

DIN EN 16682



ICS 97.195

Entwurf

Einsprüche bis 2016-02-04
Ersatz für
E DIN EN 16682:2013-11

**Erhaltung des kulturellen Erbes –
Verfahren zur Bestimmung des Feuchte- bzw. Wassergehalts in Materialien
des unbeweglichen kulturellen Erbes;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16682:2015**

Conservation of cultural heritage –

Methods of measurement of moisture content, or water content, in materials constituting
immovable cultural heritage;

German and English version prEN 16682:2015

Conservation du patrimoine culturel –

Guide relatif aux mesures de la teneur en eau de matériaux constituant un patrimoine culturel
matériel et immatériel;

Version allemande et anglaise prEN 16682:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-12-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe
der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort
wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin (Hausanschrift:
Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 126 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16682:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 346 „Erhaltung des kulturellen Erbes“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom UNI (Italien) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 005-01-36 AA „Erhaltung des kulturellen Erbes, SpA zu CEN/TC 346“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 16682 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Erhaltung des kulturellen Erbes — Verfahren zur Bestimmung des Feuchte- bzw. Wassergehalts in Materialien des unbeweglichen kulturellen Erbes

Conservation du patrimoine culturel — Guide relatif aux mesures de la teneur en eau de matériaux constituant un patrimoine culturel matériel et immatériel

Conservation of cultural heritage — Methods of measurement of moisture content, or water content, in materials constituting immovable cultural heritage

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: zweite CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.7f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	11
5 Feuchte- und Wassergehalt in Materialien	12
5.1 Feuchtegehalt	12
5.1.1 Allgemeines	12
5.1.2 Trockenes und feuchtes Verfahren im Vergleich	12
5.1.3 Gravimetrisches und volumetrisches Verfahren im Vergleich	13
5.2 Wassergehalt	13
5.3 Vergleich zwischen Feuchtegehalt und Wassergehalt	13
6 Absolute und relative Verfahren	14
6.1 Absolute Verfahren	14
6.2 Relative Verfahren	15
6.3 Vergleich zwischen absoluten und relativen Verfahren	16
7 Entnahme und Handhabung von Proben	16
8 Kalibrierung	17
8.1 Allgemeines	17
8.2 Kalibrierung von Messgeräten	17
8.2.1 Allgemeines	17
8.2.2 Kalibrierung für den Feuchtegehalt	17
8.2.3 Kalibrierung für den Wassergehalt	17
8.3 Wiederholpräzision von Referenzmaterialien und Messbedingungen	18
8.3.1 Messgeräte für absolute Messungen	18
8.3.2 Messgeräte für relative Messungen	18
8.3.3 Vergleich zwischen absoluten und relativen Verfahren	18
9 Anwendung bestehender Europäischer Normen zu modernen Baumaterialien	18
10 Prüfbericht	19
Anhang A (normativ) Absolute Verfahren	20
A.1 Allgemeines	20
A.2 Gravimetrisches Verfahren	20
A.2.1 Allgemeines	20
A.2.2 Allgemeines Prüfgerät	21
A.2.3 Allgemeines Verfahren	21
A.3 Trocknungsverfahren im Rahmen des gravimetrischen Verfahrens	21
A.3.1 Allgemeines	21
A.3.2 Darrverfahren	22
A.3.3 Vakuumtrocknung	22
A.3.4 Exsikkatortrocknung	23
A.3.5 Drucklufttrocknung	24

A.3.6	Adsorptionstrocknung	24
A.3.7	Thermogravimetrische Analyse (TGA)	25
A.4	Karl-Fischer-Titration	26
A.4.1	Allgemeines	26
A.4.2	Prüfgerät.....	26
A.4.3	Verfahren	27
A.4.4	Volumetrische Karl-Fischer-Titration (V-KFT)	28
A.4.5	Coulometrische Karl-Fischer-Titration (C-KFT)	29
A.4.6	Karl-Fischer-Titration mit Vaporisation im Trockenschrank.....	30
A.4.7	Karl-Fischer-Titration von ausgewählten Materialien.....	31
A.5	Azeotrope Destillation.....	32
A.5.1	Allgemeines	32
A.5.2	Prüfgerät.....	33
A.5.3	Verfahren	33
A.6	Calciumcarbidprüfung.....	34
A.6.1	Allgemeines	34
A.6.2	Prüfgerät.....	34
A.6.3	Verfahren	35
Anhang B (normativ) Relative Verfahren.....		39
B.1	Allgemeines	39
B.2	Elektrischer Widerstand (Leitfähigkeit)	39
B.3	Kapazität (dielektrisch)	40
B.4	Relative Luftfeuchte im Gleichgewicht mit dem Material	41
B.4.1	Allgemeines	41
B.4.2	Gebodrter Hohlraum.....	42
B.4.3	Dichter äußerer Kasten (ESB)	42
B.4.4	Prüfgerät.....	42
B.4.5	Verfahren	43
Anhang C (informativ) Andere relative Verfahren		46
C.1	Allgemeines	46
C.2	Mikrowellen	46
C.3	Evanescenzfeld-Dielektrometrie.....	47
C.4	Zeitbereichsreflektometrie	48
C.5	Magnetische Kernresonanz	48
C.6	Nahinfrarotspektroskopie (NIRS)	49
C.7	Ultraschallimpulse.....	49
C.8	Thermographie	50
Anhang D (informativ) Verfahren mit speziellen Sicherheitsanforderungen		55
D.1	Allgemeines	55
D.2	Röntgenstrahlung.....	55
D.3	Gammastrahlung	56
D.4	Neutronenstreuung	56
Literaturhinweise.....		59

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16682:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 346 „Erhaltung des kulturellen Erbes“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur zweiten CEN-Umfrage vorgelegt.

Einleitung

Das spezielle Fachgebiet des kulturellen Erbes ist durch besondere Erfordernisse gekennzeichnet und in den meisten Fällen können die bestehenden Normen, die für übliche Materialien entwickelt wurden, nicht angewendet werden. Der Feuchtegehalt oder der Wassergehalt in Materialien ist für die Erhaltung des kulturellen Erbes von vorrangiger Bedeutung. Hohe Gehalte können sich stark schädigend auswirken (z. B. Auflösung und Mobilisierung von Salz, Pilzbefall, Korrosion, Quellen) ebenso wie niedrige Gehalte (z. B. Salzkristallisation, Schrumpfung, Rissbildung in Holz) oder Wechselbeanspruchungen. Daher ist es sehr wichtig, diese veränderliche Größe zu bestimmen und zu regeln, um das Risiko für Beschädigung zu beurteilen und vorbeugende Erhaltungsmaßnahmen zu ergreifen.

Es gibt verschiedene Verfahren für die Messung des Feuchtegehalts oder des Wassergehalts in modernen Baumaterialien, die auf verschiedenen Grundsätzen basieren, die meisten davon sind jedoch nicht auf Kulturerbe anwendbar und müssen diesem Zweck angepasst werden.

Im Allgemeinen werden zerstörungsfreie Verfahren empfohlen, aber ihre Genauigkeit kann möglicherweise begrenzt sein. Genauere, zerstörende Verfahren, die eine Probenahme erfordern, können wiederum nur im Ausnahmefall angewendet werden.

Häufig wird die Auswertung von jeglichen Messungen durch eine Anzahl von Faktoren erschwert (z. B. Material, Salze, Temperatur), denen die Verfahren unterliegen.

Diese Norm richtet sich an sämtliche Personen, die Verantwortung für die Konservierung oder Instandhaltung von Baudenkmalen tragen.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein grundlegendes Rahmenwerk zur Anwendung bei der Messung des Feuchte- oder Wassergehalts in Materialien des gebauten Kulturerbes, d. h. Mauerwerk und Holz, fest.

Diese Europäische Norm gibt Spezifikationen für die Durchführung und legt dar, wie verschiedene Verfahren auf die Besonderheiten im Bereich des Kulturerbes eingehen, um der Fehlanwendung von Messgeräten vorzubeugen, Unsicherheiten zu verringern und die fehlerhafte Auswertung von Messwerten zu verhindern.

Ein weiterer Zweck ist die Information und Hilfestellung für Anwender bei der Auswahl des am besten geeigneten Verfahrens, um sogar in dem Fall eine zuverlässige Messung zu erreichen, dass Materialien Verwitterung, Salzmigration, Schädlingsbefall oder anderen üblichen Änderungen im Verlauf der Zeit unterliegen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 374-1:2003, *Schutzhandschuhe gegen Chemikalien und Mikroorganismen — Teil 1: Terminologie und Leistungsanforderungen*

EN 420:2003+A1:2009, *Schutzhandschuhe — Allgemeine Anforderungen und Prüfverfahren*

EN 455-1:2000, *Medizinische Handschuhe zum einmaligen Gebrauch — Teil 1: Anforderungen und Prüfung auf Dichtheit*

EN 772-10:1999, *Prüfverfahren für Mauersteine — Teil 10: Bestimmung des Feuchtegehaltes von Kalksandsteinen und Mauersteinen aus Porenbeton*

EN 837-1:1996, *Druckmeßgeräte — Teil 1: Druckmeßgeräte mit Rohrfedern; Maße, Meßtechnik, Anforderungen und Prüfung*

EN 1428:2012, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Bestimmung des Wassergehaltes von Bitumenemulsionen — Azeotropisches Destillationsverfahren*

EN 13183-1:2002, *Feuchtegehalt eines Stückes Schnittholz — Teil 1: Bestimmung durch Darrverfahren*

EN 13183-2:2002, *Feuchtegehalt eines Stückes Schnittholz — Teil 2: Schätzung durch elektrisches Widerstands-Messverfahren*

EN 13183-3:2005, *Feuchtegehalt eines Stückes Schnittholz — Teil 3: Schätzung durch kapazitives Messverfahren*

EN 15758:2010, *Erhaltung des kulturellen Erbes — Verfahren und Geräte zur Messung der Temperatur der Luft und der Oberflächen von Objekten*

EN 15898:2011, *Erhaltung des kulturellen Erbes — Allgemeine Begriffe*

EN 16085:2012, *Erhaltung des kulturellen Erbes — Verfahren der Probenahme an Materialien des kulturellen Erbes — Allgemeine Regeln*

EN 16096:2012, *Erhaltung des kulturellen Erbes — Zustandserhebung und Bericht für das gebaute Kulturerbe*

EN 16242:2012, *Erhaltung des kulturellen Erbes — Verfahren und Geräte zur Messung der Luftfeuchte und des Austausches von Feuchtigkeit zwischen Luft und Kulturgut*

EN ISO 10304-1:2009, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie — Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat (ISO 10304-1:2007)*

EN ISO 13130:2011, *Laborgeräte aus Glas — Exsikkatoren (ISO 13130:2011)*

EN ISO 14911:1999, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der gelösten Kationen Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionenchromatographie — Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998)*

EN ISO 15512:2014, *Kunststoffe — Bestimmung des Wassergehaltes (ISO 15512:2014)*

ISO 760:1978 *Determination of water — Karl Fischer method (General method)*

ISO 3567:2011, *Vacuum gauges — Calibration by direct comparison with a reference gauge*

ISO 5272:1979, *Toluene for industrial use — Specifications*

ISO 5280:1979, *Xylene for industrial use — Specification*

ISO 7183:2007, *Compressed-air dryers — Specifications and testing*

ISO 11465:1993, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 16979:2003, *Wood-based panels — Determination of moisture content*

ISO Guide 34:2009, *General requirements for the competence of reference material producers*

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 15898:2011 und die folgenden Begriffe.

3.1

absolutes Verfahren/absolute Messung

Messverfahren, dessen Messwerte in SI-Einheiten angegeben werden können

3.2

aktiver Sensor

Sensoren, für deren Betrieb elektrische Spannungsversorgung erforderlich ist

3.3

atmosphärischer (oder barometrischer) Luftdruck

Druck ist die Kraft je Flächeneinheit, die von der Luftsäule über der Messstelle auf die Unterlage ausgeübt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in hPa (Hektopascal) angegeben.

[QUELLE: EN 16242:2012, 3.2]

3.4

gebundenes Wasser

in Mauerwerk: physikalisch oder chemisch im Material gebundene Wassermoleküle; gebundenes Wasser kann lösliche Substanzen nicht lösen. In Holz: in Zellwänden absorbiertes Wasser; verantwortlich für Schrumpfung/Quellen.

3.5

Kristallwasser

Hydratationswasser

Wassermoleküle, die Teil eines hydratisierten Kristalls oder eines Moleküls sind

3.6

Exsikkator

Trocknungsmittel, das die Luft so nahe wie möglich am absolut trockenen Zustand hält

[QUELLE: EN 322:1993, 4.3]

3.7

Trocknung mit Trocknungsmittel

Trocknungsverfahren, das durch einen kontinuierlichen Strom trockener Luft (aus Druckluft) oder durch Feuchteabsorption durch eine als Exsikkator verwendete stark hygroskopische Substanz erreicht wird

[QUELLE: EN 322:1993, 4.3]

3.8

zerstörend

Verursachen von Zerstörung oder Beschädigung von Materialien des Kulturerbes

3.9

Taupunkt-Hygrometer

Gerät zur Messung der Temperatur, bei der für ein gekühltes Volumen feuchter Luft die Sättigung mit Wasserdampf erreicht wird

[QUELLE: EN 16242:2012, 3.4]

3.10

Taupunkttemperatur

Temperatur, auf die Luft bei konstantem Druck und konstantem Wasserdampfgehalt herabgekühlt wird, um Sättigung zu erreichen

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird in Grad Celsius (°C) angegeben.

[QUELLE: EN 15758:2010, 3.6]

3.11

Trockenluft

atmosphärische Luft ohne Wasserdampf

[QUELLE: EN 16242:2012, 3.6]

3.12

Trockenmasse

Gesamtheit der Substanzen, die sich unter den Trocknungsbedingungen nach dieser Norm nicht verflüchtigen

[QUELLE: ISO 1026:1982; 2.1]

3.13

Gleichgewichtsfeuchtegehalt

EMC (en: equilibrium moisture content)

Feuchtegehalt, bei dem ein Material Feuchtigkeit an die Umgebung mit gegebener Temperatur und relativer Luftfeuchte weder abgibt noch aus ihr aufnimmt

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird angegeben in g/kg als Verhältnis der in dem Material enthaltenen Masse an Wasser zur Trockenmasse desselben Materials.

[QUELLE: EN 16242:2012, 3.8]

3.14

dichter äußerer Kasten

ESB (en: external sealed box)

Kasten mit (fünf) wärmedämmenden und undurchlässigen Wänden und einer fehlenden Fläche, der auf der Oberfläche eines Materials angebracht ist, um eine Lufttasche zu bilden, die in hygrometrischem Gleichgewicht mit dem Material steht

3.15

Fasersättigungspunkt

Feuchtegehalt, bei dem kein freies Wasser im Holz vorliegt, während die Zellwände mit gebundenem Wasser gesättigt sind

3.16

freies Wasser

in Mauerwerk: flüssiges Wasser in Poren. In Holz: in Zellhohlräumen enthaltenes Wasser. Es kann lösliche Substanzen lösen

3.17

Hygrometer

Gerät zur Messung der relativen Luftfeuchte

Anmerkung 1 zum Begriff: Es enthält im Allgemeinen einen Sensor, der einen Gleichgewichtszustand mit der Luft erlangt, und ein System, das das von dem Sensor empfangene Signal in einen Ausgabewert für die Feuchte umwandelt.

[QUELLE: EN 16242:2012, 3.11]

3.18

invasiv

erfordert das Eindringen einer Sonde oder eines anderen Messinstruments in ein Kulturerbematerial zu Diagnosezwecken

3.19

irreversibler Sensor zur Messung der relativen Luftfeuchte

Sensor, in dem erreichte Niveaus der relativen Luftfeuchte dauerhaft gekennzeichnet bleiben

3.20

geringfügig zerstörend

minimalinvasiv

die erfolgte Beschädigung oder die entnommene Probe ist sehr klein und nicht leicht erkennbar, so dass sie als annehmbar oder in Anbetracht der erwarteten Vorteile durch die Analyse als gerechtfertigt betrachtet werden kann

3.21

Feuchtegehalt

MC (en: moisture content)

Wassermenge im Material, bestimmt in Übereinstimmung mit einem gravimetrischen Verfahren nach dieser Europäischen Norm; das Verfahren darf die flüchtigen organischen Verbindungen einschließen, die beim Erwärmen des Materials bei mittleren Temperaturen verloren gehen können

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Feuchtegehalt wird als Massenanteil in Prozent (%) angegeben.

3.22

Darrverfahren

Trocknungsverfahren, das mit einem belüfteten Trockenschrank bei einer Temperatur von $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ durchgeführt wird.

[QUELLE: EN 322:1993, 4.2]

3.23

passive Sensoren

Sensoren, für deren Betrieb keine elektrische Energie erforderlich ist

3.24

Stellvertretermaterial

Material oder Probekörper, das/der ein Ersatz für ein anderes Material/einen anderen Probekörper ist, unter der Annahme eines identischen Verhaltens des zu untersuchenden Materials

3.25

relative Luftfeuchte

RH (en: relative humidity)

Verhältnis des tatsächlichen Dampfdrucks der Luft zum Sättigungsdampfdruck

Anmerkung 1 zum Begriff: Die relative Luftfeuchte wird in Prozent (%) angegeben.

[QUELLE: EN 15757:2010, 3.9]

3.26

relatives Verfahren/relative Messung

Messverfahren, dessen Messwerte nicht in SI-Einheiten angegeben werden können und die in Verhältnis zu anderen Referenzwerten gesetzt werden sollten

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Skala ist von der spezifischen Wahl der Referenz abhängig; sie kann auch als Fraktion eines angegebenen Werts angegeben werden.

3.27

Probe

Teilmenge des Materials, idealer Weise repräsentativ, die dem Kulturobjekt zur wissenschaftlichen Untersuchung entnommen wurde

[QUELLE: EN 16085:2012, 3.2]

3.28

Temperatur

Temperatur, die an einem Thermometer abgelesen wird, das an einer Stelle der Luft ausgesetzt ist, an der es vor direkter Sonnenstrahlung und sonstigen Energiequellen geschützt ist.

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Temperatur wird in Grad Celsius (°C) angegeben.

[QUELLE: EN 15758:2010, 3.1]

3.29

Thermometer

Gerät zur Messung der Temperatur bestehend aus einem mit der Luft (wenn es die Lufttemperatur misst) oder der Oberfläche ins thermische Gleichgewicht gebrachten Sensor, gegebenenfalls einer Sonde, die den Sensor enthält und schützt, sowie einem System, das den Eingangswert des Sensors in einen in Grad Celsius (°C) angegebenen Ausgangswert umwandelt

[QUELLE: EN 15758:2010, 3.20]

3.30

Vakuumtrocknung

Trocknungsverfahren, bei dem in einer Trocknungskammer der atmosphärische Druck mithilfe von Vakuumpumpen auf (4 ± 2) hPa gesenkt wird

3.31

Vakuummessgerät

Messgerät zur Messung eines Gas- oder Dampfdrucks unterhalb des umgebenden Atmosphärendrucks

[QUELLE: ISO 3529-3:2014, 3.1.2]

3.32

Wassergehalt

WC (en: water content)

Wassermenge im Material, bestimmt in Übereinstimmung mit der Karl-Fischer-Titration nach dieser Europäischen Norm; dieses Verfahren darf das Kristallwasser einschließen

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Wassergehalt wird als Massenanteil in Prozent (%) angegeben.

4 Symbole und Abkürzungen

EFD	Evaneszenzfeld-Dielektrometrie
EMC	Gleichgewichtsfeuchtegehalt
ESB	dichter äußerer Kasten
IAEA	Internationale Atomenergie-Organisation, Wien
KF	Karl Fischer
KFT	Karl-Fischer-Titration
C-KFT	coulometrische KFT
V-KFT	volumetrische KFT
MC	Feuchtegehalt auf wasserfreier Bezugsbasis
MC _w	Feuchtegehalt auf Bezugsbasis Feuchtmasse
NIR	Nahinfrarot
NIRS	Nahinfrarotspektroskopie
NMR	kernmagnetische Resonanz
RH	relative Luftfeuchte
SI-Einheiten	Internationales Einheitensystem
SRXTM	Synchrotron-röntgentomographische Mikroskopie
TDR	Zeitbereichsreflektometrie
TGA	thermogravimetrische Analyse
VOC	flüchtige organische Verbindungen
WC	Wassergehalt auf wasserfreier Bezugsbasis
WC _w	Wassergehalt auf Bezugsbasis Feuchtmasse
ε	dielektrische Konstante
m_H	Ausgangsmasse (feucht) des Probekörpers
m_0	Probenmasse nach Trocknung
m_w	Masse des aus der Probe extrahierten Wassers

5 Feuchte- und Wassergehalt in Materialien

5.1 Feuchtegehalt

5.1.1 Allgemeines

Der Feuchtegehalt (MC) ist als das Verhältnis zwischen der Masse des einer Materialprobe entzogenen Wassers und der Masse der trockenen Probe festgelegt und wird in Prozent (%) angegeben, d. h.

$$MC = \frac{m_w}{m_0} \times 100 = \frac{m_H - m_0}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist m_H die Ausgangsmasse der feuchten Probe, m_0 die Masse der Probe nach der Trocknung und $m_w = m_H - m_0$ die Masse des der Probe entzogenen Wassers (ISO 16979:2003, EN 13183-1:2002, EN 772-10:1999 und EN ISO 11461:2014). Der Feuchtegehalt reicht von 0 (vollständig trockene Probe) bis zu einem Wert, der durch die Porosität des Materials bei Sättigung bestimmt wird.

Der Feuchtegehalt wird spezifisch durch Gravimetrie (ISO 16979:2003) oder andere Verfahren gemessen, die mit der grundlegenden Gleichung (1) übereinstimmen. Aus praktischer Sicht darf das als Referenz angenommene Darrverfahren flüchtige organische Verbindungen (VOC) einschließen, die möglicherweise freigesetzt werden können, wenn das Material bei mittleren Ofentemperaturen¹⁾ erwärmt wird.

Der Feuchtegehalt wird als Verhältnis von homogenen Größen angegeben und aus diesem Grund ist er unabhängig von der Einheit, die für die Angabe von m_H und m_0 verwendet wird. Allerdings wird für den Messbericht die Verwendung der SI-Einheit für die Masse (d. h. g) empfohlen. Der Feuchtegehalt muss auf 0,1 % gerundet angegeben werden; dabei ist darauf zu verweisen, dass sich der Wert auf die Trockenmasse bezieht.

5.1.2 Trockenes und feuchtes Verfahren im Vergleich

Der nach Gleichung (1) festgelegte MC wird anhand der wasserfreien Bezugsbasis angegeben, d. h. es wird Bezug auf die Masse m_0 der getrockneten Probe genommen (z. B. unter Anwendung des gravimetrischen Verfahrens nach A.2). Es gibt andere Verfahren (z. B. azeotrope Destillation nach A.5, Calciumcarbidprüfung nach A.6), die eine direkte Bestimmung von m_H und m_w ermöglichen, die jedoch die Probe zerstören, so dass es unmöglich ist, m_0 mit einer Waage zu bestimmen. Bei diesen Verfahren wird der Feuchtegehalt üblicherweise auf der Bezugsbasis Feuchtmasse (MC_w) angegeben, wobei die Masse der feuchten Probe m_H als Referenz genommen wird, d. h.:

$$MC_w = \frac{m_w}{m_H} \times 100 \quad (2)$$

Selbstverständlich ist $MC > MC_w$. Die Differenz zwischen MC und MC_w erschwert den Vergleich zwischen Ablesewerten. Für das Auflösen von Mehrdeutigkeiten empfiehlt diese Norm diese Verwendung des MC auf der wasserfreien Bezugsbasis bei sämtlichen Verfahren.

Sofern ein Verfahren Proben zerstört, muss eine der beiden folgenden Optionen verwendet werden:

Option 1: berechne $m_0 = m_H - m_w$ und fahre mit Gleichung (1) fort.

1) Gase, die durch Zerfall, Reduktion und/oder andere chemische Reaktionen erzeugt werden, sollten ausgeschlossen werden.

Option 2: bestimme MC_w auf der Bezugsbasis Feuchtmasse, d. h. mit Gleichung (2); anschließend erfolgt die Umrechnung auf die wasserfreie Bezugsbasis unter Verwendung von Gleichung (3), die MC zu MC_w in Verhältnis setzt:

$$MC = \left(\frac{MC_w}{100 - MC_w} \right) \times 100 \quad (3)$$

Das umgekehrte Verhältnis ist

$$MC_w = \left(\frac{MC}{100 + MC} \right) \times 100 \quad (4)$$

5.1.3 Gravimetrisches und volumetrisches Verfahren im Vergleich

Wenn der MC gemessen wird, darf dieser, wie folgt, als prozentualer Anteil der Probe angegeben werden:

- a) gravimetrisches Verfahren, d. h. der MC ist das Verhältnis zwischen der Masse des entfernten Wassers und der getrockneten Probe (wasserfreie Bezugsbasis) oder der feuchten Probe (Bezugsbasis Feuchtmasse). Das Ergebnis wird als Masseprozent angegeben.
- b) volumetrisches Verfahren, d. h. der MC ist das Verhältnis zwischen dem Volumen des entfernten Wassers (seine Masse in g entspricht dem Volumen in cm^3) und dem tatsächlichen Volumen der feuchten Probe. Das Ergebnis wird in Volumenprozent angegeben.

Um Verwechslungen zu vermeiden, ist es notwendig, genau anzugeben, ob ein Prozentsatz gravimetrisch oder volumetrisch bestimmt wurde. Das gravimetrische Verfahren ist unabhängig vom Vorhandensein von Hohlräumen oder Gradienten; das volumetrische Verfahren schwankt mit der Materialdichte und dem Vorhandensein von Hohlräumen. Das ist ein Problem, wenn die Materialdichte nicht homogen ist [es kann von Punkt zu Punkt variieren (z. B. aufgrund von Abbau, Schädlingen oder Hohlräumen)] oder es kann sich über die Zeit ändern, was häufig bei Materialien des Kulturerbes eintritt.

Für das Auflösen von Mehrdeutigkeiten empfiehlt diese Norm die Anwendung des gravimetrischen Verfahrens (Massenanteil in %) auf Grundlage der wasserfreien Bezugsbasis.

5.2 Wassergehalt

Der Wassergehalt (WC) besteht aus allen Arten von Wasser, die in einem Material auftreten, d. h. freies Wasser, gebundenes Wasser und Kristallwasser, VOC sind jedoch ausgenommen.

Der WC wird durch Karl-Fischer-Titration (A.4) gemessen, die wasserspezifisch ist (ISO 760:1978).

Obwohl es üblich ist, den Wassergehalt auf Bezugsgrundlage der Feuchtmasse anzugeben, empfiehlt diese Norm aus Gründen der Homogenität die Verwendung des WC auf wasserfreier Bezugsbasis, um die Ablesewerte mit anderen Verfahren vergleichbar zu machen. Der WC muss auf Grundlage der wasserfreien Bezugsbasis angegeben werden, wie im vorstehenden Abschnitt für den Feuchtegehalt festlegt, wobei der Feuchtegehalt durch den Wassergehalt ersetzt wird.

5.3 Vergleich zwischen Feuchtegehalt und Wassergehalt

Wenn die Proben VOC oder Kristallwasser in hydratisierten Mineralien enthalten, ist die Feuchte nicht der ausschließliche Grund für den Masseverlust nach der Trocknung. Die Differenz von Ablesewerten bei Anwendung unterschiedlicher Verfahren kann durch das Vorhandensein von VOC oder Kristallwasser (beide erhöhen scheinbar die Bewertung der aus der Probe extrahierten m_w), die Empfindlichkeit des Messverfahrens gegenüber diesen Faktoren und die Betriebstemperatur bestimmt werden. Es sollte eine klare Vorstellung davon bestehen, was nachgewiesen werden sollte und zu welchem Zweck: z. B. Feuchtegehalt: Feuchte, die in Austausch mit der Umgebung treten kann (Schrumpfung/Quellen von Holz; Mobilisierung löslicher Salze, Schimmelpilze) oder Wassergehalt: der gesamte Wassergehalt einschließlich Kristallwasser. Es ist in einigen Fällen möglich, die Differenz zu berechnen, um die Ergebnisse zu vergleichen oder den Beitrag von VOC oder Kristallwasser zu beseitigen. Es kann in einigen Fällen geschehen, dass eine

genaue Bestimmung des Wassergehalts einem Verfahren vorzuziehen ist, das sich spezifisch auf den Feuchtegehalt bezieht, das aber eine kleinere Probe erfordert oder durch große Unsicherheiten beeinträchtigt wird oder umgekehrt.

