswachstum in Polyethylen

Der Versagensmechanismus von PE aufgrund von langsamem Risswachstum beginnt mit der Ausbildung einer lokalen plastischen Zone an der Rissspitze bzw. diversen Defekten (Kerben, Kratzer, etc.). Die an diesen Stellen herrschenden Spannungskonzentrationen führen in der Nukleierungszone zu Mikrodeformationen des Werkstoffes und in Folge dessen zur Ausbildung von Crazes mit hoch orientierten Molekülbündeln (Fibrillen). Mit zunehmender Verstreckung der Fibrillen werden diese Mikrodeformationen immer größer, bis es aufgrund von Entschlafungen und Kettenbrüchen zum Versagen der Fibrillen an der Rissspitze und somit zum langsamen Risswachstum („slow crack growth“, SCG) kommt (s. Abbildung 2.7) (Brown und Lu, 1995; Fleißner, 1998; Pinter, 1999; Plummer et al., 2001; Zhou und Brown, 1991).

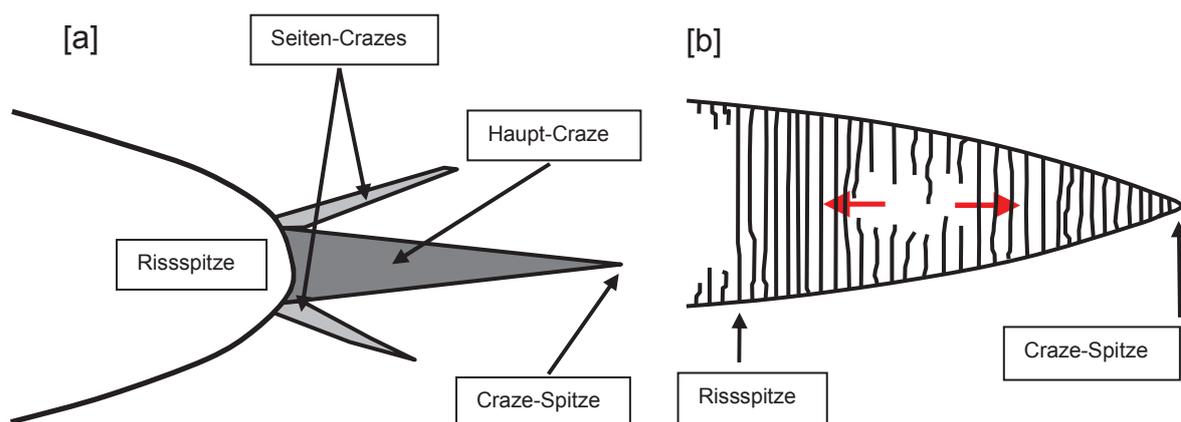


**Abb. 2.7:** Schematische Darstellung des langsamen Risswachstumsmechanismus bei PE-HD (Brömstrup, 2004).

Oft werden auch Seiten-Crazes (s. Abbildung 2.8) beobachtet, die auf Scherdeformationen hinweisen. Beim langsamen spröden Risswachstum weist Polyethylen üblicherweise einen diskontinuierlichen (stufenweisen) Risswachstumsmecha-

nismus auf, der sich durch Haltelinien auf der Bruchoberfläche des Probekörpers sichtbar macht (Balika, 1997, Pinter, 1999, Bear et al., 2000, Lackner, 2004). Bei sehr geringen Spannungen sind diese Rissspitzensprünge nicht mehr feststellbar, wodurch sich die Frage stellt, ob sich der Mechanismus vom oben beschriebenen unterscheidet, oder die Sprünge zu klein werden um auf der Bruchoberfläche detektiert werden zu können (Lu et al., 1991, Favier et al., 2002).

Beim Risswachstum unter zyklischer Belastung („fatigue crack growth“, FCG) kommt es sowohl zu einer Zug- als auch zu einer Druckbeanspruchung und zum Ausknicken der Craze Fibrillen. Dieses Ausknicken der Fibrillen in der Entlastungsphase führt zu einer zusätzlichen Schädigung, wodurch es im Vergleich zur statischen Belastung bei gleicher Belastungshöhe zu einem beschleunigten Risswachstum kommt (Haager, 2006; Pinter et al., 2002).



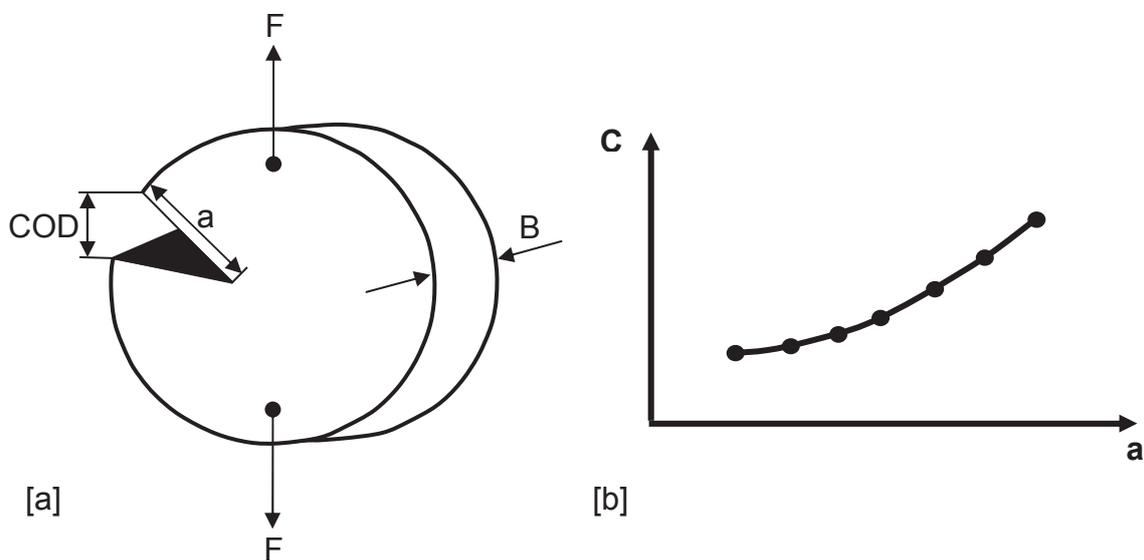
**Abb. 2. 8:** Prinzipdarstellungen der Rissspitze in Polyethylen, [a] Haupt-Craze und Seiten-Crazes (Balika, 1997), [b] Versagen des Crazes (Lackner, 2004).

#### 2.4 Bestimmung der Risskinetik auf Basis der Prüfkörpernachgiebigkeit

Es wurde bereits eine Reihe von Arbeiten an diversen Prüfkörpergeometrien unter statischer Belastung durchgeführt (Saxena, Hudak, 1978; Pinter, 1999; Balika, 2003), welche auf dem Nachgiebigkeits-Konzept basieren. Generell gilt für beliebige Prüfkörpergeometrien (s. Abbildung 2.9) der Zusammenhang aus Gl. 2.4 zwischen Nachgiebigkeit und der Rissöffnung

$$C = \frac{COD}{F} \quad (\text{Gl 2.4})$$

wobei  $C$  die Materialnachgiebigkeit, COD die Rissöffnung ("Crack Opening Displacement") und  $F$  die Belastung sind. Die Darstellung der nach Gl. 2.4 für unterschiedliche Anrisslängen erhaltenen Werte der Nachgiebigkeit als Funktion der Risslänge ergibt den in Abb. 2.9 dargestellten Verlauf der Nachgiebigkeit. Diese Änderung der Nachgiebigkeit als Funktion der Risslänge kann zur Risslängenmessung herangezogen werden.



**Abb. 2.9:** [a] Bestimmung der Nachgiebigkeit an beliebigen Prüfkörpergeometrien (Lang, 2002). [b] Schematische Darstellung der Nachgiebigkeit als Funktion der Risslänge.

### 3 Experimentelles

#### 3.1 Werkstoff

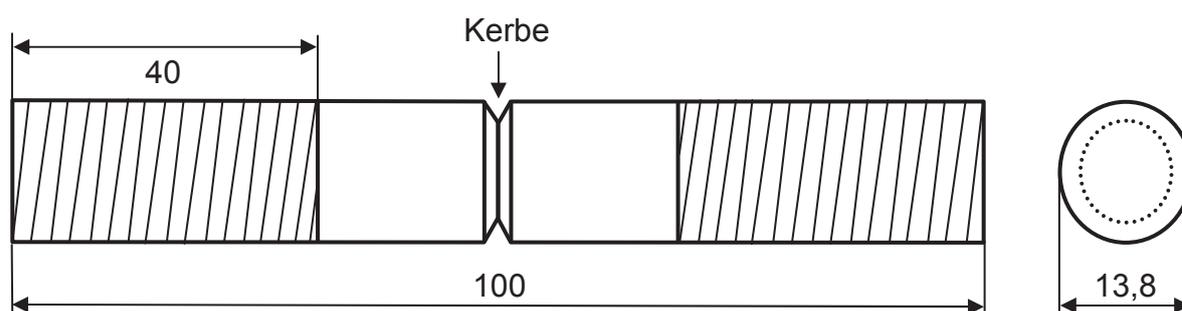
Für die Entwicklung und Anwendung der Prüfmethodik wurden unterschiedliche PE-Typen verwendet, die sich sowohl in ihrer Festigkeitsklasse, Anwendung und Charge unterscheiden. Eine Auflistung der Werkstoffe befindet sich in Tabelle 3.1. Den Materialien PE 80-A, PE100-A und PE-BF kommt hierbei besondere Bedeutung zu, da für diese Typen bereits umfangreiche Daten aus zyklischen Versuchen am CT (Compact Tension)-Prüfkörper existieren und diese Werkstoffe daher als Referenz für die entwickelte Methode und die gemessenen Risswachstumsgeschwindigkeiten herangezogen werden können. Zwei Chargen des PE100-A Werkstoffes (PE100-A-Ch2 und PE100-A-Ch3) wurden so gewählt, dass eine bei der Herstellung an der oberen Toleranzgrenze und die Andere an der unteren Toleranzgrenze lag, während eine dritte Charge, PE100-A-Ch1, beliebig gewählt wurde. Während PE80-A, PE100-A-Ch1, -Ch2, -Ch3 und PE100+ als Rohrwerkstoffe eingesetzt werden, wird der Werkstoff PE100-B für das Spritzgießen von Rohrteilen verwendet

**Tabelle 3.1:** Untersuchte PE-Werkstoffe.

PE-Typ	Bezeichnung	Charge	Herstellung der Pressplatten
PE80-A	PE80-A	-----	AGRU
PE100	PE100-A-Ch1	Charge 1	AGRU
	PE100-A-Ch2	Charge 2	Borealis
	PE100-A-Ch3	Charge 3	Borealis
	PE100-B	-----	Borealis
PE100+	PE100+	-----	Borealis
Blasformtyp	PE-BF	-----	AGRU

### 3.2 Prüfkörperherstellung

Die in Tabelle 3.1 aufgeführten Werkstoffe wurden von der Firma AGRU Kunststofftechnik GmbH (A) bzw. Borealis Polyolefine GmbH (A) zu Pressplatten in der Dimension von 300 x 300 x 15 mm verarbeitet. Aus diesen Pressplatten wurden anschließend entsprechende Stücke herausgeschnitten und auf einer Drehbank zu 100 mm langen Rundstäben mit einem Durchmesser von 13,8 mm verarbeitet. Zur Einspannung der „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörper in die Halterungen der Prüfmaschine, die durch zwei Manschetten befestigt werden, wurden sie an beiden Seiten mit einem M14 x 1,25 Feingewinde versehen (s. Abbildung 3.1). Das genaue Einschneiden der Gewinde ist ein wichtiger Faktor, denn das Gewinde sollte einerseits leichtgängig laufen, um den erzeugten Anriss beim Eindrehen des Probekörpers nicht zu stark zu belasten, wodurch etwaige Schäden verursacht werden können, andererseits muss auch ein fester Sitz des Probekörpers gewährleistet sein um ein Abrutschen der Gewindestege unter Last zu umgehen.



**Abb. 3.1:** Schematische Darstellung eines cracked round bar (CRB) Prüfkörpers.

Die umlaufende Anrisskerbe wurde mittels einer Rasierklinge auf einer Drehbank (K11A 600, Klippfeld GmbH, Guntramsdorf, A) hergestellt. Um eine Erwärmung des CRB-Prüfkörpers zu vermeiden, wurde die Rasierklinge bei sehr kleiner Drehzahl in 0,25 mm Intervallen bis zur gewünschten Kerbtiefe in den Prüfkörper eingedrückt. Für die Ermittlung der Nachgiebigkeitskalibrierkurve, wurden Prüfkörper mit Kerbtiefen von 1 bis 3 mm hergestellt.

### 3.3 Versuchsdurchführung

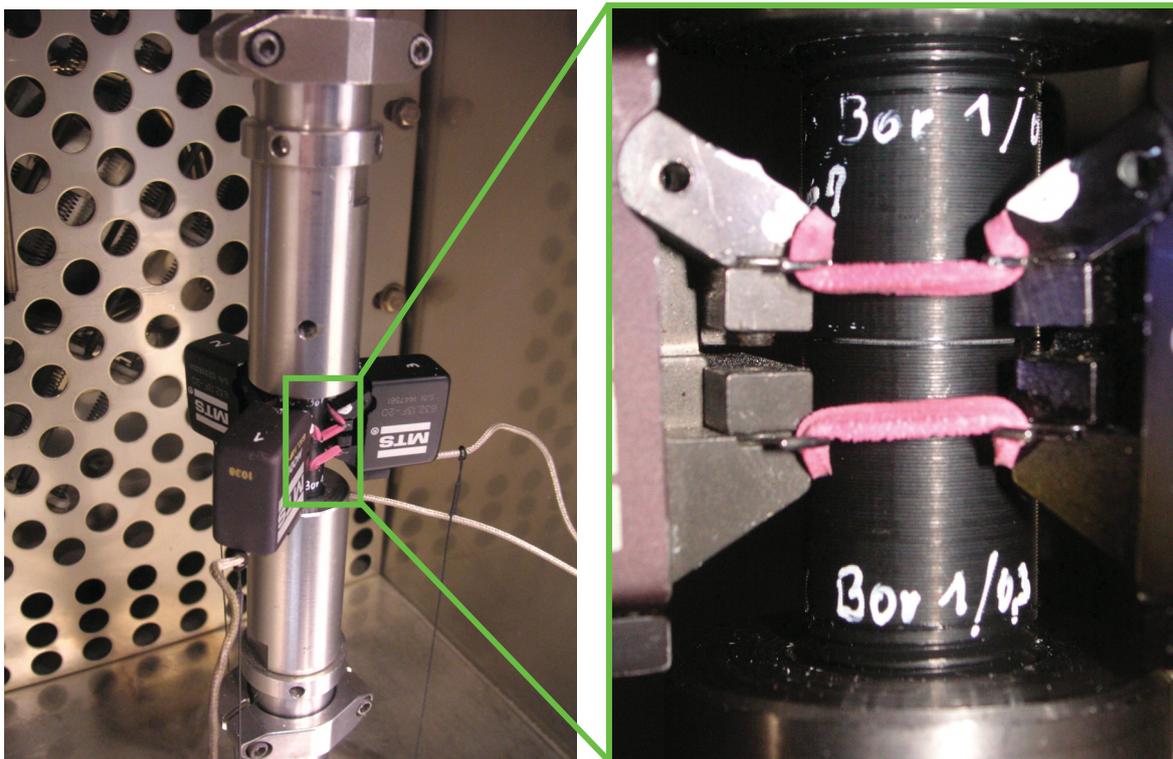
Die Bestimmung der Risskinetik erfolgte über die Prüfkörpernachgiebigkeit. Hierfür wurde die Nachgiebigkeit als Funktion der Risslänge an Prüfkörpern mit unterschiedlichen Kerbtiefen bestimmt und eine Nachgiebigkeitskalibrierkurve erstellt.

Aus dieser Kalibrierkurve konnte in weiterer Folge durch einem einzigen Versuch die Risskinetik an CRB-Prüfkörpern bestimmt werden

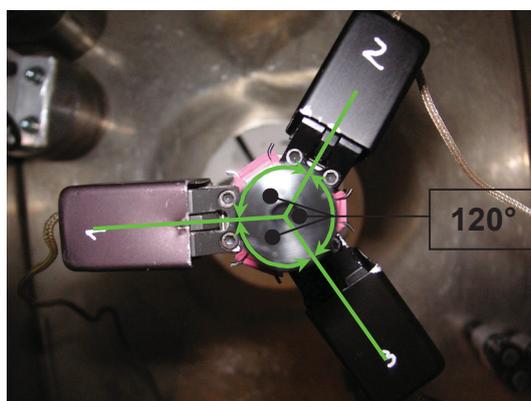
### **3.3.1 Messung der Rissöffnung mit drei Extensometern**

Die Ermittlung der Rissöffnung an CRB-Prüfkörpern stellte in den bislang durchgeführten Arbeiten auf diesem Gebiet eine Schwierigkeit dar. Es wurde nur ein Extensometer eingesetzt, wodurch aufgrund des umlaufenden Anrisses und des exzentrischen Risswachstums die Stelle an der sich der Riss ausbreitet nur durch Zufall getroffen wurde. Durch die Verwendung von drei Extensometern wird die Rissöffnung rund um den CRB-Prüfkörper detektiert. Für den statischen Belastungsfall wurde für CRB-Prüfkörper bereits eine Prüfmethodik entwickelt (Mitev, 2007). In dieser Arbeit erfolgte die Messung der Rissöffnung mit Hilfe von drei induktiven Wegaufnehmern, die in einer starren Halterung im Abstand von  $120^\circ$  gleichmäßig entlang der Risskerbe ohne direkten Kontakt zum Prüfkörper positioniert waren.

Die zyklischen Versuche in dieser Arbeit erfolgten mit einer Prüffrequenz von 10 Hz. Aufgrund der nicht vernachlässigbaren Masse wurde von einer Adaptierung der Prüfvorrichtung für statische Messung auf zyklische Versuche abgesehen. In dieser Arbeit erfolgte die Messung der Rissöffnung mittels drei Extensometer vom Typ 632.13-20 der Firma MTS Systems GmbH. (Berlin, D), welche gezielt für eine Anwendung bei zyklischen Lasten ausgelegt sind. Um eine relativ gute Genauigkeit bei der Einhaltung der  $120^\circ$  Abstände zwischen den Extensometern zu gewährleisten, wurde als Einspannhilfe eine Schablone aus einer Holzplatte konstruiert. Wie in Abbildung 3.2 und Abbildung 3.3 dargestellt, wurden die Extensometer mit Hilfe von Gummiringen rutschfest am Prüfkörper fixiert, sodass die erzeugte Anrisskerbe in der Mitte der beweglichen Extensometerbacken lag.



