

# **Eigenstressanalyse und Schadungsverhalten von verstärkten Polypropylen- Rohrwerkstoffen**

**Masterarbeit**

von

**Manuel Schwab, BSc**

erstellt am

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



Betreuung: Dipl.-Ing. Florian Arbeiter

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

Leoben, Mai 2015

## **EIDESSTÄTTLICHE ERKLÄRUNG**

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

## **AFFIDAVIT**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

**LEOBEN, Mai 2015**

**(Manuel Schwab)**

## **DANKSAGUNG**

Die vorliegende Studienarbeit wurde am Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe der Montanuniversität Leoben erstellt.

Für die Ermöglichung und Begutachtung dieser Masterarbeit möchte ich dem Vorstand des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Herrn Univ.-Prof. Dr. mont. Gerald Pinter, danken.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dipl.-Ing. Florian Arbeiter, der mir als Betreuer einen reibungslosen Ablauf dieser Arbeit ermöglichte und mich während dieser Zeit bestmöglich unterstützte.

Des Weiteren möchte ich mich recht herzlich bei meiner Familie im Allgemeinen, und bei meinen Eltern Otto und Anna Schwab sowie meiner Freundin Lisa Nachtschatt im Besondern, bedanken. Ohne die Unterstützung dieser Personen wäre es mir nicht möglich gewesen mein Studium der Kunststofftechnik zu absolvieren.

Abschließend möchte ich noch allen Mitarbeitern des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, die mir die Anfertigung dieser Arbeit erleichtert und mich tatkräftig Unterstützt haben, meinen besten Dank aussprechen.

## KURZFASSUNG

Für Rohrhersteller ist es unerlässlich eine Lebensdauer ihrer Produkte von mindestens 50 Jahren garantieren zu können. Jeder neu entwickelte Rohrwerkstoff muss in einem langwierigen Zulassungsprozess genehmigt werden, wobei unzählige Tests zu bestehen sind. Sehr wichtige Erkenntnisse durch diese Untersuchungen sind unter anderem das mechanische Langzeitverhalten der Rohre sowie die Höhe der in den Rohren enthaltenen Eigenspannungen. Ein nicht unwesentlicher Parameter, der berücksichtigt werden muss, ist auch das Schädigungsverhalten der Materialien, um ein Versagen während der Einsatzdauer vermeiden zu können.

Für diese Arbeit wurden die Eigenschaften von vier verschiedenen Varianten von Polypropylen (PP) untersucht. Einer der Werkstoffe war reines PP, einer mit Wollastonit und zwei mit Talkum und Kreide verstärkt.

Anhand dieser Werkstoffe wurde das mechanische Langzeitverhalten (Zug-Kriechmodul und Querkontraktionszahl in Abhängigkeit der Zeit) unter Verwendung der „Stepped Isothermal Method“ (SIM Methode) ermittelt und mit Ergebnissen aus herkömmlichen Kriechversuchen verglichen. Die Ergebnisse des Kriechmoduls zeigten, dass die mit Talkum und Kreide verstärkten Materialien nach 50 Jahren noch den höchsten Modul aufweisen, das ungefüllte PP den niedrigsten und der mit Wollastonit verstärkte Werkstoff dazwischen liegt. Zur Validierung der SIM Methodik wurden klassische Kriechversuche durchgeführt, welche vergleichbare Resultate lieferten. Die Auswertung der Querkontraktionszahl zeigte, dass diese zu Beginn ein konstantes Niveau annimmt und im späteren Verlauf der Prüfung leicht ansteigt.

Des Weiteren wurden für die, aus den vier Materialien, extrudierten Rohre die axialen und radialen Eigenspannungen untersucht. Das mit Wollastonit verstärkte Material wies unterschiedliche Eigenspannungswerte für axiale und radiale Richtung auf. Dieser Unterschied könnte durch die nadelförmige Gestalt des Verstärkungsstoffes und dessen Ausrichtung in axiale Richtung begründet sein. Die Eigenspannungen der anderen Werkstoffe ergaben vergleichbare Werte in axiale und radiale Richtung, was auf die größere Homogenität dieser Materialien zurückzuführen sein dürfte. Die Auswertung ergab weiters, dass die mit Talkum und Kreide verstärkten Materialien prinzipiell höhere Eigenspannungen besaßen als die beiden anderen Werkstoffe.

Das Schädigungsverhalten von mit Talkum verstärktem Polypropylen wurde mittels „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörpern in zyklischen Ermüdungsversuchen untersucht. Dazu wurde die Ausbreitung der vor dem Kerbgrund sichtbaren Schädigungszone in Abhängigkeit von Maximallast und R-Verhältnis untersucht. Die Länge der Schädigungszonen war, bei der gleichen Schwingspielzahl, für größere Maximallasten erwartungsgemäß höher als bei niedrigeren Lasten. Bei gleicher Maximallast und unterschiedlichem R-Verhältnis zeigte sich, dass Prüfkörper bei niedrigerem R-Verhältnis, durch die niedrigere Mittelspannung, anfänglich kleinere Schädigungszonen ausbilden als bei einem höheren R-Verhältnis. Durch die größere Kraftamplitude bei kleinen R-Verhältnissen entwickelt sich die Schädigungszone jedoch während des Versuches schneller, wodurch es zum Versagen bei kleineren Schwingspielzahlen als bei großen R-Verhältnissen kommt.

Um von der Entwicklung der Schädigungszone auf ein Risswachstumsgesetz schließen zu können, wurde versucht eine Nachgiebigkeitskalibrierung durchzuführen. Aufgrund der geringen Rissöffnung und damit verbundenen Schwierigkeiten bei der Unterscheidung zwischen Schädigungsfortschritt, Signalrauschen und Temperatureffekten während der Versuche konnte jedoch noch keine eindeutige Korrelation gefunden werden.

## **ABSTRACT**

For pipe manufacturers it is essential to guarantee a lifetime of their products of at least 50 years. Each of their new developed pipe materials has to pass a tedious approval process. Mechanical long term properties of pipes as well as residual stress are amongst the most important values. Another significant parameter, which also has to be considered, is the damage behaviour of the materials, in order to avoid failure during their expected lifetime.

In this work the properties of four different polypropylene (PP) types were investigated. Examined materials consisted of a pure PP, a wollastonite and two talcum and chalk reinforced materials.

The mechanical long term properties (tensile creep modulus and time-based poisson's ratio) of these materials were determined via the usage of the "Stepped Isothermal Method" (SIM) and compared with the results of conventional creep tests. The results showed that the creep modulus after 50 years of talcum and chalk reinforced materials had the highest values. The unfilled polypropylene displayed the smallest value and the wollastonite reinforced PP was in-between. In comparison to the conventional creep tests the graphs were very similar and comparable. The evaluation of the poisson's ratio revealed that in the beginning of the experiments the variable stayed at a constant level and started to slightly increase during the tests.

In addition the residual stress in axial and radial direction of extruded pipes, made out of the four materials, was investigated. The wollastonite reinforced material showed differences between residual stress in axial and radial direction. This may be attributed to the needle-shaped geometry and orientation of the mineral reinforcement. Stress levels in radial and axial direction were comparable for the other examined materials, most likely caused by the higher homogeneity. The talcum and chalk reinforced PP samples had higher residual stress levels compared to the other ones.

The damage behaviour of wollastonite reinforced polypropylene was investigated by using "Cracked Round Bar" (CRB) specimen in cyclic fatigue tests. Therefore, the propagation of the visible damage zone was investigated as a function of applied maximum load and R-ratio. It became apparent that the length of the damage zone after the same number of cycles was bigger for higher maximum forces. For the same maximum force and different

R-ratio the damage zones were smaller in the beginning for lower R-ratios, most likely caused by the acting mean stress. However, bigger force amplitudes at lower R-ratios force the damage zone to grow faster as the test continues. Ultimately, this leads to a failure at a lower number of cycles compared to tests with a higher R-ratio.

In order to implement a crack propagation law, depending on the damage propagation, a compliance calibration was done. Due to the low crack opening during the experiments, leading to difficulties with differentiation between damage propagation, signal noise and temperature effects, it was not possible to find an explicit correlation.

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG.....</b>	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>GRUNDLAGEN.....</b>	<b>11</b>
2.1	Herstellung von Rohren aus Thermoplasten .....	11
2.2	Eigenspannungen in Thermoplastrohren .....	13
2.2.1	Entstehung der Eigenspannungen.....	13
2.2.2	Bestimmung der Eigenspannungen .....	15
2.3	Mechanische Langzeiteigenschaften.....	20
2.4	Schädigungsverhalten von Talkum-verstärktem Polypropylen.....	24
<b>3</b>	<b>EXPERIMENTELLES .....</b>	<b>27</b>
3.1	Materialien .....	27
3.2	Geräte .....	28
3.2.1	Kriechversuche.....	28
3.2.2	Thermisch-mechanische Versuche.....	30
3.2.3	Relaxationsversuche .....	32
3.2.4	Ermüdungsversuche .....	34
3.2.5	Lichtmikroskopie.....	35
3.2.6	Prüfkörpervorbereitung .....	36
3.3	Bestimmung der mechanischen Langzeiteigenschaften.....	37
3.3.1	Ermittlung des Kriechmoduls .....	38
3.3.2	Bestimmung der zeitabhängigen Querkontraktionszahl .....	39
3.4	Ermittlung der Eigenspannungen.....	39
3.4.1	In axiale Richtung.....	40
3.4.2	In radiale Richtung .....	40
3.5	Schädigungsverhalten von verstärktem Polypropylen.....	41



<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....</b>	<b>44</b>
4.1	Mechanische Langzeiteigenschaften.....	44
4.1.1	4-fach Kriechprüfstand.....	45
4.1.2	5-fach Universalprüfmaschine.....	48
4.2	Eigenspannungsanalyse.....	54
4.2.1	In axiale Richtung.....	54
4.2.2	In radiale Richtung .....	55
4.3	Schädigungsverhalten von verstärktem Polypropylen.....	58
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG, SCHLUSSFOLGERUNGEN UND AUSBLICK .....</b>	<b>64</b>
<b>6</b>	<b>LITERATUR.....</b>	<b>68</b>
<b>7</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>71</b>
7.1	Abbildungsverzeichnis .....	71
7.2	Tabellenverzeichnis .....	74

## **1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG**

In früheren Zeiten wurden die anfallenden Abwässer zumeist durch gemauerte Röhren unter den Städten in Flüsse geleitet. Da dies auf Dauer zu verschmutzten Flüssen führte und die Rohre mit der Zeit undicht wurden, was wiederum Krankheiten auslöste, wurde nach Alternativen gesucht. Erst durch diese schlimmen Krankheiten wurde ein Bewusstsein für die Umwelt geschaffen, wodurch die Regularien im Umgang mit Abwässern im Laufe der Zeit immer strenger wurden. Anschließend an diese Epochen wurde das Abwasser durch Metallrohre abgeleitet, bis sich gegen Ende des 20. Jahrhunderts die Kunststoffrohre durchsetzten [1].

Heutzutage sind die Ansprüche an Abwasserrohre höher denn je, aber auch die Auflagen zur Einführung neuer Materialien sind sehr strikt. Um ein neues Abwasserrohr auf den Markt zu bringen bedarf es vieler Nachweise von Seiten der Hersteller. Eine spezielle Anforderung ist es zu garantieren, dass das neu entwickelte Rohr eine Lebensdauer von mindestens 50 Jahren erreicht. Bei herkömmlichen Rohrwerkstoffen wie Steinzeug oder Metall ist diese Lebensdauer vor allem durch Korrosion oder Rissbildung gefährdet [2]. Bei Rohren aus thermoplastischen Werkstoffen kann es durch das viskoelastische, also zeitabhängige Werkstoffverhalten zu zusätzlichen Versagensarten kommen. Da der Elastizitätsmodul von Kunststoffen kein konstanter Wert ist, sondern über die Zeit abnimmt, könnte es durch eine falsche Vorhersage dieses Langzeitmoduls zum Kollabieren von Rohrleitungen kommen.

Weiters ist es unerlässlich, durch den Extrusionsprozess auftretende, Eigenspannungen in Rohren in axiale sowie radiale Richtung zu kennen. Diese Eigenspannungen, die durch ein thermisches Ungleichgewicht im Material entstehen, können sich im schlimmsten Fall ebenfalls negativ auf die Lebensdauer von Rohrleitungen auswirken. Daher ist die Kenntnis über die in den Rohren auftretenden Eigenspannungen von immenssem Vorteil für eine Lebensdauerabschätzung. Bei der Bestimmung von Eigenspannungen in einer Rohrwand wird zwischen axialer und radialer Richtung unterschieden. Zur Bestimmung der jeweiligen Eigenspannungen können verschiedene Methoden verwendet werden. In dieser Arbeit werden der Ringzug- sowie der Streifenbiegeversuch angewandt.

Zur Bestimmung des zeitabhängigen Elastizitätsmoduls, dem sogenannten Kriechmodul, sind langwierige Untersuchungen der Materialien notwendig. Um den Abfall des

Elastizitätsmoduls thermoplastischer Werkstoffe für 50 Jahre errechnen zu können sind mehrmonatige Untersuchungen mit unterschiedlichen Temperaturen nötig.

Zur Beschleunigung dieser Untersuchungen des Kriechverhaltens der verschiedenen Rohrwerkstoffe soll die SIM („Stepped Isothermal Method“) Methode benutzt werden. Durch diese Messmethode ist es möglich Kriechdaten, die bei standartmäßigen Kriechversuchen über mehrere Monate gesammelt werden müssten, in nur wenigen Tagen zu generieren. Gleichzeitig wird die Anzahl der benötigten Prüfkörper reduziert.

Kann ein frühzeitiges Versagen einer Rohrleitung aufgrund eines zu geringen Langzeit-Kriechmoduls ausgeschlossen werden, ist es jedoch immer noch möglich, dass es durch wachsende Risse in den Leitungen zu einem Schadensfall kommt.

Um die Lebensdauer von Rohren aufgrund dieses Versagensverhaltens vorhersagen zu können ist die Kenntnis des exakten Schädigungsverhaltens der Materialien von fundamentaler Wichtigkeit. Hierfür sollen CRB („Cracked Round Bar“) Prüfkörper zyklisch belastet, nach unterschiedlich vielen Wiederholungen abgebrochen und anschließend die Schädigungszonenlänge mittels Mikroskopie untersucht werden. Aus den so generierten Daten soll ein Gesetz erstellt werden, das die Last- und Zyklen- beziehungsweise Zeitabhängigkeit der Schädigung in einem Talkum-verstärkten Material beschreibt.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1 Herstellung von Rohren aus Thermoplasten

Die Herstellung von Thermoplastrohren erfolgt in Produktionslinien (Abbildung 2.1). In diesen Linien werden verschiedene, unterschiedliche Prozessschritte hintereinander durchgeführt. Im Laufe solch einer Produktionslinie entsteht aus Kunststoffgranulat ein fertiges, kalibriertes Rohr, welches schon auf die erforderliche Länge zugeschnitten wurde.

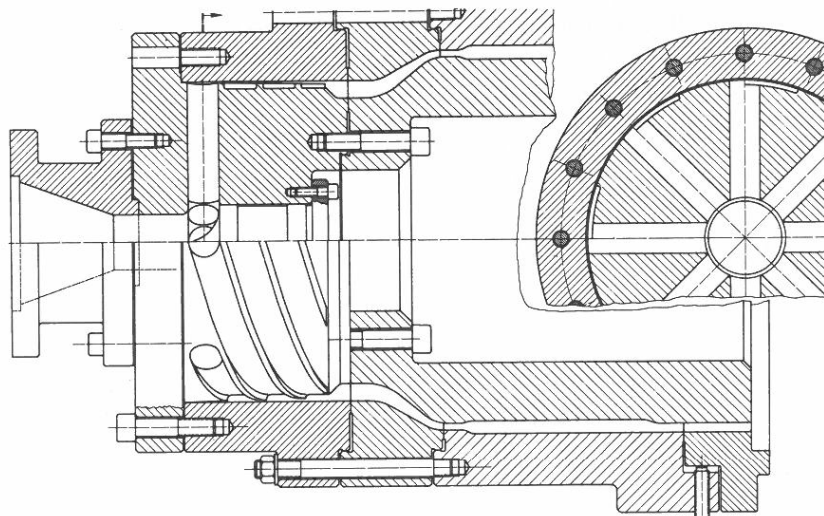


**Abb. 2.1:** Anschauungsbild einer Anlage für das Extrudieren von PP-Rohren [3].

Die Herstellung von Polypropylenrohren erfolgt meist mittels Extrusionsprozess an einem Einschneckenextruder (Abbildung 2.1a). Bei dieser Art der Rohrherstellung wird das Kunststoffgranulat über einen Trichter oder eine zentrale Granulatversorgung in die Schneckenzwischenräume der Einzugszone gefüllt. Infolge der Bewegung der Extruderschnecke wird das Material im Schneckenkanal in Richtung der Schneckenspitze gefördert. Durch Druckaufbau, die Verkleinerung des Scherspalt und die daraus resultierende Dissipation erhöht sich die Temperatur des Granulats, bis es aufschmilzt und eine Schmelzeströmung vorliegt. Um auch die letzten unaufgeschmolzenen Materialagglomerate aufzuschmelzen befinden sich entlang der Schnecke Scher- und Barriere-segmente. Diese erhöhen lokal den Druck und die Scherwirkung oder halten unaufgeschmolzene Körner zurück, sodass eventuell noch feste Materialpartikel aufgeschmolzen werden. Um die im Extruder befindliche Schmelze zu homogenisieren, werden Mischteile an der Schneckenspitze montiert, welche die Schmelze durch vielfaches ablenken, aufteilen und wieder zusammenführen durchmischen.

Am Ende des Extruders befindet sich das Extrusionswerkzeug (Abbildung 2.1b), welches die Schmelze so ablenkt, dass an dessen Ende ein Rohr entsteht. Das in der heutigen Zeit übliche Werkzeug zum Ausformen von Rohren ist der Wendelkopfverteiler, der, wie in Abbildung 2.2 dargestellt, in Umfangsrichtung mehrere Einlaufnuten besitzt. Durch diese

Nuten kann die Schmelze einlaufen und wird daraufhin wendelförmig in diesen um das Werkzeug geleitet. Die Nuten laufen konisch aus, wodurch der Spalt zwischen dem Werkzeug und der Zylinderinnenwand stetig zunimmt. Durch dieses kontinuierliche Verteilen der Schmelze über den Umfang hat das Wendelverteilerwerkzeug eine zusätzliche Mischwirkung und beim Ausformen des Rohres bilden sich keinerlei Bindenähte, was bei anderen Extrusionswerkzeugen, wie dem Stegdornhalter, der Fall sein kann.



**Abb. 2.2:** Schnittbild eines Wendelverteilerwerkzeuges [4].

Anschließend an den Extruder mit Rohrwerkzeug folgt eine Kalibriereinrichtung (Abbildung 2.1c) um den genauen Durchmesser der Rohre ausformen zu können. Hierbei ist es üblich eine Außenkalibrierung mithilfe von Unterdruck durchzuführen. Da die Rohrteile mittels Muffen verbunden werden darf der Außendurchmesser nur eine sehr geringe Toleranz aufweisen. Zusätzlich wäre eine Innenkalibrierung von Rohren problematisch, da durch das Aufschumpfen des Rohres auf die Kalibriervorrichtung infolge der Abkühlung sehr hohe Abzugskräfte aufgebracht werden müssten.

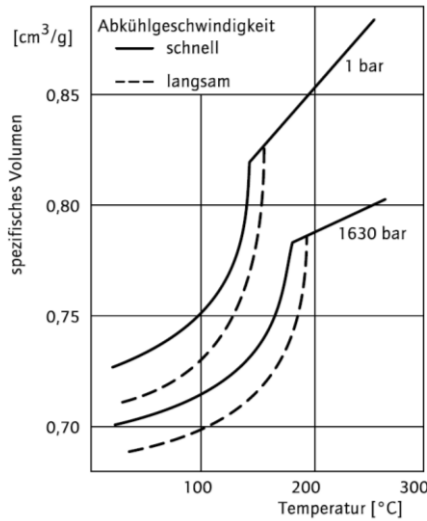
Nachdem das Rohr kalibriert wurde erfolgt die Abkühlung (Abbildung 2.1d,e) durch eine Kühleinrichtung, gefolgt von einer Abzugsanlage (Abbildung 2.1f), welche sicherstellt, dass das Rohr gleichmäßig weitergefördert wird. Im nächsten Schritt gelangt das Rohr in einen Printer, um es zu beschriften (Abbildung 2.1g). Als letzter Schritt wird das Rohr zurechtgeschnitten (Abbildung 2.1g), um es auf die endgültige Länge zu bringen. Gleichzeitig mit dem Abtrennen wird an einem Ende des Rohres eine Muffe angebracht, um die Segmente beim Verbauen wieder zusammensetzen zu können.

## 2.2 Eigenspannungen in Thermoplastrohren

### 2.2.1 Entstehung der Eigenspannungen

Durch das in Kapitel 2.1 beschriebene Verfahren zur Herstellung von Rohren kommt es beim Verarbeiten des Granulats im Extruder zur mechanischen Beanspruchung. Die Molekülketten, welche als Knäuel vorliegen, werden infolge der auftretenden Dehn- und Scherfelder ausgerichtet [5]. Diese Orientierungen werden durch das Abkühlen des Extrudats eingefroren. Beim einseitigen Abkühlen des Rohres in den Kühlbecken werden die Orientierungen an der benetzten Außenfläche sofort eingefroren und die Molekülketten bleiben in einem gedehnten Zustand. Die gegenüberliegende Innenseite des Rohres hat hingegen mehr Zeit, bis die Molekülketten darin eingefroren werden und daher wieder Knäuel formen können. Das Innere des Rohres hat aufgrund des verzögerten Abkühlens mehr Zeit bis es einfriert, kann sich ebenfalls wieder zusammenknäueln und nimmt daher das geringste spezifische Volumen ein.

