

Doktori (Ph.D) értekezés

A tompahegesztés hatása a polietilén csövek szerkezetére és tulajdonságaira

Leskovics Katalin

okleveles anyagmérnök

Tudományos vezetők:

Lenkeyné Dr. Biró Gyöngyvér
egyetemi docens

Dr. Bárczy Pál
tanszékvezető egyetemi tanár

Kerpely Antal Anyagtudományok és technológiák
Doktori Iskola

Miskolc
2005

Tartalomjegyzék

Bevezetés	5
1. A polietilén, mint csőanyag	7
1.1. Különböző generációs polietilén csőanyagok	7
1.1.1. Első generáció, PE 63	7
1.1.2. Második generáció, PE 80	7
1.1.3. Harmadik generáció, PE 100 és PE-X	8
1.1.4. Negyedik generáció, a jövő	8
1.2. A polietilén	9
1.3. A polietilén szerkezete	10
1.4. A kristályos szerkezet és tulajdonságok kapcsolata	12
1.4.1. Kötőmolekulák száma	12
1.4.2. Kristályos hányad	12
1.4.3. Lamellavastagság	13
1.4.4. Szferolitok mérete	13
1.5. Csőalapanyagok szerkezeti sajátosságai	13
1.5.1. Molekulatömeg, móltömegeloszlás	13
1.5.2. Elágazások	14
1.5.3. Kristályos hányad	14
1.6. Csőanyagok összetétele.....	15
2. Polietilén csövek hegesztése	15
2.1. Tompahegesztés	16
2.2. A hegedés molekuláris elmélete, feltételei	17
2.3. A hegesztett kötések vizsgálata az iparban	17
3. Polietilén csövek mechanikai viselkedése.....	18
3.1. A polimerek mechanikai tulajdonságai	18
3.2. Részben kristályos polimer alakváltozási mechanizmusa.....	20
3.3. Mikromechanikai deformációk	21
3.4. Törési mechanizmusok.....	22
3.5. A polietilén csövek károsodási formái	23
3.5.1. Lassú repedésterjedés (SCG).....	24
3.5.1.1. Környezeti hatás segített repedés (ESCR)	24
3.5.1.2. Kúszás, kúszásos repedésterjedés	24
3.5.2. Fáradás, fáradásos repedésterjedés	25
3.5.3. Gyors repedésterjedés (RCP).....	27
3.5.4. Hegesztett kötések károsodása	27
4. Szakirodalmi összefoglalás, célkitűzések.....	29
5. Elvégzett kísérletek	30
5.1. Vizsgált anyagok.....	31
5.2. Vizsgálati módszerek, berendezések	33
5.2.1. Röntgendiffrakció (XRD).....	33
5.2.2. Differenciál Scanning Kalorimetria (DSC)	33
5.2.3. Dinamikus Mechanikai Analízis (DMA).....	33
5.2.4. Szakítóvizsgálat	34

5.2.5. Műszerezett ütésvizsgálat	34
5.3. Kísérleti körülmények.....	35
5.3.1. Röntgendiffrakció.....	35
5.3.2. Differenciál Scanning Kalorimetria.....	35
5.3.3. Dinamikus Mechanikai Analízis.....	36
5.3.4. Szakítóvizsgálatok.....	36
5.3.5. Műszerezett ütésvizsgálatok	37
5.3.5.1. Alapanyag és varrat összehasonlítása	37
5.3.5.2. Az orientáció hatása.....	37
5.3.5.3. A hőmérséklet és terhelési sebesség hatása	38
6. Eredmények, következtetések	39
6.1. Kristályos hányad meghatározása	39
6.1.1. Röntgen diffrakció.....	39
6.1.2. Differenciál Scanning Calorimetria.....	42
6.1.3. Dinamikus Mechanikai Analízis.....	45
6.2. Lamella vastagság és kötőmolekula koncentráció meghatározása	47
6.3. Statikus tulajdonságok.....	49
6.4. Dinamikus viselkedés meghatározása.....	55
6.4.1. Alapanyag és hegesztett varrat összehasonlítása	55
6.4.2. Az orientáció hatása.....	62
6.4.3. A hőmérséklet és terhelési sebesség hatása	68
7. A hegesztett kötés szerkezete.....	76
8. Szerkezet – tulajdonságok közötti kapcsolatok	77
8.1. Kristályos hányad	77
8.2. Lamellavastagság.....	78
8.3. Kötőmolekula koncentráció.....	78
Összefoglalás.....	79
Summary	81
Új tudományos eredmények	83
Tudományos közlemények.....	85
Felhasznált irodalmak.....	87
Függelék.....	92
Jelölések és rövidítések jegyzéke	92
Köszönetnyilvánítás	94

Bevezetés

A polietilén (PE) csövek alkalmazása gáz- és vízvezetékként közel fél évszázados múltra tekint vissza. Bár a PE vezetékek kicsit drágábbak az acélvezetékekénél, a rendkívül alacsony beépítési költségeknek köszönhetően mégis egyre többen választják az új hálózatok kiépítéséhez.

A polietilén alapanyagok folyamatos fejlesztése, és a műanyagiparban fennálló erős verseny következtében egyre újabb típusú csőanyagok kerülnek piacra, melyek egyre nagyobb termikus és mechanikai igénybevételt képesek elviselni. A legújabb csőanyagot a bimodális molekulaszervezetű polietilén képviseli, mely szabványainak, előírásainak kidolgozása folyamatban van, a neves alapanyaggyártók (a Borealis, a Solvay, az Elenac és a Fina) közös együttműködésével. A felhasználás nő, azonban az ebből gyártott csövek vékonyabb falvastagságának következtében kétségek merültek fel a típus sikerét illetően.

Az alkalmazás során fontos ismernünk az anyagok üzemelés közbeni viselkedését, a lehetséges károsodási mechanizmusokat illetve azt, hogy ezek milyen hatásokkal vannak az élettartamra.

A polietilén csövek tulajdonságainak, az élettartamát befolyásoló tényezőknek a vizsgálata napjainkban is széles körben kutatott terület. Ennek oka egyrészt az, hogy a jelenleg érvényes tervezési szabványok nem ilyen ismeretekre alapozva készültek. Másrészt a téma aktualitását az adja, hogy számos európai országban az elsőként lefektetett PE csövek élettartama lassan eléri, vagy már elérte a tervezett 50 éves élettartamot, és nem tudhatjuk, hogy ténylegesen milyen élettartamig üzemeltethetők továbbra is biztonságosan.

A PE csövek alapanyagainak vizsgálatával sok szakirodalom foglalkozik, de a törésmechanikai elveket ezen a területen is csak néhány helyen alkalmazzák (pl. Leobeni Egyetem Műanyagtechnológiai Intézet).

Gyakorlati szempontból a polietilén csövek legkritikusabb része a hegesztett kötés (a tapasztalatok szerint a legtöbb károsodás itt következik be), így leggyengébb helyként viselkedve valószínűleg ezek határozzák meg a csövek élettartamát. Ennek ellenére a hegesztett kötések szerkezetének feltárásával, tulajdonságainak vizsgálatával kevés szakember foglalkozott, a témával kapcsolatos ismeretek hiányosak.

A kutatómunkám célja a hegesztés hatásának vizsgálata a polietilén csövek szerkezetére és tulajdonságaira.

Ezen belül célul tűzöm ki egyrészt a napjainkban, a gáziparban alkalmazott különböző minőségű polietilén csövek szerkezetének pontosabb feltérképezését, különös tekintettel a hegesztett varratra és környezetre.

Másrészt feladat a tompahegesztett kötések mechanikai viselkedésének tanulmányozása, a hegesztetlen alapanyag és a hegesztett kötés tulajdonságai közötti lehetséges különbségek feltárása és azok okainak elemzése.

Dolgozatomban elsőként áttekintem a polietilén szerkezetét, a csőalapanyagok szerkezeti sajátosságait, a különböző hegesztési technológiákat. A szakirodalmi áttekintés végén a csövek lehetséges károsodási mechanizmusait és tönkremeneteli formáit mutatom be.

A következőkben kerül sor a kísérleti módszerek, a vizsgálati paraméterek és az elvégzett kísérletek bemutatására. Részletesen elemzem a polietilén csövek tompahegesztett varratstruktúrájának meghatározását, majd ezt követően annak megállapítását, hogy a hegesztett kötések és a hegesztetlen anyag mechanikai tulajdonságai között van-e szignifikáns különbség. A szerkezet - tulajdonság kapcsolatok felállítása a tanulmány végén kerül bemutatásra.

1. A polietilén, mint csőanyag

A gáz- és vízipar régen szinte kizárólag acél és öntöttvas csöveket használt vezetékek építésére. A műanyagipar fejlődésének következtében a polietilén csövek kedvező tulajdonságai keltették fel a szakemberek figyelmét, így közel fél évszázada kezdtek széles körben alkalmazni egyes nyugati országokban, majd 1971-től hazánkban [1, 2].

A műanyag csövek, így a polietilén csövek előnye az acéllal szemben a korrózióállóság, a kis tömeg, a kémiai ellenálló képesség, a fiziológiai közömbösség, illetve az alacsony fektetési költségek. Hátrányaik a kis szilárdság, kis hőalaktartóság és a nyomásérzékenység. A polietilén csövek a műanyag csövek közül nagyfokú rugalmasságukkal és változatos kötéstechikájukkal tűnnek ki.

Bár a PE vezetékek kicsit drágábbak az acélvezetékéknél, a rendkívül alacsony beépítési költségeknek köszönhetően mégis egyre többen választják az új hálózatok kiépítéséhez. Ezen kívül a polietilén csövek szállítása is olcsóbb, mivel bizonyos méret alatt tekercselhetők.

A csövek minőségében bekövetkezett nagymértékű javulás a poliolefin gyártásban fennálló erős verseny következménye, melynek eredményeként a csövek egyre nagyobb termikus és mechanikai igénybevételt képesek elviselni. A külföldi szakirodalom a különböző minőségű csőanyagokat az MRS (minimal required strength) értékkel azonosítja, mely a tartósan megengedett legnagyobb falfeszültséget jelenti 20°C-on, 50 évre extrapolálva.

1.1. Különböző generációs polietilén csőanyagok

1.1.1. Első generáció, PE 63

A PE 63 jelű, ún. első generációs polietilén csöveket 1957 - 1978 között gyártották. Kezdetben kis sűrűségű polietilénnel kísérleteztek, majd az 50-es évek végétől nagy sűrűségű polietilént alkalmaztak alapanyagként. Az első generációs polietilének homopolimerek, melyekben kokatalizátorok alkalmazásával elágazásokat hoztak létre. Nyomásállóságuk kb. 5 bar, minimálisan megkívánt tartós szilárdságuk (MRS) 6.3 MPa. Legnagyobb hátrányuk a pontszerű terhelésre mutatott érzékenység.

1.1.2. Második generáció, PE 80

20 évvel később jelentek meg az ún. második generációs – PE 80 jelzésű – csövek [3], melyeket még mindig alkalmaznak vezetékek építésére.

A második generációs polietilének kopolimerek, amelyeket egyetlen reaktorban, komonomer adagolásával állítanak elő. A komonomer legtöbbször α -olefin, butén vagy hexén. Nyomásállóságuk elérte a 6.3 bart, minimálisan megkívánt tartós szilárdságuk 8.0 MPa. Megjelentek a közepes sűrűségű polietilénből készült csövek is a piacon.

1.1.3. Harmadik generáció, PE 100 és PE-X

1988-ban mutatta be a Solvay elsőként a bimodális molekulaszerkezetű, PE 100 jelű alapanyagot, melyet a PE csövek harmadik generációjaként tartanak számon [4, 5, 6].

A harmadik generációs polietilént két reaktorban állítják elő. Az első reaktorban kevés komonomert tartalmazó, rövid polimerláncok képződnek. A reakcióelegyhez a második reaktorban adagolják a komonomert, melyek az itt kialakuló hosszú polimerláncok részeivé válnak. A két lépésben végrehajtott polimerizáció révén létrehozott bimodális molekulaszerkezet nemcsak a feszültségkorróziós tulajdonságokat javította, hanem a gyors repedésterjedéssel szembeni ellenállást is. A bimodális molekulatömeg-eloszlás révén az anyag egyszerre merev és szívós, illetve mind a mechanikai tulajdonságok, mind a feldolgozhatóság kitűnő. Az így nyert anyagból, magasabb MRS besorolású, a lassú és gyors repedésterjedéssel szembeni nagyobb ellenállású csövek gyárthatók. Ugyanaz a teljesítmény vékonyabb falú csővel érhető el, így gazdaságossági szempontból is előnyösebb. Minimálisan megkívánt tartós szilárdságuk 10.0 MPa.

Szintén ebbe az osztályba sorolhatók a térhálósított polietilén csövek (PE-X), melyek kiváló fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek, valamint jó a hő- és nyomásállóságuk.

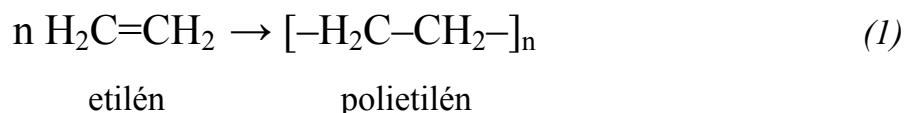
A térhálósítás lényege, hogy szabad gyökökkel a láncok között újabb kötéseket hoznak létre, amelyek erősebbek a molekulák közötti vonzóerőnél, így nagyobb hőmérsékleten is biztosítják az anyag stabilitását [7, 8]. A térhálósított polietilén polimerláncán kb. 200 szénatomonként van egy keresztkötés, melyek az amorf fázisban épülnek ki. Gyártásának alapvetően három módszere terjedt el, a besugárzásos, a peroxidos és a szilános módszer [9].

1.1.4. Negyedik generáció, a jövő

A PE csövek negyedik generációjának a PE 125-öt és a PE 250-et tartják, melyek jelenleg kísérleti termékek, így ezek a típusok még nem kaphatóak a kereskedelemben. Piacra kerülésükkel növekedni fog a PE csövekben megengedhető nyomásérték.

1.2. A polietilén

A polietilén a világon a legnagyobb mennyiségben előállított és felhasznált termoplasztikus műanyag. Monomerje, az etilén (C_2H_4) közönséges nyomáson és hőmérsékleten gáz halmazállapotú anyag. Az etilén polimerizációjával hosszú láncmolekulákból álló, szilárd halmazállapotú polietilént állítanak elő adott üzemi körülmények között, a következő reakció szerint:



A polietiléneket sűrűségük szerint osztályozhatjuk:

- LDPE (kis sűrűségű polietilén/lágy PE) $\rho=0,91 - 0,925 \text{ g/cm}^3$
Előállítása: nagy nyomású technológiával történik. (Nyomás 1500 - 2000 bar, hőmérséklet 150 - 200°C, oxigén katalizátor).
- MDPE (közepes sűrűségű polietilén) $\rho=0,925 - 0,94 \text{ g/cm}^3$
Előállítása közepes nyomású technológiával történik. (Nyomás 50 - 60 bar, hőmérséklet 80 - 100°C, fénoxid katalizátor).
- HDPE (nagy sűrűségű polietilén/kemény PE) $\rho=0,94 - 0,965 \text{ g/cm}^3$
Előállítása kis nyomású technológiával történik. (Nyomás 1 - 5 bar, fémmal katalizátor).
- LLDPE (lineáris kis sűrűségű polietilén) $\rho=0,91 - 0,965 \text{ g/cm}^3$
Előállítása kis nyomású technológiával történik. (Nyomás 1 - 5 bar, fémmal katalizátor).

A három különböző módszerrel előállított polietilén tulajdonságai egymástól meglehetősen különböznek. A nagynyomású technológiával előállított lágy polietilén nagyobb mértékben nyújtható, hajlékonyabb, ezért elsősorban fóliagyártásra, kábelbevonatok készítésére alkalmazzák. A kemény polietilén merevebb, így nagyobb szilárdságú termékek (csövek, palackok, kannák, rekeszek) gyártására alkalmazzák.

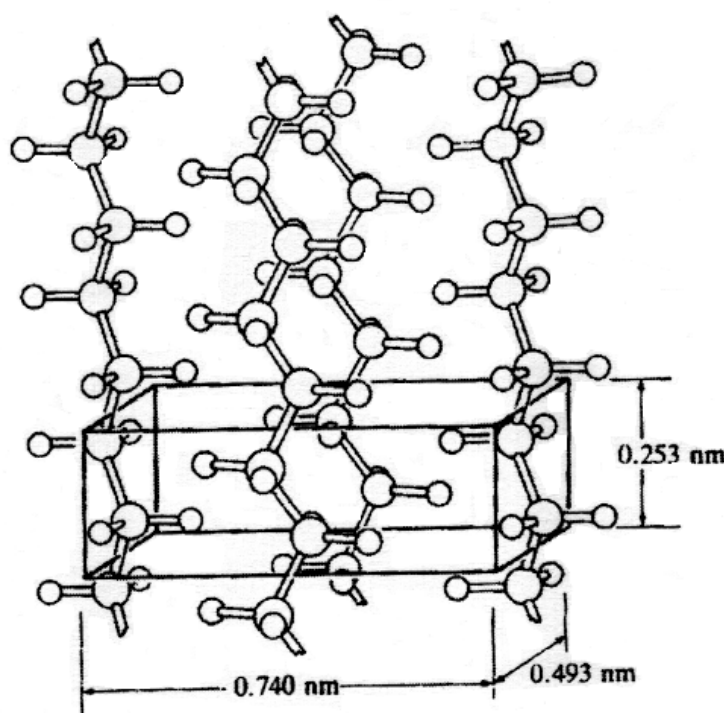
A polietilének újabb fajtája a lineáris kis sűrűségű polietilén (LLDPE), melyre jellemző, hogy az óriásmolekulákban a polietilén láncba hexén-1 molekulákat építenek be (1000 szénatomra 6 - 8 db). A lineáris kis sűrűségű polietilén kopolimer. A hexén mennyiségének változtatásával a felsorolt sűrűség értékek bármelyike beállítható. 1986 óta ebből az anyagból készül hazánkban a legtöbb cső kötőidom [10].

A polietilén tulajdonságai nagymértékben függenek a szerkezettől.

1.3. A polietilén szerkezete

A polietilén részben kristályos polimer [11, 12, 13], tehát tökéletesen rendezett kristályos fázis és rendezetlen amorf fázis együtt alkotja az anyagot. A kristályos szerkezet jellemzőit - molekulák elrendeződése a kristályban, kristály típus, elemi cella méret - a makromolekula (egyedi lánc) jellemzői határozzák meg [14].

A kristályosodás elsődleges feltétele a lánc szabályossága. A kristályosodás körülményeitől függően különböző kristályos képződmények alakulhatnak ki a polietilénben, melyek az elemi cellákból (1. ábra) [15, 16] épülnek fel, és komplex szerkezetet hoznak létre.

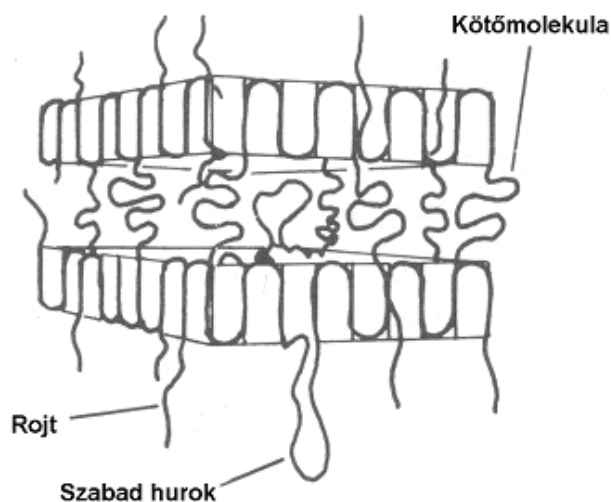


1. ábra: A polietilén elemi cellája

Normál körülmények között a polietilén ortorombos formában kristályosodik, míg nyújtás hatására monoklin kristályok képződnek. Nyomás alatt a kristályos cella hexagonális lesz.

A kristályos tartományok a lamellák, melyek vékony lapos lemezek. Vastagságuk kb. 10 - 60 nm, egyéb méreteik elérhetik a néhány mikrométert. Mivel a molekulaláncok hossza minimum 100 nm, a láncok a lamellában annak síkjára merőlegesen helyezkednek el, hajtogatott formában (2. ábra) (A. Keller – hajtogatott modell). A láncok elhelyezkedése a lamellában még ma is vita tárgyát képezi.

A lamellákat összekötő láncok a kötőmolekulák.

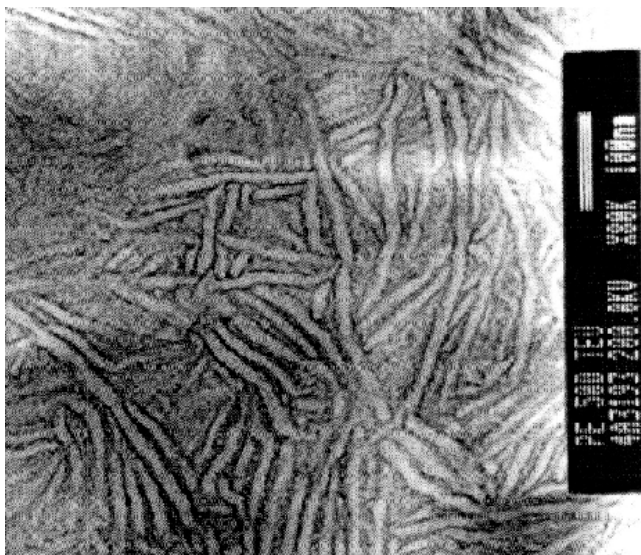


2. ábra: A láncok elhelyezkedése a lamellában

A kristály építésében részt nem vevő láncrészek alkotják a polimer amorf fázisát. A két fázis határán kialakul egy átmeneti réteg (interphase), amelyben a szegmensek csökkent mozgékonysággal rendelkeznek.

A legtöbb kristályos polimerben a kristályosodás körülményeitől függően magasabb rendű képződmények, szferolitok alakulhatnak ki. A szferolitok kettőtörők, polarizált fényben jellegzetes képet mutatnak.

A szferolitok jelenléte a polietilénben megosztja a szakemberek véleményét. Egyesek szerint találhatók szferolitok a polietilénben, míg mások a lamellákat (3.a. ábra) tartják a legmagasabb szintű kristályos tartományoknak.



3.a. HDPE lamellák



3.b. HDPE szferolitok

3. ábrák: Kristályos képződmények nagy sűrűségű polietilénben [17]

Az ipari körülmények között előállított polietilénben nem találhatók olyan méretű szferolitok, melyek optikai mikroszkóppal megfigyelhetők. Speciális kezelés és megfelelő körülmények hatására a szferolitok kikristályosíthatók (3.b. ábra).

1.4. A kristályos szerkezet és tulajdonságok kapcsolata

A műanyagok szerkezet – tulajdonság közötti összefüggéseinek vizsgálata széles körben kutatott terület. Ennek ellenére néhány paraméter hatása még tisztázatlan, melynek oka, hogy az egyes hatásokat nem lehet élesen elválasztani. Az irodalomban ellentétes megállapítások találhatók az egyes paraméterek hatásával kapcsolatban.

A legfontosabb struktúra elemek, melyek hatással vannak a makroszkopikus tulajdonságokra:

1. kötőmolekulák száma
2. kristályos hányad
3. lamella vastagság
4. szferolitok mérete

1.4.1. Kötőmolekulák száma

A kötőmolekulák számának növekedésével javulnak a mechanikai tulajdonságok; a szilárdság, a deformálhatóság, az ütésállóság és a repedésterjedéssel szembeni ellenállás nő.

A kötőmolekula koncentrációt a molekulatömeggel és a komonomer tartalommal optimalizálhatjuk. A molekulatömeg növekedésével nő a kötőmolekulák száma, mert a nagyobb molekulatömeggel járó hosszabb láncok nehezebben kristályosodnak. A nagyobb komonomer koncentráció, vagy a hosszabb komonomer láncok nem tudnak a szorosan álló lamellák közé beépülni, ezért további kristályközi kötőmolekulákat eredményeznek.

1.4.2. Kristályos hányad

A kristályosság növekedésével a modulusz és a szilárdság nő, a deformálhatóság csökken [18].

Az üvegesedési hőmérséklet fölött a részben kristályos polimerek folyáspontja megközelítőleg lineárisan nő a kristályos hányaddal. Az üvegesedési hőmérséklet alatt az amorf régiók szilárdsága megközelíti a kristályos régiók szilárdságát, ezért a folyáshatár független a kristályosságtól.

Az ütésállósággal kapcsolatban ellentétes megállapítások találhatók az irodalomban, egyesek szerint a kristályosság növekedésével nő, míg mások szerint csökken a repedésterjedéssel szembeni ellenállás.

A molekulaszerkezet (láncelágazások), molekulatömeg nagymértékben befolyásolja a kristályos szerkezetet, a láncelágazások növekedésével csökken a kristályosság.

1.4.3. Lamellavastagság

A lamellavastagsággal kapcsolatban található a legkevesebb egyértelmű adat a szakirodalomban. A lamellavastagság a rugalmassági modulusz értékét befolyásolja, emellett jelentős a szerepe a törési folyamatokban.

1.4.4. Szferolitok mérete

A szferolit méretének növekedésével a polimer ridegebbé válik, szilárdsága, de különösen az ütésállósága jelentősen csökken. A szferolit méret növekedése gyorsítja a repedésterjedést.

Mivel feltételeztük, hogy a kereskedelmi polietilénekben, a szokásos feldolgozási műveleteket követően nem találhatunk szferolitokat, így hatásukkal nem kell számolnunk.

1.5. Csőalapanyagok szerkezeti sajátosságai

A megfelelő polietilén csőalapanyagok előállítására érdekében bemutatom azokat a szerkezeti elemeket, melyek optimális beállításával megfelelő mechanikai tulajdonságokat nyerhetünk.

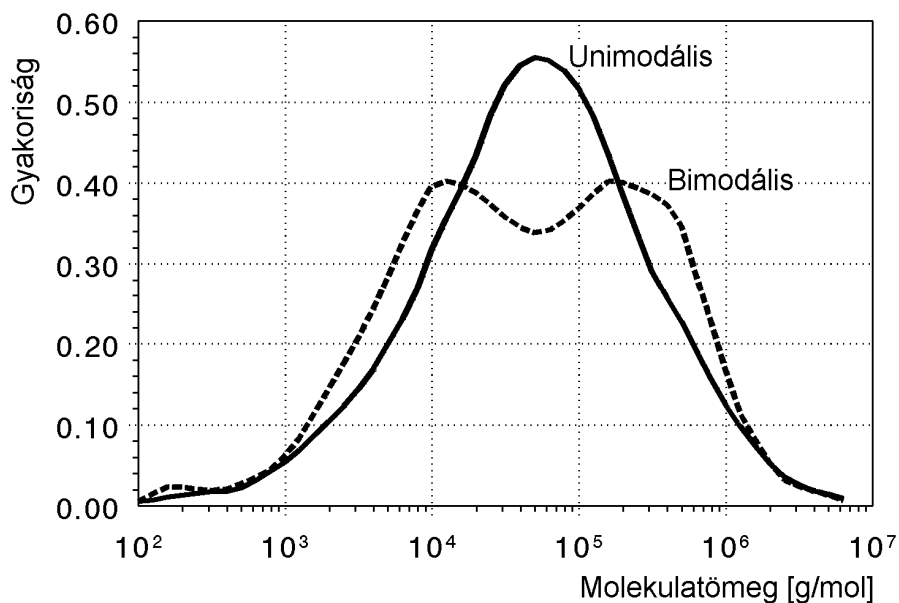
1.5.1. Molekulatömeg, móltömegeloszlás

Csőgyártáshoz nagy molekulatömegű, széles molekulatömeg eloszlású polietilént használnak (4. ábra).

A nagy molekulatömegű frakció a hosszabb polimerláncok és elágazások következtében nehezen kristályosodik. Így elsősorban ezek a láncok alkotják a polimer amorf fázisát. A jó mechanikai tulajdonságokat, a deformálhatóságot a nagy molekulatömegű frakció biztosítja. A tartós igénybevétel és az élettartam szempontjából csak a 100 kg/mol-nál nagyobb molekulatömegű láncoknak van szerepe.

A kis molekulatömegű frakciót gyakorlatilag elágazásmentes, rövid molekulaláncok alkotják. Ennek következtében a kis móltömegű frakció építi a polimer kristályos fázisát. A kis molekulatömegű frakció az anyag merevségeért és a feldolgozhatóságért - nagy folyási sebességért - felelős.

A bimodális típusok gyakorlatilag polimer ötvözeteknek, pontosabban homológ polimer blendeknek tekinthetők, ahol 50 – 50 %-ban oszlanak meg a kis- és nagy molekulatömegű frakciók [19].



4. ábra: Csőalapanyagok molekulatömeg eloszlása [19]

1.5.2. Elágazások

Komonomerek (pl.: butén, hexén) alkalmazásával az eredetileg lineáris láncban azonos méretű elágazásokat hoznak létre. Az elágazottságot a főlánc 1000 szénatomjára jutó elágazások számával jelölik. A polimerizációt igyekeznek úgy irányítani, hogy a komonomer főképpen a hosszú polietilén láncokba épüljön be.

A több elágazást tartalmazó polimernek csökken a sűrűsége, jobban ellenáll a lassú repedésterjedésnek, ezáltal nő az élettartam [20].

1.5.3. Kristályos hányad

A legfontosabb mikroszerkezeti paraméter, mely befolyásolja a polimer összes tulajdonságát a kristályos hányad, mely arányos a sűrűséggel. A cső előállításához nagy, illetve közepes sűrűségű, homo- vagy kopolimer bázisú PE alapanyagokat használnak.

A kristályosság, így a sűrűség főképpen az elágazottságtól. Egy tökéletesen lineáris polietilén kristályossága, és ezzel arányos sűrűsége egy kezdeti szakasz kivételével arányosan csökken a lánchosszal. Növekszik ezzel szemben az ömledék viszkozitása, ami nehezíti a feldolgozást. Hűtés közben a molekulaláncok kisebb mozgékonyasága miatt azok nem tudnak elrendeződni, ezért a nagyobb molekulahossz a kristályosságot is mérsékli. A sűrűség és a kristályosság szempontjából tehát alapvető, hogy hogyan épülnek be az elágazások a polimer molekulába.

1.6. Csőanyagok összetétele

A polimerizáció során nyert „tisztá” polietilén még nem alkalmas késztermék gyártásra. Az alapanyaghoz különböző adalékok szükségesek, melyek segítik a feldolgozást, illetve speciális tulajdonságokat biztosítanak.

A polietilén csövek legfontosabb adalékanyagai a stabilizátorok, a csúsztatók és a korom. A stabilizátorok a feldolgozás és az alkalmazás körülményei között biztosítják az anyag stabilitását a káros hatások – oxigén, sugárzás, hő, mechanikai bomlás – ellen. A csúsztatók a műanyag feldolgozását segítik, míg a korom antioxidánsként, fénystabilizátorként és egyben színezőanyagként funkcionál.

A csőgyártásra használt anyagok összetétele megközelítőleg a következő:

- Alap polimer (PE): 93 – 95 %
- Hőstabilizátor: 0,5 – 1 %
- Fénystabilizátor: 0,2 – 0,3 %
- Csúsztató: 1 – 2 %
- Színezőanyag (korom): 2,5 – 3 %

2. Polietilén csövek hegesztése

A hegesztésekkel készült polietilén szerkezetek gyártása a granulátum előállításával kezdődik, amelyből extrudálással csöveket, fröccsöntéssel vagy sajtolással idomokat (pl.: sarokelemeket, leágazásokat, tokokat, nyeregidomokat) készítenek [21, 22].

A hegesztési eljárások lényegében a hegesztési övezetbe történő hőbevezetés és a hő előállításának módjában különböznek.

A PE gázcsövek és idomok kötésére a következő hegesztési technológiák alkalmazhatók:

- tompahegesztés (tükörhegesztés)
A kötési felületek megolvasztása egy külső melegítőszerszám, a hegesztőtükör segítségével történik.
- tokos hegesztés (polifúziós hegesztés)
A felmelegítés és az anyag megolvasztása a tok belsejében, illetve a cső palástján történik. A hőbevitel következtében a felmelegített anyag kitágul, a keletkezett olvadék a tok szájánál, illetve a cső palástján olvadékgyűrűt képez.

- elektrofúziós (elektrofíting) hegesztés

Az anyag megömléséhez szükséges hőmérséklet a kötőidomba (elektrofítingbe) a kötési felület mentén elhelyezett ellenálláshuzal, azaz beépített fűtőelem által biztosított. A PE csővezetékek kötéséhez alkalmas speciális idom (elektrofíting) elektromos csatlakozási pontjaira kapcsolt feszültség hatására a fitting beépített fűtőelemében az ellenállásnak megfelelő nagyságú elektromos áram indul. A hegesztés során az elektromos áram hőhatását használjuk ki.

- nyeregidom hegesztés

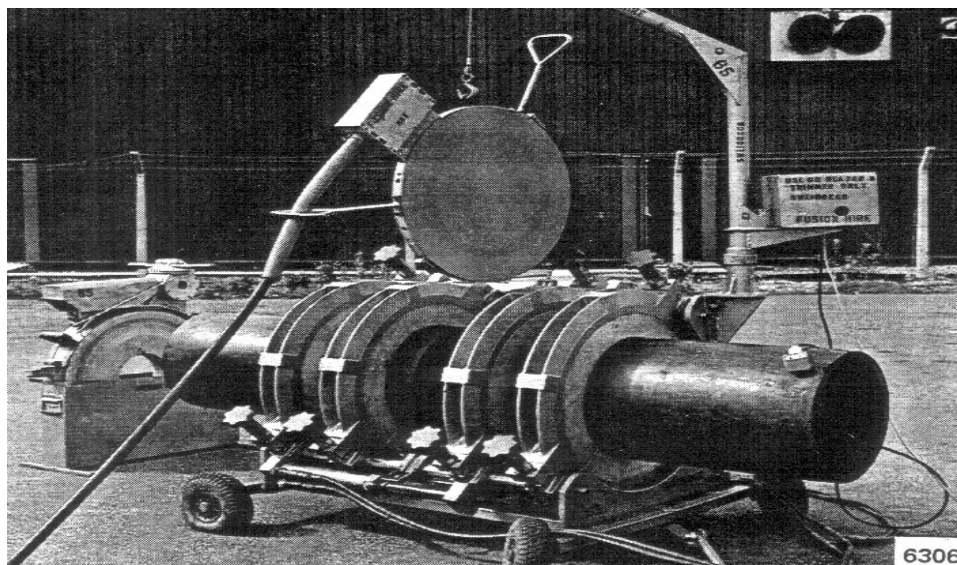
A nyaktoldattal ellátott nyeregidom felhegesztésének célja lehet a leágazás kiépítése, vagy lyukadás jellegű csőpalást sérülés javítása [23].

2.1. Tompahegesztés

A hegesztési módok közül a tompahegesztés, vagy tükörhegesztés a legjobban elterjedt [24].

Tompahegesztéskor a szükséges hőmennyiséget egy külső melegítőszerszám, a hegesztőtükör adja át a műanyagba. A hegesztési felület minden felületeleme, eltekintve a peremhatároktól, egyenlő hőmennyiséget kap. Az eljárás következtében a hőmérséklet egyszerűen szabályozható. A felmelegítést követően az előkészített hegesztendő részeket leválasztják a hegesztőtükörről, a megömlesztett felületeket egymásnak illesztik, majd adott nyomással egyesítik [25, 26].

A tompahegesztés kivitelezését az 5. ábra szemlélteti.



5. ábra: Félautomata tompahegesztés

Mivel az egyenletes hőátadás és nyomás megvalósítása nehezebb a nagyobb keresztmetszeten, a tompahegesztés megfelelő kivitelezése körülményesebb, ha a csőátmérő nő [27].

2.2. A hegedés molekuláris elmélete, feltételei

A polietilén hegesztett kötések létrejöttének anyagi, termikus, illeszkedési és időbeli feltételei vannak. A műanyagok megfelelően előkészített felületeit megfelelő hőmérsékleten, megfelelő nyomással, megfelelő ideig kell összeszorítani ahhoz, hogy a jó hegesztett kötést biztosító molekuláris kapcsolódás megvalósuljon.

A polimer ömledék állapotát a szerkezet és a molekulatömeg határozza meg. A kis móltömegű, nagy mozgékonyaságú makromolekulák, vagy reálisabb megközelítés szerint a molekulaszegmensek ömledék állapotban elég szabadon mozognak ahhoz, hogy a molekula interpenetráció létrejöjjön.

Melegítés során a molekuláris szerkezet megváltozik, a kristályos egységek lebomlanak, a polimer amorf állapotúvá válik. Nyomás hatására a két illeszkedő felület molekulái keverednek, kölcsönösen részlegesen penetrálnak a másik felület molekulái közé [28]. A hűtés hatására a molekulák visszatérnek kristályos állapotukba és kialakul az egybekapcsolódó szerkezet.

Egy másik elmélet szerint a megfelelő varratszilárdságot a felületek között működő szekunder kémiai kötések (elsősorban Van der Waals) alakítják ki.

Anyagszerkezeti szempontból igen érdekes az új fejlesztésű anyagok hegesztése (PE 100 és PE-X), melyek mechanizmusa jelenleg még tisztázatlan, mivel szerkezetük következtében melegítés hatására csak részben, vagy egyáltalán nem ömlenek meg. A térhálós polietilén [29] esetén a jelenséget azzal próbálták magyarázni, hogy a nem térhálósodott részek a kristályos olvadáspont felett elég mozgékonyá válnak, helycsere révén lehűtésekor a másik anyaggal közös kristályokat képeznek, és a kötőmolekulák sűrűsége elegendő az erős kötés kialakítására.

A varratképződés, a kötés kialakulásának elméleti összefüggései még nem tekinthetők véglegesnek, ezen a területen napjainkban is jelentős kutatások folynak. A kialakult fúziós kötés egyes szakemberek szerint olyan erős, vagy erősebb, mint a kiindulási anyag.

2.3. A hegesztett kötések vizsgálata az iparban

A csövek megfelelőségének megítélése érdekében szükséges külön az alapanyag (granulátum), a csövek és idomok, valamint a hegesztett varrat vizsgálata. A Magyarországon a gáziparban alkalmazott vizsgálatokat a következő táblázatban foglalom össze (1. táblázat).

A vizsgálatok célja, hogy csak az előírásoknak megfelelő cső és idom kerüljön beépítésre.

1. táblázat: Polietilén csövek vizsgálati módszerei az iparban

Alapanyag	Csövek és idomok	Hegesztési varrat
Folyási index (MFR) meghatározás	Tartós nyomáspróba	<i>Roncsolásmentes</i>
Differenciál termikus analízis	Azonnali repesztő vizsgálat	Szemrevételezés
Szakítóvizsgálat	Permeabilitás vizsgálat	Ultrahangos vizsgálat
	Lineáris hőtágulási együttható vizsgálata	Röntgenes vizsgálat
	Méretellenőrzés	<i>Roncsolásos</i>
		Fénymikroszkópos vizsgálat
		Szakítóvizsgálat
		Satupróba

3. Polietilén csövek mechanikai viselkedése

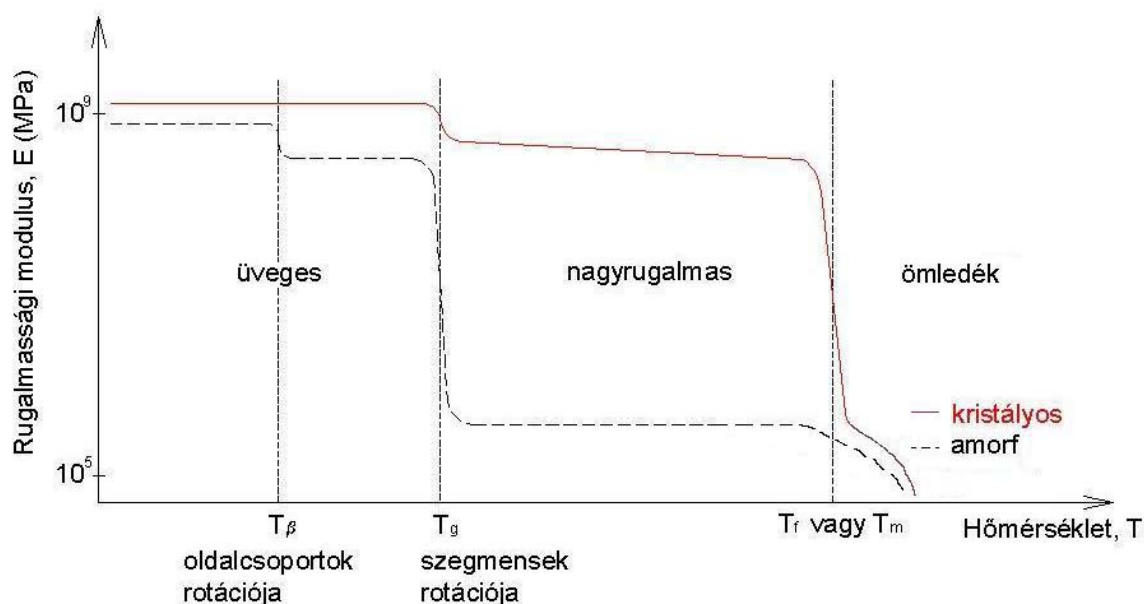
3.1. A polimerek mechanikai tulajdonságai

A nagy molekulájú polimerek viszkoelasztikus viselkedést mutatnak [30, 31], vagyis a deformációjuk három komponensre bontható: pillanatnyi rugalmas (energiarugalmas), késleltetett rugalmas (entrópiarugalmas) és viszkózus jellegű maradó. A három komponens egyidejűleg jelentkezik, de a terhelés mértékétől függően arányuk változik.

Egy adott polimer mechanikai terhelés hatására adott válaszát alapvetően a hőmérséklet, és a terhelés időtartama és a makromolekuláris szerkezet határozza meg [32].

Azok az adott polimerre jellemző hőmérsékletek, amelyeknél egyes makromolekuláris mozgástípusok (oldalcsoportok rotációja, szegmentális rotáció...) bekövetkeznek, a polimer jellegzetes **átmeneti hőmérsékletei**.

A műanyagokban két fő átmenetről beszélünk, az egyik az amorf fázisok üvegesedési hőmérséklete (T_g), a másik a kristályos fázisok (T_m) olvadáspontja. A polimerek mechanikai viselkedésének hőmérsékletfüggése, jellegzetes tartományai legszemléletesebben a rugalmassági modulusz hőmérsékletfüggésén keresztül mutathatók be (6. ábra).



6. ábra: A polimerek jellegzetes átmeneti hőmérsékletei

A késleltetett rugalmas és a maradó deformáció komponensek időfüggése miatt a polimerek feszültség – deformáció kapcsolata is időfüggő jellegű, mely elsősorban a kúszás és a feszültség relaxáció jelenségeknek tulajdonítható.

Kúszás: A viszkoelasztikus anyagban az időben állandó terhelőfeszültség időben változó – növekvő – alakváltozást hoz létre.

Feszültség relaxáció: Egy adott feszültséggel előzetesen létrehozott nagyságú alakváltozás kényszerű fenntartásakor a viszkoelasztikus anyagban ébredő feszültség az időben csökkenni fog, az anyag relaxál.

A polimerek szilárdságát a makromolekulák között működő másodlagos kötőerők adják. Deformáció (makromolekuláris láncmozgások) akkor jöhet létre, ha a másodlagos kötőerők legyőzéséhez szükséges termikus energia biztosított.

A keletkező belső feszültségek nyomán molekuláris szinten a molekulaláncok, finomszerkezeti szinteken a kristályos és amorf részek relatív helyzete és alakja is megváltozik.

Amorf polimerekben a makromolekulák rövidebbek, az elágazottság nagyobb mérvű, kisebb a másodlagos kötések kialakulásának valószínűsége. A kristályos polimerekben a molekulák közötti kötőerők száma és ereje sokkal nagyobb lehet, ezért a kristályos polimerek szilárdsága nagyobb.

Nagy sebességű dinamikus igénybevétel hatására az anyag nagymértékű elridegéssel válaszol.

Időben változó terhelések esetén az alakváltozás a terheléshez képest fáziskésést mutat, ami a terhelési frekvencia növelésekor egyre kifejezettebben jelentkezik.

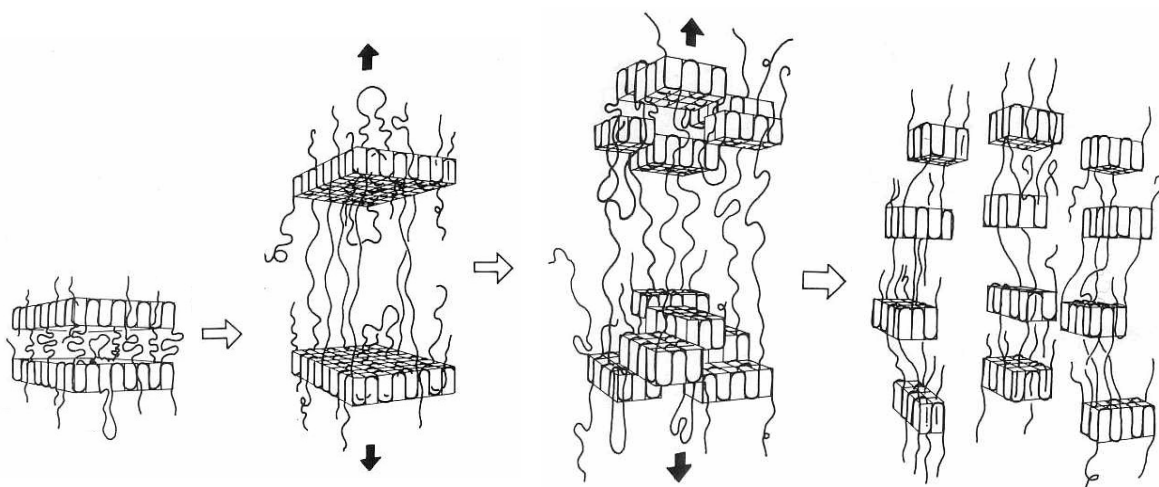
Általános megfigyelés, hogy a hőmérséklet és az idő szerepe a polimer viselkedése szempontjából felcserélhető. Így a lassú időtartamú, alacsony hőmérsékletű vizsgálatok eredményei növelt hőmérsékletű, rövidebb idejű vizsgálatok alapján becsülhetők (pl. Kúszási tulajdonságok vizsgálata).

3.2. Részben kristályos polimer alakváltozási mechanizmusa

A kristályos polimerek deformációját sok szakember vizsgálta, a folyamat mechanizmusára rengeteg elmélet létezik, melyek közül némely szemléletek átfedést és hasonlóságot mutatnak, míg mások teljesen ellentétesek.

Az elméletek megegyeznek abban, hogy az alakváltozás kezdeti szakaszában a reverzibilis deformációs szakaszt a kristályos szerkezet torzulása jelenti. Az alakváltozás ezt követően az amorf tartományokban történik, a kötőmolekulák megnyúlnak. Nagyobb deformációk esetén a kristályos egységek lebomlanak, a lamellák szeparálódása következik be és új fibrilláris kristályszerkezet alakul ki. Az átkristályosodás mechanizmusa jelenleg még nem tisztázott.

A deformáció elvi folyamatát a 7. ábra mutatja.



7. ábra: Részben kristályos polimer deformációja mechanikai terhelés hatására

A részleges olvadás – újrakristályosodás elmélete szerint [33] a deformáció során egy adiabatikus felmelegedés hatására bekövetkezhet a kristályok részleges olvadása, melyet ezután az alkalmazott feszültségnek megfelelő újrakristályosodás követ. A hidrosztatikus húzófeszültségek hatására a kristályok olvadáspontja csökkenhet, ezáltal a részleges olvadás hőmérsékletemelkedés nélkül is bekövetkezhet.

A molekulatömegnek közvetlen hatása van a deformációra [34]. A nagy molekulatömegek esetén, a kristályos tartományokon kívüli áthurkolódásoknak jelentős a szerepe, mivel hibahelyként hatnak.

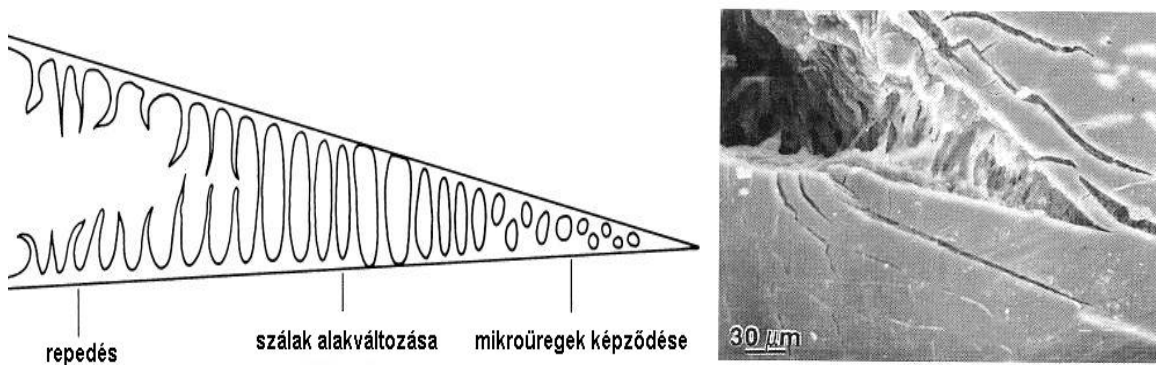
3.3. Mikromechanikai deformációk

A mikromechanikai deformációs folyamatok jelentős szerepet játszanak a polimer makroszkopikus deformációs viselkedésében. A kristályos polimerek alapvető deformációs mechanizmusai a nyírási folyás (shear flow) és a mikrorepedezés (crazing) [35]. A mikromechanikai deformációk kompetitív folyamatok; a domináló deformációt az igénybevétel módja, a polimer sajátosságai, és a feszültségeloszlás határozzák meg.

A részben kristályos polimerek esetén mechanikai terhelés hatására az amorf tartományok láncainak egyes szakaszai, molekula kötegek, vagy kristályos tartományok egységei, a lamellák elmozdulhatnak a maximális csúsztató feszültség irányában translációs mozgást végezve. Az így létrejött maradó alakváltozás a **nyírási folyás**. A deformáció legjellemzőbb vonása, hogy az alakváltozás során a darab térfogata állandó marad, továbbá, hogy az alakváltozásban résztvevő szegmensek a lokálisan megfolyt tartományokban rendeződnek, melynek következménye az orientációbeli inhomogenitás. A nyírási folyás a tömbanyagra jellemző jelenség, a plasztikus deformáció általában homogén, kivéve a nagy alakváltozáskor előforduló nyírási rétegződést.

Mikrorepedezés, vagy **crazing** (8. ábra) akkor jön létre, ha a terhelések során hidrosztatikus húzófeszültségek is fellépnek. A crazing lokalizált plasztikus deformáció, mely a feszültség koncentráció pontjaiból indul ki; a ridegtörés tipikus előjele.

A jelenség a részben kristályos polimerek amorf tartományaiban fordul elő; a nagyszilárdságú, rendezett kristályos tartományokban crazing nem alakul ki.



8. ábra: Crazing polietilén csőben

A rendezetlenül összekuszálódott polimer szálak a húzófeszültség hatására elmozdulnak, eltávolodnak egymástól, és mikroüregek keletkezéséhez vezetnek. Az üregek közötti mikroszálak a húzás irányával párhuzamosan rendeződnek, megnyúlnak. Amikor a terhelés meghaladja az alakváltozási folyamatban már „felkeményedett” mikroszálak teherbíró képességét, a szálak elszakadnak, végül a mikroüregek repedésekké nőnek össze.

A mechanizmus jellemzője az üregek okozta térfogat növekedés és a szálak lokális orientációja.

A törési felületen található vékony, orientált polimer szálak törésmutatója különbözik a tömbanyagétól, így a fényt visszaverik. A crazing könnyen láthatóvá tehető, ha egy közvetlen sugárforrással megfelelő szögben megvilágítjuk.

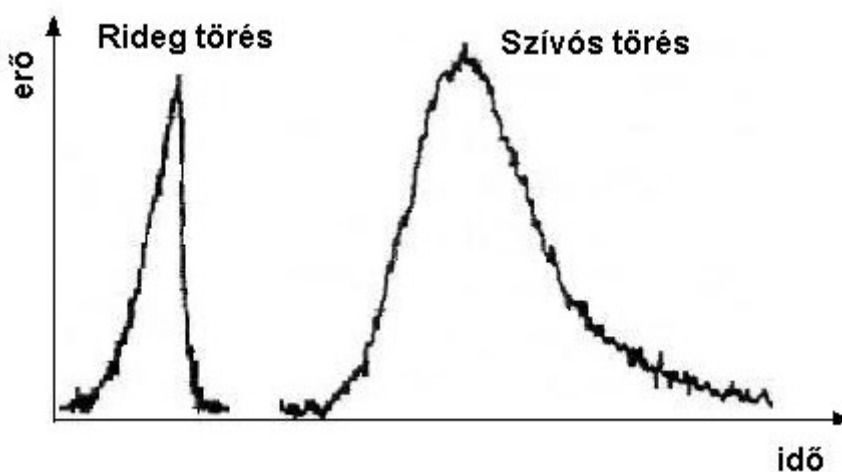
3.4. Törési mechanizmusok

Törés bekövetkezhet statikus, vagy dinamikus terhelés hatására. A törés kiindulópontja általában az a hely, ahol a feszültségkoncentráció maximális, vagy az anyag töréssel szembeni ellenállása minimális (repedések, zárványok, stb.) [36].

A törési viselkedés és ellenállás szempontjából a polimerek három csoportba oszthatók [37]:

1. Ridegtörés: a törés során plasztikus deformáció nincs (LEFM).
2. Vegyes típusú törés: korlátozott plasztikus deformáció megengedett.
3. Szívós törés: plasztikus deformáció a domináló, a minta állandó energia befektetéssel, szakadással megy tönkre.

A törés során a folyamat jellegének változása az erő-idő diagramokon követhető. A törés két szélsőségesen különböző típusa a rideg és a szívós törés (9. ábra).



9. ábra: Rideg és szívós törés során tapasztalt erő-idő diagramok

Tökéletesen rideg viselkedés esetén a törés instabil repedésterjedéssel történik, amelyet a diagramban egy hirtelen erőesés jelez. A rideg törésnél a deformált mintában felhalmozódó rugalmas energia fedezi az új felület keletkezéséhez szükséges energiát.

A teljesen szívósan viselkedő próbatest törése stabil repedésterjedéssel történik, mely közben a maximális erőt követően az erő fokozatos csökkenése tapasztalható. A repedésterjedéshez folyamatos energia utánpótlás, vagyis további deformáció szükséges.

A PE csövek szívós törése viszonylag ritka. A megemelkedett belső nyomás következményeként fordulhat elő, ha csőfalban fellépő feszültség túllépi az anyag folyáshatárát [38].

A PE csövek törése a legtöbb esetben rideg [39]. A törés bekövetkezhet ütésszerű, dinamikus igénybevétel hatására alacsony hőmérsékleten, nagy terhelésnél, vagy lassú repedésterjedés hatására, magasabb hőmérsékleten és kisebb terhelésnél.

3.5. A polietilén csövek károsodási formái

A polimereknek különböző jellegű igénybevételeknek kell ellenállniuk a felhasználás során. A károsodás típusa függ az igénybevétel jellegétől (nagyságától, gyakoriságától, időtartamától), a hőmérséklettől, a polimer fizikai és kémiai szerkezetétől, a környezeti hatásoktól.

A különböző károsodási mechanizmusokat nem lehet éles határokkal elválasztani, mert sok esetben több paraméter hatása együttesen érvényesül. A 2. táblázatban a polietilén csövek lehetséges károsodási formáit és vizsgálati módszereit foglaltam össze. A vizsgálati módszerek közül kiemelem az iparban alkalmazott, szabványos módszereket. A gázcsövekre vonatkozó előírásokat az ISO 4437 és prEN 1555 szabványok tartalmazzák.

2. táblázat: A polietilén csövek károsodási formái mechanikai terhelés hatására és vizsgálati módszerei

Igénybevétel jellege	Tönkremeneteli forma, károsodási mechanizmus	Vizsgálati módszer
I. Állandó terhelés, - hőmérséklet	Kúszás Kúszásos repedésterjedés	- Tartós nyomásállóság - Kúszásvizsgálat (próbatesten) Kúszásos repedésterjedés vizsgálat (próbatesten)
- közeghatás	ESCR (Környezeti hatás segítette repedésterjedés)	Bemetszési teszt
II. Ismétlődő terhelés	Fáradás Fáradásos repedésterjedés	Fárasztóvizsgálat (szerkezeten vagy próbatesten) Fáradásos repedésterjedés v.
III. Ütésszerű	Gyors repedésterjedés	- S4 (Small Scale Steady State) teszt - Teljes léptékű (Full Scale) v. - Ütővizsgálat (próbatesten)

3.5.1. Lassú repedésterjedés (SCG)

A polietilén csövek károsodásának legáltalánosabb módja a rideg repedés lassú terjedése a csőfalon át [40, 41], melynek két típusát különböztetjük meg, a környezeti hatás segített repedésterjedést, és a kúszás okozta repedésterjedést.

3.5.1.1. Környezeti hatás segített repedés (ESCR)

Környezeti hatás segített repedés: Statikus terhelés és környezeti effektusok hatására bekövetkező rideg repedéskeletkezés és -terjedés.

A környezeti hatások gyorsítják a belső mikrorepedezés folyamatát. Emellett egyes környezeti effektusok öregítő hatásúak, így gyengítik a molekulák közötti kötőerőket [42, 43].

Mivel a polietilén részben kristályos, a környezet károsító hatása csak az amorf régiókra korlátozódik.

Hosszú időtartamú alacsony terhelés hatására a kötőmolekulák megnyúlnak, majd kibomlanak a környezet „lágyító” hatásának következtében, és megindul a lamellák közötti károsodás [44, 45]. Az anyagban lévő nagyobb feszültség hatására a lamellák kisebb, szálas formájú egységekbe rendeződnek [46]. A szálak a hajszálrepedésre merőlegesek.

A polietilén ESCR-rel szembeni ellenállása elsősorban a kötőmolekula koncentrációtól függ. Mivel a polietilén anyagok viszonylag kevés kötőmolekulát tartalmaznak, érzékenyebbek a környezeti hatásokra [47].

A molekulatömeg növeléssel, komonomer adagolással, a kristályos hányad csökkenésével javul a polimer rideg töréssel - ezáltal környezeti károsodással - szembeni ellenállása [48, 49, 50].

Vizsgálata: A legelterjedtebb vizsgálati módszer az ún. *bemetszési teszt*, melynek során a csövet négy oldalról, a csőfalvastagság legalább 20 %-áig bemetszik. A mintát emelt hőmérsékletű (80°C) vizsgálati folyadékba helyezik, majd belső túlnyomást alkalmazva vizsgálják a repedésterjedés folyamatát és mérik a repedésterjedéshez szükséges időt.

Emellett egyéb módszerek is alkalmazhatóak a jelenség vizsgálatára [51].

3.5.1.2. Kúszás, kúszásos repedésterjedés

Kúszás: Állandó terhelés hatására, növelt hőmérsékleten a folyáshatár alatti feszültség szinten bekövetkező képlékeny alakváltozás, mely töréshez vezethet.

A polietilének esetén a kúszás és a repedésterjedés általában egyidejűleg történik [52].

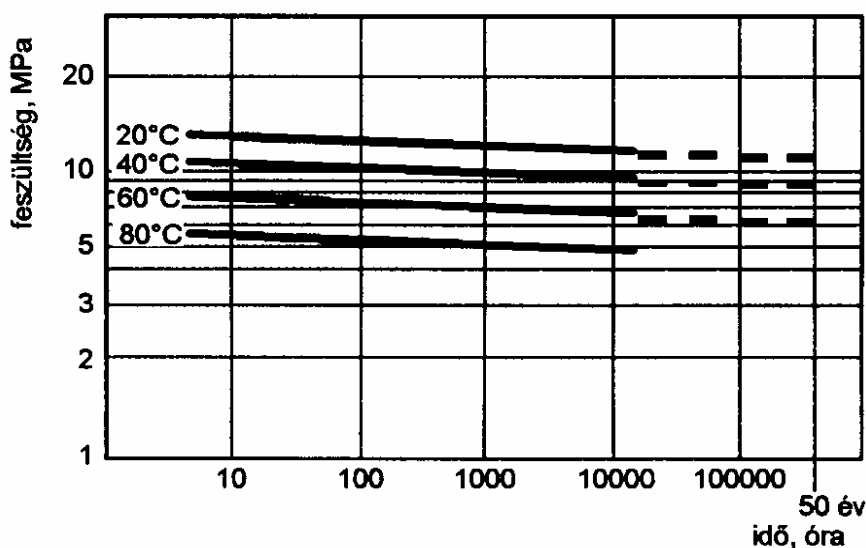
A belső nyomás és a megemelt hőmérséklet hatására a legnagyobb karimafeszültségű helyen „craze”-szerű zóna alakul ki [53, 54]. A rideg repedés a belső falon kezdődik, mely lassan terjed a külső csőfal irányába.

A károsodás másik lehetséges módja, ha másodlagos feszültségek hatására (pl. ütközés vagy hajlítás) indul el a repedés, mely a külső és belső csőfalon is keletkezhet.

Vizsgálata: A legelterjedtebb, és az iparban használt módszer a *tartós nyomásállóság vizsgálat*. A vizsgálandó csövet a szabványban rögzített adott hőmérsékleten (20 és 80 °C), adott ideig (100 és 165 óra), az anyagi minőségtől függő érintő irányú húzófeszültség hatásának teszik ki belső túlnyomással. Az állandó hőmérsékletet víz („water-in-water” test), egyéb folyadék („water-in-liquid” test), vagy levegő („water-in-air” test) biztosítja. A megfelelő anyagnak a körülményeket károsodás nélkül kell elviselnie.

A vizsgálat továbbfejlesztett változatával az MRS besorolást határozzák meg. A tartós szilárdságot a csöveken különböző hőmérsékleteken (20, 40, 60 és 80 °C-on) végzett nyomáspróbákkal mérik. Az eredményeket regressziós számítással feldolgozva meghatározzuk a csőfalban ébredő, tartósan megengedett legnagyobb feszültséget (hoop stress) 20 °C-on 50 évre extrapolálva.

A 10. ábra PE 100 cső élettartam vizsgálatának eredményeit mutatja.



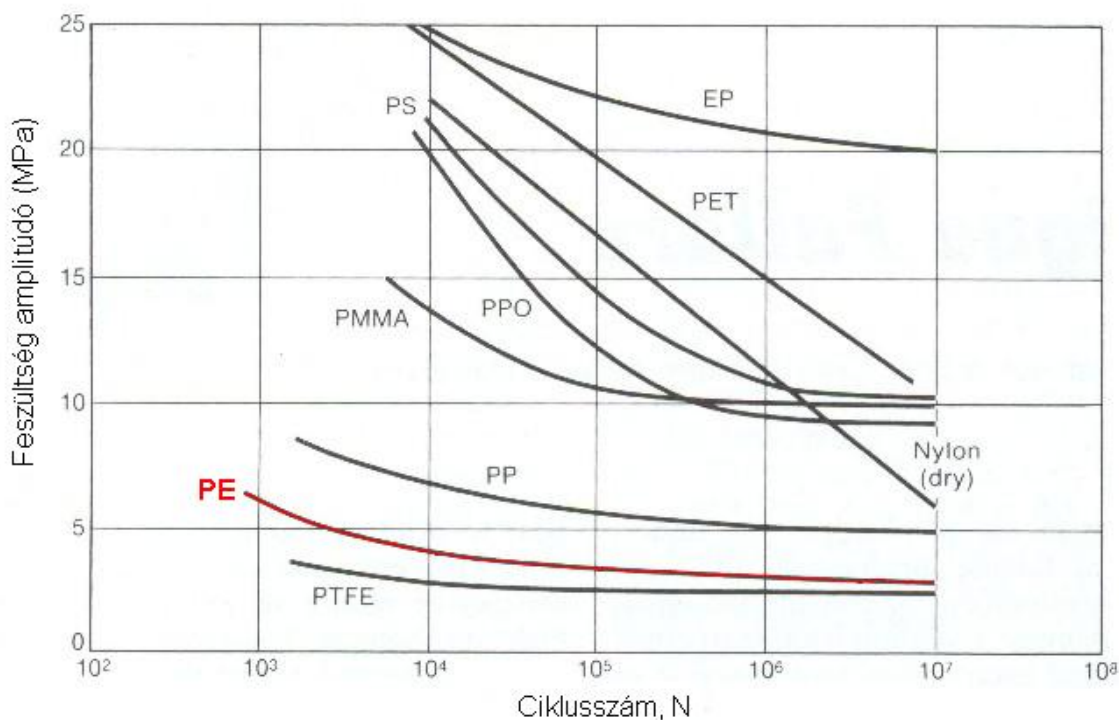
10. ábra: Eltex TUB 121 (PE 100) cső regressziós görbéje

3.5.2. Fáradás, fáradásos repedésterjedés

Fáradás: Ismétlődő terhelés hatására végbemenő törés.

A csövekben uralkodó váltakozó belső nyomás hatására fáradás következhet be. A mikro-mechanizmus kutatói szerint a fáradásos repedéskeletkezés során kiemelt szerepe van a „crazing”-nek [55].

Tradicionális megközelítés során a fáradás élettartam-becslésére a Wöhler-diagramot használjuk, mely a törésig elviselt ismétlési számot mutatja a feszültség függvényében. A 11. ábrán különböző polimerek Wöhler-görbéi láthatóak (frekvencia: 30 Hz).



11. ábra: Különböző polimerek Wöhler-görbéi

A **kifáradási határ** alatti feszültség alkalmazása esetén az anyag nem fárad ki, elvileg végtelen ismétlési számot elvisel, polimerek esetén $10^7 - 10^8$ ciklus.

A polimerek fáradása általában érzékeny a hőmérsékletre, frekvenciára, környezeti hatásokra [56], molekulatömegre és az öregedésre. A hőmérséklet növelésével csökken a kifáradási határ és a repedésterjedéssel szembeni ellenállás.

Tipikus barázdás fáradásos repedésterjedést mutat a 12. ábra. A hibahelyből - mely feszültség koncentrációs pontként működik - elindul egy repedést, mely a ciklikus terhelés következtében körkörösén nő a keresztmetszeten át.



12. ábra: Polietilén cső fáradásos repedésterjedése

Vizsgálata: A gázcsövekre vonatkozó szabványok és előírások nem tartalmazzak fárasztóvizsgálatokat, de kísérleti módszerekkel meghatározhatóak a fáradási tulajdonságok.

A vizsgálatok egyik csoportja ciklikus belső nyomáson, másik ciklikus hajlításon alapszik. A fárasztóvizsgálat során általában bemetszett próbatesten mérjük a repedésnövekedést (Δa), vagy a repedés kinyílást (COD).

3.5.3. Gyors repedésterjedés (RCP)

A gyors repedésterjedés kevésbé általános módja a csövek károsodásának. A folyamat során, ha a terhelés túllép egy kritikus értéket a repedés kb. 200 m/s sebességgel kezd terjedni, majd a hangterjedés sebességét megközelítve instabillá válik, elágazik, oszcillál, végül lelassul és megáll [57, 58].

A gyors repedésterjedés valószínűsége nagyobb a vastagabb falú, nagyobb átmérőjű, magasabb nyomású, alacsonyabb hőmérsékletű környezetben üzemelő csöveknél [59, 60]. Mivel a csövek hűtése csak kívülről történik, a maradó feszültségek nagyon különbözőek lehetnek a külső és belső oldal között. További problémákat jelenthet a hűtés során keletkező hőzsugorodás, melynek eredményeként a külső falon nyomó, míg a középsíkon, a csőfalvastagság felénél húzófeszültségek keletkezhetnek.

A polietilén csövek gyorsrepedés terjedését, repedésterjedéssel szembeni ellenállását Leever és munkatársai vizsgálták kiterjedten. Kidolgoztak egy modellt, mellyel az anyag töréssel szembeni ellenállása elfogadható pontossággal megjósolható [61, 62]. Más kutatók a törési folyamat és a töretfelület között kerestek kapcsolatot [63, 64, 65].

Vizsgálata: A legfőbb vizsgálati módszer az *S4 vizsgálat (Small Scale Steady State Test)* [66, 67], melynek során 0°C-on, egy belülről bemetszett csőben belső túlnyomást hoznak létre, majd egy éles ütőpengével elindítják a gyorsrepedést. A repedés hosszának egy adott érték alatt kell maradnia.

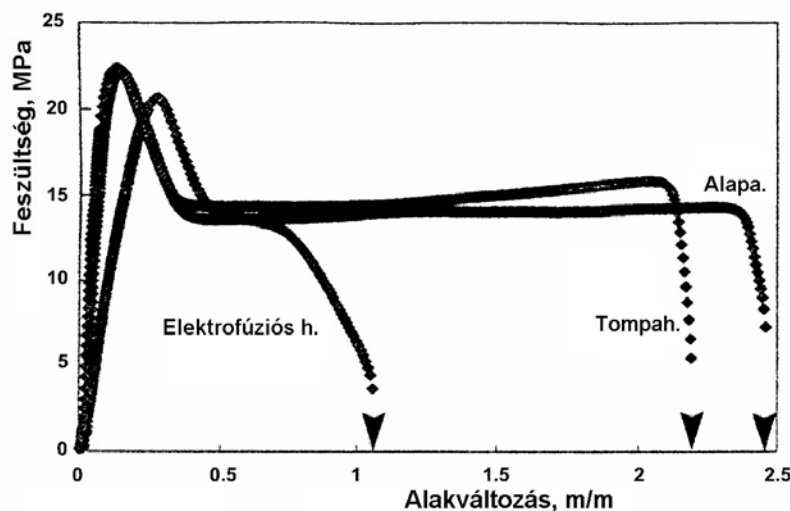
A másik elterjedt módszer az ún. *teljes léptékű gyorsrepedés terjedés vizsgálat (Full Scale Steady State Test)*, melynek kivitelezése bonyolultabb, illetve a vizsgált csőszakasz hegesztett kötést is tartalmaz.

3.5.4. Hegesztett kötések károsodása

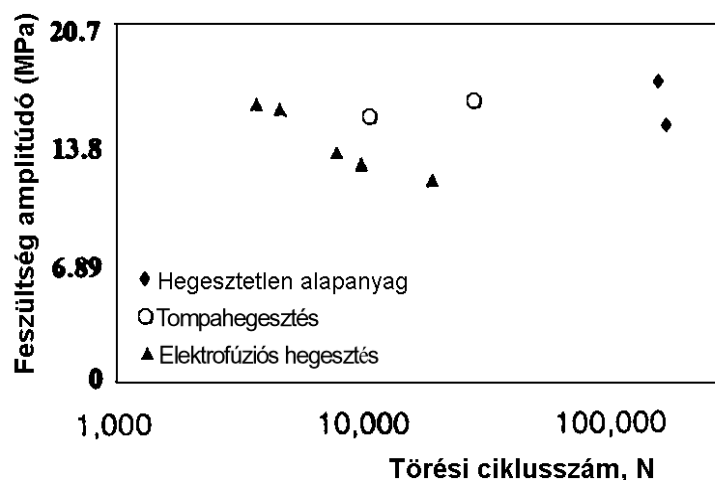
A felhasználási tapasztalatok azt mutatják, hogy a polietilén vezetékek károsodása a legtöbb esetben a hegesztett kötésnél fordul elő [38]. A károsodás bekövetkezhet rossz fűzés, nagy külső terhelés, ütközés és anyaghiba következtében.

A tények ellenére meglehetősen kevés szakirodalom foglalkozik a hegesztett kötések tulajdonságaival, a szerzők általában a statikus mechanikai viselkedést [27, 68] vizsgálják.

Chan és munkatárai [69] elektrofúziós- és tompahegesztés fáradási és szakadási tulajdonságait viszonyította a hegesztetlen anyaghoz. A kísérletek során azt tapasztalták, hogy míg a folyáshatárokból jellemző különbségek nem mutatkoztak (13. ábra), addig a fárasztóvizsgálatok eredményei meglepően alakultak. A hegesztetlen polietilén cső élettartama megközelítőleg ötszöröse a tompahegesztett varraténak (14. ábra).



13. ábra: Polietilén cső és különböző technikával hegesztett kötéseinek húzószilárdságának összehasonlítása



14. ábra: Polietilén cső és különböző technikával hegesztett kötéseinek élettartamának összehasonlítása

Egyes szerzők szerint a varratok tulajdonságai legalább olyan jók, vagy még jobbak, mint a hegesztetlen anyagé [10, 38], míg mások cáfolják ezt a nézetet [68].

A varratszerkezet felderítésével kevesen foglalkoztak, a témával kapcsolatban ellentétes megállapítások találhatók az irodalomban. Egyes szerzők szerint a hegesztett varratokban különböző hőhatásövezetek különíthetők el, melyek mechanikai anyagjellemzői jelentősen eltérnek [70].

Mások olyan rétegeket különítenek el, mely rétegekre elsősorban a különböző szferolit méretek jellemzőek [71].

4. Szakirodalmi összefoglalás, célkitűzések

A szakirodalmi áttekintés alapján a következő megállapítások vonhatók le:

- A polietilén csövek tulajdonságainak vizsgálata napjainkban is széles körben kutatott terület a világon. Annak ellenére, hogy a gázcsövek károsodása sokkal veszélyesebb, mint a vízcsöveké (mivel a szivárgó gáz tüzet, robbanást vagy személyi sérülést okozhat), a gázcsövek károsodásáról jóval kevesebb publikációt találhatunk.
- Magyarországon kevés szakember foglalkozik a műanyaghegesztés elméleti problémáival, a témát inkább gyakorlati szempontok szerint közelítik (a műanyag csőgyártók általában megelégednek a minőségbiztosítási előírásokban szereplő alapvető mechanikai vizsgálatok elvégzésével).
- A PE csövek hegesztett kötéseinek vizsgálatával és a varrat szerkezetének feltérképezésével nagyon kevés publikációban foglalkoztak annak ellenére, hogy a legtöbb károsodás ezen a helyen fordul elő. A kötések tulajdonságaival kapcsolatos ismeretek hiányosak, szerkezetéről található információk ellentétesek és nem megalapozottak.
- A szerkezet tulajdonságokra gyakorolt hatásának vizsgálata a polimerek esetén széles körben kutatott terület, azonban néhány paraméter hatása még tisztázatlan. Az egyes szerkezeti jellemzők makroszkopikus hatásával kapcsolatban ellentétes megállapítások találhatók a szakirodalomban.

Midezek alapján a **kutatómunkám célkitűzései**:

A kutatómunkám célja a tompahegesztés hatásának vizsgálata a polietilén csövek szerkezetére és tulajdonságaira.

Ezen belül célul tűzöm ki egyrészt a napjainkban, a gáziparban alkalmazott különböző minőségű polietilén csövek szerkezetének pontosabb feltérképezését, különös tekintettel a hegesztett varratra és környezetére.

Másrészt feladat a tompahegesztett kötések mechanikai viselkedésének tanulmányozása, a hegesztett kötés és a hegesztetlen alapanyag tulajdonságai közötti lehetséges különbségek feltárása és azok okainak elemzése.

5. Elvégzett kísérletek

A polietilén csövek hegesztett kötéseinek szerkezetének meghatározása során elsődleges jelentőséget tulajdonítottam azon jellemzők vizsgálatának, melyek megváltozhattak a hegesztés folyamata során; illetve elsődlegesen hatást gyakorolnak a mechanikai viselkedésre. Ezek a kristályos hányad, a lamella vastagság, és a kötőmolekulák száma.

A kristályos hányad meghatározására kétféle módszert használtam; a Röntgendiffrakciót (XRD), mely esetben a kristályos reflexiók területéből; illetve a Differenciál Scanning Kalorimetriát (DSC), ahol a kristályos olvadáshő alapján származtatható a kristályos hányad.

Annak ellenére, hogy mindkét módszerrel kristályos hányadot határozok meg, a kétféle eredmény soha nem lehet azonos, mivel a Röntgendiffrakció a szobahőmérsékleten lévő, míg a DSC hőközlés hatására, az olvadáspont körüli kristályos hányadot mutatja.

A kristályok merevítő hatásának következtében az esetleges különbségek, változások fennállása esetén rugalmassági modulusz különbségeket is kell tapasztalnunk, melyet Dinamikus Mechanikai Analízissel (DMA) vizsgáltam.

A lamellavastagságot a kristályos olvadáspontból számítással határoztam meg, majd a lamellavastagságból megkíséréltem következtetni a kötőmolekula koncentrációra.

A mechanikai viselkedés meghatározását statikus és dinamikus terheléssel végzett vizsgálatokkal végeztem. Magyarországon a hegesztési varrat kis sebességű, statikus vizsgálatára vonatkozó előírások szabványosak és széles körben ismertek. Nagy sebességű vizsgálatokkal kapcsolatban azonban kevés adat áll rendelkezésre.

A varratok vizsgálata során fontos, hogy a tengelyirányú húzóterhelést milyen mértékben képes a kötés felvenni. A polimerekre jellemző viszkoelaszticitás és az ebből adódó időfüggő mechanikai viselkedés miatt a vizsgálatok eredményeit a hőmérséklet és a sebesség igen erősen befolyásolják, ennek következtében a meghatározást különböző hőmérsékleten és terhelési sebességgel végeztem.

A csővezetékek üzemelése során fontos ismernünk az anyagok ridegtörési hajlamát, illetve azt, hogy a hegesztett kötés tulajdonságai esetlegesen mennyivel térnek el a hegesztetlen csőétől dinamikus terhelés hatására.

A műanyag termékeket nagy nyírási sebességgel dolgozzák fel, ezért orientáció alakul ki a termékben, melyet figyelembe kell venni az alkalmazáskor, mert fontos tényező lehet a károsodásnál.

Az alakváltozási sebesség és a hőmérséklet nagymértékben befolyásolja a kis- és nagymértékű alakváltozások tartományában mérhető anyagtulajdonságokat (rugalmassági modulusz, szakítószilárdság, ütőszilárdság). Emellett a csővezetékek esetén fontos az üzemelési körülmények közötti viselkedés vizsgálata.

Ennek következtében a polietilén csövek és hegesztett kötéseik dinamikus terhelés hatására mutatott viselkedésének meghatározása magába foglalta a hegesztetlen alapanyagok és a varratok összehasonlítását, az orientáció, a hőmérséklet, és a terhelési sebesség hatásának megítélését.

A mechanikai viselkedés feltárásához műszerezett ütésvizsgálatot és szakítóvizsgálatot használtam. A töretfelületek elemzését makrofényképek és Scanning elektronmikroszkópos (SEM) felvételek alapján végeztem.

5.1. Vizsgált anyagok

A kísérletek során az Uponor Műanyag Csőrendszer Kft., Upogas PE 80 és PE 100 jelű, 160 mm névleges külső átmérőjű, 9.8 mm névleges falvastagságú gázcsöveit vizsgáltam. A PE 100 csővezetékek korszerűbbek, jobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek. A csőosztályok fontosabb jellemzőit a 3. táblázat mutatja [72].

3. táblázat: A különböző csőosztályok jellemzői

Tulajdonságok	PE 80	PE 100
Fejlesztési osztály	2. generáció	3. generáció
MRS (min. megkövetelt tartósszilárdság), MPa	8	10
Maximális üzemi nyomás, bar	6,3	8

A PE 80 jelű csövek alapanyaga nagy sűrűségű polietilén, a TVK Rt. által gyártott Tipelin márkanévű, hexén-1 - polietilén kopolimer.

A PE 100 jelű csövek alapanyaga bimodális móltömegeloszlású HDPE, a Borealis HE 2490 márkajelű kompaundja.

Az alapanyagok fontosabb tulajdonságait a 4. táblázat mutatja.

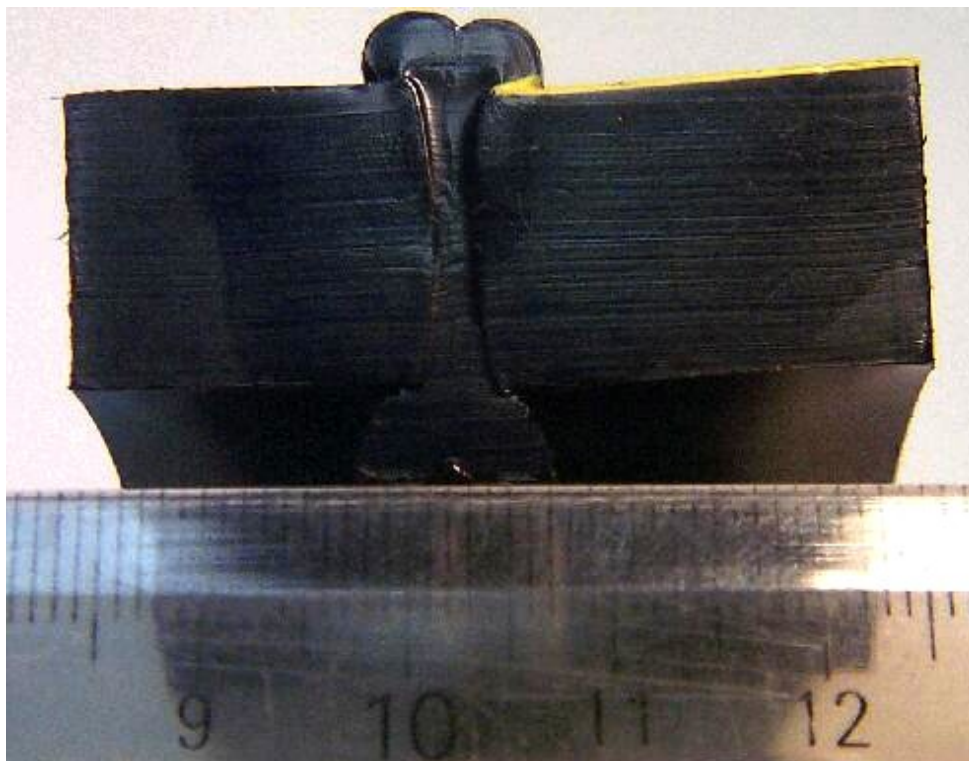
4. táblázat: Az alapanyagok fontosabb tulajdonságai [73, 74]

Tulajdonságok / jellemzők	Szabvány	PE 80	PE 100
Típus		HDPE	HDPE
Móltömeg eloszlás		monomodális	bimodális
Kopolimer		hexén-1	?
Korom tartalom (%)		2,25	2,30
Sűrűség (kg/m ³)	ISO 1183D	953	961
MFI, 190°C/5.0kg (g/10perc)	ISO 1133	0,5	0,4
Lin. hőtágulási együttható (mm/mK)	ASTM D 696	0,20	0,13
Hővezetés (W/mK)	DIN 52 612	0,40	0,40

Megkíséreltem felvenni a kapcsolatot az alapanyaggyártókkal, hogy még több információt gyűjtsék az alapanyagok összetételéről, szerkezetéről, előállítási technológiájáról, azonban próbálkozásom nem járt sikerrel.

A tompahegesztést a Dunagáz Rt. munkatársai végezték. A hegesztés hőmérséklete 190°C, a hegesztő nyomás 15 N/cm² volt.

A hegesztett varrat kontúrja UV-fény vagy hőközlés segítségével szemmel láthatóvá tehető. A tompahegesztett kötést a 15. ábra szemlélteti.



15. ábra: Polietilén cső tompahegesztett kötésének UV fény hatására kirajzolódott kontúrja

A képen látható, hogy egy 160 mm névleges átmérőjű cső hegesztett kötésének szélessége a varrat közepén csupán 1 – 2 mm, a csőfal irányába kissé kiszélesedik. Ez a „csont” alakú zóna tartalmazza a hegesztés során megömlött, majd megdermedt anyagot. A kötés kialakításához szükségtelen megömlött anyag a nyomás hatására kipréselődik; a varratnak ez a része az úgynevezett varratdudor.

A kísérletek során a hegesztési zónát vizsgáltam. A mechanikai vizsgálatokat megelőzően a varratdudort minden esetben mechanikus úton lemunkáltam, hogy a megnövekedett térfogat ne befolyásolja a vizsgálatok eredményeit.

A vizsgálatok során nehézséget jelentett, hogy a varrat esetén nagyon kis tartományokat kell vizsgálni, így a különböző tulajdonságok meghatározásához megfelelő módszereket kellett keresnem, illetve fejlesztenem.

5.2. Vizsgálati módszerek, berendezések

5.2.1. Röntgendiffrakció (XRD)

A röntgendiffrakciós módszer a tér periodicitását képezi le, ennek következtében az egyik legalkalmasabb módszer az anyagszerkezet feltérképezésére. A röntgenfelvételekből többféle információ kideríthető mind az atomszerkezettel (atomok helyzete a kristályos fázisban, a kristályos elemi cella méretei, a láncszegmensek elhelyezkedése a cellában), mind a mikroszerkezettel (kristályos hányad, a kristályos részek méretei) kapcsolatban.

A kísérleteket SEIFERT HZG4 (PE 80 anyagok vizsgálata) és BRUKER AXS D8 ADVANCE (PE 100 anyagok vizsgálata) típusú készülékekkel végeztem.

5.2.2. Differenciál Scanning Kalorimetria (DSC)

A DSC mérések kis anyagmennyiségből, rövid idő alatt sok információt adnak a polimerekről. Felhasználhatóak a polimer olvadási hőmérsékletének, olvadási tartományának, kristályosságának, fázisátalakulásainak, kristályosodási, ill. térhálósodási kinetikájának, fajhőjének, feszültségi állapotának meghatározására.

A DSC módszer azt a hőmérsékletkülönbséget méri, amely a vizsgálandó minta és egy ismert referencia anyag között kialakul, miközben a két anyagot azonos energia közlésével vagy elvonásával melegítik, vagy hűtik.

Az olvadási görbék felvételét DUPONT 990 típusú berendezéssel végeztem.

5.2.3. Dinamikus Mechanikai Analízis (DMA)

A DMA (Dynamic Mechanical Analysis) az anyagok belső szerkezetének vizsgálatára alkalmas módszer, amely a molekuláris mozgásokat, átmeneteket érzékeli a hőmérséklet vagy a frekvencia függvényében.

A vizsgálandó anyagot egy szinuszosan váltakozó feszültséggel terheljük általában állandó frekvencia és amplitúdó mellett, miközben a hőmérsékletet változtatjuk. Az állandó amplitúdó eléréséhez szükséges erőt mérjük a hőmérséklet függvényében. Ennek az erőnek a nagysága az anyag adott hőmérsékleten lévő belső állapotától függ. Az anyagnak a terheléssel szembeni válaszából így az anyag belső állapotainak változásaira következtethetünk.

A kísérleteket REOMETRICS MK III készülékkel végeztem.

5.2.4. Szakítóvizsgálat

A szakítóvizsgálat az egyik legfontosabb statikus mechanikai vizsgálat, mely az anyagok húzóterheléssel szembeni ellenállásának meghatározására alkalmas. A szakítókísérletből fontos információk nyerhetők az anyag minőségéről, homogenitásáról és szerkezetéről.

A vizsgálatokat INSTRON 6025 univerzális szakítógéppel végeztem, a jelkövetés optikai extenzométer segítségével történt.

5.2.5. Műszerezett ütésvizsgálat

A műszerezett ütésvizsgálat során nemcsak az ütésre fordított energiát határozhatjuk meg, hanem az erőt is regisztráljuk a vizsgálat közben, így lehetőségünk van az anyagok viselkedéséről, a törési folyamatokról több információt nyerni. A törés többlépcsős folyamatként elemezhető.

A kísérleteket CEAST RESIL 15/25 műszerezett ütőművel végeztem (16. ábra).



16. ábra: CEAST RESIL 15/25 műszerezett ütőmű és az adatgyűjtő rendszer

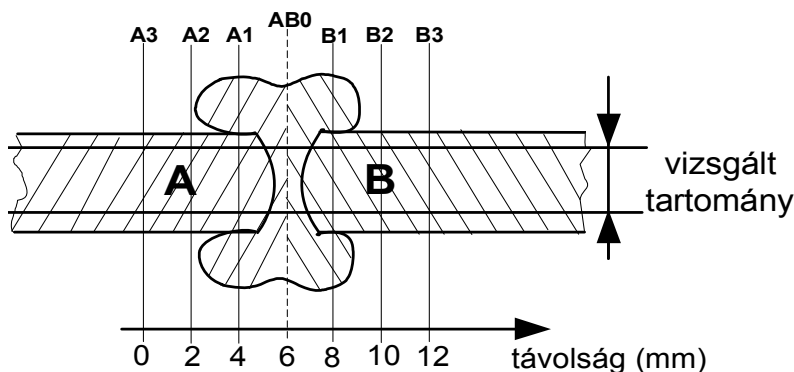
A vizsgálat közben az erőmérés az ingafejben elhelyezkedő ütőél oldalfelületeire ragasztott nyúlásmérő bélyegek segítségével történik. A bélyegek és az érzékelők jelei mérőerősítőkön keresztül jutnak az adatgyűjtő eszközbe, amely digitális tárolós oszcilloszkóp. Az adatgyűjtés indítása belső triggerrel történt.

A SEM felvételeket AMRAY 1830 típusú berendezéssel, és a rátelepített EDAX EDS mikroszondával készítettem.

5.3. Kísérleti körülmények

5.3.1. Röntgendiffrakció

A méréseket PE 80 és PE 100 jelű csöveken és tompahegesztéssel készült varrataikon végeztem. A varrat feltételezett közepétől 6 – 6 mm távolságra - a hegesztetlen alapanyagtól indulva – vettem mintákat. A körülbelül 4x10x20 mm-es próbatesteket a csőfalra merőlegesen vágtam ki, kis sebességű mechanikai megmunkálással. A sugárral meglőtt felületek 2 mm távolságra helyezkedtek el egymástól (17. ábra).



17. ábra: Mintavétel röntgendiffrakciós vizsgálathoz

A mintákat Cu/Co $K\alpha$ sugárzással vizsgáltam, 40 kV gyorsítófeszültséggel. A reflexiókat $2\Theta = 5^\circ - 55^\circ$ tartományban gyűjtöttem, 5s gyűjtési idővel.

A felvételekből meghatároztam a kristályos fázisok reflexióit, majd a diffrakciós csúcsok integrál intenzitásából a kristályos hányadot. A kvantitatív szerkezet meghatározás legnagyobb problémája az, hogy nem áll rendelkezésre hibátlan és 100 %-ban kristályos polietilén etalon minta.

5.3.2. Differenciál Scanning Kalorimetria

A mérésekhez PE 80 és PE 100 minőségű cső varratát daraboltam fel mechanikus úton az alapanyagtól indulva. A mintavétel hasonló módon történt, mint a röntgendiffrakciós vizsgálatoknál, de a minták vastagsága egy nagyságrenddel kisebb, 0.2 mm.

A vizsgálathoz a szeletekből 4 mm átmérőjű korongokat vettem ki, melyek tömege kb. 2 - 3 mg. A kis mennyiségű minta hőmérséklete gyorsan változtatható, és a vastagság okozta hőátadási problémák nem jelentkeznek. A méréseket 40 - 180°C hőmérséklettartományban végeztem. Fűtési sebesség 4°C/perc volt.

A DSC görbék alatti területekből kristályos hányadot, az olvadáspontból lamella vastagságot határoztam meg.

A vizsgálatokat az ISO 11357-1.2 szabvány szerint végeztem.

5.3.3. Dinamikus Mechanikai Analízis

A meghatározáshoz a PE 80 és PE 100 jelű csövekből és hegesztett kötéseik közepéből körülbelül 1x10x40 mm-es metszeteket vettem ki.

Vizsgálati hőmérséklettartomány: $-140 - +100^{\circ}\text{C}$ volt. A vizsgálatokat 1 Hz frekvencián végeztem.

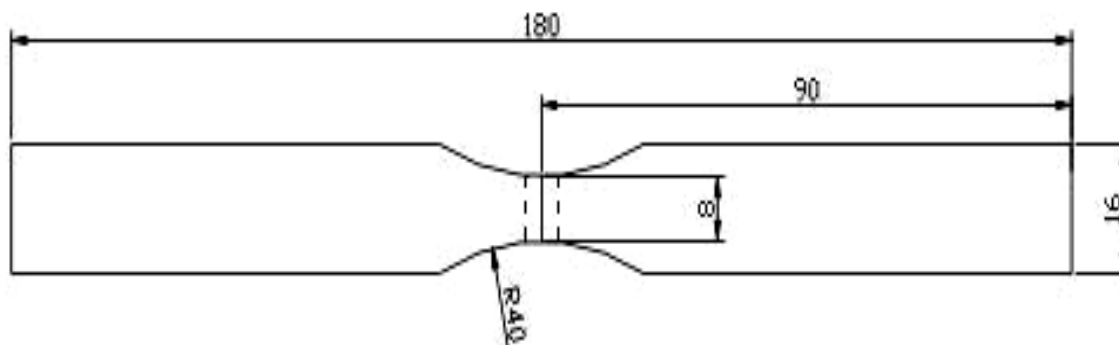
A vizsgálat során a rugalmassági modulusz (E), ill. a veszteségi tényező ($\tan\delta$) változását mértem a hőmérséklet függvényében.

A kísérleteket az ISO 6721-1:2001 szabványnak megfelelően végeztem.

5.3.4. Szakítóvizsgálatok

A viszkoelasztikus tulajdonságok következtében a vizsgálatokat szobahőmérsékleten és -40°C -on végeztem. A szakítási sebesség 5 mm/perc és 50 mm/perc volt.

A csőpalástokból és a hegesztett kötésekből 3 - 3 db szabványos, forgácsolással kimunkált próbatestet vettem ki (18. ábra), a hegesztett kötésből a varratra merőleges irányban. A próbatestek mérete 9.8x16x180 mm, mely közepén szűkítéssel van ellátva. A szűkítés biztosította, hogy a próbatest a kötésnél szakadjon.



18. ábra: Csőanyagok vizsgálatára alkalmazott szabványos szakítópróbatest

A szakítógép temperálható mérőtérrel volt ellátva, ahol mind a próbatestek, mind a befogószerkezet hőmérséklete állandó. A hűtés elpárologtatott cseppfolyós nitrogénnel történt 30 percig. A mérés során a jelkövetés optikai extenzométerrel történt.

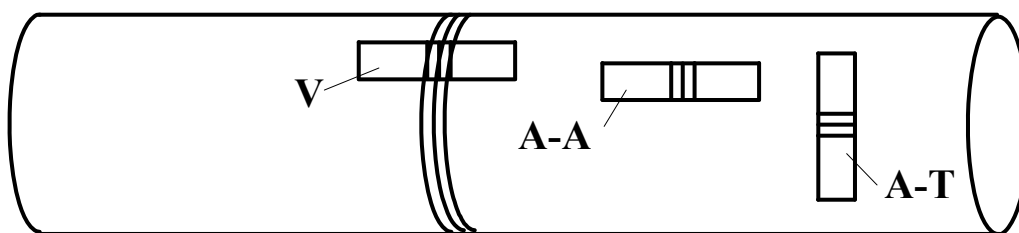
A szakítóvizsgálatokat az EN 12814-6 szabványnak megfelelően végeztem.

A szakítódigramokból a folyáshatárt, a folyáshatárhoz tartozó nyúlást és a szakadási nyúlást határoztam meg.

5.3.5. Műszerezett ütésvizsgálatok

A hagyományos és műszerezett ütésvizsgálat feltételeit az ISO 179 szabvány írja le, melyben az alapanyag vizsgálat próbatest méretét elsősorban fröccsöntött és sajtolt többcélú próbatestekre dolgozták ki. A szabvány szerint az előnyben részesített próbatest méret 4x10x80 mm. Ezzel szemben a vizsgálataim során 10x10x55 mm-es, V-bemetszésű próbatesteket használtam, melynek nagy előnye, hogy a szabványos falvastagságú csövekből többféle irányban is ki lehet munkálni. Ezek a próbatestek összehasonlító vizsgálatokhoz teljesen megfelelőek.

A próbatesteket a hegesztetlen csőpalástból axiális (extrudálási irány) és tangenciális (extrudálásra merőleges irány) irányokban, a hegesztett kötéstől axiális irányban vettem ki (19. ábra).



19. ábra: Mintavétel műszerezett ütésvizsgálathoz (A-A: alapanyag-axiális irány, A-T: alapanyag-tangenciális irány, V-hegesztett varrat (axiális irány))

A kalapács (inga) teljes energiája minden esetben 15 J volt.

A mérések során erő - idő diagramokat regisztráltam, melyekből erő – behajlás diagramokat számoltam. A törési diagramokból az ütőszilárdságot, a maximális erőt és a maximális behajlást határoztam meg.

A töretfelületek elemzését makrofényképek és scanning elektronmikroszkópos felvételek segítségével végeztem. A SEM felvételekhez a felületeket aranyréteggel vontam be, hogy elkerüljük a polimer elektronsugárzás okozta károsodását, és a felületet vezetővé tesszük. Gyorsítófeszültség: 25kV. A felvételek 75x, 750x, 4000x nagyításban készültek.

5.3.5.1. Alapanyag és varrat összehasonlítása

A vizsgálatokat szobahőmérsékleten, 3.7 m/s sebességgel végeztem. Az alapanyagból és a varratból 3 - 4 db próbatestet vettem ki a csőfalból, az extrudálás irányában.

5.3.5.2. Az orientáció hatása

A vizsgálatokat szobahőmérsékleten, 3.7 m/s sebességgel végeztem. Az hegesztetlen csőfalból 3 - 4 db próbatestet vettem ki az extrudálás (axiális), és az arra merőleges (tangenciális) irányban.

5.3.5.3. A hőmérséklet és terhelési sebesség hatása

A csőpalástokból és a hegesztett kötésekből 1 - 1 db próbatestet munkáltam ki. A vizsgálatokat különböző hőmérsékleteken, három terhelési sebességgel végeztem. A vizsgálati hőmérsékletek és sebességek a következők voltak:

- $T = 28\text{ }^{\circ}\text{C}, 0\text{ }^{\circ}\text{C}, -20\text{ }^{\circ}\text{C}, -40\text{ }^{\circ}\text{C}, -60\text{ }^{\circ}\text{C}, -80\text{ }^{\circ}\text{C}, -100\text{ }^{\circ}\text{C}$
- $v = 3.677\text{ m/s}, 1.916\text{ m/s}, 0.992\text{ m/s}$

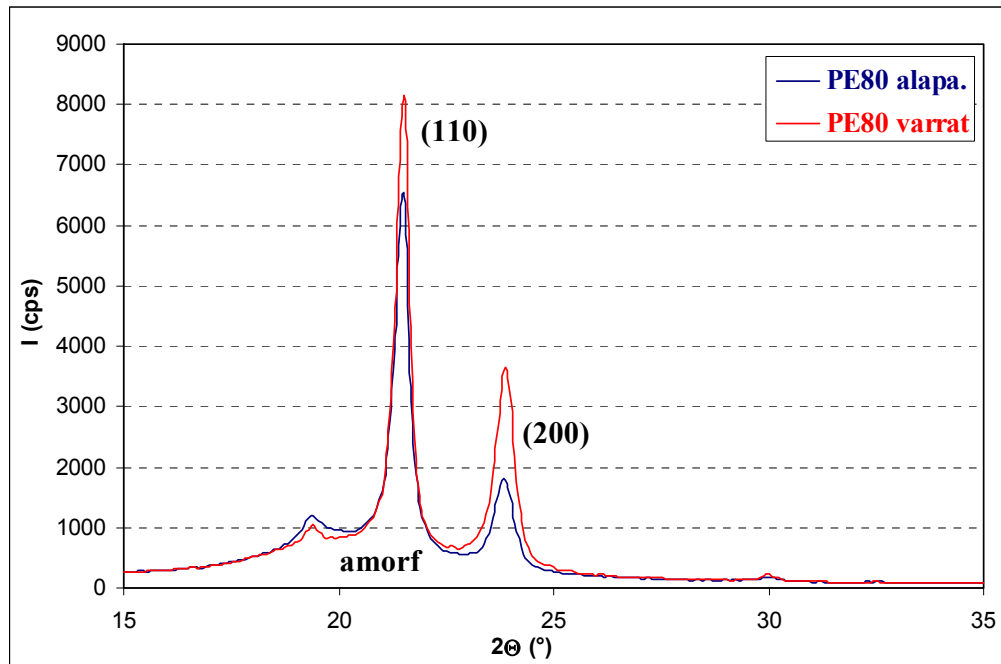
A próbatestek hűtése cseppfolyós nitrogénben történt.

6. Eredmények, következtetések

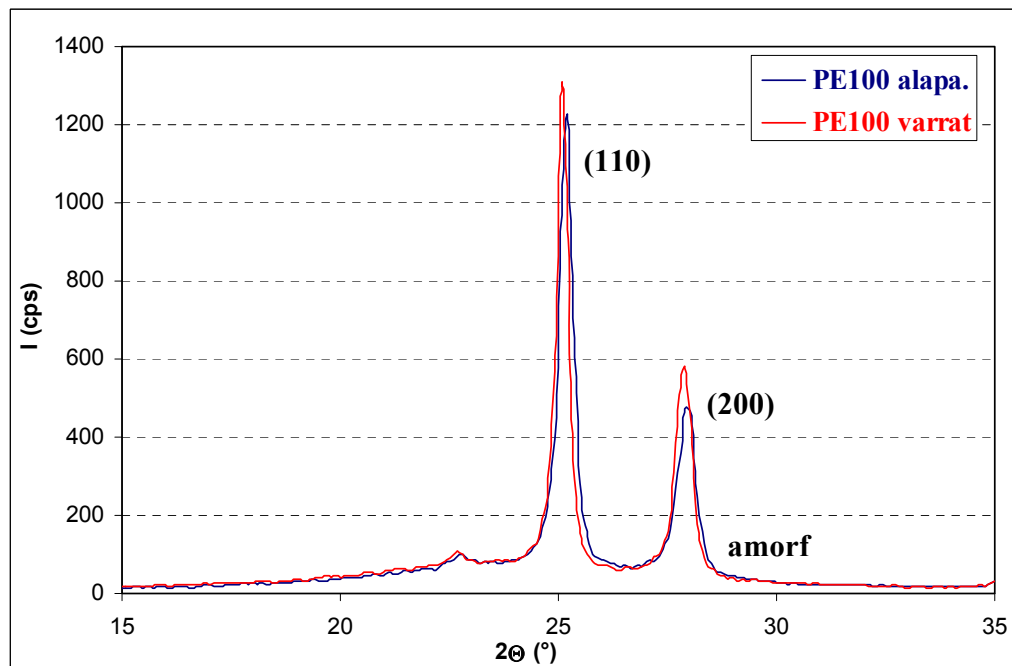
6.1. Kristályos hányad meghatározása

6.1.1. Röntgen diffrakció

A 20. ábrák a vizsgált minták jellegzetes diffraktogramjait mutatják 15 - 35° között.



20.a. PE 80 hegesztetlen anyag és varrat



20.b. PE 100 hegesztetlen anyag és varrat

20. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csőből származó minta egy - egy jellegzetes diffrakciós görbéje

A különböző minőségű anyagok hasonló diffrakciós görbéket eredményeztek. A felvételtől látható, hogy a kristályos interferencia az (110) és (200) síkokról jött létre mindkét anyag esetén. A csúcsok közötti háttéremelkedés a polimer amorf hányadának köszönhető.

A kétféle anyagot összehasonlítva azt tapasztaljuk, hogy az amorf hányadra utaló háttéremelkedés a PE 80 anyagnál jelentősebb. A varratokat a hegesztetlen anyaghoz viszonyítva kismértékű különbségek láthatók a reflexiók intenzitásában.

A reflexiók szögértékének eltolódása a kétféle minőségű anyag esetén a különböző berendezésnek – különböző sugárzásnak – köszönhető.

Az (110) előtti kis intenzitású csúcsot valószínűsíthetően vagy egy idegen anyag (pl. stabilizátor) okozza, vagy ez a csúcs az (110) $K\beta$ reflexiója.

A Bragg-egyenlet (2) alapján kiszámítva az (110) csúcs és a kis reflexió $\sin\Theta$ arányát, a hányados 0,9 - 1, mely megegyezik a sugárzás $K\alpha / K\beta$ arányával, így a kis reflexió valószínűsíthetően a $K\beta$. Monokromátor alkalmazásával a $K\beta$ kiszűrhető lenne, így nem befolyásolná a mérést.

$$n\lambda = 2d \sin\Theta \quad (2)$$

ahol n a reflexió rendősége, λ az alkalmazott hullámhossz, d az atomsíkok közötti távolság, Θ a Bragg-szög (a beeső és diffraktált sugár iránya közötti szög fele).

A kristályos hányadot a kristályos és amorf fázisok által szórt reflexiók intenzitás-eloszlás függvények integráljai alapján határozzuk meg.

A röntgenfelvételekből a kristályosság megállapításához háromféle szórásértéket, kell meghatározni: a háttérszórás, az amorf szórás és a kristályos szórás, vagyis a diffrakciós görbék területeit kell számolnunk.

A háttérleválasztás után meghatározzuk az amorf görbe lefutását. Az amorf görbét a kristályos csúcsok közötti minimumnál jelöltem ki.

A kristályos hányad a teljes kristályos (T_{kr}) és a teljes amorf (T_{am}) szórásokból:

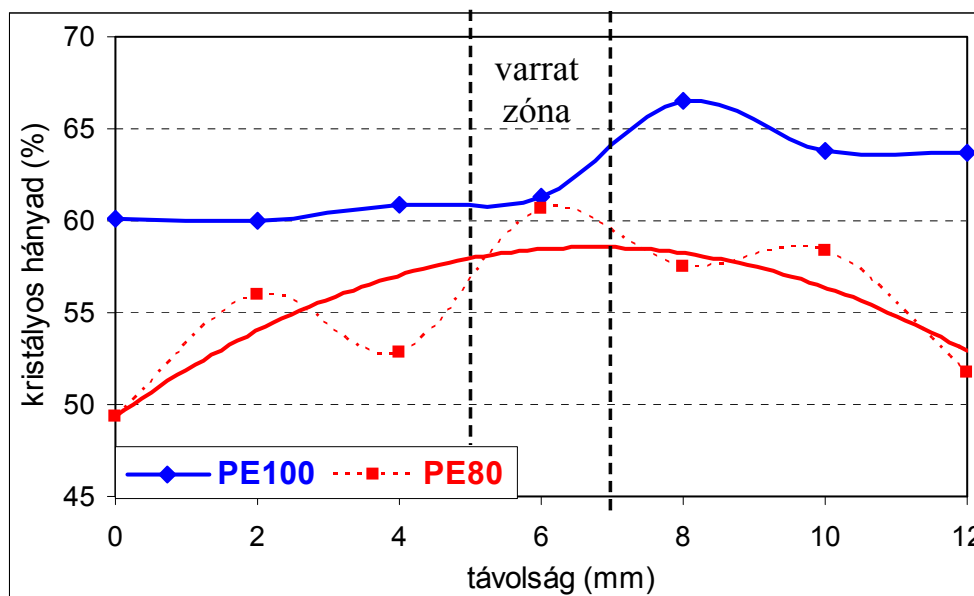
$$X = \frac{T_{kr}}{T_{kr} + T_{am}} = \frac{W_{110}^{-1} I_{110} + W_{200}^{-1} I_{200}}{W_{110}^{-1} I_{110} + W_{200}^{-1} I_{200} + W_{am}^{-1} I_{am}} \quad (3)$$

ahol I_{110} , I_{200} , I_{am} az (110), (200) kristálytani síkokról, illetve az amorf részről jövő diffrakciós csúcsok integrál intenzitása (csúcs alatti terület), W_{110} , W_{200} , W_{am} az 110, 200 csúcsokhoz, illetve az amorf szóráshoz tartozó szögfaktorok.

A szögfaktor a polarizációs faktor (P) és a Lorentz faktor (L) szorzata; értéke kizárólag a Θ szögtől függ:

$$W = P + L = \frac{1 + \cos^2 2\Theta}{\cos \Theta \cdot \sin^2 \Theta} \quad (4)$$

A különböző anyagok kristályos hányadának változását az alapanyagtól indulva a varraton keresztül a 21. ábra mutatja.



21. ábra: Kristályosság változás a PE 80 és PE 100 cső tompahegesztett varrata mentén, a hegesztetlen anyagtól indulva, röntgendiffrakcióval mérve

Az eredmények azt mutatják, hogy a különböző minőségű anyagok kristályos hányadában eltérések vannak. A PE 80 anyag kristályos hányada 50 - 60 %, míg a PE 100 anyagé 60 - 67 %, tehát a PE 100 anyagnak körülbelül 10 %-kal nagyobb a kristályos hányada.

A szaggatott vonalak a szemmel megállapított varrat zónát jelölik, melyek körülbelül 5 - 7 mm között található. A hegesztett varrat, és a hegesztetlen anyag kristályossági fokában kismértékű különbségek találhatók, a kristályosság a varrat közepéhez közeledve nő, majd egy maximumot elérve ismét csökken. A varrat és a hegesztetlen anyag kristályosság különbsége a PE 80 anyagnál körülbelül 10 %, a PE 100 anyag esetén körülbelül 6 %.

Az eredmények alapján elmondható, hogy a szemmel látható varratzóna nem mindig egyezik meg a hegesztés feltételezett termikus közepével. A megállapítás elsősorban a PE 100 anyag esetére igaz, ahol a hegesztés termikus közepe a mérési eredmények alapján 8 mm körül található.

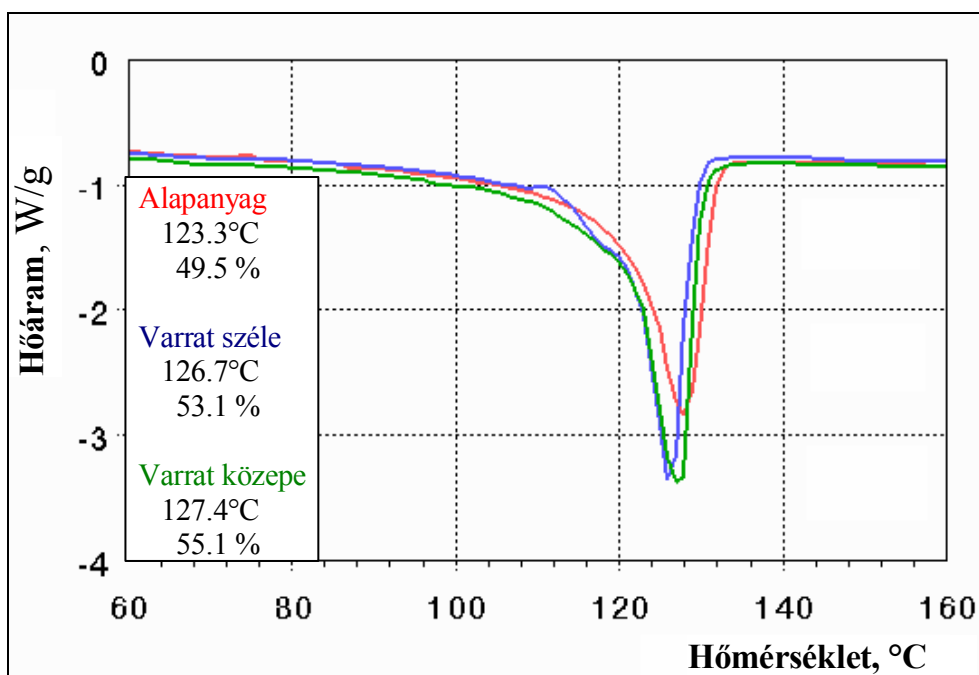
A varratzóna két oldalán, a hegesztetlen anyagok kristályosságbeli különbségéből arra következtethetünk, hogy a csövek különböző gyártási folyamatokból származtak, vagy a hegesztőtükör két oldala nem volt azonos hőmérsékletű.

A PE 80 anyag esetén az adatok szórása jelentősebb.

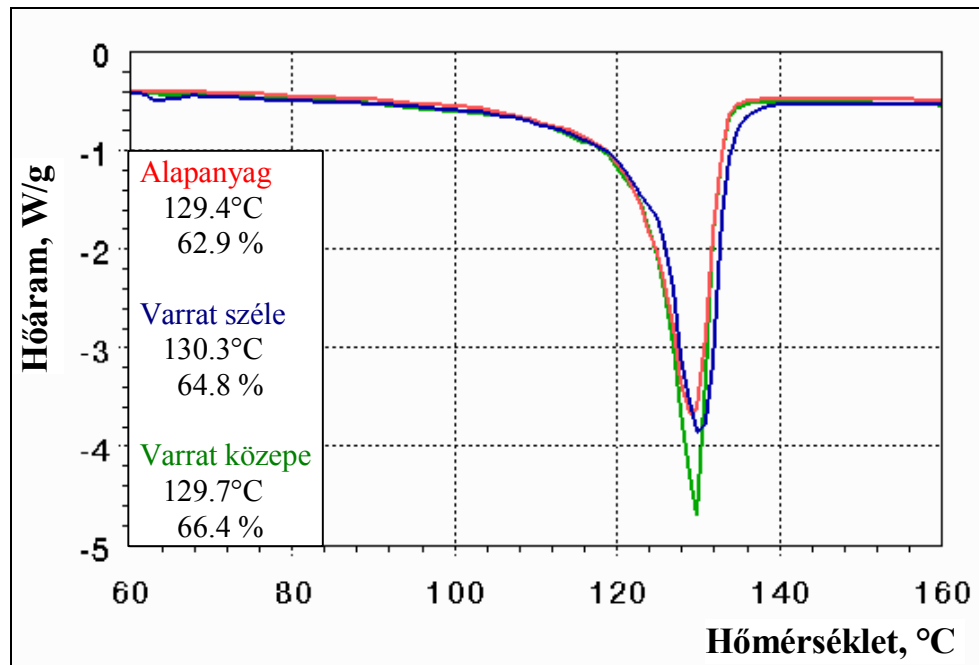
Mivel a hegesztett varrat méretéhez képest a metszetek viszonylag vastagok, ezért a mérési eredmények csupán a nagy térrészben lévő átlagot mutatják, a kristályos hányad egy adott térfogat átlaga.

6.1.2. Differenciál Scanning Calorimetria

A 22. ábrákon a különböző anyagok jellegzetes olvadási görbéit láthatjuk az alapanyagból, a varrat széléből, és a varrat közepéből.



22.a. PE 80 anyag



22.b. PE 100 anyag

22. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagokból és hegesztett kötéseikből származó, különböző helyzetű minták jellegzetes DSC görbéi

A diagramokból látható, hogy a polietilén olvadása egy széles hőfoktartományt ölel át, körülbelül 100 °C -on elkezdődik a tökéletlen kristályok olvadása, 135 °C közelében már a teljes polimer ömledék állapotú.

A PE 100 anyag olvadáspontja néhány °C-kal magasabb, olvadáshője nagyobb, mint a PE 80 anyagé.

A hegesztetlen anyagok és a hegesztett kötések között csak kismértékű eltérések tapasztalhatók az olvadáspontban és az olvadáshőben, a DSC görbék alapján.

A kristályosság változása az olvadáshő változásában jelentkezik.

A DSC módszerrel a polimerek kristályosságát a tökéletesen kristályos polimer olvadáshőjének ismeretében a minta tömegéből és a mért olvadáshőből lehet meghatározni:

$$X = \frac{\Delta H_{\text{mért}}}{\Delta H_{\text{kristályos}}} 100 \quad (5)$$

A 100 %-ban kristályos polietilén olvadáshője 293 J/g. Mivel tökéletesen kristályos polietilént nem lehet előállítani, az olvadáshője egy számított érték, mely az eredményeket illetően némi bizonytalanságot jelent. Emellett tovább nehezíti a kiértékelést az olvadási DSC görbe alapvonalának kijelölése, amit az olvadási tartomány kiszélesedése, esetleg a nemlineáris alapvonal okoz.

A kétféle csőanyag kristályos hányad változását a hegesztetlen anyagtól indulva a varrat mentén a 23. ábrák mutatják. A varrat zónát szaggatott vonalak jelölik.

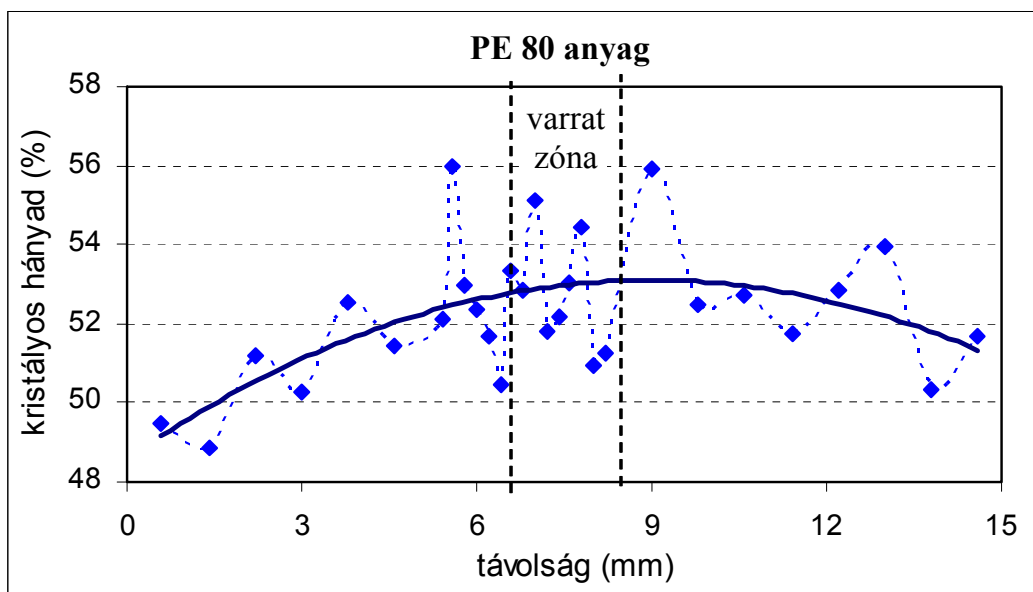
Az eredmények jó korrelációt mutatnak a röntgendiffrakciós vizsgálatból meghatározott értékekkel.

A PE 100 anyag kristályossága körülbelül 63 – 64 %, a PE 80 anyagé 49 – 51 %, vagyis a bimodális moltömegeloszlású anyag kristályos hányada magasabb.

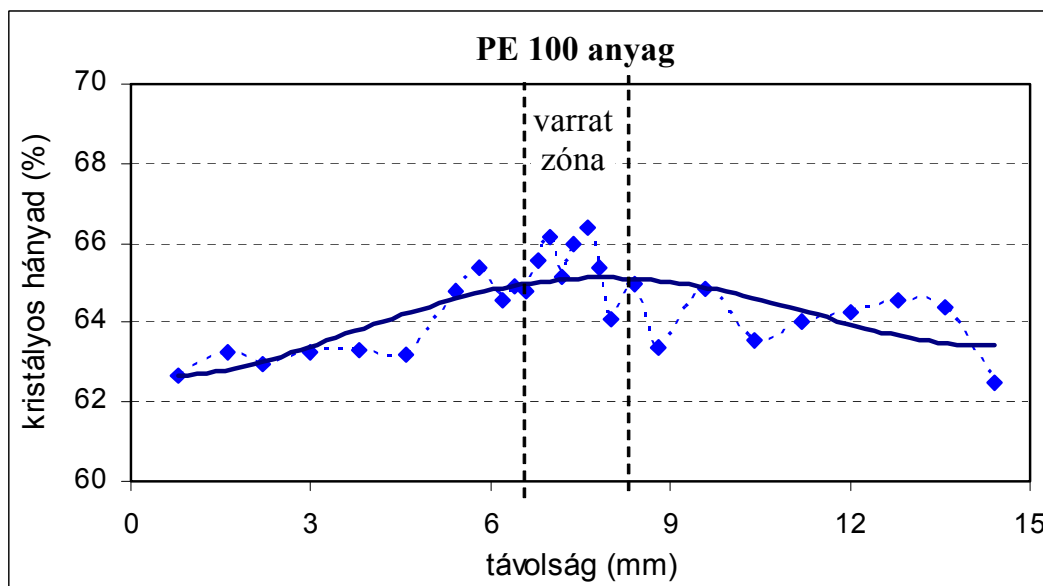
A hegesztett varrat és a hegesztetlen anyag kristályossági fokában kismértékű különbségek találhatók. A kristályos hányad folytonosan változik a varrat mentén, a maximális kristályosság a varratközép környékén található.

A változás a PE 80 anyag esetén szignifikánsabb, mert a kristályosságbeli eltérés átlagban körülbelül 4 – 5 % az alapanyag és a varrat között, míg a PE 100 anyagnál ez csupán 2 – 3 %.

A PE 80 anyag esetén a cső két oldalának kristályosságbeli eltérései alapján arra következtethetünk, hogy a két összehegesztett cső különböző gyártási folyamatból származik, vagy a hegesztőtűkór két oldala nem volt teljesen azonos hőmérsékletű.



23.a. ábra: PE 80 anyag



23.b. ábra: PE 100 anyag

23. ábrák: Kristályos hányad változás a PE 80 és PE 100 cső tompahegesztett varrata mentén, a hegesztetlen anyagtól indulva, DSC módszerrel mérve

A PE 80 anyag vizsgálati eredményeinek szórása jelentősebb. Az adatok szórása egyrészt adódhat a vizsgálat természetes szórásából, mert a kiértékelés során a görbe alapvonalának kijelölése szubjektív, másrészt az alapanyag inhomogenitásából. Mivel minden vizsgálatot azonos körülmények között végeztem, feltételezhető, hogy a PE 80 anyag inhomogenitása jelentősebb.

A hegesztetlen anyag inhomogenitásának meghatározására 3-3 mintát vettem az alapanyagok különböző részeiről, a hegesztett varrattól távoli helyről.

A vizsgálat során azt tapasztaltam, hogy a különböző helyről származó minták kristályos hányadában a PE 100 anyag esetén átlagban 0,8 %, a PE 80 anyag esetén átlagban 1,5 % az eltérés. Tehát a PE 80 anyag inhomogénebb szerkezetű.

Mindezt figyelembe véve helytálló az a megállapítás, miszerint az alapanyagtól a varrat közepe felé haladva kismértékben nő a kristályos hányad.

Az alapanyagok kristályos hányadának eltéréseiből arra következtethetünk, hogy a bimodális PE 100 anyagot nagyobb mennyiségű kristályosodásra képes lánc alkotja. Azaz a kis moltömegű frakciója feltételezhetően nagyobb mennyiségű, mint a hagyományos, monomodális PE 80 anyag esetén.

A hegesztett kötés magasabb kristályosságából feltételezhető, hogy mivel az anyag a hegesztési varrat közepén hűl a leglassabban, a hőelvonás itt a legkisebb, ezért a legmagasabb a kristályossági fok.

Lehetséges, hogy egy nagyon vékony határrétegben, ahol a csővégek összeérnek anomális viselkedést tapasztalunk. (például a molekulaláncok kisebb mértékű szabályossággal tudnak csak összeépülni, emiatt lecsökkenhet a kristályosság).

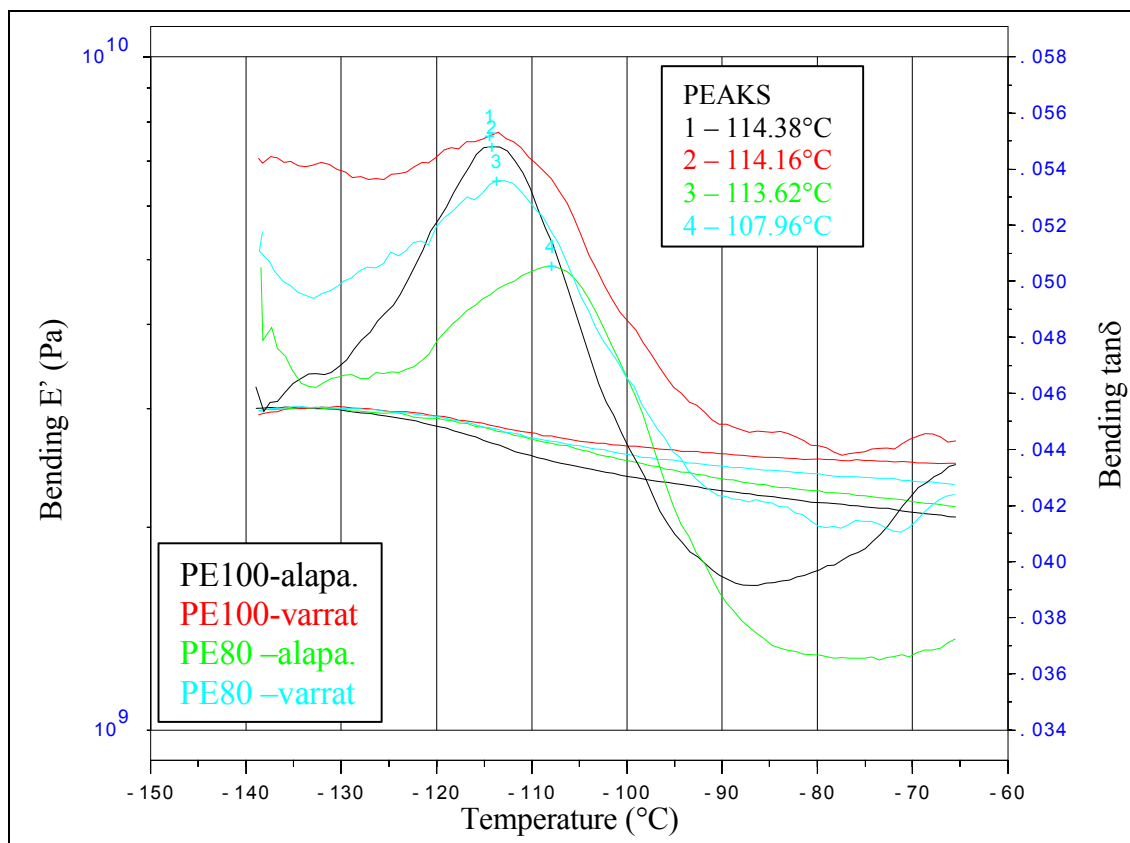
6.1.3. Dinamikus Mechanikai Analízis

A különböző anyagok DMA vizsgálata során kapott görbéket és külön az üvegesedési hőmérsékleteket a 24. ábrák mutatják.

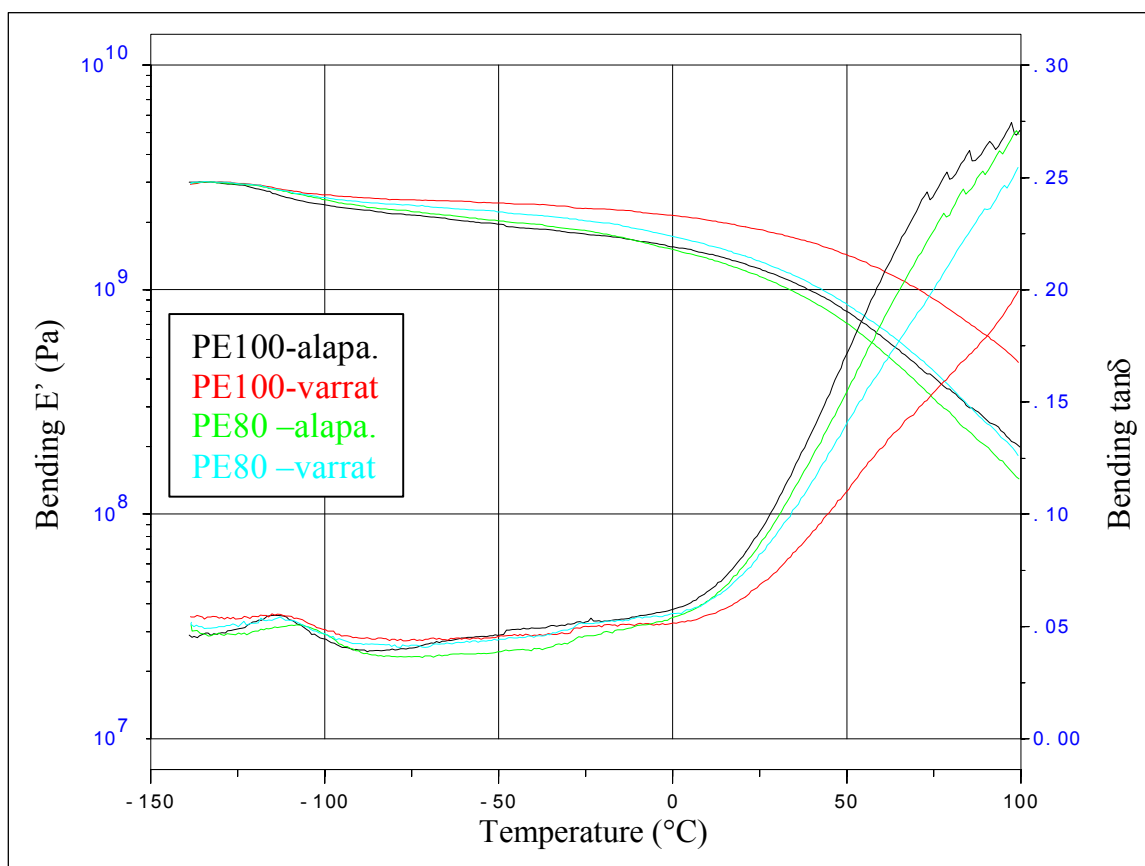
A DMA mérések pontossága nagymértékben függ a próbatest geometriától. Mivel a próbatestek mechanikus úton lettek kimunkálva, a méreteik bizonytalanok. Ennek kiküszöbölése miatt a görbéket úgy toltam el, hogy -130 °C-on – jóval az üvegesedési hőmérséklet alatt - azonos moduluszt kapjunk. (Feltételezve, hogy a polietilén modulusza jóval az üvegesedési hőmérséklet alatt nem függ a szerkezettől.) Ennek következtében az eredmények csak összehasonlításra alkalmasak, viszont magasabb hőmérsékleten megbízhatóan mutatják a moduluszok egymáshoz való viszonyát.

Mivel a polietilén részben kristályos polimer, így kétfázisú, tehát üvegesedési és olvadási hőmérséklete is van. A közel 40 - 50% amorf hányad következtében csupán kis üveges átmenetet tapasztalunk, mely a különböző anyagokra közel azonos hőmérsékleten, -114°C környékén jelentkezett (24.a. ábra).

A hőmérsékletet növelve a rugalmassági moduluszok csak kissé változnak, azonban szobahőmérséklet környékén egy hirtelen ugrás következik be, a rugalmassági moduluszok hirtelen csökkennek.



24.a. Üvegesedési hőmérsékletek



24.b. Rugalmassági moduluszok és veszteségi tényezők

24. ábrák: PE 80 és PE 100 anyagok és varrataik DMA görbéi

Az alapanyagokat összehasonlítva a rugalmassági modulusz hőmérsékletfüggéséből megállapítható, hogy a PE 100 anyag görbéje a PE 80 anyag görbéje fölött helyezkedik el, tehát a bimodális anyag rugalmassági modulusza nagyobb (26. b. ábra).

A varratokat a hegesztetlen anyaghoz viszonyítva megállapíthatjuk, hogy a varratok modulusz görbéi a saját alapanyaguk görbéi fölött húzódnak, tehát a kötések rugalmassági modulusza nagyobb.

A rugalmassági modulusz különbséget a nagyobb kristályos hányad magyarázza, melyet a DSC és a röntgendiffrakciós vizsgálatokkal kimutattam. A kristályos fázis az üvegesedési és olvadási hőmérséklet között erősítő hatást gyakorol az amorf fázisra, a kristályok úgy tekinthetők, mint egy amorf mátrixba ágyazott erősítő pontok. A kristályosság növekedésével nő az anyag rugalmassági modulusza.

6.2. Lamella vastagság és kötőmolekula koncentráció meghatározása

A lamellavastagság meghatározása csak közvetett módszerekkel lehetséges. A polietilén lamellavastagsága és kristályos olvadáspontja között Wunderlich és Kreitmeier a következő kapcsolatot találták [75]:

$$T_m = 414.2(1 - \frac{0.627}{l}) \quad (6)$$

ahol T_m az olvadáspont K-ben, l a lamella vastagság nm-ben.

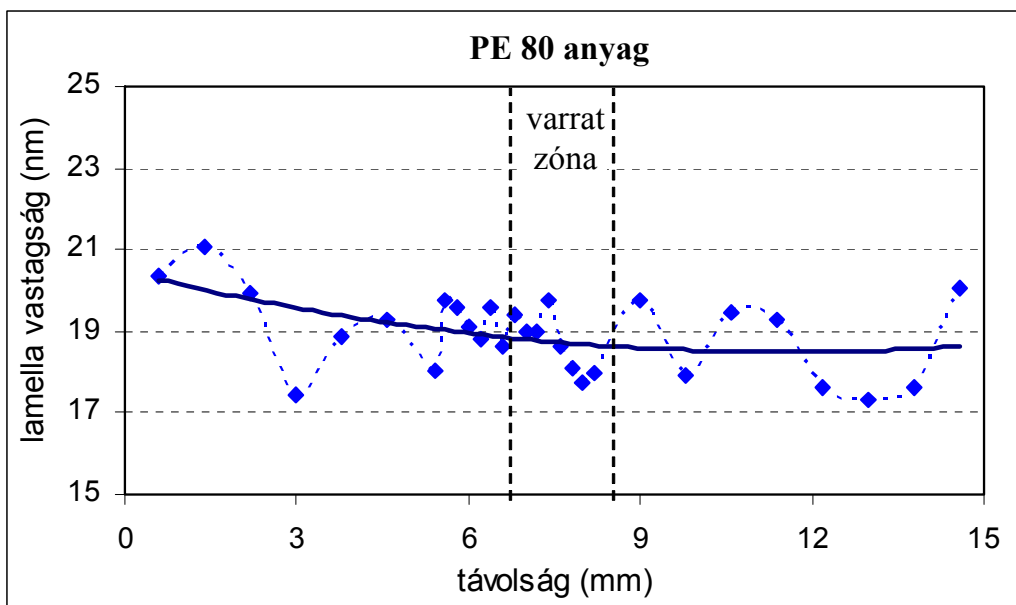
A számításhoz a kristályos hányad változásának meghatározására szolgáló DSC görbék olvadási hőmérsékletét használtam fel.

A DSC mérésekből meghatározott lamella vastagságot a 25. ábrák mutatják.

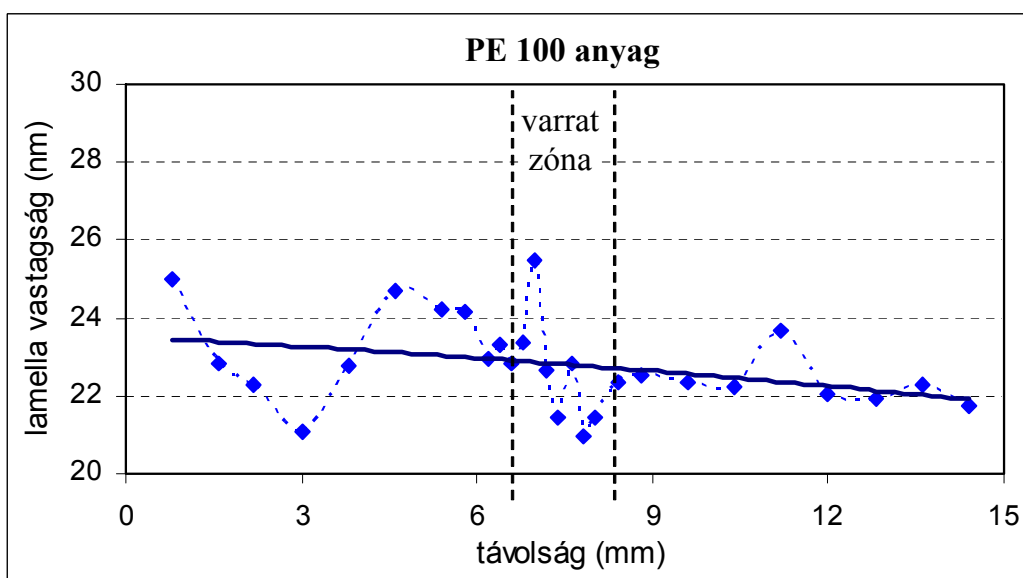
A PE 100 anyag lamellavastagsága 22 – 24 nm, a PE 80 anyagé 18 – 20 nm, tehát a PE 100 anyagot vastagabb lamellák alkotják. A különbség az eltérő gyártási technológiából, különböző kristályosítási paraméterekből adódhat. Például feltételezhető, hogy a bimodális molekulaszervezetű anyag hűtési sebessége a kristályosodás során kisebb volt.

A lamellavastagság nem változik jelentős mértékben a varrat mentén, egyik anyag esetében sem.

A jelenség azzal magyarázható, hogy a hegesztés során a hűtés és a nyomás hatására bekövetkező kristályos hányad növekedés (PE 80 esetén: 4 -5 %, PE 100 esetén: 2 -3 %) túlságosan kismértékű ahhoz, hogy a lamella dimenziókat jellemzően befolyásolná.



25.a. PE 80 anyag



25.b. PE 100 anyag

25. ábrák: A lamellavastagság változása a PE 80 és PE 100 cső tompahegesztett varrata mentén, a hegesztetlen anyagtól indulva, az olvadáspont alapján számolva

A kötőmolekula koncentráció meghatározására nem léteznek kísérleti módszerek, csak következtetni tudunk mennyiségükre. Az irodalomban elfogadott az a feltételezés, miszerint a lamellavastagság növekedésével csökken a kötőmolekulák száma [45, 54].

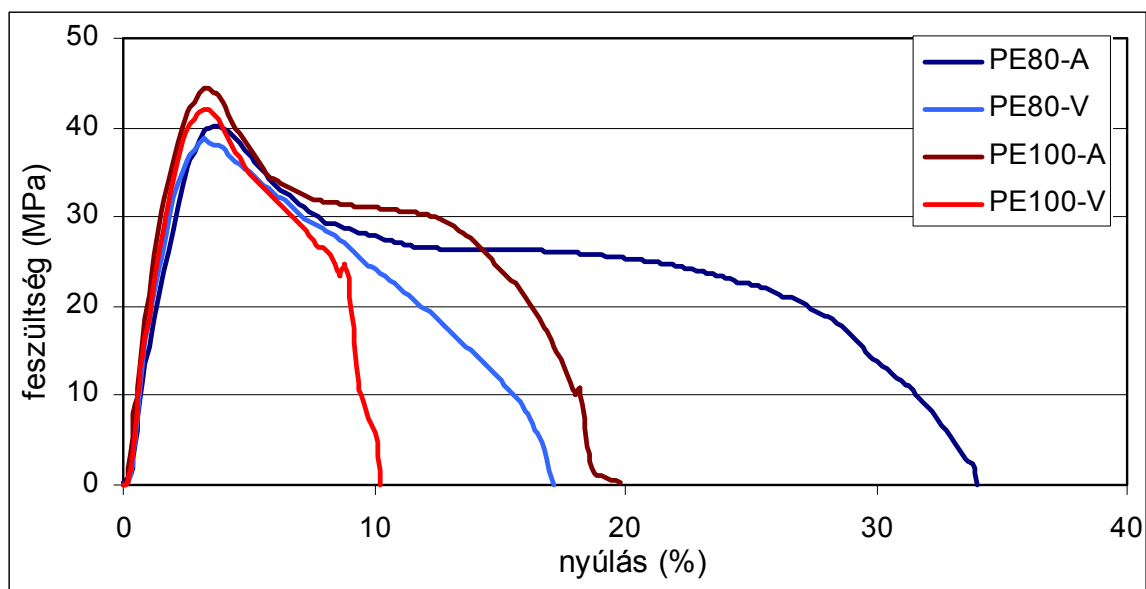
Az elméletet felhasználva a bimodális anyag kristályos tartományát vastagabb lamellák alkotják, vagyis feltételezhetően kisebb a kötőmolekula koncentráció.

6.3. Statikus tulajdonságok

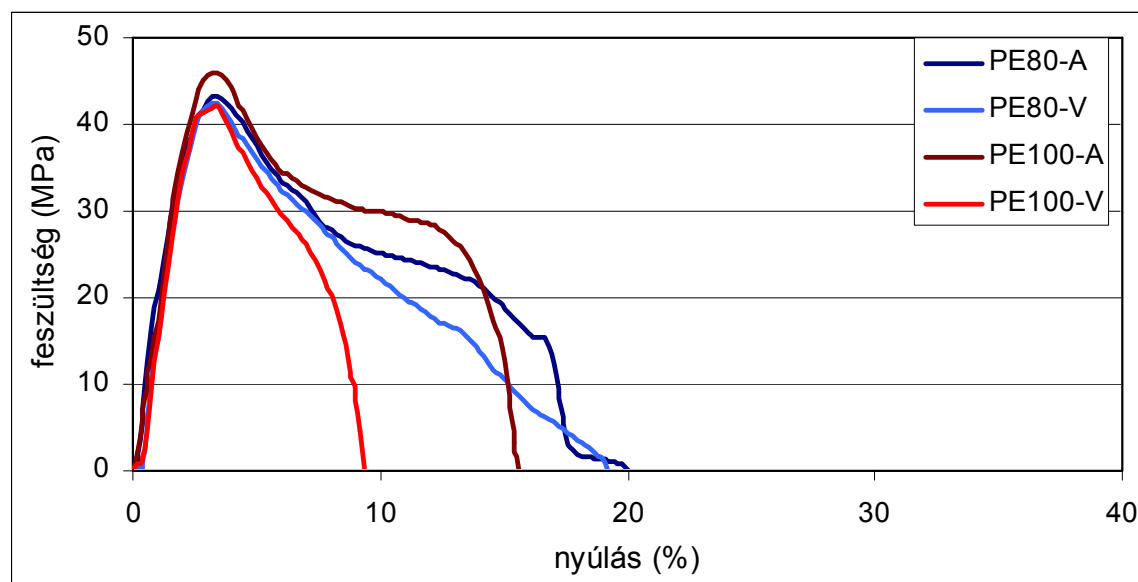
A következőkben a különböző anyagokat az alábbi módon jelölöm:

- Hegesztetlen alapanyagok: PE 80-A és PE 100-A
- Hegesztett varratok: PE 80-V és PE 100-V

A különböző anyagokra jellemző feszültség - alakváltozás diagramokat a 26. ábrák mutatják -40°C-on, különböző húzási sebességeknél.



26.a. 5 mm/perc



26.b. 50 mm/perc

26. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű polietilén csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálattal meghatározott feszültség – alakváltozás diagramjai -40°C-on, 5 és 50 mm/perc húzási sebességek esetén

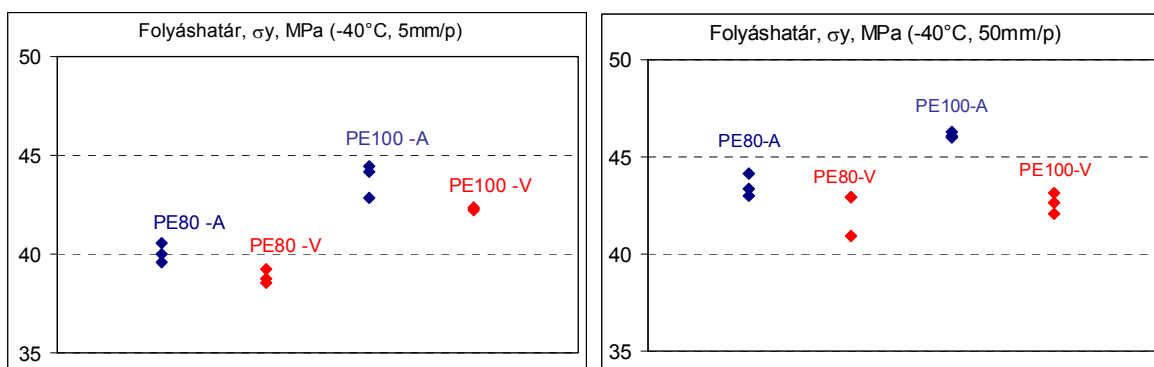
A diagramokon látható, hogy mindkét polietilén anyag tönkremenetele folyással következett be, mely a részben kristályos szerkezetű műanyagokra jellemző. A folyással bekövetkező károsodás következménye, hogy a törés a szálak szakadásával következik be, ezért az alakváltozás értékek csak névleges mérőszámok.

A feszültség – alakváltozás diagramok folyáshatár adata a kristályos szerkezettel kapcsolatos, az alakváltozási értékek a kötőmolekulák számával.

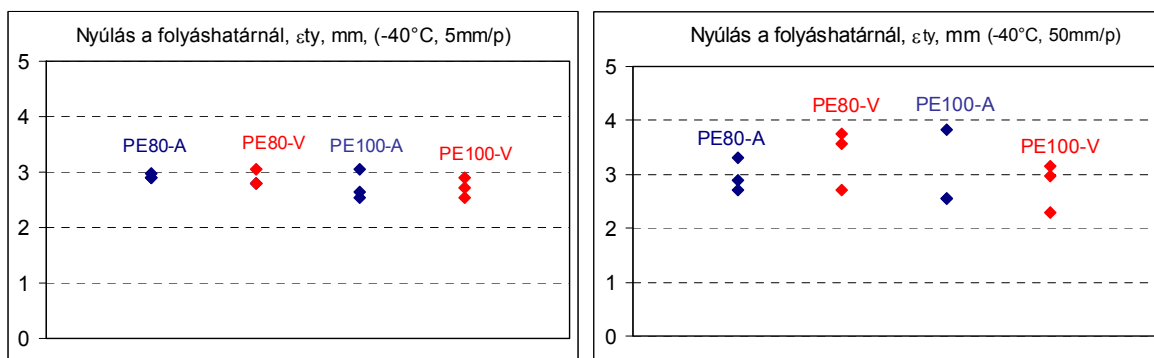
A varratok szakítódiagramján nem annyira egyértelmű a nyakképződés kiterjedése, vagyis az állandósult folyás szakasza. A nyúlás közben az erő fokozatosan csökken, az alakváltozás kisebb mértékű.

A jelenség oka feltételezhetően az, hogy a tompahegesztés hatására megváltozik a molekulaorientáció. A csőben axiálisan orientált molekulák a megömlött csővégek egyesítésekor nagyrészt tangenciális irányba rendeződnek. A csőfalban axiális irányban orientált molekulák axiális irányú szakítókísérletnél nagymértékű nyúlást tesznek lehetővé. Ezzel szemben a varratban jórészt tangenciálisan orientált molekulastruktúra axiális szakítókísérlet során jóval kisebb nyúlásra képes.

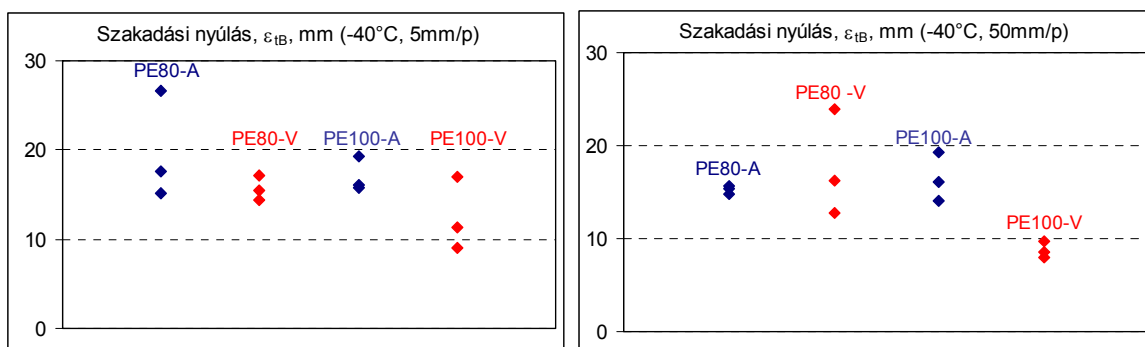
A vizsgálatokból a folyáshatárt (27. ábrák), a folyáshatárhoz tartozó nyúlást (28. ábrák), és a szakadási nyúlást (29. ábrák) értékeltem ki.



27. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott folyáshatára -40°C-on, 5 és 50 mm/perc húzási sebességnél



28. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott folyáshatárhoz tartozó névleges nyúlások -40°C-on ($v=5$ és 50 mm/perc)



29. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott névleges szakadási nyúlások -40°C-on (v=5 és 50 mm/perc)

A diagramokból látható, hogy a bimodális anyag folyáshatára nagyobb, mint a PE 80 anyagé. A folyáshatárbeli különbségek a kristályos hányad eltérésének köszönhető. A varratok esetén csak kismértékű, néhány %-os folyáshatár csökkenés tapasztalható. Az eltérés nagyobb terhelési sebességnél jellemzőbb.

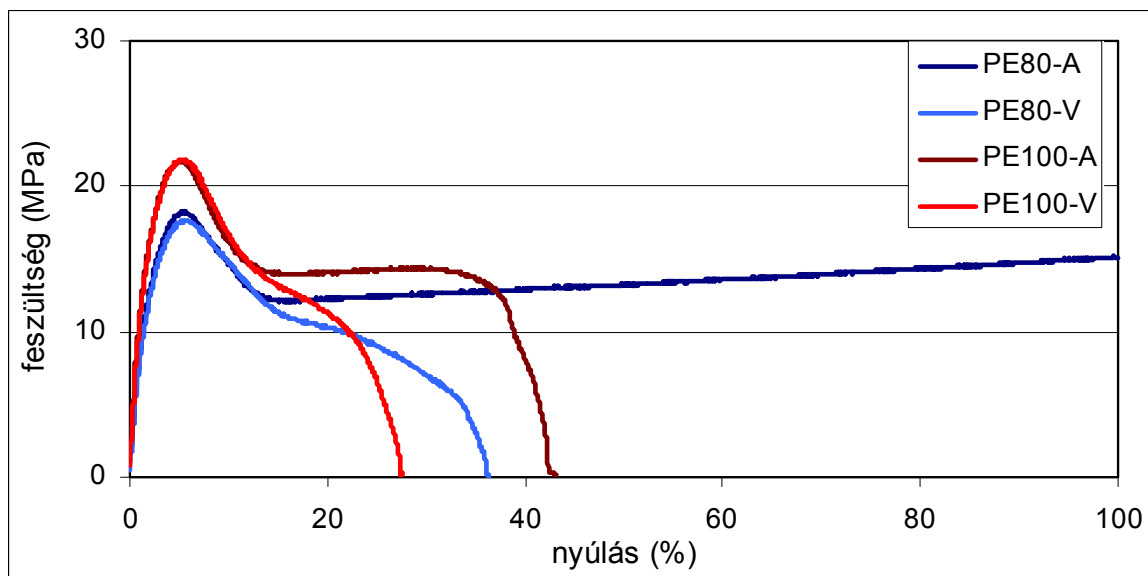
A folyáshatárhoz tartozó névleges nyúlásértékekben nem tapasztalhatók jellemző különbségek a különböző minőségű anyagok és varrataik esetén.

A névleges szakadási nyúlás értékek jelentős különbségeket mutatnak. A PE 80 anyag nagyobb deformációra képes, mivel kisebb a folyáshatára. A hegesztett kötések nyúlása általában kisebb, mint a hegesztetlen alapanyagé, kivéve a PE 80 varratét. A PE 80 anyag esetén emellett jelentős szórás is megfigyelhető.

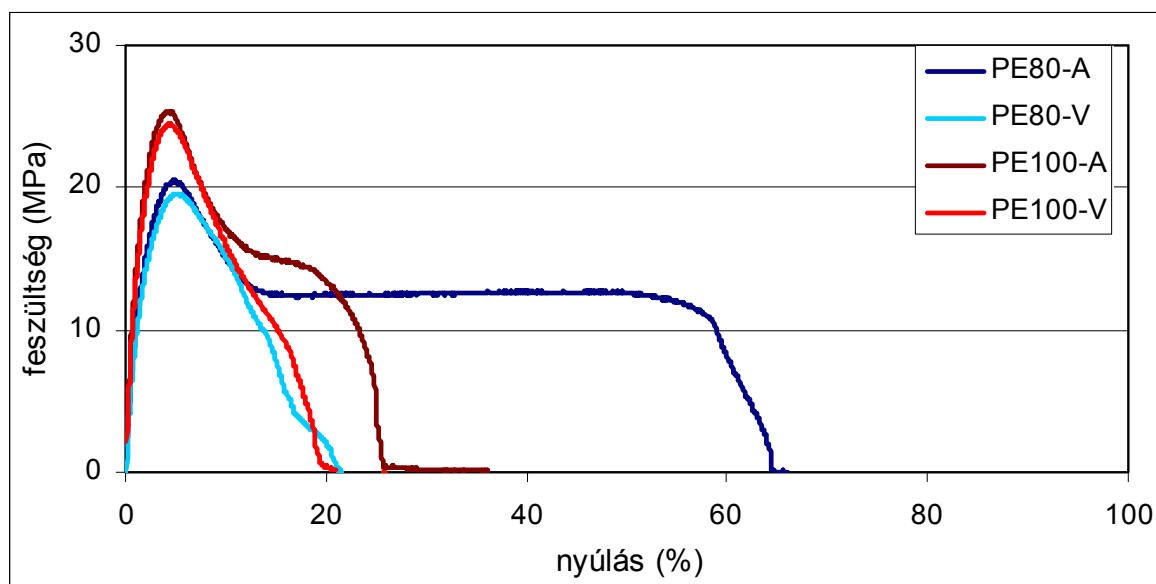
A terhelési sebesség csökkentésével az anyag szívósabban viselkedik, nagyobb nyúlás értékeket és kisebb szilárdságot tapasztalunk.

Meg kell jegyezni, hogy a hegesztett varratok vizsgálatánál az alakváltozás nem csak a varratban megy végbe, a próbatest egy bonyolult „csatolt rendszer”, a nyúlási értékeket a hegesztett kötés és a hegesztetlen anyag együtt adja.

A szobahőmérsékleten végzett vizsgálatok eredményeit a 30. ábrák mutatják.



30.a. 5 mm/perc

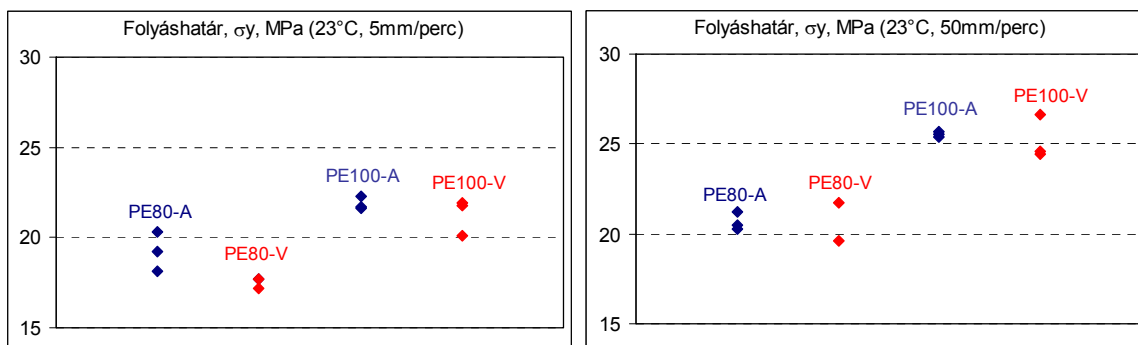


30.b. 50 mm/perc

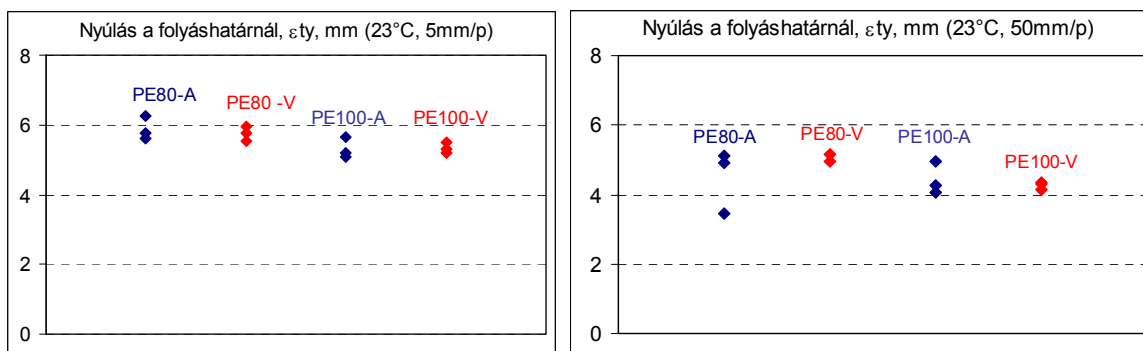
30. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű polietilén csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálattal meghatározott feszültség – alakváltozás diagramjai szobahőmérsékleten, 5 és 50 mm/perc húzási sebességek esetén

A diagramok hasonló jelleget mutatnak, mint alacsony hőmérsékleten, de mivel az anyag a hőmérséklet növekedésével szívósabb viselkedést mutat, nagyobb nyúlási értékeket tapasztalunk, kisebb feszültségek mellett. A PE 80 jelű alapanyag 5 mm/perc sebességnél nem szakadt el, mert nyúlása nagyobb, mint 100 %, és ez az alkalmazott berendezés kapacitását meghaladta.

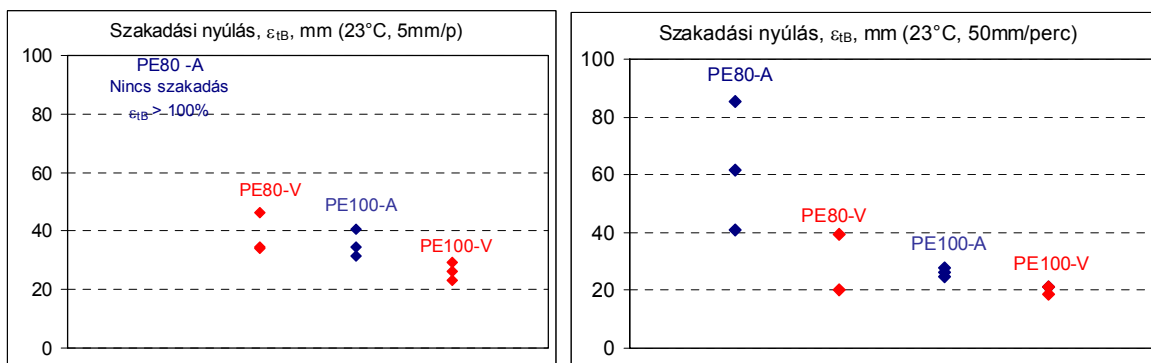
A szakítóvizsgálatból kiértékelt eredményeket a következő ábrák mutatják (31 - 33. ábrák).



31. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott folyáshatára szobahőmérsékleten, (v=5 és 50 mm/perc)



32. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott folyáshatárhoz tartozó névleges nyúlások szobahőmérsékleten, 5 és 50 mm/perc húzási sebességnél



33. ábrák: PE 80 és PE 100 jelű csövek és hegesztett kötéseik szakítóvizsgálatból meghatározott névleges szakadási nyúlások szobahőmérsékleten, 5 és 50 mm/perc húzási sebességnél

A szobahőmérsékleten végzett kísérletek eredményei alapján szintén megállapíthatjuk, hogy a PE 100 anyag folyáshatára magasabb, mint a PE 80 anyagé, így nagyobb erővel terhelhető károsodás nélkül, mindkét sebesség esetén.

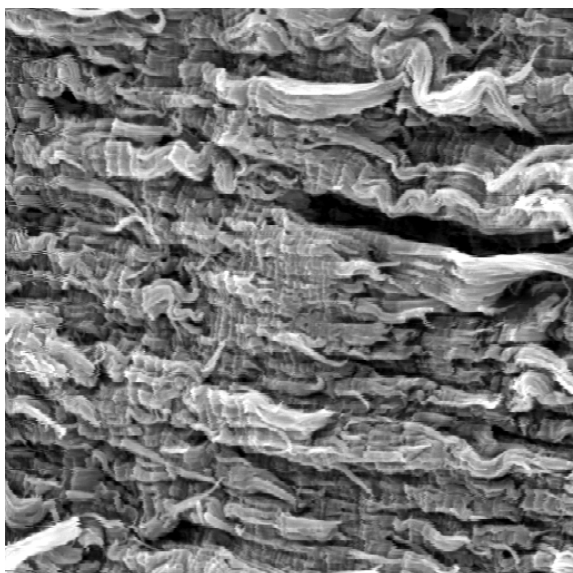
Az alakváltozó képességet összehasonlítva megállapítható, hogy PE 100 jelű anyag esetében kisebb a szakadási nyúlás. (mivel általában egy anyagnak minél nagyobb a folyáshatára, annál kisebb a nyúlása).

Statikus terhelés esetén, szobahőmérsékleten a hegesztett varrat és a hegesztetlen anyag folyáshatár különbsége csak kismértékben jelentkezik. A különbségek kisebb terhelési sebesség esetén, 5 mm/perc húzási sebességnél nagyobb mértékűek.

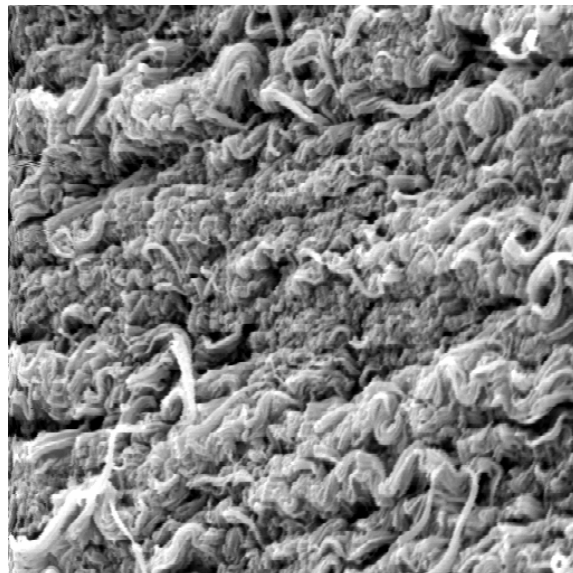
A folyáshatárhoz tartozó névleges nyúlásokban nem találhatunk jelentős különbséget az alapanyag és varrata között.

Az alakváltozásokat tekintve a varrat rosszabbnak bizonyult, mint a hegesztetlen alapanyag, mivel a névleges szakadási nyúlásokban nagymértékű eltérések tapasztalhatók. Különösen igaz ez a PE 80 esetén, mivel 5 mm/perc sebességnél az alapanyag nem szakadt el (szakadási nyúlás nagyobb, mint 100%), de a varrat szakadási nyúlása ennek csupán körülbelül 30 %-a.

Az alapanyagok szakadási felületeinek 2000x nagyítású SEM felvételeit a 34. ábrák mutatják.



34.a. PE 80 anyag



34.b. PE 100 anyag

34. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok szakadási felületei, a fibrillás szerkezetek SEM felvételei, N=2000x

A statikus terhelés következtében fellépő nyírási folyás hatására a molekulakötegek elcsúsznak egymások, a lamelláris kristályszerkezet átrendeződik. Az ábrákon a deformáció során kialakult mikrométeres vastagságú fibrilláris szerkezetek láthatók.

A PE 100 anyag szakadási felülete textúrásabb, a molekulakötegek jobban csavarodottak. Mivel az anyag folyáshatára nagyobb, a szakadási nyúlása kisebb, arra következtethetünk, hogy az alakváltozás során rövidebb, de nagyobb terhelést elviselő fibrillák alakulnak ki. Ennek oka feltételezhetően a molekulák elágazottságának különbségében keresendő.

Végeredményben elmondható, hogy a hegesztett kötések statikus terheléssel szembeni ellenállása rosszabb, mint a hegesztetlen anyagé, mind a folyáshatár, mind az alakváltozás tekintetében.

6.4. Dinamikus viselkedés meghatározása

A vizsgálatok során erő – idő diagramokat regisztráltam, melyekből erő – behajlás diagramokat számoltam a következő módon.

$$s(t) = \int_{t=0}^t v(t) dt \quad (7)$$

$$v(t) = v_0 - \frac{1}{m} \int_{t=0}^t F(t) dt \quad (8)$$

s: behajlás, mm
m: a kalapács tömege, kg
 v_0 : ütési sebesség, m/s
F: erő, kN

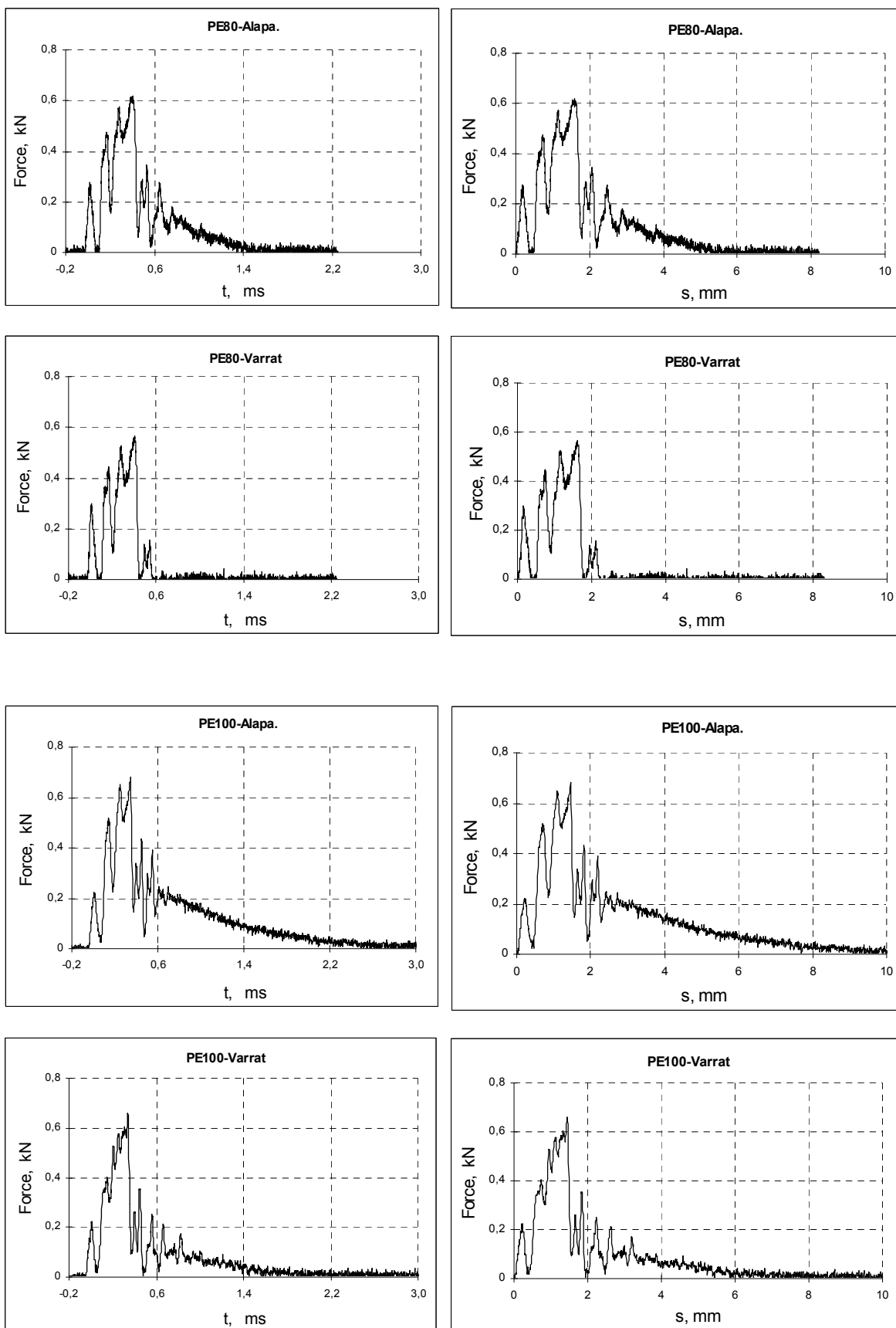
6.4.1. Alapanyag és hegesztett varrat összehasonlítása

A különböző anyagokra jellemző tipikus erő – idő és erő – behajlás diagramokat a 35. ábrák mutatják.

A diagramok elején látható erő oszcillációk az ütés során fellépő mechanikai rezgések következményei, melyek idővel csillapodnak, amplitúdójuk csökken.

Az ábrákon látható, hogy mind a hegesztetlen alapanyagok, mind a varratok törése ridegen kezdődik, a törés instabil repedésterjedéssel történik, amelyet a diagramban egy hirtelen erőesés jelez.

A repedésmegállást követően az erő fokozatos csökkenése tapasztalható, vagyis próbatest törése stabil repedésterjedéssel folytatódik (kivéve a PE 80 anyag varratát, mely teljesen rideg). Ebből arra következtethetünk, hogy a törés végén plasztikus deformáció van jelen.

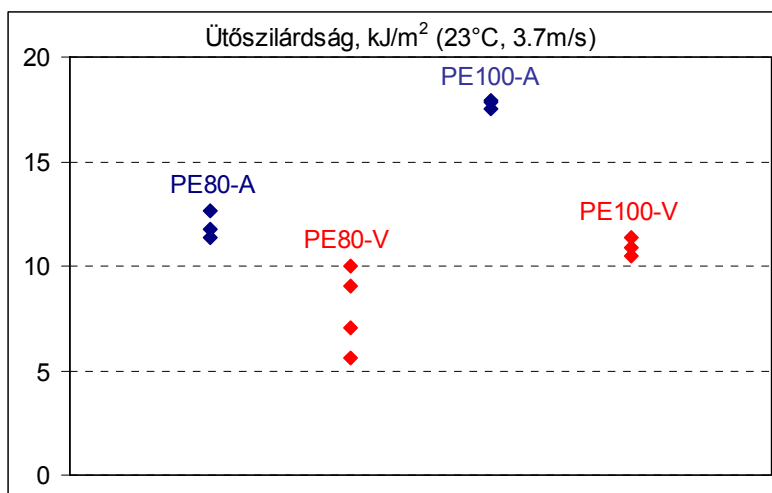


35. ábrák: PE 80 és PE 100 anyagok és varrataik műszerezett ütővizsgálattal meghatározott tipikus erő – idő és erő - behajlás diagramjai (23 C, 3.7m/s)

A PE 100 anyag törése során nagyobb mértékű a stabil repedésterjedés mértéke, szívósabb viselkedést mutat, mint a PE 80 jelű anyag, ezért kisebb a ridegtörés veszélye.

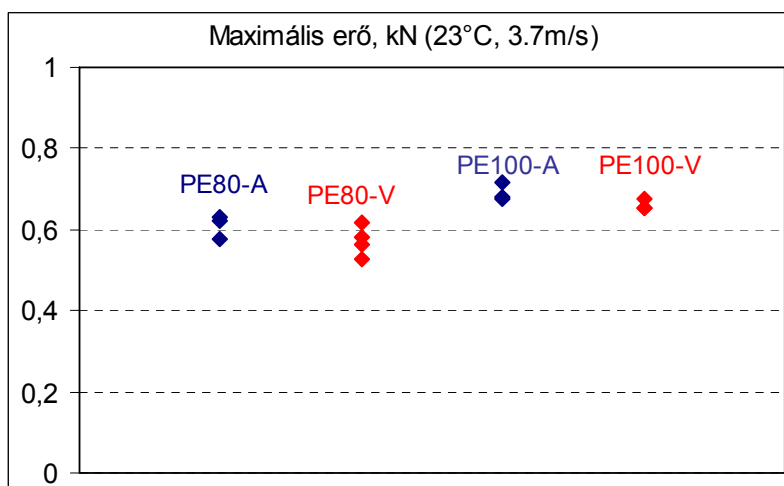
A hegesztett varrat viselkedése mindkét anyag esetén ridegebb, mint a hegesztetlen alapanyagé.

A 36. ábrán a különböző anyagok ütőszilárdsága látható. A legnagyobb ütőszilárdság a PE 100 alapanyag esetén tapasztalható (átlagban 17.5 kJ/m^2), a PE 80 minőségű anyag ütőszilárdsága kb. 34 %-kal kevesebb (átlagban 12 kJ/m^2). A varratok ütőszilárdsága a hegesztetlen alapanyagaik ütőszilárdsága alatt van. A különbség a PE 100 anyag és varrata esetén jelentősebb.



36. ábra: PE 80 és PE 100 csőanyagok és varrataik műszerzett ütővizsgálatból megállapított ütőszilárdság értékei szobahőmérsékleten, 3.7 m/s ütési sebességnél

A maximális erőket - ahol a rideg repedésterjedés kezdődik - a 37. ábra mutatja.

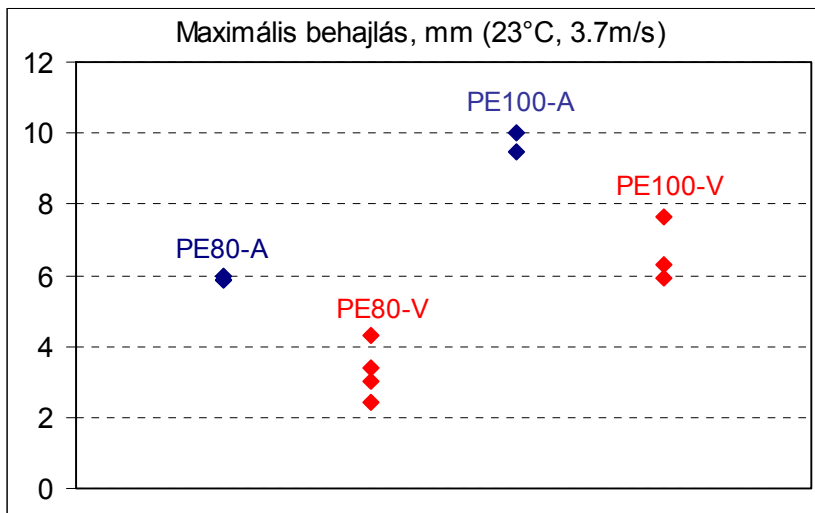


37. ábra: PE 80 és PE 100 csőanyagok és varrataik műszerzett ütővizsgálatból megállapított maximális erő értékei szobahőmérsékleten, 3.7 m/s ütési sebességnél

A PE 100 anyag esetén a repedésterjedés nagyobb erőknél kezdődik - a nagyobb szívósság következtében - mint a PE 80 alapanyag esetén.

A varratok és a hegesztetlen anyagok között nincs jelentős különbség a maximális erőben.

A maximális behajlást a 38. ábra mutatja. Ez az érték jelzi a törési folyamat végét, az erő 0-ra csökken.



38. ábra: PE 80 és PE 100 csőanyagok és varrataik műszerzett ütésvizsgálatból megállapított maximális behajlás értékek szobahőmérsékleten, 3.7 m/s ütési sebességnél

Az eredmények hasonló tendenciát mutatnak, mint az ütőszilárdsági értékek. A legnagyobb behajlás a PE 100 anyag esetén tapasztalható. A hegesztett varratok maximális behajlása kisebb, mint a hegesztetlen anyagoké, azaz a törés végéig kisebb a deformáció mértéke. Feltételezhető, hogy a kisebb behajlás a szerkezeti különbségeknek (orientáció- és kristályosságbeli különbségek) köszönhető.

A legnagyobb szórás a PE 80 hegesztett varrat esetén figyelhető meg mindegyik kiértékelt mérőszám esetén.

A különböző törési viselkedéseket jól szemléltetik a töretfelületekről készült makrofényképek (39. ábrák).

A fényképeken jól elkülöníthető a rideg és a szívós tartomány. A PE 80 alapanyag töretfelületén kevesebb a plasztikus deformáció, mint a PE 100 anyag töretfelületén. A hegesztés elridegíti az anyagot. A PE 80 varrat töretfelülete teljesen rideg. A töretfelületek minősége jól korrelál a törési diagramok alakjával.

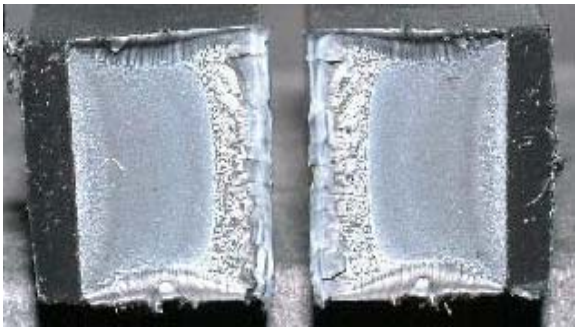
A törési viselkedés pontosabb feltárásához a töretfelületekről Scanning Elektronmikroszkópos (SEM) felvételeket készítettem. A különböző anyagok és hegesztett varrataik rideg töretfelületének különbségeit 75x és 750x nagyítású felvételeken mutatom be (40, 41. ábrák).



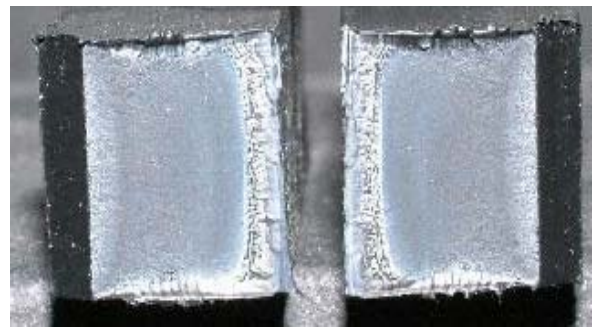
39.a. PE 80-anyag



39.b. PE 80-varrat

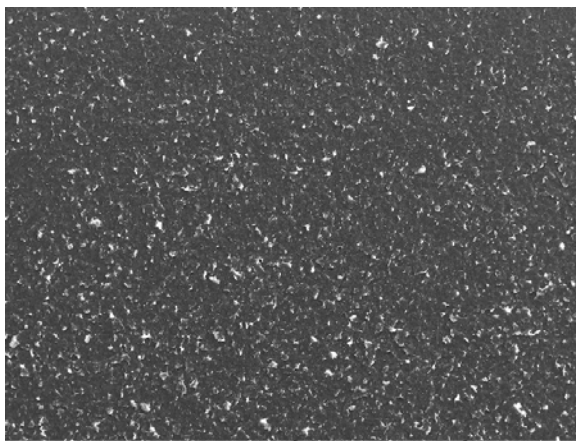


39.c. PE 100-anyag

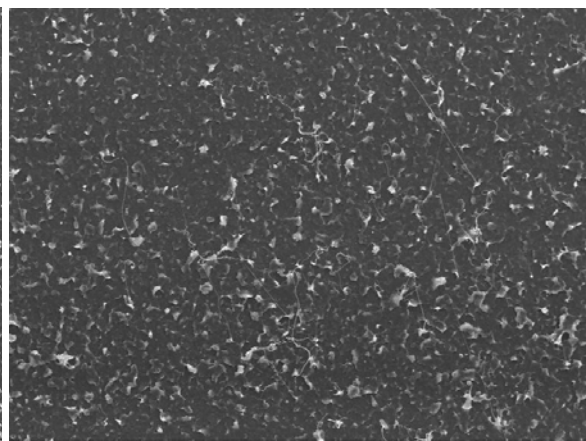


39.d. PE 100-varrat

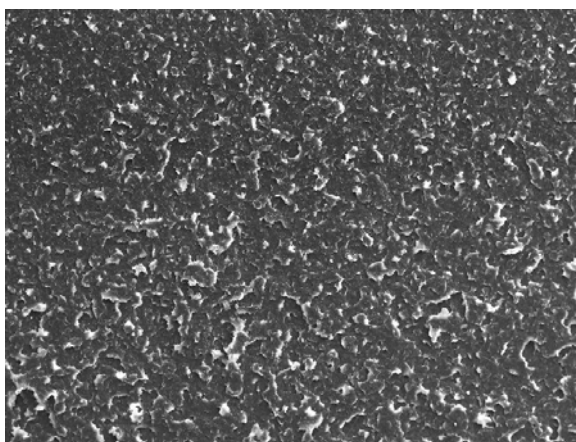
39. ábrák: A különböző anyagok töretfelületeinek makrofényképei (23°C, 3.7m/s)



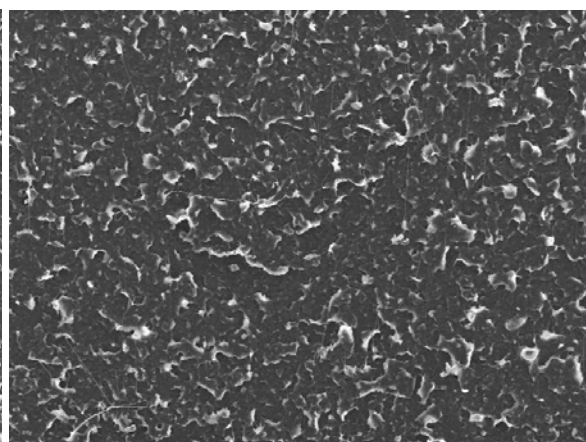
40.a. PE 80 anyag



40.b. PE 100 anyag

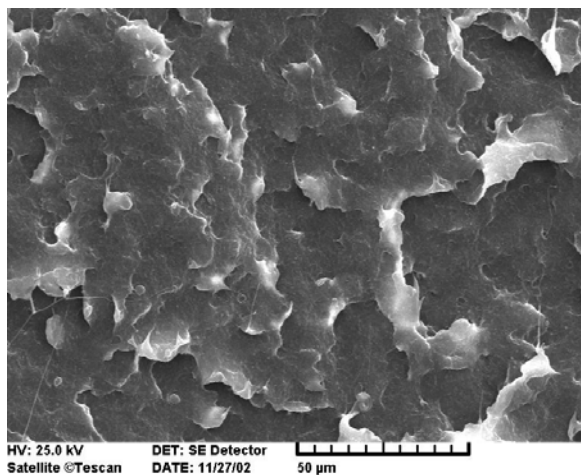


40.c. PE 80 varrat

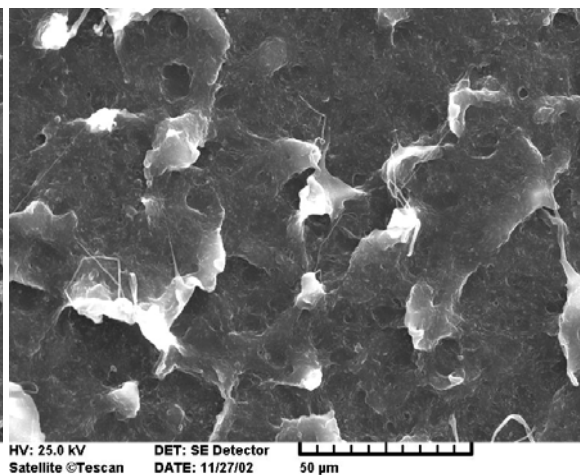


40.d. PE 100 varrat

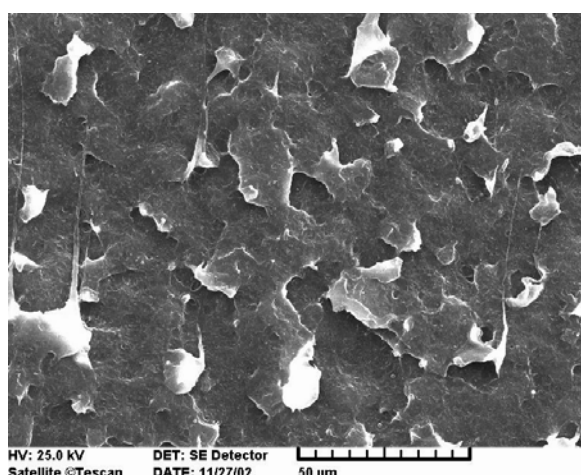
40. ábrák: A töretfelületek rideg tartományainak 75x nagyítású SEM felvételei



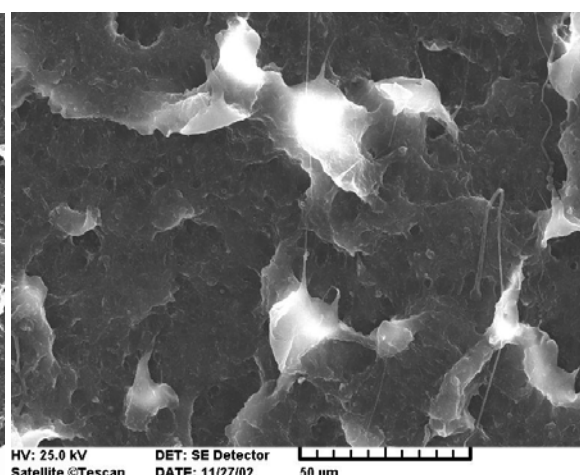
41.a. PE 80 anyag



41.b. PE 100 anyag



41.c. PE 80 varrat



41.d. PE 100 varrat

41. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok töretfelületei, a rideg tartományok nagy nagyítású SEM felvételei, N=750x

A kristályos szerkezet jellemzői nagymértékben befolyásolják a repedésterjedés folyamatát, mert a kristályos fázis repedésmegvezető felületként viselkedik.

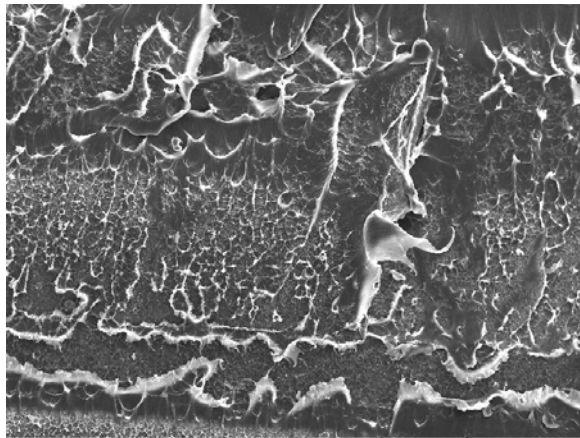
A felvételek azt mutatják, hogy a törési folyamat mikrométeres dimenziójú kristályos tartományok felületein játszódtott le. Ezek a kristályos részek nem azonosak a lamellákkal, hiszen méretük nagyságrendekkel nagyobb.

A hegesztett varratok töretfelületeit az alapanyaghoz viszonyítva a kristályos textúra minőségi különbségei egyértelműek. Habár a dimenziók pontos mérése nem végezhető el a képekből, megállapítható, hogy a hegesztett kötések töretfelülete sokkal inhomogénebb mindkét anyag esetén. Az alapanyagok töretfelületét közel azonos méretű és eloszlású kristályos platók alkotják, míg a varratok töretfelületein különböző méretű és diszperzitású részek figyelhetők meg.

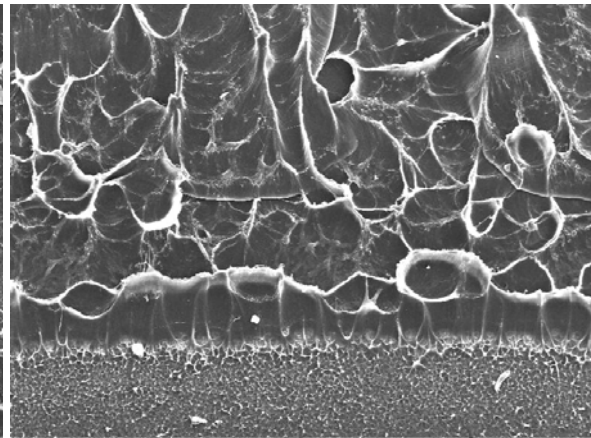
Feltételezhető, hogy a hegesztést követő másodlagos kristályosodás során inhomogénebb szerkezet alakul ki. Az inhomogén szerkezet kedvez a repedésterjedésnek.

A különböző minőségű alapanyagokat összehasonlítva megállapítható, hogy a PE 100 anyag esetén nagyobbak a kristályos egységek, mint a PE 80 anyagnál, mind az alapanyagot, mind a varratot tekintve (a különbség elsősorban a 750x nagyítású felvételeken látszik jól). Ez összhangban van a lamellavastagságról tett megállapításokkal.

A különböző anyagok és hegesztett varrataik nyírási folyás hatására kialakult szívós tartományairól készült 750x nagyítású felvételeket a 42. ábrák mutatják.



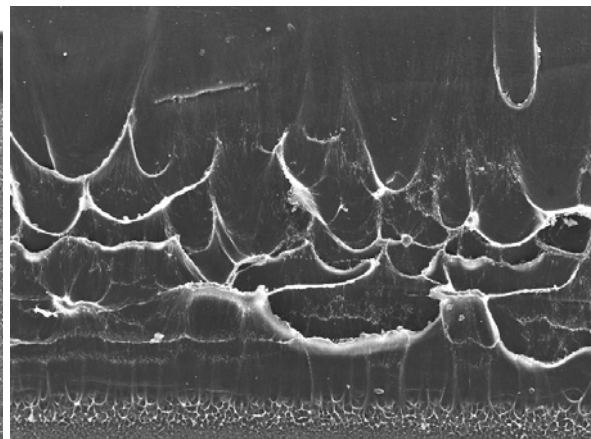
42.a. PE 80 anyag



42.b. PE 100 anyag



42.c. PE 80 varrat



42.d. PE 100 varrat

42. ábrák: PE 80 és PE 100 anyagok és varrataik töretfelületei, a plasztikus zónák SEM felvételei, N=750x

A szívós tartományokat megfigyelve megállapítható, hogy a plasztikus deformáció mértéke és jellege a különböző anyagoknál eltérő. A PE 100 anyag töretfelületén nagyobb, míg a PE 80 anyag esetén kisebb üregek figyelhetők meg.

A PE 100 varrat töretfelületén a szívós deformáció mértéke kisebb, de a törés közben nagyobb üregek képződnek, mint a hegesztetlen anyag esetén. A PE 80 varrat tökéletesen rideg.

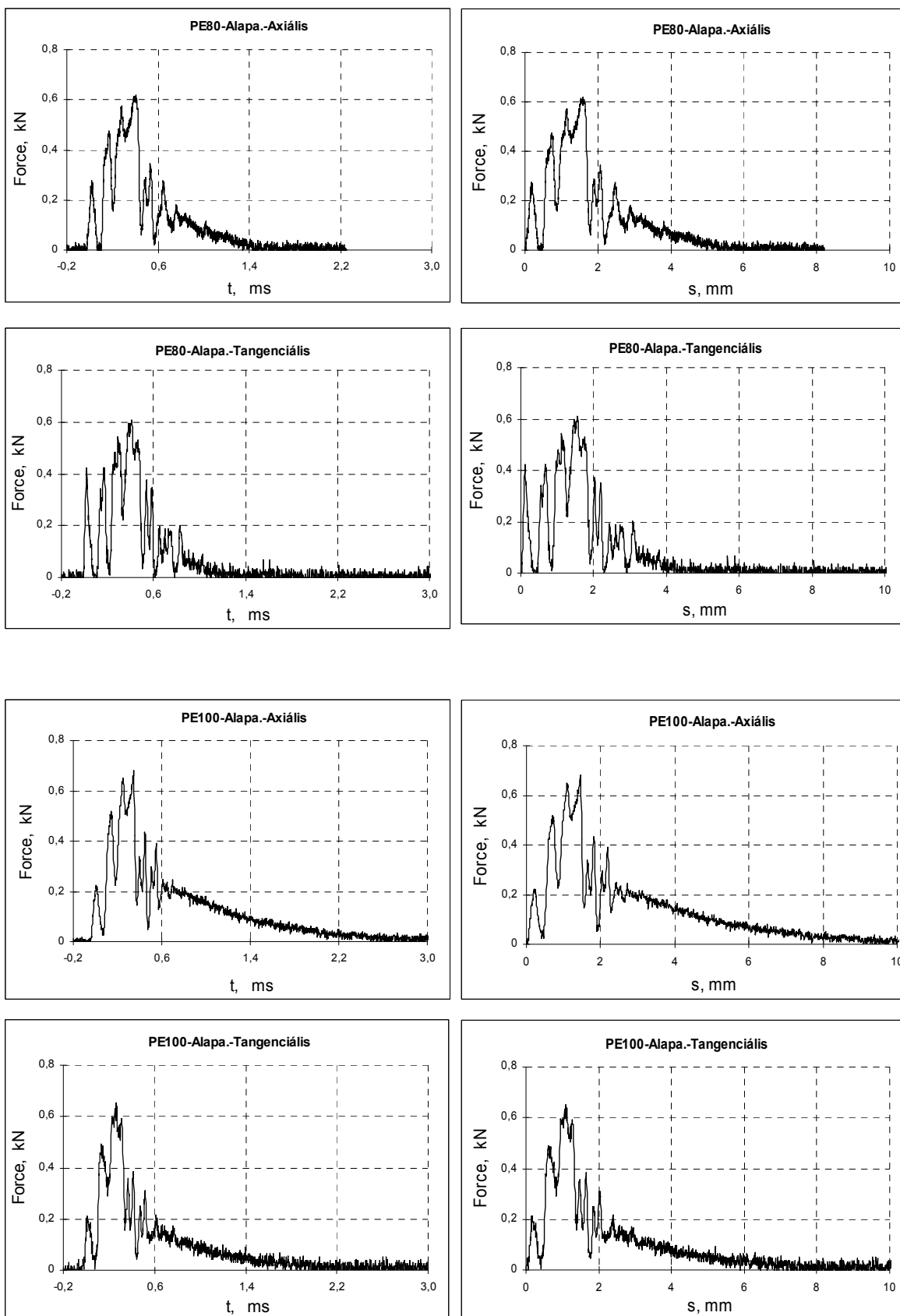
A plasztikus deformáció mechanizmusa a törés közben a nyírási folyás, mely a töréssel szembeni ellenállás során a legfontosabb energiafelhasználási folyamat.

A csővezetékek üzemelése során fontos ismernünk, hogy a hegesztett kötés tulajdonságai esetlegesen mennyivel térnek el a hegesztetlen csőétől. Feltételezhető, hogy ha a varrat dinamikus terheléssel szembeni ellenállása rosszabb, mint a hegesztetlen alapanyagé, a felhasználás során valószínűleg azon a helyen következik be a károsodás.

6.4.2. Az orientáció hatása

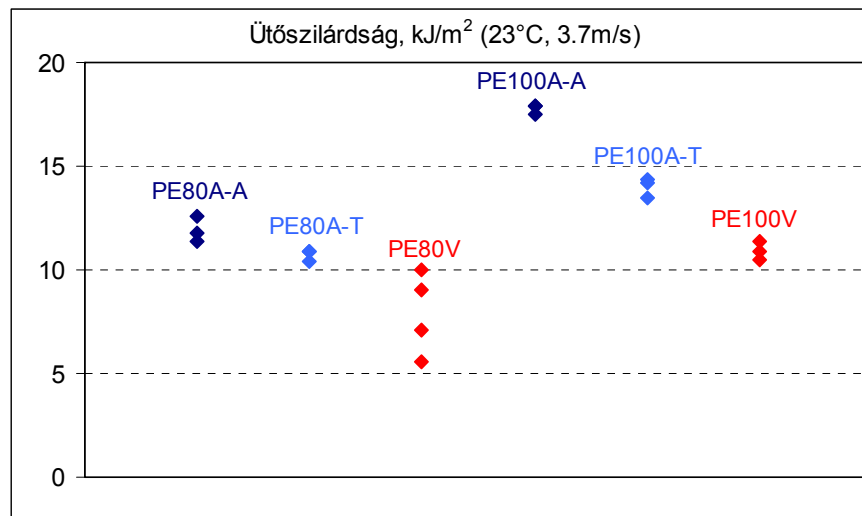
A különböző irányból vett próbatestek tipikus törési diagramjait a 43. ábrák mutatják.

A kétféle orientációt összehasonlítva a diagramok lefutása hasonló jellegű, a törés ridegen kezdődik, majd - a repedésmegállást követően - stabil repedésterjedéssel szívósan folytatódik. Megfigyelhető, hogy az axiális irányú próbatestek esetén valamelyest nagyobb a plasztikus deformáció mértéke.

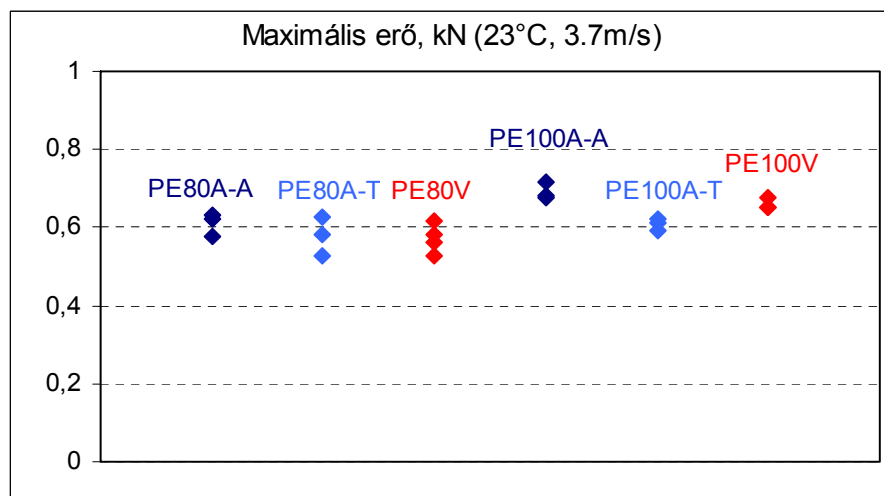


43. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok különböző irányból vett mintáinak műszerezett ütévizsgálattal meghatározott jellegzetes erő – idő és erő – behajlás diagramjai ($T=23^{\circ}\text{C}$, $v=3.7\text{m/s}$)

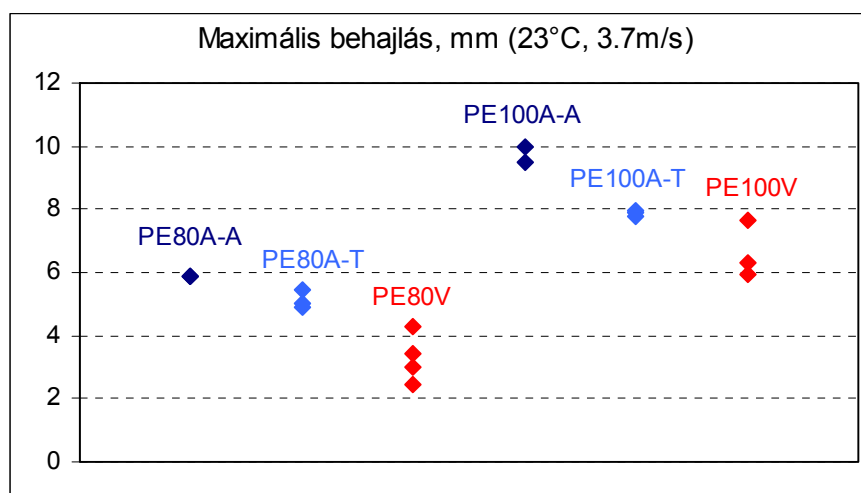
A következő ábrák a vizsgálatokból kiértékelt mérőszámokat mutatják: a különböző anyagok ütőszilárdságát (44. ábra), a maximális erőket (45. ábra), és a maximális a behajlási értékeket (46. ábra).



44. ábra: PE 80 és PE 100 csőanyagok különböző orientációjú mintáinak, és hegesztett varrataik műszerzett ütővizsgálatból megállapított ütőszilárdság értékei szobahőmérsékleten, 3.7 m/s ütési sebességnél



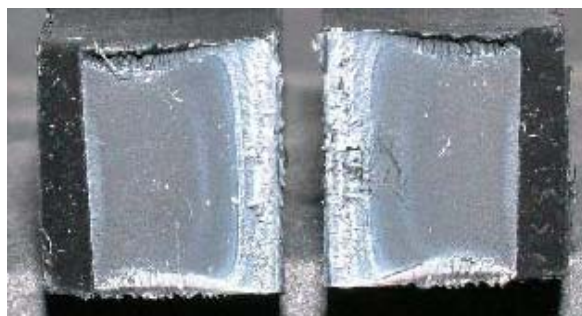
45. ábra: PE 80 és PE 100 csőanyagok különböző orientációjú mintáinak, és hegesztett varrataik műszerzett ütővizsgálatból megállapított maximális erő értékek szobahőmérsékleten, 3.7 m/s ütési sebességnél



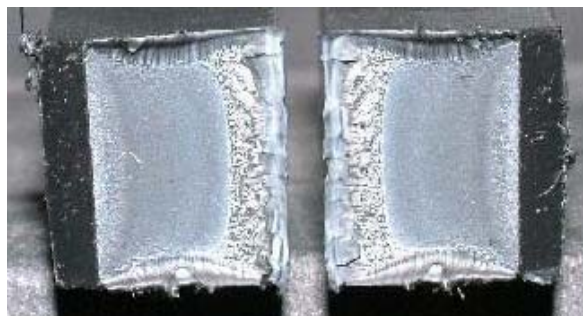
46. ábra: PE 80 és PE 100 különböző orientációjú mintáinak, és hegesztett varrataik műszerzett ütővizsgálatból megállapított maximális erő értékek (23°C, 3.7 m/s)

A diagramokból látható, hogy axiális irányban (extrudálás irányában) valamelyest nagyobb az ütőszilárdság, a maximális behajlás és a maximális erő, vagyis jobbak az anyag tulajdonságai. Az extrudálásra merőleges, tangenciális irányban az ütőszilárdság a PE 80 anyag esetén körülbelül 15 %-kal, PE 100 anyag esetén 25 %-kal kisebb az axiális irányú próbatestek ütőszilárdságához viszonyítva. A hegesztett kötések ütőszilárdságai a tangenciális irányú alapanyag ütőszilárdságai alatt vannak.

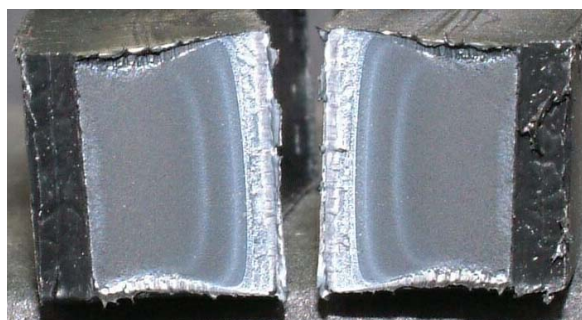
A töretfelületekről készült makrofényképek (47. ábrák) összefüggésben vannak az előző eredményekkel.



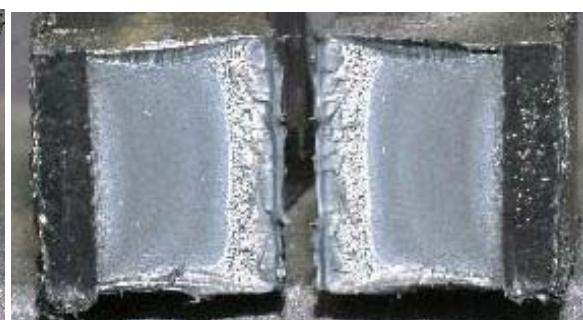
47.a. PE 80 anyag – axiális



47.b. PE 100 anyag – axiális



47.c. PE 80 anyag – tangenciális

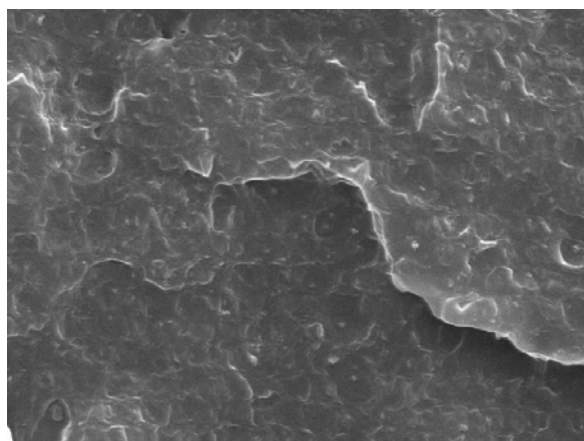


47.d. PE 100 anyag - tangenciális

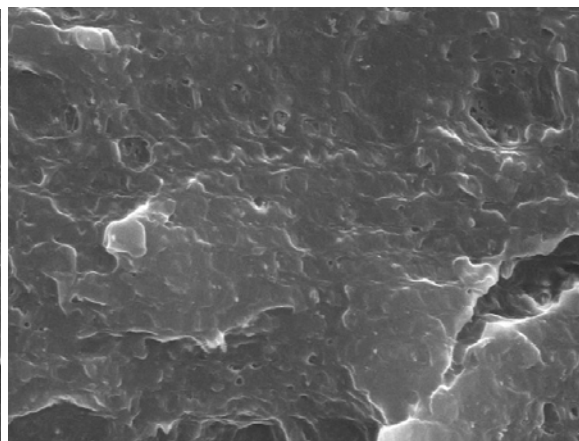
47. ábrák: PE 80 és PE 100 minták töretfelületeinek makrofotói (T=23°C, v=3.7m/s)

A PE 80 alapanyag töretfelületén kevesebb a szívós tartomány, mint a PE 100 anyag töretfelületén. A tangenciális irányban valamelyest kisebb a plasztikus deformáció, mint az extrudálás irányában.

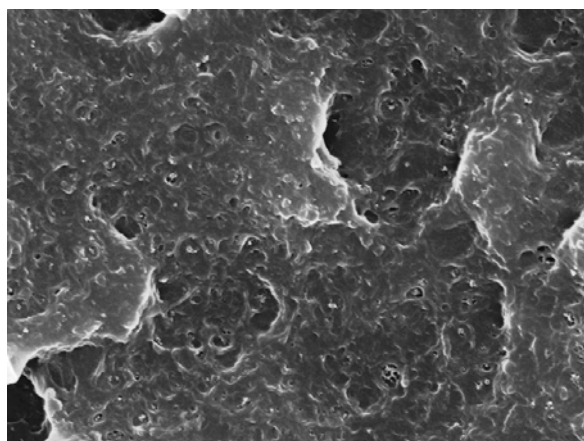
A töretfelületek rideg zónáinak különbségeit 4000x (48. ábrák) nagyítású felvételeken mutatom be.



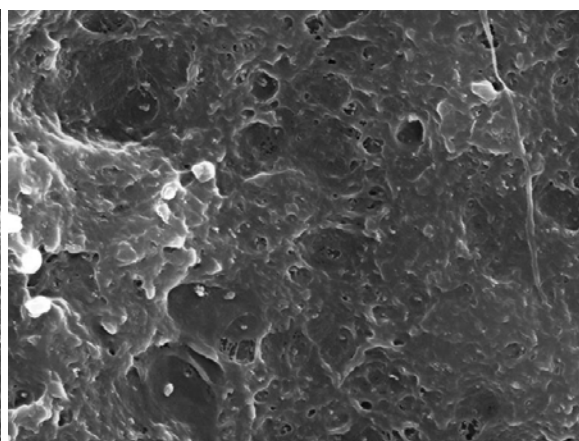
48.a. PE 80 anyag – axiális



48.b. PE 100 anyag –axiális



48.c. PE 80 anyag – tangenciális



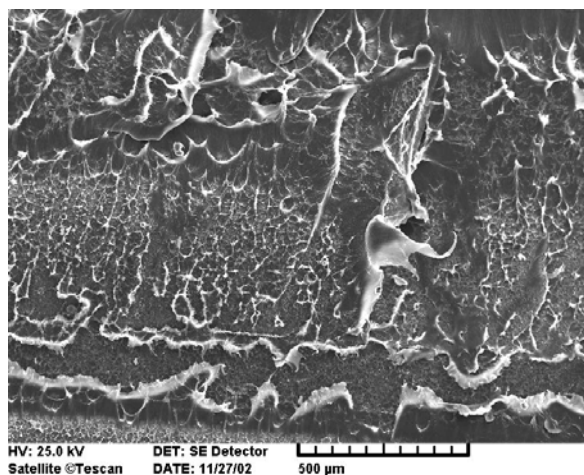
48.d. PE 100 anyag- tangenciális

48. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok töretfelületei rideg tartományainak SEM felvételei, N=4000x

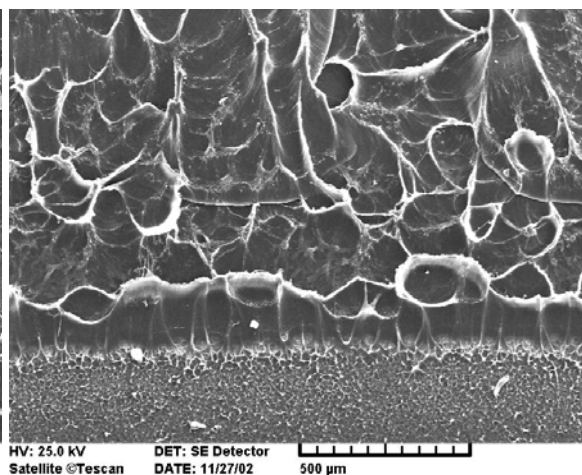
A rideg tartományok esetén jól megfigyelhető, hogy tangenciális irányban a törés során sok kis apró üreg keletkezik, míg axiális irányban ezt nem tapasztaljuk. Feltételezhető, hogy a különbség oka a kristályos egységek elhelyezkedésében keresendő. Az axiális irányú töretfelületen a lamellák nagy részének a felületét / lapját, míg a tangenciális irányú töretfelületen a vastagságukat / élüket láthatjuk.

Emellett a PE 100 jelű anyag esetén egyéb inhomogenitásokat is megfigyelhetünk, melyek repedésindító hatásúak lehetnek. Az inhomogenitások valószínűleg adalékok, a nem megfelelő feldolgozás következtében.

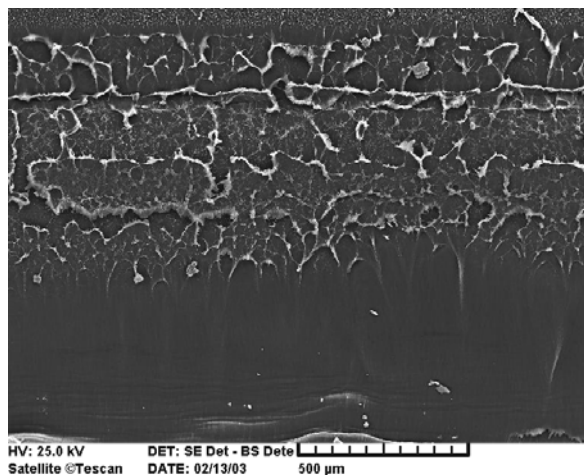
A 49. ábrák a nyírási folyással bekövetkező plasztikus deformációkat mutatják.



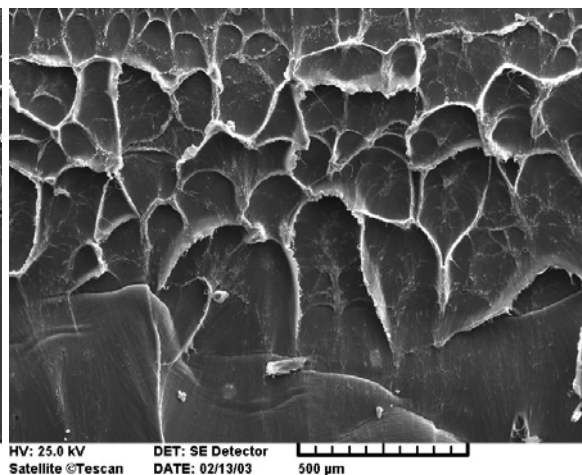
49.a. PE 80 anyag – axiális irány



49.b. PE 100 anyag – axiális irány



49.c. PE 80 anyag –tangenciális irány



49.d. PE 100 anyag – tangenciális irány

49. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok töretfelületei, a szívós tartományok SEM felvételei, N=75x

A kétféle minőségű anyag minőségi különbsége a különböző orientációjú anyagok szívós tartományainak töretfelületein is jól látszik. A PE 100 anyag esetében nagyobb üregek figyelhetők meg, míg a PE 80 anyag töretfelülete „tarajos” jellegű.

A kétféle orientációt összehasonlítva megállapítható, hogy tangenciális irányban a PE 100 anyag nagyobb üregeket tartalmaz. A PE 80 anyag töretfelületén a plasztikus deformáció mértéke elenyésző. A jelenség hasonló a hegesztett kötések töretfelülete esetén tapasztaltakkal.

A műanyag termékeket nagy nyírási sebességgel dolgozzák fel. Ennek következménye, hogy csőextrudálás során a molekulaláncok az extrudálás irányába rendeződnek, orientáció alakul ki az anyagban. Az extrudálás (axiális) irányában nagyrészt a láncokat összekötő elsődleges erők (kovalens kötés), míg az erre merőleges, tangenciális irányban másodlagos kötőerők működnek (Van der Waals).

A kötőerők különbségéből adódnak az anyag minőségi különbségei a különböző irányokban. Mivel az elsődleges kötőerők jóval erősebbek, axiális irányban jobbak az anyag mechanikai tulajdonságai.

A mérési eredmények alapján feltételezhető, hogy a hegesztett kötés a tangenciális irányú anyaghoz hasonló módon viselkedik. Feltételezhető, hogy a hegesztés során a megömlött anyagban a nyomás hatására megváltozik a molekulaláncok orientációja. Az addig axiális irányba rendeződött molekulák nagy részben az erre merőleges, radiális irányba rendeződnek, vagy kis részük rendezetlenné válik. A varratban tehát feltételezhetően szintén másodlagos kötőerők működnek.

6.4.3. A hőmérséklet és terhelési sebesség hatása

A polimerek viszkoelasztikus természetének következménye, hogy a mechanikai tulajdonságok a terhelés sebességétől és a hőmérséklettől erőteljesen függenek. Az alakváltozási sebesség és a hőmérséklet nagymértékben befolyásolja a kis- és nagymértékű alakváltozások tartományában mérhető anyagtulajdonságokat (rugalmassági modulusz, szakítószilárdság, ütőszilárdság), ezért végeztem ütvizsgálatokat széles hőmérséklettartományban, három ütési sebességgel.

Az 50. ábrák a hőmérséklet és terhelési sebesség hatását mutatják az ütőszilárdságra.

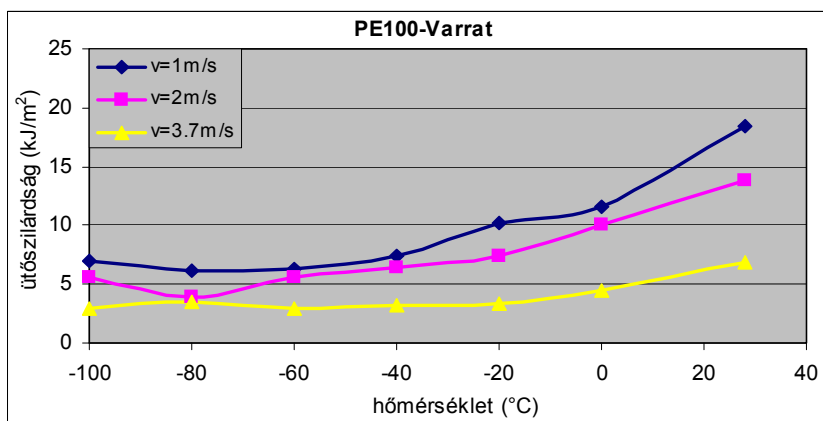
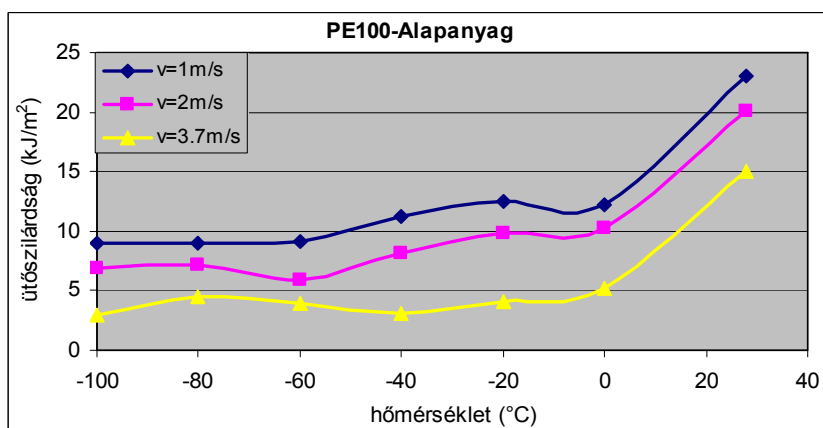
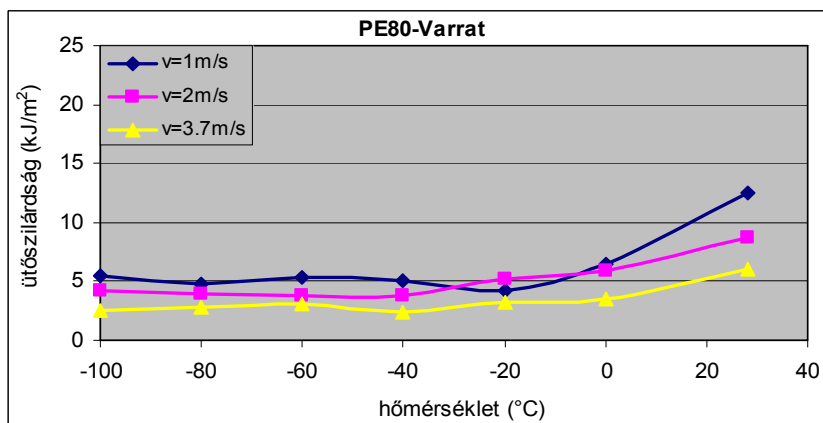
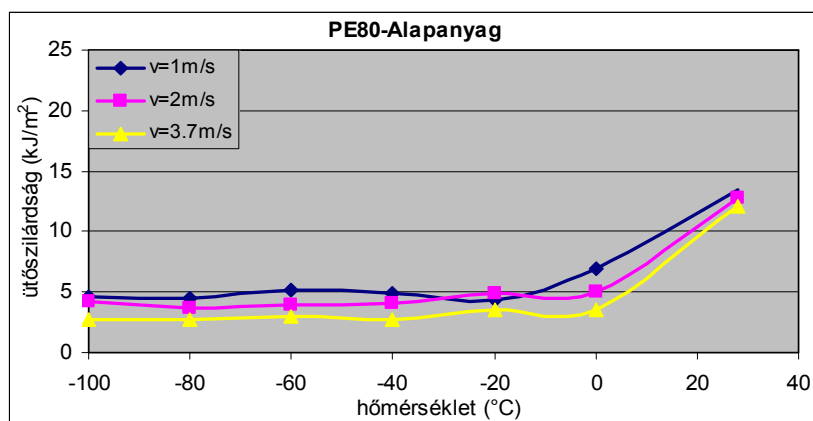
Minden vizsgált anyagnál megfigyelhető, hogy a hőmérséklet csökkenésével és a terhelési sebesség növekedésével az anyagok elridegednek, az ütmunka csökken.

A dinamikus tulajdonságok esetében létezik egy hőmérséklettartomány, mely alatt és fölött a polimer különböző tulajdonságokkal rendelkezik, ezért meghatározása igen nagy jelentőségű a gyakorlat szempontjából.

Alacsony hőmérsékletre a ridegtörés jellemző. Az alsó kritikus átmeneti hőmérséklet (T_{ka}) fölött a törés jellege kezd megváltozni, egyre szívósabban viselkedik az anyag, majd a felső kritikus átmeneti hőmérsékletet (T_{kf}) elérve a törés tökéletesen szívós. A görbék inflexiós pontjához tartozó érték az **átmeneti hőmérséklet**.

A diagramokból jól látható, hogy a rideg - szívós átmeneti hőmérséklet 0°C - 28°C között található, vagyis 0°C -on mindkét anyag teljesen elridegedik dinamikus terhelés esetén. A megállapítás jelentőségét az adja, hogy a gázvezetékek üzemi hőmérséklete télen elérheti a 0°C -ot. Az átmeneti hőmérséklettartomány alatt az ütőszilárdság gyakorlatilag állandó.

Az eredmények összefüggésbe hozhatók a dinamikus mechanikai analízis eredményeivel, miszerint az anyagok rugalmassági moduluszában szobahőmérséklet környékén hirtelen változás tapasztalható.



50. ábrák: PE 80 és PE 100 csőanyagok és hegesztett kötéseik ütőszilárdságának változása a hőmérséklet függvényében különböző terhelési sebességeknél

Alacsony hőmérsékleten a terhelési sebesség hatása a PE 100 jelű, bimodális szerkezetű anyagra jóval nagyobb, az ütőszilárdság egy adott hőmérsékleten jelentősebb változást mutat.

Az alsó kritikus átmeneti hőmérséklet fölött az ütmunka hirtelen nő. A PE 100 anyag esetén ez a változás jóval szembetűnőbb, mint a PE 80-as anyag esetén.

A hegesztetlen alapanyagokat a saját varratukhoz viszonyítva megfigyelhetjük, hogy az alapanyagok esetében az átmenet jóval élesebb, a görbe meredekebb. A varratok esetén az átmenet szélesebb hőmérséklettartományban következik be. Ez azt jelenti, hogy az alapanyagok viselkedése könnyebben előrejelezhető, vagyis a hegesztett kötés ridegtörése veszélyesebb.

A hőmérsékletváltozás hatását a törési diagramokra és a töretfelületek minőségére PE 100 anyag 2 m/s sebességű ütvizsgálatának eredményein mutatom be (51. ábrák).

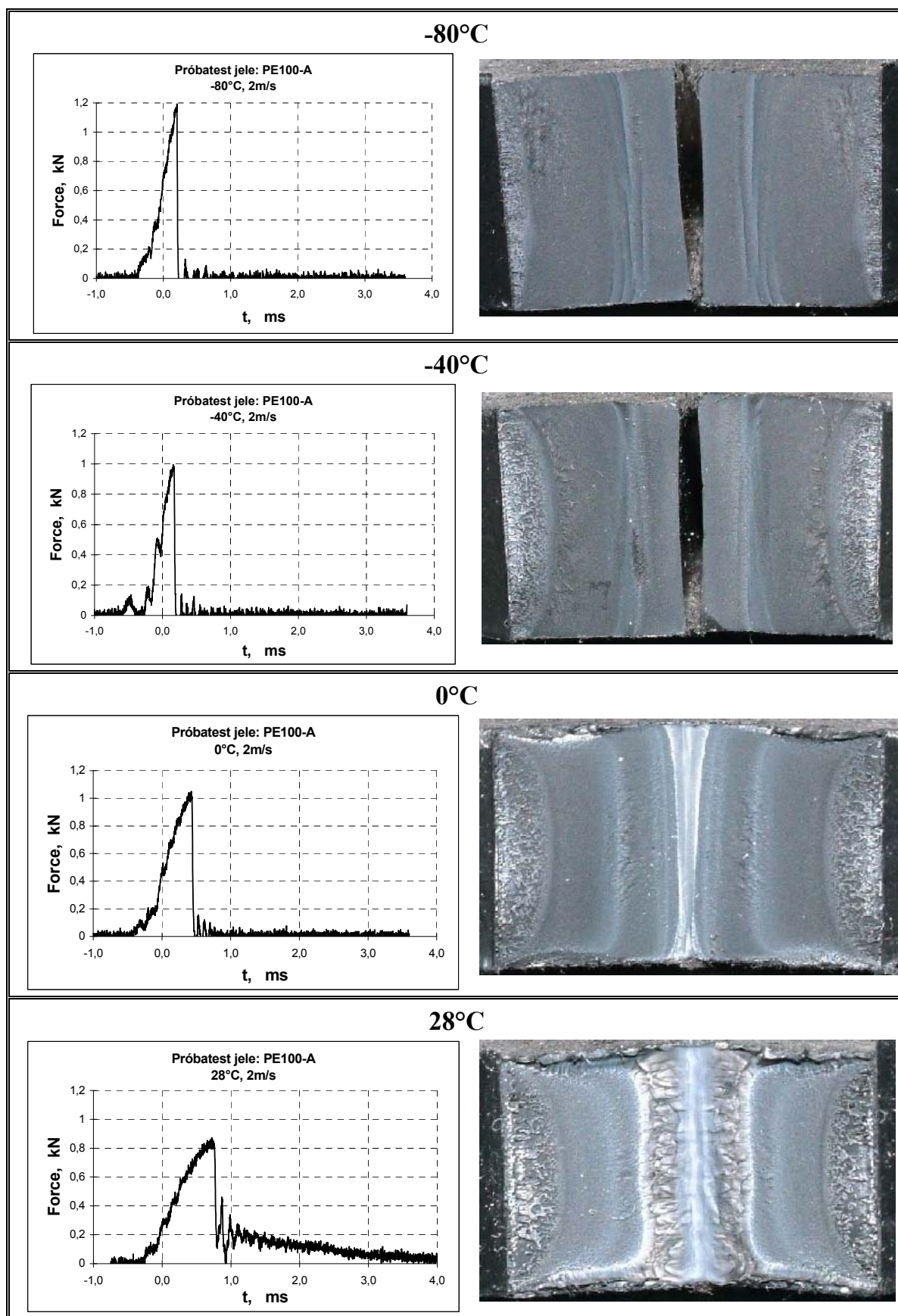
Az üvegesedési hőmérséklet közelében (-100°C) plasztikus deformációnak nincs nyoma. A minták gyakorlatilag tökéletesen ridegen viselkednek, „üvegszerűen” törnek.

Bár az ilyen alacsony hőmérsékleten történt méréseknek a gyakorlat szempontjából nincs jelentősége, viszont a törés mechanizmusának vizsgálata szempontjából fontos, hogy az üvegesedési hőmérséklet közelében hogyan viselkedik az anyag.

A hőmérséklet növekedésével az anyagok ridegsége csökken, a diagramok alakja és a töretfelületek minősége megváltozik, megjelenik a mikrorepedezés (crazing) okozta lokalizált plasztikus deformáció. A maximális erő csökken, a törési idő nő. A maximális behajlás gyakorlatilag nem változik az átmeneti hőmérsékletig.

Az átmeneti hőmérséklet fölött a minták kezdetben ridegen törnek, majd a folyamat végén megjelenik a nyírási folyás okozta plasztikus deformáció; melyet az erő – idő diagramok, és a töretfelületeken elhelyezkedő nyírási szélek is mutatnak. A maximális behajlás értékek hirtelen növekednek.

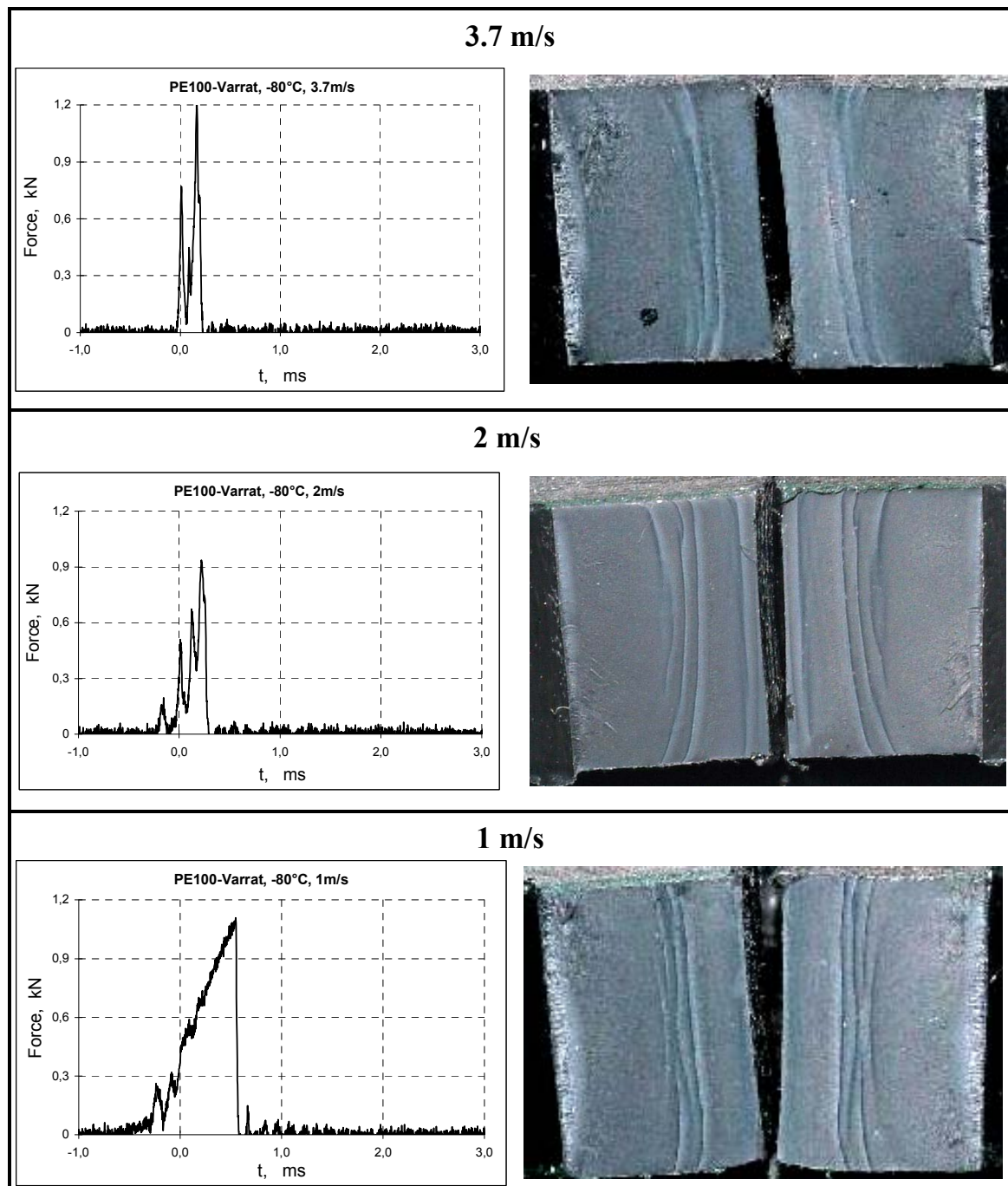
A hőmérséklet további növekedésével az anyagok egyre szívósabb viselkedést mutatnak, a töretfelületeken nő a nyírási szélek mérete, a diagramokon a nyírási folyás okozta plasztikus deformáció mértéke.



51. ábrák: A hőmérsékletváltozás hatása a PE 100 alapanyag törési diagramjára és töretfelületére, ütési sebesség: 2 m/s

A terhelési sebesség hatását az erő – idő diagramokra és a töretfelületek minőségére két állandó hőmérsékleten mutatom be - az üvegesedési hőmérséklet közelében és szobahőmérsékleten - ahol az anyagok viselkedése teljesen eltérő.

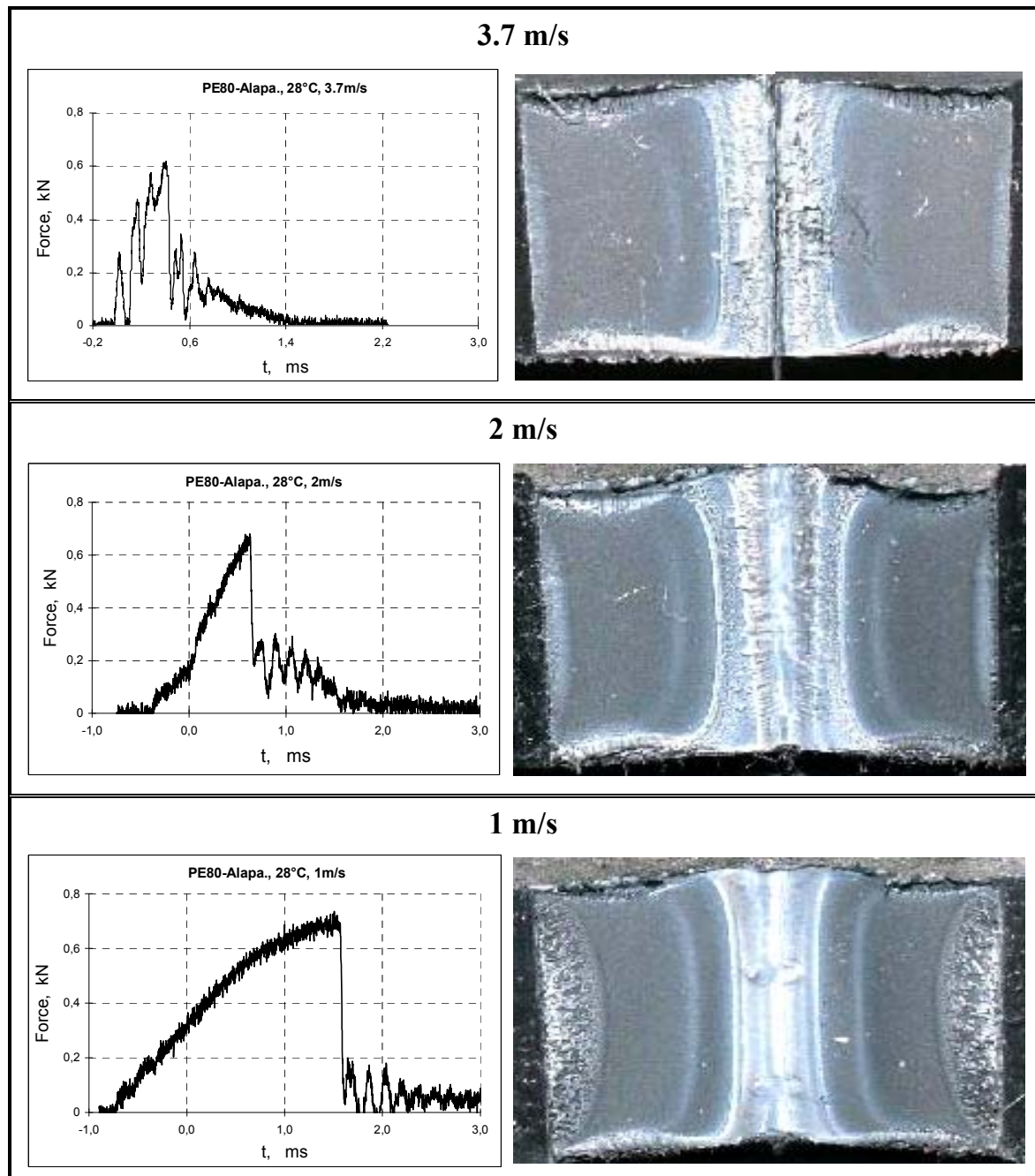
Az 52. ábrák a törési diagramokat és a töretfelületeket mutatják az üvegesedési hőmérséklet közelében, -80°C -on, a PE 100 varrat esetén.



52. ábrák: Az ütési sebesség hatása a PE 100 varrat törési diagramjára és töretfelületére, $T = -80^{\circ}\text{C}$

Alacsony hőmérsékleten a terhelési sebesség hatásai csak kismértékben észlelhetők. Mivel az anyagok „üvegszerű” állapotban vannak és tökéletesen ridegen viselkednek, a törési folyamatra nincs jelentős hatással a sebesség.

A terhelési sebesség hatását az átmeneti hőmérséklet fölött (szobahőmérsékleten) a PE 80 anyag mért erő – idő diagramjain, és a töretfelületek makrofényképein mutatom be (53. ábrák).

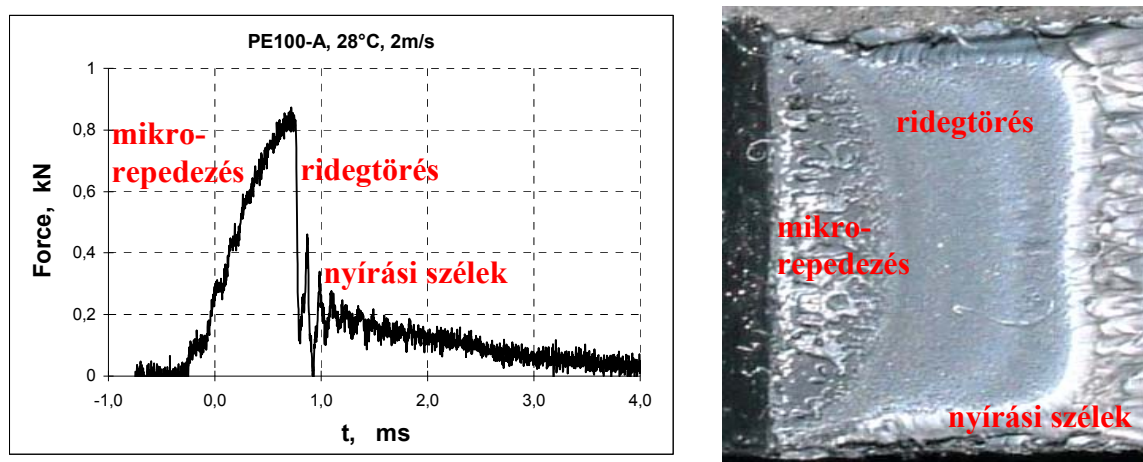


53. ábrák: Az ütési sebesség hatása a PE 80 alapanyag törési diagramjára és töretfelületére, $T=28^{\circ}\text{C}$

Az átmeneti hőmérséklet fölött, 3.7 m/s sebességnél a minták kezdetben ridegen törtek, majd a folyamat végén megjelent a nyírási folyás okozta plasztikus deformáció; melyet az erő – idő diagramok, és a töretfelületeken elhelyezkedő nyírási szélek mutatnak. A terhelési sebesség csökkenésével a nyírási szélek mérete nő.

A terhelési sebesség csökkenésével a törési folyamat jellege megváltozik. A törési diagram végén a nyírási folyás okozta plasztikus deformáció mértéke csökken, a töretfelületek minősége megváltozik. A crazing okozta lokalizált plasztikus deformáció veszi át az irányító szerepet.

Az anyagok erő – idő diagramja és töretfelülete között a következő összefüggések figyelhetők meg (54. ábra):

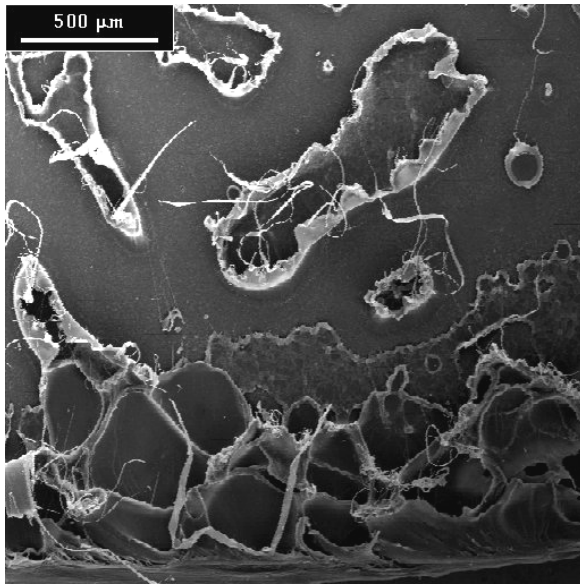


54. ábra: A törési diagram és a töretfelület kapcsolata a PE 100 anyag 28°C-on, 2 m/s sebességgel végzett vizsgálatának példáján keresztül bemutatva

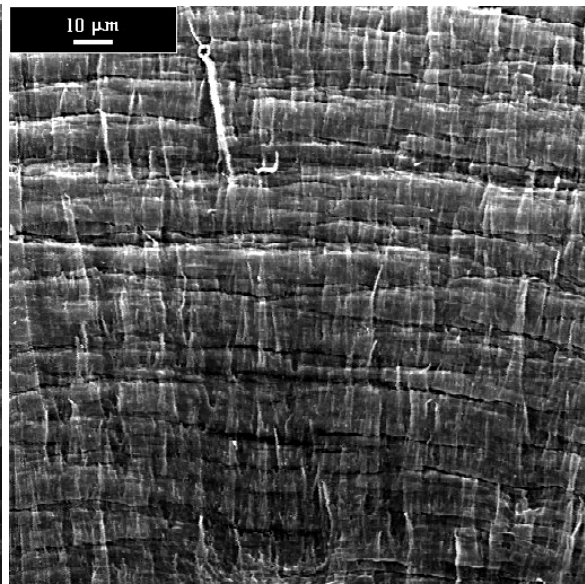
A polietilén csövek törése egy egyensúlyi folyamatnak tekinthető a két károsodási mikromechanizmus között: mikrorepedezést követő ridegtörés és nyírási folyás okozta szívós deformáció. A minták kezdetben ridegen törnek, amint a törési felületen a nyírási szélek válnak dominálóvá, a szívós hatás fogja uralni a folyamatot.

A nyírási folyás és a mikrorepedezés tehát kompetitív folyamatok, a domináns deformációt a polimer jellemzői, az igénybevétel módja, és a feszültségeloszlás határozzák meg.

A polietilén csövek törése közben fellépő mikromechanikai deformációkat a PE 100 alapanyag, 23°C-on végzett vizsgálatán mutatom be. A mikrorepedezés és a nyírási folyás SEM felvételei az 55. ábrákon láthatók.



55.a. Mikrorepedezés, N=50x



55.b. Nyírási folyás, N=750x

55. ábrák: Mikromechanikai deformációk, mikrorepedezés és nyírási folyás SEM felvételei (PE 100 anyag, 23°C)

A ridegtörés során üregek képződnek, melyek a maximális húzófeszültség irányában nőnek. Az üregek közötti polimer anyag fokozatosan egyre vékonyabb szálakká, fibrillákká alakul. A crazing tehát egymásba hatoló üregeket tartalmaz a kihúzódtott polimer szálak között. A mikrorepedezés bizonyítéka a törési felületen található vékony, orientált polimer szálak (55.a. ábra).

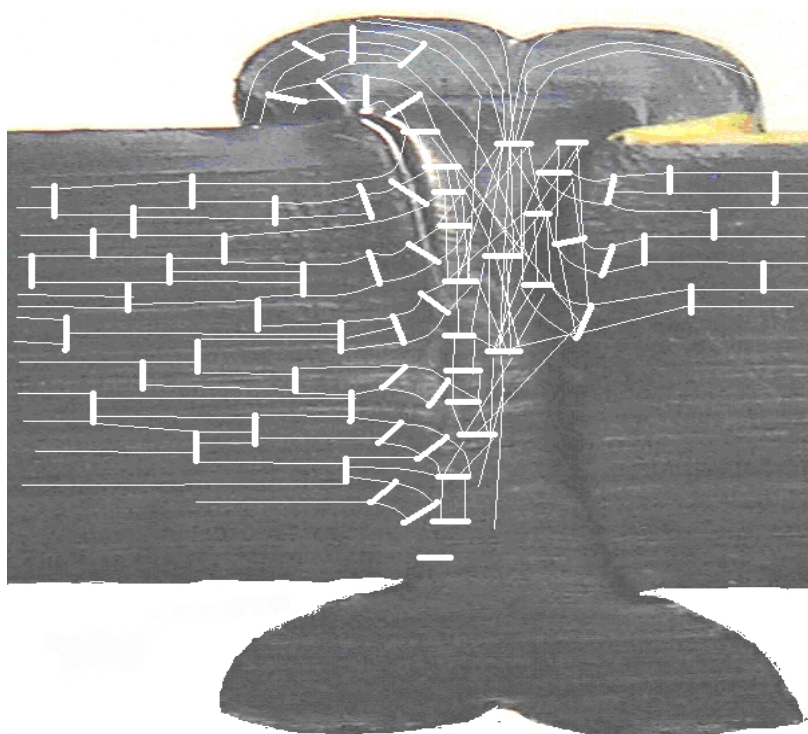
A nyírási folyás során a próbatestet terhelve a lokalizált plasztikus deformáció szimmetrikus, 45° -os nyírókötegek formájában növekszik a felületen át. Miután eléri a szabad felszínt (feszültség maximumánál), a nyírókötegek egymás felé, húzó frontként terjednek. A nyírókötegek között az anyag ezután kontrahál, majd bekövetkezik a károsodás. A felvételeken jól láthatóak a nyírási sávok (55.b. ábra).

7. A hegesztett kötés szerkezete

A tompahegesztés technológiájából és a szerkezetvizsgálat eredményeiből a hegesztett kötés szerkezete feltételezhetően a következőképpen alakul.

A csőgyártás során a megömlött anyag az extruder- és a kaliber szerszámon préselődik keresztül. Ennek következtében feltételezhető, hogy az extrudálás során a nagy feldolgozási sebesség hatására a molekulaláncok az extrudálással párhuzamos - axiális - irányba rendeződnek. A feldolgozást követő külső vízhűtés hatására az anyag folyamatosan lehűl, kialakul egy állandó kristályszerkezet, ahol a kristályos lamellák a láncokra merőleges irányúak és a kristályos hányad megközelítőleg állandó.

A kialakult kristályszerkezetet a hegesztéskor alkalmazott nyomás és hőmérséklet módosítja. A hegesztés folyamata során a megömlött anyagban a nyomás hatására feltételezhetően a molekulaláncok orientációváltozása következik be. A csőben axiálisan orientált molekulák a megömlött csővégek egyesítésekor nagyrészt erre merőleges - radiális - irányba rendeződnek. A megömlött polimerben a kellően mozgékony makromolekula szegmensek homogenizálódnak, a hűtésekor bekövetkező „újrakristályosodás” során közös szerkezetet alakítanak ki. A kialakult kristályok orientációja is ennek megfelelően alakul; a kristálylamellák elfordulnak, a normálisukkal radiális irányba rendeződnek, molekulaláncok új irányára merőlegesen (56. ábra). Lehetséges, hogy egy nagyon vékony határrétegben, ahol a csővégek összeérnek anomális viselkedést tapasztalhatunk. Például a molekulaláncok kisebb mértékű szabályossággal tudnak csak összeépülni, emiatt lecsökkenhet a kristályosság.



56. ábra: A molekula- és lamellaorientáció alakulásának modellje a hegesztett kötésben

A polietilén rossz hővezetőképessége következtében (20°C-on 0.4 W/mK) a hegesztés levegőn lassan hűl, így van lehetőség a megfelelő anyagszerkezet kialakulására.

A hegesztés folyamata kinetikailag egy „másodlagos” kristályosodásnak tekinthető, vagyis az alkalmazott hőmérséklet és nyomás hatására az amorf fázisban lévő polimer szegmensek, vagy a kis móltömegű polimerláncok kikristályosodnak, a már létrejött kristályok átrendeződhetnek. Az olyan egyszerű molekulák, mint a polietilén könnyen és gyorsan kristályosodnak, mert a molekulák rotációja lehetővé teszi a kedvező térbeli helyzet kialakulását, ennek következtében a kristályos hányad nő. A hegesztés a lamella vastagságot nem befolyásolja.

8. Szerkezet – tulajdonságok közötti kapcsolatok

8.1. Kristályos hányad

Irodalmi adatok szerint a kristályos hányad növekedésével nő a folyáshatár, a szilárdság, viszont csökken deformálhatóság.

A DSC vizsgálat során kapott „olvadáspont környéki” kristályosság, illetve a röntgenszórásból számított kristályosság a különböző minőségi osztályú polietiléneket összehasonlítva a bimodális polietilén; a hegesztetlen alapanyagot a hegesztett kötéshez viszonyítva a varrat esetén magasabb.

Az alapanyagokat összehasonlítva megállapítható, hogy a bimodális polietilén esetén jelentkező, körülbelül 10 %-kal magasabb kristályosság érzékelhetően befolyásolja a folyáshatárt, jelentősen növeli az ütésállóságot, az anyag rugalmassági modulusza nagyobb, nyúlása kisebb.

A hegesztés hatását tekintve a néhány % kristályosság növekedés nincs jelentős hatással a folyáshatárra, kismértékű rugalmassági modulusz növekedés okoz, viszont az ütésállóságot és alakváltozást nagymértékben csökkenti.

Bár a kristályos hányad nő, viszont a kristályok (és a láncok) orientációja megváltozik, ennek következtében - és a radiális irányban működő másodlagos gyengébb kötőerőknek köszönhetően - az anyag tulajdonságai a hegesztett varratban gyengébbek. A statikus és dinamikus terheléssel szembeni ellenállás romlik.

A folyamathoz tartoznak a hegesztési technológiából adódó esetleges hibák (nem megfelelő szerszámhőmérséklet, nyomás, szennyeződések, stb.), amelyek hatására a varratban esetlegesen inhomogenitások keletkezhetnek. A képződő mikroaggregátumok kisebb szilárdságot eredményeznek, repedésindító jellegűek, nagymértékben csökkentik a hegesztési varratok jóságát.

8.2. Lamellavastagság

A lamellavastagságnak jelentős a szerepe a törési folyamatokban; az irodalom szerint a vastagabb lamellák kedveznek a repedésterjedésnek.

Az DSC vizsgálatok alapján, az olvadáspontból számított értékek szerint a bimodális anyagot néhány nm-rel vastagabb lamellák alkotják, mint a hagyományos HDPE-t. Az ütővizsgálatok eredményei nem bizonyították, hogy ez a kismértékű különbség jelentős mértékben befolyásolná a repedésterjedés folyamatát.

8.3. Kötőmolekula koncentráció

A részben kristályos polimerek szilárdsági tulajdonságainak alakulásában a kötőmolekuláknak nagy a szerepe, mivel húzáskor az alakváltozás során ezek a molekulák biztosítják a szilárdságot. A kötőmolekula koncentráció az alakváltozás mértékére van befolyással.

Az irodalomban elfogadott az a feltételezés, miszerint a lamella vastagság növekedésével csökken a kötőmolekulák száma.

Az elméletet felhasználva a bimodális anyag kristályos tartományát vastagabb lamellák alkotják, vagyis kisebb a kötőmolekula koncentráció. Ennek következtében az alakváltozás értéke csökken.

A kötőmolekula koncentráció elmélet hiányosságának tartom, hogy csak azt a tényezőt veszi figyelembe, hogy mennyi a kötőmolekulák száma. Véleményem szerint a szilárdsági tulajdonságok alakulásában ezen kívül az is fontos, hogy mekkora a kötőmolekulák azon szegmenshossza, amely részt vesz a kötésben, de a lamelláknak nem része. Minél rövidebbek ezek a szegmenshosszak, feltételezhetően annál nagyobb szilárdságot biztosítanak.

Ezúton magyarázva az anyagok viselkedését, feltételezhető, hogy a PE 100 anyag kevesebb, de rövidebb kötőmolekulát tartalmaz, mint a PE 80 anyag, ennek következtében nagyobb szilárdságot biztosítanak és kisebb szakadási nyúlást.

Mivel a PE 80 anyagban a rövidebb molekulák több elágazást tartalmaznak [76], nagyobb a valószínűsége, hogy a molekulák amorf fázist alkotnak anélkül, hogy kötőmolekulák szerepét töltenék be. Egy ilyen szerkezet nagy plasztikus deformációra képes, amit a szakítóvizsgálatok eredményei is bizonyítanak.

Annak következtében, hogy a PE 100 anyagban a rövid molekulák kevés elágazást tartalmaznak, nagy többségben ezek alkotják a kristályos fázist. Az amorf fázisban sokkal több a kötőmolekula.

A hegesztett kötések mentén a lamella vastagság gyakorlatilag nem változott, így feltételezhetően a kötőmolekula koncentráció is állandó.

Összefoglalás

A polietilén csövek vizsgálata napjainkban széles körben kutatott terület, hiszen az elsőként földbe fektetett vezetékek tervezett élettartama manapság jár le. A hegesztés hatásával azonban nagyon kevés szakember foglalkozott annak ellenére, hogy a tapasztalatok szerint a legtöbb károsodás ezen a helyen következik be. A témával kapcsolatos irodalomban található eredmények ellentmondóak, és nem megalapozottak.

A kutatómunkám célja a tompahegesztés hatásának vizsgálata a polietilén csövek szerkezetére és mechanikai tulajdonságaira.

Kísérleteim során a polietilén csövek szerkezetének pontosabb feltárását végeztem, különös tekintettel a hegesztett kötésre. A szerkezetvizsgálatokat röntgendiffrakció, differenciál scanning kalorimetria és dinamikus mechanikai analízis módszerekkel végeztem.

Feladatom második részeként a polietilén csövek és hegesztett kötéseik statikus és dinamikus mechanikai tulajdonságait határoztam meg, különböző hőmérsékleteken, különböző terhelési sebességek esetén. A mechanikai viselkedés feltárásához műszerezett ütővizsgálatot és szakítóvizsgálatot használtam. A töretfelületek elemzését makrofényképek és scanning elektronmikroszkópos (SEM) felvételek alapján végeztem.

A szerkezetvizsgálatok eredményeiből megállapítottam, hogy a hegesztett varrat nem homogén, a kristályos hányad folyamatosan változik a hegesztett kötés mentén. A hegesztetlen anyagtól indulva a kristályosság nő, a varrat közepén maximumot mutat.

Emellett feltételezhető, hogy a hegesztés hatására megváltozik a molekulaláncok orientációja. A csőben axiálisan orientált molekulák a megömlött csővégek egyesítésekor nagyrészt radiális irányba rendeződnek. Az ebben az irányban működő másodlagos kötőerők következtében az anyag tulajdonságai gyengébbek, mint axiális irányban. A varratban a lamellák orientációja a láncok irányának megfelelően alakul, vagyis az eredeti lamellákhoz képest elfordulnak. A lamellavastagság állandó a varrat mentén.

A mechanikai vizsgálatok alapján megállapítható, hogy a polietilén csövek és hegesztett kötéseik mechanikai viselkedése függ az anyagi minőségtől, az orientációtól, a hőmérséklettől és a terhelési sebességtől. A károsodás mikroszinten a nyírási folyás és mikrorepedezés kompetíciójaként - a hőmérséklettől és a terhelési sebességtől függően - következik be.

A hegesztett kötés dinamikus tulajdonságai jóval rosszabbak, mint a hegesztetlen anyagé. A törési folyamat során kisebb a plasztikus deformáció mértéke, a töretfelületen inhomogén szerkezet figyelhető meg. A varratok statikus viselkedése rosszabb, mind a folyáshatár, mind a deformáció szempontjából.

A varrat gyengébb tulajdonságaihoz - a szerkezeti különbségek mellett - hozzájárulhatnak a hegesztési technológiából adódó esetleges hibák, melynek következtében további makroszkopikus inhomogenitások (szennyeződések, zárványok) keletkezhetnek a varratban, melyek repedésindító szerepe közismert.

A különböző generációs anyagokat összehasonlítva tapasztalható, hogy a bimodális molekulaszervezetű PE 100 anyag mind statikus, mind dinamikus mechanikai tulajdonságai jobbak, mint a hagyományos nagy sűrűségű polietiléné. Jobban ellenáll az ütősszerű igénybevételnek, a deformáció nagyobb mértékű plasztikus alakváltozással jár, húzóterhelés hatására magasabb feszültséggel terhelhető károsodás nélkül.

Szerkezetüket tekintve a PE 100 kristályos hányada magasabb, mely nagyobb szilárdságot és rugalmassági moduluszt kölcsönöz az anyagnak.

Végeredményben elmondható, hogy a bimodális molekulaszervezet következtében a PE 100 csőosztály tulajdonságai jobbak, mint a hagyományos nagy sűrűségű polietilén tulajdonságai. A hegesztés szempontjából megállapítható, hogy a hegesztett kötések szerkezete különbözik a hegesztetlen anyagétól, a kötések mechanikai tulajdonságai gyengébbek.

A dolgozat újszerűségei:

- A hegesztett kötések DSC vizsgálatához fejlesztett „szeleteléses módszer” lehetővé tette a tizedmilliméteres tartományok mérését. Ezáltal lehetőség volt a szerkezet pontosabb feltárására.
- A hegesztett kötések műszerezett ütvizsgálata. A polietilén csövek kötéseinek statikus vizsgálata szabványosított és az ipari gyakorlatban elterjedt. A varratok dinamikus tulajdonságaival kapcsolatban kevés adat létezik.
- A polietilén csövek és hegesztett kötések jellemzőinek meghatározása Dinamikus Mechanikai Analízissel.

A dolgozat hasznosítási lehetőségei:

A dolgozat eredményei elsősorban az ipari gyakorlatban hasznosíthatók. Emellett szélesítik a kristályos polimerekkel kapcsolatos ismereteket, így lehetőség van kutatásban, oktatásban történő alkalmazásra is.

Magyarországon a TVK Rt. tervei között szerepel a bimodális szerkezetű polietilén gyártásának indítása, melynek megvalósításához a vállalat új gyáregységeket épít. Az alapanyag előírások és szabványok kidolgozása során segítséget nyújthatnak a dolgozat vizsgálati eredményei.

A Dunagáz Rt. néhány éve elkezdte a polietilén csövek szilárdsági anyagjellemzői adatbankjának összeállítását, melynek bővítéséhez a dolgozat – elsősorban mechanikai tulajdonságokkal kapcsolatos – eredményei hozzájárulhatnak.

Másrészről a társaság nagymértékben foglalkozik műanyaghegesztő szakemberek oktatásával, továbbképzésével, így a polietilén csövek hegesztésével kapcsolatos elméleti ismeretek bővítéséhez is hasznosíthatók a disszertáció fejezetei.

Summary

Nowadays the study of the polyethylene pipes is a wide researched area, because of the planned lifetime of the first laid pipes are being lapsed. Only a few expert has examined the effect of the welding, inspite of the fact that according to the experiences most of the damages occure in this field. The results of the professional literature in connection with the theme contain a lot of discrepancies and not established.

The aim of my dissertation was to examine the effect of butt welding for structure and mechanical properties of the polyethylene pipes.

In my experiment the exact structure of the polyethylene pipes, mainly the welded joint was investigated. The structure analysis was ascertained by X-ray diffraction, differential scanning calorimetry and dynamic mechanical analysis methods.

In the next part of my work I measured the static and dynamic mechanical behaviour of the materials on different temperatures and velocities. The research of the mechanical characteristic was done by instrumented impact and tensile tests. The fracture surfaces was investigated by scanning electron microscope fractographs and macrophotos.

According to the reasults of the structure analysis, the welded joint is not homogen, the cristallinity is varying along the joint was estabilshed. From the direction of the unwelded material the crystallinity increases, and in the middle of the joint it has a maximum.

Furthermore, it can be hypothesized, that because of the welding the molecule orientation is changing. The axial direction molecule chains in the tube become settled in radial direction at the fusion of the pipe ends. In the radial direction the secondary bonding forces act only, therefore the properties of the material are poorer. In the weld zone the lamella orientation is depending on the direction of the chains, consequently they are transformed from the original condition. The thickness of the lamellas are permanent along the joint.

Besides the characterization the mechanical behaviour of the polyethylene pipes and their welded joint depend on the quality of material, the orientation, the temperature and the loading velocity was pointed out. The competition of the shear yielding and the crazing causes – according to the temperature and loading velocity - the damages in the micromechanical level.

The dynamic properties of the joint are much worse than the unwelded material. At the fracture the plastic deformation is minor, the fracture surface is inhomogen. The static loading resistance of the joint is inferior respectively the yield point and the deformation.

The poorer properties of the welded joint – in addition to the structural differences – conribute to the possible defect of the welding technology, in a consequence of there should be further macroscopical inhomogenities (microcracks, inclusions), which acts as a crack initiation points.

Comparing the different generation materials, the static and dynamic mechanical properties of the bimodal moleculestructure polyethylene is better, than the conventional HDPE. It has a greater impact loading resistance, mayor plastic deformation, and the yield point is higher.

The strength and elastic modulus are larger due to the higher crystallinity of PE100.

In conclusion, it can besummarized that the properties of bimodal molecule structure polyethylene is better than the conventional high density polyethylene. In aspect of welding can be stated that the structure of the joint is differ from the unwelded material and its mechanical feature is poorer.

The novel tasks of the essay:

- The development of „slicing method” to the DSC analysis, which give possibility to measure the very small areas of the welded joint.
- The instrumented impact testing of the joint.
- Apply of dynamic mechanical analysis in the case of polyethylene pipes.

Utilization of the thesis:

The results of the composition mainly can be used in the industrial practice. Besides they enlarge the knowledge concerning cristalline polymers, therefore can be correspondently applied in investigations and education.

The TVK Rt. in Hungary is planning to start bimodal polyethylene production, hence they are installing a new plant. The issues of this research can help in defining the specification for raw materials and in standardization.

Some year before the Dunagáz Rt. have started establish the strength data bank of polyethylene pipes, and the results – mainly those in connection with the mechanical properties - may enlarging these datas.

In addition the company take a lot of care about education and retraining of plastic-welding technician, therefore the issues of this essay can be useful to improve the theoretical knowledge related to welding of plastic pipes.

Új tudományos eredmények

1. Tézis:

A tompahegesztett nagy sűrűségű polietilén csőben a hegesztett varrat és a hőhatásoktól mentes anyag szerkezete között kismértékű különbségek találhatók. A tompahegesztés hatására megváltozik a molekulaorientáció. A csőben axiálisan orientált molekulák és a kristálylamellák a megömlött csővégek egyesítésekor nagyrészt radiális irányba rendeződnek.

A Differenciál Scanning Kalorimetriás kísérletek alapján bebizonyítottam, hogy a hegesztett varrat közepén a legmagasabb a kristályossági fok (2 – 5 % különbség a hegesztetlen anyaghoz viszonyítva).

A csőfalban axiális irányban orientált molekulák hosszirányú szakítókísérletnél nagymértékű nyúlást, ütévizsgálatnál nagyobb maximális behajlás értékeket tesznek lehetővé. Ezzel szemben a varratban jórészt radiális irányba orientált molekulastruktúra hosszirányú szakítókísérlet során jóval kisebb nyúlásra képes, ütévizsgálatnál kisebb maximális behajlás értékeket eredményez (a szakadási nyúlások eltérése 5 – 60 %, a maximális behajlás értékek eltérése 30 – 50 %).

2. Tézis:

Dinamikus Mechanikai Analízissel igazoltam, hogy a nagy sűrűségű polietilén cső hegesztett kötéseinek rugalmassági modulusza nagyobb, mint a hegesztetlen anyagé. Tehát a kristályossági fok növekedésével nő a rugalmassági modulusz.

3. Tézis:

A műszerezett ütévizsgálatok alapján megállapítottam, hogy a nagy sűrűségű polietilén csövek hegesztett kötéseinek dinamikus terheléssel szembeni ellenállása kisebb, mint a hegesztetlen anyagé. Mind az ütészilárdság, mind a plasztikus deformációra való hajlam csökken a hegesztés hatására (az ütészilárdság szobahőmérsékleten 35 – 40 %-kal csökken). A hegesztetlen anyagok és a varratok rideg – szívos átmeneti hőmérséklete hasonló (T_{ka} körülbelül 0°C), viszont a hegesztett kötések átmenete az alapanyaghoz viszonyítva szélesebb hőmérséklettartományban következik be.

4. Tézis:

A bimodális molekulaszervezetű nagy sűrűségű polietilén kristályos tartományát nagyobb méretű kristályos egységek alkotják, mint a „hagyományos” nagy sűrűségű polietilénét.

Ezt igazolja, hogy a DSC mérések alapján meghatározott kristályos lamellák a bimodális molekulaszervezetű anyag esetén vastagabbak (átlagban 20 %-kal).

A Scanning elektronmikroszkópos felvételek alapján megállapítható, hogy a bimodális molekulaszervezetű anyag ridegtörése nagyobb kristályos platókon játszódik le.

5. Tézis:

Dinamikus terhelés hatására a „hagyományos” nagy sűrűségű polietilén csőanyag ütőmunkája az átmeneti hőmérséklet alatt alig függ a terhelési sebességtől, míg a bimodális molekulaszervezetű csőanyag esetén a sebességfüggés jelentős.

Alacsony hőmérsékleten a bimodális molekulaszervezetű polietilén dinamikus igénybevétellel szembeni ellenállása lényegesen felülmúlja a „hagyományos” nagy sűrűségű polietilénét (az ütőszilárdság közel kétszerese).

Tudományos közlemények

Folyóiratcikkek:

1. Leskovics Katalin: Polietilén csövek alkalmazása és tulajdonságaik, Technika Műszaki Szemle, 2001. augusztus, 44. évf., 8. szám, pp. 36-38
2. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek szerkezetvizsgálata, Gépgyártás, 2002. január-február, pp. 62-64

Konferencia kiadványok:

1. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek integritása, FMTÜ, Kolozsvár, 2001. március 23-24, pp. 135-138
2. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek szerkezetvizsgálata, FMTÜ, Kolozsvár, 2002. március 21-22, pp. 97-100
3. Katalin Leskovics, Dr. Gyöngyvér B. Lenkey: Instrumented Impact Testing of Polyethylene Pipes and their Welded Joints, MicroCAD, 2003. March 6-7., pp. 53-58
4. Leskovics Katalin, Lenkeyné dr. Biró Gyöngyvér: Polietilén csövek és hegesztett kötéseik műszerezett ütésvizsgálata, FMTÜ VIII., Kolozsvár, 2003. március 21-22., pp. 13-16

Konferencia előadások:

1. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek integritása, FMTÜ, Kolozsvár, 2001. március 23.
2. Leskovics Katalin: Polietilén csövek tulajdonságai és felhasználásuk, Tavaszi szél, Gödöllő, 2001. április 20-22.
3. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztése és vizsgálata, Anyag- és Kohómérnöki Kar Tudományos Ülésszaka, MAB, Miskolc, 2001. szeptember 11-12.
4. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek károsodása, Doktoranduszok Fóruma, Miskolci Egyetem, 2001. november 6.
5. Leskovics Katalin, Lenkeyné dr. Biró Gyöngyvér: Műanyag hegesztett kötések integritása, Dunagáz Rt. Szakmai Fórum, Miskolc, 2001. nov. 8.
6. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek szerkezetvizsgálata, FMTÜ, Kolozsvár, 2002. március 21-22.

7. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett varratainak röntgendiffrakciós vizsgálata, Tavaszi Szél, Gödöllő, 2002. április 12-14.
8. Katalin Leskovics: Structural Analysis of Welded Joints of Polyethylene Pipes, Junior Euromat, Lausanne, 2002. szeptember 2-5.
9. Leskovics Katalin: Polietilén csövek hegesztett kötéseinek vizsgálata mikromódszerekkel, Doktoranduszok Fóruma, Miskolci Egyetem, 2002. november 5-6.
10. Katalin Leskovics, dr. Gyöngyvér B. Lenkey: Instrumented Impact Testing of Polyethylene Pipes and their Welded Joints, MicroCAD 2003, Miskolci Egyetem, 2003. március 6-7.
11. Leskovics Katalin, Lenkeyné dr. Biró Gyöngyvér: Polietilén csövek és hegesztett kötéseik műszerezett ütővizsgálata, FMTÜ VIII., Kolozsvár, 2003. március 21-22.
12. Leskovics Katalin: Polietilén csövek és hegesztet kötéseik vizsgálata, BorsodChem Rt. Szakmai Fóruma, Kazincbarcika, 2003. április 29.
13. Katalin Leskovics, dr. Gyöngyvér B. Lenkey: Instrumented Impact Testing of Polyethylene Pipes and their Welded Joints, News Trends in Fatigue and Fracture II, Hammamet, Tunézia, 2003. május 12-13.
14. J. Kovalčík, M. Henzel, J. Dusza, Gy. B. Lenkey, K. Leskovics: Dynamic Fracture Behaviour of Brittle Materials at Room Temperature, Fractography 2003, Stará Lesná, Szlovákia, 2003. november 9-12.

Felhasznált irodalmak

- [1] L. V. Hoeymissen: Polyethylene Gas Supply Systems, Seminar on Plastics Piping for Gas Supply Systems, Tel-Aviv, Izrael, 27. apr.1999, pp.1-11
- [2] A csőgyártás helyzete Európában, OMIKK - Műanyagok alkalmazása, 1999/7, pp.37-40
- [3] R. Jockenhöfer: RVGW-Regelwerk auf dem neuesten Stand, PE 80, PE 100 und PE-X integriert, Gas Erdgas 140/5, 1999, pp.321-327
- [4] Repedésmentes csövek PE 100-ból, OMIKK - Műanyagok alkalmazása, 1997/6, pp.23-26
- [5] Tímár, É.: PE 100: A jó kompromisszum, Műanyag és Gumi, 2001/38/4, pp.125-127
- [6] H. Fleckner: Einsatz von PE 100 / PE-X Neufassung, Gas, Erdgas 139/3, 1998, pp.157-161
- [7] M. Tsunaga, S. Matsunami, M. Sato, K. Nakata: Crosslinked Polyethylene Pipe for Hot Water and Geothermal Applications, Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications 27, 1998, pp.460-464
- [8] U. W. Gedde, M. Ifwarson: Molekular Structure and Morphology of Crosslinked Polyethylene in an Aged Hot-Water Pipe, Polymer Engineering and Science 30, 1990, pp.202-210
- [9] Gábos, E.; Garcia, A.: A térhálósított polietilén csövek gyártási módszerei, Magyar Épületgépészet, XLVI, 1997/9, pp.27-30
- [10] Szabó, A.; Tapody, S.: Anyagismeret – Polietilén csövek a gázvezeték építésben, Dunagáz Rt., Dorog, 1997
- [11] Pukánszky, B.: Műanyagok, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 1995
- [12] Macskásy, H.: A műanyagok világa, Műanyagipari Kutató Intézet, Budapest, 1983
- [13] Bodor, G. – Vas, L. M.: Polimer anyagszerkezetan, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 1995
- [14] L. Hubert, L. David, R. Séguéla, G. Vigier, C. Degoulet, Y. Germain: Physical and Mechanical Properties of Polyethylene for Pipes in relation to Molecular Architecture – I. Microstructure and Crystallisation Kinetics, Polymer 42, 2001, pp. 8425-8434
- [15] Bárczy P.: Anyagszerkezetan, Miskolci Egyetemi Kiadó, 1998
- [16] Bárczy P., Szabó T., Tóth A., Babcsán N.: A polietilén szerkezete és diffrakciós vizsgálata, Anyag- és Kohómérnöki Tudományok 28, Miskolc, 2000, pp. 43-56
- [17] Engel, L.; Klingele, H.; Ehrenstein, G.; Schaper, H.: Rasterelektronen-mikroskopische untersuchung von Kunststoffschäden, Carl Hanser Verlag, München Wien, 1978
- [18] A. Panarotto, M. Bertucci: Influence of crystallinity degree on the physical properties of Polimers, Macplast International, 1999, pp. 53-56
- [19] J. Berthold, L. L. Böhm, H. F. Enderle, P. Göbel, H. Lüker, R. Lecht, U. Schulte: Advanced Polymerisation Process for Tailor Made Pipe Resins, Plastics 25/8, 1996

- [20] B. J. Egan, O. Delaticky: The Morphology, Chain Structure and Fracture Behaviour of High-Density Polyethylene – Part II: Static Fatigue Fracture Testing, *Journal of Materials Science* 30, 1995, pp.3351-3357
- [21] Schwarz, O.; Ebeling, F. W.; Lüpke, G.; Schelter, W.: *Műanyag feldolgozás*, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1987
- [22] Szabó, Gy.; Tapody, S.; Vízváry, D.: *Polietilén csővezetékek tompahegesztése*, Dunagáz Rt., Dorog, 1996
- [23] T. G. Stafford: The Welding of Plastic Pipes, *Joining Plastics in Production*, TWI, pp.135-145
- [24] Benkreia, H.; A. J.; Shillitoe, S.; Stafford, T. G.: Butt fusion of polyethylene pipes: a theoretical approach, TWI, *Advances in Joining Plastics and Composites*, Bradford, 10-12 June, 1991, pp.188-201
- [25] M. N. Watson: Improvements to Productivity with the Butt Fusion Process for Joining Plastics Pipes, TWI, 1990, pp.1804-1807
- [26] T. G. Stafford: The Welding of Plastic Pipes, *Joining Plastics in Production*, TWI, pp.135-145
- [27] G. P. Marshall: The Influence of Welding Parameters on the Toughness of Butt Fusion Welds in MDPE, *Advances in Joining Plastics and Composites*, TWI, 1991, pp.202-215
- [28] Thomas, G.: Application and Joining of Plastic and Fibre Reinforced Pipes, *Symposium on Exploiting Solid State Joining*, Great Abington, 13-14. September 1999
- [29] J. Bowman: Fusion Joining of Cross-Linked Polyethylene Pipe, *Advances in Joining Plastics and Composites*, TWI, 1991, pp.227-235
- [30] Tisza, M.: *Anyagvizsgálat*, Miskolci Egyetemi Kiadó, Miskolc, 2001
- [31] *Engineering Plastics*, *Engineered Materials Handbook*, Volume 2, ASM International, USA, 1997
- [32] I. M. Ward: *Mechanical Properties of Solid Polimers*, J. Wiley & Sons, 1982
- [33] G. Cappacio, T. A. Crompton, I. M. Ward, *Journal of Polymer Science* 18, 301, 1980
- [34] R. Popli, L. Mandelkern: Influence of Structural and Morphological Factors on the Mechanical Properties of the Polyethylenes, *Journal of Polymer Science, Part B. Polymer Physics* 25, 1987, pp.441-483
- [35] R. P. Kambour: A Review of Crazing and Fracture in Thermoplastics, *Journal of Polymer Science, Part D, Volume 7*, 1973, pp.1
- [36] W. Brostow, R. D. Corneliussen: *Failure of Plastics*, Hanser Publishers, München, 1986
- [37] J. F. Knott: *Fundamentals of Fracture Mechanics*, Butterworth, 1973
- [38] M. Ezrin: *Plastics failure Guide – Cause and Prevention*, Hanser, München, 1996
- [39] A. J. Kinloch, R. J. Young: *Fracture Behaviour of Polymers*, Elsevier, Anglia, 1983
- [40] M. F. Kanninen, P. E. O'Donoghue, C. H. Popelar, V. H. Kenner: A viscoelastic Fracture Mechanics Assessment of Slow Crack Growth in Polyethylene Gas Distribution Pipe Materials, *Engineering Fracture Mechanics* 36, 1990, pp. 903-918

- [41] N. Brown, Z. Zhou: Relationship between the Structure and Slow Crack Growth in Blends of High-Density Polyethylene and Model Copolymers, *Macromolecules* 28, 1995, pp. 1807-1811
- [42] N. Brown, X. Lu, Y. L. Huang, R. Qian: Slow Crack Growth in Polyethylene – A Review, *Makromolekule Chemistry* 41, 1991, pp.55-67
- [43] X. Lu, N. Brown: The Correlation of Slow Crack Growth in Linear Polyethylene by J- Integral, *Polymer* 30, 1989, pp.2215-2221
- [44] P. D. Fayer, P. P. L. Tong, W. W. Dreher: The role of Intercrystalline Links in the Environmental Stress Cracking of High Density Polyethylene, *Polymer Engineering Science*, Volume 17, 1977, pp.27
- [45] S. Bandopadhyay, H. R. Brown: Evidence of Interlamellar Failure in Environmental Stress Cracking of Polyethylene, *Journal of Material Science*, Volume 12, 1977, pp.2131
- [46] M. K. V. Chan, J. G. Williams: Slow Stable Crack Growth in High Density Polyethylene, *Polymer*, Volume 24, 1983, pp.234
- [47] G. Dörner, R. W. Lang: Influence of Various Stabilizer System on the Ageing Behaviour of PE-MD – II. Ageing of Pipe Specimens in Air and Water at Elevated Temperatures, *Polymer Degradation and Stability* 62, 1998, pp.431-440
- [48] X. Lu, R. Qian, N. Brown, G. Buczala: The effect of Pressure and Contaminants on Slow Crack Growth in a Butt Fusion in a Polyethylene Gas Pipe, *Journal of Applied Polymer Science* 46, 1992, pp. 1417-1427
- [49] T. Trankner, M. Hedenqvist, U. W. Gedde: Structure and Crack Growth in Gas Pipes of Medium-Density and High Density Polyethylene, *Polymer Engineering and Science* 36, 1996, pp. 2069-2076
- [50] M. E. R. Shanahan, C. Chen-Fargheon, J. Schultz: The Influence of Spherulitic Size on the Environmental Stress Cracking of Low Density Polyethylene, *Makrol. Chem.*, Volume 181, 1980, pp.1121-1126
- [51] X. Lu, N. Brown: A test for Slow Crack Growth Failure in Polyethylene under a Constant Load, 1992, *Polymer Testing* 11, pp.309
- [52] R. Frassine, M. Rink, A. Pavan: Discontinuous Creep Crack Growth in Polyethylene, *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* 25/5, 1996, pp.221-225
- [53] A. Stern, M. Novotny, R. W. Lang: Creep Crack Growth Testing of Plastics – I. Test Configurations and Test System Design, *Polymer Testing* 17, 1998, pp.403-422
- [54] S. H. Teoh, E. H. Ong: Tensile and Pressure Rupture Behaviour of Flow-formed High-Density Polyethylene Pipes, *Polymer* 36, 1995, pp.101-107
- [55] A. Shah, E. V. Stepanov, M. Klein, A. Hiltner, E. Baer: Study of Polyethylene Pipe Resins by a Fatigue Test that Simulates Crack Propagation in a Real Pipe, *Journal of Material Science* 33, 1998, pp.3313-3319
- [56] J. Burke, V. Weiss: *Fatigue: Environment and Temperature Effects*, Plenum Press, 1983
- [57] S. J. K. Ritchie, P. Davis, P. S. Leever: Brittle-Tough Transition of Rapid Crack Propagation in Polyethylene, *Polymer* 39, 1998, pp.6657-6663

- [58] F. Massa, R. Piques, A. Laurent: Rapid Crack Propagation in Polyethylene Pipe: Combined Effect of Strain Rate and Temperature on Fracture Toughness, *Journal of Material Science* 32, 1997, pp.6583-6587
- [59] J. M. Greig: Rapid Crack Propagation in Polyethylene Gas Pipes, *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* 25, 1996, pp. 163-168
- [60] C. J. Greenshields, P. Davis, P. S. Leever: Fast Brittle Fracture of Plastic Pipes - Part 3: Materials and Processing, *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* 26, 1997, pp.404-411
- [61] P. S. Leever, R. E. Morgan: Impact Fracture of Polyethylene: A Non-Linear-Elastic Thermal Decohesion Model, *Engineering Fracture Mechanics* 52/6, pp.999-1014, 1995
- [62] P. S. Leever: Impact and Dynamic Fracture of Tough Polymers by Thermal Decohesion in Dugdale Zone, *International Journal of Fracture* 73, 1995, pp. 109-127
- [63] E. Q. Clutton, A. D. Channel: Energy Partitioning in Impact Fracture Toughness Measurements, *Impact and Dynamic Fracture of Polymers and Composites*, ESIS 19, 1995, London
- [64] J. M. Hodgkinson, J. G. Williams: Analysis of Force and Energy Measurements in Impact Testing, *Symposium of Instrumented Impact Testing of Plastics and Composite Materials*, ASTM, Houston, 1995, pp.337-350
- [65] M. K. V. Chan, J. G. Williams: J- Integral Studies of Crack Initiation of a Tough High Density Polyethylene, *International Journal of Fracture*, 1983, pp.145-159
- [66] P. S. Leever, P. N. Freeman, M. M. Arthur: Rapid Crack Propagation in Small Diameter Thermoplastic Pipe, *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* 24, 1995, pp.113-121
- [67] C. J. Greenshields, P. S. Leever: Correlation between Full Scale and Small Scale Steady State (S4) Tests for Rapid Crack Propagation in Plastic Gas Pipe, *Plastics, Rubber and Composites* 28/1, 1999, pp.20-25
- [68] H. Chen, R. J. Scavuzzo, T. S. Srivatsan: Influence of Joining on the Fatigue and Fracture Behavior of High Density Polyethylene Pipe, *Journal of Materials Engineering and Performance* 6(4), 1997, pp.473-480
- [69] M. G. Murch, M. J. Troughton: A Study of the Applicability of the Tensile Weld Test for Thick Walled Polyethylene Pipe, *TWI*, pp.757-780
- [70] Kiss L., Szabó Gy.: A keménypolietilén hegesztések hőhatásvezeteinek mechanikai anyagjellemzői, *Gép* 6, 1998, pp.10-19
- [71] Horváth I.: Műanyag csövek hegesztése és minőségellenőrzése, *BME*, Budapest, 1985
- [72] Upoten –Upogas PE nyomócső rendszerek, www.uponor.hu
- [73] Borealis technical file on PE 100, specifikáció, Borealis
- [74] Tipelin, specifikáció, TVK Rt.
- [75] B. Wunderlich, N. Kreitmeier: Defect in Polymer Crystals, *MRS Bulletin*, september, 1995, pp.17-22
- [76] F. L. Scholten: Neuere Entwicklungen beim Rohrwerkstoff Polyethylen, *Gas, Erdgas*, 136, 11, 1995, pp.549-600

Felhasznált szabványok:

1. ISO 179-297: Plastics. Determination of Charpy Impact Properties (1997)
Part 2: Instrumented Test
2. EN 12814-6: Hőre lágyuló műanyag félkésztermékek hegesztett kötéseinek vizsgálata (2000)
6. Rész: Alacsony hőmérsékletű szakítópróba
3. ISO 11357-1.2: Plastics. Differential Scanning Calorimetry (DSC) (1999)
Part 1: General Principles
Part 3: Determination of Temperature and Enthalpy of Melting and Crystallization
4. ISO 6721-1:2001: Determination of Dynamic Mechanical Properties (2001)

Függelék

Jelölések és rövidítések jegyzéke

Jelölések

<i>jel</i>		<i>mértékegység</i>
a	repedésméret	mm
C	állandó	-
Δa	repedésnövekedés	mm
ΔH	olvadáshő	W/g
ΔL	hosszváltozás	mm
E	rugalmassági modulusz	Nmm ⁻² , Pa, MPa
ε	nyúlás	%
ε_y	nyúlás a folyáshatárnál	%
ε_{tB}	névleges szakadási nyúlás	%
F	erő	N, kN
I	intenzitás	cps (beütésszám)
KV	ütőszilárdság	kJ/m ²
l	lamella vastagság	mm
L_0	jeltávolság	mm
L	Lorentz faktor	-
P	Larsen – Miller paraméter	-
P	Polarizációs faktor	-
ρ	sűrűség	gcm ⁻³
s	behajlás	mm
σ	feszültség	MPa
σ_y	folyáshatár	MPa
T	hőmérséklet	K
θ	szög	°
t	idő	s
v	ütési sebesség	m/s
W	szögfaktor	-
X	kristályos hányad	%

Polimerek jelölése

PE	Polietilén
HDPE	Nagy sűrűségű polietilén
LDPE	Kis sűrűségű polietilén
LLDPE	Lineáris kis sűrűségű polietilén
MDPE	Közepes sűrűségű polietilén
PE-X	Térhálós polietilén
PP	Polipropilén

Rövidítések

COD	Crack Opening Displacement	Repedéskinyílás
DSC	Differential Scanning Calorimetry	Differenciál Szkenning Kalorimetria
DMA	Dynamic Mechanical Analysis	Dinamikus Mechanikai Analízis
DTA	Differential Thermal Analysis	Differenciál Termikus Analízis
ESCR	Environmantal Stress Cracking	Környezeti hatás segítette repedés
LEFM	Liner Elastic Fracture Mechanics	Lineárisan Rugalmas Törésmechanika
MFR	Melt Flow Rate	Folyási index
MRS	Minimal Required Strength	Minimális elvárt szilárdság
RCP	Rapid Crack Propagation	Gyorsrepedés terjedés
SEM	Scanning Electron Microscopy	Pásztázó Elektronmikroszkópia

Köszönetnyilvánítás

Végezetül szeretnék köszönetet mondani

témavezetőimnek, **Lenkeyné Dr. Biró Gyöngyvérnek** és **Dr. Bárczy Pálnak**,

a Bay Zoltán Alapítvány Logisztikai és Gyártástechnikai Intézet,

a BorsodChem Rt. Fejlesztési és Alkalmazástechnikai Osztály,

a Dunagáz Rt.

a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézet

munkatársainak a Disszertációhoz nyújtott segítségükért, a megszerzett
tapasztalatokért és ismeretekért.