

	DIN EN ISO 11465	
ICS 13.080.20	<div>Entwurf</div>	Einsprüche bis 2024-10-16 Vorgesehen als Ersatz für die 2014-06 zurückgezogene Norm DIN ISO 11465:1996-12, DIN EN 12880:2001-02 und DIN EN 15934:2012-11
<p>Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall – Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts und Berechnung des Trockenmassenanteils auf Grundlage der Masse (ISO/DIS 11465:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 11465:2024</p> <p>Sludge, treated biowaste, soil and waste – Determination of dry residue or water content and calculation of the dry matter fraction on a mass basis (ISO/DIS 11465:2024); German and English version prEN ISO 11465:2024</p> <p>Anwendungswarnvermerk</p> <p>Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-08-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.</p> <p>Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.</p> <p>Stellungnahmen werden erbeten</p> <ul style="list-style-type: none">– vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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 naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm- Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;– oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin. <p>Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.</p> <p>Gesamtumfang 42 Seiten</p> <p>DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)</p>		

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 11465:2024 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-09 AK „Physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber der 2014-06 zurückgezogenen Norm DIN ISO 11465:1996-12, DIN EN 12880:2001-02 und DIN EN 15934:2012-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalt wurde mit Inhalt von DIN EN 12880 zusammengeführt;
- b) Inhalt wurde mit Inhalt von DIN EN 15934 zusammengeführt;
- c) der informative Anhang „Azeotrope Destillation mit Toluol“ wurde gestrichen;
- d) redaktionell überarbeitet.

August 2024

prEN ISO 11465

**Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall – Bestimmung des
Trockenrückstands oder des Wassergehalts und Berechnung des
Trockenmassenanteils auf Grundlage der Masse (ISO/DIS 11465:2024)**

Sludge, treated biowaste, soil and waste – Determination of dry residue or water content and calculation of the dry matter fraction on a mass basis (ISO/DIS 11465:2024)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens A — Trocknen bei 105 °C (Trockenrückstand)	7
4.3 Kurzbeschreibung des Verfahrens B — direkte Karl-Fischer-Titration (Wassergehalt)	8
5 Probenvorbereitung	8
6 Verfahren A — Trocknen bei 105 °C	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Störungen	8
6.3 Gefährdungen	8
6.4 Geräte	8
6.5 Durchführung	9
7 Angabe der Ergebnisse (Verfahren A)	10
7.1 Berechnung des Trockenrückstands	10
7.2 Berechnung des Wassergehalts	10
7.2.1 Allgemeines	10
7.2.2 Berechnung des Wassergehalts auf Grundlage der feldfeuchten Probe	10
7.2.3 Berechnung des Wassergehalts auf Grundlage des Trockenrückstands	11
8 Verfahren B — direkte Karl-Fischer-Titration (volumetrischer/coulometrischer Nachweis)	11
8.1 Störungen	11
8.2 Reagenzien	11
8.3 Geräte	11
8.4 Durchführung	12
8.4.1 Bestimmung des Äquivalenzfaktors	12
8.4.2 Analyse von Flüssigproben	12
8.4.3 Angabe der Ergebnisse	12
8.4.4 Analyse von Feststoffproben	13
8.4.5 Angabe der Ergebnisse	13
8.4.6 Berechnung des Trockenmassenanteils	13
9 Präzision	13
10 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Wiederhol- und Vergleichpräzision	15
A.1 Verfahrenskenndaten	15
A.2 Probenarten und Probenvorbereitung	17
A.3 Homogenität und Stabilität	18
A.4 Ergebnisse der Bestimmung des Trockenmassenanteils durch unterschiedliche Verfahren	18
Anhang B (informativ) Zusammenfassung allgemeiner Anforderungen und Empfehlungen	20
Literaturhinweise	21

Tabellen

Tabelle 1 — Matrizes, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist	6
---	---

Tabelle A.1 — Verfahrenskennndaten Verfahren A — Trocknung bei 105 °C — Trockenrückstand .	15
Tabelle A.1 — a — Präzisionsdaten für Verfahren A — Trocknung bei 105 °C — Trockenrückstand aus EN 12880:2021	16
Tabelle A.2 — Verfahrenskennndaten Verfahren B — Karl-Fischer-Titration — Wassergehalt . . .	16
Tabelle A.3 — Ergebnisse der Prüfung auf Homogenität	18
Tabelle A.4 — Berechneter Trockenmassenanteil aus allen unterschiedlichen Verfahren	19
Tabelle C.1 — Allgemeine Anforderungen und Empfehlungen	20

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11465:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12880:2000 und EN 15934:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 11465:2024 wurde von CEN als prEN ISO 11465:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality*, Unterkomitee SC 3, *Chemical and physical characterization* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 11465:1993 + Technische Korrektur:1994 die technisch überarbeitet wurde).