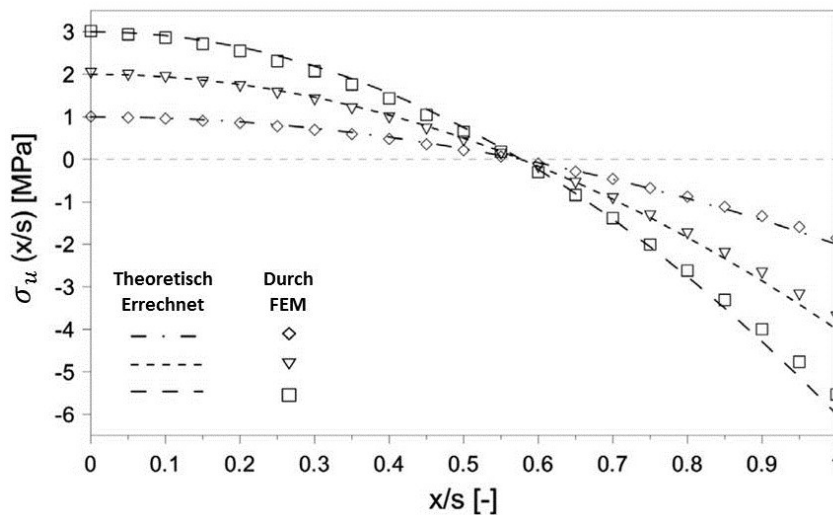
Aufgrund des unterschiedlichen Abkühlverhaltens über den Rohrquerschnitt entsteht in den Außenschichten infolge der raschen Abkühlgeschwindigkeit ein Gefüge welches einen sehr geringen Kristallinitätsgrad aufweist, große amorphe Bereiche besitzt und daher ein großes spezifisches Volumen einnimmt. In Abbildung 2.3 ist das  $p_vT$ -Diagramm eines teilkristallinen Kunststoffes in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit dargestellt. Jene Schicht im Rohr, die die geringste Abkühlgeschwindigkeit erfährt befindet sich im  $p_vT$ -Diagramm in einem Bereich welcher ein geringeres spezifisches Volumen einnimmt. Durch die längere Zeit zum Abkühlen stellt sich ein höherer Kristallinitätsgrad ein. Sphärolithe ordnen sich in diesen Bereichen kompakter an als in den Randschichten. Extrudierte Rohre sind normalerweise nicht von Innen gekühlt. Infolge des Kontakts mit der im Innenraum des extrudierten Rohres eingeschlossenen Luft steigt aber auch hier das spezifische Volumen im Vergleich zum Inneren der Rohrwand, aber nicht so hoch wie in der Außenschicht. Durch Betrachten des  $p_vT$ -Diagramms (Abbildung 2.3) ist zu erkennen, dass jene Teile des Rohres die eine höhere Abkühlgeschwindigkeit erfahren bei Erreichen der Raumtemperatur ein größeres spezifisches Volumen einnehmen als jene Teile die langsamer abkühlen.



**Abb. 2.3:** pvT-Diagramm eines teilkristallinen Kunststoffes inklusive des Einflusses der Abkühlgeschwindigkeit [6].

Aufgrund des größeren spezifischen Volumens in der Rohraußenwand bilden sich während des Abkühlvorganges Druckeigenspannungen aus. Im Inneren der Rohrwand und an der ungekühlten Rohrinneenseite kommt es infolge der langsameren Abkühlgeschwindigkeiten zur Ausbildung von Zugeigenspannungen durch das kleinere spezifische Volumen.

Bei ähnlichen Produktionsbedingungen sind die Verhältnisse der auftretenden Spannungen in den Randfasern für PP-Rohre ähnlich (Abbildung 2.4). Die in Abbildung 2.4 verwendete Achse  $x/s$  beschreibt die Position entlang der Rohrwand, wobei  $x$  die aktuelle Position und  $s$  die Wandstärke des Rohres ist.



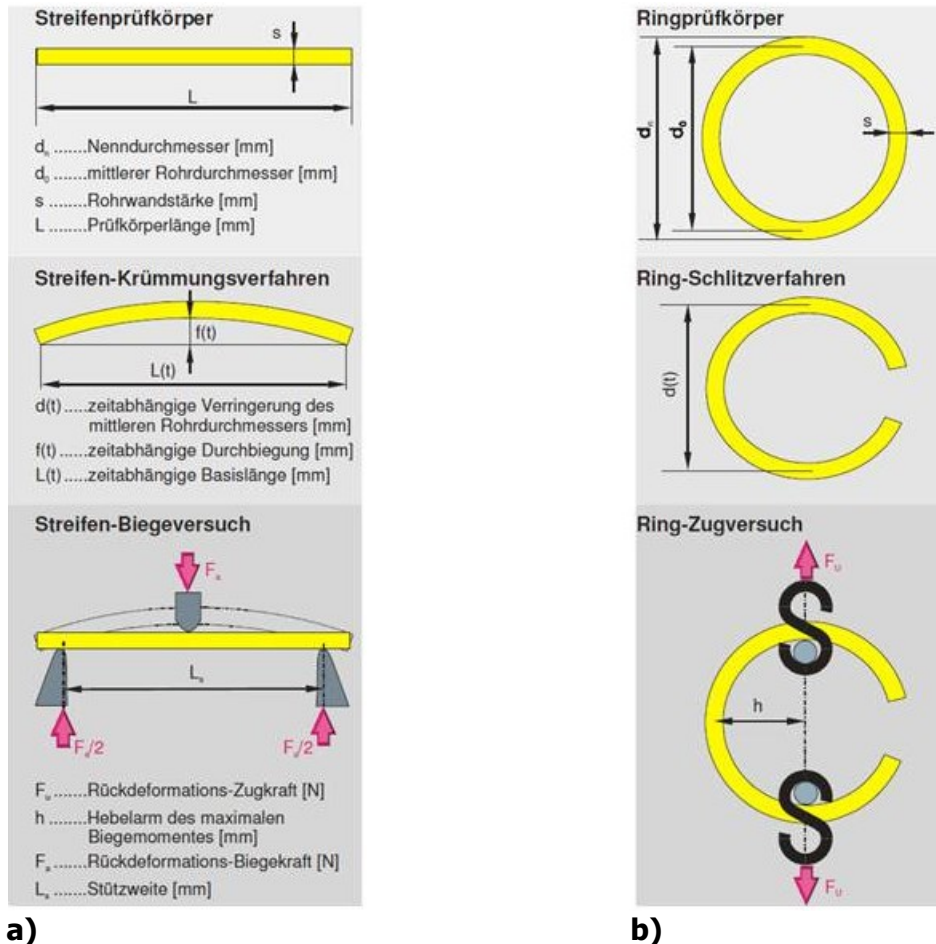
**Abb. 2.4:** Simulierte Eigenspannungsverteilung über die Dicke des Rohres bei verschiedenen Startwerten an der Innenwand, in Anlehnung an [7].

An der sofort eingefrorenen Außenwand, in Abbildung 2.4 bei einem  $x/s$ -Verhältnis von 1, bilden sich Druckkräfte, während sich an der Innenwand, bei  $x/s=0$ , Zugkräfte ausbilden. Diese Zug- und Druckkräfte stehen bei ähnlichen Produktionsbedingungen, laut Simulation, in einem bestimmten Verhältnis zueinander [7]. Dabei liegt das Verhältnis von Druck- zu Zugeigenspannungen bei ca. 2:1. Etwa nach einem Drittel der Wandstärke von der Außenseite des Rohres entfernt befindet sich die spannungsneutrale Zone, in der keine Eigenspannungen wirken. Dieser Bereich ist in der oben angeführten Graphik durch den Nulldurchgang der Kurven veranschaulicht. Die in Abbildung 2.4 simulierten Werte wurden weiterführend auch praktisch überprüft und verifiziert [8]. Die in dem Material auftretenden Absolutwerte der Eigenspannungen können durch die Variation der Produktionsbedingungen (Kühlleistung,...) verändert werden, nicht jedoch die Verteilung über den Rohrquerschnitt.

### **2.2.2 Bestimmung der Eigenspannungen**

Die Eigenspannungen in Rohren können auf viele unterschiedliche Arten bestimmt werden, zum Beispiel durch Schrumpfuntersuchungen, Spannungsoptik oder Spannungsrissbildung [5]. Die für diese Arbeit relevanten Methoden sind Streifen-Biegeversuche in axiale und Ring-Zugversuche in radiale Richtung (Abbildung 2.5). Durch die getroffenen Vereinfachungen gibt hierbei die errechnete Lösung den maximal auftretenden Eigenspannungswert in der Randfaser sowohl für den Zugbereich der Innenseite als auch den Druckbereich an der Rohraußenseite an.

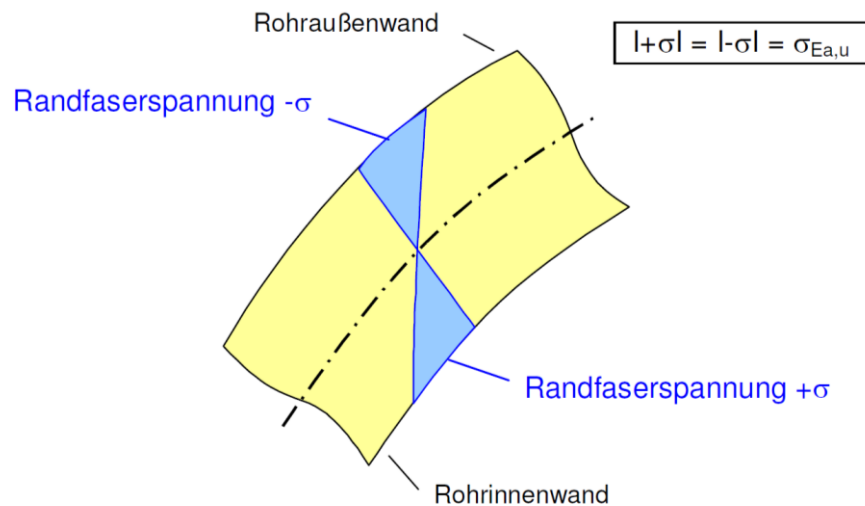




**Abb. 2.5:** Vorgehensweise bei der Bestimmung der axialen (a) und radialen (b) Eigenspannungen [9].

Für die Eigenspannungsanalyse gemäß der oben beschriebenen Methodik müssen folgende Vereinfachungen getroffen werden [9]:

1. Die Kalkulation ist nur für dünnwandige Rohre zulässig.
2. Die Spannungsverteilung über den Rohrquerschnitt wird als linear betrachtet (Abbildung 2.6).
3. Annahme eines linear elastischen, beziehungsweise linear viskoelastischen Materialverhaltens.
4. Der (zeitabhängige) Zug- und Druckmodul sind gleich groß.
5. Homogene Werkstoffeigenschaften (Morphologie, Kristallinität,...) über den Rohrquerschnitt.



**Abb. 2.6:** Vereinfachte Eigenspannungsverteilung über den Rohrquerschnitt [9].

### 2.2.2.1 In axiale Richtung

Zu Beginn dieser Tests werden aus den Rohren Streifen in axialer Richtung herausgeschnitten (Abbildung 2.5a) und für einen bestimmten Zeitraum frei verformbar liegen gelassen. Danach werden diese in einem 3-Punkt Biegeversuch in ihre Ursprungsform rückdeformiert und für 24 Stunden in der Endposition gehalten um das Relaxationsverhalten [10] der Materialien zu testen (Abbildung 2.5a). Während des gesamten Biegeversuches wird die Kraft mitaufgezeichnet.

Mit Hilfe der aufgezeichneten Kraft  $F_a$  aus den Kurzzeitrückdeformationsmessungen ist es möglich den Wert für die Spannung im rückdeformierten Streifen, mit dem in Gleichung 2.1 dargestellten Zusammenhang, zu ermitteln. Dafür werden zusätzlich die Stützweite  $L_s$ , die Breite  $b$  und die Wandstärke  $s$  sowie die zeitabhängige Querkontraktionszahl  $\mu(t)$  benötigt.

$$\sigma_a = \frac{2}{3} \cdot \frac{F_a \cdot L_s}{b \cdot s^2 \cdot [1 - \mu(t)]} \quad (2.1)$$

Da es in den Kurzzeitbiegeversuchen zu einer Spannungsüberhöhung kommt, muss dieser errechnete Wert mit einem Spannungsrelaxationsfaktor  $F_{\sigma_a}$  multipliziert werden, welcher durch Relaxationsversuche ermittelt wird, um die tatsächlichen Eigenspannungen  $\sigma_{Ea}$  im Material zu erhalten (Gleichung 2.2).

$$\sigma_{Ea} = \sigma_a \cdot F_{\sigma a} \quad (2.2)$$

Der in Gleichung 2.2 verwendete Spannungsrelaxationsfaktor errechnet sich aus der Division der relaxierten Kraft  $F(t)$  und der Maximalkraft  $F_{\max}$  im 3-Punkt Biegeversuch. Der Wert für die relaxierte Kraft wird durch Extrapolation des Kraftabfalls im 24 Stunden-Versuch ermittelt. Aus der extrapolierten Kurve wird der Wert an jener Stelle des Relaxationsversuches abgelesen, der der Liegezeit der freien Deformation entspricht.

$$F_{\sigma a} = \frac{F(t)}{F_{\max}} \quad (2.3)$$

Die in diesem Kapitel ermittelten Eigenspannungen sind für dünnwandige Rohre mit einer homogenen Eigenschaftsverteilung, wie Morphologie und Kristallinität, gültig. Dies ist bei den in dieser Arbeit verwendeten Rohren nicht der Fall, wodurch nicht die tatsächlichen Werte der Eigenspannungen errechnet werden können, sehr wohl aber ein Vergleich der Materialien bemüht werden kann.

### 2.2.2.2 In radiale Richtung

Die Ermittlung der radialen Eigenspannungen erfolgt analog zu den axialen in Kapitel 2.2.2.1, wobei anstatt der streifenförmigen Prüflinge in diesem Fall, wie in Abbildung 2.5b dargestellt, Ringe von den Rohren abgetrennt werden. Anschließend wird ein Teil herausgeschnitten und das übrige Kreisringsegment für einen definierten Zeitraum so gelagert, dass es sich frei deformieren kann. Nach der Liegezeit wird das Kreisringsegment mittels eines Zugversuches wieder in die Ausgangsgeometrie zurückgezogen und zur Ermittlung des Relaxationsverhaltens für 24 Stunden in der Endposition gehalten.

Um das maximale Biegemoment  $M_u$  bestimmen zu können muss die Kraft zur Rückdeformation  $F_u$  mit dem Hebelarm  $h$  zwischen der Kraftlinie und der Position des größten Biegemoments, wie in Gleichung 2.4, verknüpft werden.

$$M_u = \left( \frac{1}{2} + \frac{1}{2\pi} \right) \cdot h \cdot F_u \quad (2.4)$$

Durch das Bestimmen des Biegemoments ist es möglich die Rückdeformationsspannungen  $\sigma_u$  zu errechnen (Gleichung 2.5). Hierfür ist die Kenntnis

der Wandstärke  $s$ , der Länge des Rings  $L$  sowie der zeitabhängigen Querkontraktionszahl  $\mu(t)$  und des Längenkorrekturfaktors  $K$  wichtig

$$\sigma_u = \frac{6 \cdot M_u}{s^2 \cdot L \cdot [1 - \mu(t) \cdot K]} \quad (2.5)$$

Der in Gleichung 2.5 aufgetretene Längenkorrekturfaktor  $K$  nimmt unter einer bestimmten Grenzlänge  $L_G$ , die sich aus Gleichung 2.6 bestimmen lässt, den Wert 1 an. Hierfür werden die Werte der ursprünglichen Außendurchmesser  $d_0$  der Ringe mit der Wandstärke  $s$  und der Querkontraktionszahl  $\mu$  verknüpft.

$$L_G = \frac{\sqrt{(d_0/2) \cdot s}}{\sqrt[4]{3 \cdot (1 - \mu^2)}} \quad (2.6)$$

Um die radialen Eigenspannungen  $\sigma_{Eu}$  in den Werkstoffen kalkulieren zu können müssen die Rückdeformationsspannungen, wie im vorigen Kapitel, mit dem Spannungsrelaxationsfaktor  $F_{\sigma u}$  multipliziert werden (Gleichung 2.7).

$$\sigma_{Eu} = \sigma_u \cdot F_{\sigma u} \quad (2.7)$$

Dieser in Gleichung 2.7 verwendete Spannungsrelaxationsfaktor  $F_{\sigma u}$  errechnet sich analog zu jenem in Kapitel 2.2.2.1 indem die relaxierte Kraft  $F(t)$  des Zugversuchs durch die Maximalkraft  $F_{\max}$  dividiert wird (Gleichung 2.8). Dabei gibt  $F(t)$  wieder den extrapolierten Wert an, der nach jener Zeitspanne, die der Liegezeit entspricht, zu erwarten ist

$$F_{\sigma u} = \frac{F(t)}{F_{\max}} \quad (2.8)$$

Wie schon im Kapitel zuvor gelten auch die in diesem Kapitel kalkulierten Eigenspannungen nur unter den in Kapitel 2.2.2 vorausgesetzten Vereinfachungen. Um Ergebnisse der Eigenspannungsberechnung auf dickwandige Rohre adaptieren zu können, wurde in der Literatur [11] ein Korrekturfaktor  $f$  gefunden, welcher mit dem Ergebnis von Formel 2.7 multipliziert werden muss (Gleichung 2.9).

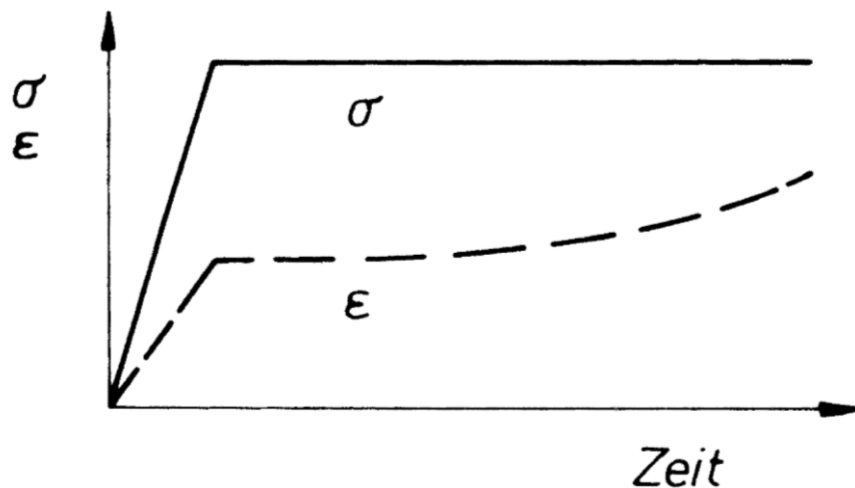
$$\sigma_{Eu}^* = \sigma_{Eu} \cdot f \quad (2.9)$$

Der in Gleichung 2.9 verwendete Faktor  $f$  dient der Korrektur für dickwandige Rohre. Dieser Faktor verknüpft den relaxierten Innenradius  $r_i$  mit der Wandstärke  $s$  (Gleichung 2.10). Dieser Faktor nimmt einen Wert unter 1 an, wodurch sich die Eigenspannungen in Gleichung 2.9 verringern.

$$f = \frac{(1+(s/2r_i))}{(1+(s/r_i))^2} \quad (2.10)$$

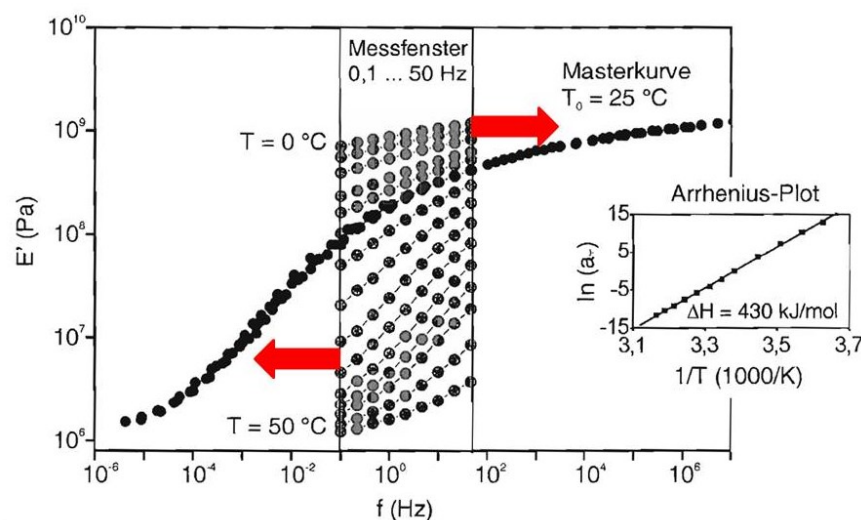
### 2.3 Mechanische Langzeiteigenschaften

Um eine Lebensdauer von mehreren Jahrzehnten garantieren zu können, ist es unabdingbar das Langzeitverhalten der Materialien zu kennen. Hierfür wurde eine beschleunigte Art von Kriechversuchen verwendet. Zwei ausgewählte Kennwerte, die im Laufe dieser Arbeit genauer untersucht wurden, waren der Langzeitkriechmodul und die zeitabhängige Querkontraktionszahl. Unter Kriechen versteht man die zeitabhängige Verformung eines belasteten Körpers [12]. Wird ein Körper mit einer Kraft belastet, so verformt er sich nicht nur in die Belastungsrichtung, sondern auch quer dazu. Hierbei sind die Vorzeichen der beiden Verformungen üblicherweise unterschiedlich. Das negative Verhältnis der Verformung quer zur Belastungsrichtung dividiert durch die Verformung längs dazu beschreibt die Querkontraktionszahl ( $\mu$ ) [13]. Die Voraussetzung für diese Masterarbeit war das Prüfen der beiden Werte im linear viskoelastischen Bereich der Werkstoffe. Viskoelastizität bedeutet, wie in Abbildung 2.7 veranschaulicht, dass Werkstoffe unter Last sowohl eine spontane als auch eine zeitabhängige elastische Reaktion vollführen [14]. Wenn diese Reaktionen lastunabhängig sind, so definiert dies die lineare Viskoelastizität [15]. Bei Thermoplasten gilt dieser Bereich nur für sehr geringe Spannungen und Dehnungen. Sollte die zeitabhängige Reaktion des Materials irreversibel sein, so spricht man von Viskoplastizität.



**Abb. 2.7:** Verlauf der Dehnung eines Kunststoffs als Antwort auf eine spontane Belastung [16].

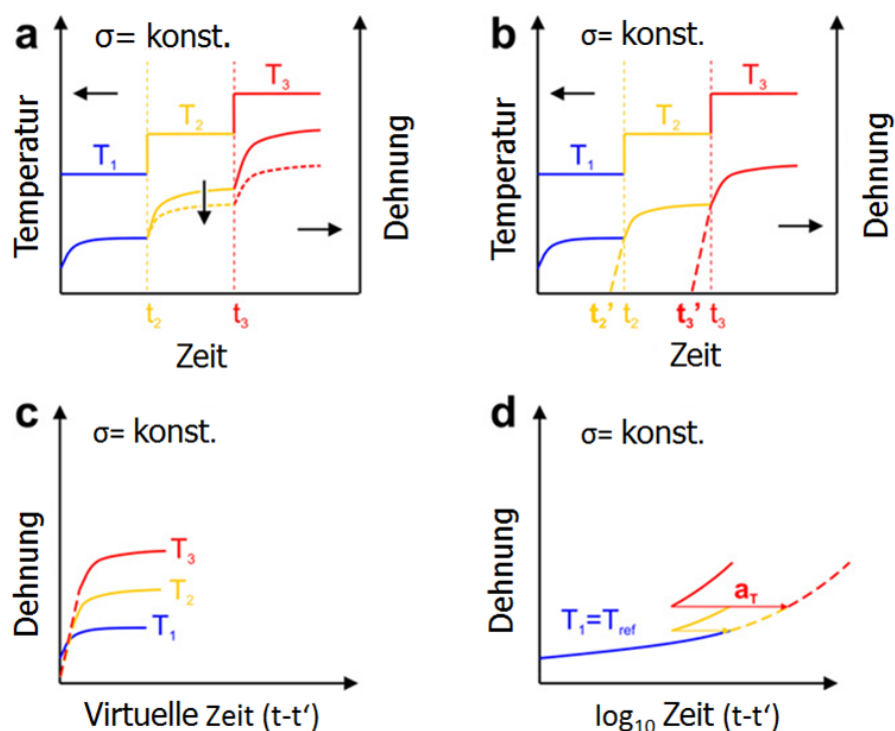
Eine weitere wichtige Grundlage für dieses Kapitel ist das Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzip von Kunststoffen. Dieses gilt jedoch nur, solange im linear viskoelastischen Bereich gemessen wird und sich nur die Geschwindigkeit, aber nicht die Anzahl oder Art der Vorgänge ändert. Das Prinzip besagt, dass mechanische Vorgänge in Polymeren bei höheren Temperaturen schneller ablaufen als bei niedrigen Temperaturen [10]. Durch diesen Zusammenhang ist es möglich Langzeitexperimente abzukürzen, indem Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen durchführt und diese anschließend im Diagramm auf die Referenztemperatur  $T_0$  bezogen werden (Abbildung 2.8).



