

Entwurf

**Schutzmittel für Holz und Holzprodukte –
Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) in Holz und
Holzprodukten;
Deutsche Fassung prEN 16718:2014**

Wood preservatives and wood-based products –
Dosage of the total organic carbon (TOC) in wood and wood based products;
German version prEN 16718:2014

Produits de préservation du bois et matériaux à base de bois –
Dosage du carbone organique total (COT) dans les bois et matériaux à base de bois;
Version allemande prEN 16718:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-03-21 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 nhm@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 Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM) im DIN, 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 31 Seiten

Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16718:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 38 „Dauerhaftigkeit von Holz und Holzprodukten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Der zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 042-03-06 AA „Spiegelausschuss zu CEN/TC 38 und ISO/TC 165/SC 1 Dauerhaftigkeit von Holz und Holzprodukten“ im Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM).

Schutzmittel für Holz und Holzprodukte — Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) in Holz und Holzprodukten

Produits de préservation du bois et matériaux à base de bois — Dosage du carbone organique total (COT) dans les bois et matériaux à base de bois

Wood preservatives and wood based products — Dosage of the total organic carbon (TOC) in wood and wood based products

ICS:

Deskriptoren

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien und Produkte	7
5.1 Allgemeines	7
6 Geräte	7
7 Durchführung	8
7.1 Probenvorbereitung	8
7.2 Wassergehalt	8
7.3 Bestimmung	8
7.3.1 Allgemeines	8
7.3.2 Bestimmung des TC	8
7.3.3 Bestimmung des TIC	8
7.4 Kalibrierung	9
7.5 Kontrollmessungen	9
7.6 Auswertung	9
7.7 ¹³ C-Messung durch IRMS (Isotopenverhältnis-Massenspektrometer)	10
7.7.1 Material und Verfahren	10
7.7.2 ¹³ C-Isotop	11
7.7.3 ¹⁸ O-Isotop	12
7.7.4 ² H-Isotop (Deuterium)	12
7.7.5 ¹⁵ N-Isotopen N	12
7.7.6 Mehrfach-Isotop Bestimmungen: ¹³ C, ¹⁸ O und ² H in Holz und Baum	12
8 Verfahrenskenndaten	12
9 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Validierungsverfahrens	14
A.1 Responsefunktion	14
A.1.1 Gesamter Kohlenstoff	15
A.1.2 Anorganischer Kohlenstoff	16
A.2 Richtigkeit	17
A.2.1 Gesamter Kohlenstoff	18
A.2.2 Anorganischer Kohlenstoff	18
A.3 Genauigkeit	18
A.3.1 Gesamter Kohlenstoff	18
A.3.2 Anorganischer Kohlenstoff	20
A.4 Messunsicherheit	21
A.4.1 Gesamter Kohlenstoff	21
A.4.2 Anorganischer Kohlenstoff	22
A.5 Genauigkeit	22
A.5.1 Gesamter Kohlenstoff	22
A.5.2 Anorganischer Kohlenstoff	24

A.6	Linearität der Ergebnisse	25
A.6.1	Gesamter Kohlenstoff	25
A.6.2	Anorganischer Kohlenstoff	26
A.7	Bestimmungsgrenze und Bestimmungsbereich	27
A.7.1	Gesamter Kohlenstoff	27
A.7.2	Anorganischer Kohlenstoff	27
A.8	Schlussfolgerung	27
Anhang B (informativ)	Messungen an Holzarten und Holzprodukten	28
Literaturhinweise		29

Bilder

Bild A.1 — Responsefunktion (TC)	15
Bild A.2 — Verteilung des systematischen Fehlers, in %, nach der Stufe	16
Bild A.3 — Responsefunktion (IC)	17
Bild A.4 — Verteilung des systematischen Fehlers, in %, nach der Stufe in Bezug zu der durch das Labor akzeptierten maximalen Abweichung	17
Bild A.5 — Genauigkeitsprofil (TC)	23
Bild A.6 — Risikoprofil (TC)	23
Bild A.7 — Genauigkeitsprofil (IC)	24
Bild A.8 — Risikoprofil (IC)	25
Bild A.9 — Untersuchung der Linearität (TC)	25
Bild A.10 — Linearitätsprofil (TC)	26
Bild A.11 — Untersuchung der Linearität (IC)	26
Bild A.12 — Linearitätsprofil (IC)	27

Tabellen

Tabelle A.1 — Versuchsplanung für die Responsefunktion	14
Tabelle A.2 — Messung für jede Stufe (TC)	15
Tabelle A.3 — Messung für jede Stufe (IC)	16
Tabelle A.4 — Versuchsplanung für die Richtigkeit	17
Tabelle A.5 — Für das Kriterium der Richtigkeit erzielte Ergebnisse (TC)	18
Tabelle A.6 — Für das Kriterium der Richtigkeit erzielte Ergebnisse (IC)	18
Tabelle A.7 — Für die relative Wiederholpräzision und die Präzision unter Zwischenbedingungen erzielte Ergebnisse (TC)	18
Tabelle A.8 — Für die absolute Wiederholpräzision und die Präzision unter Zwischenbedingungen erzielte Ergebnisse (TC)	19
Tabelle A.9 — Oberes Vertrauensniveau bei 95 % (TC)	19
Tabelle A.10 — Wiederfindungsrate je Prüfreihe (TC)	19
Tabelle A.11 — Relative Wiederholpräzision und Präzision unter Zwischenbedingungen (IC)	20
Tabelle A.12 — Absolute Wiederholpräzision und Präzision unter Zwischenbedingungen (IC)	20
Tabelle A.13 — Oberes Vertrauensniveau bei 95 % (IC)	20
Tabelle A.14 — Wiederfindungsrate je Prüfreihe (IC)	21
Tabelle A.15 — Auf Unsicherheiten erhaltene Ergebnisse (TC)	21
Tabelle A.16 — Auf Unsicherheiten erhaltene Ergebnisse (IC)	22
Tabelle A.17 — Für das Genauigkeitskriterium erzielte Ergebnisse (TC)	22
Tabelle A.18 — Für das Genauigkeitskriterium erzielte Ergebnisse (IC)	24

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16718:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 38 „Dauerhaftigkeit von Holz und Holzprodukten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Die vom CEN/TC 411/WG 3 durchzuführende Arbeit betrifft die Bestimmung des biobasierten Kohlenstoffs, um die Höhe des Gehalts an biobasiertem Kohlenstoff in einem Produkt oder in Werkstoffen festzulegen. Das Technische Komitee CEN/TC 411 „Biobasierte Produkte“ hat ein Dokument (TC 411 WI 00411002) vorbereitet, in dem eine Aufstellung von Verfahren und eine „Übersicht der Verfahren zur Bestimmung des biobasierten Gehalts und zugehöriger Verfahren“ für biobasierte Produkte beschrieben werden (TC 411 WI 00411002; Dokument BNPP X85D-N 072).

Dieses Dokument beschreibt die auf analytischen Messungen basierenden Verfahren. Diese Verfahren können als Ergänzung zur Radiokarbonmethode und zu den auf der Auswertung durch Berechnung basierten Verfahren (Massenbilanzansätze) angesehen werden. Eines dieser analytischen Verfahren zur Bestimmung des Biomassegehalts des Produktes ist das auf der Messung des in der Biomasse vorhandenen stabilen Isotopenverhältnisses basierende Verfahren.

Die Entwicklung des in diesem vorliegenden Bericht beschriebenen Verfahrens erfolgt derzeit in enger Zusammenarbeit zwischen dem FCBA und dem „Institute des Sciences Analytiques“ CNRS, um mit diesem neuen Verfahren den biobasierten Gehalt von Holzrohstoffen, Klebstoffen und von aus diesen Rohstoffen hergestellten Platten für Produkte für den Endverbrauch zu bestimmen. Die Zielstellung besteht darin, eine (mit dem durch das FCBA vorgeschlagenen TOC-Verfahren) korrelierte Analyse zur Bestimmung des Kohlenstoffgehalts zum Zweck eines schnellen, leicht zu handhabenden und kostengünstigen Verfahrens vorzuschlagen.

Verweisungen:

<http://www.biobasedeconomy.eu/standardisation/cen-tc411/>

http://www2.afnor.org.espace_normalisation/structure.aspx?commid=86489

Die Prüfungen, die zur Spezifikation in diesem Dokument geführt haben, wurden im Zusammenhang mit der durch das Technologische Institut FCBA [Holzzertifizierungsstelle] geleiteten Arbeit mit dem Ziel durchgeführt, ein Verfahren zu bestimmen, das Daten zum Gehalt an organischem Kohlenstoff liefert, die zur Berechnung der Kohlenstoffbilanzen verwendet werden könnten.

Die Speicherung von Biomasse-Kohlenstoff in Holzprodukten ist die Einlagerung des durch den Baum mittels Photosynthese aus dem atmosphärischen Kohlenstoffdioxid absorbierten Kohlenstoffs.

Der auf diese Weise in dem Werkstoff eingeschlossene Kohlenstoff ist während der Lebensdauer des Produktes, die zum Beispiel bei einem Bauprodukt mehrere Dutzend Jahre betragen kann, für das Klima von Nutzen. Die französische Norm NF P 01-010 (2004), die das Format der Umwelt- und Gesundheitsaussagen (FDES) bei Bauprodukten ausführt, bietet zusätzlich zum Indikator des „Klimawandels“, der sich aus den Strömen der Treibhausgase im Zusammenhang mit der Produktlebensdauer berechnet, die Möglichkeit, die folgenden Zusatzinformationen anzugeben: „Bei einigen Bauprodukten (z. B. Produkten auf Pflanzenbasis) kann die CO₂-Speicherung während der Phase der Nutzungsdauer angegeben sein, sofern die durchgeführten Messungen auf genormten Prüfverfahren beruhen.“

Der Leitfaden für bewährte Verfahren bei der Umweltkennzeichnung massenmarktauglicher Konsumgüter (BP X 30-323) schließt in Anhang G Folgendes ein: „Integrierender zeitlicher Abstand der Kohlenstoffbilanzierung“, der auch Kenntnisse über den Biomasse-Kohlenstoffgehalt der Produkte erfordert.

Im Rahmen der Arbeitsgruppe des TC 175, die sich der CO₂-Bilanz und der Ökobilanz widmet, wurde eine Europäische Norm zur vereinfachten Berechnung des in Holz gespeicherten Biomasse-Kohlenstoffgehalts (unter Verwendung von 50 % der wasserfreien Holzmasse) veröffentlicht: EN 16449, Holz- und Holzprodukte – Berechnung der Speicherung atmosphärischen Kohlenstoffdioxids.

Dieses Dokument hat demzufolge den Zweck, ein Laborverfahren zur Messung des Gehalts an Biomasse-Kohlenstoff vorzuschlagen, das Werte für den in Holzwerkstoffen gespeicherten Kohlenstoff oder das CO₂-Äquivalent mit dem Ziel bereitstellt, diese Angaben in Übereinstimmung mit den oben genannten Schriftstücken in die Umwelterklärungen dieser Produkte einzubeziehen.

Während die Messung angesichts der allgemeinen Kenntnisse über die Rohdichten der verschiedenen Holzarten und über den im Holz enthaltenen Kohlenstoffanteil, zum Beispiel bei Vollholzprodukten, nicht grundsätzlich notwendig ist, kann sich diese experimentelle Messung bei Produkten aus Holzverbundwerkstoffen als notwendig erweisen.

Der in Holz und Holzwerkstoffen enthaltene organische Kohlenstoff wird in verschiedenen Formen festgestellt. Kumulative Messungen, wie der gesamte organische Kohlenstoff (TOC), sind erforderlich. Das Isotopenverhältnis ermöglicht die Unterscheidung zwischen synthetischen und natürlichen Produkten. Das IRMS (Isotopenverhältnis-Massenspektrometer) ist durch eine Identifikation des Isotops ¹³C ein Komplementärverfahren zum TOC-Verfahren: Beide Techniken sind notwendig, um zuverlässige Angaben zu einem biobasierten Gehalt bei einem Holzprodukt, wie einer Tafel oder Platte und zu den in Hölzern im Allgemeinen enthaltenen Chemikalien zu erhalten. In Frankreich ist derzeit eine Studie zu Holzwerkstoffen in Arbeit: Die Ergebnisse werden dazu beitragen, das vorliegende Dokument zu verbessern und Daten mit Multi-Isotopenbestimmungen (¹³C, ¹⁵N, ²H, ¹⁸O) zu erhalten.

Anhang A des vorliegenden Dokuments ist informativ: Vorgelegt werden die Ergebnisse der Validierung des Prüfverfahrens.

Anhang B des vorliegenden Dokuments ist informativ: Angegeben sind Messergebnisse, die mit verschiedenen Holzarten und Holzwerkstoffen erzielt wurden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs durch Berechnung der Differenz zwischen den Messergebnissen des gesamten Kohlenstoffs (TC) und des gesamten anorganischen Kohlenstoffs (TIC). Die Identifizierung des durch die stabilen Isotope, wie ^{13}C , festgestellten biobasierten Gehalts wird ebenfalls beschrieben.

Dieses Verfahren ist für alle Holzarten, Holzprodukte (Platten, Sperrholz, Holzpolymer usw.) und die in Hölzern im Allgemeinen enthaltenen Chemikalien anwendbar.

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

EN 13137, *Charakterisierung von Abfall — Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) in Abfall, Schlämmen und Sedimenten*

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 gesamter Kohlenstoff TC

(en: total carbon)

Menge an Kohlenstoff im Abfall, organisch und anorganisch gebunden und als elementarer Kohlenstoff

3.2 gesamter anorganischer Kohlenstoff TIC

(en: total inorganic carbon)

Menge an Kohlenstoff, der durch Versauerung als Kohlenstoffdioxid freigesetzt wird

3.3 gesamter organischer Kohlenstoff TOC

(en: total organic carbon)

Kohlenstoff, der bei der Verbrennung zu Kohlenstoffdioxid umgesetzt und der durch Versauerung nicht als Kohlenstoffdioxid freigesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die angegebenen Definitionen sind nur in diesem Dokument gültig und stimmen nur teilweise mit den wissenschaftlichen Begriffen von TC, TOC und TIC überein.

4 Kurzbeschreibung

TOC wird in diesem Verfahren durch Subtraktion der Messergebnisse von TC und TIC erhalten.

Durch Verbrennung in einem sauerstoffhaltigen und kohlenstoffdioxidfreien Gasstrom wird der in der ungetrockneten Probe vorliegende gesamte Kohlenstoff (TC) in Kohlenstoffdioxid umgewandelt. Katalysatoren und/oder Modifizierungsmittel können verwendet werden, damit es zu einer vollständigen Verbrennung kommt. Der Gehalt an freigesetztem Kohlenstoffdioxid wird nach der Reduktion zu Methan mithilfe der Infrarotspektrometrie, Gravimetrie, Coulometrie, Konduktometrie, Wärmeleitfähigkeitsdetektion oder mit dem Flammenionisationsdetektor oder mit jedem anderen geeigneten Verfahren gemessen.

Der TIC wird getrennt unter Verwendung einer anderen Teilprobe durch Ansäuern und Austreiben des freigesetzten Kohlenstoffdioxids bestimmt, der dann mithilfe eines der oben genannten Verfahren gemessen wird.

In 7.7 wird die Identifikation von ^{13}C mittels IRMS beschrieben. Das Protokoll kann ebenfalls bei anderen Isotopen zum Einsatz kommen: ^{15}N , ^2H und ^{18}O , was bei den im Holz enthaltenen komplexen Stoffen nützlich sein könnte.

5 Reagenzien und Produkte

5.1 Allgemeines

Alle verwendeten Reagenzien müssen mindestens von analytischer Reinheit und für ihre speziellen Verwendungen geeignet sein.

Hygroskopische Produkte sind in einem Exsikkator aufzubewahren.

5.2 Glucose, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$.

5.3 Wasserfreies Natriumcarbonat, Na_2CO_3 .

5.4 Nicht-oxidierende Mineralsäure, die zum Freisetzen von Kohlenstoffdioxid verwendet wird, z. B. Phosphorsäure H_3PO_4 , ($m = 85\%$).

5.5 Synthetische Luft, Stickstoff, Sauerstoff, Argon, frei von Kohlenstoffdioxid und organischen Verunreinigungen, nach den Anweisungen des Geräteherstellers.

6 Geräte

6.1 Homogenisierungseinrichtung, z. B. Mischer, Rührer.

6.2 Analysenwaage, Wägegenauigkeit mindestens 0,5 % der Probenmenge.

6.3 Gerät zur Bestimmung von Kohlenstoff in Feststoffen; mit Zusatzgeräten.

6.4 Ausgasapparatur zur Bestimmung von TIC.

6.5 Schwingmühle.

7 Durchführung

7.1 Probenvorbereitung

Die zur Analyse vorgesehenen Proben sollten so homogen wie möglich und ungetrocknet sein.

Die Proben aus Holz oder Holzprodukten können direkt (unter Vermeidung jeglicher Erwärmung) gemahlen und vorzugsweise auf eine Teilchengröße kleiner 500 µm pulverisiert werden.

Die Proben, die (unter Berücksichtigung der Genauigkeit des verwendeten Verfahrens) vernachlässigbare Konzentrationen flüchtiger Verbindungen außer Wasser enthalten, können vor dem Homogenisieren bei 105 °C getrocknet werden.

7.2 Wassergehalt

Die Bestimmung des Wassergehaltes ist unter Verwendung einer anderen Teilprobe durchzuführen. Der Wassergehalt kann aus der nach NF B 51-004 bestimmten Trockenmasse berechnet werden.

ANMERKUNG Jedes andere Bestimmungsverfahren (z. B. mit der Waage eines Exsikkators) kann nach vorheriger Validierung angewendet werden.

7.3 Bestimmung

7.3.1 Allgemeines

Dieses Dokument gibt keine Empfehlungen bezüglich der Apparatur und ihrer Betriebsweise. Die Betriebsbedingungen sollten entsprechend den Angaben des Herstellers gewählt und geprüft werden.

Es empfiehlt sich, eine Teilprobe mit der größtmöglichen Masse zu wählen, um sicherzustellen, dass die freigesetzte Menge an Kohlenstoffdioxid im Messbereich und Kalibrierbereich des Gerätes liegt.

7.3.2 Bestimmung des TC

Die nach 7.1 vorbereitete Probe ist in einen geeigneten Behälter einzuwägen, d. h. inert und nicht anfällig, während der Kohlenstoffgehalt-Analysereaktion zu interagieren oder Kohlenstoff in welcher Form auch immer zu enthalten (Probenschiffchen oder Tiegel, z. B. aus Keramik, Quarzglas, Platin oder Zinn). Der Behälter kann durch thermische Behandlung (in einem Muffelofen oder dem Analysegerät selbst) vorbehandelt werden, um Kohlenstoff-Blindwerte zu minimieren.

Die Probe ist in einem sauerstoffhaltigen Trägergasstrom zu verbrennen oder zu zersetzen.

Die Verbrennungstemperatur muss hoch genug sein, um sämtlichen Kohlenstoff vollständig in Kohlenstoffdioxid umzuwandeln. Bei Proben, die schwer abzubauen Carbonate enthalten, z. B. Bariumcarbonat, kann die Freisetzung des Kohlenstoffdioxids durch Erhöhung der Temperatur oder durch den Einsatz von Zuschlagstoffen (z. B. Zinn oder Kupfer) verbessert werden.

Der Temperaturbereich liegt bei handelsüblichen Geräten zwischen 900 °C und 1 500 °C.

Während der Verbrennung von reaktiven Proben kann eine Verpuffung oder Rauchentwicklung durch das Beschichten der Probe mit einem inerten Material (z. B. Quarzsand) vermieden werden.

Das während der Abführung des Gases freigesetzte Kohlenstoffdioxid ist mit dem in Abschnitt 4 beschriebenen Detektionsverfahren zu messen und als Kohlenstoff anzugeben.

7.3.3 Bestimmung des TIC

Die nach 7.1 vorbereitete Probe ist in die Ausgasapparatur einzuwägen.