

# Prüfmethoden zur Bestimmung der Beständigkeit von Druckrohrmaterialien PE100-RC gegen langsame Rissfortpflanzung

## Auf den Sprödbbruch kommt es an

Von James McGoldrick, Mats Bäckman, Markus Haager und Joachim Hessel

*Rohrleckagen durch Risse können eine langfristige Folge von Oberflächenkratzern, Kerben oder punktuellen Belastungen sein. Diese können beispielsweise durch Steine vor oder während der Verlegung entstehen. Die Widerstandsfähigkeit von PE-Druckrohrmaterialien gegen langsame Rissfortpflanzung steht daher an vorderster Stelle der Haltbarkeitsprüfungen. Neue, erhöht spannungsrisssbeständige Materialien erfordern dabei jedoch eine sorgfältige Wahl der geeigneten Prüfmethoden und Prüfparameter, um zuverlässige Aussagen zu erhalten.*

Polyethylen hat sich vor allem im Bereich der Trinkwasserversorgung als Material für robuste, flexible und kostengünstige Druckrohre bewährt. Gleichzeitig wurden wirtschaftlichere und umweltverträglichere Installationstechniken entwickelt, um alte Leitungen zu sanieren und neue Leitungen sandbettlos oder grabenlos zu verlegen (**Bild 1**). Dabei werden die Rohre stärker belastet, was Materialien mit erhöhter Spannungsrisssbeständigkeit voraussetzt. Und dies wiederum hält auch die Prüftechnologie in Bewegung. Denn je zäher das PE, desto geringer seine Neigung zum Sprödbbruch, dem Kernkriterium zum Ermitteln seiner Beständigkeit gegen langsame Rissfortpflanzung.

### Entwicklung der Rissfortpflanzungsversuche

Der Bell Telephone Test an gekerbten Materialproben in einer wässrigen Netzmittellösung bei erhöhter Temperatur stieß schon an seine Grenzen, als erhöht sprödbuchbeständige, bimodale HDPE-Werkstoffe auf den Markt kamen. Das Gas- und Wasserfach standardisierte daher anspruchsvollere Prüfmethoden, wie den Cone Test oder den Notched Pipe Test (NPT), um die Rissfortpflanzungsbestän-

digkeit an Rohrproben zuverlässiger messen und vergleichen zu können. Letzterer ist im Prinzip eine Druckprüfung an einer gekerbten Rohrprobe.

Das Dilemma aber wiederholt sich: Denn Rohre aus neuesten PE 100-Materialien, wie multimodalem BorSafe PE 100-RC (Resis-

tant to Cracking) von Borealis, zeigen selbst nach 18.000 Stunden NPT noch keinen Sprödbuch (**Bild 2**). Die Testdaten erlauben zwar eine Extrapolation der Werte auf 1,8 Millionen Stunden oder 205 Jahre als geschätzte Haltbarkeit eines SDR11-Rohrs mit vier Umfangskerben und unter einem Druck von 9,2 bar bei 20 °C. Doch das verfehlt den eigentlichen Sinn der Prüfung. Denn es liefert keine brauchbaren Vergleichsdaten für die Rissfortpflanzungsbeständigkeit gegenüber anderen Materialien und keine Messwerte als Voraussetzung für entsprechende Testreihen zur Validierung.

Die heute gängigsten Tests zur Prüfung der Beständigkeit von Rohrmaterialien gegen langsame Rissfortpflanzung lassen sich in zwei Gruppen einteilen:

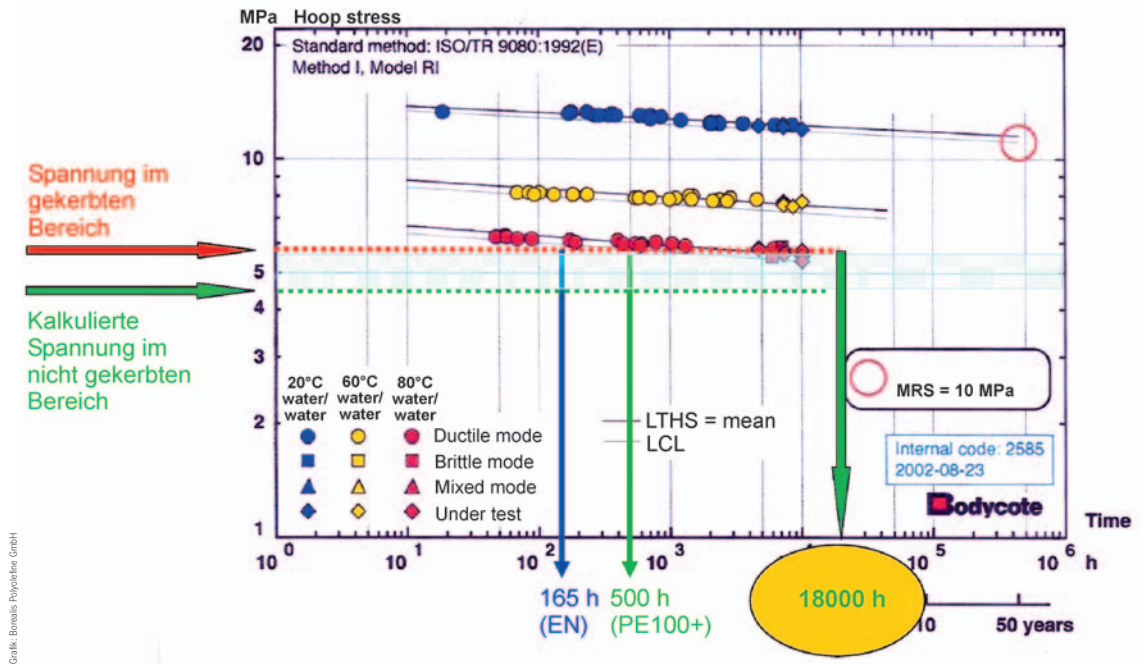
1. Tests ohne Netzmittellösung, wie der Pennsylvania Notch Test (PENT), der Cracked Round Bar (CRB) Test und der bereits angeführte NPT.

**Bild 1:** Neue Installationstechniken, wie die grabenlose Verlegung von Trinkwasserrohren, erfordern höher belastbare PE-Materialien mit zuverlässig nachweisbarer Beständigkeit gegen langsame Rissfortpflanzung



Foto: Agri-Kunststofftechnik GmbH

**Bild 2:** Regressionskurven für PE 100 im Vergleich zum Verhalten von Rohrproben aus BorSafe PE 100-RC im Notched Pipe Test



2. Tests mit Netzmittellösung an gekerbten oder ungekerbten Materialproben, wie der Full Notch Creep Test (FNCT), der 2 Notch Creep Test (2NCT, Kriechversuch mit zwei gegenüberliegenden Kerben) und der Point Loading Test (PLT oder Punktlastversuch), um nur einige zu nennen. Geprüft wird in den meisten Fällen unter mechanischer Belastung und erhöhter Temperatur.

Zu den erwähnenswerten neu entwickelten Prüfverfahren zählen der Plane Strain Grooved Tensile Test (PSGT) nach ASTM F2018, bei dem die Rohrprobe eine Nut oder Kerbe senkrecht zur Belastungsachse erhält, um den biaxialen Spannungszustand zu messen, sowie der beschleunigte Relaxations- und Endlastversuch (AREL) und der Notched Ring Test (NRT) an einer innenseitig gekerbten Rohrprobe.

### Eignung des FNCT für PE 100-RC

Da die Publicly Available Specification (PAS) 1075 zu PE-Rohren für alternative Verlegetechniken auch den FNCT vorschreibt, soll im Folgenden näher auf diesen Versuch eingegangen werden.

Es gehört zu den weit verbreiteten Trugschlüssen in der Kunststoffrohrindustrie, dass der FNCT gemäß ISO 16770 in 2% Arkopal N 100 bei 80 °C und unter einer Belastung von 4 N/mm<sup>2</sup> durchgeführt werden müsse. Die Norm besagt vielmehr, dass die Prüfbedingungen so zu wählen sind, dass ein Spröbruch herbeigeführt werden kann. Prüftemperatur, lastbedingte Spannung und Netzmittel sind also variable Parameter, die bei neueren Materialien mit erhöhter Spröbruchbestän-