**Abb. 3.2:** Befestigung der Extensometer am CRB-Prüfkörper.



**Abb. 3.3:** Extensometeranordnung im Abstand von 120° am CRB-P rüfkörper.

### 3.3.2 Ermüdungsversuche mit CRB-Prüfkörpern

Die zyklischen Ermüdungsversuche an CRB-Prüfkörpern wurden auf einer servo-hydraulischen Prüfmaschine der Firma MTS Systems GmbH (Berlin, D) mit der Maschinenbezeichnung „MTS 858 Table Top System“ (s. Abbildung 3.4) unter sinusförmiger Belastung bei einer Frequenz von 10 Hz durchgeführt und verliefen kraftgesteuert im Zug-Schwellbereich.



**Abb. 3.4:** Servo-hydraulische Prüfmaschine für zyklische Versuche.

Das R-Verhältnis, welches den Quotienten zwischen minimaler und maximaler Belastung angibt, betrug für alle Versuche 0,1. Sämtliche Prüfungen wurde in Luft bei einem Normklima von 23°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50% durchgeführt. Die Steuerung der servo-hydraulischen Prüfmaschine erfolgt über die Herstellersoftware (Teststar 2.0). Zur Aufzeichnung der Messdaten (3 x Rissöffnung, Kolbenweg, Kraft und Anzahl der Zyklen) wurde das Programm Testware-SX verwendet.

Für die Berechnung des maximalen Spannungsintensitätsfaktors wurde die von Benthem und Koiter aufgestellte Formel verwendet (Gl. 3.1 und 3.2), wobei a die Risslänge, R der Radius des Probekörpers und b der Radius des Restquerschnitts ist. Aus Erfahrung bereits durchgeführter Arbeiten (Balika et al., 2004; Haager 2006) mit CRB-Prüfkörpern der Werkstoffklasse PE 80 und PE 100 ist bekannt, dass die Grenze zwischen sprödem und duktilem Versagen bei 23°C und R=0,1 typischerweise bei einem Wert von ca.  $K_{I,max}$  von 0,8 MPa\*m<sup>0,5</sup> liegt.

$$\Delta K_I = \frac{\Delta F}{\pi \cdot b^2} \cdot \sqrt{\frac{\pi \cdot a \cdot b}{R}} \cdot f\left(\frac{b}{R}\right) \quad (\text{Gl.3.1})$$

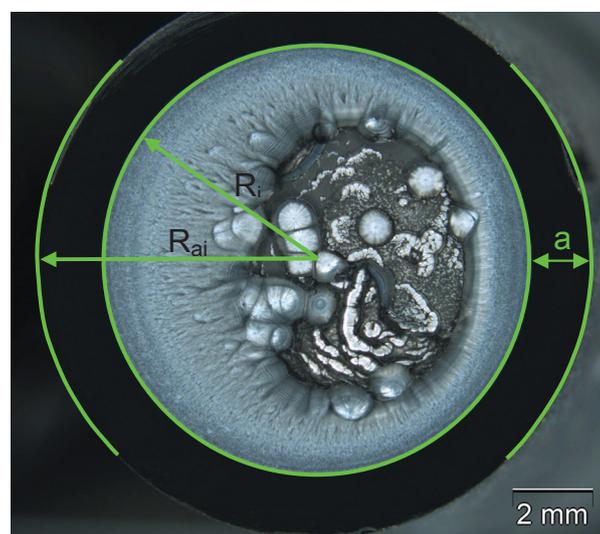
$$f\left(\frac{b}{R}\right) = \frac{1}{2} \cdot \left( 1 + \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{b}{R}\right) + \frac{3}{8} \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^2 - 0,363 \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^3 + 0,731 \cdot \left(\frac{b}{R}\right)^4 \right) \quad (\text{Gl.3.2})$$

Nachdem die Maximalkraft und somit auch der Spannungsintensitätsfaktor bestimmt wurden, ergibt sich die Minimalkraft über das R-Verhältnis nach Gl. 2.2. Die Software zur Maschinensteuerung benötigt die mittlere Spannung  $\sigma_m$  und die Amplitude  $A$ , die wie folgt berechnet werden. Nachdem diese Einstellungen gemacht wurden, wird der CRB-Prüfkörper wie in Abschnitt 3.3 beschrieben mit den Extensometern bestückt und in die Prüfmaschine eingespannt, wobei darauf zu achten ist, dass keine großen Belastungen auf die Kerbe wirken.

$$\sigma = \frac{F_{\max} + F_{\min}}{2} \quad (\text{Gl. 3.3})$$

$$A = F_{\max} - F_{\min} \quad (\text{Gl. 3.4})$$

Da beim Kerben der Probekörper auf der Drehbank immer Schwankungen der Kerbtiefe zustande kommen, werden die Bruchoberflächen im Anschluss an die Prüfung mittels eines Lichtmikroskops (Type: BX51, Olympus; Wien (A)) bei zehnfacher Vergrößerung untersucht. Die tatsächliche Anrisslänge  $a$ , wird über eine Software (Type: analySIS 3.2, Soft Imaging Systems GmbH, Münster (D)) vermessen (s. Abbildung 3.5).



**Abb. 3.5:** Bruchoberfläche einer CRB-Probe unter dem Lichtmikroskop zur Bestimmung der wahren Anrisslänge  $a$ .

### 3.3.3 Datenerfassung mittels drei Extensometern am CRB-Prüfkörper

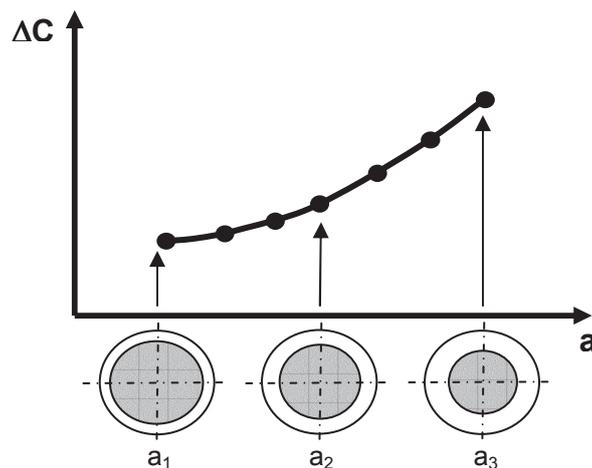
Die von den Extensometern gelieferten Werte für die Rissöffnung („Crack Opening Displacement“, COD) an den drei Befestigungsstellen werden in bestimmten Abständen aufgezeichnet. Die Speicherabstände dienen dazu, die während eines Versuchablaufes gewonnenen Datenwerte nicht zu hoch werden zu lassen und müssen so bestimmt sein, dass trotzdem eine genaue Auswertung des Verlaufs der Rissöffnungen möglich ist. Aus den aufgezeichneten maximalen und minimalen Rissöffnungswerten, die über den gesamten Versuchablauf von den Extensometern detektiert werden, wird die Differenz der Rissöffnung pro Zyklus  $\Delta COD = COD_{\max} - COD_{\min}$  berechnet. Durch die Verwendung von  $\Delta COD$  können Kriechvorgänge, die während des Versuches im Prüfkörper auftreten, herausgefiltert werden.

### 3.3.4 Nachgiebigkeitsmessung mit CRB-Prüfkörpern

Durch die Verwendung von drei Extensometern wird die Rissöffnung rund um den CRB-Prüfkörper detektiert, und ein Mittelwert für die Rissöffnung ( $\Delta COD$ ) der drei Messsignale berechnet. Über den Zusammenhang der Nachgiebigkeit und der Rissöffnung aus Gl.2.4 wird die Nachgiebigkeit der CRB-Probekörper beim Ermüdungsversuch nach Gl.3.5 bestimmt.

$$\Delta C = \frac{COD_{\max} - COD_{\min}}{F_{\max} - F_{\min}} \quad (\text{Gl.3.5})$$

Die Erstellung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve erfolgte, indem für unterschiedliche Anrisslängen die Nachgiebigkeit ermittelt und über die entsprechende Anrisslänge aufgetragen wurde. Die Anrisskerben wurden, wie in Abb. 3.6 dargestellt, beginnend mit einer Anrisslänge von 1 mm in 0,25 mm Intervallen bis zu 3 mm gesteigert. Für die Bestimmung der Nachgiebigkeit am CRB-Prüfkörper ist es wichtig, dass der jeweilige Nachgiebigkeitswert vor der Rissinitiierung gemessen wird. Das Lastniveau sollte so gewählt werden, dass die Gültigkeit der LEBM gewährleistet ist – nur dann ist die Nachgiebigkeit vor der Rissinitiierung unabhängig von der Belastung.

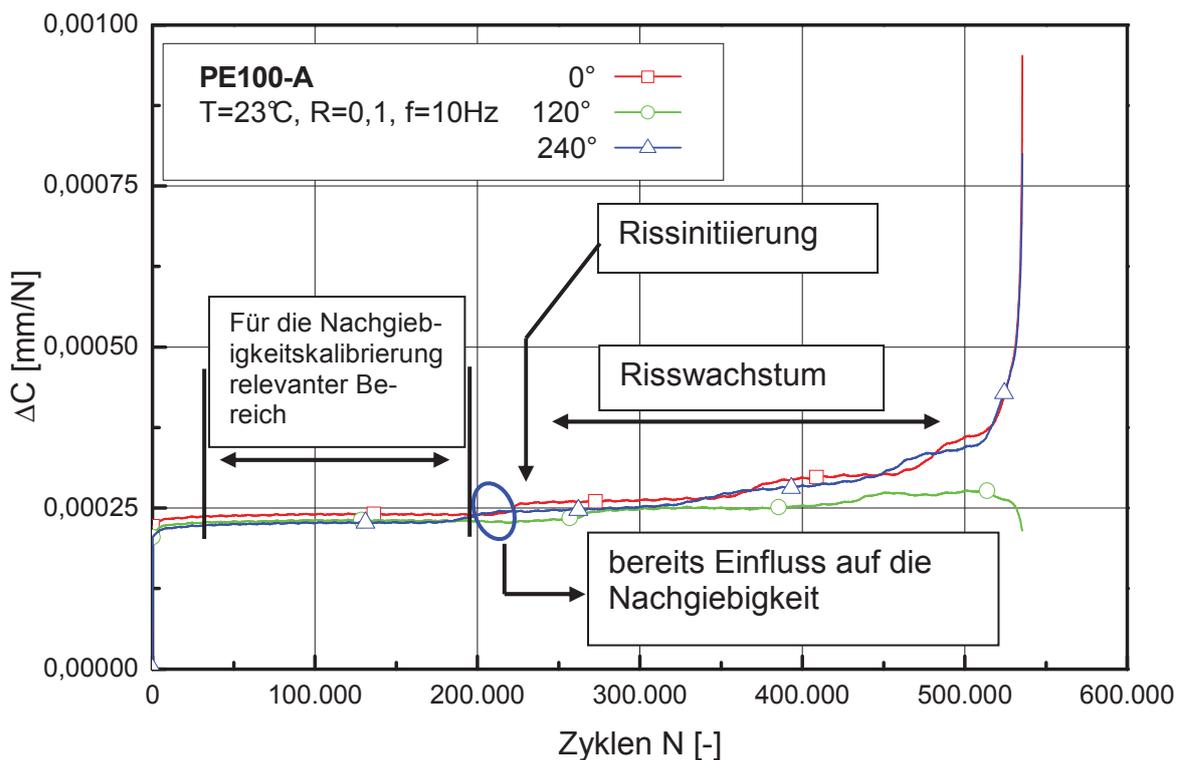


**Abb. 3.6:** Schematische Darstellung der Kalibrierkurve mit unterschiedlichen Anrisslängen.

Um Aussagen über die Nachgiebigkeit eines Werkstoffes zu machen, ist es nicht notwendig eine Prüfung bis zum Bruch des Prüfkörpers durchzuführen, da zur Auswertung lediglich der konstante Verlauf der Nachgiebigkeit herangezogen wird. Der Verlauf der Nachgiebigkeit (s. Abbildung 3.7) mündet nach einem Anstieg zu Beginn („Einpendelvorgang“) in einen flachen und konstanten Verlauf ein, ehe das Risswachstum initiiert wird.

Kurz bevor die Rissinitiierung durch das Abweichen der drei Messsignale erkennbar wird, kommt es bereits zu einer Beeinflussung der Nachgiebigkeit durch die Bildung der plastischen Zone (Craze-Bildung). Die Rissinitiierung ist erkennbar, indem sich die drei Messsignale der Extensometer beginnen voneinander zu entfernen. Ab diesem Zeitpunkt wächst der Riss und die Nachgiebigkeit wird risslängen-abhängig.

Nach Messung der Nachgiebigkeiten der unterschiedlich tief gekerbten CRB-Prüfkörper wird der Zusammenhang zwischen Prüfkörpernachgiebigkeit und Risslänge über ein Polynom zweiten Grades ausgewertet und in Form einer Nachgiebigkeitskalibrierkurve dargestellt. Mit dieser Kalibrierkurve ist es in weiterer Folge möglich, für einen einzelnen CRB-Versuch nachträglich die Risslänge und daraus die Risswachstumskinetik zu bestimmen.

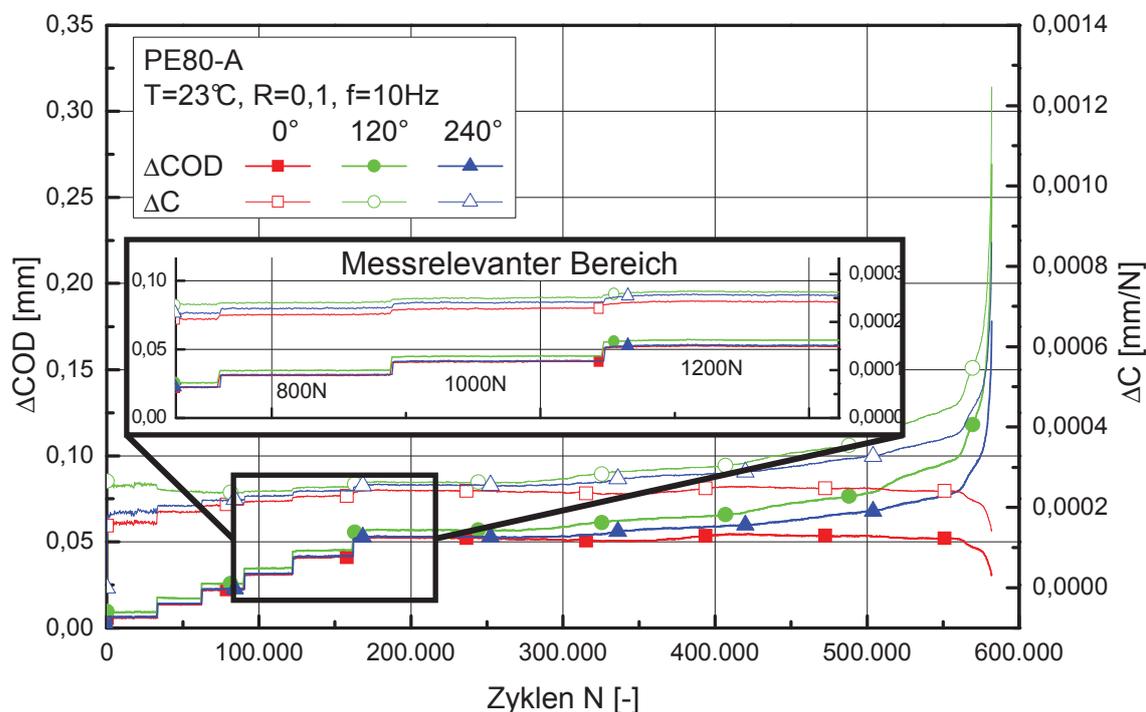


**Abb. 3.7:** Auswertung der Prüfkörperrnachgiebigkeit mittels des konstanten Nachgiebigkeitsverlaufs vor der Rissinitiation.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

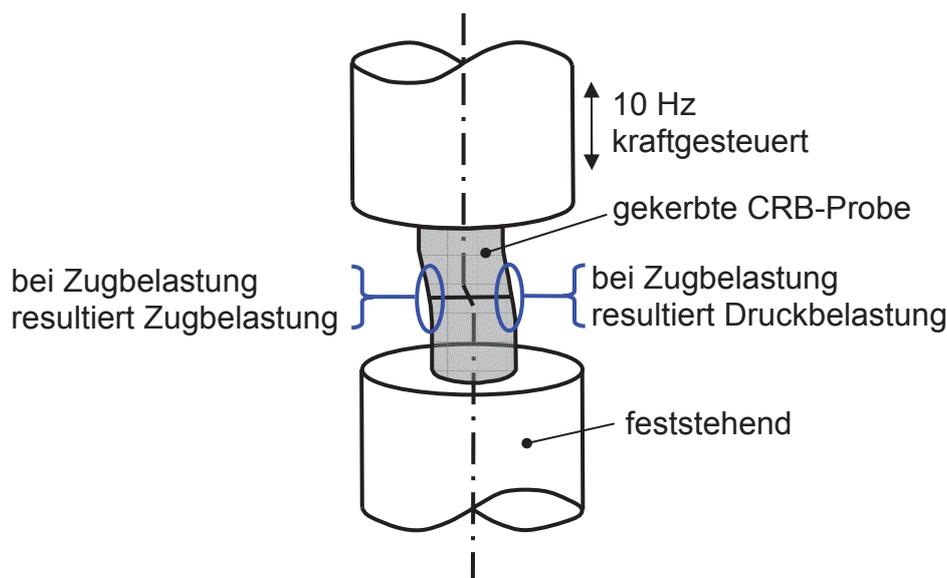
### 4.1 Kraftunabhängigkeit der Nachgiebigkeit

Vor der Erstellung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven und den darauf folgenden Messungen, wurde in Vorversuchen, bei denen während des laufenden Versuchs, die Kraft in regelmäßigen Abständen erhöht wurde, die Kraftunabhängigkeit der Nachgiebigkeit vor Rissinitiierung nachgewiesen. Die Kraftvariation begann bei 200 N und wurde ca. alle 30.000 Zyklen um jeweils weitere 200 N erhöht, bis eine Endkraft von 1.200 N erreicht wurde. In Abbildung 4.1 kann man diese Krafterhöhung an den Stufen im Verlauf der Differenzen der Rissöffnung ( $\Delta\text{COD}$ ) erkennen. In dem für CRB-Prüfkörper relevanten Kraftbereich bleibt die Differenz der Nachgiebigkeit unabhängig von der Kraft. In weiterer Folge werden zur einfacheren Lesbarkeit die Differenzen der Rissöffnung als Rissöffnung und die Differenzen der Nachgiebigkeit als Nachgiebigkeit bezeichnet.



**Abb. 4.1:** Nachweis der Kraftunabhängigkeit der Nachgiebigkeit durch sukzessive Erhöhung der Kraft während eines laufenden Versuchs.

