

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Schadensanalyse
Bedeutende instrumentelle Analysemethoden für die
Schadensanalyse an Elastomerprodukten

VDI 3822
Blatt 2.2.10 / Part 2.2.10

Failure analysis
Significant instrumental analysis methods for
failure analysis of elastomeric products

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

The German version of this standard shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note.....	2
Einleitung.....	2	Introduction.....	2
1 Anwendungsbereich.....	4	1 Scope.....	4
2 Normative Verweise.....	5	2 Normative references.....	5
3 Abkürzungen.....	5	3 Abbreviations.....	5
4 Analysemethoden für die Schadensanalyse.....	6	4 Failure analysis methods.....	6
4.1 Mikroskopie/Tomografie	6	4.1 Microscopy/tomography.....	6
4.2 Methoden der thermischen Analyse.....	7	4.2 Thermal analysis methods	7
4.3 Spektroskopische Methoden	7	4.3 Spectroscopic methods	7
4.4 Chromatografische Methoden.....	8	4.4 Chromatographic methods.....	8
4.5 Methoden der mechanischen Prüfung.....	8	4.5 Mechanical testing methods.....	8
4.6 Extraktion.....	9	4.6 Extraction.....	9
4.7 Prüfung der Beständigkeit.....	9	4.7 Stability test	9
Schrifttum	9	Bibliography	9

VDI-Gesellschaft Materials Engineering (GME)
Fachbereich Werkstofftechnik

VDI-Handbuch Werkstofftechnik
VDI-Handbuch Fabrikplanung und -betrieb, Band 1: Betriebsüberwachung/Instandhaltung
VDI-Handbuch Kunststofftechnik

VDI-Handbuch Produktentwicklung und Konstruktion

VDI-Handbuch Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen, Band 3: Verfügbarkeit/Schadensanalyse

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi.de/richtlinien), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Einleitung

Durch Schadensanalysen sollen die Ursachen für schadhafte Veränderungen bei Werkstoffen und Produkten bis hin zum Versagen aufgedeckt werden. Die sich hieraus ergebenden Erkenntnisse bilden die Grundlage gezielter Maßnahmen zur Schadensabhilfe und -verhütung. Eine der Hauptaufgaben der Schadensanalyse ist die Auswahl geeigneter Untersuchungsverfahren und die wissenschaftlich fundierte, zusammenfassende Auswertung der Einzelergebnisse. Die Richtlinienreihe VDI 3822

- definiert Begriffe,
- benennt einheitlich Schadensarten und beschreibt diese,
- leitet zur systematischen Vorgehensweise bei der Schadensanalyse an,
- gewährleistet Vergleichbarkeit der Ergebnisse verschiedener Untersuchungsstellen und
- schafft Voraussetzungen zur nachvollziehbaren Dokumentation.

Aufgrund der häufig gleichzeitig auftretenden chemischen, thermischen und mechanischen Belastungen von Elastomerprodukten überschneiden sich die Schadensphänomene teilweise. Folglich ergeben sich verschiedene Schadensphänomene bzw. -bilder, welche auch in anderen Blättern der VDI 3822 bereits beschrieben sind.

In dieser Richtlinie wird zwischen den Begriffen *Belastung* und *Beanspruchung* nach folgender Begriffsdefinition unterschieden:

- **Belastung:**
Einflussgrößen, die von außen auf das Bauteil einwirken
- **Beanspruchung:**
Reaktion des Materials (z.B. Spannung, Verformung usw.) auf die Last (bzw. die Belas-

Preliminary note

The content of this standard has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the standard VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this standard without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions (www.vdi.de/richtlinien) specified in the VDI Notices.

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this standard.

Introduction

The purpose of failure analysis is to discover the causes of defective changes in materials and products, some of which can lead to failure. The resulting knowledge provides a basis for specific measures to correct and prevent defects. One of the main tasks of failure analysis is to select appropriate investigation methods and evaluate the individual findings in a comprehensive and scientifically sound way. The objective of the series of standards VDI 3822 is to

- provide definitions of terms,
- designate and describe types of failure in a uniform manner,
- provide directions for performing failure analyses in a systematic way,
- ensure the comparability of the results obtained by different analytical laboratories, and
- establish requirements for comprehensible documentation.

As a result of the often simultaneous occurrence of chemical, thermal and mechanical stresses on elastomer products, some of the failure phenomena overlap. This results in various failure phenomena and failure symptoms which have already been described in other parts of the series of standards VDI 3822.

This standard makes a distinction between the terms *load* and *stress* in accordance with the following definition:

- **load:**
influence quantities acting on the component from the outside
- **stress:**
reaction of the material (e.g. tension, deformation) to the load, which can lead to failure

tung), die bei Überschreiten der Beanspruchungsgrenzen zu einem Schadensfall führen kann

Siehe zudem VDI 3822 Blatt 2.1.4.

