



Möglichkeiten der betrieblichen Produktüberwachung

Tage der Holzforschung iVTH, Braunschweig 20.-21. März 2014

Vera Steckel, Jörg Hasener

GreCon

Möglichkeiten der betrieblichen Produktüberwachung

- Platteneigenschaften – wie z. B. die Formaldehydabgabe – unterliegen verschiedenen Vorgaben
- um deren Einhaltung sicherzustellen und zu dokumentieren erfolgen
 - Klassifizierungsprüfungen = Erstprüfungen
 - **Prüfungen im Rahmen der werkseigenen Produktionskontrolle (WPK) = Eigenüberwachung**
 - ggf. Fremdüberwachung

Möglichkeiten der betrieblichen Produktüberwachung

- spezielle Methoden zur WPK
 - Warum?
 - Referenzmethoden zu langwierig/teuer/anspruchsvoll
 - Anforderungen an Methoden zur WPK
 - Korrelation zur Referenzmethode, gleichzeitig
 - robust
 - durchführbar im werkseigenen Labor
 - (relativ) schnell

Formaldehyd

Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd

Referenzmethode: Prüfkammer
nach EN 717-1



abgeleitete Methoden:



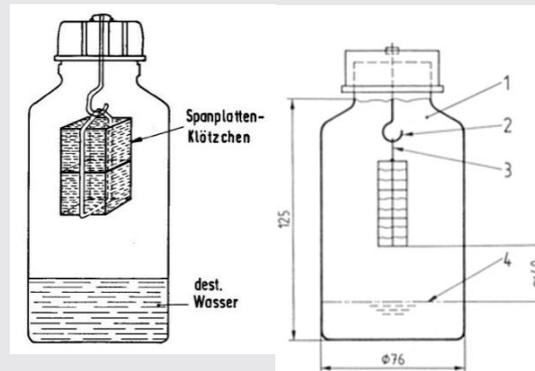
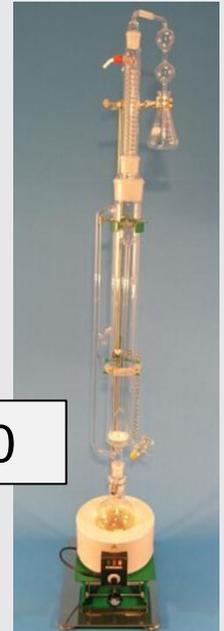
SP, Thünen-Institut

Bei uns hat Innovation Tradition



Gasanalyse EN 717-2

Perforator EN 120



Flaschenmethode
EN 717-3

Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd

- Meyer, B. und Schwab, H.; Holz-Zentralblatt Nr. 48 (2.12.2011):
 - keine allgemeinen Korrelationen zwischen Prüfkammerergebnissen und Ergebnissen aus Perforator- oder Gasanalyse-Methode für emissionsarme Spanplatten



Gasanalyse EN 717-2



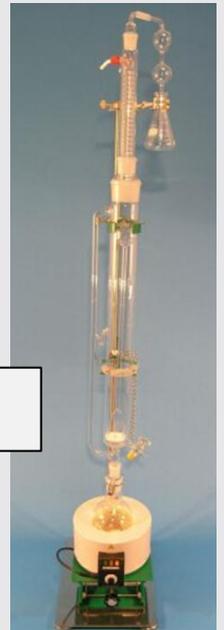
Perforator EN 120

Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd

- Meyer, B. und Schwab, H.; Holz-Zentralblatt Nr. 48 (2.12.2011):
 - Erstellung von produktspezifischen Korrelationen mit mindestens fünf Wertepaaren (vgl. CARB)
 - Gasanalyse-Methode im Vorteil gegenüber Perforator-Methode wg. niedrigerer Nachweisgrenzen und gesundheitlicher Aspekte