Die Situation ist komplexer im Fall elektromagnetischer Kräfte (z. B. Kapazität) oder wenn ein Mikrowellenstrahl in das Innere eines Materials eindringt (z. B. Mikrowelle, Evaneszenzfeld-Dielektrometrie, Zeitbereichsreflektometrie). Die elektromagnetischen Kräfte oder der Strahl werden mit den H₂O-Molekülen aufgrund ihrer polaren Struktur in Wechselwirkung treten. Die Wechselwirkung ist jedoch unterschiedlich, je nachdem, ob das Wassermolekül Teil der Materialstruktur (z. B. Cellulosekette, Kristallwasser) ist oder frei ist, um angeregt zu werden. Als Folge werden alle H₂O-Moleküle durch das Signal angeregt, die stärker gebundenen H₂O-Moleküle werden jedoch schwächer angeregt und die freie Feuchte wird stärker angeregt. In so einem Fall sind die Ablesewerte des Messgeräts weniger eindeutig.

Im Folgenden werden Feuchte- oder Wassergehalt die in einer feuchten Probe verfügbare Wassermenge darstellen, die extrahiert und mit einem der Messverfahren nach dieser Norm gemessen werden kann. Zur Hilfestellung für den Anwender wird für jedes Verfahren festgelegt, ob es MC oder WC misst, falls dies relevant ist. Derartige Verfahren werden als „absolut“ bezeichnet, weil die mit ihnen erzeugten Ablesewerte repräsentativ für den MC oder den WC sind, und ansonsten unabhängig sind (ausgenommen Unsicherheiten bei der Beobachtung).

Wenn ein Messverfahren nicht anhand eines geeigneten Bezugsnormals kalibriert werden kann, bleibt der absolute Wert des MC (oder des WC) unbekannt, aber es kann nützlich sein, relative Vergleiche zwischen einem Messpunkt (zu einem angegebenen Zeitpunkt) und einem anderen Messpunkt (zu nachfolgenden Zeitpunkten) anzustellen, um raum- oder zeitbezogene Gradienten nachzuweisen. Derartige Verfahren werden als „relative“ Messwerte erbringend angesehen.

6 Absolute und relative Verfahren

6.1 Absolute Verfahren

Absolute Verfahren sind Messverfahren, die mit den grundlegenden Festlegungen nach Abschnitt 5 übereinstimmen und deren Messwerte in SI-Einheiten angegeben werden können. Die absoluten Verfahren beruhen auf der Extraktion von Wasser aus der Materialprobe (möglicherweise einschließlich VOC oder Kristallwasser); das ist ein Problem bei Kulturgut, das nicht beschädigt werden darf. Wenn die Probenahme möglich ist, wird die Wassermenge in der Probe direkt durch Gravimetrie, Titration, Destillation, Stöchiometrie bestimmt und als ein prozentualer Massenanteil der Materialprobe angegeben. Die Probenahme ist erforderlich, um m_H und m_0 oder m_w zu messen; die dritte Variable wird als Differenz der anderen beiden berechnet.

Die in dieser Norm berücksichtigten absoluten Verfahren sind in Tabelle 1 aufgeführt. Das Prüfgerät, die operative Verfahrensweise, die speziellen Probleme im Bereich des Kulturerbes und die normativen Empfehlungen sind in Anhang A festgelegt.

Tabelle 1 — In dieser Norm berücksichtigte absolute Verfahren, wie in Anhang A festgelegt

Abschnitt	Verfahren	m_H	m_0	m_w	Spezifisch für
A2	gravimetrisch	Waage	Trockenschrank, Trockner	berechnet	MC
A4	KF-Titration	Waage	berechnet	Titration	WC
A5	azeotrope Destillation	Waage	berechnet	Destillation	MC
A6	Calciumcarbid	Waage	berechnet	Gasdruck	MC

Alle absoluten Verfahren, mit Ausnahme der Calciumcarbidprüfung, sind für Laboranalysen und ausnahmsweise für Messungen vor Ort ausgelegt.

6.2 Relative Verfahren

Relative Verfahren sind Messverfahren, die nicht in direkter Übereinstimmung mit den grundlegenden Festlegungen nach Abschnitt 5 stehen, sondern auf andere physikalische Mechanismen Bezug nehmen. Die Messwerte können nicht in SI-Einheiten angegeben werden, jedoch im Verhältnis zu anderen Referenzwerten stehen. Relative Verfahren werden insbesondere zum Nachweis von raum- oder zeitabhängigen Unterschieden angewendet, z. B. zur Bewertung der relativen Änderung des MC (oder des WC) an einem festgelegten Punkt im Vergleich mit einem anderen Punkt ohne Berücksichtigung des absoluten Wertes. Die Hauptvorteile bestehen darin, dass relative Verfahren Messungen in Echtzeit bieten, für schnelle Beobachtungen vor Ort geeignet sind und insbesondere zumeist zerstörungsfrei oder minimalinvasiv sind.

Die in dieser Norm berücksichtigten relativen Verfahren sind in Tabelle 2 aufgeführt. Spezifikationen, damit verbundene Probleme und Empfehlungen im Bereich des Kulturerbes werden in Anhang B und Anhang C angegeben.

Tabelle 2 — In dieser Norm berücksichtigte relative Verfahren, wie in den Anhängen B und C festgelegt

Abschnitt	Verfahren	Physikalisches Prinzip
B.2	elektrischer Widerstand	Ohmsches Gesetz
B.3	Kapazität	dielektrische Kapazität von Wasser
B.4	Gleichgewichtsfeuchtegehalt	Gleichgewicht zwischen RH und MC
C.2	Mikrowellen	Wechselwirkung des Wassermoleküls mit der elektromagnetischen Strahlung (Mikrowellenfrequenz)
C.3	Evaneszenzfeld-Dielektrometrie (EFD)	Wechselwirkung des Wassermoleküls mit der elektromagnetischen Strahlung (Mikrowellenfrequenz)
C.4	Zeitbereichsreflektometrie (TDR)	Wechselwirkung des Wassermoleküls mit der elektromagnetischen Strahlung (Hochfrequenz)
C.5	kernmagnetische Resonanz (NMR)	magnetisches Moment und Resonanzfrequenz des Wassermoleküls
C.6	Nahinfrarotspektroskopie (NIRS)	Reflexion der Nahinfrarotstrahlung
C.7	Ultraschallimpulse	Geschwindigkeit der Ultraschallimpulse
C.8	Thermographie	Wärmeemission von Körpern

Relative Verfahren beruhen auf einem indirekten Nachweis und der Bewertung von Feuchte in einem Baumaterial. Im Allgemeinen könnten sämtliche relativen Messwerte nach einer Kalibrierung anhand eines Referenzmaterials in Massenanteil in % umgewandelt werden, durchgeführt durch Vergleich mit einem gravimetrischen Verfahren oder Karl-Fischer-Titration. Im Fall von Materialien, die durch VOC oder Kristallwasser gekennzeichnet sind, erfordert der Vergleich von MC mit WC eine Korrektur. Obwohl eine automatische Umrechnung oder die Umrechnungstabellen der Hersteller nützlich sind, ist jede Kalibrierung schwierig, aufgrund von Veränderungen, denen altes Material durch Alterung, Verwitterungsfaktoren, chemische oder biologische Angriffe unterliegen kann.

Weitere Verfahren, die spezielle Sicherheitsanforderungen erfordern, sind in Tabelle 3 aufgeführt und werden in Anhang D angegeben.

Tabelle 3 — Verfahren, die spezielle Sicherheitsanforderungen erfordern, wie in Anhang D festgelegt

Abschnitt	Verfahren	Physikalisches Prinzip
D.1	Röntgenstrahlung	Absorption von Röntgenstrahlung
D.2	Gamma-Strahlung	Absorption von Gamma-Strahlung
D.3	Neutronenstreuung	Streuung von Neutronen

6.3 Vergleich zwischen absoluten und relativen Verfahren

Absolute und relative Verfahren, die für die Bewertung des MC oder WC angewendet werden, beruhen auf verschiedenen physikalischen oder chemischen Grundsätzen und die Messwerte können möglicherweise nicht vergleichbar sein. Zum Beispiel wird mit dem gravimetrischen Verfahren (A.2) und der Karl-Fischer-Titration (A.4) die Gesamtmasse der Wassermoleküle in einer Probe unabhängig von deren räumlicher Verteilung innerhalb der Probe bestimmt. Andererseits schwankt der elektrische Widerstand (B.2) mit dem Feuchtegehalt und dem Vorhandensein löslicher Salze. Die Kapazitätsverfahren (B.3) und Mikrowellenverfahren (C.2) sprechen ebenfalls auf die Gesamtmenge der Wassermoleküle an, der Messwert ist jedoch auch von anderen Faktoren abhängig, einschließlich der Verteilung der Moleküle, wobei das Signal bei Molekülen, die sich nah am Sensor befinden, stärker ist. Dies stellt bei ungleichmäßigen Feuchteverteilungen und -gradienten innerhalb des Materials eine erhebliche Schwierigkeit dar. Das auf Sensoren oder Stellvertretermaterialien (B.4) beruhende Verfahren zur Bestimmung der relativen Luftfeuchte im Gleichgewichtszustand mit dem Material wird durch die hygroskopischen Merkmale des Materials und das Vorhandensein von Salzen beeinflusst. Dieses Verfahren liefert nur im unteren Teil des MC-Bereichs bis zum dem Punkt genaue Ergebnisse, an dem flüssiges Wasser in den Poren auftritt. Kurz gesagt, werden alle Verfahren durch eine Reihe von Störfaktoren beeinflusst, die fallweise unterschiedliche Relevanz besitzen.

Aufgrund der vorstehend genannten Messunsicherheiten geben einige Messgeräte auf Grundlage relativer Verfahren Messwerte in willkürlichen Einheiten an, die zur Beurteilung der relativen Veränderungen des MC oder WC nützlich sind. Andere Messgeräte geben nach der Kalibrierung mit einigen ausgewählten Materialien Messwerte entsprechend praktischen Notwendigkeiten in Prozent (%) an. In den meisten Fällen ist ein derartiges Messgerät ausschließlich bei der Feststellung angemessen zuverlässig, ob der MC oder WC in einem bestimmten Teil eines Materials des Kulturerbes höher oder niedriger ist, als in einem anderen Teil, d. h. ausschließlich für relative Messwerte. Einige Hersteller kalibrieren ihre Messgeräte mit bekannten modernen Materialien, um eine Skala absoluter Messwerte bereitzustellen, die für gewerbliche oder bauliche Zwecke nützlich ist. Eine derartige Kalibrierung kann jedoch für Materialien des Kulturerbes ungeeignet sein und muss fallweise überprüft werden.

7 Entnahme und Handhabung von Proben

Alle absoluten Verfahren erfordern die Entnahme einer kleinen Materialmenge, die für die allgemeinen Eigenschaften und Zusammensetzung des zu untersuchenden Baumaterials repräsentativ ist, d. h. Probenahme. Wenn eine Probenahme erforderlich ist, muss sie in Übereinstimmung mit EN 16085:2012 unter der strengen Aufsicht von qualifiziertem Konservierungsfachpersonal durchgeführt werden.

Prüfgerät. Die Probenahme-Gerätschaft und die Probenbehälter müssen inert sein, d. h. aus Aluminium oder Glas, mit dem das Material nicht reagiert. Sie müssen absolut sauber, trocken und vollständig abgedichtet sein, um jeden Austausch von Feuchte mit der Umgebung während des Transports oder der Lagerung zu verhindern.

Verfahren. Aus Gründen der Repräsentativität muss die Probenahme mit einem präzisen Probenahmeplan auf der Grundlage einer vorläufigen Untersuchung durchgeführt werden. Aus einer Anzahl von unerwarteten Gründen kann es jedoch erforderlich sein, das Verfahren vor Ort erheblich zu variieren. Mit der Probenahme muss daher erfahrenes Personal betraut werden, das fähig ist, mit unvorhergesehenen Umständen umzugehen.

Die Proben können während der Handhabung und Wägung in einen Feuchteaustausch mit der Umgebung treten; aus diesem Grund müssen die Proben in abgedichteten Behältern aufbewahrt und vor Temperaturänderungen geschützt werden. Kleine Proben werden bevorzugt, um den Schaden an Kulturerbe zu verringern, obwohl zu kleine Probengrößen zu einem unerwünschten Anstieg der Unsicherheit führen können. Proben, die von der Oberfläche oder der darunter liegenden Schicht genommen werden, sind nicht repräsentativ für das Materialinnere.

Die Handhabung von Proben muss mit undurchlässigen Labor- oder medizinischen Handschuhen erfolgen [z. B. Latex, Vinyl, Polychloropren, Polyisopren, Nitril, Polyurethan, Styren-Butadien] in Übereinstimmung mit EN 420:2003+A1:2009, EN 374-1:2003 oder EN 455-1:2000, um gesundheitsschädlichen Kontakt mit den Händen und das Absorbieren von Feuchte zu verhindern. Der direkte Kontakt mit Fingern kann auch, aufgrund der Übertragung von Fett und/oder Schweiß, zu einer Zunahme der Masse führen.

8 Kalibrierung

8.1 Allgemeines

Die Kalibrierung legt eine metrologische Rückführbarkeit über andere Messnormale, Messgeräte oder Messsysteme fest, die eine zu vernachlässigende Messunsicherheit aufweisen, in Übereinstimmung mit ISO/IEC 17025. Die Kalibrierung besteht aus einer Kette, die die Messeinheit (d. h. dem Messgerät), die Messverfahren und das Referenzmaterial, anhand dessen das Kalibrierdiagramm, die Kalibrierkurve oder die Kalibriertabelle erstellt wurde, umfasst. Dies erfordert, dass unter denselben Bedingungen gearbeitet wird.

8.2 Kalibrierung von Messgeräten

8.2.1 Allgemeines

Alle Messgeräte müssen mit einem Kalibrierzertifikat ausgestattet sein, das durch ein akkreditiertes Labor in Übereinstimmung mit ISO/IEC 17025 ausgestellt wurde. Das Kalibrierzertifikat muss die Korrektur der Messwerte des kalibrierten Messgeräts und die zugehörige Unsicherheit im Einklang mit ISO/IEC Guide 98-3:2008 angeben. Das Zertifikat legt die verifizierte Klasse für die Fehlergrenze eines Messgeräts fest. Die Kalibrierung von Messgeräten muss häufig überprüft werden. Falls festgestellt wird, dass die Kalibrierung außerhalb der Herstellerspezifikation liegt, muss das Messgerät rekaliert werden.

8.2.2 Kalibrierung für den Feuchtegehalt

Die Kalibrierung für MC-Messungen muss mit dem gravimetrischen Verfahren unter Anwendung des am besten geeigneten Trocknungsverfahrens (A.3) erfolgen.

8.2.3 Kalibrierung für den Wassergehalt

Die Kalibrierung für WC-Messungen muss mit der Karl-Fischer-Titration (A.4) erfolgen. Obwohl V-KFT ein absolutes Verfahren ist, muss die Titerbestimmung des Reagenz weiterhin unter Verwendung einer Standard-Kalibriersubstanz (hauptsächlich pulverförmiges Natriumtartrat-Dihydrat) erfolgen. Andererseits ist bei der C-KFT keine Titerbestimmung erforderlich. Die C-KFT erfordert jedoch mindestens eine Überprüfung des gesamten Titrationssystems durch Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials (Leistungsqualifizierung).

ANMERKUNG Die Probenahme für die Kalibrierung ist eine zerstörende Vorgehensweise und kann bei Materialien des Kulturerbes ein ernstzunehmendes Problem darstellen. Allerdings kann berücksichtigt werden, dass die Kalibrierung nur eine begrenzte Probenanzahl erfordert, was die Anwendung bei der Erstellung einer Kalibrierkurve begründen kann. Die Probenahme kann mit der Genehmigung und unter der strengen Aufsicht von qualifiziertem Konservierungsfachpersonal durchgeführt werden.

8.3 Wiederholpräzision von Referenzmaterialien und Messbedingungen

8.3.1 Messgeräte für absolute Messungen

Die Messgeräte der absoluten Messverfahren nach Anhang A müssen kalibriert werden, um genaue und wiederholte MC- oder WC-Messungen bereitzustellen.

8.3.2 Messgeräte für relative Messungen

Die Messgeräte der relativen Messverfahren nach Anhang B und den informativen Anhängen C und D müssen kalibriert werden, um wiederholte Messwerte unter denselben Arbeitsbedingungen und mit demselben speziellen Referenzmaterial zu erhalten. Das Ergebnis der Kalibrierung muss ein Kalibrierzertifikat einschließlich eines Kalibrierdiagramms, einer Kalibrierkurve oder einer Kalibriertabelle für das Referenzmaterial sein. Die Messwerte des Messgeräts können einfach ausgelegt werden und werden durch eine geringe Unsicherheit beeinträchtigt, wenn das zu untersuchende Material homogen ist und seine Merkmale denen des bei der Kalibrierung verwendeten Referenzmaterials stark ähneln, z. B. moderne Baumaterialien oder gealterte Materialien in gutem Erhaltungszustand. Falls das Material nicht homogen ist oder von dem bei der Kalibrierung verwendeten Referenzmaterial abweicht oder seine physikalischen, chemischen oder mineralogischen Eigenschaften im Verlauf der Zeit einer Änderung unterlagen, werden die Messwerte durch eine größere Unsicherheit beeinträchtigt, wodurch die Auslegung erschwert wird. Das kann auf gealterte oder verwitterte Materialien zutreffen, aus denen Kulturerbe besteht. Zum Beispiel werden die meisten relativen Verfahren durch das Vorhandensein von Poren, Hohlräumen, Feuchtegradienten, deliqueszenten Salzen oder polaren Materialien beeinträchtigt.

8.3.3 Vergleich zwischen absoluten und relativen Verfahren

Der Vergleich zwischen absoluten und relativen Verfahren ist bei modernen Baumaterialien einfach, er kann jedoch bei Materialien des Kulturerbes schwierig sein. Im Allgemeinen gilt jede Kalibrierung für die spezifische Fallstudie, für die die Kalibrierung durchgeführt wurde, und kann für eine begrenzte Zeit gelten. Sie kann nur mit Schwierigkeit auf andere scheinbar ähnliche Materialien des Kulturerbes ausgeweitet werden.

9 Anwendung bestehender Europäischer Normen zu modernen Baumaterialien

Es gibt eine Anzahl von Europäischen Normen zu einigen spezifischen Verfahren für die Messung des Feuchtegehalts in modernen Baumaterialien, wie in Abschnitt 2 aufgeführt. Allerdings bedeutet die Tatsache, dass eine Norm existiert, nicht, dass das Verfahren auf das spezielle Gebiet des Kulturerbes direkt anwendbar ist. Es kann erforderlich sein, die vorstehend genannten Normen zu modifizieren, bzw. ihre Anwendung kann nur begrenzt möglich oder sogar unmöglich sein.

Die absoluten Verfahren sind zerstörend oder invasiv und sie beruhen auf der Entnahme und Analyse von Proben. Das Verfahren der relativen Luftfeuchte im Gleichgewichtszustand mit dem Material – gebohrter Hohlraum – ist ebenfalls zerstörend. Das elektrische Widerstandsverfahren ist in minimalem Umfang zerstörend, wenn kleine Stifte verwendet werden. Die meisten relativen Verfahren sind zerstörungsfrei und für ungealterte Materialien geeignet; sie können aber nicht auf quantifizierte Feuchtemessungen angewendet werden, wenn ein Material gealtert, abgebaut ist und sich seine physikalischen oder chemischen Eigenschaften geändert haben, z. B. durch Salzkontamination, erhöhte Porosität, Insektenfraß, Pilzbefall, oder Oberflächenbeläge im Fall früherer Behandlungen. In diesen Fällen sollten handelsübliche Messgeräte, die herstellerseitig mit absoluten Skalen ausgestattet sind, als indikativ anstatt als absolut angesehen werden.

Grundsätzlich sollten alle Verfahren und Standards, die Schäden an Kulturerbematerialien verursachen können, aus ethischen Gründen abgelehnt werden; dennoch können einige Ausnahmen mit der Beratung und unter der strengen Aufsicht von qualifiziertem Konservierungsfachpersonal gemacht werden, wenn es unbedingt erforderlich ist, den MC (oder den WC) zu kennen.

Auf dem Gebiet des Kulturerbes dürfen bestehende Normen für moderne Baumaterialien nur in einer begrenzten Anzahl von Fällen, unter einigen speziellen Einschränkungen oder mit bestimmten verschiedenen Bestimmungen angewendet werden. Diese Norm vergleicht die verschiedenen Verfahren und legt fest, wie diese Normen angewendet werden sollten und welche Änderungen für das spezielle Gebiet des Kulturerbes gelten sollten.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss bestätigen, dass der Feuchtegehalt (oder der Wassergehalt) in Übereinstimmung mit dieser Europäischen Norm bestimmt wurde.

Der Prüfbericht muss angeben, ob für die Bestimmung Materialproben genommen wurden oder nicht. Im Fall einer Probenahme muss der Prüfbericht angeben, ob ein Zertifikat der Probenahme verfügbar ist oder nicht. Fall ein Zertifikat der Probenahme verfügbar ist, muss eine Kopie davon zur Verfügung gestellt werden.

Der Prüfbericht muss die folgenden zusätzlichen Angaben enthalten:

- a) ausführliche Angaben zum Denkmal und zu seinem Standort sowie Datum, Uhrzeit und Name des Bedieners;
- b) die Zustandserhebung des Gebäudes in Übereinstimmung mit EN 16096:2012;
- c) in dem Fall, dass Proben genommen wurden, muss der Bericht sämtliche Einzelheiten zur angewendeten Methodik für die Probenahme von Materialien (nach EN 16085:2012), die Anzahl der Proben und sämtliche zweckdienlichen Einzelheiten sowie die Probenkennzeichnung enthalten. Im Fall von relativen Verfahren muss der Bericht eindeutig angeben, wo die Messwerte erzielt wurden;
- d) im Fall von absoluten Verfahren muss der Feuchtegehalt (oder der Wassergehalt) als prozentualer Anteil der Trockenmasse der Prüfmenge angegeben werden. Im Fall von relativen Verfahren müssen die Messwerte des Messgeräts angegeben werden;
- e) der Prüfbericht muss das Verfahren angeben, das bei der Bestimmung des Feuchtegehalts (oder des Wassergehalts) angewendet wurde, und einen Verweis auf den entsprechenden Abschnitt und Unterabschnitt dieser Europäischen Norm enthalten;
- f) der Prüfbericht muss alle notwendigen Umgebungsinformationen für die Auslegung der Daten enthalten, z. B. allgemeine Wetterbedingungen, Lufttemperatur, Oberflächentemperatur des Materials, die relative Luftfeuchte (sämtlich zum Zeitpunkt der Ablesung und gemessen nach EN 15758:2010 und EN 16242:2012). Falls erforderlich, insbesondere im Fall von Mauerwerk, müssen die im Material vorhandenen und durch Ionenchromatographie (EN ISO 14911:1999; EN ISO 10304-1:2009) bestimmten Anionen und Kationen im Bericht angegeben werden.

Anhang A (normativ)

Absolute Verfahren

A.1 Allgemeines

Das Ziel dieses normativen Anhangs ist die Bereitstellung von Festlegungen in Bezug auf Beschränkungen bei der Anwendung von bestehenden Normen, die absolute Verfahren vorschreiben, sofern die Anwendung dieser Normen zulässig ist, und in Bezug darauf, wie fortzufahren ist, wenn bestehende Normen nicht angewendet werden können. Diese Norm legt die Ablaufverfahren fest, die auf Materialien des Kulturerbes anzuwenden sind, und sie stellt einen Leitfaden bezüglich der Hauptschwierigkeiten zur Verfügung, die bei Beobachtungen und bei der Interpretation der Messwerte auftreten.

Die absoluten Verfahren erfordern die Entnahme von Proben. Das stellt eine zerstörende Vorgehensweise dar und sollte nur im Ausnahmefall angewendet werden, immer in Übereinstimmung mit EN 16085:2012. Die Anzahl und Größe der Proben müssen bedacht werden, um ein zuverlässiges Ergebnis zu erreichen, wobei der kulturelle Wert des Materials des Kulturerbes respektiert werden muss. Proben müssen, wie in Abschnitt 7 empfohlen, gehandhabt werden.

A.2 Gravimetrisches Verfahren

A.2.1 Allgemeines

Das gravimetrische Verfahren ist ein direktes, absolutes Verfahren zur Abschätzung des Feuchtegehalts (einschließlich flüchtiger Verbindungen, die bei gemäßigten Temperaturen freigesetzt werden) in Materialien und ist in einigen Anwendungsbereichen ein Referenz-Standardverfahren. Es erfasst die Wassermenge, die während der Trocknung aus einer Probe entfernt wird. Dieses Verfahren gilt speziell für den MC.

Das Verfahren beruht auf der Bestimmung des Masseverlusts einer Probe, die vor und nach der Trocknung mit einer Analysenwaage gewägt wird. Der Masseverlust kann mit der Masse des aus der Probe entfernten Wassers in Verbindung gebracht werden und wird üblicherweise als prozentualer Anteil der endgültigen Masse (der getrockneten Probe) angegeben.

Das Verfahren ist unabhängig von der Materialart und muss den allgemeinen Verfahren nach EN 13183-1:2002 für Holz, EN 772-10:1999 für Mauerwerk oder ISO 11465:1993 für Mineralien entsprechen; hiervon ausgenommen sind die Trocknungsverfahren, die für das spezifische Material geeignet sein und nach A.3 durchgeführt werden müssen.

Das gravimetrische Verfahren ist besonders relevant, weil es in der Lage ist, präzise quantitative Ergebnisse bereitzustellen. Es sollte als eine Referenz für das Kalibrieren von Messgeräten auf Grundlage anderer Verfahren angewendet werden, vorausgesetzt, dass Material verwendet wird, das von derselben Art wie das zu untersuchende Material ist oder diesem stark ähnelt.

Die wichtigste Einschränkung ist, dass es zerstörend ist und im Allgemeinen für Kulturerbe ungeeignet ist. Grundsätzlich wird der Verlust durch Trocknung bestimmt und nicht zwangsläufig der Wassergehalt. Neben Wasser werden auch sonstige flüchtige Bestandteile der Probe und/oder Zersetzungsprodukte bestimmt. Als Folge muss das am besten geeignete Trocknungsverfahren (wie nach A.3) berücksichtigt und angewendet werden.

A.2.2 Allgemeines Prüfgerät

- a) Analysenwaage: diese muss mindestens 4 Stellen (Auflösung bis auf 0,1 mg) aufweisen und bis auf 0,1 % der Masse des Probekörpers ablesbar sein. Die Waage muss in geeigneter Weise kalibriert werden, in einem Raum bei stabiler relativer Luftfeuchte und Temperatur gut angeordnet und in geeigneter Weise bedient werden.
- b) Wägeschiffchen (oder andere Probenbehälter): diese müssen inert, luftdicht, nicht korrosionsanfällig sein und eine für die Masse des Probekörpers geeignete Belastbarkeit aufweisen.
- c) Trockner: belüfteter Trockenschrank oder andere Trocknungsgeräte, wie nach A.3.
- d) gegebenenfalls Regeleinrichtungen für Temperatur, Druck oder Luftfeuchte (nach A.3.4, A.3.5 und A.3.6).

A.2.3 Allgemeines Verfahren

Das gravimetrische Verfahren beruht auf den folgenden Schritten:

- a) ein feuchte Probe muss von dem Baumaterial genommen werden, wie nach Abschnitt 7;
- b) die Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H muss mit der Analysenwaage bestimmt werden;
- c) der feuchte Probekörper muss mit einem der Trocknungsverfahren nach A.3 bis zum Erreichen der Massekonstanz getrocknet werden;
- d) die Masse des Probekörpers nach der Trocknung m_0 muss mit der Analysenwaage bestimmt werden;
- e) die Masse des aus der Probe extrahierten Wassers m_w muss als die Differenz $m_H - m_0$ bestimmt werden;
- f) das Verhältnis m_w/m_0 muss berechnet und als prozentualer Anteil (%) der Trockenmasse angegeben werden, wie nach Abschnitt 5;
- g) der Prüfbericht muss in Übereinstimmung mit Abschnitt 10 erstellt werden.

