

Vysoké učení technické v Brně
Fakulta strojního inženýrství
Ústav materiálových věd a inženýrství

Ing. Lubomír Fiedler

LOMOVÉ CHOVÁNÍ TRUBKOVÝCH POLYOLEFINŮ

FRACTURE BEHAVIOUR OF PIPE GRADE POLYOLEFINS

Zkrácená verze PhD Thesis

Školitel: prof. RNDr. Bohumil Vlach, CSc.
Školitel specialista: doc. Ing. Eva Nezbedová, CSc.

Oponenti:
.....
.....

Datum obhajoby:

KLÍČOVÁ SLOVA

Vícevrstvé trubky, polyetylén, pomalé šíření trhliny, rychlé šíření trhliny

KEY WORDS

Multilayer pipes, polyethylene, slow crack growth, rapid crack propagation

Disertační práce je uložena na oddělení vědy a výzkumu,
FSI VUT v Brně, Technická 2, 616 69 Brno

© 2011 Lubomír Fiedler

ISBN 80-214-

ISSN 1213-4198

OBSAH

1 ÚVOD.....	5
2 MEZNÍ STAVY PLASTOVÝCH TRUBEK	5
3 CÍLE PRÁCE	7
4 EXPERIMENT	8
4.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL	8
4.1.1 Nativní trubkové typy HDPE.....	8
4.1.2 Vícevrstvé trubky.....	8
4.2 POUŽITÉ EXPERIMENTÁLNÍ METODY	9
4.2.1 Použité metody pro stanovení strukturních parametrů nativních typů HDPE	9
4.2.2 Mechanické zkoušky nativních typů HDPE	10
4.2.3 Mechanické zkoušky vícevrstvých trubek.....	10
5 VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUSE.....	12
5.1 NATIVNÍ TRUBKOVÉ TYPY HDPE	12
5.1.1 Vliv struktury na odolnost materiálů proti meznímu stavu pomalého šíření trhliny 13	
5.1.2 Vliv struktury na odolnost materiálů proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny15	
5.2 HODNOCENÍ VÍCEVRSTVÝCH TRUBEK NA ZÁKLADĚ PARAMETRŮ LOMOVÉ MECHANIKY	18
5.2.1 Hodnocení na základě dynamické lomové houževnatosti K_{ICd}	19
5.2.2 Hodnocení na základě J-R křivky.....	21
6 ZÁVĚRY	24
7 LITERATURA	27
8 CURRICULUM VITAE	30
9 ABSTRAKT	31

1 ÚVOD

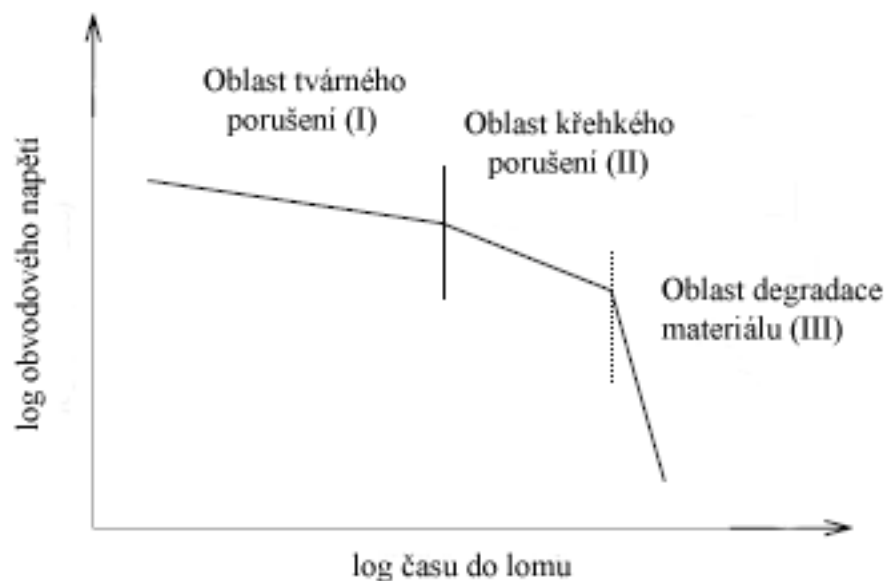
Předkládaná práce se zabývá studiem lomového chování trubkových typů vysokohustotního polyetylenu (HDPE). Bylo provedeno hodnocení vztahu mezi relevantními strukturálními parametry zvolené skupiny nativních typů HDPE a jejich odolností vůči meznímu stavu křehkého lomu po dlouhé době provozu a meznímu stavu rychlého šíření trhliny. Dále byla navržena a experimentálně ověřena zkušební tělesa pro hodnocení odolnosti vícevrstevných trubek proti meznímu stavu křehkého lomu po dlouhé době provozu. Nalezení vhodných, rychlých a obecně dostupných zkušebních postupů pro hodnocení odolnosti trubkových materiálů a celých trubek proti uvedeným mezním stavům je, vzhledem k vývoji v oblasti plastových trubek, v současné době velmi aktuální.

2 MEZNÍ STAVY PLASTOVÝCH TRUBEK

Nejvýznamnější polymerní materiály používané pro výrobu plastových trubek jsou polyvinylchlorid (PVC) a materiály patřící do skupiny polyolefinů, z nichž se v tomto odvětví nejvíce prosazuje vysokohustotní polyetylen (HDPE). V posledních letech se v oblasti potrubních systémů stále více používají vícevrstvé trubky. Důvodem jejich vývoje bylo zlepšit parciálně profil vlastností trubek z nezesíťovaného polyetylenu kombinací s jinými materiály. Výsledkem tohoto vývoje jsou v podstatě dva typy trubek. Jedná se o trubky s rozměrově připočítatelným ochranným pláštěm a trubky s integrovanou ochrannou vrstvou [1].

Životnost potrubí může být v případě nejnovějších typů HDPE až 100 let. V praxi existují v podstatě dva typy mezních stavů, které omezují životnost plastových potrubí. Křehký lom po dlouhé době provozu probíhající mechanismem pomalého šíření trhliny (slow crack growth–SCG) a rychlé šíření trhliny (rapid crack growth–RCG).

Většina selhání tlakových HDPE potrubí nastane v důsledku křehkého lomu po dlouhé době provozu. Uvedený mezní stav nastává při dlouhodobém působení obvodového napětí σ_θ nízké hodnoty ($\sigma_\theta < \sigma_y$) a obvyklých provozních teplotách. Závislost obvodového napětí σ_θ HDPE trubek na času do lomu, získaná na základě hydrostatické tlakové zkoušky (ISO 1167), obvykle odpovídá schématu (obr. 1) [2]. Tři oblasti odpovídají různým mechanismům porušení, ke kterým může u HDPE trubek během dlouhodobého zatěžování vnitřním tlakem dojít. Ve druhé oblasti dochází ke křehkému porušení, které je finální fází SCG. O životnosti HDPE potrubí rozhoduje zejména mechanismus SCG, který způsobuje selhání trubky po dlouhodobém působení nízkých napětí. Na molekulární úrovni probíhá v procesní zóně (křejzu) na čele trhliny zeslabování a následný lom fibril mechanismem rozplétání a štěpení spojovacích (tie) molekul [3].



Obr. 1: Schéma závislosti obvodového napětí na času do lomu HDPE trubek [2]

Dalším mezním stavem ovlivňujícím životnost tlakových HDPE potrubí je rychlé šíření trhliny. K RCP dochází v důsledku mimořádných provozních podmínek [4] (rázové zatížení, porušení vnějšího pláště trubky, nevhodné uložení potrubí). RCP není na rozdíl od SCG jev lokální, ale postihuje velkou část potrubí viz. [5, 6]. Mechanismus porušování při RCP je vysvětlován termálním dekohezním modelem [7, 8, 9, 10].

Lomové chování trubkových materiálů je ovlivňováno celou řadou mikrostrukturních a makrostrukturních parametrů. Významnou roli má struktura řetězce, zpracovatelské podmínky a morfologie materiálu [11].

Odolnost proti uvedeným mezním stavům tvoří základní kritérium pro výběr materiálu na potrubní aplikace. Základní zkouškou pro stanovení odolnosti trubek proti SCG je hydrostatický tlakový test. V případě RCP tzv. Full-scale test (FST). Na základě přístupu lomové mechaniky existuje několik urychlených zkoušek, kterými můžeme hodnotit odolnost jak nativního materiálu, tak i trubky z hlediska SCG a RCP. Vzhledem k cenové a časové náročnosti těchto zkoušek a protože ne všechna pracoviště jsou vybavena zařízeními pro uvedené typy zkoušek, jsou zvažovány další možnosti, jak vhodnou alternativní krátkodobou zkouškou posoudit kvalitu trubkových materiálů. Autoři prací [12, 13, 14] se zaměřili na vypracování vhodné metodiky pro hodnocení kvality jak nativních trubkových materiálů, tak i trubek nasazených po nějakou dobu v provozu. Jedná se v podstatě o zkušební postupy jejichž princip vychází ze dvou obecně rozšířených standardních zkoušek, tahové zkoušky a zkoušky ohybem [15].

3 CÍLE PRÁCE

Teoretický rozbor studované problematiky ukázal, že v případě plastových trubek mohou nastat dva mezní stavy, které rozhodují o životnosti potrubí. Jedná se o mezní stav křehkého lomu po dlouhé době provozu, který probíhá mechanismem pomalého šíření trhliny (SCG) a mezní stav rychlého šíření trhliny (RCP). Odolnost vůči těmto mezním stavům je u trubkových plastů ovlivňována řadou parametrů (struktura řetězce, morfologie, zpracovatelské podmínky). Potřeba hodnotit materiály z hlediska jejich odolnosti proti SCG a RCP vedla k zavedení několika standardizovaných zkoušek. S jejich využitím může být hodnoceno jak lomové chování již vyrobených trubek, tak i nativních trubkových materiálů. Cenová a časová náročnost základních zkoušek vedla v posledních letech k vývoji tzv. zkoušek alternativních, které umožňují získat požadované výsledky v podstatně kratším čase.

S ohledem na současný stav studované problematiky byly formulovány následující dílčí cíle disertační práce:

- Stanovit vliv molekulární struktury na lomové chování nativních trubkových materiálů.
- Stanovit vliv nadmolekulární struktury na lomové chování nativních trubkových materiálů.
- Stanovit vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu a lomové chování nativních trubkových materiálů.
- Posoudit možnost použití alternativních krátkodobých zkoušek pro predikci výsledků FNCT testu nativních trubkových materiálů.
- Stanovit základní materiálové charakteristiky jednotlivých vrstev komerčně vyráběných vícevrstvých trubek, které budou použity jako vstup při tvorbě numerického modelu.
- Navrhnout vhodný typ zkušebních těles pro hodnocení lomového chování komerčně vyráběných vícevrstvých trubek.
- Provést relevantní měření lomových charakteristik lineární elastické lomové mechaniky (LELM) jako vstupní data pro ověření platnosti numerického modelu.
- Provést relevantní měření lomových charakteristik elasto-plastické lomové mechaniky (EPLM), konkrétně stanovení J-R křivek.

4 EXPERIMENT

4.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

4.1.1 Nativní trubkové typy HDPE

Experimentálním materiálem byly zvoleny vývojové butenové typy HDPE druhé generace tak, aby bylo možné sledovat vliv zpracovatelských podmínek na jejich vnitřní strukturu a tím i na lomové chování a odolnost proti SCG a RCP.

Tab. 1: Zpracovatelské podmínky [16, 17]

Materiál	6395	6396	6397	6398
Sestava segmentů	Tvrdá	Tvrdá	Měkká	Měkká
Krouticí moment [%]	80-83	65-68	46-48	50-52
Otáčky šroubu [rpm]	250	250	250	250
Tlak [bar]	38-41	37-40	33-40	35-41
Energetický vstup [kW/kg]	0,35	0,28	0,20	0,22

Výchozím materiálem byl prášek 2067-pr, který byl odebrán z výrobního reaktoru a po aditivaci byl zgranulován za rozdílných extruzních podmínek na vzorky viz. tab. 1. Jeho strukturní charakteristiky (tab. 2) nám slouží jako „výchozí bod“, ke kterému můžeme vztahovat ostatní experimentální materiály (6395, 6396, 6397, 6398). Jejich vnitřní struktura byla ovlivněna dalším zpracováním (granulací).

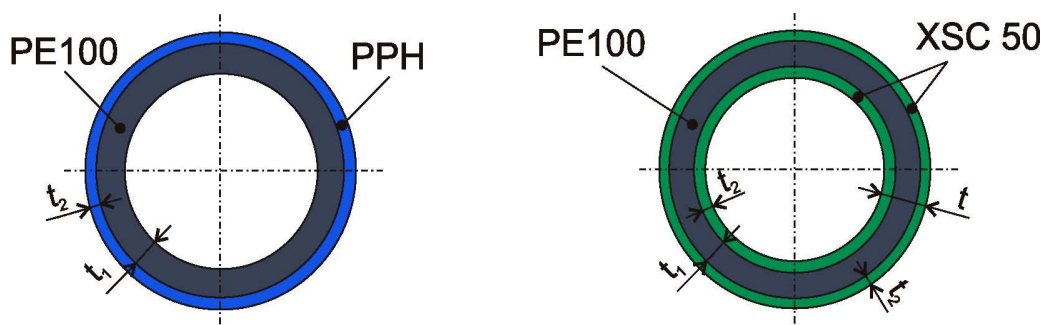
U všech materiálů byla použita kombinace stabilizátorů Irganox 1010 a Irgaphos 168. Do materiálů 6395, 6396 a 6398 byly jako UV stabilizátor přidány saze, zatímco do materiálu 6397 přidány nebyly. Při granulaci materiálu 6396 bylo navíc přidáno v rámci aditivního koncentrátu (Master Batch) mazadlo DYNAMAR FX9613, které mělo bránit vyšší termodynamické degradaci materiálu při extruzi na „tvrdé“ sestavě segmentů a stabilizátor NAUGARD 445, který díky nízké teplotě tání (98 – 102 °C) poskytuje ochranu polymerní matici již od počátku tavení [16, 17]. Do skupiny sledovaných materiálů byl, jako ukázka reálně používaného komerčního typu HDPE materiálu druhé generace, zařazen také materiál 402.

Tab. 2: Charakterizace experimentálních materiálů [16, 17]

Materiál		402	2067-pr	6395	6396	6397	6398
M _w	[g/mol]	269 300	281 900	289 850	383 850	410 250	434 700
M _n	[g/mol]	13 495	10 940	14 720	7 987	8 247	7 680
D	[-]	20,0	25,8	19,7	48,1	49,7	56,7
SCB	[CH ₃ /1000]	5,9	5,7	5,7	5,6	5,5	5,4

4.1.2 Vícevrstvé trubky

Experimentálním materiálem pro studium lomového chování trubek byly dvě komerčně vyráběné vícevrstvé trubky. Dvouvrstvá trubka GEROfit-R (Ø110, SDR11, PN16) a třívrstvá trubka Wavin TS (Ø110, SDR11, PN16) (obr. 2).



Obr. 2: Schéma dvouvrstvé trubky (vlevo) a třívrstvé trubky (vpravo)

4.2 POUŽITÉ EXPERIMENTÁLNÍ METODY

4.2.1 Použité metody pro stanovení strukturních parametrů nativních typů HDPE

Molekulární struktura experimentálních materiálů byla hodnocena metodou gelové permeační chromatografie (GPC) na přístroji PL-GPC220 s dvojitým detektorovým systémem RI a viskometrickým detektorem 220R Viscotek.

Zastoupení jednotlivých frakcí experimentálních materiálů vyjádřené formou hmotnostních procent bylo stanoveno na základě TREF analýzy (temperature rising elution fractionation - TREF). Materiály byly na jednotlivé frakce rozděleny podle jejich schopnosti krystalizovat z roztoku. Pro analýzu byla použita preparativní TREF - kolona plněna Chromosorbem P 60/80 mesh, dávkovaná 80ml 0,5-1% roztoku vzorku v 1,2,4 – trichlorbenzenu (TCB), chlazení rychlostí 2 °C/hod ze 140 °C na 20 °C, frakce odebrané při teplotách 60, 70, 80, 90, 100, 110, 140°C byly srážené MeOH, filtrované na fritě a sušené, průtok mobilní fáze 4 ml/min.

Metodou infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací (fourier transform infrared spectroscopy - FTIR) bylo stanoveno množství krátkých bočních větví SCB. Měření bylo provedeno na FT-IR Spectrometru 1720.

Nadmolekulární struktura byla hodnocena metodou diferenční snímací kalorimetrie (differential scanning calorimetry -DSC) na přístroji DSC Q100 podle standardu ISO 11357-3 [18].

Tloušťka lamel definována tzv. dlouhou periodou LP byla stanovena metodou difrakce v oblasti malých úhlů (small angle X-ray spectroscopy - SAXS). Měření bylo provedeno v komoře Kratky s pozičně citlivým detektorem a na měřícím systému MolMet Rigaku Denki. Bylo použito záření $CuK\alpha$ (1,54 Å) získané pomocí RTG zdroje ID 3000 (Seifert GmbH, Hamburk) monochromatizované Ni folií a elektronicky.

4.2.2 Mechanické zkoušky nativních typů HDPE

Základní mechanické charakteristiky experimentálních materiálů byly stanoveny na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020 podle ČSN EN ISO 527-2 [19], zkušební těleso typ V.

Odolnost proti SCG byla hodnocena metodikou FNCT testu podle standardu ISO 16770 [20]. Zkušební tělesa měla rozměr $10 \times 10 \times 100$ mm s obvodovým vrubem hloubky 1,6 mm. Teplota zkoušky byla $80 \text{ }^\circ\text{C}$, zkušební napětí 4 MPa. Byl použit 2% vodní roztok Acropalu N110. Zvolené hodnoty nominálních napětí byly 3,25 MPa, 3,75 MPa, 4,5 MPa a 4,75 MPa.

Na zkušebním zařízení pro S4 test byly podle standardu ISO 13477 [21] hodnoceny materiály z hlediska odolnosti proti RCP. Vnější průměr zkušebních trubek byl 63 mm. Použitý iniciační tlak byl 30 barů, teplota zkoušky $0 \text{ }^\circ\text{C}$, kondicionace 3 dny, nárazová rychlost bříty 18 m/s a tlak vody v trubce 1 až 5 barů.

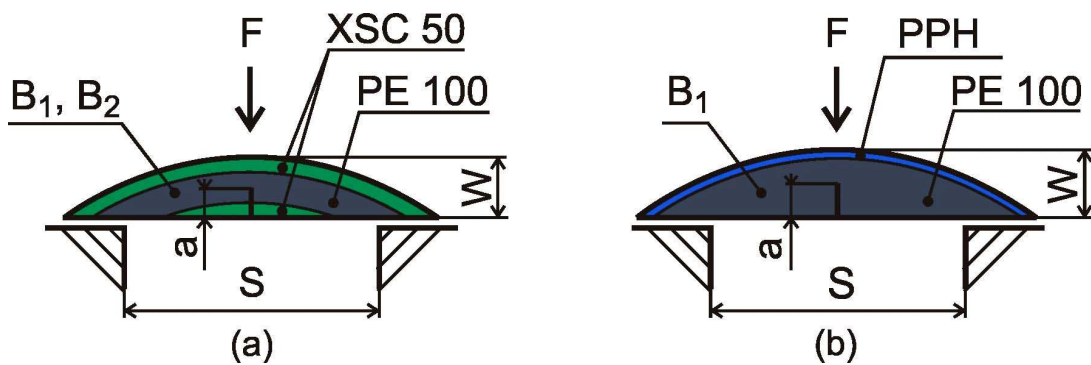
Na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020 byly provedeny alternativní testy ke zkoušce FNCT, které jsou založeny na principu standardní zkoušky tahem [19]. Konkrétně se jednalo o multi-rychlostní test a normovací test. V obou případech byla za $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$ zkoušena zkušební tělesa typ V podle [19]. Multi-rychlostní test byl proveden při deformační rychlosti $1,52 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1,52 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ a $1,52 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Normovací test byl proveden při deformační rychlosti $\dot{\epsilon} = 0,0202 \text{ s}^{-1}$.

Na Charpyho kladivu PSW 300E MFL byl proveden PSI test a byly stanoveny hodnoty dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}$, $G_{D,C}(cor)$, $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$. Zkouška byla provedena při teplotě $0 \text{ }^\circ\text{C}$ a $23 \text{ }^\circ\text{C}$. Zkoušena byla tělesa o rozměru $3 \times 10 \times 80$ mm s ostrým vrubem délky 2,5 mm.

4.2.3 Mechanické zkoušky vícevrstvých trubek

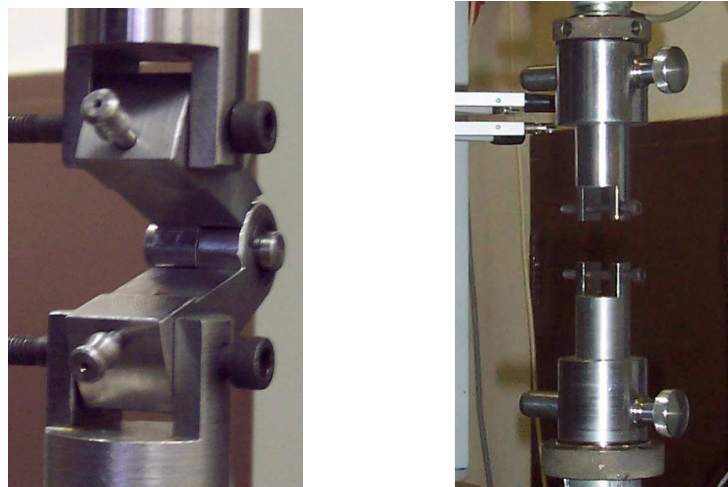
Na zkušebním stroji Zwick Z020 byla za teploty $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$, $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-60 \text{ }^\circ\text{C}$ provedena zkouška tahem [19]. Zkušební tělesa připravená z vrstev PE100 měla tloušťku $t = 4$ mm, zkušební tělesa z vrstvy PPH a XSC50 měla tloušťku $t = 1,59$ mm respektive $t = 2$ mm. Měřená délka byla $L_0 = 20$ mm a šířka 5 mm.

Stanovení dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} bylo provedeno na Charpyho instrumentovaných kladivech s kapacitou 150 J a 4 J. Zkušební postup odpovídal standardu ISO 13586 [22] a metodice vypracované na univerzitě Martina Luthera v Merseburgu [23]. Zkušební teplota $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-60 \text{ }^\circ\text{C}$, zkušební rychlost $v = 1$ m/s a vzdálenost opor $S = 40$ mm. Byl navržen nový typ zkušební tělesa, modifikované nehomogenní SENB těleso (obr. 3). Orientace lomové plochy byla podle [24] C–R. Vzhledem k tomu, že se jedná o nehomogenní těleso, které má navíc nestandardní tvar, muselo být o vhodnosti jeho použití rozhodnuto na základě numerického modelu [25, 26, 27, 28]. Rozměry zkušebních těles byly $B_1 = 10$ mm, $B_2 = 4$ mm, $W = 12,15$ mm (dvouvrstvá trubka) a 10 mm (třívrstvá trubka). Délka trhliny a byla od 3,8 mm do 5,7 mm.



Obr. 3: Modifikovaná nehomogenní SENB zkušební tělesa pro hodnocení trubky z hlediska parametrů LELM odebraná přímo z třívrstvé (a) a dvouvrstvé trubky (b)

Dále bylo provedeno stanovení J-R křivky podle [29]. Zkouška byla provedena metodou více těles na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z020. Rychlost zkoušky byla $v = 1 \text{ mm/min}$, teplota zkoušky $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$, $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-60 \text{ }^\circ\text{C}$. Byl použit snímač síly s kapacitou $2,5 \text{ kN}$ a dráha byla měřena z pohybu příčnicku. Lomové plochy byly dokumentovány stereomikroskopem SZ 2 vybaveným CCD kamerou. Zkoušena byla zkušební tělesa typu CT, C a SENB. Orientace lomových ploch byla podle [24] C–L, C–R a L–R. Rozměry těles byly voleny tak, aby byl splněn poměr $a/W = 0,5$. Přípravky pro zatěžování CT a C těles jsou uvedeny na obr. 4.



Obr. 4: Speciální přípravek pro zatěžování CT těles (vlevo), způsob zatěžování C těles (vpravo)

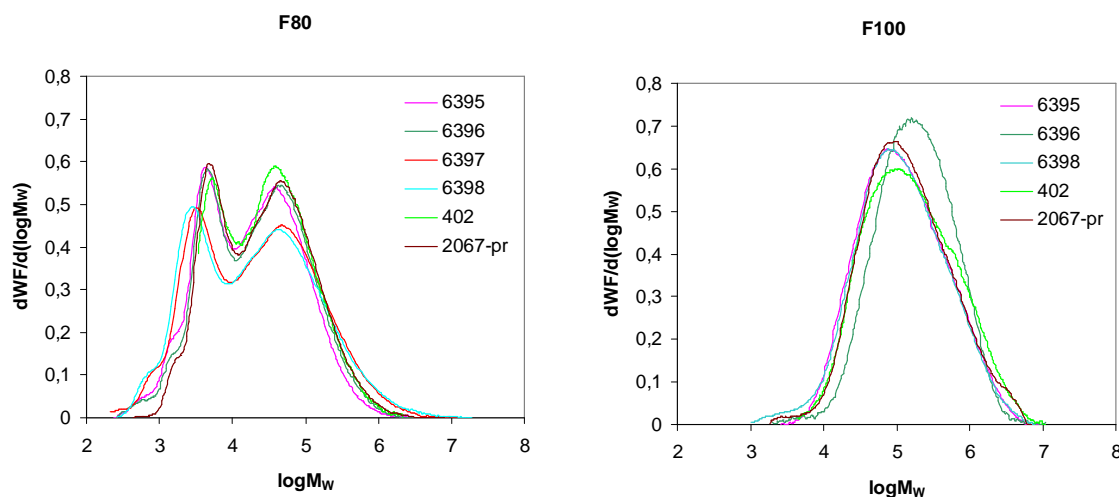
Na Ústavu fyziky materiálů AV ČR byly pomocí metody konečných prvků sestaveny numerické modely a provedeny odpovídající výpočty jak experimentálních vícevrstevných trubek, tak i navržených zkušebních těles (tahové C těleso a modifikované ohybové SENB těleso) [25, 30]. Modely byly sestaveny pro hodnocení chování trhlin ve vícevrstevných trubkách. Byly stanoveny průběhy korekčních (tvarových) funkcí $f(a/W)$ a provedeno ověření přenositelnosti experimentálních výsledků z malých zkušebních tělesech na trubky samotné.

5 VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUSE

5.1 NATIVNÍ TRUBKOVÉ TYPY HDPE

Byl zaznamenán vliv rozdílných zpracovatelských podmínek (tab. 1), použitých stabilizátorů a mazadla na vnitřní strukturu polymerní matrice (tab. 2). Dochází k nárůstu střední molární hmotnosti M_w a zvětšení šířky distribuce molárních hmotností (charakterizované stupněm polydisperzity D) materiálů zpracovaných na měkké sestavě segmentů. Materiál 6395 zpracovaný na tvrdé sestavě segmentů bez mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 má pak nejnižší hodnotu M_w a nejužší distribuci molárních hmotností.

Z hlediska počtu krátkých bočních větví SCB se jednotlivé materiály výrazně neliší (tab. 2). Jak bylo prokázáno v publikaci [31] je nutné pro dosažení požadovaných vlastností trubkových typů splnit podmínku obsahu bočních větví $SCB > 4,5$. Vyšší obsah SCB nad tuto hranici podporuje odolnost proti SCG, ale může negativně ovlivnit odolnost proti RCP.



Obr. 5: Distribuční křivky molární hmotnosti M_w experimentálních materiálů – stanoveno metodou GPC pro frakci F80 a F100

Výsledky GPC analýzy jednotlivých frakcí experimentálních materiálů (obr. 5) ukazují rozdílný tvar distribuční křivky molárních hmotností pro jednotlivé frakce (jako příklad jsou uvedeny křivky frakce F80 a F100). Frakce F60 až F90 mají bimodální charakter, zatímco frakce F100 až F140 mají unimodální charakter. Frakce F60 až F90 jsou tedy tvořeny z homopolymeru o nízké molární hmotnosti a kopolymeru o vysoké molární hmotnosti. Jedná se tedy o ekvivalent k distribuční křivce molárních hmotností bimodálních HDPE materiálů třetí generace [32]. Homopolymer o nízké molární hmotnosti dává materiálu lepší zpracovatelnost a tuhost, zatímco kopolymer o vysoké molární hmotnosti zvyšuje rázovou houževnatost materiálu a jeho odolnost proti SCG.

5.1.1 Vliv struktury na odolnost materiálů proti meznímu stavu pomalého šíření trhliny

Na základě FNCT testu byly stanoveny vyšší hodnoty času do lomu t_f u materiálů, které byly připraveny na měkké sestavě segmentů. Srovnáme-li materiály 6395 a 6396 vidíme, že přítomnost mazadla DYNAMAR FX9613 a stabilizátoru NAUGARD 445 vedla ke zvýšení odolnosti materiálu proti SCG. Z uvedeného tedy vyplývá, že snížení energetického vstupu při granulaci vede k vyšší odolnosti materiálů proti pomalému šíření trhliny.

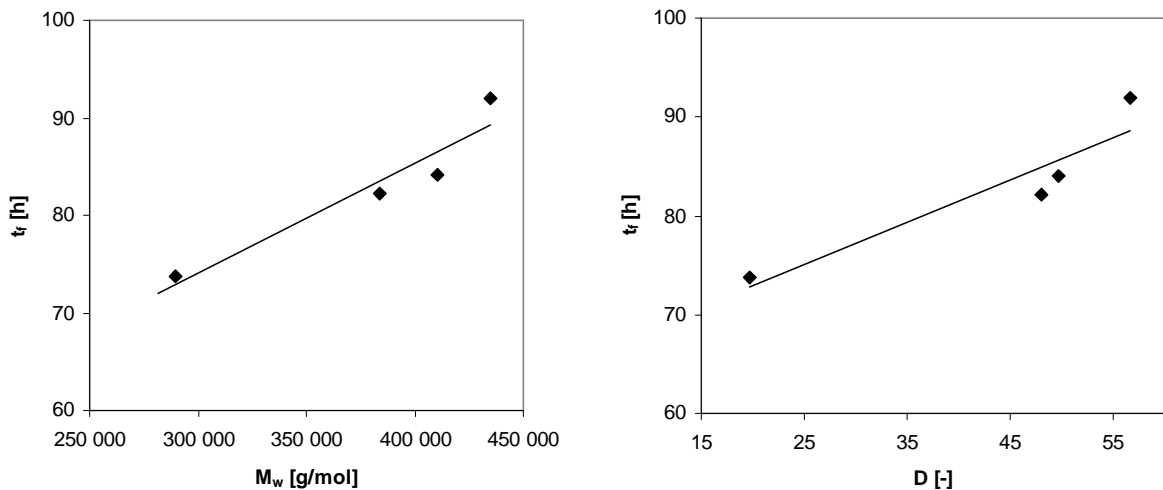
Tab. 3: Časy do lomu t_f jednotlivých materiálů stanovené při FNCT testu

Materiál	402-pr	6395	6396	6397	6398
t_f [h]	99,8	73,8	82,2	84,1	92,0

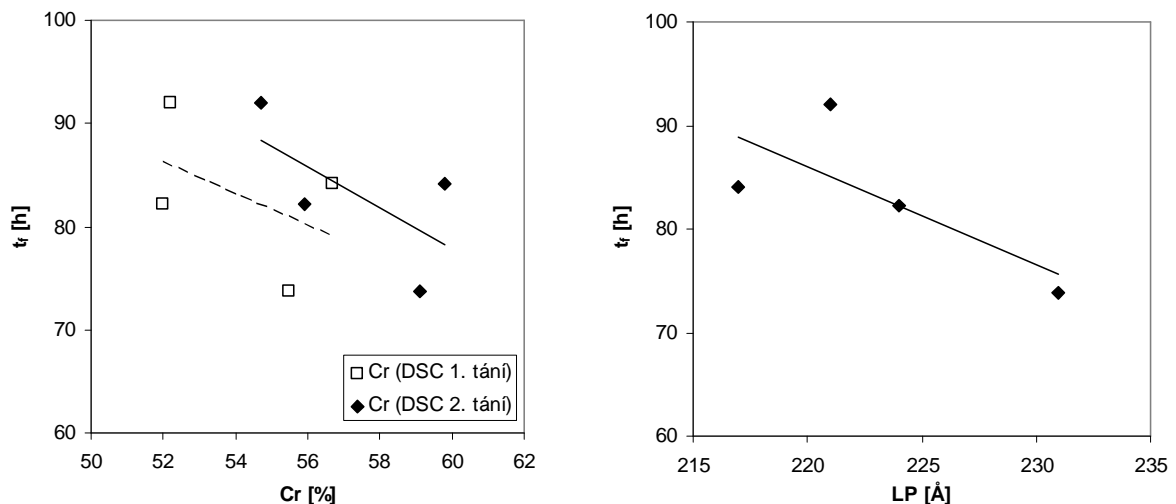
Srovnáním výsledků TREF analýzy s výsledky FNCT zkoušky bylo zjištěno, že klíčový vliv na odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny mají frakce F70 až F90 s bimodální distribucí molární hmotnosti. Materiály 6396 a 6398 mající v těchto frakcích sumárně největší zastoupení, vykazují vyšší hodnoty času do lomu t_f . Dalším významným parametrem ovlivňujícím odolnost proti SCG je molární hmotnost molekul v těchto frakcích. Vyšší hodnota M_w v těchto frakcích vede k delším časům do lomu t_f , což se projevuje u materiálu 6397, který vykazuje vyšší hodnoty M_w v uvedených frakcích než materiál 6396. Vliv M_w můžeme vysvětlit klíčovou funkcí spojovacích molekul při pomalém šíření trhliny. Mechanismus SCG je spojen s rozplétáním spojovacích molekul, které procházejí několika lamelami. Molekulární řetězce musí mít dostatečnou délku, aby mohly plnit funkci spojovacích molekul.