**Abb. 2.8:** Anschauungsbeispiel des Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips in Abhängigkeit der Frequenz, in Anlehnung an [17].

Wie in Abbildung 2.8 graphisch dargestellt, laufen die Vorgänge bei niedrigeren Temperaturen langsamer ab als bei höheren Temperaturen. Deshalb werden höhere Temperaturen beim Bilden der Masterkurve mit der Temperatur  $T_0$  horizontal zu niedrigeren Frequenzen verschoben und jene bei niedrigeren Temperaturen zu größeren Frequenzen.

Die in dieser Arbeit verwendete Methode zur Ermittlung der mechanischen Langzeiteigenschaften von PP, war die SIM („Stepped Isothermal Method“) Methode. Diese Art von Experiment dient zur Ermittlung von Dehnungen über die Zeit, wie in herkömmlichen Kriechversuchen. Die Daten können jedoch mit Hilfe der linearen Viskoelastizität und dem Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzip in viel kürzerer Zeit und mit weniger Prüfkörpern generiert werden. Abbildung 2.9 zeigt die einzelnen Schritte der SIM Methode bis zum Erreichen der Kriechkurve für Lebensdauervorhersagen.



**Abb. 2.9:** Auswertungsschritte der SIM Methode bis zum Erreichen von Kriechkurven, in Anlehnung an [18].

Im ersten Schritt der Tests werden die Schulterstäbe in die Prüfmaschine eingespannt und belastet. In gewissen, vordefinierten Abständen wird die Temperatur stufenweise variiert. Durch gleichzeitiges aufzeichnen der Dehnungen in Längsrichtung zeigt sich, wie in Abbildung 2.9a, dass die Dehnungen zu Beginn der Temperaturstufen schneller steigen

und mit zunehmender Zeit die Kurve abflacht. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich die Knäuelmoleküle zu Beginn schneller dehnen und entknäueln können als zu einem späteren Zeitpunkt. Je mehr sich das Kettenmolekül dehnt umso mehr Widerstand erfährt es durch seine Umgebung, wodurch sich die Vorgänge verlangsamen. Bei einer stufenweisen Erhöhung der Temperatur kommt es zu lastinduzierten Dehnungen, sowie zur temperaturbedingten Ausdehnung des Materials, da, wie in Abbildung 2.3 dargestellt, teilkristalline Kunststoffe bei höheren Temperaturen größere Volumina einnehmen. Aus diesem Grund muss der Einfluss der Temperatur ausgeschlossen werden, indem im ersten Schritt der Wärmeausdehnungskoeffizient des Materials auf die Referenztemperatur der späteren Masterkurve bezogen wird. Dies bedeutet, dass bei allen anderen Temperaturstufen der Wärmeausdehnungskoeffizient entweder addiert oder subtrahiert werden muss, um die Referenztemperatur zu erhalten (Abbildung 2.9a).

Zum Erreichen der Langzeitdehnungen ist die Verlängerung der Anfangssteigung bei jeder Temperaturstufe bis zum Schnittpunkt mit der Abszisse nötig. Die Abszisse ist bei einer Dehnung von 0% definiert (Abbildung 2.9b). Dies ist nötig, da die Materialien bei der SIM Methode am Beginn jeder Temperaturstufe eine Vorgeschichte durch die vorherigen Stufen erlitten haben. Durch die Verlängerung der Anfangssteigungen wird jede Temperaturstufe als einzelner Versuch angesehen, der ohne diese Vorgeschichte startet.

Die horizontale Verschiebung dieser virtuellen Schnittpunkte in den Koordinatenursprung bei einer Zeit und Dehnung von 0, definiert, wie in Abbildung 2.9c veranschaulicht, den dritten Schritt der SIM Methodik. Durch diese horizontale Translation der Kurven beschreibt die Zeitachse nicht mehr die reale Zeit des Experiments, sondern eine virtuelle Zeit, wodurch sich die Zeitachse im Gegensatz zum realen Experiment deutlich verkürzt.

Der letzte Schritt der durchgeführt werden muss, ist die Konvertierung der skalaren Zeitachse in eine logarithmische. Während die Kurve der Referenztemperatur nicht verändert wird, werden die anderen Kurven, aufgrund des oben erwähnten Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips (gilt nur im linear viskoelastischen Bereich) für Kunststoffe, horizontal so verschoben, dass sich, wie in Abbildung 2.9d, eine stetige Kurve (Masterkurve) daraus entwickelt. Mit der daraus erzeugten Dehnungs-Masterkurve lassen sich mechanische Langzeiteigenschaften errechnen.

Der erste aus der SIM Methode kalkulierte Langzeitwert war der Kriechmodul über die logarithmierte virtuelle Zeit. Der zweite wichtige Parameter ist die zeitabhängige Querkontraktionszahl, welche im viskoelastischen Bereich mit der Zeit ansteigen oder



abfallen kann, abhängig von der Belastungsart [19]. Dieser Parameter ist für die in Kapitel 2.2.2 beschriebene Berechnung von Eigenspannungen in Rohren notwendig.

## 2.4 Schädigungsverhalten von Talkum-verstärktem Polypropylen

In diesem Kapitel der Arbeit wird das Schädigungsverhalten von Talkum-verstärktem Polypropylen näher untersucht. Diese Art von Material wird gerne für tragende Mittelschichten in Rohren verwendet. Das Schädigungsverhalten dieser Schicht ist essenziell für die Lebensdauervorhersage des Rohres. Sollte diese Schicht des Rohres durch Risswachstum frühzeitig versagen, so ist die Integrität des gesamten Rohres nicht mehr gegeben, da es sich um jene Schicht des Rohres handelt, welche den Großteil mechanischer Belastungen aufnimmt.

Das Ziel ist es das Schädigungsverhalten von diesem Material sowohl für den statischen als auch für den zyklischen Belastungsfall zu beschreiben. Der statische Belastungsfall spielt hierbei eine größere Rolle, da der Großteil von Abwasserrohren im Erdreich statisch belastet wird. Es können jedoch auch zyklische Belastungen auftreten (Verkehrslasten,...).

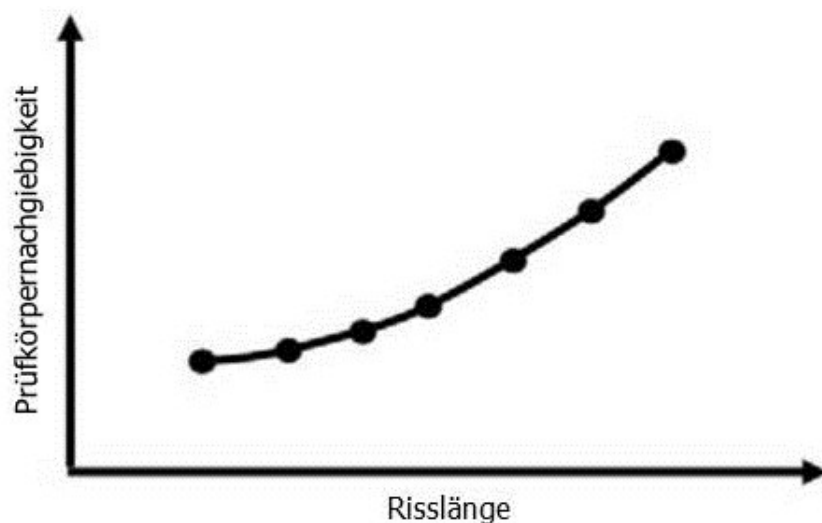
Obwohl hier der statische Fall des Versagens betrachtet werden soll, ist es unerlässlich zyklische Versuche durchzuführen, da es zu lange dauert alle Versuche für den statischen Belastungsfall durchzuführen. Statische Versuche würden keine messbaren Ergebnisse in absehbarer Zeit liefern oder duktilen Versagen zeigen. Daher sind sie zur Untersuchung des Langzeitversagens moderner Rohrwerkstoffe meist ungeeignet.

Um in möglichst kurzer Zeit messbare Ergebnisse zu erreichen wurde die Methode der zyklischen Ermüdungsversuche gewählt. Hierbei werden Prüfkörper mit einer zyklischen Last und mit einer bestimmten Frequenz belastet. Dabei oszilliert die Kraft zwischen zwei Maximalwerten, wobei das Verhältnis der Minimalkraft ( $F_{\min}$ ) zur Maximalkraft ( $F_{\max}$ ) als R-Verhältnis bezeichnet wird [20]. Bei der Entwicklung dieses Prüfverfahrens für Polyethylenwerkstoffe zeigte sich, dass ein runder Prüfkörper mit umlaufender Kerbe („Cracked Round Bar“ – CRB) sehr gut für Risswachstumsversuche geeignet ist. Der in anderen Testverfahren gebräuchliche „Compact Tension“-Prüfkörper (CT) besitzt an der Oberfläche einen ebenen Spannungszustand und im Inneren einen ebenen Dehnungszustand, was zu unterschiedlichen Rissausbreitungen führt und nicht das Schädigungsverhalten an einem echten Bauteil widerspiegelt. Durch seine Geometrie wächst der Riss auch sehr langsam durch das Material. Da der CRB-Prüfkörper keine freie

Oberfläche besitzt, die normal zur eingebrachten Kerbe steht, wird der ebene Spannungszustand unterdrückt und der daraus resultierende Zustand ist bauteilähnlicher.

Aufgrund der Prüfkörpergeometrie kann die Schädigung des Materials während der Tests nicht optisch mitverfolgt werden. Daher wird die Änderung der Rissöffnung mittels Extensiomter kontinuierlich mitverfolgt. Da es sich bei dieser Methode um eine zyklische Beanspruchung handelt, variiert die Rissöffnung je nach momentaner Last zwischen einem Minimal- und Maximalwert. Die Differenz der beiden Werte wird mit  $\Delta\delta$  bezeichnet. Durch Variation des R-Verhältnisses können unterschiedliche zyklische Belastungen realisiert werden. Durch eine anschließende Extrapolation der Verhältnisse zu  $R=1$  kann die Lebensdauer des Materials für den statischen Fall abgeschätzt werden. Diese Extrapolation, die für Polyethylen entwickelt wurde, ist zulässig, da sich der Versagensmechanismus in zyklischen Versuchen ähnlich verhält wie in statischen [20–23]. Für Polyethylen wurde diese Vorgehensweise bereits realisiert sowie überprüft und sollte im Zuge dieser Masterarbeit auf ihre Anwendbarkeit bei verstärkten Polypropylen-Rohrmaterialien untersucht werden.

Da der physikalische Riss während der Tests nicht direkt einsehbar ist spielt hierbei die sogenannte Nachgiebigkeitskalibrierung (Abbildung 2.10) eine wichtige Rolle, bei der die Prüfkörperrnachgiebigkeit  $C$  in Abhängigkeit von der nach den Versuchen gemessenen Risslänge  $a$  aufgetragen wird [24]. Die Prüfkörperrnachgiebigkeit wird dabei durch die Division der Rissaufweitung  $\Delta\delta$  (durch Extensiomter während der Tests gemessen) durch die aufgebrachte Belastung  $\Delta F$  errechnet.



**Abb. 2.10:** Schematische Darstellung der Nachgiebigkeitskalibrierung [24].

Wie in obiger Graphik dargestellt, steigt die Nachgiebigkeit von PE mit steigender Risslänge. In der Literatur ist diese Kalibrierkurve für PE material- und geometrieabhängig, ändert sich aber bei unterschiedlichem R-Verhältnis nicht [24].

Ungefülltes Polypropylen zeigte in den zyklischen Ermüdungsversuchen ein quasi-sprödes Bruchverhalten, das dem Spröbruch in Polyethylen ähnlich ist. Hierbei wurde beobachtet, dass  $\Delta\delta$  zu Beginn der Experimente ein konstantes Niveau annimmt. Im weiteren Verlauf des Experiments kommt es ab einem bestimmten Punkt zu einem raschen Versagen des Prüflings. Angekündigt wird dieses Versagen bei PP von einem stufenweisen Anstieg von  $\Delta\delta$  mit ein bis zwei Stufen. Im Gegensatz dazu erhöht sich die Differenz der Rissöffnung bei Polyethylen in mehreren Stufen, wodurch ein Versagen früher angekündigt wird. Bei einer mikroskopischen Untersuchung der Prüfkörper nach den Tests wurde herausgefunden, dass sich in der plastischen Zone vor der Risspitze hochverstreckte Fibrillen bildeten, die durch die kontinuierliche Belastung rissen und so zu einer Verlängerung des Anrisses führten [25]. Die bereits gefundenen Zusammenhänge dieser Prüfmethodik für PE und ungefülltes PP, sollten im Zuge dieser Arbeit auf verstärkte PP Systeme ausgeweitet werden.

### 3 EXPERIMENTELLES

#### 3.1 Materialien

Es wurden vier verschiedene Arten von Polypropylen (PP) untersucht, welche normalerweise als Verbund in einem 3-Schicht Abwasserrohr verwendet werden. Es handelte sich bei den Materialien jeweils um eine Außen- sowie Innenschicht von Kanalrohren und zusätzlich zwei verschiedenen Varianten einer Mittelschicht. Der Grundwerkstoff aller vier Materialien ist PP, wobei es je nach Verwendungszweck entweder in reiner Form, oder mit mineralischen Additiven verstärkt war. Je nach Positionierung der Materialien innerhalb des Rohres werden sie mit Außenschicht (AS), Innenschicht (IS) und Mittelschicht (MS und MSwb) bezeichnet. In Tabelle 3.1 ist die Zusammensetzung der Materialien aufgelistet.

**Tab. 3.1:** Materialzusammensetzung der vier Werkstoffe.

Materialbezeichnung	Kunststoff	Kreide/Talkum	Wollastonit
AS	PP-Blend	0%	19%
IS	PP-Block	0%	0%
MS	PP-Block	47%	0%
MSwb	PP-Blend	47%	0%

Wie in Tabelle 3.1 angeführt, wurde der Kunststoff mittels Talkum und Kreide oder Wollastonit verstärkt. Das dem Kunststoff beigemengte Talkum machte den Großteil der Verstärkungsstoffe in den Mittelschichten aus und lag im Prüfkörper in Plättchenform (ca. 30x30x2  $\mu\text{m}$ ) vor, während nur ein geringer Prozentsatz der Additive Kreide ausmachte.

Bei dem in Tabelle 3.1 erwähnten Wollastonit handelt es sich um Calciumsilikat, welches in Plättchen- oder Nadelform auftreten kann. Der in dieser Arbeit verwendete Verstärkungsstoff lag in Nadelform vor (Länge: ca. 100  $\mu\text{m}$ , Durchmesser: ca. 10  $\mu\text{m}$ ), um die Steifigkeit, Kratzfestigkeit und Biegefestigkeit des Rohres zu verbessern [26].

Die beiden Mittelschichtmaterialien, wie in Tabelle 3.1 ersichtlich, unterschieden sich nicht durch die Zusammensetzung der einzelnen Komponenten, sondern nur durch den chemischen Aufbau der PP-Ketten. Das MS-Material besteht aus einem PP-Blockcopolymer, während es sich bei MSwb um ein Compound aus PP-Block- und PP-Homopolymer handelt [27].

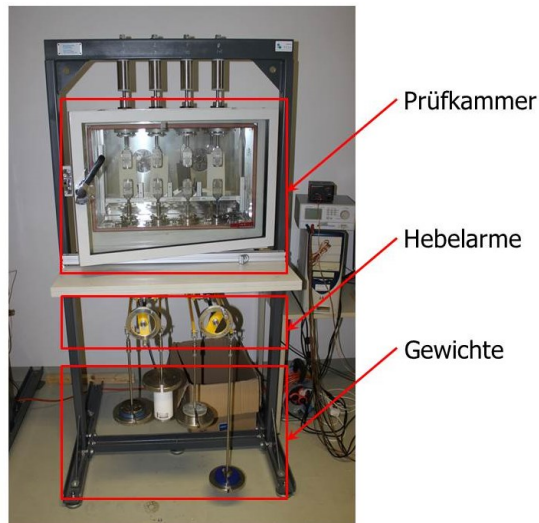
## **3.2 Geräte**

### **3.2.1 Kriechversuche**

Kriechversuche sind unerlässlich um das zeitabhängige Verhalten von Kunststoffen vorhersagen zu können. Hierbei handelt es sich um Versuche mit einer vordefinierten Last welche in Längsrichtung wirkt (Zug-Kriechversuche) und über einen längeren Zeitraum aufrechterhalten wird. Für die Durchführung der Versuche wurden zwei verschiedene Prüfstände verwendet und die in den Experimenten gefundenen Daten untereinander verglichen.

#### **3.2.1.1 4-fach Kriechprüfstand**

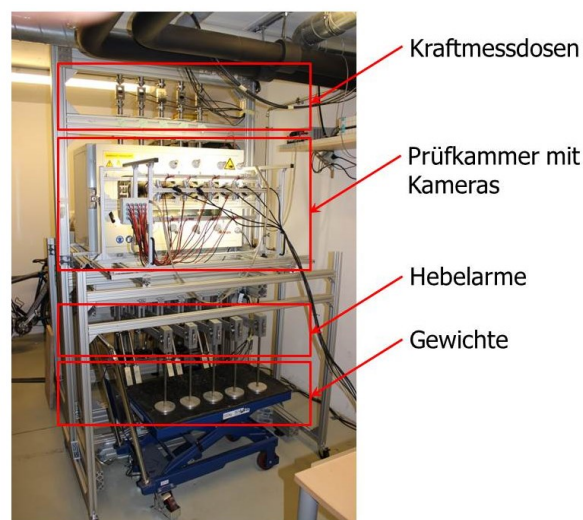
Der in dieser Arbeit verwendete Kriechprüfstand besitzt nur eine Heizung ohne Kühlung und konnte daher in einem Temperaturbereich von 33 – 63°C eingesetzt werden. Eine Messung mit einer Starttemperatur von 23°C ist aufgrund der fehlenden Kühlung nicht möglich. Die Beleuchtung der Kameras heizt die Messzelle bereits nach kurzer Zeit auf etwa 30°C auf. Des Weiteren ist diese Maschine mit niedrigauflösenden Kameras (0,4 Megapixel) ausgestattet, wodurch die Genauigkeit der Deformationsmessung begrenzt ist. Die erforderliche Kraft für die Messung wird über Hebel mit Hilfe von Gewichten an der Unterseite der Maschine aufgebracht (Abbildung 3.1). Die Deformationsmessung erfolgt mittels oben erwähnter Kameras, die vor der Kammer platziert werden.



**Abb. 3.1:** Foto des 4-fach Kriechprüfstandes.

### 3.2.1.2 5-fach Universalprüfstand

Diese Prüfmaschine besitzt, im Gegensatz zum 4-fach Prüfstand, ein Kühlaggregat, wodurch Messungen ab einer Starttemperatur von 23°C möglich waren. Aufgrund der höheren Präzision der Dehnungsmessung (1,2 Megapixel-Kameras) und der Durchführbarkeit von Messungen bei einer Starttemperatur von 23°C wurden ausgewählte Experimente auf dieser Maschine als Vergleich wiederholt. Wie bei dem 4-fach Kriechprüfstand werden auch bei dieser Maschine die Gewichte über Hebel am unteren Ende der Maschine aufgebracht (Abbildung 3.2).

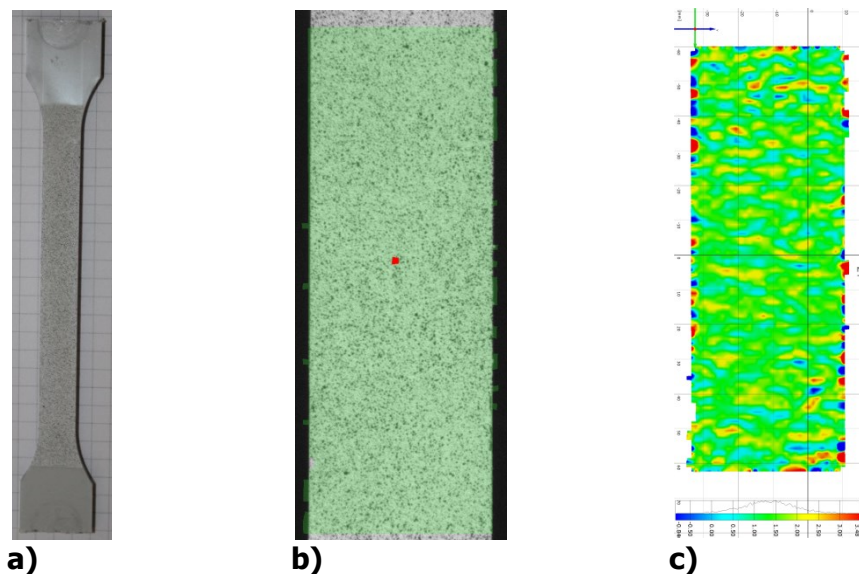


**Abb. 3.2:** Foto des 5-fach Universalprüfstandes.

Zur Validierung der SIM Methode wurden auf diesem Prüfstand auch klassische Kriechversuche bei gleichen Prüfparametern als Vergleich durchgeführt.

- **Prüfkörper der Kriechversuche**

Um die Kriechversuche korrekt auswerten zu können wurden Schulterstäbe, in Anlehnung an ISO 527 (Abbildung 3.3a) [28], verwendet, welche mittels des Spritzgussverfahrens [29] hergestellt wurden. Um die Prüfkörper in den Kriechprüfständen montieren zu können, wurden beide Schultern an den Enden geringfügig gekürzt. Weiters wurden die Mittelstege sämtlicher Prüflinge mit einer mattweißen Grundierung versehen und anschließend mit Graphitspray ein Muster auf diese aufgebracht (Abbildung 3.3a). Dieses Muster kann von den Kameras erkannt werden (Abbildung 3.3b) und mittels digitaler Bildkorrelation (Digital Image Correlation - DIC) zur Dehnungsmessung verwendet werden (Abbildung 3.3c).



**Abb. 3.3:** Bilder eines spritzgegossenen Schulterstabes (a), des Auswertefensters des aufgesprühten Musters (b) und der Längsdehnungsergebnisse (DIC) von MSwb nach einem SIM-Versuch mit 4MPa (c).

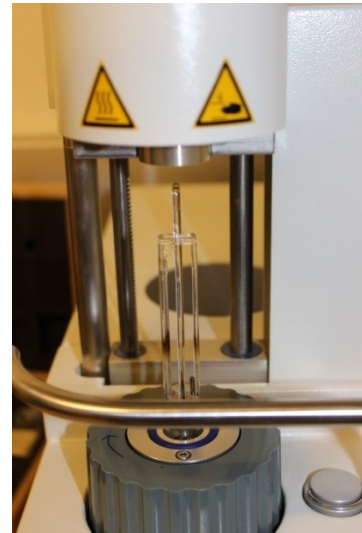
### 3.2.2 Thermisch-mechanische Versuche

Die Ermittlung der Wärmeausdehnung wurde mit Hilfe der thermisch-mechanischen Analyse (TMA) auf einer Prüfmaschine der Firma Mettler Toledo (Greifensee, CH), wie in Abbildung 3.4a ersichtlich, für alle Materialien durchgeführt. Hierbei wird ein Prüfkörper

auf dem Stempel der Messzelle (Abbildung 3.4b) platziert und mit einer Aufheizrate von 5 K/min erhitzt. Während des Aufheizvorgangs wird die temperaturbedingte Ausdehnung des Prüfkörpers gemessen. Diese Messung wurde für jedes Material in alle drei Raumrichtungen durchgeführt. Aufgrund der Wasserkühlung ist es nicht möglich Messungen bei 23°C zu starten, weshalb die Werte für diese Temperatur extrapoliert wurden.



a)



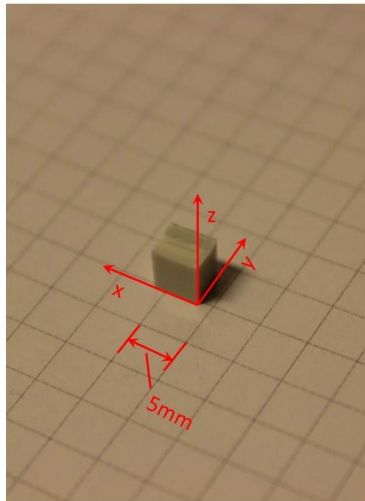
b)

**Abb. 3.4:** Foto der TMA-Anlage (a) sowie des Stempels der Messzelle (b).

- **Prüfkörper der Wärmeausdehnungsmessungen**

Zur Ermittlung der Wärmeausdehnung wurden Prüfkörper mit den Abmessungen 5x5x5 mm hergestellt (Abbildung 3.5). Aus diesem Grund wurden Schulterstäbe mit Hilfe der Prüfkörpersäge (Kapitel 3.2.6.1) zerteilt, und zurecht geschliffen.

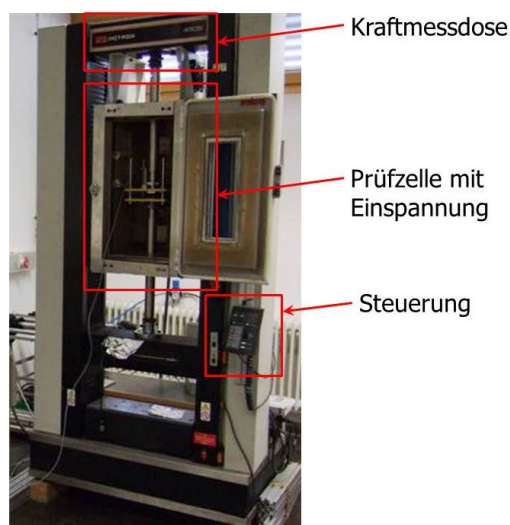




**Abb. 3.5:** Foto eines TMA-Prüfkörpers.

### 3.2.3 Relaxationsversuche

Für die Messung der in den Rohren enthaltenen Eigenspannungen mussten Prüfkörper mit einer Prüfgeschwindigkeit von 100 mm/s auf Zug beziehungsweise auf Biegung beansprucht werden. Nach Erreichen der Endposition wurde diese für 24 Stunden gehalten (Relaxation [10]). Diese Tests wurden mit Hilfe einer Universalprüfmaschine der Firma Instron (Norwood, USA), wie in Abbildung 3.6 dargestellt, durchgeführt, wobei hierfür eine 1kN Kraftmessdose eingebaut wurde.

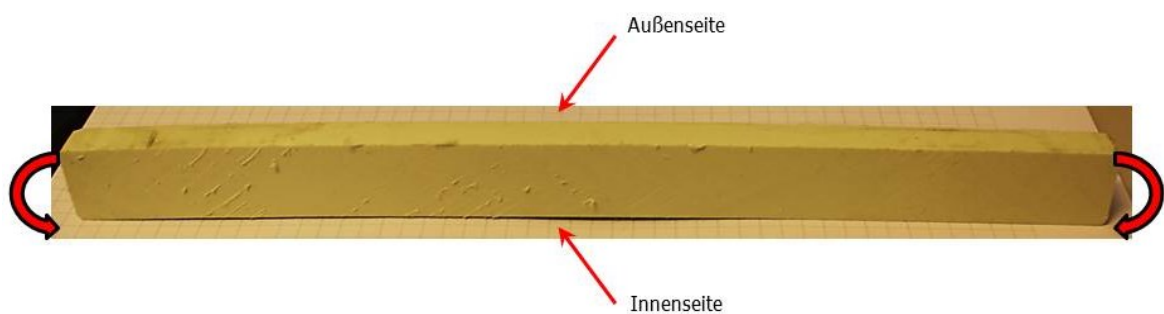


**Abb. 3.6:** Übersichtsbild der Prüfmaschine der Firma Instron.

- **Prüfkörper der Eigenspannungsmessungen**

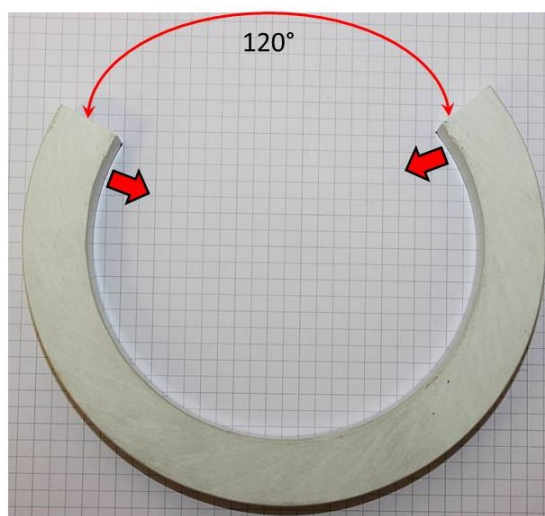
Die Prüfkörper für die Bestimmung der axialen und radialen Eigenspannungen wurden aus Rohren mit einem Außendurchmesser von 160 mm und einer Wandstärke von 19 mm entnommen.

Zur Berechnung der axialen Eigenspannungen in Rohren wurden zu Beginn der Experimente Streifen mit einer Länge von 250 mm und einer Breite von 10 mm aus den Rohren geschnitten (Abbildung 3.7).



**Abb. 3.7:** Bild eines Prüfkörpers zur Messung der axialen Eigenspannungen inklusive Deformationsrichtung.

Für die Kalkulation der radialen Eigenspannungen wurden Ringe mit einer Länge von 15 mm von den Rohren abgetrennt, wobei anschließend ein Segment mit  $120^\circ$  herausgeschnitten wurde (Abbildung 3.8).

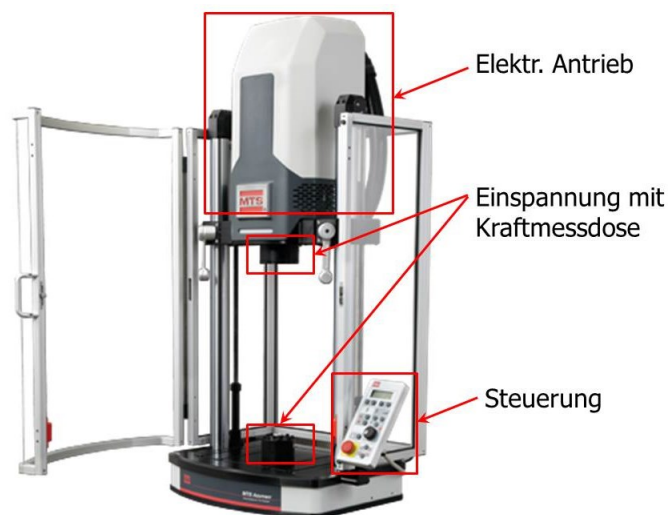


**Abb. 3.8:** Bild eines Prüfkörpers zur Messung der radialen Eigenspannungen inklusive Deformationsrichtung.

Die Eigenspannungen in den Rohren können nur bestimmt werden, wenn die herausgeschnittenen Prüflinge für eine vordefinierte Zeit frei verformbar liegen gelassen werden. Anschließend werden sie auf die Anfangsgeometrie zurückgebogen. Durch die auftretenden Kräfte wird auf die im Material enthaltenen Eigenspannungen rückgerechnet (Kapitel 2.2.2).

### 3.2.4 Ermüdungsversuche

Zur Ermittlung des Schädigungsverhaltens von MSwb wurden Ermüdungsversuche durchgeführt. Dazu wurden Prüfkörper unterschiedlich lange angeschwungen und anschließend die Ausbreitung der Schädigungszone dokumentiert. Alle dynamischen Versuche wurden an einer elektrodynamischen Prüfmaschine Acumen (3 kN) (Abbildung 3.9) der Firma MTS (Eden Prairie, USA) durchgeführt.



**Abb. 3.9:** Abbildung einer elektrodynamischen Prüfmaschine MTS Acumen [30].

- **Prüfkörper der Ermüdungsversuche**

Alle für die Ermüdungsversuche verwendeten „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörper wurden aus der Wand der extrudierten Rohre gedreht und anschließend, in Anlehnung an ÖNORM 25194/ ISO 18489 [31], mittels einer Rasierklinge in der Mitte gekerbt (Abbildung 3.10).



**Abb. 3.10:** Aufnahme eines CRB-Prüfkörpers mit Mittelkerbe.

### 3.2.5 Lichtmikroskopie

Zur Vermessung der Schädigungszonen wurden die Prüfkörper zerteilt und mittels Lichtmikroskopie untersucht. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen dieser Versuche wurden mit Hilfe des SZX12 Stereomikroskops (Abbildung 3.11) von Olympus (Tokio, JP) bei einer 20-fachen Vergrößerung realisiert.

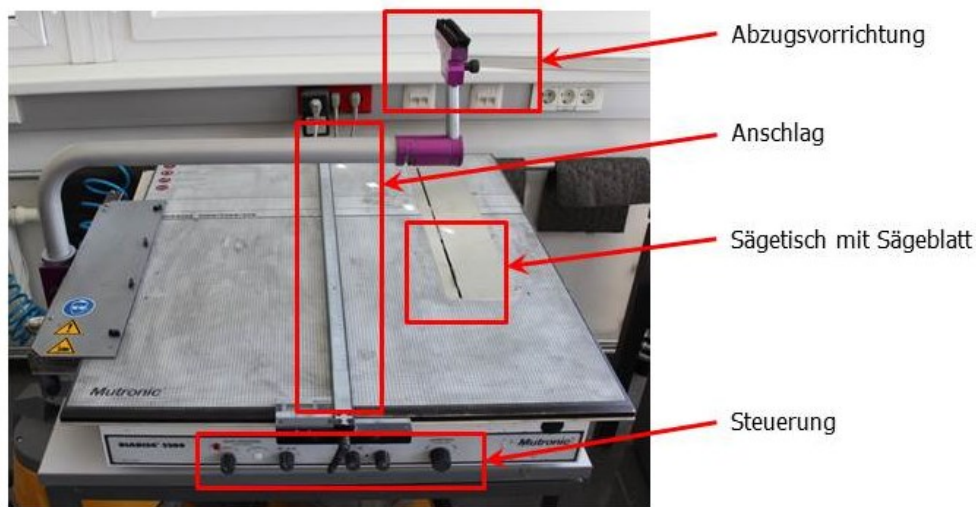


**Abb. 3.11:** Foto des Lichtmikroskops Olympus SZX12.

### 3.2.6 Prüfkörpervorbereitung

#### 3.2.6.1 Prüfkörpersäge

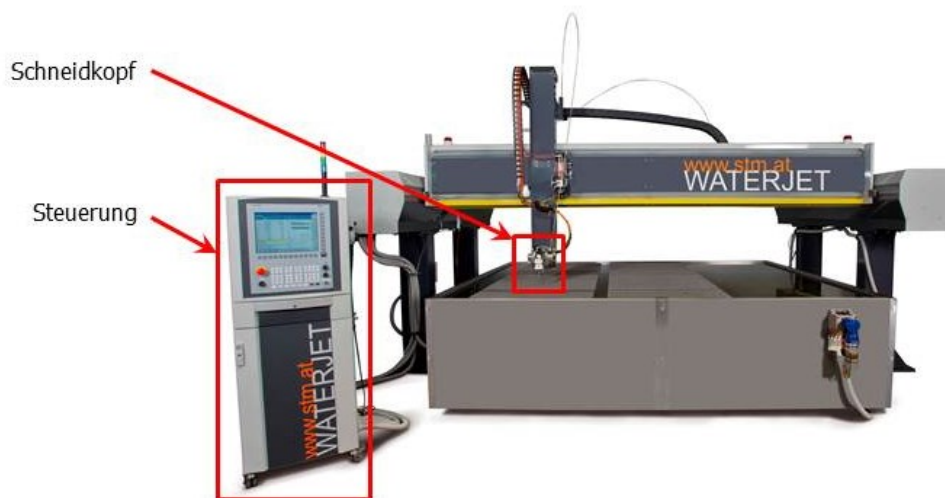
Zur Bearbeitung der Prüfkörper wurde eine Prüfkörpersäge Diadisc 5200 (Abbildung 3.12) der Firma Mutronic (Rieden bei Füssen, GER) verwendet. Es wurde vor Allem darauf geachtet die thermische Belastung in kritischen Bereichen so gering wie möglich zu halten. Dazu wurde die eingebaute Sprühnebelkühlung verwendet.



**Abb. 3.12:** Übersichtsbild der Prüfkörpersäge mit hochgeklappter Abzugsvorrichtung.

#### 3.2.6.2 Wasserstrahlschneideanlage

Anschließend an die zyklischen Versuche wurden die CRB-Prüfkörper mittels Wasserstrahlschneider der Firma STM (Salzburg, AUT), wie in Abbildung 3.15 veranschaulicht, zerschnitten. Diese Art der Schneidetechnik wurde verwendet, da der im Material enthaltene Talk bei herkömmlichen Trennmethoden (Prüfkörpersäge, Schneiden) verschmiert wird und eine genaue Auswertung daher unmöglich macht. Anschließend an das Trennverfahren wurden die acht entstandenen Schnittflächen poliert und mikroskopisch vermessen.



**Abb. 3.13:** Anschauungsbild eines Wasserstrahlschneiders der Firma STM [32].

### 3.3 Bestimmung der mechanischen Langzeiteigenschaften

Der erste Teil dieser Arbeit bestand darin, die mechanischen Langzeiteigenschaften der vier ausgewählten Materialien anhand des Zug-Kriechmoduls und der zeitabhängigen Querkontraktionszahl zu ermitteln. Hierfür wurde die in Kapitel 2.3 beschriebene SIM Methode verwendet. Bei dieser Methode wird die Last über den gesamten Prüfzeitraum konstant gehalten, aber die Temperatur stufenweise variiert. Die in dieser Arbeit durchgeführten Tests wurden an zwei unterschiedlichen Prüfmaschinen durchgeführt. Die Prüfkörper wurden hierfür in die Prüfvorrichtungen eingespannt und im unbelasteten Zustand 10 Minuten temperiert, bevor das Experiment startete. Die geringe Temperierdauer ist dadurch begründet, dass die Prüfkörper bereits im Vorhinein bei 23°C 50 rel. F. gelagert wurden.

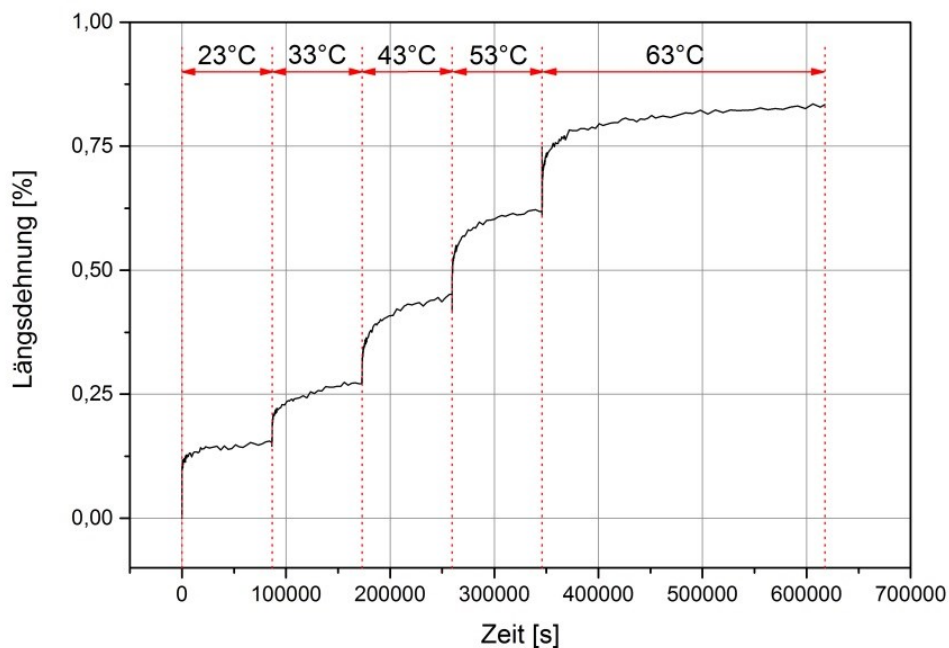
Um den Einfluss der Wärmeausdehnung während der Versuche zu berücksichtigen, wurden TMA-Versuche durchgeführt. Hierbei wurden Versuche zwischen 25°C und 65°C mit einer Aufheizrate von 5 K/min für alle Materialien in alle drei Raumrichtungen durchgeführt. Dabei wird eine 5x5x5 mm große Probe auf einem Probentisch platziert und mit einem Stempel von oben fixiert. Durch die steigende Temperatur dehnt sich der Werkstoff aus und der Stempel verändert seine Position.

### 3.3.1 Ermittlung des Kriechmoduls

Der 4-fach Prüfstand besitzt keine Kühlung. Da sich bei den Vorversuchen zeigte, dass durch das Fehlen einer Kühlung eine Prüfung der Werkstoffe bei 23°C nicht möglich war, wurden die Tests bei 33°C gestartet und in 10° Schritten bis 63°C gesteigert. Dabei wurde jede Temperaturstufe für jeweils 24 Stunden konstant gehalten. Die Tests wurden für alle vier Materialien und Spannungen von 2, 4 und 6 MPa jeweils zweimal durchgeführt.

Da bei dem ursprünglich ausgewählten Kriechprüfstand eine Messung ab Raumtemperatur nicht möglich war, wurden ausgewählte Versuche an einer moderneren Maschine mit integrierter Kühlung wiederholt. Die Messungen wurden bei 23°C gestartet und stiegen in 10° Schritten bis 63°C, wobei in diesen Experimenten die Temperaturstufen ebenfalls für 24 Stunden gehalten wurden. Alle vier Materialien wurden zweimal mit einer Spannung von 4 MPa gemessen. Das Material MSwb wurde zusätzlich mit 6 MPa vermessen.

Während der Tests wurden mit Hilfe der Aramis Auswertesoftware und „Digital Image Correlation“ (DIC) die Dehnungen in Längs- und Querrichtung aller Kriechversuche ermittelt. Diese wurden anschließend in Diagrammen dargestellt (Abbildung 3.14), wobei die einzelnen Temperaturstufen gesondert betrachtet wurden. Die bei der TMA Messung gefundenen Werte wurden subtrahiert. Der Beginn der einzelnen Temperaturstufen ist danach mit der Anfangssteigung bis zu einer Dehnung von 0% nach unten verlängert und anschließend horizontal auf der Zeitachse ebenfalls in den Nullpunkt verschoben worden (Kapitel 2.3). Daraufhin erfolgte die Konvertierung der beiden Achsen von einer skalaren in eine logarithmische Ansicht, gefolgt von der horizontalen Aneinanderreihung (Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzip) aller Temperaturstufen an die Erste (23°C, beziehungsweise 33°C), um das Langzeitverhalten darzustellen. Durch dieses Prozedere wurde die virtuelle Zeitachse ermittelt, welche schließlich über den Modul aufgetragen wurde, welcher sich aus der Division der Spannung durch die Längsdehnung errechnete.



**Abb. 3.14:** Anschauungsbeispiel der Kriechdaten von MSwb in einem SIM Kriechversuch und 4 MPa Belastung.

Abschließend zu den SIM Untersuchungen wurden zur Ermittlung von Referenzwerten Standardkriechversuche [33] mit der Dauer von einer Woche und 4 MPa Spannung bei 23°C für alle Materialien mittels 5-fach Kriechprüfstand durchgeführt.

### 3.3.2 Bestimmung der zeitabhängigen Querkontraktionszahl

Durch die Auswertung der Dehnungen in Längs- und Querrichtung konnte auch die zeitabhängige Querkontraktionszahl ( $\mu$ ) ermittelt und über die virtuelle Zeitachse der Kriechversuche dargestellt werden. Die Querkontraktionszahl errechnete sich hierbei aus dem negativen Verhältnis der Querdehnung zur Längsdehnung.

## 3.4 Ermittlung der Eigenspannungen

Durch den Herstellungsprozess von Rohren werden Eigenspannungen in das Material eingebracht, welche das Langzeitverhalten der Bauteile maßgeblich beeinflussen können. In dieser Arbeit wurden sowohl die axialen als auch die radialen Eigenspannungen der vier ausgewählten Werkstoffe mittels Rückdeformation von verformten Prüflingen ermittelt. Die Ergebnisse der Eigenspannungsanalyse geben, wie in Kapitel 2.2



beschrieben, die Absolutwerte der maximal auftretenden Zug- und Druckeigenspannungen in dünnwandigen Rohren an.

### **3.4.1 In axiale Richtung**

Zur Ermittlung der axialen Eigenspannungen der Werkstoffe wurden, wie in Kapitel 3.2.3 beschrieben, Streifenprüfkörper (jeweils 4 Stück pro Material) aus Rohren geschnitten. Als Referenzwert wurden Bilder der undeformierten Prüfkörper aufgenommen. Als nächster Schritt wurden die Streifen für acht Wochen bei Raumtemperatur (23°C, 50% rel. F.) frei verformbar liegen gelassen. Dadurch stellte sich infolge der Eigenspannungen eine Krümmung der Prüflinge ein. Diese Geometrieänderung wurde durch Bildaufnahmen nach 7 und 15 Tagen, sowie 3, 4, 5, 6, 7 und 8 Wochen nach der Herstellung der Streifen festgehalten.

Nach Erreichen der acht Wochen wurden alle Prüflinge an der in Kapitel 3.2.3 beschriebenen Prüfmaschine durch einen 3-Punkt Biegeversuch mit einer Stützweite von 160 mm und einer Prüfgeschwindigkeit von 100 mm/s bei Raumtemperatur wieder in ihre Ursprungsgeometrie rückgebogen. Jeweils zwei Prüfkörper pro Material wurden anschließend eine Stunde in der rückdeformierten Position gehalten und zwei wurden zur Ermittlung des Relaxationsverhaltens für 24 Stunden in der Endposition gehalten.