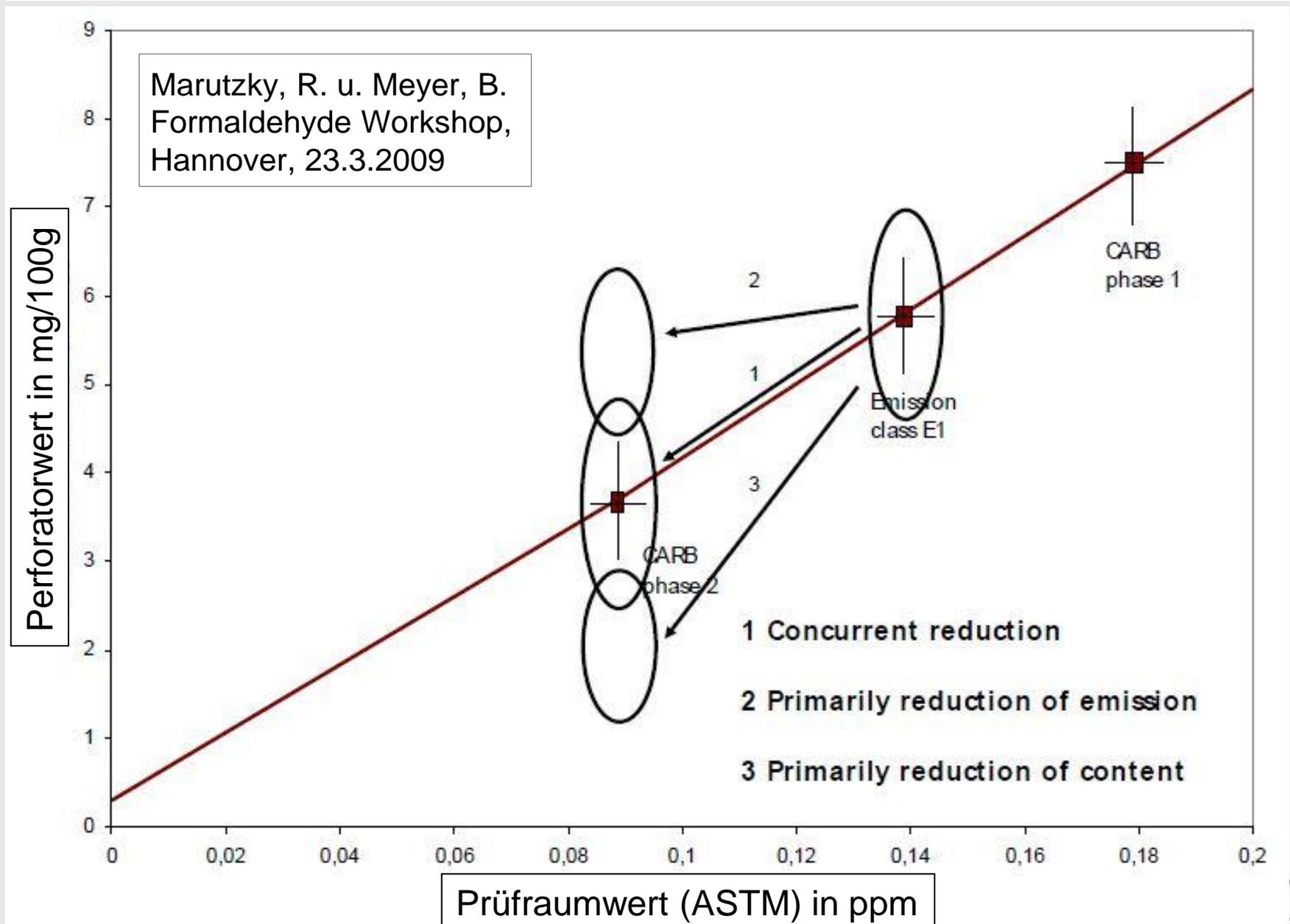


Gasanalyse EN 717-2



Perforator EN 120

Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd



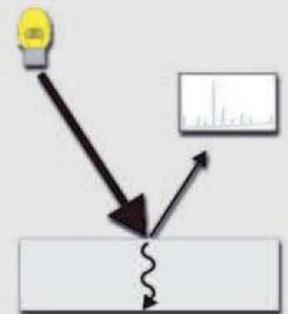
Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd

- **für die abgeleiteten Methoden gilt:**
 - mehrere Stunden, bevor Ergebnis vorliegt
 - viele manuelle Tätigkeiten nötig
 - nur sehr geringer Anteil der Produktion wird beprobt
(z. B. 1x pro Schicht)
 - nicht zur Prozessoptimierung geeignet

neue Möglichkeiten zur Überwachung - Formaldehyd

■ NIR-Spektroskopie

- berührungslos, ohne Probenvorbereitung
- Sensorik unkompliziert und robust
- Messung automatisierbar, Ergebnis liegt schnell vor
 - Einsatz im Labor und on-line
 - komplexe Spektren durch zahlreiche Einflüsse
 - Auswertung über Chemometrie,
aufwändige Kalibrierung/Validierung
- noch nicht in der Praxis validiert/etabliert



neue Möglichkeiten zur Überwachung - Formaldehyd

■ Spanemissionsanalyse (HWS-Kolloquium IHD 2013)

- Emissionsmessung an Diagonalsägespänen
- Analytik: automatisierte Acetyl-Aceton-Methode
- Messtakt: 10 min.
 - apparativer Aufwand für Probenbereitstellung, -vorbereitung u. Analytik
 - direkte Messung!
- noch in der Entwicklung



Möglichkeiten der betrieblichen Produktüberwachung

VOC

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- CEN/TS 16516 legt horizontale Referenzverfahren fest:
Emissionsprüfkammer-Verfahren nach ISO 16000-9

- mit Probenahme/Analytik nach ISO 16000-6

- Tenax TA & TD-GC-MS



- mit Probenahme/Analytik nach ISO 16000-3

- DNPH & HPLC

speziell für
Aldehyde



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- CEN/TS 16516 legt horizontale Referenzverfahren fest:
Emissionsprüfkammer-Verfahren nach ISO 16000-9