Vliv molární hmotnosti na odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny je vyjádřen na obr. 6. Se zvyšující se molární hmotností M_w roste čas do lomu t_f , tedy i odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny. Stejný trend byl získán i pro šířku distribuce molárních hmotností. S rostoucí šířkou distribuce molární hmotnosti M_w roste čas do lomu t_f a tedy i odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny SCG. Širší distribuce molárních hmotností představuje přítomnost jak nízkomolekulární, tak i vysokomolekulární frakce materiálu. Vysokomolekulární frakce materiálu zvyšuje odolnost proti SCG. Nízkomolekulární frakce chrání (maže) frakci vysokomolekulární při zpracování materiálu a brání její porušování při granulaci.

Vliv nadmolekulární struktury na odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny je zobrazen na obr. 7. Hodnoty času do lomu t_f klesají s rostoucí tloušťkou lamely definovanou dlouhou periodou LP . S rostoucí krystalinitou Cr klesá odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny, což souvisí s nižším obsahem spojovacích molekul a může tak odrážet změny vnitřní struktury matrice způsobené rozdílnými podmínkami granulace výchozího polymeru.



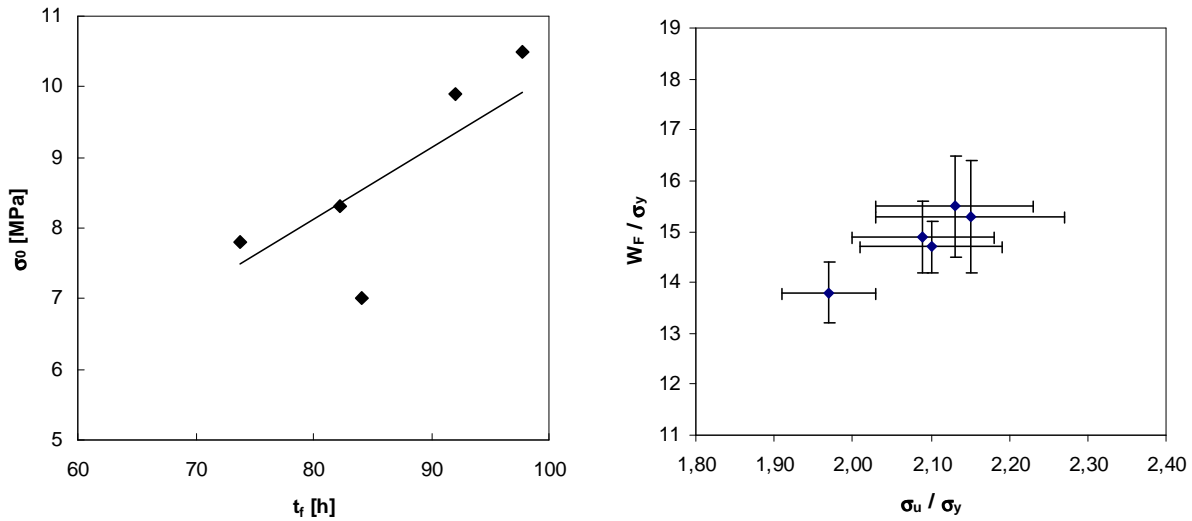
Obr. 6: Závislost času do lomu t_f na hmotnostně střední molární hmotnosti M_w a stupni polydisperzity D



Obr. 7: Závislost času do lomu t_f na stupni krystalinity Cr a dlouhé periodě LP

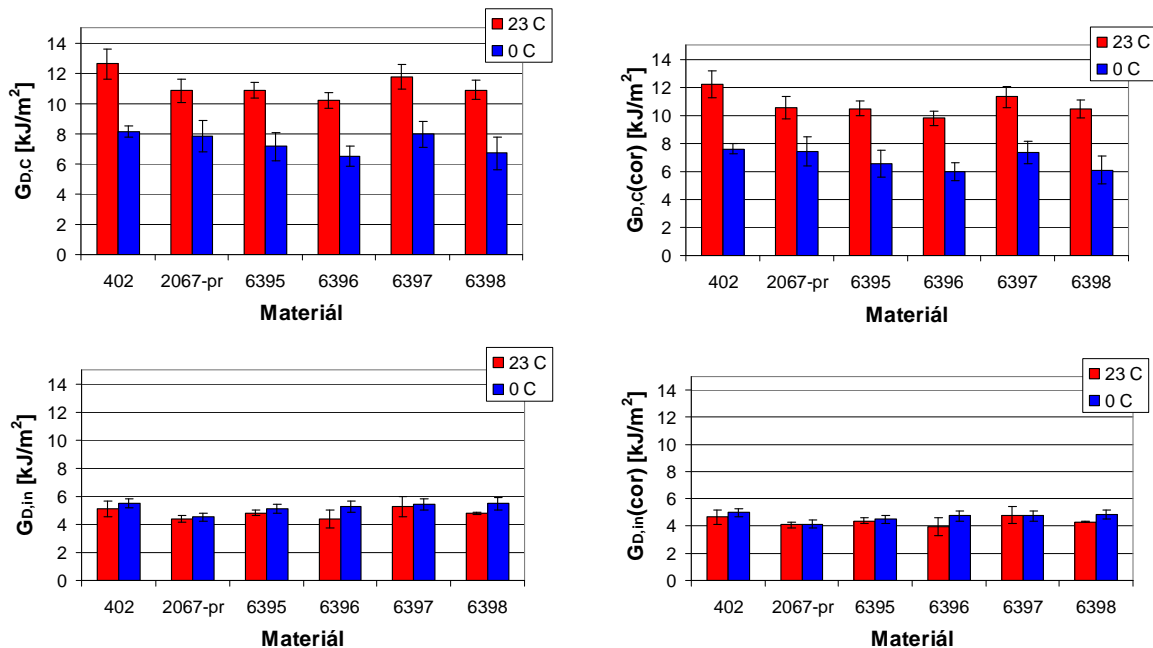
Byla prokázána dobrá korelace mezi FNCT testem a výsledky multi-rychlostního testu (obr. 8). Z uvedeného vyplývá, že materiály mající vyšší hodnotu efektivního napětí σ_0 budou dosahovat při FNCT testu vyšší hodnoty času do lomu t_f . Multi-rychlostní test může být použit jako alternativní krátkodobá zkouška hodnotící předpoklad daného materiálu k dosažení delších nebo kratších časů do lomu t_f na základě FNCT testu. Dobrá korelace mezi výsledky FNCT testu a multi-rychlostního testu byla potvrzena také na materiálech třetí generace PE100 a PE100 RC [31]. Výsledky normovacího testu jsou zobrazeny na obr. 8. Metoda je vhodná spíše pro oddělení velmi špatných materiálů, z hlediska jejich potenciální odolnosti proti pomalému šíření trhliny, od materiálů velmi dobrých. Materiály v levém dolním rohu dosahují při FNCT testu nejkratší časy do lomu. V našem případě se jedná o materiál 6395, který má nejkratší čas do lomu (tab. 3) a zároveň byl určen

jako nejhorší jak při multi-rychlostním, tak i normovacím testu. Jedná se o materiál zpracovaný na tvrdé sestavě segmentů s nejvyšším energetickým vstupem (tab. 1).



Obr. 8: Závislost efektivního napětí stanoveného multi-rychlostním testem na času do lomu stanovenému při FNCT testu (vlevo), výsledky normovacího testu (vpravo)

5.1.2 Vliv struktury na odolnost materiálů proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny



Obr. 9: Hodnoty dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}$, $G_{D,C}(cor)$, $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$

Z hlediska parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ vykazují nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnížší pak materiál označený jako 6396. Stejně pořadí materiálů bylo zjištěno jak při zkoušce

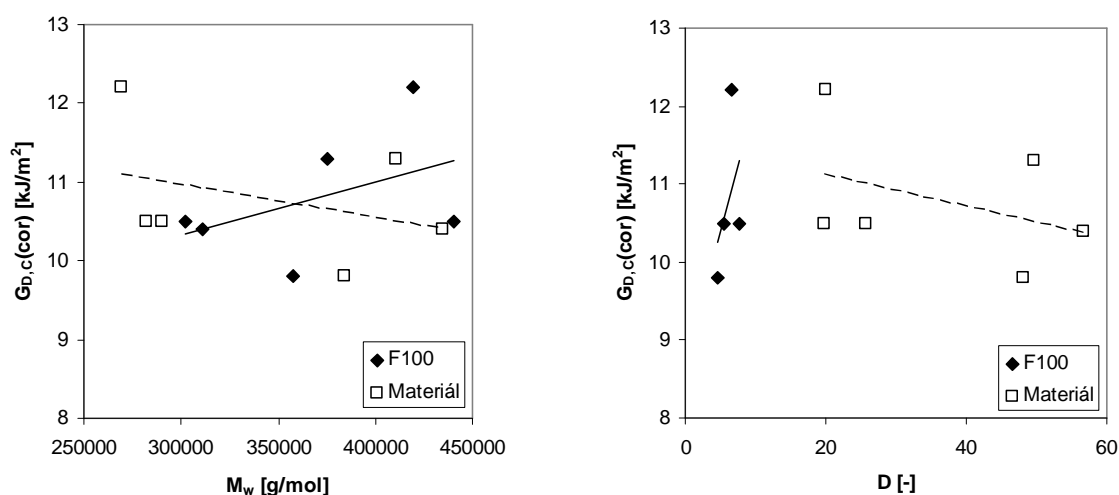
za teploty 0 °C, tak i 23 °C. Rozdíly mezi $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,5 kJ/m².

Na základě parametrů $G_{D,in}$ vykazují za teploty 23 °C nejvyšší odolnost proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny materiály označené jako 402 a 6397. Nejnižší pak materiály označené jako 2067 a 6396. Nicméně z hlediska statistiky se jeví rozdíly mezi jednotlivými experimentálními materiály hodnocenými na základě parametru $G_{D,in}$ nebo $G_{D,in}(cor)$ jako nevýznamné. Platí to i pro výsledky zkoušek při teplotě 0 °C. Rozdíly mezi $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ jsou u všech materiálů v rozmezí 0,3 až 0,6 kJ/m², tedy obdobné jako v případě parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$. Korekce nemá vliv na pořadí experimentálních materiálů z hlediska jejich odolnosti proti meznímu stavu RCP.

Z výsledků uvedených na obr. 9 je dále jasně vidět rozdílný vliv snížení teploty zkoušky na sledované parametry. V případě parametrů $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$, které jsou spojeny s celkovou energií na porušení vzorku (tedy i s energií potřebnou na šíření trhliny), dochází k jejich výraznému poklesu při teplotě 0 °C. Naopak v případě parametrů $G_{D,in}$ a $G_{D,in}(cor)$ k jejich poklesu při teplotě 0 °C nedochází. Tento rozdíl je způsoben energií potřebnou pro šíření trhliny, která je obsažena v parametrech $G_{D,C}$ a $G_{D,C}(cor)$. Při teplotě 23 °C je proces šíření trhliny energeticky náročnější než při teplotě 0 °C, což je spojeno s omezením pohyblivosti molekul a jejich částí při snížené teplotě.

