



Rosenheim, 05.02.2006

## Analysen-Bericht

Nr. 13

Zum Projekt:

Analyse schwarzer Stippen  
in der Kunststoffoberfläche

### 1. Auftrag

Zu obigem Problem wurde der Unterzeichner zur Durchführung von Analysen beauftragt.

### 2. Sachverhalt

In der Extrusionsfertigung von Rohren kommt es vereinzelt nach der Innen-Kalibrierung zu oben genannten schwarzen Stippen deren Herkunft nicht bekannt war. Mit Hilfe der Analysen soll die Ursache gefunden und Abhilfemaßnahmen begründet werden.

### 3. Proben

- Granulat
- Granulat des grünen Farbbatches
- 2 Scheiben grün mit schwarzer Anspritzung und je 1 schwarzen Stippe im Krater
- weißer Belag vom Sieb

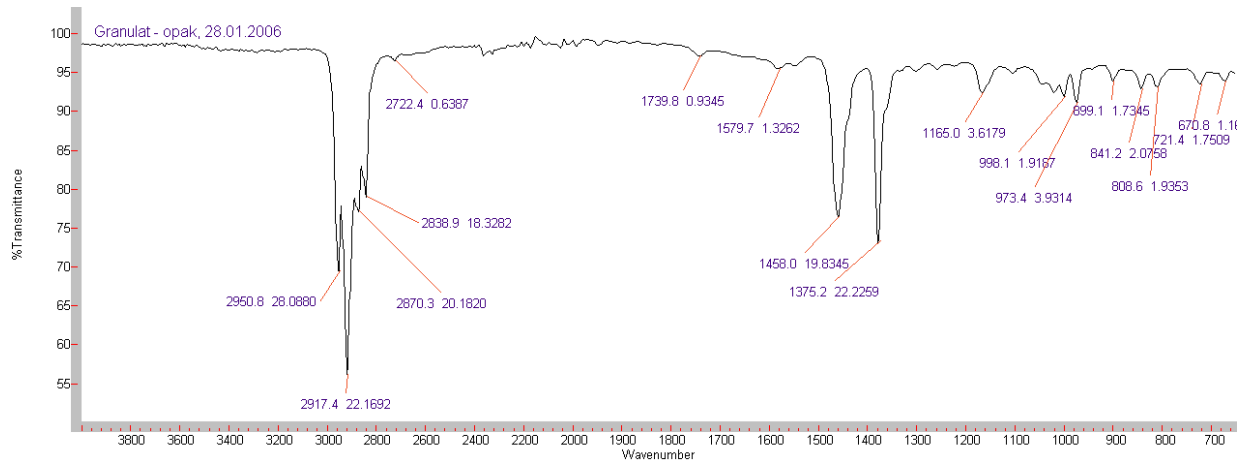
### 4. Untersuchungen

Identifikation organischer Herkunft - Infrarotspektroskopie FT-IR , ATR  
Differential-Thermo-Analys (DTA-DSC)

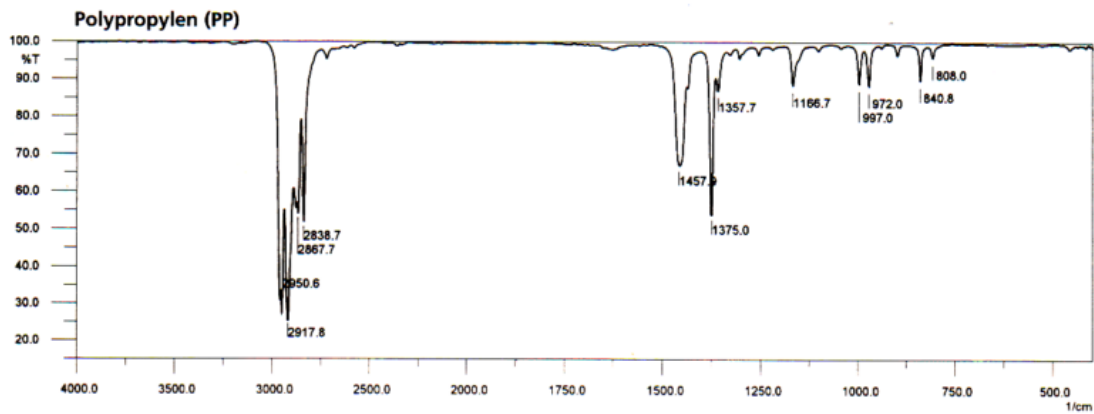
Um die Materialnähe zu beiden Granulaten abzuklären, wurden jeweils IR-Spectren mittels ATR (Attenuated-Total-Reflektion) erstellt.

