



## Untersuchungsbericht

Nr. 01

zum Projekt:

Untersuchungen zur Bruchursache  
von Tuben

### 1. Aufgabe

Tuben zeigten äußerlich deutlich sichtbare Risse in Längs- und Querrichtung. Da Gutteile aus der Produktion ebenfalls vorlagen, sollten Untersuchungen zur Ursache durchgeführt werden. Es wird an Voruntersuchung angeknüpft.

### 2. Proben

2 eingereichte Tuben aus Kunststoff.



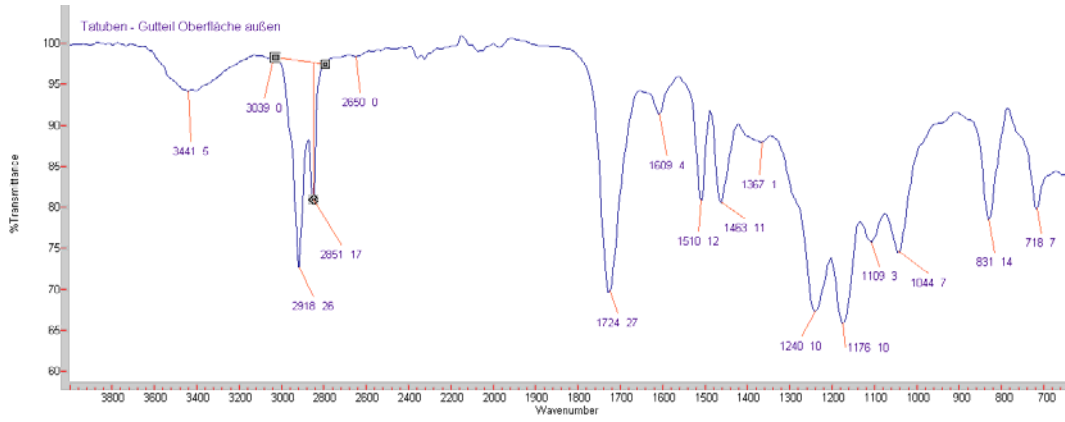
Risse

Gutteil

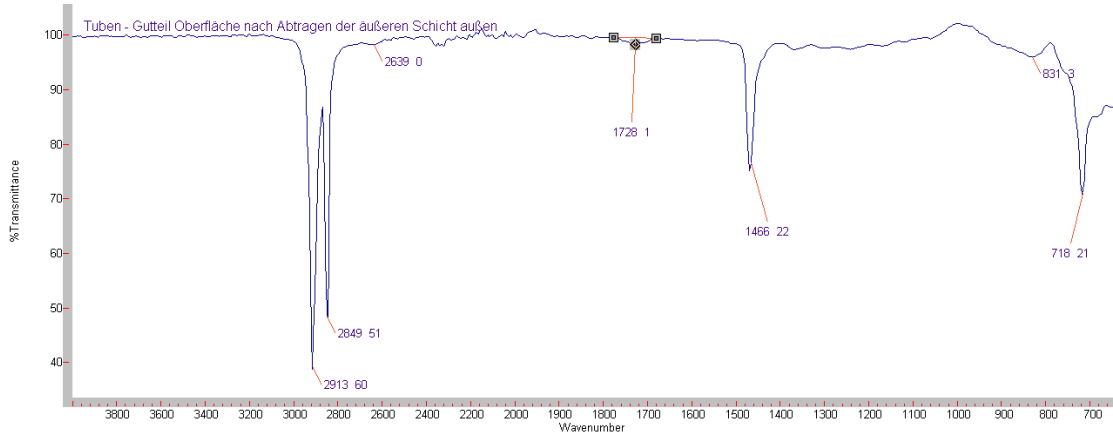
Schadenstube

### 3. Untersuchungen

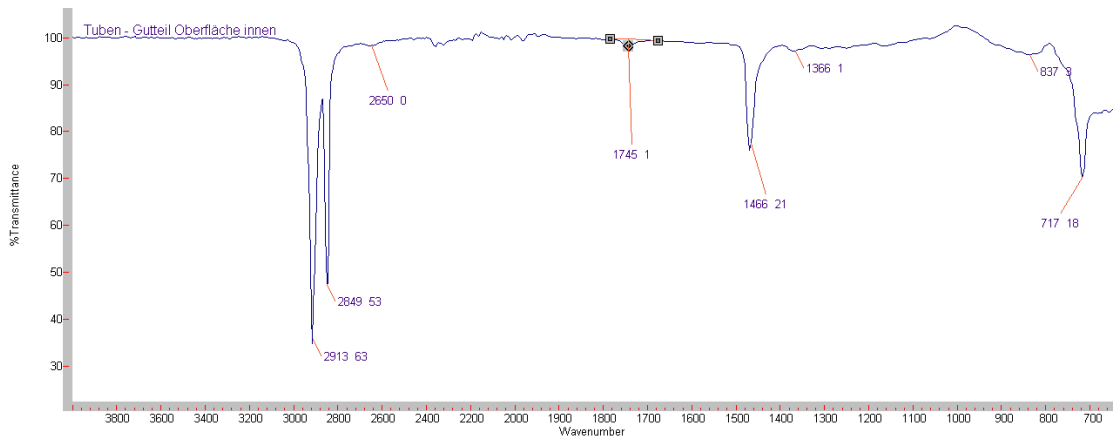
#### 3.1 Infrarotspektroskopie - Golden Gate ATR



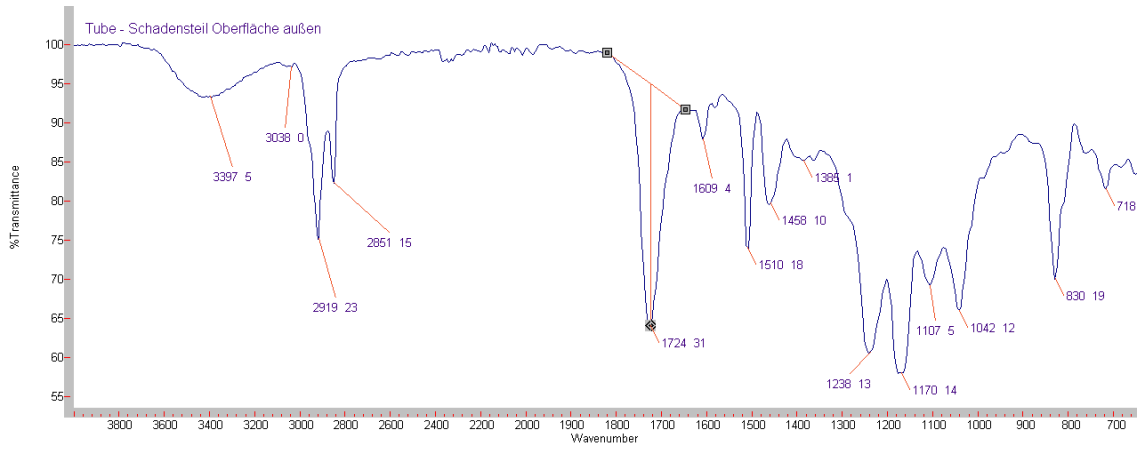
Tube Gutteil ohne Risse - Oberfläche außen



