



Deutsches Kunststoff-Institut



Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

IGF-FV: 15844 N (FGK 8226)

Laufzeit: 01.12.2008 - 30.11.2010



Forschungsthema:

Infrarotmikroskopische Analyse der Alterung von PE-Halbzeugen zur Optimierung der Schweißnahtvorbereitung

Kontakt: Deutsches Kunststoff-Institut
Schloßgartenstr. 6, 64289 Darmstadt
Dr. Robert Brüll – RBruell@dki.tu-darmstadt.de
Telefon 06151 / 16-2305 – Telefax 06151 / 292855

Süddeutsches Kunststoff-Zentrum
Friedrich-Bergius-Ring 22, 97076 Würzburg
Dr. Benjamin Baudrit – b.baudrit@skz.de
Telefon 0931 / 4104-180

Zusammenfassung

Über das Ausmaß der Elementarvorgänge während der Bewitterung von Polyethylen, d.h. der Extraktion von Antioxidantien aus dem Polymeren und der Oxidation des Polymeren existieren in der Literatur keine quantitativen Informationen. Insbesondere gibt es keine Korrelation dieser Elementarprozesse mit den Bedingungen der Bewitterung. Daher war das Ziel des vorliegenden Forschungsvorhabens, eine analytische Methode zu entwickeln, mit der es möglich ist, die während der Alterung in der Rohrwand ablaufenden Prozesse aufzuklären und zu verfolgen.

Allgemein ist die FTIR-Spektroskopie eine bewährte analytische Technik, die für diesen Zweck geeignet ist. Allerdings können Alterungsvorgänge lokal unterschiedlich ablaufen, weshalb der Einsatz einer mikroskopischen Technik eine erhöhte Aussagekraft verspricht. Im Rahmen dieses Projekts wurde eine solche FTIR-mikroskopische Methode entwickelt. Als Grundlage der Methodenentwicklung diente ein kommerzielles FTIR-Mikroskop (*Continuum, Fa. Thermo*), welches in der Schadensanalytik und Qualitätssicherung, sowohl in der Industrie als auch in der

Forschung, hauptsächlich zur qualitativen Analyse eingesetzt wird. Um jedoch Alterungsvorgänge in Rohren aus PE zu untersuchen, ist eine quantitative Auswertung der Messergebnisse erforderlich. Dafür mussten Voraussetzungen in Bezug auf die Vorbereitung der Rohrproben, die Probenhalterung, die Hilfsaggregate zum Gerätebetrieb und die Messparameter geschaffen werden.

Rohre aus PE 100 wurden unter Variation der Klimabedingungen bewittert. Die Rohre enthielten Irganox 1010 als Langzeitstabilisator. Weitere Muster enthielten UV-Absorber und Lichtstabilisatoren bzw. Ruß als UV-Absorber. Mittels IR-mikroskopischer Profilierung wurde festgestellt, dass während der Bewitterung eine Abnahme der Konzentration des Langzeitstabilisators in der äußeren Rohrwandung stattfindet. Das Ausmaß des Stabilisatorverlustes in den Bewitterungen hängt von der Strahlendosis ab. Im Einzelnen führt eine höhere Strahlendosis zu einem stärkeren Verlust an Stabilisator. Um dies systematisch zu untersuchen, wurden Proben einer künstlichen Bewitterung ausgesetzt und die Veränderungen der Konzentrationsverläufe des Stabilisators mittels IR-Mikroskopie untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass sich der Gehalt des Irganox 1010 in der Rohrwandung linear mit der Strahlendosis verringert. Parallel zum Verlust des Irganox 1010 werden Doppelbindungen als Abbauprodukte des Polyethylens gebildet.

Die IR-mikroskopischen Untersuchungen zeigten auch, dass der Zusatz von Ruß den Verlust von Irganox 1010 verlangsamt. Der kombinierte Zusatz des UV-Absorbers Tinuvin 770 und des sterisch gehinderten Amins Tinuvin 327 als Hydroperoxidquencher hatte dagegen keinen messbaren Effekt auf den Verlust an Irganox 1010.

Die mittels IR-Mikroskopie erhaltenen Ergebnisse der Mittelwerte der Konzentration von Irganox 1010 konnten durch Extraktion repräsentativer Proben mit anschließender HPLC- bzw. GC-MS-Analyse sowie durch Messung der oxidativen Induktionszeit (OIT) bestätigt werden. Es gelang mittels IR-Mikroskopie auch, die Bildung von Doppelbindungen als Abbauprodukte des PE im Verlauf der Bewitterung zu verfolgen. Diese bilden sich, beginnend von der Rohroberfläche, nachdem sich die Konzentration des Irganox 1010 verringert hat. Ein Abbau des Molekulargewichtes des PE findet jedoch nicht statt.

Weiterhin wurden unterschiedlich bewitterte Rohre mittels Heizwendelverfahren geschweißt und der Einfluss der Bewitterung auf die mechanischen Eigenschaften der Schweißnaht ermittelt. Hierzu kamen neu entwickelte maschinelle Torsions- und

Linearscherversuche zum Einsatz. Nach dem vorgeschriebenen Schälvorgang konnten keine Beeinträchtigungen der Schweißnaht durch die Bewitterung nachgewiesen werden.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass in diesem Projekt eine analytische Methode entwickelt wurde, die es kmUs ermöglicht, auf einfache Weise Einblicke in die Mechanismen zu erlangen, die mit der Bewitterung von Rohren aus PE einhergehen. Die Ergebnisse, die mit der entwickelten Analysemethode erhalten wurden, eröffnen einen detaillierten Einblick in die Kinetik der Elementarschritte der Alterung von PE-Rohren.

Für die beteiligten Forschungsstellen und insgesamt gilt:

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

Danksagung

Das IGF-Vorhaben 15844 N der Fördergemeinschaft für das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum e. V., Frankfurter Straße 15 - 17, 97076 Würzburg zum Thema

„Infrarotmikroskopische Analyse der Alterung von PE-Halbzeugen zur Optimierung der Schweißnahtvorbereitung“

wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Für diese Förderung sei gedankt.

Auch für die Unterstützung der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. sei gedankt.

Weiterhin danken wir den im projektbegleitenden Ausschuss vertretenen Unternehmen für ihre fachliche Unterstützung.