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Inhalt wurde, wo passend, mit Inhalt von EN 12880 zusammengeführt;
- Inhalt wurde, wo passend, mit Inhalt von EN 15934 zusammengeführt;
- der informative Anhang „Azeotrope Destillation mit Toluol“ wurde gestrichen;
- redaktionell überarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Bei der Analyse von Feststoffen und Schlamm wird Wasser üblicherweise nicht als Bestandteil der Probe angesehen, und die Ergebnisse werden im Allgemeinen auf die Trockenmasse bezogen, die durch Bestimmung des Trockenrückstands (als Trockenmassenanteil) berechnet werden kann. Zu diesem Zweck und zur Bestimmung des Wassergehalts werden in diesem Dokument zwei Verfahren beschrieben. Die Wahl des Verfahrens hängt dabei von der Art der Probe und ihrem Gehalt an flüchtigen Stoffen mit Ausnahme von Wasser ab.

Als ein Ergebnis der Validierungsstudie wurde die Bestimmung des Wassergehalts durch azeotrope Destillation durch die Karl-Fischer-Titration ersetzt. Dennoch kann die Destillation in bestimmten Fällen von Nutzen sein. Dieses Verfahren ist in Anhang B (informativ) beschrieben.

Dieses Dokument ist für verschiedene Arten von Matrices, wie in Tabelle 1 angegeben, anwendbar und validiert (siehe auch Anhang A zu den Ergebnissen der Validierung).

Tabelle 1 — Matrices, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist

	Matrix	Für die Validierung verwendete Materialien
Schlamm	(nur Verfahren A)	kommunaler Klärschlamm
Bioabfall	(nur Verfahren A)	frischer Kompost
Boden	(nur Verfahren A)	mit Schlamm beaufschlagter Boden
Abfall	(Verfahren A und B)	kontaminierter Boden, Baggerschlamm, Nickelschlamm, Filterkuchen, Destillationsrückstand, Bohremulsion

WARNUNG — Die Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, auf alle gegebenenfalls zutreffenden Sicherheitsfragen im Zusammenhang mit seiner Anwendung einzugehen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Maßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Einhaltung nationaler Vorschriften sicherzustellen.

WICHTIG — Es ist unerlässlich, dass nach diesem Dokument durchgeführte Untersuchungen von entsprechend qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren zur Berechnung des Trockenmassenanteils von Schlamm, Schlammprodukten, behandeltem Bioabfall, Boden und Abfall fest, bei denen die Ergebnisse der durchgeführten Analyse auf wasserfreier Bezugsbasis zu berechnen sind. In Abhängigkeit von Beschaffenheit und Herkunft der Probe basiert die Berechnung auf der Bestimmung des Trockenrückstands (Verfahren A) oder des Wassergehalts (Verfahren A und B). Das Dokument gilt für Proben mit einem Trockenrückstand oder einem Wassergehalt von mehr als 1 % (Massenanteil).

Verfahren A ist anwendbar auf Schlamm, Schlammprodukte, behandelten Bioabfall, Boden und feste Abfälle. Verfahren B ist anwendbar auf flüssige Abfälle und auf Proben, die vermutlich oder nachweislich flüchtige Stoffe, mit Ausnahme von Wasser, enthalten.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Trockenrückstand

nach einem Trocknungsvorgang bei 105 °C unter festgelegten Bedingungen verbleibender Massenanteil einer Probe

3.2

Wassergehalt

Massenanteil an Wasser in einer Probe, der unter festgelegten Bedingungen durch das Verfahren nach dem Trocknen bei 105 °C oder durch die Karl-Fischer-Titration bestimmt wird

3.3

Trockenmassenanteil

Massenanteil einer Probe abzüglich ihres Wassergehalts

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Abhängig von der Herkunft (Schlamm, Bioabfall, Boden, Abfall) und der Beschaffenheit der Probe (flüssig, fest oder mehrphasig) ist entweder der Wassergehalt oder der Trockenrückstand zu bestimmen. Die Ergebnisse der Bestimmung des Wassergehalts oder des Trockenrückstands werden verwendet, um den Trockenmassenanteil zu berechnen. Mehrphasige (Abfall-)Proben müssen homogenisiert werden. Falls eine Homogenisierung nicht möglich ist, kann eine Phasentrennung z. B. nach EN 15002 anwendbar sein, und die Phasen werden getrennt analysiert.

