

# Spannungsrißkorrosion von Polyethylen- Hüllrohren für Spannstähle

**T 2773**

T 2773

Bei dieser Veröffentlichung handelt es sich um die Kopie des Abschlußberichtes einer vom Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen -BMVBW- geförderten Forschungsarbeit. Die in dieser Forschungsarbeit enthaltenen Darstellungen und Empfehlungen geben die fachlichen Auffassungen der Verfasser wieder. Diese werden hier unverändert wiedergegeben, sie geben nicht unbedingt die Meinung des Zuwendungsgebers oder des Herausgebers wieder.

Dieser Forschungsbericht wurde mit modernsten Hochleistungskopierern auf Einzelanfrage hergestellt.

Die Originalmanuskripte wurden reprotechnisch, jedoch nicht inhaltlich überarbeitet. Die Druckqualität hängt von der reprotechnischen Eignung des Originalmanuskriptes ab, das uns vom Autor bzw. von der Forschungsstelle zur Verfügung gestellt wurde.

© by Fraunhofer IRB Verlag

2007

ISBN 978-3-8167-

Vervielfältigung, auch auszugsweise,  
nur mit ausdrücklicher Zustimmung des Verlages.

**Fraunhofer IRB Verlag**

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau

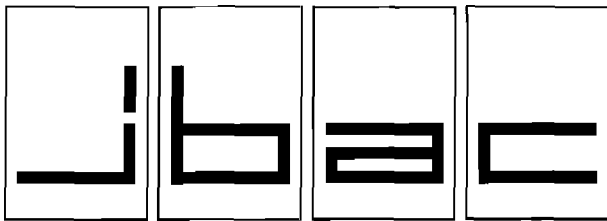
Postfach 80 04 69  
70504 Stuttgart

Nobelstraße 12  
70569 Stuttgart

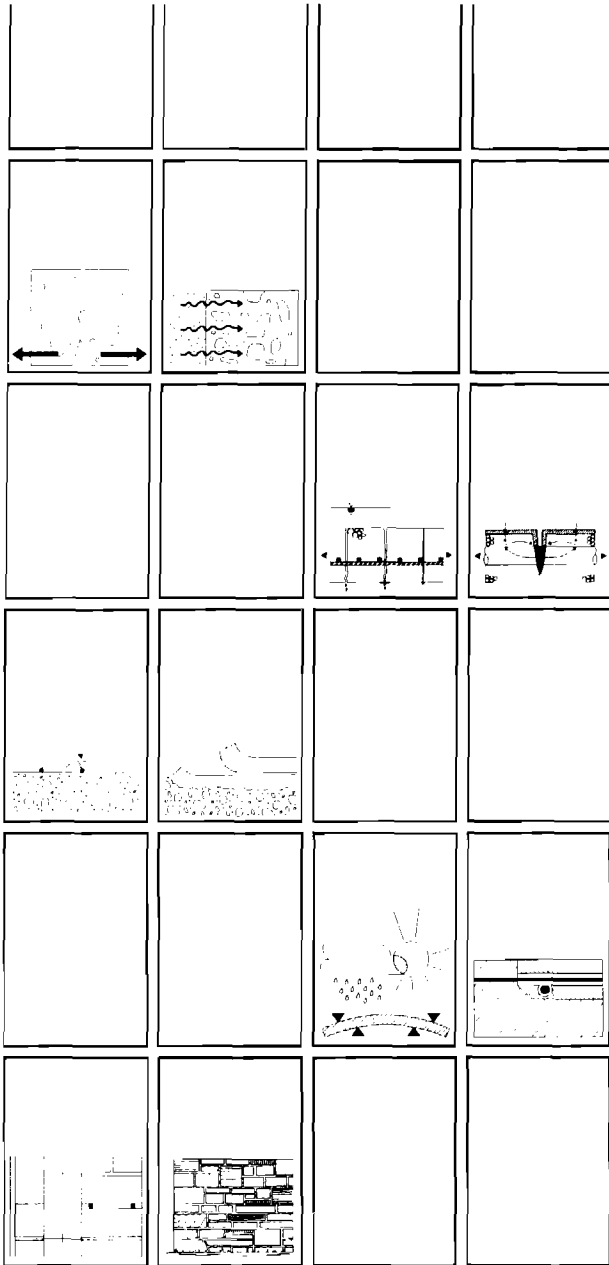
Telefon (07 11) 9 70 - 25 00  
Telefax (07 11) 9 70 - 25 08

E-Mail [irb@irb.fraunhofer.de](mailto:irb@irb.fraunhofer.de)

[www.baufachinformation.de](http://www.baufachinformation.de)



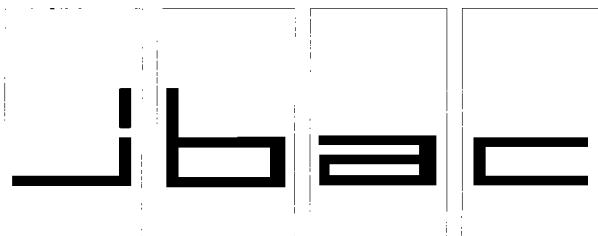
**Institut für Bauforschung Aachen**  
Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule



## **Forschungsbericht** **F 393**

**Baustoff · Bauteil · Bauwerk**

**Forschung · Entwicklung**  
**Überwachung**  
**Prüfung · Beratung**



# INSTITUT FÜR BAUFORSCHUNG

Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen

Direktoren: Professor Dr.-Ing. H. R. Sasse · Professor Dr.-Ing. P. Schießl

Postfach, D-52056 Aachen

Schinkelstraße 3, D-52062 Aachen

Telefon (02 41) 80-51 00 · Telex 8 32 704 thac d · Telefax (02 41) 88 88-139

Kt/EE

1. Ausfertigung

## THEMA

Spannungsrißkorrosion von Polyethylen-  
Hüllrohren für Spannstähle

### ABSCHLUSSBERICHT

Forschungsbericht Nr.

F 393

vom 03.03.1997

Projektleiter

Prof. Dr.-Ing. H. R. Sasse

Sachbearbeiter

Dipl.-Ing. G. Rößler

Dr. rer. nat. K. Littmann

Dipl.-Ing. A. Kleist

Auftraggeber/  
Förderer

Deutsches Institut  
für Bautechnik  
Kolonnenstr. 30

10829 Berlin

Auftragsdatum

07.05.1991

Aktenzeichen

IV 1-5-647/91

Dieser Bericht umfaßt 61 Seiten, davon 47 Textseiten.

Soweit Versuchsmaterial nicht verbraucht ist, wird es nach 4 Wochen vernichtet.

Eine längere Aufbewahrung bedarf einer schriftlichen Vereinbarung.

Die auszugsweise Veröffentlichung dieses Berichtes, seine Verwendung für Werbezwecke sowie die inhaltliche Übernahme in Literaturdatenbanken bedürfen der Genehmigung des ibac.

<b><u>INHALTSVERZEICHNIS</u></b>		<b>Seite</b>
1	EINLEITUNG.....	1
2	POLYETHYLEN-HÜLLROHRE IN DER BAUPRAXIS .....	2
2.1	Einsatzgebiete .....	2
2.2	Mechanische Beanspruchungen .....	4
2.2.1	Baupraktische Beanspruchungen .....	4
2.2.1.1	Herstellung (F-S).....	4
2.2.1.2	Temperatur bei der Injektion (F-S) .....	5
2.2.1.3	Transport (F-S).....	5
2.2.1.4	Vorspannung (F-S).....	6
2.2.1.5	Temperaturänderungen (M-L und F-S).....	7
2.2.1.6	Umlenkstellen (M-L und F-S).....	7
2.2.2	Randbedingungen für Laborversuche .....	8
2.2.3	Wertung des Sachstandes .....	9
2.3	Medienbeanspruchung .....	10
2.3.1	Allgemeines.....	10
2.3.2	Tenside .....	10
2.3.3	Verpreßfette.....	11
3	SPANNUNGSRISSKORROSION VON POLYETHYLEN .....	11
3.1	Eigenschaften des Polyethylens .....	11
3.1.1	Allgemeines.....	11
3.1.2	Chemikalienbeständigkeit .....	12
3.1.3	Witterungsbeständigkeit.....	12
3.2	Spannungsrißbildung.....	13
3.2.1	Allgemeines.....	13
3.2.2	Bruchmechanische Modellvorstellung.....	13
3.2.3	Diffusionsvorgänge .....	15
3.2.4	Zeitstandfestigkeit .....	15

<b><u>INHALTSVERZEICHNIS</u></b>		<b>Seite</b>
4	EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN.....	18
4.1	Versuchskonzepte .....	18
4.1.1	Probematerial .....	18
4.1.2	Versuche an Streifenproben .....	19
4.1.3	Versuche an Rohrproben.....	19
4.2	Durchführung der Versuche an den Streifenproben.....	20
4.2.1	Beanspruchungsmedien.....	20
4.2.2	Versuchsaufbau und -ablauf.....	20
4.2.3	Meßmethoden.....	24
4.2.3.1	Differentialthermoanalytische Messungen.....	24
4.2.3.2	Zugversuche an Streifenproben.....	24
4.3	Durchführung der Versuche an den Rohrproben .....	25
4.3.1	Versuchsaufbau .....	25
4.3.2	Versuchsdurchführung .....	30
5	ERGEBNISSE.....	31
5.1	Versuche an den Streifenproben .....	31
5.1.1	Makroskopische Veränderungen.....	31
5.1.2	Differentialthermoanalytische Untersuchungen.....	32
5.1.3	Zugversuche .....	34
5.2	Versuche an den Rohrproben .....	36
6	INTERPRETATION DER VERSUCHSERGEBNISSE.....	40
6.1	Versuche an den Streifenproben .....	40
6.2	Versuche an den Rohrproben .....	40
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK .....	42
	Tabellen	A1-A3
	Bilder	B1-B11

## 1 EINLEITUNG

Polyethylen-Hüllrohre ersetzen zunehmend traditionelle Stahlblech-Hüllrohre im Spannbetonbau des Bauwesens. Maßgebende Gründe hierzu sind die gegenüber Stahl höhere Korrosionsbeständigkeit des Polyethylens (PE) und der erhöhte Korrosionsschutz der Spannglieder durch den PE-Mantel aufgrund der völligen Flüssigkeitsdichtheit über die gesamte Spanngliedlänge. Darüber hinaus werden von der Bauindustrie neuartige Konstruktionsverfahren mit externen Spanngliedern entwickelt, die eine in-situ-Kontrolle und den partiellen Austausch der Spannglieder erlauben. Diese Entwicklungen lassen erwarten, daß die PE-Hüllrohre in den kommenden Jahren einen nicht unbedeutenden Marktanteil erlangen werden.

Neben den o. g. Vorteilen ist seit mehr als 20 Jahren die Spannungsrißanfälligkeit von Polyethylen in Anwesenheit von oberflächenaktiven Substanzen bekannt. Die PE-Hüllrohre kommen in der Baupraxis u. a. mit Ölen und Lösemitteln, vor allem jedoch mit Tensiden z. B. aus Betonzusatzmitteln und/oder Reinigungsmitteln im Verankerungsbereich in Kontakt. Gezielte, systematische Untersuchungen hinsichtlich der Spannungsrißkorrosionsanfälligkeit der für Hüllrohre im Bauwesen verwendeten PE-Materialien sind nicht bekannt.

Das Forschungsvorhaben sollte zur Klärung der Frage beitragen, ob eine Gefährdung durch Spannungsrißkorrosion unter den derzeit bauüblichen Bedingungen gegeben ist. Im Rahmen einer Marktanalyse wurden Firmen angesprochen, die bereits eine allgemeine bauaufsichtliche Zulassung für Spannglieder mit PE-Hüllrohren durch das Deutsche Institut für Bautechnik (DIBt), Berlin, besitzen. An aus Rohren gewonnenen Streifenproben wurden Biege-Relaxationsversuche (Zeitstand-Biegeversuche unter konstanter Dehnung) durchgeführt. Durch eine Literaturstudie sowie im Rahmen einer Umfrage wurden die Versuchsparameter zu den zu erwartenden Beanspruchungen

- Wirkstoffgruppe,
- Konzentration,
- Temperatur,
- Dehnung des PE-Materials und
- zeitliche Einwirkungsdauer

festgelegt. Zusätzlich wurde eine Versuchsreihe an Rohrstücken unter den folgenden

Belastungen bzw. Bedingungen durchgeführt:

- Konstante Belastung mit 80 % der Bruchlast
- Beaufschlagung mit Wasser und Tensid-Lösung
- Innendruck von 10 bar
- Temperatur:  $T = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $T = 60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Der vorliegende Abschlußbericht enthält neben der Zusammenfassung des ersten und zweiten Zwischenberichtes vom 07.05.1991 bzw. 09.03.1995 die Auswertung und Interpretation aller Forschungsergebnisse.

## 2 POLYETHYLEN-HÜLLROHRE IN DER BAUPRAXIS

### 2.1 Einsatzgebiete

PE-Hüllrohre finden Verwendung als

- Mäntel der Mono-Litzen-Systeme (Bild 1),
- Alternative zu konventionellen Stahl-Hüllrohren mit und ohne Verbund (i. d. R. bei erhöhten Anforderungen an den Korrosionsschutz und die Ermüdungsfestigkeit der Spannglieder),
- Hüllrohre für externe Spanngliederführung (Bild 2).

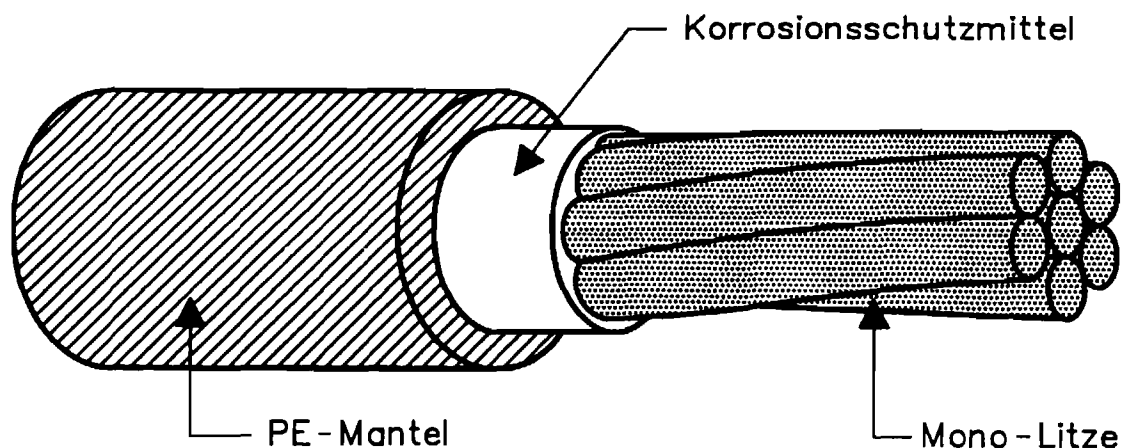
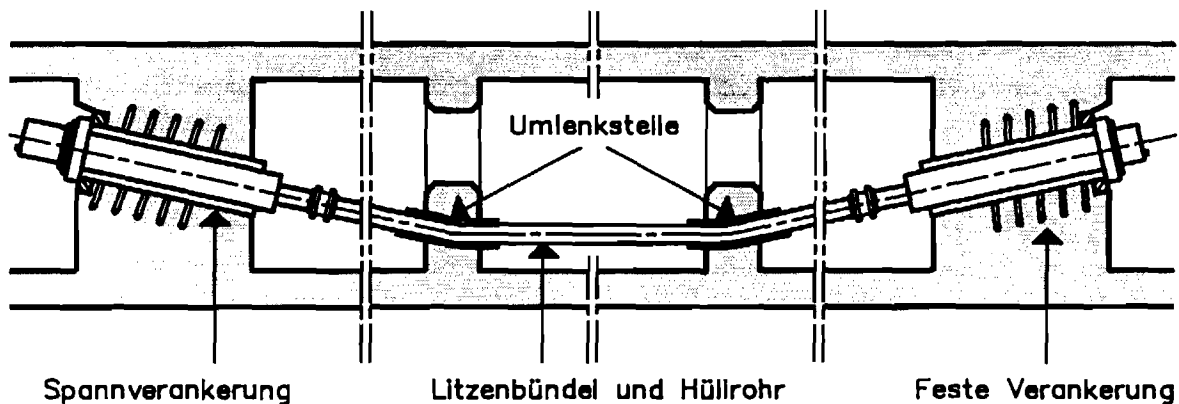


Bild 1: Prinzipskizze eines Bündelspanngliedes mit PE-Mantel



Im Jahre 1990 wurde erstmals in Europa eine Taktschiebebrücke mit externen Spanngliedern (Talbrücke Berbke - BAB A 46) fertiggestellt. Im Ausland werden seit einiger Zeit konventionelle Spannbetonbrücken mit externer Spanngliedführung (Bild 2) erstellt (z. B. Yonne-Brücke, Frankreich oder Ach-Brücke, Österreich).



**Bild 2:** Prinzipskizze einer externen Spanngliedführung

Seit längerem laufen Bestrebungen in der Bauindustrie, die konventionellen Vorspannverfahren zu optimieren. Wesentliche Kriterien hierfür sind u. a.

- erhöhter Korrosionsschutz durch den PE-Mantel,
- bi-funktionaler Korrosionsschutz durch Injektion, z. B. mit Korrosionsschutzmitteln,
- Herstellung von langaufschießenden und getrommelten Monolitzen ohne Verbund,
- Entwicklung neuer Spannverfahren vorzugsweise mit teilweiser Vorspannung ohne Verbund,
- neue Konstruktionsprinzipien mit freiliegenden Spanngliedern zur Gewährleistung von Bauwerkskontrolle und partiellem Austausch der Spannglieder,
- Kontrollierbarkeit der Vorspannkräfte im Bauwerk (und ggf. Anpassung an Bauwerksgegebenheiten),
- Verstärkung bestehender Bauwerke.

Die Industrie verlangt daher zunehmend nach witterungsbeständigen PE-Hüllrohren, die gegenüber UV-Einwirkungen bei Transport und Lagerung oder Reflektionsstrahlungen im Falle von externen Spanngliedern bei aufgelösten Brückenquerschnitten oder Industriebauten (z. B. Rohrleitungsbrücken) resistent sind. Die PE-Mäntel sind durch Ruß-Füllstoffe schwarzgefärbt, die photooxidationshemmend wirken sollen. Aus ästhetischen Gesichtspunkten können vergleichbare Effekte auch durch andere Pigmente erzielt werden. In /1/ wird je-

doch ausdrücklich darauf hingewiesen, daß bei Pigmenten mit Titanoxidanteilen eine drastische Verschlechterung der Witterungsbeständigkeit registriert wurde.

Zur Frage des Beanspruchungsprofils wurde vom DIBt die Arbeitsgruppe „Beanspruchungsprofil“ des ad-hoc-Ausschusses „Korrosionsschutz für Spannglieder ohne Verbund“ ins Leben gerufen. Das auf der Sitzung am 28.08.1990 in Berlin formulierte Anforderungsprofil wird in den folgenden Abschnitten hinsichtlich der für das Forschungsvorhaben relevant erscheinenden Parameter zusammengefaßt. Bei den überschlägigen Abschätzungen der mechanischen Beanspruchung von PE-Hüllrohren für externe Vorspannung werden zwei Beanspruchungsprofile diskutiert:

- Monolitzen (M-L) in PE-Hüllrohr, vor dem Anspannen mit Einpreßmörtel verpreßt,
- Fertig-Spannglied (F-S) aus werkseitig in ein PE-Hüllrohr eingefädelt Drähten, wobei das Spannglied im Werk komplett einschließlich Korrosionsschutz hergestellt wird.

Nachfolgend wird jeweils die maximale Beanspruchung aus dem jeweiligen Beanspruchungsprofil betrachtet (in Klammern wird der Anwendungsfall angegeben).

## **2.2 Mechanische Beanspruchungen**

### **2.2.1 Baupraktische Beanspruchungen**

#### **2.2.1.1 Herstellung (F-S)**

Der Einpreßdruck wird allgemein mit rd. 2 bar (0,2 N/mm<sup>2</sup>) angenommen, unplanmäßig können jedoch weit höhere Drücke (> 10 bar) infolge von Verstopfern beim Injektionsvorgang nicht ausgeschlossen werden.