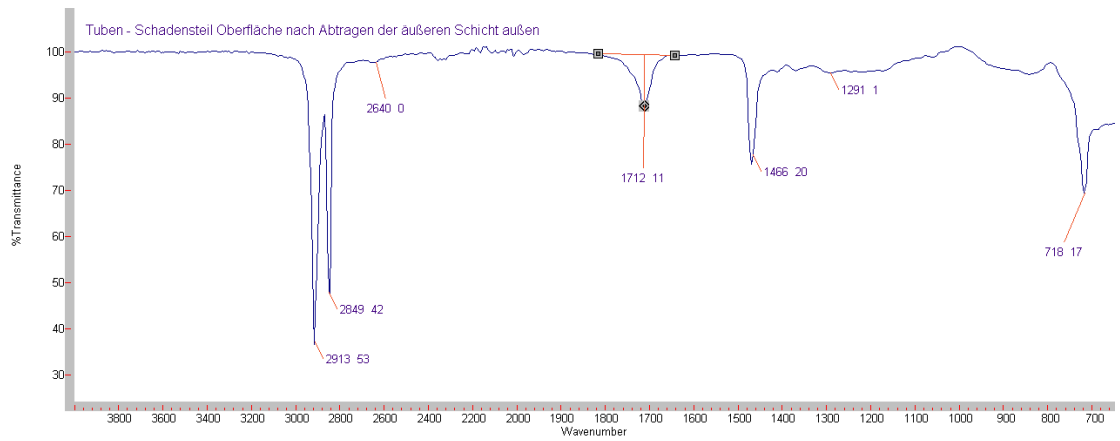
Tube Gutteil ohne Risse - äußere Oberflächenschicht abgeschabt



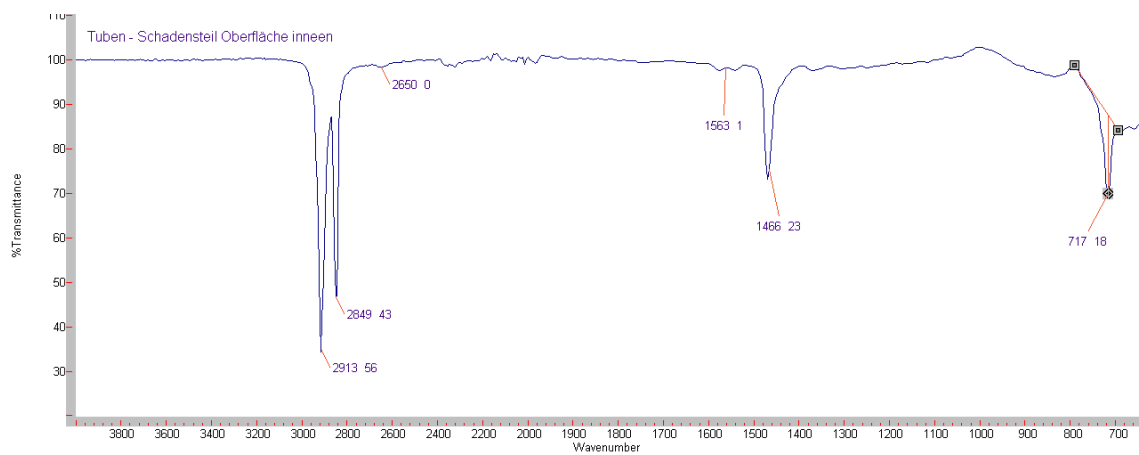
Tube Gutteil ohne Risse - Oberfläche innen



Tube Schadensteil - Oberfläche außen

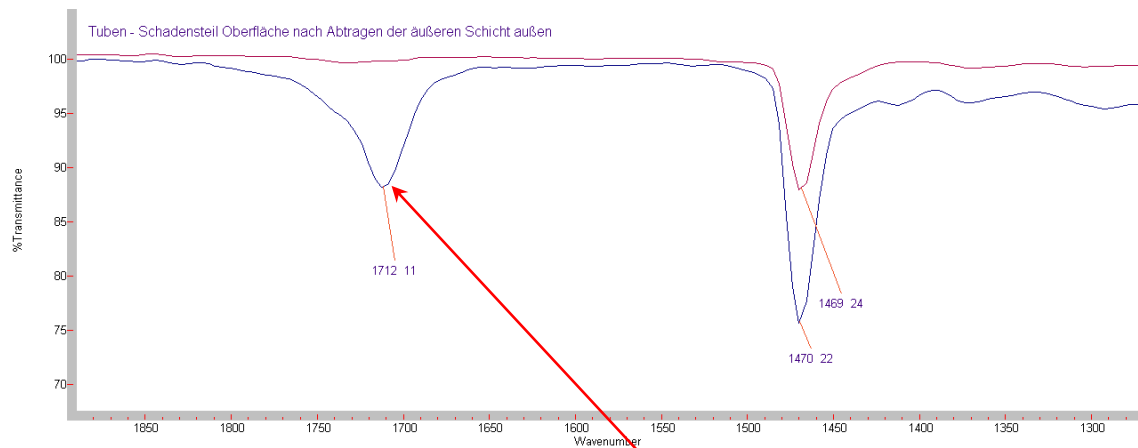


Tube Schadensteil - Oberfläche nach Abtragen der äußeren Schicht



Tube Schadensteil - Oberfläche innen

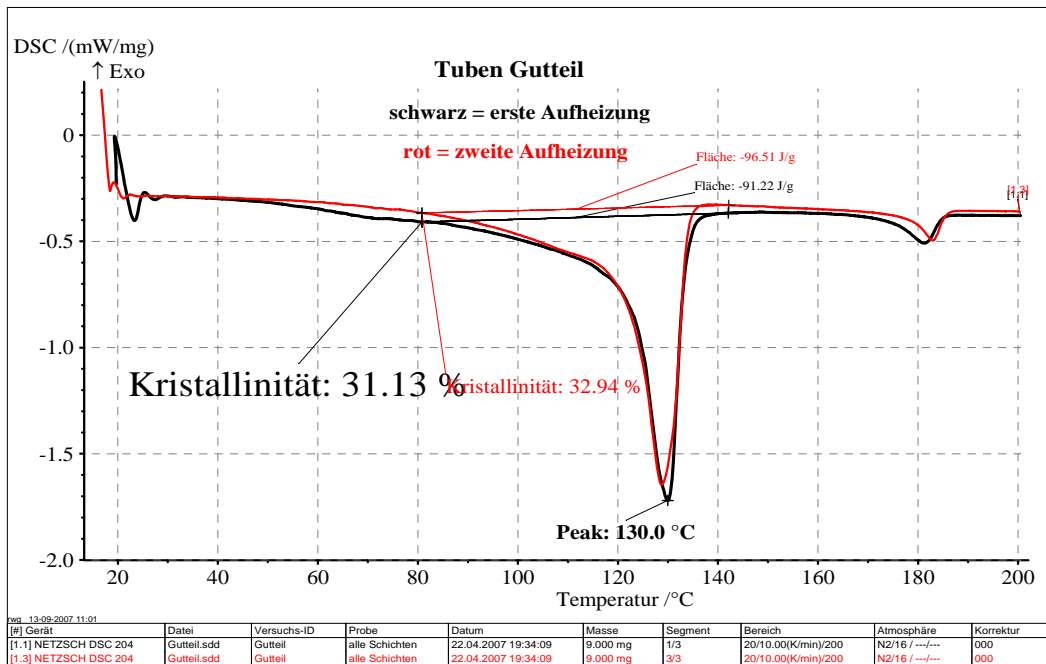
Vergleich der äußeren PE-Schichten des Gutteils (rote Kurve) mit dem Schadensteil (blaue Kurve) im Bereich der oxidativen Schädigung (Carbonylbereich).



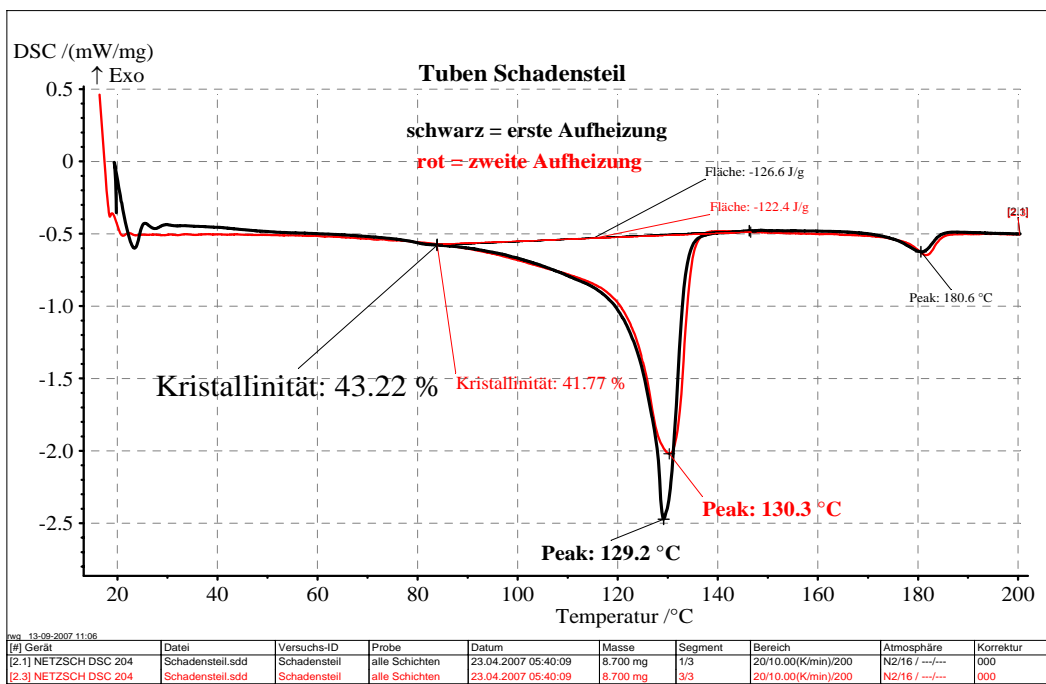
Die äußere PE-Schicht des Schadensteiles weist signifikante Oxidationsbanden mit dem Carbonylpeak bei  $1.713 \text{ cm}^{-1}$  auf. Diese Schädigung tritt bei der Tube im gesamten Umfang der Schicht in gleicher Intensität auf. Eine Schattenzone war nicht zu erkennen. Daraus ist abzuleiten, daß die oxidative Schädigung auf eine thermische Initialschädigung während des Blasvorganges resp. seiner zu forcierten Vorheizphase zurückzuführen ist.

Die Schädigungsschicht befindet sich unter der äußeren dünnen Schicht und wird erst nach dem Abtragen der äußeren Schicht IR-spektroskopisch erkennbar. Die Risse tragen sich in die äußere Schicht hinein.

3.2 Differential-Thermo-Analyse - DSC

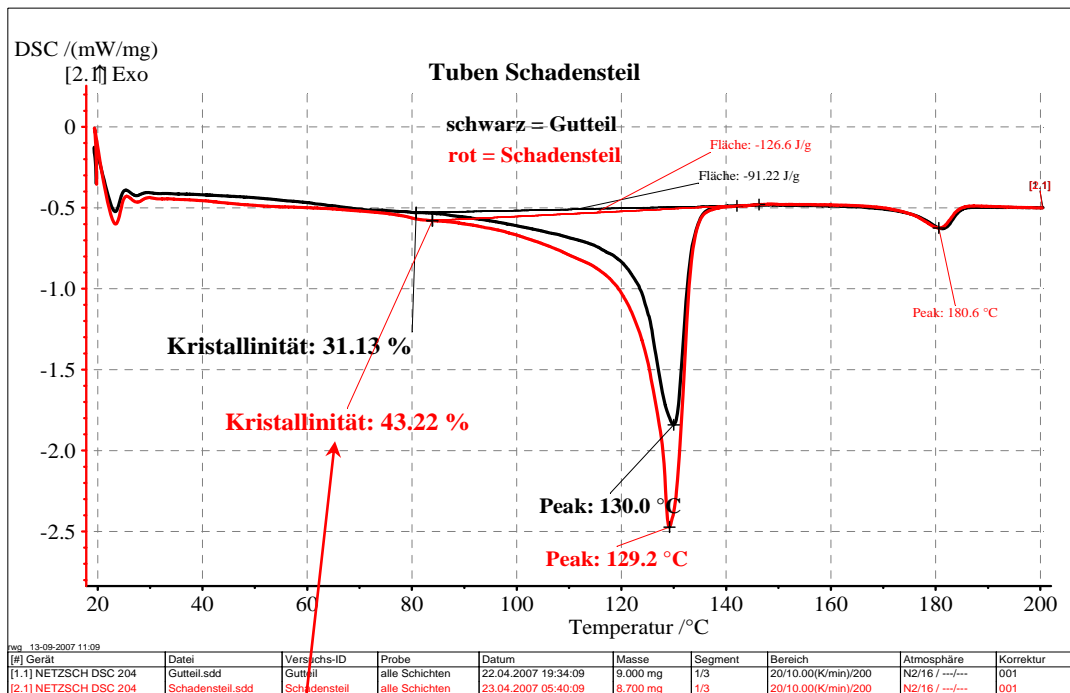


Tube Gutteil - alle Schichten



Tube Schadensteil - alle Schichten

Vergleich der ersten Aufheizungen des Gutteiles mit dem Schadensteil



Signifikant ist die hohe Kristallinität des Schadensteiles, die für die höhere Sprödigkeit steht. Es ist daraus abzuleiten, daß die Schadenstube zu lange Kühlzeiten erfuhr und in der Kälte restreckt wurde. Die hohe Kristallinität als Folge der langen Kühlzeit und die in der Kühlphase erfolgte Reckung führten zum offenen Rissbild. Die Verarbeitung nimmt hier schadensweisenden Einfluß.

3.3 Mikroskopie - Schadensbereich



Risse im äußeren Aufbaugefüge äußere Deckschicht und äußere PE-Schicht waren durchbrochen.

#### 4. Zusammenfassung

Von 2 eingereichten Tuben zeigte eine Tube deutliche Querrisse der äußeren Schicht. Die Risse zeigten sich unter dem Mikroskop als Brüche der äußeren PE-Lage. Die Deckschicht dieser PE-Lage war an gleichen Stellen ebenfalls gebrochen. Die IR-Spektroskopie wies jeweils die äußere Oberflächenlage der Schadenstube und der Gutteiltube als Acrylat-Schicht aus. Die gebrochene Schicht der Schadenstube wie auch die analoge Schicht der Gutteiltube weisen das IR-Spectrum von PE-HD aus. Die äußere PE-Lage der Schadenstube zeigt das beanstandete Rissbild. Die innere PE-HD Schicht weist sowohl bei der Schadenstube wie auch bei der Gutteilprobe keine Risse auf. Während die äußere PE-HD-Schicht der Gutteiltube in dem IR-Spectrum bei  $1.740\text{ cm}^{-1}$  keinen Oxidationsschädigungs-Peak (Carbonyl-Peak) zeigt ist dieser bei der Schadentube signifikant deutlich (IR-Spectren-Vergleich Seite 4). Die innere PE-HD-Schicht beider Tuben zeigte diesen Schädigungs-Peak nicht. Die Differential-Thermo-Analyse (DSC) ergibt bei der Gutteiltube mit dem Schmelzpunkt von  $130^{\circ}\text{C}$  eine Kristallinität von  $31,35\text{ J/g}$ . Die Schadenstube weist mit dem analogen Schmelz-Peak von  $129,2^{\circ}\text{C}$  eine deutlich höhere Kristallinität von  $43,31\text{ J/g}$  auf. Die Schadenstube liegt damit im härteren Bereich.

Als Schadensursache resultieren damit zwei Einflußbereiche. Zum einen wurde die äußere PE-Schicht der Schadenstube zu lange bei zu hohen Temperaturen während des Blasvorganges gekühlt, was zur Erhöhung der Kristallinität führt. Zum anderen ist ein nachträglicher Temperaturvorgang (Lagerung in der Sonne, Wärme etc.) mit gleichem Effekt wirksam. Die zweite Ursache ist auf eine oxidative Schädigung der äußeren PE-Schicht (Carbonyl-Peak) zurückzuführen. Hier deutet sich ebenfalls eine während des Blasformzyklusses zu hohe und zu lange Temperatureinwirkung an. Eine Vorschädigung der Schmelze erweist den gleichen Effekt. Eine zu lange Kühlzeit und die in der Kühlphase erfolgte Reckung führten zum offenen Rissbild. Die Verarbeitung nimmt hier schadensweisenden Einfluß.

R. Wagemann

