

Langzeiteigenschaften von Stumpfschweißnähten an Gas-Druckrohren aus weichmacherfreiem Polyamid 12

Long-term properties of butt fusion welds on gas pressure pipes made of unplasticised Polyamide 12

Kurzfassung

Das weichmacherfreie Polyamid 12 (PA-U 12) „Vestamid NRG 2101 ye“ (ye steht für gelb) (Evonik Operations GmbH, Marl) ist ein gemäß ISO 16486-1, ISO/TS 16486-7 sowie DVGW GW 335 zertifiziertes PA-U 12 180 für den Rohrleitungsbau. In der Gasverteilung bietet dieses Polyamid-Compound oberhalb von Polyethylen (PE-HD) für Drücke bis 16 bar eine Alternative zu Stahl. Hierbei ist für Rohre mit einem Wanddicken-Außendurchmesser-Verhältnis (standard dimension ratio, SDR) von 11 der maximale Betriebsdruck von 18 bar durch den CEN auf 16 bar reduziert. Für erdverlegte Gasrohrleitungssysteme und oberirdische Industrierohrleitungssysteme werden derzeit die normativen Voraussetzungen für den Einsatz geschaffen [1]. Hierbei rücken aktuell insbesondere die Langzeiteigenschaften der Schweißverbindungen in den Fokus.

Abstract

The unplasticised Polyamide 12 (PA-U 12) „Vestamid NRG 2101 ye“ (ye stands for yellow) (Evonik Operations GmbH, Marl) is a PA-U 12 180 certified for pipeline construction according to ISO 16486-1, ISO/TS 16486-7 and DVGW GW 335. In gas distribution, this polyamide compound offers an alternative to steel above polyethylene (PE-HD) for pressures up to 16 bar. In this respect, the maximum operating pressure of 18 bar has been reduced to 16 bar by CEN for pipes with a wall thickness to outer diameter ratio (standard dimension ratio, SDR) of 11. For underground gas pipeline systems and overground industrial pipeline systems, the normative prerequisites for utilisation are being created at present [1]. Here, attention is currently focusing on the long-term properties of the welded joints in particular.

1. Einleitung

Basierend auf anderthalb Jahrzehnten Erfahrung ist das Heizelement-Stumpfschweißen (HS) von weichmacherfreien Polyamid-12-Materialien (PA-U 12) für konventionelle Schweißmaschinen bei DVS, CEN und ISO umfassend standardisiert. Des Weiteren ermittelte Hessel einen Langzeitschweißfaktor für PA-U-12-HS-Verbindungen in Zeitstandzugversuchen in Anlehnung an DVS 2203-4 Beiblatt 3 [2]. Darauf basierend wurde ein Zeitstandzug-Schweißfaktor mit $\geq 0,8$ in Tabelle 2 in der Erstausgabe (2010) der DVS 2207-16 ausgewiesen. Auf Basis der für den Nachweis genutzten PAS 1075 wurde das Netzmittel NM5 (Hessel Ingenieurtechnik GmbH, Roetgen) verwendet. Dessen Wirkung auf PA-U 12 ist nicht systematisch untersucht, weshalb dessen Exklusivität einer Aufnahme in die internationale Standardisierung entgegensteht. Die PAS 1075 wurde inzwischen zurückgezogen. Vor diesem Hintergrund wurden am Kunststoff-Zentrum (SKZ), Würzburg, Versuche durchgeführt, um verschiedene Prüfmethode im Hinblick auf die Anwendbarkeit für mittels HS verbundene Rohre aus PA-U 12 zu unter-

suchen. Die Durchführung und Ergebnisse der Untersuchungen werden im Folgenden vorgestellt.

2. Material und Prüfmethode

2.1 Material

Für die Untersuchungen wurden Rohrabchnitte der Dimension „D110 SDR11“ verwendet, sodass sich eine Sollwanddicke von 10 mm ergibt. Diese wurden aus dem Material „Vestamid NRG 2101 ye“ (Evonik Operations GmbH, Marl) hergestellt.

2.2 Herstellung der Stumpfschweißungen

Die HS-Verbindungen der PA-U-12-Rohre erfolgten auf Basis der ISO 16486-5. Dabei wurden die in Tabelle 1 dargestellten Schweißparameter (Varianten 1 bis 3) verwendet. Während Variante 1 den üblicherweise in Europa standardisierten Fügeparametern entspricht, werden in Nord-

1. Introduction

Based on one and a half decades of experience, DVS, CEN and ISO comprehensively standardised the butt fusion welding (BF) of unplasticised Polyamide 12 (PA-U 12) materials for conventional welding machines. Furthermore, Hessel obtained a long-term welding factor for PA-U 12 BF joints in tensile creep tests with reference to DVS 2203-4, Supplement 3 [2]. On this basis, a tensile creep welding factor of ≥ 0.8 was indicated in Table 2 in the first edition (2010) of DVS 2207-16. Based on PAS 1075 which was used for proof, the utilised surfactant was NM5 (Hessel Ingenieurtechnik GmbH, Roetgen). Its effect on PA-U 12 has not been investigated systematically. For this reason, its exclusivity conflicts with any inclusion in international standardisation. PAS 1075 has been withdrawn in the meantime.

Against this background, tests were carried out at the German Plastics Centre (SKZ), Würzburg, in order to investigate various testing methods with regard to the applicability to PA-U 12 pipes joined by means of BF. The execution and results of the investigations are presented below.

2. Material and testing methods

2.1 Material

Pipe sections with „OD110 SDR11“ dimensions were used for the investigations, thus resulting in a nominal wall thickness of 10 mm. These were manufactured from the „Vestamid NRG 2101 ye“ material (Evonik Operations GmbH, Marl).

2.2 Manufacture of the butt welds

The BF joints of the PA-U 12 pipes were produced on the basis of ISO

Tabelle 1: Verwendete Schweißparameter
Table 1: Utilised welding parameters

Variante Version	Heizelementtemperatur Heated tool temperature in °C	Umgebungstemperatur Ambient temperature in °C	Fügedruck Joining pressure in MPa	ISO 16486-5
1	245 ± 5	23 ± 2	0,30 ± 0,02 0,30 ± 0,02	Tabelle Table A.3 „Normal“
2	245 ± 5	23 ± 2	0,50 ± 0,02 0,50 ± 0,02	Tabelle Table A.4 „Normal“
3	230 ± 5	-5 ± 2	0,26 ± 0,02 0,26 ± 0,02	Tabelle Table A.3 „Minimum“

amerika üblicherweise die Parameter der Variante 2 verwendet.

