

IGF-Vorhaben-Nr.: 18606N
Laufzeit: 01.07.2015 – 30.06.2018

Validierung und Weiterentwicklung des „Full Notch Creep Tests“ zur Bewertung von Kunststoffen für Gefahrgutbehälter

Harald Oehler*, Markus Schilling**, Ingo Alig*, Ute Niebergall**, Martin Böhning**, Dirk Lellinger*

*Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Bereich Kunststoffe, Schlossgartenstraße 6, 64289 Darmstadt

** Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung,
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

E-Mail: harald.oehler@lbf.fraunhofer.de

Einleitung

Der „Full-Notch Creep Test“ (FNCT) ist eine der wichtigsten Prüfnormen im Bereich der Zulassung von Kunststoffmaterialien für Gefahrgutbehälter. Er dient zur Bestimmung der Spannungsrissbeständigkeit von Kunststoffen unter Medieneinfluss und ermöglicht die Qualifizierung von Materialien hinsichtlich ihrer Rissausbreitungseigenschaften. Reproduzierbarkeit und Aussagekraft des FNCT werden seit einigen Jahren kritisch diskutiert. Daher wurde die Aussagefähigkeit des FNCT für Gefahrgutbehälter im Forschungsprojekt evaluiert und der Test weiterentwickelt. Im Zentrum stand eine Verbesserung der Aussagefähigkeit für organische Flüssigkeiten (z. B. Kraftstoffe).

Da ein zunehmender Anteil von Polyethylen-Typen (PE-HD) mit bi- oder multimodalen Molekulargewichtsverteilungen einen ausgezeichneten Widerstand gegen die "langsame Rissausbreitung" aufweist und sich daher sehr lange Prüfzeiten ergeben, wurde der „Strain Hardening Test“ als Schnelltest und mögliche Alternative oder Ergänzung zum FNCT zur Charakterisierung von PE-HD-Behältermaterialien evaluiert.

Full Notch Creep Test mit originalen Gefahrstoffen

Der FNCT wurde im Rahmen des Projektes auf Prüfungen in originalen Gefahrstoffen erweitert.

Untersucht wurden mono- und multimodale Behältermaterialien aus Polyethylen hoher Dichte (PE-HD), die mit verschiedenen Polymerisationsverfahren, Katalysatoren und Comonomeren synthetisiert wurden. Alle Materialien wurden hinsichtlich Molmasse, Comonomer, Kristallstruktur, Schmelzverhalten und mechanischen Eigenschaften charakterisiert.

Die FNCT-Bruchflächen wurden mit Licht- und Laserscanningmikroskopie erfasst und bewertet. Die FNCT-Standzeiten in verschiedenen Umgebungsmedien verkürzten sich in der Reihenfolge Luft (inert), Wasser (neutrale Flüssigkeit), Netzmittellösung (aktives, rissbeschleunigendes Medium), Biodiesel und Diesel (aktive/sorptive Medien). Die Reihung der Standzeiten der verschieden PE-HD-Typen ist weitgehend unabhängig vom Umgebungsmedium, wobei für Diesel und Biodiesel keine eindeutige Differenzierung angegeben werden kann.

Details finden sich im Abschlussbericht des IGF-Vorhabens (Nr. 18606N).

Erfassung des Rissfortschritts während des FNCT

Zur Erfassung des Rissfortschritts während des FNCT wurden Licht-, Laserscanning- und Ultraschallmikroskopie sowie Röntgen- μ -CT eingesetzt. Die aus den Auswertungen aller bildgebenden Methoden erhaltenen mittleren Risslängen wurden zeitabhängig dargestellt und verglichen (Abbildung 1). Zusätzlich ist die aus der Dehnungsmessung während des FNCT erhaltene Dehnungskurve angegeben.

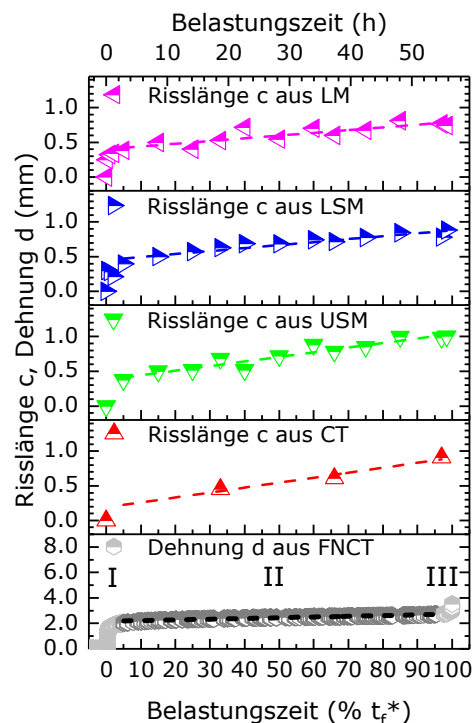


Abbildung 1: Mittlere Risslängen ermittelt aus bildgebenden Methoden sowie aus FNCT erhaltene Dehnung für das PE-HD Lupolen 4261 AG UV 60005 in zweiprozentiger Arkopal N100-Lösung