Die Ringzugspannung im Rohr beträgt bei freier Verformbarkeit:

$$\sigma = p \frac{d - s}{2s}$$

mit: d = Außendurchmesser in mm

s = Wanddicke in mm.

Die Außendurchmesser der derzeit verwendeten Hüllrohre nehmen Werte zwischen 90 mm und 125 mm an. Die Wanddicken bewegen sich zwischen 3,9 mm und 5,1 mm.

Hieraus ergeben sich Zugspannungen aus dem planmäßigen Injektionsvorgang von

$$1,66 \text{ N/mm}^2 < \sigma < 3,1 \text{ N/mm}^2.$$

Diesen überlagern sich unbekannte Zugeigenspannungen aus der Rohrherstellung.

### **2.2.1.2 Temperatur bei der Injektion (F-S)**

Die Hüllrohre können entweder mit Einpreßmörtel oder Korrosionsschutzmasse injiziert werden. Durch die Hydratationswärme wird eine Temperaturerhöhung bis rd. 50 K angenommen (M-L).

Die Korrosionsschutzmittel müssen vor dem Injizieren auf Temperaturen deutlich über dem Tropfpunkt erwärmt werden. Aufgrund der Abkühlung werden längere Spannglieder in mehreren Teilabschnitten verpreßt. Die Temperaturen werden mit

- > 110 °C im Rohrinne und
- < 40 °C außerhalb des Rohres

angenommen (Tropfpunkt der Korrosionsschutzsysteme für die Monolitzen > 95 °C). Aus dem Lastfall Temperatur ergeben sich aus grober Überschlagsrechnung (vereinfachender Ansatz der halben Wanddicke bei erhöhten Temperaturen) zusätzliche Zugspannungen zwischen

$$1,2 \text{ N/mm}^2 < \sigma < 3,3 \text{ N/mm}^2.$$

Als Folge der kurzzeitigen Erwärmung wird angenommen, daß herstellungsbedingte Eigenspannungen abgebaut werden.

### **2.2.1.3 Transport (F-S)**

Beim Transport werden Spannglieder entweder in geraden Rohrschüssen oder auf Trommeln (Durchmesser rd. 1,80 m) geliefert. Im ersten Fall entstehen keine Dehnungen, im letzteren ergibt sich bei Hüllrohrdurchmessern zwischen 90 mm und 125 mm eine

maximale Dehnung von

$$\varepsilon = \frac{125}{1800} = 70 \text{ mm/m}$$

#### **2.2.1.4 Vorspannung (F-S)**

Die Vorspannung wird i. d. R. über den Spannkopf in das Spanngliedsystem (Spannglied und PE-Rohr) eingeleitet. Gemäß den zulässigen Dehnungen der DIN 4227 werden folgende maximale Dehnungen des PE angenommen:

- Gebrauchszustand:  $\varepsilon < 5,7 \text{ mm/m}$ ,
- kurzzeitiges Spannen:  $\varepsilon < 6,1 \text{ mm/m}$ .

Nach EC 2, Teil 1, ergeben sich vergleichbare Dehnungen. Im Rahmen der CEN-Beratungen werden derzeit wesentlich höhere zulässige Stahlspannungen diskutiert (Faktor 1,3).

Beim Vorspannen zwischen Festankern (ohne Umlenkung) sind die Stahldehnungen gleich den PE-Dehnungen. Werden Umlenkstellen angeordnet, so erhöht sich die PE-Dehnung im ersten Spannabschnitt durch die Reibung im Sattel. Wird das PE-Rohr an der Umlenkstelle fixiert, so wird die PE-Rohrdehnung im Verhältnis der Spanngliedlänge zur Länge des ersten Spannabschnittes erhöht.

Die Dehnung wird in diesem Falle bis zu Faktoren  $> 3$  erhöht. Allerdings wirkt die Dehnung nur kurzzeitig, da baupraktisch das PE-Rohr nach dem Spannen und vor dem Injizieren durchgetrennt und anschließend mit einem Teleskoprohr verschweißt wird.

### 2.2.1.5 Temperaturänderungen (M-L und F-S)

Zur Abschätzung der Wärmedehnungen werden folgende Wärmedehnungskoeffizienten angenommen:

Tabelle 1: Angenommene Wärmedehnungen

Werkstoff	Wärmedehnungskoeffizient K <sup>-1</sup>
1	2
Beton	$1,0 \cdot 10^{-5}$
Polyethylen	$1,7 \cdot 10^{-4}$
Korrosionsschutzmasse	$0,6 \cdot 10^{-3}$

Aufgrund einer Beratung des Arbeitskreises „Externe Vorspannung“ (Sitzung vom 12.05.1989) wird ausgehend von einer Einbautemperatur von +20 °C und einer minimalen Bauwerkstemperatur von -20 °C (im Hohlkasten) mit einer maximalen Temperaturdifferenz von 40 K gerechnet. Die Überschlagsrechnung ergibt maximale temperaturinduzierte PE-Dehnungen von

$$\varepsilon < 6,8 \text{ mm/m.}$$

Aufgrund von Temperaturänderungen erfolgen Volumenänderungen des Korrosionsschutzmittels. Unter Betrachtung der Temperaturdifferenz von 40 K ergeben sich bei zweidimensionaler Rechnung (Längsdehnung wird vernachlässigt) Ringzugdehnungen von

$$\varepsilon < 5,3 \text{ mm/m (Ringzugdehnung).}$$

Bei Verwendung von Einpreßmörteln ist davon auszugehen, daß nach wenigen Temperaturwechseln das PE-Rohr nicht mehr eng an dem Mörtelkern anliegt.

### 2.2.1.6 Umlenkstellen (M-L und F-S)

Für Umlenkstellen wird ein minimaler Krümmungsradius von 4 m angenommen. Bei Einpreßmörtel erfolgt die Einleitung der Umlenkkräfte flächig, beim Korrosionsschutz linien-

förmig. Baupraktisch werden meist im Umlenkbereich Stahlrohrstücke verwendet, dennoch ist bei Verwendung von PE eine Dehnung nicht auszuschließen:

$$\varepsilon = \frac{125}{4000} = 31 \text{ mm/m} .$$

Das Verhalten an den Umlenkstellen soll nach Vorstellung des Arbeitskreises durch einen Dauerschwingversuch untersucht werden. Gleichfalls sollen die Beanspruchungen an den Anschlüssen (Übergang PE-Rohr - Stahlrohr) überprüft werden. Die PE-Rohre werden hier z. B. in Nute eingepreßt. Gleichzeitig treten planmäßig hohe Längsdehnungen auf.

Bei Dauerschwingversuchen an umgelenkten Spannbündeln ohne Verbund (PE-Hüllrohr) wurde an der TU Karlsruhe (Prüfbericht Nr. 88 25 31 1224 vom 05.04.1989) beobachtet, daß nach vergleichsweise wenigen Lastwechseln die Relativverschiebung der Litzen an der Umlenkstelle minimiert wird, im Prüfbericht wird von der Ausbildung eines „Festpunktes“ gesprochen.

## 2.2.2 Randbedingungen für Laborversuche

Aus den zuvor formulierten Zusammenhängen lassen sich folgende baupraktische Randbedingungen für Laborversuche präzisieren:

### Maximale Spannungen:

Aus den Lastfällen Injektionsdruck und Injektionstemperatur ergeben sich vergleichsweise geringe Spannungen:

$$2,8 \text{ N/mm}^2 < \sigma < 6,4 \text{ N/mm}^2$$

### Maximale Dehnungen:

a) kurzfristig wirkend:

Lastfall Transport:  $\varepsilon < 70 \text{ mm/m}$

Umlenkstellen:  $\varepsilon < 30 \text{ mm/m}$

## b) langfristig wirkend:

Lastfall Vorspannung, Temperaturänderung sowie Volumenänderung des Korrosionsschutzmittels:

$$\varepsilon < 18,2 \text{ mm/m}$$

### 2.2.3 Wertung des Sachstandes

Die Initiierung des Forschungsvorhabens ging von der Frage einer möglichen spannungsrißfördernden Wirkung von im Beton vorhandenen tensidhaltigen Betonzusatzmitteln aus. Zum Zeitpunkt der Initiierung wurde vom Förderer und Antragsteller davon ausgegangen, daß die Rahmenbedingungen zur Konzeption grundlegender Untersuchungen von der Baupraxis problemlos zu präzisieren sind. Nach Befragung maßgeblich beteiligter oder interessierter Gruppen (Antragsteller, Hersteller von Spanngliedern, Rohstoffhersteller, Ausführende, DIBt) stellt sich derzeit der Sachstand wie folgt dar:

- Es existieren nur wenige Anhaltspunkte hinsichtlich der Spannungsrißgefährdung für die verwendeten PE-Materialien und den möglichen Medienangriff.
- Die angesprochenen Industrievertreter (Bauindustrie, Rohrhersteller) reagieren besorgt (bzw. zurückhaltend) auf das Thema Spannungsrißgefährdung; entsprechende negative Erfahrungen resultieren jedoch aus den Anwendungsbereichen Hausentsorgung und Fußbodenheizung.
- Es existiert eine Facharbeitsgruppe des DIBt, die sich mit der Beanspruchung der PE-Hüllrohre befaßt. Ein Arbeitspapier dieses Ausschusses liefert wichtige Hinweise auf die mechanischen Beanspruchungen solcher Hüllrohre.
- Hinsichtlich der Medienbeanspruchung liegt ein unklares Bild vor. Durch das DIBt wurde eine Liste der in Betonzusatzmitteln anzutreffenden Wirkstoffgruppen erstellt; Hinweise über mögliche spannungsrißfördernde Wirkung oder die einwirkende Konzentration wurden nicht gegeben.

## **2.3 Medienbeanspruchung**

### **2.3.1 Allgemeines**

Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens wird die Einwirkung von Stoffen untersucht, die bei der Verwendung von Polyethylenhüllrohren eine Rolle spielen und schädigend auf das Polyethylen einwirken können. Dies sind in erster Linie Tenside und Verpreßfette. Prinzipiell sind hier verschiedene zeitliche Szenarien denkbar, nämlich

- langzeitige Einwirkungen von Betonzusatzmitteln aus dem umgebenden Beton oder aus den injizierten Korrosionsschutzmitteln oder Verpreßhilfen sowie
- kurzzeitige Einwirkungen, wie z. B. bei Reinigungsvorgängen.

Nach den ersten Versuchen in diesem Forschungsprojekt (siehe Abschnitt 4.1.2) wurden die kurzzeitigen Belastungen als für die Spannungsrißkorrosion irrelevant außer acht gelassen. Die hier vorgestellten Untersuchungen beziehen sich auf Langzeitbelastungen.

### **2.3.2 Tenside**

Tenside oder Detergentien dienen zur Verringerung der Grenzflächenenergie von Flüssigkeiten. Meist werden sie zur Senkung der Oberflächenspannung des Wassers eingesetzt. Sie sind Wirkstoffe in Betonzusatzmitteln wie Betonverflüssigern, Fließmitteln und Luftporenbildnern und in Reinigungsmitteln. Die Dosierung der Tenside in den Produkten variiert sehr stark und ist auch von der Wirksamkeit der jeweiligen Tensidgruppe abhängig. Aus Kostengründen kommen in Zusatzmitteln nur sehr preiswerte Tenside, die im allgemeinen durch die Umsetzung ungereinigter organischer Verbindungen mit Schwefelsäure hergestellt werden, zum Einsatz. Das am weitesten häufigsten eingesetzte Tensid ist Ligninsulfonat, ein nicht einheitlich zusammengesetztes Nebenprodukt der Holzverarbeitung. Weniger häufig, aber aufgrund ihrer geringeren Molekülgröße für die Spannungsrißkorrosion kritischer zu bewerten sind Sulfate oder Sulfonate langkettiger Kohlenwasserstoffe, wie z. B. Natriumdocylsulfat oder Natriumnaphtylsulfonat. Bei allen bisher genannten Tensiden handelt es sich um anionische Tenside. Nichtionische Tenside wie Glykolether und kationische Tenside wie Ammoniumsalze spielen aufgrund ihres vergleichsweise hohen Preises nur eine untergeordnete Rolle.



### **2.3.3 Verpreßfette**

Verpreßfette sind technische Fettprodukte und als solche Produkte aus der Erdölraffination. Sie bestehen aus mehr oder weniger verunreinigten langkettigen Kohlenwasserstoffen und werden oft durch den Zusatz von Ölen auf eine bestimmte Verarbeitbarkeit eingestellt.

## **3 SPANNUNGSRISSKORROSION VON POLYETHYLEN**

### **3.1 Eigenschaften des Polyethylens**

#### **3.1.1 Allgemeines**

Die Spannungsrißanfälligkeit von PE unter Einwirkung von oberflächenaktiven Medien wurde Mitte der 50er bis Ende der 60er Jahre intensiv untersucht (grundlagenorientierte Untersuchungen mit breiter Stoffvielfalt). Diese und spätere Untersuchungen haben meist naturwissenschaftlich orientierten Grundlagencharakter, die Untersuchungen erfolgten fast ausnahmslos im Rahmen der Produktentwicklung in der chemischen Industrie; interessierende ingenieurmäßige Randbedingungen wurden hier meist nicht gezielt berücksichtigt. Ingenieurmäßig phänomenologisch orientierte Untersuchungen existieren vorrangig aus den Bereichen der Rohrleitungen für die Hausversorgung und im Industriebereich sowie für Rohrleitungsisolierungen und Kabelummantelungen. Es liegen nur wenige praxisorientierte, verwertbare Publikationen vor, z. B. /2, 3, 4, 5/.

Im Rahmen einer nationalen und internationalen Literaturrecherche wurde versucht, die zugängliche Literatur hinsichtlich der spezifischen Problematik unter praxisorientierten Gesichtspunkten einzugrenzen.

PE entsteht durch Polymerisation des einfachsten ungesättigten Kohlenwasserstoffs, des Ethylens. Bei der sog. Hochdruckpolymerisation entsteht verzweigtes PE mit niedriger bis mittlerer Dichte (Dichte 0,915 bis 0,935, Kristallisationsgrad bis rd. 40 %) /1, 6, 7, 8/. Die sogenannte Niederdruckpolymerisation liefert PE mit hoher Dichte (Dichte 0,940 bis 0,970, Kristallisationsgrad bis rd. 90 %)

Die technischen Eigenschaften des PE werden allgemein in Abhängigkeit von der Dichte und vom sogenannten Schmelzindex angegeben /9/. Zur Ermittlung des Schmelzindex wird das zu prüfende Material unter definiertem Druck in die Bohrung eines definiert beheizten Zylinders gepreßt. Der Schmelzindex gibt diejenige Masse der Probe an, die in einer bestimmten Zeit unter den festgelegten Bedingungen durch die Düse gedrückt wird.

Die beschleunigte Bildung und Ausbreitung von Rissen in mechanisch beanspruchten Polymeren unter Anwesenheit von korrosionsfördernden Medien wird auf die durch das betreffende Medium erleichterte „Entschlaufung“ der Molekülketten im Polymeren zurückgeführt /10/. Demzufolge kann der Spannungsrißwiderstand durch

- Erhöhung der Molmasse,
- Erhöhung der Kristallinität (sofern sich die Sphärolitgrenzen nicht zu Schwachstellen ausbilden),
- kurze Seitengruppen und
- steife Kettensegmente

erhöht werden.

### 3.1.2 Chemikalienbeständigkeit

Die Chemikalienbeständigkeit des PE ist weitgehend abhängig von seiner Kristallinität. Bei Temperaturen  $< 60\text{ °C}$  ist PE in fast allen Lösungsmitteln nahezu unlöslich /7/.

Bei Raumtemperatur verhält sich PE gegenüber Wasser, Laugen, Salzlösungen und anorganischen Säuren, mit Ausnahme der stark oxidierenden, völlig indifferent.

Bereits bei niedrigen Temperaturen diffundieren besonders aromatische und aliphatische Kohlenwasserstoffe oder Chlorkohlenwasserstoffe mit niedrigem Siedepunkt, wie Benzin, Benzol oder Tetrachlorkohlenstoff, in das PE. Polare Flüssigkeiten, wie Alkohole, organische Säuren, Ester und Ketone verursachen bei niedrigen Temperaturen ein geringes Quellen, die zuvor genannten Kohlen- und Chlorkohlenwasserstoffe quellen PE dagegen stark an, pflanzliche und tierische Öle diffundieren gleichfalls in das PE und verursachen Quellen. Die mechanischen Eigenschaften des PE werden infolge der Quellvorgänge nur geringfügig herabgesetzt /1, 7/. Allerdings leiten solche Quellvorgänge u. U. den Prozeß der Spannungsrißbildung ein (vgl. Abschn. 3.2.3).

### 3.1.3 Witterungsbeständigkeit

Nach derzeitigem Kenntnisstand hängt die Witterungsbeständigkeit des PE maßgeblich von der Dichte und dem Molekulargewicht, vom Produktionsprozeß sowie der Zugabe von Antioxidantien sowie UV-Absorbern ab. Pigmente erhöhen die Strahlungsabsorption. Deren

Einfluß hängt vom chemischen Aufbau, der chemisch-physikalischen Bindung in die Matrix, von der Farbe und der Konzentration ab. In den meisten Anwendungsfällen wird bei Rohren hochwertiger, feinkörniger Ruß zur Erhöhung der Witterungsbeständigkeit zugegeben (schwarze Materialfärbung).

## **3.2 Spannungsrißbildung**

### **3.2.1 Allgemeines**

Modellvorstellungen zur Spannungsrißkorrosion von PE gehen i. d. R. von

- bruchmechanischen Überlegungen,
- Diffusionsvorgängen und
- Weichmacherwirkungen

aus, wobei in aller Regel eine komplexe Überlagerung der drei Mechanismen angenommen wird.

### **3.2.2 Bruchmechanische Modellvorstellung**

Allgemein wird angenommen, daß alle Kunststoffe Fehlstellen (Sphärolitgrenzen, Mikrorisse und -kerbstellen) aufweisen, von denen die Rißbildung ausgeht (Schwachstellenhypothese). Bruchmechanische Modellvorstellungen beschreiben die Randbedingungen, unter denen ein Einzelriß mit Rißwachstum festgestellt werden kann /11/.

Bei amorphen Thermoplasten wurde nachgewiesen, daß es sich hierbei weniger um echte „Risse“ als um plattenförmige Zonen, örtlich sehr stark verstreckten Materials handelt /12/.

Auch in definiert hergestelltem amorphem Material sind Nahordnungsbereiche auch ohne mechanische Beanspruchung vorhanden, die ohnehin als Schwachstellen wirken, da orthogonal zu der Orientierung benachbarter Molekülketten lediglich van-der-Waalsche Kräfte wirken (in Kettenrichtung Hauptvalenzkräfte). Bei abgeschrecktem Material können darüber hinaus submikroskopische und mikroskopische Bereiche verschiedener Kettenorientierung vorhanden sein. Diese Bereiche können durch Gaseinschlüsse, Fremdteilchen, Endgruppen von Kettenmolekülen, kleine Moleküle und ungeordnete Bereiche und Spalten zwischen morphologischen Einheiten überlagert werden /13, 14, 15/.

Die Deutung der Rißbildung geht von einer Entknäuelung der Fadenmoleküle aus, solche gestreckten Molekülketten orientieren sich in Zugrichtung in kompakten Lagerungen. Die Dimension eines solchen Nahordnungsbereichs wird auf rd. 1 nm geschätzt.

Die bei den Mikrodehnungen auftretende Elastizität wird auch als „Konfigurationselastizität“ bezeichnet, das Erreichen eines neuen Gleichgewichtszustandes ist mit einem sogenannten Platzwechselmechanismus verbunden /16/. Das Material zwischen den sich ausbildenden Hohlräumen verfestigt sich aufgrund der molekularen Orientierung erheblich /11/.

Die Molekülkette wird aus dem geknäuelten Randbereich der „Rißflanke“ herausgezogen und überbrückt zunächst den Riß in Form von Fibrillen, bis die gestreckten Molekülketten reißen, und das Rißwachstum eingeleitet wird /11, 12/. Es kann angenommen werden, daß sich ein Riß dann ausbildet, wenn sich kürzere Moleküle schon ganz entknäueln haben und als freie Enden im Rißgebiet liegen /17/.

Bei teilkristallinen Thermoplasten werden beim schnellen Abkühlen aus der Schmelze Risse in den Sphäroliten oder an den Spärolitgrenzen infolge des Schrumpfes beobachtet /12/.

Die Tatsache, daß reine Spannungsrisse (ohne Anwesenheit von Medien) nicht beliebig weiterwachsen, sondern sich ggf. reversibel zurückbilden, wird mit einem Mikrofließen erklärt /11/. Die Größe der plastischen Zone an der Rißspitze beeinflusst den Energieverbrauch und damit die Spannungsrißbeständigkeit. Der instabilen Rißausbreitung geht meist ein langsames Rißwachstum voraus. Erst die Verfestigung infolge der Mikrohohlraumbildung führt zu einem nennenswerten Rißausbreitungswiderstand; er ist bei viskosen Werkstoffen nicht nur eine Funktion der Rißlänge, sondern auch der Zeit /11/. Die Rißwachstumsgeschwindigkeit im Bereich stabilen Rißwachstums wird u. a. von

- der Spannungsintensität und
- dem umgebenden Medium

bestimmt. In bestimmten Medien wird eine besonders hohe Rißwachstumsgeschwindigkeit beobachtet /11/.

### 3.2.3 Diffusionsvorgänge

Unter Vernachlässigung von chemischen Reaktionen zwischen Werkstoff und Medium (i. d. R. auszuschließen) werden die Mechanismen

- Benetzung,
- Quellen und
- Diffusion

differenziert /17/. Diese Mechanismen überlagern sich zeitgleich.

Durch Benetzung der Oberfläche wird infolge Oberflächenquellung die Kerbwirkung an der Wurzel eines kleinen Anfangsrisses erhöht. Ferner wirkt die Oberflächendiffusion, wobei sich das Medium über die Rißflanken ausbreitet und zusätzlich Quellspannung hervorruft. Die Diffusion des Umgebungsmediums ins Innere bewirkt dann eine Lockerung des Zusammenhaltes der Kettenmoleküle, eine makroskopische „Weichmachung“. Dieser Effekt ist von der Diffusionsgeschwindigkeit und dem Quellverhalten abhängig /17/.

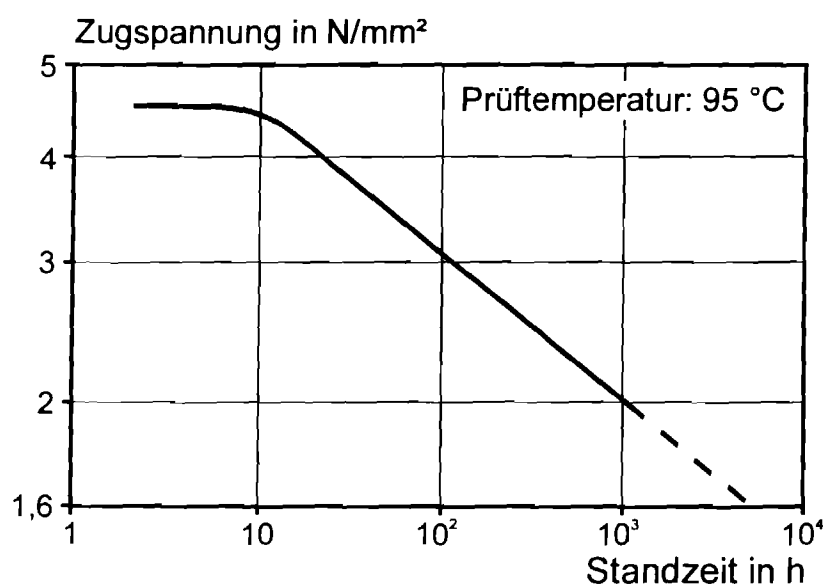
Infolge der im Sub-nm-Bereich nicht völlig dichten Struktur der Polymere dringen Medien mit kleinen, beweglichen Molekülen in diese ein. Bei amorphen Thermoplasten wird unter hydraulischer Druckeinwirkung bei Benetzung mit Silikonölen Spannungsrißkorrosion und Versprödung bei zugbelasteten Thermoplasten beobachtet, wobei das Öl entlang der Partikelgrenzen und Grenzflächen der Füllstoffe eindringt. Dagegen wird ohne Druckeinwirkung kein Einfluß registriert. Bei schneller Medienabgabe (Flüssigkeiten - Desorption) werden in die Oberfläche nicht unerhebliche Schrumpfspannungen eingetragen, die ebenfalls zur Rißbildung führen können.

Abhängig von der Dichte des PE (zwischen  $0,950 \text{ g/cm}^3$  und  $0,920 \text{ g/cm}^3$ ) wird bei der Permeabilität gegenüber Wasser ein Unterschied von nahezu einer Größenordnung ermittelt. Dies deutet auf eine starke Abhängigkeit der Rißempfindlichkeit von der Feinstruktur der Polymere hin.

### 3.2.4 Zeitstandfestigkeit

In der Vergangenheit sind Untersuchungen zur Zeitstandfestigkeit von Polyethylen bei unterschiedlichen Medienbeanspruchungen angestellt worden. In /18/ wird über ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Zeitstandverhaltens von Zugstäben berichtet. Dabei wurden

Zugstäbe mit unterschiedlich temperierten Prüfmedien beaufschlagt und mittels Totlasten konstanten Spannungen ausgesetzt. Nach anderen Literaturstellen werden die Zugstäbe auch eingekerbt. Als Prüfmedien dienten hier verschiedene wäßrige Netzmittellösungen. In Bild 3 ist die Zeitstandfestigkeits-Kurve von Polyethylen bei 95 °C in einer 2%igen Netzmittellösung wiedergegeben.



**Bild 3:** Zeitstandfestigkeit von Polyethylen in 2%iger Netzmittellösung bei 95 °C /18/

In /11, 19, 20, 21/ wird über Versuche zur Zeitstandfestigkeit von PE-Rohren unter Innendruck berichtet. Dabei wird das Rohr mit einem unterschiedlich temperierten Prüfmedium gefüllt und mit verschiedenen Innendrücken belastet. Als Maß für die Belastung wird aus dem Innendruck und den Rohrabmessungen mit der Rohrformel eine Vergleichsspannung  $\sigma_v$  errechnet /19/:

$$\sigma_v = p \cdot \frac{d_m}{2 \cdot s}$$

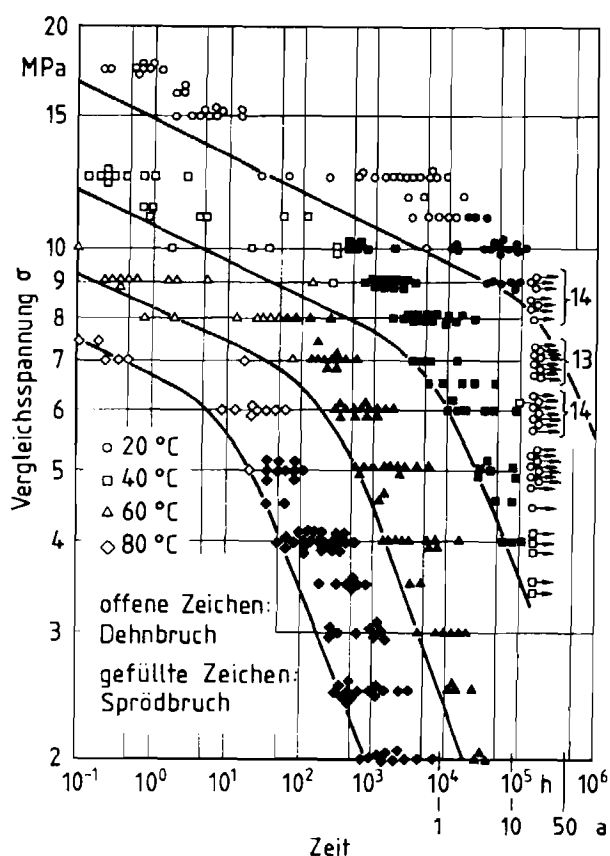
mit:  $p$  = Innendruck

$d_m$  = mittlerer Rohrdurchmesser

$s$  = Wanddicke.

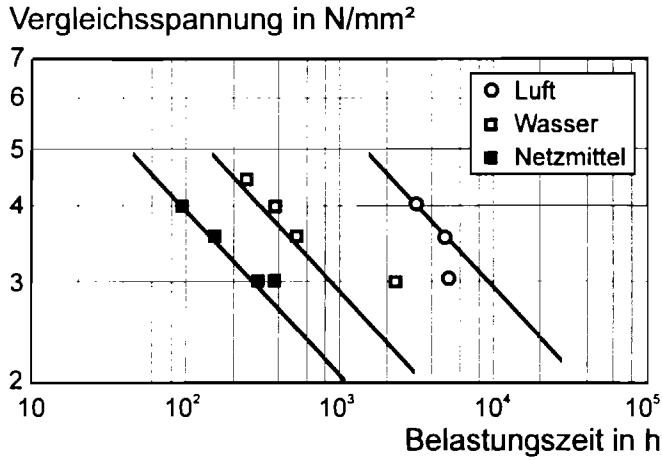
In /11/ wird darauf hingewiesen, daß im Unterschied zu den gekerbten Zugproben bei den Versuchen mit Rohrstücken durch unregelmäßig verteilte Mikrofehlstellen im Rohr eine Zu- fallsvariable hinzukommt, so daß die Standzeiten eine erhebliche Streuung aufweisen.

Zeitstandversuche mit Rohren unter Innendruck mit Wasser als Prüfmedium werden bereits seit den fünfziger Jahren im Rahmen von Qualitätsuntersuchungen für Druckwasserrohre durchgeführt /21/. In Bild 4 sind die Zeitstandfestigkeits-Kurven von HDPE-Rohren bei 20, 40, 60 und 80 °C wiedergegeben.



**Bild 4:** Zeitstandfestigkeit von Rohren aus HDPE /11/

In /20/ wird unter anderem über Versuche mit HDPE-Rohren unter Innendruck und deren Zeitstandfestigkeiten berichtet. Bild 5 zeigt Ergebnisse von Versuchen an HDPE-Rohren unter Innendruck, die bei 80 °C mit Luft, Wasser und einem Netzmittel gefüllt waren.



**Bild 5:** Zeitstandfestigkeit von HDPE-Rohren unter Einfluß von Wasser, Netzmittel und Luft bei 80 °C /20/

Die Quotienten der Standzeiten

$$\frac{t_{Luft}}{t_{Wasser}} \quad \text{bzw.} \quad \frac{t_{Netzmittel}}{t_{Wasser}}$$

wurden für Luft zu 10 und für Netzmittel zu 0,24 ermittelt. Damit wird bei einer Innenfüllung mit Netzmittel gegenüber der Beanspruchung mit Wasser die Standzeit auf rund ¼ verkürzt.

## 4 EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN

### 4.1 Versuchskonzepte

#### 4.1.1 Probematerial

Die Beschaffung des erforderlichen Probematerials auf dem Markt war mit außerordentlichen Schwierigkeiten verbunden. Die Hersteller von PE-Rohren produzieren diese vornehmlich für andere Zwecke als für Spannstahl-Hüllrohre. Außerdem wird von fast allen Herstellern das gleiche Material eingesetzt. Vor allem ist das Interesse der Hersteller an Versuchen zur Spannungsrißkorrosion offensichtlich gering. Bei einigen Herstellern führte daher die Bestellung von Probematerial trotz erheblichen Aufwandes an Nachfragen und Erinnerungen nicht zum Erfolg. In anderen Fällen wurden Rohre falscher Nennweite geliefert. Mit der für die Versuche vorgesehenen Nennweite von 100 mm wurde schließlich



nur ein Material mit der folgenden Spezifikation geliefert:

- Material: PE-HD,
- Farbe: schwarz,
- Außendurchmesser: 110 mm,
- Innendurchmesser: 97,4 mm,
- Wanddicke: 6,3 mm,
- Abmessungen und Eigenschaften gemäß DIN 8074 und 8075.

Nähere Angaben waren nicht zu erhalten.

#### **4.1.2 Versuche an Streifenproben**

Als einfache Versuche, die mit einiger Variation der Parameter durchgeführt werden konnten, wurden Medienbelastungen an Streifenproben konzipiert. Die Streifenproben sollten bei verschiedenen Temperaturen und Medien unter Spannung gelagert werden. Die Versuche sollten ursprünglich mit hoher Medienkonzentration kurzzeitig und anschließend bei besonders kritischen Medien mit geringer, baupraktischer Konzentration über lange Zeit durchgeführt werden. Doch bereits bei der Anwendung hoher Konzentrationen konnten nach einer Versuchsdauer von weit über zwei Jahren kaum signifikanten Veränderungen an den Streifenproben festgestellt werden. Daher wurde auf Versuche mit geringerer Medienkonzentration verzichtet. In Kapitel 4.2 wird über die Einlagerungsversuche bei hohen Medienkonzentrationen berichtet.

#### **4.1.3 Versuche an Rohrproben**

In Ergänzung der Versuche an den Streifenproben wurden auf Anregung der Betreuergruppe Versuchsreihen an Rohrstücken durchgeführt. Die maßgeblichen, praxisorientierten Belastungen und Beaufschlagungen wurden in der Betreuergruppensitzung vom 10.09.1992 festgelegt:

- Belastung für alle Zeitstandversuche: 80 % der Bruchlast
- Beaufschlagung: Wasser und 1%ige Natriumdodecylsulfat-Lösung, jeweils unter einem Innendruck von 10 bar
- Temperatur:  $T = 20\text{ °C}$  und  $T = 60\text{ °C}$ .

Pro Parametervariation waren 2 Versuche vorgesehen, woraus sich eine Summe von 8 Einzelversuchen ergab. Für die Versuche wurden die gleichen PE-Rohre wie für die Versuche an den Streifenproben verwendet.

## **4.2 Durchführung der Versuche an den Streifenproben**

### **4.2.1 Beanspruchungsmedien**

Die Beanspruchungsmedien für die als Kurzzeitversuch geplante Versuchsreihe umfaßten zwei Tensidlösungen, ein technisches Tensidprodukt und ein Verpreßfett. Als Tenside wurden auf der Grundlage der in Abschnitt 2.3.2 angestellten Betrachtungen zwei anionische Tenside ausgewählt.

Die Konzentration der Tensidlösungen wurde so hoch gewählt, daß die kritische Konzentration der Tenside gerade überschritten wurde, d. h. daß die maximal mögliche Absenkung der Oberflächenspannung des Wassers mit dem jeweiligen Tensid erreicht wurde. Das technische Tensidprodukt, ein Betonverflüssiger, wurde unverdünnt als Belastungsmedium verwendet. Diese Maximalbelastungen wurden ebenfalls mit dem Ziel gewählt, den Versuch als Kurzzeitversuch durchzuführen. Falls die Gefahr einer Spannungsrißkorrosion bestand, wurde mit ersten Schädigungen der PE-Hüllrohrproben im Verlauf von einigen Wochen gerechnet. Das Verpreßfett wurde flächendeckend mit einem Pinsel auf die Streifenproben aufgetragen. Folgende Belastungsmedien für die Streifenproben aus PE-Hüllrohren wurden verwendet:

- Natriumdodecylsulfatlösung, 1%ig,
- Natriumnaphtylsulfonat, 1%ig,
- Betonverflüssiger auf Ligninsulfonatbasis,
- handelsübliches Verpreß-Fett.

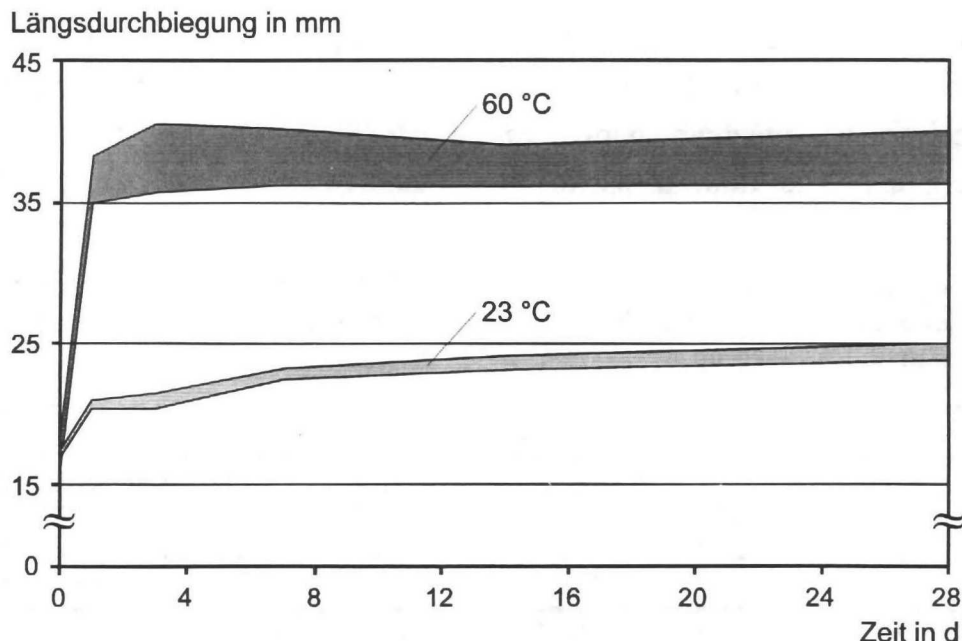
### **4.2.2 Versuchsaufbau und -ablauf**

Die Streifenproben (Länge: rd. 300 mm, Breite: rd. 20 mm) wurden in Längsrichtung aus dem Hüllrohr entnommen. Zur Darstellung des Eigenspannungszustandes aus der Rohrherstellung wurde die Krümmung (Stich) von je 3 Proben ohne weitere Beanspruchung bei 23 °C und 60 °C erstmalig wenige Stunden nach Entnahme aus dem Rohr und bis zu

28 Tage danach ermittelt, s. Tabelle 2 und Bild 6. Bei Raumtemperatur erhöhte sich das Stichmaß um 50 % von 17 mm auf rd. 25 mm, wobei die Rohrrinnenseite konkav gewölbt war; bei 60 °C verdoppelte sich die Durchbiegung sogar auf rd. 38 mm. Dies weist auf eine erhebliche Zugeigenspannung an der Rohrrinnenseite hin.

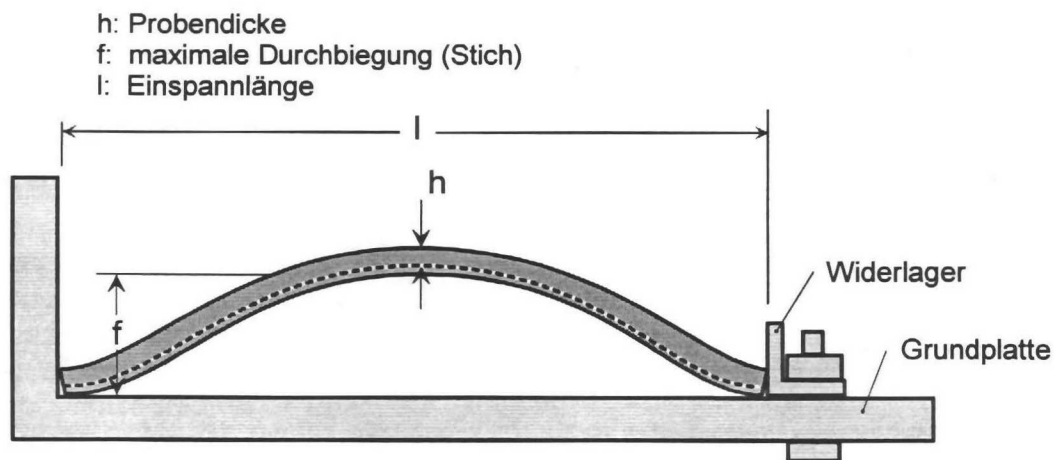
**Tabelle 2:** Bestimmung der Längsdurchbiegung (Stich) der Streifenproben in Abhängigkeit von der Zeit in Tagen nach Entnahme aus dem Rohr und der Temperatur ohne mechanische Belastung

Proben-Nr.	Temperatur °C	Durchbiegung					
		0 d	1 d	3 d	7 d	14 d	28 d
		mm					
1	2	3	4	5	6	7	8
1	23	17,0	20,5	20,5	23,3	23,2	24,4
2		17,5	21,0	21,5	23,8	24,2	25,0
3		17,0	20,5	20,5	22,5	23,2	23,9
4	60	17,0	36,0	37,0	37,5	37,3	37,8
5		16,0	35,0	35,5	36,2	36,1	36,3
6		18,0	38,5	40,5	40,1	39,1	40,0

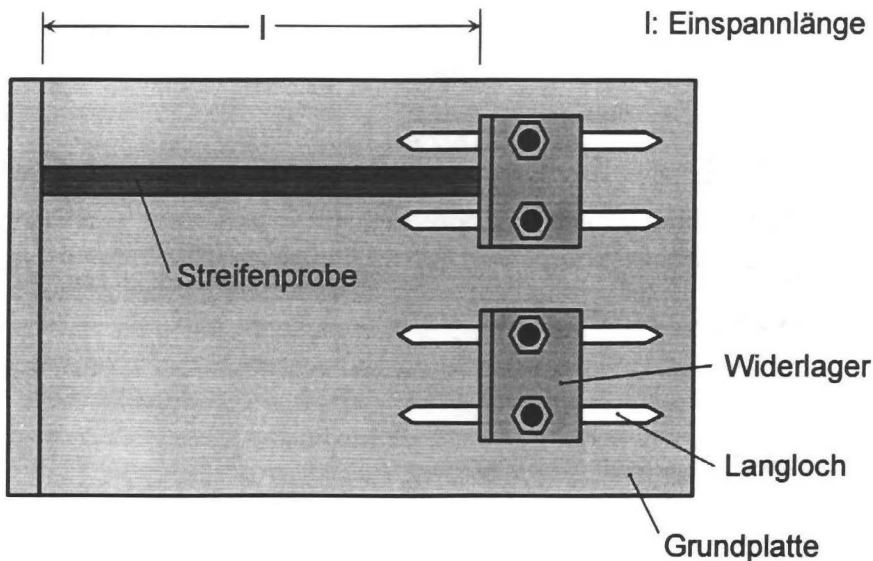


**Bild 6:** Streubereich der Längsdurchbiegung der unbelasteten Proben in Abhängigkeit von der Zeit nach der Probenbelastung und der Temperatur

Bei der Biegebeanspruchung mit zusätzlicher Medienbelastung lag die ursprüngliche Rohrinne in der Zugzone. Die Biegung entgegen der natürlichen Krümmung wurde gewählt, da dies den ungünstigeren Fall darstellt. Der Versuchsaufbau entsprach einer variablen Zweipunktbiegevorrichtung. Die Bilder 7 und 8 zeigen schematisch den Aufbau der Versuchseinrichtung.



**Bild 7:** Schematische Darstellung der Prüfeinrichtung zur Einspannung der PE-Hüllrohr-Proben unter Medienbelastung (Seitenansicht)



**Bild 8:** Schematische Darstellung der modifizierten Prüfeinrichtung zur Einspannung der PE-Hüllrohr-Proben unter Medienbelastung (Draufsicht)

Die Versuchseinrichtung besteht aus nichtrostendem Stahl. Eine abgewinkelte stählerne Grundplatte mit verstellbaren Widerlagern, die in Langlöchern geführt werden, nimmt die Streifenproben auf. Die Einspannlänge  $l$  wurde so eingestellt, daß die maximale Zugdehnung an der Oberseite der Streifenproben unter der Annahme eines über die Probenlänge konstanten Krümmungsradius 30 ‰ betrug. Unter der Voraussetzung, daß die Rohrmittelachse keine Dehnung erfährt, entsprach diese Dehnung derjenigen, die sich mit dem vorhandenen Außendurchmesser 11 cm und der Wanddicke 7 mm beim Krümmungsradius 1,80 m ergibt. Tatsächlich stellte sich aber wegen des Eigenspannungszustandes des Rohres eine völlig andere Probengeometrie ein (s. Bild 7). Addiert man die beiden Stichmaße vor und nach dem Einspannen (17 und 44 mm), so kann man davon ausgehen, daß sich grob wieder die angestrebte Dehnung von rd. 30 ‰ einstellte.

Die Einspannvorrichtungen ruhten in Wannen aus nichtrostendem Stahl. Die Wannen waren mit Deckeln zur Verringerung der Verdunstung versehen und lagerten in Räumen mit Normklima DIN 50014-23/50-2 bzw. in Wärmeschränken bei 60 °C. Je Parameterkombination wurden drei Streifenproben eingelagert. Daraus ergeben sich für ein Rohrmaterial 24 Probekörper.

### **4.2.3 Meßmethoden**

Die Streifenproben wurden, da sie im Laufe der Einlagerungszeit keine visuell erfaßbaren Veränderungen zeigten, nach rd. 6 Wochen, nach rd. 1 Jahr und nach 26 Monaten differentialthermoanalytisch untersucht. Weiterhin wurden einzelne Proben zu den genannten Zeitpunkten lichtmikroskopisch untersucht. Am Ende der Lagerungsdauer - nach 26 Monaten - wurden an den Streifenproben Zugversuche durchgeführt.

#### **4.2.3.1 Differentialthermoanalytische Messungen**

Die differentialthermoanalytische Untersuchungen (DSC, differential scanning calorimetry) wurden an weniger als 1 mm<sup>3</sup> messenden Proben durchgeführt. Diese Proben wurden den Streifenproben durch Abschneiden mit einem Messer an den nicht durch Spannung belasteten Stirnseiten entnommen, um eine unregelmäßige Belastung im gebogenen Bereich zu vermeiden. Diese Probennahme bedingt andererseits, daß die Zugspannung keinen Einfluß auf die Ergebnisse der Thermoanalyse ausüben kann. Die Proben wurden in zwei Meßdurchgängen untersucht. Beide Einzelmessungen wurden im Temperaturbereich von 193 K bis 473 K (-80 °C bis 200 °C) mit einer Heizrate von 20 K/min durchgeführt.

Im genannten Temperaturbereich ist im wesentlichen der Schmelzpunkt der kristallinen Bereiche des teilkristallinen Polyethylens als Meßdatum von Bedeutung. Eine Verschiebung dieser Temperatur, die beim hier geprüften Material bei 127 - 129 °C liegt, würde auf Veränderungen im Material hindeuten. Eine Verringerung der Intensität des Peaks würde hingegen eine Verringerung der kristallinen Anteile des Polyethylens durch die Lagerung bedeuten. Weitere Veränderungen am Material können ggf. durch Auftreten neuer Peaks detektiert werden. So würde sich beispielsweise eingelagertes Wasser durch einen endothermen Schmelzpeak bei 0 °C bemerkbar machen.

#### **4.2.3.2 Zugversuche an Streifenproben**

Die Zugversuche an den Streifenproben wurden nach DIN 53 455 durchgeführt. Wegen der zu erwartenden hohen Dehnungen wurde die kleinstmögliche Probenform gewählt. Diese Probenform ermöglichte die Präparation von zwei Probekörpern aus einer Streifenprobe. Es wurden vier Probekörper je Parameterkombination aus zwei Streifenproben hergestellt. Die verbleibende Streifenprobe wurde zurückgestellt.

Nach mehreren Vorversuchen wurde für die Vorschubgeschwindigkeit folgende Vorgehensweise gewählt:

Bis zu einem Traversenweg von 15 mm wurde mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 5 mm/min gezogen. Innerhalb dieser Periode wurde in allen Fällen das Spannungsmaximum erreicht. Die Spannungsdehnungskurven wurden nur innerhalb dieses Bereiches aufgenommen.

Ab 15 mm bis zur Reißdehnung wurde mit 100 mm/min Vorschubgeschwindigkeit geprüft. Die maximale Dehnung wurde aus dem Traversenweg berechnet.

### **4.3 Durchführung der Versuche an den Rohrproben**

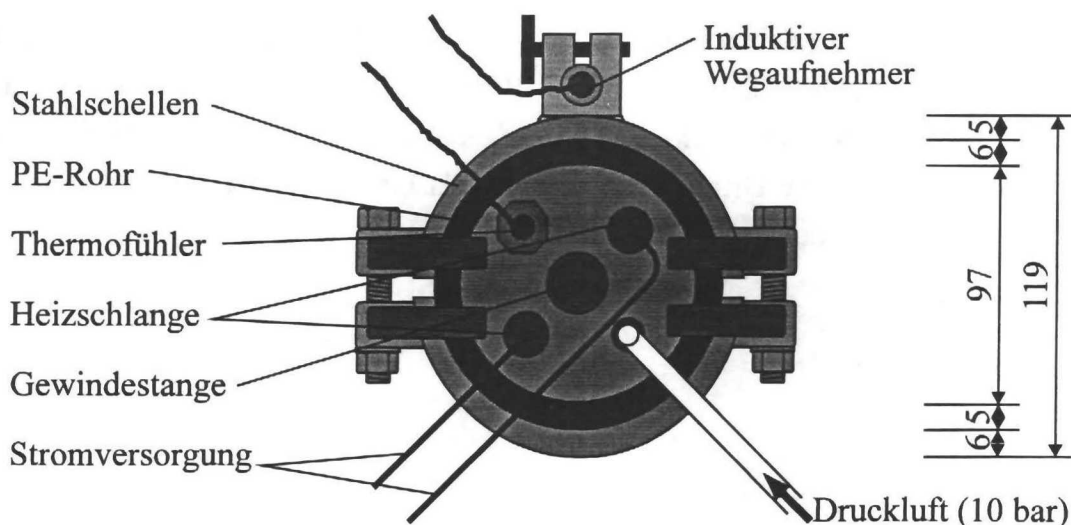
#### **4.3.1 Versuchsaufbau**

Während der Versuchsdurchführung wurde der völlig neu zu konzipierende Versuchsstand durch zahlreiche Änderungen kontinuierlich verbessert. Im folgenden wird lediglich die endgültige Versuchseinrichtung beschrieben.

Um Veränderungen des Materials durch Verschweißungen oder Verklebungen zu vermeiden, wurde für die Lasteinleitung eine rein mechanische Ankopplung des Rohres an die Zugeinrichtung gewählt. Dazu wurden zwei 100 mm hohe Zugstempel hergestellt, deren Außendurchmesser genau dem Innendurchmesser der PE-Rohre entsprachen. Die beiden Stahlstempel wurden an den Enden des zu prüfenden Rohrstückes eingedrückt. Bei einer gewählten freien Rohrlänge von 30 cm betrug die Gesamtlänge somit 50 cm. Das Rohr wurde mit Hilfe von jeweils zwei 65 mm hohe Stahlschellen, die oben und unten um das Rohrstück gelegt wurden, von außen gegen die Zugstempel gepreßt. Der Anpreßdruck wurde durch Zusammenziehen der Stahlschellen mit jeweils sechs Schrauben aufgebracht (s. Bilder 9, 10, B15 und B16). Zur Erhöhung des Reibbeiwertes wurden in die Zugstempel auf einer Höhe von 65 mm Rillen eingefräst, die durch den Anpreßdruck in das PE eingedrückt wurden. Außerdem wurde an der dem Rohr zugewandten Seite in den Stahlstempel eine Nut eingefräst, die einen Elastomer-Dichtungsring aufnahm. So konnte die Verbindung Rohr-Zugstempel gegen den Innendruck von 10 bar abgedichtet werden und die Benetzung des Rohres mit dem Beaufschlagungsmedium im Bereich der eingepreßten Rillen verhindert werden. Nachdem die Einspannung bei Dauerstandversuchen mehrmals versagt hatte, wurden auf die Schellen über die Zugkolben ragende Stahlklötze geschweißt, so daß im







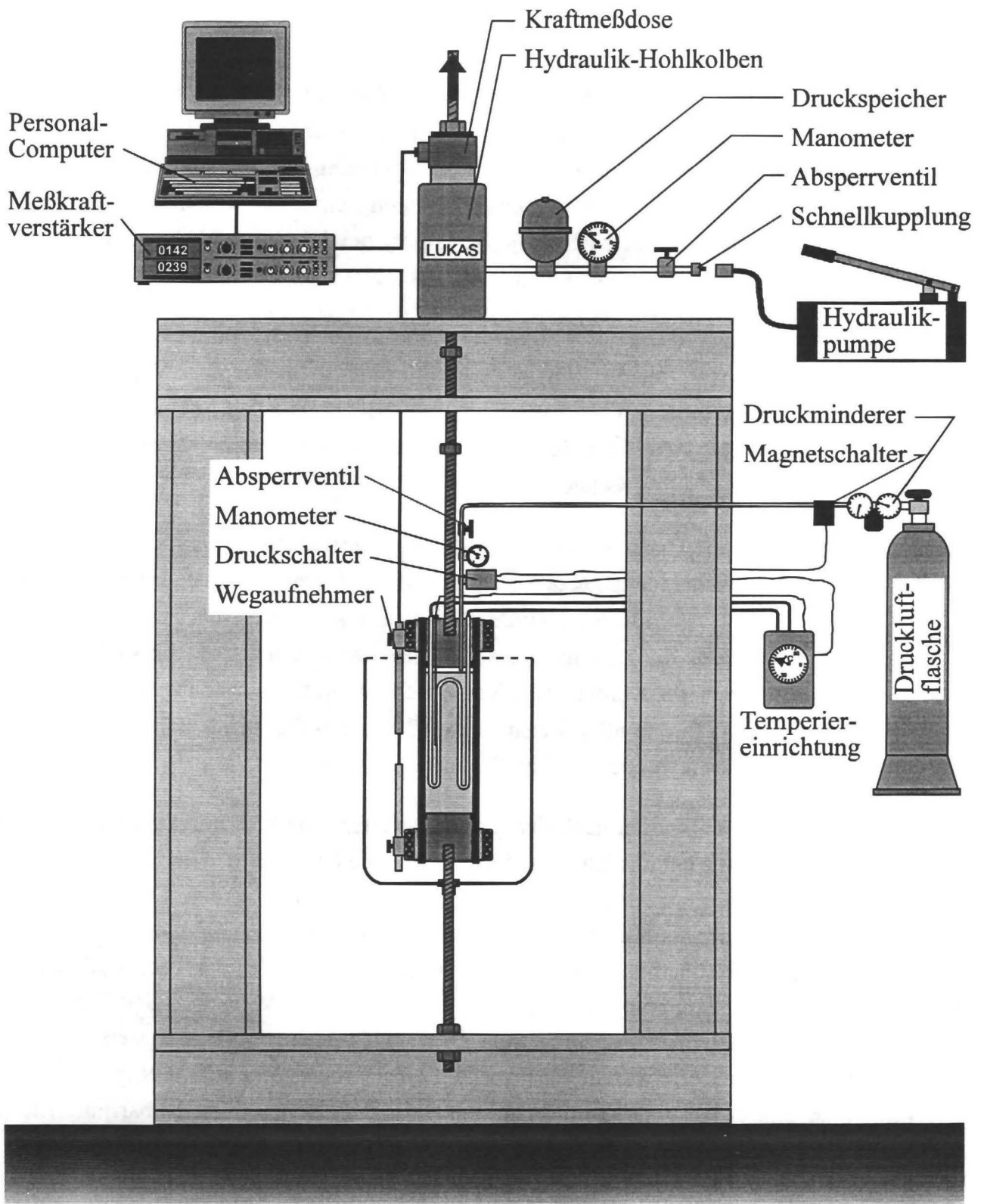
**Bild 10:** Schematische Draufsicht auf den Versuchskörper

Der Innendruck von 10 bar wurde mit Hilfe von Druckluft aufgebracht. Die Druckluft wurde mittels einer Preßluftflasche bereitgestellt, wobei der Druck durch einen Druckminderer eingestellt wurde. Der Innendruck konnte so auch bei Längenänderungen des Rohres konstant gehalten werden. Zur Temperierung des Beaufschlagungsmediums wurde in den oberen Zugstempel eine in das Medium eintauchende Heizschlange eingebaut. Die Temperatur wurde mittels eines Thermofühlers gemessen und durch eine Temperiereinrichtung gesteuert.

Zur Aufbringung der Zugkraft wurden in die Zugstempel oben und unten Gewindestangen eingedreht und der Versuchskörper in einen Rahmen eingebaut. Die Zugkräfte wurden durch einen Hydraulik-Hohlkolben, der mit einer Handpumpe bedient wurde, aufgebracht. In die Hydraulikdruckleitung wurde ein Druckspeicher eingebaut, der Längenänderungen des Rohres zu einem gewissen Grad mit minimalem Kraftabfall selbsttätig ausgleichen konnte. Größerer Kraftabfälle wurden per Hand ausgeglichen. Die auf die Zugstangen aufgebrauchte Kraft wurde mittels einer Ring-Kraftmeßdose gemessen, das Meßsignal über einen Meßkraftverstärker verstärkt und auf einem Personal-Computer aufgezeichnet. Zur Messung der Längenänderung des Rohres wurde an den Stahlschellen ein induktiver Wegaufnehmer angebracht, dessen Signal ebenfalls verstärkt und auf PC aufgezeichnet wurde (s. Bilder 11 und B13).

Für den Fall des Versagens wurde um den Versuchskörper ein Plastikbehälter gebaut und eine Plastikfolie aufgesetzt. Als Sicherheitseinrichtung wurde um den Versuchsstand ein

z. T. abnehmbarer Kasten aus Lochblech angebracht, um im Falle eines explosionsartigen Versagens Rohrteile aufzufangen (s. Bild B14). Außerdem wurde in die Druckluftleitung ein Druckschalter eingebaut, der bei einem plötzlichen Druckabfall im Rohr die Temperiereinrichtung sofort abschalten und die Druckluftleitung mittels eines Magnetventils schließen sollte. Bild 11 zeigt eine Skizze des gesamten Versuchsstandes.



**Bild 11:** Skizze des gesamten Versuchszustandes für die Rohrzugversuche

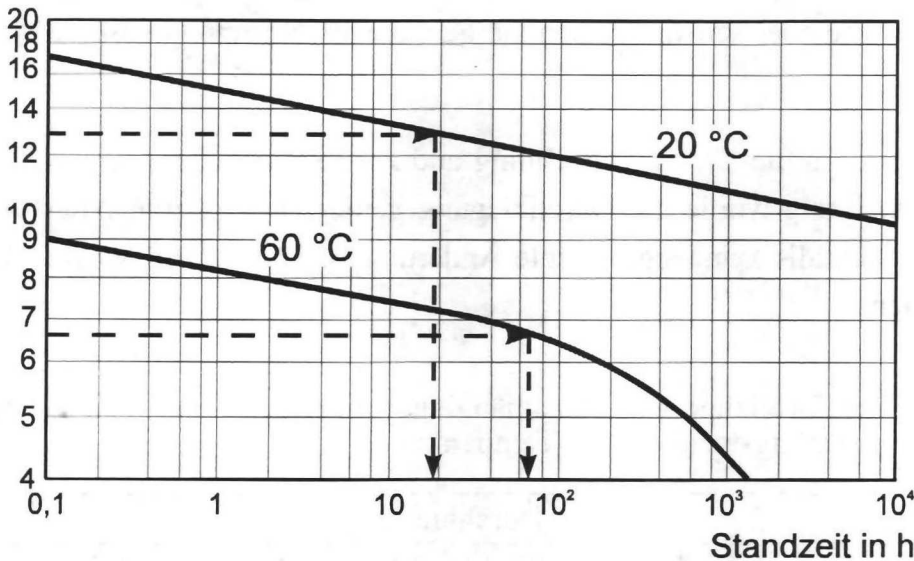
### 4.3.2 Versuchsdurchführung

Nach Festlegung durch die Betreuergruppe sollte das Rohr mit 80 % der Bruchlast belastet werden. Um das erforderliche Lastniveau zu bestimmen, wurden bei einer Tensidlösungs- bzw. Wasser-Temperatur von 60 °C und 20 °C Spannungs-Dehnungs-Linien bestimmt. Dazu wurde ein Probekörper in die Versuchseinrichtung eingebaut und zügig belastet, bis sich keine weitere Lastaufnahme zeigte. Die Belastung, bei der sich ein horizontaler Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Linie ergab, wurde als „Bruchlast“ angenommen.

Die Spannungs-Dehnungs-Linien der Versuche 1 und 2 bei 60 °C sind in den Bildern B1 und B2 wiedergegeben. Bei beiden Versuchen stellte sich ein horizontaler Verlauf bei einer Spannung von etwa 8 N/mm<sup>2</sup> ein. 80 % dieser „Bruchlast“ ergaben eine Dauerbelastung von 6,4 N/mm<sup>2</sup>. Unter Berücksichtigung des Innendruckes von 10 bar wurde für die Probekörper eine Längszugkraft von 7 kN errechnet.

Anschließend wurden die Dauerstandversuche durchgeführt. Dazu wurde das Rohrstück mit dem jeweiligen Beaufschlagungsmedium gefüllt, auf 60 °C temperiert und der Innendruck von 10 bar aufgebracht. Anschließend wurde das Rohrstück mit der Längszugkraft von 7 kN belastet. Gemessen wurde die Zeit, nach der im Dauerstandversuch am Rohrstück ein Versagen auftrat. Pro Parameter wurden zwei Versuche durchgeführt, was insgesamt 4 Versuche bei 60 °C ergab. Während aller Versuche wurden die aufgebrachte Längszugkraft und die Längenänderung des Rohres mit einem PC aufgezeichnet.

Die Versuche bei 20 °C wurden nach der gleichen Verfahrensweise durchgeführt. Die hier ermittelte Spannungs-Dehnungs-Linie ist in Bild B3 wiedergegeben. Hier mußte der Versuch nach einem Versagen der oberen Einspannung abgebrochen werden. Durch Extrapolation der Kurve kann als maximale Spannung etwa 20 N/mm<sup>2</sup> angenommen werden. Diese „Bruchlast“ liegt leicht oberhalb der Kurzzeitfestigkeit aus Bild 4. 80 % dieser „Bruchlast“ würden eine Dauerbelastung von 16 N/mm<sup>2</sup> ergeben. Da dieser Wert nach den Zeitstandfestigkeitskurven aus /11/ die Kurzzeitfestigkeit darstellt und im Laufe des Versuches eine Querschnittsverengung zu erwarten war, wurde die Dauerbelastung auf 13 N/mm<sup>2</sup> reduziert (s. Bild 12), woraus sich unter Berücksichtigung des Innendruckes von 10 bar eine Längszugkraft von 22 kN ergab.

Vergleichsspannung in N/mm<sup>2</sup>

**Bild 12:** Abschätzung der Dauerbelastung mit Hilfe der Zeitstandfestigkeitskurven mit /11/

Auch bei 20 °C wurden pro Parameter zwei Versuche durchgeführt, wodurch sich 4 Dauerstandversuche ergaben, während derer ebenfalls die Längszugkraft und die Längenänderung aufgezeichnet wurde.

Insgesamt wurden 15 Rohrproben geprüft, die sich in 9 erfolgreiche und 3 abgebrochene Dauerstandversuche und 3 Versuche zur Ermittlung der Spannungs-Dehnungslinien aufteilten. Der Versuch PK 15 wurde als Wiederholungsversuch mit Wasser bei 60 °C durchgeführt, um die stark unterschiedlichen Zeiten von PK 6 und PK 7 zu überprüfen (s. Tabelle A2).

## 5 ERGEBNISSE

### 5.1 Versuche an den Streifenproben

#### 5.1.1 Makroskopische Veränderungen

Die eingelagerten Proben wurden zunächst jede Woche und nach Ablauf von sechs Wochen jeden Monat augenscheinlich begutachtet. Einzelne Proben wurden zu diesen Zeitpunkten ausgebaut, gereinigt und unter dem Lichtmikroskop betrachtet. Die bereits seit mehr als einem Jahr eingelagerten Proben wiesen zum Zeitpunkt der Berichterfassung sowohl nach augenscheinlicher Untersuchung als auch nach Untersuchung unter dem Lichtmikroskop bei

100facher Vergrößerung keinerlei optische Veränderungen der Oberfläche auf. Insbesondere waren keinerlei Spannungsrisse oder sonstige Schädigungen, die auf Spannungsrißkorrosion hindeuten, zu beobachten.

Unmittelbar nach dem Einbau in die Klemmvorrichtung und zu verschiedenen Zeitpunkten anlässlich der Probenbegutachtung wurde die Durchbiegung gemessen. Bis zum Alter von rd. 3 Monaten ergab sich ebenfalls keine signifikante Änderung, s. Tab. 3. Die Messungen wurden danach abgebrochen.

**Tabelle 3:** Durchbiegung der Streifenproben in Abhängigkeit von Zeit (nach Einbau der Proben), Beanspruchungsmedium und Temperatur

Beanspruchungsmedium	Temperatur °C	Durchbiegung							
		0 d	1 d <sup>1)</sup>	28 d <sup>2)</sup>	49 d <sup>2)</sup>	70 d <sup>2)</sup>	91 d <sup>2)</sup>	97 d <sup>3)</sup>	118 d <sup>3)</sup>
		mm							
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Natrium-naphthyl-sulfonat-lösung	23	42,5	42,9	41,9	-	42,2	-	42,3	-
	60	42,8	42,8	42,3	-	42,2	-	41,6	-
Natrium-dodecyl-sulfat-lösung	23	43,5	44,0	-	43,2	-	43,2	-	43,5
	60	43,7	44,1	-	43,2	-	44,5	-	42,7
Addiment FMF	23	44,0	43,9	43,1	-	43,2	-	43,6	-
	60	44,1	44,1	43,3	-	44,4	-	43,1	-
Denso-Jet	23	43,4	43,3	-	43,6	-	43,6	-	44,0
	60	43,1	43,3	-	44,3	-	43,9	-	43,8

1) vor Medienbeanspruchung

2) vor Ausbau aus Klemmeinrichtung für Zwischenuntersuchung

3) vor Wiedereinbau in Klemmeinrichtung nach Zwischenuntersuchung

### 5.1.2 Differentialthermoanalytische Untersuchungen

Um submikroskopische Veränderungen des Materials wie z. B. Einlagerung von Tensiden, thermisch bedingte Umordnung der Polymerketten oder ähnliche Effekte zu erfassen, wurden nach 3, 11 und 26 Monaten Proben für differentialthermoanalytische Messungen ent-

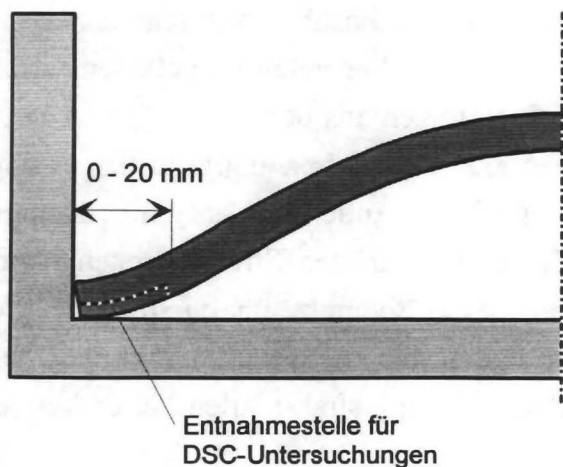
nommen. Anhand dieser Messungen können Änderungen der Glasübergangstemperatur und der Schmelztemperatur des als teilkristalliner Thermoplast vorliegenden Polyethylens erfaßt werden. Etwa 30 mg wurden für die ersten beiden Messungen aus den eingelagerten Streifenproben so entnommen, daß diese nachher ohne Änderung des Spannungszustandes wieder eingebaut werden konnten (s. Bild 13). Eine signifikante Änderung der Schmelztemperatur gegenüber laborgelagerten (23 °C / 50 % r. F.), gleichgefrästen Streifenproben wurde ebensowenig festgestellt (Tabelle 4) wie eine Änderung der Schmelzenthalpie nach 26 Monaten. Die Schmelzenthalpie entspricht in allen Fällen einem kristallinen Anteil von  $10 \pm 0,5$  Mol-% im Polyethylen, die geringfügig höheren Werte sind in allen Fällen bei den bei 60 °C gelagerten Proben zu finden.

**Tabelle 4:** Peaktemperatur in Abhängigkeit von Beanspruchungsmedium, -temperatur und -zeit und Schmelzenthalpie nach 26 Monaten in Abhängigkeit von Beanspruchungsmedium und -temperatur

Beanspruchungsmedium	Beanspruchungstemperatur	Peaktemperatur			Schmelzenthalpie <sup>2)</sup>
		3	11	26	26
		Monate			
°C					J/g
1	2	3	4	5	6
ohne	23	133 <sup>1)</sup>	-	129	13,6
	60	-	-	128	15,0
Natriumnaphthylsulfonatlösung	23	130	127	129	14,2
	60	132	129	129	14,8
Natriumdodecylsulfatlösung	23	130	128	131	13,6
	60	132	128	129	13,8
Addiment FMF	23	130	129	128	13,6
	60	132	128	128	13,9
Denso-Jet	23	132	126	129	14,0
	60	131	128	128	14,5

1) unbelastete Probe nach 0 Monaten

2) Mittelwerte aus vier Messungen

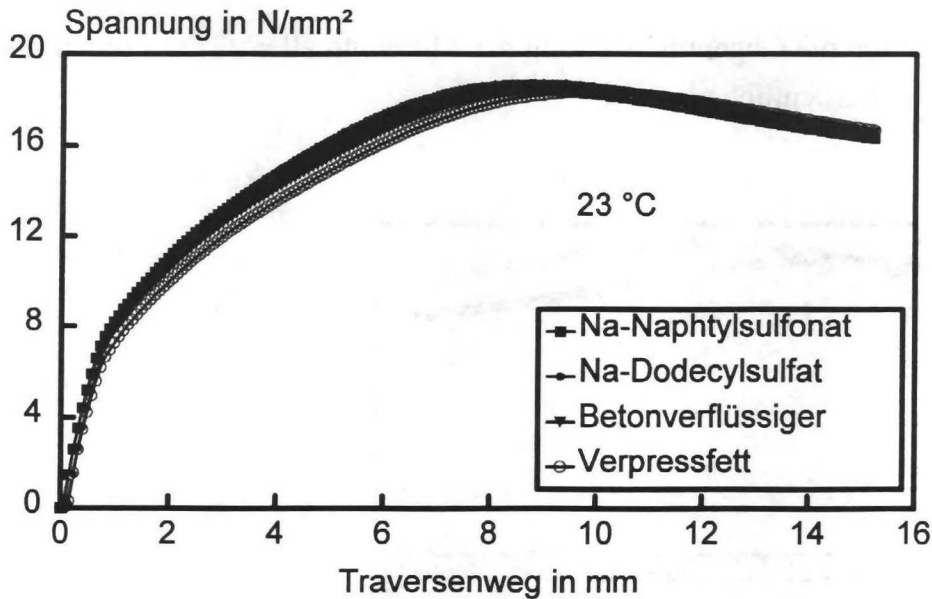


**Bild 13:** Skizzierte Entnahmestelle für differentialthermoanalytische Untersuchungen

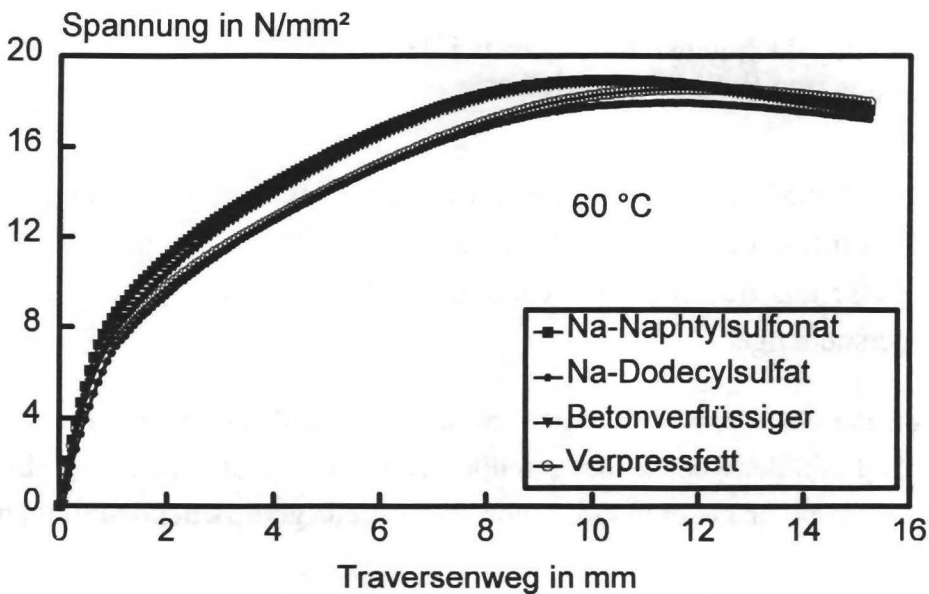
### 5.1.3 Zugversuche

Die Ergebnisse der Zugversuche an Streifenproben sind in Tabelle A1, Anhang A, zusammengefaßt. Bild 14 zeigt die gemittelten Spannungs-Dehnungslinien für die in den vier Medien bei 23 °C gelagerten Proben und die im Klima 23 °C / 50 % r. F. gelagerten Proben. Bild 15 zeigt diesen Vergleich für alle bei 60 °C gelagerten Proben. In beiden Fällen wurde die Dehnung aus dem Traversenweg ermittelt. Die Angabe der Dehnung in Prozent in Tabelle A1, Anhang A, dient nur als Anhaltswert. Die Spannung wurde auf den Ursprungsquerschnitt der Probe bezogen.





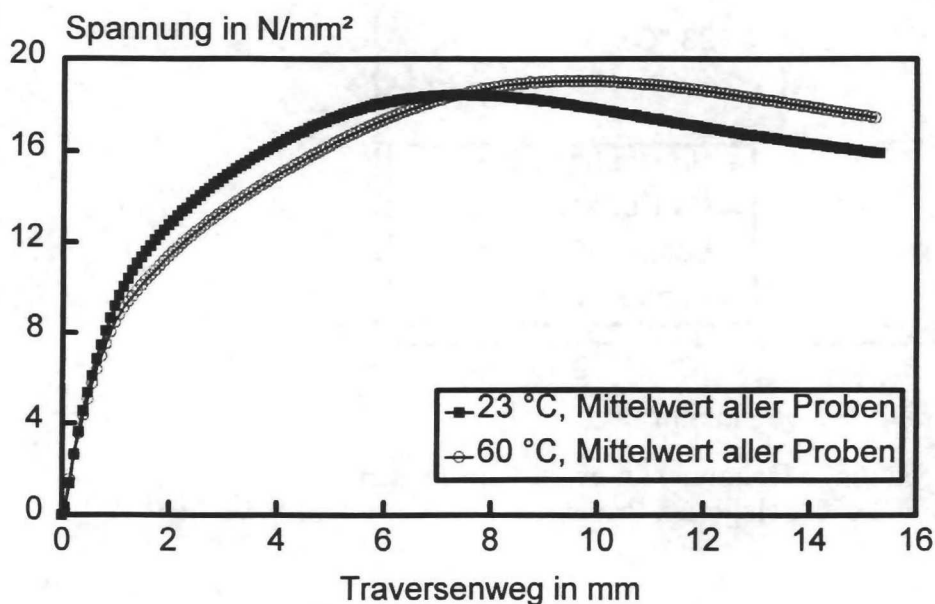
**Bild 14:** Gemittelte Spannungs-Dehnungslinien für die in den vier Medien bei 23 °C gelagerten Proben



**Bild 15:** Gemittelte Spannungs-Dehnungslinien für die in den vier Medien bei 60 °C gelagerten Proben

In beiden Abbildungen ist als Tendenz zu erkennen, daß die Lagerung in den Medien eine Verschiebung des Spannungsmaximums zu geringfügig höheren Dehnungen hin bewirkt. Dabei wird die Zugfestigkeit im Falle der 23 °C-Lagerungen nicht, im Falle der 60 °C-Lagerungen nur geringfügig beeinflusst. Der Einfluß der Lagerungstemperatur auf die Spannungs-

Dehnungslinien läßt sich durch die Gegenüberstellung der Mittelung aller 23 °C-Proben und aller 60 °C-Proben (Bild 16) verdeutlichen.



**Bild 16:** Gemittelte Spannungs-Dehnungslinien aller bei 23 °C und bei 60 °C gelagerten Proben (alle Medien)

Es konnte kein signifikanter Einfluß der Lagerungsmedien auf das Verhalten in der Zugprüfung festgestellt werden. Der Einfluß der Temperaturlagerung - unabhängig von der Art des Mediums - überwiegt Einflüsse aus den Medien deutlich. Die Wärmealterung ist jedoch nicht Gegenstand dieser Untersuchungen.

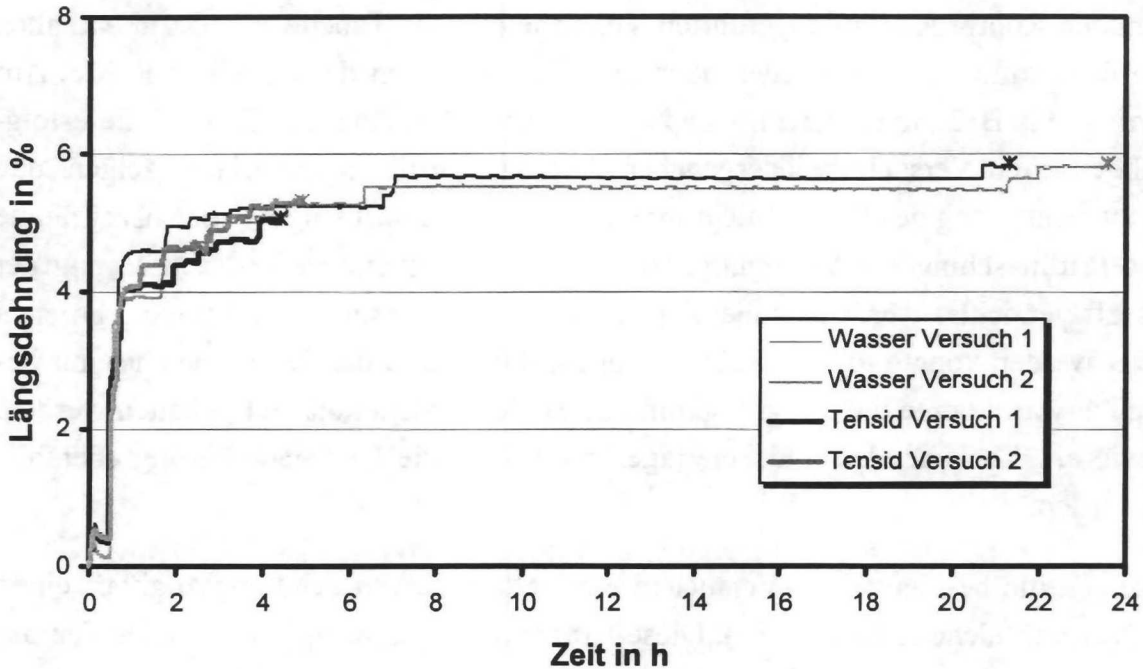
Alle maximalen Dehnungen der Streifenproben lagen zwischen rd. 200 % und rd. 600 %. Diese Werte liegen höher als die in der Realität auftretenden Dehnungen. Ein spannungsrißgeschädigtes Material würde um mehr als eine Größenordnung niedrigere Bruchdehnungen aufweisen.

## 5.2 Versuche an den Rohrproben

An Rohrproben wurden insgesamt 12 Dauerstandversuche durchgeführt. Von den Versuchen mußten allerdings 3 wegen Versagens der Versuchseinrichtung vorzeitig abgebrochen werden. Ein Versuch (PK 15) wurde als Wiederholungsversuch durchgeführt, um die stark unterschiedlichen Zeiten von PK 6 und PK 7 zu überprüfen (s. Tabelle A2). Eine Übersicht

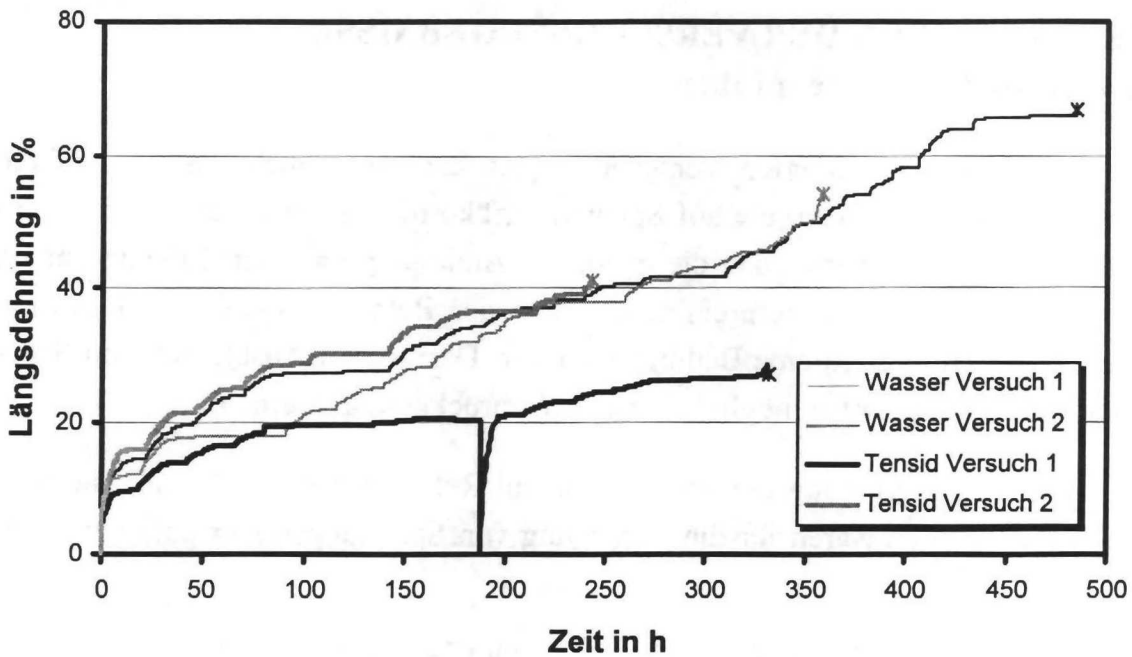
über alle an den Rohrproben durchgeführten Versuche gibt die Tabelle A2. Darin enthalten sind neben den ermittelten Standzeiten auch die Versagensarten der einzelnen Rohre. Auf den Bildern B4 bis B12 sind die Kraft- und Dehnungsverläufe über die Zeit für die erfolgreich durchgeführten Versuche wiedergegeben. Die Kurven der Kraftverläufe zeigen, daß eine konstante Belastung des Rohres nicht möglich war. Für derart lange Versuchszeiträume stand keine Prüfmaschine zur Verfügung, so daß auf eine automatische Nachführung der Längszugkraft verzichtet werden mußte. Da der Stand aber tagsüber nicht ununterbrochen beaufsichtigt werden konnte und eine Kraftkompensation durch den Druckspeicher nur begrenzt möglich war, konnte die Längszugkraft auf das Rohr nicht konstant gehalten werden. Nachts sowie an Wochenenden und Feiertagen mußte auf die Kraftnachführung ebenfalls verzichtet werden.

Daneben zeigen die bei den 60 °C-Versuchen ermittelten Kurven der Längszugkraft einen Zick-Zack-Verlauf (siehe z. B. Bild B6). Diese Kraftänderungen resultieren aus der Temperierung des Prüfmediums durch die Heizschlange. Diese schaltete sich bei Temperaturen von rd. 57 °C ein und erwärmte das Prüfmedium bis auf rd. 60 °C. Diese Erwärmung führte bei einer nahezu konstanten Dehnung des Rohres zu einem Kraftverlust, der bei der erneuten, langsamen Abkühlung des Prüfmediums auf rd. 57 °C wieder abgebaut wurde. In Bild 17 sind die Verläufe der bei den Dauerstandversuchen bei 60 °C ermittelten Dehnungen zusammengefaßt. Dabei kennzeichnen die Markierungen den Zeitpunkt, bei dem ein oder mehrere Risse im Rohr aufgetreten sind.



**Bild 17:** Zusammenstellung der Längsdehnungen der Dauerstandversuche bei 60 °C

Wie aus dem Bild 17 zu sehen ist, betragen die maximalen Längsdehnungen der Rohrstücke bei einer freien Rohrlänge von 30 cm zwischen 5,0 % und 5,9 %. Zudem ist ersichtlich, daß die Kurvenverläufe alle - bis auf den Bruchzeitpunkt - vergleichbar sind. Bild 18 zeigt die Kurven der Dehnungsverläufe bei den Dauerstandversuchen bei 20 °C. Hier erreichten die maximalen Längsdehnungen, mit Ausnahme eines Versuches, Werte zwischen 41 % und 67 %. Die Bilder B17 und B18 zeigen beispielhaft den Prüfkörper PK 14 (zweiter Versuch mit Wasser bei 20 °C) nach dem Dauerstandversuch. Deutlich zu sehen ist die hohe Längsdehnung des Rohres und eine lokale Einschnürung des Rohres mit einem rd. 5 mm langen Längsriß.



**Bild 18:** Zusammenstellung der Längsdehnungen der Dauerstandversuche bei 20 °C

Die Kurven in Bild 18 zeigen - bis auf die Kurve des ersten Versuches mit Tensidlösung - wie in Bild 17 eine relativ gute Übereinstimmung der Dehnungsverläufe. Die Längsdehnungen weisen einen nahezu linearen Verlauf auf, wobei die Dehnung gegen Ende der Versuche bis zu 67 % erreichte. Während des ersten Dauerstandversuches mit Tensidlösung (PK 11) fiel nach rd. 150 h Standzeit der Innendruck ab, so daß nach 188 h Standzeit kurzzeitig die Längszugkraft abgelassen werden mußte, um an dem Versuchsstand Umbauten an der Krafteinleitung, der Druckluftflasche und dem induktiven Wegaufnehmer vorzunehmen. Während der rd. 15minütigen Reparatur mußte der Wegaufnehmer kurzzeitig entfernt werden. Da die in dieser Zeit stattgefundene Verkürzung des Rohres nicht gemessen wurde, entspricht die dargestellte Enddehnung des Rohres von etwa 30 % nicht der tatsächlichen Enddehnung.

Das Versagen der Proben fand ausschließlich in Form eines bis zu 15 mm langen Risses statt, der in den überwiegenden Fällen längs zur Rohrachse verlief. Lediglich bei PK 4 und PK 7 trat ein Querriß auf. Die Risse befanden sich meist in unmittelbarer Nähe der Einspannungen oder im Bereich von lokalen Streckungen und Einschnürungen des Rohres (s. Bild B18).

## 6 INTERPRETATION DER VERSUCHSERGEBNISSE

### 6.1 Versuche an den Streifenproben

Die als Kurzzeitlagerung konzipierten Versuche zeigten auch nach mehr als zwei Jahren keine signifikanten Erscheinungen, die auf Spannungsrißkorrosion hindeuten. Da die Tensidkonzentration so gewählt wurde, daß die maximale Änderung der Oberflächenspannung erreicht wurde und sowohl das Verpreßfett als auch der Betonverflüssiger in Reinform appliziert wurden, lagen hier extreme Bedingungen vor. Das völlige Ausbleiben von Schädigungen kann daher nur auf zwei mögliche Ursachen zurückgeführt werden:

- Durch die Art der Einspannung der Proben war ein Relaxieren möglich, die dauerhaft auftretenden Spannungen waren für die Erzeugung von Spannungsrißkorrosion zu niedrig.
- Die gewählten Tenside sind in ihrer Art und Zusammensetzung nicht für die Verursachung von Spannungsrißkorrosion am gewählten Material geeignet.

Zusammengefaßt erwiesen sich die Versuche an Streifenproben als ungeeignet zur Beantwortung der in diesem Projekt gestellten Fragen. Besser geeignet wäre ein Zeitstandversuch mit kontrollierbarer, gleichbleibender Spannung in den Proben (Zugversuch). Ein solcher Versuch war im Rahmen dieses Forschungsprojektes jedoch nicht vorgesehen, da er wesentlich aufwendiger gewesen wäre.

### 6.2 Versuche an den Rohrproben

In Tabelle 5 sind die Standzeiten der Rohrzugversuche zusammen mit den Mittelwerten und den sich daraus ergebenden Quotienten  $t_{\text{Tensid}}/t_{\text{Wasser}}$  zwischen der Wasser- und der Tensidbeaufschlagung angegeben.

**Tabelle 5:** Standzeiten der Rohrzugversuche und Berechnung des Quotienten  $t_{\text{Tensid}}/t_{\text{Wasser}}$

Temperatur °C	Prüfmedium	Einzelwert	Mittelwert	$t_{\text{Tensid}}/t_{\text{Wasser}}$
		h		
1	2	3	4	5
60	Wasser	22	23	0,2
		24		
	Tensidlösung	4,0	4,2	
		4,4		
20	Wasser	480	420	0,7
		360		
	Tensidlösung	330	290	
		240		

Die Versuchsergebnisse zeigen, daß durch die Beaufschlagung mit Tensidlösung die Standzeiten der Rohrproben nennenswert verkürzt wurden. Bei den Versuchen bei 60 °C wurde durch die Beaufschlagung mit der Tensidlösung die Standzeit auf rund 1/5 verkürzt. Der ermittelte Quotient  $t_{\text{Tensid}}/t_{\text{Wasser}}$  von 0,2 liegt im Bereich des in /20/ bei 80 °C ermittelten Quotienten von 0,24 bestätigt. Bei den Versuchen bei 20 °C stellte sich ebenfalls eine Verkürzung der Standzeiten bei Beaufschlagung der Rohre mit Tensidlösung ein. Der wesentlich höhere Quotient von 0,7 zeigt jedoch, daß der Einfluß des Tensids auf die Standzeiten der Rohrproben bei 20 °C nicht so gravierend ist.

Die oben erläuterte Beeinflussung der Dauerstandzeiten durch die Tensidlösung läßt den Schluß zu, daß Spannungsrißkorrosion ein Auslöser des Versagens der PE-Rohre ist. Dieser Einfluß nimmt allerdings mit sinkender Temperatur ab. Anhand der Dehnungen und der Risse war kein Einfluß der Prüfmedien feststellbar, der darauf schließen lassen könnte, daß Tenside einen Einfluß auf das Längenänderungsverhalten oder die Versagensform haben könnten.

Darüber hinaus stellt die ungünstige gewählte Parameterkombination (Temperatur: 60 °C, Druck: 10 bar zusammen mit einer Längszugbelastung, Tensidkonzentration: 1 % Natriumdodecylsulfat) keine praxisnahen Bedingungen dar. Zwar kann eine Temperatur von 60 °C z. B. bei Sonneneinstrahlung ebenso erreicht werden, wie ein Druck von 10 bar z. B. beim Verpressen. Auch kann eine Längszugkraft von 80 % der Bruchlast z. B. bei Umlenkungen erreicht werden. Dagegen stellt die gewählte Konzentration der Tensidlösung die kritische Tensidkonzentration dar, durch die die maximal mögliche Absenkung der Oberflächenspan-

nung des Wassers mit dem Tensid und somit die maximale Medienbelastung erreicht wurde. Durch diese ungünstige Kombination von maximalen Belastungen und Beaufschlagungen kann aufgrund der bisherigen Ergebnisse somit nicht auf eine akute Gefährdung der PE-Hüllrohre durch Spannungsrißkorrosion geschlossen werden.

## **7 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK**

Die Ergebnisse der Versuche an den Streifenproben zeigen, daß die gewählte Versuchseinrichtung mit gebogenen Streifenproben zur Beantwortung der in diesem Projekt gestellten Fragen ungeeignet erscheint. Es wurden nach mehr als zwei Jahren keine signifikanten Erscheinungen an den Streifenproben, die auf Spannungsrißkorrosion hingedeutet hätten, festgestellt. Eine eindeutige Feststellung, ob die Spannungsrißkorrosion bei den gewählten Materialien grundsätzlich keine Gefahr darstellt, oder ob lediglich wegen der Versuchsanordnung keine entsprechenden Schäden hervorgerufen werden konnten, konnte auf der Grundlage dieser Versuche nicht getroffen werden.

Die Ergebnisse der Dauerstandversuche an Rohrproben unter Innendruck und Längszugbelastung lassen vermuten, daß mit Hilfe dieses Versuchsaufbaus Rückschlüsse auf die Anfälligkeit von PE-Rohren gegenüber Spannungsrißkorrosion grundsätzlich möglich sind. Der Versuchsaufbau ist allerdings aufgrund der Rohrgeometrie und der auftretenden Kräfte relativ aufwendig. Die mit Tensidlösungen und Wasser durchgeführten Dauerstandversuche zeigen zwar, daß durch eine Beaufschlagung mit Tensidlösung die Standzeiten der PE-Hüllrohre deutlich verringert wurden und daß dieser Einfluß mit steigender Temperatur zunahm, die Ergebnisse lassen aber keinen eindeutigen Schluß auf eine akute Gefährdung der PE-Hüllrohre durch Spannungsrißkorrosion zu.

Weitere Dauerstandversuche mit praxisnahen Beaufschlagungsmedien, wie z. B. Betonzusatzmittel, Einpreßhilfen oder Verpreßfetten, und praxisnahen Beaufschlagungsbedingungen sind somit sinnvoll. Dazu sollte der Versuchsstand allerdings mit einer automatischen Kraftnachführung ausgestattet werden.



**LITERATUR**

- /1/ BASF: BASF Kunststoffe, 4. Auflage, Ludwigshafen: BASF, 1973
- /2/ Greig, J. M.: Specification and Testing of Polyethylene Gas Distribution Systems for a Minimum 50-Year Operational Life. In: *Plastics and Rubber Processing and Application* 1 (1981), Nr. 1, S. 43-49
- /3/ Gray, A.; Mallison, J. N.; Price, J. B.: Fracture Behaviour of Polyethylene Pipes. In: *Plastics and Rubber Processing and Applications* 1 (1981), S. 51-53
- /4/ Burley, C.: Design of MDPE Water Pipework Against Failure. In: *Pipes and Pipelines International* 32 (1982), Nr. 6, S. 25-27
- /5/ Ildstad, E.; Sletbak, J.; Faremo, H.: Water Treeing and Breakdown Strength Reduction of XLPE Insulation, In: *Proceedings of the 3rd International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics*, Trondheim, 03-06 July 1989, S. 494-499
- /6/ Williams, J. G.: *Fracture Mechanics Of Polymers*. Chichester: Ellis Horwood Limited, 1984
- /7/ Vieweg, R.; Schwarz, A.: *Kunststoff-Handbuch Band IV: Polyolefine*. München: Hanser, 1969
- /8/ DIN 16 776 Teil 1 12.84. Kunststoff-Formmassen Polyethylen (PE)-Form Massen; Einteilung und Bezeichnung  
DIN 16776 Teil 2 04.88. Kunststoff-Formmassen; Polyethylen (PE)-Form Massen; Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften
- /9/ DIN 53 735 02.88. Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung des Schmelzindex von Thermoplasten
- /10/ Ramsteiner, F.: Zur Spannungsrißbildung in Thermoplasten durch flüssige Umgebungsmedien. In: *Kunststoffe* 80 (1990), Nr. 6, S. 695-700
- /11/ Fleissner, M.: Langsames Rißwachstum und Zeitstandfestigkeit von Rohren aus Polyethylen. In: *Kunststoffe* 77 (1987), Nr. 1, S. 45-50
- /12/ Menges, G.; Schmidt, H.: Spannungsrisse bei Langzeitzugbeanspruchung von Kunststoffen. In: *Kunststoffe* 57 (1967), Nr. 11, S. 885-890
- /13/ Stuart, H. A.; Markowski, G.; Jeschke, D.: Physikalische Ursachen der Spannungsrißkorrosion in hochpolymeren organischen Kunststoffen. In: *Kunststoffe* 54 (1964), Nr. 10, S. 618-625

- /14/ Lustiger, A.; Corneliussen, R. D.: Fundamental Mechanics of Environmental Stress Cracking. In: SPE Annual Technical Conference 37th, New Orleans, La, May 7-10 1979, S. 606-609
- /15/ Singleton, C.; Roche, E. J.; Geil, P. H.: Mechanism of Environmental Stress Cracking in Polyethylene. In: SPE, Annual Technical Conference, 32nd, Paper, Vol. 20, San Francisco, Californien, May 13-16 1974, S. 217-220
- /16/ Shanahan, M. E. R.; Debski, M.; Bomo, F.; Schultz, J.: Temperature Effects in the Environmental Stress Cracking. In: Journal of Polymer Science 21 (1983), S. 1103-1109
- /17/ Langbein, W.; Fischer, H.: Zur Verhinderung der Spannungsrißbildung von Thermoplasten durch Strahlenvernetzung. In: Kunststoffe 60 (1970), Nr. 4, S. 256-261
- /18/ Hessel, J.; Mauer, E.: Zeitstandzugprüfung in wäßriger Netzmittellösung. In: Materialprüfung 36 (1994), Nr. 6, S. 240-243
- /19/ Gaube, E.: Zeitstandfestigkeit und Spannungsrißbildung von Niederdruckpolyethylen. In: Kunststoffe 49 (1959), Nr. 9, S. 446-454
- /20/ Diedrich, G.; Kempe, B.; Graf, K.: Zeitstandfestigkeit von Rohren aus Polyethylen (HDPE) und Polypropylen (PP) unter Chemikalieneinwirkung. In: Kunststoffe 69 (1979), Nr. 8, S. 470-476
- /21/ Gaube, E.; Gebler, H.; Müller, W.; Gondro, C.: Zeitstandfestigkeit und Alterung von Rohren aus HDPE: Erfahrungen aus 30 Jahren Rohrprüfung. In: Kunststoffe 75 (1985), Nr. 7, S. 412-415

Tabelle A1: Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche an Streifenproben

Probe Nr.	Medium	Tempe- ratur °C	Fläche mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> kN	σ <sub>max</sub> N/mm <sup>2</sup>	l <sub>o</sub> (Tr) mm	δ <sub>l</sub> (Tr) mm	ε <sub>max</sub> %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
RT-1-1	-	23	102,44	1,87	18,26	40,19	220,3	548
RT-1-2			101,82	1,85	18,17	40,08	234,0	584
RT-2-1			100,75	1,84	18,26	40,10	211,5	527
RT-2-2			100,32	1,84	18,34	40,12	232,3	579
60-1-1		60	99,07	1,85	18,67	40,33	147,7	366
60-1-2			99,35	1,86	18,72	40,07	140,9	352
60-2-1			99,56	1,86	18,68	40,18	150,4	374
60-2-2			100,12	1,89	18,88	40,16	151,3	377
1-1	Na-Naphtylsulfonat	23	102,16	1,85	18,11	40,06	215,4	538
1-2			102,39	1,86	18,16	40,14	179,7	448
2-1			99,07	1,80	18,17	40,11	198,6	495
2-2			98,47	1,78	18,08	40,07	206,8	516
4-1		60	103,30	1,91	18,49	40,16	116,3	290
4-2			102,91	1,91	18,56	40,06	147,2	367
5-1			99,58	1,87	18,78	40,27	71,5	178
5-2			99,58	1,88	18,88	40,22	98,7	245
7-1 <sup>1)</sup>	Na-Dodecylsulfat	23	n. b. <sup>1)</sup>	n. b. <sup>1)</sup>	n. b. <sup>1)</sup>	n. b. <sup>1)</sup>	n. b. <sup>1)</sup>	n. b.
7-2			100,10	1,84	18,38	40,16	200,5	499
8-1			99,88	1,84	18,42	40,11	210,4	525
8-2			98,02	1,81	18,47	40,13	215,1	536
10-1		60	102,77	1,82	17,71	40,16	140,2	349
10-2			102,16	1,81	17,72	40,10	69,4	173
11-1			102,86	1,82	17,69	40,09	66,6	166
11-2			102,46	1,80	17,57	40,09	84,3	210

Tabelle A1: Fortsetzung

Probe Nr.	Medium	Tempe- ratur °C	Fläche mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> kN	σ <sub>max</sub> N/mm <sup>2</sup>	l <sub>o</sub> (Tr) mm	δ <sub>l</sub> (Tr)	ε <sub>max</sub> %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
13-1	Betonverflüssiger	23	99,53	1,81	18,18	40,14	222,8	555
13-2			100,92	1,84	18,23	40,12	217,2	541
14-1			100,50	1,82	18,11	40,13	206,3	514
14-2			101,09	1,83	18,10	40,12	221,1	551
16-1		60	100,65	1,86	18,48	40,12	90,6	226
16-2			100,13	1,85	18,48	40,16	154,4	384
17-1			101,23	1,88	18,57	40,20	159,1	396
17-2			101,95	1,90	18,64	40,15	154,8	386
19-1	Verpressfett	23	99,38	1,81	18,21	40,09	200,1	499
19-2			101,73	1,85	18,19	40,07	222,5	555
20-1			101,70	1,83	17,99	40,20	219,6	546
20-2			101,74	1,83	17,99	40,12	222,4	554
22-1		60	101,89	1,89	18,55	40,04	127,4	318
22-2			102,78	1,90	18,49	40,13	146,7	366
23-1			106,48	1,93	18,13	40,15	140,4	350
23-2			105,39	1,91	18,12	40,09	139,1	347

l<sub>o</sub> (Tr) = Einspannlänge der Probe

d<sub>l</sub> (Tr) = Traversenweg bis zum Bruch

1) Probe verfräst, Kennwertbestimmung verworfen

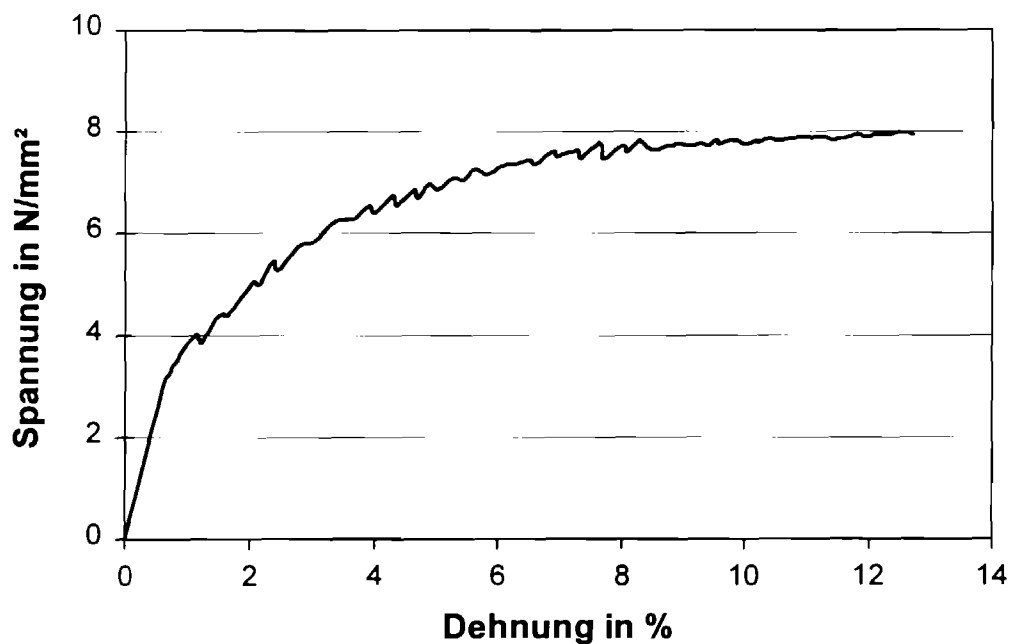
Tabelle A2: Zusammenstellung aller Versuche an Rohrproben

Prüf- körper	Medium	Tempe- ratur °C	Stand- zeit <sup>1)</sup> h	Versagen	Bemerkungen
1	2	3	4	5	6
PK 1	Tensid <sup>2)</sup>	60	-	$\sigma_{\max} = 8,0 \text{ N/mm}^2$	Spannungs-Dehnungs-Linie 60 °C
PK 2	Tensid <sup>2)</sup>	60	-	$\sigma_{\max} = 7,9 \text{ N/mm}^2$	Spannungs-Dehnungs-Linie 60 °C
PK 3	Tensid <sup>2)</sup>	60	4,0	ein 1 cm Längsriß	-
PK 4	Tensid <sup>2)</sup>	60	4,4	ein 1 cm Querriß	-
PK 5	Wasser	60	> 20	-	Abbruch nach Druckabfall und anschließendem Stromausfall
PK 6	Wasser	60	21,9	ein Längs- und ein Querriß, je 1 cm	-
PK 7	Wasser	60	10,0	ein 1,5 cm Längsriß	-
PK 8	Wasser	20	-	$\sigma_{\max} \approx 18 \text{ N/mm}^2$	Spannungs-Dehnungs-Linie 20 °C
PK 9	Tensid <sup>2)</sup>	20	> 4,1	-	Abbruch nach Versagen der oberen Einspannung
PK 10	Tensid <sup>2)</sup>	20	> 23	-	Abbruch nach Leck im Druckluft-Anschluß
PK 11	Tensid <sup>2)</sup>	20	331,7	5 mm Längsriß	-
PK 12	Tensid <sup>2)</sup>	20	243,6	5 mm Längsriß	-
PK 13	Wasser	20	484,6	5 mm Längsriß	-
PK 14	Wasser	20	358,8	5 mm Längsriß	-
PK 15	Wasser	60	23,5	zwei rd. 3 mm Längsrisse	Wiederholungsversuch zur Überprüfung der Standzeit von PK 7

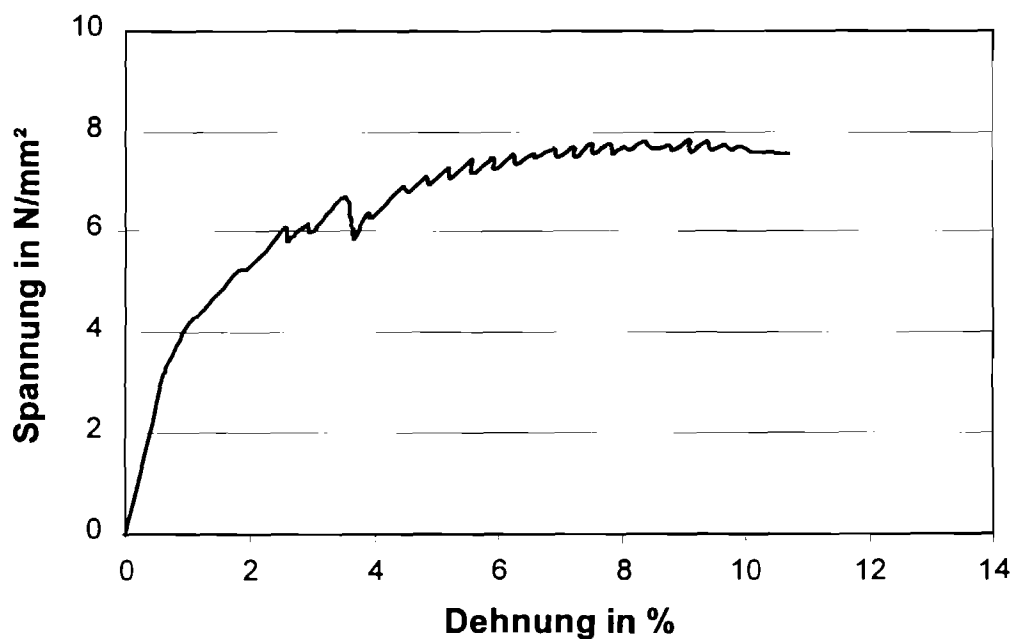
1) Nach Aufbringung der vollen Belastung

2) Natriumdodecylsulfat

Graue Unterlegungen kennzeichnen erfolgreich durchgeführte Dauerstandversuche



**Bild B1:** Spannungs-Dehnungslinie von Versuch 1 mit Tensidlösung bei 60 °C



**Bild B2:** Spannungs-Dehnungslinie von Versuch 2 mit Tensidlösung bei 60 °C

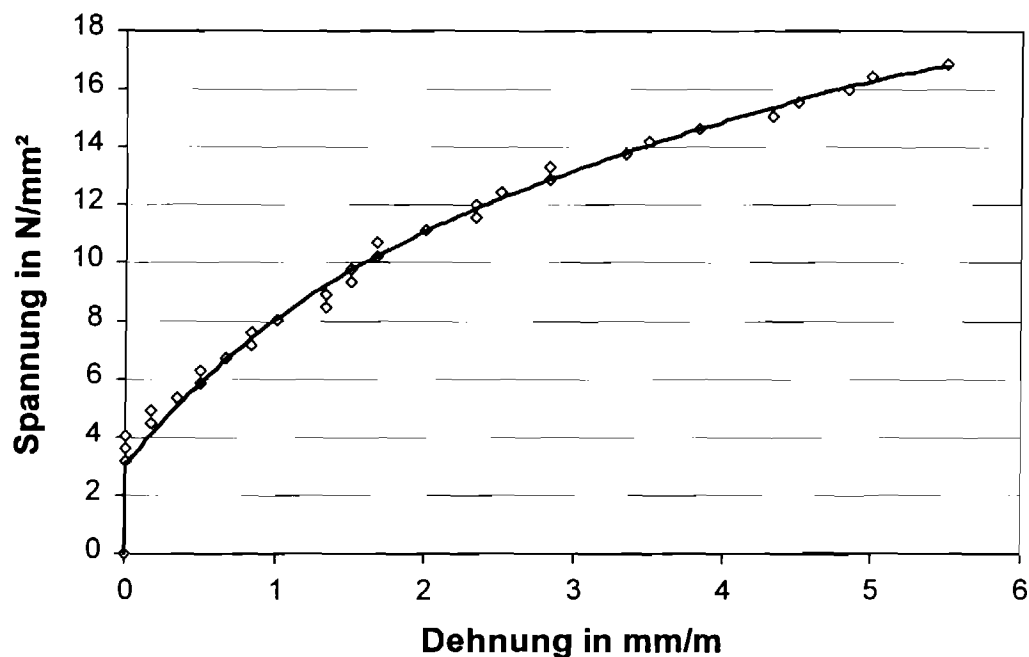


Bild B3: Spannungs-Dehnungsline mit Wasser bei 20 °C

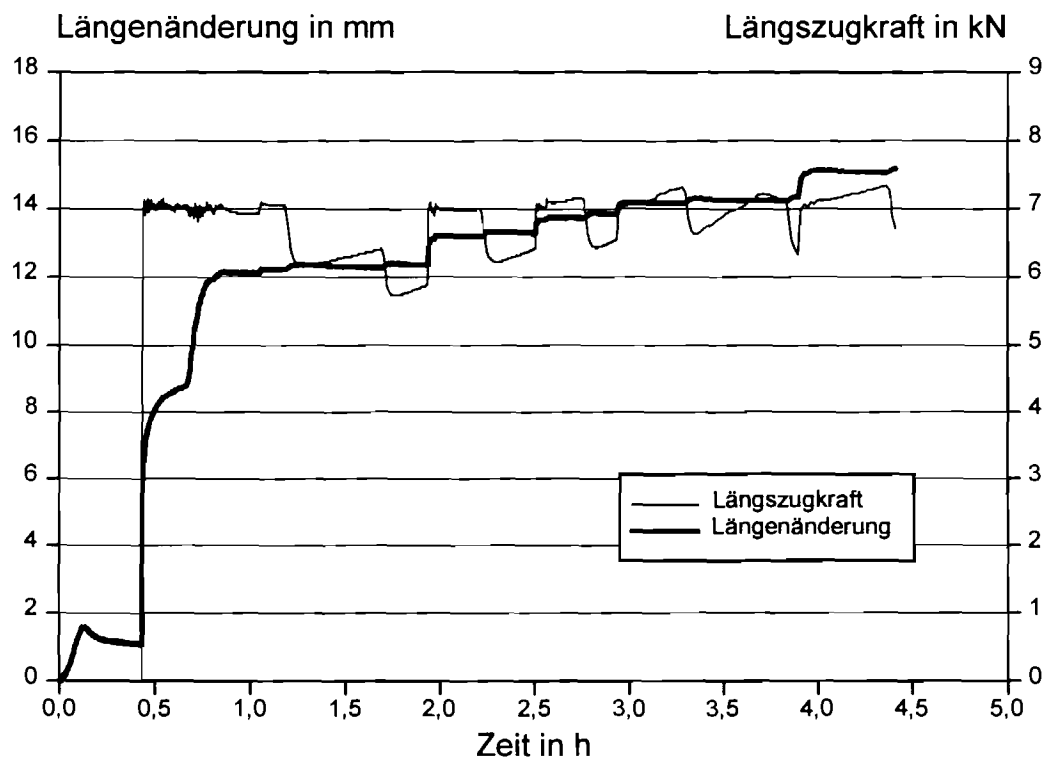
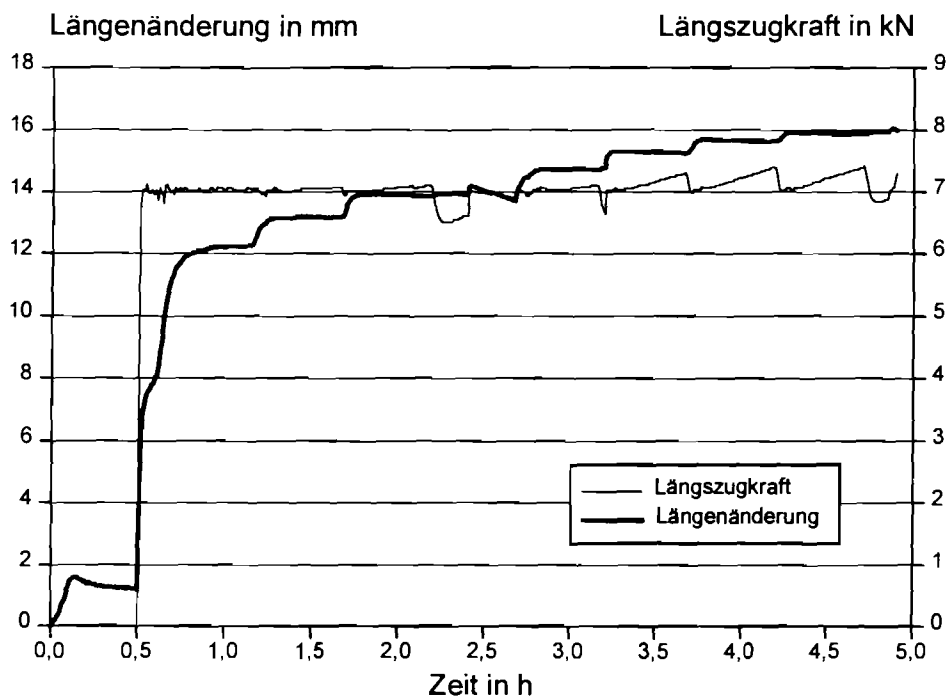
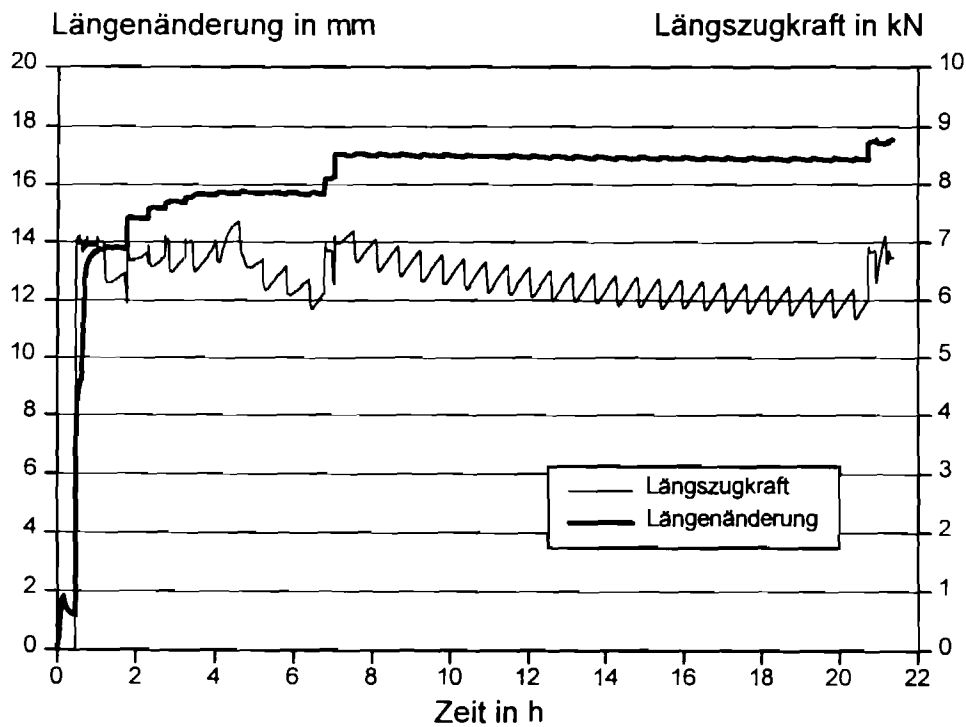


Bild B4: Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 3 (T = 60 °C, Tensidlösung)

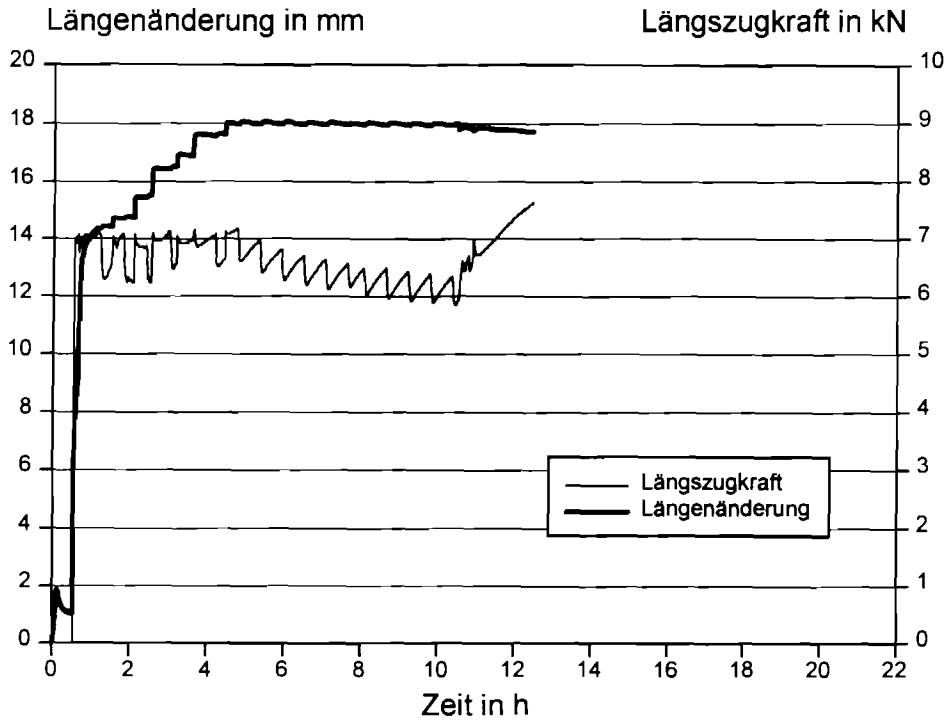


**Bild B5:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 4 (T = 60 °C, Tensidlösung)

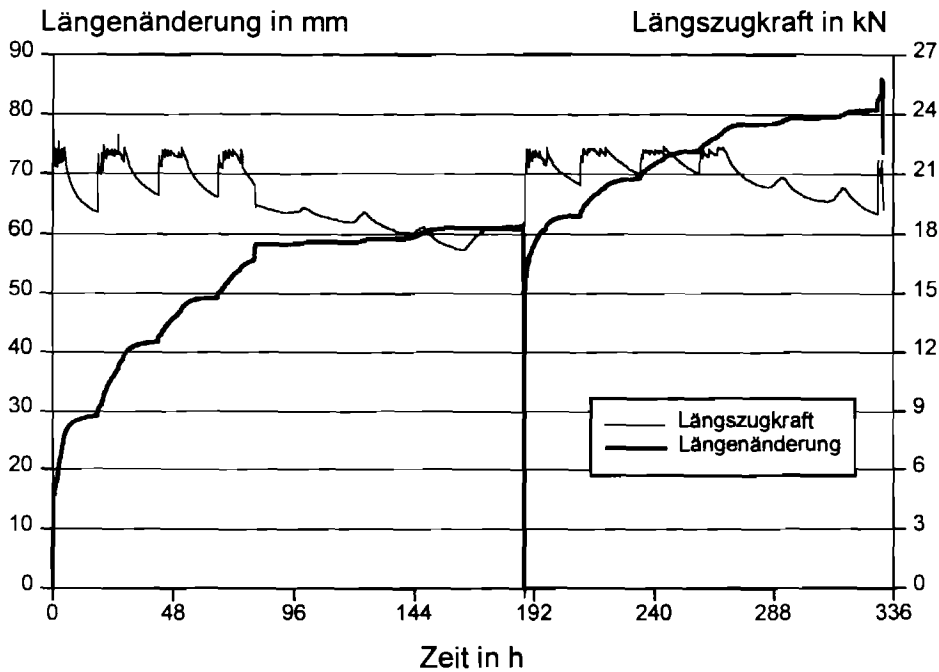


**Bild B6:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 6 (T = 60 °C, Wasser)

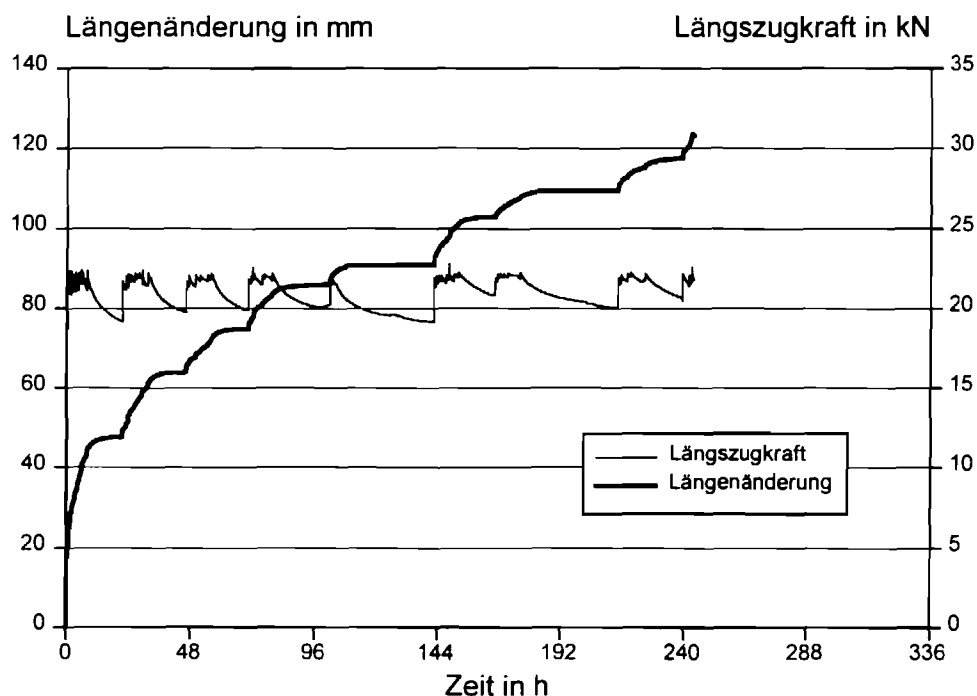




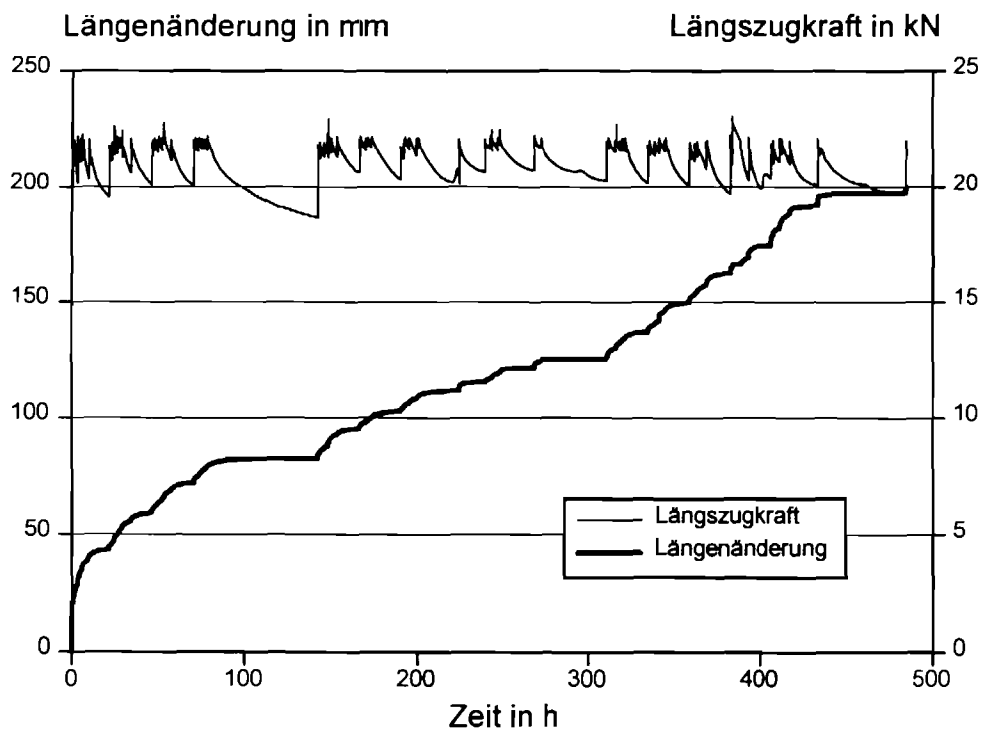
**Bild B7:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 7  
( $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , Wasser)



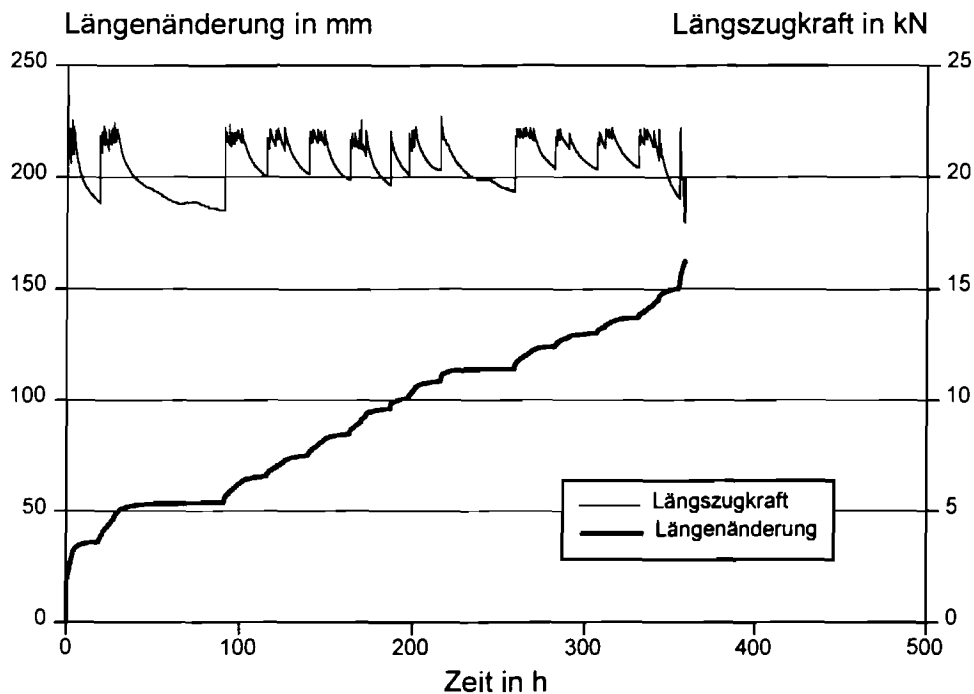
**Bild B8:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 11  
( $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , Tensidlös.)



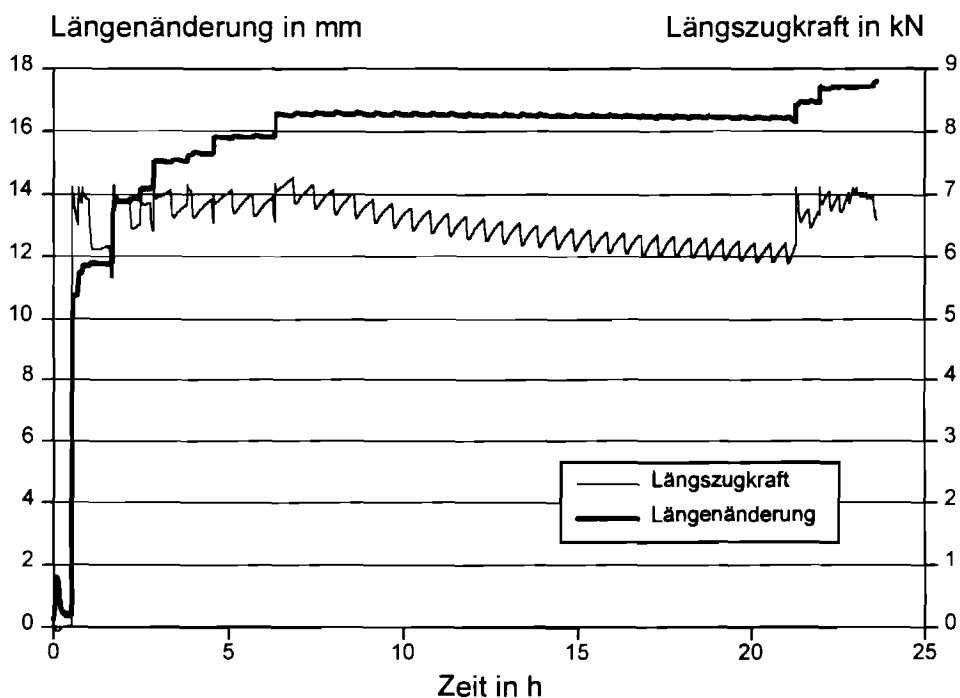
**Bild B9:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 12 (T = 20 °C, Tensidlös)



**Bild B10:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 13 (T = 20 °C, Wasser)



**Bild B11:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 14 (T = 20 °C, Wasser)



**Bild B12:** Längszugkraft- und Längenänderungsverlauf von PK 15 (T = 60 °C, Wasser)

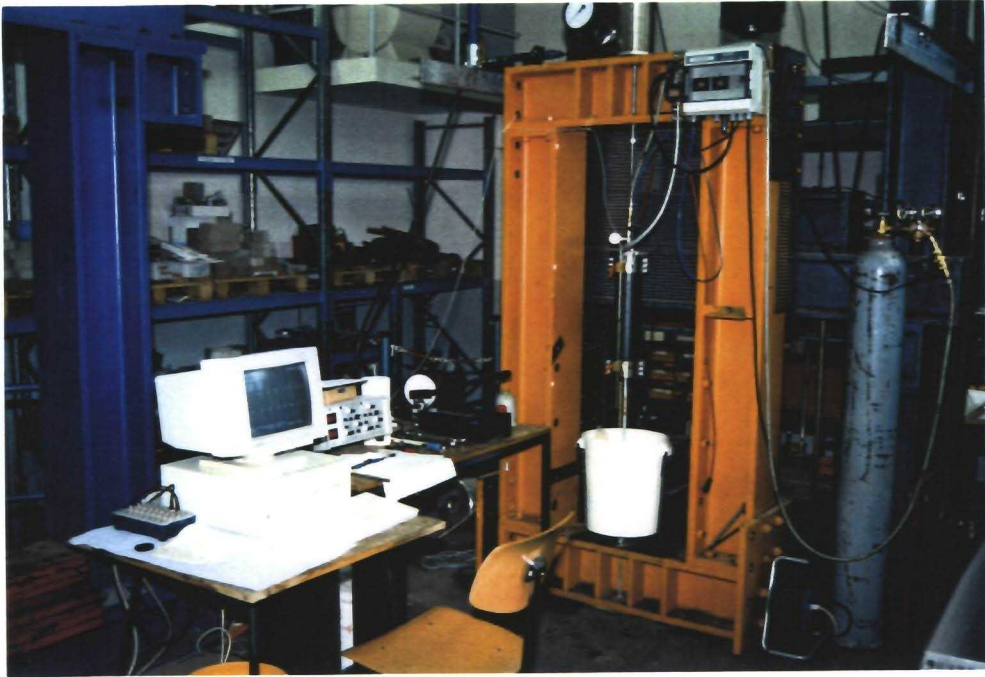


Bild B13: Ansicht des Versuchsstandes mit Einrichtung zur Meßwertaufnahme



Bild B14: Ansicht des Versuchsstandes

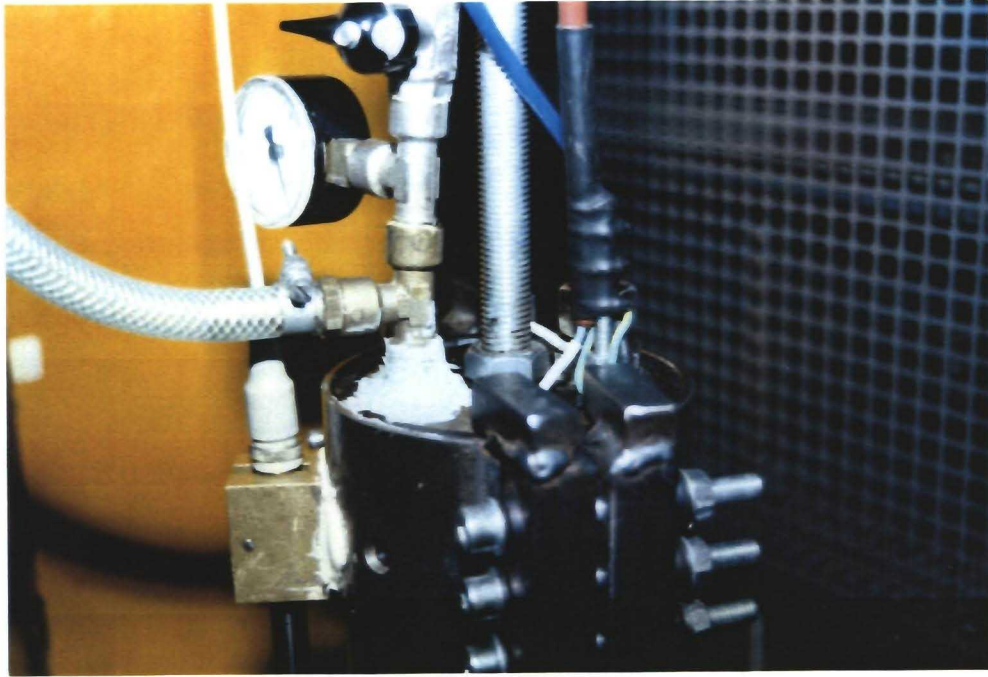


Bild B15: Ansicht der oberen Einspannung

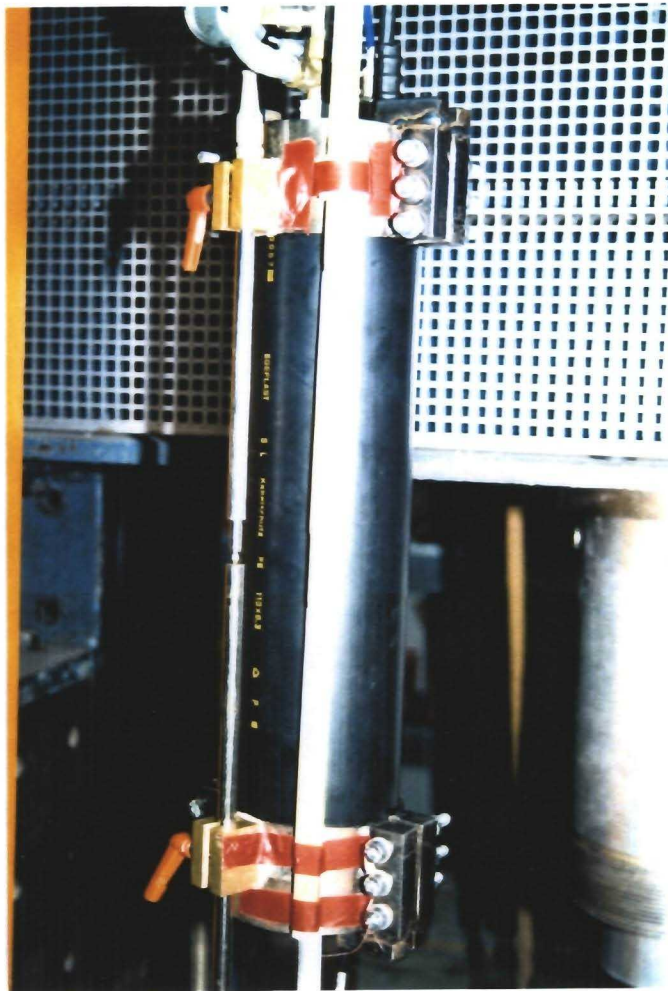


Bild B16: Ansicht eines eingebauten Rohres vor dem Dauerstandversuch

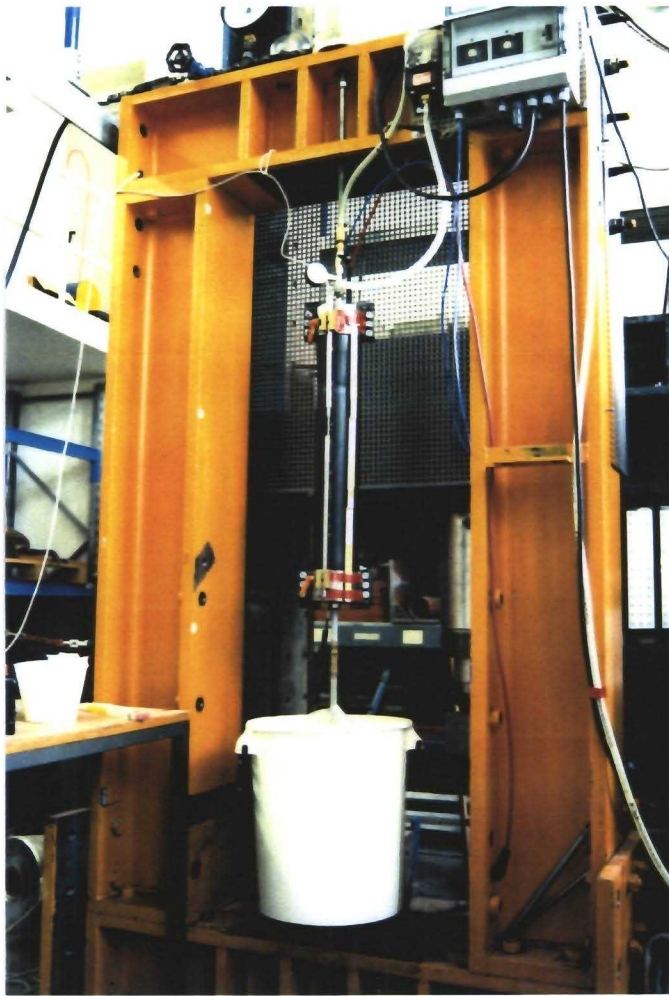


Bild B17: Ansicht des Probekörpers PK 14 nach dem Dauerstandversuch



Bild B18: Einschnürung des Probekörpers PK 14 nach dem Dauerstandversuch mit markiertem Riß