

Rookgasexplosies

ONDERZOEK NAAR DE INVLOED VAN THERMISCHE ONTLEDING
VAN BITUMEN DAKBEDEKKING EN DAKISOLATIEMATERIAAL OP
HET ONTSTAAN VAN ROOKGASEXPLOSIES.

CINDY VEERMAN

Titelpagina

Titel: **Rookgasexplosies**

Onderzoek naar de invloed van thermische ontleding van bitumen dakbedekking en dakisolatiemateriaal op het ontstaan van rookgasexplosies

Auteur **Cindy Veerman**

139418

Datum **7-6-2017**

Periode **december 2016 t/m april 2017**

Opleidingscoach:

Dr. Ir. A.A.G. (Ton) Lemmens
Docent Crime Science

Bedrijfscoach:

Ing. M.P. (René) de Feijter
Project Leader Fire Investigation

Saxion Hogeschool Enschede

Chemie, studieroute Crime Science
Academie Life Science, Engineering & Design

Efectis Nederland

Brandpuntlaan Zuid 16
2665 NZ Bleiswijk

Voorwoord

Voor u ligt het verslag van het onderzoek naar de invloed van vier bouwmaterialen op het ontstaan van rookgasexplosies. Ik heb dit onderzoek uitgevoerd ten behoeve van mijn afstudeerstage in de periode december 2016 tot mei 2017. Gedurende deze periode was René de Feijter van Efectis Nederland mijn begeleider. Hij heeft deze taak vol enthousiasme op zich genomen en mij met veel humor begeleid. Bij dezen wil ik René bedanken voor zijn geduld, alle inspanningen en vele leerzame momenten. Naast René wil ik ook de overige medewerkers van Efectis Nederland bedanken voor de fijne samenwerking en de gezellige werksfeer. Het waren 20 zeer leuke en leerzame weken.

Voor de geboden begeleiding wil ik mijn opleidingscoach Ton Lemmens bedanken. Piet Klein Rouweler en Klaas van Nierop wil ik bedanken voor de begeleiding en medewerking tijdens de chemische analyses. Voor het beschikbaar stellen van materialen wil ik graag Aabo Trading Zoetermeer en Frans van den Broek van IKO Nederland bedanken.

Tenslotte wil ik Marc bedanken voor zijn eindeloze geduld en medeleven. Jouw geruststellende en bemoedigende woorden hebben mij geholpen dit project tot een goed einde te brengen.

Ik wens u veel leesplezier toe.

Cindy Veerman, Reeuwijk, 16 mei 2017

Samenvatting

Rookgasexplosies vormen een gevaarlijke situatie bij branden. Slechts enkele onderzoeken staan in het teken van dit fenomeen. Tot op heden is weinig onderzoek gedaan naar de invloed van pyrolysegassen van specifieke bouwmaterialen op het ontstaan van rookgasexplosies. Daarom staat in dit onderzoek de volgende vraag centraal:

Welke invloed heeft de thermische ontleding van bitumen dakbedekking en dakisolatiematerialen op het ontstaan van rookgasexplosies?

Het doel van dit onderzoek is het bepalen van de bijdrage van pyrolyseproducten van bouwmaterialen in de dakconstructie aan rookgasexplosies. Deze bouwmaterialen zijn bitumen dakbedekking en EPS, PUR en PIR dakisolatiematerialen. Andere onderdelen van het onderzoek zijn de signalering van een aankomende rookgasexplosie en de analyse van onbekende brandresiduen ten behoeve van brandonderzoek. Het onderzoek bestaat uit:

- *Optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu,*
- *Pyro-GC/MS analyse monsters,*
- *Indicatieve simulatie rookgasexplosies,*
- *Analyse onbekend brandresidu met FTIR.*

Na analyse van casussen blijkt dat er een aantal signalen zijn voor een rookgasexplosie:

- Een volledig ontwikkelde brand in een gebouw met meerdere brandcompartimenten (BC).
- Lichte rookontwikkeling in een ander BC, waarin (of dichtbij) de explosie plaats zal vinden.
- Laaghangende of als waterval verschijnende 'separate' (gele) rook met een andere richting dan primaire rookpluim, wat duidt op koude rook.
- Een olieachtig en/of vettig residu voorafgaand aan en/of na de explosie.

Uit de resultaten blijkt dat alle materialen brandbare pyrolyseproducten produceren, echter niet allemaal in dezelfde verhouding. De resultaten van de indicatieve simulaties laten zien dat de pyrolyseproducten van PIR en PUR onder de geteste omstandigheden niet kunnen worden ontstoken. De pyrolyseproducten van EPS hebben een spontane rookgasexplosie kunnen veroorzaken. De pyrolyseproducten van bitumen geven een niet explosieve verbranding. Zowel EPS als Bitumen hebben invloed op het ontstaan van een rookgasexplosie.

1. Inhoud

1. Inleiding	6
1.1 Reeds uitgevoerde onderzoeken.....	7
1.2 Signalering.....	7
2. Literatuurstudie	8
2.1 Omschrijving van het begrip brand.....	8
2.2 Omschrijving van het begrip rookgasexplosie.....	9
2.3 Omschrijving van bitumen dakbedekking en dakisolatiemateriaal.....	10
2.3.1 EPS.....	10
2.3.2 Polyurethaan (PUR) en polyisocyanuraat (PIR).....	11
2.3.3 Bitumen dakbedekking.....	12
2.4 De karakteristieke thermische ontledingsproducten van dakisolatiematerialen en bitumen dakbedekking.....	14
2.4.1 EPS.....	14
2.4.2 Polyurethaan (PUR).....	14
2.4.3 Polyisocyanuraat (PIR).....	15
2.4.4 Bitumen.....	15
3. Onderzoeksstrategie	16
4. Materialen en methodes	18
4.1 Optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu.....	18
4.2 Pyro-GS/MS analyse bouwmaterialen.....	18
4.3 Indicatieve simulatie rookgasexplosies.....	20
4.4 Analyse (onbekende) brandresidu met FTIR-spectroscopie.....	21
5. Resultaten	22
5.1 Optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu.....	22
5.2 Pyro-GS/MS analyse bouwmaterialen.....	23
5.3 Indicatieve simulatie rookgasexplosies.....	24
5.4 Analyse (onbekende) brandresidu met FTIR-spectroscopie.....	27
6. Discussie	28
6.1 Foutendiscussie.....	28
6.2 Inhoudelijke discussie.....	29
7. Conclusie	30
8. Aanbevelingen	31
BIJLAGE 1 Bronnen.....	32
BIJLAGE 2 Pyrolyse GC/MS chromatogrammen.....	34
BIJLAGE 3 Simulaties; temperatuurregistraties.....	43
BIJLAGE 4 Referentie en monsternamen product.....	47
BIJLAGE 5 Analysemethoden.....	50

1. Inleiding

Al jaren vinden onverwachte rookgasexplosies bij branden plaats. Hierdoor zijn al meerdere ernstige ongelukkige gebeurd, soms zelfs met dodelijke afloop. Ondanks de gevaarstelling en de bijbehorende prioriteiten is er nooit een directe oorzaak voor de explosies achterhaald. Het vaststellen van een oorzaak is van groot belang voor de veiligheid van hulpdiensten en de directe omgeving. Wanneer bekend is wat aan de explosies ten grondslag ligt, kunnen in de toekomst mogelijk voorzorgsmaatregelen op het gebied van veiligheid genomen worden.

Het ontstaan van een rookgasexplosie is afhankelijk van de aanwezigheid en hoeveelheid van de drie fundamente (warmte, brandstof en zuurstof) van verbranding. In zijn algemeenheid geldt dat wanneer de temperatuur te laag is, er te weinig of te veel brandstof aanwezig is of wanneer het zuurstofpercentage onder de 14% daalt er geen ontbranding zal plaatsvinden^[4]. Ditzelfde geldt voor explosies. Er zijn daarbij tal van aspecten die in relatie staan tot de drie fundamente. Zo wordt zuurstof in een reactie verbruikt en zal een verbranding stoppen wanneer er geen nieuwe zuurstof aangevoerd wordt. Dit is sterk afhankelijk van de omgevingsfactoren, zoals bijvoorbeeld een open of gesloten ruimte, ventilatiegaten, etc. Daarnaast moet ook de temperatuur hoog genoeg blijven en zal er brandstof aanwezig moeten zijn. Voor de vorming van brandstof is echter ook een bepaalde temperatuur nodig.

In dit onderzoek wordt gekeken naar het meest diverse fundament van een brand, namelijk de brandstof. Brandstof bestaat uit pyrolysegassen die vrijkomen bij verhitting van brandbare materialen. Verschillende materialen reageren verschillend op warmte. Er is bijvoorbeeld geen algemeen geldende temperatuur waarbij thermische ontleding of verbranding plaatsvindt. Ook de samenstelling, de hoeveelheid en de brandbaarheid van de pyrolysegassen zijn materiaalspecifiek. Daarom is dit onderzoek gericht op de samenstelling en brandbaarheid van pyrolysegassen van veelvoorkomende materialen in gebouwen. Dit zijn bitumen dakbedekking en EPS, PUR en PIR dakisolatiematerialen.

Het doel van dit onderzoek is het bepalen van de bijdrage van bouwmaterialen in de dakconstructie aan rookgasexplosies. Het analyseren van de pyrolysegassen van bitumen dakbedekking en EPS, PUR en PIR dakisolatiematerialen staat hierbij centraal. Daarnaast wordt in het kader van het verbeteren van de risicoanalyse bij branden aandacht besteed aan de signalering van rookgasexplosies. Een derde onderdeel van dit onderzoek is een product waarin richtlijnen worden gegeven voor toekomstige analyses van brandresiduen.

Met behulp van een literatuurstudie en ondersteunende experimenten zullen de volgende deelvragen beantwoord worden:

1. *Wat is brand?*
2. *Wat is een rookgasexplosie?*
3. *Wat is bitumen dakbedekking en dakisolatiemateriaal?*
4. *Welke karakteristieke ontledingsproducten ontstaan bij thermische ontleding van bitumen dakbedekking en dakisolatiematerialen?*
5. *Wat zijn de eigenschappen van deze ontledingsproducten?*

Hiermee wordt toegewerkt naar een antwoord op de hoofdvraag:

Welke invloed heeft de thermische ontleding van bitumen dakbedekking en dakisolatiemateriaal bij brand op het ontstaan van rookgasexplosies?

1.1 Reeds uitgevoerde onderzoeken

Ondanks de gevaarstelling rondom rookgasexplosies is er nog weinig onderzoek gedaan naar de mogelijke bijdrage van thermische ontledingsproducten van bouwmaterialen op het ontstaan van de explosies. In een van de uitgevoerde onderzoeken staan het massaverlies van een viertal isolatiematerialen en de explosiviteit van hun pyrolysegassen centraal^[2]. Ondanks dat in andere onderzoeken^{[12][17][18]} wel onderzocht is wat de elementaire samenstelling van pyrolysegassen van verschillende bouwmaterialen is, zijn deze resultaten nooit in relatie gebracht met rookgasexplosies.

1.2 Signalering

In een gesprek met een brandonderzoeker van de brandweer komen de zorgen omtrent rookgasexplosies naar voren. De situaties zijn erg gevaarlijk, omdat naast de onbekende oorzaak ook de signalen van een naderende rookgasexplosie niet worden herkent. Om hiervan een beeld te krijgen zijn verschillende casussen geanalyseerd. Er is gebleken dat een aantal signalen herhaaldelijk terugkomen namelijk:

- Brand in een gebouw met meerdere brandcompartimenten (BC)
- Een volledig ontwikkelde brand in een van de BC
- Lichte rookontwikkeling in een ander BC, waarin (of dichtbij) de explosie plaats zal vinden
- Soms laaghangende of als waterval verschijnende 'separate' (gele) rook met een andere richting dan primaire rookpluim, wat duidt op koude rook
- Kunststof dakisolatiemateriaal en/of bitumen dakbedekking
- Olieachtig en/of vetig residu voorafgaand aan en/of na explosie

2. Literatuurstudie

In de literatuurstudie van dit onderzoek wordt de achtergrond van de deelvragen beantwoord. In de eerste paragrafen worden de begrippen brand en rookgasexplosie toegelicht. Daaropvolgend staat de verdieping van de bouwmaterialen centraal. Er wordt aandacht besteed aan de chemische samenstelling en productie van de materialen, maar ook aan de thermische ontledingsproducten van de materialen zoals deze uit eerder onderzoek naar voren zijn gekomen. Tenslotte zullen de gebruikte analysetechnieken toegelicht worden.

2.1 Omschrijving van het begrip brand

Verbranding is een exotherme ontledingsreactie waarbij warmte, zuurstof en brandstof de drie fundamentele componenten zijn. Het zuurstof en de brandstof reageren met elkaar onder invloed van warmte. Dit wordt schematisch weergegeven in een zogenaamde 'branddriehoek'.^[4] *Warmte* neemt bij verbranding de rol van energiebron aan. Deze energie is nodig voor het verbreken van inter- en intramoleculaire bindingen. De bewegingsactiviteit van de moleculen neemt toe waardoor deze verbindingen uiteindelijk lostrillen. Bij het verbreken van de verbindingen komt de daarin opgeslagen energie onder andere als warmte vrij. Als deze warmte hoog genoeg is kan de verbranding zonder externe hittebron in stand gehouden worden.^[4] *Brandstof* is een tweede component van verbranding. Het bestaat over het algemeen uit organische materialen met koolstof, waterstof en zuurstof als basis.^[5] Brandstof moet gasvormig zijn. Middels thermische ontleding worden de gassen gevormd. In tegenstelling tot de structuurbehoud bij relatief koude faseovergangen veranderen bij de veel warmere thermische ontleding de molecuulstructuren.^[5] De vrijkomende gassen, pyrolysegassen, zijn brandbaar en vormen de brandstof.^[4] Een verbranding vindt plaats als het brandstofgehalte binnen de voor hem specifieke explosiegrenzen heerst. *Zuurstof* vertegenwoordigt het laatste fundamentele onderdeel van verbranding. Lucht bestaat voor 21% uit zuurstof. Verder bevat het 78% stikstof en 1% andere gassen. Als de zuurstofwaarde daalt, verloopt de verbranding langzamer. Het minimum zuurstofgehalte bij een verbranding is 14%.^[4]



Figuur 1. Branddriehoek

De onderlinge verhouding tussen brandstof en zuurstof zijn bepalend voor de mate van verbranding. Bij een stoichiometrische verhouding (chemisch precies de juiste mengverhouding van reactanten) van zuurstof en brandstof is de verbranding optimaal en volledig. Bij een verstoorde mengverhouding is de verbranding onvolledig en blijven er ontledingsproducten over.^[4] Daarnaast speelt de hoeveelheid van de reactanten een rol in de snelheid van verbranding. In een situatie waarbij ruim voldoende zuurstof aanwezig is, spreekt men van een brandstofbeheerste brand. De

verbrandingssnelheid hangt af van de snelheid waarmee de brandstof beschikbaar komt. Andersom, wanneer er een ondermaat van zuurstof is, hangt de verbrandingssnelheid af van de snelheid waarmee zuurstof beschikbaar komt. Hier wordt gesproken over een zuurstofbeheerste brand. In dit geval worden niet alle brandbare gassen in de ruimte verbrand. Bij het ontbreken van zuurstof zal de reactie niet voortzetten tot ontbranding, maar beperkt blijven tot de vorming van gassen. Dit is pyrolyse.

Een brand bestaat uit drie fases. De groeifase, de brandfase en de dooffase^[4]. Elke fase heeft zijn eigen temperatuurgebied (Figuur 2). De groeifase omvat de opbouw van de brand. Door de stijgende temperatuur vindt thermische ontleding plaats en ontstaan tal van pyrolysegassen. Er vindt zeer geringe of geen



Figuur 2^[4]. Schematische weergave brandfases bij binnenbrand.

zuurstoftoevoer plaats, waardoor pyrolyse plaatsvindt. Aan het eind van de groeifase is de temperatuur in de rooklaag 500-600 °C. Indien er voldoende zuurstof aanwezig is zet de straling hieruit de brandbare voorwerpen in de ruimte in een keer in de brand. Op dit punt ontstaat een flash-over welke de overgang tussen de groei- en brandfase is. In de brandfase is de gastemperatuur dusdanig hoog (boven de 700 °C) dat alle pyrolysegassen verbranden. Na de brandfase volgt de dooffase. Hierin daalt de temperatuur tot onder het brandpunt van de materialen. Dit is de temperatuur waarbij ontbranding van een materiaal met behulp van een externe ontstekingsbron ontstaat en behouden blijft. In hele grote ruimten zet een flash-over bijna nooit de gehele ruimte in de brand. De temperatuur in de rooklaag is verspreid over de gehele ruimte erg verschillend. De brand kan dan ook op verschillende plekken in een andere fase zijn. In deze situatie kunnen de drie fases gelijktijdig voorkomen.