Die Risslängen in zeitabhängiger Darstellung (Abbildung 1) zeigen lineares Wachstum über einen Großteil der Gesamtbelastungsdauer des FNCT. Damit wird eine Korrelation zwischen Risswachstum in horizontaler Richtung und der Dehnung des Prüfkörpers im FNCT in vertikaler Richtung nachgewiesen. Region I zeigt einen starken und schnellen Anstieg der Dehnung und der Risslänge aufgrund der Lastaufbringung. In Region II ist ab etwa 5 % t_f^* ein linearer Bereich mit geringer Steigung erkennbar. In Region III bei > 99 % t_f^* nimmt der Steigungswert bis zum Bruch des Prüfkörpers erheblich zu. Ein derartiges Dehnungs- bzw. Rissausbreitungsverhalten wird in der Literatur (z. B. in [1]) als typisch für den SCG/ESC-Schädigungsverlauf angesehen. Dabei wird die Standzeit durch das langsame Risswachstum in Region II bestimmt. Anhand der Steigung der zeitabhängigen Risslängendarstellung in Region II kann eine Rissausbreitungsgeschwindigkeit bzw. die Geschwindigkeit der Dehnungszunahme ermittelt werden. Details zu diesen Untersuchungen finden sich in [2].

Vergleich von FNCT-Standzeiten und Strain-Hardening-Moduln

Zum Vergleich mit dem FNCT wurde der Strain Hardening Test (SHT) herangezogen und methodisch weiterentwickelt (Probengeometrie und Auswertung). Der in der Fachliteratur beschriebene Zusammenhang zwischen FNCT im Netzmittel und SHT [3-5] wurde für inerte, neutrale, rissauslösende und sorptive Umgebungsmedien überprüft. Für PE-HD mit Hexen-Comonomeren ließ sich diese Abhängigkeit für Luft, Wasser und Netzmittelösung bestätigen, jedoch nicht für Diesel und Biodiesel. Ein multimodales PE-HD mit Buten-Comonomer und ein mit dem Schleifenverfahren hergestelltes PE-HD mit Hexen lassen sich nicht einordnen.

Nutzen für kleine und mittelständische Unternehmen

Aus der Kombination von Materialcharakterisierung, SHT, FNCT und Bildgebung zu Untersuchungen zum Spannungsriß- und Bruchverhalten von PE-HD unter Einwirkung von Gefahrgütern konnten Empfehlungen für die Prüfmethode, deren Bewertung und für die Weiterentwicklung der Normung und Zulassung von Behälterwerkstoffen für organische Flüssigkeiten abgeleitet werden.

Im Rahmen des Projekts sind bisher die Veröffentlichungen [2,6,7] entstanden.

Literatur

- [1] E. Nezbedova, J. Kucera, A. Zahradnickova, Relation of slow crack growth failure time to structure of HDPE, *Mech. Time-Depend. Mater.*, 5 (2001) 67-78.
- [2] M. Schilling, U. Niebergall, I. Alig, H. Oehler, D. Lellinger, D. Meinel, M. Böhning, Crack propagation in PE-HD induced by environmental stress cracking (ESC) analyzed by several imaging techniques, *Polym. Test.*, 70 (2018) 544-555.
- [3] L. Kureleca, M. Teeuwen, H. Schoffeleers, R. Deblieck, Strain hardening modulus as a measure of environmental stress crack resistance of high density polyethylene, *Polymer* 46 (2005) 6369–6379
- [4] D.J.M. van Beek, R. Deblieck, Strain hardening: An elegant and fast method to predict the slow crack growth behavior of HDPE pipe materials. *Society of Plastics Engineers - EUROTEC 2011 Conference Proceedings* (2011)
- [5] B. Gerets et al. in W. Grellmann, B. Langer, *Deformation and Fracture Behaviour of Polymer Materials*, Verlag Springer, ISBN 978-3-319-41877-3 (2017) 182-185
- [6] M. Schilling, M. Böhning, H. Oehler, I. Alig, U. Niebergall, Environmental stress cracking of polyethylene high density (PE-HD) induced by liquid media – Validation and verification of the full-notch creep test (FNCT), *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 48 (2017) 846–854
- [7] M. Schilling, U. Niebergall, M. Böhning, Full notch creep test (FNCT) of PE-HD – Characterization and differentiation of brittle and ductile fracture behavior during environmental stress cracking (ESC), *Polym. Test.*, 64 (2017) 156-166. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.09.043>

Danksagung

Das IGF-Vorhaben 18606N der Forschungsvereinigung Forschungsgesellschaft Kunststoffe e. V., Haardtring 100, 64295 Darmstadt, zum Thema

„Validierung und Weiterentwicklung des Full Notch Creep Tests zur Bewertung von Kunststoffen für Gefahrgutbehälter“

wurde über die im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Für diese Förderung sei gedankt.

Auch für die Unterstützung der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. sei gedankt.

Des Weiteren bedanken wir uns bei den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses für die intensive Unterstützung der Projektarbeit.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages