

# Untersuchung der Anwendbarkeit der Thermogravimetrie zur Identifizierung von PUR-Ortschäumen

**T 2144**

T 2144

Dieser Forschungsbericht wurde mit modernsten Hochleistungskopierern auf Einzelanfrage hergestellt.

Die in dieser Forschungsarbeit enthaltenen Darstellungen und Empfehlungen geben die fachlichen Auffassungen der Verfasser wieder. Diese werden hier unverändert wiedergegeben, sie geben nicht unbedingt die Meinung des Zuwendungsgebers oder des Herausgebers wieder.

Die Originalmanuskripte wurden reprototechnisch, jedoch nicht inhaltlich überarbeitet. Die Druckqualität hängt von der reprototechnischen Eignung des Originalmanuskriptes ab, das uns vom Autor bzw. von der Forschungsstelle zur Verfügung gestellt wurde.

© by Fraunhofer IRB Verlag

Vervielfältigung, auch auszugsweise,  
nur mit ausdrücklicher Zustimmung des Verlages.

**Fraunhofer IRB Verlag**

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau

Postfach 80 04 69  
70504 Stuttgart

Nobelstraße 12  
70569 Stuttgart

Telefon (07 11) 9 70 - 25 00  
Telefax (07 11) 9 70 - 25 08

E-Mail [irb@irb.fraunhofer.de](mailto:irb@irb.fraunhofer.de)

[www.baufachinformation.de](http://www.baufachinformation.de)

Untersuchung der Anwendbarkeit  
der Thermogravimetrie zur  
Identifizierung von PUR - Ortschäumen

Schlußbericht  
1989

Untersuchung der Anwendbarkeit  
der Thermogravimetrie zur  
Identifizierung von PUR-Ortschäumen

-Schlußbericht-

Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen  
und  
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

1989

Im Auftrag des  
Instituts für Bautechnik

Forschungsvorhaben IV 1-5-527/88

Untersuchung der Anwendbarkeit der Thermogravimetrie  
zur Identifizierung von PUR-Ortschäumen

von

Dr. H. Groß und Dr. J. Sickfeld

Staatliches Materialprüfungsamt NRW, Dortmund  
Direktor des Amtes: Dr. A. Kremeier

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin  
Präsident: Prof. Dr. G.W. Becker

31. März 1989

## Inhaltsverzeichnis

Seite

1.	Problemstellung	1
2.	Versuchsdurchführung	2
2.1	Herstellung der PUR-Schäume	3
2.2	Thermogravimetrische Versuchsbedingungen	4
3.	Versuchsergebnisse	6
3.1	Untersuchung einer Probe am Anfang einer Ortschaum-Platte	6
3.2	Untersuchung von Proben aus verschiedenen Bereichen einer Ortschaum-Platte	14
3.3	Proben aus Überwachungsprobenahmen	17
3.3.1	Proben aus Probenahmen 1988	17
3.3.2	Proben aus Probenahmen 1985, 1986, 1987	20
3.4	Einfluß von Härterfehl dosierungen	26
3.5	Verwendung produktfremder Härter	29
4.	Zusammenfassung	31
5.	Literatur	34

## 1. Problemstellung

Bei der bauaufsichtlichen Zulassung von Polyurethan-Ortschäumen (PUR-Ortschäume) werden auch Überwachungsprüfungen gefordert. Im Rahmen der Überwachung werden auf der Baustelle geschäumte Proben entnommen und nach definierter Lagerungsdauer im Laboratorium der Überwachungsstelle untersucht. Diese Überwachungsprüfungen beschränken sich z.Zt. auf den Nachweis verschiedener physikalischer Eigenschaften, wie beispielsweise die Rohdichte und die Art und Anzahl der Zellen des Schaumes. Ein chemischer Nachweis der Zusammensetzung einer Überwachungsprobe zum Vergleich der Identität mit dem urmusterlich geprüften PUR-Ortschaum wird nicht durchgeführt, da nach den Beratungsergebnissen des Sachverständigenausschusses derartige Untersuchungen nur mit einem nicht zu vertretenden großen Aufwand durchzuführen sind.

Gemeinsame Versuche der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung und des Staatlichen Materialprüfungsamtes NRW haben gezeigt, daß die Thermogravimetrie eine geeignete Methode sein kann, die Identität eines PUR-Hartschaumes mit hinreichender Zuverlässigkeit schnell und unter geringerem Kosten- und Zeitaufwand zu überprüfen (1,2). Bei diesen Untersuchungen waren fabrikmäßig geschäumte PUR-Hartschäume verwendet worden. Nach den gesammelten Erfahrungen konnte davon ausgegangen werden, daß die Thermogravimetrie auch bei den auf einer Baustelle geschäumten PUR-Hartschäumen angewendet werden kann.

Mit dem vorliegenden Forschungsvorhaben sollte die Einsatzmöglichkeit der Thermogravimetrie für Identitätsprüfungen von PUR-Ortschäumen untersucht werden. Für die Untersuchungen sollten nur PUR-Hartschäume verwendet werden, die unter praxisgerechten Bedingungen mit einer Zweikomponenten Spritzvorrichtung von einer erfahrenen Fachfirma im MPA NRW hergestellt worden sind. Zusätzlich sollten auch Proben aus Überwachungsrückstellmustern einbezogen werden, die auf irgend einer Baustelle geschäumt worden waren.

In der ersten Versuchsserie sollten Aussagen über die Fehlergrenzen innerhalb einer Prüfstelle (Wiederholbarkeit) sowie zwischen zwei Prüfstellen (Vergleichbarkeit) erhalten werden. Dabei wurde davon ausgegangen, daß die Zusammensetzung eines PUR-Hartschaumes in einem Volumen von 5 cm<sup>3</sup> als homogen angenommen werden kann. Demzufolge erhielten beide Prüfstellen Plattenabschnitte zur Prüfung, die dicht nebeneinander lagen. Diese Plattenabschnitte stammten aus dem Bereich des Spritzbeginns einer Platte von insgesamt ca. 1,5 m x 3,0 m. Die Dicke der Platten von 6 ... 10 cm wurde durch 3 Spritzübergänge erreicht. Zur Abgrenzung der Schwankungsbreiten der Homogenität bzw. Untersuchungsergebnisse innerhalb einer Charge (hier gleich einer Platte) wurden zudem an verschiedenen Bereichen Proben entnommen (Plattenmitte, Plattenende) und untersucht.

Im Hinblick auf die Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse der im MPA NRW hergestellten PUR-Hartschaumproben mit solchen, die auf Baustellen hergestellt worden sind, sollten in einer weiteren Versuchsreihe auch Proben aus Überwachungsprüfungen untersucht werden. Dabei sollten Muster sowohl aus den laufenden Überwachungsprüfungen (1988) als auch aus früheren Überwachungsprüfungen (Rückstellmuster) einbezogen werden.

Zur Klärung der Frage, inwieweit Mischungsfehler infolge einer falschen Dosierung durch die thermogravimetrische Untersuchung erkennbar werden, sollten auch Proben mit definierter Über- und Underdosierung der Härter untersucht werden.

Da bei den Arbeiten auf einer Baustelle nicht ausgeschlossen werden kann, daß durch Vertauschen von Härtern eine falsche Zusammensetzung resultieren kann, sollten auch PUR-Hartschaumproben untersucht werden, bei denen die Stammkomponente (Polyol) mit einem produktfremden Härter (Isocyanat) gemischt und verarbeitet worden sind.

## 2. Versuchsdurchführung

Im folgenden sollen die Herstellung der PUR-Hartschaumproben und die Versuchsbedingungen bei der thermogravimetrischen Analyse beschrieben werden.



## 2.1 Herstellung der PUR-Hartschäume

Für die Untersuchungen wurden drei verschiedene Produkte verwendet.  
Es waren die Produkte

- - Baymer DS 1, Fa. Rheinchemie Rheinau GmbH, Mannheim  
(Zul.-Nr. Z 23.3 - 101 vom 10.06.1987)

Komponente A:

Baymer VPPU 1201 A/323

Partie-Nr.: 251

Verfalldatum: 05.03.1988

Komponente B:

Desmodur 44 V 20 SP

Verfalldatum: 02.09.1988

- - IC-Spritzschaum 5024, Fa. Häger & Kässner GmbH, Ahlen 1  
(Zul.-Nr. Z 23.3 - 104 vom 01.06.1987)

Komponente A:

Spritzschaum IC - 5024

Ansatz-Nr.: 629

Herst.-Datum: 07/88

Verfalldatum: 05.05.1988

Komponente B:

Spritzschaum IC - 5024

Ansatz-Nr.: 630

Herst.-Datum: 07/88

- - Lamoltan B 2 -S3-50/60-0, Fa. Lackfa Isolierstoff GmbH & Co.,  
Hamburg 61  
(Zul.-Nr.: Z 23.3 - 103 vom 11.05.1987).

Komponente A

PUR-Dachspritzschaum

Produktionskenn-Nr.: 7626

Verfalldatum: 10.05.1988

BA-Nr.: 543 F

Komponente B  
PUR-Dachspritzschaum  
Ansatz-Nr.: 7626  
Lagerzeit: 6 Monate  
BA-Nr.: 543 F

Diese Produkte wurden am 25.02.1988 durch die Fa. Sintke in einer Prüfhalle des MPA NRW zu Musterplatten verarbeitet. Es lagen die folgenden Verarbeitungsbedingungen vor:

Raumtemperatur (17 ± 1) °C  
Relative Luftfeuchte (33 ± 2) %

Maschinendruck Komponente A 80 bar  
Komponente B 110 bar

Maschinenheizung 35 °C  
Durchflußmengen 2,23 ... 2,3 l/min  
(Bei Mischungsverhältnissen 1 : 1)

## 2.2 Thermogravimetrische Versuchsbedingungen

Aus den PUR-Hartschaumplatten wurden frühestens nach 42 Tagen nach der Herstellung an verschiedenen Bereichen kleine Abschnitte von ca. 5 cm x 30 cm x 30 cm herausgesägt. Aus diesen Abschnitten wurden kleine Würfel von ca. 5 cm<sup>3</sup> Volumen (ca. 1,7 ... 2,0 cm Kantenlänge) herausgeschnitten. Für die thermogravimetrische Untersuchungen wurden dann aus dem Würfel immer 6 kleine Würfel von etwa 5 mg Masse herausgeschnitten. Die Entnahmestellen für die 5 mg-Proben sind in der Abbildung 1 dargestellt.

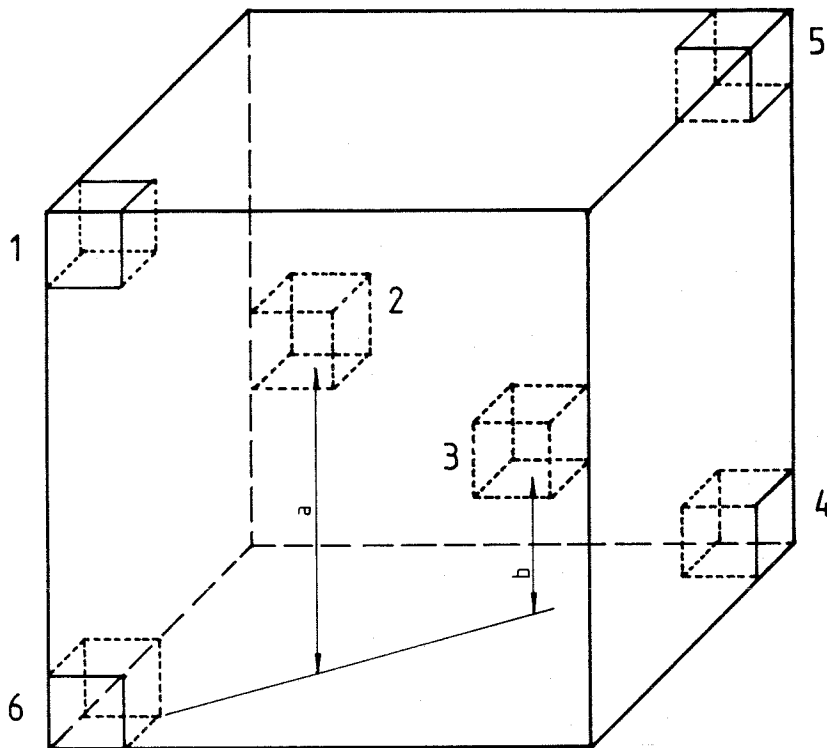


Abb. 1: Entnahmestellen der 5 mg-Proben aus dem 5 cm<sup>3</sup>-Würfel  
(a ≈ 1,1 cm, b ≈ 0,6 cm).

Bei den früheren thermogravimetrischen Untersuchungen von PUR-Hartschäumen (1,2) waren die hinsichtlich der Reproduzierbarkeit optimalen Versuchsbedingungen erarbeitet worden. Diese Bedingungen sind bei diesen Untersuchungen immer eingehalten worden. Die wichtigsten Parameter waren:

Einwaage	5 mg
Aufheizrate	20 K/min
Starttemperatur	25 °C
Endtemperatur	600 °C
Spülgas	Stickstoff

Zur Auswertung der Versuchsergebnisse wurden die Hauptpeak-Temperaturen und die Rückstandmengen bei 600 °C herangezogen, da diese sich nach den Ergebnissen der früheren Untersuchungen (1) mit hinreichender Genauigkeit ermitteln lassen, während die mittels der reaktionskinetischen Auswertung der thermischen Zersetzung errechnete scheinbare Aktivierungsenergie und Reaktionsordnung als weniger relevante Parameter weitgehend unberücksichtigt blieben.

### 3. Versuchsergebnisse

#### 3.1 Untersuchung einer Probe am Anfang einer Ortschaum-Platte

Zur Untersuchung der Streuung der thermogravimetrischen Untersuchungen innerhalb einer Prüf- stelle wurden gemeinsam Proben aus benachbarten Bereichen des Plattenanfangs (Beginn jedes Spritzvorganges) analysiert. Die Versuchsergebnisse sind für die Hauptzersetzungs- peaks in der Tabelle 1 und der Rückstandmassen in Tabelle 2 zusammen- gestellt. Zur Vereinfachung der Tabellen erhalten die drei Pro- dukte die folgenden Kürzel:

Baymer DS1 = DS

IC-Spritzschaum 5024 = IC

Lamoltan B2-S3-50/60-0 = LA

Tabelle 1: Hauptzersetzungspeaks der drei PUR-Ortschäume aus Baymer DS 1, IC-Spritzschaum 5024 und LAmoltan B2

Produkt	Prüf- stelle	Hauptzersetzungspeak °C						Mittelwert ± Standardabweichung
		Probe-Nr. (Lage vergl. Abb. 1)						
		1	2	3	4	5	6	
DS	BAM	293	292	295	294	292	292	1. Peak 293 ± 1,3 2. Peak 425 ± 3,6
		425	430	419	423	424	426	
	MPA	283	292	285	278	297	285	1. Peak 287 ± 6,8 2. Peak 421 ± 5,6
		417	415	423	421	417	429	
IC	BAM	341	346	343	341	340	344	343 ± 2,3
	MPA	340	333	343	333	339	336	337 ± 4,0
LA	BAM	332	332	331	331	333	330	332 ± 1,0
	MPA	325	330	323	325	327	335	328 ± 4,4

Aus den Einzelwerten und den Standardabweichungen der Mittelwerte für die Hauptzersetzungspeaks der einzelnen Prüfstellen ist erkennbar, daß die Streubreiten bei beiden Prüfstellen relativ gering sind. Bei mittleren Peaktemperaturen von 287 bis 425 °C betragen die maximalen Spannweiten (minimaler/maximaler Wert einer Versuchsreihe) 19 bzw. 14 K, und die maximalen Standardabweichungen  $\pm 6,8$  °C.

Die geringen Schwankungsbreiten der Ergebnisse der Einzelbestimmungen sind auch bei den übereinander gezeichneten DTG-Kurven für die Massenänderung/Zeiteinheit ( $dm/dt$ ) erkennbar (Abb. 2 - 4).

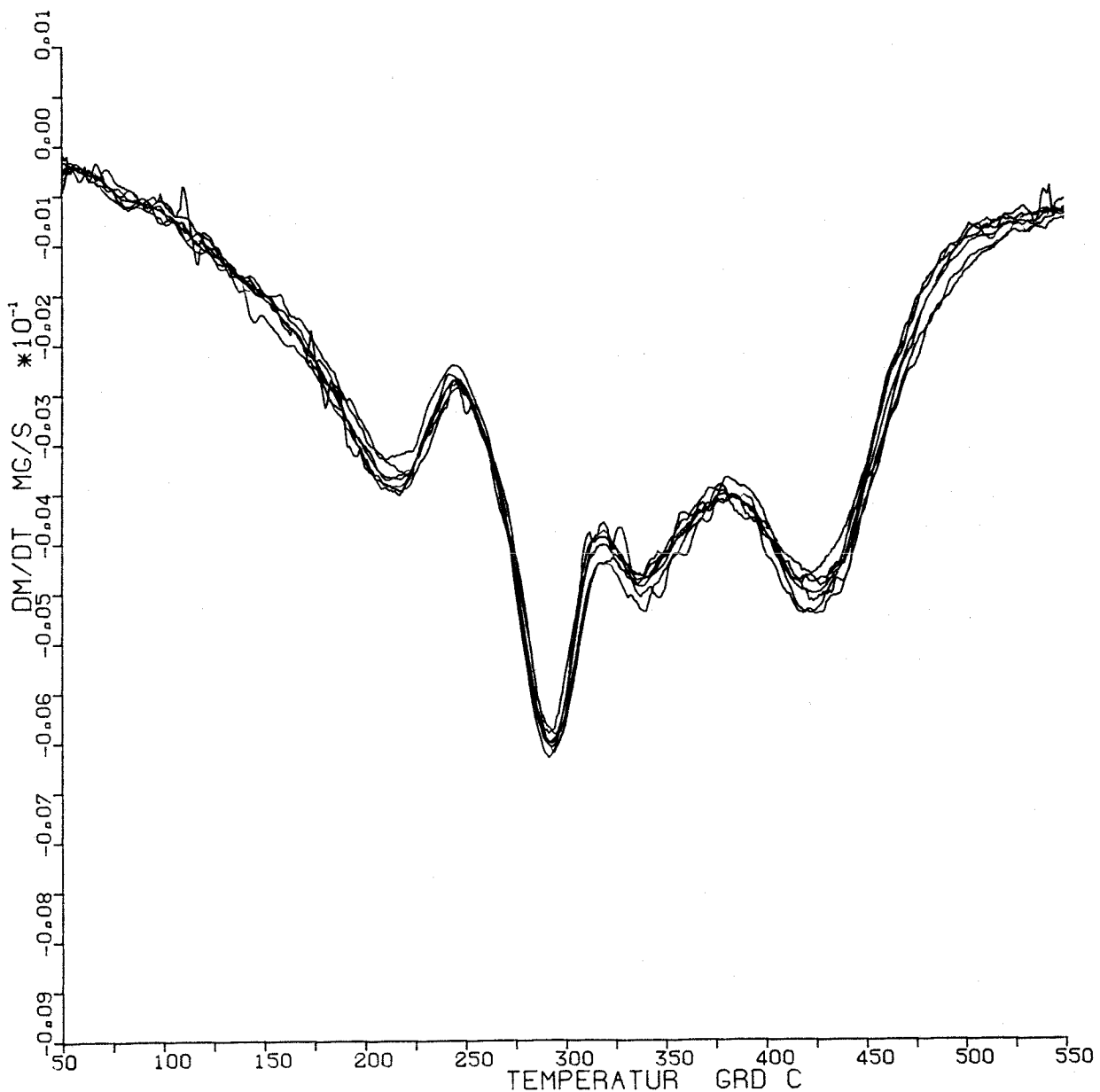


Abb. 2: Übereinander gezeichnete DTG-Kurven der Proben 1 - 6 aus Baymer DS-1

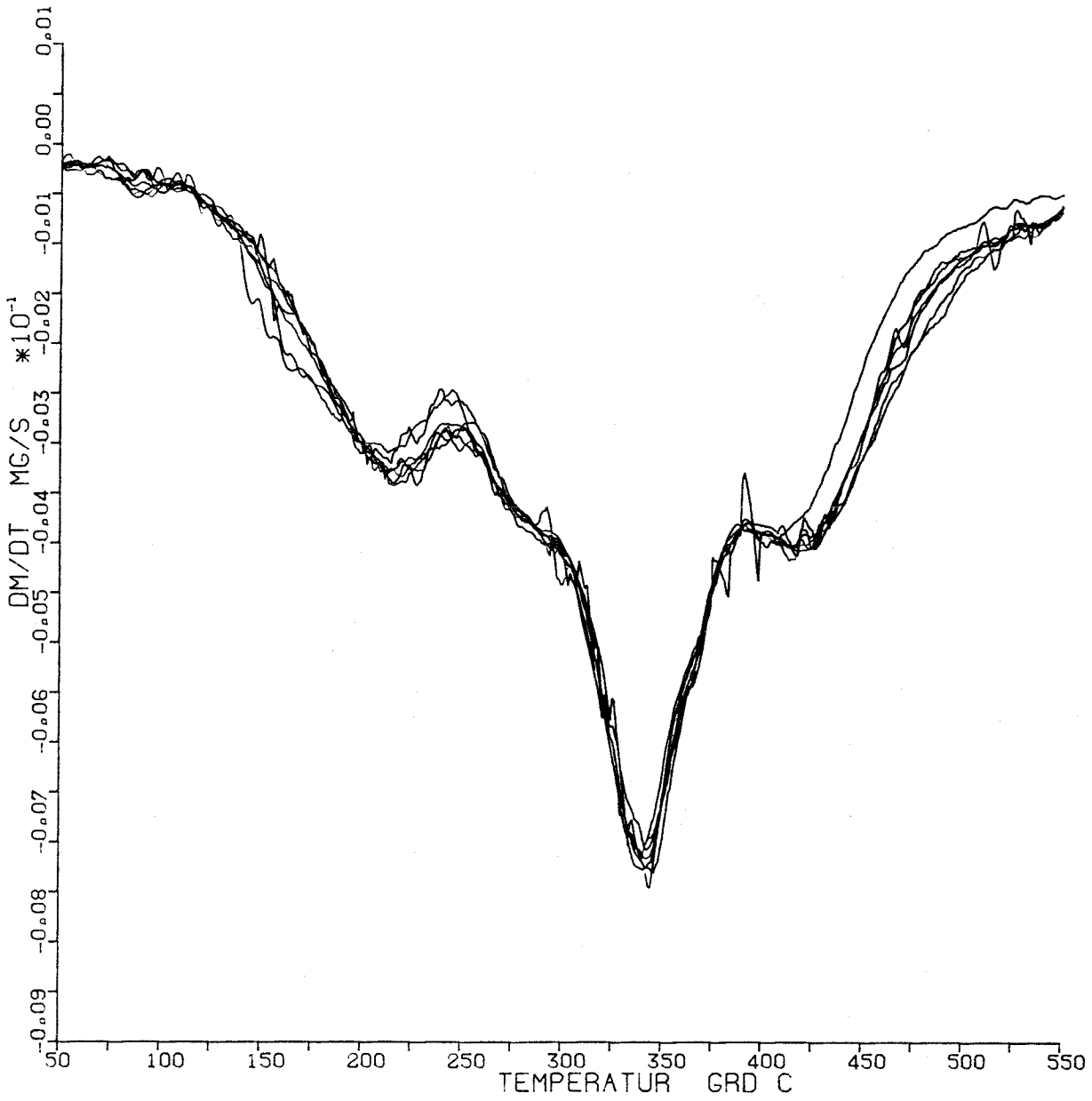


Abb. 3: Übereinander gezeichnete DTG-Kurven der Proben 1 - aus 6 IC-Spritzschaum 5024

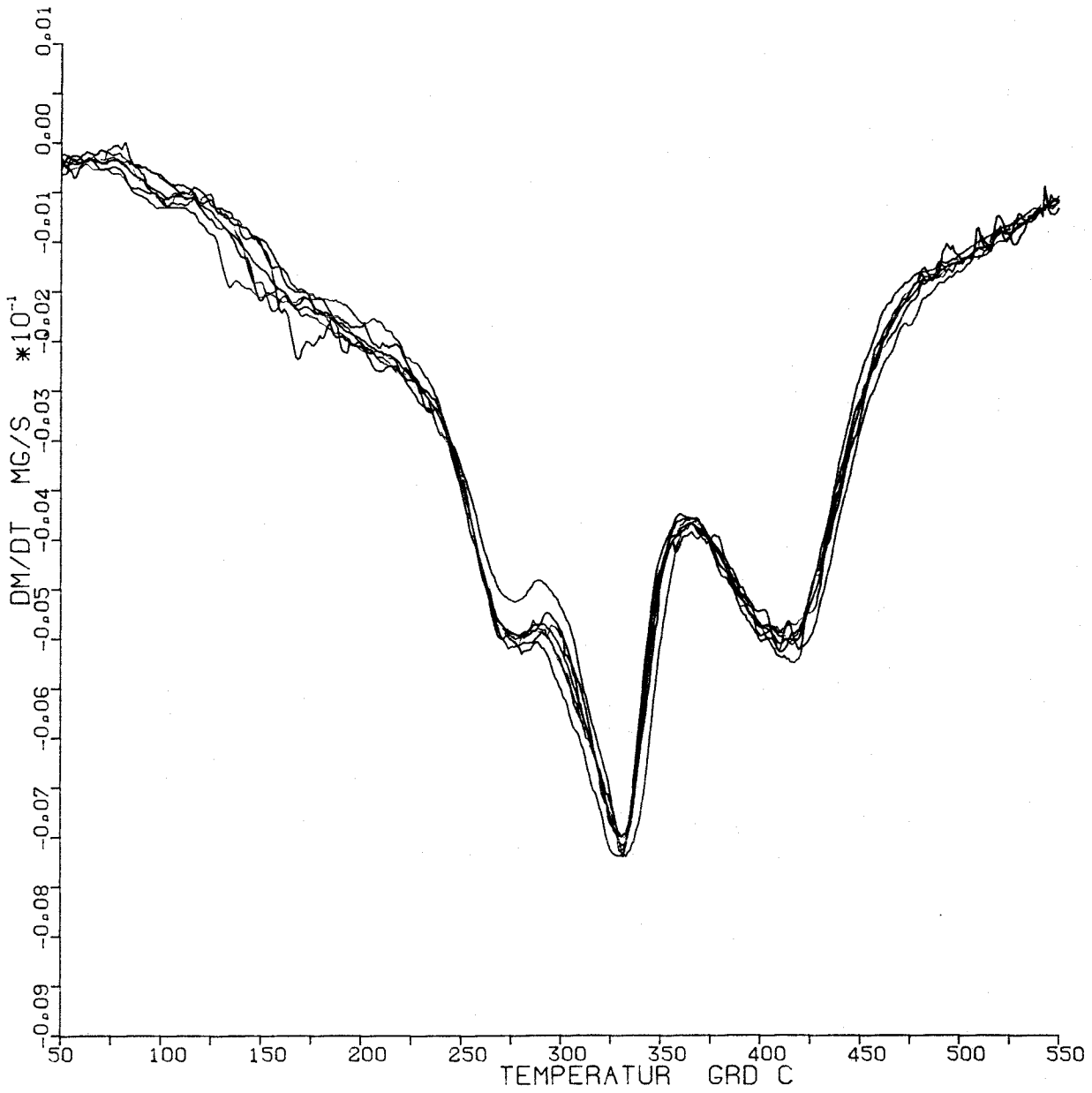


Abb. 4: Übereinander gezeichnete DTG-Kurven der Proben 1 - 6 aus Lamoltan B2

Die jeweiligen Mittelwert-DTG-Kurven sind nachfolgend wiedergegeben  
(Abb. 5 - 7)

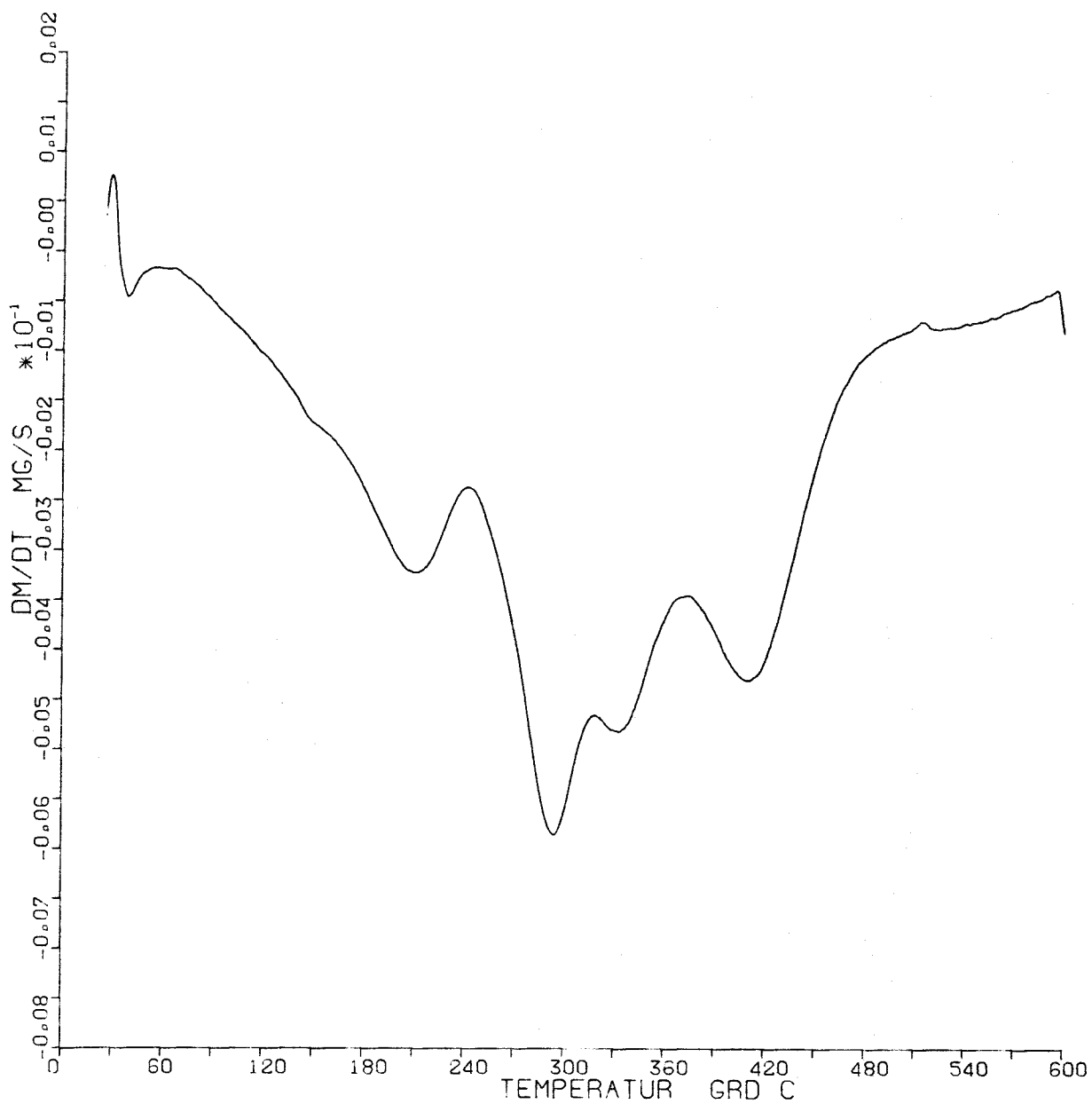


Abb. 5: Mittelwertkurve Bayer DS-1



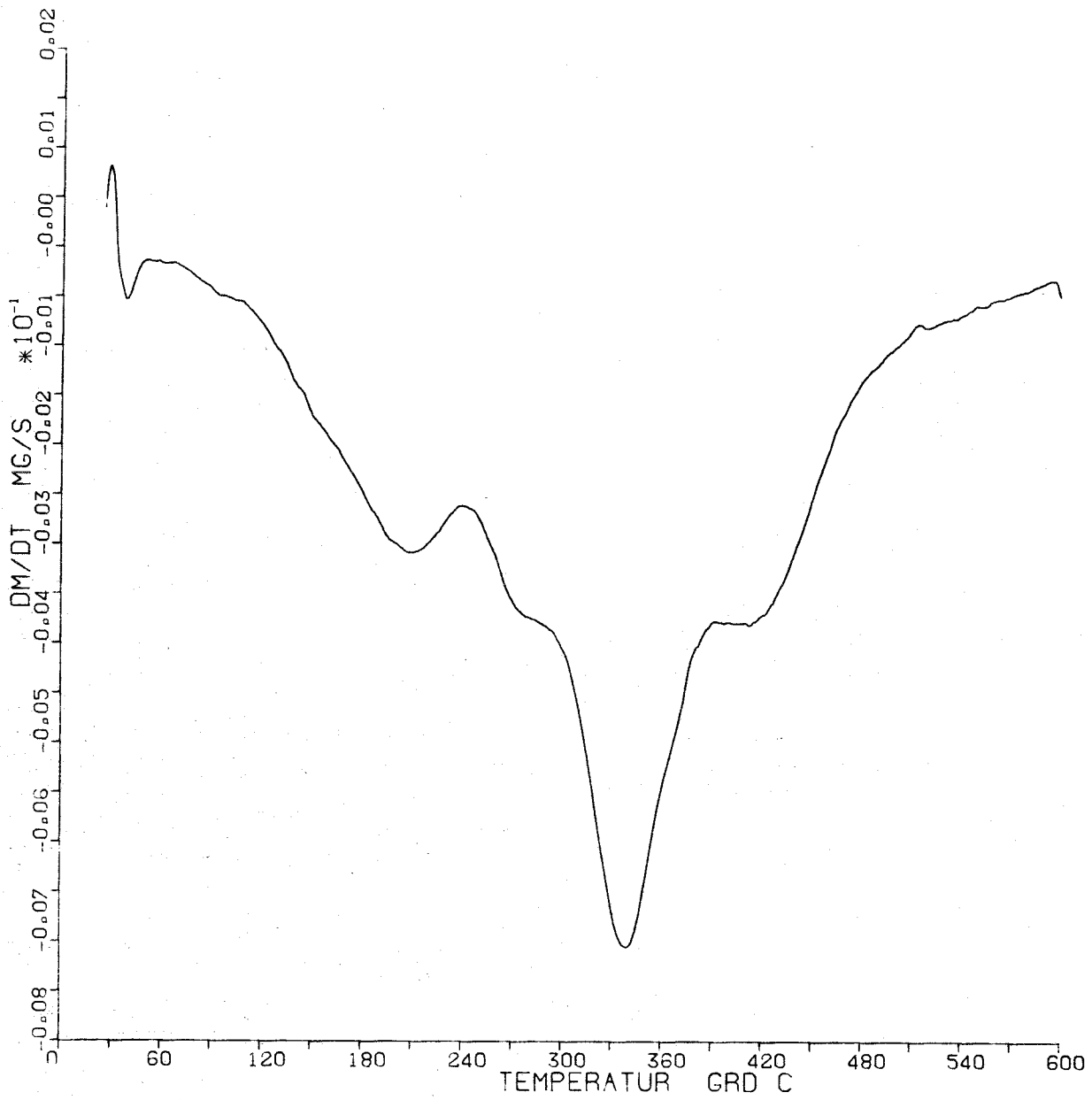


Abb. 6: Mittelwertkurve IC-Spritzschaum 5024

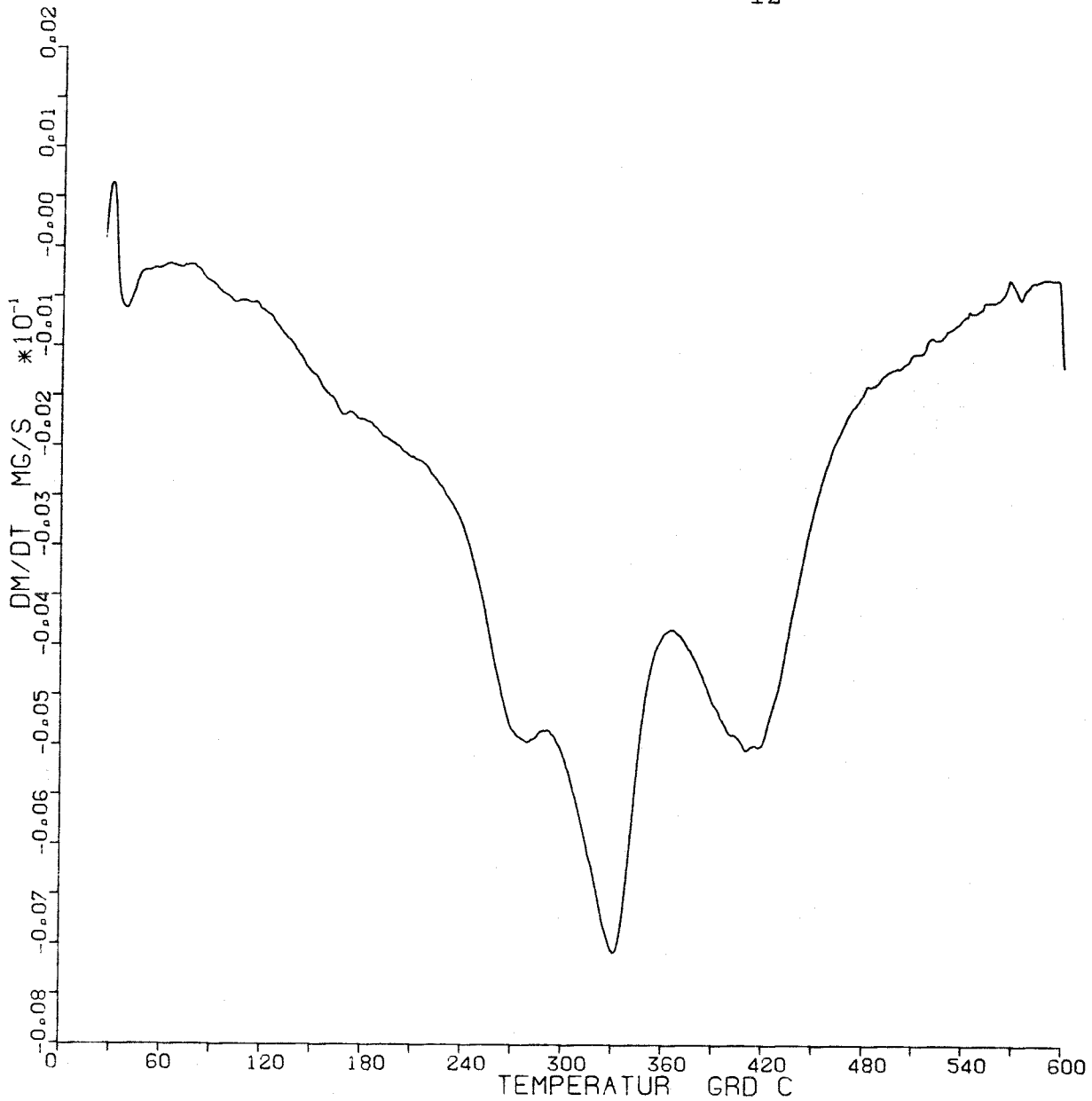


Abb. 7: Mittelwertkurve Lamoltan B2

Aus diesen Ergebnissen folgt, daß zur Auswertung von Versuchsergebnissen die Verläufe der Einzelkurven herangezogen werden müssen. Ferner ergibt sich hinsichtlich der Beurteilung der Wiederholbarkeit, daß eine Abweichung der Hauptzersetzungspeaks von  $\leq 2\%$  noch toleriert werden sollte. Das bedeutet bei Hauptzersetzungspeaks von  $287\text{ }^{\circ}\text{C}$  oder  $425\text{ }^{\circ}\text{C}$  maximale Abweichungen von ca. 5,7 bzw. 8,5 K.

In diesem Zusammenhang ist zu erwähnen, daß bei den früheren Untersuchungen (1) Abweichungen von  $> 5 \text{ }^\circ\text{C}$  schon als zu groß beurteilt worden waren. Bei diesen Untersuchungen waren die PUR-Hartschäume aber unter reproduzierbaren Produktionsbedingungen in Fabriken hergestellt worden. Bei den hier und künftig zu untersuchenden, auf Baustellen hergestellten Ortschäumen, muß wegen der anwendungstechnischen Randbedingungen auf Baustellen eine größere Abweichung toleriert werden.

Die Ergebnisse der Rückstandbestimmungen sind in der Tabelle 2 gegenübergestellt.

Tabelle 2: Rückstandmassen (bei  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ ) der drei PUR-Ortschäume aus Baymer DS 1, IC-Spritzschaum 5024 und Lamoltan B2

Produkt	Prüfstelle	Rückstand bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ , Masse %							Mittelwert $\pm$ Standardabweichung
		Probe-Nr. (Lage vergl. Abb. 1)							
		1	2	3	4	5	6		
DS	BAM	20,4	20,4	20,4	20,8	18,8	19,0	20,0 $\pm$ 0,8	
	MPA	20,3	18,0	20,1	19,5	19,9	22,2	20,0 $\pm$ 1,4	
IC	BAM	22,3	19,9	19,5	16,8	17,4	18,5	19,1 $\pm$ 2,0	
	MPA	21,4	20,1	19,8	19,8	20,8	21,3	20,5 $\pm$ 0,7	
LA	BAM	19,3	19,6	19,3	17,8	18,4	18,9	18,9 $\pm$ 0,7	
	MPA	21,6	23,0	23,6	22,0	23,6	23,2	22,8 $\pm$ 0,8	

Ein Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen der Rückstandmassen zeigt meistens eine relativ geringe Streubreite der Ergebnisse. Die Versuchsreihe mit der Spannweite von 5,5 Masse % (IC-Reihe der BAM) sollte dabei unberücksichtigt bleiben, da einer der ermittelten Grenzwerte von 16,8 Masse % (IC-Probe Nr. 4) bzw. 22,3 Masse % (Probe-Nr. 1) u.U. einen Ausreißer darstellt. Beim Vergleich und der Beurteilung von Versuchsergebnisse sollten Abweichungen von  $\leq 6$  % (relativ) in einer Versuchsreihe noch akzeptiert werden. Das bedeutet, daß bei einer Rückstandmenge von 20,0 Masse % eine Abweichung von 1,2 Masse % noch toleriert werden kann. Bei diesen Überlegungen wurde ebenfalls der größeren Streuung bei einem auf der Baustelle hergestellten Produkt Rechnung getragen.

### 3.2 Untersuchung von Proben aus verschiedenen Bereichen einer Ortschaum-Platte

Bei der Versuchsreihe 3.1 waren Proben vom jeweiligen Plattenanfang untersucht worden. Bei der vorliegenden Versuchsreihe wurden zusätzlich Proben aus der Mitte und dem Endbereich der Platten untersucht. Es wurden wiederum sechs 5 mg-Probewürfel untersucht und aus ihren Versuchsergebnissen die Mittelwerte/Standardabweichungen berechnet. Die mittleren Hauptzersetzungspeak-Temperaturen werden in der Tabelle 3 zusammengefaßt.

Tabelle 3: Hauptzersetzungspeaks (Mittelwerte) aus verschiedenen Plattenbereichen

Produkt	Prüf- stelle	Hauptzersetzungspeak °C		
		Plattenanfang vgl. Versuchsreihe 3.1 (Tabelle 1)	Plattenmitte	Plattenende
DS	BAM 1. Peak	293 ± 1,3	290 ± 6,7	291 ± 2,5
	MPA 1. Peak	287 ± 6,8	292 ± 2,6	289 ± 4,1
IC	BAM 2. Peak	425 ± 3,6	419 ± 6,6	420 ± 3,3
	MPA 2. Peak	421 ± 5,6	410 ± 7,2	420 ± 3,3
	BAM	343 ± 2,3	338 ± 6,1	339 ± 5,1
LA	MPA	337 ± 4,0	331 ± 5,0	329 ± 1,0
	BAM	332 ± 1,0	1)	1)
	MPA	328 ± 4,4	318 ± 2,5	320 ± 5,7

1) nicht durchgeführt

Die Versuchsergebnisse beider Prüfstellen zeigen insgesamt eine gute Vergleichbarkeit. Die größte Abweichung der Mittelwerte zwischen den beiden Prüfstellen betrug zwar 10 K (IC-Spritzschaum 5024 / Plattenende), diese Abweichung sollte aber bei einer allgemeinen Beurteilung der Vergleichbarkeit ausgeklammert bleiben. Unter Berücksichtigung der Tatsache, daß es sich um auf Baustellen hergestellte Produkte (ggf. sogar von verschiedenen Firmen verarbeitet) handelt, sollte die Abweichung der Mittelwerte der Hauptzersetzungspeak-Temperaturen zwischen zwei Prüfstellen  $\leq 4\%$  betragen.

Die Mittelwerte/Standardabweichungen der Rückstandsmengen sind in Ta-

belle 4 gegenübergestellt.

Tabelle 4: Rückstandsmengen (Mittelwerte) aus verschiedenen Plattenbereichen.

Produkt	Prüf- stelle	Rückstand (bei 600 °C) Masse %		
		Plattenanfang (vgl. Versuchsreihe 3.1) (Tabelle 2)	Plattenmitte	Plattenende
DS	BAM	20,0 ± 0,8	21,5 ± 0,8	21,7 ± 0,9
	MPA	20,0 ± 1,4	21,8 ± 1,5	22,1 ± 1,0
IC	BAM	19,1 ± 2,0	21,1 ± 1,3	19,8 ± 2,0
	MPA	20,5 ± 0,7	22,7 ± 0,7	21,0 ± 1,7
LA	BAM	18,9 ± 0,7	1)	1)
	MPA	22,8 ± 0,8	24,2 ± 0,8	24,9 ± 0,7

1) nicht durchgeführt

Hinsichtlich der Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse beider Prüfstellen ergibt sich aus den Standardabweichungen, daß diese im allgemeinen zufriedenstellend ist, wenn die baustellenbedingten Parameter und Einflüsse in Betracht gezogen werden. Die Abweichung der mittleren Rückstandsmengen beider Prüfstellen sollten aber  $\leq 10\%$  (relativ) sein. Bei der LA-Versuchsreihe wurden Abweichungen der Mittelwerte der beiden Prüfstellen von 3,9 ... 6 Masse % festgestellt. Diese Abweichungen sind nach den vorliegenden Erfahrungen

ungewöhnlich hoch (ca. 17 ... 24 % (relativ vom jeweils höheren Mittelwert), so daß angenommen wird, daß hier unterschiedlich homogene Schaumproben untersucht worden sind. Demzufolge wurden diese LA-Versuchsergebnisse bei der Diskussion einer zulässigen Abweichung von  $\leq 10$  % nicht berücksichtigt.

### 3.3 Proben aus Überwachungsprobenahmen

Im Hinblick auf die Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse der im MPA NRW hergestellten PUR-Hartschaumproben mit solchen, die auf Baustellen hergestellt worden sind, sollten Proben aus Überwachungsprobenahmen untersucht werden. Es sollten sowohl Proben aus den 1988 laufenden Überwachungen als auch Rückstellmuster aus den vergangenen Jahren herangezogen werden.

#### 3.3.1 Proben aus Probenahmen 1988

Für diese Untersuchungen konnte nur eine Ortschaumprobe aus Baymer DS 1 verwendet werden, da für die anderen beiden Produkte bis Juni 1988 keine Baustellen-Meldungen vorgelegen haben.

Die im Rahmen dieser Versuchsreihe durchgeführten Untersuchungen und deren Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 5 zusammengefaßt.

Tabelle 5: Hauptzersetzungspeaks und Rückstand eines 1988 hergestellten Ortschaums aus Baymer DS 1

Prüf- stelle	Serie- Nr.	1. Hauptzer- setzungspeak °C	2. Hauptzer- setzungspeak °C	Rückstand (600 °C) Masse %	Bemerkungen
BAM	1	282 ± 6,9	406 ± 2,9	22,4 ± 1,0	inhomogene Proben, Schlierenbildung
	2	287 ± 2,6	405 ± 3,7	22,9 ± 0,8	homogene Probe
MPA	1	282 ± 4,0		24,0 ± 0,6	19 d nach Proben- herstellung
	2	284 ± 2,6		23,9 ± 1,1	26 d nach Proben- herstellung
	3	283 ± 4,5		25,3 ± 1,4	33 d nach Proben- herstellung
	4	285 ± 5,3		24,8 ± 1,4	40 d nach Proben- herstellung
	5	283 ± 4,6	412 ± 7,6	23,6 ± 0,4	47 d nach Proben- herstellung

Bei der Auswertung der Versuchserie BAM-1 wurde festgestellt, daß insbesondere die Einzelwerte für die 1. Hauptzersetzungspeak-Temperatur eine größere Streubreite und damit auch eine größere Standardabweichung ( $s = \pm 6,9 \text{ °C}$ ) als üblich hatten.



Die Untersuchung des verwendeten Probematerials ergab, daß die für die Analyse verwendeten Proben aus einem schlierigen Teilbereich des PUR-Hartschaums entnommen worden waren. Demzufolge wurden die Versuche mit Proben wiederholt, die nunmehr aus einem homogenen, schlierenfreien Bereich des Ausgangsmaterials stammten. Die Ergebnisse aus dieser Versuchsserie BAM-2 wiesen dann geringere Streuungen auf. Beide Versuchsserien sind nachfolgend noch einmal gegenübergestellt.

Versuchsreihe BAM-1 (schlieriger inhomogener Schaum)

1. Hauptzersetzungspeak:  $(282 \pm 6,9) \text{ }^\circ\text{C}$  ( $V = 2,5 \%$ )
2. Hauptzersetzungspeak:  $(406 \pm 2,9) \text{ }^\circ\text{C}$  ( $V = 0,7 \%$ )  
Rückstand :  $(22,4 \pm 1,0) \text{ Masse } \%$  ( $V = 4,5 \%$ )  
 $V = \text{Variationskoeffizient}$

Versuchsreihe BAM-2 (homogener Schaum)

1. Hauptzersetzungspeak:  $(287 \pm 2,6) \text{ }^\circ\text{C}$  ( $V = 0,9 \%$ )
2. Hauptzersetzungspeak:  $(405 \pm 3,7) \text{ }^\circ\text{C}$  ( $V = 0,9 \%$ )  
Rückstand :  $(22,9 \pm 0,9) \text{ Masse } \%$  ( $V = 3,5 \%$ )  
 $V = \text{Variationskoeffizient}$

Als Ergebnis ergibt sich, daß bei der Entnahme der zu analysierenden Proben nur homogene Bereiche des Ortschaums und nicht inhomogene Bereiche, wie beispielsweise an den Grenzflächen der einzelnen Spritzschichten, ausgewählt werden dürfen.

Die Ortschaumprobe war am 27. Mai 1988 auf einer Baustelle hergestellt worden. Es ergab sich nun die Möglichkeit, auch den möglichen Einfluß einer Lagerungsdauer von weniger als 42 d auf die Analysergebnisse zu untersuchen. Demzufolge wurden thermogravimetrische Analysen nach 19, 26, 33, 40 und 47 d Lagerung der Proben im Normal-klima DIN 50014-23/50-2 durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Versuchsserien MPA - 1 bis MPA - 5 sind in der Tabelle 5 gegenübergestellt. Diese Ergebnisse zusammengefaßt kann gesagt werden, daß bei einer Lagerungsdauer von  $\geq 19$  d keine signifikanten Unterschiede bei der 1. Hauptzersetzungspeak-Temperatur und den Rückstandsmengen auftreten. Die Frage, ob diese Aussage auch für die anderen Produkte gemacht werden kann, konnte wegen fehlender Materialien nicht beantwortet werden.

Bei den Untersuchungen des im MPA NRW hergestellten Ortschaums aus Baymer DS-1 (Tabelle 3 und 4) waren die folgenden Kennwerte ermittelt worden.

Plattenbereich	1. Peaktemperatur °C		2. Peaktemperatur °C		Rückstand Masse %	
	BAM	MPA	BAM	MPA	BAM	MPA
Anfang	293 ± 1,3	287 ± 6,8	425 ± 3,6	421 ± 5,6	20,0 ± 0,8	20,0 ± 1,4
Mitte	290 ± 6,7	292 ± 2,6	419 ± 6,6	410 ± 7,2	21,5 ± 0,8	21,8 ± 1,5
Ende	291 ± 2,5	289 ± 4,1	420 ± 3,3	420 ± 3,3	21,7 ± 0,9	22,1 ± 1,0

Der Vergleich dieser Ergebnisse mit den Untersuchungsergebnissen der Proben aus 1988 auf einer Baustelle hergestellten Ortschaums BAM-2 und MPA-5 (Tabelle 5) zeigt, daß bei den 1. Hauptzersetzungspeak-Temperaturen und der Rückstände keine signifikanten Unterschiede vorliegen. Die etwas geringeren 2. Hauptzersetzungspeak-Temperaturen der Baustellenprobe sind bei Tolerierung einer Abweichung von  $\leq 4\%$  (16 K) (vgl. Abschnitt 3.2) ebenfalls noch als vergleichbar anzusehen.

### 3.3.2 Proben aus Überwachungsprobenahmen früherer Jahre.

Für das Produkt Baymer DS 1 waren noch Rückstellmuster aus Probenahmen der Jahre April 1985, Oktober 1986 und August 1987 vorhanden. Diese Ortschaum-Proben wurden von der BAM und dem MPA untersucht. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 6 zusammengestellt.

Tabelle 6: Untersuchungsergebnisse von Baymer DS 1 Ortschäumen,  
hergestellt in den Jahren 1985 - 1987

Jahr der Herstellung	Prüfstelle	1. Hauptzer- setzungsspeak °C	2. Hauptzer- setzungsspeak °C	Rückstand Masse %
1985	BAM	286 ± 1,8 293 ± 1,5 296 ± 1,6	402 ± 3,2 410 ± 5,1 410 ± 4,8	22,4 ± 0,5 24,0 ± 0,6 24,1 ± 0,7
	MPA	295 ± 2,2 295 ± 3,1	406 ± 3,0 411 ± 5,4	23,2 ± 1,1 21,7 ± 1,3
1986	BAM	293 ± 2,1 299 ± 2,3 300 ± 3,5	404 ± 0,8 414 ± 2,8 414 ± 5,3	23,2 ± 0,7 24,3 ± 0,2 24,2 ± 0,6
	MPA	302 ± 3,9 302 ± 3,0	407 ± 4,0 406 ± 3,5	22,9 ± 1,3 22,6 ± 0,8
1987	BAM	292 ± 1,9 299 ± 2,7 298 ± 1,7	405 ± 3,5 418 ± 4,4 416 ± 1,8	23,0 ± 0,7 24,5 ± 0,6 24,1 ± 0,7
	MPA	297 ± 2,9 295 ± 3,0	410 ± 2,8 416 ± 6,0	22,5 ± 1,0 21,9 ± 1,1

Der Vergleich aller Untersuchungsergebnisse zeigt, daß bei beiden Hauptzersetzungsspeak-Temperaturen und den Rückstandsmengen die Vergleichbarkeit der beiden Prüfstellen gegeben ist. Auch beim Vergleich mit den Untersuchungsergebnissen der im MPA hergestellten Proben liegt unter Berücksichtigung der noch tolerierbaren Abweichungen (vgl. Abschnitt 3.2) eine Übereinstimmung der Kennwerte vor.

Für das Produkt IC-Spritzschaum 5024 lag nur noch ein Rückstellmuster aus dem Jahre Juli 1986 vor. Die Ergebnisse der thermogravimetrischen Untersuchungen dieser Proben sowie der 1988 im MPA NRW hergestellten Proben sind in der Tabelle 7 gegenübergestellt.

Tabelle 7: Untersuchung von IC-Spritzschaum 5024 Ortschäumen, hergestellt 1986 bzw. 1988

Jahr der Herstellung	Prüfstelle	Hauptzer- setzungsspeak °C	Rückstand Masse %
1986	MPA	295 ± 3,2	21,3 ± 1,6
		298 ± 3,9	21,9 ± 1,4
		294 ± 2,8	21,3 ± 1,1
1988 im MPA her- gestellt	BAM	343 ± 2,3	19,1 ± 2,0
	MPA	338 ± 4,0	20,5 ± 0,7

Der Vergleich der Untersuchungsergebnisse zeigt, daß beide Ortschaumproben hinsichtlich der Lagen der Hauptzersetzungsspeak-Temperatur nicht vergleichbar sind.

Beim Vergleich der nachstehenden DTG-Kurven (1. Ableitung der Masseverluste nach der Zeit  $dm/dt$ ) zeigt sich ebenfalls, daß hier eine Identität der Produkte aus den Jahren 1986 und 1988 nicht anzunehmen ist.

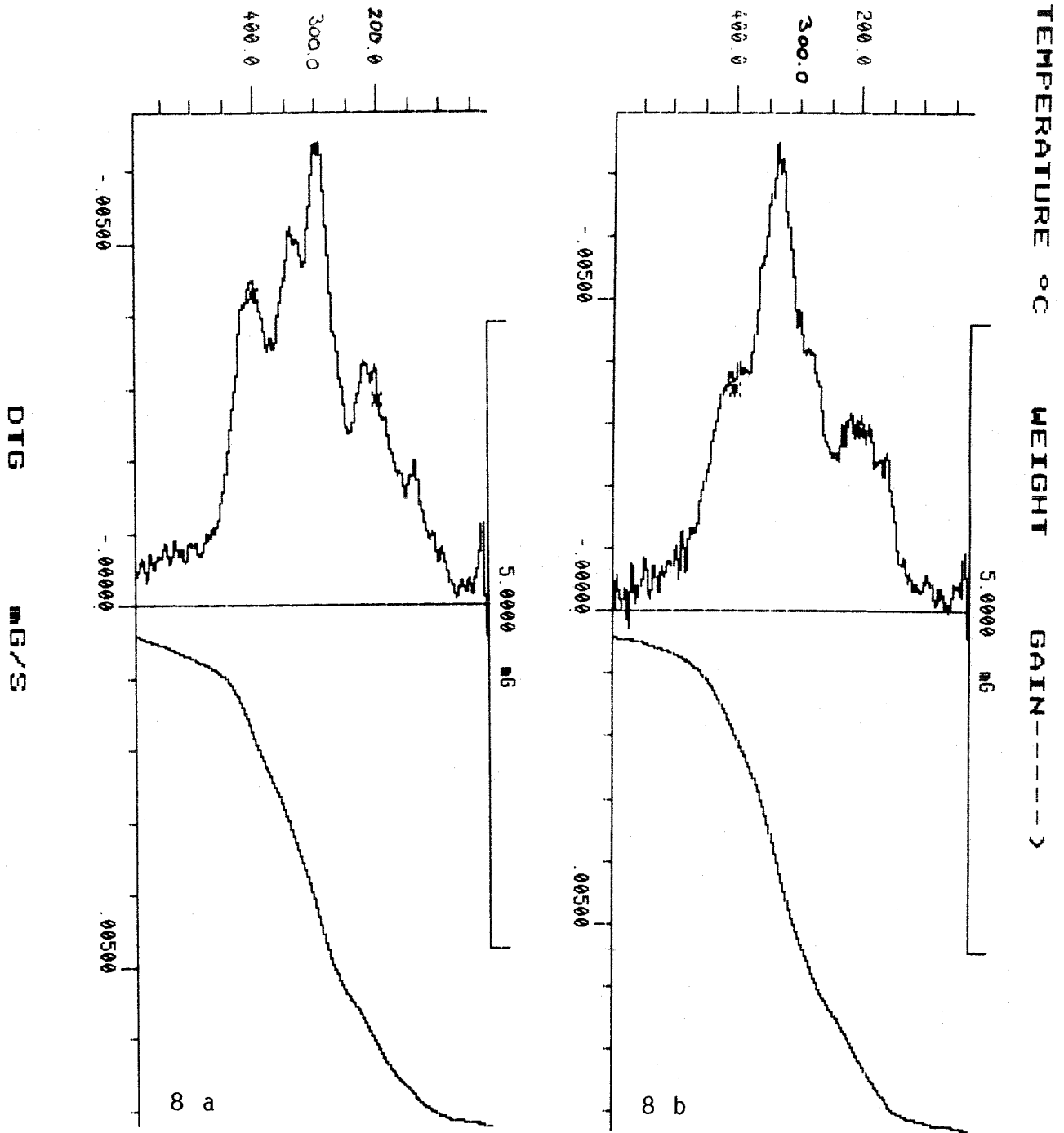


Abb. 8: DTG-Kurven von IC-Spritzschaum 5024

a: Herstellung 1986

b: Herstellung 1988 (MPA NRW)

Für das Produkt Lamoltan B 2 lag eine Probe vom August 1987 vor. Die Ergebnisse der thermogravimetrischen Untersuchungen dieser Probe sowie der 1988 im MPA NRW hergestellten Probe sind in der Tabelle 8 gegenübergestellt.

Tabelle 8: Untersuchung von Lamoltan B 2 Ortschäumen,  
hergestellt 1987 und 1988

Jahr der Herstellung	Prüfstelle	Hauptzersetungspeak °C	Rückstand Masse %
1987	MPA	311 ± 3,3	26,9 ± 0,5
		310 ± 4,7	26,1 ± 0,8
1988 (im MPA hergestellt)	BAM	332 ± 1,0	18,9 ± 0,7
	MPA	328 ± 3,9	22,4 ± 0,8

Der Vergleich der Untersuchungsergebnisse zeigt, daß für beide Ortschaum-Proben aufgrund der Unterschiede zwischen den Hauptzersetzungspeak-Temperaturen und der Rückstandsmengen eine Identitätsabweichung vorliegen kann. Auch der Vergleich der beiden DGT-Kurven zeigt, daß diese nicht

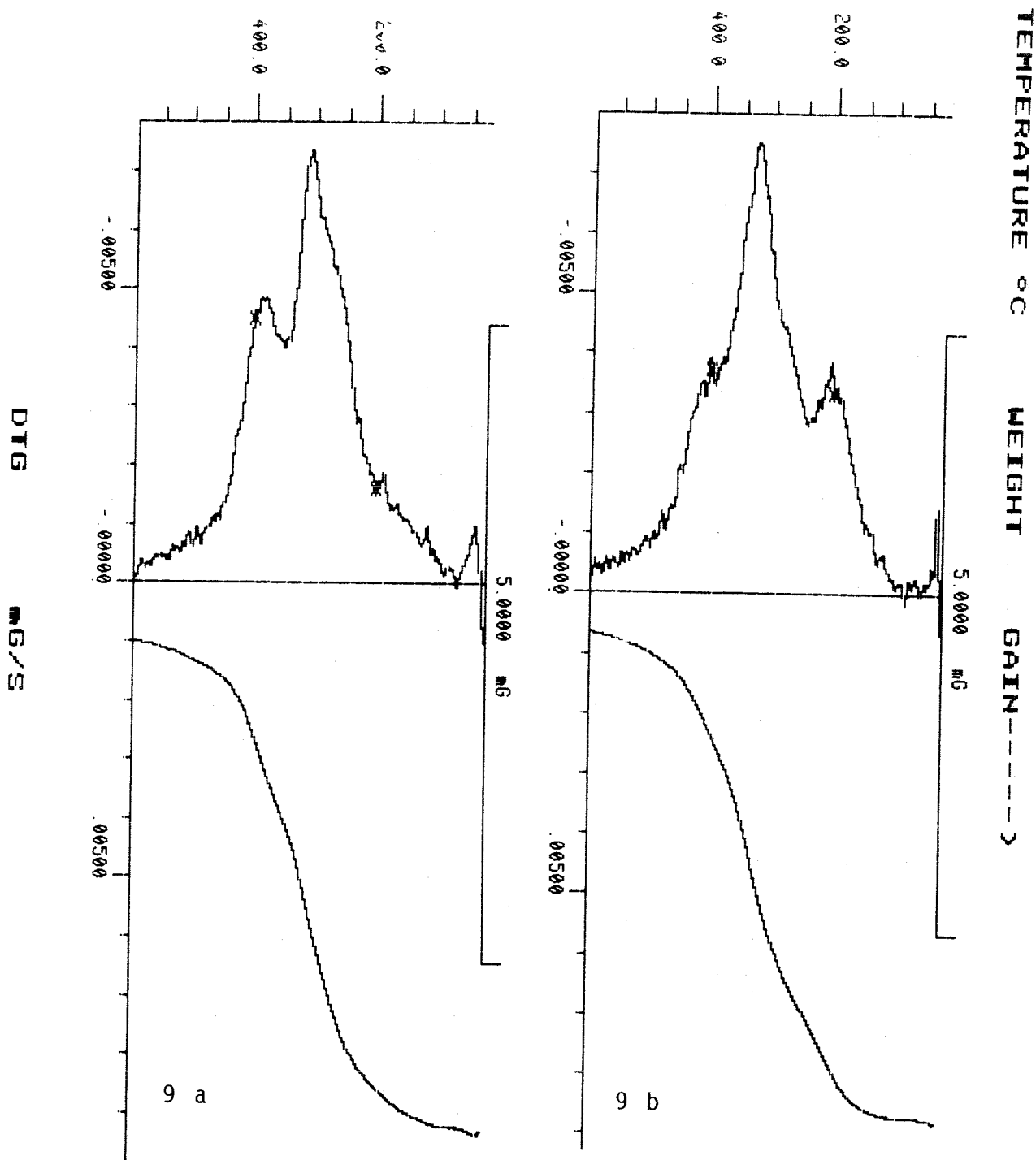


Abb. 9: TG-Kurven (dM/dt) von Lamoltan B 2

a: Herstellung 1987

b: Herstellung 1988 (MPA NRW)

identisch sind, da die DTG-Kurve der Probe aus dem Jahr 1988 einen kleinen Peak bei 205 °C aufweist, der bei der 1987 hergestellten Probe fehlt.

Nach diesen Untersuchungsergebnissen ist anzunehmen, daß beide Produkte nicht völlig identisch sind. Hier wären zur eindeutigen Klärung ergänzende chemische und/oder physikalische Untersuchungen angebracht.

### 3.4 Einfluß von Härterfehl dosierungen

Zur Klärung der Frage, inwieweit Mischungsfehler infolge falscher Dosierung einer Komponente durch thermogravimetrische Untersuchungen erkennbar werden, wurden Proben der Produkte Baymer DS 1 und Lamoltan B 2 mit definierten Unter- und Überdosierungen der Härter untersucht. Die Unterdosierungen entsprachen Härterfehlmengen von 7,5 und 15 %, die Überdosierungen entsprachen Härterüberschüssen von 7,5 und 15 %.

Die Untersuchungsergebnisse für die Proben aus Baymer DS 1 sind in der Tabelle 9 zusammengestellt.

Tabelle 9: Untersuchung des Einflusses von Härterunter- und Überdosierungen bei Baymer DS 1 auf thermogravimetrische Kennwerte.

Härtermenge	Prüfstelle	1. Hauptzer- setzungspeak °C	2. Hauptzer- setzungspeak °C	Rückstand Masse %
+ 15 %	MPA	294 ± 3,3	408 ± 5,7	26,6 ± 0,3
	BAM	291	412	22,3
+ 7,5 %	MPA	288 ± 5,3	406 ± 5,7	24,9 ± 1,2
	BAM	287	412	21,9
- 7,5 %	MPA	275 ± 3,5	407 ± 4,0	21,4 ± 1,0
	BAM	275	412	20,8
- 15 %	MPA	278 ± 2,9	404 ± 5,0	23,5 ± 1,0
	BAM	277	411	19,4



Bei den vorstehend beschriebenen Untersuchungen mit den Baymer DS 1 - Proben waren die folgenden Ergebnisse bzgl. des minimalen und maximalen Mittelwertes ermittelt worden (aus BAM und MPA Ergebnissen zusammen).

MPA-Herstellung:

1. Hauptzersetzungspeak	287/293 °C
2. Hauptzersetzungspeak	410/425 °C
Rückstand	20,0/22,1 Masse %

Baustellen-Herstellung 1988:

1. Hauptzersetzungspeak	282/287 °C
2. Hauptzersetzungspeak	406/412 °C
Rückstand	22,4/25,3 Masse %

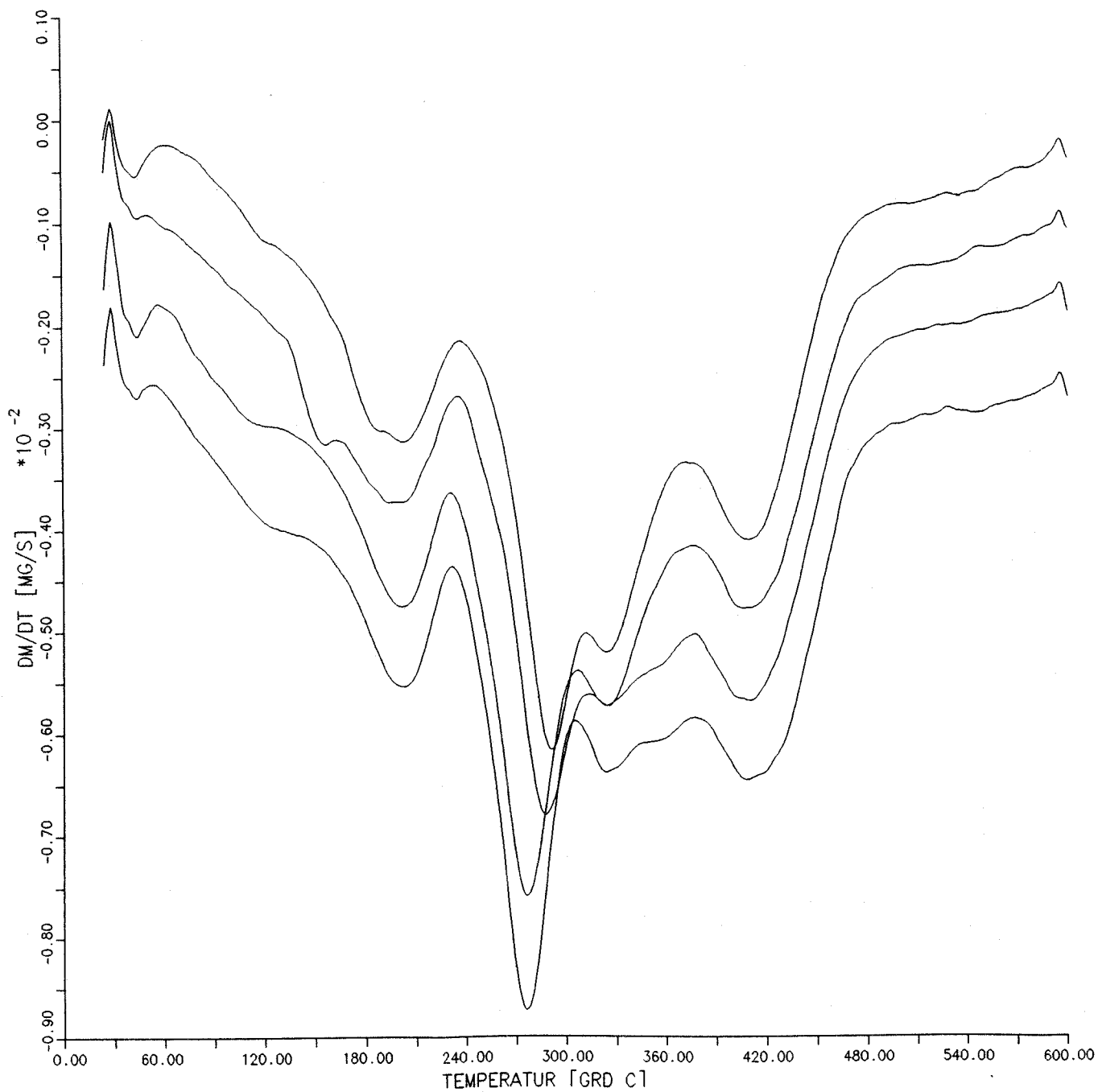
Baustellen-Herstellung 1985 - 1987:

1. Hauptzersetzungspeak	286/302 °C
2. Hauptzersetzungspeak	402/418 °C
Rückstand	21,7/24,5 Masse %

Vergleicht man diese Mittelwertspannweiten mit den Versuchsergebnissen aus der Tabelle 9, dann sind keine signifikanten Unterschiede erkennbar. Bei den Überdosierungen deutet sich eine Tendenz zu erhöhten Rückstandsmengen und bei den Unterdosierungen zu niedrigeren Temperaturen des 1. Hauptzersetzungspeaks an. Die leichte Erniedrigung des 1. Hauptzersetzungspeaks bei sonst vergleichbarem DTG-Kurvenverlauf ist auch aus der Abbildung 10 zu erkennen.

Die Untersuchungsergebnisse für die Proben aus Lamoltan B 2 sind in der Tabelle 10 zusammengefaßt.

Abb. 10



- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL BAYMER +15VH HAERTER PROBE 3.2 1.M. ANFANGSMASSE MG 4.952. MESSDATUM 11.10.88. HEIZRATE K/MIN 20. SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL BAYMER +7.5VH HAERTER PROBE 2.1 1. ANFANGSMASSE MG 4.9710. MESSDATUM 10.10.88. HEIZRATE K/MIN 20. SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL BAYMER -7.5VH HAERTER PROBE 4.2 1. ANFANGSMASSE MG 4.910. MESSDATUM 11.10.88. HEIZRATE K/MIN 20. SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL BAYMER -15 HAERTER PROBE 5.2 1.M. ANFANGSMASSE MG 4.969. MESSDATUM 12.10.88. HEIZRATE K/MIN 20. SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD LUFT AB 610 GRAD

Tabelle 10: Untersuchung des Einflusses von Härterunter- und -überdosierung bei Lamoltan B 2 auf thermogravimetrische Kennwerte

Härtermenge	Prüfstelle	Hauptzersetzungspeak °C	Rückstand Masse %
+ 15 %	MPA	312 ± 2,5	23,9 ± 0,6
	BAM	312	22,4
+ 7,5	MPA	311 ± 3,5	25,3 ± 1,2
	BAM	305	21,7
- 7,5 %	MPA	309 ± 2,0	25,1 ± 1,0
	BAM	306	21,9
- 15 %	MPA	309 ± 2,5	25,1 ± 0,7
	BAM	307	19,7

Bei den vorstehend beschriebenen Untersuchungen mit den Lamoltan B 2 - Proben waren die folgenden Ergebnisse, bzgl. des minimalen und maximalen Mittelwertes ermittelt worden (aus BAM und MPA Ergebnissen zusammen).

MPA-Herstellung:

Hauptzersetzungspeak    320/332 °C  
 Rückstand                    18,9/24,9 Masse %

Baustellen-Herstellung:

Hauptzersetzungspeak	310/311 °C
Rückstand	26,1/26,9 Masse %

Beim Vergleich dieser Mittelwertspannweiten mit den Versuchsergebnissen aus der Tabelle 10 ergeben sich keine signifikanten Unterschiede. Auch die DGT-Kurven der 4 Proben mit den Härterfehlerdosierungen sind vergleichbar (Abb. 11).

Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe zusammengefaßt kann gesagt werden, daß Härterfehlerdosierungen in einem Bereich von - 15 % bis + 15 Masse % nicht (Lamoltan B 2) oder nicht eindeutig (Baymer DS 1) mit der thermogravimetrischen Methode nachweisbar sind. Bei größeren Härterfehlerdosierungen von weniger oder mehr als 15 % sollen sich nach der Auskunft von Fachleuten die physikalischen Eigenschaften, wie beispielsweise Zellstruktur, nachteilig verändern und somit erkennbar sein.

### 3.5 Verwendung produktfremder Härter

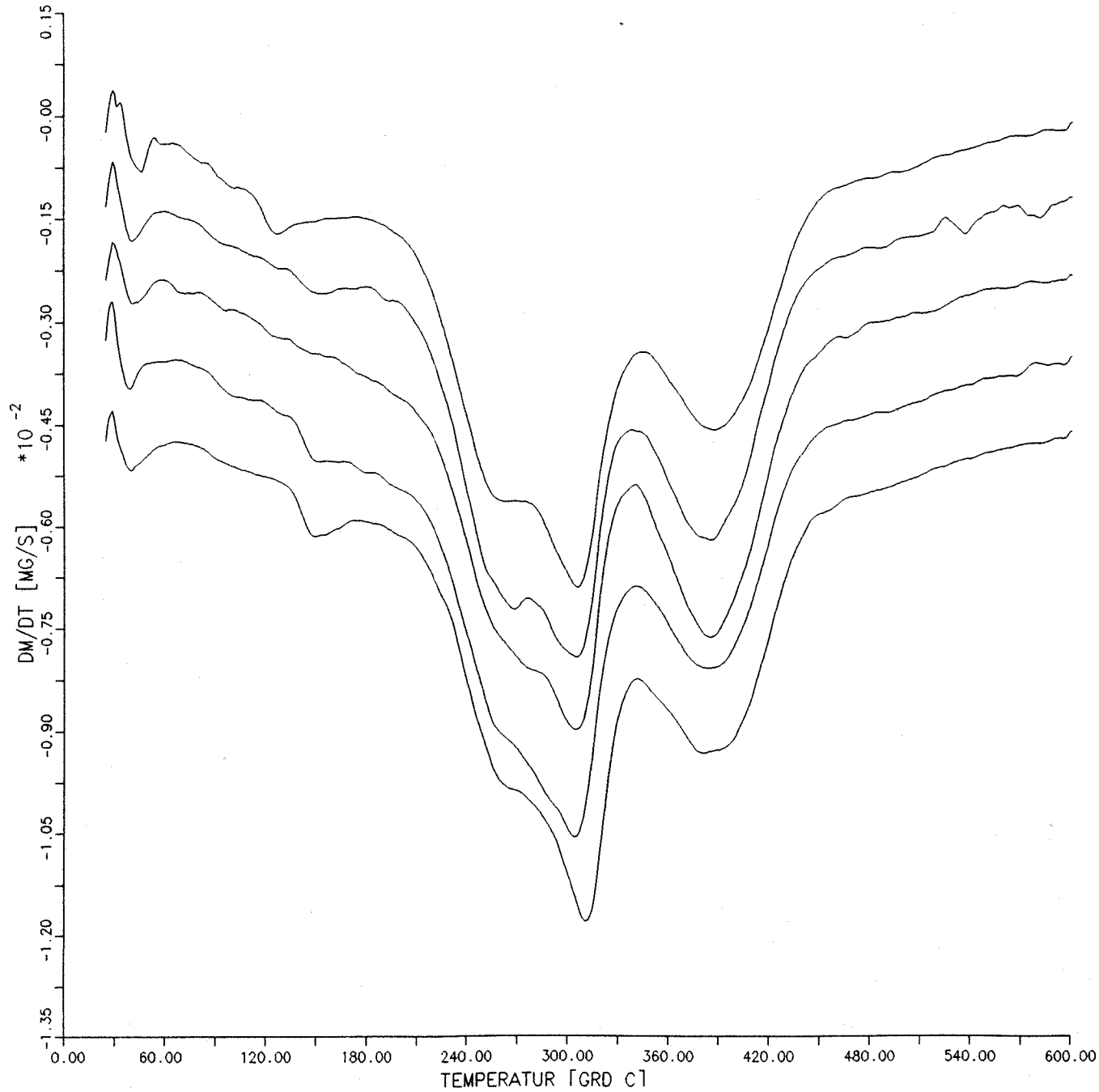
Zur Untersuchung der Frage, ob bei einem Vertauschen von Härttern auf der Baustelle sich derartige Falschmischungen mittels der Thermogravimetrie erkennen lassen, wurden Proben aus

- Baymer DS 1 A-Komponente und  
IC-Spritzschaum 5024 B-Komponente (Härter)

sowie

- IC-Spritzschaum 5024 A-Komponente und  
Lamoltan B 2 B-Komponente (Härter)

hergestellt. Die Untersuchungsergebnisse sind in der Tabelle 11 zusammengefaßt.



- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL  
LAMOLTAN -15VH HAERTER PR.10.2 1.M  
ANFANGSMASSE MG 4.949  
MESSDATUM 12.10.88  
HEIZRATE K/MIN 20  
SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD  
LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL  
LAMOLTAN -7.5VH HAERTER PR.12.2 1.  
ANFANGSMASSE MG 4.978  
MESSDATUM 12.10.88  
HEIZRATE K/MIN 20  
SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD  
LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL  
LAMOLTAN RUECKSTM. 1987 PR.A2 1.M  
ANFANGSMASSE MG 4.950  
MESSDATUM 10.10.88  
HEIZRATE K/MIN 20  
SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD  
LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL  
LAMOLTAN +7.5VH HAERTER PR.13.1 1.  
ANFANGSMASSE MG 5.068  
MESSDATUM 12.10.88  
HEIZRATE K/MIN 20  
SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD  
LUFT AB 610 GRAD
- VORHABEN PUR ORTSCHAEUME MATERIAL  
LAMOLTAN +15VH HAERTER PR.11.2 1.M  
ANFANGSMASSE MG 5.050  
MESSDATUM 12.10.88  
HEIZRATE K/MIN 20  
SPUELGAS STICKSTOFF BIS 610 GRAD  
LUFT AB 610 GRAD

Tabelle 11: Untersuchungsergebnisse der Proben mit produktfremden Härtern:

- Baymer DS 1 A-Komponente / IC-Spritzschaum B-Komponente
- IC-Spritzschaum A-Komponente / Lamoltan B 2 B-Komponente

Probe aus	Prüf- stelle	1. Hauptzer- setzungspeak °C	2. Hauptzer- setzungspeak °C	Rückstand Masse %
DS-A-Komponente	BAM	294 ± 6,8	419 ± 5,8	21,7 ± 1,7
IC-B-Komponente	MPA	291 ± 7,5	408 ± 6,0	23,8 ± 0,6
IC-A-Komponente	BAM	340 ± 6,3		19,9 ± 2,1
LA-B-Komponente	MPA	334 ± 7,6		23,0 ± 0,6

Vergleicht man die Versuchsergebnisse mit jenen der Originalmischungen (siehe Tabellen 3 und 4, Mittelwerte) für

Baymer DS:

- 1. Hauptzersetzungspeak 287/293 °C
- 2. Hauptzersetzungspeak 410/425 °C
- Rückstand 20,0/22,1 Masse %

IC-Spritzschaum 5024:

- Hauptzersetzungspeak 329/343 °C
- Rückstand 19,1/22,7 Masse %

dann sind keine Unterschiede erkennbar. Eine Ursache für dieses Verhalten wird darin gesehen, daß für die Herstellung derartiger Ortschaftäume Isocyanat-Härter eingesetzt werden, die in ihrer chemischen Struktur gleich oder zumindest nur so wenig verschieden sind, daß daraus keine signifikanten Unterschiede bei der thermogravimetrischen Analyse resultieren.

Anmerkung: Vergleichende Untersuchungen der Härter (B-Komponenten) Baymer DS-1 und Lamoltan B2 mittels (IR- und H-NMR-Spektroskopie (BAM) bestätigen die Annahme.

#### 4. Zusammenfassung der Ergebnisse

Bei der bauaufsichtlichen Zulassung von Polyurethan-Ortschäumen werden Überwachungsprüfungen gefordert. Diese Überwachungsprüfungen beschränken sich z.Zt. auf den Nachweis verschiedener physikalischer Eigenschaften.

Chemische Identitätsuntersuchungen wurden bisher nicht durchgeführt, da diese mit einem großen Aufwand verbunden sind. Nach den vorliegenden Erfahrungen der BAM und des MPA NRW könnte die Thermogravimetrie eine geeignete Methode sein, um die Identität eines Hartschaumes mit hinreichender Zuverlässigkeit schnell und mit geringem Zeit- und Kostenaufwand zu überprüfen. Das vorliegende Forschungsvorhaben sollte die Anwendbarkeit der Thermogravimetrie zur Identifizierung von PUR-Ortschäumen untersuchen.

Für die Untersuchungen wurden Produkte dreier verschiedener Hersteller verwendet, die eine Zulassung durch das IfBt besitzen. Die für die Untersuchungen verwendeten Proben waren entweder wie baustellenüblich von einer Fachfirma im MPA NRW geschäumt worden oder stammten aus Überwachungsprüfungen der Jahre 1985 - 1988.

In den beiden ersten Versuchsserien sollten die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit innerhalb einer Prüfstelle sowie zwischen zwei Prüfstellen abgegrenzt werden. Aus den Untersuchungen ergab sich, daß einmal zur Beurteilung der Übereinstimmung einer Probe zu einem urmusterlich geprüften Material die jeweiligen DTG-Kurven heranzuziehen sind. Als weitere Beurteilungskriterien sind die Hauptzersetzungspeaks und die Rückstandsmengen zu berücksichtigen.

Beim Vergleich innerhalb einer Prüfstelle sollten die Abweichungen der Mittelwerte der Hauptzersetzungspeak-Temperaturen voneinander  $\leq 2 \%$  und die der Rückstandmengen  $\leq 6 \%$  (relativ) betragen. Beim Vergleich der Untersuchungsergebnisse zweier Prüfstellen sollten die Mittelwerte der Abweichungen der Hauptzersetzungspeak-Temperaturen voneinander  $\leq 4 \%$  und die der Rückstandmengen  $\leq 10 \%$  (relativ) sein. Diese Grenzen der noch tolerierbaren Abweichungen sollten auch beim Vergleich einer Überwachungsprobe mit der urmusterlich geprüften Probe zugrunde gelegt werden. Liegen die Beurteilungskriterien innerhalb der Abweichungsgrenzen, so ist eine Identität als gegeben anzunehmen. Liegen die Kennwerte außerhalb der Grenzen, so sind in Zweifelsfällen weitere thermogravimetrische Untersuchungen und/oder ggf. zusätzliche chemische bzw. physikalische Untersuchungen durchzuführen, um die Identität zu belegen oder abzulehnen.

Die Untersuchung der 1988 auf einer Baustelle hergestellten Ortschaftschaum-Probe ergab einmal, daß für die Analyse nur Probewürfel aus Bereichen mit homogener Struktur entnommen werden sollen, um die analytische Streuung der Einzelergebnisse gering zu halten.

Weiterhin ergaben die Untersuchungen, daß die übliche Lagerungsdauer mindestens 42 d bis zum Beginn der physikalischen Prüfungen nicht eingehalten werden muß, sondern - zumindest bei dem untersuchten Produkt - die thermogravimetrischen Untersuchungen bereits nach 19 d begonnen werden können.

Der Vergleich der beiden 1988 im MPA NRW bzw. auf einer Baustelle hergestellten Ortschaftschäume ergab nach den 1. Hauptzersetzungs-Temperaturen und den Rückstandmengen eine Identität beider Proben. Bei Tolerierung einer maximalen Abweichung von  $4 \%$  (= 16 K) sind auch die 2. Hauptzersetzungspeak-Temperaturen miteinander vergleichbar.

Die Untersuchungen mit älteren Rückstellmustern aus den Jahren 1985 - 1987 zeigten bei einem Produkt eine eindeutige Identität untereinander und auch mit der Probe aus dem Jahr 1988.

Bei dem zweiten Produkt lag keine Identität zwischen der Probe aus dem Jahr 1986 und der Probe aus dem Jahr 1988 vor. Die Hauptzersetzungspeak-Temperaturen und auch der Verlauf der DTG-Kurven waren deutlich verschieden.



Bei dem dritten Produkt lagen ebenfalls zwischen der Probe aus 1987 und jener aus 1988 Abweichungen bei den Hauptzersetzungspeak-Temperaturen, Rückstandmengen und dem Verlauf der DTG-Kurven vor, die eine Identität in Frage stellen.

Die Untersuchung der Frage, ob Härterunter- und -Überdosierungen von 7,5 und 15 % mittels Thermogravimetrie erkannt werden können, erfolgte an zwei Produkten. Die Ergebnisse der Versuchsreihen können dahingehend zusammengefaßt werden, daß keine signifikanten Unterschiede erkennbar waren. Bei einem der beiden untersuchten Produkte deutete sich bei Überdosierungen die Tendenz einer Erhöhung der Rückstandmengen und bei Unterdosierungen die Tendenz einer Erniedrigung der 1. Hauptzersetzungspeak-Temperaturen an.

Bei der Verwendung von produktfremden Härtern konnten mittels Thermogravimetrie keine Unterschiede hinsichtlich des Verlaufs der DTG-Kurve, der Hauptzersetzungspeak-Temperatur und der Rückstandmenge zur Originalmischung festgestellt werden. Vermutlich werden für die Ortschaften von den Herstellern chemisch gleiche oder nur wenig voneinander abweichende Isocyanat-Härter verwendet, so daß die Thermogravimetrie keine Unterschiede aufzeigt.

Orientierende Begleitversuche mit Proben, die im Laboratorium in einem Becherglas geschäumt worden waren, haben ergeben, daß die thermogravimetrischen Kennwerte nicht vergleichbar sind mit jenen von Proben, die wie baustellenüblich mit einer 2-Komponenten-Spritzvorrichtung geschäumt worden waren.

Nach den vorliegenden Untersuchungsergebnissen kann die Thermogravimetrie zum Identitätsvergleich einer Überwachungsprobe mit einem musterlich geprüften Material herangezogen werden.

5. Literatur

- 1) Groß, H., Koll, G., Sickfeld, J., Neubert, D.,  
Charakterisierung von PUR-Hartschäumen durch thermische  
Analyse, Bauen mit Kunststoffen, Heft 5 (1987), 16 - 21
  
- 2) Groß, H., Koll, G., Sickfeld, J., Neubert, D.,  
Thermogravimetrie von Polyurethan-Schaumstoffen  
Kunststoffe 77 (1987), 1253 - 1257

# Study of the Applicability of Thermogravimetry for the Identification of Polyurethane Foams

## Summary

The research project was to examine the applicability of thermogravimetry for the identification of polyurethane foams. From the examination resulted that the respective DTG graph was to be applied in order to assess the conformity of a sample compared with a tested prototype material. Furthermore, the main decomposition peaks and the residue amount must be taken into consideration. When comparing within one test place, the deviations of the average values of the main decomposition peak temperatures should be  $\leq 4\%$  and those of the residue amounts  $\leq 10\%$  (relatively). Comparing the test results of two test places, the deviations of the main decomposition peak temperatures from each other should be  $\leq 4\%$  and those of the residue amounts  $\leq 10\%$  (relatively). In case the parameters are beyond the limits, further thermogravimetric examinations and/or additional chemical resp. physical examinations are to be performed in order to establish or reject the identity.

With one product, the tests with older samples from the years 1985 to 1987 showed a clear identity with a sample from the year 1988. With other products, there was no identity between the samples from the year 1986 and 1987 respectively and the samples from the year 1988. The main decomposition peak temperatures and the course of the DTG graphs were different.

The examination of the question whether underdosing or overdosing of hardeners from 7.5 and 15 % can be established by means of thermogravimetry was performed with two products. The results of the test series can be summarized as follows: significant differences could not be established.

Using foreign hardeners, no differences could be established with respect to the DTG graph, the main decomposition peak temperature, and the amount of residue could be established compared with the original mixture.

According to these examination results, thermography can be employed for comparing the identity of a polyurethane foam and a tested prototype material.

# Recherches sur l'utilisation pratique de la thermogravimétrie aux fins d'identification de mousses de polyuréthane moulées sur place

## Résumé

Le projet de recherches a pour but de vérifier l'aptitude de la thermogravimétrie à l'utilisation pratique aux fins d'identification de mousses de polyuréthane moulées sur place (in site produced). Les recherches ont révélé que, pour permettre d'évaluer la concordance d'une éprouvette avec un échantillon original contrôlé, les courbes de TGD respectives, d'une part, et les principaux peaks de décomposition de même que les quantités de résidus, d'autre part, devaient être pris en considération. Lors de comparaisons au sein d'une seule et même station d'essai, les divergences des valeurs moyennes les une par rapport aux autres devraient être de 2% en ce qui concerne les températures de peaks de décomposition et de 6% (relativement) en ce qui concerne les quantités de résidus. En cas de comparaisons des résultats d'examens de deux stations d'essai, les divergences devraient être de 4% en ce qui concerne les températures de peaks de décomposition et de 10% (relativement) en ce qui concerne les quantités de résidus. Lorsque les valeurs caractéristiques sont situées hors de ces limites, il y a lieu de procéder, en cas de doute, à d'autres examens thermogravimétriques et/ou, le cas échéant, à des essais chimiques ou physiques en vue de confirmer ou de rejeter l'identité.

Les analyses d'échantillons plus anciens, remontant aux années 1985-1987, révélaient l'identité non équivoque d'un produit avec l'échantillon datant de 1988. En ce qui concernait d'autres produits, les échantillons de 1986, resp. de 1987, n'étaient pas identiques aux échantillons de 1988. Les températures de peaks de décomposition et l'allure générale des courbes de TGD étaient différentes.

La question de la possibilité de détecter des dosages excessifs et des dosages trop faibles de durcissant de 7,5 et 15% à l'aide de la thermogravimétrie était examinée à l'appui de deux produits. Les résultats des séries d'essais peuvent être résumés comme suit: Aucunes différences significatives n'étaient discernables.

Lors de l'utilisation de durcissants étrangers au produit, aucunes différences ne pouvaient être constatées dans l'allure générale de la courbe de TGD, la température de peaks de décomposition ni la quantité de résidus des éprouvettes par rapport aux mélanges originaux.

D'après les résultats de ces essais, la thermogravimétrie peut être utilisée aux fins de comparaison de l'identité d'une mousse de polyuréthane moulée sur place avec un échantillon original contrôlé (Contrôle de qualité).