Die Zuordnung und Kennzeichnung von Fehlergrößen erfolgte anhand des Schmelzbildes der DTA-DSC (Differential-Thermo-Analyse). Unter Auflichtmikroskopie, Raster-Elektronen-Mikroskopie und EDAX erfolgte die Materialerkennung der Stippen.

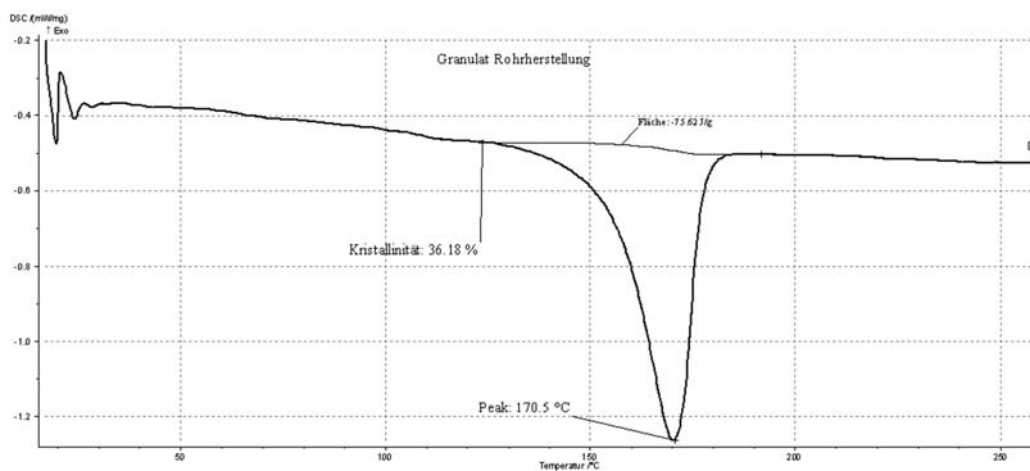
**Granulat - Infrarotspektrogramm**



**Literatur-Vergleichsspektrum**

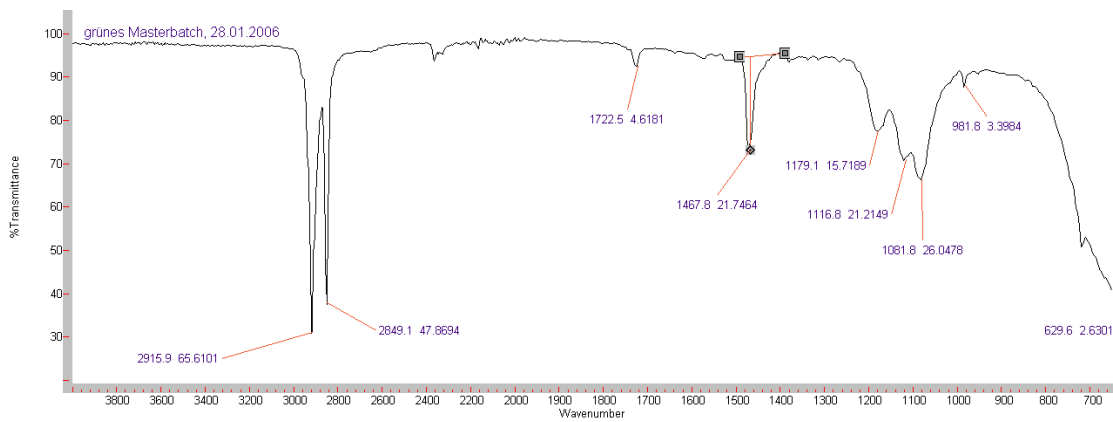