Vgl. Formaldehyd: Referenzverfahren zu
aufwendig für die werkseigene
Produktionskontrolle

speziell für
Aldehyde



Waters



Shimadzu

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- für Formaldehyd: zahlreiche abgeleitete Methoden zur WPK
- was schlägt die CEN/TS 16516 für VOC vor?
 - **Indirekte Verfahren**, Begriff umfasst „jegliche vereinfachte, Screening-, Sekundär-, abgeleitete oder alternative Verfahren“
 - Abschnitt 11: Grundanforderungen, die jedes indirekte Verfahren einhalten muss
 - Anhang B: informativ, Beispiele für indirekte Verfahren

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- **CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Abschnitt 11):**
 - Ergebnis muss mit dem des Referenzverfahrens vergleichbar sein oder korrelieren
 - in der Regel nicht horizontal, sondern auf bestimmtes Produkt oder Produktgruppe beschränkt – wie in Produktnorm festgelegt
 - Anwendungsbereich ist spezifisch und begrenzt (z. B. auf Produktformulierungen, Produktionsparameter), ebenso die Gültigkeit der ermittelten Korrelation

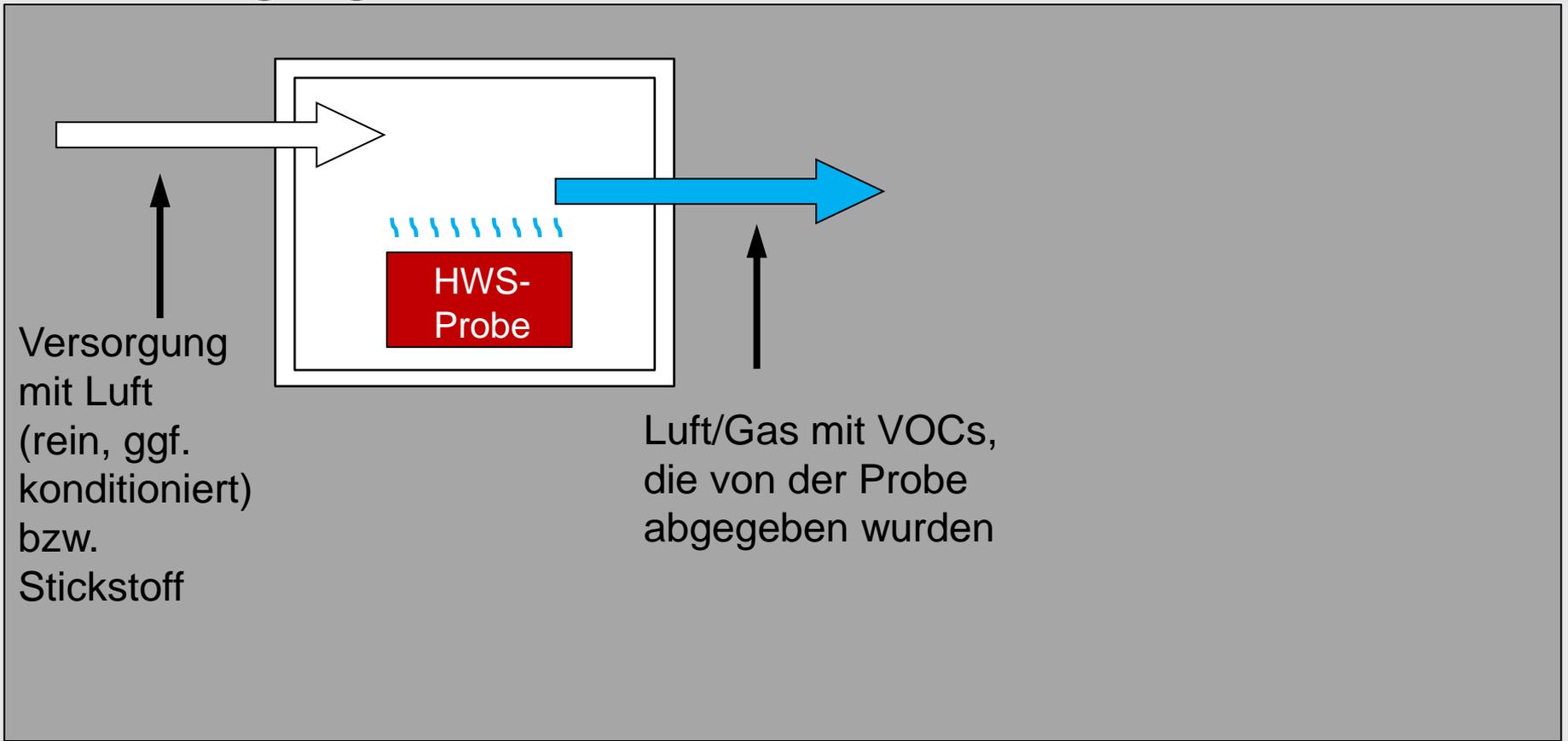
Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- **CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)**
 - **B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen**
 - B.2.1 Emissionsprüfzelle
 - B.2.2 Mikroprüfkammer
 - B.2.3 Thermische Extraktion

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

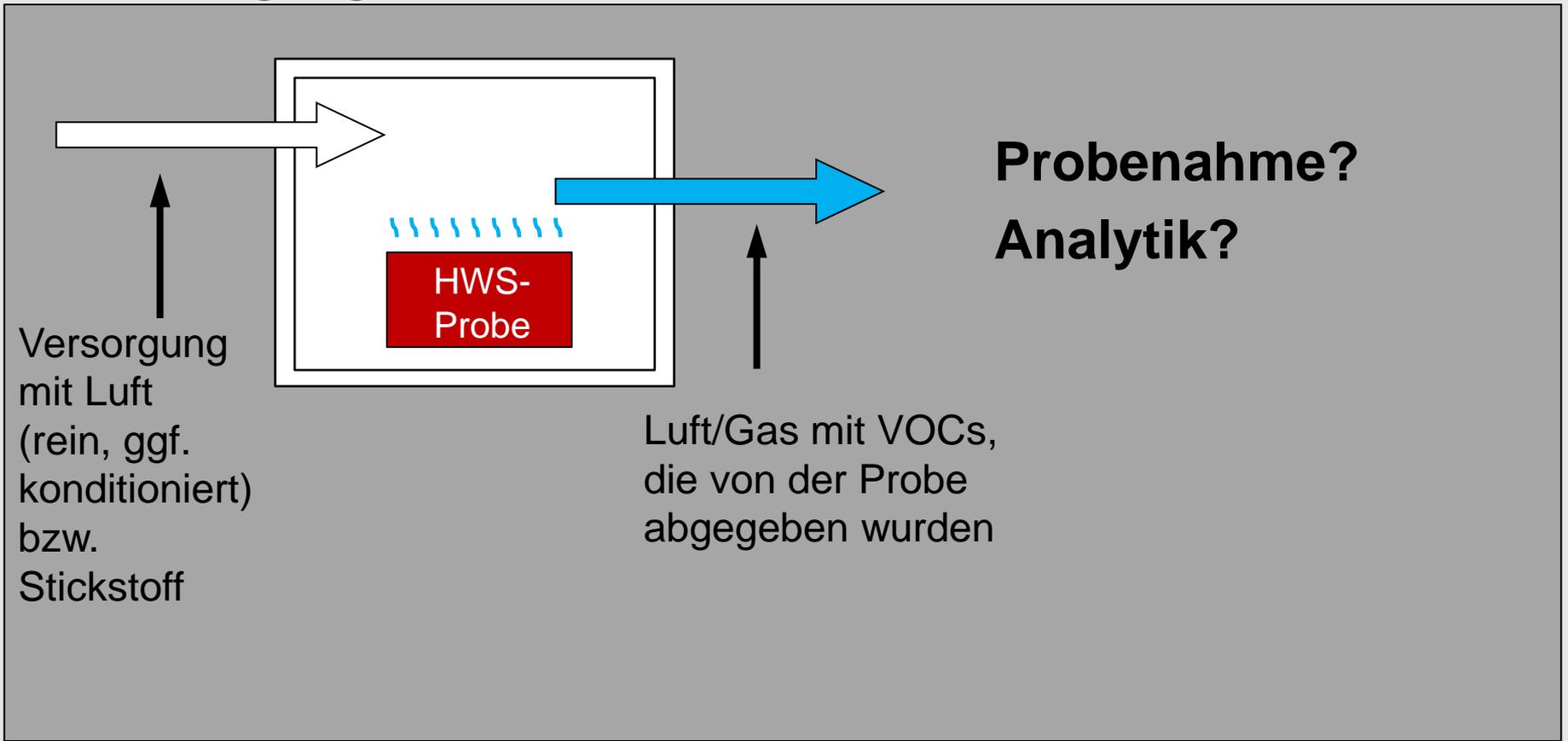
■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

■ genereller Hinweis:

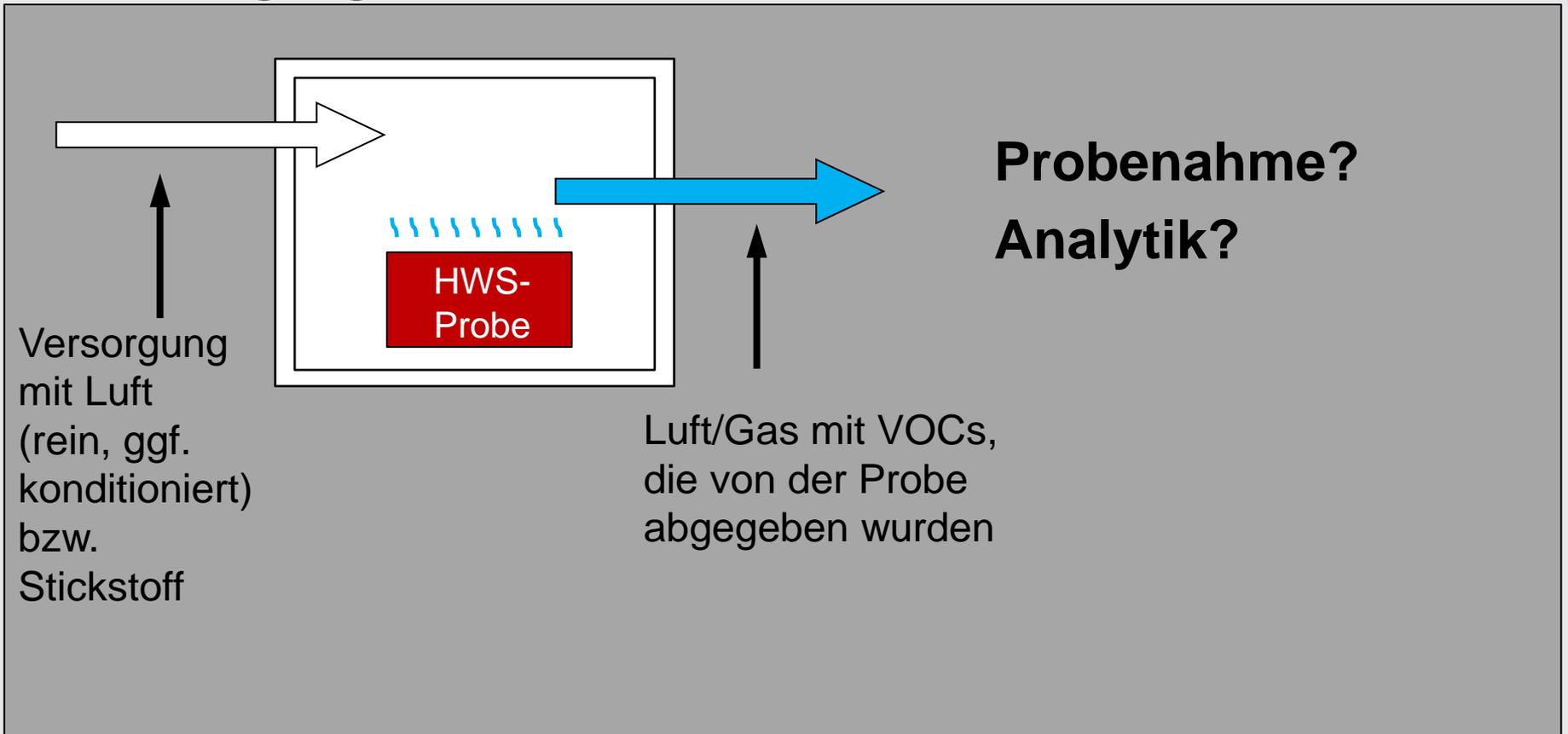
- enthält das indirekte Verfahren einen Schritt, in dem flüchtige Stoffe in die Luft einer Kammer abgegeben werden, verbessert sich die Korrelation zur Referenzverfahren, wenn die **anschließende Analytik wie im Referenzverfahren erfolgt**

■ Alternativen?

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

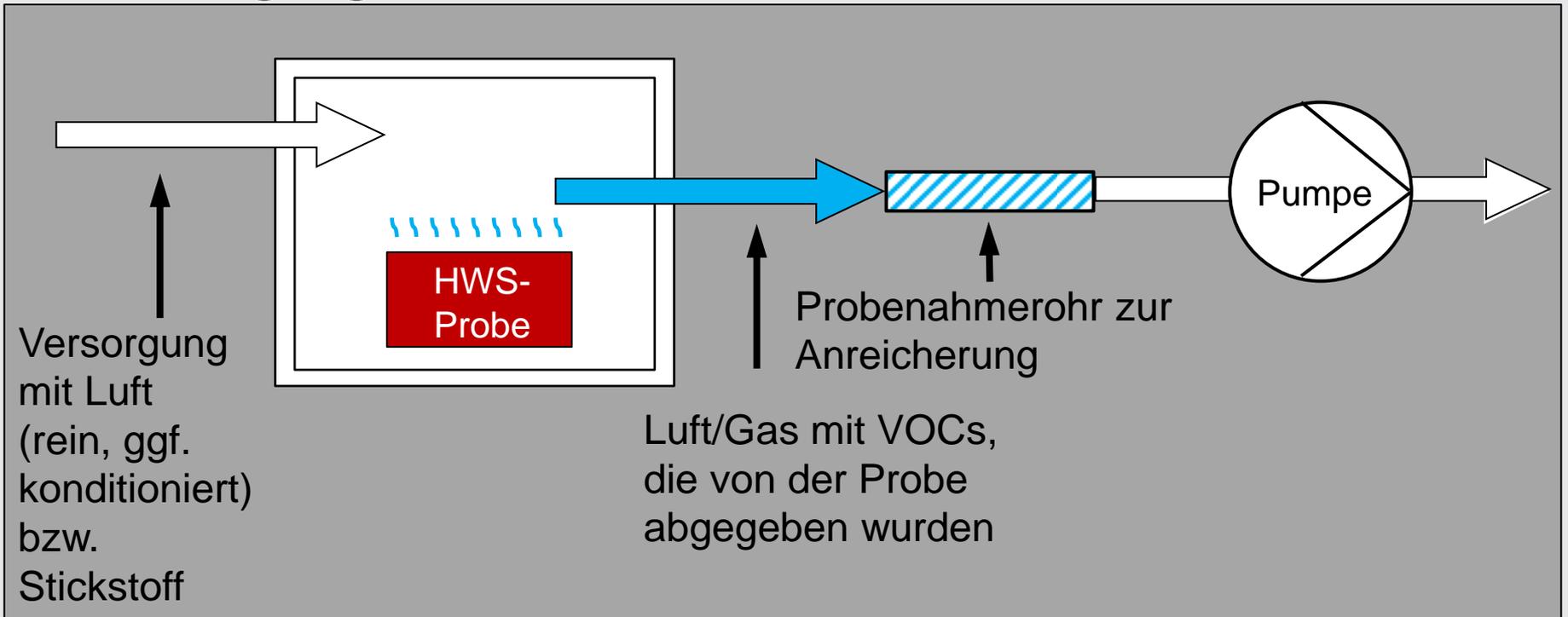
■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

