

Direkte thermische Extraktion versus Prüfkammer

Emissionsverhalten von Teppichklebstoffen sicher bestimmen

Regale, Polstermöbel, Teppiche, Klebstoffe, Wandfarben und Baustoffe – in der Wohnung und am Arbeitsplatz finden sich stets Werkstoffe und Materialien, die VOC beziehungsweise SVOC enthalten und emittieren und so dem „Sick-Building-Syndrom“ Vorschub leisten können. Diese Bezeichnung findet Verwendung, wenn das Klima in Innenräumen zu gesundheitlichen Beschwerden führt beziehungsweise regelrecht krank macht. Um das Emissionsverhalten von in Innenräumen verwendeten Werkstoffen und Materialien zu bestimmen, misst man deren VOC- beziehungsweise SVOC-Emissionen in einer Prüfkammer unter kontrollierten Bedingungen. Zu vergleichbaren Ergebnissen führt allerdings auch die direkte thermische Extraktion mit dem GERSTEL-ThermoDesorptionSystem TDS 2, wie die Untersuchung von Teppichklebstoffen zeigt.

Für die Messung im GERSTEL-TDS 2 bedarf es nur 5 bis 20 mg Probe, die in ein TDS-Glasröhrchen eingefüllt und bei einer spezifischen Temperatur und unter einem kontrollierten Gasfluss (Helium statt Luft) analysiert wird (Simulation der Prüfkammerbedingungen). Trennung und Detektion erfolgen mittels GC/MS. Die Messung in der Emissionsprüfkammer dauert rund 28 Tage, in dieser Zeit wird ein Emissionsprofil erstellt.

Das Verfahren wird bei der direkten thermischen Extraktion simuliert, indem eine Vielzahl von Extraktionen über einen kürzeren Zeitraum durchgeführt wird; eine äußerst effiziente Vorgehensweise um etwa auch das Emissionspotenzial von Materialien und Produkten im Entwicklungsstadium zu überprüfen.



Abbildung 1
Besichtigung einer 1-m³-Emissionsprüfkammer mit Klebstoff auf Glasplatten.



Abbildung 2
GERSTEL-TDS 2: bestens geeignet für die direkte thermische Extraktion

Emissionsprüfkammer

Emissionsprüfkammern, die dem europäischen Standard EN 13419-1 entsprechen, wurden bei einer Temperatur von $23 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer relativen Feuchte von $50 \% \pm 3 \%$ betrieben. Für die Untersuchung der Klebstoffe wurde die flächenspezifische Luftdurchflussrate auf $q = 1,25 \text{ m}^3/\text{m}^3 \text{ pro h}$ (Beladung $0,4 \text{ m}^3/\text{m}^3$, Luftaustausch $0,5 \text{ h}^{-1}$) eingestellt.

Probenahme

Die Probenahme erfolgte mit Glasröhrchen (Länge 178 mm, AD 6 mm, ID 4 mm), gefüllt mit Tenax TA (200 mg, 60 - 80 mesh), die mit Stopfen aus deaktivierter Glaswolle fixiert waren. Das Probenahmenvolumen lag zwischen 1 und 2 L, der Luftfluss betrug 100 mL/min. Vor der Probenahme wurde Cyclodecan in Methanol ($1 \text{ } \mu\text{L}$) als interner Standard auf die Glaswolle dotiert. Kalibrierungen erfolgten mit $1 \text{ } \mu\text{L}$ der Standardsubstanzmischungen in Methanol, anschließend wurde 1 L Luft aus einer leeren Emissionsprüfkammer durch das Röhrchen gesaugt, um Methanol auszuspielen.

Analyse der Kammerluft

Die Analyse erfolgte mit dem TDS 2 von GERSTEL in Verbindung mit einer Kombination GC 5890 II plus/MSD 5972 von Agilent Technologies. Die ThermoDesorption der Tenaxröhrchen geschah mit einer Heizrate von $40 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. Die Starttemperatur betrug $40 \text{ }^\circ\text{C}$, die Endtemperatur von $280 \text{ }^\circ\text{C}$ wurde 5 min gehalten.

Als Trägergas wurde Helium eingesetzt ($20 \text{ mL}/\text{min}$). Die Cryofokussierung

Autoren

Dr. Olaf Wilke, Dr. Oliver Jahn und Doris Brödner, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), D-12200 Berlin

erfolgte im GERSTEL-KaltAufgabeSystem KAS 3 bei $-150 \text{ }^\circ\text{C}$, das nach der Desorption im Splitlosmodus mit $12 \text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ auf $280 \text{ }^\circ\text{C}$ hochgeheizt wurde. Die Trennung der Komponenten erfolgte auf einer 30 m langen Kapillarsäule von Restek (Rtx-200, Filmdicke $1 \text{ } \mu\text{m}$, ID $0,25 \text{ mm}$).

Direkte thermische Extraktion

Die Klebstoffe wurden mit einem Spatel auf einer Aluminiumfolie zwischen zwei selbstklebende Streifen verteilt, um eine definierte Filmdicke zu erhalten, und anschließend eine Stunde lang getrocknet. Ein kleiner Streifen ($3 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$) mit 5 bis 10 mg Klebstoff wurde ausgeschnitten und in ein leeres TDS-Glasröhrchen überführt. Die Thermoextraktion dauerte 12,5 min und erfolgte bei $23 \text{ }^\circ\text{C}$.

Die Mehrfachthermoextraktion wurde realisiert durch Wiederholung der Extraktion am Ende des GC-Laufs, was eine Extraktion pro Stunde bedeutete. Für die Zeit zwischen den Extraktionen wurde das Glasröhrchen, das den Klebstoff enthielt, im Autosampler luftdicht verschlossen. Einziger Unterschied zur Analyse der zur Probenahme an der Prüfkammer eingesetzten Tenaxrohre: Das TDS wird bei konstanten $23 \text{ }^\circ\text{C}$ betrieben.

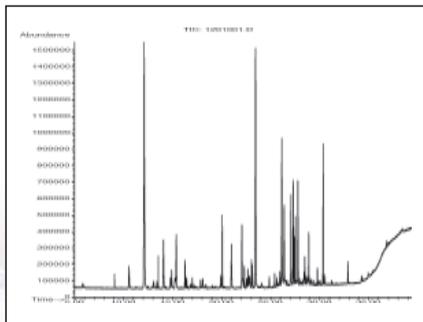
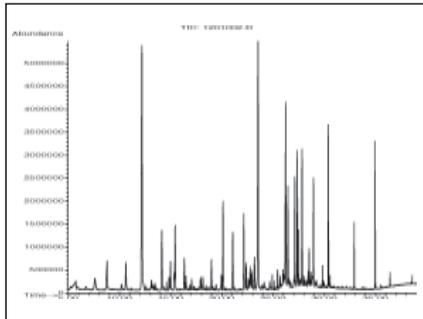
Ergebnis

Die Abbildungen 3a und 3b machen die Vergleichbarkeit der direkten thermischen Extraktion mit der Prüfkammermessung im Fall von Bodenbelagsklebstoffen deutlich. Die Chromatogramme weisen gleiche Komponenten auf und gleiche Peakmuster. Es zeigt sich auch: Mit der Mehrfachthermoextraktion lassen sich Langzeitemissionsmessungen in Testkammern simulieren.

Diskussion

Wie die vorliegende Arbeit zeigt, eignet sich die direkte thermische Extraktion, VOC- und SVOC-Emission von Materialien und Werkstoffen, hier: Bodenbelagsklebstoff, zu bestimmen. Wird dabei eine Temperatur von $23 \text{ }^\circ\text{C}$ gehalten, lässt sich eine gute Übereinstimmung mit der Prüfkammermessung erreichen.

Abbildung 3 Chromatogramm einer Prüfkammerprobenahme nach 24 Stunden (oben, a) und einer direkten Thermoextraktion nach 1 h (unten, b).



Unterschiede ergeben sich durch das verwendete Trägergas, die angelegte Flussrate (q) (befeuchtete Luft für die Kammern, $q = 1,25 \text{ m}^3/\text{m}^3$ pro h; Helium für die direkte Thermoextraktion, $q = 20 \text{ m}^3/\text{m}^3$ pro h) sowie die eingesetzte Probenmenge. Für die Kammernessung wurden $300 \text{ g}/\text{m}^3$ verwendet, für die thermische Extraktion nur $100 \text{ g}/\text{m}^3$.

Kompensiert werden die Unterschiede durch eine adäquate Testdauer: 1 h nach Applikation für die Thermoextraktion, 24 h nach Applikation für die Kammernessungen.

Anwendungen der direkten thermischen Extraktion zur Analyse inhomogener oder dicker Materialien, etwa Bodenbelägen, zeigt bislang keine vergleichbare Korrelation mit Testkammernessungen. Der Grund ist in den unterschiedlichen Testbedingungen zu sehen (emittierende Oberfläche, Schnittkanten etc.). Es soll geprüft werden, ob sich der ThermoExtractor TE von GERSTEL einsetzen lässt, da dessen Extraktionsrohr, im Vergleich zum Standard-TDS-Röhrchen, einen größeren Querschnitt besitzt.

GERSTEL-TDS: Standard bei führenden Autoherstellern

Toyota nutzt auch GERSTEL-ThermoExtractor TE zur Emissionsmessung

Um die Emission flüchtiger organischer Verbindungen sowie das Emissionspotenzial von in Autoinnenräumen verwendeter Materialien zu überprüfen, nutzen namhafte Automobilhersteller und deren Zulieferbetriebe weltweit eine Methode, die vom Verband Deutscher Automobilhersteller (VDA) zum Standard erhoben wurde: Die VDA-278 beschreibt die „Thermodesorptionsanalyse organischer Emissionen zur Charakterisierung von nichtmetallischen Kfz-Werkstoffen“ und fusst unter anderem auf dem Einsatz der GERSTEL-ThermoDesorptionssysteme TDS 2 und TDS A sowie dem des KaltAufgabeSystems KAS 4.



Toyota hat die VDA-278 weiterentwickelt und nutzt nun zusätzlich den ThermoExtractor TE von GERSTEL.

Aufgrund des größeren Innendurchmessers seines Extraktionsrohrs, erleichtert der ThermoExtractor die direkte thermische Extraktion einer repräsentativen Probenmenge. Die Extraktion erfolgt bei Temperaturen, die in Sommerzeiten unter starker Sonneneinstrahlung in Autoinnenräumen auftreten können.

Wir sind ein weltweit tätiges mittelständisches Unternehmen mit Sitz in Mülheim an der Ruhr, das hochwertige und einzigartige chemisch-analytische Systeme entwickelt, produziert und vertreibt.

Wir expandieren und suchen Sie zum nächstmöglichen Zeitpunkt als

Vertriebsbeauftragten (w/m)

Ihre Aufgabe: Sie betreuen und erweitern beherzt und engagiert unseren Kundenstamm in Nordrhein-Westfalen.

Ihr Profil: Sie verfügen über fundierte Kenntnisse der Gas- und Flüssigkeitschromatographie, sprechen Deutsch und Englisch und haben vorzugsweise ein naturwissenschaftlich-technisches Studium absolviert. Sie tragen Verantwortung wie selbstverständlich, gehen offen auf Menschen zu, sind gern gesehen und redigewandt. Man vertraut Ihrer Interpretationsgabe und Ihrem Verhandlungsgeschick. Sie betrachten die Arbeit beim Kunden vor Ort als Kür und die Verbundenheit mit dem Team als Vorteil.

Software-Entwickler (w/m)

Ihre Aufgabe: Als Systemprogrammierer schreiben oder modifizieren Sie Programme, mit denen sich unsere Produkte, darunter Laborroboter, ansteuern und automatisieren lassen.

Ihr Profil: Sie beherrschen Borland Pascal, Delphi und C++; die Programmierumgebung Windows ist Ihnen ein zweites Zuhause. Sie verfügen über weiterreichende Fachkenntnisse, betrachten die Arbeit im Team als Nährboden persönlicher Fähigkeiten, tragen Verantwortung wie selbstverständlich, verfügen über gute Englischkenntnisse und haben idealerweise einen chemisch-analytischen Hintergrund.

Wenn Sie die Voraussetzungen erfüllen und Sie in unserem Unternehmen eine wichtige Position besetzen wollen, senden Sie Ihre aussagekräftigen Bewerbungsunterlagen mit Ihren Gehaltsvorstellungen und Ihrer terminlichen Verfügbarkeit an die

GERSTEL GmbH & Co. KG, Personalabteilung, Stichwort »Vertriebsbeauftragter NRW/Software-Entwickler«, Aktienstraße 232 - 234, 45473 Mülheim an der Ruhr



GERSTEL

GERSTEL GmbH & Co. KG · Aktienstraße 232-234 · 45473 Mülheim an der Ruhr.

www.gerstel.de



Wünschen Sie
weitere Informationen?
Coupon GA 32 / TDS 4-5



E-Mail: gerstel@gerstel.de