4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens A — Trocknen bei 105 °C (Trockenrückstand)

Die Probe wird bei 105 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet. Dieses Verfahren ist anwendbar auf Feststoffproben und auf Proben, die während des Trocknungsvorgangs fest werden. Das Verfahren wird im Allgemeinen

bei Boden, Schlamm, Schlammprodukten und behandeltem Bioabfall angewendet. Feststoffproben, die flüchtige Bestandteile in einer Menge enthalten, bei der zu erwarten ist, dass sie die Ergebnisse beeinflusst, müssen nach Verfahren B analysiert werden.

4.3 Kurzbeschreibung des Verfahrens B — direkte Karl-Fischer-Titration (Wassergehalt)

Das Verfahren ist üblicherweise auf Flüssigproben und homogenisierte mehrphasige Proben anwendbar. Es kann auch auf Feststoffproben angewendet werden, wenn deren „Wassergehalt“ von Interesse ist oder wenn ein Einfluss durch deren flüchtige Bestandteile bei der Bestimmung nach Verfahren A zu erwarten ist. Der Wassergehalt einer Probe wird durch direkte Karl-Fischer-Titration und volumetrischen oder coulometrischen Nachweis bestimmt. Flüssigproben werden direkt in die Titrationszelle gegeben, während Feststoffproben einer Extraktion mit Methanol unterzogen werden.

5 Probenvorbereitung

Die Proben z. B. nach ISO 11464, EN 16179 oder EN 15002 vorbehandeln, wenn nicht anders festgelegt.

6 Verfahren A — Trocknen bei 105 °C

6.1 Allgemeines

Bei der Durchführung jeglicher Art von Analysenverfahren an Proben muss der Trockenmassenanteil gleichzeitig an identischen Analysenteilproben bestimmt werden, um alle anderen Prüfergebnisse auf den bestimmten Trockenmassenanteil jeder einzelnen Probe zu beziehen.

6.2 Störungen

Die Proben können sich während der Lagerung und des Trocknungsvorgangs verändern, z. B. durch Absorption von Kohlendioxid im Falle alkalischer Proben oder von Sauerstoff durch Reduktionsmittel. Flüchtige Verbindungen, die bei 105 °C verdampfen, werden bei Anwendung dieses Verfahrens als Wasser gemessen.

ANMERKUNG 1 Bei alkalischen oder oxidationsempfindlichen Proben kann das Trocknen in einer Stickstoffatmosphäre erfolgen.

ANMERKUNG 2 Bei Schlämmen, die beträchtliche Mengen an Wasser enthalten, ist es zweckmäßig, den größeren Teil des Wassers vorsichtig auf einem Wasserbad zu verdampfen, um den Verlust von Stoffen durch Spritzen zu vermeiden.

6.3 Gefährdungen

Während des Trocknungsvorgangs können entzündliche oder explosive Gase freigesetzt werden.

Schlammproben sind gärungsanfällig und enthalten in der Regel schädliche Mikroorganismen. Lagerbehälter können bersten und einen gefährlichen Sprühnebel und Aerosol erzeugen. Wenn Schlammproben gelagert werden sollen, sind sie zwischen 0 °C und 4 °C aufzubewahren. Sauberes Arbeiten ist unerlässlich. Bei der Handhabung von Schlammproben ist es erforderlich, Vorsichtsmaßnahmen gegen das mögliche Bersten von Behältern zu treffen.

6.4 Geräte

6.4.1 Trocknungssystem, thermostatisch geregelt und geeignet, eine Temperatur von $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten, z. B. Wärmeschrank, Infrarotsystem, Halogenlampensystem.

6.4.2 Exsikkator mit einem aktiven Trocknungsmittel, z. B. Silicagel.

6.4.3 Präzisionswaage mit einer Fehlergrenze von 10 mg oder besser.

6.4.4 Abdampfschale oder Tiegel. Laborgefäß mit einer Temperaturbeständigkeit bis 105 °C. Geeignete Materialien sind Metall, Keramik, Borosilikatglas oder Quarz.

ANMERKUNG 1 Für den Fall, dass die Probe im Anschluss an dieses Verfahren verascht werden soll, sollte sichergestellt sein, dass das Material den erhöhten Temperaturen standhält (z. B. 550 °C).

ANMERKUNG 2 Das Material der Abdampfschale oder des Tiegels sollte mit der Beschaffenheit der Probe vereinbar sein, um störende Einflüsse auf das Wägen durch mögliche Oxidationsvorgänge zu vermeiden.

6.5 Durchführung

Eine Abdampfschale oder einen Tiegel (6.4.4) für eine Dauer von mindestens 30 min in das auf (105 ± 5) °C eingestellte Trocknungssystem (6.4.1) geben. Nach dem Abkühlen im Exsikkator (6.4.2) auf Umgebungstemperatur die Schale oder den Tiegel auf mindestens 3 signifikante Stellen wägen.

In Abhängigkeit vom erwarteten Trockenrückstand in die Abdampfschale oder den Tiegel (6.4.4) eine geeignete Menge an Material einwiegen, um einen Rückstand mit einer Masse von 5 g oder mindestens 0,5 g zu erhalten. Die gefüllte Schale oder den gefüllten Tiegel auf mindestens 3 signifikante Stellen wägen.

Die Abdampfschale oder der Tiegel (6.4.4) mit der Probe wird in das auf (105 ± 5) °C eingestellte Trocknungssystem (6.4.1) gestellt, bis der Rückstand trocken erscheint, üblicherweise über Nacht.

ANMERKUNG Bei einigen Proben, z. B. Schlamm, besteht das Risiko des Verbackens der Probenoberfläche, wodurch ein gleichmäßiges Trocknen verhindert wird. Um dies zu vermeiden, kann ein Glasstab zusammen mit der Schale gewogen werden. Wenn das Verbacken während der Trocknung auftritt, wird die Probe mit dem Glasstab gerührt, um den Kuchen aufzubrechen. Sofern erforderlich, sollte dieser Vorgang wiederholt werden. Anschließend sollte der Stab erneut gewogen werden.

Nach Abkühlung der Probe die Abdampfschale oder der Tiegel mit Inhalt wiegen. Das Abkühlen der Probe muss so erfolgen, dass der Trockenrückstand z. B. durch hygroskopische Effekte, Staub oder Verlust nicht wesentlich beeinflusst wird.

ANMERKUNG Beispiele hierfür sind die Verwendung eines Exsikkators (6.4.2.) bei hygroskopischen Proben oder eines Deckels auf der Schale oder dem Tiegel oder eine kurze Abkühlungszeit in einer sauberen, nicht feuchten Umgebung bei Boden oder bodenähnlichen Materialien.

Der Trockenrückstand ist als konstant anzusehen, wenn die erhaltene Masse nach einer weiteren Trocknung von 1 h um nicht mehr als 0,5 % von dem vorherigen Wert abweicht. Andernfalls wird der Trocknungsvorgang wiederholt.

Falls nach drei Zyklen keine Massekonstanz erreicht ist, darf der Trocknungsvorgang beendet werden (frühestens nach 16 h Trocknung). Das Ergebnis der letzten Wägung muss im Prüfbericht angegeben werden. Eine Trocknungsdauer von 16 h ist ausreichend.

Im Fall von Trocknungssystemen mit Infrarot- oder Halogenlampen gelten die jeweiligen Anweisungen des Herstellers. Die gewählte Technik muss im Prüfbericht angegeben werden.

Andere Techniken als die Ofentrocknung und Trocknen unter Infrarot- oder Halogenlampe sind zulässig, vorausgesetzt sie führen nachweislich zu vergleichbaren Ergebnissen.

7 Angabe der Ergebnisse (Verfahren A)

7.1 Berechnung des Trockenrückstands

Der Trockenrückstand wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$w_{\text{dr}} = \frac{m_{\text{c}} - m_{\text{a}}}{m_{\text{b}} - m_{\text{a}}} \cdot f \quad (1)$$

Dabei ist

w_{dr} der Trockenrückstand der Probe, angegeben als Massenanteil in Prozent (%) oder in Gramm je Kilogramm (g/kg);

m_{a} die Masse der leeren Schale bzw. des leeren Tiegels, angegeben in Gramm (g);

m_{b} die Masse der Schale oder des Tiegels mit der Probe, angegeben in Gramm (g);

m_{c} die Masse der Schale oder des Tiegels mit der getrockneten Probe, angegeben in Gramm (g);

f der Umrechnungsfaktor $f = 100$ für die Angabe der Ergebnisse als Massenanteil in Prozent (%) und $f = 1\,000$ für die Angabe der Ergebnisse in Gramm je Kilogramm (g/kg).

7.2 Berechnung des Wassergehalts

7.2.1 Allgemeines

Der Wassergehalt kann entweder auf Grundlage der feldfeuchten Probe (w_{w}) oder auf Grundlage des Trockenrückstands ($w_{\text{w,dr}}$) berechnet werden. Die Ergebnisse sind unterschiedlich, daher muss die verwendete Grundlage im Prüfbericht angegeben werden.

7.2.2 Berechnung des Wassergehalts auf Grundlage der feldfeuchten Probe

Der Wassergehalt wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$w_{\text{w}} = \frac{m_{\text{b}} - m_{\text{c}}}{m_{\text{b}} - m_{\text{a}}} \cdot f \quad (2)$$

Dabei ist

w_{w} der Wassergehalt der Probe, angegeben als Massenanteil in Prozent (%) oder in Gramm je Kilogramm (g/kg);

m_{a} die Masse der leeren Schale bzw. des leeren Tiegels, angegeben in Gramm (g);

m_{b} die Masse der Schale oder des Tiegels mit der Probe, angegeben in Gramm (g);

m_{c} die Masse der Schale oder des Tiegels mit der getrockneten Probe, angegeben in Gramm (g);

f der Umrechnungsfaktor $f = 100$ für die Angabe der Ergebnisse als Massenanteil in Prozent (%) und $f = 1\,000$ für die Angabe der Ergebnisse in Gramm je Kilogramm (g/kg).

ANMERKUNG Diese Grundlage wurde in den früheren Normen EN 12880 und EN 15934 festgelegt.

7.2.3 Berechnung des Wassergehalts auf Grundlage des Trockenrückstands

Der Wassergehalt auf Grundlage des Trockenrückstands wird nach Gleichung (3) berechnet:

$$w_{w,dr} = \frac{m_b - m_c}{m_c - m_a} \cdot f \quad (3)$$

Dabei ist

$w_{w,dr}$ der Wassergehalt auf Grundlage des Trockenrückstands, angegeben als Massenanteil in Prozent (%) oder in Gramm je Kilogramm (g/kg) getrockneter Probe;

m_a die Masse der leeren Schale bzw. des leeren Tiegels, angegeben in Gramm (g);

m_b die Masse der Schale oder des Tiegels mit der Probe, angegeben in Gramm (g);

m_c die Masse der Schale oder des Tiegels mit der getrockneten Probe, angegeben in Gramm (g);

f der Umrechnungsfaktor $f = 100$ für die Angabe der Ergebnisse als Massenanteil in Prozent (%) und $f = 1\,000$ für die Angabe der Ergebnisse in Gramm je Kilogramm (g/kg).

ANMERKUNG Diese Grundlage wurde in den früheren Ausgaben von ISO 11465 festgelegt.

8 Verfahren B — direkte Karl-Fischer-Titration (volumetrischer/coulometrischer Nachweis)

8.1 Störungen

Substanzen wie Peroxide, Oxide, Hydroxide, Ammoniak, Carbonate, Hydrogencarbonate, Disulfite, Nitrit, Sulfid, Thiosulfat, Hydrazin und Derivative, Eisen(II), Kupfer(I), Zinn(II), Silanole, Arsenit, Arsenat, Selenit, Tellurit, Phenole, Borverbindungen, Aldehyde, Aceton und andere reaktive Ketone können Störungen verursachen. Besonders alle reduzierenden oder oxidierenden Reagenzien sind potentiell störend. Bei Bedenken hinsichtlich störender Einflüsse können die Ergebnisse durch azeotrope Destillation (Anhang B) verifiziert werden.

Die meisten störenden Einflüsse werden verringert, wenn vor der Analyse mit Methanol extrahiert wird.

8.2 Reagenzien

Alle verwendeten Reagenzien müssen mindestens analysenrein und für den speziellen Zweck ihrer Anwendung geeignet sein. Hygroskopische Substanzen müssen in einem Exsikkator aufbewahrt werden.

8.2.1 Karl-Fischer-Reagenz, wie vom Lieferanten des KF-Systems empfohlen.

8.2.2 Methanol. Der Massenanteil an Wasser im verwendeten Methanol darf 0,005 % nicht übersteigen.

8.2.3 Toluol, wenn zum Lösen einer Probe erforderlich.

8.3 Geräte

Übliche Laborglasgeräte und folgende Geräte müssen verwendet werden.

8.3.1 Karl-Fischer-Titrator.

8.3.2 Schüttelgerät.

8.3.3 Kolbenhubpipette.