Für die Untersuchungen mittels Strain-Hardening-Tests wurde zusätzlich eine Schweißung mit Variante 3 realisiert. Die dabei verwendeten Parameter sind im Hinblick auf die zu erwartende Qualität der Schweißverbindung ungünstig, normenseitig jedoch zulässig. Abweichend von ISO 16486-5 wurde die niedrigere Umgebungstemperatur durch Kaltlagerung der Rohrstücke (bei -5°C für 24 h) vor der Schweißung simuliert, die Schweißung erfolgte jedoch bei Raumtemperatur.

2.3 Kurzzeitzugfestigkeitsprüfungen

Zur Bestimmung der Kurzzeitzugfestigkeit wurden Probekörper Typ 1B nach DIN EN ISO 527-2 in axialer Richtung aus den ungeschweißten Rohren (Grundmaterial) sowie den HS-Verbindungen spanend herausgearbeitet. Dabei wurden Probekörper mit und ohne Schweißwulstentfernung sowie mit und ohne zusätzliche Taillierung auf Höhe der Schweißnaht (Radius 3 mm) erzeugt. In Bild 1 ist links exemplarisch der taillierte DIN-EN-ISO-2-Typ-1B-Probekörper mit Schweißwulst gezeigt. Die Kurzzeitzugfestigkeit wurde bei $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ mit einer Prüfgeschwindigkeit von 50 mm/min in Fünffachbestimmung für die Probekörper mit Schweißwulst sowie das Grundmaterial (mit und ohne zusätzliche Taillierung) ermittelt. Für die untaillierten Probekörper ohne Schweißwulst wurden ergänzend die Kurzzeitzugfestigkeiten bei $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ mit Prüfgeschwindigkeiten von 50 mm/min und 25 mm/min in Dreifachbestimmung ermittelt. Als Kurzzeitzugfestigkeit wurde jeweils die Streckspannung herangezogen. Darüber hinaus wurde das Spannungs-Dehnungs-Verhalten bei der Bewertung berücksichtigt.

2.4 Ermüdungsprüfungen (Wöhler)

Für die Ermüdungsprüfungen wurden aus den ungeschweißten Rohren (Grundmaterial) und den HS-Verbindungen taillierte Zugstäbe mit derselben Geometrie wie für die Untersuchung der Kurzzeitzugfestigkeit herausgearbeitet (Bild 1 links),



Dr.-Ing. Ruben Schlutter

Leiter der Gruppe „Bauteileigenschaften“ im Bereich „Qualität und Lebenszyklus“
Group Manager „Component Properties“ in the „Quality and Life Cycle“ division

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum, Würzburg
r.schlutter@skz.de



Dipl.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing. Britta Gerets

Senior Engineer in der Gruppe „Bauteileigenschaften“ im Bereich „Qualität und Lebenszyklus“
Senior engineer in the group „Component Properties“ in the „Quality and Life Cycle“ division

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum, Würzburg
b.gerets@skz.de



Tobias Eckhardt, B. Eng.

Ingenieur in der Gruppe „Thermisches Fügen“ im Bereich „Fügen und Oberflächentechnik“
Engineer in the „Thermal Joining“ group in the „Joining and Surface Technology“ division

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum, Würzburg
t.eckhardt@skz.de



Dr. rer. Nat. Gernot Hochleitner

Leiter der Forschungsgruppe „Thermisches Fügen“
Head of the „Thermal Joining“ research group

SKZ – Das Kunststoffzentrum, Würzburg
g.hochleitner@skz.de



Dr.-Ing. Eduard Kraus

Leiter des Bereichs „Fügen und Oberflächentechnik“
Head of the „Joining and Surface Technology“ division

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum, Würzburg
e.kraus@skz.de



Prof. Dr.-Ing. Martin Bastian

Institutsleiter des SKZ
Institute Director of the SKZ

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum, Würzburg
m.bastian@skz.de



Dipl.-Ing. Hermann van Laak

Normung Industrie und Energie, PL-Granulate & Compounds, Hochleistungspolymere
Standardization Industry and Energy, PL Granules & Compounds, High Performance Polymers

Evonik Operations GmbH, Marl
hermann.van-laak@evonik.com



Dipl.-Ing. (FH) Jochen Fritz

Anwendungstechnik & Technischer Service, PL-Granulate & Compounds, Hochleistungskunststoffe
Application Technology & Technical Service, PL Granules & Compounds, High Performance Polymers

Evonik Operations GmbH, Marl
jochen.fritz@evonik.com

Mehr Informationen zu den Autoren auf [More information on the authors at](https://www.joining-plastics.info/autoren)
www.joining-plastics.info/autoren

wobei die Schweißwulst nicht entfernt wurde. Die Ermüdungsprüfungen erfolgten bei $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ als kraftgeregelte Dauerschwingversuche (Sinusschwingung) in Zugschwellbeanspruchung mit einem Lastverhältnis von 0,1 und einer Prüffrequenz von 3 Hz. Zur Ermittlung der Wöhlerkurven

16486-5. The welding parameters summarised in Table 1 (Version 1 to 3) were used in this respect. While Version 1 corresponds to the joining parameters normally standardised in Europe, the parameters for Version 2 are customarily utilised in North America.

In addition, a weld with Version 3 was executed for the investigations using the strain hardening test. The parameters used in this respect are unfavourable with regard to the welded joint quality to be expected but are permissible according to the standard. Deviating from ISO 16486-5, the lower ambient temperature was simulated by the cold storage of the pipe pieces (at -5°C for 24 h) before the welding while the welding was carried out at the room temperature.

2.3 Short-term tensile strength tests

To determine the short-term tensile strength, type 1B test specimens were machined from the unwelded pipes (base material) and the BF joints in the axial direction according to DIN EN ISO 527-2. Test specimens with and without the removal of the welding bead as well as with and without any additional waist at the height of the weld (radius: 3 mm) were produced in this respect. An example of the waisted DIN EN ISO-2 Type 1B test specimens with welding beads is shown on Fig. 1, left.

The short-term tensile strengths were measured at $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ and with a testing speed of 50 mm/min five times for the test specimens with welding beads and for the base material (with and without any additional waist). For the unwaisted test specimens without any welding beads, the short-term tensile strengths were also measured three times at $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ and at testing speeds of 50 mm/min and 25 mm/min. In each case, reference was made to the yield stress as the short-term tensile strength. Furthermore, the stress/strain behaviour was taken into account during the assessment.

2.4 Fatigue tests (Wöhler)

For the fatigue tests, waisted tensile testing bars with the same geometry as for the investigation into the short-term tensile strength were machined out of the unwelded pipes (base material) and the BF joints (Fig. 1, left). The welding bead was not removed in this case.

The tests were carried out at $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ as force-regulated fatigue tests (sinusoidal oscillation) with pul-

wurden jeweils verschiedene Spannungsniveaus angesetzt, wobei eine maximale Bruchlastspielzahl von etwa 5×10^5 angestrebt wurde.