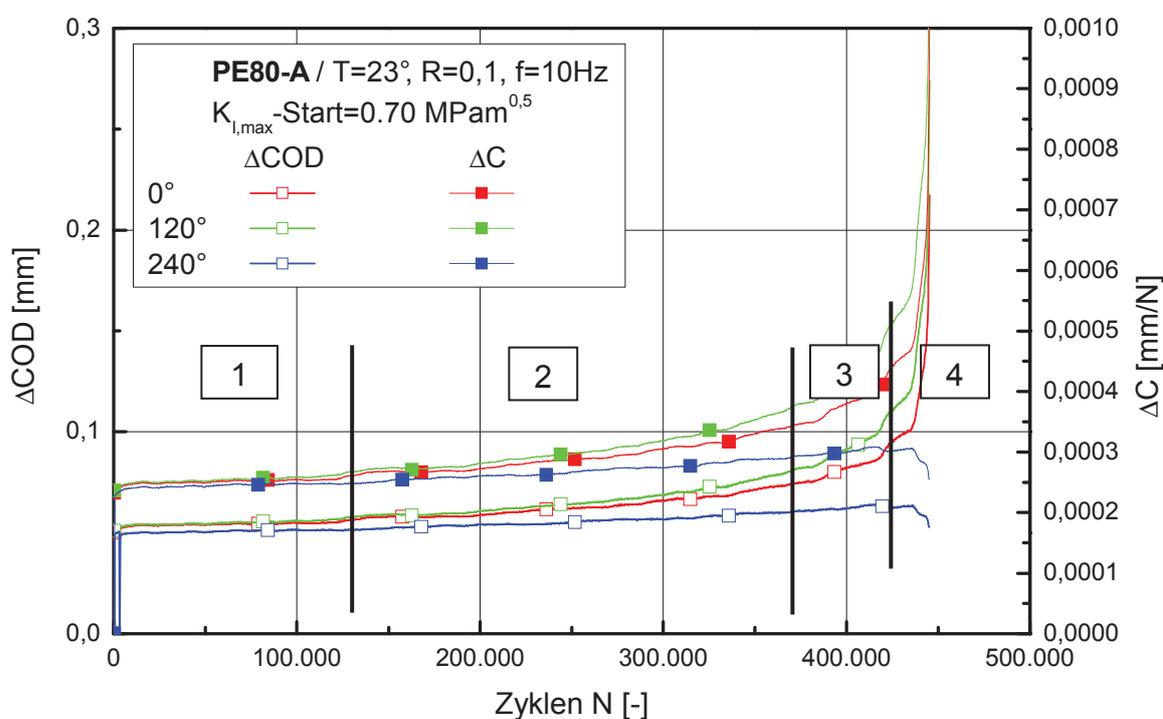
Bei sehr geringen Kräften von 200 bis 600 N erkennt man, dass die Signale für die Nachgiebigkeit der drei Extensometer etwas weiter auseinander liegen und mit steigender Kraft schließlich in einen konstanten und eng verteilten Verlauf münden, der eine Kraftunabhängigkeit aufweist. Eine mögliche Ursache für die Abweichungen in diesem „Einmündvorgang“ könnte darin liegen, dass extrem kleine Belastungen nicht ausreichen, Ungenauigkeiten aufgrund technischer Toleranzen der Prüfmaschine wie z.B. versetzte Prüfachsen und der Einspannvorrichtung auszugleichen (s. Abbildung 4.2). Aufgrund leicht versetzter Prüfachsen können Biegespannungen die auf den CRB-Probekörper wirken, zu unterschiedlichen Belastungen in der Kerbe führen, wodurch der durch die Einspannung gestauchte Bereich bei Belastung auseinander gezogen und der gegenüberliegende gedehnte Bereich zusammen gedrückt wird. Mit steigender Prüfkraft verschwinden diese Effekte.



**Abb. 4.2:** Schematische Darstellung von versetzten Prüfachsen.

In Abb. 4.3 ist der Verlauf der Rissöffnung und der Nachgiebigkeit bei konstanter Belastung über der Zykluszahl bei einem  $K_{I,max}$ -Startwert von  $0,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$  dargestellt. Entsprechend den unterschiedlichen Phasen während des Versuches wird die Abbildung in einzelne Bereiche unterteilt. Der Abschnitt eins beginnt am Start der Messung und reicht bis zur Rissinitiierung. In dieser Zone kann man einen konstanten Verlauf der Nachgiebigkeit und folglich auch der Rissöffnung erken-

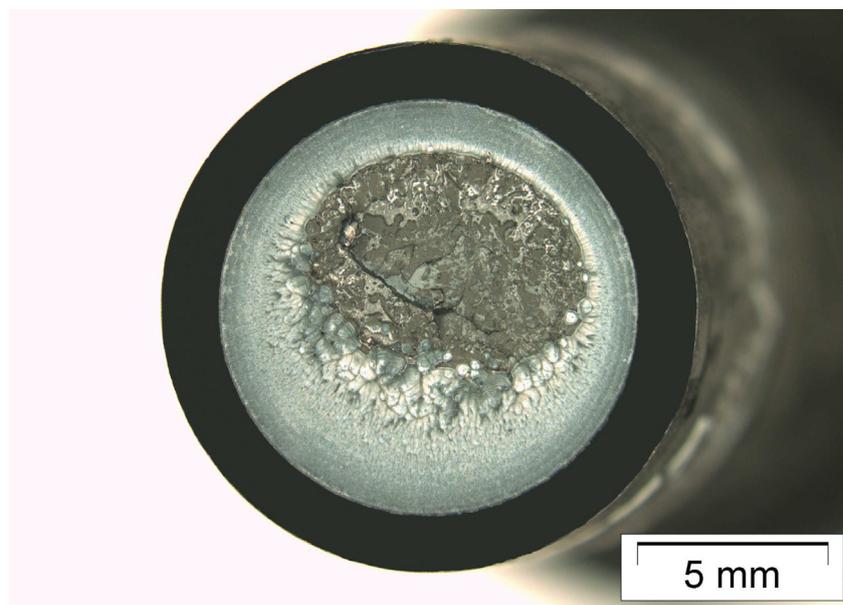
nen. In diesem Bereich werden die Werte für die Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve bestimmt. Bereits vor der Rissinitiation kommt es zur Craze-Bildung, was durch einen geringfügigen Anstieg der Kurve erkannt werden kann. Durch Entschleunigungsvorgänge und mit dem Brechen der ersten stark verstreckten Fibrillen wird das Risswachstum schließlich initiiert. Die Rissinitiation kann an einem typischen Sprung des Messverlaufs erkannt werden, in dem die Messsignale der drei Extensometer beginnen sich voneinander zu entfernen. In den Messungen dieser Arbeit war eine Identifizierung der Rissinitiation meist eindeutig möglich, da im Vergleich zu vorhergehenden Arbeiten (Balika et. al, 2004, Haager, 2006) mit drei Extensometern geprüft wurde, wodurch man eine optimale Auflösung der Materialantwort auf die zyklische Belastung erhält.



**Abb. 4.3:** Unterteilung der Signale für Rissöffnung und Nachgiebigkeit in unterschiedliche Bereiche.

Ein Charakteristikum für Bereich zwei ist der stufige Verlauf, welcher durch das diskontinuierliche Risswachstum bedingt wird. An vielen Bruchoberflächen konnten Hinweise darauf in Form von Haltelinien, welche unterschiedlich stark ausgeprägt waren, gefunden werden (s. Abbildung 4.4). Genauere Analysen zeigten, dass stufenförmiges Risswachstum bei zyklisch belasteten CRB-Prüfkörpern vor-

zugsweise zwischen Belastungen im Zäh/Spröd-Übergang und ca.  $\Delta K_I=0,65 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$  auftreten (Sehanobisch et al., 1985; Lu, Brown, 1991; Chudnovsky, Shulkin, 1999; Haager, 2006). Bei kleineren Belastungen hingegen konnten sowohl in den  $\Delta\text{COD}$ -Kurven als auch auf den Bruchoberflächen keinerlei Hinweise auf stufenförmiges Risswachstum mehr festgestellt werden, wodurch vermutet werden kann, dass stufenförmiges Risswachstum für reale Rohre, die bei kleinen Belastungen, aber über sehr lange Zeiträume beansprucht werden, von untergeordneter Bedeutung ist (Haager, 2006).

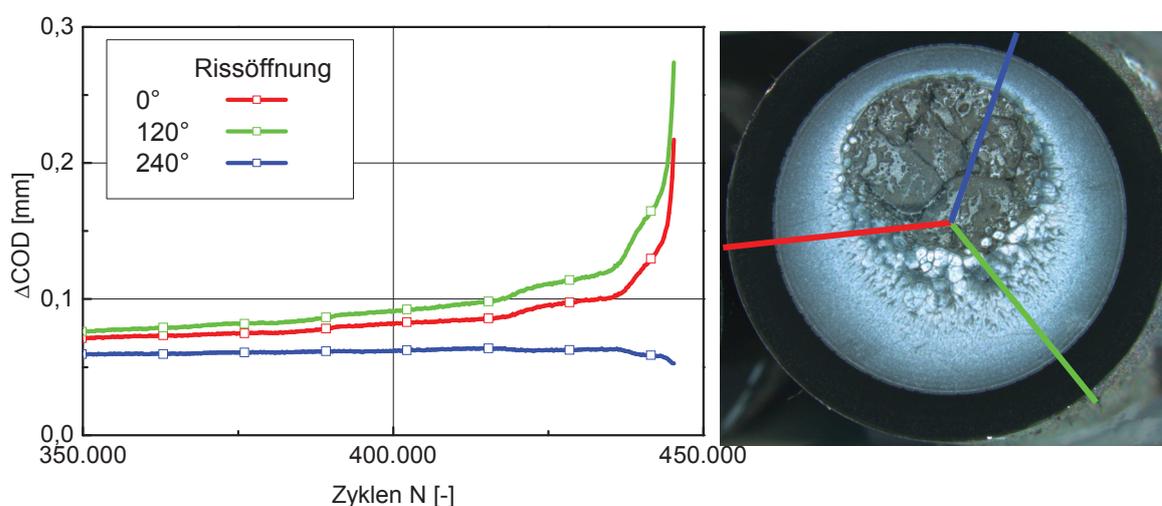


**Abb. 4.4:** Bruchoberfläche von PE80-A mit gut erkennbaren Haltelinien.

Mit fortschreitendem Risswachstum entfernen sich die Messsignale immer weiter voneinander, bis schließlich der Übergangsbereich, Bereich drei, von sprödem zu duktilem Risswachstum erreicht ist. In diesem Abschnitt hat die Gültigkeit der LEBM ihre Grenzen erreicht und der Risswachstumsverlauf geht rasch in den rein duktilen Versagensbereich, Abschnitt vier, über, in dem der bereits geringe Restquerschnitt der Belastung nicht mehr stand halten kann und es zu einem duktilen Restbruch des Werkstoffes kommt. Aus Abb. 4.3 kann herausgelesen werden, dass dieser duktile Restbruch der CRB-Prüfkörper nur sehr wenig Zeit in Anspruch nimmt, und somit keinen entscheidenden Einfluss auf die Versagenszeit hat.

Aus Abb. 4.3 ist ebenso ersichtlich, dass sich im Bereich vier die Signale der Rissöffnung bzw. der Nachgiebigkeit deutlich voneinander unterscheiden. Wäh-

rend die Signale bei 0° und 120° stark ansteigen, wird das Signal bei 240° in diesem Bereich deutlich kleiner. Die Begründung dieses Verhaltens liegt beim exzentrischen Risswachstum im CRB-Prüfkörper, wodurch es über den Umfang zu einer ungleichmäßigen Belastung desselben kommt (s. Abbildung 4.5). Während die beiden Extensometer bei 0° und 120° auf der Zugseite liegen und ihre Rissöffnungen somit steigen, nimmt sie an der gegenüberliegenden Druckseite ab. Verursacht durch das exzentrische Risswachstum steigen bzw. fallen die Signale für Rissöffnung und Nachgiebigkeit in Abhängigkeit der Extensometerpositionierung.



**Abb. 4.5:** Einfluss von exzentrischem Risswachstum auf den Verlauf der Rissöffnung in Abhängigkeit der Extensometerposition.

Die Prüfungen der restlichen in dieser Arbeit untersuchten Materialien ergaben hinsichtlich des Rissöffnungsverlaufs und somit auch für den Verlauf der Nachgiebigkeit ähnliche Ergebnisse. Mit Ausnahme von PE100+, wo die Haltelinien enger ausgebildet waren, ergab die Analyse der Bruchoberflächen der verwendeten Werkstoffe ebenfalls eine sehr hohe Übereinstimmung der Haltlinienstruktur. Die Ergebnisse sämtlicher Materialien sind im Anhang dargestellt.

#### 4.2 Erstellung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve

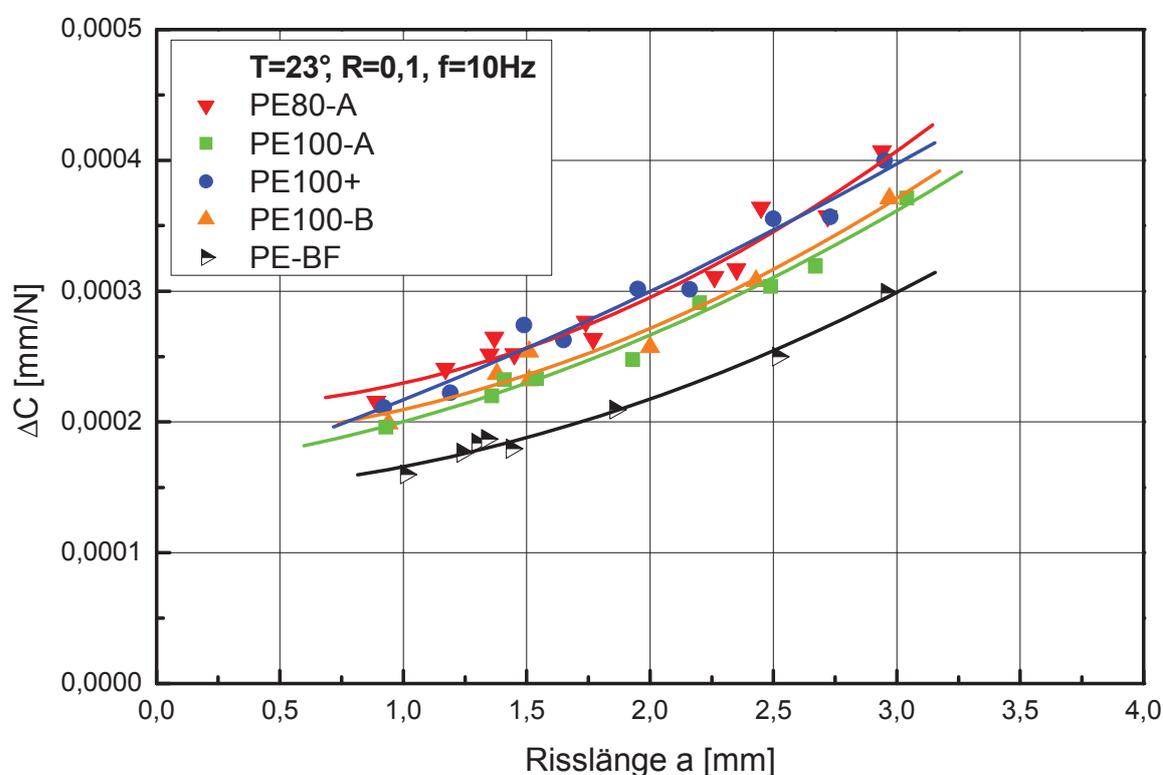
Zur Erstellung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve wurden jeweils zwölf Messungen an CRB-Prüfkörpern mit unterschiedlicher Anrisskerbe durchgeführt. Mit Hilfe dieser Kalibrierkurven, in denen die Änderungen der Nachgiebigkeit in Abhängigkeit

der Risslänge  $a$  dargestellt werden, wurde in weiterer Folge die Risskinetik des untersuchten Materials ermittelt.

In Abb. 4.6 sind die Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven der fünf Materialien dargestellt. Durch die erhaltenen Nachgiebigkeitspunkte wurde für jedes Material ein Polynom zweiten Grades der Form nach Gl. 4.1 gebildet, wodurch sich die Nachgiebigkeit  $C(a)$  für jede beliebige Risslänge  $a$  berechnen lässt (s. Gleichung 4.1). Umgekehrt kann durch das Lösen der quadratischen Gleichung die Risslänge als Funktion der Nachgiebigkeit berechnet werden.

$$\Delta C(a) = x + y \cdot a + z \cdot a^2 \quad (\text{Gl. 4.1})$$

Die Versuche zur Bestimmung der Risskinetik wurden bei Anrisslängen von 1,5 mm durchgeführt. Die in der Anfangsphase des Versuches konstant bleibende Nachgiebigkeit wurde als zusätzlicher Wert in die Kalibrierkurve mit aufgenommen, weshalb es in diesem Bereich in Abb. 4.6 zu einer Datenanhäufung kommt. Zur besseren Übersichtlichkeit ist von den drei verschiedenen geprüften PE100 Chargen nur eine in Abb. 4.6 dargestellt.



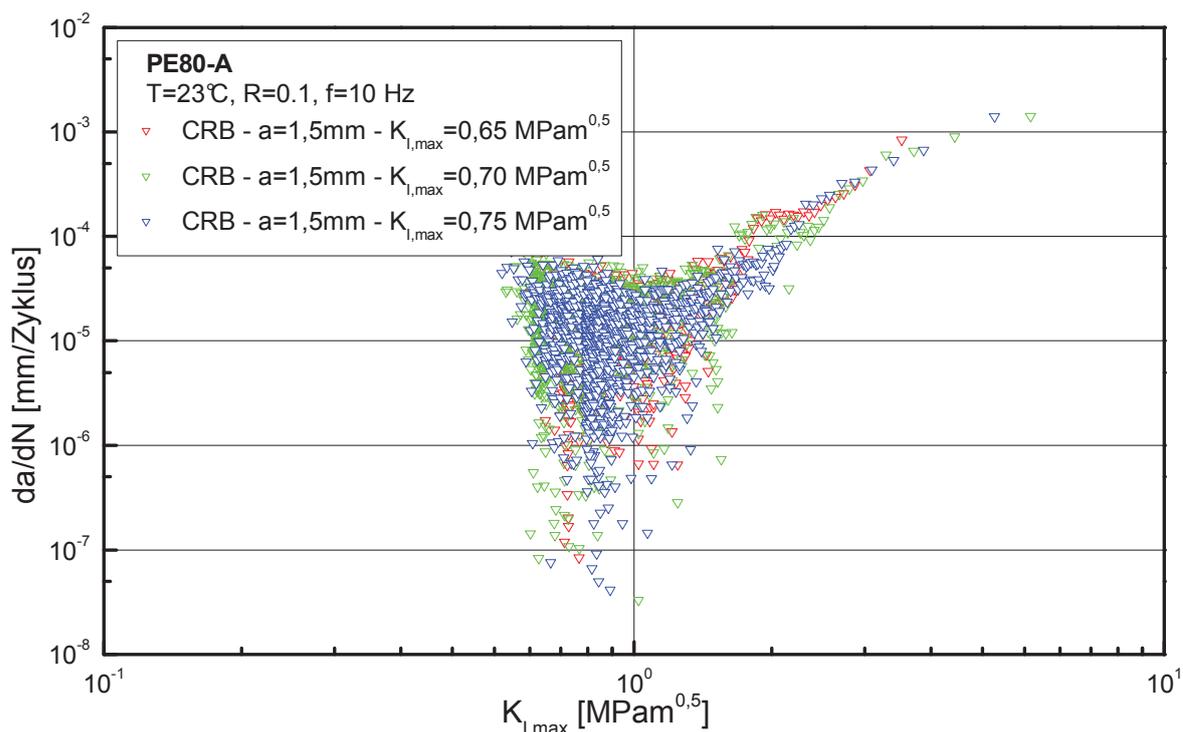
**Abb. 4.6:** Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven der untersuchten PE-Werkstoffe.