Das Literaturspektrum ist in Bandenlage und –intensitäten dem Probenspektrum als Polypropylen gleich zu setzen. Das Granulat zeigt leichte Oxidationssymptome mit der Bande 1.739  $\text{cm}^{-1}$ . Es liegt eine geringfügige thermisch oxidative Schädigung vor.

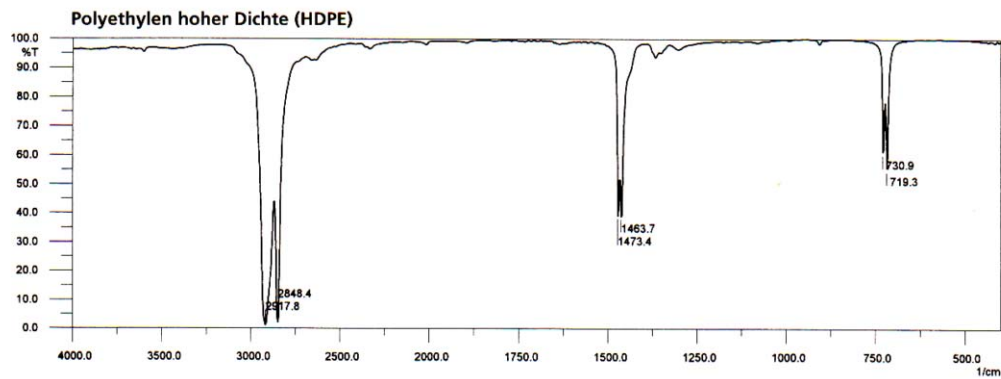


Die Thermoanalyse bestätigt sortenreines Polypropylen. Es ist mit geringen Zusätzen eines PE-Waxes (115°C) versetzt.