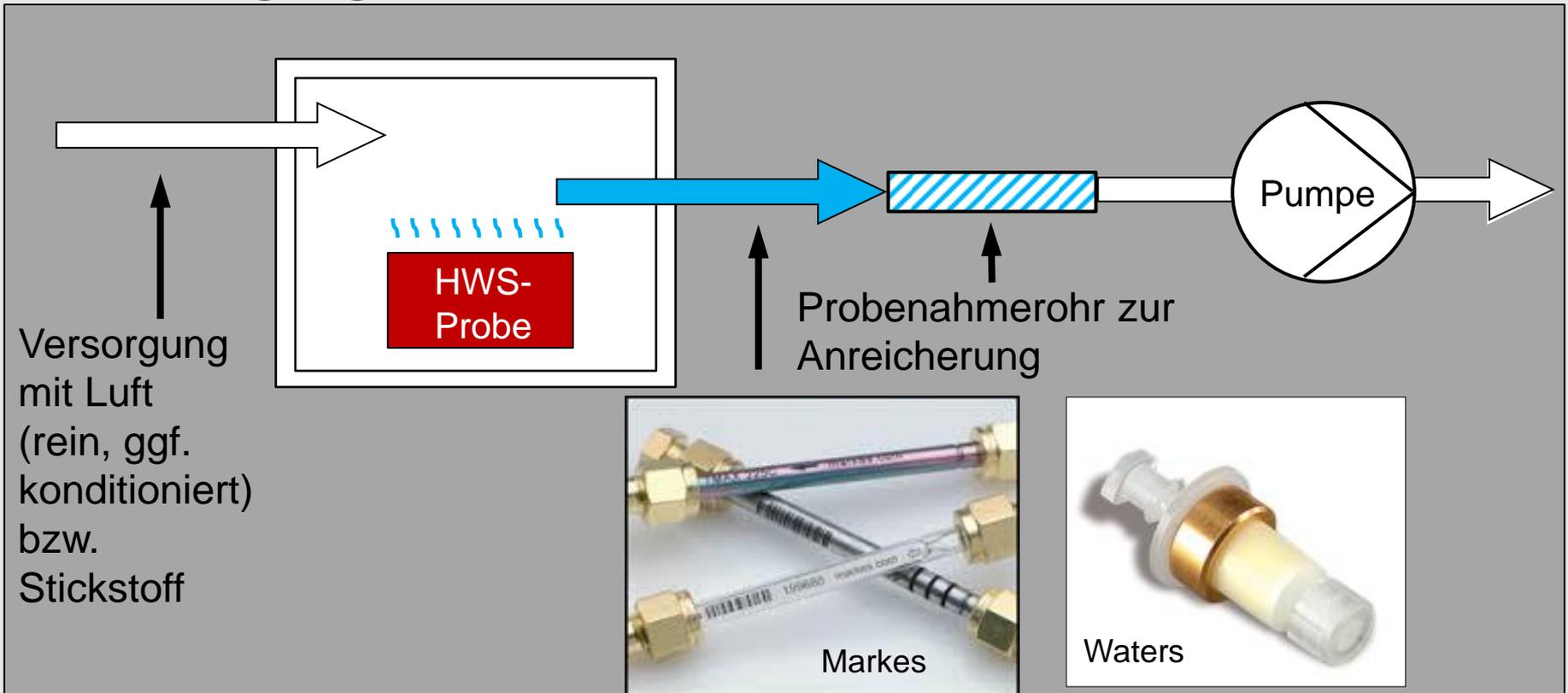
■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



