



# Umfassende Untersuchung von PVC-Böden mittels TG-FT-IR und ATR

Dr. Carolin Fischer

## Einleitung

PVC-Bodenbeläge werden aufgrund ihrer Langlebigkeit, Vielseitigkeit und Kosteneffizienz häufig in Wohn-, Gewerbe- und Industriebereichen eingesetzt. Das Verständnis des thermischen Verhaltens von PVC-Bodenbelägen ist entscheidend für ihr optimale Performance, Sicherheit und Lebensdauer. Wertvolle Einblicke in die thermischen Eigenschaften liefern dabei thermische Analyseverfahren.

Der entscheidende Vorteil der Kopplung der thermischen Analyse mit der Gasanalyse liegt in der Möglichkeit, nicht nur das thermische Verhalten, sondern auch das Emissionsprofil von PVC-Bodenbelägen zu charakterisieren. Durch die Analyse der entstehenden Gase ist es möglich, die Ausgasung von toxischen oder schädlichen Substanzen während der Erwärmung zu identifizieren, was Auswirkungen auf die Luftqualität in Innenräumen und die menschliche Gesundheit haben kann. Diese Informationen sind besonders wichtig für Anwendungen, bei denen PVC-Bodenbeläge in geschlossenen Räumen verwendet werden, z. B. in Wohnungen, Büros, Schulen oder Gesundheitseinrichtungen.

## Experimentelles

Die Kombination aus dem Bruker *INVENIO* und der NETZSCH TG 209 *F1 Libra*® bietet eine große Vielfalt an Möglichkeiten zur Analyse von Polymeren. Nicht nur Routine-TG-Messungen sind möglich. Das *INVENIO*

ermöglicht die Untersuchung von Feststoffproben mittels ATR (abgeschwächte Totalreflexion) im Probenraum sowie die Identifizierung der bei der Zersetzung freigesetzten Gase durch die beheizte externe Gaszelle. Ohne jegliche Hardwareänderung können die Messungen abwechselnd durchgeführt werden, indem einfach ein anderes Experiment in der Software ausgewählt wird.

## ATR-Untersuchungen

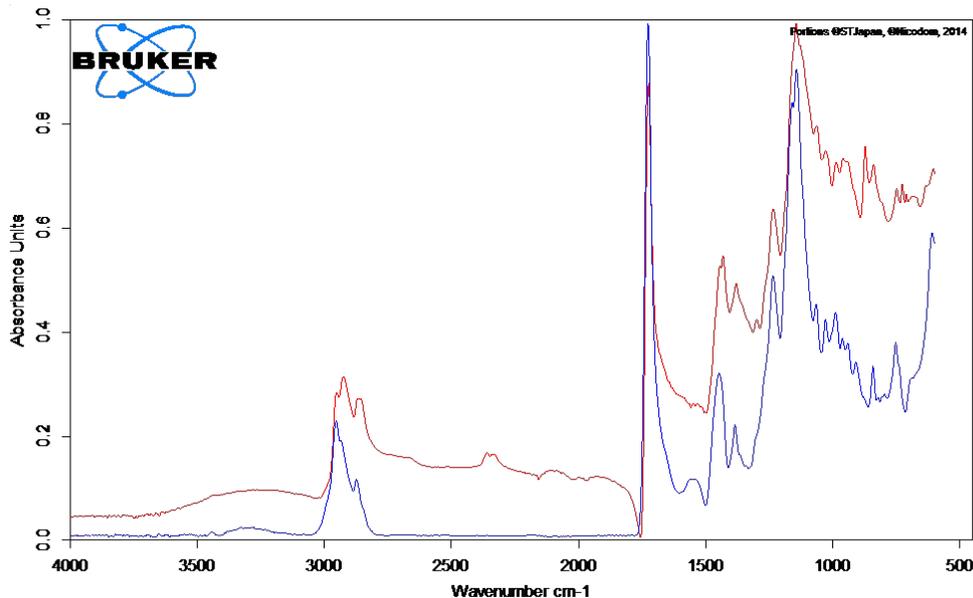
Zunächst wurden beide Seiten der Bodenprobe mittels ATR untersucht, indem die komplette Probe auf den Diamantkristall im Probenraum gelegt und mit der Klemme fixiert wurde. Der IR-Strahl durchdrang die Probe nur um wenige Mikrometer und erfasst daher hauptsächlich die Oberflächenbeschaffenheit. Die Unterseite der Probe war schwarz gefärbt und zeigte im ATR-Spektrum große Ähnlichkeit mit einer aufgetragenen Farbschicht (Abbildungen 2 a) und b)).



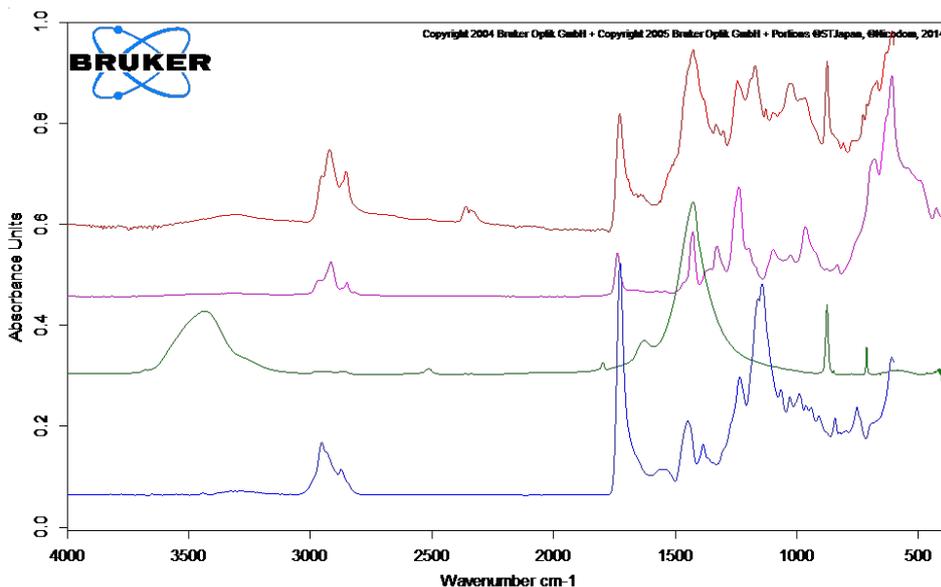
2 a) Probenunterseite und b) Probenoberseite

Die Oberseite der Probe zeigte mehrere verschiedene Farben. Daher hängen auch die ATR-Spektren von der eingenommenen Position ab. Ein beispielhaftes Spektrum ist in Abbildung 5 dargestellt. Hier wurde die Übereinstimmung mit mehreren verschiedenen Verbindungen festgestellt, z. B. PVC (rosa), Kalziumkarbonat (grün) und Farbe (blau).

Diese ersten FT-IR-Spektren liefern die ersten Teile des Puzzles zur Analyse der Zusammensetzung der Probe.



3 Gemessenes ATR-Spektrum des Probenbodens (rot) im Vergleich zu einem Bibliotheksspektrum der Universalfarbe (blau)



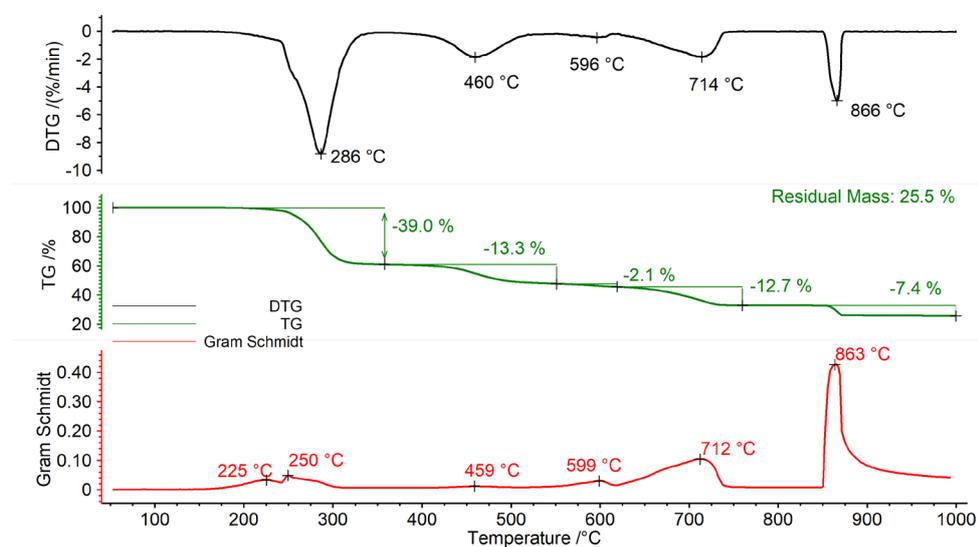
4 Gemessenes ATR-Spektrum der oberen Probe (rot) im Vergleich zu einem Bibliotheksspektrum von Universalfarbe (blau), CaCO<sub>3</sub> (grün) und PVC (rosa)

## TG-FT-IR-Ergebnisse

Darüber hinaus lieferte die thermische Analyse mittels TG-FT-IR Informationen über die thermische Stabilität, die bei der Pyrolyse entstehenden Gase, den Füllstoffgehalt, den zugesetzten Kohlenstoff und den Aschegehalt. Abbildung 5 zeigt die TG-Kurve nach dem Erhitzen eines kleinen Teils der Probe (10 mg) in Stickstoffatmosphäre auf 850 °C mit 10 K/min. Diese Erhitzung führte zu vier Massenverluststufen von 39,0 %, 13,3 %, 2,1 % und 12,7 %. Oberhalb von 850 °C wurde Luft als Spülgas

verwendet. In diesem Erhitzungsabschnitt wurde der restliche Kohlenstoff verbrannt, und es verblieben 25,5 % Aschegehalt.

Die Gram-Schmidt-Kurve zeigt die gesamten IR-Intensitäten. Sie verhält sich wie ein Spiegelbild der Massenverlustrate (DTG) und zeigt auch maximale Intensitäten während der Massenverlustrate. Dies beweist die Wechselwirkung der entstandenen Verbindungen mit dem IR-Strahl.



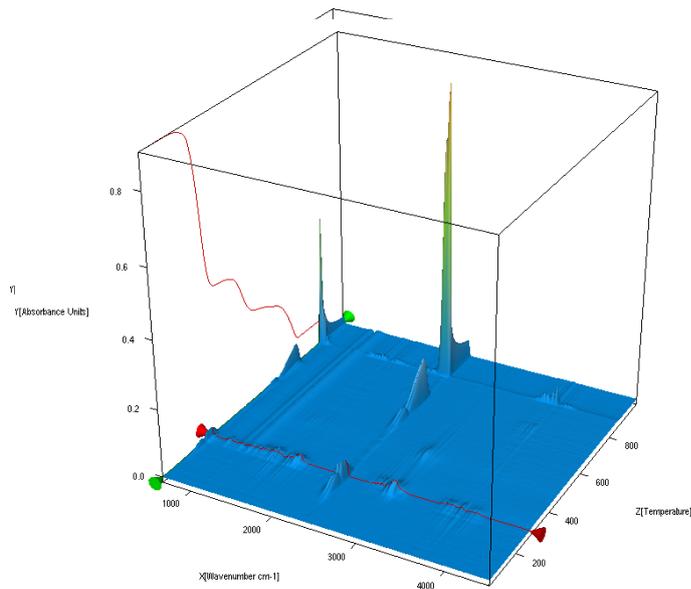
5 Temperaturabhängige Massenänderung (TG, grün), die Massenänderungsrate (DTG, schwarz) und GramSchmidt-Kurve (rot) des Fußbodenbelags.

## APPLICATIONNOTE Umfassende Untersuchung von PVC-Böden mittels TG-FT-IR und ATR

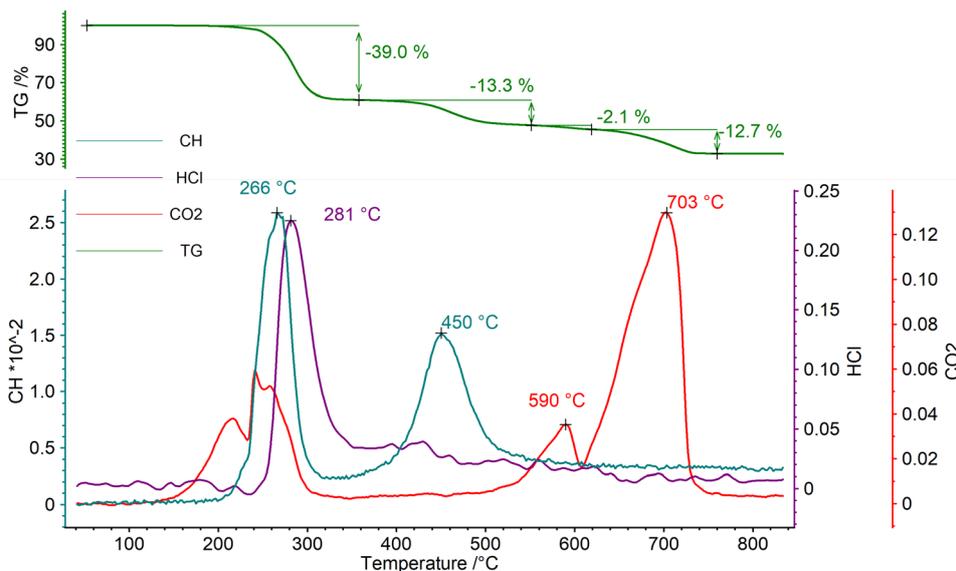
Die resultierenden FT-IR-Daten sind aus Abbildung 6 ersichtlich. Die temperatur- und wellenzahlabhängige 3D-Darstellung zeigt eine gute Korrelation zwischen dem Massenverlust und dem Nachweis von IR-aktiven Gasen. Zur Identifizierung der freigesetzten Gase wurden bei jedem Peakmaximum im 3D-Diagramm Einzelspektren extrahiert. Während des ersten Massenverlustes wurde die Freisetzung von Wasser,  $\text{CO}_2$ , HCl und Kohlenwasserstofffragmenten (identifiziert durch CH-Schwingungen) festgestellt. Im Zusammenhang mit den zweiten Masseverluststufen wurden hauptsächlich CH-Schwingungen

festgestellt. Diese Ergebnisse belegen, dass die Zersetzung des Polymeranteils zwischen 200 °C und 550 °C stattfand. Zwischen 550 °C und 850 °C wurden die Massenverluststufen drei und vier von der Freisetzung von Kohlendioxid begleitet (siehe Abbildung 7).

Da diese Reaktionen unter inerter Atmosphäre stattfanden, können diese Effekte wahrscheinlich mit der Zersetzung von Karbonatfüllstoffen wie  $\text{CaCO}_3$  in Verbindung gebracht werden. Da es in diesem Temperaturbereich zu zwei Massenverlusten kommt, ist es wahrscheinlich, dass



6 3D-Darstellung aller detektierten IR-Spektren des Fußbodenbelags, TG-Kurve in Rot auf der Rückseite des Würfels.



7 Temperaturabhängige Massenänderung (TG, grün) und die Spuren für CH-Schwingungen (türkis), HCl (lila),  $\text{CO}_2$  (rot) des Fußbodenbelags.

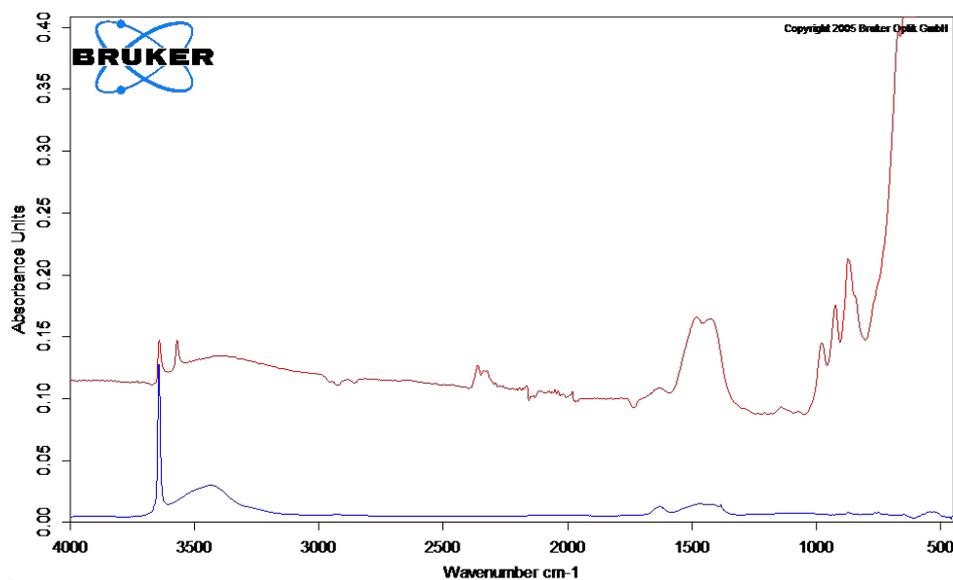
## APPLICATIONNOTE Umfassende Untersuchung von PVC-Böden mittels TG-FT-IR und ATR

neben  $\text{CaCO}_3$  ein zweites Karbonat in geringer Konzentration vorhanden war.

Nach der stöchiometrischen Gleichung für die Zersetzung von  $\text{CaCO}_3$  enthielt die ursprüngliche Probe wahrscheinlich etwa 28,9 %  $\text{CaCO}_3$ . Oberhalb von 850 °C wurde der restliche Kohlenstoff in oxidierender Atmosphäre zu  $\text{CO}_2$  verbrannt. Der Ursprung dieses Kohlenstoffgehalts kann sowohl aus pyrolytischem Kohlenstoff als auch aus zugesetztem Ruß als Farbstoff stammen.

Nach Beendigung der thermischen Analyse durch die TGA wurde der verbleibende Rückstand auch durch ATR im Innenraum des *INVENIO* analysiert.

Abbildung 8 zeigt das gemessene Spektrum im Vergleich zum Bibliotheksspektrum von  $\text{CaO}$ , wobei eine gewisse Ähnlichkeit zu erkennen ist. Da  $\text{CaO}$  das Zersetzungsprodukt von  $\text{CaCO}_3$  ist, wurde ein dritter Hinweis gefunden, dass die ursprüngliche Probe  $\text{CaCO}_3$  als Füllstoff enthielt.



8 Gemessenes ATR-Spektrum des Probenrückstands (rot) im Vergleich zu einem Bibliotheksspektrum von  $\text{CaO}$  (blau)

### Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass diese umfassende Analyse eines relativ einfach aussehenden Fußbodenbelags mit der TG-*INVENIO*-Kopplung in Kombination mit ATR-Messungen eine Reihe von

interessanten Materialeigenschaften ergab. Es war möglich, die thermische Stabilität zu analysieren, die Gase während der thermischen Zersetzung zu identifizieren, die Art und Menge des Füllstoffs festzustellen und den Aschegehalt und seine Identität zu bestimmen.