

Ausfallursachen. Zur Ermittlung von Ausfallursachen ist eine systematische Vorgehensweise erforderlich. Meist werden mehrere Methoden benötigt, um die Ausfallursache zu bestimmen. Bei der Auswahl der richtigen Untersuchungsmethoden müssen die zu beweisende Schadenshypothese, die Probenmengen und der Elastomertyp berücksichtigt werden.

Schadensanalyse an Elastomeren

**KURT MARCHETTI
SONJA PONGRATZ**

Elastomere verhalten sich in vielen Werkstoffeigenschaften anders als Thermoplaste oder Metalle. Der größte Unterschied zu allen anderen Werkstoffklassen liegt im Materialaufbau und in der Vernetzung. Diese beiden Besonderheiten sind zwar so weit bekannt, dass man damit umgehen kann, aber restlos erforscht sind sie auch heute noch nicht. Sie haben jedoch dazu geführt, dass das Wissen um elastomere Werkstoffe eine interdisziplinäre Angelegenheit sein muss, das heißt, bei der Herstellung, Verarbeitung, Produktion von Bauteilen und auch bei der Schadensanalyse müssen Chemiker, Ingenieure und Physiker sehr eng zusammenarbeiten, um erfolgreich zu sein.

Eine erfolgreiche Schadensanalyse erfordert eine systematische Vorgehensweise. Zu den erforderlichen Arbeitsschritten gehören: eine Bestandsaufnahme, die gezielte Untersuchungen nach dem Schadensmechanismus, die Auswertung der Ergebnisse, die Ermittlung der Schadensursache, die Festlegung von Abhilfemaßnahmen und die Dokumentation [1].

Zur Ermittlung der Schadensmechanismen werden eine Vielzahl verschiedener Untersuchungsmethoden eingesetzt (Tabelle 1) [2]. Diese haben die Aufgabe, die Versagenshypothese zu beweisen oder zu widerlegen, die nach der Bestandsaufnahme festgelegt wurde. Welche Methode eingesetzt wird, hängt sowohl von der Versagenshypothese, aber auch von den verfügbaren Proben (Probenmenge) ab. Oft steht zur Analyse nur wenig Probenmaterial zur Verfügung, Normprüfungen sind selten möglich.

Die Schadensursachen lassen sich in vier Bereiche einteilen:

- Werkstoff als Schadensursache
- Fertigung als Schadensursache
- Konstruktion/Design als Schadensursache
- Einsatzbedingungen als Schadensursache

Werkstoff als Schadensursache

Ist der Werkstoff Ursache für den Ausfall von Bauteilen, können mehrere Möglichkeiten unterschieden werden.

Ein Werkstofffehler liegt vor, wenn der falsche Werkstoff für den Einsatz ausgewählt wurde. D.h. es können die Menge

und die Art des Grundpolymers, der Additive und/oder der Füllstoffe ungeeignet sein. Wird der falsche Werkstoff ausgewählt, versagen sehr viele bzw. alle Bauteile im Einsatz.

Ein Werkstofffehler liegt ebenfalls vor, wenn der Werkstoff verwechselt wurde. Dies kann beispielsweise durch fehlerhafte Kennzeichnung von Chargen oder durch eine Verwechslung der Bauteile bei der Montage erfolgen.

Eine weitere Möglichkeit für Werkstofffehler sind Fehler bei der Compoundherstellung (Compoundfehler). Diese können durch falsches Einwiegen oder eine Verwechslung von Mischungsbestandteilen verursacht werden. Weiter-

Bereich	Methode
Mikroskopische Untersuchungen	– Lichtmikroskopie (LIM) – Lichtmikroskopie an Dünnschnitten – Rasterelektronenmikroskopie (REM)
Analytische Untersuchungen	– Infrarotspektroskopie (IR) – Chromatographie – Extraktion – Thermogravimetrie (TG) – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)
Physikalische Prüfungen	– statische mechanische Eigenschaften – Dichte – Härte – Zugversuch – Druckverformungsrest (DVR) – dynamische mechanische Eigenschaften – Ermüdungsprüfungen – dynamischer Modul, Masterkurve – Beständigkeitseigenschaften – Medieneinlagerung – Relaxation
Computersimulation	Schadensanalyse mittels FEM
---	Nachstellversuche

Tabelle 1. Untersuchungsmethoden

KU104095

hin können Mischungsbestandteile von ihrer Spezifikation abweichen (z.B. Zusammensetzung, Körnung). Dies kann zu veränderten Werkstoffeigenschaften führen und/oder Werkstoffinhomogenitäten verursachen. Letztere wiederum können auch auf eine schlechte Homogenisierung des Compounds beim Compoundieren zurückzuführen sein. Ein weiterer Compoundfehler sind Verunreinigungen (Bild 1, Schadensbeispiel 1). Diese können z.B. durch unzureichende Reinigung des Mixers oder des Walzwerks verursacht werden. Schließlich kann es bei der Lagerung von Gummimischungen zu einer Überlagerung bzw. einer Anvulkanisation des Compounds kommen [3].

In Tabelle 2 sind den genannten Werkstofffehlern Untersuchungsmethoden zugeordnet, die zur Aufklärung eingesetzt werden können.

Schadensbeispiel 1: An einem Elastomerbauteil auf Basis von Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR) werden Delaminationen, d.h. eine schichtweise Trennung im Elastomer festgestellt (Bild 1 links). Auf den Trennflächen sind ein dünner Film sowie weißliche Ablagerungen sichtbar (Bild 1 rechts). Mittels REM/EDX-Analyse wird erkannt, dass in diesen Bereichen jeweils ein erhöhter Gehalt an Zink vorliegt. Die IR-Spektroskopie zeigt, dass es sich hierbei um Zinkstearat handelt. Neben Zinkstearat wird außerdem Elastomer auf EPDM-Basis gefunden. Beide sind nicht Bestandteil der Mi-

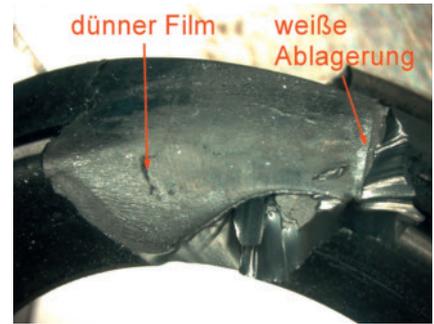


Bild 1. Schadensbeispiel 1: Ausfall durch Verunreinigung der Mischung, Compoundfehler (LIM, Detailaufnahme)

schung. Das Zinkstearat hat sich mit hoher Wahrscheinlichkeit aus Zinkoxid und Stearinsäure während der Vulkanisation gebildet. Diese beiden Substanzen sind Bestandteil der Mischung, sodass das EPDM als schadensrelevante Verunreinigung identifiziert wurde, die in diesem Fall entweder durch das Mischen oder durch das Aufwalzen erfolgen konnte. Recherchen und Nachstellversuche ergaben, dass die Verunreinigung beim Aufwalzen eingebracht wurde.

Fertigung als Schadensursache

Die Fertigung von elastomeren Produkten beinhaltet den Prozess der Formgebung und der Vulkanisation. Bei Formteilen laufen die beiden Prozesse in beheizten Werkzeugen in einem Arbeitsschritt ab. Bei Produkten, die kontinuierlich hergestellt werden wie Schläuche oder Profile, werden die Formgebung

und die Vulkanisation zeitlich und örtlich getrennt voneinander durchgeführt.

Liegen Fertigungsfehler vor (Bild 2, Schadensbeispiel 2), können diese mehrere Ursachen haben (Tabelle 3). Eine Möglichkeit für Fertigungsfehler ist ein schlecht abgestimmtes Compound. D.h. die Viskosität und das Vulkanisationsverhalten des Compounds müssen dem Verarbeitungsverfahren angepasst sein. Weiterhin können Fertigungsfehler auf das Werkzeug bzw. auf Werkzeugverschmutzungen zurückzuführen sein. Schließlich können auch nicht optimale Fertigungsparameter ursächlich für Fertigungsfehler sein. Eine häufige Ursache für Schäden sind Verletzungen beim Entformen oder Entgraten der Bauteile.

In Tabelle 4 sind häufige Schadensbilder bei Fertigungsfehlern Untersuchungsmethoden zugeordnet, die zur Aufklärung eingesetzt werden können.

Konstruktion als Schadensursache

Ist die Konstruktion bzw. das Design von Bauteilen Ursache für den Schaden, fallen meist sehr viele Bauteile aus. Häufig treten derartige Fehler bei Neuentwicklungen auf. Typisch ist, dass die Schäden meist an der gleichen Stelle des Bauteils vorkommen, an der die höchste Beanspruchung, d.h. die höchste Spannung oder die höchste Dehnung auftritt. Bei der Schadensanalyse werden mikroskopische Untersuchungen und Berechnungen von Spannungen und/oder Dehnungen im Bauteil mittels FEM eingesetzt (Bild 3, Schadensbeispiel 3).

Das Beispiel zeigt Membranen, die im markierten Bereich Risse aufweisen. Diese Risse zeigen die typischen Merkmale von Ermüdungsrissen (viele kleine parallel verlaufende Risse), die durch dynamische Beanspruchungen hervorgerufen werden. Es handelt sich um eine Neuentwicklung. Die Lage der Risse ist immer an

Werkstofffehler	Untersuchungsmethode
Falsche Werkstoffwahl	Vergleich der Beanspruchung mit den Werkstoffeigenschaften: – physikalische Prüfungen (Zugversuch, DVR, Einlagerungsversuche, Ozontest, ...)
Werkstoffverwechslung	Identitätsprüfungen: – physikalische Untersuchungen (Dichte, Härte, Zugversuch, DVR, Einlagerungsversuche, Ozontest, ...) – analytische Untersuchungen (IR-Spektroskopie, Thermogravimetrie, Chromatographie, Extraktion)
Mischungsfehler	
– falsche Einwaage	Thermogravimetrie, Extraktion, Chromatographie
– Komponente verwechselt	
Polymer	Extraktion, Chromatographie, IR-Spektroskopie
Additiv	Extraktion, Chromatographie, IR-Spektroskopie
Füllstoff	Thermogravimetrie, EDX-Analyse vom Querschnitt
– fehlerhafte Komponente	analytische und mikroskopische Analysemethoden, physikalische Prüfungen
– schlechte Dispersion/Homogenität	Lichtmikroskopie an Kältdünnschnitten (Cabot-Analyse), EDX-Analyse an Querschnitten
– Verunreinigung	IR-Spektroskopie, Chromatographie, EDX-Analyse
– Mischung überlagert/anvulkanisiert	Vulkametrie, Lichtmikroskopie an Kältdünnschnitt

Tabelle 2. Werkstofffehler und Analysemethoden

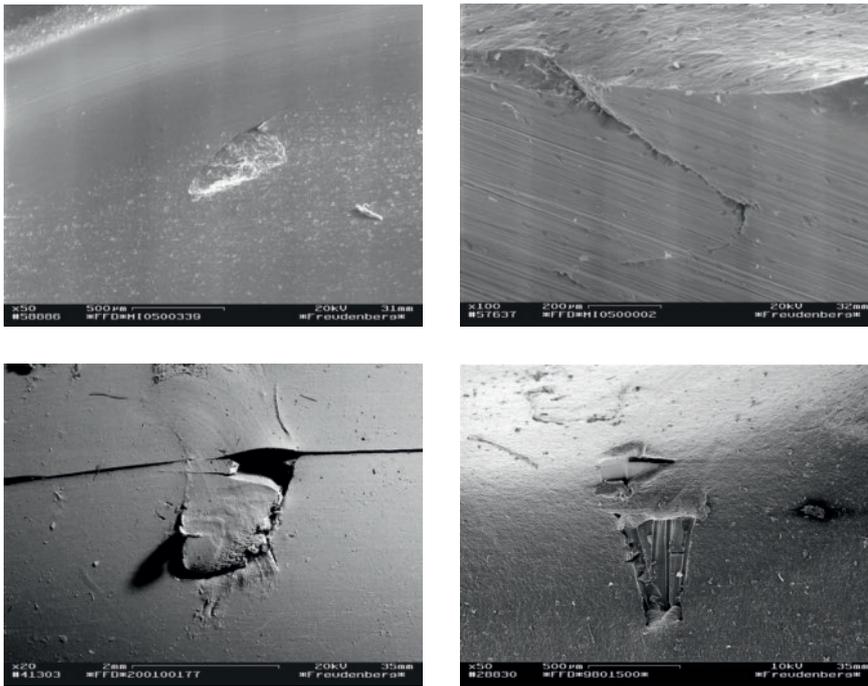


Bild 2. Schadensbeispiel 2: verschiedene Schadensbilder durch Fertigungsfehler;
oben: Oberflächenschädigung (links), Fließfehler/Bindenaht (rechts)
unten: anvulkanisierte Elastomerteilchen (links), äußere Verletzungen (rechts)

derselben Stelle. In der Freigabepfung sind alle Bauteile ausgefallen. Durch Optimierung des Designs konnte Abhilfe geschaffen werden.

Einsatzbedingungen als Schadensursache

Während des Einsatzes können Bauteile verschiedenen Beanspruchungen (mechanische und thermische Beanspruchung, Einfluss von Medien und Strahlung) ausgesetzt werden, die zum Versagen führen können.

Hierbei finden verschiedene Prozesse statt, die auf drei Schadensmechanismen

zurückzuführen sind. Ursächlich für den Ausfall elastomerer Bauteile infolge der Einsatzbedingungen sind:

- Alterungsprozesse,
- Diffusionsprozesse (Quellung, Extraktion) und
- das Überschreiten der Festigkeits- bzw. Dehnungseigenschaften ohne signifikante Veränderung des Werkstoffs infolge von Alterungs- und Diffusionsvorgängen.

Unter Alterung von elastomeren Werkstoffen sind Veränderungen im Netzwerk durch den Einfluss von Medien, UV-Strahlung, Temperatur und mechanische Beanspruchung zu verstehen. Durch Al-

terungsprozesse können Polymerketten und Vernetzungsstellen abgebaut (Spannungsverlust) und/oder zusätzliche Vernetzungsstellen erzeugt werden (Verhärtung) [4]. Während des Einsatzes können unterschiedliche Alterungsprozesse gleichzeitig stattfinden (Tabelle 5). Erhöhte Temperaturen beschleunigen alle Alterungsprozesse.

Zur Beurteilung des Alterungsverhaltens werden verschiedene physikalische Prüfungen benutzt (Tabelle 6). Die genannten Methoden sind wichtige Instrumente bei der Werkstoffentwicklung oder bei der Auswahl eines geeigneten Werkstoffs. Bei der Schadensanalyse geht es darum, das Alterungsverhalten des eingesetzten Werkstoffs zu kennen und den Alterungszustand des Ausfallteils zu bestimmen. Neben den genannten physikalischen Prüfungen werden bei der Schadensanalyse häufig analytische Untersuchungen (Extraktion, Chromatographie, Infrarotspektroskopie) eingesetzt.