### Infrarotspektrogramm des grünen Masterbatches

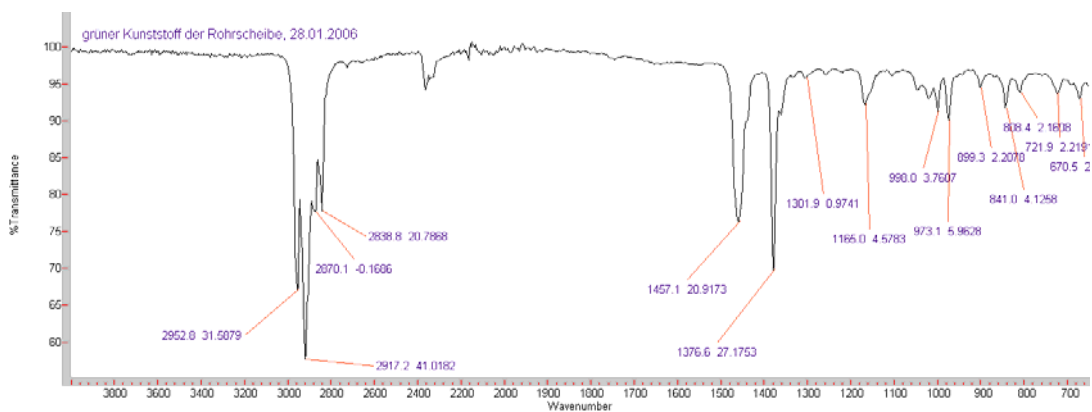


### PE-Literatur-Vergleichsspektrum



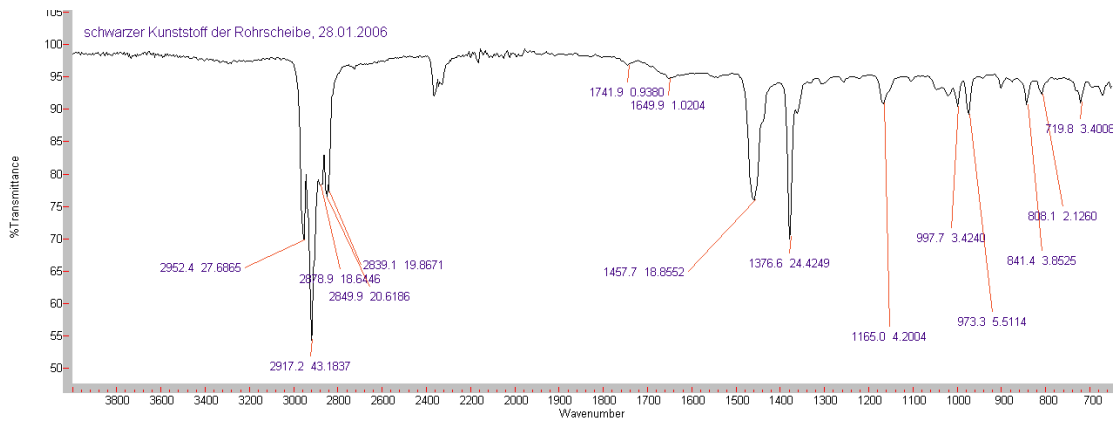
Das Masterbatch zeigte die Banden der Farbmittel (Bereich 1.179 cm<sup>-1</sup> bis 981 cm<sup>-1</sup>) neben den Banden aus Wachszusätzen und Polyethylen. Hinweise auf die schwarzen Stippen waren daraus nicht abzuleiten.

### IR-Spektrum grüner Kunststoff der Scheibe



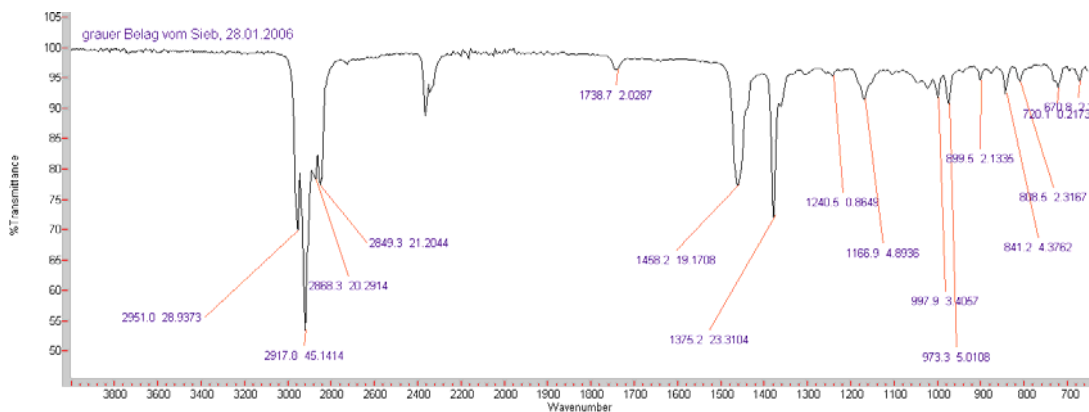
Das IR-Spektrum der grünen Scheibe deckt sich mit dem Spectrum des Granulates und dem des PP.