Einteilung Richtlinienreihe VDI 3822 Blatt 2.2

Gemäß dem Bild, dass Schäden an Elastomerprodukten durch Fehler in der Konstruktion (inklusive der Umsetzung von Anforderungen), im Werkstoff, in der Verarbeitung und während der Nutzung entstehen können, wurde die Richtlinienreihe folgendermaßen strukturiert:

- Die werkstoffübergreifende Richtlinie VDI 3822 behandelt Grundlegendes zur Vorgehensweise.
- Eine Richtlinie erörtert allgemeine Gesichtspunkte zum komplexen Thema *Alterung von Elastomeren* (Blatt 2.2.1).
- Drei Richtlinien beschreiben mögliche Ursachen, die bereits vor der Nutzung auftreten können (Blatt 2.2.2 bis Blatt 2.2.4).
- Fünf Richtlinien beziehen sich auf mögliche Ursachen während der Nutzung (Blatt 2.2.5 bis Blatt 2.2.9).
- Eine Richtlinie erläutert die bedeutenden instrumentellen Analysemethoden in der Schadensanalyse (Blatt 2.2.10).

Blatt 2.2.1	Schäden an Elastomerprodukten durch Alterung (in Vorbereitung)
Blatt 2.2.2	Schäden an Elastomerprodukten durch Fehler bei der Compoundherstellung (in Vorbereitung)
Blatt 2.2.3	Schäden an Elastomerprodukten durch Fertigungsfehler
Blatt 2.2.4	Schäden an Elastomerprodukten durch Fehler bei der Konstruktion
Blatt 2.2.5	Schäden an Elastomerprodukten durch mechanische Beanspruchung
Blatt 2.2.6	Schäden an Elastomerprodukten durch tribologische Beanspruchung (in Vorbereitung)
Blatt 2.2.7	Schäden an Elastomerprodukten durch thermische Beanspruchung
Blatt 2.2.8	Schäden an Elastomerprodukten durch mediale Beanspruchung
Blatt 2.2.9	Schäden an Elastomerprodukten durch klimatische Beanspruchung
Blatt 2.2.10	Bedeutende instrumentelle Analysemethoden für die Schadensanalyse an Elastomerprodukten

when the stress limits are exceeded

See also VDI 3822 Part 2.1.4.

Structure of the series of standards VDI 3822 Part 2.2

According to the pattern that defects in elastomer products can result from defects in the design (including the implementation of requirements), in the material, during the manufacturing process, and during use, this series of standards is structured as follows:

- The standard VDI 3822 applies to various different materials and deals with fundamental questions of procedure.
- One standard describes general aspects of the complex topic of the *aging of elastomers* (Part 2.2.1).
- Three standards describe possible causes which can occur before use (Part 2.2.2 to Part 2.2.4).
- Five standards refer to possible causes which can occur during use (Part 2.2.5 to Part 2.2.9).
- One standard explains significant instrumental methods used in failure analysis (Part 2.2.10).

Part 2.2.1	Defects on elastomeric products caused by aging (in preparation)
Part 2.2.2	Defects on elastomeric products caused by faulty compounding (in preparation)
Part 2.2.3	Defects on elastomeric products caused by faulty processing
Part 2.2.4	Defects on elastomeric products caused by faulty design
Part 2.2.5	Defects on elastomeric products caused by mechanical stress
Part 2.2.6	Defects on elastomeric products caused by tribological stress (in preparation)
Part 2.2.7	Defects on elastomeric products caused by thermal-induced stress
Part 2.2.8	Defects on elastomeric products caused by media-induced stress
Part 2.2.9	Defects on elastomeric products caused by climate-induced stress
Part 2.2.10	Significant instrumental analysis methods for failure analysis of elastomeric products

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/3822.

Die Richtlinien VDI 3822 Blatt 2.2.1 bis Blatt 2.2.10 gelten jeweils nur in Verbindung mit der Richtlinie VDI 3822.

Bei der Ermittlung möglicher Schadensursachen ist zu berücksichtigen, dass sehr ähnliche Schadensbilder durch unterschiedliche Ursachen bzw. Beanspruchungsarten entstehen können. Insofern kann nicht davon ausgegangen werden, dass eine Schadensursache eindeutig identifiziert ist, sobald in einem der Beiblätter ein Schadensphänomen mit dem vorliegenden Schadensbild übereinstimmt. Es liegt aufgrund der fehlenden Eindeutigkeit in der Verantwortung des Anwenders dieser Richtlinie, stets alle Beiblätter zu berücksichtigen, sofern nicht das Schadensumfeld Ausschlüsse zulässt.

1 Anwendungsbereich

Gemäß dem in VDI 3822 vorgeschlagenen Vorgehen hat die instrumentelle Analytik eine wesentliche Rolle am Erfolg einer Schadensanalyse an Elastomerprodukten. Der Schadensanalytiker muss in der Lage sein, für eine erarbeitete Fragestellung die geeigneten Analysemethoden zu identifizieren und deren Potenzial zur Problemlösung kennen. Er muss einordnen können, welche Art von Erkenntnissen eine Methode in dem vorliegenden Schadensfall erwarten lässt bzw. anhand welcher Methode eine gewünschte Aussage getroffen werden kann.

Im Folgenden werden in der Schadensanalyse von Elastomerprodukten häufig eingesetzte Methoden aufgeführt, deren Abkürzungen, wie sie in den anderen Beiblättern genutzt werden, definiert, deren Funktionsprinzip knapp skizziert und beispielhaft erläutert, welche Eigenschaften damit charakterisiert werden können. Es werden zudem Beispiele von Anwendungen aus der Schadensanalyse genannt.¹⁾ Die zugrunde liegenden Mechanismen der Schädigung werden in den betreffenden Blättern der Richtlinie beschrieben.

Die nachfolgenden Tabellen in Abschnitt 4 ordnen die Analysemethoden der folgenden Überordnung zu:

- mikroskopische Verfahren (Abschnitt 4.1)
- Methoden der thermischen Analyse (Abschnitt 4.2)
- spektroskopische Methoden (Abschnitt 4.3)

A catalogue of all available parts of this series of standards can be accessed on the Internet at www.vdi.de/3822.

The standards VDI^o3822 Part 2.2.1 to Part^o2.2.10 are only valid in conjunction with the standard VDI 3822.

When determining possible causes of failure, it should be kept in mind that greatly similar failure symptoms can result from different causes and/or types of stress. Hence, it cannot be assumed that a cause of failure has been clearly identified just because a failure phenomenon described in one of the standards matches these failure symptoms. As a result of this lack of clarity, the user of this series of standards is responsible at all times for taking all standards into consideration, unless the environment of the failure justifies ruling out individual standards.

1 Scope

In accordance with the procedure proposed according to VDI 3822, instrumental analytics plays an important role in the success of failure analysis for elastomeric products. The failure analyst must be in a position to identify appropriate methods of analysis for answering a certain question and know their potential for solving the problem in hand. He must be able to judge what kind of knowledge a method can be expected to provide in the failure case in hand and/or which method will allow a desired statement to be made.

There now follows a list of methods frequently used in failure analysis for elastomeric products, definitions of the acronyms as used in the other parts of the standard, short descriptions of the operating principle of the different methods and examples of the properties which they can be used to characterize. Examples of applications known from failure analysis are also given¹⁾. The underlying failure mechanisms are described in the other relevant parts of the standard.

The following tables in Section 4 classify the methods of analysis as follows:

- microscopic methods (Section 4.1)
- thermal analysis methods (Section 4.2)
- spectroscopic methods (Section 4.3)

¹⁾ Die Angaben in den Tabellen sind beispielhaft und erheben nicht den Anspruch auf Vollständigkeit. /
The data given in the tables are examples only and do not profess to be exhaustive.

- chromatografische Methoden (Abschnitt 4.4)
- Methoden der mechanischen Prüfung (Abschnitt 4.5)
- sonstige Methoden (Abschnitt 4.6 und Abschnitt 4.7)

Zu beachten ist, dass in den meisten Fällen erst eine Kombination geeigneter Methoden aussagekräftige Ergebnisse zulässt. Ob eine Methode zur Anwendung gelangt, hängt von den Rahmenbedingungen des Einzelfalls ab, nämlich welche Fragestellung zu beantworten ist, welche Proben²⁾ dazu erforderlich und welche verfügbar sind.

2 Normative Verweise

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieser Richtlinie erforderlich:

VDI 3822:2011-11 Schadensanalyse; Grundlagen und Durchführung einer Schadensanalyse

- chromatographic methods (Section 4.4)
- mechanical testing methods (Section 4.5)
- other methods (Section 4.6 and Section 4.7)

It should be noted that meaningful results can usually only be achieved by combining appropriate methods. The question as to whether to use a method depends on the basic conditions in individual cases, i.e. which question is to be answered, which samples²⁾ are necessary for this and which of these are available.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this standard:

VDI 3822:2011-11 Failure analysis; Fundamentals and performance of failure analysis

²⁾ Damit ist beispielsweise gemeint, dass die Ermittlung mechanischer Werkstoffkennwerte wie die Reißdehnung nur anhand von Prüfkörpern möglich ist. Das vorhandene Schadensprodukt und die Referenzprodukte müssen die Entnahme von derartigen Proben erlauben. /

This for example means that mechanical material characteristics such as the elongation at break can only be determined using test specimens. The existing defective product and the reference products must allow test specimens of this kind to be taken.