

Einsatz der Pyrolyse-GC/MS zur Untersuchung von Polymeren Materialien in der Schadenanalyse in der Automobilindustrie

Peter Kusch², Volker Obst¹, Dorothee Schroeder-Obst², Gerd Knupp², Wolfgang Fink²

¹Dr. Obst Technische Werkstoffe GmbH, 53359 Rheinbach

²Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, FB Angewandte Naturwissenschaften,

<http://www.h-brs.de>

Einleitung

Der zunehmende Einsatz der Polymerwerkstoffe in der Automobilindustrie erfordert empfindliche und zuverlässige Methoden zur Analyse der verwendeten Stoffe. Bei Schadenanalysen an Komponenten in Kraftfahrzeugen stehen oftmals nur wenige Informationen über das Bauteil selbst, wie die chemische Zusammensetzung, die Temperaturbeständigkeit, mögliche Kontaminierungsstoffe oder mechanische Eigenschaften zur Verfügung. Der Schadensbereich ist meistens begrenzt und nicht immer homogen. Zur Klärung des Schadens stehen häufig nur kleine Probenmengen zur Verfügung, die jedoch für die Erkennung der Schadensursache von großer Bedeutung sein können.

Problemstellung

In einem Schadensfall war zu klären, warum bestimmte KFZ-Komponenten in Feldversuchen und auf Prüfständen ausfielen. Abbildung 1 zeigt Ablagerungen an der Wand eines Hydraulikzylinders, der durch eine undichte Stelle zwischen oberer und unterer Druckkammer ausfiel. Hier war zu klären, aus welchen Komponenten (Dichtringe, Druck- oder Prüfmedien) des Kolbens die Ablagerungen stammen. Bei den Untersuchungen wurde die analytische Pyrolyse in Kombination mit der GC/MS angewandt.

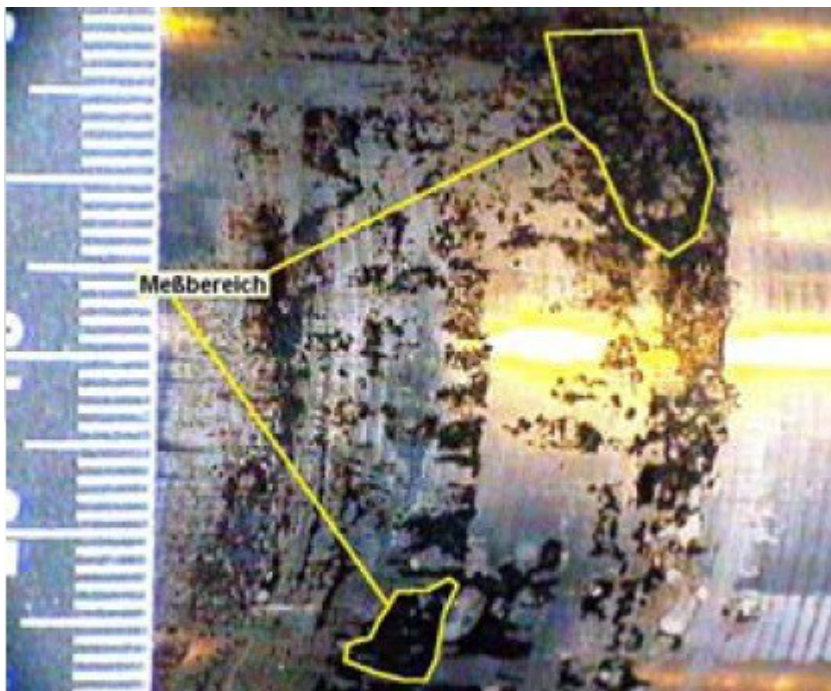


Abbildung 1: Ablagerungen an der Innenoberfläche eines Hydraulikzylinders.

Experimenteller Teil

Die Probenahme der Ablagerung erfolgte durch Abreiben der betroffenen Metalloberfläche mit Quarzglaswolle. Die mit den Ablagerungen angereicherte Quarzglaswolle wurde in den Pyrolyseofen gegeben und im Heliumgasstrom bei 700 °C pyrolysiert (Pyrojector II, SGE). Die Pyrolyseprodukte wurden dann dem GC/MS Gerät (Trace 2000/Voyager, Thermo) zugeführt und analysiert.