IR-Spektrum der **schwarzen Zone** der grünen Scheibe



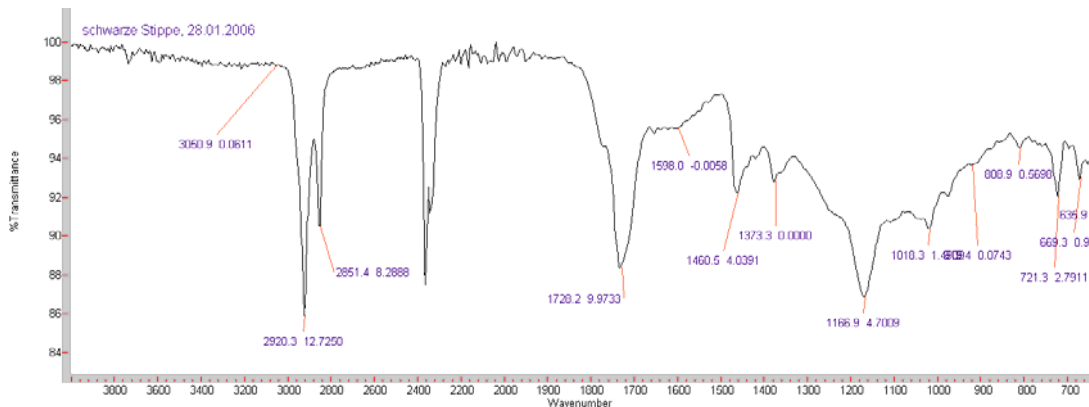
Das Spectrum des schwarzen Teiles deckt sich ebenfalls mit dem vorgenannten.

IR-Spektrum des **weißen Belages** vom Sieb (PE-Beutel)



Das Spectrum weist ebenfalls sortenreines PP mit leichter Oxidationsbande ( $1.738\text{ cm}^{-1}$ ) aus.

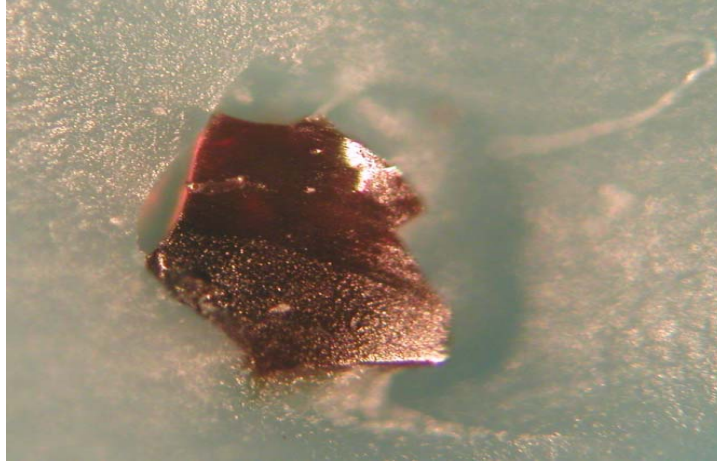
IR-Spektrum der **schwarzen Stippe**



Das Spectrum der schwarzen Stippe weist neben Banden des Polyethylen's hauptsächlich Banden weichgemachten PVC's auf. Die Banden  $1.728\text{ cm}^{-1}$  sowie der starke Komplex um  $1.166\text{ cm}^{-1}$  deuten auf hohen Weichmachergehalt im PVC hin.

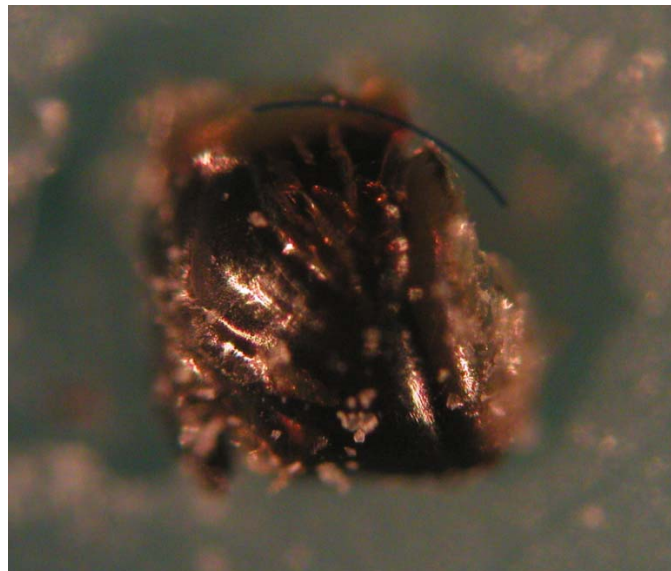
### Mikroskopie

„schwarze“ Stippe Oberseite – 64-fache Vergrößerung



Dem äußeren Erscheinungsbild zufolge (braunes Partikel) in Verbindung mit dem Infrarotspectrum liegt ein thermisch, oxidative zerstörtes PVC-Partikel vor. Insbesondere weist die braune Farbe auf die thermische Zersetzung des PVC's hin.

