

# Kwaliteit en kwaliteitsbeheersing van PVC-waterleidingbuis

## 1. Inleiding

De minimum eisen voor de kwaliteit van hard polyvinyl-chloride (PVC) waterleidingbuis zijn omschreven in nationale en internationale specificaties. Deze specificaties zijn door de jaren heen opgebouwd op basis van een compromis tussen enerzijds de kwaliteit van de beschikbare materialen en processen en anderzijds de praktijk-ervaring bij de toepassing.

De wanddikte van een PVC waterleidingbuis met een bepaalde diameter en drukklasse kan worden berekend uit de formule:



DR. P. BENJAMIN  
Polva-Nederland BV,  
Enkhuizen

$$P = \frac{2 e \sigma}{D - e}$$

waarin:

P = de nominale druk in MPa

D = de gemiddelde uitwendige diameter in mm

e = de minimum wanddikte in mm

$\sigma$  = de toelaatbare wandspanning voor PVC-buismateriaal in N/mm<sup>2</sup>.

De toelaatbare wandspanning wordt vastgesteld door de breuk-spanning van PVC buismateriaal bij 50 jaar belastingsduur en 20 °C ( $\sigma_{50 \text{ jr}/20 \text{ °C}}$ ) te delen door een bepaalde veiligheids-coëfficiënt (V.C.):

$$\sigma_{\text{toelaatbaar}} = \frac{\sigma_{50 \text{ jr}/20 \text{ °C}}}{\text{V.C.}}$$

De breuk wandspanning wordt voor een bepaald PVC-materiaal verkregen door, bij 20 °C, het materiaal te beproeven in de vorm van een geëxtrudeerde buis, waarna de wandspanning, veroorzaakt door de inwendige waterdruk, wordt uitgezet tegen de breuktijd. Voor een volledige regressielijn moeten breuktijden tot tenminste 10.000 uur worden bepaald. De regressielijn kan daarna worden geëxtrapoleerd tot de 50 jaar waarde op de tijd-as, waarna de breuk-spanning  $\sigma_{50 \text{ jr}/20 \text{ °C}}$  kan worden afgelezen. Dit is in afb. 1 afgebeeld.

De extrapolatie techniek is nog steeds onderwerp van discussie. Algemeen wordt echter aanvaard dat, als de regressielijn, bepaald bij 60 °C, geen buigpunt vertoont of geen wijziging in breukvorm ontstaat vóór een testtijd van 1000 uur, de regressielijn van 20 °C op lineaire wijze geëxtrapoleerd mag worden tot de 50 jaar waarde.

De resultaten van barstdrukproeven met PVC buizen gedurende meer dan 25 jaar hebben ertoe geleid, dat algemeen een minimum waarde voor de breukspanning van

$$\sigma_{50 \text{ jr}/20 \text{ °C}} = 25 \text{ N/mm}^2$$

is geaccepteerd.

Veel landen hebben, als gevolg van hun specifieke ervaring met de toepassing van PVC waterleidingbuis, verschillende veiligheids-coëfficiënten vastgesteld, bijv.: West-Duitsland, veiligheids-coëfficiënt 2,5; UK, diam. > 8", veiligheids-coëfficiënt 2,0; < 8", veiligheids-coëfficiënt 2,3; Nederland, > 50 mm, veiligheids-coëfficiënt 2,0.

Hieruit volgt, dat in Nederland de toelaatbare wandspanning voor de berekening van de wanddikte is vastgesteld op:

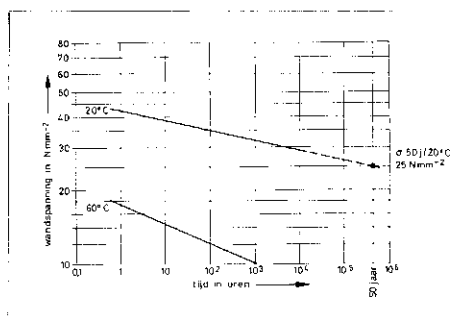
$$\sigma_{\text{toelaatbaar}} = 12,5 \text{ N/mm}^2$$

De veiligheids-coëfficiënt is ingevoerd om rekening te houden met onvoorziene factoren die in de praktijk kunnen optreden en die aanleiding kunnen geven tot een extra wandspanning, bijv. beschadigingen van het oppervlak van de buis, ongeschikte condities bij de verlegging en variaties in de waterdruk boven de normale werkdruk. De veiligheids-coëfficiënt is niet bedoeld om rekening te houden met fluctuaties in de kwaliteit van de buis, die gedurende het productie-proces zouden kunnen optreden en waardoor het door de specificaties vereiste kwaliteitsnivo eventueel niet gehaald zou worden.

TABEL I - Keuringseisen betreffende beproeving van de weerstand tegen inwendige waterdruk.

Tijd hr.	Temperatuur °C	Wandspanning N/mm <sup>2</sup>	Eis
1	20	42	KIWA Ke 49
100	20	35	KIWA Ke 49
1000	60	10	KIWA Ke 49
100	60	12	Voorstel in discussie in ISO/TC 138

Afb. 1 - Het bepalen van de breuk-spanning in PVC-buis.



Nationale en internationale specificaties gaan ervan uit, dat PVC buis een tangentiële wandspanning van 25 N/mm<sup>2</sup> 50 jaar moet kunnen weerstaan. Er worden daarom alleen een aantal proeven met inwendige druk voorgeschreven om de kwaliteit van de buis te controleren. Deze minimaal vereiste waarden zijn vermeld in tabel I.

Deze minimum eisen hebben weinig nut voor het vaststellen van een correlatie tussen de verschillende productieparameters en de eigenschappen van de buis, in het bijzonder de lange duur eigenschappen.

De gemiddelde kwaliteit van de geproduceerde buis moet zodanig boven de minimum waarde liggen, dat het minimum kwaliteitsnivo ten gevolge van fluctuaties in het proces, nog steeds boven deze minimum waarde ligt. Elke buizenfabrikant moet beslissen welke marge in kwaliteitsnivo, een zgn. 'extra productie veiligheids-coëfficiënt', hij in het proces moet inbouwen.

Als de buizenfabrikant eenmaal een proces heeft vastgesteld met de daaruit resulterende kwaliteits-marge, moet hij er zich, door een geschikt controle-systeem, van verzekeren, dat dit kwaliteitsnivo gehandhaafd blijft.

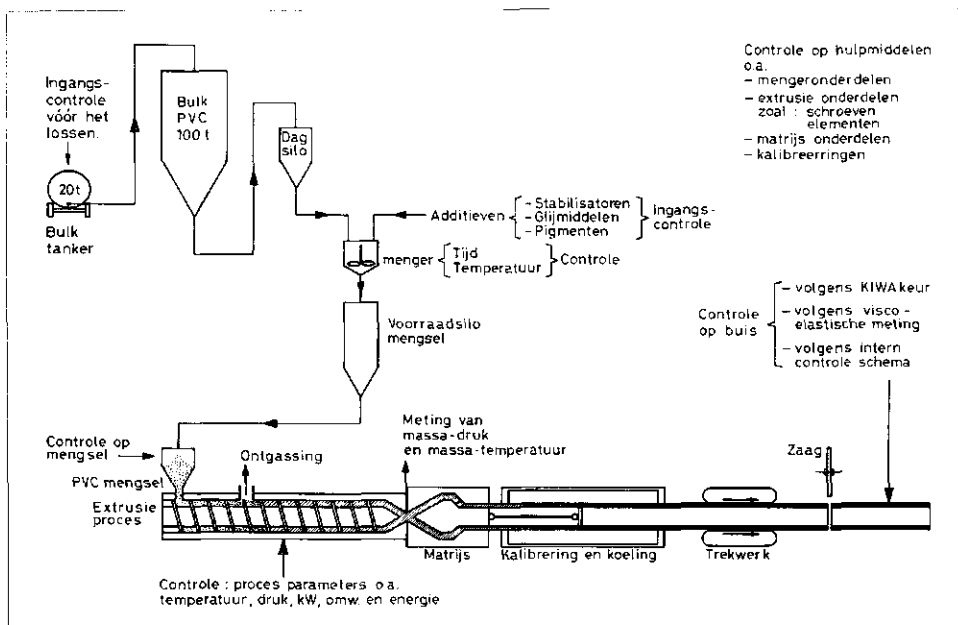
## 2. Controle van het productie-proces van PVC waterleiding buis

In 1948 werd de eerste PVC buis op productie-schaal vanuit granulaat op een enkelschroefs-extruder gefabriceerd. Sinds die tijd heeft het extrusie-proces een groot aantal ontwikkelingen doorgemaakt. Momenteel wordt PVC waterleiding buis in diameters van 12 tot 630 mm vanuit poeder gefabriceerd op dubbelschroefs-extruders.

Anders dan bij andere kunststoffen, die voor buis-extrusie gebruikt worden, zoals polyethyleen en ABS, is de fabrikant van PVC-buis er vrij in om zijn eigen recepturen te ontwikkelen. Het stabilisatie-glijmiddel-pigmentsysteem, gekozen voor het specifieke proces, wordt toegevoegd aan de, in bulk, geleverde PVC.

De verschillende ingrediënten worden gemengd en vervolgens naar de extruders getransporteerd. In de grote buizenfabrieken wordt dit proces automatisch geregeld.

De extruder is geconstrueerd, om de PVC poeder in het eerste deel van de machine zodanig te agglomereren, dat het materiaal goed kan worden ontgast om vluchtige bestanddelen te verwijderen. Na het ontgassen wordt het materiaal omgevormd in een plastische massa. Na het verlaten van de extrudercylinder wordt de plastische massa door een spuitkop geperst, waar ze



Afb. 2 - Schema procesvoering PVC buis en totaal kwaliteitscontrole systeem.

tot een buis wordt gevormd. Na het verlaten van de spuitkop wordt de buis gekalibreerd, gekoeld en vervolgens op de gewenste lengte afgezaagd. Dit bovenomschreven proces is schematisch in afb. 2 weergegeven.

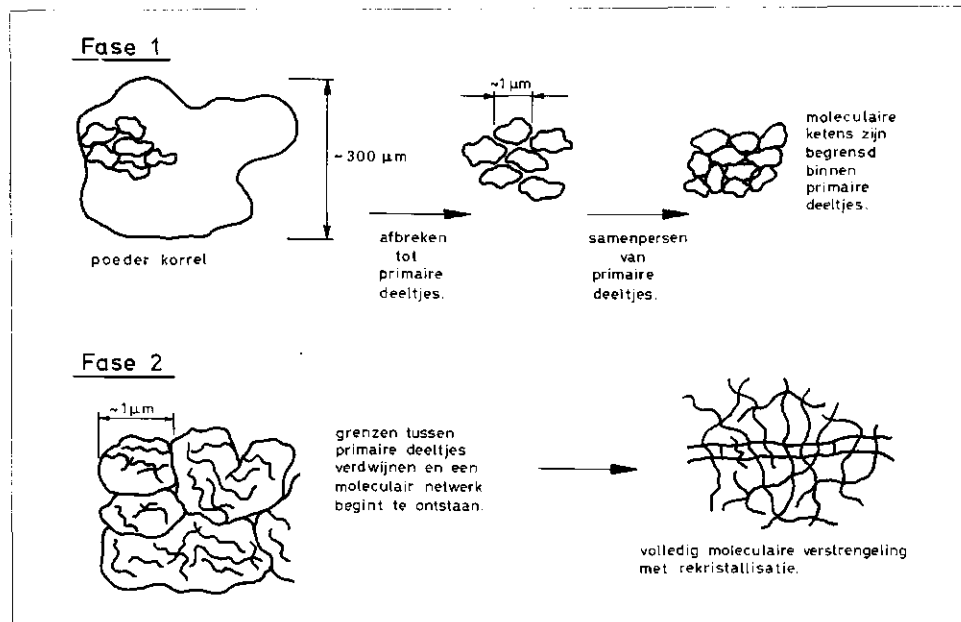
De omzetting van het PVC materiaal in een plastische massa door het extrusie-proces wordt gewoonlijk aangeduid als het geleer-proces. Dit proces speelt een rol van vitale betekenis met betrekking tot de kwaliteit van de buis. Het geleerproces moet voltooid zijn op het moment dat het materiaal de extruder-cylinder verlaat, zodat het de spuitkop binnenkomt op het juiste geleernivo en alleen nog maar tot een buis gevormd hoeft te worden.

Controle op het productie-proces van de buis kan op verschillende manieren worden uitgevoerd. De buis kan met een bepaalde regelmaat worden beproefd overeenkomstig de minimum eisen volgens de specificatie, een zgn. 'goed of fout' systeem. Met dit systeem kan niet het gemiddelde kwaliteitsnivo of de aanwezigheid van fluctuaties in de kwaliteit worden vastgesteld.

Controle-technieken behoren gelijke tred te houden met de ontwikkeling van het productie-proces. De toegenomen productiesnelheid en efficiency vereisen daarop aangepaste controle methoden. Het is op dit moment een normaal gebruik om het gehele productie-proces in al zijn verschillende fasen te controleren. Met verwijzing naar afb. 2 omvat dit 'totale kwaliteitscontrole systeem' o.a.: controle op de binnenkomende grondstoffen, het mengproces en het extrusie-proces. Voor al deze fasen zijn parameters vast-

gesteld met de bedoeling een continue bewaking van het totale proces mogelijk te maken. Op regelmatige tijden wordt tevens controle op het eindproduct uitgevoerd waardoor het kwaliteitsnivo en de fluctuaties zichtbaar worden, zodat deze op het vereiste nivo en tussen de gekozen toleranties kunnen worden gehouden. Dit 'totale kwaliteitscontrole systeem' omvat tevens de controle op de activiteiten, die aansluiten op de productie van de buis en is bedoeld om problemen te voorkomen die zouden kunnen optreden bij opslag, transport en aflevering aan de afnemers. Helaas zijn niet alle conventionele methoden van controle en beproeving geschikt

Afb. 3 - Schematische voorstelling van het geleer proces van PVC.



voor de controle van het moderne buis productie-proces. Het meten en controleren van temperaturen, druk en opgenomen vermogen in het extrusie-proces geeft geen garantie dat het materiaal, dat de spuitkop verlaat, een constante kwaliteit heeft. De bekende proeven, zoals de slagvastheidsproef en de weerstandsproef tegen inwendige waterdruk, zijn omslachtig en vereisen veel tijd.

Zoals reeds gesteld is, is de omzetting van het PVC-materiaal in een plastische massa tijdens het extrusie-proces, het zgn. geleer-proces, van vitaal belang voor het te bereiken kwaliteitsnivo van de PVC waterleiding buis. Inzicht in dit geleerproces heeft geleid tot een beter begrip van de invloed van het proces op de eigenschappen van de buis. Vastgesteld is, dat meting en controle van de gelering de sleutel is voor de procescontrole en voor de kwaliteitscontrole van de buis.

### 3. Het geleerproces van PVC

Het geleerproces is onderwerp van veel discussie en er zijn verschillende meningen [1, 2, 3, 4, 5] over het exacte verloop van dit proces. De hierna omschreven mening is gebaseerd op vele jaren praktische ervaring in buis-extrusie. Kort geleden is een research- en ontwikkelingsprogramma gestart om ondersteuning te geven aan deze praktijk-gegevens. Later in dit artikel zullen de voorlopige resultaten van dit onderzoek worden beschreven.

Het PVC, dat normaal voor buis-extrusie wordt gebruikt, is een suspensie type en heeft een grove poreuze structuur. De korrels hebben een afmeting van  $\pm 200$

tot 300  $\mu\text{m}$ . Deze korrels kunnen eenvoudig tot zgn. primaire delen, die een afmeting van ongeveer 1  $\mu\text{m}$  hebben, worden afgebroken. Verondersteld wordt dat de primaire delen verder kunnen worden gedeeld tot sub-primaire delen, die opgebouwd zijn uit een continue netwerk van moleculaire ketens. Deze delen zullen een kleine hoeveelheid, ca. 10 - 12 %, kristallijn materiaal bevatten.

De gelering van PVC kan worden gedefinieerd als het proces dat de grensvlakken tussen de basis grondstof-deeltjes elimineert, waardoor een continue massa met een homogene moleculaire structuur wordt verkregen. Dit geleer-proces wordt schematisch in afb. 3 weergegeven.

Het geleerproces kan in twee fasen worden verdeeld.

#### Fase 1:

De grove PVC-korrels worden tot primaire/sub-primaire delen afgebroken. De primaire delen worden samengeperst om de vrije ruimten tussen de delen te verwijderen. In deze fase blijft het moleculair netwerk binnen de grenzen van de deeltjes.

#### Fase 2:

Als het geleerproces doorgaat worden de primaire delen afgebroken, waardoor het mogelijk wordt dat een continue massa van PVC moleculen ontstaat. De omvang en de sterkte van dit moleculaire netwerk is afhankelijk van de lengte van de moleculen, m.a.w. van het moleculair gewicht, dat normaal wordt uitgedrukt in de K-waarde van PVC. Rekristallisatie zal meehelpen om dit netwerk te verstevigen.

De snelheid en de mate (zgn. geleernivo) waarmee het geleerproces zich voltrekt, zijn afhankelijk van een aantal proces parameters.

De primaire parameters, die gebruikt worden bij de selectie van PVC voor buis-extrusie zijn: korrel-afmeting, oppervlakte-gesteldheid, stortgewicht en K-waarde. De oppervlakte-gesteldheid van de korrel moet zodanig zijn, dat deze gemakkelijk tot de sub-structuur kan worden afgebroken. Deze oppervlakte-gesteldheid moet echter niet het stortgewicht nadelig beïnvloeden. Deze moet hoog genoeg zijn om een efficiënte schroef-vulling in de extruder te bereiken. De langeduur sterkte-eigenschappen van PVC buis eisen, dat PVC met een K-waarde van tenminste 65 wordt toegepast. Een PVC met een K-waarde van meer dan 70 is moeilijker te verwerken. Extra glijmiddelen zullen moeten worden toegevoegd, die de voordelen van het hogere moleculaire gewicht zullen verminderen.

PVC is thermisch instabiel en kan niet zonder de toevoeging van een stabilisatie/

glijmiddel systeem worden verwerkt.

Welk systeem ook wordt gekozen, het is van essentieel belang, dat er een juist evenwicht is tussen de gebruikte receptuur en het extrusie-proces. De bereikte geleersnelheid en het geleer-nivo worden bepaald door de hoeveelheid energie, die gedurende de omzetting van het materiaal opgenomen kan worden. Deze energie wordt omgezet in warmte hetgeen temperatuurverhoging van de plastische massa tot gevolg heeft. Deze temperatuur-stijging van de plastische massa is belangrijk voor het bereiken van de hogere geleer-nivos, zoals beschreven in fase 2.

#### 4. Het meten van het geleernivo

Hoewel de temperatuur en de druk van het PVC materiaal tijdens het omzettings-proces belangrijke parameters zijn om het vereiste geleernivo te bereiken, geven ze niet die meetnauwkeurigheid, die voor een afdoende controle nodig is. Overigens is vastgesteld, dat het geleernivo ook van andere factoren afhankelijk is, waardoor het vergelijken van het geleernivo van verschillende buis-soorten niet kan gebeuren op basis van de temperatuur en druk van de PVC-smelt.

Een alternatieve methode is om de weerstand van het PVC-produkt tegen de aantasting van een oplosmiddel, zoals aceton of dichloor-methaan, te onderzoeken. Nadat het PVC-produkt een bepaalde tijd aan de inwerking van het oplosmiddel is blootgesteld, wordt dit visueel beoordeeld op aantastings-verschijnselen zoals zwellen, laminatie of uitslag aan het oppervlak. Het resultaat van deze visuele beoordeling wordt weergegeven in een code, die de mate van aantasting langs de omtrek en over de wanddikte van het buismonster weergeeft. Deze methode is opgenomen in verschillende nationale specificaties o.a. KIWA KE 49.

De methode is bruikbaar om een algemene indruk van de gelering te verkrijgen, maar is niet geschikt om geleernivos over het gehele gelerings-gebied, dat met een bepaald PVC-mengsel bereikt kan worden, nauwkeurig vast te stellen.

Het aantastings-vermogen van de oplosmiddelen bij 20 °C is beperkt tot de lagere geleernivos en de beoordeling van de aantasting is een kwestie van persoons-afhankelijke interpretatie.

In verschillende publikaties [6, 7, 8] wordt een methode beschreven, die is gebaseerd op het feit, dat toename van het geleernivo zal resulteren in een toename van druk, die nodig is om het PVC-materiaal bij verhoogde temperatuur door het kapillair van een rhemometer te drukken.

De druk kan als volgt worden weergegeven:

$$P = \tau \frac{2L}{R} + \tau(2n + S_{R})$$

waarin:

$\tau$  = afschuifspanning langs de wand

$n$  = visceuse korrektie-faktor

$S_{R}$  = elastische vervorming

$L$

= lengte/straal verhouding van het

R

kapillair

Door gebruik te maken van een kapillair

met een kleine faktor  $\frac{L}{R}$  is het mogelijk de

term  $\tau \frac{2L}{R}$  te verkleinen.

Omdat  $n$ , de visceuse korrektie-faktor, voor veel kunststoffen constant is, wordt het duidelijk, dat de druk  $P$  een functie is van de elastische vervorming. M.a.w. het geleernivo, dat in een bepaald materiaal bereikt is, kan worden gerelateerd aan de visco-elastische eigenschappen, zoals die onder specifieke omstandigheden in een rhemometer worden gemeten.

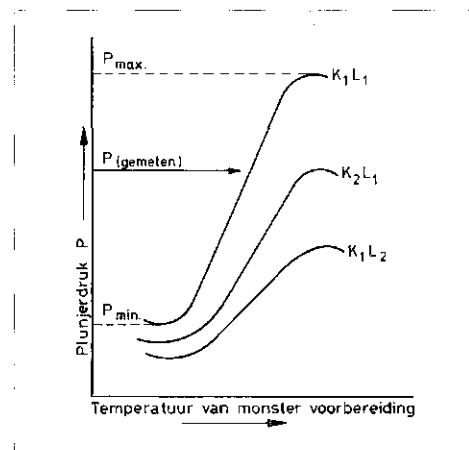
Echter de druk, die voor een bepaalde PVC-buis monster wordt gemeten, is niet een absolute waarde voor de gelering. Het is noodzakelijk om voor elke PVC-receptuur een Standaard Geleer-Curve (SGC) samen te stellen, waarin de minimum en maximum geleernivos zijn opgenomen.

Een dergelijke SGC is weergegeven in afb. 4, waaruit duidelijk de S-vorm met het minimum en maximum geleernivo blijkt.

De druk  $P$ , die bij een bepaald PVC buismonster wordt gemeten kan nu op verschillende manieren op de SGC worden betrokken.

Het geleernivo kan als een procentuele waarde worden gegeven:

Afb. 4 - Standaard Geleer Curve (SGC) voor het bepalen van geleernivo.



$$\text{Geleernivo } \% = \frac{P - P_{\min}}{P_{\max} - P_{\min}} \times 100$$

Het geleernivo kan ook worden gerelateerd aan het maximum geleernivo:

$$\text{Geleernivo } \Delta P = P_{\max} - P$$

In dit artikel worden de geleernivos in procenten weergegeven.

De SGC is voor een bepaalde PVC-receptuur eenvoudig samen te stellen. Monsters van de PVC-receptuur in poedervorm worden met behulp van een laboratoriumwals tot platen verwerkt. Elke plaat wordt bij een bepaalde temperatuur onder omschreven condities in het temperatuur-bereik van 150 °C tot 250 °C vervaardigd.

Uit de platen worden monsters, geschikt voor de rheometer, vervaardigd.

De monsters worden dan afzonderlijk bij een vaste temperatuur en plunjer-snelheid in de rheometer getest. Gebleken is, dat een test-temperatuur van 145 °C en een plunjer-snelheid van 20 mm/min. voor PVC buis-recepturen een duidelijk verschil tussen het minimum en maximum geleernivo geven. De druk, die voor elk monster gemeten is, wordt uitgezet ten opzichte van de temperatuur waarbij het monster is vervaardigd. Het is van belang dat, bij het samenstellen van de SGC, de minimum en maximum waarden van het geleernivo worden verkregen. Het temperatuur-bereik, dat nodig is om deze nivos te bereiken is arbitrair en moet niet worden vergeleken met temperaturen, die daadwerkelijk in het extrusie-proces optreden.

Deze visco-elastische methode heeft het voordeel, dat het geleernivo in een getal kan worden uitgedrukt en dat het hele geleerbereik van de gegeven PVC-receptuur kan worden gemeten.

Het nadeel van deze methode is, dat het een empirische methode is en dat voor elke receptuur een SGC vereist is. Variaties in de K-waarde van de gebruikte PVC of in het stabilisatie/glijmiddel systeem zullen de helling en de positie van de SGC veranderen. In afb. 4 worden verschillende SGC's schematisch getoond, waarin de K-waarde K1 groter is dan K2 en waarin het glijmiddel-effect L2 groter is dan L1. Het is niet mogelijk om het geleernivo van een buis van onbekende oorsprong vast te stellen zonder de SGC van de gebruikte receptuur. Verder kunnen de geleernivos van buizen, die vervaardigd zijn van verschillende recepturen, alleen worden vergeleken als de SGC's gelijk zijn.

Na vele jaren ervaring met de visco-elastische methoden om de gelering te meten, zowel in productie-controle als in

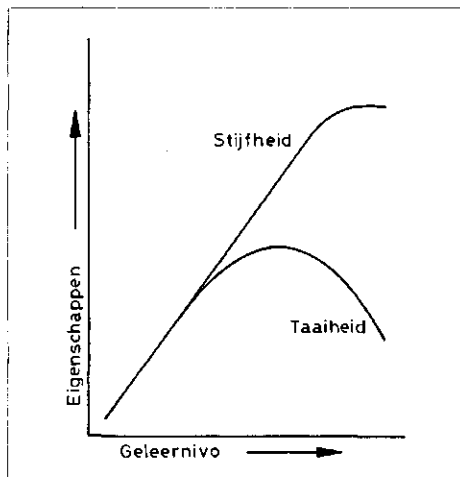
ontwikkelingswerk, kan worden vastgesteld, dat de voordelen van de methode de nadelen verre overtreffen. Deze methode vervult een vitale rol in het totale kwaliteitscontrole gebeuren.

### 5. Invloed van gelering op de eigenschappen van PVC buis

Hiervoor is reeds uiteengezet, dat praktische ervaring in de buis extrusie de basis is geweest voor een bepaalde mening omtrent gelering, waarbij de invloed van de gelering op de eigenschappen van PVC buis bevestigd is.

Het geleernivo beïnvloedt twee basis-eigenschappen, nl. stijfheid en taaheid op verschillende manieren zoals is weergegeven in afb. 5.

Afb. 5 - Invloed van het geleernivo op de eigenschappen van PVC buizen.



Bij een laag geleernivo zijn beide basis-eigenschappen slecht. Als het geleernivo toeneemt zal de stijfheid van het materiaal toenemen, totdat een maximale waarde wordt bereikt bij het maximum geleernivo. Daarentegen zal de taaheid zijn maximale waarde bij een lager geleernivo bereiken en vervolgens weer in waarde verminderen.

De stijfheid is bepalend voor eigenschappen zoals:

korte duur:

- elasticiteits-modulus,
- treksterkte;

lange duur:

- weerstand tegen inwendige waterdruk.

Taaheid is bepalend voor eigenschappen zoals:

korte duur:

- rek bij breuk,
- slagvastheid,
- trekslag-energie;

korte en lange duur:

- weerstand tegen scheurvorming.

Uit afb. 5 kan worden afgeleid, dat het mogelijk is om een PVC buis te extruderen met een bepaald geleernivo met het oogmerk de balans tussen de gewenste eigenschappen voor een bepaalde toepassing te bereiken. Om ondersteuning voor deze benadering te verkrijgen zijn buizen van PVC en hoogslagvaste PVC-recepturen geëxtrudeerd onder gecontroleerde omstandigheden, die vervolgens aan het programma van korte en lange duur beproeving zijn onderworpen. Hoewel dit programma nog niet volledig is afgesloten, kunnen al wel de voorlopige resultaten met PVC buis hier besproken worden.

Buizen met de afmetingen 50 x 46 zijn geëxtrudeerd vanuit een standaard gestabiliseerde PVC buisreceptuur, gebaseerd op een suspensie type PVC met een K-waarde van 65. Het gemengde poeder werd onder nauwkeurig gecontroleerde omstandigheden geëxtrudeerd op een dubbelschroefs-extruder van het type Anger A2/80.

Zonder wijziging van de receptuur, maar met variërende extrusie-omstandigheden, werden buizen met vier verschillende geleernivos geproduceerd. Bij het meten van het visco-elastische geleernivo bleek, dat geleernivos van resp. 32 %, 44 %, 68 % en 90 % waren verkregen.

De volgende fysische eigenschappen werden bepaald, waar mogelijk overeenkomstig vastgestelde specificaties:

- uiterlijk en afmeting;
- zwel of krimp;
- homogeniteit;
- weerstand tegen dichloor-methaan;
- treksterkte, vloeigrens en rek bij 20 °C;
- trekslag-energie bij 0 °C en 20 °C;
- slagvastheid bij 0 °C;
- uiterlijk van breukoppervlak;
- weerstand tegen scheurvorming bij 20 °C;
- weerstand tegen inwendige waterdruk bij 20 °C en 60 °C.

#### 5.1. Uiterlijk, afmeting en zwel of krimp

De geëxtrudeerde buis voldeed aan KIWA KE 49 met betrekking tot afmeting en krimp. Buizen met geleernivo's van resp. 32 en 44 % vertoonden een glad en glanzend binnenoppervlak. Buis met een geleernivo van 68 % had een enigszins ruw binnenoppervlak.

Buis met een geleernivo van 90 % vertoonde een ruw binnenoppervlak en tekenen van oververhitting.

#### 5.2. Gelering

De gelering van de verschillende buizen, zoals werd aangetoond door de homogeniteit van het buismateriaal en de weerstand tegen dichloor-methaan werd vergeleken met het visco-elastische geleernivo.

Microscopisch onderzoek aan preparaten (zgn. microtoom) met een dikte van 10  $\mu\text{m}$ , genomen uit de buiswand, toonde aan, dat een homogene structuur werd bereikt bij een geleernivo tussen 44 % en 68 %. De dichloor-methaan test, uitgevoerd overeenkomstig KIWA KE 49 toonde aan, dat een voldoende weerstand tegen aantasting werd bereikt bij eenzelfde geleernivo als hierboven weergegeven. Deze proeven geven geen verschillen in resultaten bij buizen met geleernivos van 68 % en 90 %.

Dit onderzoek bevestigt de mening, dat de microtoom techniek en de dichloor-methaan proef slechts beperkt bruikbaar zijn en alleen verschillen in het lage bereik van gatering aantonen.

### 5.3. Breukoppervlak

Van de verschillende buizen werden, d.m.v. de slagproef, breukvlakken gemaakt bij temperaturen van ca.  $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$  en  $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . De oppervlakken werden onderzocht in een scanning electron microscoop bij verschillende vergrotingen. Er was geen principieel verschil in de aard van de oppervlakken, die bij deze twee temperaturen gemaakt waren. De breukoppervlakken, gemaakt bij  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  zijn weergegeven in de afb. 6, 7, 8 en 9 bij een vergroting van 100 x.

#### Afb. 6, 32 % gatering

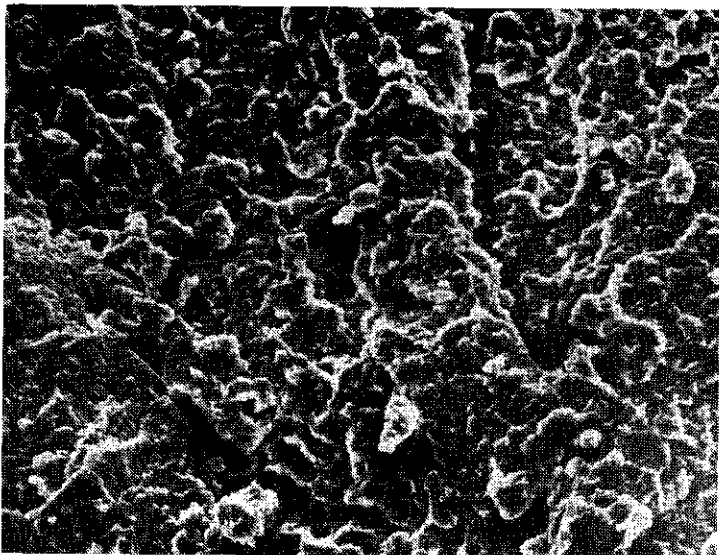
Het breukoppervlak vertoont een gelamineerde structuur met weinig cohesie en

geen aanwezigheid van deformatie. Dit zou erop kunnen duiden, dat het geleernivo valt binnen fase 1, zoals is beschreven in afb. 2. De primaire delen zijn alleen samengeperst en de moleculaire structuur is alleen aanwezig binnen de grenzen van de deeltjes.

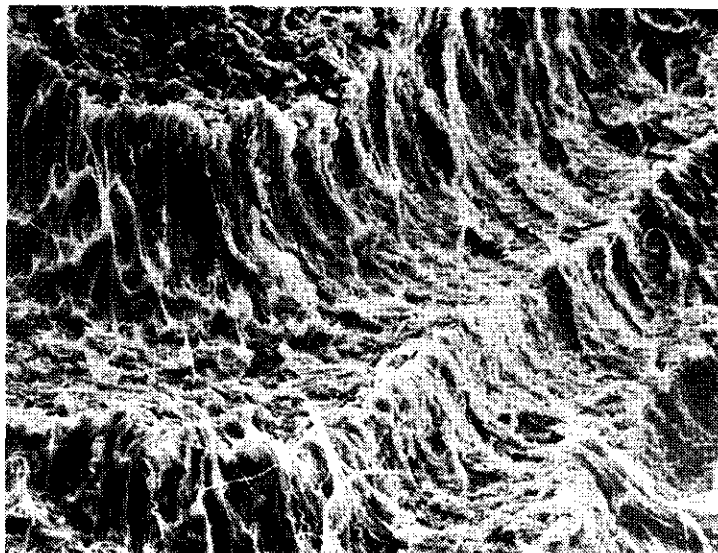
#### Afb. 7, 44 % gatering

Het breukoppervlak vertoont een toegenomen cohesie. De schok-golven zijn zichtbaar en er is deformatie aanwezig, hoewel enig gelamineerd materiaal opgemerkt kan worden. De structuur zou kunnen duiden op een geleernivo in het begin van fase 2, waar de grenzen tussen de primaire deeltjes beginnen te vervagen om plaats te maken voor contact op moleculaire schaal.

Afb. 6 - 32 % gatering.

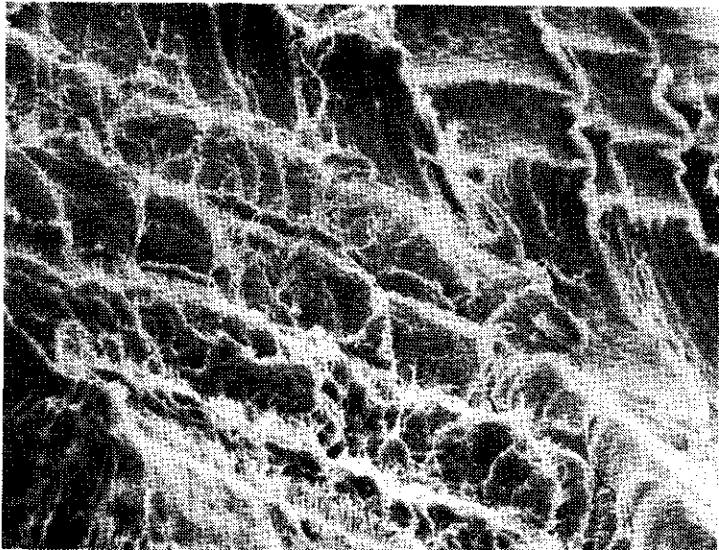


Afb. 7 - 44 % gatering.



Afb. 6, 7, 8, 9 - Breukoppervlakken van buizen met verschillende geleernivos.

Afb. 8 - 68 % gatering.



Afb. 9 - 90 % gatering.



*Afb. 8, 68 % gelering*

Het breuk-oppervlak vertoont goede cohesie met aanwezigheid van gedefformeerd materiaal in de schokgolven. Het oppervlak heeft echter ook een glazig-bros uiterlijk. Dit zou erop kunnen duiden, dat een moleculaire structuur buiten de grenzen van de originele primaire delen wordt gevormd.

*Afb. 9, 90 % gelering*

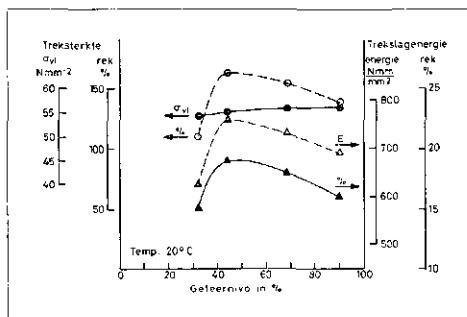
Het breuk-oppervlak vertoont geen aanwezigheid van deformatie. Slechts een hoog glazig en bros uiterlijk is zichtbaar. Dit zou erop kunnen wijzen, dat de vorming van een continue moleculaire structuur min of meer compleet is.

Uit het uiterlijk van de verschillende typen breukvlakken kan worden geconcludeerd, dat de omzetting van het materiaal bij een geleernivo tussen 44 % en 68 % een optimum in deformatie, d.w.z. taaiheid, heeft.

**5.4. Treksterkte en slagvastheid**

De treksterkte en rek bij breuk zijn gemeten bij 20 °C en 25 mm/min. met monsters, die uit de wand van de diverse buizen zijn genomen. De resultaten staan vermeld in afb. 10 en tabel II.

*Afb. 10 - Invloed van geleernivo op sterkte en taaiheid van PVC buizen bij 20 °C.*



**TABEL II - Invloed van geleernivo op verschillende eigenschappen van PVC buizen.**

Geleernivo %	32	44	68	90
Weerstand tegen aantasting dichloormethaan	zware aantasting	lichte aantasting	geen aantasting	geen aantasting
Homogeniteit d.m.v. microtoom	inhomogeen	enkele inhomogeniteiten	homogeen	homogeen
Treksterkte, 20 °C σ vloeï N/mm <sup>2</sup> rek bij breuk %	54 108	55 133	56 115	56 58
Trekslag-energie 0 °C Energie Nmm/mm <sup>2</sup> rek na breuk %	381 3	706 15	711 16	656 12
20 °C Energie Nmm/mm <sup>2</sup> rek na breuk %	624 15	763 19	733 18	697 16
Weerstand tegen scheurvorming, 20 °C Kritische rek ε <sub>c</sub> %	0,8	1,5	5,1	3,6

De treksterkte vertoont een graduele toename bij toenemend geleernivo om bij geleernivos van 68% en 90% een maximum waarde te bereiken. De rek bij breuk vertoont eveneens een toename met een maximale waarde bij een geleernivo van ± 44 %. De rek neemt daarna, bij toenemend geleernivo, weer af.

De trekslag-energie en rek bij breuk zijn gemeten bij 0 °C en 20 °C met een slag-energie van 15 Nm. De resultaten zijn vermeld in tabel II en de resultaten voor 20 °C zijn ook in afb. 10 weergegeven. Zowel de trekslag-energie als de rek nemen toe in waarde bij een toenemend geleernivo en zijn het hoogst bij een geleernivo van 44 %.

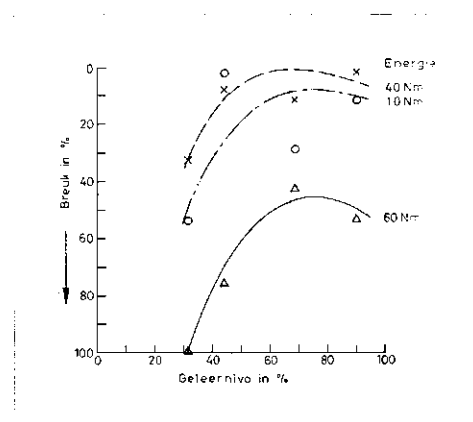
De slagvastheid van de verschillende buizen is onderzocht bij 0 °C met behulp van de valproef, zoals is omschreven in KIWA KE 49. In de 60 monsters trad geen breuk op bij beproeving op een nivo van 2,5 Nm, die voor deze buisdiameter is voorgeschreven. De monsters zijn ook getest bij toenemende energienivos van 10 Nm, 40 Nm en 60 Nm.

Deze resultaten zijn weergegeven in afb. 11 en tenderen, bij hogere energienivos, naar eenzelfde gedrag als gevonden bij de trekslag-energie proef, d.w.z. een optimale slagvastheid bij een geleernivo tussen 44 % en 68 %. Deze methode is echter te onzuiver om daarmee een duidelijke correlatie te kunnen vaststellen.

**5.5. Weerstand tegen scheurvorming**

Van verschillende buizen zijn monsters genomen, die onderworpen zijn aan een test, uitgevoerd overeenkomstig DIN 53449.

In het kort weergegeven, wordt bij deze test een serie proefstukken van een bepaalde afmeting uit de wand van elk van de verschillende buizen gemaakt, waarna in elk proefstuk een gat is aangebracht. In elke



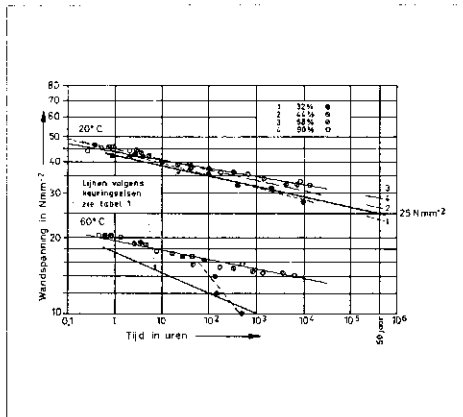
*Afb. 11 - Invloed van geleernivo op breukpercentage bij 0 °C bij verschillende val-energieën van PVC buizen.*

serie proefstukken zijn in de gaten stalen kogels met oplopende diameter geperst, zodat in elk proefstuk een bepaalde rek werd bereikt. Na een periode van conditionering werden de proefstukken gedurende een bepaalde tijd in contact gebracht met een agressief medium om scheurvorming te veroorzaken.

Bij dit onderzoek werd als medium een aardgas-condensaat toegepast, dat voor PVC agressief is. Na verwijdering van de proefstukken uit het medium is de resterende mechanische sterkte gemeten. De rek, waarbij, door de ingebrachte scheuren, de resterende mechanische sterkte tot 95 % van de originele waarde was gereduceerd, is aangenomen als de kritische rek ε<sub>c</sub> voor dat buismateriaal. Hoe hoger de kritische rek is, des te beter is de weerstand tegen scheurvorming. De resultaten zijn vermeld in tabel II. Ze laten een toename van de kritische rek zien bij toenemend geleernivo waarbij een maximum kritische rek van 5 % is bereikt bij een geleernivo van 68 %. Bij een geleernivo van 90 % daalt de kritische rek tot 3 %.

**5.6. Weerstand tegen inwendige waterdruk**

De weerstand van de verschillende buizen tegen inwendige waterdruk werd beproefd bij 20 °C en 60 °C. De buizen werden op verschillende wandspanningnivos belast, waarbij de breuktijd werd vastgelegd. De resultaten zijn weergegeven in afb. 12. In dit stadium is geen poging gedaan om op de resultaten een speciale extrapolatie techniek toe te passen om een nauwkeurige wandspanning bij 50 jaar voor de verschillende buizen te verkrijgen. Dit kan alleen gedaan worden als meer resultaten voor elk nivo van wandspanning beschikbaar zijn. Uit de resultaten kunnen echter wel een aantal conclusies getrokken worden t.a.v. het gedrag van de buizen van verschillende geleernivos. Bij 20 °C is er een duidelijke tendens, dat



Afb. 12 - Invloed van geleernivo op de weerstand tegen inwendige waterdruk bij 20 °C en 60 °C van PVC buizen.

met toenemend geleernivo de helling van de regressie-lijn verbetert. Buis met een geleernivo van 32 % heeft een regressielijn die, bij de 50 jaar, een waarde aangeeft, die duidelijk onder de aangenomen waarde van 25 N/mm<sup>2</sup> ligt. De regressielijn voor de buis met een geleernivo van 44 % snijdt de lijn van de 50 jaar op een waarde die vlak boven de 25 N/mm<sup>2</sup> ligt. De regressielijnen van buis met een geleernivo van 68 % en 90 % zijn gelijk, waarbij een maximale 50 jaar waarde bij ongeveer 28 N/mm<sup>2</sup> wordt bereikt.