2.2 Omschrijving van het begrip rookgasexplosie

Rookgasexplosies^[4] ontstaan in of nabij branden. Rook is een samenstelling van ontledingsproducten en verbrandingsproducten. Deze bevinden zich zowel in de vaste-, vloeibare- als gasfase. Er wordt een onderscheid gemaakt tussen rookdeeltjes en rookgas. Rookdeeltjes zijn de vloeibare en vaste delen, rookgassen zijn de niet of gedeeltelijk verbrande pyrolysegassen. Omdat er geen energie nodig is voor het sublimeren, verdampen of ontleden van brandbare materialen, warmen de gassen bij verhitting zeer snel op. Er is dus relatief weinig energie nodig voor het ontbrandingsproces. Wanneer in het geval van een stoichiometrische verhouding van zuurstof en brandstof plotseling een ontstekingsbron wordt toegevoegd ontstaat er een zeer snelle verbranding. De brandstoffen zetten in hoge snelheid uit met een explosie als gevolg. Een explosie is in principe niks anders dan een drukgolf veroorzaakt door verbranding van gassen.

2.3 Omschrijving van bitumen dakbedekking en dakisolatiemateriaal

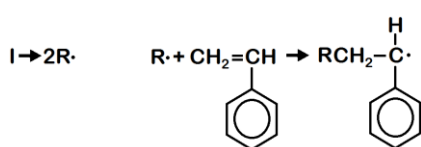
2.3.1 EPS

Geëxpandeerd polystyreenschuim, kortweg EPS, is alom bekend als piepschuim.

Het bestaat per kubieke meter uit ongeveer 10 miljoen parels met daarin 3000 met lucht gevulde cellen. Dit resulteert in een luchtgehalte van 98 %.^[6]

De productie van EPS begint bij de productie van polystyreen. Polystyreen wordt verkregen door polymerisatie van het monomeer styreen. Polymerisatie staat voor het chemisch binden van monomeren. Het kan op verschillende manieren plaatsvinden. In het geval van polystyreen is er sprake van vrije radicaal polymerisatie. Dit is een proces waarbij een monomeer wordt geradicaliseerd, waarna er een polymeer van gemaakt kan worden.

Allereerst wordt een initiator gesplitst. Dit is een stof die snel uiteenvalt. Deze initiator reageert met het monomeer waardoor een ongepaard elektron (met · weergegeven) ontstaat. (Figuur 4)



Figuur 4. Splittings initiator I en vorming radicaal monomeer

Het monomeer is nu een sterk reactief molecuul met als begingroep R. De radicale monomeren binden aan elkaar om weer een elektronenparing te verkrijgen. Het ongepaarde elektron verschuift naar het einde van het toegevoegde monomeer. Bij elk nieuw bindende monomeer worden dezelfde

verbindingen gelegd. Op deze wijze wordt een lange keten van styreenmonomeren gevormd met als begingroep de afsplitsing van de initiator (R) en als eindgroep een radicaal monomeer^[7]. (Figuur 5.)

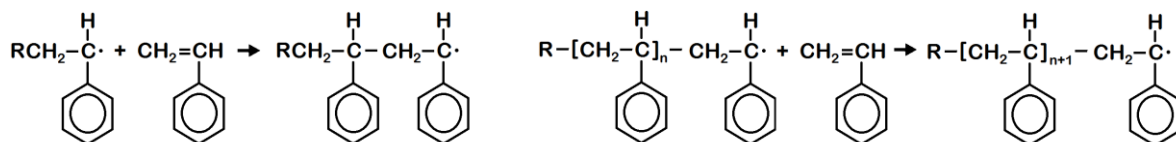
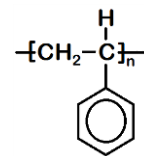


Figure 5. Propagatie, de eerste stappen van het samenvoegen van het monomeer

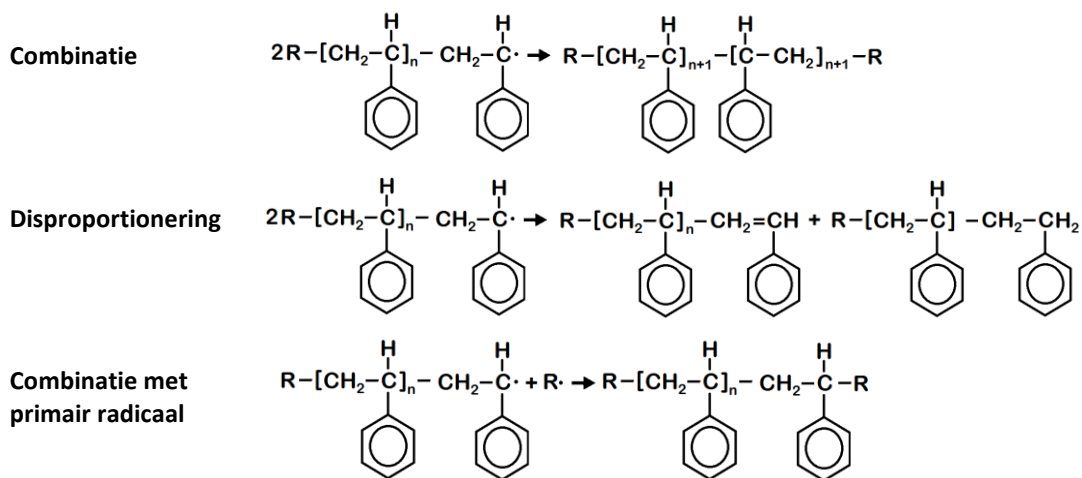
Uiteindelijk kan de definitieve polystyreenketen vanuit deze ketens op verschillende wijzen tot stand komen. Door combinatie van twee ketens, via disproportioneering waarbij de vorming van een lange keten en een dimeer plaatsvindt en door combinatie van de keten met een primair radicaal (R). In figuur 6. worden deze stappen schematisch weergegeven.

Vanuit het verkregen polystyreen worden parels gevormd. Bij de productie van de parels wordt vloeibare pentaan als blaasmiddel toegevoegd. Deze parels zijn de basis voor de vorming van EPS. Onder invloed van stoom (100-105 °C) worden de parels zacht. Het pentaan heeft een kookpunt van 38 °C en is dus bij deze condities gasvormig. De parels worden door de toenemende druk



Figuur 3. Polystyreen

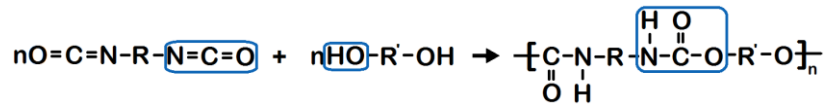
opgeblazen. Dit resulteert in de expansie van het product. Het pentaan condenseert en diffundeert door de poreuze structuur van de cel.^{[6][9]}



Figuur 6. Drie soorten terminatie, de uiteindelijke ketenvormen

2.3.2 Polyurethaan (PUR) en polyisocyanuraat (PIR)

Polyurethaanschuim is een veelgebruikte basis voor isolatiemateriaal. In de volksmond is het bekend als PUR schuim. Bij de productie van sandwichpanelen voor dakisolatie wordt gebruikt gemaakt van de harde variant. PUR ontstaat uit de reactie tussen isocyanaat $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ en een polyhydroxyl.



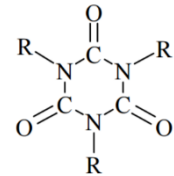
R = polyether R' = water of amines^[11]

Figuur 7. Schematisch de vorming van polyurethaan met de typerende urethaanverbinding

De verbinding tussen de twee moleculen is de urethaanbinding. Hieraan heeft de stof zijn naam te danken. Voor de isocyanaatgroepen wordt meestal gebruik gemaakt van MDI: *methyleendifenyl-diisocyanaat* of TDI: *2,4-tolueendi-isocyanaat*. MDI wordt specifiek gebruikt voor hard schuim, omdat het een hogere thermale stabiliteit creëert en zorgt voor minder broosheid.^[12] De polyhydroxylgroep bestaat vaak uit polyether. Het verkrijgen van schuim bij de productie van hard polyurethaanschuim gaat er vergelijkbaar aan toe als bij polystyreenschuim. Door toevoeging van een organisch blaasmiddel met een laag kookpunt en de exotherme reactie tussen MDI en de hydroxylgroep ontstaat schuim. De cel zet uit doordat de warmte het blaasmiddel laat verdampen en een overdruk ontstaat^[13]. Door de gesloten celstructuur blijft het blaasmiddel opgesloten in de cellen.^[10]

Voor het optimaliseren van de producteigenschappen en de kwaliteit van PUR zijn verschillende productkeuzes van belang. Er kunnen tal van toevoegingen gedaan worden waardoor de samenstelling tussen producten van verschillende producenten sterk uiteenloopt.

Polyisocyanuraatschuim, afgekort PIR schuim, is in feite een geoptimaliseerde versie van PUR. Het kan op twee punten verschillen van PUR. In plaats van een polyether, zoals bij PUR, kan voor de productie van PIR een polyester gebruikt worden. Ook kan de verhouding tussen MDI en het polyool is in dit product aangepast worden.

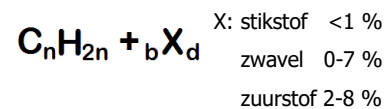


Figuur 8.^[20]
Cyclisch isocyanuraat

Wanneer een sterke overmaat aan isocyanaat wordt gebruikt, heeft het schuim een groot gehalte van drie aan elkaar gekoppelde (trimeer) cyclische isocyanuraatstructuren^[10] (Figuur 8.). Er ontstaat een hoge mate van crosslinking, vorming van dwarsverbindingen tussen moleculen, waardoor het materiaal beter bestand is tegen hoge temperaturen.^[13] Evenals bij PUR kan ook PIR zijn samengeteld uit een groot variërend scala aan stoffen. Er kunnen allerlei toevoegingen gedaan worden voor de optimalisatie van het product, waardoor de samenstelling tussen producten van verschillende producenten sterk uiteenloopt.

2.3.3 Bitumen dakbedekking

Van nature komt bitumen voor in ruwe aardolie. Via destillatie wordt aardolie gescheiden in tal van stoffen. Deze scheiding vindt plaats door middel van het gefaseerd koken van de olie. Bitumen is hiervan het residu. Een schematische weergave van de structuurformule van bitumen is weergegeven in figuur 9.



Figuur 9. Schematische structuurformule van bitumen

Bitumen bestaat grotendeels uit asfaltene en maltene^{[14][15]}.

- *Asfaltene* vormen een zwarte, glimmende massa. Bij verhitting smelten ze niet. Ze worden omringd door asfaltharsen en vormen daardoor een soort eilandjes in de maltene.
- *Maltene* zijn op te delen in drie groepen.

- *Aromaten* zijn afgeleiden van benzeen met hieraan apolaire groepen gekoppeld.

Het is een vloeibare massa met een donkerbruine kleur.

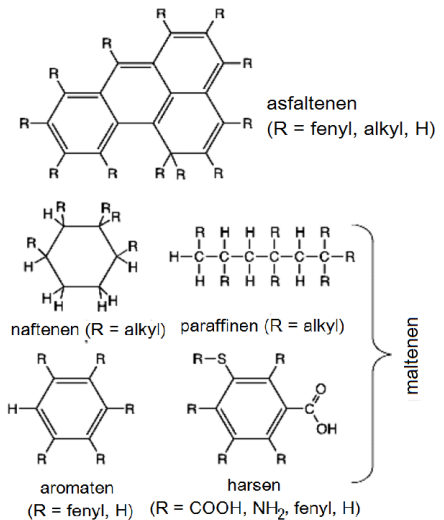
- *Harsen* zijn ook afgeleiden van benzeen, maar dan met gekoppelde polaire groepen. Harsen zijn zwart van kleur en smelten bij verwarming.

- *Verzadigden* zijn de paraffinen en naftenen.

Het zijn vrijwel kleurloze verbindingen met een wasachtige structuur. De verhouding tussen maltene en asfaltene bepaalt eigenschappen als elastische en plastische vervorming van het bitumen. Hoe minder asfaltene, hoe hoger de temperatuurgevoeligheid van bitumen.

De structuurformules van deze koolwaterstoffen zijn weergegeven in figuur 10.

Wanneer bitumensoorten veel koolwaterstoffen met een kleine molecuulgrootte bevatten, kunnen ze minder hard zijn. Een oplossing hiervoor is het doorblazen met zuurstof. De beschermende harslaag wordt verdrongen, waardoor asfalteneen aan elkaar kunnen binden. Er ontstaat een stijf netwerk van asfalteneen met grotere moleculen. Dit maakt de bitumen harder. Het is ook mogelijk om bitumen te modificeren met polymeren. Hierdoor is het beter bestand tegen temperatuurveranderingen en zware belasting.



Figuur 10. Structuurformules van koolwaterstoffen in bitumen^[15]

Afhankelijk van de eisen is het gehalte polymeer maximaal 7%. Verschillende polymeren worden gebruikt, maar dit onderzoek beperkt zich tot SBS gemodificeerd bitumen, omdat dit 75% van de voorkomende gemodificeerde bitumensoorten is. De resterende 25% bestaat uit het gebruik van styreen-isopreen-styreen (SIS), ethyleenvinylacetaat (EVA), styreen-butadieen rubber, polyethyleen (PE) of bandenrubber.^[15] SBS, poly(styreen-butadieenstyreen), is een elastomeer. SBS is een blokpolymeer waarbij lange ketens van polystyreen en polybutadieen ontstaan. Het polybutadieenblok wordt aan beide uiteinden ingesloten door twee polystyreenblokken. De verschillende polystyreenblokken hebben de neiging naar elkaar toe te trekken, waardoor de polybutadieenblokken aan elkaar kunnen binden. Er ontstaan relatief zwakke crosslinks. Bij verwarming zullen de crosslinks verbreken.^[15]

2.4 De karakteristieke thermische ontledingsproducten van dakisolatiematerialen en bitumen dakbedekking

In verschillende studies is onderzoek gedaan naar de thermische ontledingsproducten van isolatiematerialen. De samenstelling van het materiaal en externe factoren kunnen invloed hebben op de ontledingsproducten die gevormd worden.

2.4.1 EPS

Bij temperaturen onder de 300 °C splitsen hele styreenmonomeren af van het polymeer. Het tegenovergestelde van polymerisatie treedt in, namelijk depolymerisatie. Bij hogere temperaturen wordt de degradatie complexer en splitst het polymeer op willekeurige plaatsen. Hierdoor worden onverzadigde kleine moleculen geproduceerd die tot vrije radicalen vormen. Dit levert herhalende series van oligomeren (twee of meer dezelfde aan elkaar gekoppelde moleculen) in verschillende ketenlengtes op.^[16]

Uit onderzoek van I. Sen^[18] blijken de volgende thermische ontledingsproducten van EPS: Styreenmonomeren (52%), toluen (12%) en benzaldehyde komen het meest voor. Daarnaast komen in veel kleinere hoeveelheden ook benzeen, ethylbenzeen, cumeen, allylbenzeen, α -styreen, n-propylbenzeen, cinnamaldehyde, acetofenon, benzylalcohol, styreenoxide, 1-phenylethanol, benzoëzuur en fenol voor^{[17][18]}. Ook ontstaat er vorming van aërosol. Deze aerosol bevat hoofdzakelijk fragmenten zoals styreendimeren (twee gekoppelde styreenmonomeren) en -trimeren (drie gekoppelde styreenmonomeren).^[17]

2.4.2 Polyurethaan (PUR)

PUR begint met ontleden vanaf 200 °C. Bij de thermale degradatie van PUR vinden drie onafhankelijke mechanismes plaats. Het begint met het verbreken van urethaanverbindingen waardoor het materiaal uiteenvalt in polyolen en isocyanaten. Gevolgd door een complexe serie van secundaire reacties waarbij primaire en secundaire amines worden gevormd. Deze reacties zijn sterk afhankelijk van de exacte samenstelling van het product en factoren als ventilatie en temperatuur.

Uit onderzoek van D. Olabode Odeosun^[12] komen de volgende thermische ontledingsproducten naar voren: Isocynaat, amines (aniline, toluïdine, methyldianiline), Nitrilgroepen (benzonitril, tolunitril) stikstofbevattende heterocyclische aromaten (tolueen, ethylbenzeen, xyleen, styreen, methylstyreen), samengestelde aromaten (indeen, naftaleen, acenaftaleen, fluoreen, fenantreen, antraceen, pyreen), ammonia, waterstofchloride, fosgeen, acrolein, stikstofoxides, koolmonoxide, kooldioxide, waterstofcyanide, waterstofsulfide, zwaveldioxide

2.4.3 Polyisocyanuraat (PIR)

PIR heeft de eigenschap te verkolen bij 350 °C. Gezien de deels overeenkomende samenstelling van PIR en PUR is de verwachting dat enkele thermale ontledingsproducten van PIR gelijk zullen zijn aan die van PUR. Het verschil zal vooral te zien zijn in de verschillende hoeveelheid van (ontledingsproducten van) MDI en van polyester in plaats van polyether.

2.4.4 Bitumen

Het smelttraject van bitumen ligt tussen de 150 en 180 °C graden. De dampvorming neemt bij oplopende temperatuur significant toe. Bij 200 °C is deze tien keer groter dan bij 160 °C. [19] Ontledingsproducten zoals alkaan- en alkeenfragmenten komen vrij in het temperatuurgebied van 130 tot 480°C. Benzeen, toluen en styreen komen bij een lagere temperatuur vrij, namelijk tussen 100 en 420 °C. De meeste anorganische ontledingsproducten komen vrij bij 380 °C. [21]

3. Onderzoeksstrategie

Het doel van dit onderzoek is het bepalen van de bijdrage van bouwmaterialen in de dakconstructie aan rookgasexplosies. Het analyseren van de pyrolysegassen van bitumen dakbedekking en PIR, PUR en EPS dakisolatiematerialen staat hierbij centraal. Het onderzoek heeft als basis een literatuurstudie waarin zowel de fenomenen brand en rookgasexplosie, als de materialen en de te verwachte pyrolyseproducten worden uitgediept. Daarnaast worden het pyrolyseproces en de pyrolyseproducten van de bouwmaterialen met behulp van experimenten geanalyseerd. De uit de literatuurstudie bekende pyrolyseproducten van de bouwmaterialen worden vergeleken met de uit de experimenten naar voren komende pyrolyseproducten.

Het eerste experiment '**optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu**' dient voor het creëren van een brandresidu en het optisch beoordelen van het pyrolyseproces van de bouwmaterialen. De materialen worden individueel in een kleine gesloten oven blootgesteld aan een oplopende temperatuur. Tijdens dit proces worden de gedragingen en kenmerken van het materiaal en de rook genoteerd. Dit is van belang voor het vastleggen van zichtbare kenmerken die behoren bij de verbranding van de materialen welke mogelijk in verband staan met rookgasexplosies. Op het moment dat een bouw materiaal in de dakconstructie bij een werkelijke brand wordt blootgesteld aan warmte zal er nog geen directe doorbranding naar buiten zijn. Er is hierdoor geen toevoer van zuurstof in de ruimte. Daarom is bij dit experiment gekozen voor een zuurstofarme omgeving. De residuen die uit dit experiment ontstaan worden gebruikt voor het opzetten van het referentie- en monsternameproduct. In dit product worden de methodes voor monstername en de spectra ter referentie voor toekomstige analyses van de bouwmaterialen uit dit onderzoek vastgelegd. De brandresiduen worden hiervoor geanalyseerd in het laatste experiment.

Voor de analyse van de pyrolysegassen van de materialen wordt in het tweede experiment '**pyro-GC/MS analyse bouwmaterialen**' de samenstelling van de pyrolysegassen met behulp van pyrolyse-GC/MS bepaald. Ook hier is gekozen voor een zuurstofarme omgeving. De temperatuurselectie, 350°C en 600°C, is gekozen aan de hand van de thermische eigenschappen van de materialen. Bij deze temperaturen vormen alle materialen pyrolyseproducten.

In het derde experiment '**indicatieve simulatie rookgasexplosies**' wordt met behulp van een schematisch modelgebouw onderzocht of rookgasexplosies met de bouwmaterialen zijn te simuleren. Tijdens deze simulaties wordt de temperatuur van de compartimenten en de gassen gemeten. Op deze wijze worden ook kleinere en niet zichtbare verbrandingen geregistreerd. Om de invloed van rookgasproductie van andere materialen dan het monster uit te sluiten is het

modelgebouw vervaardigd uit onbrandbaar bouw materiaal en wordt er gebruik gemaakt van een directe gasvlam. Uit de bestudeerde casussen is herhaaldelijk een niet te herleiden, olieachtige substantie aangetroffen. Daarom wordt tijdens en na afloop van de simulaties gelet op een niet direct te herleiden, olieachtig brandresidu. Van dit brandresidu zal in het laatste experiment met behulp van FTIR-spectroscopie een spectrum gevormd worden. Met behulp van de spectra uit experiment twee zal de oorsprong van dit residu worden achterhaald.

De oorsprong van brandresiduen is optisch niet altijd te beoordelen. De brandresiduen uit het eerste en derde experiment zullen daarom in het laatste experiment '**analyse brandresidu met FTIR-spectroscopie**' worden geanalyseerd. Dit zal met behulp van FTIR-spectroscopie worden uitgevoerd. Er is gekozen voor FTIR-spectroscopie vanwege de snelheid, de laag intensieve monstervoorbewerking en de brede toepasbaarheid van de analyse. De spectra van de brandresiduen zullen worden verwerkt in het referentie en monsternamen product.

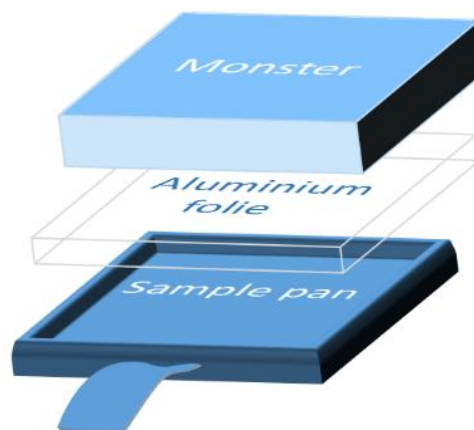
De verwachting is dat de kenmerken van het pyrolyseproces van de verschillende bouwmaterialen zullen verschillen van elkaar. Een overeenkomst zal te vinden zijn tussen PIR en PUR, vanwege de grotendeels gelijkende samenstelling van de materialen. Deze overeenkomst zal naar verwachting ook blijken uit de pyrolyseproducten die de materialen vormen. De pyrolyseproducten van bitumen en EPS zullen sterk van elkaar en van de producten van PIR en PUR verschillen. Er wordt echter verwacht dat alle bouwmaterialen in meer of mindere mate brandbare pyrolysegassen zullen vormen. De samenstelling van de pyrolysegassen zal sterk overeenkomen met de gegevens welke uit de literatuurstudie naar voren zijn gekomen. De eigenschappen van de pyrolyseproducten zullen uiteindelijk een voorspelling zijn van de bijdrage van de bouwmaterialen aan het ontstaan van een rookgasexplosie.

4. Materialen en methodes

In dit onderzoek zijn vier experimenten uitgevoerd. De gebruikte materialen, methodes en wijze van resultaatverwerking zijn in dit hoofdstuk per experiment toegelicht. Alle experimenten zijn uitgevoerd met vier soorten monsters: bitumen dakbedekking (Iko Profatec Eco) en dakisolatiematerialen EPS, PUR (SwissporPUR Alu) & PIR (Kingspan). De experimentbeschrijvingen zijn opgesteld voor de verwerking van een individueel monster van elk materiaal.

4.1 Optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu

De vorming van het brandresidu werd met een oven uitgevoerd. Tevens werd het pyrolyseproces optisch beoordeeld. Het monster van 10*10*5 cm werd aan de onderzijde in aluminium gevouwen. Hierna werd het in een sample pan geplaatst. Vervolgens werd het monster in een oven (Efco 180 KF) geplaatst. De oven werd gesloten en met behulp van een temperatuurregelaar (Efco 9950191) verwarmd onder stapsgewijs oplopende temperatuur van 20 °C tot 600 °C, met een maximale temperatuurstijging van 10 °C/min. De optische waarnemingen zijn in een tabel genoteerd. Na ontbranding werd het residu overgebracht in een glazen monsterpot.



Figuur 11. Monsterinleg schematisch

4.2 Pyro-GS/MS analyse bouwmaterialen

Ten behoeve van de analyse van de pyrolysegassen van de bouwmaterialen werd pyrolyse-gas chromatografie-massa spectrometrie toegepast. Door middel van persing werd het te analyseren monster van 1 – 2 mg op een Ni/Fe draadje geplaatst. Het geheel werd in de monsterpoort in 5 seconde verhit tot 350 °C. Hetzelfde werd uitgevoerd met verhitting tot 600 °C. De pyrolyse werd uitgevoerd met een pyrolyser (Horizon Instruments Curie-Point pyrolyser). De pyrolyser en de gaschromatograaf (Carlo Erba GC8060) waren direct verbonden middels een splitless injector, ingesteld op 280 °C. De producten werden gescheiden door een fused silica kolom (Varian, 25 m, 0.32 mm i.d.) met als stationaire fase CP-Sil 5 CB. Het gebruikte draaggas was Helium.

De oven werd 1 minuut op 40°C gehouden, waarna het met een temperatuurstijging van 7°C/min tot 320°C werd gebracht voor gedurende 15 minuten. De kolom was gekoppeld aan een Fisons MD800 massaspectrometer. Met behulp van de software gekoppeld aan de massaspectrometer is een spectrum opgebouwd. De verkregen data werd in een chromatogram verwerkt.

De invloed van de temperatuur op de LEL en UEL van de componenten is met behulp van de vergelijking van Bodurtha^{[22][24]}. Hij stelde dat de relatie tussen temperatuur en de LEL en UEL volgens de volgende vergelijking geldt:

Vergelijking van Bodurtha:

$$LEL_T = LEL_{T1} \left(1 - \frac{T2 - T1}{1300 - T1} \right)$$

$$UEL_T = UEL_{T1} \left(1 + \frac{T2 - T1}{1412 - T1} \right)$$

T_1 = kamertemperatuur T_2 = temperatuur x

LEL_T = onderste vlambaarheidsgrens op temperatuur

LEL_{T1} = algemene onderste vlambaarheidsgrens component

UEL_T = bovenste vlambaarheidsgrens op temperatuur T

UEL_{T1} = algemene bovenste vlambaarheidsgrens component

Vervolgens werd de LEL en UEL van de mix bepaald met behulp van 'Le Chatelier's'^[22] formule.

Le Chatelier's wet:

$$LEL \text{ or } UEL_{mix} = 100 \div \sum \frac{C_i}{L_i}$$

$LEL \text{ or } UEL_{mix}$ = vlambaarheidslimiet van de gasmix

C_i = concentratie van component i van totale brandbare gasmengsel

L_i = LEL of UEL van component i

4.4 Analyse (onbekende) brandresidu met FTIR-spectroscopie

Het bouw materiaal en het bijbehorende brandresidu uit experiment 1 zijn met behulp van een FTIR-spectroscop (Bruker Tensor 27, ATR mode) geanalyseerd. Voorafgaande aan elke individuele monsteranalyse werd een background-meting uitgevoerd. Van het monster werd vervolgens 1 – 2 mg op de monsterpoort van de FTIR-spectroscop geplaatst. De meting werd tussen 400 en 4000 cm^{-1} uitgevoerd. Met behulp van de OPUS software werden de resultaten in een spectrum weergegeven. De spectra van de monsters werden in het referentie en monsternamen product opgenomen.

Het spectrum van het niet direct herleidbare brandresidu (Experiment 4) werd op dezelfde wijze als de referentiespectra gevormd. Het spectrum werd vergeleken met de spectra van de monsters uit het eerste experiment. Het overeenkomende spectrum en de uiteindelijke oorsprong van het brandresidu zijn genoteerd.

5. Resultaten

De resultaten van de experimenten die in dit onderzoek uitgevoerd zijn worden in dit hoofdstuk per experiment weergegeven en toegelicht.

5.1 Optische analyse brandgedrag en vorming brandresidu

Het doel van het eerste experiment was de vorming van een brandresidu en het optisch beoordelen van het pyrolyseproces. Het pyrolyseproces is gesimuleerd onder stapsgewijs oplopende temperatuur in een zuurstofarme omgeving. De resultaten van de optische beoordeling zijn weergegeven in Tabel 1.

Tabel 1. Optische waarnemingen van simulatie pyrolyseproces van bitumen dakbedekking en PIR, PUR, EPS dakisolatieplaten.

Materiaal	Rook		Materiaal	
	Hoeveelheid	Kleur	Gedrag	Verkleuring
EPS	270 – 380 °C weinig < 380 °C toenemend > 405 °C veel	< 400 °C wit > 400 °C geel	> 124°C versmelten. ± 310°C stroperig vloeibaar. Stolt direct bij afkoeling. ± 478°C explosie. Geen brandresidu.	Bij versmelten: geel/zwart
PUR	Weinig	245 – 363 °C wit > 363 °C blauw.	Blijft vast en zet uit met daarbij scheuring. Verkoolt bij verbranding en wordt poreus en kwetsbaar. Verbranding: zeer weinig, kleine vlammen	Bruinverkleuring met uiteindelijk zwarte verkoling.
PIR	Weinig	230 – 400 °C wit > 400 °C blauw.	Blijft vast en zet uit met daarbij scheuring. Verkoolt bij verbranding en wordt poreus en kwetsbaar. Verbranding: zeer weinig, kleine vlammen	Bruinverkleuring met uiteindelijk zwarte verkoling.
Bitumen	240 – 380 °C weinig 380 – 480 °C toenemend > 480°C veel	< 480 °C blauw/grijs. > 488 °C geel	± 160°C versmelten. ± 290°C vloeibaar als water. ± 550°C Verbranding met veel grote vlammen Stolt bij afkoeling, blijft flexibel en kleverig.	Bij verbranding: zwart/bruin oppervlak

Het pyrolyseproces van bitumen en EPS hadden optisch veel overeenkomsten. In beide gevallen werd veel rook geproduceerd met een dikke gele pluim in het voorstadium van de ontbranding. Ook zijn beide materialen versmolten, waarbij EPS als enige materiaal geen brandresidu heeft gevormd. De pyrolyseprocessen van PIR en PUR waren optisch bijna identiek. Zowel het materiaal- als rookgedrag vertonen dezelfde kenmerken.

5.2 Pyro-GS/MS analyse bouwmaterialen

Het doel van het tweede experiment was het analyseren van de samenstelling van pyrolysegassen van de bouwmaterialen. Deze analyse is uitgevoerd met behulp van pyrolyse-GCMS op 350 °C en 650 °C. De chromatogrammen zijn weergegeven in bijlage 1. Daaruit blijkt dat bij hoge temperaturen de productie van brandbare stoffen toeneemt (uitgezonderd PUR).

In tabel 2. is een opsomming weergegeven van de hoofdbestanddelen van de pyrolysegassen, het percentage brandbare componenten in de mix en de bijbehorende vlambaarheidsgrenzen (LEL & UEL).