2.5 Strain-Hardening-Tests

Der Strain-Hardening-Test (SHT) ist ein Zugversuch mit relativ geringer Beanspruchungsgeschwindigkeit, um das Dehnverfestigungsverhalten des Materials beobachten zu können. Die Untersuchungen erfolgten als Dreifachbestimmung in Anlehnung an die für Polyethylen-Rohrmaterialien hohe Dichte (PE-HD) gültigen ISO 18488 unter Berücksichtigung der Ergebnisse früherer Forschungsarbeiten des SKZ, Würzburg, für PA-U 12 [3, 5]. Die Prüftemperatur betrug 120°C und die Prüfgeschwindigkeit 15 mm/min, wodurch im Messbereich der verwendeten Zugstabgeometrie nach EN 17096 eine Dehnrate von 1,5 1/min erzielt wird. Diese entspricht näherungsweise der Dehnrate von 1,6 1/min, die sich für die ISO 18488-Zugstabgeometrie unter der in ISO 18488 vorgegebenen Prüfgeschwindigkeit von 20 mm/min einstellt.

Für die Untersuchungen mittels SHT wurde aus einem ungeschweißten Rohr (Grundmaterial) sowie den HS-Verbindungen auf einer Drehbank ein breiter Span generiert. Mit der verwendeten Drehzahl von 30 Umdrehungen/min und einem Vorschub von 0,21 mm/min ergab sich

Tabelle 2: Kurzzeitzugfestigkeit in MPa und Bruchdehnung in % bei einer Temperatur von 23°C
Table 2: Short-term tensile strength in MPa and elongation at fracture in % at a temperature of 23°C

Probekörper Test specimen Prüfgeschwindigkeit Testing speed	Grundmaterial (ungeschweißt) Base material (unwelded)	geschweißt Variante 1 welded version 1	geschweißt Variante 2 welded variant 2
DIN EN ISO-2 Typ 1B mit Schweißwulst DIN EN ISO-2 Type 1B with welding bead 50 mm/min	41,0 ± 0,8 MPa 41,0 ± 0,8 MPa 362 ± 33%	41,0 ± 0,7 MPa 41,0 ± 0,7 MPa 106 ± 14%	40,6 ± 0,7 MPa 40,6 ± 0,7 MPa 119 ± 3%
taillierter DIN EN ISO-2 Typ 1B mit Schweißwulst waisted DIN EN ISO-2 Type 1B with welding bead 50 mm/min	47,7 ± 1,0 MPa 47,7 ± 1,0 MPa 42 ± 5%	48,0 ± 0,5 MPa 48,0 ± 0,5 MPa 8 ± 1%	48,5 ± 1,2 MPa 48,5 ± 1,2 MPa 7 ± 3%
DIN EN ISO-2 Typ 1B ohne Schweißwulst DIN EN ISO-2 Type 1B without welding bead 50 mm/min	41,0 ± 1,1 MPa 41,0 ± 1,1 MPa 349 ± 69%	40,2 ± 0,1 MPa 40,2 ± 0,1 MPa 111 ± 16%	40,7 ± 0,1 MPa 40,7 ± 0,1 MPa 227 ± 101%
DIN EN ISO-2 Typ 1B ohne Schweißwulst DIN EN ISO-2 Type 1B without welding bead 25 mm/min	39,5 ± 0,1 MPa 39,5 ± 0,1 MPa 361 ± 9%	39,4 ± 0,4 MPa 39,4 ± 0,4 MPa 102 ± 5%	39,7 ± 0,6 MPa 39,7 ± 0,6 MPa 245 ± 71%

eine Spandicke von etwa 0,15 mm. Aus den derart gewonnenen Spänen wurden Probekörper der Zugstabgeometrie nach EN 17096 mittig (der Rohrwandmitte) quer zur Spanrichtung (in Rohrextrusionsrichtung) ausgestanzt. Bild 1 zeigt rechts schematisch die Probekörpergewinnung für den SHT. Die Zugbeanspruchung in den SHT erfolgte für die geschweißten Probekörper somit senkrecht zur Schweißnaht.

2.6 Full-Notch-Creep-Tests

Der Full-Notch-Creep-Test (FNCT) ist ein Zugversuch mit konstanter Spannung (Zeitstandzugversuch) im Medium bei erhöhter Temperatur. Die Prüfparameter wurden basierend auf den Inhalten der ISO 16770, der im Wesentlichen PE adressierenden EN 1555 und den Vorerfahrungen der Evonik Operations GmbH, Marl, für

sating tensile stresses at a load ratio of 0.1 and a testing frequency of 3 Hz. In order to obtain the Wöhler curves, various stress levels were applied in each case. A maximum number of load cycles to fracture of approx. 5×10^5 was striven for here.

2.5 Strain hardening tests

The strain hardening test (SHT) is a tensile test at a relatively low testing speed in order to be able to observe the strain hardening behaviour of the material. The investigations were conducted three times with reference to ISO 18488 established for high-density polyethylene (PE-HD) pipe materials taking the results of earlier research work at SKZ, Würzburg, for PA-U 12 into account [3, 5]. The testing temperature was 120°C and the testing speed 15 mm/min. Thus, a strain rate of 1.5 1/min is at-

tained in the measuring range of the utilised tensile testing bar geometry according to EN 17096. This approximately corresponds to the strain rate of 1.6 1/min which occurs for the ISO 18488 tensile testing bar geometry under the testing speed of 20 mm/min stipulated in ISO 18488. For the investigations using SHTs, wide chips from an unwelded pipe (base material) and the BF joints were generated on a lathe. The utilised speed of 30 rpm and an advance rate of 0.21 mm/min resulted in a chip thickness of approx. 0.15 mm. Test specimens with the tensile testing bar geometry according to EN 17096 were punched out of the chips obtained in this way centrally (from the centre of the pipe wall) transverse to the chip direction (in the pipe extrusion direction). Fig. 1, right schematically shows how the test specimens were obtained for the SHTs. For the welded test specimens, the tensile stresses in the SHTs were thus applied perpendicular to the weld.