Beim Kontakt elastomerer Bauteile mit Flüssigkeiten finden häufig Diffusionsvorgänge statt. D.h. die Flüssigkeit kann in das Elastomer eindringen und eine Quellung (Volumenzunahme, Erweichung) bewirken. Es können auch Extraktionsvorgänge stattfinden (Volumenabnahme, Verhärtung), d.h. Bestandteile aus dem Elastomer (Weichmacher, Alterungsschutzmittel, usw.) wandern in die Flüssigkeit. Beide Prozesse können gleichzeitig stattfinden und sich überlagern. Zur Analyse von Schäden durch Diffusionsvorgänge werden analytische Methoden und physikalische Prüfungen eingesetzt.

Mechanische Beanspruchungen bei der Lagerung, beim Transport, bei der

Bereich	Schadensursache
Compound	– nicht dem Verarbeitungsverfahren angepasste Viskosität – zu schnelle Reaktion / Scorch – zu langsame Reaktion
Werkzeug	– schlechte Temperaturverteilung – Druck nicht ausreichend – „ausgeleiertes“ Werkzeug – Werkzeugverschmutzung
Herstellungsparameter	– Werkzeug über-/unterfüllt – falsche Heizzeit – falscher Nachdruck – zu viel/zu wenig/ungeeignetes Trennmittel
Nachbearbeitung	– Fehler beim Entformen – Fehler beim Entgraten – Fehler beim Tempern (Temperatur, Dauer, Medium)

Tabelle 3. Ursachen für Fertigungsfehler

Schadensbild	Untersuchungsmethode
Oberflächenbeschädigung	Lichtmikroskopische (LIM) bzw. rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen (REM)
Fließfehler/Bindenähte	REM, LIM (Aufsicht und an Kältdünnschnitten), IR-Spektroskopie
Unter-/Übervulkanisation	– Physikalische Prüfungen: Druckverformungsrest (DVR), Zugversuch, Kernspinresonanzprüfung (NMR), Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC), Dynamisch-mechanische Analyse (DMA) – Analytische Untersuchungen: Extraktion, IR-Spektroskopie, Chromatographie
Geometrieabweichung	Überprüfung der Maße (Geometrie, Wanddicke)
Anvulkanisierte Partikel	LIM an Kältdünnschnitten, IR-Spektroskopie
Verletzungen	LIM, REM

Tabelle 4. Schadensbilder von elastomeren Bauteilen mit Fehlern bedingt durch die Fertigung



Bild 3. Schadensbeispiel 3: Konstruktions-/Designfehler, links Detailaufnahme, rechts REM

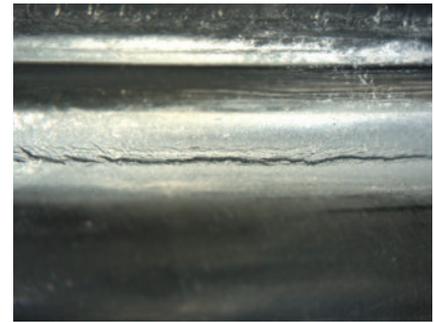
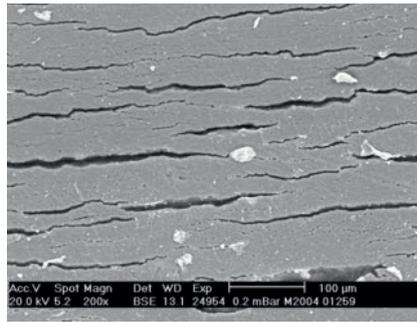


Bild 4. Schadensbeispiel 4: Riss in einem Bauteil, Ausfall durch chemischen Angriff

Montage und beim Einsatz können ebenfalls zum Ausfall führen. Ursache hierbei sind häufig Verletzungen durch Werkzeuge oder scharfe Kanten (Gegenlauffläche). Weiterhin spielen die Beanspruchungsart (Zug, Druck, Torsion) und die Beanspruchungsgeschwindigkeit (schnell, langsam, gleichmäßig, stoßartig) eine wichtige Rolle.