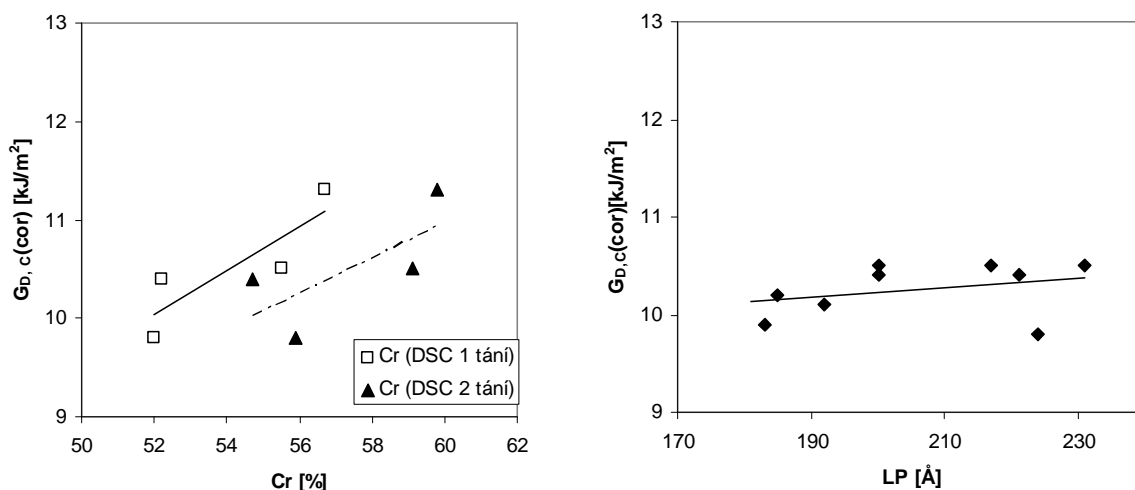
Na základě zjištěných výsledků se zdá být výhodnější, použít pro hodnocení odolnosti proti meznímu stavu rychlého šíření trhliny parametr $G_{D,C}$ případně $G_{D,C}(cor)$.

Bylo zjištěno, že z hlediska mezního stavu RCP je významný podíl materiálu v unimodálních frakcích F100 až F140. Materiály 6395 a 6397, které mají v těchto frakcích sumárně největší zastoupení, vykazují vyšší hodnoty $G_{D,C}(cor)$.



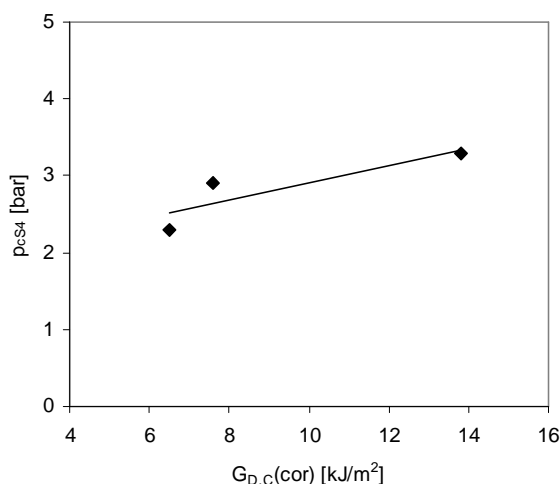
Obr. 10: Závislost $G_{D,C}(cor)$ na molární hmotnosti M_w a stupni polydisperzity D materiálů a frakce F100

Vliv molekulární struktury na odolnost proti rychlému šíření trhliny RCP je zobrazen na obr. 10. Zatímco hodnota parametru $G_{D,C}(cor)$ v závislosti na molární hmotnosti materiálu M_w klesá vidíme, že vyšší hodnota molární hmotnosti M_w frakce F100 vede k lepší odolnosti materiálu vůči RCP. Obdobné výsledky můžeme sledovat i v případě vlivu stupně polydisperzity D frakce F100. Z uvedených výsledků vyplývá významný vliv frakce F100 na odolnost materiálu vůči RCP.



Obr. 11: Dynamická lomová houževnatost $G_{D,C}(cor)$ stanovená při teplotě 23 °C jako funkce krystalinity Cr a dlouhé periody LP (v případě LP byla závislost stanovena na širší skupině zkušebních vzorků)

Vliv nadmolekulární struktury na odolnost materiálu proti rychlému šíření trhliny je zobrazen na obr. 11. Hodnoty parametru $G_{D,C}(cor)$ rostou s rostoucí tloušťkou lamely definovanou dlouhou periodou LP i s rostoucí krystalinitou materiálu Cr . Pro potvrzení obecnější platnosti zjištěné závislosti (LP) byl výchozí soubor vzorků rozšířen o další provozní vzorky trubkových HDPE materiálů druhé generace, které byly dodány společností Polymer Institute Brno, spol. s r. o.



Obr. 12 : Závislost kritického tlaku p_{cS4} na dynamické lomové houževnatosti $G_{D,C}(cor)$

Vzhledem k nedostatečnému množství experimentálních materiálů, které neumožnilo výrobu trubek pro S4 test byla korelace mezi výsledky PSI testu a S4 testu provedena na vzorku 402 a dalších 2 provozních typech HDPE materiálů druhé generace. Tyto byly dodány společností Polymer Institute Brno spol. s r.o. Na základě zjištěného trendu (obr. 12) je zřejmé, že výsledky PSI testu umožňují predikovat, zda materiál bude při S4 testu dosahovat vyšší či nižší hodnoty kritického tlaku p_{cS4} . Tedy zda je možné předpokládat, že daný materiál bude vykazovat dobrou odolnost proti rychlému šíření trhliny.

5.2 HODNOCENÍ VÍCEVRSTVÝCH TRUBEK NA ZÁKLADĚ PARAMETRŮ LOMOVÉ MECHANIKY

V druhé části experimentů bylo studováno lomové chování komerčně vyráběných vícevrstevných trubek vzhledem k meznímu stavu pomalého šíření trhliny. V pracích zaměřených na studium kinetiky porušování trubkových typů PE [33, 34] bylo prokázáno, že součinitel intenzity napětí K je dobrý korelační parametr pro prvotní odhad odolnosti materiálu proti SCG. Dalším v případě HDPE vhodnějším [33, 34] korelačním parametrem pro odhad odolnosti materiálu proti SCG je J integrál. Z tohoto důvodu bylo provedeno základní hodnocení experimentálních trubek na základě těchto parametrů.

V rámci disertační práce byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles, které byly připraveny obráběním z experimentálních trubek. Nehomogenní modifikované SENB těleso a nehomogenní tahové C těleso. Oba typy těles simulují iniciaci porušení v radiálním směru od vnitřní stěny trubky, tedy v takovém směru, který je v praxi nejběžnější.

Tab. 4: Mechanické charakteristiky jednotlivých vrstev experimentálních trubek (2v–dvouvrstvá, 3v –třívrstvá)

Materiál	T = 23 °C		T = -20 °C		T = -60 °C	
	E [MPa]	σ_y [MPa]	E [MPa]	σ_y [MPa]	E [MPa]	σ_y [MPa]
PE100 (3v)	1213 ± 28	20 ± 0	2347 ± 14	33 ± 3	3399 ± 91	48 ± 0
XSC 50	827 ± 34	16 ± 1	1774 ± 80	31 ± 0	2740 ± 99	45 ± 0
PE100 (2v)	950 ± 47	22 ± 0	1883 ± 70	37 ± 0	2542 ± 64	49 ± 0
PPH	1439 ± 26	30 ± 0	3216 ± 235	45 ± 1	3493 ± 86	64 ± 7

Vzhledem k tomu, že se uvedené vzorky odlišují od běžně používaných zkušebních těles (jak svojí heterogenitou, tak i tvarem) bylo nutné ověřit zda jsou na nich získané výsledky konzervativní a tedy použitelné pro predikci chování celé trubky. Pro navržené typy zkušebních vzorků a experimentální trubky byl sestaven na Ústavu fyziky materiálů AV ČR numerický model, který byl publikován v disertační práci Lucie Šestákové [25] a dále v [26, 27, 28, 30]. Vstupní informací pro numerický model byly materiálové charakteristiky jednotlivých vrstev (tab. 4) a rozměry navržených zkušebních těles a experimentálních trubek.

Pro oba typy nehomogenních vzorků byly na základě numerické simulace sestaveny K -kalibrační křivky [25] a stanoveny kalibrační (tvarové) funkce $f(a/W)$ potřebné pro výpočet součinitele intenzity napětí K_I , respektive lomové houževnatosti K_{IC} .

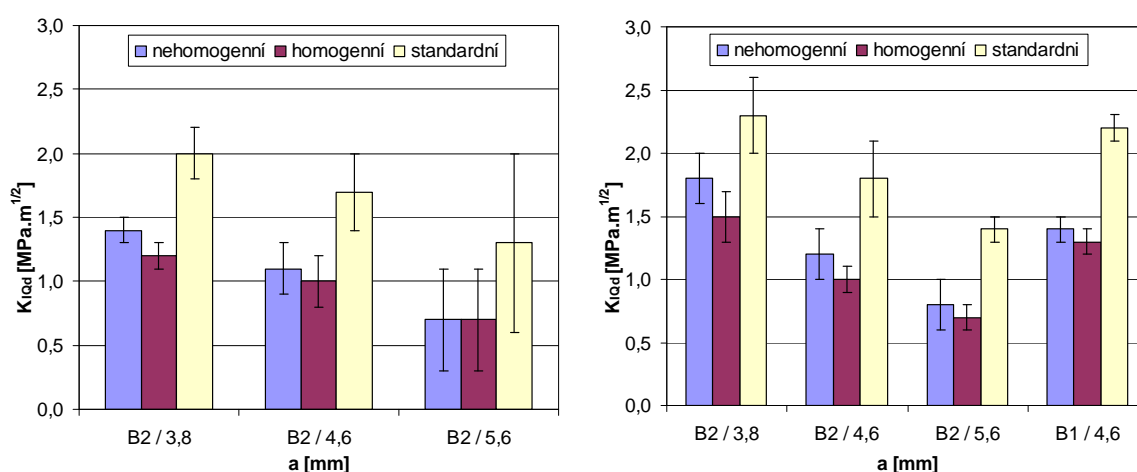
S využitím koncepce dvouparametrové lomové mechaniky bylo prokázáno, že oba typy navržených nehomogenních zkušebních těles umožňují získat konzervativní hodnoty součinitele intenzity napětí K , respektive lomové houževnatosti K_{IC} . Navržená zkušební tělesa mohou být použita pro odhad odolnosti proti mechanismu pomalého šíření trhliny celých trubek.

5.2.1 Hodnocení na základě dynamické lomové houževnatosti K_{IQd}

Na základě zkoušky rázem v ohybu provedené na nehomogenních modifikovaných zkušebních SENB tělesech byly stanoveny hodnoty dynamické lomové houževnatosti [35].

Pro výpočet provizorních hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} byly použity korekční funkce $f(a/W)$ pro nehomogenní a homogenní modifikované SENB těleso, stanovené pomocí numerického modelu [25]. Dále byla použita korekční funkce $f(a/W)$ platná pro standardní homogenní SENB těleso [23].

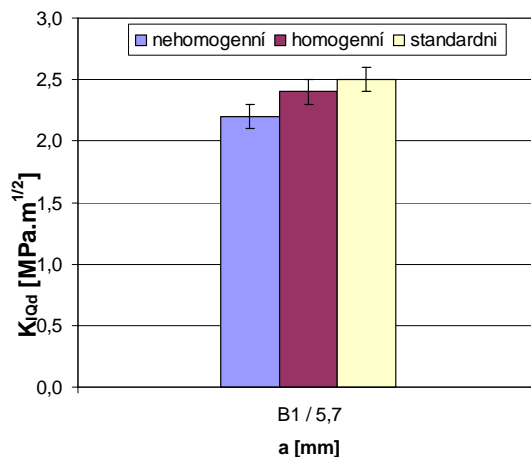
Pro žádnou ze zkoušených konfigurací nebyly splněny podmínky platnosti rovinné deformace. Byly stanoveny hodnoty provizorních lomových houževnatostí K_{IQd} , které jsou závislé na geometrii zkušebního tělesa (tedy na tloušťce vzorku, délce trhliny a rozměru vzorku pod vrubem – ligamentu). Tyto hodnoty jsou porovnatelné pouze při použití shodné geometrie zkušebních těles.



Obr. 13: Hodnoty K_{IQd} stanovené za teploty -60°C (vlevo) a 23°C (vpravo) na zkušebních tělesech z třívrstvé trubky, tloušťka vzorků byla $B_2 = 4\text{ mm}$ a $B_1 = 10\text{ mm}$, délky trhlín 3,8, 4,6 a 5,6 mm

Hodnoty provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované SENB těleso, jsou v rámci chyby měření shodné s výsledky provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} vypočítané

s použitím kalibrační funkce $f(a/W)$ pro homogenní modifikované SENB těleso (obr. 13, 14). Uvedené odpovídá výsledkům numerického modelu [25]. Malý rozdíl v elastických vlastnostech jednotlivých vrstev umožňuje použít pro výpočet provizorní hodnoty lomové houževnatosti K_{IQd} kalibrační funkci $f(a/W)$ pro homogenní modifikované SENB těleso, aniž bychom se dopustili významné chyby. V případě experimentálních měření byly rozdíly mezi výsledky stanovenými pomocí kalibračních funkcí $f(a/W)$ pro nehomogenní a homogenní SENB těleso v rozmezí 7 až 17%.



Obr. 14: Hodnoty K_{IQd} stanovené za teploty 23 °C na zkušebních tělesech z dvouvrstvé trubky, tloušťka vzorků byla $B_1 = 10$ mm a délka trhliny 5,7 mm

Použití kalibrační funkce $f(a/W)$ pro standardní homogenní SENB těleso tak jak je uvedeno v literatuře [23] vede, ve srovnání s předchozími dvěma případy (obr. 13, 14), ke statisticky významně odlišným a navíc nekonzervativním výsledkům. Uvedený rozdíl je způsoben odlišným tvarem modifikovaného SENB zkušebního tělesa od SENB tělesa standardního tvaru. V případě experimentálních měření byly rozdíly mezi výsledky stanovenými pomocí kalibračních funkcí $f(a/W)$ pro nehomogenní modifikované SENB a standardní SENB těleso v rozmezí 14 až 86%.

Při zkoušce rázem v ohybu se nepodařilo získat platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} . V případě tloušťky vzorku 10 mm byla při teplotě 23°C stanovena vyšší hodnota parametru K_{IQd} u tělesa z dvouvrstvé trubky. Je zde tedy jistý předpoklad vyšší odolnosti proti mechanismu pomalého šíření trhliny této trubky. Nicméně je třeba zopakovat, že toto porovnání není provedeno na základě hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} , ale na základě provizorních hodnot dynamické lomové houževnatosti K_{IQd} , které jsou závislé na geometrii zkušebního tělesa a nejsou tedy materiálovou charakteristikou.

Stanovené provizorní hodnoty K_{IQd} leží v rozsahu publikovaných hodnot lomové houževnatosti PE materiálů [36, 37], který je 1,7 až 8 MPa.m^{1/2}.

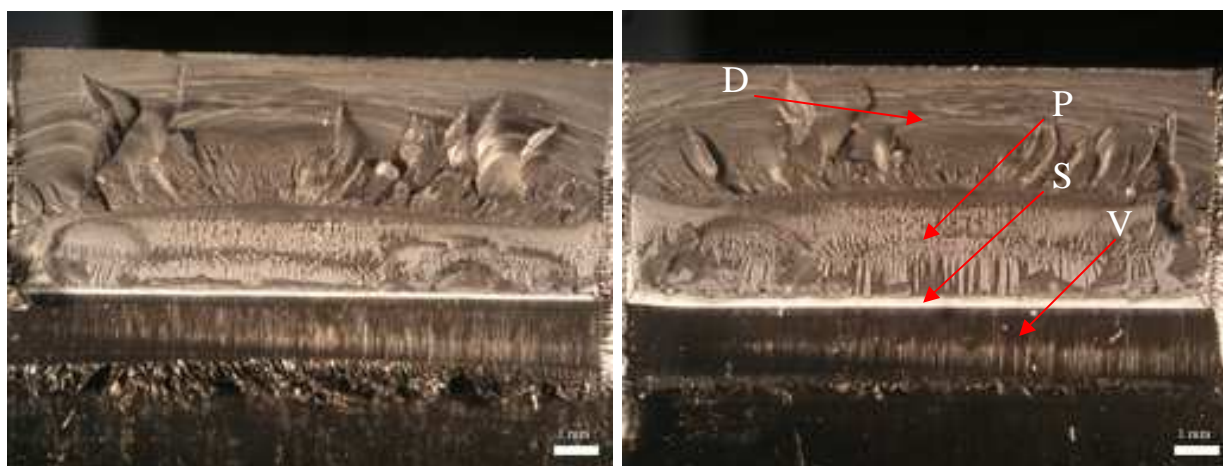
5.2.2 Hodnocení na základě J-R křivky

V případě dvouvrstvé trubky byly zkoušky provedeny na homogenních CT tělesech a SENB tělesech [29]. Dále byla zkoušena homogenní a nehomogenní C tělesa, jejichž geometrie byla volena podle [24, 38]. Vzhledem k tomu, že směr šíření trhliny u trubek při pomalém šíření trhliny obvykle odpovídá směru C-R byla v případě třívrstvé trubky zkoušena pouze nehomogenní C tělesa (homogenní C tělesa nebylo možné z třívrstvé trubky připravit).

Pro zkoušky CT těles byl navržen speciální přípravek umožňující jejich správné uchycení a simulaci působení obvodových napětí při rozevírání trubky a šíření trhliny v podélném směru (obr. 4).

Kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 stanovené na zvolených zkušebních tělesech jsou uvedeny v tab. 5 až 7. Získané výsledky odpovídají hodnotám publikovaným v literatuře pro tento typ materiálů [38, 39, 40] $J_0 = 3$ až 6 kJ/m^2 a $J_{0,2} = 13$ až 110 kJ/m^2 . Metodika stanovení J-R křivek byla dále částečně publikována v [41].

Na obr. 15 jsou uvedeny ukázky lomových ploch homogenního C tělesa. Je zde zobrazen vrub připravený zatlačením žiletky (V), oblast stabilního růstu Δa (S), přechodová oblast (P) a oblast dolomení (D).



Obr. 15: Zkušební těleso s růstem trhliny $\Delta a = 0,203 \text{ mm}$ (vlevo), zkušební těleso s růstem trhliny $\Delta a = 0,379 \text{ mm}$ (vpravo)

Na obr. 16 až 18 jsou uvedeny J–R křivky stanovené na základě provedených zkoušek na zkušebních C tělesech připravených z dvouvrstvé a třívrstvé trubky.

V případě dvouvrstvé trubky nebyl zjištěn statisticky významný rozdíl ve výsledcích stanovených na zkušebních tělesech typu CT a C. Trhлина u těchto dvou typů zkušebních těles leží ve stejné rovině a liší se pouze směrem svého šíření. V případě CT tělesa je to směr osy trubky a v případě C tělesa je to směr radiální. Vzhledem ke způsobu uchycení (obr. 4) a také způsobu výroby zkušebních těles se zdá výhodnější použít zkušební tělesa typu C. Dále je patrné, že přítomnost ochranné vrstvy u dvouvrstvé trubky nemá na sledované hodnoty statisticky

významný vliv. Plní zde pouze ochrannou funkci a brání poškrábání nosné trubky během pokládky.

Tab. 5: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu 23 °C

Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	1,7 ± 1,2	5,8 ± 1,1	5,8 ± 1,4	5,4 ± 1,7	7,2 ± 2,7
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	14,3 ± 1,2	19,2 ± 3,2	19,6 ± 1,2	19,7 ± 1,5	21,9 ± 2,2
T [MJ/m ³]	62	67	66	69	69

Tab. 6: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu -20 °C

Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	-	3,3 ± 2,0	3,5 ± 1,1	3,6 ± 2,2	3,8 ± 1,3
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	-	20,1 ± 2,2	20,3 ± 1,1	20,6 ± 2,3	20,2 ± 1,3
T [MJ/m ³]	-	80	83	84	80

Tab. 7: Výsledné hodnoty J_0 , $J_{0,2}$ a T stanovené ze získaných J-R křivek pro teplotu -60 °C

Dvouvrstvá trubka					Třívrstvá trubka
	SENB	C bez PPH	C s PPH	CT	C
J_0 [kJ/m ²]	-	-	-	-	6,3 ± 1,8
$J_{0,2}$ [kJ/m ²]	-	-	-	-	18,6 ± 1,5
T [MJ/m ³]	-	-	-	-	59

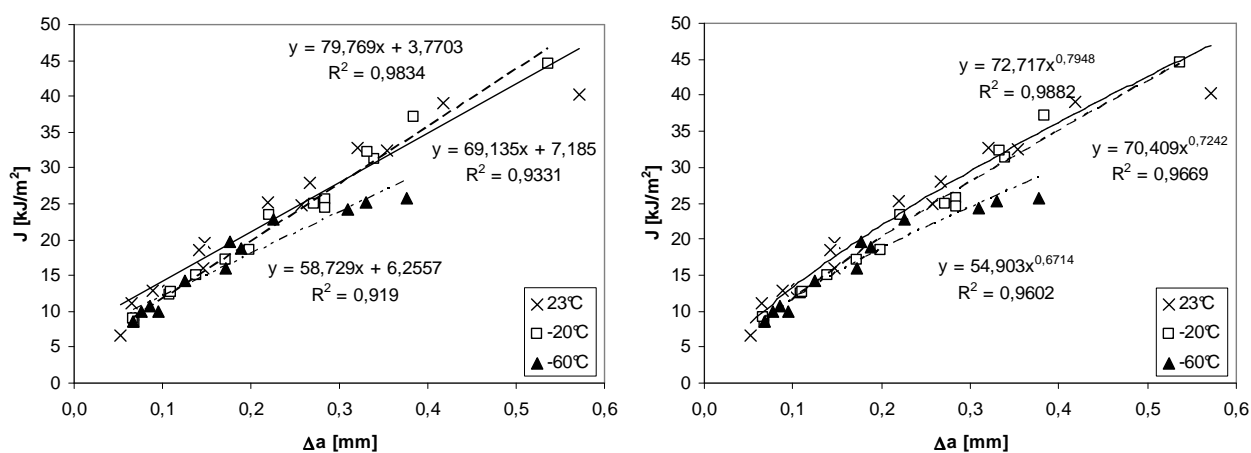
Nejnižší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 byly stanoveny na zkušebních tělesech typu SENB, což je způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa v porovnání s tělesy CT a C.

Z uvedených výsledků vyplývá, že snížení teploty snižuje kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 , což je jev očekávaný a způsobený zejména snížením pohyblivosti jednotlivých molekul a jejich částí, což vede k omezení deformační schopnosti materiálu.

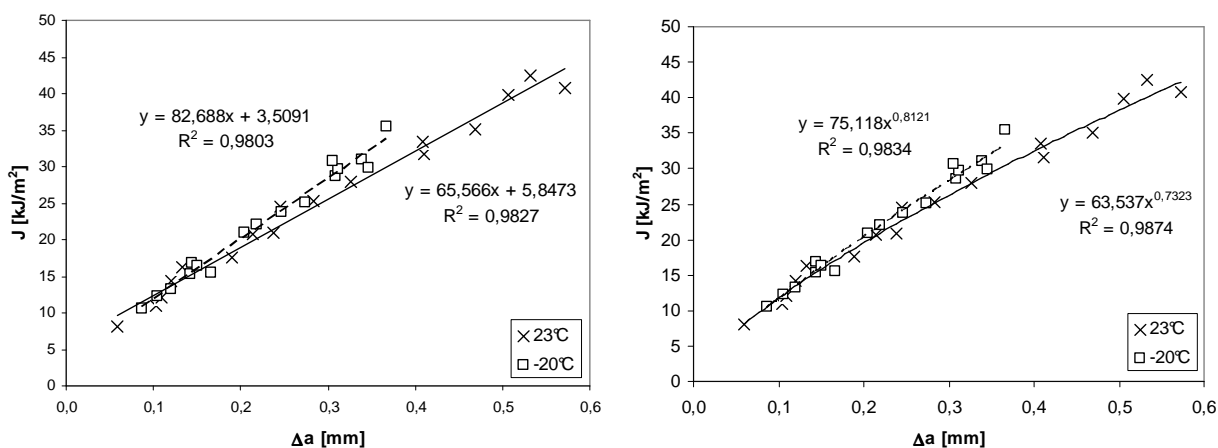
V případě C těles byly vyšší kritické hodnoty $J_{0,2}$ a J_0 stanoveny u zkušebních těles připravených z třívrtvé trubky. Nicméně vzhledem k uvedené chybě měření se jedná o rozdíly minimální, které mohou být způsobeny jednak materiálem nosných

částí trubek a dále také vlivem vnější ochranné vrstvy třívrstvé trubky. Ochranná vrstva vzniká při koextruzi trubky. Existují zde pevné vazby mezi střední nosnou vrstvou a vnější ochrannou vrstvou tohoto typu trubky. Oproti tomu u dvouvrstvé trubky tyto vazby mezi nosnou částí trubky a její ochrannou vrstvou nejsou. Ochranná vrstva nemůže ke zvýšení odolnosti dvouvrstvé trubky vůči lomu přispět.

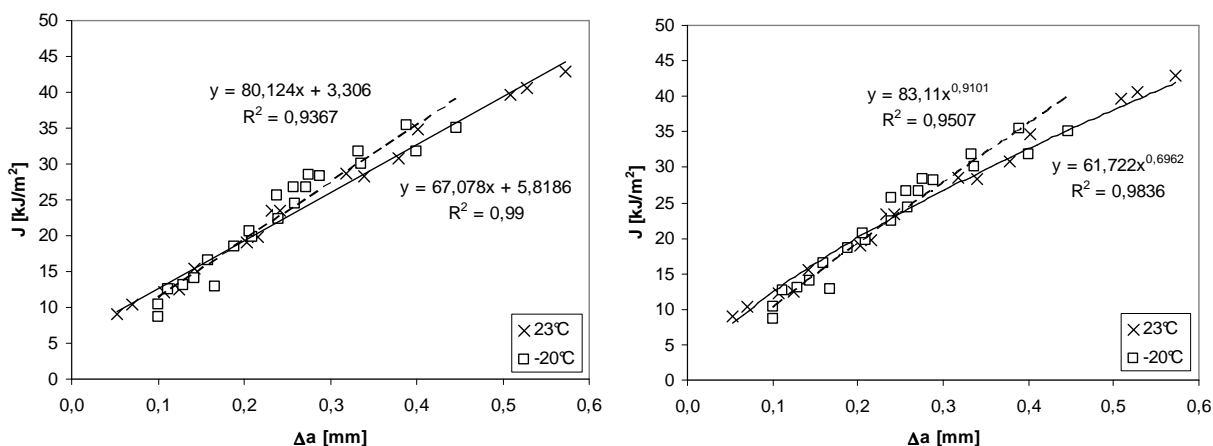
Stanovené hodnoty T modulu (tearing modul) kopírují trend výsledků kritických hodnot $J_{0,2}$ a J_0 . Hodnoty stanovené na zkušebních tělesech CT a C jsou v podstatě totožné. Nejnížší hodnoty T modulu (tearing modul) byly zjištěny na zkušebních tělesech SENB, což je způsobeno odlišnou geometrií a způsobem zatěžování tohoto typu tělesa.



Obr. 16: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles připravených z třívrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C, -20 °C a -60 °C



Obr. 17: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles s ochrannou PPH vrstvou připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách 23 °C a -20 °C



Obr. 18: Závislosti $J - \Delta a$ ($J - R$ křivky) stanovené na základě zkoušek C těles bez PPH ochranné vrstvy připravených z dvouvrstvé trubky. Zkouška byla provedena při teplotách $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ a, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$

6 ZÁVĚRY

Nativní trubkové typy vysokohustotního polyetylénu HDPE

Na základě výsledků strukturních analýz a mechanických zkoušek u vybrané série experimentálních trubkových typů vysokohustotního polyetylénu (HDPE) druhé generace lze učinit následující závěry:

- Byly nalezeny korelace mezi vnitřní strukturou polymerní matrice a mechanickými vlastnostmi testovaných vzorků.
- Strukturních změn bylo dosaženo pomocí zpracovatelských podmínek. Při podmínkách s menším energetickým vstupem dochází k nárůstu střední molární hmotnosti M_w a širší distribuci molárních hmotností.
- Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w a širší distribuce molárních hmotností experimentálních materiálů zlepšují odolnost materiálů proti pomalému šíření trhliny (SCG).
- Strukturní změny matrice byly posuzovány na frakcích jednotlivých experimentálních materiálů. Materiály byly na jednotlivé frakce rozděleny na základě jejich schopnosti krystalizovat z roztoku. Frakce byly označeny podle teploty, při které byly odebrány. Hodnocení bylo provedeno na základě stanovení obsahu jednotlivých frakcí, stanovení molární hmotnosti a distribuce molárních hmotností jednotlivých frakcí a dále potom na stupni krystalinity a dlouhé periodě jednotlivých materiálů. Frakce s bimodální distribucí molárních hmotností (F70 až F90) pozitivně ovlivňují odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG). Vyšší podíl materiálu v těchto frakcích

zvyšuje jeho odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG). Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w v těchto frakcích zvyšuje odolnost materiálu proti pomalému šíření trhliny (SCG).

- Frakce s unimodální distribucí molárních hmotností (F100) pozitivně ovlivňuje odolnost materiálů proti rychlému šíření trhliny (RCP). Vyšší podíl materiálu v této frakci zvyšuje jeho odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP). Vyšší hodnota střední molární hmotnosti M_w a širší distribuce molárních hmotností v této frakci zvyšuje odolnost materiálu proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Materiály s vyšší krystalinitou C_r vykazují nižší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) a zároveň vyšší odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Materiály s větší tloušťkou lamel, definovanou délkou periody LP , vykazují nižší odolnost proti pomalému šíření trhliny (SCG) a zároveň vyšší odolnost proti rychlému šíření trhliny (RCP).
- Byla prokázána dobrá korelace mezi výsledky standardizovaného FNCT testu a multi-rychlostního krátkodobého testu. Materiály s vyšší hodnotou efektivního napětí σ_0 dosahují při FNCT testu vyšší hodnoty času do lomu t_f .
- Multi-rychlostní tahový test může být použit jako alternativní krátkodobá zkouška hodnotící předpoklad daného materiálu k dosažení delších nebo kratších časů do lomu při FNCT testu.

Komerčně vyráběné vícevrstvé trubky

Na základě mechanických zkoušek malých zkušebních tělesech, která byla připravena z experimentálních, komerčně vyráběných vícevrstevných trubek, můžeme formulovat následující závěry:

- Na základě provedených experimentů byl na Ústavu fyziky materiálů AV ČR sestaven numerický model zaměřený na lomové chování vícevrstevných trubek.
- Byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles. Modifikované nehomogenní SENB těleso a nehomogenní tahové C těleso, která umožňují získat konzervativní hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} a mohou být použita pro hodnocení celých trubek.
- Pro výpočet lomové houževnatosti K_{IC} navržených modifikovaných nehomogenních SENB zkušebních těles nemůže být použita standardní

kalibrační funkce $f(a/W)$, která je platná pro standardní tvar homogenního SENB tělesa. Z tohoto důvodu byly stanoveny kalibrační funkce $f(a/W)$ platné pro navržené modifikované SENB těleso.

- Pro odhad lomové houževnatosti K_{IC} vícevrstvého systému (dvouvrstvá nebo třívrstvá trubka) lze při experimentálním měření použít korekční funkci $f(a/W)$ stanovenou pro danou geometrii zkušebního tělesa a homogenní materiál.
- Zkouškou rázem v ohybu nebyly získány platné hodnoty dynamické lomové houževnatosti K_{ICd} . Byly stanoveny hodnoty provizorní lomové houževnatosti K_{IQd} , které jsou platné pro danou geometrii zkušebního tělesa.
- Pro zkoušky CT těles a stanovení J-R křivky byl navržen speciální přípravek simulující působení obvodového napětí při rozevírání trubky a šíření trhliny v podélném směru.
- Nebyl pozorován statisticky významný rozdíl v kritických hodnotách J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 stanovených na CT tělese a tahovém C tělese. Vzhledem ke způsobu přípravy zkušebních těles, způsobu zatěžování a orientaci trhliny je výhodnější použít tahová C tělesa.
- V případě dvouvrstvé trubky nebyl experimentálně zjištěn vliv vnější ochranné vrstvy na kritické hodnoty J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 . Vrstva chrání nosnou trubku proti poškození a neovlivňuje lomové chování trubky jako celku.
- Nebyl zjištěn statisticky významný rozdíl v kritických hodnotách J integrálu $J_{0,2}$ a J_0 mezi dvouvrstvou a třívrstvou trubkou.

7 LITERATURA

- [1] STEWARD, R. Plastic pipe corrosion resistance, ease of installation stimulate demand for plastic pipe. *Plastics Engineering*. 2005, vol. 61, no. 1, s. 14-21.
- [2] KRISHNASWAMY, R. K. Analysis of ductile and brittle failures from creep rupture testing of high-density polyethylene (HDPE) pipes. *Polymer*. 2005, vol. 46, no. 25, s. 11664-11672.
- [3] NISHIMURA, H.; KAWAGUCHI, T. An Evaluation Method for Slow Crack Growth on Polyethylene Pipes for Gas Distribution. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [4] NEZBEDOVÁ, E.; VLACH, B.; LANGER, P. Strain Behaviour of Pipes Material under Dynamic Load. *Engineering Mechanics*. 2004, vol. 11, no.5, s.325-328.
- [5] VIENNE, J.; VANSPEYBROECK, P. Evaluation of the S4 Test (ISO 13477) for Large Diameter Polyethylene Pressure Pipes. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [6] VANSPEYBROECK, P. RCP, After 25 years of debates, Finally mastered by two ISO-test. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [7] LEEVERS, P. S.; GREENSHIELDS, C. J. *The Application of Fracture Mechanics to Polymers, Adhesives and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2004. Critical Pressure for Rapid Crack Propagation in Thermoplastic Water Pipe, s. 103-108. ISBN 0080442056.
- [8] LEEVERS, P. S. Impact and dynamic fracture of tough polymers by thermal decohesion in Dugdale zone. *International Journal of Fracture*. 1995, vol. 73, no. 4, s. 109-127.
- [9] LEEVERS, P. S. Modelling impact fracture and RCP resistance of Thermoplastic from Cohesive Properties. In *ANTEC 2004 conference proceedings*. Brookfield : Society of Plastics Engineers, 2004. s. 3977-3981.
- [10] KRISHNASWAMY, R. K., at al. Rapid Crack Propagation Failures in HDPE Pipes: Structure – Property Investigations. *Polymer Engineering and Science*. 2006, vol. 46, no. 10, s. 1358-1362.
- [11] NEZBEDOVÁ, E. *Mechanismy porušování trubkových typů HDPE*. Brno : VUTIUM, 2009. 31 s. Habilitační práce. FCH VUT v Brně. ISBN 978-80-214-3916-0.
- [12] JIVRAJ, N., et al. Ductile Failure and Delayed Necking in Polyethylene. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [13] HAVERMANS-VAN BEEK, D. J. M., et al. An elegant and fast method to predict the slow crack growth behaviour of high density polyethylene pipe materials. *Proceedings of Plastics Pipes XV*. Vancouver, Canada, 19th – 22nd September 2010.
- [14] CASTAGNETTI, D.; DRAGONI, E.; SOMONAZZI, C. Quality Assessment of HDPE Pipes by Mechanical Testing. *Proceedings of Plastics Pipes XII*. Milan, Italy, 19th – 22nd April 2004.
- [15] NEZBEDOVÁ, E. Hodnocení vad trubek, kontrola kvality. Hodnocení svarových spojů PE plynovodů. *Přednáška na konferenci Plasty v plynárenství*. Praha, Česká republika, 2006.

- [16] ŠINDELÁŘ P.; NEZBEDOVÁ E.; BURÁŇ Z. Effect of Processing on the Lifetime of Pipe HDPE Grade. *Proceedings of Plastics Pipes XIII*, Washington, USA, 2nd – 5th October 2006.
- [17] FIEDLER, L., NEZBEDOVÁ, E., BALDRIÁN, Z., ŠINDELÁŘ, P., VLACH, B.: Structure versus toughness of HDPE. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 5 s.
- [18] ISO 11357-3:2011. *Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2011. 6 s.
- [19] ČSN EN ISO 527-5. *Plasty - Stanovení tahových vlastností Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty*. Praha : Český normalizační institut, 1998. 12 s.
- [20] ISO 16770:2004. *Plastics - Determination of environmental stress cracking (ESC) of polyethylene - Full-notch creep test (FNCT)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2004. 13 s.
- [21] ISO 13477:2008. *Thermoplastics pipes for the conveyance of fluids - Determination of resistance to rapid crack propagation (RCP) - Small-scale steady-state test (S4 test)*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2008. 15 s.
- [22] ISO 13586:2000. *Plastics - Determination of fracture toughness (GIC and KIC) - Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach*. [s.l.] : International Organization for Standardization, 2000. 16 s.
- [23] GRELLMANN, W.; SEIDLER, S.; HESLE, W. Prozedur zur Ermittlung des Risswiderstandsverhaltens aus dem Instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch. *Zkušební předpis*, Institut für Polymerwerkstoffe e.V., 15 s., 1999.
- [24] ASTM E399 - 09e2 . *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials*. [s.l.] : American Society for Testing and Materials , 2009. 33 s.
- [25] ŠESTÁKOVÁ, L. *Hodnocení stability obecných koncentrátorů napětí ve vrstevnatých materiálech*. Brno, 2009. 124 s. Dizertační práce. FSI VUT v Brně.
- [26] BAREŠ, P.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. Two-Parameter Description of Fracture Toughness of PE Multilayer Pipe Materials. In *Proceedings of Polymerwerkstoffe 2006*. Halle : Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2006. s. 158. ISBN 978-3-86010-856-7.
- [27] BAREŠ, P.; FIEDLER, L. Stanovení odolnosti HDPE materiálů vůči šíření trhlin z pohledu dvou-parametrové lomové mechaniky. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : ÚFM AVČR Brno, 2006. s. 163-170. ISBN 80-239-6145-4.
- [28] ŠESTÁKOVÁ, L.; MAJER, Z.; FIEDLER, L.; KNĚSL, Z. K-Calibration of specimens used for lifetime estimation of multilayer pipes. In *Proceedings of 11th Problemseminar Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*. Merseburg : WKMP, 2008. 4 s.
- [29] ASTM D6068 - 10 . *Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials*. [s.l.] : American Society for Testing and Materials , 2010. 8 s.
- [30] ŠESTÁKOVÁ, L.; HUTAŘ, P.; FIEDLER, L.; NÁHLÍK, L. K-kalibrace nehomogenních zkušebních těles typu C. In *10th International Scientific Conference - Applied Mechanics*

- 2008 (full texts of paper and extended abstracts). Gliwice : Wydawnictwo Katedry Mechaniki Stosowanej, 2008. s. 24-31. ISBN 978-83-60102-49-7.
- [31] NEZBEDOVÁ, E.; HUTAŘ, P.; KNĚSL, Z.; SADÍLEK, J. Accelerated test for PE100 and PE 100 RC pipes grades. In *Proceedings of Polymerwerkstoffe 2010*. Halle : Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2010. ISBN 978-3-86829-282-4.
- [32] BERTHOLD, J.; BÖHM, M., et al. Multimodal Design of Thermoplastic Pipe Material. *Proceedings of Plastic Pipes XI*. Munich, Germany, 3rd – 6th September 2001.
- [33] BASSANI, J. L.; BROWN, N.; LU, X. J-integral correlation of the initiation of slow crack growth in linear polyethylene. *International Journal of Fracture*. 1988, vol. 38, no. 1, s. 43-59.
- [34] LU, X.; BROWN, N. A Unification of Ductile Failure and Slow Crack Growth in an Ethylene – Octene Copolymer. *Journal of material science*. 1991, vol. 26, no. 3, No. 3, s.612-620. ISSN 0022-2461.
- [35] NEZBEDOVÁ, E.; FIEDLER, L.; MAJER, Z.; VLACH, B.; KNESL, Z.: Fracture Toughness of Multi-layer Pipes, *Strength of Materials*. 2008, vol. 391, no. 1, s.146-149. ISSN 0556-171X
- [36] MEISSNER, B.; ZILVAR, V. *Fyzika polymerů – Struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. Praha : SNTL, 1987. 308 s.
- [37] PAVAN, A. *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*. [s.l.] : Elsevier, 2001. Determination of fracture toughness (G_{IC} and K_{IC}) at moderately high loading rates, s. 27-58. ISBN 0-08-043689-7.
- [38] HAN, L.; DENG, Y.; LIU, C. The determination of J_{IC} for polyethylene pipe using non-standard arc-shaped specimen. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 1999, vol. 76, issue 9, s. 647 – 651.
- [39] ANDERSON, T. L. *Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications*. [s.l.] : CRC Press, 1995. 441 s. ISBN 0-8493-4260-0.
- [40] LANGER, P.; FIEDLER, L.; VLACH, B; NEZBEDOVÁ, E. Stanovení odolnosti plastových trubek vůči stabilnímu šíření trhliny s využitím koncepce R-křivky. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů*. Brno : FSI VUT v Brně, 2005. s. 201-206. ISBN 80-239-6145-4.
- [41] FIEDLER, L.; VESELÝ, P.; VLACH, B.; NEZBEDOVÁ, E. Využití koncepce J – integrálu při hodnocení lomového chování pastových trubek. In *Zeszyty naukowe politechniki Opolskiej seria Mechanika*. Opole : Politechnika Opolska, 2006. s. 137-142. ISSN 1429-6065.

8 CURRICULUM VITAE

Ing. Lubomír Fiedler

Osobní údaje

Datum a místo narození: 10 . 12 . 1979, Brno.

Adresa trvalého bydliště: Soudní 3, 602 00 Brno

Rodinný stav: ženatý

Národnost: česká

Dosažené vzdělání

2004 – dosud: doktorské studium oboru Fyzikální a materiálové inženýrství na FSI VUT v Brně, téma: „Lomové chování trubkových polyolefinů“

1999 - 2004, FSI VUT v Brně, ÚMVI, obor Materiálové inženýrství ukončený diplomovou prací „Vliv tloušťky a poloměru kořene vrubu na houževnatost polymerů typu PC a PMMA“.

1991 – 1999, Biskupské gymnázium v Brně, obor všeobecný, ukončené maturitou

Zaměstnání a pedagogická činnost

2008 – dosud: technický pracovník na Ústavu materiálových věd a inženýrství, Odbor mechaniky a designu materiálů, fakulta Strojního inženýrství VUT v Brně

2007 – dosud: specialista společnosti ANAMET s.r.o. na zkušební zařízení pro mechanické a klimatické zkoušky

2005 – 2008, pracovník Ekocentra aplikovaného výzkumu neželezných kovů, Ústav materiálových věd a inženýrství, fakulta Strojního inženýrství VUT v Brně

2005 – dosud: výuka teoretických cvičení z předmětu „Úvod do materiálových věd a inženýrství“, „Struktura a vlastnosti materiálů“, „Mezní stavy materiálů“.

Odborné znalosti

Mechanické zkoušky kovových materiálů a plastů.

9 ABSTRAKT

Práce se zabývá studiem lomového chování trubkových typů vysokohustotního polyetylenu (HDPE). V první části byla provedena podrobná studie současného stavu poznání. Byla zaměřena na používané typy plastů pro trubkové aplikace, mezní stavy plastových trubek a klíčové parametry ovlivňující lomové chování trubkových materiálů. Dále byly sumarizovány běžně používané metody pro stanovení životnosti plastových trubek a experimentální stanovení odolnosti trubkových materiálů i samotných trubek, proti meznímu stavu křehkého lomu po dlouhé době provozu a rychlému šíření trhliny. V druhé části byl sledován vliv zpracovatelských podmínek na vnitřní strukturu nativních trubkových typů HDPE a na odolnost těchto materiálů proti pomalému šíření trhliny a rychlému šíření trhliny. Byla studována korelace mezi výsledky alternativních krátkodobých zkoušek a výsledky FNCT testu, který je v Evropě běžně používán jako standardizovaný urychlený test pro odhad životnosti trubkových materiálů. Byl stanoven experimentální základ pro numerický model hodnotící lomové chování vícevrstevných trubek. Byly navrženy 2 typy nehomogenních zkušebních těles pro hodnocení odolnosti vícevrstevných trubek proti pomalému šíření trhliny. Toto hodnocení bylo provedeno na základě parametrů lineární elastické lomové mechaniky a elasto-platické lomové mechaniky.