### **3.4.2 In radiale Richtung**

Die Feststellung der radialen Eigenspannungen erfolgte ähnlich wie jene der axialen, wobei anstatt der streifenförmigen Prüflinge, wie in Kapitel 3.2.3, Kreisringsegmente aus den Rohren hergestellt wurden (jeweils drei pro Material). Vor dem Herausschneiden des 120° Segments des Kreisrings wurden die Prüflinge abgelichtet um den Ausgangsdurchmesser der Ringe digital bestimmen zu können. Anschließend wurden die Segmente bei Raumtemperatur (23°C, 50% rel. F.) ebenfalls für acht Wochen frei verformbar gelagert, wodurch sich infolge der Eigenspannungen der Durchmesser der Ringsegmente verringerte. Diese Verringerung des Radius wurde direkt nach dem schneiden, nach 1 und 5 Tagen sowie nach 1, 2, 3, 4 (genauer nach 29 Tagen), 5, 6, 7 und 8 Wochen festgehalten.

Nach der achtwöchigen Lagerung der Segmente wurden die Prüflinge auf der, in Kapitel 3.2.3 beschriebenen, Prüfmaschine durch einen Zugaufsatz bei Raumtemperatur mit 100 mm/s in ihre Ursprungsgeometrie rückdeformiert. Zwei Versuche pro Material

verblieben anschließend für 24 Stunden in der Endposition, um das Relaxationsverhalten charakterisieren zu können, während der dritte Versuch nach einer Stunde beendet wurde.

Die Ergebnisse der Relaxationsversuche (axial sowie radial) wurden mit Hilfe eines linearen Fits auf acht Wochen, was der Liegezeit der Prüflinge entsprach, extrapoliert und in die Formeln (Kapitel 2.2.2) zur Ermittlung der axialen und radialen Eigenspannungen eingesetzt, wobei die Ergebnisse der axialen Eigenspannungen lediglich als Vergleich der vier gewählten Materialien angesehen werden kann. Die errechneten radialen Eigenspannungen wurden wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben mit der Korrektur für dickwandige Rohre kalkuliert und anschließend gegenübergestellt. Da bei dieser Berechnung die Eigenspannungsverteilung als linear angesehen wird, tatsächlich aber einem anderen Verlauf folgt (Abbildung 2.4) wurden diese ineinander umgerechnet. Dafür wurde die Differenz der maximal auftretenden Eigenspannungen der korrigierten, vereinfachten Berechnung in Zug- und Druckbereich ermittelt. Diese Differenz wurde als Ausgangswert für die Differenz der wahren Spannungsverteilung mit einem Verhältnis von 2:1 von Druckspannungen an der Außenseite zu Zugspannungen an der Rohrinne aufgetragen.

### **3.5 Schädigungsverhalten von verstärktem Polypropylen**

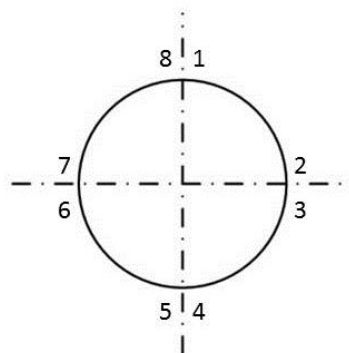
Die Untersuchungen des Schädigungsfortschritts in Rohrwerkstoffen wurden anhand eines ausgewählten, verstärkten Rohrwerkstoffs (MSwb) durchgeführt. Bei Vorversuchen wurde festgestellt, dass sich in verstärkten PP-Werkstoffen nicht der physikalische Riss ausbreitet. Stattdessen bildet sich vor der Risspitze eine Schädigungszone aus, welche im Laufe des Experiments weiterwächst. Erst gegen Ende des Versuchs kommt es zu einem raschen Versagen des Prüfkörpers durch ein schnelles Wachsen des physikalischen Risses. Um das Wachstum der Schädigungszone während Ermüdungsversuchen bei Raumtemperatur beobachten zu können, wurden CRB Prüfkörper (Kapitel 3.2.4) mit unterschiedlichen Parametern jeweils nach unterschiedlich vielen Zyklen abgestoppt (Prüfmaschine Kapitel 3.2.4). Während der Versuche wurde die Aufweitung des Anrisses („Crack Opening Displacement“-COD oder auch  $\delta$ ) mit Hilfe von Extensometern mitverfolgt. Die verschiedenen Parameter, sowie die Zyklenzahlen, nach welchen die Versuche gestoppt wurden, sind in Tabelle 3.2 abgebildet. Das R-Verhältnis beschreibt

das Verhältnis zwischen der Maximal- und Minimalkraft der periodischen Sinus-Schwingung ( $R = F_{\min}/F_{\max}$ ).

**Tab. 3.2:** Parameterübersicht und Zyklenzahlen zur Risswachstumsbestimmung.

Maximalkraft [N]	R-Verhältnis [-]	Zyklenzahlen [Mio. Zyklen]
1800	0,1	0 / 0,01 / 0,1 / 0,5 / 1
1700	0,1	0 / 0,01 / 0,1 / 0,5 / 1 / 3,3
1700	0,3	0 / 0,5 / 1 / 2 / 3
1700	0,5	0 / 0,5 / 1 / 2 / 3

Anschließend an die zyklischen Versuche wurden die Prüfkörper mit Hilfe der Prüfkörpersäge (Kapitel 3.2.6.1) gekürzt. Im nächsten Schritt wurde der verkürzte Prüfling durch Wasserstrahlschneidetechnik der Länge nach geviertelt um einen Einblick auf die so entstandene Schädigungszone an acht Positionen entlang des Umfangs zu ermöglichen (Abbildung 3.15). Um die Schädigung besser sichtbar zu machen, wurden die acht Probeflächen poliert und anschließend unter dem Mikroskop (Kapitel 3.2.5) mit 20-facher Vergrößerung untersucht. Es wurde die Länge der Schädigungszone an allen acht entstandenen Schnittflächen normal zur Prüfkörperoberfläche und die maximal auftretende Risslänge vermessen. Die dadurch gefundenen Ergebnisse lieferten die Abhängigkeit der Länge der Schädigungszone von der Maximalkraft sowie des R-Verhältnisses.



**Abb. 3.15:** Darstellung des Schnittbildes der CRB-Prüfkörper mit den acht dadurch entstehenden Schnittflächen.

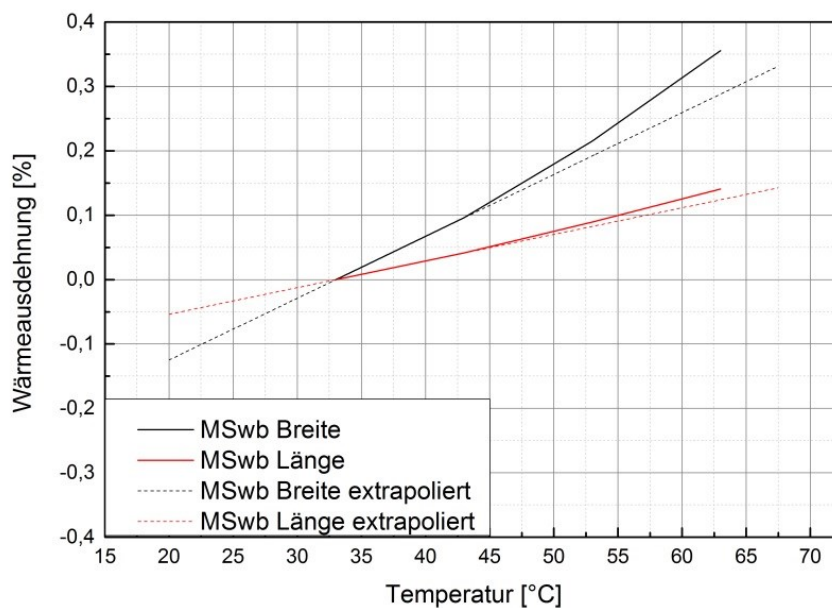
Abschließend wurde eine Nachgiebigkeitskalibrierung durchgeführt. Dabei wurden die maximale und die mittlere Länge der Schädigungszone über die Prüfkörpernachgiebigkeit in einem Diagramm aufgetragen. Die Prüfkörpernachgiebigkeit errechnete sich aus der Division von  $\Delta\delta$  durch die Differenz der Maximal- zur Minimallast ( $\Delta F$ ) des Experiments.

## 4 ERGEBNISSE UND DISKUSSION

### 4.1 Mechanische Langzeiteigenschaften

Zur Errechnung der mechanischen Langzeiteigenschaften wurden zwei unterschiedliche Kennzahlen an zwei Prüfständen ermittelt und miteinander verglichen. Diese waren der Zug-Kriechmodul und die zeitabhängige Querkontraktionszahl.

Zur korrekten Bestimmung der Kriechmoduln mittels SIM Methode, muss der Einfluss der Wärmeausdehnung quantifiziert werden. Dazu wurde, wie in Abbildung 4.1 für MSwb dargestellt, die richtungsabhängige Wärmeausdehnung der Werkstoffe bei einer Aufheizrate von 5 K/min bestimmt.



**Abb. 4.1:** Verlauf der Wärmeausdehnung über die Temperatur anhand von MSwb bei einer Referenztemperatur von 33°C und einer Aufheizrate von 5 K/min.

Die durchgehenden Linien in Abbildung 4.1 stellen die gemessenen Werte an der TMA-Maschine dar, während die strichlierten Linien den linearen Fit (Extrapolation) der Werte zwischen einer Temperatur von 33 und 45°C entsprechen. Diese Fits entsprechen nicht den tatsächlichen Verlauf des Wärmeausdehnungskoeffizienten, sondern nur Näherungswerten. Diese erhaltenen Werte waren wichtig, um im anschließenden Kriechversuch auch Ergebnisse für 23°C zu erhalten.

Es ist klar ersichtlich, dass der Wert der Querdehnung signifikant höher liegt als jener der Längsdehnung. Der niedrigere Wert kommt dadurch zu Stande, dass sich durch die spritzgegossenen Prüfkörper die Polymerketten in Längsrichtung orientierten [6].

Die in Tabelle 4.1 dargestellten Werte geben die Wärmeausdehnungen in Prozent für die relevanten Temperaturen bei einer Bezugstemperatur von 33°C wieder.

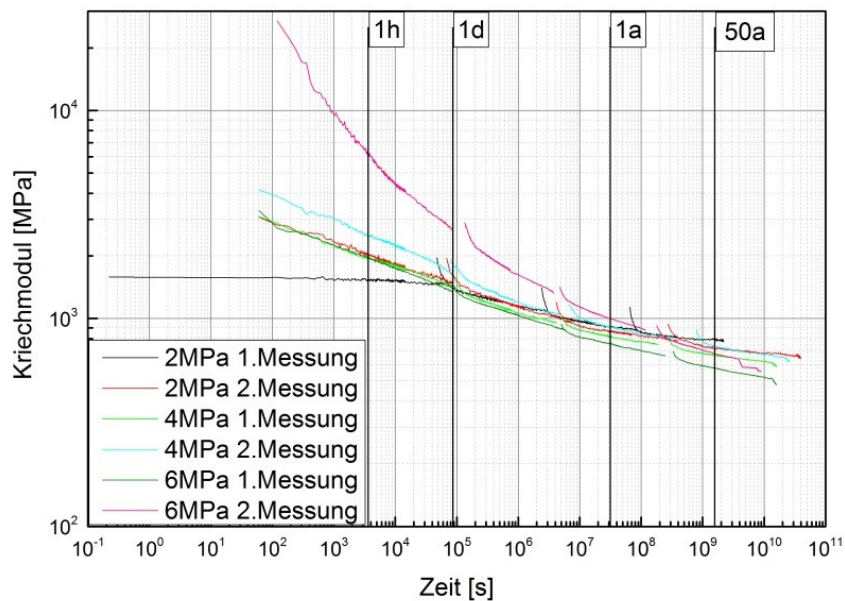
**Tab. 4.1:** Wärmeausdehnungen der Materialien in Quer- und Längsrichtung.

Material	Richtung	Wärmeausdehnung [%]				
		23°C*	33°C	43°C	53°C	63°C
-	-					
MS	Längs	-0,048	0	0,048	0,104	0,160
	Quer	-0,102	0	0,102	0,223	0,354
MSwb	Längs	-0,041	0	0,041	0,089	0,141
	Quer	-0,096	0	0,096	0,215	0,355
IS	Längs	-0,097	0	0,097	0,214	0,353
	Quer	-0,143	0	0,143	0,296	0,444
AS	Längs	-0,042	0	0,042	0,085	0,125
	Quer	-0,145	0	0,145	0,306	0,465

\* ... extrapolierte Werte mittels linearem Fit

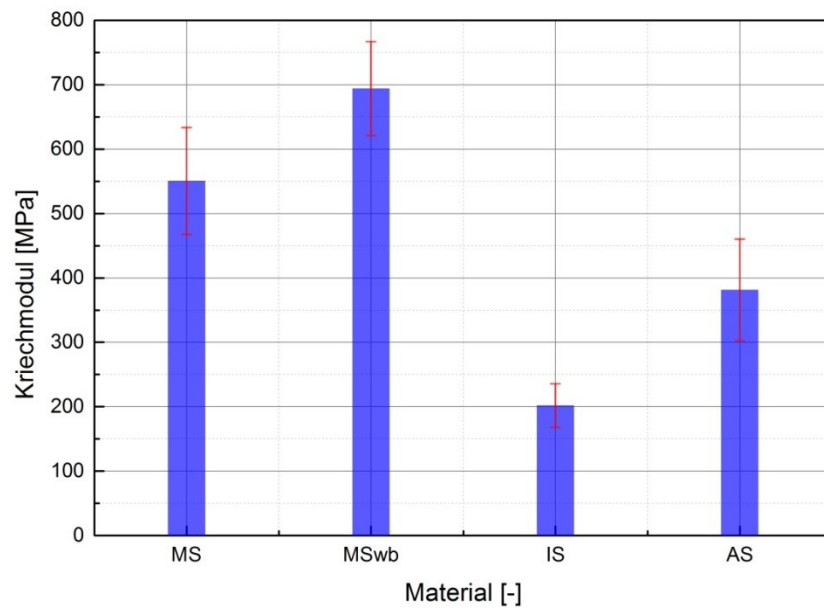
#### 4.1.1 4-fach Kriechprüfstand

Als erstes wurde der Kriechmodul mit Hilfe der SIM Methode an einem Prüfstand ohne Kühlung bestimmt. In Abbildung 4.2 sind Kriechkurven des Materials MSwb für eine Referenztemperatur von 33°C dargestellt.



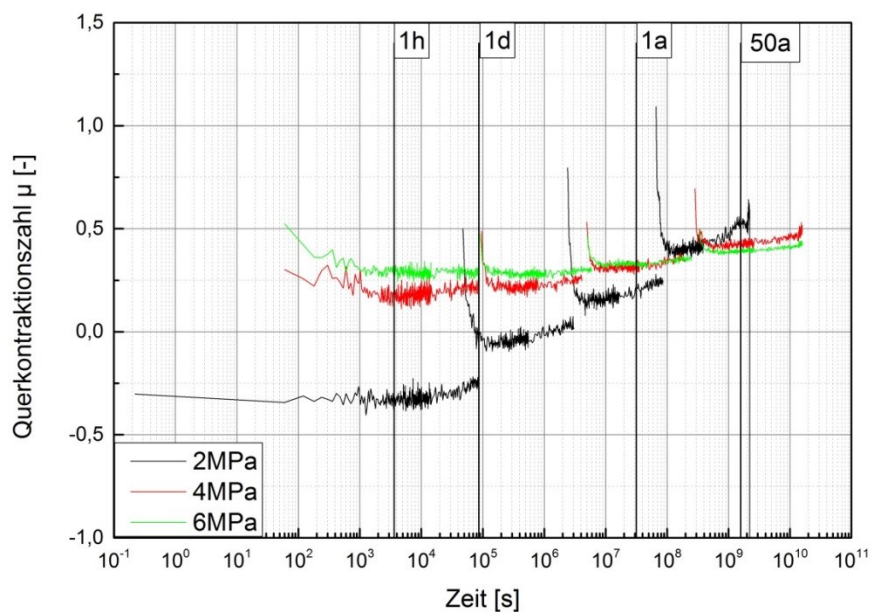
**Abb. 4.2:** Anschauungsbild ausgewerteter Kriechkurven von MSwb bei unterschiedlichen Spannungen und 33°C als Referenztemperatur.

Aufgrund der fehlenden Heizung und der niedrig auflösenden Kameras sind die Unterschiede der Kriechmoduln bei niedrigen Temperaturen sowie geringen Dehnungen sehr hoch. Es wurde beschlossen den Kriechmodul nach 50 Jahren zu vergleichen, da dieser Wert für die Lebensdauerabschätzung von Rohren von großem Interesse ist. Die Moduln näherten sich in diesem Bereich wieder an und es waren für 2 und 4 MPa keine signifikanten Unterschiede mehr zu erkennen. Dies lässt vermuten, dass der Kriechmodul bei diesen Belastungen lastunabhängig war und die Versuche innerhalb oder nahe des linear viskoelastischen Bereichs der Werkstoffe durchgeführt wurden [34]. Der Verlauf der 6 MPa Kurven lässt darauf schließen, dass diese nicht mehr im linear viskoelastischen Bereich gemessen wurden. Die Auswertung der Kriechmoduln aller vier Materialien nach 50 Jahren ist in Abbildung 4.3 dargestellt.



**Abb. 4.3:** Kriechmodul der vier Materialien nach 50 Jahren bei 33°C als Referenztemperatur.

Die in Abbildung 4.3 dargestellten Moduln zeigen eindeutig, dass das unverstärkte PP der Innenschicht den niedrigsten Wert aufweist, wo hingegen die beiden mit Talkum und Kreide verstärkten Mittelschichten die Maximalwerte erreichten. Die mit Wollastonit verstärkte Außenschicht befindet sich zwischen den anderen Werten. Die Auswertung der Querkontraktionszahl  $\mu$  wurde ebenfalls durchgeführt und ist in Abbildung 4.4 exemplarisch für das Material MSwb dargestellt.



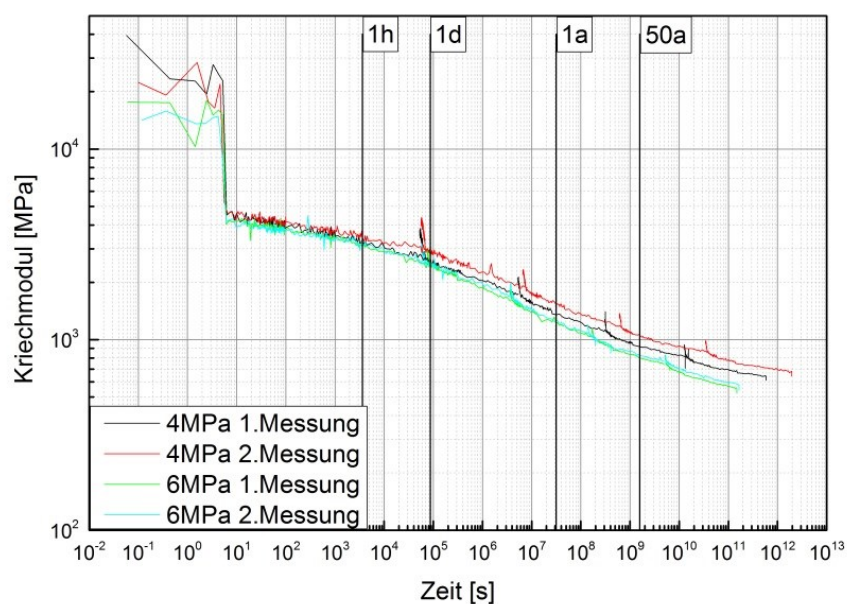
**Abb. 4.4:** Überblick über  $\mu$  bei unterschiedlichen Spannungen für MSwb und 33°C.



Wie in Abbildung 4.4 ersichtlich ist der Verlauf der Querkontraktionszahl ungewöhnlich, da diese für unverstärkte Thermoplastsysteme nicht negativ wird. Aufgrund des Umstandes, dass sich an diesem Prüfstand keine reproduzierbaren Ergebnisse für die Kriechmodulbestimmung finden ließen, konnte in weiterer Folge auch keine aussagekräftige Querkontraktionszahl ermittelt werden. Der in obiger Abbildung dargestellte Verlauf würde bedeuten, dass die Dicke eines Prüfkörpers bei axialer Zugbelastung zunehmen würde, was nicht der Fall ist. Dieser Verlauf legte die Vermutung nahe, dass die Bezugstemperatur von 33°C das Ergebnis der Querkontraktionszahl verfälscht hatte. Aus diesem Grund und aufgrund der großen Schwankungen des Kriechmoduls in Abbildung 4.1 wurde beschlossen ausgewählte Versuche auf einem anderen Prüfstand mit Kühlung und hochauflösenden Kameras mit telezentrischen Objektiven zu wiederholen.

#### 4.1.2 5-fach Universalprüfmaschine

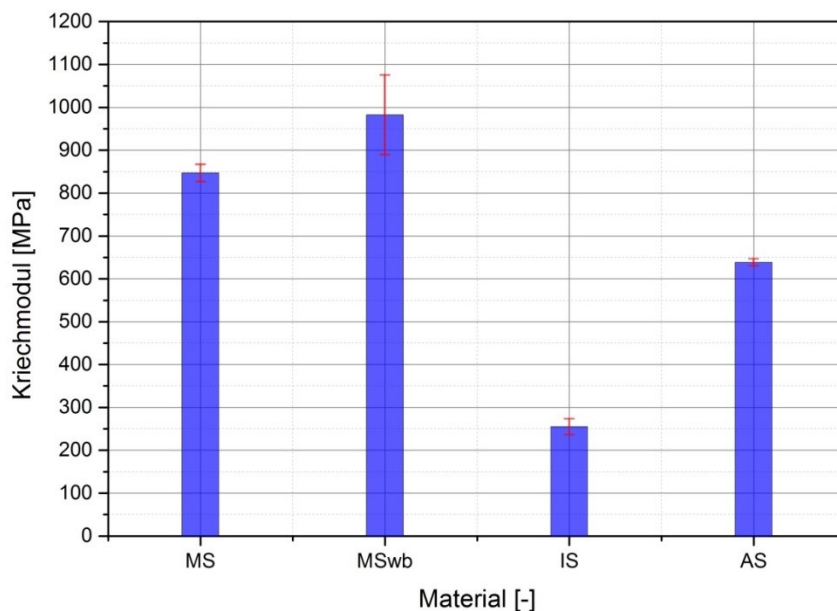
Durch die Tatsache, dass der Kriechmodul bei den in dieser Arbeit gewählten Lasten lastunabhängig sein sollte [34] und aus Zeitgründen, wurden alle Materialien nur bei 4 MPa getestet. Einzige Ausnahme dabei war MSwb, welches als Vergleich zusätzlich noch bei 6 MPa getestet wurde. In Abbildung 4.5 ist der Verlauf des Kriechmoduls von MSwb exemplarisch dargestellt. Die dargestellte Kurve hat eine Referenztemperatur von 23°C.



**Abb. 4.5:** Darstellung des Kriechmodulverlaufes von MSwb bei verschiedenen Spannungen und 23°C als Referenztemperatur.