Vergleicht man die Kalibrierkurven untereinander, so erkennt man, dass die Materialien PE100+ und PE80-A einen ähnlichen Verlauf aufweisen und insgesamt die höchste Nachgiebigkeit besitzen. PE100-A und PE100-B liegen in ihren Werten etwas tiefer, während der Blasformtyp, PE-B2, die deutlich geringste Nachgiebigkeit besitzt.

### 4.3 Ermittlung der Risskinetik

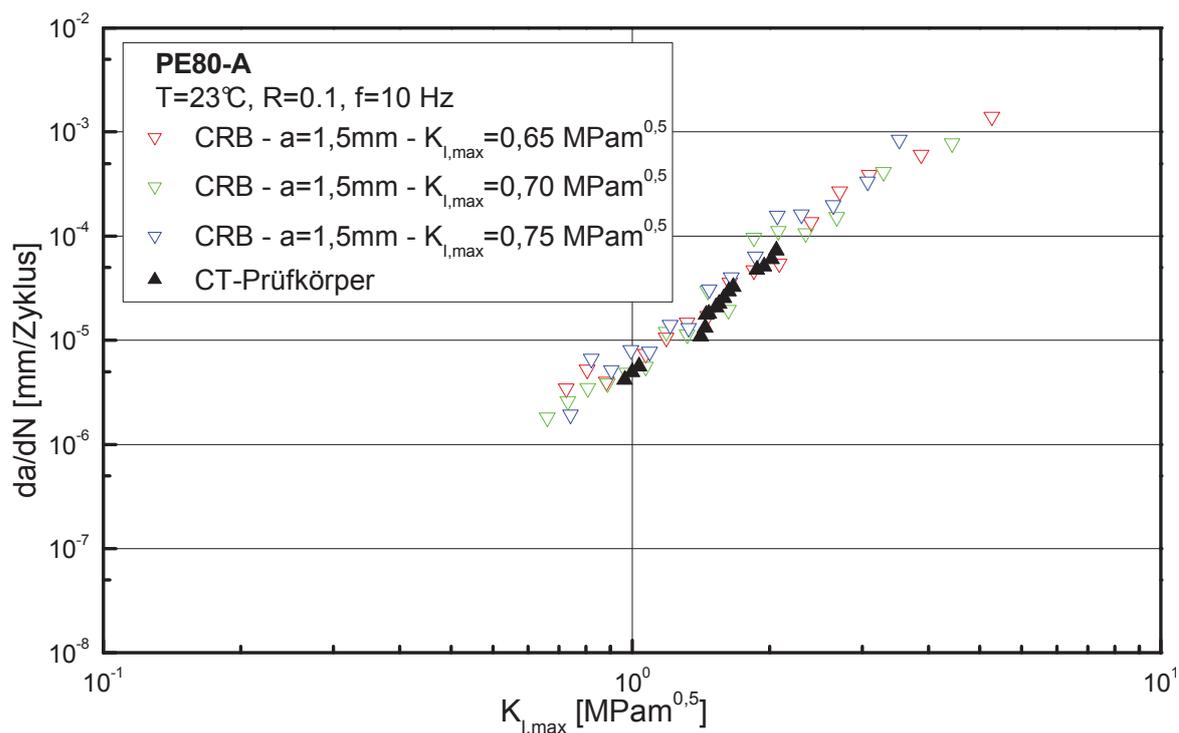
Aus dem über die Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve bestimmten Polynom der Nachgiebigkeit als Funktion der Risslänge (s. Gleichung 4.1) kann zu jedem Zeitpunkt der Messung die aktuelle Risslänge im Prüfkörper aus der aufgezeichneten Rissöffnung und in weiterer Folge der dazugehörige Spannungsintensitätsfaktor bestimmt werden. Mit der Bestimmung der Risswachstumsgeschwindigkeit  $da/dN$  ist es möglich, die Risskinetikkurve, die sich durch Auftragen von  $da/dN$  über  $K_{I,max}$  in einem doppelt logarithmischen Diagramm ergibt, darzustellen. Üblicherweise wird das zyklische Risswachstum zwar als Funktion von  $\Delta K_I$  dargestellt, da diese Arbeit aber Teil eines Projektes ist, in dem die Risskinetik für verschiedene R-Verhältnisse auf den statischen Belastungsfall von  $R=1$  extrapoliert werden soll, erfolgt die Darstellung der Risskinetik über dem maximalen Spannungsintensitätsfaktor  $K_{I,max}$ .

In Abb. 4.7 sind die Rohdaten für das Material PE80-A für drei Versuche mit unterschiedlichen  $K_{I,max}$ -Startwerten dargestellt. Der Punkthaufen bei niedrigen  $K_{I,max}$ -Werten ergibt sich aufgrund der zu geringen Genauigkeit der Messung durch die Extensometer. Die über die Nachgiebigkeitskalibrierkurve errechneten Risslängen unterscheiden sich vor allem im Anfangsbereich der Messung lediglich um Werte im Hundertstel-, oft sogar im Tausendstelbereich, wodurch sich für die Risswachstumsgeschwindigkeit  $da/dN$  eine sehr große Streuung ergibt. Eine Filterung dieser Daten, bei der nur signifikante Änderungen in den Risslängen berücksichtigt werden, wurde mit einem MS Excel-Makro durchgeführt.



**Abb. 4.7:** Risskinetikkurven von PE80-A bei unterschiedlichen Start-Spannungsintensitätsfaktoren von  $K_{I,\text{max}}=0,65$ ,  $0,7$  und  $0,75\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ .

Weiters ist ersichtlich, dass die Kurven bei hohen  $K_{I,\text{max}}$ -Werten abflachen, was durch den in dieser Phase bereits geringen Restquerschnitt bedingt ist. In diesem Bereich kommt es bereits zu großen plastischen Verformungen, weshalb die LEBM ihre Gültigkeit verliert. In Abb. 4.8 sind die gefilterten Risskinetikkurven für das Material PE80-A dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Messungen bei jeweils unterschiedlichen Startwerten des Spannungsintensitätsfaktors ( $0,65$ ,  $0,7$ ,  $0,75\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ ) den erwarteten übereinstimmenden Verlauf zeigen und eine hohe Reproduzierbarkeit aufweisen. Die Bestimmung der Risskinetik mit der in dieser Arbeit entwickelten Methode kann daher bei bestehender Nachgiebigkeitskalibrierkurve anhand eines einzigen Versuchs direkt am CRB-Prüfkörper erfolgen. Zusätzlich sind in Abb. 4.8 die Kinetikdaten aus CT-Versuch an demselben Werkstoff einer früheren Arbeit integriert (Haager, 2006). Hierbei zeigt sich eine hervorragende Übereinstimmung der kinetischen Kurven mit der Rissgeschwindigkeit aus den CT-Versuchen.



**Abb. 4.8:** Risskinetikkurven von PE80-A für CRB- und CT-Prüfkörper.

Auch für alle anderen Materialien wurden mindestens drei Versuche durchgeführt und eine gute Reproduzierbarkeit gefunden. In Abb. 4.9 ist die Risskinetik des PE100-A-CH1 für unterschiedliche  $K_{I,max}$ -Startwerte dargestellt. Diese sind wiederum mit den Kinetikdaten aus CT-Versuchen an demselben Werkstoff einer früheren Arbeit (Haager, 2006) gegenübergestellt. Wiederum sind einerseits eine hohe Reproduzierbarkeit der Methode und andererseits eine hervorragende Übereinstimmung der kinetischen Kurven mit der Rissgeschwindigkeit aus den CT-Versuchen zu erkennen.

In Abb. 4.10 ist die Risskinetik von PE-BF für unterschiedliche  $K_{I,max}$ -Startwerte mit der aus früheren CT-Prüfungen bestimmten Kurve gegenübergestellt. In diesem Fall ist allerdings eine deutliche Abweichung der beiden Verläufe zu erkennen. Der Grund dafür liegt vermutlich darin, dass die Ermittlung der Risskinetik an den CT-Prüfkörpern bereits zehn Jahre zurück liegt und eine leichte Veränderung dieses Werkstoffes nicht ganz auszuschließen ist.

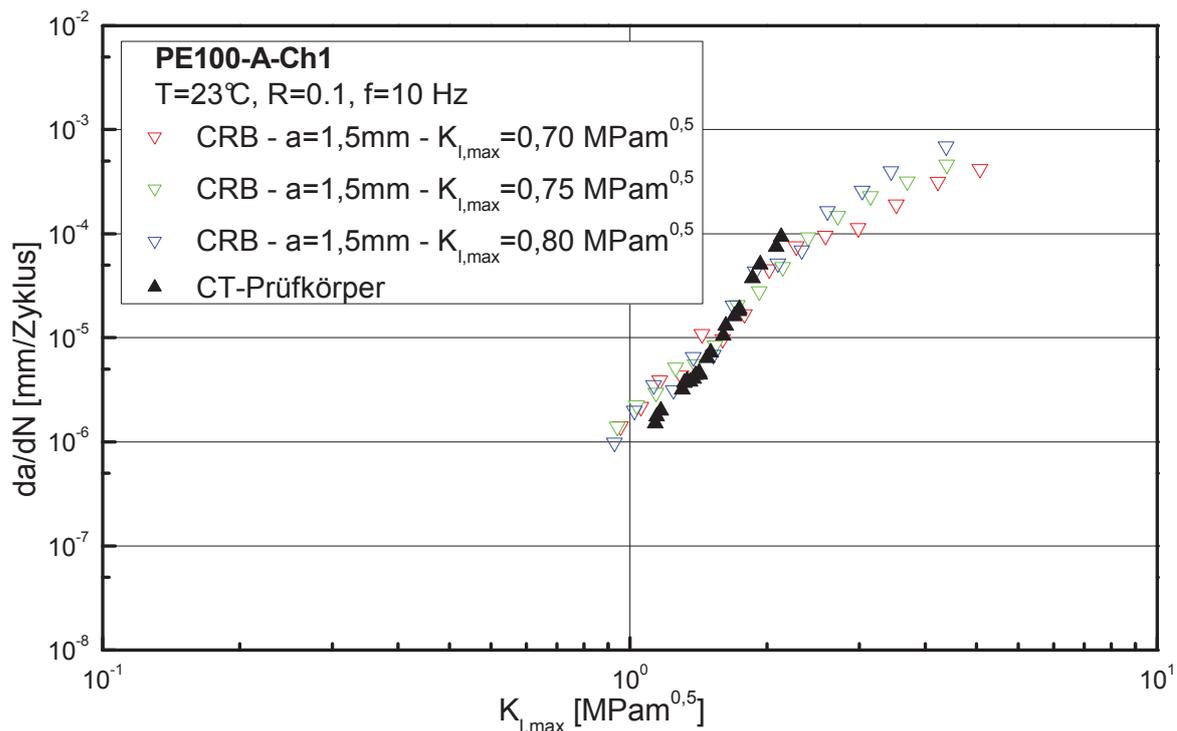


Abb. 4.9: Risskinetikkurven von PE100-A-Ch1 für CRB- und CT-Prüfkörper.

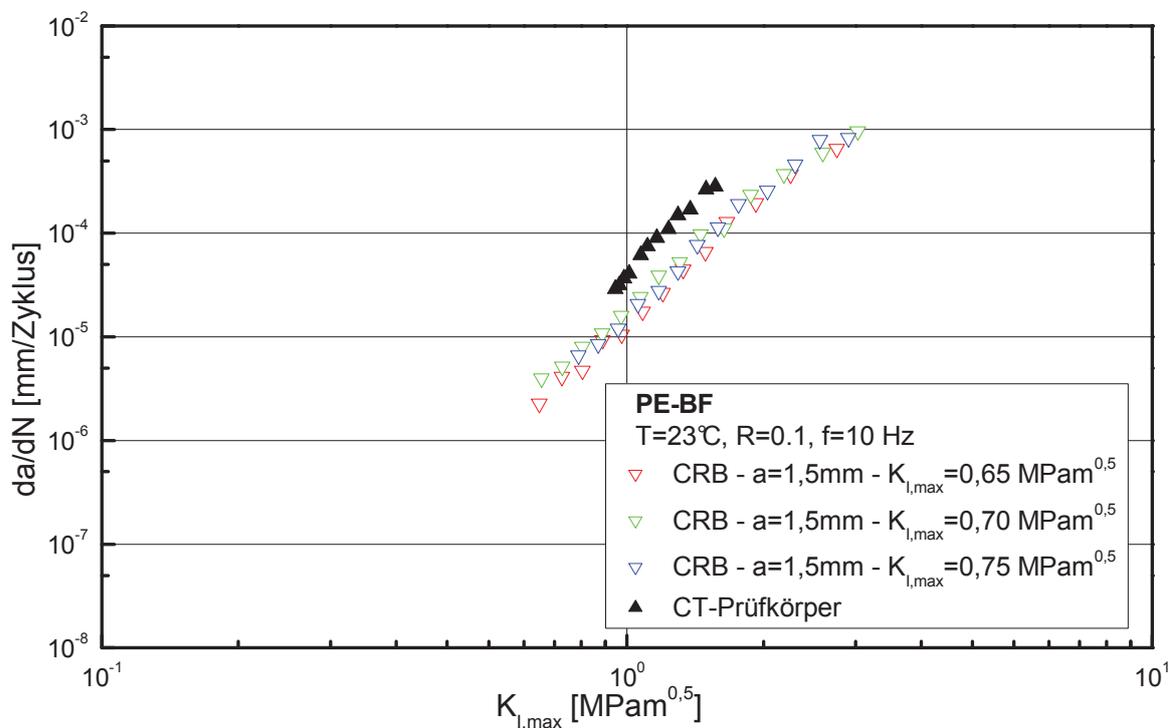
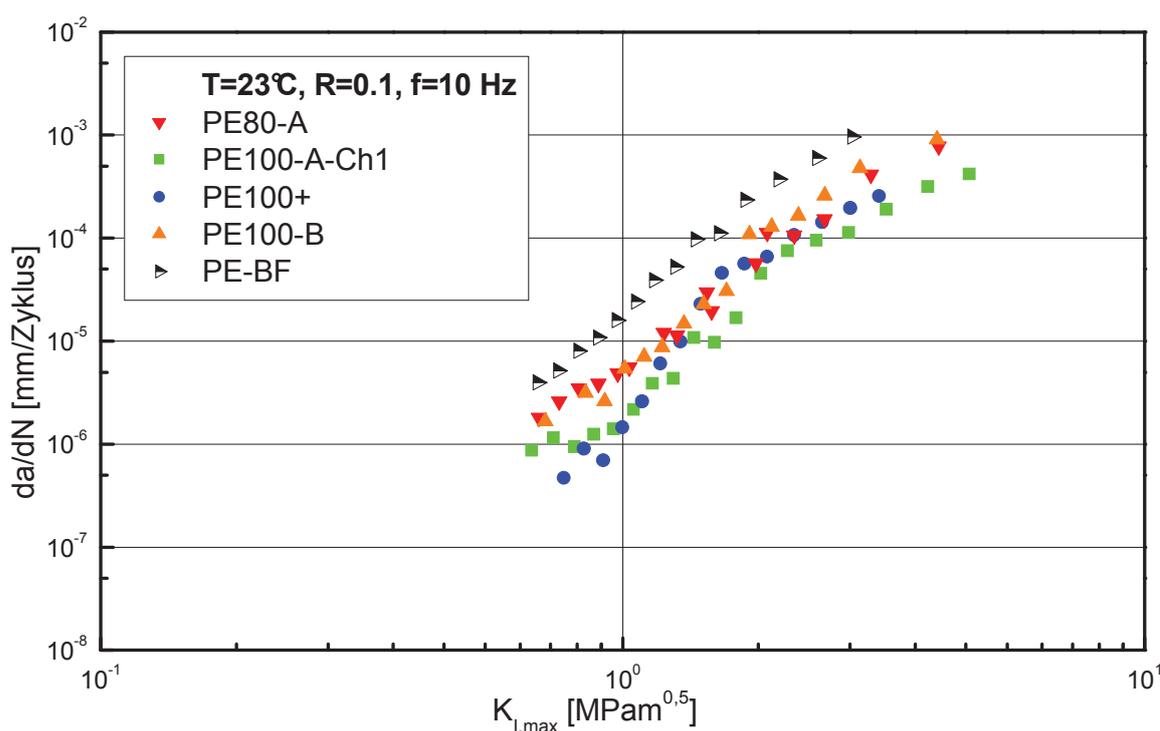


Abb. 4.10: Risskinetikkurven von PE-BF für CRB- und CT-Prüfkörper.

Die gute Übereinstimmung der CRB-Daten mit jenen aus den CT-Versuchen in Abb. 4.8 bis 4.10 zeigt, dass die Risskinetik unabhängig vom verwendeten Prüfkörper ist. Dies ist ein indirekter Nachweis für die Gültigkeit der LEBM.

Ein Vergleich der Risskinetikkurven der untersuchten Materialien ist in Abb. 4.11 dargestellt. Die Risskinetik-Kurve für den Werkstoff PE80-A verläuft im Vergleich zu PE100-A-Ch1 und PE100+ mit einer geringeren Steigung. Weiters ist diese Kurve vor allem im Bereich niedriger Spannungsintensitätsfaktoren etwas nach links verschoben, was auf einen geringeren Risswachstumswiderstand hinweist. Dies entspricht den Erwartungen, da - wie in den Grundlagen (Abschnitt 2.1) beschrieben - PE80 ein Material älterer Generation mit geringerem Risswachstumswiderstand verglichen zu PE100 ist. Beim Vergleich der Materialien PE100-A-Ch1 und PE100+ scheint PE100+ lediglich bei geringem Spannungsintensitätsfaktor eine Tendenz zu geringeren Risswachstumsgeschwindigkeiten zu zeigen.