A.3 Trocknungsverfahren im Rahmen des gravimetrischen Verfahrens

A.3.1 Allgemeines

Materialien des Kulturerbes können Materialien einschließen, die nicht beständig gegen eine Trocknung nach dem Darrverfahren bei $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ sind. Temperaturempfindliche Proben können bei höheren Temperaturen abbauen, deshalb könnte dem Masseverlust Anderes als lediglich Feuchte zugrunde liegen. Im Allgemeinen wird Kristallwasser bei Temperaturen von 170°C bis 200°C freigesetzt; bei einigen hydratisierten Mineralien kann die Freisetzung bei niedrigeren Temperaturen erfolgen. In einigen Fällen können Materialien zwar wärmebeständig sein, jedoch mit Lack beschichtet oder mit organischen Substanzen getränkt sein, die sich bei Ofentemperaturen verflüchtigen (z. B. polychromes oder wachsimprägniertes Holz). In diesen Fällen entspricht die Masseänderung der darrtrockenen Probe nicht dem Wasserverlust. Um irreführende Ergebnisse zu verhindern, werden abhängig von der Reaktion der Materialprobe auf Temperatur und/oder Druck drei alternative Trocknungsverfahren empfohlen (d. h. Trocknung durch Wärmeschrank, Vakuum, Exsikkator). Die Senkung des Drucks würde die Senkung der angewendeten Trocknungstemperatur ermöglichen (z. B. auf 40°C).

Die Probentrocknung muss mit einer der folgenden Möglichkeiten erfolgen, um Materialzersetzung, -reduzierung und/oder andere chemische Reaktionen oder Materialumwandlungen zu verhindern, die sich auf die Trockenmasse der Probe auswirken können.

A.3.2 Darrverfahren

A.3.2.1 Allgemeines

Dieses Trocknungsverfahren betrifft wärmebeständige Materialien, die bis $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ thermostabil sind (z. B. Kalkstein, Mörtel, Ziegel, Zement, unbehandeltes Holz). Für diese Materialien gelten EN 13183-1:2002 für Holz und EN 772-10:1999 für Mauerwerk.

A.3.2.2 Prüfgerät

Der belüftete Trockenschrank muss die folgenden Merkmale aufweisen:

- a) die Trocknungstemperatur muss $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ bei Normal-Luftdruck betragen;
- b) die Temperatur muss überall im Trockenschrank gleichmäßig sein;
- c) die Belüftung des Trockenschanks muss aus einem langsamen Strom trockener Luft bestehen, der dementsprechend mit einem Luftvolumenstrom von $10,000\text{ cm}^3\text{ h}^{-1}$ bis $40,000\text{ cm}^3\text{ h}^{-1}$ eintritt;
- d) die in den Trockenschrank eingeleitete Luft muss trocken sein (z. B. unter Verwendung eines Trockners, von Druckluft oder Stickstoff);
- e) die technische Lüftung darf die Probe wegen des Risikos eines signifikanten Masseverlusts nicht im Trockenschrank verteilen.

A.3.2.3 Trocknungsverfahren

- a) Die Probe muss in einem belüfteten Trockenschrank bis zur Massekonstanz bei $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ getrocknet werden. Massekonstanz wird festgestellt, wenn Werte aus Messungen, die in Abständen von vier Stunden aufeinander folgen, um weniger als 0,5 % voneinander abweichen.
- b) Das Abkühlen von Ofentemperatur auf Zimmertemperatur muss auf geregelte Weise durchgeführt werden, für alle Proben in gleicher Weise, unter Verwendung einer Stoppuhr.

ANMERKUNG Auch bei Ofentemperatur wird nicht sämtliches Wasser entfernt, weil sich ein Gleichgewicht zwischen den Proben und der Luftfeuchte in der Umgebungsluft bildet. Aus diesem Grund kann ein Restfeuchtegehalt in der ofengetrockneten Probe von bis zu 0,5 % angenommen werden.

A.3.3 Vakuumtrocknung

A.3.3.1 Allgemeines

Diese Trocknungsmethodik betrifft Materialien, die nicht gegen hohe Temperaturen, aber gegen niedrigen Druck beständig sind.

A.3.3.2 Prüfgerät

- a) Vakuumpumpe;
- b) Vakuum-Exsikkator für allgemeine Laborzwecke in Übereinstimmung mit EN ISO 13130:2011;
- c) Vakuummessgerät in Übereinstimmung mit ISO 3567:2011.

A.3.3.3 Trocknungsverfahren

- a) Eine Mikroprobe des Baumaterials muss nach Abschnitt 7 genommen werden.
- b) Der Luftdruck in der Kammer muss mit einer Vakuumpumpe auf (4 ± 2) hPa (d. h. unter den Wasserdampfsättigungsdruck bei Umgebungstemperatur) gesenkt werden.
- c) Der Druck in der Kammer muss mit einem Vakuummessgerät überwacht werden.
- d) Das System muss bei Umgebungstemperatur über dem Gefrierpunkt von Wasser (d. h. $t > 0$ °C) gehalten werden.
- e) Sobald die Probe getrocknet wurde, müssen weitere Tätigkeiten und Berechnungen nach EN 13183-1:2002 erfolgen.

A.3.4 Exsikkatortrocknung

A.3.4.1 Allgemeines

Dieses Trocknungsverfahren betrifft Materialien, die weder beständig gegen hohe Temperaturen, noch beständig gegen niedrigen Druck sind. Die Trocknung tritt in trockener Luft bei Umgebungstemperatur und -druck ein. Diese Verfahrensweise erfordert im Vergleich mit dem Darrverfahren oder der Vakuumtrocknung längere Zeit für die Trocknung der Probe, sie verursacht jedoch keine thermalen Belastungen oder durch Vakuum verursachte Beschädigungen des Materials.

Weil die Trocknungsrate langsam ist und abhängig von der Materialart und der Probengröße ist, ist es erforderlich, die Masse der Probe in der Zelle mit dem Trocknungsmittel zeitabhängig auf einem Graph anzugeben und den Prozess zu beenden, wenn die Massenänderung bei nachfolgenden Ablesungen im Bereich von 1 % liegt.

A.3.4.2 Prüfgerät

- a) Drucklufttrockner;
- b) Taupunkt-Hygrometer;

Als Alternative:

- c) Adsorptionstrockner;
- d) Taupunkt-Hygrometer oder kapazitiver Sensor für relative Luftfeuchte.

A.3.4.3 Trocknungsverfahren

- a) Die Probe muss bis zur Massekonstanz in der Trocknungszelle getrocknet werden.
- b) Sobald die Probe getrocknet wurde, müssen Tätigkeiten und Berechnungen nach EN 13183-1:2002 durchgeführt werden.
- c) die Exsikkatortrocknung muss mit einer der beiden folgenden Optionen durchgeführt werden.

A.3.5 Drucklufttrocknung

A.3.5.1 Allgemeines

Bei diesem Verfahren wird die Probe getrocknet, indem sie in einer Zelle angeordnet wird, in der die Feuchte, die von der Probe freigesetzt wird, durch einen kontinuierlichen Strom reiner trockener Luft, der aus Druckluft erzeugt wird, entfernt wird.

A.3.5.2 Prüfgerät

- a) Drucklufttrockner nach ISO 7183:2007.
- b) Taupunktspiegel-Hygrometer nach EN 16242:2012.

A.3.5.3 Trocknungsverfahren

- a) Die Probe muss in einer Trocknungszelle angeordnet und bis zur Massekonstanz getrocknet werden.
- b) Die Taupunkttemperatur der aus dem Kompressor geblasenen trockenen Luft muss unter -30 °C liegen.
- c) Der Luftvolumenstrom der trockenen Luft muss gegebenenfalls in einem Bereich zwischen $10\,000\text{ cm}^3\text{ h}^{-1}$ und $40\,000\text{ cm}^3\text{ h}^{-1}$ liegen.
- d) Die technische Lüftung der trockenen Luft aus dem Kompressor darf nicht die Probe im Trockenschrank verteilen, weil das Risiko eines signifikanten Masseverlusts besteht.

A.3.6 Adsorptionstrocknung

A.3.6.1 Allgemeines

Bei diesem Verfahren, wird die Probe getrocknet, indem sie in einem Exsikkator mit einem wirksamen Trocknungsmittel angeordnet wird.

A.3.6.2 Prüfgerät

- a) Exsikkator für allgemeine Laborzwecke. Er besteht aus einem abdichtbaren Glasgefäß, das üblicherweise so ausgelegt ist, das sich das Trocknungsmittel in einer unteren Kammer befindet und die Probe im oberen Teil auf einer Platte angeordnet wird, die Löcher aufweist, um die interne Wasserdampfdiffusion zu ermöglichen. Der Glasexsikkator muss EN ISO 13130:2011 entsprechen.
- b) Trocknungsmittel. Das Trocknungsmittel ist ein Material mit hoher Affinität zu Wasser und starken hygroskopischen Eigenschaften, z. B. Silicagel (SiO_2), Phosphorpentoxid (P_4O_{10}), Bariummonoxid (BaO), Magnesiumperchlorat ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$), wasserfreies Calciumchlorid (CaCl_2), aktiviertes Aluminium (Al_2O_3), Aluminiumsilikat ($\text{AlNa}_{12}\text{SiO}_5$), Lithiumchlorid (LiCl).
- c) kapazitiver Sensor für die Luftfeuchte oder ein Taupunktspiegel-Hygrometer (nach EN 16242:2012).

A.3.6.3 Trocknungsverfahren

- a) Die Probe muss in der Trocknungszelle angeordnet und bis zur Massekonstanz getrocknet werden.
- b) Nach der Trocknung muss sich die Probe im Gleichgewicht mit der relativen Luftfeuchte im Exsikkator befinden, die niedriger als 11,30 % sein muss. Die Trocknung der Probe erfolgt, wie nachstehend angegeben, in einem oder zwei Schritten.

- c) Der erste Schritt senkt den MC der Probe bis auf den geforderten Schwellenwert oder in seine Nähe ab. In der Glaskammer des Exsikkators muss ein wirksames Trocknungsmittel verwendet werden. Trocknungsmittel müssen im Vergleich mit der entfernbaren Feuchte im Übermaß verwendet werden, und das Vorhandensein von ungelösten Kristallen im Gleichgewichtszustand gibt an, dass das RH-Niveau unterhalb des Niveaus der Deliqueszenz des verwendeten Salzes liegt, z. B. $RH \leq 32\%$ bei $CaCl_2$, obwohl das exakte Niveau unbekannt ist und etwas Restfeuchte unerkannt in der Probe verbleibt. Ein kapazitiver Sensor für die relative Luftfeuchte oder ein Taupunktspiegel-Hygrometer müssen verwendet werden, um zu verifizieren, ob die relative Luftfeuchte $\leq (11,30 \pm 3)\%$ ist. Falls das nicht der Fall ist oder eine Messung nicht möglich ist, gilt der nächste Schritt.
- d) Der zweite Schritt senkt das Gleichgewicht auf den geforderten Intervall, d. h. $0 < RH \leq 11,30$. Lithiumchlorid (LiCl) sollte als Trocknungsmittel verwendet werden; es ist durch ein Deliqueszenzniveau von $(11,30 \pm 3)\%$ RH über einen Temperaturbereich von 0 °C bis 35 °C gekennzeichnet. Das Vorhandensein ungelöster LiCl-Kristalle im Gleichgewichtszustand gibt an, dass die relative Luftfeuchte im Exsikkatorinneren $(11,30 \pm 3)\%$ erreicht hat. Allerdings kann trotz der stärksten Trocknungsmittel Restfeuchte in den Proben verbleiben.

A.3.7 Thermogravimetrische Analyse (TGA)

A.3.7.1 Allgemeines

Dieses Verfahren kann als eine weiterentwickelte Version des Darrverfahrens betrachtet werden, die insbesondere bei kleinen Proben und schnellen Bestimmungen nützlich ist. Die Thermowaage misst und zeichnet die Masseänderungen einer kleinen Probe automatisch in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur auf, während diese in einem Strom geregelter Atmosphäre erwärmt wird. Die Feuchte wird fortlaufend von der Probe entfernt und die Abnahme der Masse wird aufgezeichnet, bis die Probe die Massekonstanz erreicht.

Die TGA ist dabei hilfreich, nachzuweisen, bei welcher Temperatur Wasser freigesetzt wird (z. B. um festzustellen, ob Kristallwasser vorhanden ist oder wann Wasser durch Abbau, wie z. B. Kondensationsreaktionen, erzeugt wird), aber auch um den Abbau direkt zu überwachen (z. B. Emission von CO_2 , NH_3 und anderen Gasen).

Die TGA kann mit selektiven Detektoren kombiniert werden, wie der Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) oder der Massenspektrometrie (MS), die ausschließlich die Quantifizierung der Freisetzung von Wasser gestatten.

A.3.7.2 Prüfgerät

- a) Mikrowaage;
- b) Ofen (im Allgemeinen bestehend aus Widerstandsheizern und Temperatursensoren);
- c) Quelle eines reinen, trockenen stickstoffhaltigen Gases mit niedrigem Druck;
- d) Programmiereinrichtung/Steuerung;
- e) Computer oder Datenerfassungssystem.

A.3.7.3 Verfahren

- a) Eine Mikroprobe des Baumaterials muss nach Abschnitt 7 genommen werden.
- b) Die Masse der feuchten Probe muss mit einer Mikro-Analysenwaage bestimmt werden, die außerhalb des Trockenschanks bleibt.
- c) Die TGA muss durch stufenweise Erhöhung der Temperatur einer Probe in einem Trockenschrank durchgeführt werden.

- d) Die Ofentemperatur muss mit einem Thermoelement überwacht werden.
- e) Die Masseänderung der Probe muss mit einer Mikrogramm-Waage verfolgt werden.
- f) Für die Darstellung thermischer Übergänge in der Probe, z. B. Wasserverlust durch Verdunstung, Zersetzung und Freisetzung von VOC, Hydratationswasser in anorganischen Materialien, müssen die Daten als Massenanteil in % in Abhängigkeit von der Temperatur (°C) aufgezeichnet werden.
- g) Ein Prüfbericht muss in Übereinstimmung mit Abschnitt 10 erstellt werden.

A.4 Karl-Fischer-Titration

A.4.1 Allgemeines

Das Verfahren beruht auf der direkten Bestimmung der Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H und der Masse m_w des Wassers, das mit der KFT aus der Probe extrahiert wurde.

Die Karl-Fischer-Titration (KFT) ist ein Analyseverfahren, das zur Bestimmung des Wassergehalts von Feststoffproben und flüssigen Proben angewendet wird und 1935 von Karl Fischer eingeführt wurde. Im Gegensatz zur Gravimetrie, azeotropen Destillation und zum Calciumcarbidverfahren, die üblicherweise bei der Bestimmung des Feuchtegehalts (MC) zum Einsatz kommen, ist die KFT ein speziell auf den Wassergehalt (WC) bezogenes Verfahren.

Die Materialprobe muss in einem wasserfreien Lösemittel aufgelöst werden, dass als Arbeitsmedium dient. Falls der Feststoff nicht löslich ist, muss ein Lösemittel verwendet werden, um Feuchte aus dem Feststoff zu laugen. Nachdem das Wasser in das Lösemittel überführt, und in die Titrationszelle befördert wurde, wird es unter Verwendung eines KF-Reagenz durch chemische Titration gemessen.

Die Titration kann in zwei grundlegenden Weisen erfolgen, d. h. volumetrisch (V-KFT, siehe A.4.4), die weniger empfindlich ist, und coulometrisch (C-KFT, siehe A.4.5), die empfindlicher ist.

Im Fall, dass eine höhere Temperatur erforderlich ist, um Wasser aus der Probe zu extrahieren, profitiert die KFT von der Verdampfung in einem beheizten Trockenschrank (A.4.6), und der Dampf wird durch trockene Luft oder stickstoffhaltiges Trägergas in die Titrationszelle befördert.

Die KFT funktioniert für Wassergehalte in einem breiten Bereich von Teilen je Million bis auf 50 %. Die Analyse ist schnell (im zweistelligen Minutenbereich) und genau (bis auf 5 ppm).

Die Wasserextraktion aus der Probe muss EN ISO 15512:2014, ISO 760:1978, ISO Guide 34:2009 und ISO/IEC 17025:2005 entsprechen.

A.4.2 Prüfgerät

Im Allgemeinen besteht das Prüfgerät für die KFT aus einer üblichen chemischen Laborausstattung. Es gibt mehrere Messgeräte für die KFT, die sich in Gestaltung und Konzept, der Einfachheit ihrer Verwendung und Handhabung unterscheiden. Einfache Messgeräte bestehen aus einer Bürette und einem Anzeigesystem. Titriergeräte führen die Titration automatisch durch, registrieren die zu bestimmende Probenmasse, passen die Titrierrate der Wassermenge in der Probe an und drucken die Titrationsergebnisse aus. Dieser Abschnitt gibt die allgemeinsten Merkmale an; einige spezifische für V-KFT, C-KFT und die KFT mit Vaporisation im Trockenschrank werden jeweils in A.4.4.1, A.4.5.1 und A.4.6.1 beschrieben.

- a) Titrationszelle. Die Titrationszelle besteht aus einer kleineren Kammer mit einer Kathode, die in der Anodenlösung der Hauptkammer eingetaucht ist. Die Zelle muss ein Glasgefäß sein, das mit Kunststoffdichtungen dicht verschlossen gehalten wird. Die Größe der Zelle sollte nicht größer als unbedingt notwendig sein, weil das ungenutzte Volumen eine Quelle für Fremdfeuchte ist.
- b) Magnetrührwerk. Dieser Mechanismus muss in der Zelle enthalten sein, um eine schnelle Mischung des Reagenz sicherzustellen.

- c) Pipetten und Spritzen. Pipetten müssen aus Glas bestehen. Es können auch Kunststoffspritzen mit kalibriertem Zylinder für die volumetrische Zugabe von kleinen Probenvolumen ($< 5 \text{ cm}^3$) verwendet werden.
- d) Lösemittel und KF-Reagenzien müssen entsprechend den Handbüchern der Hersteller und den KF-Reagenz-Handbüchern verwendet werden.

A.4.3 Verfahren

Das Karl-Fischer-Verfahren beruht auf der direkten Bestimmung der Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H und der Masse m_w des Wassers, das aus der Probe extrahiert wurde. Die Masse der trockenen Probe oder der Wert des Wassergehalts auf wasserfreier Bezugsbasis muss nach Abschnitt 5 berechnet werden.

Das Verfahren zur Bestimmung von m_w muss, wie im Abschnitt angegeben, erfolgen. Dieser Abschnitt gibt die allgemeinsten Merkmale an; einige spezifische für V-KFT, C-KFT und die KFT mit Vaporisation im Trockenschrank werden jeweils in A.4.4.2, A.4.5.2 und A.4.6.2 beschrieben.

Zusätzliche Vorsichtsmaßnahmen:

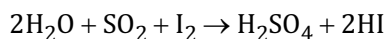
- a) Titrationszelle. Das Eindringen atmosphärischer Feuchte muss auf ein Mindestmaß verringert werden. Die Zelle muss bei Betrieb hermetisch dicht sein und darf nur kurz geöffnet werden, um die Probe einzugeben oder um das Lösemittel nachzufüllen. Vor der Verwendung muss die Zelle mit Methanol gespült und getrocknet werden. Wenn die Zelle für längere Zeitabschnitte nicht verwendet wird, muss sie vollständig auseinander gebaut werden.
- b) Pipetten und Spritzen. Glaspipetten müssen verwendet werden, um das Arbeitsmedium und Reagenz in die Zelle zu geben, weil sie eine genaue Zugabe und einen besseren Schutz gegen den Eintritt von Feuchte sicherstellen. Vor der Verwendung müssen die Pipetten und Spritzen mit Methanol gespült und getrocknet werden.
- c) Lösemittel und KF-Reagenzien. Lösemittel müssen einen geringen Feuchtegehalt aufweisen und sie dürfen keinerlei Verunreinigungen enthalten. Ein allgemein verwendetes Titrier-Lösemittel ist Methanol, das eine hohe Polarität sowie ein beträchtliches Wasserextraktionsvermögen aufweist.
- d) Die KFT gilt spezifisch für den WC, wenn keine Nebenreaktionen mit dem Lösemittel oder dem KF-Reagenz ablaufen. Das bedeutet, dass weder Wasser in Nebenreaktionen freigesetzt werden sollte noch dass die Probe Iod verbrauchen oder freisetzen sollte. Nebenreaktionen, die entweder Wasser oder Iod verbrauchen, sind möglich. Die meisten (unerwünschten und störenden) Nebenreaktionen können durch geeignete Maßnahmen unterdrückt werden. Die wichtigsten störenden Substanzen sind: Karbonate, Hydroxide und Oxide, Aldehyde und Ketone, starke Säuren, Metallperoxide, Reduktionsmittel, starke Oxidationsmittel. Einige KF-Reagenzien neigen zur Fällung, was den Bereich des Titors signifikant ändern könnte. Das kann geschehen, obwohl das Reagenz entsprechend des auf der Flasche angegebenen Haltbarkeitsdatums noch immer von „guter Qualität“ ist. Aus diesem Grund müssen frische Reagenzien verwendet werden.
- e) Der Anwender muss die Herstellerhandbücher und die KF-Reagenz-Handbücher zu Rate ziehen, in denen mögliche Nebenreaktionen sowie Möglichkeiten, diese zu umgehen, für eine geeignete Auswahl der Lösemittel und der KF-Titrationsreagenzien beschrieben werden.
- f) Prüfbericht. Nach der Bestimmung des Wassergehalts der Materialprobe muss ein Prüfbericht nach Abschnitt 10 erstellt werden.

A.4.4 Volumetrische Karl-Fischer-Titration (V-KFT)

A.4.4.1 Allgemeines

Der Wassergehalt der Materialprobe wird durch die V-KFT von Wasser mit einer Iodlösung gemessen. Das Verfahren bestimmt die Wassermenge m_w , die aus der Probe extrahiert wird, unter Berücksichtigung, dass diese Masse, angegeben in g, dem Volumen in cm^3 entspricht.

Die volumetrische Analyse nutzt die Tatsache, dass das Iod in den KF-Reagenzien quantitativ und selektiv mit Wasser reagiert. Die Quantifizierung beruht auf dem Grundsatz, dass 1 mol Iod (254 g) mit 1 mol Wasser (18 g) reagiert. Die Endpunktindikation erfolgt durch das Auftreten der Braunfärbung von freiem Iod. Iod wird verbraucht, solange Wasser in der Lösung vorhanden ist.



Die Zugabe von Pyridin oder Imidazol bindet und verhindert den Verlust von Schwefeldioxid; und das Methanol dient als das Lösemittelmedium. Falls eine Substanz mit den KF-Reagenzien reagiert und Wasser freisetzt oder Iod verbraucht, kann das schwerwiegende Messfehler verursachen. V-KFT erfordert eine geeignete Titerbestimmung.

Der Wassergehalt auf Bezugsbasis Feuchtmasse, WC_w , muss nach folgender Gleichung aus der titrierten Menge bestimmt werden:

$$\text{WC}_w(\%) = \frac{\text{Titriervolumen (cm}^3\text{)} \times \text{Titer (g}_{\text{H}_2\text{O}}\text{cm}^{-3}\text{)}}{\text{Probenmasse (g)}} \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist das Titrationsvolumen (cm^3), multipliziert mit dem Titer ($\text{g}_{\text{H}_2\text{O}}\text{cm}^{-3}$), repräsentativ für die Masse (g) des Wassers, m_w , das aus der Probe extrahiert wurde, und die Probenmasse ist die Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H .

Die V-KFT ist ein weniger empfindliches, aber robusteres Verfahren als die C-KFT. Hohe Wassergehalte werden vorzugsweise mit der volumetrischen Titration bestimmt. Das volumetrische Karl-Fischer-Verfahren hat auch den Vorteil, dass feste oder pastöse Proben direkt in das Titrationsgefäß gegeben werden können und die Analyse mit einer Vielfalt geeigneter organischer Lösemittel durchgeführt werden kann, die speziell für die Verwendung mit einer bestimmten Probe angepasst sind.

A.4.4.2 Prüfgerät

Wie in A.3.2 festgelegt, aber mit besonderem Bezug auf Geräte für die volumetrische Titration.

A.4.4.3 Verfahren

- Die Probe von Interesse sollte mehr oder weniger gelöst werden. Falls die Auflösung der Probe unmöglich ist, muss die Probe sehr gut homogenisiert werden (mindestens 90 % der Partikel sollten kleiner als 100 μm sein).
- Im Handel sind verschiedene Lösemittel verfügbar; für die Auswahl muss Bezug auf die Herstellerhandbücher genommen werden.
- Volumetrische Titrationsen erfordern üblicherweise ein Reagenzvolumen zwischen 20 cm^3 und 50 cm^3 .
- Zu kontrollierende Nachteile sind Drift der Messgeräte, die Dichtheit aller Schlauchverbindungen und der Titrationszelle.

- e) Das Laborfachpersonal sollte den Verbrauch des Titriermittels im Bereich von $5 \text{ mm}^3 \text{ min}^{-1}$ bis $10 \text{ mm}^3 \text{ min}^{-1}$ halten. Das ist von der Probemenge und dem WC der Probe abhängig.
- f) Falls ausschließlich kleine Proben mit recht niedrigem Wassergehalt ($< 5 \%$) zur Verfügung stehen, kann das Driften eine Auswirkung auf die Streuung der Messergebnisse haben (Wiederholpräzision des Verfahrens).

ANMERKUNG 1 cm^3 Flüssigkeit entspricht 1 ml (mL); 1 mm^3 entspricht 1 μl (μL).

A.4.5 Coulometrische Karl-Fischer-Titration (C-KFT)

A.4.5.1 Allgemeines

Der Wassergehalt der Materialprobe wird durch die C-KFT von Wasser durch Elektrolyse gemessen. Das Verfahren bestimmt die Masse des aus der Probe extrahierten Wassers, m_w , durch die Anzahl der elektrischen Ladungen, die bei der Elektrolyse verwendet wurden. Die C-KFT beruht auf der elektrochemischen Erzeugung von Iod, das mit einer gleichwertigen Menge Wasser reagiert. Die C-KFT ist empfindlicher als die V-KFT (üblicherweise um den Faktor 10). Coulometrische Titrationen erfordern üblicherweise 100 cm^3 eines Reagenz.

Bei der coulometrischen Titration wird die elektrolytische Oxidation durch Zugabe der Probe in eine Iodid-Ionenlösung erreicht, anstatt dass das Iod im KF-Reagenz enthalten ist und als Titriermittel für die volumetrische Titration verwendet wird. Elektrolytische Oxidation erzeugt Iod an der Anode. Der Wassergehalt, m_w , wird aus der für die Elektrolyse benötigten elektrischen Ladung (in Coulomb) nach Gleichung (6) bestimmt.

Die Detektorschaltung hält einen gleichbleibenden Strom zwischen den beiden Detektorelektroden während der Titration aufrecht.

Der elektrische Strom setzt durch Elektrolyse eine stöchiometrisch entsprechende Iodmenge aus dem iodidhaltigen KF-Reagenz frei. Nach dem Faradayschen Gesetz der Elektrolyse beträgt die Masse der umgewandelten Substanz, in diesem Fall des im Probekörper vorhandenen Wassers:

$$m_w(\text{g}) = \frac{\text{molare Masse (g mol}^{-1}\text{)} \times \text{elektrische Ladung (A} \cdot \text{s)}}{z \times \text{Faraday-Konstante}} \times 100 \quad (6)$$

Dabei ist die molare Masse von Wasser 18 g mol^{-1} ; die elektrische Ladung wird ausgedrückt durch das Produkt aus Stromstärke (A) der Elektrolyse und der Betriebsdauer (s); z ist die Anzahl der ausgetauschten Elektronen ($z = 2$ bei Iod: $2 \text{ I}^- - 2 \text{ e}^- \rightarrow \text{I}_2$) und F die Faraday-Konstante (elektrochemisches Äquivalent), d. h. $1 \text{ F} = 96\,485 \text{ Coulomb mol}^{-1}$.

Das Messgerät misst die Zeit und den Stromfluss, die für das Erreichen des Titrations-Endpunkts erforderlich sind. Das Produkt (Zeit $\times$ Strom) ist direkt proportional zur Menge des erzeugten Iods und daher zu der bestimmten Wassermenge.

A.4.5.2 Prüfgerät

Wie in A.3.2.1 festgelegt, zuzüglich eines Detektorschaltkreises zur Messung der Zeit und der Stromstärke an den Elektroden.

A.4.5.3 Verfahren

- a) Gelöste oder dispergierte Proben müssen unter Verwendung einer Spritze in die Titrationszelle gegeben werden. Die Zugabe der Probe kann Probleme verursachen (durch Eintritt von Luftfeuchte usw.). Deshalb sollte die Probe schnell zugegeben werden. Die Bedienung einer derartigen Spritze erfordert die richtige Schulung, insbesondere wenn Wägungen inbegriffen sind.
- b) C-KFT kann auf zwei verschiedene Arten durchgeführt werden, mit und ohne Diaphragma. Die Zelle mit Diaphragma verwendet zwei Lösungen, eine in der Kathodenkammer, die andere in der Anodenkammer. Die Zelle ohne Diaphragma verwendet eine Lösung, die sämtliche für die KFT erforderlichen Reagenzien enthält. Das Bedienungshandbuch muss in Bezug genommen werden. Der Hauptnachteil ist, dass einige Proben an der Elektrode fällen, was zu lange Titrationsen (Endpunkt nicht gefunden) zur Folge haben kann. Die Verwendung eines Diaphragmas kann die Situation nicht immer verbessern und in solchen Fällen sollte die C-KFT mit Vaporisation im Trockenschrank bevorzugt werden.
- c) Die coulometrische Wasserbestimmung wird hauptsächlich bei der Bestimmung von kleinen Mengen Wasser (WC von Teilen je Million bis 2 %) angewendet. Große Mengen Wasser können eine längere Zeit erfordern und/oder können die Wasseraufnahmefähigkeit eines KF-Reagenz übersteigen, was zu fehlerhaften Ergebnissen führen könnte. Nebenreaktionen sind möglich und das Herstellerhandbuch muss sorgfältig zu Rate gezogen werden.
- d) Das Septum der Titrationszelle muss regelmäßig auf Dichtheit und Sauberkeit überprüft werden.
- e) Das C-KFT-System erfordert eine geeignete Handhabung und Dichtheit der Schlauchverbindungen und der Titrationszelle.

A.4.6 Karl-Fischer-Titration mit Vaporisation im Trockenschrank

A.4.6.1 Allgemeines

Dieses Verfahren verwendet höhere Temperaturen, um die KFT von Wasser aus der Probe zu erleichtern. Viele Materialien setzen Wasser langsam oder bei höheren Temperaturen frei, so dass sie nicht für eine direkte KFT bei Umgebungstemperaturen geeignet sind.

Das Problem kann bei höheren Temperaturen vermieden werden, indem ein Verdampfungsverfahren für die Feuchte angewendet wird, gefolgt von einer KFT, im Allgemeinen in Kombination mit coulometrischer KFT (C-KFT), die empfindlicher ist; es kann jedoch auch mit einer volumetrischen KFT (V-KFT) kombiniert werden.

Die C-KFT mit Vaporisation im Trockenschrank ermöglicht eine Art von thermogravimetrischer Analyse (TGA); jedoch wird der Wassergehalt direkt in Abhängigkeit von der Temperatur anstatt von dem Masseverlust überwacht.

Der Hauptvorteil ist die Automatisierung, d. h., die Fähigkeit, mehrere Proben in einer Reihe zu bearbeiten. Der Hauptnachteil ist die größere Messgerätedrift (Gasstrom zwischen $50 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ und $100 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$). Während die Titrationszeit bei V-KFT über 5 min betragen kann, kann die C-KFT mit Vaporisation im Trockenschrank 30 min oder sogar länger erfordern. Die erreichbare Drift beträgt üblicherweise das Doppelte der Drift bei einer V-KFT ($10 \text{ mm}^3 \text{ min}^{-1}$ bis $20 \text{ mm}^3 \text{ min}^{-1}$). Bei sehr kleinen Probengrößen, die nur wenig Wasser enthalten, könnte sich diese in der Gesamtwassermenge und der Streuung der Ergebnisse summieren. Es besteht die Möglichkeit, dass nicht sämtliches Wasser in die Titrationszelle überführt wird und der WC folglich etwas unterschätzt wird.

ANMERKUNG 1 cm^3 des Fluids entspricht 1 ml (mL); 1 mm^3 entspricht 1 μL (μL).

A.4.6.2 Prüfgerät

Wie in A.3.2.1, A.3.4.1 und A.3.5.1 festgelegt, zuzüglich eines Trockenschanks und eines trockenen Trägergases (z. B. Stickstoffgaszylinder). Messgeräte, die den Wassergehalt in Abhängigkeit von der Zeit graphisch überwachen.

A.4.6.3 Temperatur

- a) Die zu untersuchende Materialprobe muss in einem Trockenschrank erwärmt werden, der sich oberhalb der Titrationszelle befindet, und das freigesetzte Wasser wird durch einen trockenen Trägergasstrom in die Zelle überführt, in der es durch KFT bestimmt wird. Da ausschließlich Wasser in die Titrationszelle tritt und die Probe selbst nicht in Kontakt mit dem KF-Reagenz kommt, werden unerwünschte Nebenreaktionen und Matrixwirkungen auf ein Mindestmaß verringert.
- b) Das für die Überführung des Wassers (und aller anderen flüchtigen Bestandteile) in die Titrationszelle verwendete Gas muss vollständig trocken sein. Trockener Stickstoff sollte bevorzugt werden, weil er die Probe nicht oxidiert.
- c) Es muss beachtet werden, dass die aufgebrachte Wärme im Trockenschrank insbesondere bei höheren Temperaturen ($> 130\text{ °C}$) zu Kondensationsreaktionen (z. B. zwischen Aminosäuren und Kohlenhydraten) führen kann.
- d) Messgeräte, die den Wassergehalt graphisch temperaturbezogen überwachen sind nützlich, doch muss das Folgende berücksichtigt werden:
- e) Stabile Materialien erzeugen einen einzelnen Spitzenwert der Wasserfreisetzung.
- f) Materialien mit Kristallwasser erzeugen in Abhängigkeit der Art des Hydrats zwei oder mehr Spitzenwerte (einige organische Hydratmaterialien weisen kein freies Wasser an der Oberfläche auf, was zu nur einem einzigen Spitzenwert führen kann). Wenn die Ofentemperatur nicht den Schwellenwert für Kristallwasser erreicht, wird eine Unterschätzung des WC die Folge sein. Das ist jedoch kein Problem, sondern ein Vorteil, wenn nur die mit der Umgebung austauschbare Feuchte von Interesse ist.
- g) Instabile Materialien erzeugen einen deutlich umrissenen Spitzenwert bei niedrigeren Temperaturen und einen breiten Spitzenwert bei höheren Temperaturen (oder sogar einen kontinuierlichen Anstieg der Basislinie).
- h) Aus den vorstehend genannten Gründen muss das Temperaturprogramm sorgfältig ausgewählt werden: weder zu langsam (erfordert zu lange Messdauern, d. h. Messgerätedrift addiert sich), noch zu schnell (dadurch wird riskiert, dass der Zeitpunkt verpasst wird, an dem der Abbau der Probe einsetzen könnte).

A.4.7 Karl-Fischer-Titration von ausgewählten Materialien

- a) **Ziegel und Keramik.** Da Keramik in organischen Lösemitteln nicht löslich ist, können sowohl die volumetrische als auch die coulometrische Karl-Fischer-Titration in Kombination mit Verdampfung der Feuchte angewendet werden. Die Erwärmungstemperatur und andere Bedingungen für die Verdampfung der Feuchte müssen probenartbezogen bestimmt werden.
- b) **Zement.** Direkte Titration ist nicht möglich. Das Wasser ist chemisch gebunden, während Oxide im Zement Störungen verursachen, indem sie durch Reaktion mit dem KF-Reagenz Wasser erzeugen. Der Feuchtegehalt sollte durch Verdampfung bei 800 °C bis $1\,000\text{ °C}$, gefolgt von einer KFT, gemessen werden.

- c) **Gips** ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) setzt bei 128 °C Kristallwasser frei und es erfolgt eine Umwandlung zu $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$; bei 163 °C wird der Gips wasserfrei (CaSO_4). Falls der gesamte WC erforderlich ist (d. h. einschließlich Kristallwasser), sollte die Analyse mit der C-KFT mit dem Verfahren zur Verdampfung der Feuchte über 200 °C durchgeführt werden. Falls der MC benötigt wird, jedoch kein Kristallwasser, sollte Gravimetrie bei mittleren oder niedrigen Temperaturen angewendet werden.
- d) **Anorganische Hydroxide und Karbonate.** Während der KFT werden Methylschwefelsäure und Iodwasserstoffsäure gebildet, die mit diesen Verbindungen reagieren und Salze bilden sowie Wasser freisetzen. Der Wassergehalt in Hydroxiden und Karbonaten sollte durch das Trockenschrank-KF-Verfahren bestimmt werden.
- e) **Anorganische Salze.** Salze können anhaftende oder eingeschlossene Feuchte enthalten. Bei der Bestimmung des anhaftenden Wassers sollte das Verfahren sicherstellen, dass die Salze sich nicht lösen. Alkalihalogenide kristallisieren ohne jegliches Kristallwasser; sie enthalten jedoch üblicherweise eingeschlossenes Wasser, das nur langsam freigesetzt wird. Beispiele sind: NaCl, KCl, NH_4Cl , KI, CsI und KF. Alkalisilikate können nicht direkt titriert werden. Sie reagieren wie Alkalihydroxide und setzen Wasser bei Neutralisation frei: das Trockenschrank-KF-Verfahren sollte angewendet werden.
- f) **Kalkstein und Marmor.** Calciumcarbonat löst sich nicht in dem Lösemittel. Es wird dispergiert und der Feuchtegehalt kann durch volumetrische Titration extrahiert werden. Im Allgemeinen sollte bei Carbonaten, die bei Erwärmung stabil sind, der Feuchtegehalt unter Anwendung des Verdampfungsverfahrens für Feuchte gemessen werden.
- g) **Mineralien.** Die Verdampfung der Feuchte sollte mit der KFT – entweder mit einer volumetrischen oder einer coulometrischen Titration – kombiniert werden. Die volumetrische Titration wird im Allgemeinen bei Substanzen mit hohem WC angewendet. Die Proben sollten zu feinem Pulver zerkleinert werden. Während dieses Prozesses ist Sorgfalt erforderlich, um den Austausch von Feuchte mit der Umgebung zu verhindern. Eine anteilige Messung wird erreicht, indem das Verdampfungsverfahren für Feuchte angewendet wird. Die Erwärmungstemperatur ist auf einen Bereich von 100 °C bis 200 °C bei freiem und gebundenem Wasser und von 500 °C bis 1 000 °C bei der Messung von Kristallwasser festgelegt. Die Verdampfungstemperatur sollte sowohl der Probenart als auch dem Zweck der Messung entsprechend festgelegt werden.
- h) **Putz** sollte mit Methanol in das Titriergefäß gegeben, auf 50 °C erwärmt und bis zur Trockenheit titriert werden (konditioniert).
- i) **Holz, Leder, Papier, Textilien, Baumwolle.** Der Wassergehalt dieser Produkte ist in großem Maß von ihren Lagerbedingungen abhängig. Ein externes Extraktionsverfahren mit trockenem Methanol wird in Kombination mit dem Trockenschrank-KF-Verfahren bei Temperaturen bis zu 190 °C angewendet. Die Wasserbestimmung durch das Trockenschrank-KF-Verfahren ergibt stets höhere Feuchtegehalte als das Darrverfahren, mit dem nicht das gesamte Wasser bestimmt werden kann.

A.5 Azeotrope Destillation

A.5.1 Allgemeines

Das Verfahren beruht auf der direkten Bestimmung der Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H und der Masse des Wassers m_w in der Probe, das durch azeotrope Destillation extrahiert wird. Die Masse der trockenen Probe oder der Wert des Feuchtegehalts auf wasserfreier Bezugsbasis muss nach Abschnitt 5 berechnet werden.

Dieses Verfahren gilt speziell für den Feuchtegehalt von organischen Materialien. Es beruht auf dem Mitreißen von Wasser in der Dampfphase durch ein flüchtiges Lösemittel, das nicht mit Wasser mischbar ist, der Kondensation und Abscheidung in einer Rückflussfalle, Wiedergewinnung und der Messung des Volumens des kondensierten Wassers in einem Sammelrohr mit Skaleneinteilung.

Dieses Verfahren muss angewendet werden, wenn Holz flüchtige, nicht wasserlösliche Öle enthält. Im Fall, dass die Probe große Mengen wasserlöslicher flüchtiger organischer Verbindungen enthält, wird der Feuchtegehalt höher bewertet als der Wassergehalt und es wird eine Korrektur erforderlich, um den Beitrag der flüchtigen Stoffe zu entfernen, um die Ergebnisse mit anderen Verfahren zu vergleichen.

Nach EN 1428:2012 muss der Feuchtegehalt als prozentualer Anteil der feuchten Probe, MC_w , wie folgt, angegeben werden:

$$MC_w = \frac{m_w}{m_H} \times 100 \quad (7)$$

Dabei ist m_w die Masse des durch Destillation aus der Probe extrahierten Wassers (in Gramm angegeben und entspricht daher dem in Milliliter angegebenen Volumen des Wassers im Sammelrohr mit Skaleneinteilung) und m_H die Ausgangsmasse der Materialprobe.

Der durch azeotrope Destillation bestimmte Wert MC_w muss, wie in Abschnitt 5 festgelegt, in MC umgewandelt werden.

Der Feuchtegehalt muss bis auf 0,1 % genau im Prüfbericht angegeben werden.

Die Hauptvorteile dieses Verfahrens sind: verhältnismäßig kurze Destillationszeit (ungefähr 1 h); kein Einfluss der Umgebungsluftfeuchte; niedrige Kosten und einfache Handhabung. Die Hauptnachteile sind: eingeschränkte Fehlergrenze bei Messwerten; Verunreinigung mit anderen Substanzen (z. B. Glycerol und Alkohol), die mit Wasser destillieren können.

A.5.2 Prüfgerät

Das Prüfgerät besteht aus üblicher Laborausrüstung und insbesondere aus:

- a) Analysenwaage (wie nach A.2.2);
- b) Destilliereinrichtung, bestehend aus folgenden Einzelteilen, die mittels Glasschliffverbindungen miteinander verbunden sind: Erlenmeyerkolben aus Glas (Fassungsvermögen mindestens 500 cm³), Feuchtefalle, Rückflusskühler, Sammelbehälter (bestehend aus Sammelgefäß und einem Rohr mit einer Skaleneinteilung in Schritten von 0,1 cm³, das mit dem Erlenmeyerkolben und dem Rückflusskühler verbunden wird);
- c) Verbindungsschläuche;
- d) elektrisches Heizgerät, mit einem Temperaturregelungssystem oder einem kochenden Wasserbad;
- e) Magnetrührwerk;
- f) Glaspipetten oder Kunststoffspritzen;
- g) Lösemittel.

A.5.3 Verfahren

Das Verfahren beruht auf der direkten Bestimmung der Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H und der Masse m_w des Wassers, das aus der Probe extrahiert wurde. Die Masse der trockenen Probe oder der Wert des Feuchtegehalts auf wasserfreier Basis muss nach Abschnitt 5 berechnet werden. Spezifische Schritte sind nachstehend angegeben:

- a) Die Masse der feuchten Probe m_H muss mit der Analysenwaage bestimmt werden.
- b) Die Laborgeräte aus Glas müssen genau gespült und getrocknet werden, um zu vermeiden, dass Verunreinigungen oder Wasser der Wasseroberfläche anhaften.

- c) Die azeotrope Destillation muss den Arbeitsabläufen nach EN 1428:2012 entsprechen. Die in einer Holzprobe enthaltene Feuchte (annähernd 100 g) muss durch azeotrope Destillation mit einem als Träger dienenden organischen Lösemittel, üblicherweise Xylol (nach ISO 5280:1979) oder Toluol (nach ISO 5272:1979), thermisch extrahiert werden. Die azeotrope Dampfdestillation tritt bei einer Temperatur $< 100^{\circ}\text{C}$ auf. Das kondensierte organische Lösemittel und das Wasser werden fortlaufend voneinander geschieden. Das kondensierte Lösemittel wird in den Kolben zurückgeführt. Das kondensierte Wasser wird in einer Falle mit Skaleneinteilung gesammelt, wo es gemessen werden muss.
- d) Die Masse des durch Destillation aus der Probe extrahierten Wassers m_w muss von dem Messrohr abgelesen werden.
- e) Nach der Bestimmung des Wassergehalts der Materialprobe muss ein Prüfbericht nach Abschnitt 10 erstellt werden.

A.6 Calciumcarbidprüfung

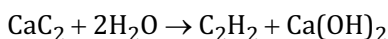
A.6.1 Allgemeines

Wird auch als „schnelles Feuchtemessgerät“ (en: speedy moisture meter) oder „Calciumcarbid-Drucklagerung“ bezeichnet.

Das Verfahren beruht auf der direkten Bestimmung der Ausgangsmasse des feuchten Probekörpers m_H und der Masse des Wassers m_w in der Probe, das mit dem Calciumcarbid (CaC_2) reagiert, wobei Acetylgas (C_2H_2) erzeugt wird. Die Masse der trockenen Probe oder der Wert des Feuchtegehalts auf wasserfreier Basis muss nach Abschnitt 5 berechnet werden. Das Verfahren wird für die Messung des Feuchtegehalts von Erdboden, Mauerwerk und zementgebundenen Materialien angewendet.

Eine Probe wird in einen abgedichteten Behälter mit Calciumcarbid (CaC_2) gegeben. Der Feuchtegehalt wird durch chemische Reaktion und die Messung des erzeugten Gasdrucks bestimmt. Das Verfahren bietet schnelle Messungen und wird vor Ort angewendet. Die Fehlergrenze dieser Prüfung liegt üblicherweise innerhalb 2 % des durch Gravimetrie gemessenen Feuchtegehalts. Falls genauere Messwerte erforderlich sind, sollte stattdessen das gravimetrische Verfahren angewendet werden.

Das Calciumcarbid-Verfahren erfordert, dass das beprobte Material zu feinem Pulver gemahlen und mit Calciumcarbid in einem abgedichteten Behälter gemischt wird. Das Calciumcarbid reagiert mit der im Pulver vorhandenen freien Feuchte und erzeugt Acetylgas (C_2H_2). Die chemische Reaktion ist:



Die freigesetzte Gasmenge ist direkt proportional zu der Menge der vorhandenen Feuchte im Material und ist unempfindlich gegenüber Salzkontamination.

Calciumcarbid-Druckmessgeräte müssen in Übereinstimmung mit den Herstelleranweisungen kalibriert werden. Die Druckmesswerte sind absolut (angegeben in Pa) und können mithilfe von Tabellen in Massenanteil in % umgerechnet werden. Zusätzlich müssen spezielle Korrekturfaktoren bei besonderen Materialien bestimmt werden.

A.6.2 Prüfgerät

Das Prüfgerät ist tragbar und besteht aus:

- a) Analysenwaage mit einem Fassungsvermögen von 2,000 g und einer Fehlergrenze von 0,1 g;
- b) Ein Behälter aus nichtrostendem Stahl für die Probe und das Reagenz, mit angebrachtem Druckmessgerät. Der Behälter muss mit einer Klammer ausgestattet sein, die dem erzeugten Druck standhalten kann.
- c) Druckmessgerät für die Messung in Übereinstimmung mit EN 837-1:1998.

- d) 3 bis 6 Kugeln aus nichtrostendem Stahl mit verschiedenen Durchmessern von 5 mm bis 15 mm.
- e) Calciumcarbid-Reagenz in Übereinstimmung mit dem Sicherheitsdatenblatt der Europäischen Chemikalienagentur (ECHA) des Materials. Es muss bis zur Verwendung in den abgedichteten Glasfläschchen (mit angegebenem Verfallsdatum) des Lieferanten aufbewahrt werden. Calciumcarbid ist ein Gefahrstoff und muss in Übereinstimmung mit internationalen Transportvorschriften (Verordnung (EG) Nr. 1727/2008) verpackt und in Verpackung transportiert werden.
- f) Metallspatel, um das Calciumcarbid-Reagenz zu messen und in die Schale zu geben.
- g) Umrechnungstabelle für den Feuchtegehalt auf Grundlage von Einzelkalibrierung im Vergleich zu gravimetrischer Bestimmung (Massenanteil in %), die für das spezifische, zu untersuchende Material durchgeführt wurde.

A.6.3 Verfahren

- a) Messungen müssen durch qualifiziertes Fachpersonal für die Handhabung und Lagerung entflammbarer, explosiver und giftiger Stoffe durchgeführt werden. Das Verfahren umfasst eine potenziell gefährliche chemische Reaktion und deshalb muss der Bediener die Bedienungsanleitung des Herstellerhandbuchs sorgfältig befolgen. Messgeräte und Druckmessgeräte sind mit unterschiedlichen Merkmalen für einige ausgewählte Bereiche des Drucks und des Feuchtegehalts ausgelegt. Übliche Merkmale sind im Allgemeinen:
- b) Alle Bestandteile des gesamten Prüfgeräts müssen sauber und trocken sein. Die Probenvorbereitung und Messungen müssen im Freien oder in einem sehr gut belüfteten Raum durchgeführt werden.
- c) Probenahme. Von Materialien, die auf Restfeuchte geprüft werden, dürfen keine Proben unter Anwendung von Verfahren genommen werden, bei denen Reibungswärme entsteht, z. B: Bohren, Schleifen. Es muss beachtet werden, dass die Probe bestimmte Verbindungen oder Chemikalien enthalten kann, die unvorhergesehen mit dem Reagenz reagieren und zu fehlerhaften Ergebnissen führen können.
- d) Probenvorbereitung. Die Proben werden unter Verwendung undurchlässiger Laborhandschuhe oder medizinischer Handschuhe (EN 420:2003+A1:2009, EN 374-1:2003 oder EN 455-1:2000) in Klümpchen zerkleinert. Es ist wichtig, die Probe in sehr kurzer Zeit zu zerkleinern, um zu verhindern, dass die zerkleinerten Körner Feuchte mit der Umgebungsluft austauschen. Die Verwendung eines Maschensiebs bei der Abscheidung der groben Körner von dem zu analysierenden feinen Pulver wird nicht empfohlen, weil es den Feuchtegehalt der Körner beeinflusst.
- e) Probenwägung. Die vom Hersteller spezifizierte exakte Masse muss bestimmt werden. Bei Materialien mit einem Feuchtegehalt, der höher ist als die Grenze des Messgeräts, darf nur die Hälfte der in der Referenztabelle des Herstellers empfohlenen Masse der Probe verwendet werden; danach müssen die Messwerte mit zwei multipliziert werden.
- f) Zugabe der Probe in den Behälter. Es muss während dieser Tätigkeit darauf geachtet werden, dass die feuchte Probe nicht in Kontakt mit dem Reagenz kommt.
- g) Reagenz. Fein pulverisiertes Calciumcarbid (CaC_2) von einer Qualität, die die Erzeugung von Acetylgas in Mengen von mindestens $0,15 \text{ m}^3$ je kg CaC_2 ermöglicht.
- h) Zugabe des Reagenz in den Hohlraum der Abdeckung und Abdichten der Gefäßklemme. Die Menge des Reagenz muss im Verhältnis zur Feuchtemenge, die reagieren wird, berücksichtigt werden. Wenn die Menge des Reagenz zu klein ist, wird der Feuchtegehalt unterbewertet werden. Der aufzubringende Innendruck darf 150 kPa nicht überschreiten. Die Umrechnungstabellen des Herstellers müssen zu Rate gezogen werden, um den Druck zum Behältervolumen und der Menge der Feuchte, die reagieren wird, in Verhältnis zu setzen.

- i) Mischen der Probe mit dem Reagenz. Das Instrument muss mit einer rotierenden Bewegung geschüttelt werden, so dass die großstückige Probe durch die Stahlkugeln weiterhin zerkleinert, das Mischen begünstigt und die Reaktion des Calciumcarbids mit der gesamten verfügbaren freien Feuchte sowie die Abführung der erzeugten Wärme ohne Risiko für den Beobachter oder Schaden für das Messgerät ermöglicht wird. Das Schütteln muss für mindesten 2 min oder nach Angabe des Herstellers in Abhängigkeit von der Behältergröße, Probenmasse und dem Feuchtegehalt der Probe (der im Voraus annähernd geschätzt werden sollte) weitergeführt werden. Es ist entscheidend, dass das Schütteln für die festgelegte Zeit fortgesetzt wird.
- j) Ablesung des Druckmesswerts. Wenn der Zeiger des Druckmessgeräts zum Stillstand kommt, muss der Skalenträger auf Augenhöhe abgelesen werden.
- k) Druckentlastung. Der Gasdruck muss langsam entlassen werden, wobei die Verschlusskappe des Messgeräts weder auf den Bediener, noch auf offene Flammen oder jegliche Zündquellen gerichtet sein darf.
- l) Für die optimale Leistung sollten das Messgerät und die Probe bei 20 °C sein. Falls das Instrument bei sehr niedrigen Temperaturen verwendet wird, kann die chemische Reaktion unvollständig sein, was niedrige Messwerte ergibt. In diesem Fall sollte eine Anzahl vorläufiger Ablesungen in schneller Folge durchgeführt werden, um die Betriebstemperatur des Messgeräts zu erhöhen. Wenn sich die Messwerte stabilisieren, muss das Endergebnis für den Feuchtegehalt verwendet werden.
- m) Entfernen von Probe und Reagenz und Reinigung des gesamten Prüfgeräts. Falls Material in der Verschlusskappe verblieben oder großstückig geblieben ist, ist der abgelesene Wert irreführend und die Prüfung muss von Beginn an wiederholt werden.
- n) Umrechnung von abgelesenen Werten. Die Umrechnung der abgelesenen Werte von Druck in Feuchtegehalt muss durchgeführt werden. Mit Calciumcarbid-Druck arbeitende Feuchtemessgeräte sind handelsüblich und müssen in Übereinstimmung mit den Herstelleranweisungen kalibriert werden. Der Feuchtegehalt auf der wasserfreien Bezugsbasis muss unter Verwendung einer Umrechnungstabelle oder Einzelkalibrierung ermittelt werden. Falls die Probe andere flüchtige Bestandteile als Wasser oder hydratisierte Salze enthält, können die MC-Messwerte beeinflusst werden. Korrekturfaktoren für ausgewählte Materialien müssen festgelegt werden, indem die Druckmesswerte in Abhängigkeit von dem gravimetrischen Verfahren graphisch dargestellt werden, um eine Kalibrierkurve zu erhalten. Die Umrechnung aus dem Feuchtegehalt wird üblicherweise als prozentualer Masseanteil des feuchten Probekörpers auf der Bezugsbasis Feuchtmasse angegeben werden und muss auf der wasserfreien Bezugsbasis nach Abschnitt 5 im Bericht angegeben werden.
- o) Prüfbericht. Nach der Bestimmung des Feuchtegehalts der Materialprobe muss ein Prüfbericht nach Abschnitt 10 erstellt werden.

Tabelle A.1 — Merkmale von absoluten Verfahren

	Gravimetrisches Verfahren Darrverfahren, Vakuum- oder Exsikkator- trocknung	Karl-Fischer- Titration	Azeotrope Destillation	Calciumcarbid- Prüfung
Referenznormen	ISO 16979:2003 EN 13183-1:2002	ISO 760:1978 EN ISO 15512:2014	EN 1428:2012	
Material	Mauerwerk, Holz	Mauerwerk, Holz und Verunreinigungen	Holz	Mauerwerk
Speziell für	MC	WC	MC	MC