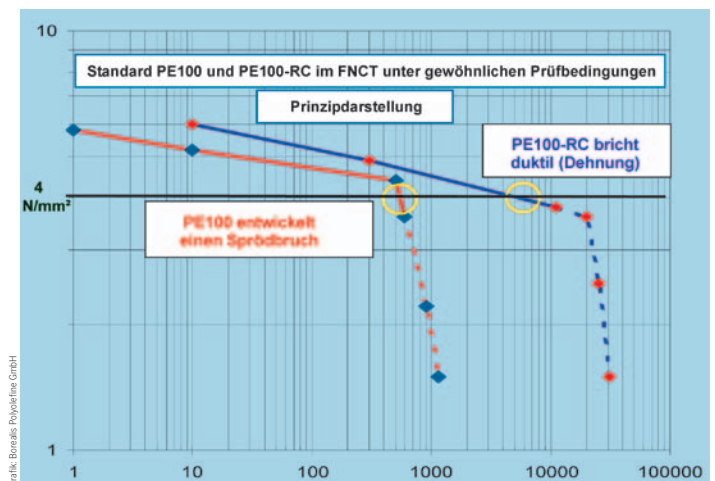
digkeit entsprechend angepasst werden sollten. Wenn die Zeit bis zum Versagen zu lange währt, könnte aufgrund der Dehnung der Proben außerdem Zählbruch (Dehnung des Probekörpers) entstehen und zu falschen Schlussfolgerungen führen. Als ideale Prüfzeit gelten einige Hundert Teststunden.

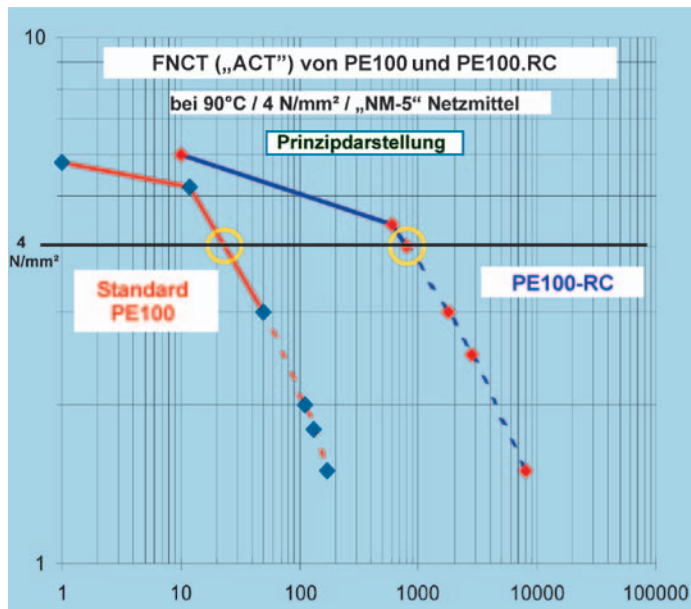
In Vergleichstests mit Standard-PE 100 und PE 100-RC schneiden letztere unter obigen Prüfbedingungen im FNCT zwar um den Faktor 10 besser ab (**Bild 3**). Es muss aber festgehalten werden, dass es dabei selbst nach 8.760 Stunden zu keinem Spröbruch kommt, so dass die Prüfkriterien der ISO 16770 zum Ermitteln der langfristigen Spannungsrisssbeständigkeit nicht erfüllt werden. Der numerische Wert für PE 100-RC ist hier primär eine Funktion der Steifigkeit des Materials. Das Verfahren ist daher zu modifizieren,

um eine beschleunigte Prüfung (Accelerated Creep Test, ACT) zu ermöglichen, wie sie auch PAS 1075 vorsieht.

Um die Beständigkeit von BorSafe PE 100-RC [BorSafe HE3490-LS-H (schwarz), BorSafe HE3494-LS-H (blau) und BorSafe HE3492-LS-H (orange)] gegen langsame Rissfortpflanzung im Sinn der ISO 16770 nachzuweisen, wurde der Vergleichstest in einer ACT-Variante des FNCT bei 90 °C und in einem aggressiveren Netzmittel (NM 5) wiederholt (**Bild 4**). Das Resultat zeigt ein deutlich überlegenes Verhalten des bimodalen Materials gegenüber Standard PE 100 – und bestätigt zugleich, dass der FNCT bei richtiger Interpretation der Norm auch für extrem spröbruchbeständige PE 100-Typen in angemessener Zeit zuverlässige Ergebnisse liefert [8].

**Bild 3:** Standard-PE 100 und PE 100-RC im FNCT unter üblichen Prüfbedingungen (80 °C, 4 N/mm<sup>2</sup> und 2% Arkopal N 100)





**Bild 4:** Standard-PE 100 und PE 100-RC im FNCT unter beschleunigten Prüfbedingungen (ACT, 90 °C, 4 N/mm<sup>2</sup> und NM 5)

**Zuverlässige Alternative: CRB**

Ein weiteres Prüfverfahren, das auf seine Eignung zum Ermitteln der Beständigkeit neuester PE 100-RC gegen langsame Rissfortpflanzung untersucht wurde, ist der vor rund 20 Jahren ursprünglich in Japan

entwickelte Cracked Round Bar Test [1, 2]. Geprüft werden dabei normalerweise zwar das Ermüdungsverhalten [3, 4] umlaufender gekerbter Rundstabproben und der Ermüdungsmechanismus. Doch Versuche ließen darauf schließen, dass dies auch zuverlässige Aussagen über die Spannungsrisssbestän-

digkeit von PE-Rohrmaterialien gestattet [5, 6].

Einer der Vorteile des CRB-Tests ist die relativ einfache Geometrie der Probekörper, die sich problemlos sowohl aus spritzgegossenen Platten als auch aus Rohren herstellen lassen. Darüber hinaus herrscht über die gesamte Dehnungszustand, und das Spannungsniveau in der Probe ist vergleichbar mit der in Druckrohren. Das Verfahren wurde in jüngerer Zeit verbessert und gezielt darauf ausgerichtet, bei vertretbaren Prüfzeiten das Rissfortpflanzungsverhalten von PE-Rohrmaterialien zu charakterisieren (**Bild 5**) [7].

Geprüft wird bei 23 °C in einem servohydraulisch geregelten Prüfstand unter einer sinusförmigen Belastung der Proben mit einer Frequenz von 5 Hz (Verhältnis der minimalen zur maximalen Last = 0,1). Die Messergebnisse werden mittels linear-elastischer Bruchmechanik ausgewertet. In der Tat ermöglichen die Resultate ein Ranking, das gut mit anderen Prüfmethoden korreliert. Die Ergebnisse werden in doppelt logarithmischen Diagrammen dargestellt (**Bild 6**).

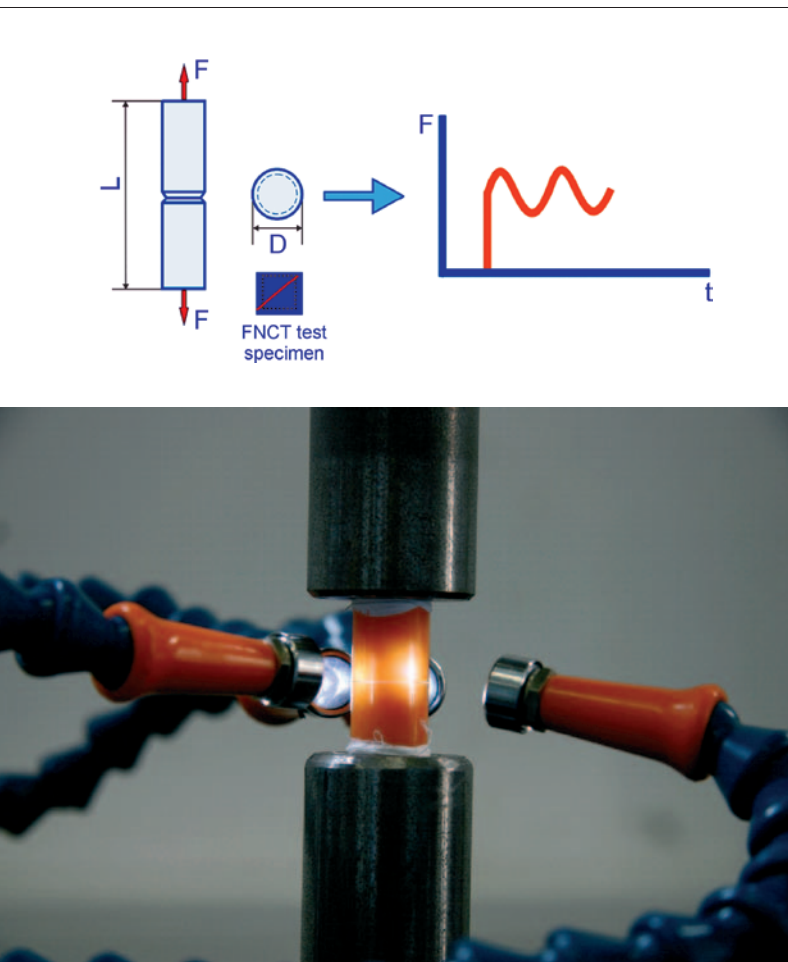
Aufgrund der kurzen Prüfzeiten eignet sich der CRB-Versuch ideal zur Qualitätssicherung und für größere Testreihen. Zudem ermöglicht er Zeitstandsberechnungen für PE-Rohrsysteme.

**Handlungsbedarf**

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass mit dem CRB- und dem FNCT-Verfahren zwei zuverlässige Methoden bereitstehen, um quantifizierbare Resultate zur Beständigkeit fortschrittlicher PE 100-RC-Materialien gegen langsame Rissfortpflanzung zu erhalten. Allerdings sind beide Tests hauptsächlich auf die Prüfung von Material- und nicht Rohrproben ausgerichtet. Man könnte zwar auch Proben aus der Rohrwand entnehmen, um sie im CRB- oder FNCT-Verfahren zu prüfen, was aber nur bedingt ein repräsentatives Vorgehen für Rohrreihentests darstellen würde.

Die Entwicklung von PE 100-Typen mit besonders hoher Spannungsrisssbeständigkeit ist ein Meilenstein in der Geschichte der Rohrmaterialien. Rohre aus PE 100-RC, wie Sureline II von Agru-Frank, machen Erdgas- und Trinkwasserleitungen sicherer denn je und eignen sich außerdem perfekt für alternative, ebenso Zeit und Kosten sparende wie umweltverträgliche Verlegetechniken. Was zur Abrundung fehlt, ist ein Prüfverfahren, mit dem sich die effektive Beständigkeit der Rohre gegen langsames Risswachstum genau so repräsentativ und reihentesttauglich quantifizieren lässt wie mit dem CRB- oder dem FNCT-Verfahren für die Materialien.

Handlungsbedarf besteht aber auch im Bereich der Standardisierung selbst, was nicht



**Bild 5:** Die Parameter der CRB-Prüfmethode stellen sicher, dass die Rohrprobe innerhalb einer angemessenen Prüfzeit sprödebrüchig wird

zuletzt die Aktivitäten zur Entwicklung der eingangs erwähnten neuen Tests zeigen, wie PSGT, AREL oder NRT. Denn während nationale und internationale Normen heute noch keinen Unterschied zwischen PE 100 und PE 100-RC machen, ist die am häufigsten vorgeschriebene Prüfung für die Rissfortpflanzungsbeständigkeit – der Notched Pipe Test – schon nicht mehr zeitgemäß, da die Methode bei PE 100-RC-Materialien keinen Spröbruch initiiert.

**Literatur**

[1] Balika, W.; Pinter, G.; Choi, B. and Lang, R.W.: A Fatigue Approach for Lifetime Prediction of PE-HD Pipe Grades, in proc. ANTEC 2004, Society of Plastics Engineers, Chicago, Illinois, USA, 2004

[2] Nishimura, H. and Narisawa, I.: Fatigue Behavior of Medium-Density Polyethylene Pipes, Polymer Engineering and Science, 1991, 31 (6) p. 399-403

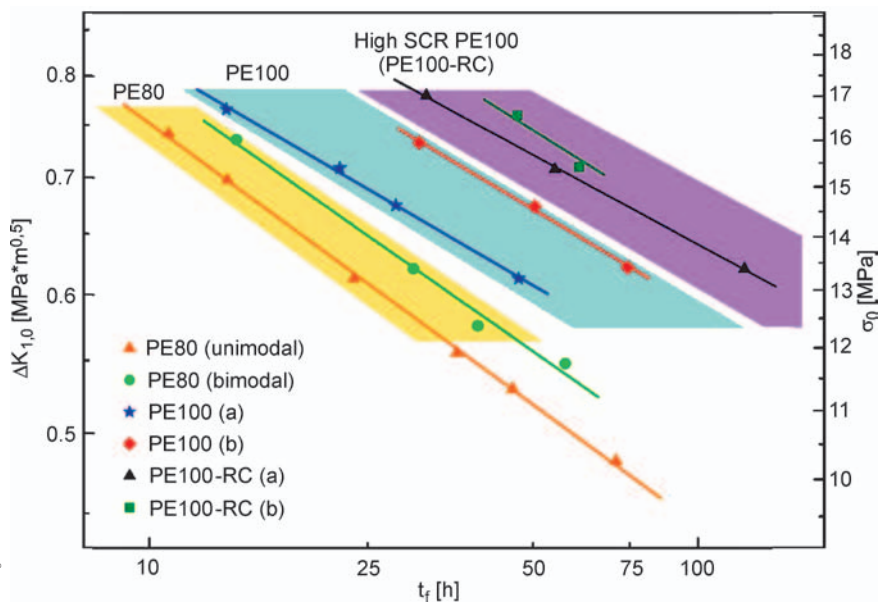
[3] Plummer, C.J.G.; Goldberg, A. and Ghanem, A.: Fracture of Polymers, Composites and Adhesives (B.R.K. Blackman, A. Pavan and J.G. Williams, ed.), Elsevier Ltd. and ESIS, 2003, p. 3-14

[4] Favier, V.; Giroud, T.; Strijko, E.; Hiver, J.M.; G'Sell, C.; Hellinckx, S. and Goldberg, A.: Slow Crack Propagation in Polyethylene under Fatigue at Controlled Stress Intensity, Polymer, 2002, 43, p. 1375-1382

[5] Pinter, G.; Haager, M.; Balika, W.; Lang, R.W.: Cyclic Crack Growth Tests with CRB Specimens for the Evaluation of the Long-term Performance of PE Pipe Grades, Polymer Testing, 2007, 26, p. 180-188

[6] Haager, M.; Pinter, G.; Lang, R.W.: Ranking of PE Pipe Materials Using Fatigue Loading of Cracked Round Bar Specimens, in proc. Plastics Pipes XIII, Washington DC, USA, 2006

[7] Pinter, G.; Lang, R.W.; Haager, M.: A Test Concept for Lifetime Prediction of Polyethylene Pressure Pipes, Chemical Monthly, 2007, 138, p. 347-355



**Bild 6:** Ergebnisse der CRB-Prüfung von Materialproben unterschiedlicher PE-Generationen ( $t_f$  = Zeit bis zum Versagen,  $\Delta K_{1,0}$  = Bereich der anfänglichen Spannungsintensität,  $\sigma_0$  = Spannung im Steg der Proben bei Testbeginn)

[8] Hessel, J.: Minimum service life of buried PE pipes without sand bedding, 3R international – Special Plastics Pipes 40 (2001) p. 4-12

[9] Kratochvilla, T.R.; Muschik, H.; Dragaun, H.: Morphological and structural effects on slow crack growth in PE-pipes, in Proc. Plastics Pipes XIII, Washington DC, USA, 2006

**M.Sc. Eng. (Chem) Mats Bäckman**  
 Borealis Innovation Centre,  
 Stenungsund (S)  
 Tel. 0046-303-86144  
 E-Mail: mats.backman@borealisgroup.com

**Dipl.-Ing. Dr. mont. Markus Haager**  
 Agru Kunststofftechnik GmbH,  
 Bad Hall (A)  
 Tel. 0043-3842-42962-26  
 E-Mail: hm@agru.at

**Autoren:**

**B.Sc. James McGoldrick**  
 Borealis Polyolefine GmbH, Linz (A)  
 E-Mail: james.mcgoldrick@borealisgroup.com

**Dr.-Ing. Joachim Hessel**  
 HESSEL Ingenieurtechnik GmbH,  
 Roetgen (D)  
 Tel. +49(0)2473-92022-0  
 E-Mail: joachim.hessel@hessel-ingtech.de