**Abb. 4.11:** Risskinetik der untersuchten PE-Werkstoffe im CRB-Prüfkörper.

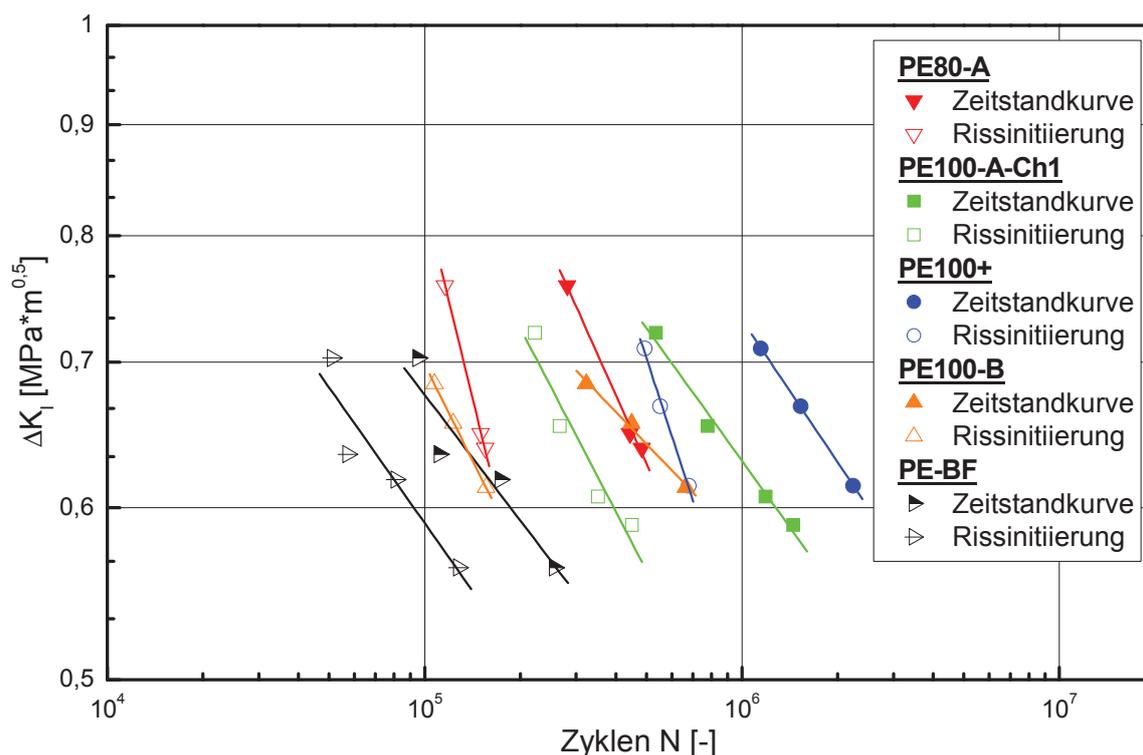
Der Blasformtyp PE-BF unterscheidet sich ebenfalls von den restlichen Werkstoffen. Insgesamt weist PE-BF den geringsten Risswachstumswiderstand auf, was im Vergleich zu Rohrmaterialien auf die enge Molmassenverteilung zurückzuführen

ren ist. Ein Vergleich von PE100-A und PE100-B zeigt, dass PE100-B einen wesentlich geringeren Risswachstumswiderstand aufweist, was dadurch zu erklären ist, da PE100-B eine fürs spritzen von Formteilen modifizierte PE100 Type ist. Bei Betrachtung der Risskinetik ist vor allem das Verhalten bei geringeren Geschwindigkeiten entscheidend. Ein Ranking der untersuchten Materialien liefert zwar das erwartete Resultat, jedoch unterscheiden sich die Risskinetikkurven nicht sehr deutlich voneinander, was auch mit den Erkenntnissen früherer Arbeiten übereinstimmt. Ein Materialranking auf Basis des Zeitstandverhaltens (Haager, 2006) ist aufgrund der deutlich sensibleren Resultate zu bevorzugen.

#### **4.4 Rissinitiierung und Zeitstandkurve**

Der kritische Versagensmechanismus bei PE-Rohrwerkstoffen ist durch Rissinitiierung gefolgt von langsamem Risswachstum gekennzeichnet. Die Rissinitiierung bei zyklischen Ermüdungsversuchen ist gut mit der Hilfe von Extensometern zu erkennen. In früheren Arbeiten wurde bereits festgestellt (Haager, 2006; Chudnovsky, 2004; Pinter et al., 2007), dass die Rissinitiierungszeit einen sehr großen Anteil an der Gesamtversagenszeit einnimmt.

Durch den Einsatz von drei, um den Umfang des CRB-Prüfkörper verteilten Extensometern, war es sehr gut möglich die Rissinitiierungszeit zu detektieren. Die in Abb. 4.12 abgebildeten Kurven zeigen sowohl die Rissinitiierungs- als auch die Versagenszeit aller in dieser Arbeit untersuchten PE-Werkstofftypen. Betrachtet man die Initiierungszeiten, so erkennt man, dass diese ebenso wie die Versagenszeiten auf einer Geraden liegen. Die Gerade der Initiierungszeiten aller Werkstofftypen wies allerdings eine höhere Steigung als jene der Versagenszeiten auf. Dies bedeutet, dass die Initiierungszeiten bei kleiner werdenden Belastungen einen immer kleiner werdenden Anteil an der Versagenszeit haben. Dieser Zusammenhang wurde auch von Altstädt bei Versuchen an Polymethylmethacrylat (PMMA) gefunden (Altstädt, 2005). Der Grund dafür liegt höchstwahrscheinlich in der Höhe der Belastung, da es bei höheren Belastungen nahe am Zäh/Spröd-Übergang bereits sehr bald nach der Rissinitiierung zum duktilen Restbruch kommt, wobei bei niedrigeren Belastungen das Risswachstum mehr Zeit in Anspruch nimmt bevor der duktile Restbruch eintritt.



**Abb. 4.12:** Rissinitiiierungs- und Zeitstandkurven der untersuchten PE-Werkstoffe.

Die Ergebnisse in Abb. 4.12 entsprechen den Erwartungen, denn das am rissbeständigsten eingestufte Material PE100+ zeigt die längsten Versagenszeiten. Die Zeitstandfestigkeit sinkt entsprechend der Werkstoffgeneration über PE100-A-Ch1 zu PE80-A ab, der Blasformtyp PE-BF versagt am schnellsten. Ein deutlicher Unterschied in den Zeitstandfestigkeiten ergibt sich aus dem Vergleich von PE100-A-Ch1 mit PE100-B, der wiederum auf die Verwendung von PE100-B als Spritzgusswerkstoff zurückzuführen ist. Vergleicht man die Zeitstandkurven mit den Ergebnissen der Risskinetik, so zeigt sich dass die Versagenszeiten eine deutlich sensiblere Rankingmethode darstellen.

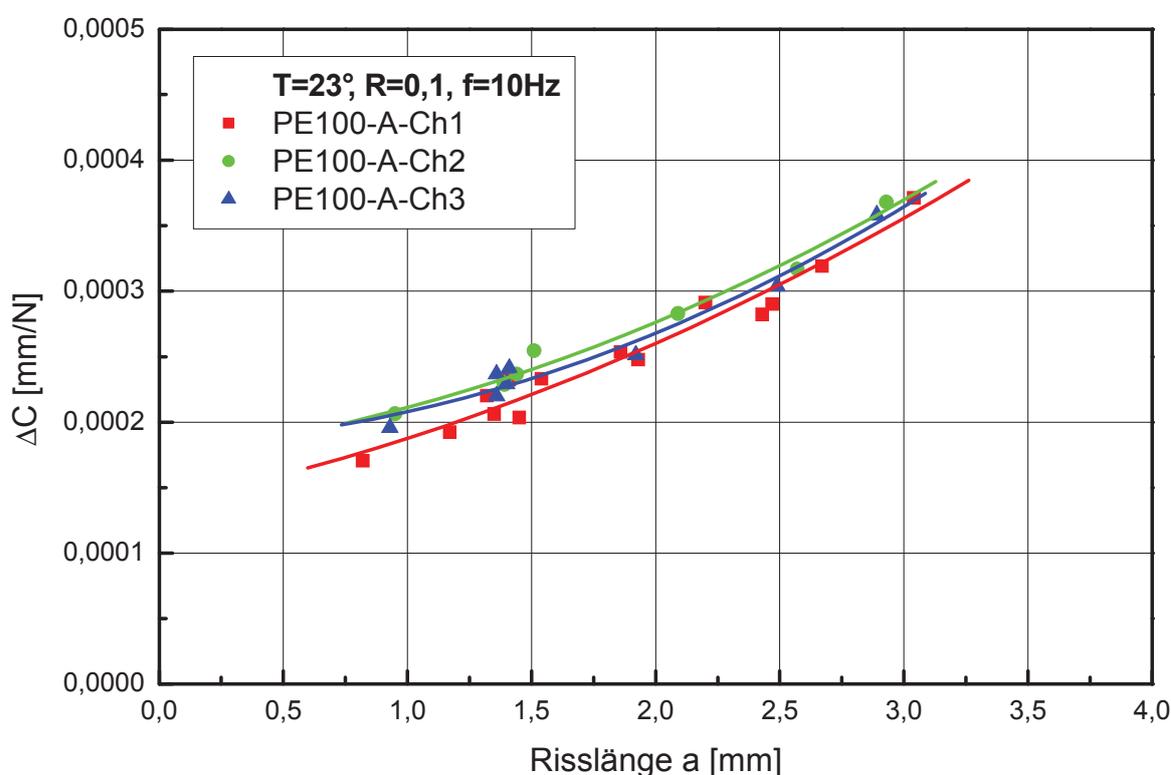
Führt man das Werkstoffranking nicht über die Versagenszeiten sondern über die deutlich kürzeren Rissinitiiierungszeiten durch, so erhält man das gleiche Ranking bezüglich der Materialklassen. Dies dürfte ein Hinweis dafür sein, dass ähnliche Mechanismen für Rissinitiiierung und Risswachstum verantwortlich sind. In der Literatur sind nur sehr wenige Arbeiten über die Rissinitiiierung vor-

handen, weshalb ausführlichere Untersuchungen auf diesem Gebiet empfohlen werden.

#### 4.5 Ergebnisse verschiedener Chargen von PE-100

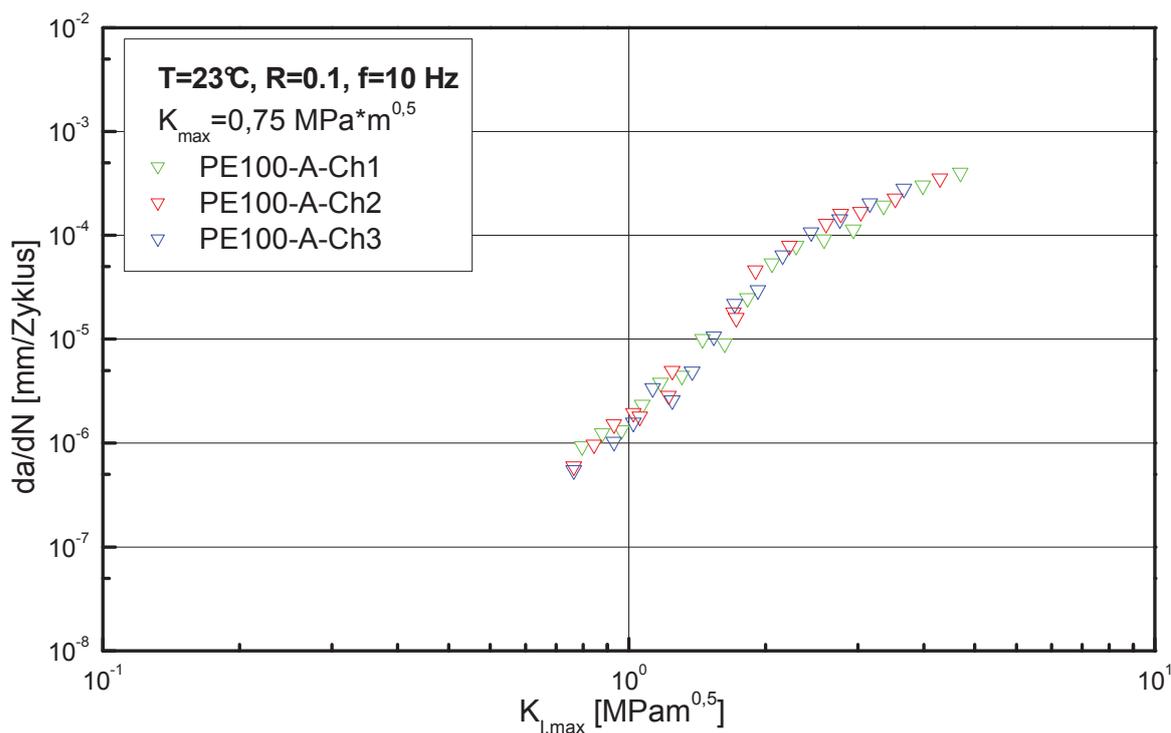
Für die PE100 Werkstoffgruppe wurden Messungen an drei unterschiedlichen Chargen (PE100-A-Ch1, -Ch2, -Ch3) durchgeführt um die Sensibilität dieser Messmethode bezüglich produktionsbedingter Werkstoff-Qualitätsschwankungen zu untersuchen. Die drei verschiedenen Chargen wurden so gewählt, dass die bei der Herstellung des Materials zugelassenen Toleranzen in beiden Richtungen erreicht wurden. Das bedeutet, dass eine Charge an der oberen Toleranzgrenze, eine an der unteren Toleranzgrenze und eine in einem beliebigen Bereich liegt.

In Abb. 4.13 sind die drei Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven der unterschiedlichen Chargen dargestellt. Diese liegen sehr eng beisammen und weisen beinahe die gleiche Steigung auf, wodurch sich keine signifikanten Unterschiede in den Polynomen, welche zur Ermittlung der Risskinetik dienen, ergeben.



**Abb. 4.13:** Streuung der Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven eines PE100 Rohrwerkstoffs bedingt durch Chargeneinfluss.

Abbildung 4.14 zeigt die Rissskinetik des PE100-Werkstoffes für die drei verschiedenen Chargen. Die Verläufe der Risswachstumsgeschwindigkeiten weisen für alle drei Chargen den gleichen Verlauf auf. Da weder Abweichungen nach links, in Richtung kürzerer, noch nach rechts zu höheren Geschwindigkeiten zu erkennen sind, ist ein produktionsbedingter Einfluss von Chargenvariationen auf die Rissskinetik nicht feststellbar.

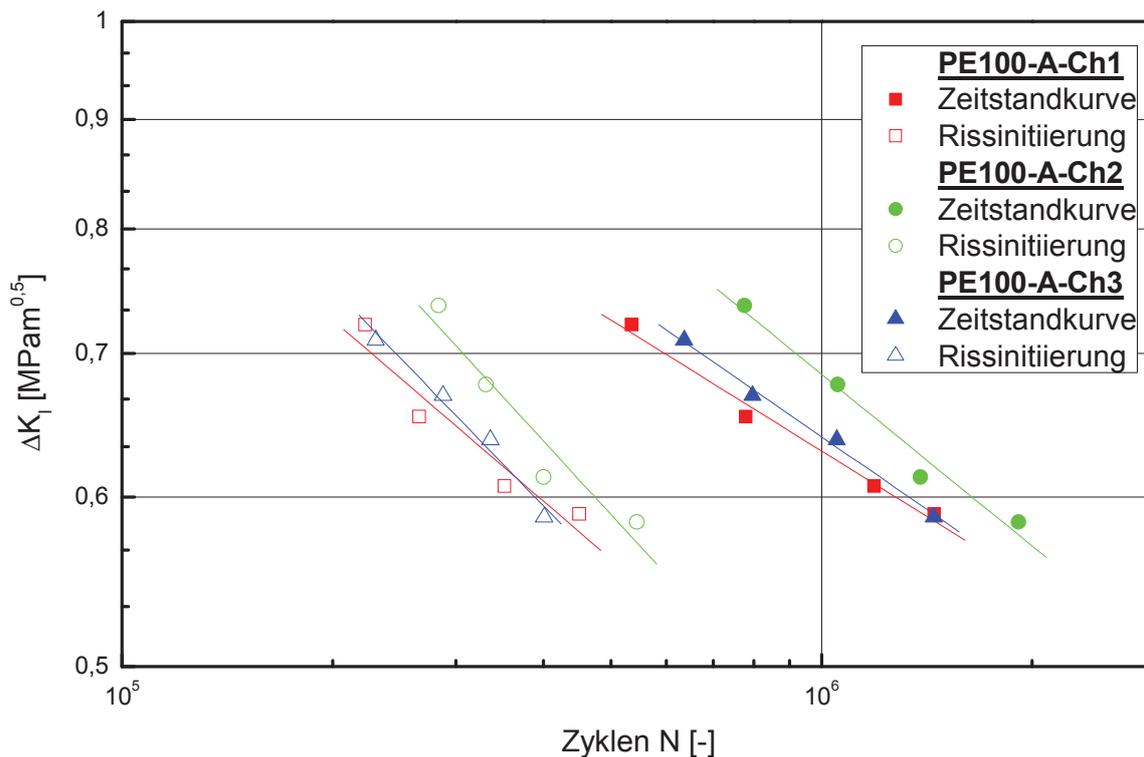


**Abb. 4.14:** Rissskinetikkurven unterschiedlicher PE100 Chargen.

Ein Einfluss der unterschiedlichen Chargen bei dem untersuchten PE100 Rohrwerkstoff lässt sich allerdings bei den in Abb. 4.15 dargestellten Rissinitiations- und Zeitstandkurven erkennen. Sowohl bei der Betrachtung der Rissinitiation als auch des Versagens ist feststellbar, dass die Charge PE100-A-Ch2 deutlich längere Zyklenzahlen aufweist. Zwischen Material PE100-A-Ch1 und –Ch3 sind nur geringe Unterschiede feststellbar. Ein Materialranking für diesen Fall ergibt, dass es sich bei PE100-A-Ch2 um die beste Charge handelt.

Der Unterschied zwischen den Chargen ist bei der Versagenszeit größer als bei der Initiationszeit. Entgegen den übereinstimmenden Verläufen der Rissskinetik in Abb. 4.14 weist dies darauf hin, dass die Unterschiede nicht nur in der Rissinitie-

nung sondern auch im Risswachstum bestehen. Die Risskinetikkurven sind demnach nicht sensibel genug um geringfügige Unterschiede zwischen Materialien oder sogar Chargenschwankungen zu detektieren. Der Grund dafür liegt im, für PE typischen Mechanismus des Risswachstums mit ausgeprägten Halteeffekten, der eine Unterscheidung von Materialien mit nur geringfügigen Unterschieden im Risswachstumsverhalten erschwert (Haager, 2006).



**Abb. 4.15:** Rissinitierungs- und Zeitstandkurven der untersuchten PE100 Chargen.

## 5 Zusammenfassung

Die Bestimmung von zyklischen Versagenszeiten an CRB-Prüfkörpern hat sich als sensible Rankingmethode für PE-Rohrwerkstoffe bereits bewährt. Da die optische Messung der Risskinetik aufgrund des asymmetrischen Risswachstums und der Prüfkörpergeometrie problematisch ist, wurde in dieser Arbeit eine Methode entwickelt, mit welcher die Messung der Risskinetik im CRB-Prüfkörper möglich ist.

Mit dem Einsatz von drei gleichmäßig verteilten Extensometern wurde die Rissöffnung bei Prüfkörpern mit unterschiedlichen Kerbtiefen gemessen und daraus eine Nachgiebigkeits-Kalibrierkurve erstellt. Auf Basis dieser Kalibrierkurve und dem Zusammenhang zwischen Prüfkörpernachgiebigkeit und Risslänge war es möglich, die Risskinetik anhand eines einzelnen Versuches zu bestimmen.

Die Anwendung von drei Extensometern verstärkt zusätzlich die Sensibilität hinsichtlich der Messung der Rissinitiierung. Es wurde gezeigt, dass ein Materialranking auf Basis der Rissinitiierung bei wesentlich geringeren Versuchszeiten zu den gleichen Ergebnissen führt, wie ein Ranking auf Basis der Versagenszeit. In dieser Arbeit wurden Materialien vom Typ PE80, PE100 und PE100+ sowie ein Blasformtyp untersucht. Beim PE100 Material wurden zusätzlich unterschiedliche Chargen geprüft, um die Sensibilität hinsichtlich geringfügiger Materialänderungen zu evaluieren.

Ein Ranking der Materialtypen ergab, dass der Blasformtyp am schnellsten versagte, während die Rohrtypen von PE80 über PE100 zu PE100+ höhere Standzeiten aufwiesen. Die Chargenvariationen des PE100 zeigten sowohl bei den Rissinitiierungs- als auch den Versagenszeiten Unterschiede, was die hohe Sensibilität der zyklischen Versuche an CRB-Prüfkörpern vergangener Arbeiten bestätigt. Ebenso wurde bestätigt, dass die Rissinitiierungszeiten, vor allem bei geringen Belastungen, einen wesentlichen Anteil an der Gesamtversagenszeit einnehmen, weshalb an dieser Stelle vertiefende Arbeiten auf dem Gebiet der Rissinitiierung empfohlen werden.

Anhand der Risskinetik wurden vor allem bei niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren Unterschiede zwischen den verschiedenen PE-Klassen gemessen. Ein Ran-

king der Materialtypen auf Basis der Rissskinetik zeigte, dass der Blasformtyp am wenigsten rissbeständig war, während die Rohrtypen entsprechend ihrer Klassifizierung von PE80 über PE100 zu PE100+ einen verbesserten Risswachstumswiderstand aufwiesen. Geringe Materialunterschiede wie z.B. Chargenschwankungen, waren über die Rissskinetik jedoch nicht erkennbar.

## 6 Literatur

*Anderson, T. L.* (2005), "Fracture Mechanics - Fundamentals and Applications", 3. Ed., CRC-Press, Boca Raton, Florida, USA.

*Balika, W.* (1997), "Bruchmechanische Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens von PE-HD", Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

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

*Balika, W., Pinter, G., Choi, B., Lang, R.W.* (2004), in Proc. "ANTEC 2004", 4028-4032, Society of Plastics Engineers, Chicago, Illinois, USA.

Van der Grinten, F., Wichers-Schreur, P. W. M. (1996), *Plastics Rubber and Composites Processing and Applications*, 25, 294-298.

*Bäckmann, M., Lind, C.* (2002), *3R International* 41, 191.

*Barker, M. B., Bowman, J. A., Bevis, M.* (1983) *Journal of Material Science* 18, 1095-1118.

*Brown, N., Lu, X.* (1995), *Polymer* 35, 543.

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

*Chudnovsky, A.* (2004) in Proc. "ANTEC 2004", 3962-3965, Society of Plastic Engineers, Chicago, Illinois, USA.

*Chudnovsky, A., Shulkin, J.* (1999) *International Journal of Fracture* 97, 83-102.

*Chung S., Kim J. D., Toro M., Vibien P, Oliphant K.* (2004) in Proc. "ANTEC 2004", Society of Plastics Engineers, Chicago, Illinois, USA.

*DesLauriers, P. J., McDaniel, M. P., Rohlfing, D. C., Krishnaswamy, R. K., Secora, s. J., Maeger, P. L., Benham, E. A., Wolfe, A. R., Sukhaida, A. M., Beaulieu, W. M.* (2005), in Proc. „Antec 2005“, Society of Plastics Engineers, Boston, Massachusetts, USA.

*Egan, B. J., Delatycki, O.* (1995), *Journal of Material Science* 30, 3351-3357.

*Ehrenstein, G. W.* (1999), *Polymer-Werkstoffe*, Hanser, München, Deutschland.

*Eyerer, P., Elsner, P., Hirth, T.* (2005), *Die Kunststoffe und Ihre Eigenschaften*, Springer Verlag, Deutschland.

*Favier, V., Giroud, T., Srijko, E., Hiver, J. M., Gsell, C. G., Hellincks, S., Goldberg A. (2002), "Slow Crack Propagation in Polypropylen under Fatigue and Controlled Stress Intensity", Polymer 43.*

*Fleißner, M. (1998), Polymer Engineering and Science 38, 330.*

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

*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.*

*Hertzberg, R. W. (1989), Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, John Wiley & Sons, New York.*

*Hertzberg, R. W. (1980), Fatigue of Engineering Plastics, Academic Press, New York, USA.*

*Hessel, J. (2001), 3R International 40, 178 und 360.*

*Hiesch, T. (2005), "Charakterisierung des spröden Risswachstums in Polyethylen-Rohrwerkstoffen mit beschleunigten Prüfmethode", Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.*

*Ifwarson, M. (1989), Kunststoffe 79, 525.*

ISO 12162 (1995), "Thermoplastics Materials for Pipes and Fittings for Pressure Applications – Classifications and Designation – Overall Service (Design) Coefficient".

*Jansen, N., Lecht, R., Wernicke, K. (1996), Kunststoffe 86, 8.*

*Janson, L-E. (2003), Plastics Pipes for Water Supply and Sewage Disposal, Borealis, Stockholm, Schweden.*

*Kausch, H. H. (1987), Polymer Fracture, Springer Verlag, Berlin, Deutschland.*

*Kinloch, A. J., Young, R. J. (1983), in "Fracture Behaviour in Polymers", Applied Science Publisher Ltd, London, England.*

*Krishnaswamy, R. K. (2005) in Proc. „Antec 2005“, 3157-3161, Society of Plastics Engineers, Boston, Massachusetts, USA.*

*Lackner, R. (2004), "Anwendbarkeit Bruchmechanischer Methoden zur Charakterisierung von Polyethylen Rohrwerkstoffen", Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.*

*Lang, R. W., Balika, W., Pinter, G.* (2004), in „The Application of Fracture Mechanics to Polymers, Adhesives and Composites“, (Moore, D. R., ed.), ESIS Publication 33, 83-92, Elsevier Science Ltd. and ESIS, Oxford, England.

*Lang, R. W.* (2002), „Bruchmechanik der Kunst- und Verbundwerkstoffe“, Vorlesungsskriptum, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

*Lang R. W., Stern A., Dörner G.* (1997), Die angewandte makromolekulare Chemie 247, 131-137.

*Lang, R. W.* (1984), „Applicability of Linear Elastic Fracture Mechanics to Fatigue in Polymers and Short-Fiber Composites“, Dissertation, Lehigh University, Bethlehem, Pennsylvania, USA.

*Lu, X., Brown, N.* (1991), „Journal of Material Science 26“, 917.

*Lu, X., Quian, R., Brown, N.* (1991), „Discontinuous Crack Growth in Polyethylene under a Constant Load“, Journal of Material Science 26.

*Lustiger, A., Ishikawa, N.* (1991), Journal of Polymer Science – Part B: Polymer Physics 29, 1047-1055.

*Lustiger, A.* (1986), in „Failure of Plastics“, (Browstow, W. And Corneliusen, R. D., ed.), 305-329, Hanser Publisher, Munich, Germany.

*Parsons, M., Stepanov, E. V., Hiltner, A., Baer, E.* (2000), Journal of Material Science 35, 1857-1866.

*Pinter, G., Hagge, M., Balika, W., Lang, R. W.* (2007), „Cyclic Crack Growth Tests with CRB-Specimens for the Evaluation of the Long-Term Performance of PE-Pipe Grades“, Polymer Testing Vol. 26, Issue 2, 700-710.

*Pinter, G., Lang, R. W.* (2004), in „The Application of Fracture Mechanics to Polymers, Adhesives and Composites“, (Moore, D. R., ed.), ESIS Publication 33, 47-54, Elsevier Science Ltd. and ESIS, Oxford, England.

*Pinter, G., Balika, W., Lang, R. W.* (2002), in „Temperature-Fatigue Interaction“, (Remy, L. and Petit, J., ed.), ESIS Publication 29, 267-275, Elsevier Science Ltd. And ESIS, Amsterdam.

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

*Plummer, C. J. G., Goldberg, A., Ghanem, A.* (2001), Polymer 42, 9551.

*Saxena, A., Hudak, S. J.* (1978), International Journal of Fracture, Vol. 14, No. 5, 453-468

*Scholten, F. L., Rijpkema, H. J. M.* (1992), in Proc. "Plastics Pipes VIII", C2/4, The Plastics and Rubber Institute, Koningshof, Netherlands.

*Sehanobish, K., Moet, A., Chudnovsky, A., Petro, P. P.* (1985), Journal of Material Science Letters 4, 890-894.

*Soares, J. B. P., Abbott, R. F., Kim, J. D.* (2000), Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics 38, 1267-1275.

*Williams, J. G.* (1987), Fractur Mechanics of Polymers, Ellis Horwood Limited, Chichester.

*Wright, D. C.* (1996), Environmental Stress Cracking of Plastics, Rapra Technology Limited, Shawbury, England.

*Zhou, W., Chudnovsky A., Sehanobish, K.* (2005) in Proc. "ANTEC 2003", Society of Plastic Engineers, Nashville, Tennessee, USA.

*Zhou, Y. Q., Brown, N.* (1991), Journal of Polymer Science 30, 477.

## 7 Anhang

### Vergleich der Rissöffnungs- und Nachgiebigkeitsverläufe

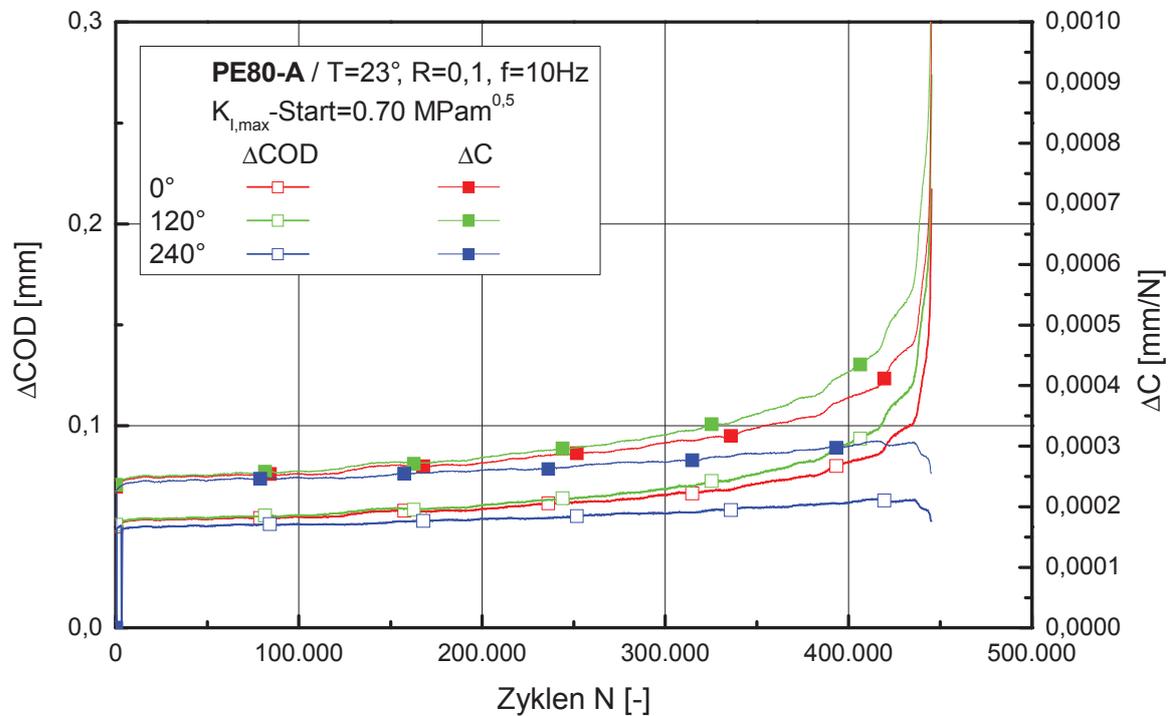


Abb.7.1: Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE80-A.

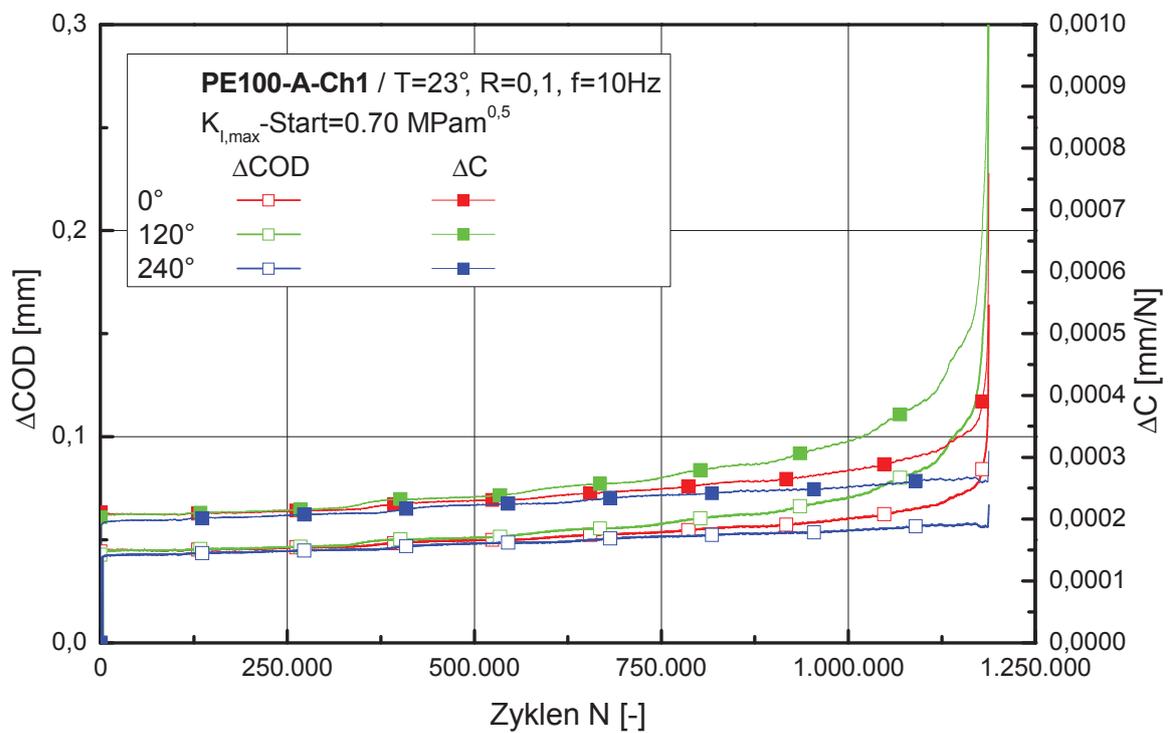
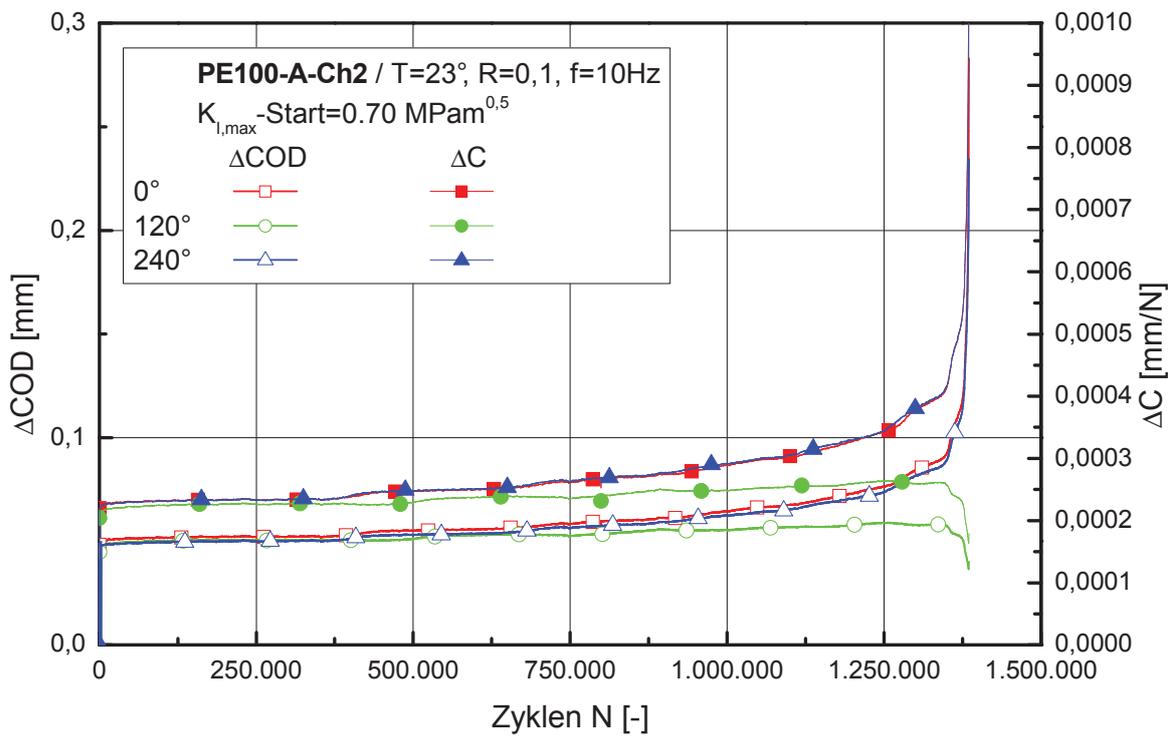
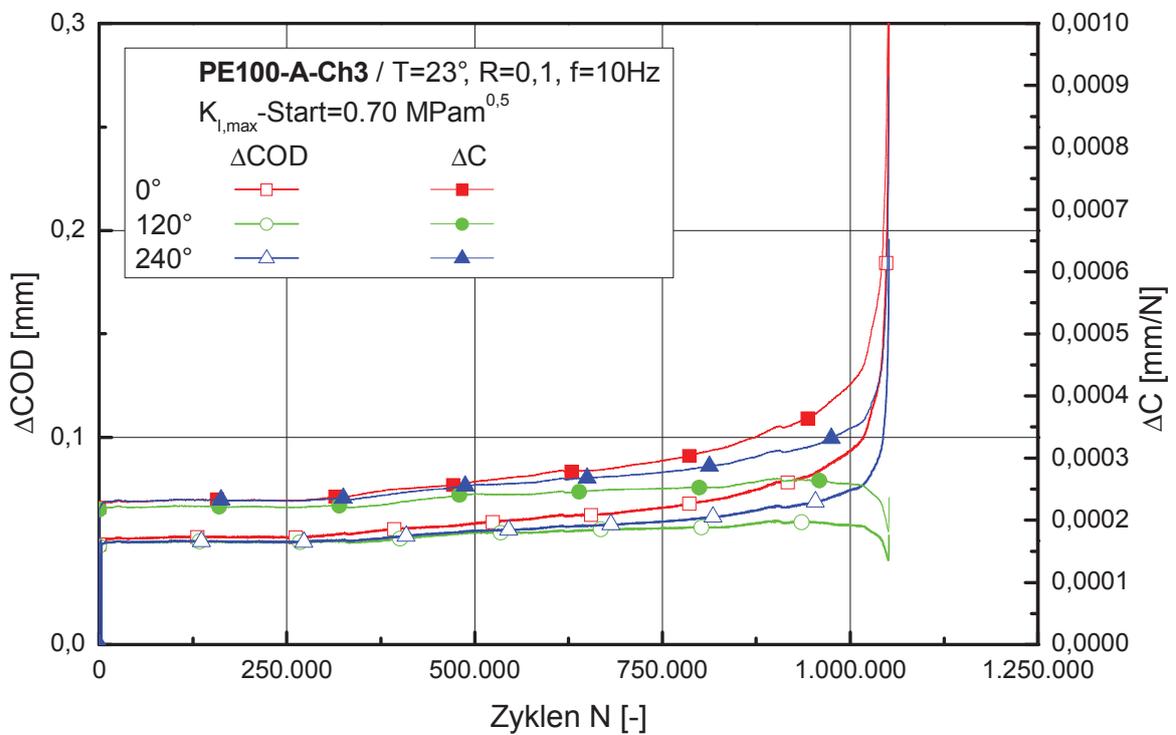


Abb. 7.2: Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE100-A-Ch1.



**Abb. 7.3:** Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE100-A-Ch2.



**Abb. 7.4:** Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE100-A-Ch3.

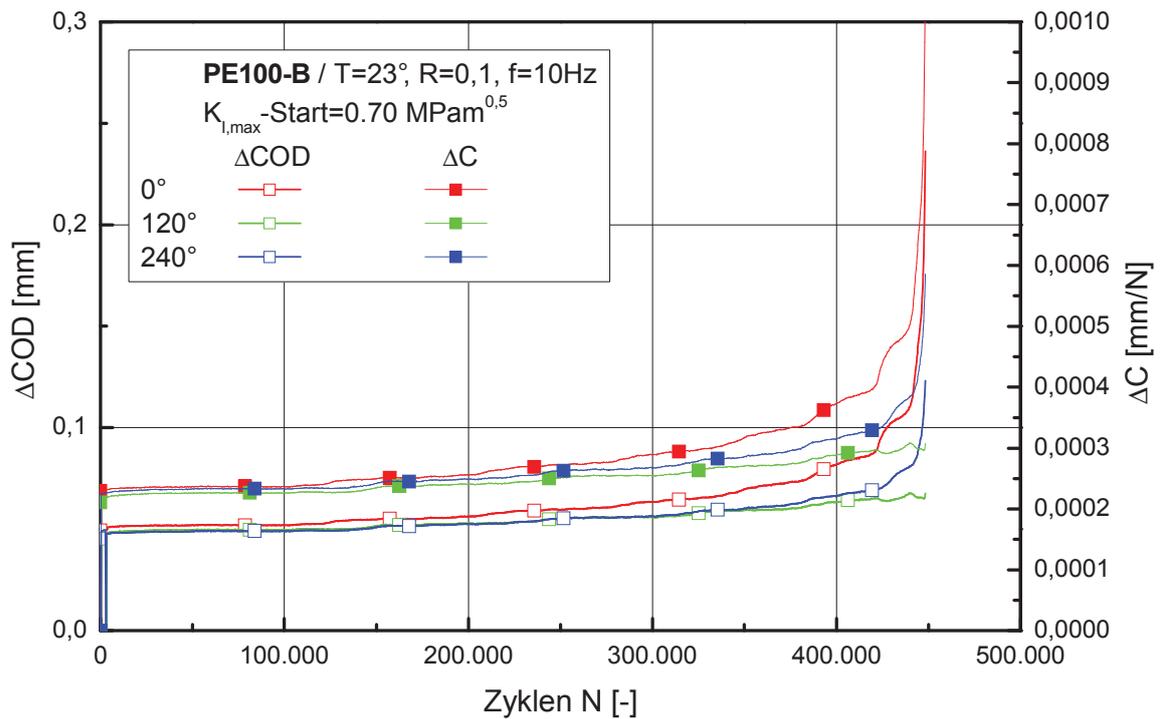


Abb. 7.5: Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE100-B.

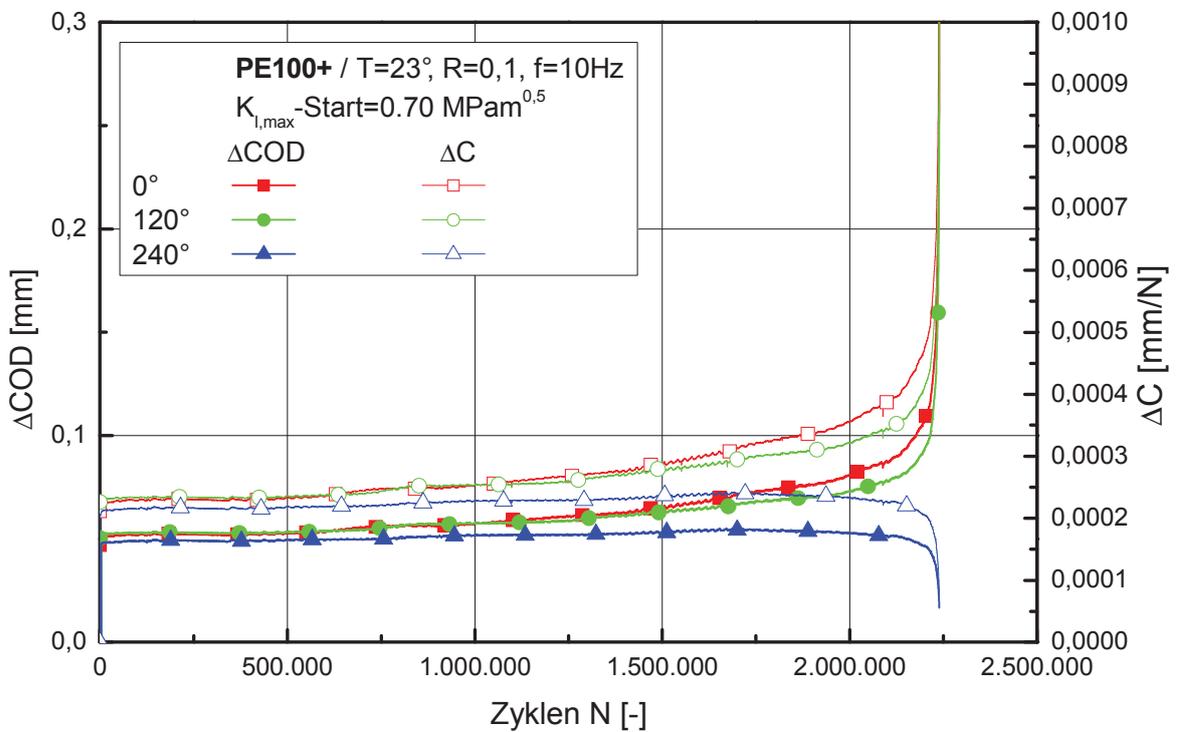
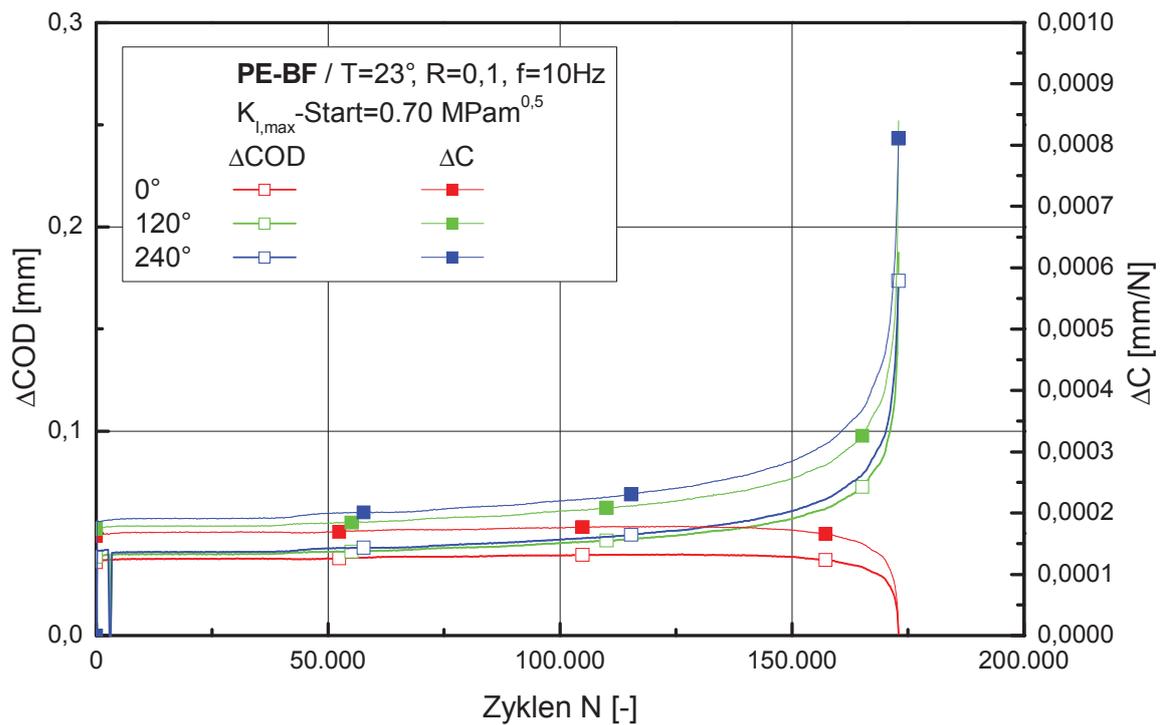
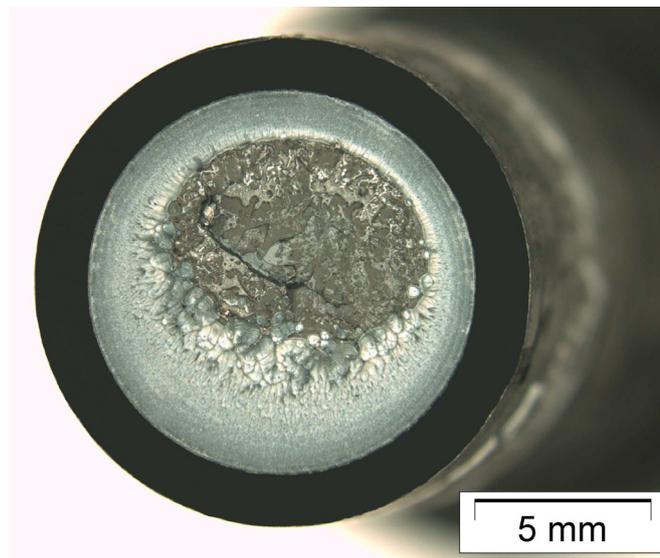


Abb. 7.6: Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE100+.

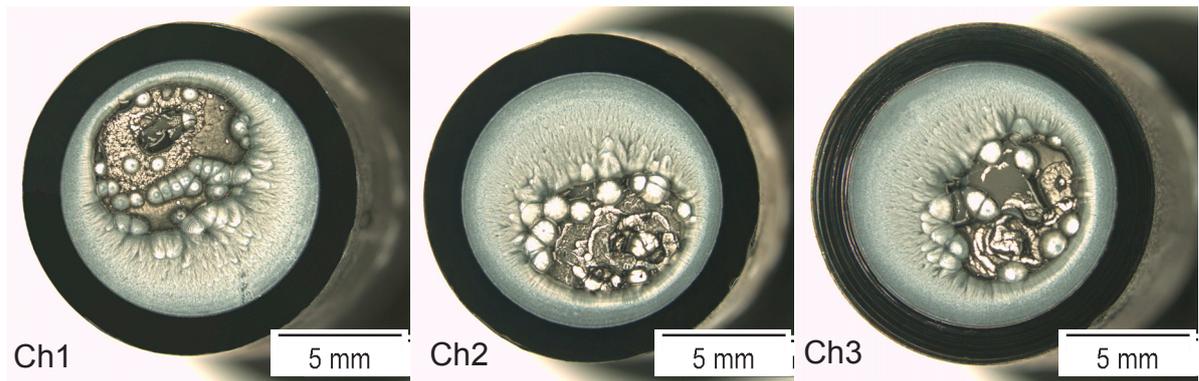


**Abb. 7.7:** Rissöffnung und Nachgiebigkeit von PE-BF.

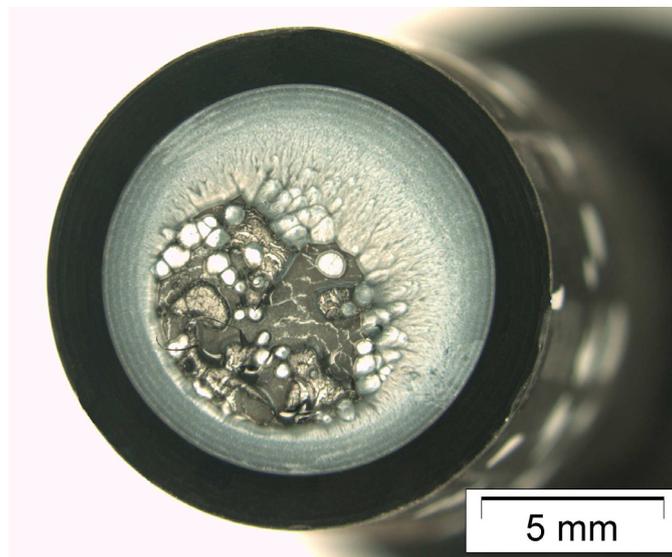
### Vergleich der Bruchoberflächen



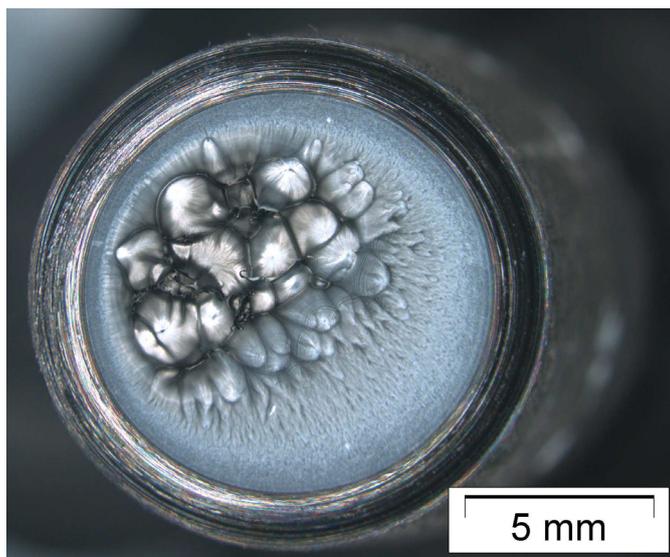
**Abb. 7.8:** Bruchoberfläche von PE80-A mit gut erkennbaren Haltelinien



**Abb. 7.9:** Bruchoberflächen der drei unterschiedlichen Chargen von PE100-A.

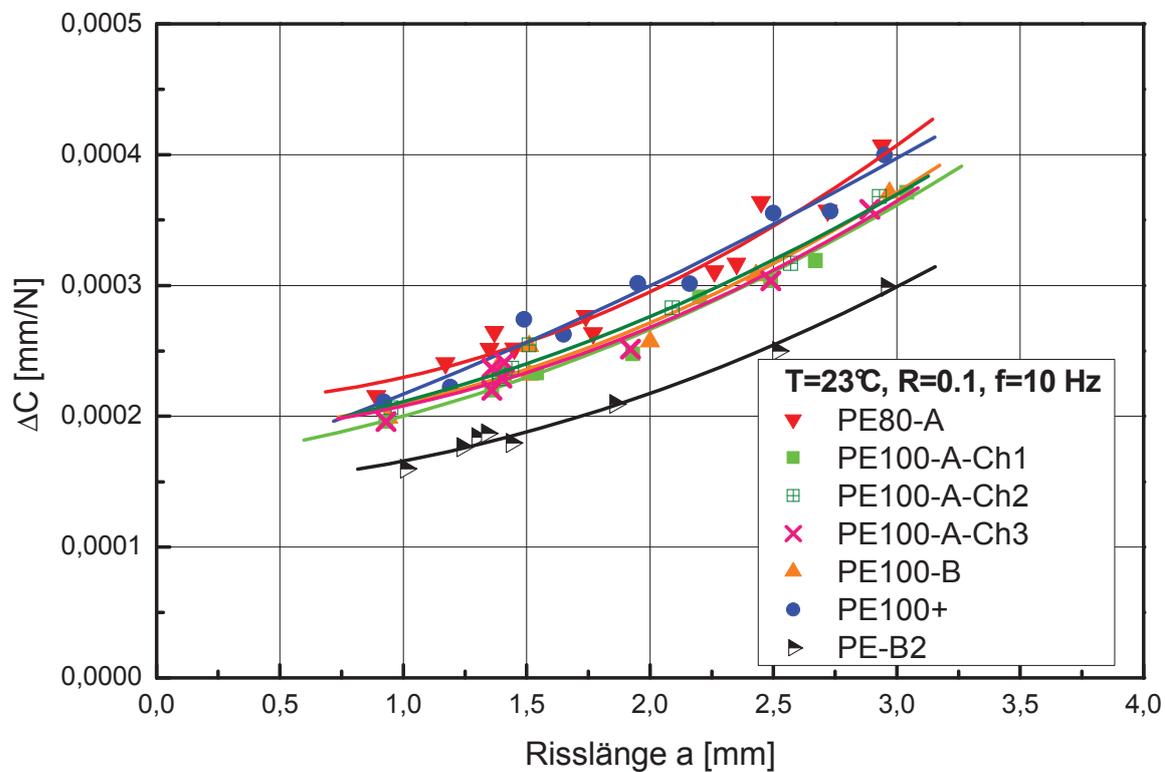


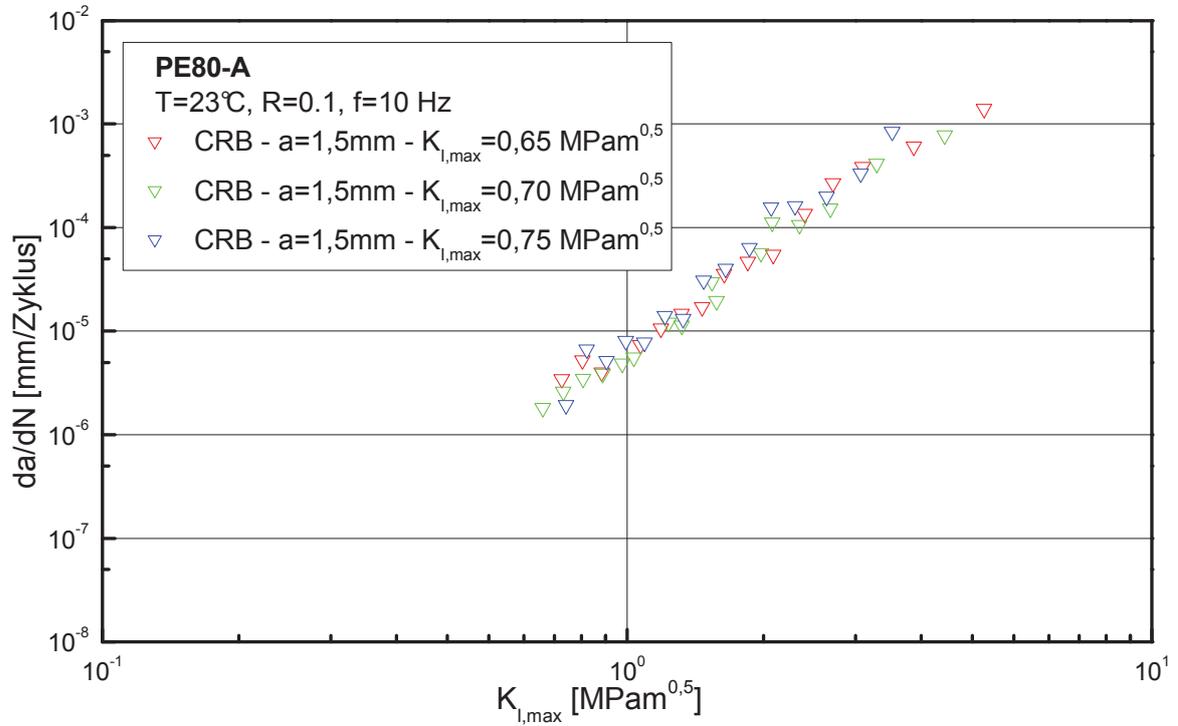
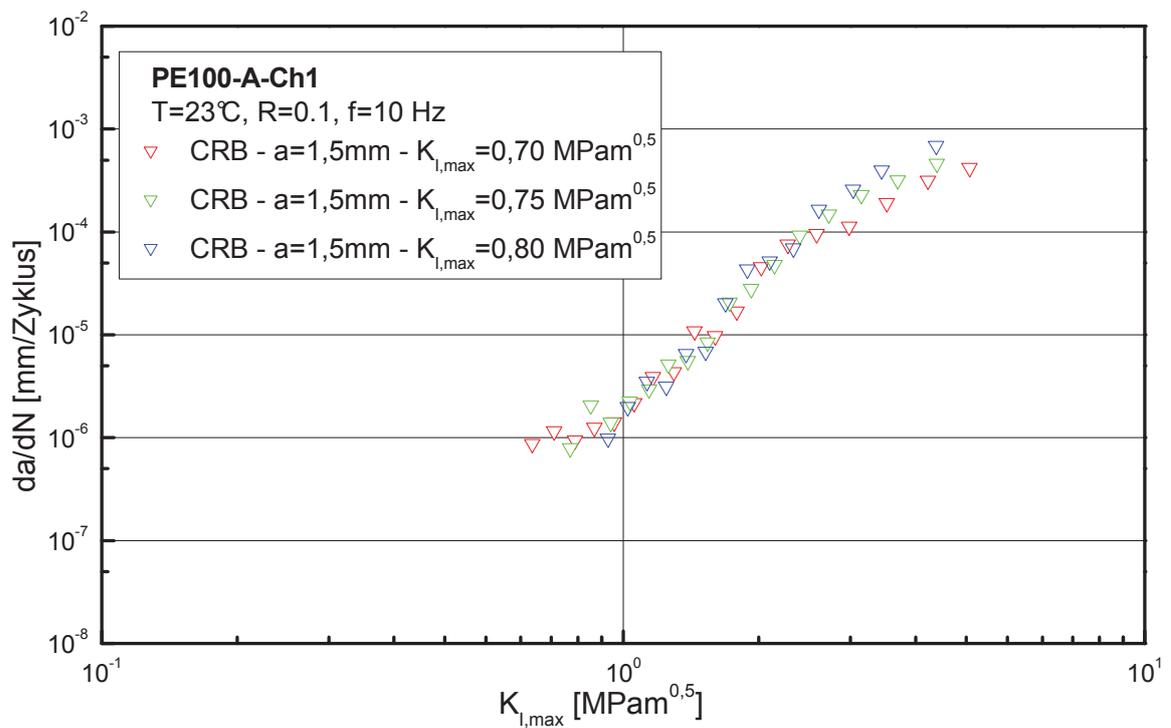
**Abb. 7.10:** Bruchoberfläche von PE100-B mit gut erkennbaren Haltelinien.

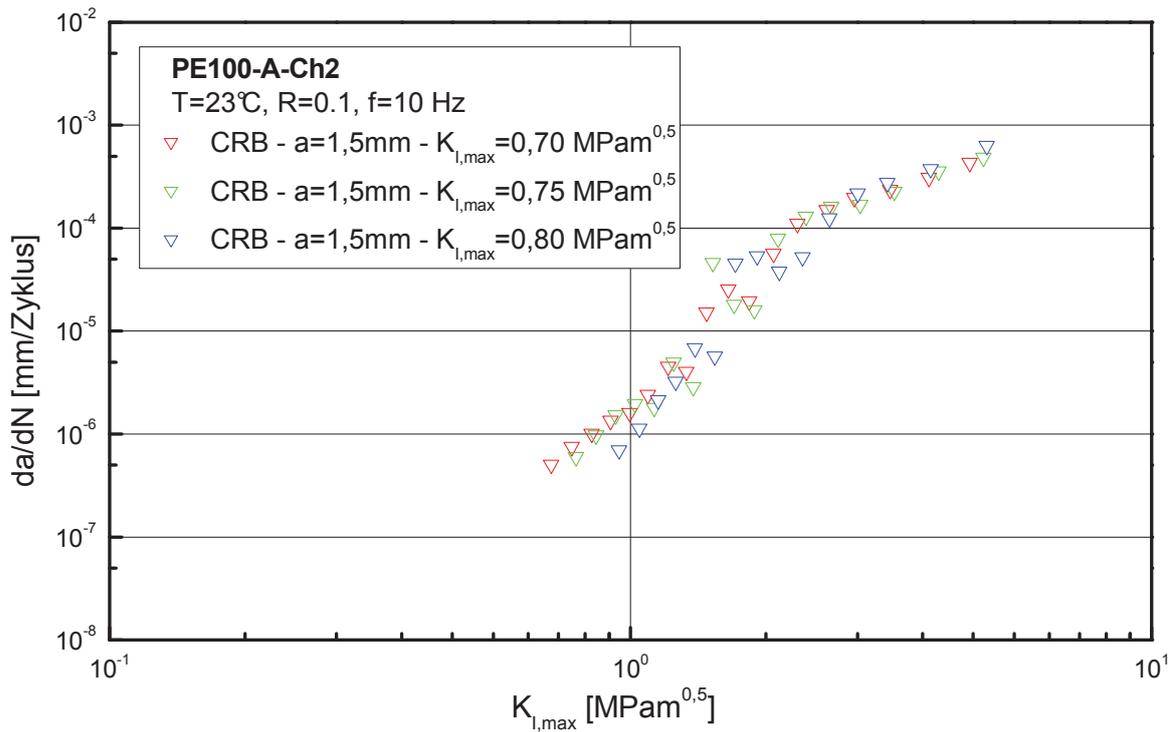


**Abb. 7.11:** Bruchoberfläche von PE100+.

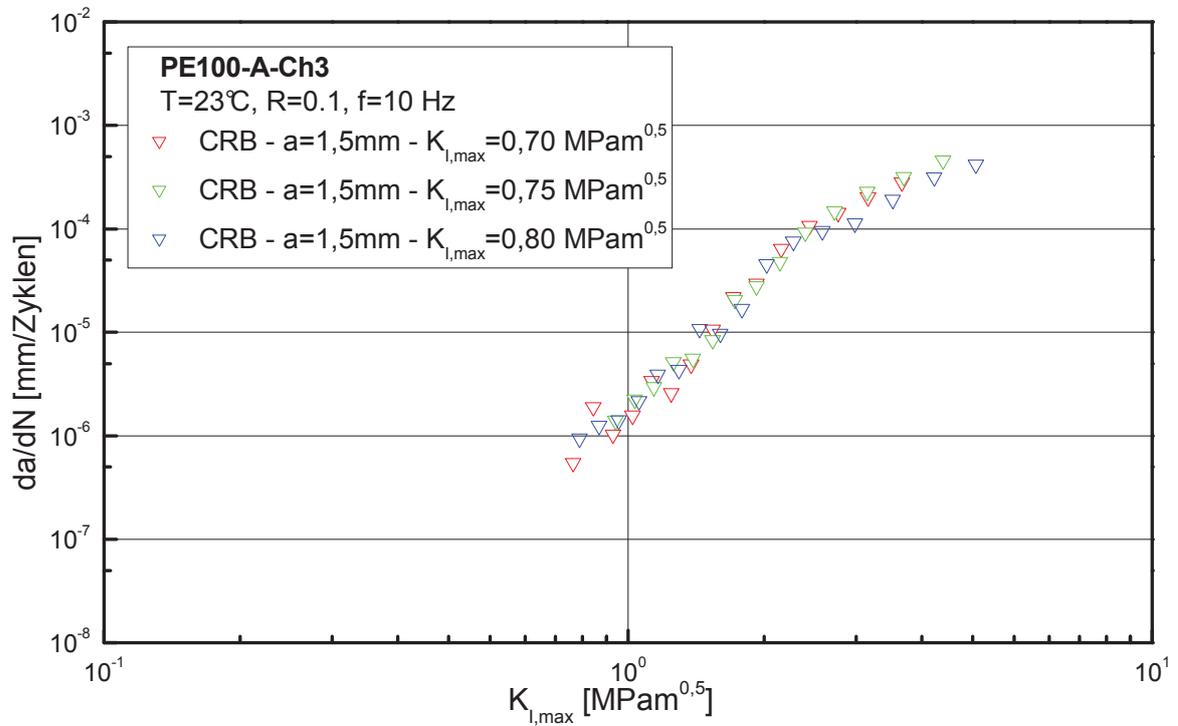
Da es sich bei PE-BF um einen weißen Werkstoff handelt, kann mit dem zur Verfügung stehenden Mikroskop keine anschauliche und aufschlussreiche Abbildung bezüglich der Haltelinien auf der Bruchoberfläche erzeugt werden. Jedoch ist davon aus zu gehen, dass diskontinuierliches Risswachstum auch bei diesem Material vorhanden ist.

**Nachgiebigkeitskalibrierkurven der untersuchten Werkstoffe****Abb. 7.12:** Nachgiebigkeits-Kalibrierkurven der untersuchten PE-Werkstoffe.

**Vergleich der Rissskinetikkurven****Abb. 7.13:** Rissskinetikkurven von PE80-A.**Abb. 7.14:** Rissskinetikkurven von PE100-A-Ch1.



**Abb. 7.15:** Risskinetikkurven von PE100-A-Ch2.



**Abb. 7.16:** Risskinetikkurven von PE100-A-Ch3.

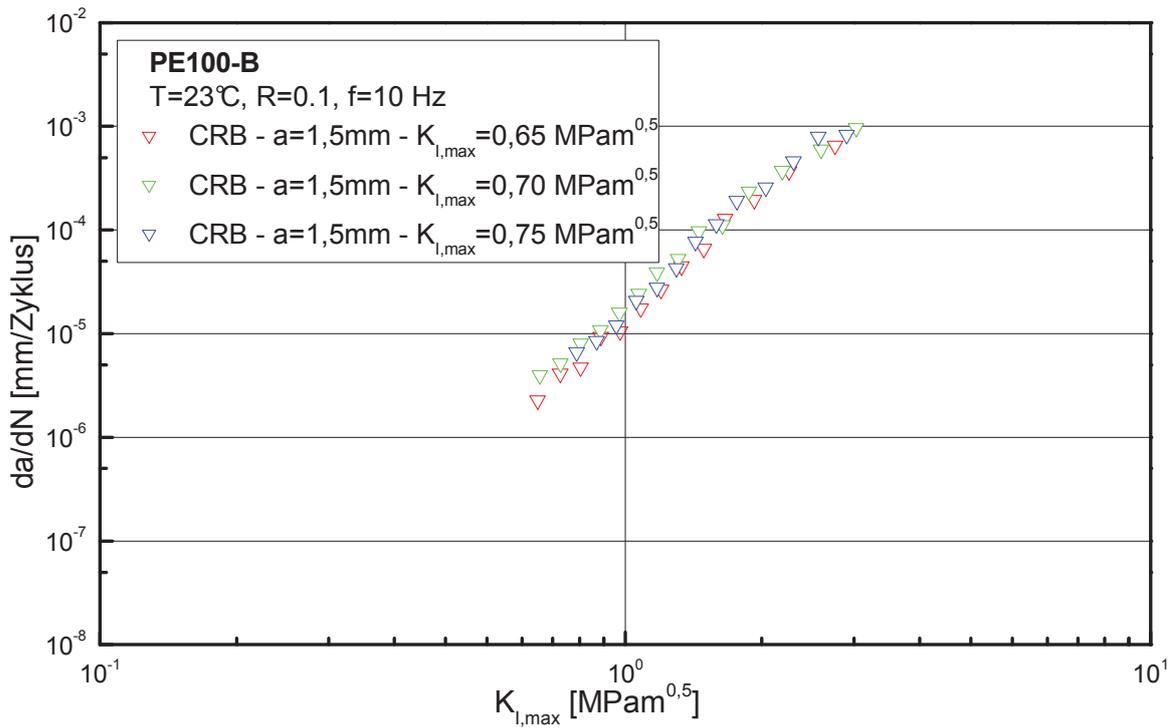


Abb. 7.17: Risskinetikkurven von PE100-B.

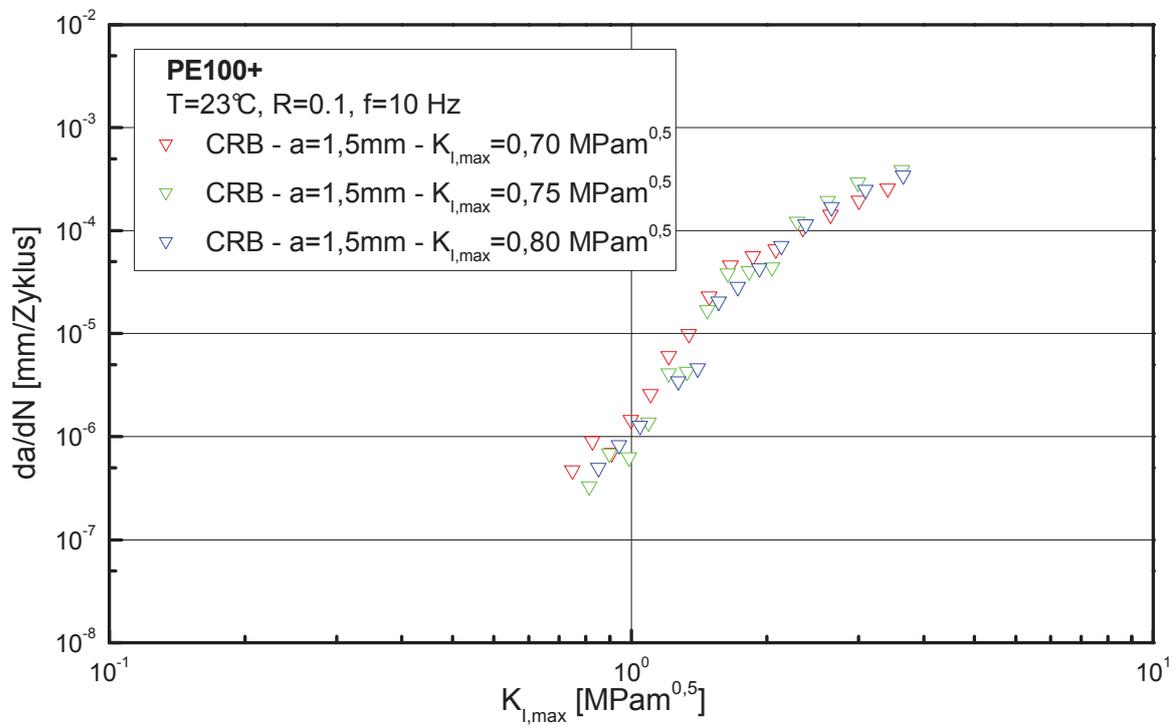
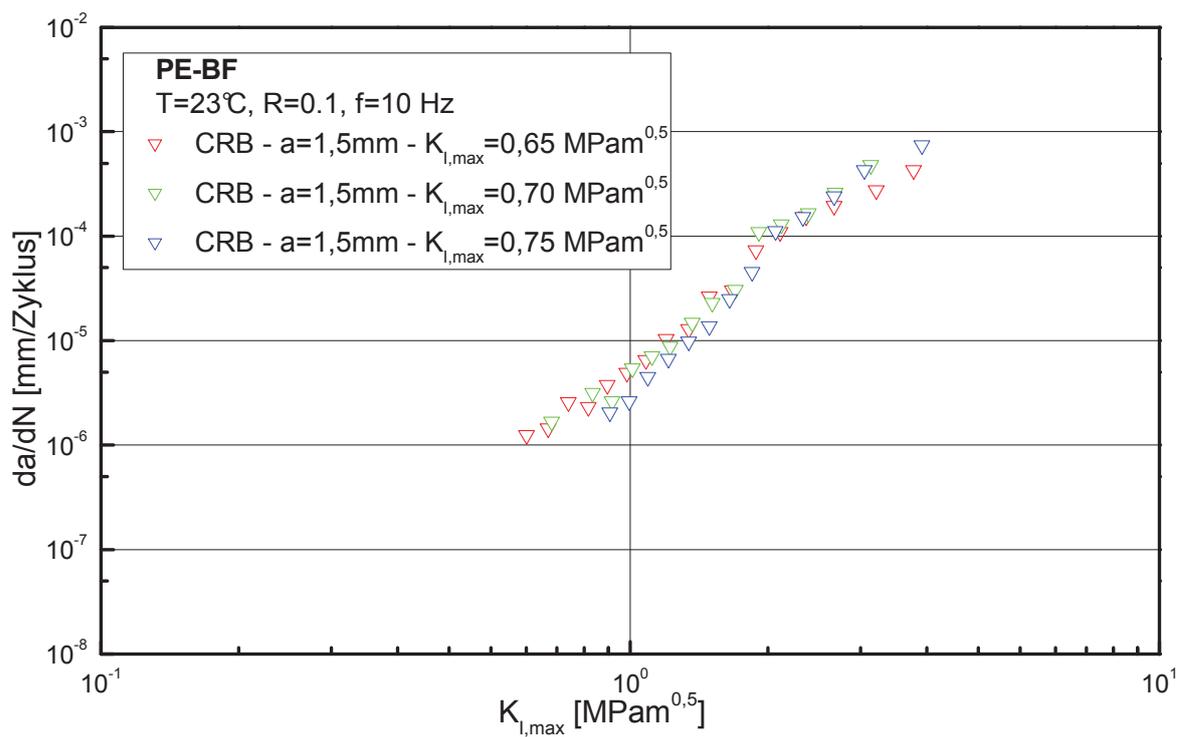


Abb. 7.18: Risskinetikkurven von PE100+.



**Abb. 7.19:** Risskinetikkurven von PE-BF.