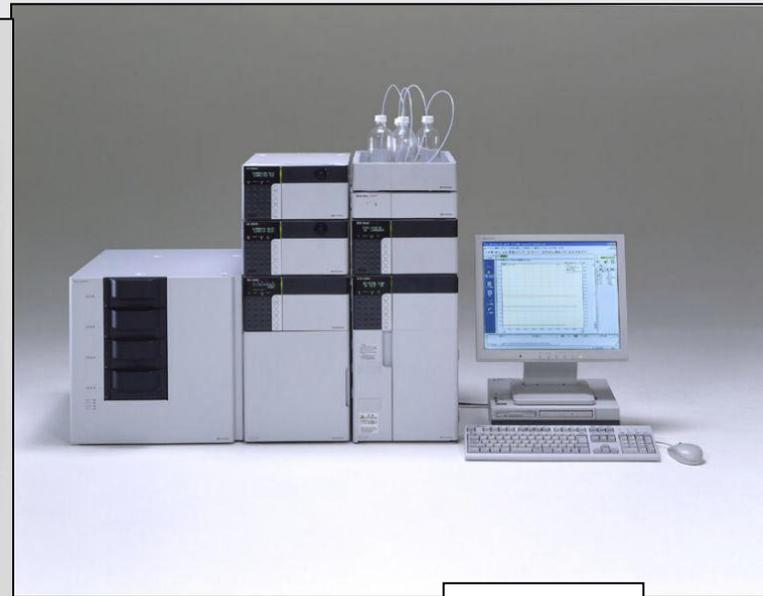
Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

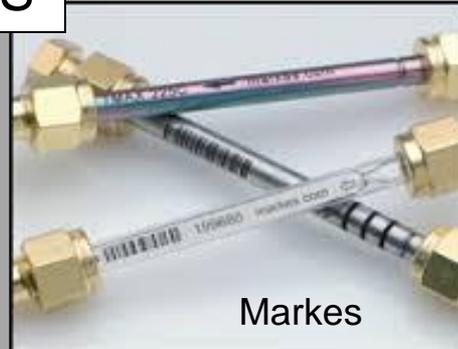


TD-GC-MS

Mit Luft
(rein, ggf.
konditioniert)
bzw.
Stickstoff



HPLC



Markes



Waters

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

- **CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)**
 - **B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen**
 - B.2.1 Emissionsprüfzelle
 - B.2.2 Mikroprüfkammer
 - B.2.3 Thermische Extraktion

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ B.2.1 Emissionsprüfzelle

- EN ISO 16000-10, z. B. FLEC
(Field and Laboratory Emission Cell)
- Betrieb mit gereinigter u. konditionierter Luft
- Probenfläche: 177 cm²



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

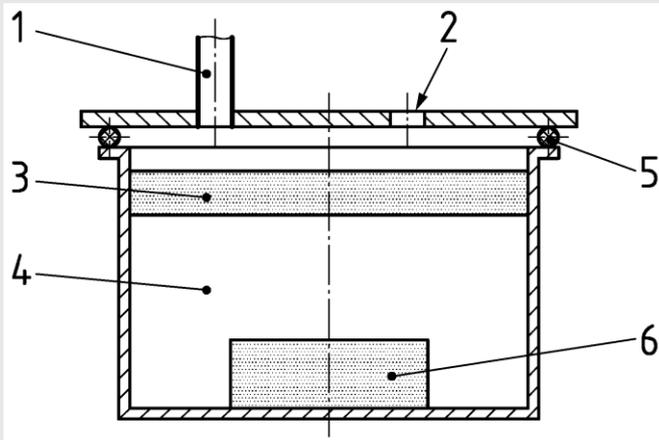
■ B.2.2 Mikroprüfkammer

■ ISO 12219-3, Methode aus dem Automobilbereich

■ Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen

Teil 3: Screeningverfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen

■ Große Mikroprüfkammer: 40-120 ml



Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ B.2.3 Thermische Extraktion

- VDA 278, ebenfalls Methode aus dem Automobilbereich
 - Thermodesorptionsanalyse organischer Emissionen zur Charakterisierung von nichtmetallischen KFZ-Werkstoffen

- Probengröße: Länge ca. 80 mm (beheizter Bereich), 13 mm ID



Thünen Institut



Gerstel

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ CEN/TS 16516 – Indirekte Verfahren (Anhang B)

■ B.3 Indirekte Verfahren für die Analyse

- B.3.1 Dampfraum- (Headspace-) Bestimmung nach VDA 277 und In-can-VOC-Bestimmung nach EN ISO 17895

- B.3.2 Bestimmung des VOC-Gehalts

- B.3.3 Formaldehydspezifische Verfahren

 - Kammerprüfung: EN 717-1, ISO 12460-1

 - Gasanalyse: EN 717-2, ISO 12460-3

 - Flaschenprüfung: EN 717-3

 - Perforatorprüfung: EN 120, ISO 12460-5

 - Exsikkatorprüfung (Desikkator): ISO 12460-4

Betriebliche Produktüberwachung - VOC

■ B.3.1 Dampfraum- (Headspace-) Bestimmung nach VDA 277:

Nichtmetallische Werkstoffe der Kfz-Innenausstattung

Bestimmung der Emission organischer Verbindungen

- Headspace-GC-FID
- Mindestinhalt des Gläschens:
5 ml (0,5 g Probeneinwaage)
- Temperierung im Headspace-
Probengeber für 5 h bei 120°C
- Ergebnisse als Gesamt-C-Emission
in mg pro g Probe und als Substanz ;
in mg pro g Probe



Gerstel/Agilent



PAL

Betriebliche Produktüberwachung - Ausblick

- WPK wird in Produktnormen festgelegt
- **CEN/TR 16496**: Leitfaden für Produkt-TCs bei Überarbeitung der Produktnormen
- CEN/TR 16496, 4 – Leistungsbeständigkeit (u.a.)
 - Bestimmung Produkttyp/Leistungsmerkmale (Hersteller/NB)
 - WPK => Produkt-TCs...
 - ...können indirekte Verfahren zur WPK aufstellen
 - ...müssen Häufigkeit der WPK-Prüfungen festlegen
 - ...müssen Toleranzbereiche festlegen

Herausforderungen der betrieblichen Produktüberwachung

■ Formaldehyd

- neue Referenzkammer – größere Sicherheitsmargen nötig?
- Einsatz schnellerer Methoden?