De resultaten van de barstdrukproeven bij 60 °C bevestigen de slechte eigenschappen van de buis bij een geleernivo van 32 %. De regressie-lijn vertoont een knie en bereikt niet de gespecificeerde 1000 uur breuktijd bij een wandspanning van 10 N/mm<sup>2</sup>.

Buizen met hogere geleernivos vertonen geen significant verschil in breuktijden en lijken op één algemene regressielijn te vallen, die bij 1000 tijdsduur duidelijk boven de gespecificeerde eis ligt.

6. Discussie

Het is prematuur om uit de voorlopige resultaten, die in dit artikel zijn weergegeven, conclusies te trekken. Wel is het nuttig om de resultaten te betrekken in een discussie over de controle van het productieproces PVC waterleiding buis.

Vanuit de resultaten, die hier vermeld zijn, kan worden vastgesteld, dat de stelling met betrekking tot de invloed van de gelinging op de eigenschappen van PVC buis, zoals deze in afb. 5 zijn beschreven, bevestigd wordt. De gegevens van de treksterkte en de weerstand tegen inwendige waterdruk hebben aangetoond, dat deze eigenschappen, samenhangend met de stijfheid van het materiaal, met toenemend geleernivo in waarde stijgen totdat een maximum waarde bereikt wordt bij het

maximale geleernivo. De resultaten van bijv. slagvastheid, trek-slagenergie, en weerstand tegen scheurvorming bevestigen, dat de taaheid van het materiaal een optimale waarde bereikt bij een bepaald geleernivo.

De voor dit onderzoek gekozen PVC-receptuur en buis-afmeting geven een optimale balans tussen de twee basis-eigenschappen, stijfheid en taaheid, bij een geleernivo tussen 44 % en 68 %. Ervaring heeft ertoe geleid, dat bij Polva-Nederland voor PVC waterleiding buis, als eis voor het geleernivo een waarde van 60 - 70 % is vastgelegd. Op dit nivo voldoen de buizen ruimschoots aan de eisen volgens KIWA KE 49.

Het geleernivo bepaalt de eigenschappen van de geëxtrudeerde buis. Het geleernivo wordt, op zijn beurt, bepaald door het extrusie-proces. Daarom speelt het geleernivo een belangrijke rol als controle-middel in beide richtingen, zoals is aangegeven in afb. 13.

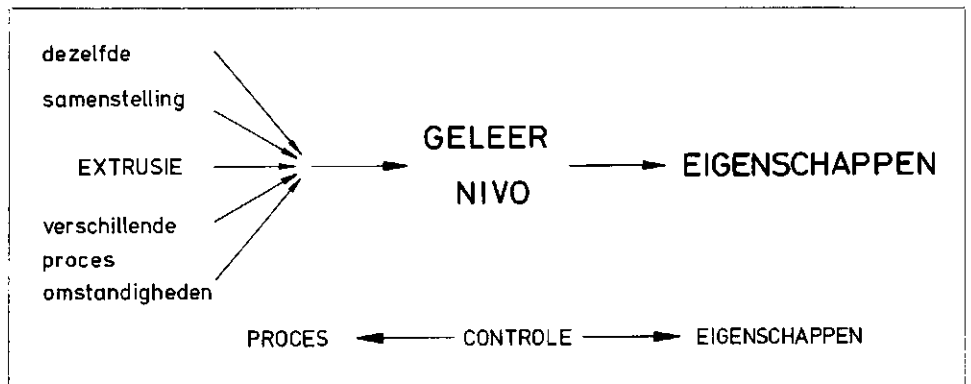
Geconcludeerd kan worden, dat buizen die uit de zelfde receptuur, maar met behulp van verschillende processen geëxtrudeerd zijn dezelfde eigenschappen hebben, mits het geleernivo gelijk is. De ervaring heeft geleerd, dat deze con-

clusie juist is. Buizen, die vanuit de zelfde receptuur op verschillende extruders of op de zelfde extruder met bijv. verschillende schroeven of spuitkoppen geëxtrudeerd zijn tot hetzelfde nivo hebben inderdaad de zelfde eigenschappen.

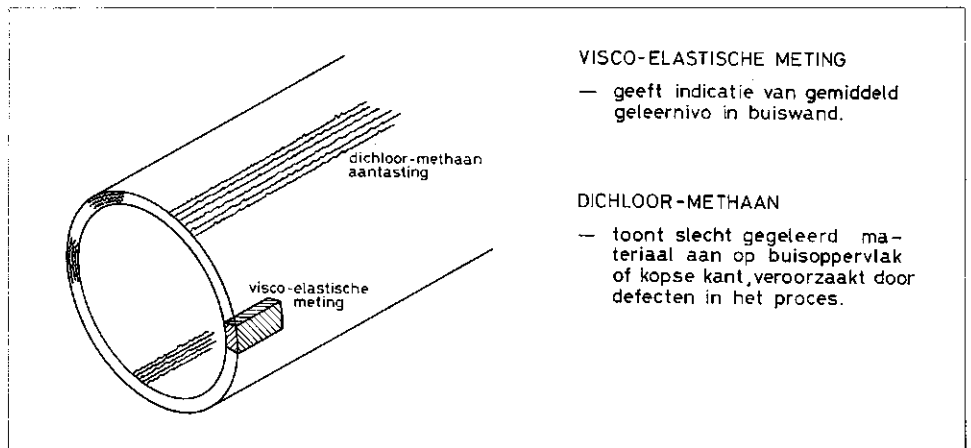
De buizenfabrikant moet een proces met de juiste balans tussen receptuur en extrusie-proces vastleggen, dat in staat is buizen te produceren met een kwaliteit die, met in acht name van fluctuaties in het totale proces, boven het vereiste minimum ligt. Het proces en de kwaliteit van de buis wordt vastgesteld overeenkomstig de conventionele parameters en de aanvaarde korte- en langeduur testmethoden. Als dit proces en de kwaliteit eenmaal is vastgelegd, is het mogelijk een totaal kwaliteitscontrole systeem op te bouwen, waarin de visco-elastische gelerings-meting een belangrijke rol speelt. Binnen dit systeem kan worden aanvaard, dat het beproeven van de buis op de meest efficiënte manier kan worden uitgevoerd. Bijv. de tijd die vereist is voor de inwendige waterdruk proeven kan worden gewijzigd in kortere tijdsduren bij hogere wandspanningen. Deze proeven zullen de zekerheid geven, dat de buis voldoet aan de vereiste lange-

(vervolg op pag. 444)

Afb. 13 - Geleernivo als controle op proces en eigenschappen.



Afb. 14 - Combinatie van visco-elastische en dichloor-methaan metingen.



## Literatuur

1. Stuurgroep Fosfaten van de KNCV. *Fosfaten in het Nederlandse oppervlaktewater*. Den Haag, Sigma Chemie 1976.
2. Heide, B. A. *Biologische denitrificatie in zeer laag belaste actief-slibsystemen*. *H<sub>2</sub>O 10* (1977) 3, p. 62-69.
3. Heide, B. A. en Kampf, R. *Fosfaatverwijdering door middel van simultane precipitatie met kalk*. *H<sub>2</sub>O 10* (1977) 1, p. 16-23.
4. Heide, B. A., Kampf, R. en Bloot, F. *Eigenschappen en verwerking van oxydatieslootslib met en zonder simultane precipitatie met kalk*. *H<sub>2</sub>O 10* (1977) 19, p. 448-456.
5. Heide, B. A. en Kampf, R. (1977). *Aerobe en verdergaande zuivering van afvalwater in zeer laag belaste actief-slibstelsystemen. Stikstof en fosfaatverwijdering bij simultane precipitatie met AVR. Slibeigenschappen en verwerking*. IG-TNO rapport A 88.
6. Böhnke, B., Bernhardt, H. *Die weitergehende Abwasserreinigung unter besonderer Berücksichtigung der Erfahrungen mit der Phosphor- und Stickstoffeliminierung im technischen Masstab*. Gewässerschutz-Wasser-Abwasser, Band 17. Aken, 1975.
7. Boyko, B. I., Rukpke, J. W. G. *Phosphorus removal within existing wastewater treatment facilities*. Environmental Protection Service, Canada. Research Report no. 44, 1976.
8. Schuster, G., Heine, A. *Das Verfahren der chemische Fällung zur Elimination der Phosphorverbindungen aus häuslichem Abwasser*. Mitteilungen des Institutes für Wasserwirtschaft. Heft 38. Berlin-DDR 1973.
9. Long, D. A., Nesbitt, J. B., Rupert Kountz, R. *Soluble phosphate removal in the activated sludge process. A two year plant scale study*. 26th Ind. Waste Conference 1971, part two. Purdue University.
10. Bailod, C. R., Cressey, G. M., Beaupre, R. T. *Influence of phosphorus removal on solid budget*. *JWPCF 49* (1977) p. 131-145.
11. Gleisberg, D. *Technische und wirtschaftliche Erfahrungen bei der Phosphateliminierung im Abwasserklärprozess unter Einsatz chemischer Fällmittel in der BRD*. Korrespondenz Abwasser 23 (1976) 8, p. 237-239.
12. Lin, S. S., Carlson, D. A. *Phosphorus removal by the addition of aluminium (III) to the activated sludge process*. *JWPCF 47* (1975), p. 1978-1986.
13. Zerres, H. R., Wagner, R. *Die phosphatfracht-abhängige Fällmitteldosierung bei der Phosphor-Elimination aus kommunalen Abwasser*. *Chem. Ing.-Techn.* 47 (1975) 13, p. 562-565.
14. Gray, A. C., Gerber, H. B., Paul, P. E. *Activated sludge process with alum addition and heat treatment*. *JWPCF 48* (1976), p. 163-178.
15. Kienzle, K. H. *Phosphatfällung in Belebungsanlagen mit Schlammstabilisation und Denitrifikationsstufe*. *Vom Wasser* 42 (1974), p. 329-369.
16. Ferguson, J. F., King, T. *A model for a aluminiumphosphate precipitation*. *JWPCF 49* (1977), p. 646-658.
17. *OECD Wastewater treatment processes for phosphorus and nitrogen removal*. Environment Directorate. Paris, 1974.
18. Jenkins, D., Ferguson, J. F., Menar, A. B. *Chemical processes for phosphate removal*. *Water Research* 5 (1971), p. 369-389.
19. Barth, E. F., Brenner, R. C., Lewis, R. F. *Chemical-biological control of nitrogen and phosphorus in wastewater effluent*. *JWPCF 40* (1968), p. 2040-2054.
20. U.S. Environmental Protection Agency. *Process*

*design manual for phosphorus removal*. EPA 625/1-76-001 a, 1976.

21. Painter, H. A. *A review of literature on inorganic nitrogen metabolism in micro-organisms*. *Water Research* 4 (1970), p. 393-450.
22. Merkenich, K. *Erfahrungen mit der chemischen Fällungsreinigung in Kläranlagen in Deutschland*. Symposium chemische zuivering van huishoudelijk afvalwater (Hoechst) Utrecht, 1973.
23. Unz, R. F., Davis, J. A. *Microbiology of combined chemical-biological treatment*, *JWPCF 47* (1975) 1, p. 185-194.
24. Mitchell, G. F., Seyfarth, R. H., Wilson, F. R. *Effect of alum addition on aerobic digestion of activated sludge*. *Water & Sewage Works* (1977) (July), p. 58-62.
25. Kwasnicka, O. P., Straaten, J. C. H. van de. *Mondelinge informatie*. Waterschap de Dommel (1977).
26. Hsu, Pa Ho. *Two-step phosphate removal from solution using aluminium salts*. *Environmental Letters* 10 (1975) 4, p. 311-317.
27. Deen, W. *Efficienter defosfateren van afvalwater*. *H<sub>2</sub>O 9* (1976) 25, p. 524-526.
28. Ganczarczyk, J., Hamoda, M., Jakubiec, H. *Influence of inorganic phosphorus precipitates on aerobic digestion of activated sludge*. 30th Ind. Waste conference, 1975, p. 973-980. Purdue Univ.
29. Environment Canada. *Phosphorus removal design seminar conference*. Proc. No. 1. May 28-29. 1973. Toronto.
30. Ministry of Construction Japanese Government. *Studies on advanced waste treatment*. Fourth US/ Japan Conference on sewage treatment. Technology paper no. 3 (1975).



## Kwaliteit en kwaliteitsbeheersing van PVC-waterleidingbuis

(vervolg van pagina 421)

duur eigenschappen als het geleernivo de vereiste waarde heeft. De dichloor-methaan test kan eveneens een nuttige functie in het controle-systeem vervullen. De proef wordt uitgevoerd op de volledige omtrek van de buis, d.w.z. over een verhoudingsgewijs grote oppervlakte. Onvolkomenheden in het extrusieproces, die resulteren in een plaatselijk ondergegeleerd materiaal, bijv., door een defect verwarmings-element, worden dan vastgesteld zoals is weergegeven in afb. 14.

## 7. Conclusies

Toepassing van een totaal kwaliteitscontrole systeem, waarin het geleernivo een belangrijke rol speelt, geeft de fabrikant van PVC waterleiding buis de mogelijkheid om buizen te produceren, die in kwaliteit boven de gespecificeerde eisen liggen. De fluctuaties in kwaliteit kunnen eveneens binnen de grenzen worden gehouden, die vooral door de buisfabrikanten zijn vastgesteld. Dit kan resulteren in een zgn. 'extra productieveiligheidscoëfficiënt' ten opzichte van de officiële veiligheidsfactor. De officiële veiligheids-factor is daardoor volledig beschikbaar voor onvoorziene factoren, die kunnen optreden bij de toepassing van de buis in de praktijk.

## Dankbetuiging

De auteur dankt zijn collega's van Polva-Nederland BV voor de medewerking die zij hebben gegeven bij het opstellen van deze publicatie. Met name wil hij Solvic SA, Neder over Heenbeek en BASF, Ludwigs-haven danken voor de verleende medewerking aan een deel van de beproevingen.

## Literatuur

1. Shinagawa, Y. *Plast. Ind. News*, mei, (1973) 65.
2. Faulkner, P. G. *J. Macromol. Sci-Phys. Bii* (2), (1975) 251.
3. Menges, G., Berndtsen, N. *Kunststoffe*, 66, (1976) 11, 735.
4. Berends, A. R., Folt, V. L. *Trans. Soc. Rheol.* 11, (1976) 95.
5. Hattori, T., Tanaka, K., Matsuo, M. *Pol. Eng. Sci.* 12, (1972) 199.
6. Gonze, A. *Chimie et Ind. Genie Chim.* 104, (1971) 1.
7. Lamberty, M. *Plast. Mod. et Elast.* 26, (1974) 82.
8. Gray, A. *Conference 'PVC processing'* April 1978 *Plastics and Rubber Inst.*