Auch die Einsatztemperatur ist ein sehr wichtiger Faktor. Dabei können sowohl hohe Temperaturen als auch tiefe Temperaturen kritisch sein. Bei hohen Temperaturen nehmen die Festigkeitseigenschaften von elastomeren Werkstoffen deutlich ab. Bei tiefen Temperaturen kommt es zu Ausfällen, wenn sich die Beanspruchungstemperatur im Bereich der Glasübergangstemperatur befindet.

Zur Analyse von Bauteilschäden durch mechanische Beanspruchung sind mikroskopische Untersuchungsmethoden besonders geeignet. Dabei ist zu bewerten, ob es sich bei dem Schaden um einen oder mehrere Risse (Bild 4), Anrisse und/oder um eine Oberflächenschädi-

gung (z. B. Abrieb) handelt. Weiterhin werden häufig physikalische Prüfungen zur Schadensanalyse eingesetzt.

Schadensbeispiel 4: Mittels Thermodesorption konnte nachgewiesen werden,

dass im Ausfallteil aus hydriertem Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (HNBR) polzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) wie Naphhtalen und Phenathrenen und deren Derivate enthalten

Schadensmechanismus	Untersuchungsmethode
Alterung	– Physikalische Prüfungen: Spannungsrelaxationsprüfungen, Druckverformungsrest, Zugversuch, Härteprüfung, Chemolumineszenz, Einlagerungsversuche – Analytische Untersuchungen: Extraktion, Chromatographie, IR-Spektroskopie
Diffusionsvorgänge	– Analytische Untersuchungen: Extraktion, Chromatographie, IR-Spektroskopie – Physikalische Prüfungen: Druckverformungsrest, Zugversuch, Härteprüfung, Einlagerungsversuche, Permeationsprüfungen
Mechanische Beanspruchung	– Mikroskopische Untersuchungen: Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie – Physikalische Prüfungen: Zugversuch, Ermittlung der Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Beanspruchungsgeschwindigkeit

Tabelle 6. Schadensmechanismen und Untersuchungsmethoden

Alterungsprozess	Beanspruchung
– Oxidation durch Luftsauerstoff (Alterung im engeren Sinn)	Medium
– Beschleunigte Oxidation durch Schwermetallverbindungen (z.B. Cu, Mn, Co, ...)	Medium
– Hitzealterung ohne Sauerstoffeinfluss (Nachvernetzung, Zyklisierung, Reversion)	Temperatur
– Heißwasser-/Dampfalterung, Alterung durch Hydrolyse	Medium
– chemischer Angriff von Medien (Öle, Kraftstoffe, Hydraulikflüssigkeiten, Lösemittel, Chemikalien, ...)	Medium
– Orientierte Rissbildung durch statische Ozonwirkung (Ozonrissbildung)	Medium
– Orientierte Rissbildung durch dynamische Beanspruchung (z.B. Knickbewegung, Stauchung, Torsion usw.), Ermüdung	Mechanische Beanspruchung
– Nichtorientierte Rissbildung unter der Einwirkung von energiereichem Licht und Sauerstoff. Auftreten von „Crazing“ oder „Elefantenhaut“ (Bildung durch Einwirkung energiereicher Strahlung)	Medium, Strahlung
– Verringerung des Oberflächenglanzes durch Einwirkung feuchtwarmer, ozonhaltiger Atmosphäre, „Frosting“ (vor allem bei Vulkanisaten mit hellen Füllstoffen)	Medium, Temperatur

Tabelle 5. Alterungsprozesse und Beanspruchungsart

waren. HNBR ist nicht beständig gegen aromatische Kohlenwasserstoffe. Unter anderem wird HNBR gegenüber Naphthalen als unbeständig eingestuft.

Fazit

Die Schadensfälle lassen sich in vier Kategorien einteilen. Werkstofffehler und Fertigungsfehler werden häufig bei Qualitätskontrollen festgestellt. Sie treten auch bei Neuentwicklungen, Freigabeprüfungen und Feldrückläufern auf.

Bei Design-/Konstruktionsfehlern fallen sehr viele oder alle Bauteile aus. Das Schadensbild der Ausfallteile ist ähnlich und der Schaden befindet sich am selben Ort. Bei Neuentwicklungen oder bei Freigabeprüfungen können die Ausfälle durch Design-/Konstruktionsfehler verursacht werden. Feldausfälle von Bauteilen, die bereits längere Zeit eingesetzt

werden, sind dagegen nicht auf Design-/Konstruktionsfehler zurückzuführen. Dennoch kann in diesem Fall die Optimierung des Designs bzw. der Konstruktion eine Abhilfemaßnahme sein.

Feldausfälle sind sehr oft auf die Einsatzbedingungen zurückzuführen. Dabei spielen mehrere Faktoren (z.B. Temperatur, Dehnung, Medium) eine Rolle. Die Schadensanalyse bei derartigen Fragestellungen stellt eine besondere Herausforderung dar. Zum eindeutigen Nachweis der Schadenursache werden häufig Nachstellversuche durchgeführt. ■

LITERATUR

- 1 K. Marchetti, K.: Seminarband April 2006, VDI-Seminar Schadensanalyse an Elastomerbauteilen
- 2 Marchetti, K.; Pongratz, S.; Stangler, S.; Ridder, U.; Ballhorn, M.: Schadensanalyse an Elastomerbauteilen – Erfahrungen aus der Praxis, Deutsche Kautschuk-Tagung 2006 vom 3. Juli bis 6 Juli 2006, Nürnberg
- 3 Wenneis, W.: Seminarband April 2006, VDI Seminar Schadensanalyse an Elastomerbauteilen
- 4 Osen, E.: Das Alterungsverhalten von Gummi, VDI Seminar Schadensanalyse an Elastomerbauteilen

DIE AUTOREN

DR.-ING. KURT MARCHETTI, geb. 1965, ist bei der Freudenberg Forschungsdienste KG, Weinheim, für die Abteilung Schadensanalyse verantwortlich.

DR.-ING. SONJA PONGRATZ, geb. 1969, ist bei der Freudenberg Forschungsdienste KG im Bereich Schadensanalyse tätig.

Dieser Beitrag ist Prof. em. Dr.-Ing. Dr. h.c. Gottfried W. Ehrenstein zum 70. Geburtstag gewidmet.

SUMMARY KUNSTSTOFFE INTERNATIONAL

Failure Analysis of Elastomers

CAUSE OF FAILURE. *To establish the cause or causes of failure, a systematic approach is required. Usually, several methods are needed to determine the cause of the failure. When selecting the correct examination method, the hypothesis proposed for the failure, the number of specimens and the type of elastomer must all be taken into account.*

*NOTE: You can read the complete article in our magazine **Kunststoffe international** and by entering the document number **PE104095** on our website at **www.kunststoffe-international.com***

Griffige Beschichtung

Thermoplastisches Elastomer. Bei der technischen Weiterentwicklung seines Selbstfärbestempels Trodat Printy hat die Trodat GmbH, Wels/Österreich, auf ein thermoplastisches Elastomer (Typ: Thermoplast K; TPE) der Kraiburg TPE GmbH, Waldkraiburg, gesetzt. Das TPE verleiht der Griffkappe des Stempels eine optimale Griffigkeit und ein ansprechendes Design. Der patentierte Click-Out-Button für den Wechsel des Stempelkissens ist ebenso mit TPE beschichtet.

Eine besonders wichtige Anforderung an das Material ist die sehr gute Haftung zu Styrol-Acrylnitril (SAN), einem klarsichtigen, kratzfesten Kunststoff, aus dem das in die Griffkappe integrierte Textsichtfenster besteht. Trotz einer sehr geringen Wanddicke haftet das TPE-Compound hervorragend an SAN. Somit können die beiden Kunststoffteile mittels 2K-Spritzgießen in einem Arbeitsgang hergestellt werden.

► www.kraiburgtpe.com

► www.trodat.net