Ergebnisse

Abbildung 2 zeigt das bei einer Pyrolysetemperatur von 700 °C erhaltene Pyrogramm der Anhaftungen. Anhand der Referenzmaterialien konnten in den Anhaftungen des Hydraulikzylinders ein Mineralöl und Silikongummi (PDMS) identifiziert werden. Die Hauptzersetzungsprodukte des Silikongummis sind Hexamethylcyclotrisiloxan (RT = 12.41 min), Octamethylcyclotetrasiloxan (RT = 19.03 min) und Decamethylcyclopentasiloxan (RT = 23.64 min). Die im Pyrogramm der Ablagerung identifizierten Pyrolyseprodukte, wie Buten (RT = 5.94 min), Benzol (RT = 8.16 min), Toluol (RT = 11.02 min), sowie Styrol (RT = 16.06 min) ließen sich dem Styrol-Buten/Butadien-Kautschuk (SBR) zuordnen. Ausgeschlossen wurde der ursprünglich vermutete hydrierte Nitril-Butadien-Kautschuk (HNBR), aus dem die Dichtringe bestanden. Im Pyrolysat der Ablagerung fand sich keine der charakteristischen Zersetzungssubstanzen der HNBR-Pyrolyse, etwa Methacrylnitril, Anilin, Benzonitril oder Tolunitril.

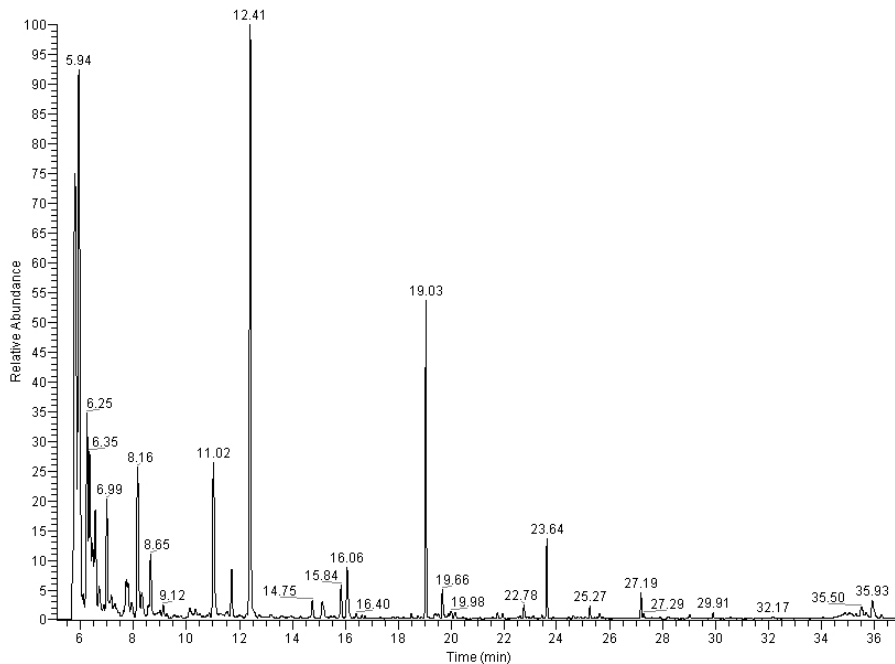


Abbildung 2: Pyrolyse-GC/MS Chromatogramm der Ablagerung am Hydraulikzylinder.

Fazit

Die Pyrolyse-GC/MS hat sich als ein wertvolles Werkzeug zur Schadenerkennung in der Automobilindustrie erwiesen. Die Anhaftungen am Hydraulikzylinder eines PKW konnten bestimmten Bauteilekomponenten des Fahrzeugs zugeordnet werden und ergaben damit Hinweise auf Maßnahmen, die im Weiteren zur Mängelbeseitigung führten.

Literatur

[1] P. Kusch et al., LCGC AdS, Juli/August 2008, 5-11.