Tabel 2. Resultaten analyse pyrolyseproducten

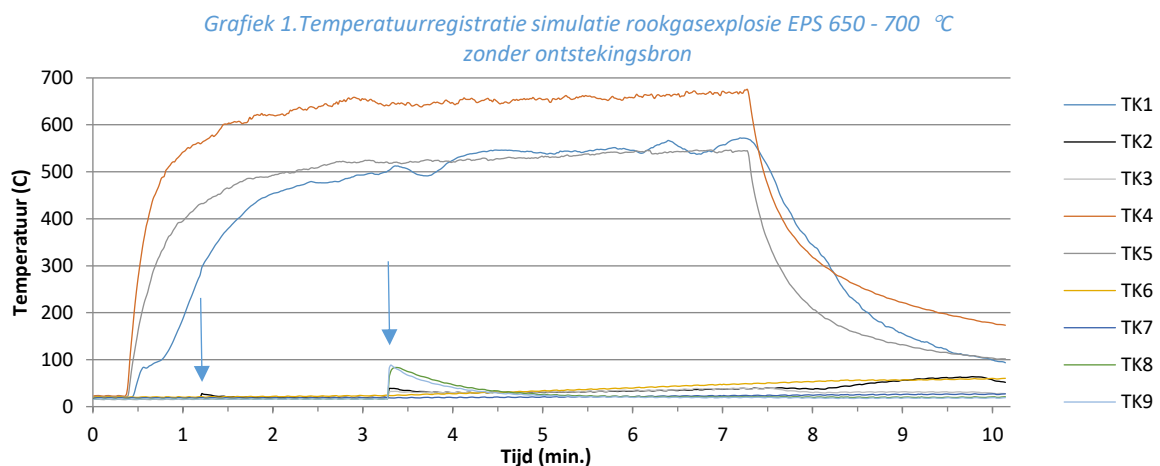
	<i>% brandbaar</i>	<i>LEL mix temp</i>	<i>UEL mix temp</i>	<i>Hoofdbestanddeel</i>
<i>EPS 350 °C</i>	23	1,5	13,21	Bis 1,1-2-methyl-(phenylthio)cyclopropylidenebenzene (57%), Dibenzyhydroxylamine (14%)
<i>EPS 600 °C</i>	67	0,6	8,6	Styreen (66%), Dibenzyhydroxylamine (22%)
<i>PUR 350 °C</i>	88	0,8	11,7	Triethylfosfaat (69%)
<i>PUR 600 °C</i>	47	0,6	13,1	Ftalylsulfacetamide (25%), Triethylfosfaat (20%)
<i>PIR 350 °C</i>	4	0,7	9,9	T CPP (67%) + isomeer (18%)
<i>PIR 600 °C</i>	44	0,6	11,5	T CPP isomeer (40%), MDI isomeer (30%)
<i>Bit 350 °C</i>	62	0,3	6,5	C11 t/m C39 alkaan
<i>Bit 600 °C</i>	71	0,7	8,1	C9 t/m C39 alkanen, C9 t/m C25 alkenen

5.3 Indicatieve simulatie rookgasexplosies

Het doel van het derde experiment was het simuleren van een rookgasexplosie in een schematisch opgesteld modelgebouw. Tijdens deze simulatie werd het monster op het dak van het modelgebouw geplaatst. Een van de brandcompartimenten werd verhit. Met behulp van videoregistratie en temperatuurregistratie zijn explosies of ontbrandingen zichtbaar gemaakt.

Tijdens dit experiment zijn de simulaties bij 500 – 550 °C met alle bouwmaterialen uitgevoerd. Geen van de simulaties resulteerde in een rookgasexplosie. In bijlage 2 zijn de temperatuurregistraties van simulaties zonder rookgasexplosie of -ontbranding weergegeven. De simulaties met 650 – 700 °C zijn uitgevoerd met het EPS monster en het bitumenmonster. Er hebben zich daarbij twee rookgasexplosies en één rookgasontbranding plaatsgevonden.

De **rookgasexplosies** hebben bij de simulatie met EPS plaatsgevonden. Grafiek 1 toont de temperatuurregistratie van de rookgasexplosie zonder ontstekingsbron in BC3. Grafiek 2 toont de temperatuurregistratie van de rookgasexplosie met ontstekingsbron in BC3. De blauwe pijlen tonen de temperatuurstijging ten tijde van de explosies. Tijdens de simulatie zonder ontstekingsbron heeft er na 2,8 minuten en na 9 minuten een rookgasexplosie plaatsgevonden. Met ontstekingsbron in BC3 vonden de explosies na 1,25 en 3,25 minuten plaats.

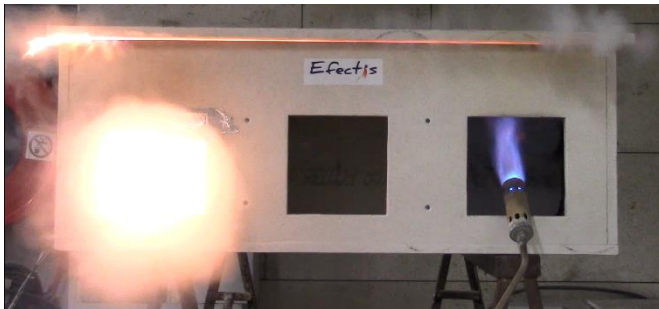
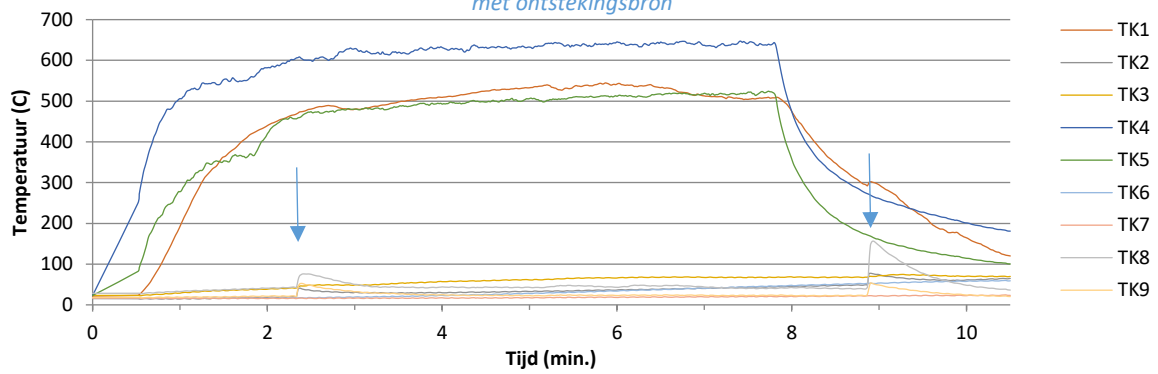


Figuur 13. Rookproductie voorafgaande aan rookgasexplosie



Figuur 14. Simulatie rookgasexplosie EPS 600-650 °C zonder ontstekingsbron

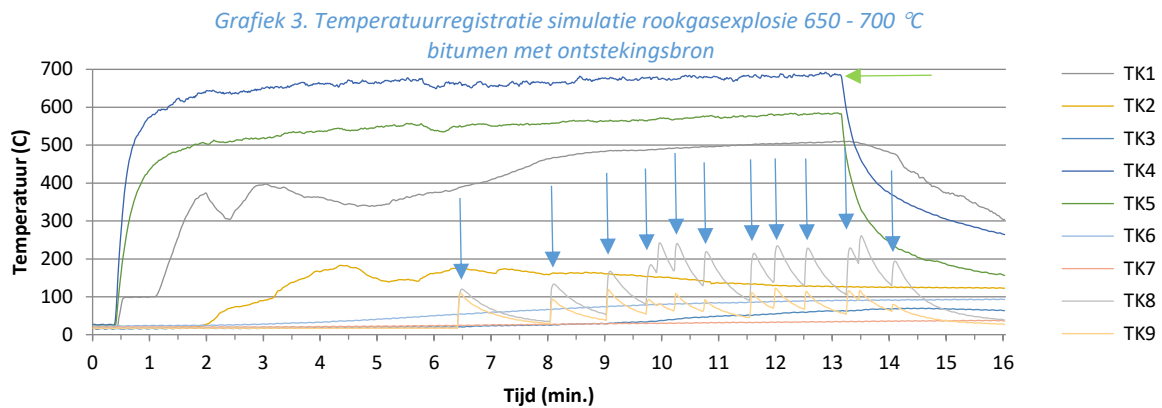
Grafiek 2. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie EPS 650 - 700 °C met ontstekingsbron



Figuur 15. Simulatie rookgasexplosie EPS 600-650 °C met ontstekingsbron

Tijdens en voorafgaande aan de rookgasexplosie is witte rook waargenomen (figuur 13, 14 15). Deze rook was laaghangend en verscheen soms als waterval uit BC3. De temperatuur in BC3 was voorafgaande aan de rookgasexplosies zeer laag, 22 °C. Tijdens de simulatie zonder ontstekingsbron was de temperatuur in BC3 tot direct voor de rookgasexplosie 16 °C.

De **rookgasontbrandingen** hebben plaatsgevonden tijdens de simulatie met bitumen. Grafiek 3 toont de temperatuurregistratie van de simulatie met het gebruik van een aansteker als ontstekingsbron.



De blauwe pijlen tonen de temperatuurstijgingen ten tijde van de rookgasontbrandingen. De rookgassen konden herhaaldelijk ontstoken worden, zelfs na het doven van de gasvlam in BC1 (groene pijl). De 4^e en de 10^e pijl geven een ontbranding weer die zichzelf versterkt en herhaald.



Figuur 16. Onzichtbare rookproductie voorafgaande aan de rookgasontbranding

Tijdens en voorafgaande aan de rookgasontbranding is geen zichtbare rook waargenomen (figuur 16 en 17).

De rookgasontbranding verliep rustig en met een zeer heldere vlam.

De temperatuur in BC3 was tot direct voor de eerste rookgasontbranding 16 °C. Bij de tweede was deze 31 °C, de derde 38 °C. Het maximum is behaald in de tiende ontbranding, namelijk 91 °C.



Figuur 17. Simulatie rookontbranding bitumen 600-650 °C met ontstekingsbron (aansteker)

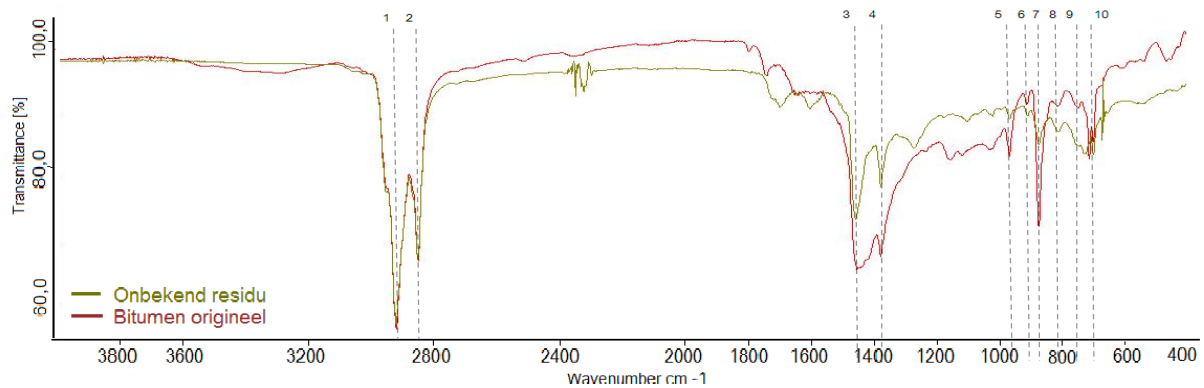
Brandresiduen:

Tijdens en na afloop van de uitgevoerde simulaties is één olieachtige substantie aangetroffen. Dit was het enige niet direct te herleiden brandresidu. Dit residu werd in het laatste experiment met behulp van FTIR-spectroscopie geanalyseerd.

5.4 Analyse (onbekende) brandresidu met FTIR-spectroscopie

In dit experiment stond het opstellen van referentiespectra en het achterhalen van de oorsprong van een niet te herleiden brandresidu centraal. Met behulp van FTIR-spectroscopie werden metingen aan de brandresiduen uitgevoerd. Met OPUS software werden spectra gevormd. De referentiespectra zijn opgenomen in het referentie en monsternamen product.

In figuur 17 zijn de spectra van het onbekende brandresidu en de bitumenreferentie ter vergelijking weergegeven.



Figuur 18. FTIR-spectra onbekend brandresidu & bitumenreferentie

De acht gemarkeerde pieken in deze spectra geven overeenkomende verbindingen in het monster weer. Op basis hiervan kan gesteld worden dat het onbekende residu van bitumen afkomstig is.

Tabel 3. Pieken spectra figuur 17

Piek	Wavenumber (cm-1)	Verbinding ^[23,24]
1	2921 (strong)	CH
2	2851 (strong)	CH
3	1456 (medium/strong)	-CH of CH ₂ /CH ₃ groep of C=C
4	1376 (medium)	CH ₂ /CH ₃ groep of -CH
5	965 (weak)	
6	908 (weak)	RCH=CH ₂ onverzadigd alkeen
7	872 (strong/medium)	=CH of CH
8	811 (weak)	C=C
9	745 (weak)	CH
10	698 (weak)	CH

6. Discussie

In de discussie zal onderscheid gemaakt worden tussen enerzijds de foutendiscussie en anderzijds de inhoudelijke discussie.

6.1 Foutendiscussie

Gedurende het eerste experiment, waarbij voor een zuurstofarme omgeving gekozen is, was het noodzakelijk om de oven te openen voor de optische beoordeling van het materiaalgedrag. Deze opening heeft herhaaldelijk plaatsgevonden gedurende het experiment, waardoor zuurstof in de oven heeft kunnen stromen. Mogelijk is hierdoor het pyrolyseproces in meer of mindere mate beïnvloed. Om de beïnvloeding te achterhalen is het experiment in duplo uitgevoerd. Er zijn echter geen verschillen in de kenmerken van het pyrolyseproces ontdekt.

De EPS, PUR en PIR monsters hebben een homogene samenstelling. Het bitumenmonster is een samengesteld product en bestaat uit twee lagen. Het is een kunststof mat met daarop bitumen aangebracht. Voor de FTIR-analyse zijn de twee lagen in verband met de grootte van de monsterpoort als aparte monsters behandeld. De lagen van het bitumenmonster zijn voor de pyro-GCMS analyse gescheiden, zodat beide lagen gelijktijdig op de monsterdraad konden worden geperst.

De resultaten van de pyro-GCMS analyse wijken op enkele punten af van de verwachting. Dit valt te verklaren uit de grote invloed van de variabele samenstelling van de producten. Een breder beeld van de pyrolyseproducten van de materialen was verkregen bij het onderzoeken van meerdere variaties van één product.

6.2 Inhoudelijke discussie

De overeenkomsten tussen de optische beoordeling van de bouwmaterialen en de beschreven signalen uit de casussen bieden een houvast voor het signaleren van een mogelijke rookgasexplosie. Daarbij moet benadrukt worden dat de onzichtbaarheid van de brandbare pyrolyseproducten van bitumen en de veel voorkomende combinatie met EPS een zeer groot gevaar leveren. De beslissing betreffende het wel of niet binnengaan van een 'separaat' deel van een brandend gebouw zal heroverwogen moeten worden. Zeker, omdat uit de simulatie blijkt hoeveel effect een kleine opening van bijvoorbeeld een dakplaat kan hebben op de verplaatsing van gassen naar andere ruimtes. Deze gassen kunnen dermate lage vlambaarheidsgrenzen hebben bij hoge temperaturen dat een zeer geringe hoeveelheid kan leiden tot zeer onverwachte en onvoorspelbare explosies. Het doel van dit onderzoek, het bepalen van de bijdrage van bouwmaterialen in de dakconstructie aan rookgasexplosies, is behaald.

7. Conclusie

De hoofdvraag van dit onderzoek is *'Welke invloed heeft de thermische ontleding van bitumen dakbedekking en dakisolatiematerialen op het ontstaan van rookgasexplosies?'*. Vanuit de resultaten van de experimenten die zijn uitgevoerd in dit onderzoek komen de volgende conclusies naar voren:

Alle materialen produceren brandbare pyrolyseproducten, echter niet allemaal in dezelfde verhouding. Uit eerder onderzoek^[2] blijkt dat het massaverlies van PUR en PIR bij verhitting veel lager ligt dan het massaverlies van EPS. De rookgasproductie is hier direct aan gerelateerd. In de optische beoordeling van de pyrolyseprocessen is terug te zien dat PUR en PIR minder rook produceren dan EPS en bitumen.

De resultaten van de indicatieve simulaties laten zien dat de pyrolyseproducten van EPS een spontane rookgasexplosie kunnen veroorzaken. Voorafgaande hieraan is witte rook waar te nemen. De pyrolyseproducten van bitumen geven een minder snelle, niet explosieve verbranding. Een belangrijk detail is dat de rook van bitumen onzichtbaar bleef. Zowel EPS als bitumen hebben invloed op het ontstaan van een rookgasexplosie. EPS en bitumen worden vaak in combinatie toegepast in dakconstructies. Het is mogelijk dat de vermenging van de pyrolyseproducten van beide materialen het risico op en gevaar van een rookgasexplosie verhogen.

Het vloeibare olieachtige residu wat vaak gezien wordt na een rookgasexplosie is afkomstig van bitumen. Mogelijk wordt dit gevormd door condensatie van de rook. Dit geeft een verklaring voor de afwezigheid van rook bij de simulatie met het bitumenmonster.

8. Aanbevelingen

Ter uitbreiding van dit onderzoek is het mogelijk om door middel van TGA-MS analyse de concentratie van alle individuele vrijkomende pyrolyseproducten per monster te analyseren. Met behulp van deze informatie is een meer specifieke voorspelling te geven over de bijdrage van pyrolyseproducten aan rookgasexplosies. Mogelijk is hierbij ook het effect te onderzoeken van de vermenging van pyrolysegassen geproduceerd door bitumen en EPS.

In een vervolgonderzoek kan de invloed van de twee andere fundamenteën van brand, zuurstof en warmte, verder onderzocht worden. Een speerpunt hierin zou een onderzoek kunnen zijn naar de mogelijkheid van de zelfontsteking van pyrolysegassen van EPS door bijvoorbeeld polymerisatie. Daarnaast zou de invloed van statische accumulatie van pyrolyseproducten kunnen worden onderzocht.

Op het gebied van het voorkomen van rookgasexplosies zou onderzoek gedaan kunnen worden naar de mogelijkheid om de zuurstofwaarde op kritieke momenten te verlagen. Vanuit bouwkundig oogpunt kan onderzoek gedaan worden naar de (on)juistheid van installatie van brand- en rookwerende scheidingswanden. Wanneer brand- en rookwerende scheidingswanden daadwerkelijk rookdicht worden geïnstalleerd, zal de kans op het ontstaan van een rookgasexplosie in de toekomst afnemen.

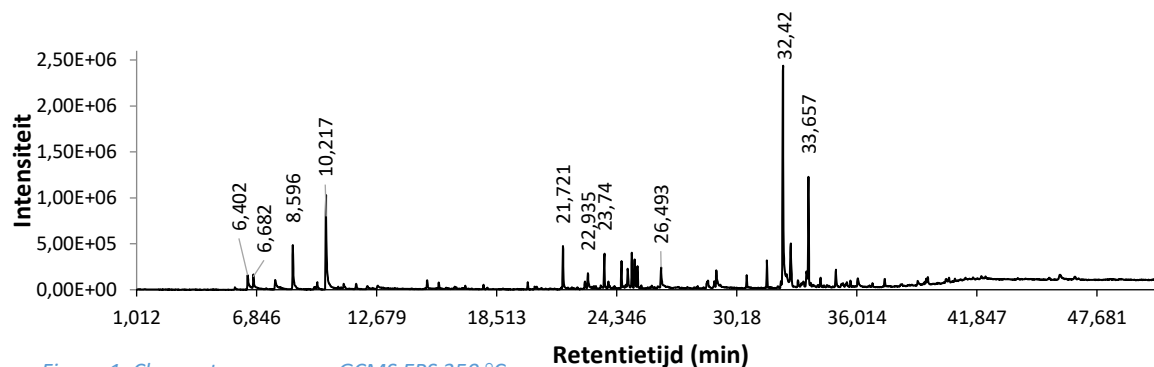
BIJLAGE 1 Bronnen

- [1] Brandweermannen gewond na explosie bij brand.
<http://www.112waterweg.nl/wp/2016/06/19/brandweermannen-gewond-na-explosie-bij-brand/>, geraadpleegd op 12-12-2016
- [2] De Kluiver, L. (10-2014), Establishing flammability ranges of building insulation materials, geraadpleegd op 11-12-2016
- [3] Onderzoeksraad waarschuwt voor gevaar rookgasexplosie.
<https://www.onderzoeksraad.nl/nl/onderzoek/241/brand-scheepsloods-de-punt-9-mei-2008/fase/781/onderzoeksraad-waarschuwt-voor-gevaar-rookgasexplosie>, geraadpleegd op 13-12-2016
- [4] Tromp, A., Mierlo van, R. (2013), *Fire safety engineering handboek voor de bouw*, Bleiswijk, Nederland: Uitgeverij Eburon. Blz 45 – 47, 52, 55-57, 59, 60
- [5] Quintere, J. (1998), *Principles of fire behaviour*, Delmar Publishers. blz 24 - 26
- [6] Basisinformatie EPS eigenschappen en gegevens.
<http://stybenex.nl/wp-content/uploads/2014/12/basisinformatie-EPS-2007.pdf>, geraadpleegd op 06-12-2016
- [7] Oostenbrink, A. Polymeerchemie
<http://www.oxbo.nl/chemie/polymeren/polymeerchemie/H4polymeerdictaat.pdf>, geraadpleegd op 07-12-2016
- [9] Sen, I. (2007), Degradation Mechanism of Expanded Polystyrene (EPS) Foam in Lost Foam Casting, PIPS Approach for Synthesis and Novel Expansion Techniques for Cellular Foam,
http://trace.tennessee.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1353&context=utk_graddiss
geraadpleegd op 13-12-2016
- [10] Troitsch, J. (2004), *Plastic flammability handbook*, 3^e editie, Wiebaden, Duitsland, Hanser Publisher. Blz 63, 79, 82, 166, 166, 680
- [11] The essential chemical industrie online,
<http://www.essentialchemicalindustry.org/polymers/polyurethane.html>, geraadpleegd op 16 december 2016
- [12] Olabode Adeosun, D. (2012), Analysis of Fire Performance, Smoke Development and Combustion Gases from Flame Retarded Rigid Polyurethane Foams,
https://uwspace.uwaterloo.ca/bitstream/handle/10012/8455/Adeosun_David.PDF.pdf?sequence=5, geraadpleegd op 22-12-2016

- [13] Prager, F. Rosteck, H. (2006), *Polyurethane and Fire*, Duitsland, Wiley-VCH blz 157 - 158
- [14] Thienel, K. (2014), *Werkstoffe des Bauwesens Bituminöse Baustoffe*, geraadpleegd op 21-12-2016
- [15] Vermeer, L. (2002), *Asfalt*, <http://www.chemischefeitelijkheden.nl/Uploads/Magazines/CF-188-asfalt.pdf>, geraadpleegd op 21-12-2016
- [16] Pielichowski, K. & Njuguna, J. (2005), *Thermal degradation of polymeric materials*, Rapra technology. Blz. 53-55
- [17] . Pfäffli, P. & Zitting, A. & Vainio, H. (jaar) *Thermal degradation products of homopolymer polystyrene in air*. Geraadpleegd op 19-12-2016
- [18] Sen, I. (2007), *Degradation Mechanism of Expanded Polystyrene (EPS) Foam in Lost Foam Casting, PIPS Approach for Synthesis and Novel Expansion Techniques for Cellular Foam*, http://trace.tennessee.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1353&context=utk_graddiss geraadpleegd op 13-12-2016
- [19] Nederlands instituut fysieke veiligheid, brandweeracademie, bevelvoerder brandbestrijding, 2^e druk, 1^e oplage, juli 2011, gesmolten bitumen druipt brandend.
- [20] <http://www.rug.nl/research/portal/files/3117190/c2.pdf>, geraadpleegd op 28-12-2016
- [21] Zhao, H., Cao, Y., Sit, S.P. et al. *J Therm Anal Calorim* (2012) *Thermal characteristics of bitumen pyrolysis*, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*.
- [22] Babrauskas, V. (2003) *Ignition Handbook*, San Diego, Californië. Uitgeverij: Fire Science Publishers
- [23] Skoog, D. & Holler, E. & Crouch, S. (2007), *Principles of Instrumental Analysis*, United States, Uitgeverij: Thomson Brooks/Coleprinciples analysis blz. 283-290, 789-810
- [24] McManus, N. (1999), *Safety and health in confined spaces*, Canada, Uitgeverij: Lewis Publishers blz. 125-127
- [25] McMurry, J. & Fay, R. (2007), *Chemistry*, Uitgeverij: Pearson Education blz. 41-42, 223-224, 226, 354

BIJLAGE 2 Pyrolyse GC/MS chromatogrammen

EPS

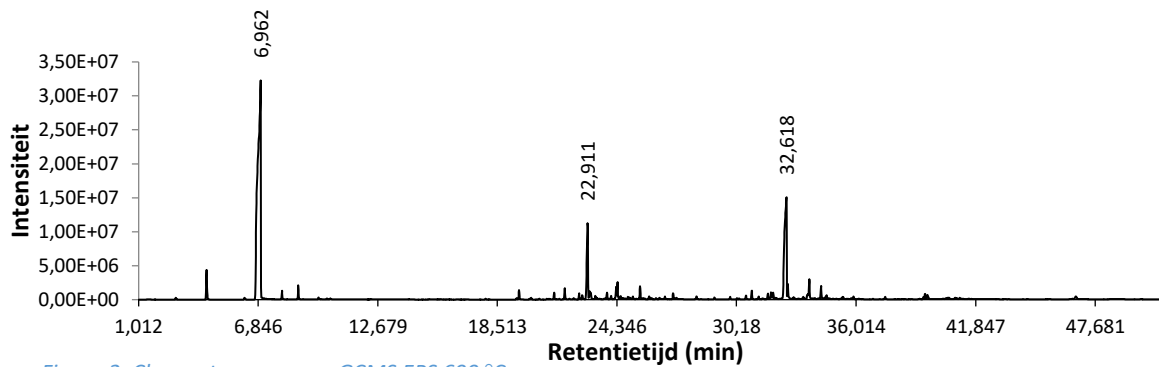


Figuur 1. Chromatogram pyro-GCMS EPS 350 °C

6,402 (0,013) en **6,682** (0,010) styreen; **8,596** (0,033) α -Methylstyrene; **10,217** (0,066) Acetofenon; **21,721** (0,022) 1,3-difenylpropan; **22,935** (0,011) α -Methylstilbene; **23,74** (0,017) onbekend; **26,493** (0,019) palmitinezuur; **32,42** (0,157) N,N-Dibenzylhydroxylamine; **33,657** (0,608) Bis 1,1-2-methyl-(phenylthio)cyclopropylidinebenzene

Tabel 1. Pyrolyseproducten EPS 350 °C

	CAS	ri	LEL	UEL	NFPA flamm cat.
<i>α-Methylstilbeen</i>	833-81-8	0,0110			nb
<i>Onbekend</i>		0,0048			
<i>Onbekend</i>		0,0174			
<i>1,3-Difenylpropan</i>	1081-75-0	0,0216			1
<i>Acetofenon</i>	98-86-2	0,0660	1,1	6,7	2
<i>Benzaldehyde</i>	100-52-7	0,0128	1,3	7,8	2
<i>Bis 1,1-2-methyl-(phenylthio) cyclopropylidinebenzene</i>		0,5670			
<i>Palmitinezuur</i>	57-10-3	0,0200	NB	NB	1
<i>Cyclohexaan-derivaat</i>		0,0138			3
<i>Cyclohexaan-derivaat</i>		0,0176			3
<i>Cyclohexaan-derivaat</i>		0,0148			3
<i>Cyclohexaan-derivaat</i>		0,0100			3
<i>N,N-Dibenzylhydroxylamine</i>		0,1460			0
<i>Palmitinezuur</i>	57-10-3	0,0120			1
<i>Styreen</i>	100-42-5	0,0236	1,1	6,1	3
<i>Styreen-dimeer</i>		0,0041			
<i>Xyleen</i>	106-42-3	0,0019	1,1	6,5	3
<i>α-Methylbenzeenacetaldehyde</i>	93-53-8	0,0024	na	na	2
<i>α-Methylstyreen</i>	98-83-9	0,0330	1,9	6,1	2



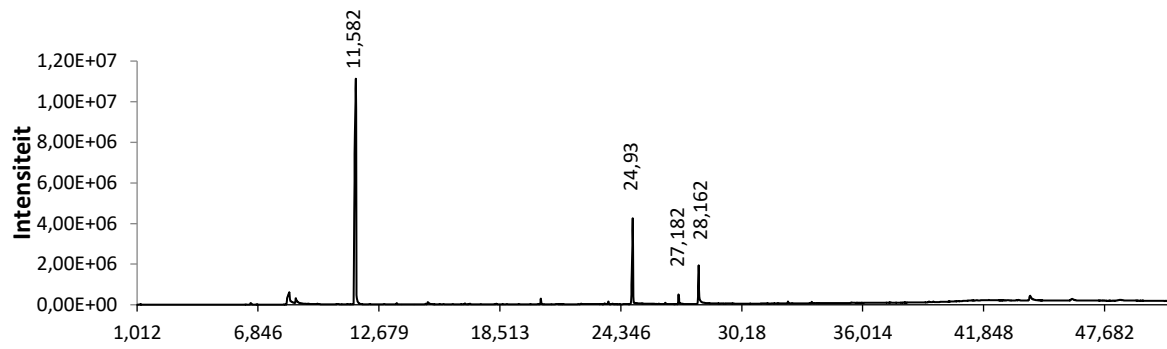
Figuur 2. Chromatogram pyro-GCMS EPS 600 °C

6,952 (0,661) styreen; 22,911 (0,083) styreen dimeer; 32,618 (0,224) N,N-Dibenzylhydroxylamine

Tabel 2. Pyrolyseproducten EPS 600 °C

	msds	ri	LEL	UEL	NFPA flamm cat.
1,3-Difenypropaan	1081-75-0	0,0085			0
Bibenzyl (1,2-Difenylethaan)	103-29-7	0,0068			0
N,N-Dibenzylhydroxylamine	621-07-8	0,2243			0
Styreen	100-42-5	0,6615	1,1	6,1	3
Styreen dimeer		0,0831			
Tolueen	108-88-3	0,0016	1,1	7,1	3
α -Methylstyreen	98-83-9	0,0086	1,9	6,1	2

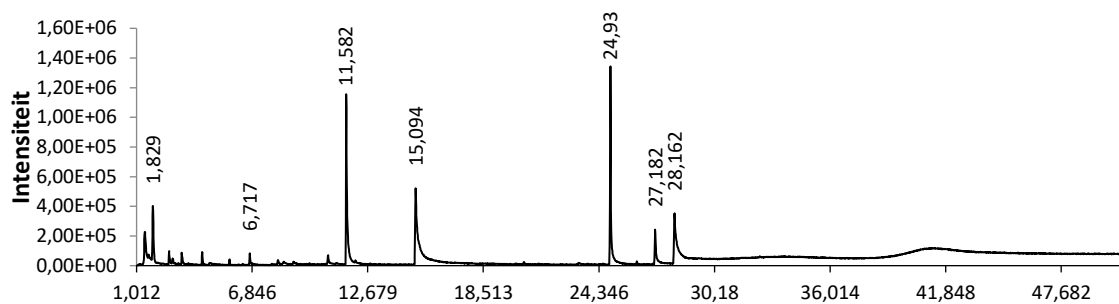
PUR



Figuur 3. Chromatogram pyro-GCMS PUR 350 °C
11,582 (0,695) triethylfosfaat; **24,93** (0,183) dimethylftalaat; **27,182** (0,020) MDI; **28,162** (0,094) MDI isomeer

Tabel 3. Pyrolyseproducten PUR 350 °C

	<i>msds</i>	<i>ri</i>	<i>LEL</i>	<i>UEL</i>	<i>NFPA flamm cat.</i>
<i>ftalylsulfacetamide</i>	131-69-1	0,0079			0
<i>MDI</i>	101-68-8	0,0200			NB
<i>MDI isomeer</i>		0,0940			NB
<i>Dimethylftalaat</i>	131-11-3	0,1830	0,9	8,03	1
<i>Triethylphosphate</i>	78-40-0	0,6940	1,2	10	1

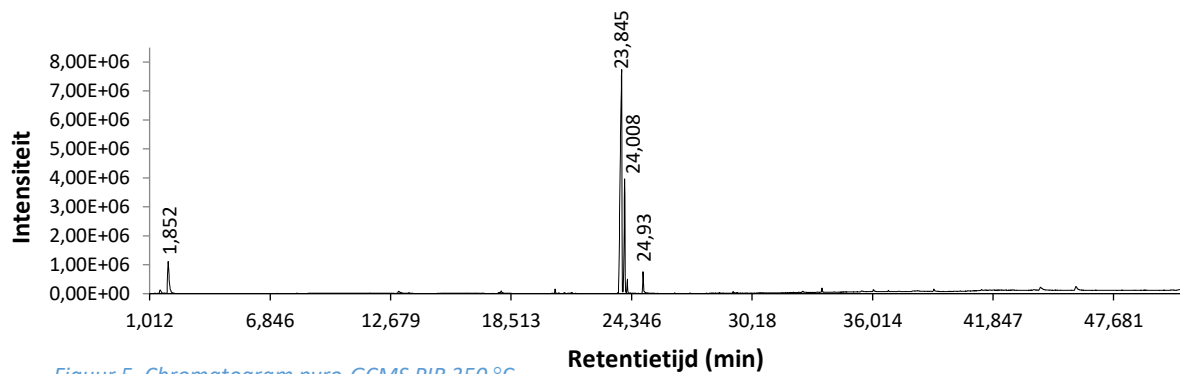


Figuur 4. Chromatogram pyro-GCMS PUR 600 °C Retentietijd (min)

6,717 (0,010) styreen; 11,582 (0,205) Triethylfosfaat; 15,094 (0,254) ftalylsulfacetamide; 24,93 (0,214) dimethylftalaat; 27,182 (0,054) MDI; 28,162 (0,167) MDI isomeer

Tabel 4. Pyrolyseproducten PUR 600 °C

	msds	ri	LEL	UEL	NFPA flamm cat.
ftalylsulfacetamide	131-69-1	0,2540			0
4-Methyl-1-isocyanaatbenzeen	622-58-2	0,0136	na	na	2
Benzeen	71-43-2	0,0060	1,3	7,9	3
onbekend		0,0586			
Isocyanatobenzeen	103-71-9	0,0065			2
MDI	101-68-8	0,0540			NB
MDI isomeer		0,1670			NB
Dimethylftalaat	131-11-3	0,2140	0,9	8,03	1
Styreen	100-42-5	0,0100	1,1	6,1	3
Tolueen	108-88-3	0,0120	1,2	7,1	3
Triethylfosfaat	78-40-0	0,2050	1,2	10	1

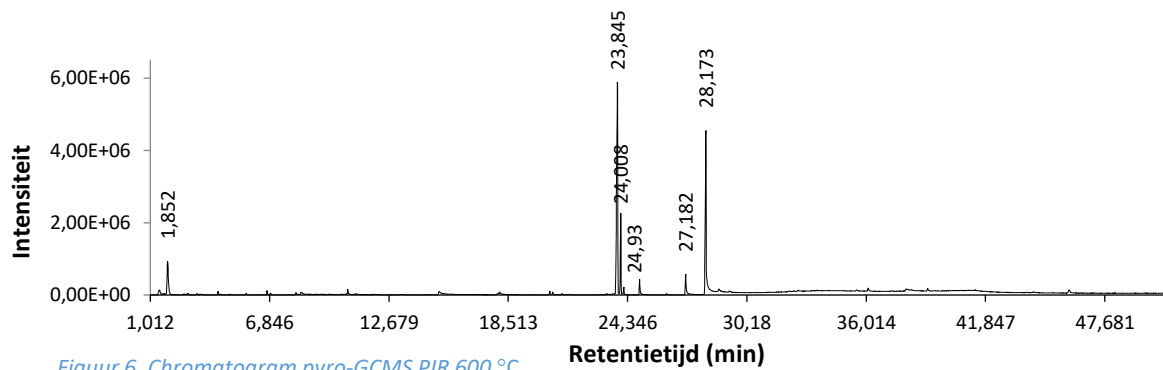


Figuur 5. Chromatogram pyro-GCMS PIR 350 °C

1,852 (0,097); 23,845 (0,671) TCPP; 24,008 (0,177) TCPP isomeer; 24,93 (0,04) dimethylftalaat

Tabel 5. Pyrolyseproducten PIR 350 °C

	<i>msds</i>	<i>ri</i>	<i>LEL</i>	<i>UEL</i>	<i>NFPA flamm cat.</i>
<i>TCPP</i>	13674-84-5	0,6710			
<i>TCPP isomeer</i>	13674-84-5	0,1770			
<i>TCPP isomeer</i>	13674-84-5	0,0150			
<i>onbekend</i>		0,0972			
<i>Dimethylftalaat</i>	131-11-3	0,0396	0,9	8,03	1



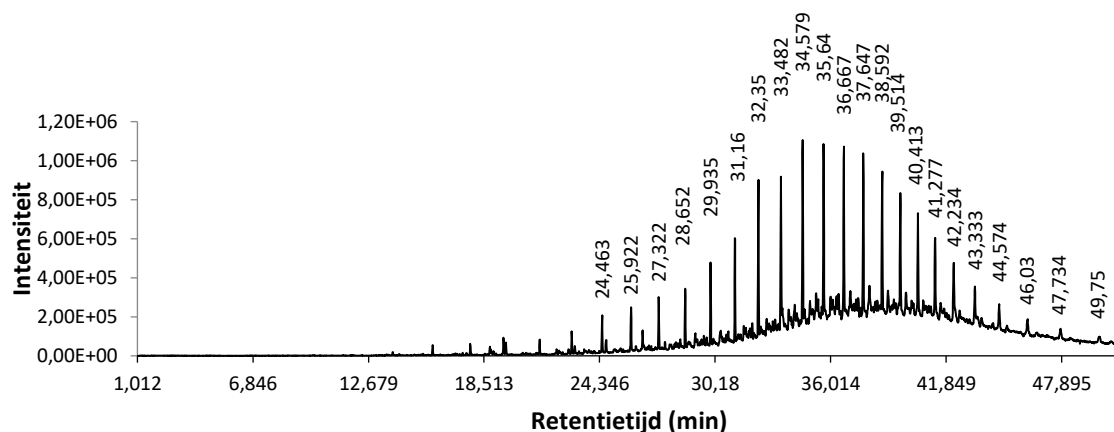
Figuur 6. Chromatogram pyro-GCMS PIR 600 °C

1,852 (0,076); 23,845 (0,407) TCP; 24,008 (0,094) TCP isomeer; 27,182 (0,037) MDI; 28,173 (0,308) MDI isomeer

Tabel 6. Pyrolyseproducten PIR 600 °C

	msds	ri	LEL	UEL	NFPA flamm cat.
<i>ftalylsulfacetamide</i>	131-69-1	0,0190			0
<i>4-Methyl-1-isocyanaatbenzeen</i>	622-58-2	0,0090	NB	NB	
<i>Benzeen</i>	71-43-2	0,0038	1,3	7,9	3
<i>TCP</i>	13674-84-5	0,4070			
<i>TCP isomeer</i>	13674-84-5	0,0080			
<i>TCP isomeer</i>	13674-84-5	0,0940			
<i>onbekend</i>		0,0760			
<i>Isocyanaatbenzeen</i>	103-71-9	0,0029			2
<i>MDI</i>	101-68-8	0,0370	0,4		NB
<i>MDI isomeer</i>		0,3080	0,4		NB
<i>Dimethylftalaat</i>	131-11-3	0,0250	0,94	8,03	1
<i>Styreen</i>	100-42-5	0,0051	1,1	6,1	3
<i>Tolueen</i>	108-88-3	0,0052	1,2	7,1	3

Bitumen

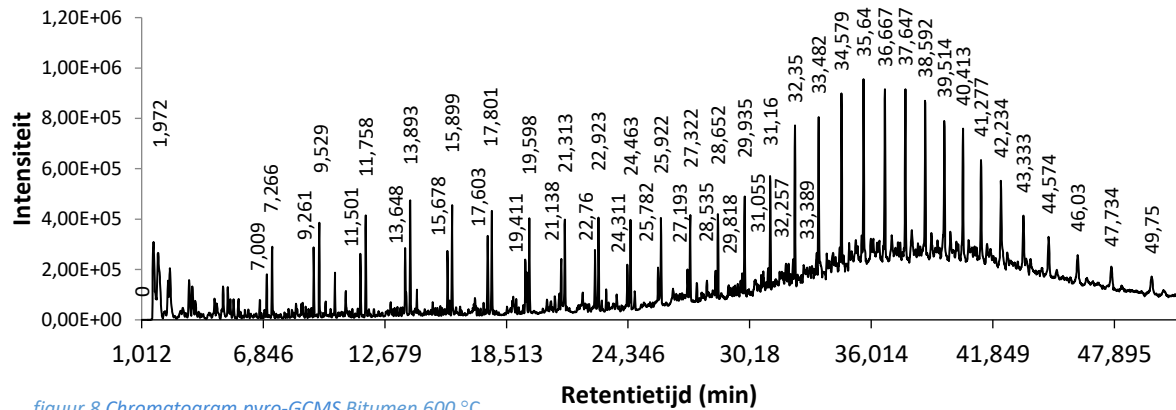


Figuur 7. Chromatogram pyro-GCMS Bitumen 350 °C

24,463 C18 alkaan (0,015); **25,922** C19 alkaan (0,020); **27,322** C20 alkaan (0,021); **28,652** C21 alkaan (0,024); **29,935** C22 alkaan (0,034); **31,16** C23 alkaan (0,045); **32,35** C24 alkaan (0,061); **33,482** C25 alkaan (0,069); **34,579** C26 alkaan (0,085); **35,64** C27 alkaan (0,083); **36,667** C28 alkaan (0,086); **37,647** C29 alkaan (0,078); **38,592** C30 alkaan (0,063); **39,514** C31 alkaan (0,055); **40,413** C32 alkaan (0,047); **41,277** C33 alkaan (0,044); **42,234** C34 alkaan (0,048); **43,333** C35 alkaan (0,026); **44,574** C36 alkaan

Tabel 7. Pyrolyseproducten Bitumen 350 °C

	<i>msds</i>	<i>ri</i>	<i>lel</i>	<i>uel</i>	<i>NFPA flamm cat.</i>
<i>Docosaan (C22)</i>	629-97-0	0,0336			1
<i>Dodecaan (C12)</i>	112-40-3	0,0016	0,6	4,7	2
<i>Dotricontane (C32)</i>	544-85-4	0,0468			1
<i>Eicosaan (C20)</i>	112-95-8	0,0208	0,4	4,9	1
<i>Heneicosane (C21)</i>	629-94-7	0,0238			1
<i>Hentriacontane (C31)</i>	630-04-6	0,0554			
<i>Heptacosaan (C27)</i>	593-49-7	0,0828			
<i>Heptadecaan (C17)</i>	629-78-7	0,0086	0,5	6,5	1
<i>Heptatriacontaan (C37)</i>	7194-84-5	0,0214			0
<i>Hexacosaan (C26)</i>	630-01-3	0,0848			1
<i>Hexadecaan (C16)</i>	544-76-3	0,0061	0,4	4,7	1
<i>Hexatriacontaan (C36)</i>	630-06-8	0,0212			1
<i>Nonadecaan (C19)</i>	629-92-5	0,0199			1
<i>Nonatricontaan (C39)</i>	nb	0,0114			
<i>Noncosaan (C29)</i>	630-03-5	0,0778			0
<i>Octadecaan (C18)</i>	593-45-3	0,0148			1
<i>Octasosane (C28)</i>	630-02-4	0,0857			1
<i>Octatriaontaan (C38)</i>	7194-85-6	0,0136			0
<i>Pentacosaan (C25)</i>	629-99-2	0,0690			1
<i>Pentadecaan (C15)</i>	629-62-9	0,0048	0,5	6,5	1
<i>Pentatriacontaan (C35)</i>	630-07-9	0,0262			0
<i>Tetracosaan (C24)</i>	646-31-1	0,0608			1
<i>Tetradecaan (C14)</i>	629-59-4	0,0045	0,5	4,7	1
<i>Tetratricontaan (C34)</i>	14167-59-0	0,0480			0
<i>Titricontaan (C33)</i>	630-05-7	0,0443			0
<i>Triacontaan (C30)</i>	638-68-6	0,0632			1
<i>Tricosaan (C23)</i>	638-67-5	0,0447			1
<i>Tridecaan (C13)</i>	629-50-5	0,0041	0,6	6,5	2
<i>Undecaan (C11)</i>	1120-21-4	0,0004	0,7	4,8	2



figuur 8 Chromatogram pyro-GCMS Bitumen 600 °C

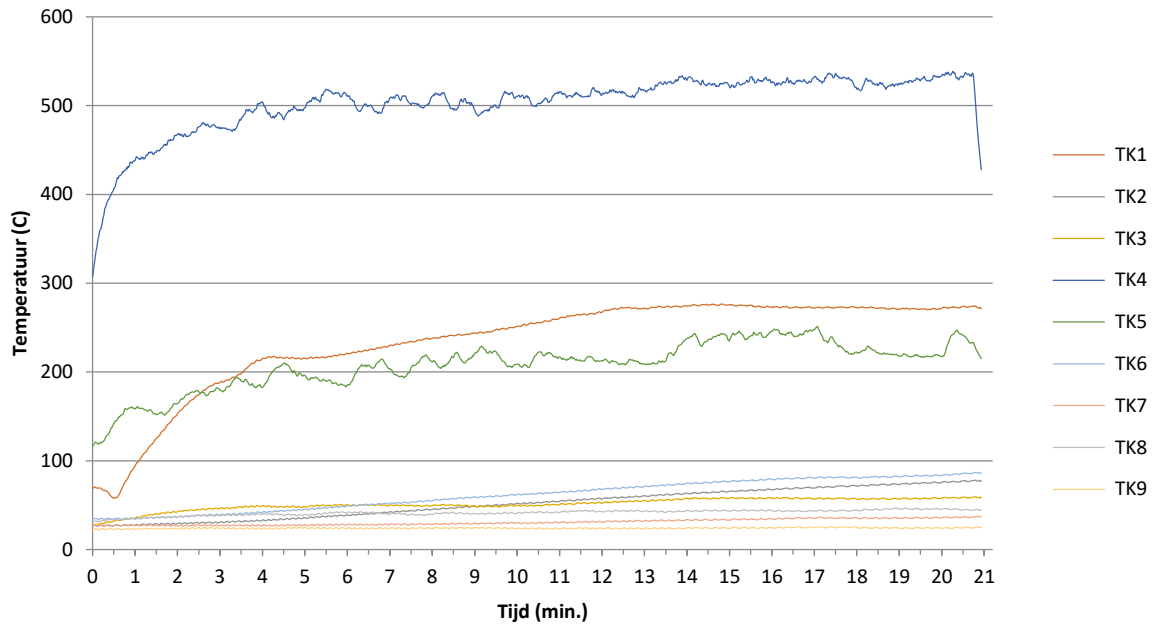
1,927 (0,045) butadien; **7,266** (0,016) C9 alkeen; **9,261** (0,014) C10 alkeen; **9,529** (0,020) C10 alkaan; **11,501** (0,014) C11 alkeen; **11,758** (0,021) C11 alkaan; **13,648** (0,014) C12 alkeen; **13,893** (0,027) C12 alkaan; **15,678** (0,011) C13 alkeen; **15,899** (0,020) C13 alkaan; **17,603** (0,018) C14 alkeen; **17,801** (0,021) C14 alkaan; **19,411** (0,010) C15 alkaan; **19,598** (0,019) C15 alkeen; **21,138** (0,009) C16 alkeen; **21,313** (0,018) C16 alkaan; **22,76** (0,013) C17 alkeen; **22,923** (0,019) C17 alkaan; **24,311** (0,008) C18 alkeen; **24,463** (0,019) C18 alkaan; **25,782** (0,009) C19 alkeen; **25,922** (0,021) C19 alkaan; **27,193** (0,006) C20 alkeen; **27,322** (0,017) C20 alkaan; **28,535** (0,005) C21 alkeen; **28,652** (0,017) C21 alkaan; **29,818** (0,004) C22 alkeen; **29,935** (0,019) C22 alkaan; **31,055** (0,005) C23 alkeen; **31,16** (0,024) C23 alkaan; **32,257** (0,004) C24 alkeen; **32,35** (0,032) C24 alkaan; **33,389** (0,008) C25 alkeen; **33,482** (0,037) C25 alkaan; **34,579** (0,041) C26 alkaan; **35,64** (0,044) C27 alkaan; **36,667** (0,047) C28 alkaan; **37,647** (0,044) C29 alkaan; **38,592** (0,041) C30 alkaan; **39,514** (0,044) C31 alkaan; **40,413** (0,036) C32 alkaan; **41,277** (0,031) C33 alkaan; **42,234** (0,036) C34 alkaan; **43,333** (0,018) C35 alkaan; **44,574** (0,018) C36 alkaan; **46,03** (0,018) C37 alkaan; **47,734** (0,012) C38 alkaan; **49,75** (0,014) C39 alkaan