Zu Beginn der in Abbildung 4.5 dargestellten Kurve sind die Schulterstäbe kurzzeitig noch unbelastet. Die beiden Kurven mit einer Belastung von 4 MPa sind sehr ähnlich, doch die Vergleichsmessungen mit 6 MPa zeigen nach 50 Jahren bereits etwas andere Werte als Versuche mit niedrigeren Belastungen. Dies könnte darauf hindeuten, dass die Prüfungen bei 6 MPa bereits außerhalb der oberen Grenze des linear viskoelastischen Bereichs dieses Werkstoffs liegen.

Wie in Kapitel 4.1.1 wurden auch an dieser Maschine die Werte der Kriechkurven nach 50 Jahren für alle Materialien dargestellt und in Abbildung 4.6 miteinander verglichen. Hierfür wurden die gemittelten Werte der Versuche mit einer Spannung von 4 MPa gegenübergestellt.

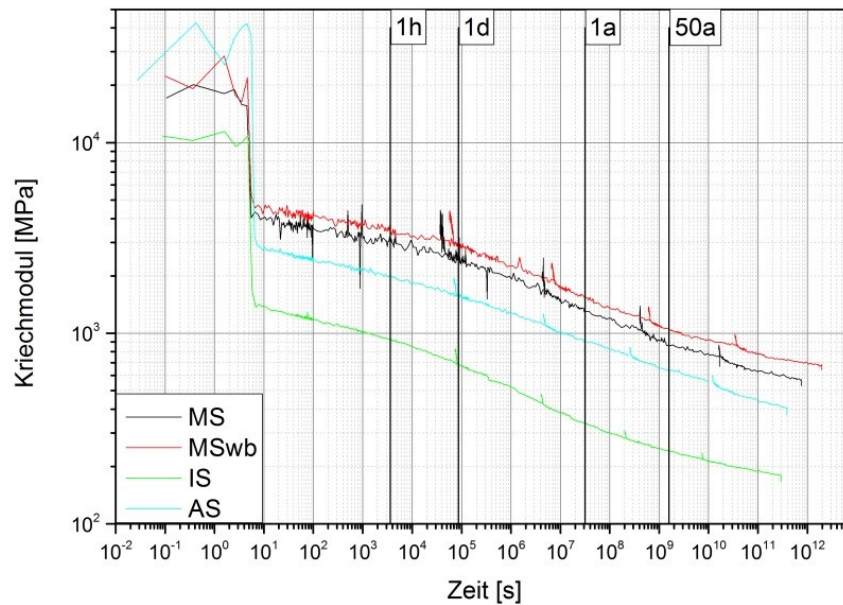


**Abb. 4.6:** Werte des Kriechmoduls der vier Materialien nach 50 Jahren mit 23°C als Referenztemperatur.

Wie schon im vorherigen Kapitel beschrieben nimmt der Wert für die Mittelschichten das Maximum an, während die Innenschicht das Minimum bildet. Der Kriechmodul von AS liegt zwischen den Werten der anderen. Die Verstärkungsstoffe der Mittelschichten und der Außenschicht erhöhen die Steifigkeit des Materials [26].

Im Vergleich der beiden Prüfstände ist auffällig, dass die Werte der Kriechmoduln bei 23°C (Kapitel 4.1.2) höher liegen als bei einer Referenztemperatur von 33°C (Kapitel 4.1.1), was mit der besseren Beweglichkeit der Polymerketten bei höheren Temperaturen und dem schnelleren Kriechvorgängen zu erklären ist. [35].

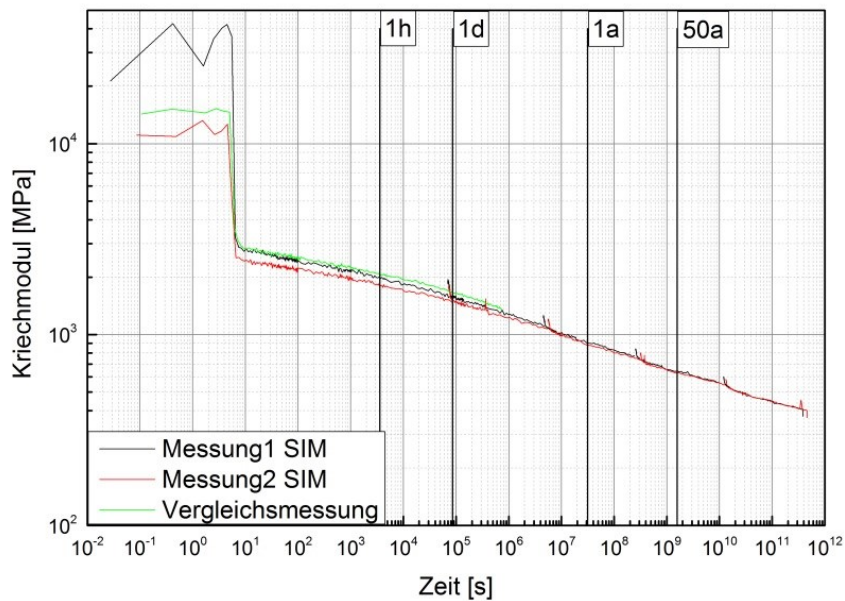
Um auch die Unterschiede der Kriechmodulverläufe der unterschiedlichen Materialien gegenüber zu stellen, ist jeweils eine ausgewertete Kurve pro Material in Abbildung 4.7 dargestellt.



**Abb. 4.7:** Gegenüberstellung der Kriechmodulverläufe aller Materialien bei einer Spannung von 4 MPa.

Wie in obiger Abbildung zu erkennen, unterscheiden sich die Verläufe der vier Materialien nicht signifikant voneinander. Die Absolutwerte der Kriechmoduln sind teilweise eklatant unterschiedlich (Abbildung 4.6).

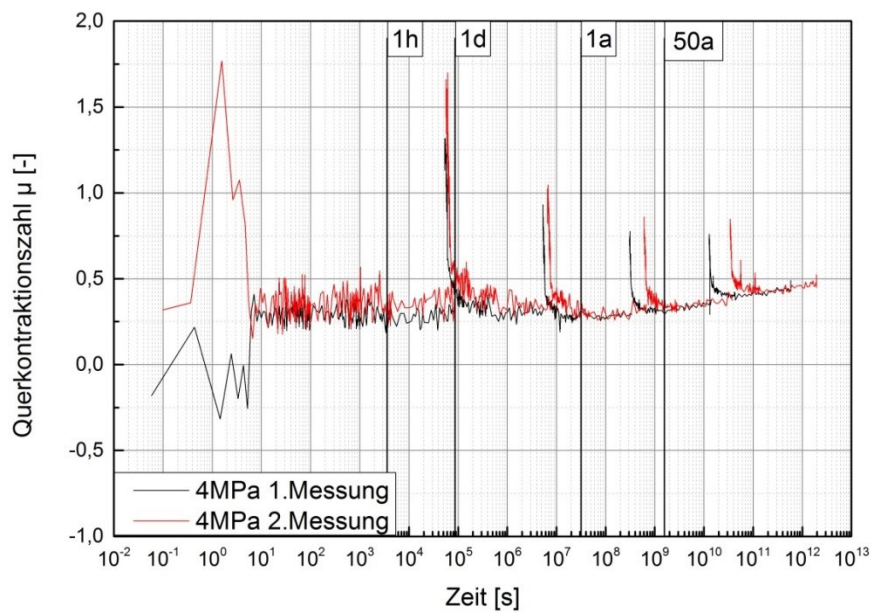
Als Vergleich der Bestimmung von Kriechmoduln wurde eine 8-tägige Messung des Kriechmoduls mittels der klassischen Methode (Kapitel 2.3) bei 23°C an dem 5-fach Kriechprüfstand durchgeführt und mit den Ergebnissen der SIM Methode an der selben Maschine verglichen. Abbildung 4.8 zeigt exemplarisch den Verlauf der beiden SIM Messungen im Vergleich mit der Vergleichsmessung bei einer Belastung von 4 MPa und einer Temperatur von 23°C.



**Abb. 4.8:** Gegenüberstellung der Ergebnisse der beschleunigten Kriechversuche mit jenen des klassischen Kriechexperiments für AS bei 4 MPa und 23°C.

Die oben dargestellte Abbildung zeigt, dass die beiden unterschiedlichen Methoden im untersuchten Zeitfenster dieselben Ergebnisse liefern. Es scheint, dass die SIM Methode somit als Alternative für die herkömmlichen Kriechmodulversuche verwendet werden kann, wie auch in Abbildung 4.8 gezeigt. Durch die lange Prüfzeit von herkömmlichen Kriechversuchen kann es im Gegensatz zur SIM während der Messungen zur physikalischen Alterung der Materialien kommen, wodurch die Verläufe der SIM-Methode und aus herkömmlichen Kriechprüfungen auseinanderdriften [18]. Dieser Verhalten wird durch die SIM nicht abgebildet, da während der Auswertung der SIM Methode nur die Abnahme des Moduls über die Zeit ohne Alterung beschrieben wird. Aufgrund der mehrmaligen empirischen horizontalen Verschiebung der Kurven ist es jedoch ratsam die gefundenen Ergebnisse zumindest mit einer weiteren herkömmlichen Kriechkurve zu vergleichen.

Nach den Untersuchungen der Kriechmoduln wurden die Querkontraktionszahlen der Materialien untersucht. In Abbildung 4.9 ist jene der Mittelschicht MSwb bei 4 MPa und einer Bezugstemperatur von 23° C als Exempel grafisch dargestellt.



**Abb. 4.9:** Überblick über den Verlauf von  $\mu$  von MSwb bei einer Referenztemperatur von 23°C.

Die Auswertung der Querkontraktionszahlen zeigte, dass diese Kennzahl zu Beginn der Experimente konstant blieb und zu einem späteren Zeitpunkt begann leicht zu steigen, was sich auch mit Erkenntnissen in der Literatur deckt [19]. Das leichte Ansteigen von  $\mu$  im Fortlauf des Experiments könnte mit den Orientierungen in den spritzgegossenen Prüfkörpern zusammenhängen. Durch die hohe Orientierung in Längsrichtung wird diese ab einem bestimmten Punkt im Versuch behindert, während die Querdehnung ungehindert zunehmen kann.

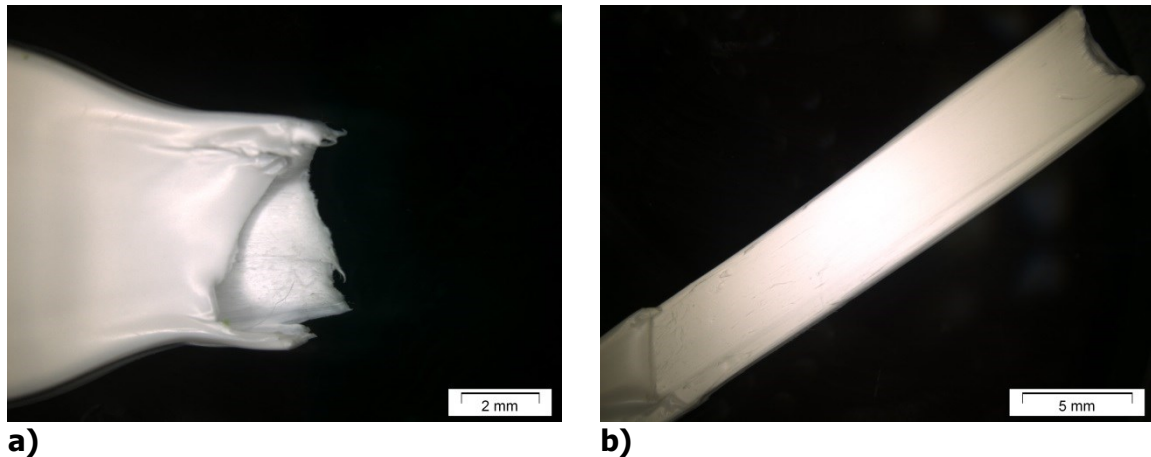
Um im nächsten Kapitel die Eigenspannungen in den Rohren bestimmen zu können, war es notwendig die zeitabhängige Querkontraktionszahl  $\mu(t)$  für die vier Materialien zu bestimmen. Tabelle 4.2 zeigt die Querkontraktionszahlen der Werkstoffe nach acht Wochen, was der Liegezeit der Prüfkörper zur Eigenspannungsanalyse entsprach.

**Tab. 4.2:** Auswertung der Querkontraktionszahlen aller Materialien nach acht Wochen.

	<b>MS</b>	<b>MSwb</b>	<b>IS</b>	<b>AS</b>
<b><math>\mu</math> (-)</b>	0,35	0,3	0,4	0,35

Die in Tabelle 4.2 dargestellten Querkontraktionszahlen wurden aus den Kurven der SIM-Methodik herausgelesen. Aufgrund der großen Schwankungsbreite der Werte wurde der Wert für acht Wochen gemittelt.

Obwohl die in Tabelle 4.2 dargestellten Werte physikalisch realistisch waren, wurden Messungen mittels klassischer Kurzzeit-Zugversuche durchgeführt. Die Materialien wurden einem nach ISO 527 standardisierten Prüfverfahren unterzogen und anschließend lichtmikroskopisch untersucht (Abbildung 4.10).



**Abb. 4.10:** Lichtmikroskopische Aufnahmen des Zugprüfkörpers nach dem Test bei 12,5-facher (a) und 7-facher (b) Vergrößerung.

Wie auf obigen Bildern zu erkennen, ist während der Zugversuche bei allen vier Materialien die Oberfläche vom Kern abgeplatzt. Während der Abkühlphase von spritzgegossenen Prüfkörpern kommt es zur Ausbildung von zwei morphologisch unterschiedlichen Zonen welche schlecht aneinander Haften [6]. Dieser Effekt wird durch die höhere Viskosität von extrusions-optimierten Materialien noch verstärkt. In den durchgeführten Zugversuchen platzte bei hohen Verformungen die Oberfläche (Abbildung 4.10a) ab und im restlichen Experiment wurden die Kennwerte des Kerns (Abbildung 4.10b) bestimmt. Dies bedeutet, dass bei niedrigen Verformungen der gesamte Prüfkörper vermessen wurde, während bei höheren Dehnungen (oberhalb der Fließspannung) die Außenhaut aufreißt und nur noch der Kern des Prüflings gemessen wird. Eine Erklärung für dieses Verhalten liefern die im Material eingefrorenen Orientierungen, welche in der Außenschicht durch die Dehnströmungen während des Produktionsprozesses sehr viel höher sind als jene im Prüfkörperinneren. Durch die höhere Vororientierung reißt die Außenschicht im Zugversuch schneller als die Innenschicht, in welcher sich die Molekülketten noch verstrecken können.

Trotz der Problematik des, auf die Oberfläche der Prüfkörper, aufgesprühten Musters, welche bei hohen Verformungen abplatzt, können die ermittelten Ergebnisse als realistisch angesehen werden. Die kalkulierten Werte ergaben sich ausschließlich aus

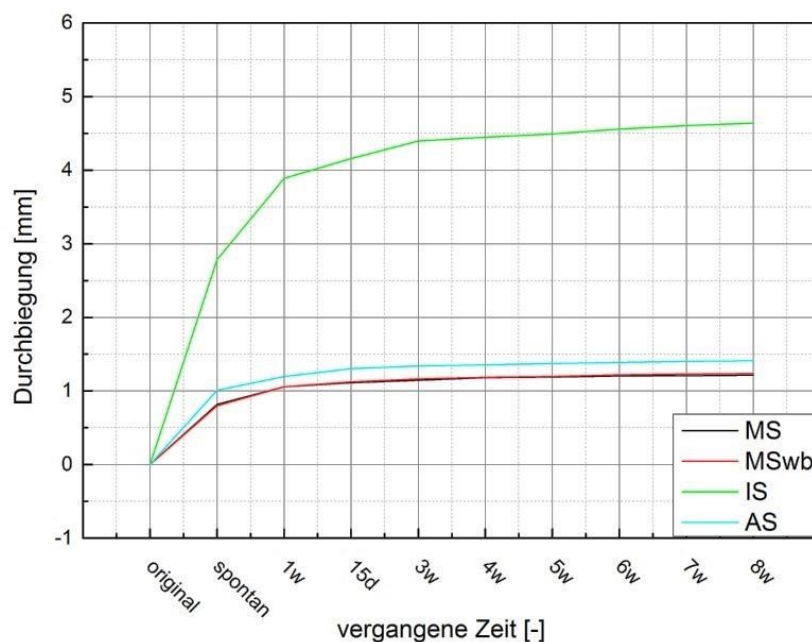
beschleunigten Kriechversuchen, bei welchen nur geringe Dehnungen auftraten (kleiner 2%), bei dem das oben beschriebenen Phänomen noch nicht auftritt.

## 4.2 Eigenspannungsanalyse

Zu Beginn der Eigenspannungsanalyse wurden die Prüfkörper wie in Kapitel 3.2.3 präpariert. Anschließend lagerten sie acht Wochen um sich frei deformieren zu können. Während dieser Zeit wurden in bestimmten Abständen Bilder aufgenommen um die Deformation in Abhängigkeit der Zeit darstellen zu können.

### 4.2.1 In axiale Richtung

In Abbildung 4.11 ist die zeitliche Deformation der streifenförmigen Prüfkörper innerhalb von acht Wochen veranschaulicht, wobei die gemessene Deformation der Durchbiegung des Prüfkörpers in Millimetern entspricht.



**Abb. 4.11:** Darstellung der Deformationen an den streifenförmigen Prüfkörpern aller vier Materialien bei Raumtemperatur über die Zeit.

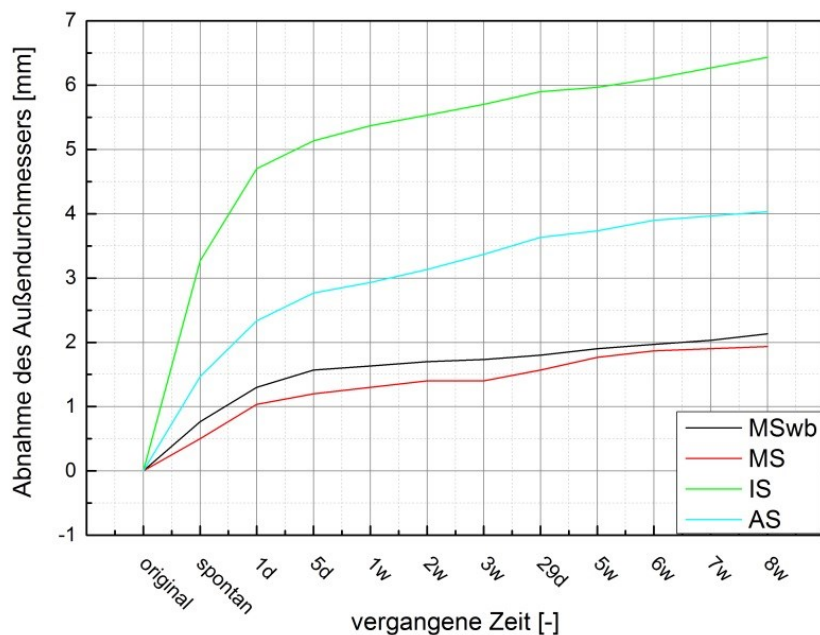
Wie in obiger Abbildung dargestellt, ist die Deformation der verstärkten Materialien behindert, weshalb sie die Minimalwerte bilden, wohingegen die unverstärkte Innenschicht sehr große Deformationen aufweist. Das Niveau von MS und MSwb ist gleich niedrig, während AS sich etwas stärker verformt. Die Verläufe der Durchbiegung korreliert

mit den im vorigen Kapitel gefundenen Kriechmoduln der Materialien, wobei die Durchbiegung umso kleiner ist, je höher der Kriechmodul liegt.

Des Weiteren ist zu erkennen, dass aufgrund der Eigenspannungen die Verformung zu Beginn der Liegezeit schneller abläuft als zu einem späteren Zeitpunkt, da sich im Laufe der Zeit durch die Verformung auch die im Material enthaltenen Eigenspannungen abbauen.

#### 4.2.2 In radiale Richtung

Die Deformation der Kreissegmentprüfkörper beschreibt die Abnahme des Außendurchmessers im zeitlichen Verlauf (Abbildung 4.12).



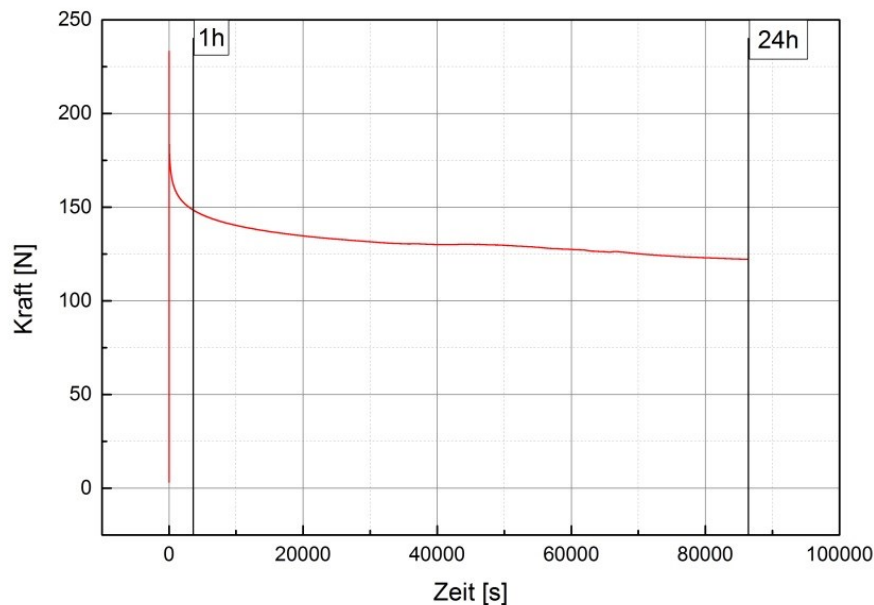
**Abb. 4.12:** Durchmesserabnahme der kreisringsegmentförmigen Prüflinge bei Raumtemperatur während der Liegezeit.

Der in Abbildung 4.12 graphisch dargestellte Verlauf der Verformung aufgrund von radialen Eigenspannungen deckt sich mit den Erkenntnissen aus Kapitel 4.2.1, wobei sich die beiden Mittelschichtmaterialien sehr ähnlich verhielten und das Minimum an Verformung aufwiesen. Das unverstärkte Innenschichtmaterial wies die größten Deformationen auf und die Außenschicht lag zwischen den beiden Maximalwerten.

Ähnlich wie bei den Deformationen infolge der axialen Eigenspannungen liefen auch die Verformungen durch radiale Eigenspannungen zu Beginn der Experimente schnell ab. Im Laufe der Versuche nahm diese Geschwindigkeit ab.



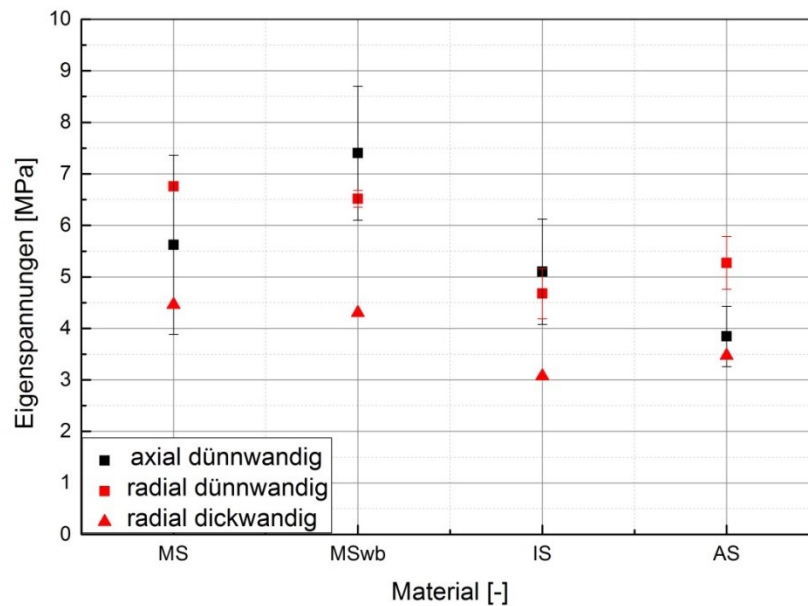
Nach einer Liegezeit von acht Wochen, innerhalb der sich die Prüfkörper frei deformieren konnten, wurden sie in ihre Ausgangsgeometrie zurückgebogen. Parallel wurde die Kraft, die benötigt wurde um den Prüfling zurückzubiegen, mitaufgenommen. In Abbildung 4.13 ist der zeitliche Verlauf der Kraft in einem 24-Stunden Versuch des Materials AS bei Raumtemperatur dargestellt.



**Abb. 4.13:** Kraftverlauf eines 24-Stunden Rückbiegeversuchs von AS bei Raumtemperatur bei einer Prüfgeschwindigkeit von 100 mm/s.

Wie in obiger Grafik zu sehen, steigt die Kraft bis zum Erreichen der Ausgangsgeometrie. Anschließend wurde diese Position für 24 Stunden gehalten, wobei die Kraft im Verlauf dieser Zeit abnahm (Relaxation [10]).

Durch die aus den vorhergehenden Versuchen gefundenen Werte wurden, durch die Formeln in Kapitel 2.2, die axialen sowie radialen Eigenspannungen der Materialien für dünnwandige Rohre berechnet. Weiters wurde für die radialen Eigenspannungen die Korrektur für dickwandige Rohre durchgeführt. Abbildung 4.14 zeigt die Gegenüberstellung der Materialien für dünnwandige, beziehungsweise dickwandige Rohre. Dabei ging der in Kapitel 2.2 erwähnte Längenkorrekturfaktor mit 1 ein, da die Grenzlänge nicht überschritten wurde. Die Querkontraktionszahlen wurden aus Kapitel 4.1 übernommen.



**Abb. 4.14:** Gegenüberstellung der dünnwandigen axialen und radialen Eigenspannungen aller Materialien bei Raumtemperatur sowie der korrigierten radialen Spannungen für dickwandige Rohre.

Die in Abbildung 4.14 dargestellten Ergebnisse der axialen und radialen Eigenspannungen der vier unterschiedlichen PP-Werkstoffe für dünnwandige Rohre zeigen, dass die mit Talkum und Kreide verstärkten Materialien die höchsten Eigenspannungswerte aufweisen und die beiden anderen Werkstoffe etwas niedrigere Eigenspannungen besaßen. MS besitzt in radiale Richtung mit etwa 7 MPa die maximalen Werte. Durch den in Kapitel 2.2.2 gefundenen Zusammenhang der Eigenspannungen für dünn- und dickwandige Rohre fällt dieser Wert durch die Korrektur auf 4,5 MPa ab.

Weiters fällt auf, dass die in Abbildung 4.14 errechneten Werte der dünnwandigen axialen und radialen Eigenspannungen von AS unterschiedlich hoch sind. Dieser Unterschied lässt sich möglicherweise mit dem Umstand erklären, dass AS mit Wollastonit verstärkt ist, welches in Nadelform vorliegt. Durch den Extrusionsprozess werden diese nadelförmigen Verstärkungsstoffe in axiale Richtung ausgerichtet und versteifen somit das Rohr in axialer Richtung. Die beiden Mittelschichtmaterialien waren mit Talkum in Plättchenform verstärkt, welcher sich auch durch den Herstellungsprozess ausrichtete, aber aufgrund seiner Struktur sowohl Einfluss auf die axialen wie auch radialen Eigenspannungswerte nahm. Die unverstärkte Innenschicht hatte wegen ihrer größeren Homogenität sehr ähnliche Werte in beide gemessenen Richtungen. Ein weiterer Faktor, welcher das Ergebnis beeinflusst haben könnte ist, dass bei den verstärkten Materialien die niedrigsten Verformungen auftraten. Durch diesen Umstand wirkten sich eventuell auftretende Fehler

bei den Rückdeformationen (Übersteuern der Maschine, Messfehler,...) prozentuell gravierender aus als bei den Versuchen mit höheren Verformungen. Aufgrund dieser Tatsache kann es zu den höheren Standardabweichungen der verstärkten Materialien während axialer Eigenspannungsmessungen gekommen sein.

Um die realen Eigenspannungswerte abschätzen zu können, wurden die Werte der korrigierten Eigenspannungen herangezogen und für die reale Spannungsverteilung (Kapitel 2.2.1) adaptiert. Dies bedeutete für MS, welches nach der Korrektur für dickwandige Rohre Eigenspannungen von 4,5 MPa sowohl in Zug- als auch in Druckrichtung besitzt, eine Gesamtdifferenz von 9 MPa. Die korrigierten Werte für dickwandige Rohre sind mit jenen von Polyethylen vergleichbar [9]. Mittels der Verteilung für die wahre Eigenspannung in Rohren ergibt dies eine Zugspannung von 3 MPa an der Rohrinneenseite und 6 MPa Druckspannung an der Außenseite. In Tabelle 4.3 sind die radialen Eigenspannungswerte für alle vier Materialien mit Hilfe der wahren Eigenspannungsverteilung dargestellt.

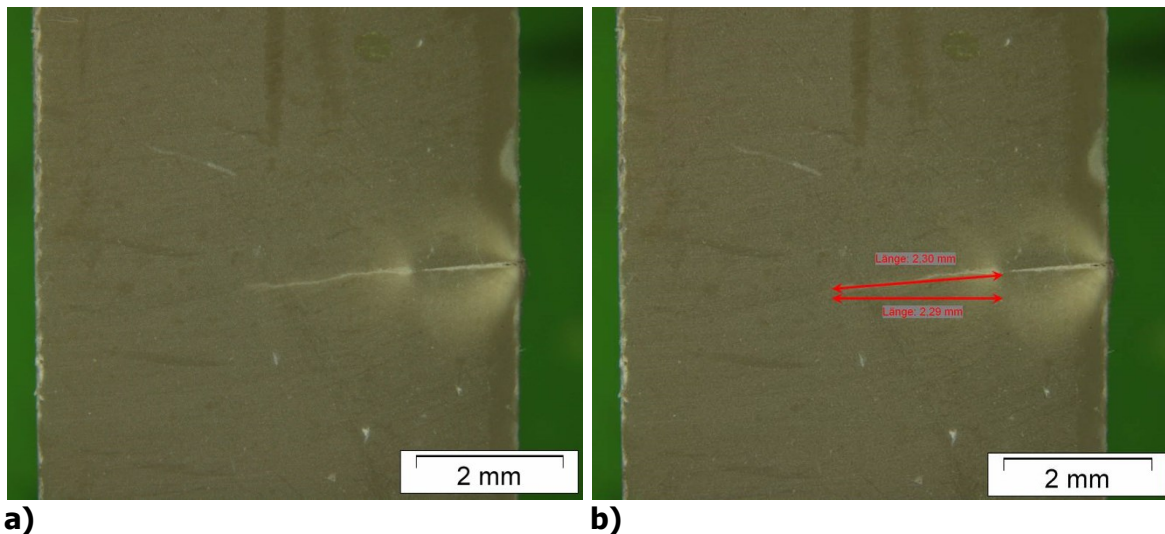
**Tab. 4.3:** Errechnete radiale Eigenspannungen der Materialien mit dem wahren Verlauf.

	<b>MS</b>	<b>MSwb</b>	<b>IS</b>	<b>AS</b>
<b>Zugspannung (MPa)*</b>	3,0	3,0	2,0	2,5
<b>Druckspannung (MPa)*</b>	6,0	6,0	4,0	4,5

\* ... kalkulierte Werte auf 0,5 MPa gerundet

### 4.3 Schädigungsverhalten von verstärktem Polypropylen

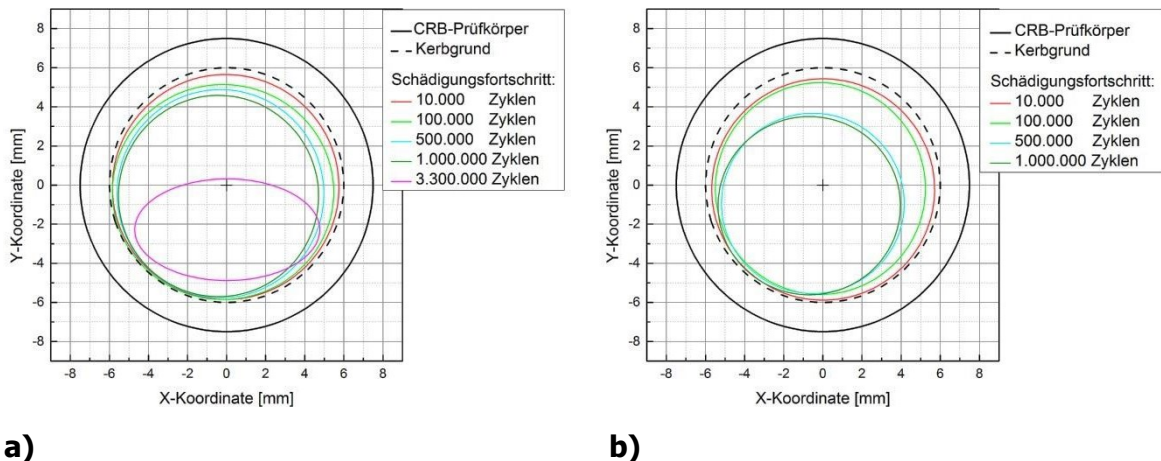
Die Ausbreitung der Schädigungszone in CRB-Prüfkörpern aus MSwb bei zyklischer Belastung wurde untersucht. Hierfür wurden die Prüflinge mit unterschiedlichen Zyklenzahlen angeschwungen, danach aus der Maschine ausgespannt, zerteilt und die Länge der Schädigungszone vor dem Anriss unter dem Mikroskop vermessen (Abbildung 4.15).



**Abb. 4.15:** Foto der Schädigungszone in MSwb nach 1 Mio. Zyklen mit 1800 N Maximallast und einem R-Verhältnis von 0,1 bei Raumtemperatur mit 20-facher Vergrößerung (a) und vermessen (b).

Der ursprüngliche Anriss des Materials ist während des Tests nicht weitergewachsen, stattdessen hat sich vor der Risspitze eine Schädigungszone gebildet, die durch das Material wächst. Diese Zone besteht aus bereits geschädigtem Material, ist aber noch zäh genug um ein Risswachstum zu behindern. Wie in der obigen Abbildung zu erkennen, wurde die Länge der Schädigungszone einmal normal zur Oberfläche und einmal die wahre Länge vermessen. Die in den nachfolgenden Abbildungen (4.16 und 4.17) verwendeten Werte entsprechen den wahren Abmessungen der Schädigungszonen.

Im ersten Schritt dieser Untersuchungen wurde die Ausbreitung der Schädigungszone anhand von zwei verschiedenen Maximallasten, aber bei gleichem R-Verhältnis bei Raumtemperatur untersucht. Anschließend wurden die Ergebnisse für die jeweils acht Ergebnisse je Prüfkörper wieder so zusammengesetzt, dass ein Diagramm über den gesamten Umfang des CRB-Prüfkörpers erstellt werden konnte (impliziter Ellipsenfit). Die in diesen Experimenten gefundenen Ergebnisse sind in Abbildung 4.16 ersichtlich.

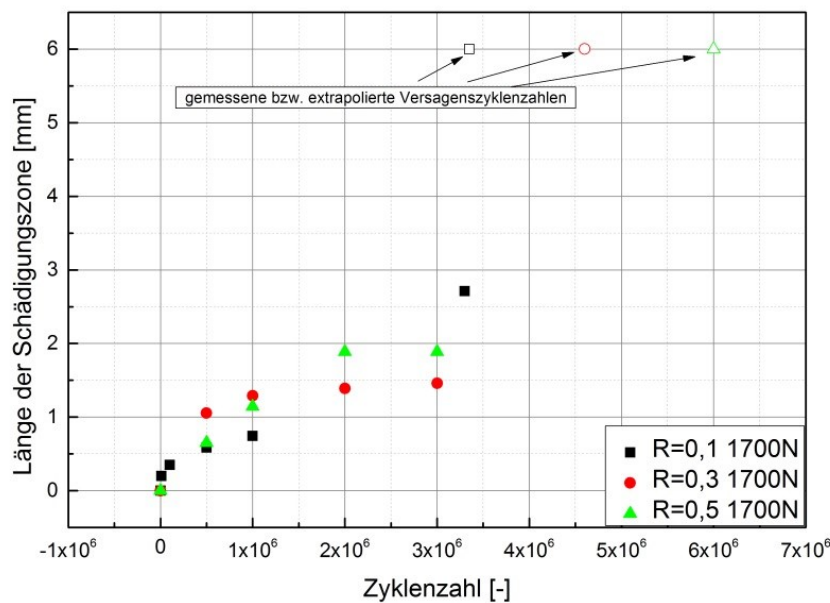


**Abb. 4.16:** Fortschritt der Schädigungszone bei 1700 N **(a)** und 1800 N **(b)** Maximalkraft und einem R-Verhältnis von 0,1 bei Raumtemperatur.

Beide Abbildungen zeigen die stetige Abnahme des unbeschädigten Materials in der Prüfkörpermitte. Während bei den Versuchen mit 1700 N die Ausbreitung der Schädigungszone langsamer abläuft, wächst dieser Bereich bei 1800 N schneller. Des Weiteren ist ein asymmetrisches Wachstum der Schädigungszone ersichtlich, welches mit der Prüfkörperherstellung begründet werden kann. Da die Prüfkörper aus den Rohrwänden herausgedreht wurden, besitzen diese über den Radius verteilt ebenfalls unterschiedliche Eigenspannungsniveaus.

In Abbildung 4.16a ist weiters dargestellt, dass nach 3,3 Millionen Zyklen ein Großteil des Prüfkörperquerschnitts schon geschädigt wurde und nur noch ein geringer Teil des Originalwerkstoffs vorhanden ist. Jedoch war auch in diesem Zustand noch kein physikalisch offener Riss innerhalb der Schädigungszone erkennbar.

Weiters wurde die Abhängigkeit des R-Verhältnisses untersucht. Dafür wurde die Entwicklung der gemittelten Schädigungszonenlänge bei einer Belastung von 1700 N und einem R-Verhältnis von 0,1, 0,3 und 0,5 gegenübergestellt (Abbildung 4.17). Zusätzlich wurden die für diese Belastung zu erwartenden Versagenszyklenzahlen aus früheren Versuchen eingezeichnet.



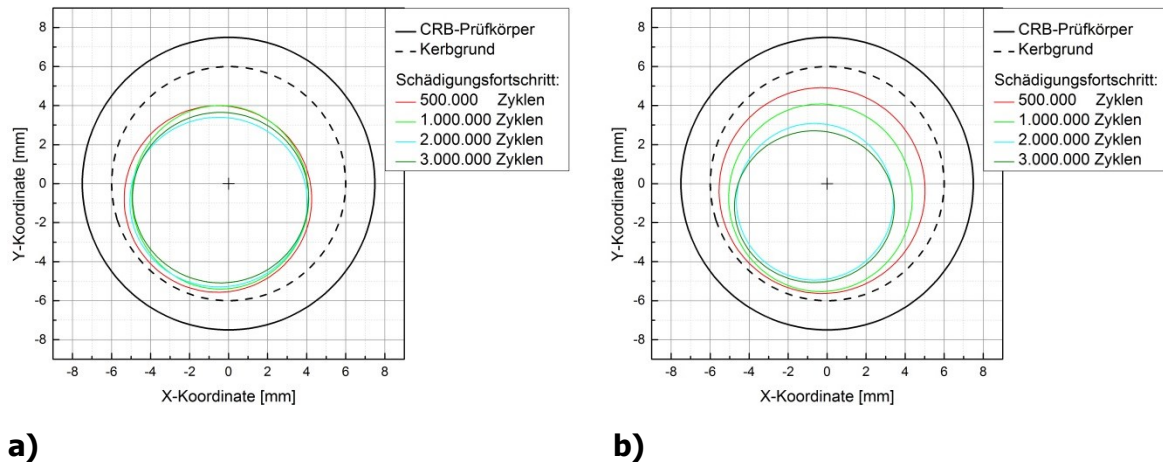
**Abb. 4.17:** Änderung der Schädigungszonenlänge bei 1700 N Maximallast und unterschiedlichen R-Verhältnissen über die Zykluszahl bei Raumtemperatur.

Die Auswertung der Variation der R-Verhältnisse lässt keine eindeutigen Schlüsse auf Abhängigkeiten zu, da hierfür noch weitere Versuche notwendig wären. Es sind trotzdem bereits Tendenzen zu erkennen, welche durch weiterführende Versuche verifiziert werden müssen. Die Kurven verlaufen bei allen drei R-Verhältnissen ähnlich. Zu Beginn der Experimente wächst die Länge der Schädigungszone sehr schnell. Im weiteren Verlauf des Tests verlangsamt sich dieses Wachstum und nimmt schließlich einen konstanten Wert an. Gegen Ende der Untersuchung beginnt der physikalische Riss schlagartig zu wachsen und es kommt zu einem raschen Versagen des Prüflings.

Im Vergleich der R-Verhältnisse scheint es so als würde ein höheres R-Verhältnis, und damit einhergehende höhere Mittelspannung ( $\sigma_m = \sigma_{max} \cdot \frac{(1+R)}{2}$ ) dazu führen, dass das konstante Wachstum der Schädigungszonenlänge bei höheren Zykluszahlen und größeren Schädigungszonenlängen einsetzt als bei Tests mit geringerem R-Verhältnissen. Des Weiteren ist zu erkennen, dass ein Versuch mit niedrigem R-Verhältnis früher versagt als jener mit einem höheren R-Verhältnis. Dies ist darin begründet, dass die Spannungsdifferenz ( $\Delta\sigma = \sigma_{max} \cdot (1 - R)$ ) bei niedrigen R-Verhältnissen größer ist als bei großen [36], wodurch sich die Schädigungszone zu Beginn des Experiments schneller ausbreitet und das Material schädigt.

Zusätzlich zur Auftragung der Schädigungslänge in Abhängigkeit von der Zykluszahl wurde für die beiden anderen R-Verhältnisse (0,3 und 0,5) ebenfalls, wie in

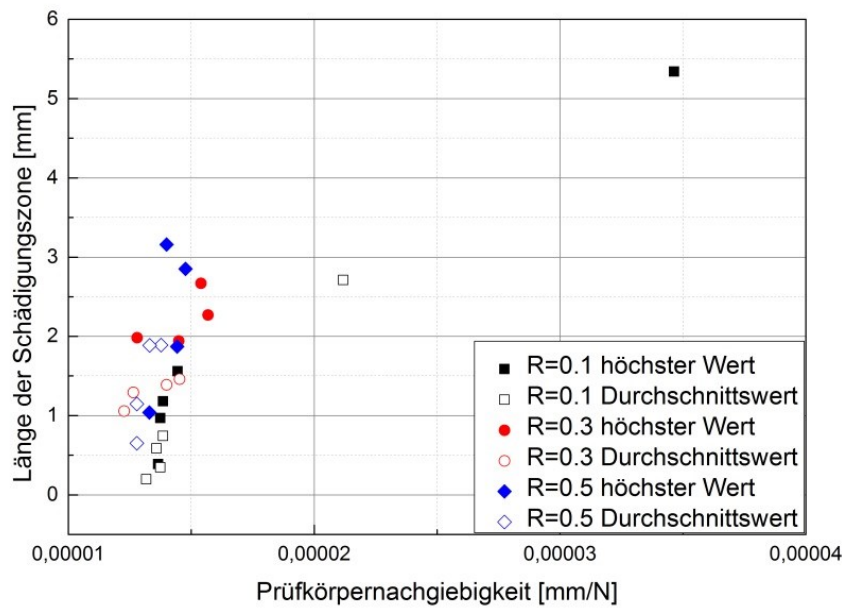
Abbildung 4.16 veranschaulicht, der Fortschritt der Schädigungszone über den Prüfkörperquerschnitt aufgetragen und ist in Abbildung 4.18 dargestellt.



**Abb. 4.18:** Fortschritt der Schädigungszone von MSwb bei Raumtemperatur, 1700 N und einem R-Verhältnis von 0,3 (a) und 0,5 (b).

Wie in Abbildung 4.17 ist auch in Abbildung 4.18 zu erkennen, dass sich die Schädigungszone zu Beginn der Experimente schneller ausbreitet. Mit Fortlauf der Tests wurde die Ausbreitungsgeschwindigkeit langsamer, bis sie über weite Strecken des Experiments konstant anstieg. Diese Länge war in Versuchen mit höherem R-Verhältnis größer als bei jenen mit niedrigerem R-Verhältnis.

Abschließend zu dieser Thematik wurde eine Nachgiebigkeitskalibrierung durchgeführt, bei welcher die Risslängen über die Prüfkörpernachgiebigkeit (Kapitel 2.4) aufgetragen wurde. Abbildung 4.19 zeigt diese Abhängigkeit sowohl mit den Maximalwerten der gemessenen Schädigungszonenlängen und Prüfkörpernachgiebigkeiten, als auch mit den gemittelten Werten über den gesamten Prüfkörperumfang bei einer Maximallast von 1700 N und unterschiedlichen R-Verhältnissen bei Raumtemperatur.



**Abb. 4.19:** Nachgiebigkeitskalibrierung bei einer Maximallast von 1700 N, Variation der R-Verhältnisse und Raumtemperatur.

Wie in obiger Abbildung zu erkennen, sind die Ergebnisse der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente sehr ähnlich, da sich die Nachgiebigkeit während der Tests in diesem Bereich nur minimal ändert und daher schwer zu messen ist. Daher lassen sich noch keinerlei Abhängigkeiten und Rückschlüsse ableiten. Hierfür wäre es notwendig, wie bei  $R=0,1$  ersichtlich, weiterführende Experimente mit höheren Zyklenzahlen durchzuführen und die Abbildung 4.17 und 4.19 damit zu vervollständigen. Die Nachgiebigkeit des Prüfkörpers beginnt sich signifikant zu ändern, wenn der physikalische Riss zu wachsen beginnt.



## **5 ZUSAMMENFASSUNG, SCHLUSSFOLGERUNGEN UND AUSBLICK**

In dieser Studienarbeit sollten verschiedene Methoden getestet werden um unterschiedliche Langzeitkennwerte und Versagenskriterien in PP-Rohrwerkstoffen bestimmen zu können. Die vier untersuchten Materialien waren ein ungefülltes, ein mit Wollastonit, und zwei mit Talkum und Kreide verstärkte PP Varianten.

Zu Beginn der Untersuchungen wurden die mechanischen Langzeiteigenschaften anhand des Kriechmoduls sowie der Querkontraktionszahl über die Zeit bestimmt. Hierfür wurde, im Gegensatz zu herkömmlichen Tests, die „Stepped Isothermal Method“ (SIM Methode) herangezogen, bei welcher die Prüfkörper im belasteten Zustand jeweils für 24 Stunden von 23°C in 10° Schritten bis 63°C geprüft wurden. Aus den in 7 Tagen gefundenen Werten konnte anschließend der Langzeitkriechmodul, beziehungsweise die Querkontraktionszahl auf 50 Jahre kalkuliert werden. Dabei handelt es sich um wichtige Kennwerte um die Lebensdauer der Rohre gewährleisten zu können.

Die Ergebnisse der Kriechmodulbestimmung mit Hilfe der SIM Methode zeigen, dass der ältere 4-fach Kriechprüfstand für diese Art von Experimenten eher ungeeignet ist, da die Ergebnisse sehr stark streuen, was eine Folge der nicht vorhandenen Kühlung sowie der grobauflösenden Kameras ist. Die Werte des 5-fach Kriechprüfstandes sind hingegen reproduzierbar und bei 2 und 4 MPa größtenteils lastunabhängig, da sich die Versuche im linear viskoelastischen Bereich bewegten [17]. Die Werte der verstärkten Mittelschichten bildeten die Maximalwerte und jene der ungefüllten Innenschicht das Minimum der Versuche. Der Wert für die Außenschicht lag zwischen den Maximalwerten. Die gefundenen Kriechkurven wurden mit jenen aus klassischen Kriechversuchen verglichen, wobei die unterschiedlichen Testmethoden vergleichbare Ergebnisse für das untersuchte Zeitfenster lieferten.

Die Auswertung der Querkontraktionszahl über die modifizierte Zeitachse der Kriechversuche ergab, dass  $\mu$  am Anfang der Versuche einen konstanten Level hielt und zu einem späteren Zeitpunkt des Experiments begann leicht zu steigen. Bei der Ermittlung der Querkontraktionszahl nach acht Wochen, was der Liegezeit der Prüflinge zur Ermittlung der Eigenspannungen entsprach, lagen alle vier Materialien auf sehr ähnlichem

Niveau, wobei die Innenschicht das höchste  $\mu$  aufwies und MSwb das niedrigste. Diese auswertbaren Untersuchungen waren, wie die des Kriechmoduls, ebenfalls nur am 5-fach Kriechprüfstand möglich.

Die Ergebnisse der mechanischen Langzeiteigenschaften müssen auf jeden Fall, infolge der mehrmaligen empirisch gefundenen Verschiebung der Kurven kritisch hinterfragt werden und sollten, wie in dieser Arbeit geschehen, immer mit klassischen Vergleichsversuchen abgeglichen werden. Des Weiteren ergaben Nachuntersuchungen, dass die Oberflächen der spritzgegossenen Schulterstäbe im Zugversuch abplatzten. Die in dieser Arbeit verwendete Methode der optischen Auswertung mittels aufgesprühter Muster ist aufgrund der niedrigen Dehnungen dennoch zulässig. Bei hohen Dehnungen muss hingegen ein anderes Verfahren zur Ermittlung der Deformationen verwendet werden, da ansonsten nur die Eigenschaften der Oberfläche der Prüflinge untersucht werden und nicht die der gesamten Schulterstäbe.

Die in dieser Arbeit verwendete SIM Methode zeigt großes Potential um in Zukunft zur Vorhersage von mechanischen Langzeiteigenschaften in unverstärktem und verstärktem Polypropylen verwendet zu werden. Die Ergebnisse sollten jedoch immer mittels klassischer Kriechversuche überprüft und verglichen werden.

Zur Bestimmung der Eigenspannungen wurden zur Analyse der axialen Eigenspannungen Streifen längs aus den Rohren geschnitten. Zur Feststellung der radialen Eigenspannungen wurden Ringe vom Rohr abgetrennt und ein Segment mit einem Winkel von  $120^\circ$  entfernt. Diese Streifen und Kreisringsegmente wurden daraufhin für acht Wochen so gelagert, dass sich infolge der im Material enthaltenen Spannungen deren Originalgeometrie deformierte. Diese Veränderungen der Abmessungen wurden bildlich festgehalten. Nach der Liegezeit von acht Wochen wurden die Streifenprüfkörper mit Hilfe eines 3-Punkt Biegeversuches wieder in ihre Ausgangsgeometrie rückdeformiert. Die Kreisringsegmente wurden durch Zugversuche wieder zurückgebogen. Nach Erreichen der Endposition verharrten die Versuche noch für 24 Stunden in dieser um das Relaxationsverhalten messen zu können. Durch die in diesen Versuchen gefundenen Werte sowie den Erkenntnissen aus den Tests zur Analyse der mechanischen Langzeiteigenschaften konnten die in den Materialien enthaltenen axialen und radialen Eigenspannungen bestimmt werden. Diese Werte galten jedoch nur für dünnwandige Rohre, bei denen die Eigenspannungsverteilung im Rohrquerschnitt als linear

angenommen wurde. Die Ergebnisse der axialen Messungen wurden unverändert gelassen und dienen daher nur zum Vergleich der unterschiedlichen Materialien. Die radialen Eigenspannungen wurden um einen Faktor für dickwandige Rohre korrigiert und anschließend auf die wahre Eigenspannungsverteilung in PP-Rohren umgerechnet.

Durch die nadelförmigen Verstärkungsstoffe (Länge ca. 100  $\mu\text{m}$ , Durchmesser ca. 10  $\mu\text{m}$ ) in der Außenschicht und deren Ausrichtung während der Produktion sind die Werte in axialer und radialer Richtung unterschiedlich. Aufgrund der größeren Homogenität der drei anderen Materialien liegen deren Werte in axiale und radiale Richtung auf einem ähnlichen Niveau. Die höchsten Eigenspannungen wiesen die beiden verstärkten Mittelschichten auf, während die anderen beiden Materialien niedrigere Werte annahmen. Da die Umrechnung der linearen Approximation der Spannungsverteilung zur wahren noch nicht verifiziert wurde, gelten die radial errechneten Werte als Anhaltswerte und dürfen nicht als absolut angesehen werden.

Zur Untersuchung des Schädigungsverhaltens von mit Talkum und Kreide verstärkten Polypropylen wurden „Cracked Round Bar“ (CRB) Prüfkörper in zyklischen Versuchen angeschwungen und nach einer bestimmten Anzahl von Zyklen abgestoppt. Anschließend wurden die Prüfkörper gekürzt, mittels Wasserstrahlschneidetechnik geviertelt, poliert und die acht daraus entstandenen Schnittflächen unter dem Mikroskop untersucht. Daraufhin konnte die Ausbreitung der Schädigungszone in Abhängigkeit von der Mittelspannung und des R-Verhältnisses ermittelt, sowie eine Nachgiebigkeitskalibrierung durchgeführt werden.

Die mikroskopischen Untersuchungen der Ermüdungsversuche zeigten eindeutig, dass sich in Talk-verstärkten Prüfkörpern nicht der Riss im Material ausbreitet. Stattdessen bildet sich vor der Rissspitze eine Schädigungszone, welche durch das Material wächst. Bei früheren Untersuchungen wurde festgestellt, dass sich bei unverstärktem PP infolge des niedrigen E-Moduls der Riss bei Belastung weit öffnet und dadurch das Material vor der Spitze verstreckt. Wenn die Verstreckung ein kritisches Niveau übersteigt wächst der physikalische Riss und der Prüfkörper versagt [25]. Die in dieser Arbeit gefundenen Ergebnisse deuten darauf hin, dass im verstärkten PP-Werkstoff das Material vor der Rissspitze ebenfalls gestreckt wird, sich aber der Riss aufgrund der höheren Steifigkeit nicht so weit öffnen kann und die Fibrillen dadurch nicht abreißen. Da die Fibrillen nicht reißen, das Material aber dennoch schwächen, wächst die so entstehende

Schädigungszone durch den Prüfkörper bis eine kritische Länge erreicht wird und dieser anschließend rasch versagt.

Untersuchungen des Schädigungsverhaltens zeigen eindeutig eine Abhängigkeit des Schädigungszonenwachstums mit der Maximalkraft. Die Auswertungen zum Einfluss der R-Verhältnisse ließen den Schluss zu, dass das konstante Wachstum der Schädigungszone mit höheren R-Verhältnissen bei größeren Längen einsetzt, da mit dem R-Verhältnis auch die Mittelspannung ansteigt. Weiters wurde festgestellt, dass die Versuche mit niedrigeren R-Verhältnissen infolge der größeren Kraftamplitude früher versagten als jene mit höheren R-Verhältnissen. Die Anfertigung einer Nachgiebigkeitskalibrierung zeigte, bei den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen, keinerlei definitive Abhängigkeiten, da die durchgeführten Experimente im Diagramm sehr ähnliche Werte aufwiesen. Eine mögliche Erklärung hierfür ist, dass sich in den durchgeführten Tests die Schädigungszonenlänge änderte nicht aber die Länge des physikalischen Risses. Die Prüfkörpernachgiebigkeit ändert sich merklich, sobald der physikalische Riss zu wachsen beginnt.

Die in dieser Arbeit angestellten Vermutungen zum Aufbau der Schädigungszone in verstärktem PP sollten durch weitere Untersuchungen mit hochauflösenden Methoden (REM,  $\mu$ CT, SAX/WAX,...) verifiziert werden. Die begonnene Gegenüberstellung der gemessenen Risslängen mit der Prüfkörpernachgiebigkeit in der Nachgiebigkeitskalibrierung wird in weiterer Folge vervollständigt, indem noch mehr Versuche mit höheren Zyklenzahlen und unterschiedlichen R-Verhältnissen durchgeführt werden, um die Abhängigkeit vom R-Verhältnis besser gegenüberstellen zu können.

## 6 LITERATUR

- [1] C. Gondro, Das Kunststoffrohr im Trinkwasser- und Kanalsektor sowie in der Gasversorgung: Eigenschaften und Prüfung, Dimensionierung, Verlegung, Einsatzgebiete; mit 37 Tabellen, 4th ed., Expert-Verl., Renningen, 2001.
- [2] I.S. Cole, D. Marney, The science of pipe corrosion: A review of the literature on the corrosion of ferrous metals in soils, 2012.
- [3] KraussMaffei Technologies GmbH, Quelle:  
[http://www.kraussmaffei.com/de/presseinformationen/d/KraussMaffei\\_Gruppe\\_China\\_plas\\_Haiyan.html](http://www.kraussmaffei.com/de/presseinformationen/d/KraussMaffei_Gruppe_China_plas_Haiyan.html), 2015.
- [4] Extrudieren von Profilen und Röhren, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1974.
- [5] P. Eyerer, T. Hirth, P. Elsner, Handbuch Polymer Engineering, 1st ed., Springer, Berlin, 2007.
- [6] C. Jaroschek, Spritzgießen für Praktiker, 2nd ed., Hanser, München, 2008.
- [7] P. Hutař, M. Ševčík, A. Frank, L. Náhlík, J. Kučera, G. Pinter, The effect of residual stress on polymer pipe lifetime, 2013.
- [8] J. Poduška, J. Kučera, P. Hutař, M. Ševčík, J. Křivánek, J. Sadílek, L. Náhlík, Residual stress distribution in extruded polypropylene pipes, 2014.
- [9] G. Pilz, Viskoelastische Eigenschaften polymerer Werkstoffe für Rohranwendungen. Dissertation, Leoben, 2001.
- [10] F.R. Schwarzl, Polymermechanik: Struktur und mechanisches Verhalten von Polymeren, Springer, [S.l.], 2012.
- [11] J.G. Williams, J.M. Hodgkinson, A. Gray, The determination of residual stresses in plastic pipe and their role in fracture, 1981.
- [12] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, 4th ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2012.
- [13] L. Issler, P. Häfele, Issler-Ruoß-Häfele, H. Ruoß, Festigkeitslehre - Grundlagen, 2nd ed., Springer, Berlin [u.a.], 2006.

- [14] A.S. Wineman, K.R. Rajagopal, Mechanical response of polymers: An introduction, Cambridge University Press, Cambridge [England], New York, 2000.
- [15] C. Wrana, Polymerphysik: Eine physikalische Beschreibung von Elastomeren und ihren anwendungsrelevanten Eigenschaften, Imprint: Springer Spektrum, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [16] W. Weißbach, Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung ; mit 248 Tabellen, 18th ed., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2012.
- [17] W. Grellmann, V. Altstädt, Kunststoffprüfung, Hanser, München [u.a.], 2005.
- [18] F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian, P. Heidemeyer, Accelerated creep testing of polymers using the stepped isothermal method, 2013.
- [19] R.S. Lakes, A. Wineman, On Poisson's Ratio in Linearly Viscoelastic Solids, 2006.
- [20] G. Pinter, M. Haager, W. Balika, R.W. Lang, Cyclic crack growth tests with CRB specimens for the evaluation of the long-term performance of PE pipe grades, 2007.
- [21] G. Pinter, W. Balika, R.W. Lang, A correlation of creep and fatigue crack growth in high density poly(ethylene) at various temperatures, 2002.
- [22] M. Parsons, E.V. Stepanov, A. Hiltner, E. Baer, Correlation of fatigue and creep slow crack growth in a medium density polyethelene pipe material, Journal of Materials Science 35 (2000) 2659–2674.
- [23] G. Pinter, F. Arbeiter, I. Berger, A. Frank, Correlation of Fracture Mechanics Based Lifetime Prediction and Internal Pipe Pressure Tests, in: Proceedings Plastic Pipes XVII 2014, 2014.
- [24] A. Frank, W. Freimann, G. Pinter, R.W. Lang, A fracture mechanics concept for the accelerated characterization of creep crack growth in PE-HD pipe grades, 2009.
- [25] F. Arbeiter, G. Pinter, A. Frank, Characterisation of quasi-brittle fatigue crack growth in pipe grade polypropylene block copolymer, 2014.
- [26] M. Tolinski, Additives for Polyolefins: Getting the Most out of Polypropylene, Polyethylene and TPO, 2009.
- [27] W. Kaiser, Kunststoffchemie für Ingenieure, Hanser, München [u.a.], 2006.
- [28] Plastics- Determination of tensile properties, 1993.

- [29] T. Nguyen-Chung, Strömungsanalyse der Bindenahtinformation beim Spritzgießen von thermoplastischen Kunststoffen. Dissertation, Chemnitz, 2001.
- [30] MTS Systems Corporation, Quelle: <http://www.mts.com/acumen/applications/>, 2015.
- [31] Determination of the resistance to slow crack growth of polyethylene with cracked round bar (CRB) specimens, 2011.
- [32] SAS DirectIndustry, Quelle: <http://www.directindustry.com/prod/stm-steinmoser/water-jet-cutting-machine-5-axis-13982-398798.html>, 2015.
- [33] A. Frick, G. Harsch, C. Stern, Praktische Kunststoffprüfung, 1st ed., Hanser, Carl, München, 2007.
- [34] W. Retting, H.-M. Laun, Kunststoff-Physik, Hanser, München, Wien, 1991.
- [35] H. Domininghaus, P. Elsner, P. Eyrerer, T. Hirth, DOMININGHAUS - Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen, 7th ed., Springer, Berlin, 2007.
- [36] A. Frank, Fracture Mechanics Based Lifetime Assessment and Long-term Failure Behavior of Polyethylene Pressure Pipes: Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Leoben and Austria, 2010.

## 7 ANHANG

### 7.1 Abbildungsverzeichnis

<b>Abb. 2.1:</b> Anschauungsbild einer Anlage für das Extrudieren von PP-Rohren [3]. .....	11
<b>Abb. 2.2:</b> Schnittbild eines Wendelverteilerwerkzeuges [4]. .....	12
<b>Abb. 2.3:</b> pvT-Diagramm eines teilkristallinen Kunststoffes inklusive des Einflusses der Abkühlgeschwindigkeit [6]. .....	14
<b>Abb. 2.4:</b> Eigenspannungsverteilung über die Dicke des Rohres, in Anlehnung an [7]. ..	14
<b>Abb. 2.5:</b> Vorgehensweise bei der Bestimmung der axialen (a) und radialen (b) Eigenspannungen [9]. .....	16
<b>Abb. 2.6:</b> Vereinfachte Eigenspannungsverteilung über den Rohrquerschnitt [9]. .....	17
<b>Abb. 2.7:</b> Verlauf der Dehnung eines Kunststoffes als Antwort auf eine spontane Belastung [16]. .....	21
<b>Abb. 2.8:</b> Anschauungsbeispiel des Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips, in Anlehnung an [10]. .....	21
<b>Abb. 2.9:</b> Auswertungsschritte der SIM Methode bis zum Erreichen von Kriechkurven, in Anlehnung an [17]. .....	22
<b>Abb. 2.10:</b> Schematische Darstellung der Nachgiebigkeitskalibrierung [23]. .....	25
<b>Abb. 3.1:</b> Foto des 4-fach Kriechprüfstandes. ....	29
<b>Abb. 3.2:</b> Foto des 5-fach Universalprüfstandes. ....	29
<b>Abb. 3.3:</b> Bilder eines spritzgegossenen Schulterstabes (a), des Auswertefensters des aufgesprühten Musters (b) und der Längsdehnungsergebnisse (DIC) von MSwb nach einem SIM-Versuch mit 4MPa (c). .....	30
<b>Abb. 3.4:</b> Foto der TMA-Anlage (a) sowie des Stempels der Messzelle (b). .....	31
<b>Abb. 3.5:</b> Foto eines TMA-Prüfkörpers. ....	32



<b>Abb. 3.6:</b> Übersichtsbild der Prüfmaschine der Firma Instron. ....	32
<b>Abb. 3.7:</b> Bild eines Prüfkörpers zur Messung der axialen Eigenspannungen inklusive Deformationsrichtung. ....	33
<b>Abb. 3.8:</b> Bild eines Prüfkörpers zur Messung der radialen Eigenspannungen inklusive Deformationsrichtung. ....	33
<b>Abb. 3.9:</b> Abbildung einer elektrodynamischen Prüfmaschine MTS Acumen [29]. ....	34
<b>Abb. 3.10:</b> Aufnahme eines CRB-Prüfkörpers mit Mittelkerbe. ....	35
<b>Abb. 3.11:</b> Foto des Lichtmikroskops Olympus SZX12. ....	35
<b>Abb. 3.12:</b> Übersichtsbild der Prüfkörpersäge mit hochgeklappter Abzugsvorrichtung. ...	36
<b>Abb. 3.13:</b> Anschauungsbild eines Wasserstrahlschneiders der Firma STM [31]. ....	37
<b>Abb. 3.14:</b> Anschauungsbeispiel der Kriechdaten von MSwb in einem SIM Kriechversuch und 4 MPa Belastung. ....	39
<b>Abb. 3.15:</b> Darstellung des Schnittbildes der CRB-Prüfkörper mit den acht dadurch entstehenden Schnittflächen. ....	42
<b>Abb. 4.1:</b> Verlauf der Wärmeausdehnung über die Temperatur anhand von MSwb bei einer Referenztemperatur von 33°C und einer Aufheizrate von 5 K/min. ....	44
<b>Abb. 4.2:</b> Anschauungsbild ausgewerteter Kriechkurven von MSwb bei unterschiedlichen Spannungen und 33°C als Referenztemperatur. ....	46
<b>Abb. 4.3:</b> Kriechmoduln der vier Materialien nach 50 Jahren bei 33°C als Referenztemperatur. ....	47
<b>Abb. 4.4:</b> Überblick über $\mu$ bei unterschiedlichen Spannungen für MSwb und 33°C. ....	47
<b>Abb. 4.5:</b> Darstellung des Kriechmodulverlaufes von MSwb bei verschiedenen Spannungen und 23°C als Referenztemperatur. ....	48
<b>Abb. 4.6:</b> Werte des Kriechmoduls der vier Materialien nach 50 Jahren mit 23°C als Referenztemperatur. ....	49
<b>Abb. 4.7:</b> Gegenüberstellung der Kriechmodulverläufe aller Materialien bei einer Spannung von 4 MPa. ....	50
<b>Abb. 4.8:</b> Gegenüberstellung der Ergebnisse der beschleunigten Kriechversuche mit jenen des klassischen Kriechexperiments für AS bei 4 MPa und 23°C. ....	51

<b>Abb. 4.9:</b> Überblick über den Verlauf von $\mu$ von MSwb bei einer Referenztemperatur von 23°C. ....	52
<b>Abb. 4.10:</b> Lichtmikroskopische Aufnahmen des Zugprüfkörpers nach dem Test bei 12,5-facher ( <b>a</b> ) und 7-facher ( <b>b</b> ) Vergrößerung. ....	53
<b>Abb. 4.11:</b> Darstellung der Deformationen an den streifenförmigen Prüfkörpern aller vier Materialien bei Raumtemperatur über die Zeit. ....	54
<b>Abb. 4.12:</b> Durchmesserabnahme der kreisringsegmentförmigen Prüflinge bei Raumtemperatur während der Liegezeit. ....	55
<b>Abb. 4.13:</b> Kraftverlauf eines 24-Stunden Rückbiegeversuchs von AS bei Raumtemperatur bei einer Prüfgeschwindigkeit von 100 mm/s. ....	56
<b>Abb. 4.14:</b> Gegenüberstellung der dünnwandigen axialen und radialen Eigenspannungen aller Materialien bei Raumtemperatur sowie der korrigierten radialen Spannungen für dickwandige Rohre. ....	57
<b>Abb. 4.15:</b> Foto der Schädigungszone in MSwb nach 1 Mio. Zyklen mit 1800 N Maximallast und einem R-Verhältnis von 0,1 bei Raumtemperatur mit 20-facher Vergrößerung ( <b>a</b> ) und vermessen ( <b>b</b> ). ....	59
<b>Abb. 4.16:</b> Fortschritt der Schädigungszone bei 1700 N ( <b>a</b> ) und 1800 N ( <b>b</b> ) Maximalkraft und einem R-Verhältnis von 0,1 bei Raumtemperatur. ....	60
<b>Abb. 4.17:</b> Änderung der Schädigungszonenlänge bei 1700 N Maximallast und unterschiedlichen R-Verhältnissen über die Zyklenzahl bei Raumtemperatur. ....	61
<b>Abb. 4.18:</b> Fortschritt der Schädigungszone von MSwb bei Raumtemperatur, 1700 N und einem R-Verhältnis von 0,3 ( <b>a</b> ) und 0,5 ( <b>b</b> ). ....	62
<b>Abb. 4.19:</b> Nachgiebigkeitskalibrierung bei einer Maximallast von 1700 N, Variation der R-Verhältnisse und Raumtemperatur. ....	63

## 7.2 Tabellenverzeichnis

<b>Tab. 3.1:</b> Materialzusammensetzung der vier Werkstoffe. ....	27
<b>Tab. 3.2:</b> Parameterübersicht und Zyklenzahlen zur Risswachstumsbestimmung. ....	42
<b>Tab. 4.1:</b> Wärmeausdehnungen der Materialien in Quer- und Längsrichtung. ....	45
<b>Tab. 4.2:</b> Auswertung der Querkontraktionszahlen aller Materialien nach acht Wochen. ....	52
<b>Tab. 4.3:</b> Errechnete radiale Eigenspannungen der Materialien mit dem wahren Verlauf. .....	58