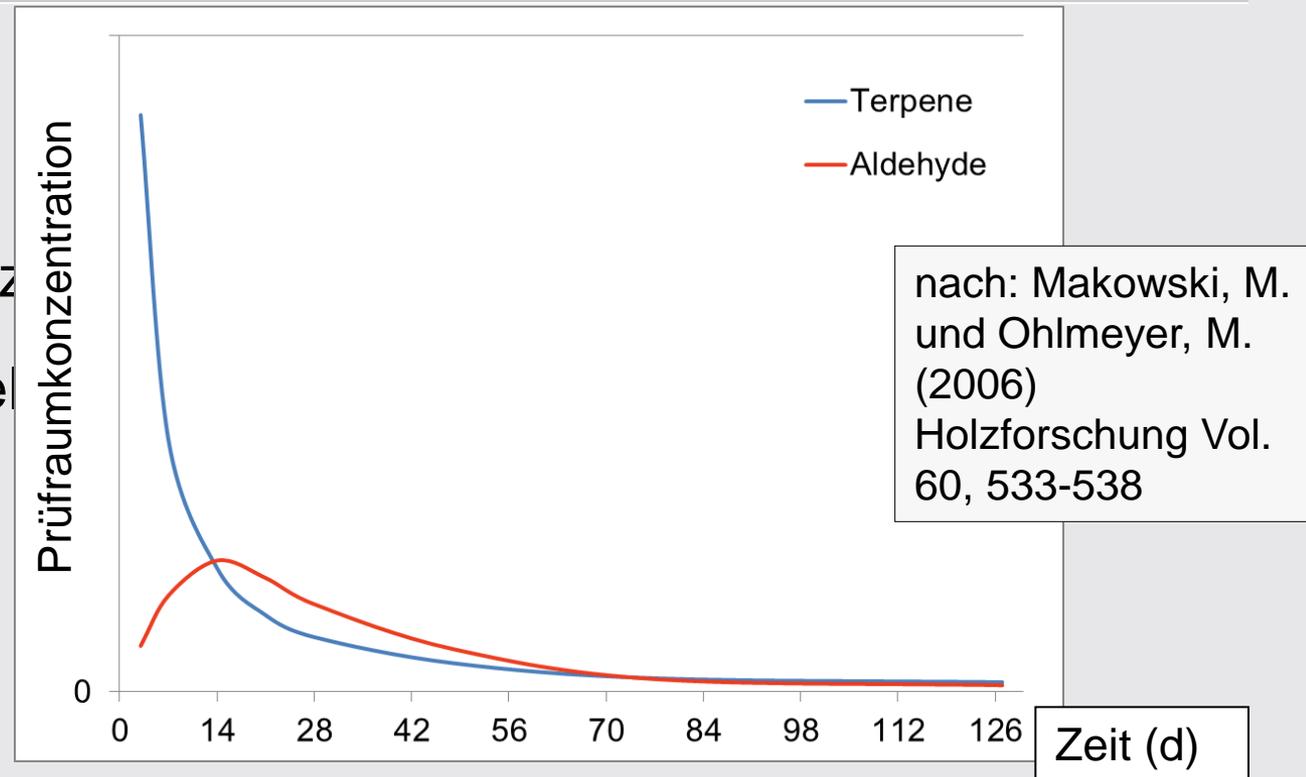
■ VOC

- Homogenität des Probenmaterials - Einfluss der eingesetzten Holzarten auf VOC-Abgabe
- Prüfzeitpunkt

Herausforderungen der betrieblichen Produktüberwachung

■ Formaldehyd

- neue Referenz
- Einsatz schnell



■ VOC

- Homogenität des Probenmaterials - Einfluss der eingesetzten Holzarten auf VOC-Abgabe
- Prüfzeitpunkt
- Schwankungsbreite Referenzmethode?

Herausforderungen der betrieblichen Produktüberwachung

■ VOC (Fortsetzung)

- definierte Erzeugung von Emissionen relativ unproblematisch
- ABER: komplexe Analytik - bisher keine geeigneten Methoden für WPK
- Versand beprobter Röhrchen praktikabel?
- Alternativen zu TD-GC-MS bzw. HPLC?
 - schwierig, da komplexes Substanzgemisch bestimmt werden muss
 - Summenwerte (TVOC) sind nicht ausreichend, da Einzelstoffbewertung (R-Wert) erforderlich ist



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit.