



# 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

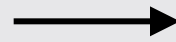
---

- 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:

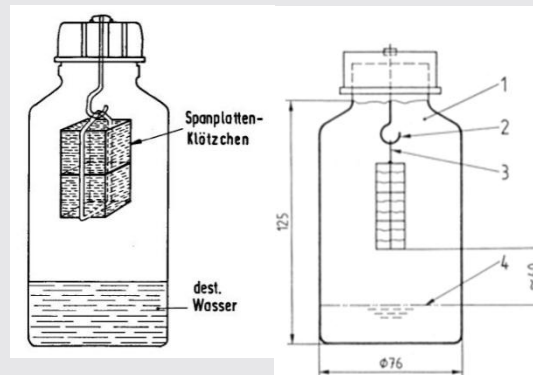
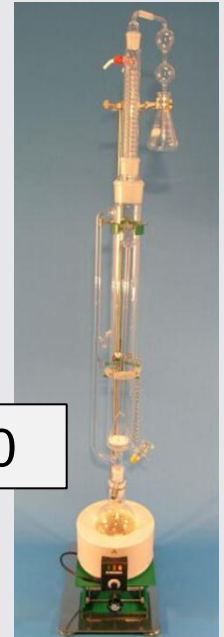


SP, Thünen-Institut



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



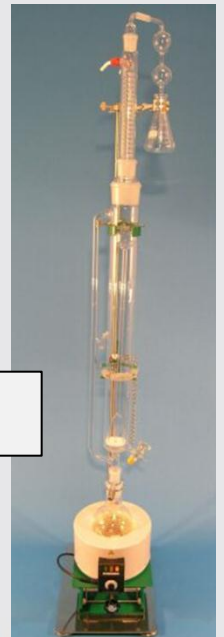
Perforator EN 120

# 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

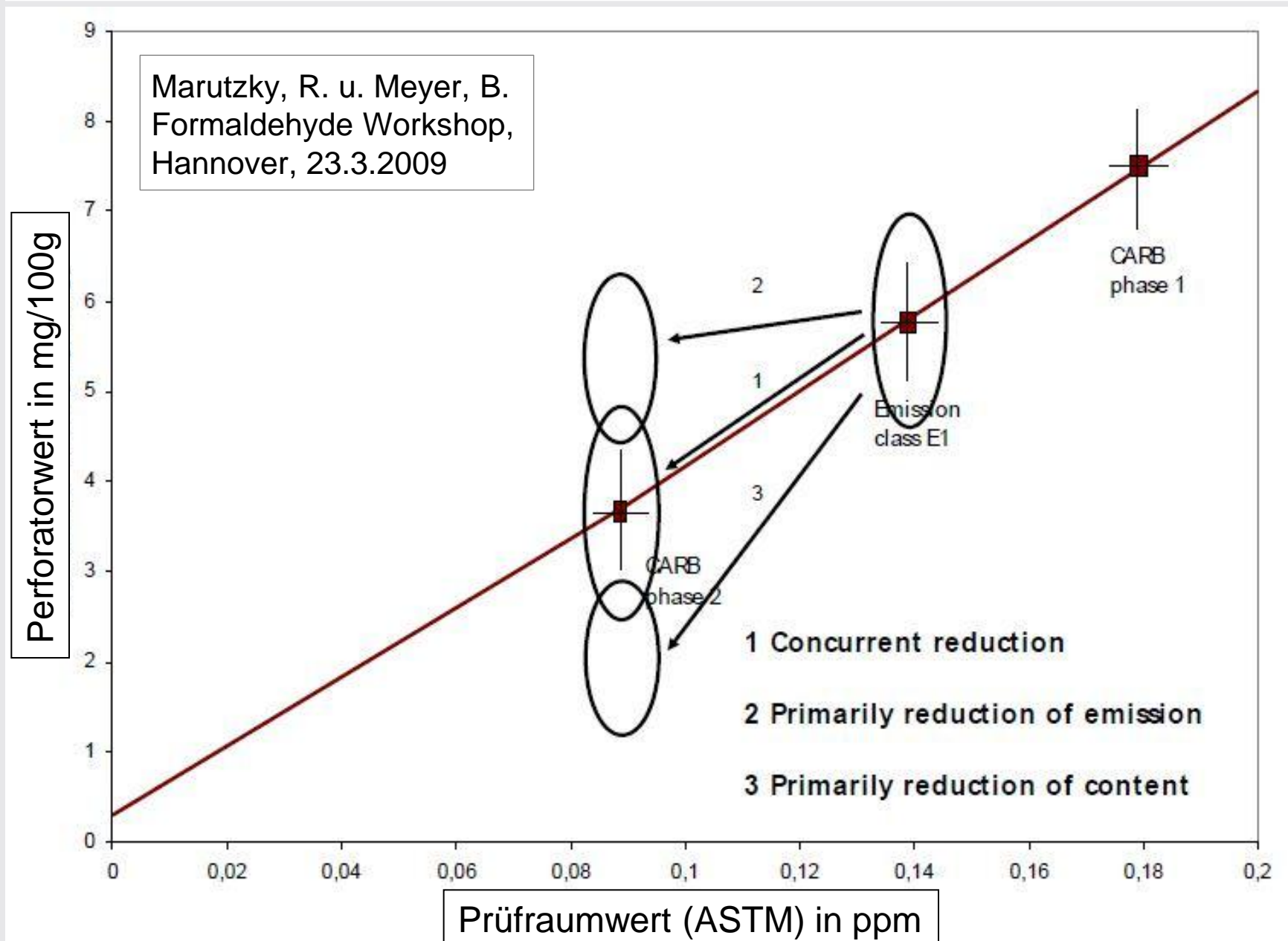


Gasanalyse EN 717-2



Perforator EN 120

# Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd





# Betriebliche Produktüberwachung - Formaldehyd

---

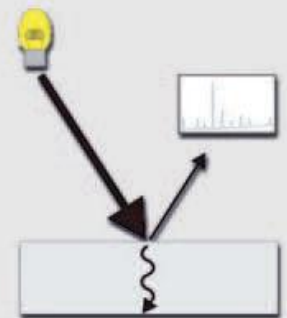
- **für die abgeleiteten Methoden gilt:**
  - mehrere Stunden, bevor Ergebnis vorliegt
  - viele manuelle Tätigkeiten nötig
  - nur sehr geringer Anteil der Produktion wird beprobt  
(z. B. 1x pro Schicht)
  - nicht zur Prozessoptimierung geeignet

# neue Möglichkeiten zur Überwachung - Formaldehyd

---

## ■ NIR-Spektroskopie

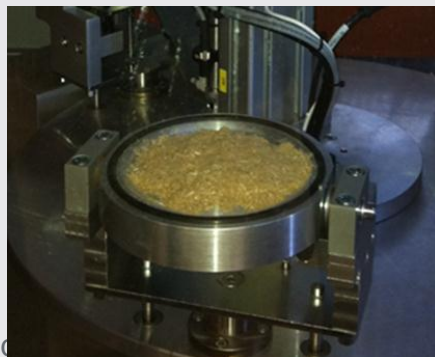
- berührungslos, ohne Probenvorbereitung
- Sensorik unkompliziert und robust
- Messung automatisierbar, Ergebnis liegt schnell vor
  - Einsatz im Labor und on-line
  - komplexe Spektren durch zahlreiche Einflüsse
  - Auswertung über Chemometrie,  
aufwändige Kalibrierung/Validierung
- noch nicht in der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

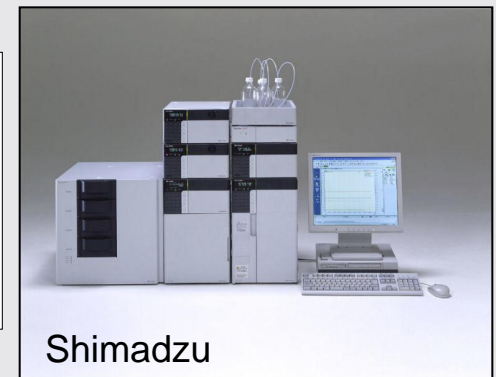
- Tenax TA & TD-GC-MS



- 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

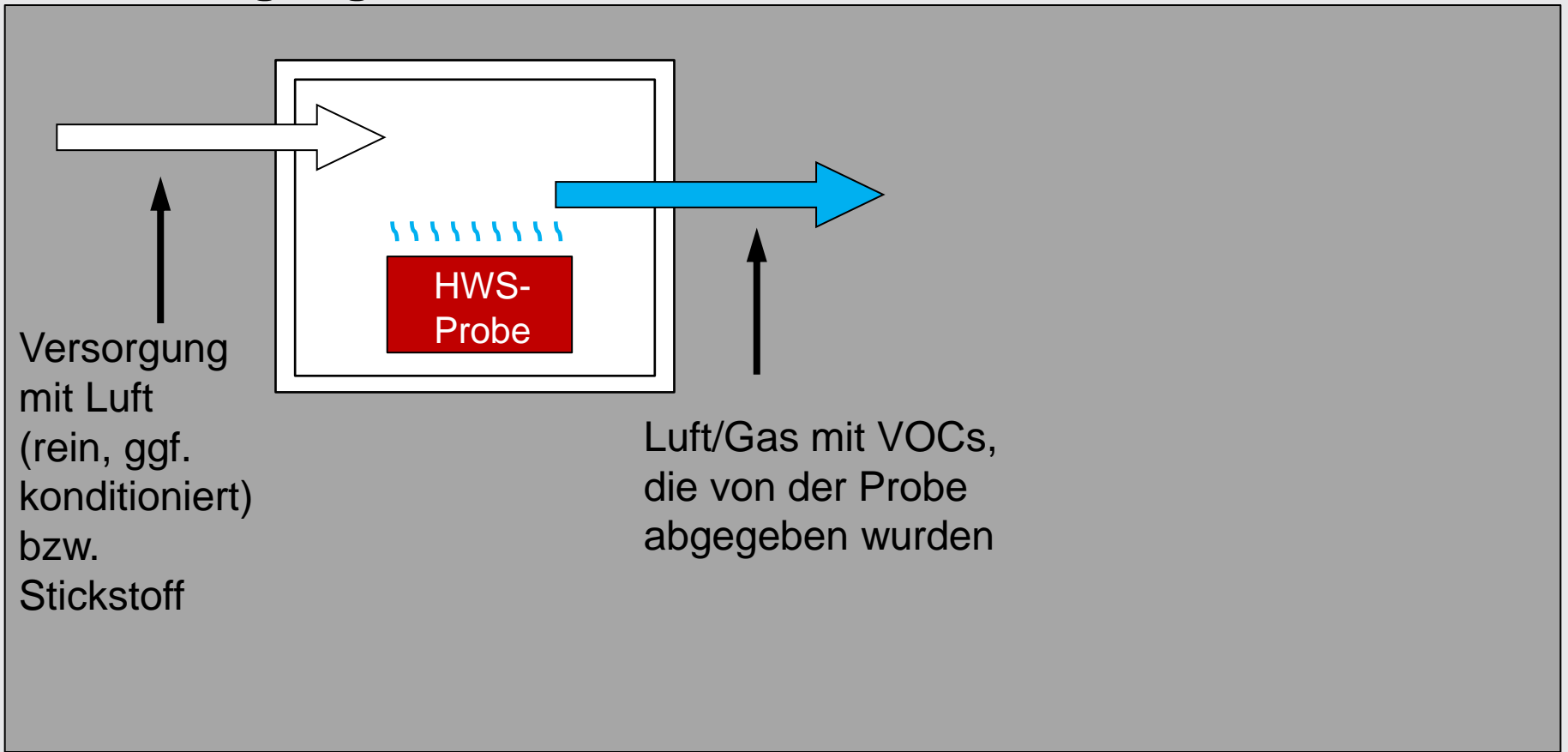
---

- **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)

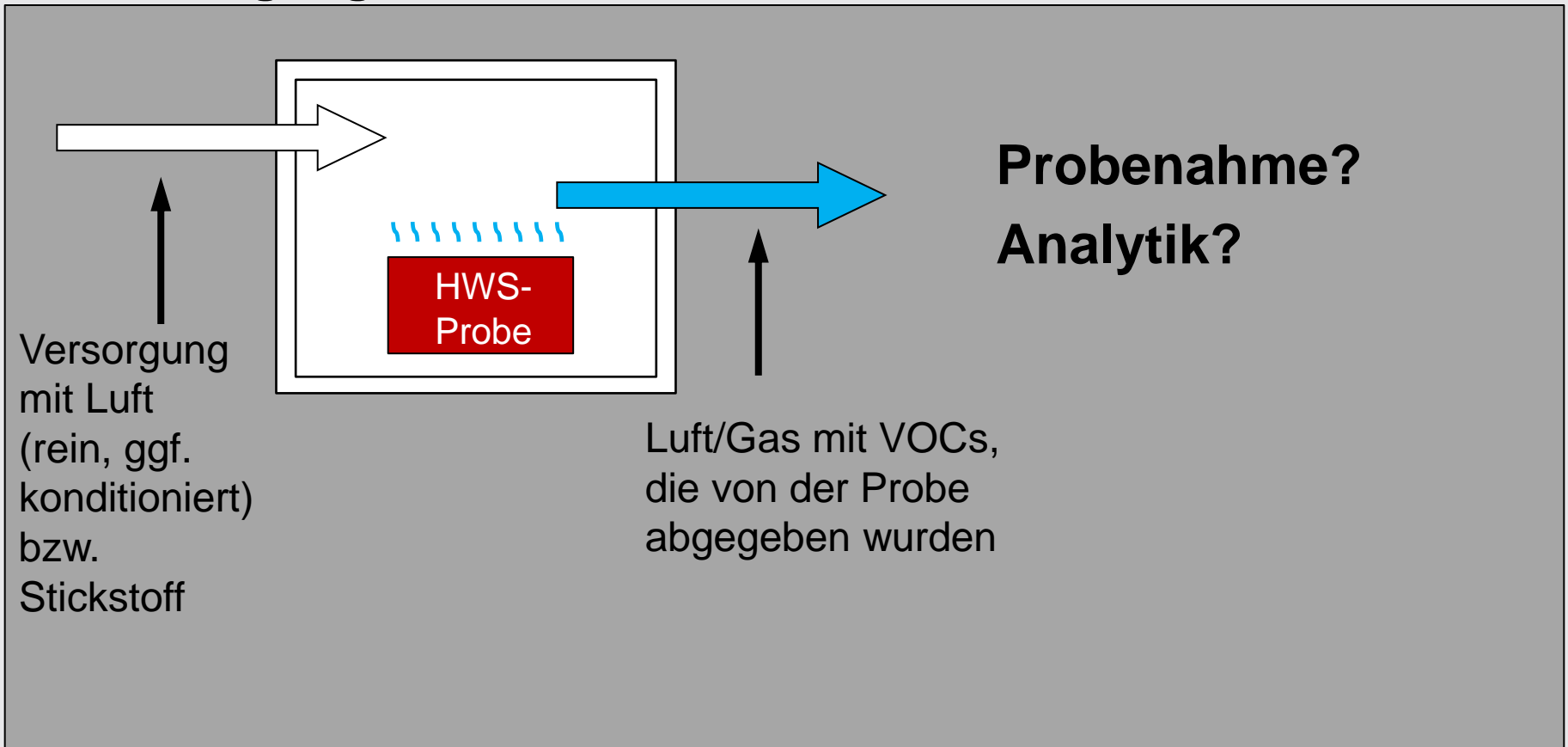
### ■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



# 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:

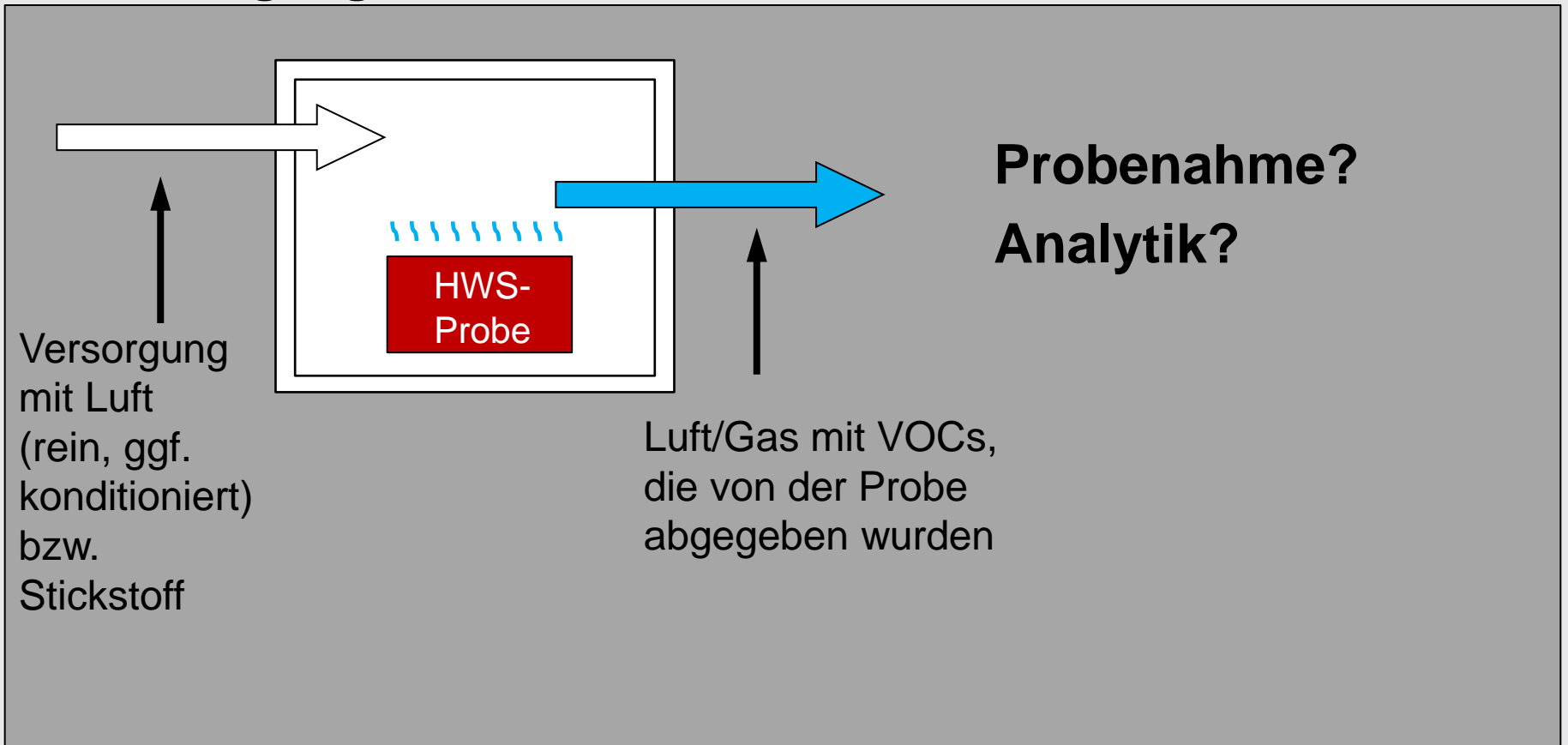
- enthält das indirekte Verfahren einen Schritt, in dem flüchtige Stoffe in die Luft einer Kammer abgegeben werden, verbessert sich die Korrelation zur Referenzverfahren, wenn die **anschließende Analytik wie im Referenzverfahren erfolgt**

### ■ Alternativen?

# Betriebliche Produktüberwachung - VOC

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

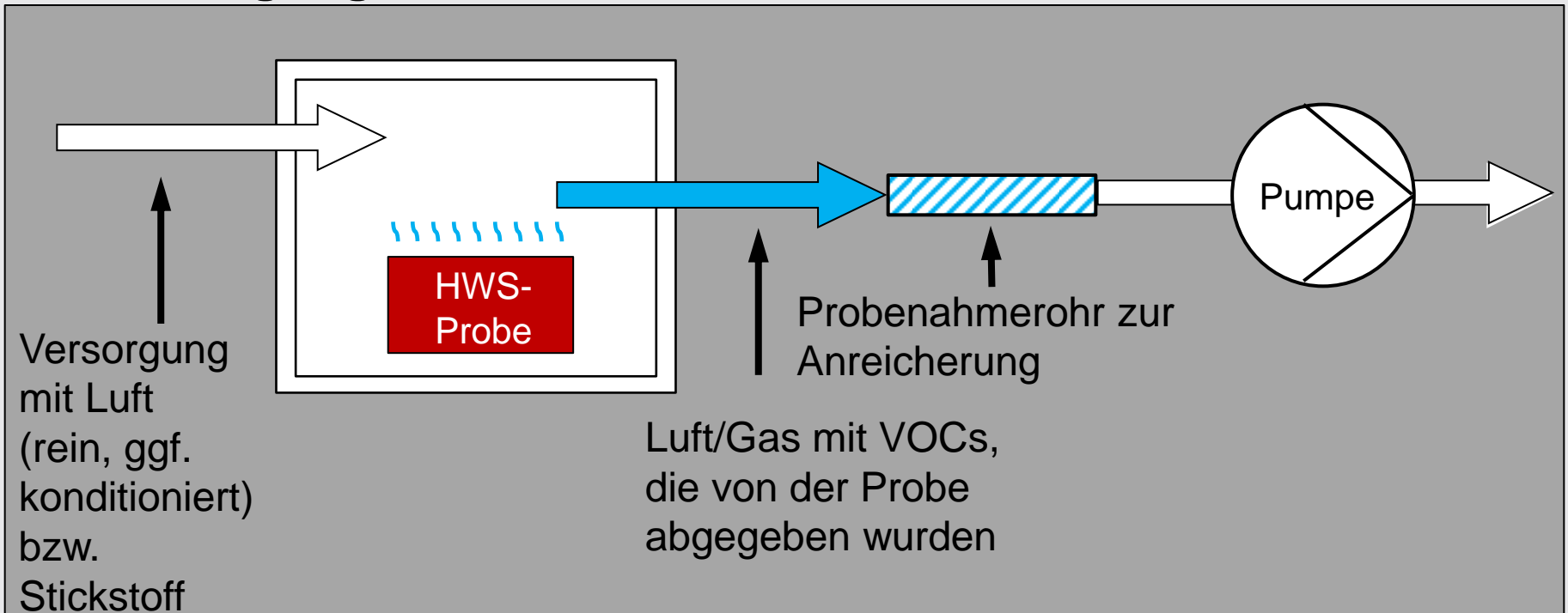
### ■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



# Betriebliche Produktüberwachung - VOC

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

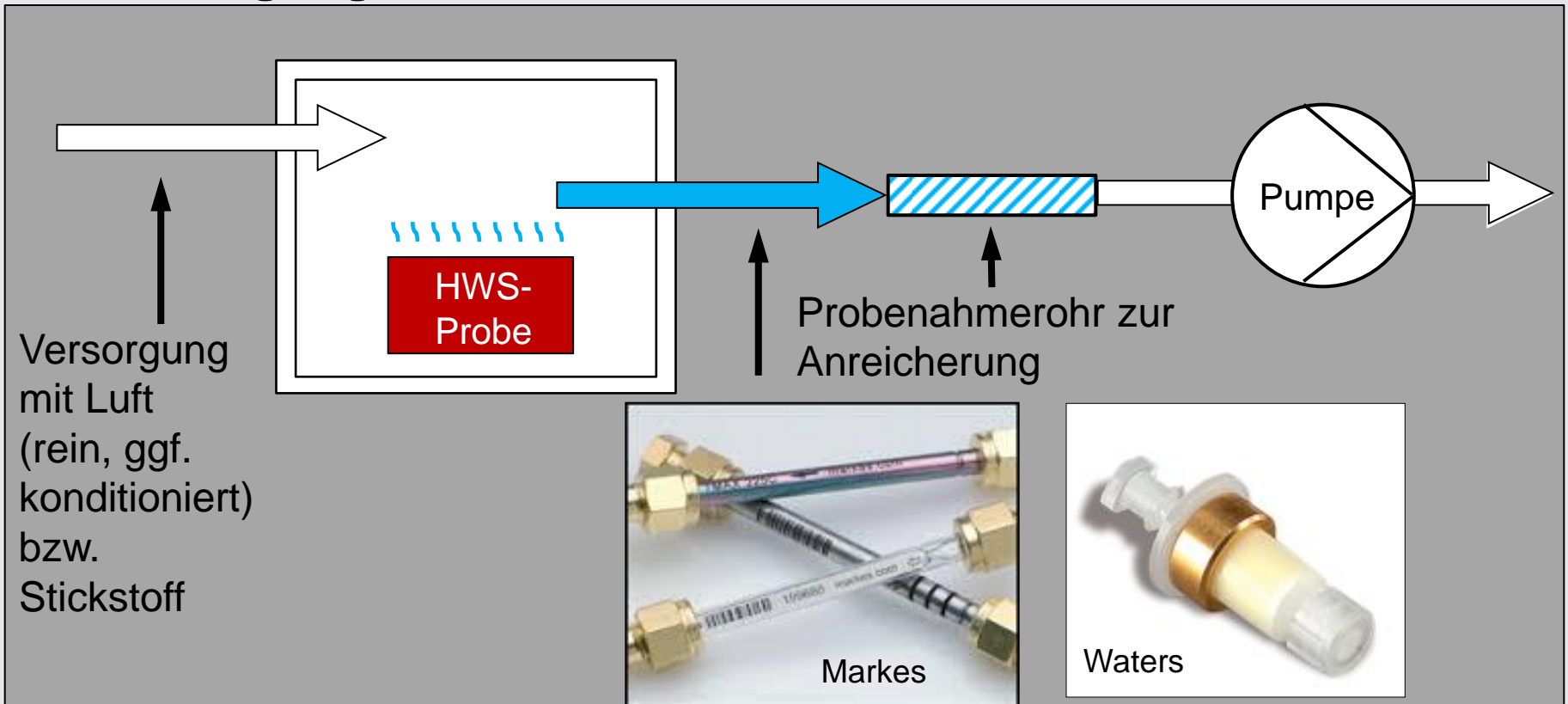
### ■ B.2 Indirekte Verfahren mit Prüfeinrichtungen zur Erzeugung von Emissionen



# Betriebliche Produktüberwachung - VOC

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

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



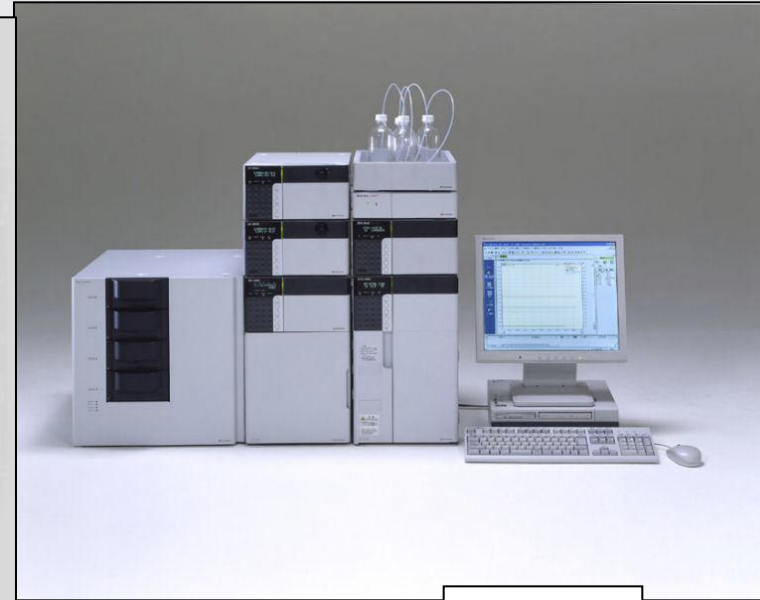
# Betriebliche Produktüberwachung - VOC

## ■ 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 cm<sup>2</sup>



# Betriebliche Produktüberwachung - VOC

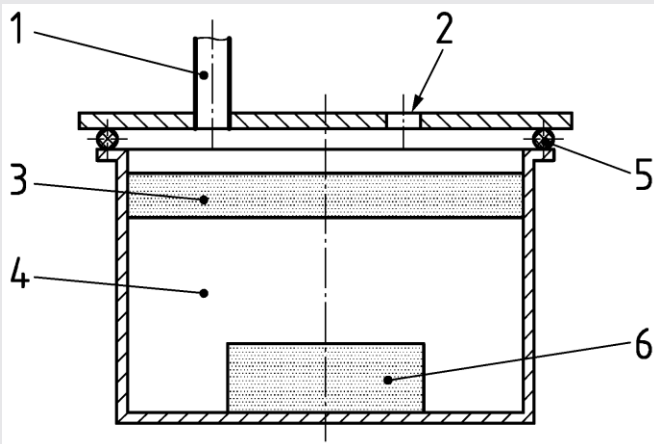
## ■ B.2.2 Mikroprüfkammer

■ 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



# 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

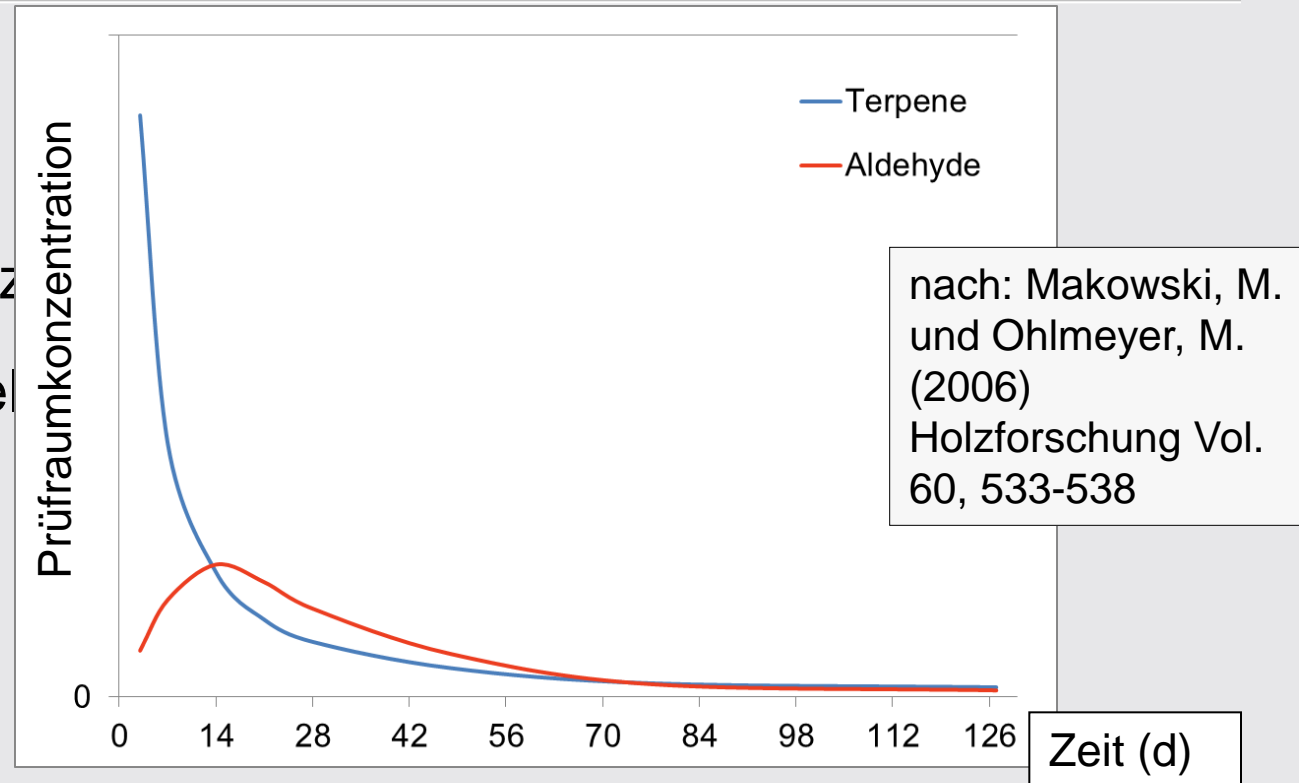
- Homogenität des Probenmaterials - Einfluss der eingesetzten Holzarten auf VOC-Abgabe
- Prüfzeitpunkt



# 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.**