Tabel 8. Pyrolyseproducten Bitumen 600 °C

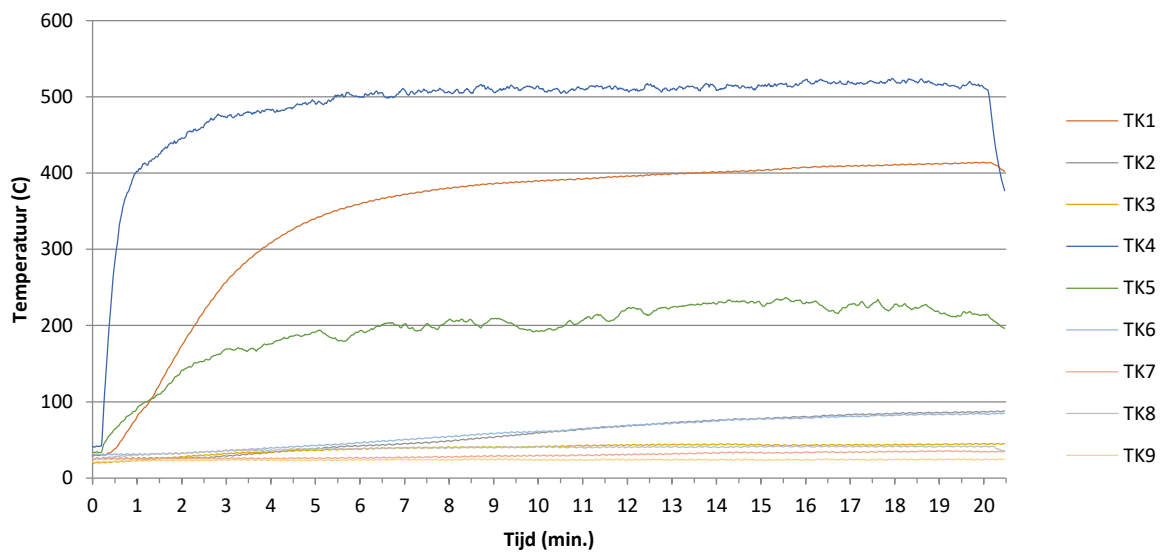
	<i>msds</i>	<i>ri</i>	<i>LEL</i>	<i>UEL</i>	<i>NFPA flamm cat.</i>
<i>1-noneen (C9)</i>	124-11-8	0,0077	0,8	6,4	2
<i>1-heneicoseen (C21)</i>	27400-79-9	0,0051			
<i>Butadieen</i>	106-99-0	0,0400	2	12	4
<i>Decaan (C10)</i>	124-18-5	0,0173	0,8	5,6	2
<i>Deceen (C10)</i>	872-05-9	0,0121	0,7	5,9	2
<i>Docosaan (C22)</i>	629-97-0	0,0191			1
<i>Docoseen (C22)</i>	1599-67-3	0,0042			0
<i>Dodecaan (C12)</i>	112-40-3	0,0235	0,6	4,7	2
<i>dodeceen (C12)</i>	25378-22-7	0,0128	0,6	5,4	2
<i>Dotricontane (C32)</i>	544-85-4	0,0363			1
<i>Eicosaan (C20)</i>	112-95-8	0,0167	0,4	4,9	1
<i>Eicosene (C20)</i>	3452-07-1	0,0065			1
<i>Heneicosane (C21)</i>	629-94-7	0,0168			1
<i>Hentriacontane (C31)</i>	630-04-6	0,0440			
<i>Heptacosaan (C27)</i>	593-49-7	0,0446			
<i>Heptadecaan (C17)</i>	629-78-7	0,0189			1
<i>heptadeceen (C17)</i>	6765-39-5	0,0128	0,5	5,8	1
<i>Heptatriacontaan (C37)</i>	7194-84-5	0,0180			0
<i>Hexacosaan (C26)</i>	630-01-3	0,0417			1
<i>Hexadecaan (C16)</i>	544-76-3	0,0177	0,4	4,7	1
<i>Hexadeceen (C16)</i>	629-73-2	0,0092	0,5	5,8	1
<i>Hexatriacontaan (C36)</i>	630-06-8	0,0179			1
<i>Nonaan (C9)</i>	111-84-2	0,0139	0,9	5,6	2
<i>Nonadecaan (C19)</i>	629-92-5	0,0215			1
<i>Nonadeceen (C19)</i>	18435-45-5	0,0091			1
<i>Nonatricaontaan (C39)</i>	nb	0,0138			
<i>Noncosaan (C29)</i>	630-03-5	0,0445			0
<i>Octadecaan (C18)</i>	593-45-3	0,0191			1
<i>Octadeceen (C18)</i>	112-88-9	0,0084	0,1	3,4	1
<i>Octasosane (C28)</i>	630-02-4	0,0474			1
<i>Octatricaontaan (C38)</i>	7194-85-6	0,0119			0
<i>Pentacosaan (C25)</i>	629-99-2	0,0371			1
<i>Pentacoseen (C25)</i>	16980-85-1	0,0083			
<i>Pentadecaan (C15)</i>	629-62-9	0,0194	0,5	6,5	1
<i>Pentadeceen (C15)</i>	13360-61-7	0,0100			
<i>Pentatriacontaan (C35)</i>	630-07-9	0,0178			0
<i>Styreen</i>	100-42-5	0,0070	1,1	6,1	
<i>Tetradecceen (C14)</i>	1120-36-1	0,0184			1
<i>Tetracosaan (C24)</i>	646-31-1	0,0324			1
<i>Tetracoseen (C24)</i>	10192-32-2	0,0041			
<i>Tetradecaan (C14)</i>	629-59-4	0,0207	0,5	4,7	1
<i>Tetratricaontaan (C34)</i>	14167-59-0	0,0366			0
<i>Titricaontaan (C33)</i>	630-05-7	0,0308			0
<i>Triacontaan (C30)</i>	638-68-6	0,0416			1
<i>Tricosaan (C23)</i>	638-67-5	0,0240			1
<i>Tricoseen (C23)</i>	18835-32-0	0,0047			
<i>Tridecaan (C13)</i>	629-50-5	0,0206	0,6	6,5	2
<i>Tridecene (C13)</i>	2437-56-1	0,0108	0,6	5,4	2
<i>Undecaan (C11)</i>	1120-21-4	0,0188	0,7	4,8	2
<i>Undeceen (C11)</i>	821-95-4	0,0119	0,7	5,6	2

BIJLAGE 3 Simulaties; temperatuurregistraties

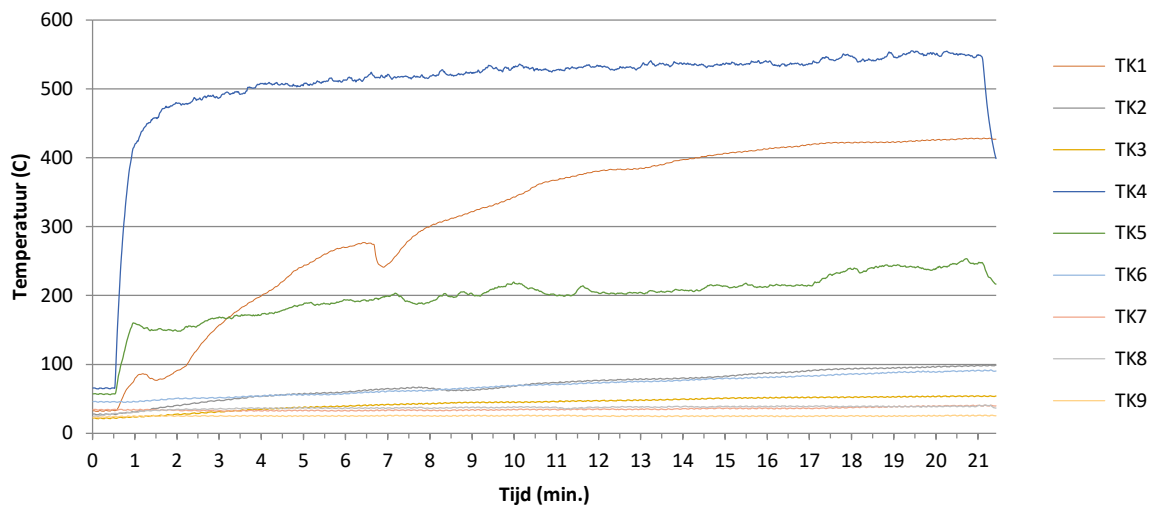
Figuur 1. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie EPS 500 - 550 °C



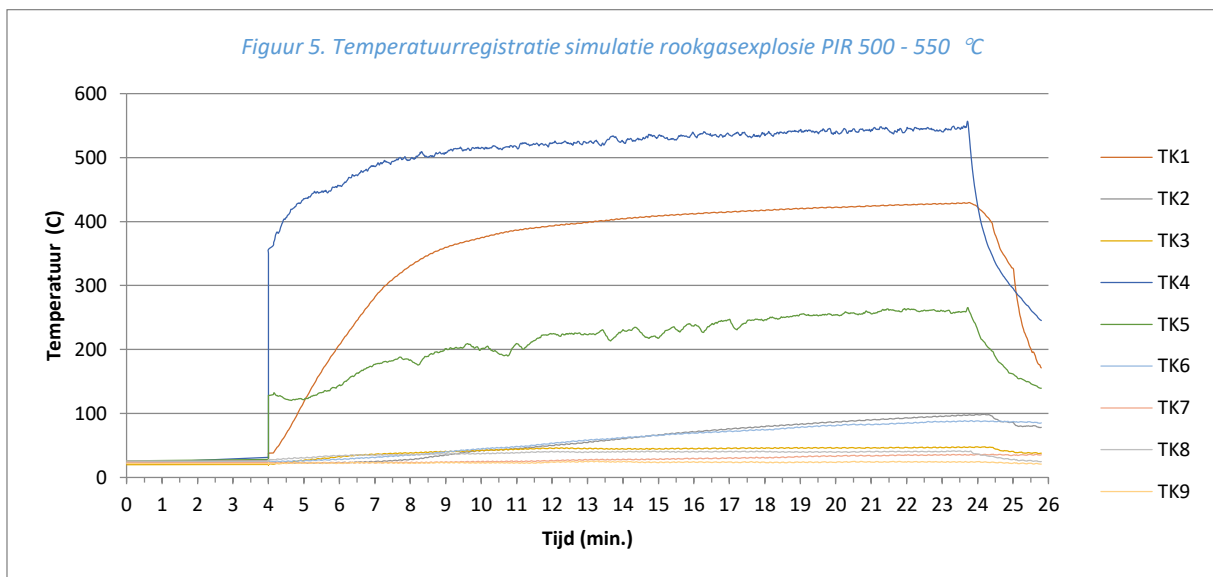
Figuur 2. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie PUR 500 - 550 °C



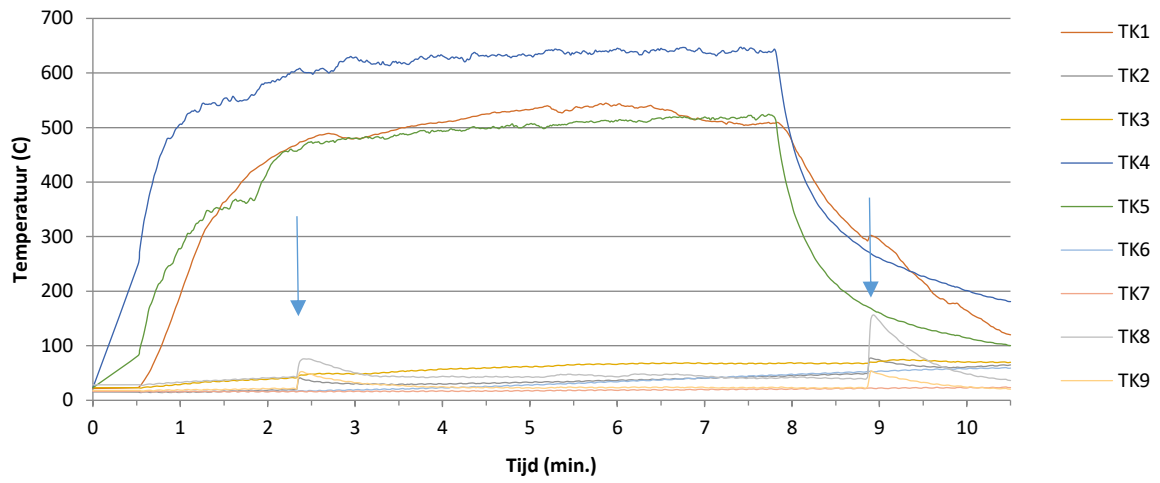
Figuur 4. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie bitumen 500 - 550 °C



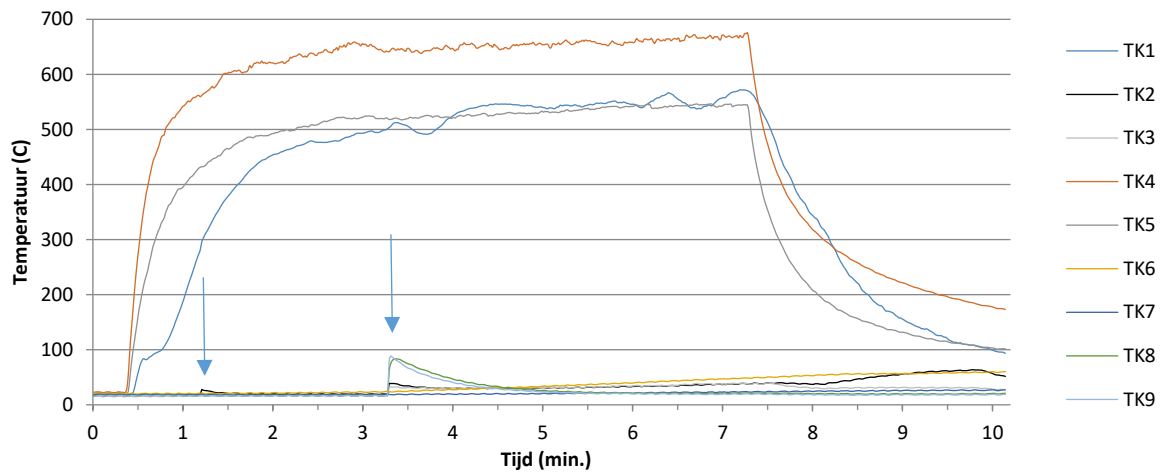
Figuur 5. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie PIR 500 - 550 °C



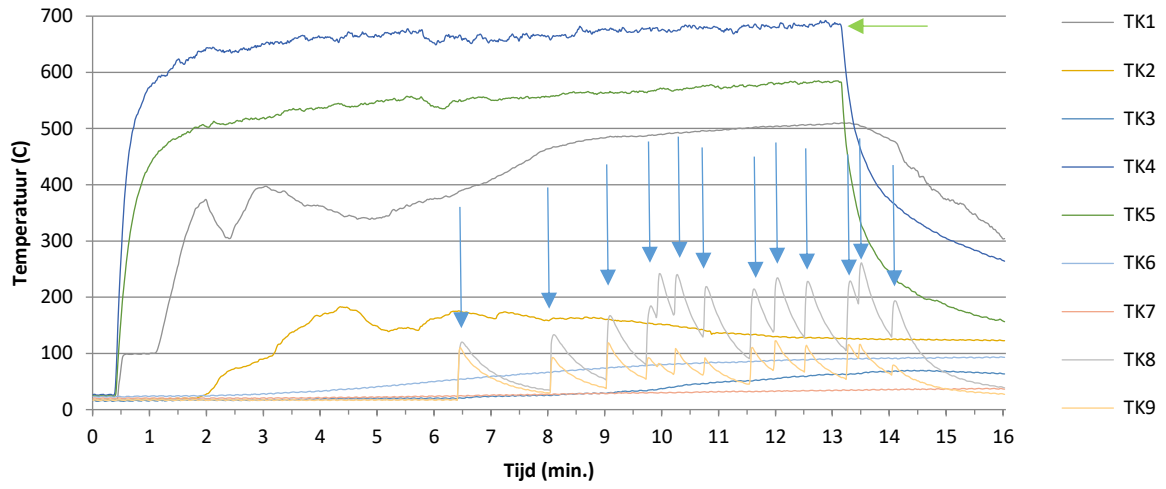
Figuur 6. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie EPS 650 - 700 °C met ontstekingsbron



Figuur 7. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie EPS 650 - 700 °C zonder ontstekingsbron



Figuur 8. Temperatuurregistratie simulatie rookgasexplosie 650 - 700 °C bitumen met ontstekingsbron



BIJLAGE 4 Referentie en monstername product

Instructies voor monstername ten behoeve van materiaalidentificatie

Benodigdheden

- Glazen monsterpot met deksel
- Glazen pipetflesje met losse draaidop
- (RVS) monsterlepel
- Handschoenen

Werkwijze vast monster

Zoek het minst gecontamineerde of verkoolde deel van het te bemonsteren materiaal, of verwijder indien mogelijk de vervuilde (verkoolde) laag van het monster.

Schep met de monsterlepel een hoeveelheid van tenminste 0,5 cm doorsnede, zo veel mogelijk uit het binnenste deel van het monster, in de glazen monsterpot.

Indien het monster met water in aanraking is geweest: aan de lucht laten drogen.

Laat de monsters zo spoedig mogelijk analyseren met behulp van FTIR-spectroscopie.

Werkwijze vloeibaar monster

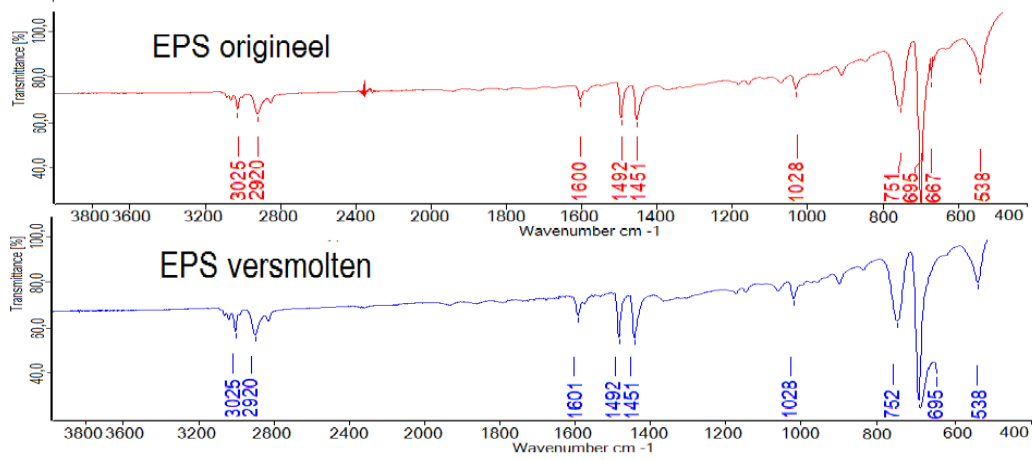
Zoek het minst gecontamineerde deel van de te bemonsteren vloeistof, of verwijder indien mogelijk vervuiling uit het vloeibare monster.

Zuig het monster met behulp van de pipet op.

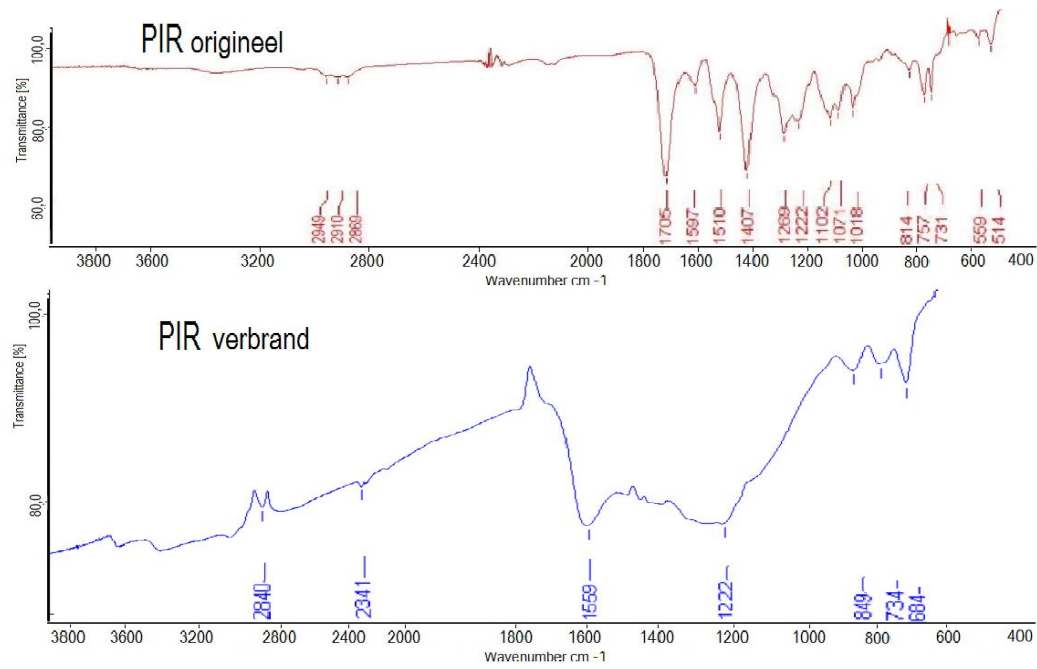
Laat de pipet leeglopen in het pipetfles en sluit deze af met de losse draaidop ter voorkoming van afbraak/ knappen van de pipetballon.

Laat het monster zo spoedig mogelijk analyseren met behulp van FTIR-spectroscopie.

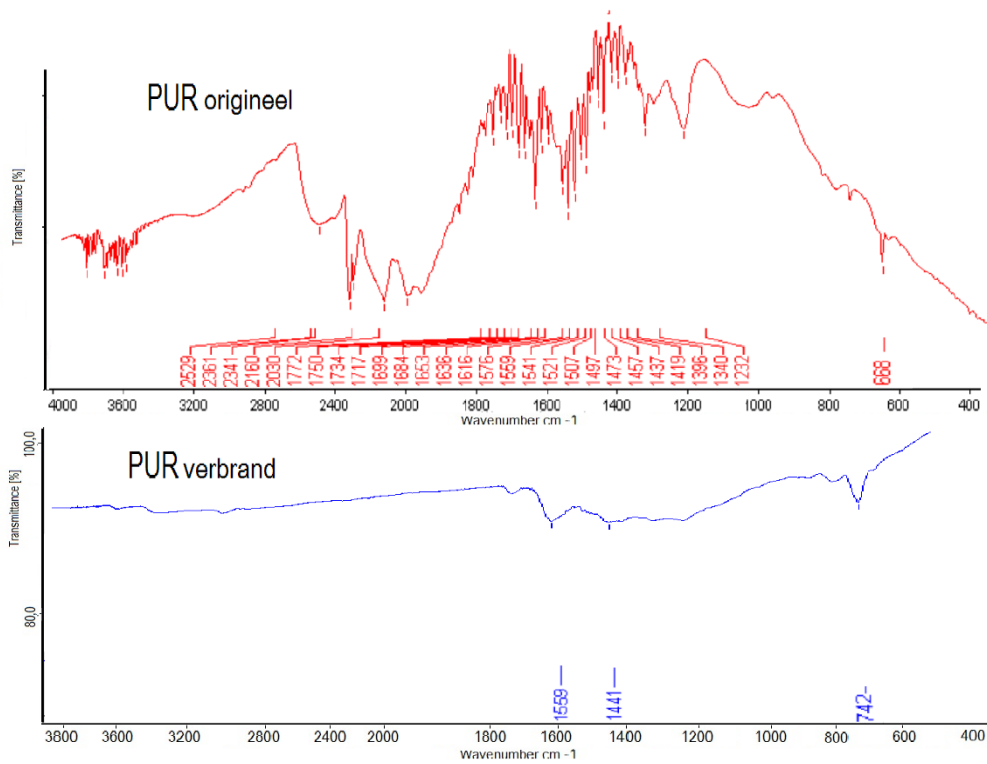
Referentiespectra



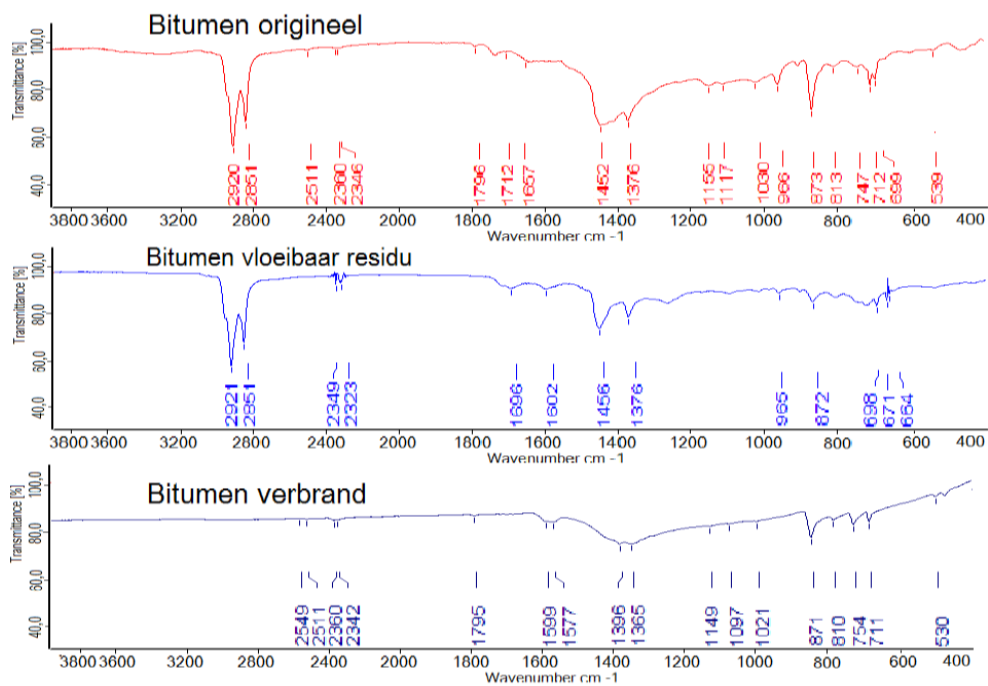
Figuur 1. Referentiespectra EPS



Figuur 2. Referentiespectra PIR



Figuur 3 Referentiespectra PUR



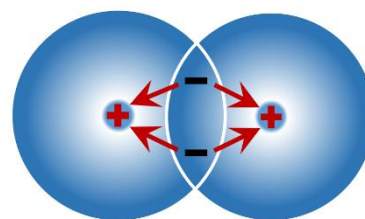
Figuur 34 Referentiespectra bitumen Iko Profatec Eco

BIJLAGE 5 Analysemethodes

FTIR

Infraroodspectroscopie berust op het principe van absorptie en transmissie van infraroodstraling (IR-straling) door moleculen.

Atoomkernen bevatten positief geladen protonen met daar omheen een negatief geladen elektronenwolk^[25]. Wanneer twee atomen binden met elkaar ontstaat een samenloop van enerzijds de aantrekkingskrachten tussen de elektronen en protonen en anderzijds de afstotende kracht tussen de protonen van beide atomen en tussen de elektronen van beide atomen. Als de aantrekkingskracht groter is dan de afstotende kracht volstaat de binding. Doordat de elektronen door beide kernen aangetrokken worden zullen deze gedeeld worden en zich in het gebied tussen de kernen bevinden. Een atoombinding, ofwel een covalente binding, is dus eigenlijk een netto aantrekkingskracht tussen twee atomen waarbij gedeelde elektronenparen worden gevormd. De lading van het gehele molecuul is hierbij in evenwicht^[25].



Figuur 1. Schematische weergaven van de covalente binding tussen twee atomen

Wanneer atomen met een verschil ($>0,4$) in elektronegatieve lading een covalente binding vormen wordt dit een polaire covalente binding genoemd. De elektronen bevinden zich niet precies tussen de twee atomen in, maar worden door het meer elektronegatieve geladen atoom sterker aangetrokken. Hier ontstaat dus een kracht met een richting. Dit is het dipoolmoment van de binding. Het dipoolmoment is een maat voor polariteit. Het wordt uitgedrukt in coulomb meter en is het product van de grootte van de lading en de afstand ertussen.

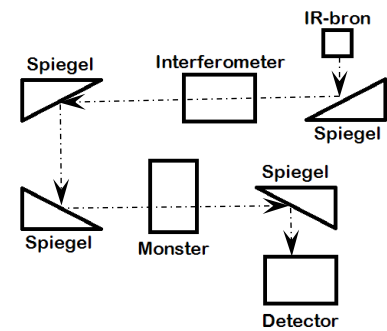
Het dipoolmoment van een geheel molecuul wordt bepaald door de som van de afzonderlijke dipoolmomenten van de polaire bindingen tussen atomen in het molecuul. Er is een zwaartepunt van de positieve lading en een zwaartepunt van de negatieve lading. Als deze niet samenvallen wordt er gesproken over een dipool. Als de krachten elkaar opheffen is het dipoolmoment 0.

Door het absorberen van specifieke IR-straling gaan atomen bewegen en verandert de afstand van de atomen ten opzichte van elkaar. Verschillende soorten bindingen absorberen specifieke stralingsfrequenties. De verandering in beweging zorgt ervoor dat het dipoolmoment van de bindingen anders wordt. Daardoor komt het zwaartepunt van de positieve lading en de negatieve lading anders te liggen. Wanneer er een netto verschil ontstaat, kan dit met Infraroodspectroscopie vastgelegd worden.

FTIR spectrometer ^[23]

Een FTIR spectrometer bestaat uit een aantal belangrijke onderdelen. Het begint bij de infraroodbron. De infraroodbron bestaat uit een inerte vaste stof welke elektrisch wordt verwarmd. Hierdoor ontstaat IR-straling. Deze IR-straling wordt op de interferometer gestraald. Hierin bevindt zich een beamsplitter waarmee de lichtstraal wordt gesplitst. Eén deel wordt naar een vaste spiegel afgebogen, het andere deel wordt naar een bewegende spiegel gebogen. Beiden worden terug gespiegeld naar de beamsplitter. Door de beweging van de bewegende spiegel wordt de lengte van de lichtstraal verschillend van de lengte van de lichtstraal die via de vaste spiegel wordt geleid. Hierdoor ontstaat interferentie. Er wordt een interferogram gecreëerd van de straling. Dit bevat de intensiteit van de straling over de gehele IR frequentie.

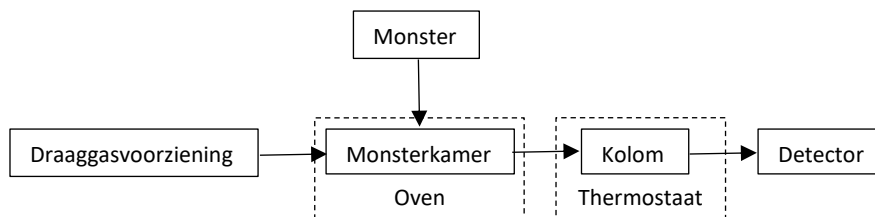
De IR-straling gaat vervolgens vanaf de beamsplitter via spiegels door het monster naar de detector. Het monster absorbeert de IR-straling op de frequenties waarbij de bindingen in de moleculen bewegen. De IR-straling van andere frequenties wordt niet geabsorbeerd en bereikt de detector. De signalen uit de detector worden softwarematig omgezet in een spectrum.



Figuur 2. Schematische weergave FTIR-spectroscopie

GC/MS ^[23]

Gaschromatografie (GC) is een methode waarmee componenten van een gasvormig monster kunnen worden gescheiden. Massaspectroscopie (MS) is een methode waarmee de componenten worden gedetecteerd.



Figuur 3. Schematische weergave gaschromatografie

Het monster wordt geïnjecteerd in een monsterkamer. Door stapsgewijze opwarming worden de verschillende componenten in het monster op hun kookpunt gebracht. Deze componenten verdampen één voor één en worden door de gasstroom van het draaggas, de mobiele fase, de scheidingskolom ingeleid. Dit draaggas is inert, wat betekent dat het niet kan reageren met de componenten.

De kolom wordt met behulp van een thermostaat op een bepaalde temperatuur gehouden. Aan de binnenzijde bevat de kolom een pakking, dit is de stationaire fase. Hierbij wordt (o.a.) gebruik gemaakt van fused silica. De mobiele fase en de monstercomponenten stromen door de kolom. De monstercomponenten gaan een interactie aan met de stationaire fase. De componenten worden vertraagd en zullen op verschillende tijden uit de kolom komen. Een apolair component in een polair gepakte kolom zal door gebrek aan interactie een kortere retentietijd hebben dan een polair component in een polair gepakte kolom. Bij exact gelijke omstandigheden is deze tijd specifiek voor het component. Dit wordt de retentietijd genoemd.

Als een component het eind van de kolom heeft bereikt wordt het gedetecteerd. In dit geval wordt er gebruik gemaakt van massaspectrometrie. Dit is op te delen in drie stappen, namelijk ionisatie, sortering van ionen en detectie van ionen. Vanuit de GC-kolom komt het monstercomponent direct in de ionisatiekamer. Er wordt een elektron op het component afgeschoten waardoor deze een elektron verliest. Het component wordt een positief geladen ion.

Na ionisatie wordt het ion naar een elektrostatische quadrupool geleid. Dit zijn vier staven die in de lengterichting parallel in een vierkant zijn geplaatst. Door de spanningen op deze staven kunnen alleen ionen met een bepaalde massa en ladingseenheid de detector bereiken. De spanning op de staven staat in relatie tot de lading van het ion. Door wisseling van de spanning kan de doorstroombaarheid van verschillende ionen worden geselecteerd. Andere ionen worden aangetrokken door de staven en zullen hierop crashen.

De passerende ionen zullen uiteindelijk op een transducer botsen. Deze fungeert als detector. De botsingen van de ionen worden omgezet in een elektrisch signaal, wat softwarematig verwerkt wordt tot een chromatogram.