„schwarze“ Stippe Rückseite – 64-fache Vergrößerung

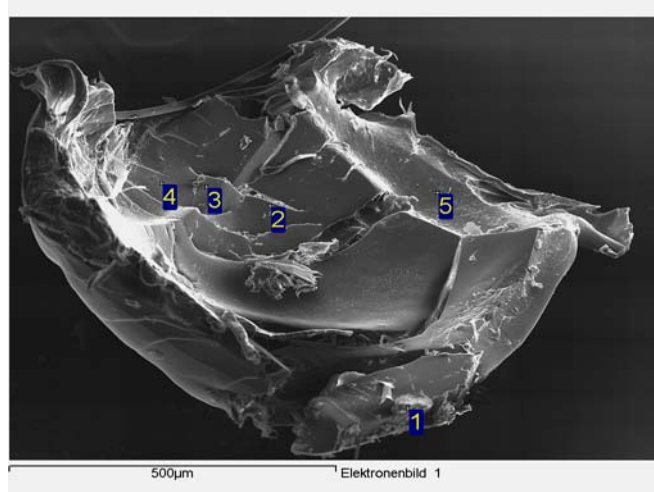


Das Partikel weist sonst keine Merkmale auf, die anhand der äußeren Strukturen auf einen Ursachensektor verweisen würden.

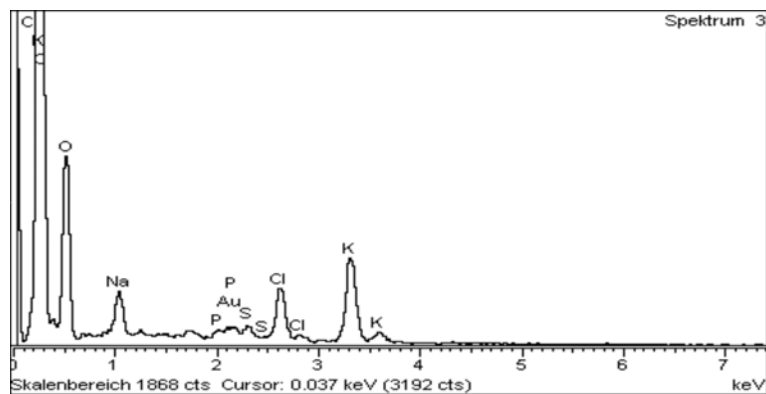
### Raster-Elektronen-Mikroskopie (REM und EDAX)

Die Einlagerung des zweiten Teiles wurde unter dem REM untersucht und mittels EDAX (Elektronen Dispersive Analyse X-Ray) eine Elementbestimmung anorganischer Konvenienz durchgeführt.

#### REM



#### EDAX



Das EDAX-Spektrum zeigt den Chloranteil. Die weiteren Elemente finden sich im PVC teils in Stabilisatoren, Weichmachern und Füllstoffen.

### 5. Zusammenfassung

Für die Zuordnung der Stippen wurden zunächst Referenzspectren und Thermogramme des Granulates und des Masterbatches erstellt. Des weiteren wurde der Siebrückstand (weißer Belag) infrarotspektroskopisch untersucht. Aus den gewonnenen IR-Spektren wurde PP als sortenreines Material identifiziert. Aus diesem wie aus dem Farb-Batch sowie dem weißen Belag folgten keine Hinweise auf das Stippenmaterial. In Zusammenhang des IR-Spektrums mit den REM- und EDAX-Nachweisen folgte die Zuordnung der Stippen zu thermisch, oxidativ zerstörten PVC. Das Material zeigte sich im „verbrannten“ Zustand.

R. Wagemann