2.6 Full-notch creep tests

The full-notch creep test (FNCT) is a tensile test at a constant stress (tensile creep test) in a medium at an elevated temperature. For the FNCTs on PA-U 12, the testing parameters were chosen on the basis of the contents of ISO 16770 and EN 1555 (which essentially addresses PE-HD) and the previous experience of Evonik Operations GmbH, Marl [2, 4]: The FNCTs were carried out four times in a 2% aqueous lauramine oxide solution at a testing temperature of 80°C and a nominal stress of 14 MPa. It was specified that the minimum testing

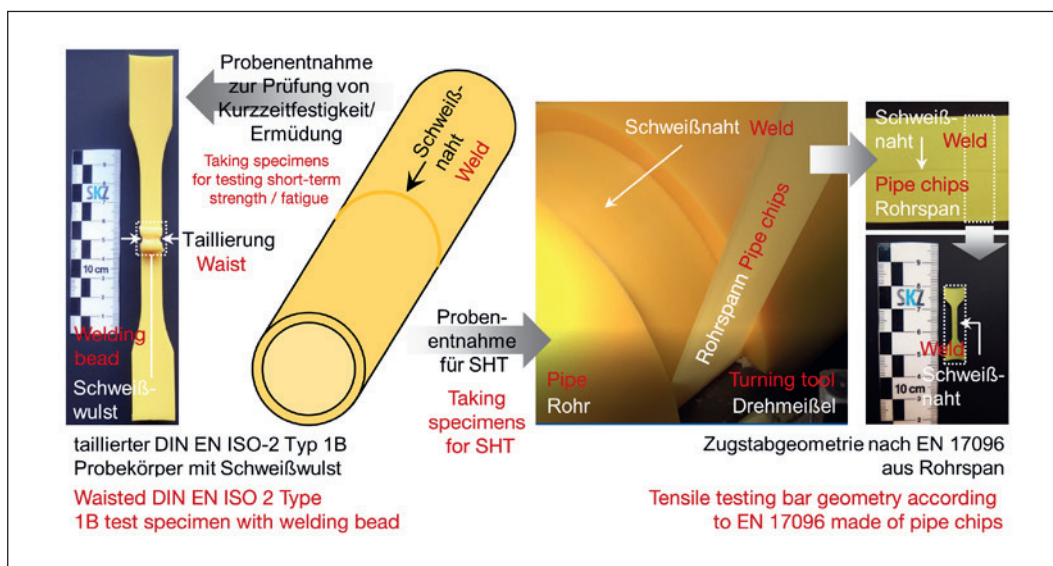


Bild 1: Probekörperherstellung für die Prüfung der Kurzzeitzugfestigkeit/Ermüdung (links) und für den Strain-Hardening-Test (rechts)

Fig. 1: Manufacture of test specimens for the testing of the short-term tensile strength / fatigue (left) and for the strain hardening test (right)

die FNCT von PA-U 12 gewählt [2, 4]: Die FNCT erfolgten in einer 2%igen wässrigen Lauraminoxid-Lösung bei einer Prüftemperatur von 80°C und einer Sollspannung von 14 MPa als Vierfachbestimmung. Als Mindeststandzeit wurden etwa 300 h und als maximale Standzeit ≥ 1.000 h festgelegt.

Für die Untersuchungen mittels FNCT wurden aus ungeschweißten Rohren (Grundmaterial) sowie aus den HS-Verbindungen 10 mm breite Parallelstäbe entnommen und mittig, das heißt im Fall der geschweißten Probekörper auf Höhe der Schweißnaht, gekerbt (Probekörper Typ A nach ISO 16770). Dazu wurde die Schweißwulst vorab entfernt.

2.7 Mikroskopie

Zur Untersuchung, ob bei Probekörpern, die 1.000 h im FNCT ohne Versagen geprüft wurden, Anzeichen für stattgefundenes langsames Risswachstum (Ausbildung fibrillierter Strukturen) zu finden sind, wurden Aufnahmen mittels Lichtmikroskopie angefertigt.

Dazu wurde jeweils ein aus ungeschweißten Rohren (Grundmaterial) sowie aus den HS-Verbindungen entnommener Probekörper, der zuvor ohne Versagen im FNCT mindestens 1.000 h beansprucht wurde, in flüssigem Stickstoff abgekühlt und anschließend durch Schlagbeanspruchung gebrochen. Die Bruchflächenbetrachtung mit einem Digitalmikroskop vom Typ „VHX 600“ (Keyence Deutschland GmbH, Neu-Isenburg) erfolgte mit 20-facher Vergrößerung.

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1 Kurzzeitzugfestigkeitsprüfungen

Die technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugversuche bei 23°C verlaufen bis zur Streckgrenze für das ungeschweißte Grundmaterial und die Probekörper mit mittig liegender Schweißnaht sehr ähnlich. Grundlegende Unterschiede zeigen sich im Versagen und damit verbunden in der Bruchdehnung: Während das Grundmaterial duktil mit vorheriger Einschnürung und ausgeprägter Kaltverfestigung versagt, ist dieses Verhalten bei den geschweißten Proben nur be-

grenzt zu beobachten. Bei diesen tritt im Bereich der Schmelz- bzw. Wärmeeinflusszone ein frühzeitiges Versagen auf. Dies gilt gleichermaßen für die Probekörper ohne sowie mit auf Höhe der Schweißnaht zusätzlich eingebrachter Taillierung. Dabei verhindert die Taillierung eine ausgeprägte Kaltverfestigung. Die Entfernung der Schweißwulst führt bei Beanspruchung mit denselben Prüfparametern zu einer etwas größeren Streuung beim Übergang in die Kaltverfestigung. Zudem erreichen die mit den Parametern der Variante 2 geschweißten Probekörper etwas höhere Bruchdehnungen. Eine zusätzliche Reduktion der Prüfgeschwindigkeit resultiert in minimal niedrigeren Streckspannungen.

Zur Auswertung der Festigkeit wurde die Streckspannung verwendet. In Tabelle 2 ist jeweils der Mittelwert sowie die Standardabweichung angegeben. Die Resultate des Grundmaterials bei Beanspruchung mit 50 mm/min (Tabelle 2: Zeile 1 vs. Zeile 3) belegen die gute Reproduzierbarkeit der Kurzzeitzugversuche. Geometriebedingt unterscheiden sich die Resultate der Zugversuche für die Probekörper ohne und mit Taillierung aufgrund der lokal unterschiedlichen Dehnraten. Die Entfernung der Schweißwulst, ebenso wie eine leicht verringerte Prüfgeschwindigkeit, führten im untersuchten Rahmen nur zu geringfügig abweichendem Spannungs-Dehnungs-Verhalten.

Die Kurzzeitzugfestigkeit der aus geschweißten Rohrverbindungen entnommenen Proben lag in allen Fäl-

time was approx. 300 h and the maximum testing time ≥ 1.000 h.

For the investigations using FNCTs, 10 mm wide parallel bars were taken from unwelded pipes (base material) and the BF joints and were notched in the centre, i.e. in the case of the welded test specimens at the height of the weld (Type A test specimen according to ISO 16770). For this purpose, the welding bead was removed in advance.

2.7 Microscopy

Micrographs were prepared by means of light microscopy in order to investigate whether it is possible to find any signs that slow crack growth (formation of fibrillated structures) has taken place in the case of test specimens which were tested for 1,000 h in the FNCT without failing.

For this purpose, test specimens which had been taken from unwelded pipes (base material) and the BF joints and had previously been subjected to stresses for min. 1,000 h in the FNCT without failure were each cooled in liquid nitrogen and subsequently fractured using impact stresses. The fracture faces were viewed with a digital microscope of the VHX 600 type (Keyence Deutschland GmbH, Neu-Isenburg) at a magnification factor of 20.

3. Results and discussion

3.1 Short-term tensile strength tests

The technical stress/strain curves of the tensile tests at 23°C have very similar trends up to the yield strength for the unwelded base material and

the test specimens with welds located in the centre. Fundamental differences are shown in the failure and, associated with this, in the elongation at fracture: While the base material exhibits a ductile failure with prior necking and pronounced cold draw as well as strain hardening, this behaviour can be observed to a limited extent only in the case of the welded specimens with which a premature failure arises in the region of the fusion and heat-affected zones. This is equally applicable to the test specimens without any waist as well as to those with waist additionally incorporated at the height of the weld. In this respect, the waist prevents any pronounced cold draw. In the case of stresses with the same testing parameters, the removal of the welding bead leads to somewhat greater scattering at the transition to cold draw. Moreover, the test specimens welded with the parameters for Version 2 achieve somewhat higher elongations at fracture. An additional reduction in the testing speed results in minimally lower yield stresses.

The yield stress was used for the evaluation of the strength. In each case, the mean value and the standard deviation are specified in Table 2. The results of the base material subjected to stresses at 50 mm/min (Table 2: Line 1 vs. Line 3) prove the good reproducibility of the short-term tensile tests. Due to the geometry, the results of the tensile tests for the test specimens without and with waist differ because of the locally different strain rates. In the investigated scope, the removal of the welding bead, just like

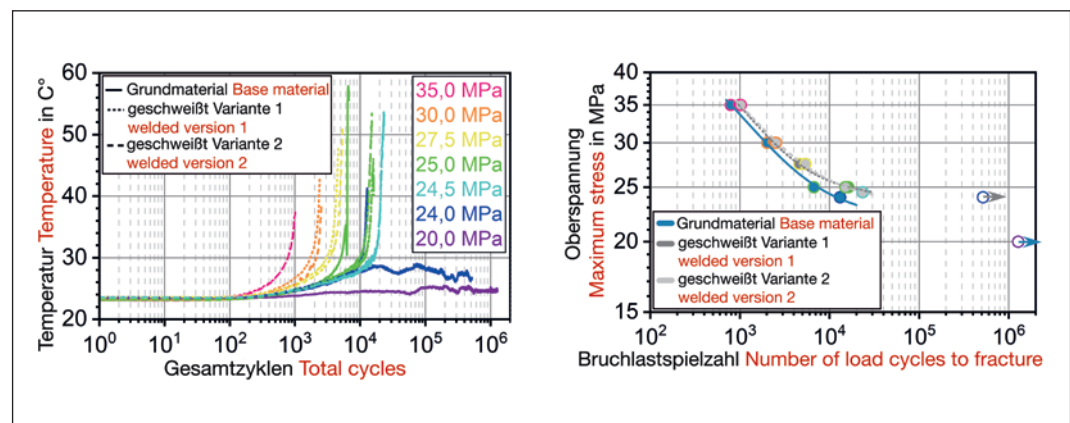


Bild 2: Temperaturverläufe (links) und zugehörige Wöhlerkurven (rechts)

Fig. 2: Temperature courses (left) and relevant Wohler curves (right)

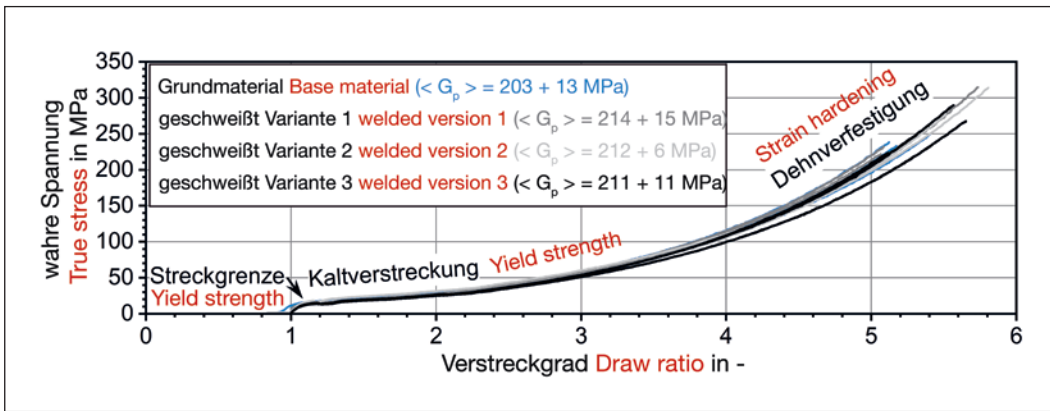


Bild 3: Strain-Hardening-Test – wahre Spannung in Abhängigkeit vom Verstreckgrad bei einer Temperatur von 120°C für Grundmaterial und die geschweißten Varianten 1 bis 3

Fig. 3: Strain hardening test - true stress depending on the draw ratio at a temperature of 120°C for base material and the welded versions 1 to 3

len im Bereich des Grundmaterials. Somit ergibt sich bezogen auf die Mittelwerte ein Verhältnis von etwa 1 (0,98 bis 1,02).

3.2 Ermüdungsprüfungen (Wöhler)

Auf Basis der Ergebnisse der Kurzzeitzugversuche wurde eine maximale Beanspruchung von 35 MPa für die Ermüdungsprüfungen gewählt und für die weiteren Beanspruchungsniveaus zur Erzeugung der Wöhlerkurven sukzessive reduziert. In den ersten beiden Messungen am Grundmaterial (Oberspannung = 35 MPa bzw. 30 MPa) wurde haptisch eine deutliche Erwärmung der ungeschweißten Probekörper festgestellt. Für alle nachfolgenden Messungen wurde daher die Oberflächentemperatur im Bereich der Taillierung erfasst. Die in Bild 2 links dargestellten Temperaturverläufe zeigen eine deutliche Erwärmung der Probekörper, sodass von einem temperaturbedingten, vorzeitigen, lokal-plastischen Versagen auszugehen ist. Sobald das Beanspruchungsniveau so niedrig ist, dass keine kontinuierliche Temperaturzunahme mehr auftritt und sich eine konstante Temperatur einstellt, trat bis zur initial festgelegten maximalen Bruchlastspielzahl von etwa 5×10^5 kein Versagen auf. Die resultierenden Wöhlerkurven, das heißt die Auftragung der Bruchlastspielzahl in Abhängigkeit von der Oberspannung, sind in Bild 2 rechts zusammengefasst. Dabei kennzeichnen mit einem Pfeil nach rechts versehene Symbole Prüfungen, die zum

dargestellten Zeitpunkt ohne Versagen abgebrochen wurden.

3.3 Strain-Hardening-Tests

Bild 3 zeigt vergleichend die Einzelmesskurven, das heißt das im Strain-Hardening-Test (SHT) erfasste Spannungs-Dehnungs-Verhalten, aller SHT-Probekörper, die aus einem ungeschweißten Rohr (Grundmaterial, blau) sowie den geschweißten Rohrverbindungen (Variante 1, dunkelgrau; Variante 2, hellgrau; Variante 3, schwarz) entnommen wurden. Zum Teil krümmten sich die Probekörper nach dem Einspannen deutlich. Die daraus resultierende (nahezu) spannungslose Verstreckung zu Versuchsbeginn wurde vor der Auswertung manuell korrigiert. Insgesamt verlaufen die Messkurven aller SHT-Probekörper sehr ähnlich. Die zur Auswertung herangezogenen Steigungen im Bereich der Dehnverfestigung unterscheiden sich nur minimal. Sie fällt im Mittel für Variante 1 etwas größer aus als für die Varianten 2 und 3. Bemerkenswert ist, dass die Schweißnähte enthaltenden Probekörper nicht systematisch früher als das Grundmaterial versagen.

In Einklang mit früheren Arbeiten des SKZ, Würzburg, wurde zur Berechnung des Dehnverfestigungsmoduls $\langle G_p \rangle$ ein konstanter Faktor von 20 verwendet, obwohl für PA-U 12 die Verwendung eines anderen Anpassungsbereichs notwendig ist [3], als in ISO 18488 für PE-HD-Rohrmaterialien hinterlegt. Die Legende in Bild 3 zeigt den ermittelten Mittelwert und die zugehörige Standardabweichung.

a slightly decreased testing speed, only led to slightly deviating stress/strain behaviour.

In all the cases, the short-term tensile strengths of the specimens taken from welded pipe joints were in the same range as those of the base material. In relation to the mean values, this results in a ratio of approx. 1 (0.98 to 1.02).

3.2 Fatigue tests (Wöhler)

On the basis of the results of the short-term tensile tests, a maximum stress of 35 MPa was chosen for the fatigue tests and successively reduced for the further stressing level in order to produce the Wöhler curves. In the first two measurements on the base material (maximum stresses = 35 MPa and 30 MPa), the distinct heating of the unwelded test specimens was measured haptically. For all the subsequent measurements, the surface temperature was therefore recorded in the region of the waist. The temperature courses portrayed on Fig. 2, left show the distinct heating of the test specimens so that it is possible to assume a temperature-induced, premature, local-plastic failure. As soon as the stressing level was so low that a

continuous temperature increase no longer arose and a constant temperature occurred, no failures arose up to the initially stipulated maximum number of load cycles to fracture of approx. 5×10^5 . The resulting Wöhler curves, i.e. the plotting of the number of load cycles to fracture depending on the maximum stress, are summarised on Fig. 2, right. In this respect, the symbols provided with arrows to the right indicate tests which were terminated at the portrayed point in time without any failures.

3.3 Strain hardening tests

Fig. 3 shows a comparison of the individual measuring curves, i.e. the stress/strain behaviour recorded in the strain hardening tests (SHTs) on all the SHT test specimens which were taken from an unwelded pipe (base material: blue) and the welded pipe joints (Version 1: dark grey; Version 2: light grey; Version 3: black). In part, the test specimens exhibited distinct curvature after the clamping. The resulting (nearly) stress-free draw at the beginning of the test was corrected manually before the evaluation. Overall, the measuring curves of all the SHT test specimens have very similar courses. There are only minimum differences in the rises in the range of the strain hardening to which reference is made for evaluation purposes. On average, they turn out to be somewhat greater for Version 1 than for Versions 2 and 3. It is noteworthy that the test specimens incorporating welds do not systematically fail any earlier than the base material.

In accordance with earlier work performed by SKZ, Würzburg, a constant factor of 20 was utilised for the calculation of the strain hardening modulus $\langle G_p \rangle$ although the use of an adjustment range other than

Tabelle 3: Standzeiten im Full-Notch-Creep-Test bei einer Temperatur von 80°C in 2%-iger wässriger Lauraminoxid-Lösung

Table 3: Testing times in the full-notch creep test at a temperature of 80°C in 2% aqueous lauramine oxide solution

Probekörper Test specimen	Grundmaterial Base material	geschweißt Variante 1 welded version 1	geschweißt Variante 2 welded version 2
1	> 1.530 h > 1,530 h	> 1.530 h > 1,530 h	> 1.530 h > 1,530 h
2	> 1.200 h > 1,200 h	> 1.530 h > 1,530 h	> 1.530 h > 1,530 h
3	> 1.200 h > 1,200 h	> 1.530 h > 1,530 h	1.014 h 1,014 h
4	> 1.002 h > 1,002 h	> 1.530 h > 1,530 h	> 1.530 h > 1,530 h

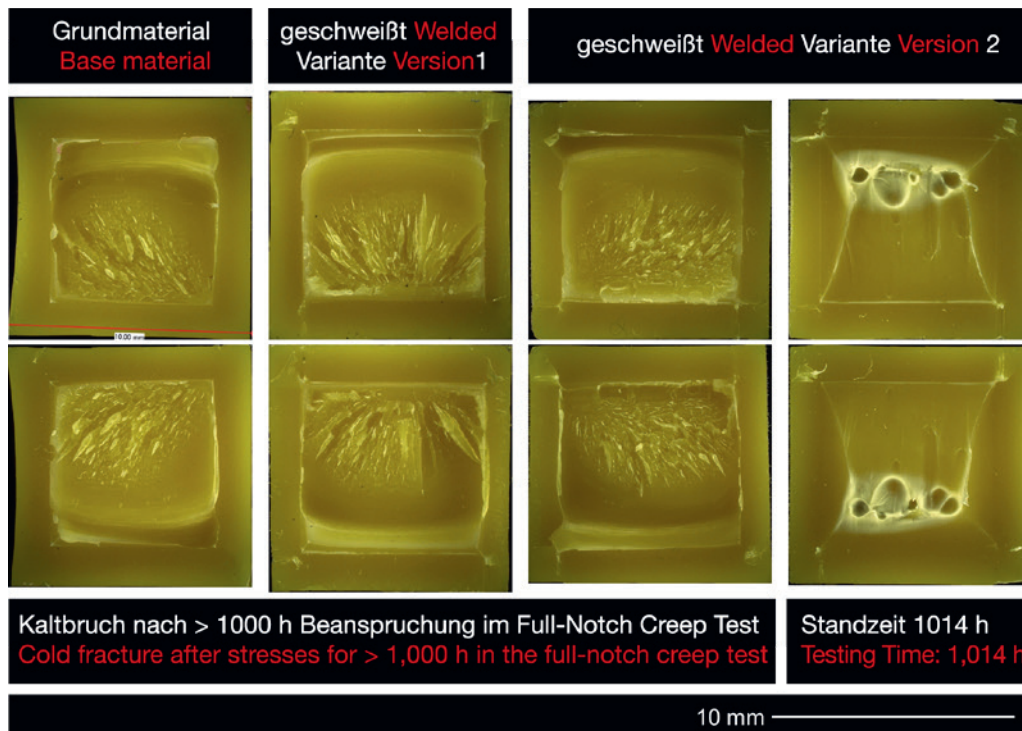


Bild 4: Mikroskopieaufnahmen gebrochener Full-Notch-Creep-Test-Probekörper nach Kaltbruch bzw. Versagen. Bemerkung: Exemplarisch wurde mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) untersucht, ob die Prüfung mittels FNCT zu Nachkristallisation führt – dafür konnten keine Hinweise erkannt werden.

Fig. 4: Micrographs of fractured full-notch creep test specimens after cold fracture or failure. Remark: As an example, differential scanning calorimetry (DSC) served to investigate whether the testing using FNCTs leads to any post-crystallisation - it was not possible to recognise any indications of this.

chung des Dehnverfestigungsmoduls für das Grundmaterial sowie die geschweißten Varianten. Zur Definition des Anpassungsbereichs wurde entsprechend [3] der Bereich des natürlichen Verstreckgrads (natural draw ratio) bis zur Dehnung bei Erreichen der technischen Maximalspannung herangezogen. Für die geschweißte Variante 3 erreichte eine Probe lediglich einen Verstreckgrad von 4,3. Die Messung wurde verworfen und zwei zusätzliche Prüfungen ergänzt. In Analogie zu ISO 18488 für PE-HD Rohrmaterialien, sollte für PA-U 12 eine normative Vorgabe eines zu erreichenden Mindestverstreckgrads (PE-HD: 8,5) sowie eventuell die Festlegung eines einheitlichen Auswertebereichs (PE-HD: 8 bis 12) diskutiert werden.

Im Rahmen der Messgenauigkeit sind die berechneten Dehnverfestigungsmoduli des Grundmaterials und der

geschweißten Probekörper vergleichbar, sodass sich bezogen auf die Mittelwerte ein Verhältnis von etwa 1 (1,04 bis 1,05) ergibt.

3.4 Full-Notch-Creep-Tests

In Tabelle 3 sind die im FNCT erzielten Standzeiten der FNCT-Probekörper aus dem Grundmaterial sowie den geschweißten Varianten aufgelistet. Innerhalb der initial festgelegten maximalen Prüfdauer von 1.000 h wurde kein Versagen beobachtet. Von den insgesamt acht Probekörpern, welche eine Schweißnaht enthalten, versagte nur ein Probekörper der Variante 2 nach 1.014 h – die Bruchflächen sind in Bild 4 rechts gezeigt. Es ist erkennbar, dass ausgehend von den Ecken des beanspruchten Querschnitts eine Verformung beginnt und das finale Versagen in den heller erscheinenden Bereichen erfolgt. Fibrillierte Strukturen als In-

that indicated in ISO 18488 for PE-HD pipe materials is necessary for PA-U 12 [3]. The key on Fig. 3 shows the obtained mean values and the relevant standard deviations of the strain hardening moduli for the base material and the welded versions. Corresponding to [3], reference was made to the range of the natural draw ratio until elongation when the technical maximum stress is reached in order to define the adjustment range. For the welded Version 3, one specimen achieved a draw ratio of just 4.3. The measurement was discarded and two additional tests were supplemented. In analogy to ISO 18488 for PE-HD pipe materials, the normative stipulation of a minimum draw ratio to be achieved (PE-HD: 8.5) as well as possibly the specification of a uniform evaluation range (PE-HD: 8 to 12) should be discussed for PA-U 12.

Within the framework of the measuring accuracy, the calculated strain hardening moduli of the base material and the welded test specimens are comparable, thus resulting in a ratio of approx. 1 (1.04 to 1.05) in relation to the mean values.

3.4 Full-notch creep tests

The testing times which the FNCT test specimens from the base material and the welded versions attained in the FNCTs are listed in Table 3. No failures were observed within the initially stipulated maximum testing duration of 1,000 h.

Only one of the total of eight Version 2 test specimens incorporating welds failed after 1,014 h - the fracture surfaces are shown on Fig. 4, right. It is recognisable that deformation begins at the corners of the cross section subjected to stresses and the final failure occurs in the lighter-look-

Literatur References

- [1] van Laak et al.: Oberirdisch verlegte Polyamid 12-Druckrohrleitungen für Gasversorgung und Industrie mit Betriebsdrücken bis 16/18 bar – Teil 1: Zeitstandinnendruckverhalten und normatives Umfeld, 3R, 2022-09.
- [2] Hessel: Bestimmung der Mindestlebensdauer von Heizelementstumpf-Schweißverbindungen aus Vestamid BS0942 gemäß DVS 2203-4 Beiblatt 3, INDA-Forum, Aachen Kornelimünster, 21.02.2008 (Vestamid BS0942 wurde später umbenannt in Vestamid NRG 2101)
- [3] Gerets et al.: Charakterisierung der Spannungsrisssbeständigkeit von Thermoplasten – Entwicklung eines schnellen Prüfverfahrens, Shaker Verlag, Düren, 2019.
- [4] Hessel: Buried PA 12 pipes for then transport of gas & water; No sand embedding necessary?, XIV. Plastic Pipes Conference, Budapest, 2008.
- [5] Messiha et al.: Investigating the influence of changes in molecular structure of polyamide 12 grades on the resistance against slow crack growth, XX. Plastic Pipes Conference, Amsterdam, 2021.

diz für langsames Risswachstum wurden in diesem Fall sowie im Fall der kaltgebrochenen FNCT-Probekörper mit der gewählten 20-fachen Vergrößerung bei Betrachtung mittels Digitalmikroskop nicht beobachtet. Von Messiha et al. konnte in der Vergangenheit gezeigt werden, dass bei mittels „Cracked Round Bar Tests“ geprüften PA-U-12-Materialien die sich ausbildenden Fibrillen mit zunehmendem Molekulargewicht eine geringere Mikroplastizität aufweisen [5]. In der Folge sind die ausgebildeten Fibrillen flacher und die Bruchflächen erscheinen glatter.

4. Zusammenfassung

Mittels Heizelement-Stumpfschweißen gefügte Rohre aus PA-U 12 wurden mit verschiedenen Prüfmethoden untersucht und es wurden die folgenden Ergebnisse erzielt:

- In den Untersuchungen zur Kurzzeitzugfestigkeit erreichen das ungeschweißte „Vestamid NRG 2101 ye“ und die nach ISO 16486-5, Tabelle A.3 „Normal“ und „Minimum“ bzw. ISO 16486-5, Tabelle A.4 „Normal“ geschweißten Proben vergleichbare Festigkeitswerte. Das Versagen der geschweißten Proben erfolgt in der Schmelz- bzw. Wärmeeinflusszone mit deutlich geringerer Verformung als beim Grundmaterial.
- In den Ermüdungsprüfungen erfolgt das Versagen bei hohen Lasten in allen Fällen thermisch bedingt lokal-plastisch. Sobald die Last nicht mehr zu einem (unerwünschten) Temperaturanstieg führte, war innerhalb einer maximalen Bruchlastspielzahl von 5×10^5 kein Versagen beobachtbar. Ein Versagen durch langsames

Risswachstum konnte in den Ermüdungsprüfungen nicht festgestellt werden.

- Im SHT, der für PE-HD-Rohrmaterialien zur Bewertung des langsamen Risswachstums ungeschweißter Proben etabliert ist, erreichen die untersuchten aus geschweißten Rohrverbindungen entnommenen Probekörper im Rahmen der Messgenauigkeit Dehnverfestigungsmodule in derselben Größenordnung wie das ungeschweißte Grundmaterial.
- Die FNCT führten, trotz eines mit 14 MPa im Vergleich zu typischen Anforderungen an PE-HD-Rohrmaterialien deutlich höheren Lastniveaus, zu keinem Versagen innerhalb von 1.000 h; in Einzelfällen auch nicht bei Standzeiten bis zu 1.530 h. Hinweise auf langsames Risswachstum wurden unter den gewählten Bedingungen nicht gefunden.

Für die Kurzzeitzugfestigkeit wurde ein Schweißfaktor von 1 ermittelt. Hinsichtlich der Langlebseigenschaften liefern die durchgeführten Versuche keinen Nachweis, da kein Versagen durch langsames Risswachstum (Spannungsrisssversagen) beobachtet wurde. Die Ergebnisse deuten jedoch darauf hin, dass die Schweißung bei normgerechter Ausführung nach ISO 16486-5, Tabelle A.3 „Normal“ und „Minimum“ bzw. ISO 16486-5, Tabelle A.4 „Normal“ keine Schwächung darstellt. In den für PA-U 12 modifizierten SHT konnten quantifizierbare Resultate für den Dehnverfestigungsmodul erzielt werden. Dabei betrug das Verhältnis von aus HS-Verbindungen gewonnenen Probekörpern und ungeschweißtem Grundmaterial näherungsweise 1.

ing regions. At the chosen magnification factor of 20, no fibrillated structures as an indication of slow crack growth were observed in this case or in the case of the cold-fractured FNCT test specimens when they were viewed using a digital microscope. In the past, Messiha et al. were able to show that, in the case of PA-U 12 materials examined using cracked round bar tests, the forming fibrils exhibit lower microplasticity as the molecular weight increases [5]. As a consequence, the formed fibrils are flatter and the fracture faces appear to be smoother.

4. Summary

PA-U 12 pipes joined by means of heated tool butt welding were investigated with various testing methods and the following results were obtained:

- In the investigations into the short-term tensile strength, the unwelded „Vestamid NRG 2101 ye“ and the specimens welded according to ISO 16486-5, Table A.3 „Normal“ and „Minimum“ and according to ISO 16486-5, Table A.4 „Normal“ achieve comparable strength values. The welded specimens fail in the fusion or heat-affected zone with substantially lower deformation than in the case of the base material.
- In the fatigue tests, all the specimens exhibit thermally induced local-plastic failure when they are subjected to high loads. As soon as the load no longer led to an (undesired) rise in temperature, no failure was observable within a maximum number of load cycles to

fracture of 5×10^5 . In the fatigue tests, it was not possible to detect any failures due to slow crack growth.

- In the SHT which is established for PE-HD pipe materials in order to assess the slow crack growth of unwelded specimens, the investigated test specimens taken from welded pipe joints achieve strain hardening modulus values in the same order of magnitude as those of the unwelded base material within the framework of the measuring accuracy.
- Although the load level of 14 MPa is substantially higher than typical requirements on PE-HD pipe materials, the FNCTs did not lead to any failures within 1,000 h; in individual cases, not even with testing times up to 1,530 h. No indications of slow crack growth were found in the chosen conditions.

A welding factor of 1 was obtained for the short-term tensile strength. With regard to the long-term properties, the executed tests do not supply any proof since no failures due to slow crack growth (stress-cracking failure) were observed. However, the results suggest that the welding does not constitute any weakening if it is carried out in compliance with the standard, i.e. according to ISO 16486-5, Table A.3 „Normal“ and „Minimum“ and ISO 16486-5, Table A.4 „Normal“. In the SHTs modified for PA-U 12, it was possible to obtain quantifiable results for the strain hardening modulus. In this respect, the ratio of test specimens produced from BF joints and unwelded base material was approx. 1.

Newly published DVS technical codes and guidelines

Technical code DVS 2201-1	Testing semi-finished thermoplastic products Basic principles – Notes
Technical code DVS 2202 Supplement 1	Evaluation of joints between thermoplastics on piping parts and panels – heated plate welding (HS, IR)
Technical code DVS 2205-1	Calculation of tanks and apparatus made of thermoplastics – Characteristic values
Technical code DVS 2205-1 Supplement 8	Calculation of tanks and apparatus made of thermoplastics – characteristic values for the material group Unplasticized polyamide
Technical code DVS 2216-7	Ultrasonic joining of moulded parts and semifinished products of thermoplastic polymers in large-scale production – Ultrasonic tool/fixture/anvil

INFO These DVS technical codes were developed as a result of the continuous work in the DVS Working Group W4 „Joining of Plastics“ with its 19 committees. In the portal <https://www.dvs-regelwerk.de/> you can research and comment on more than 500 DVS technical codes. All the technical bulletins, technical codes, guidelines, draft technical codes, and draft guidelines in English language are included in the book entitled „DVS Technical Codes on Plastics Joining Technologies“. It was published in December 2022 (ISBN: 978-3-96144-204-1). A new edition of the book appears every two years.