



KERN & Sohn GmbH

Ziegelei 1
D-72336 Balingen
E-Mail: info@kern-sohn.com

Tel: +49-[0]7433- 9933-0
Fax: +49-[0]7433-9933-149
Internet: www.kern-sohn.com

Applikationshandbuch Feuchtebestimmer

KERN DBS

Typ DBS 60-3
Version 1.5
2025-03
D



DBS-ZB-d-2515

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeines	3
1.1	Trocknungsmethoden	4
1.1.1	Trockenschrankmethode	5
1.1.2	Karl- Fischer-Methode	6
1.1.3	Thermogravimetrische Messung mit Halogen-Feuchtebestimmer	7
1.1.3.1	Wellenspektrum	7
2	Betrieb Halogen-Feuchtebestimmer	8
2.1	Probengröße	8
2.2	Probenvorbereitung	8
2.3	Messparameter definieren	9
2.3.1	Trocknungsmodi	10
2.3.2	Abschaltkriterium	11
2.3.3	Ergebnisanzeige	12
3	Beispielmessungen mit Halogen-Feuchtebestimmer (KERN DBS 60-3)	13
3.1	Allgemeines	13
3.2	Allgemeine Probenhinweise	14
3.3	Spezifische Probenhinweise	14
3.4	Nahrungsmittel – Trockenlebensmittel	17
3.5	Nahrungsmittel – Gebackene/getrocknete Lebensmittel	18
3.6	Nahrungsmittel – Verschiedene Lebensmittel	19
3.7	Nahrungsmittel – Milchprodukte	20
3.8	Industrieprodukte	21

1 Allgemeines

Die Feuchte einer Probe ist nicht nur der Gehalt an Wasser im Material. Unter „Materialfeuchte“ werden alle flüchtigen Stoffe verstanden, die bei der Erwärmung entweichen und zu einem Gewichtsverlust einer Probe führen. Hierzu zählen:

- ⇒ Wasser
- ⇒ Fette
- ⇒ Öle
- ⇒ Alkohole
- ⇒ Organische Lösungsmittel
- ⇒ Aromastoffe
- ⇒ Flüchtige Bestandteile
- ⇒ Evtl. Zersetzungsstoffe (bei zu starker Erwärmung)

Es gibt viele Methoden, den Feuchtegehalt einer Probe zu bestimmen. Die Methoden lassen sich in zwei Kategorien einteilen:

Mit den absoluten Verfahren wird der Feuchtegehalt einer Probe direkt bestimmt (z. B. Gewichtsverlust durch Trocknung). Zu diesen Verfahren zählen die Trocknung im Trockenschrank, die Infrarottrocknung und die Mikrowellentrocknung. Alle drei Verfahren arbeiten thermogravimetrisch.

Mit den abgeleiteten Verfahren findet eine indirekte Bestimmung statt. Es wird eine physikalische Eigenschaft gemessen, die mit der Feuchte in Zusammenhang steht (z.B. Absorption elektromagnetischer Strahlung). Zu diesen Verfahren zählen die Karl-Fischer-Titration, die Infrarotspektroskopie, die Mikrowellenspektroskopie usw.

1.1 Trocknungsmethoden

Halogen-Feuchtebestimmer

Trockenschrankmethode

Mikrowellentrockner

Karl-Fischer-Methode

Warum ermitteln unterschiedliche Methoden unterschiedliche Materialfeuchten?

- ⇒ Der Trockenschrank verdampft neben dem Wasser auch leicht flüchtige Bestandteile. Durch die schwache Erwärmung mittels Konvektionstrocknung wird die Probe oft nicht vollständig getrocknet. Der Messwert liegt oberhalb des Wassergehalts, aber unterhalb des Gesamtfeuchtegehalts.
- ⇒ Der Infrarot- oder Halogentrockner verdampft neben dem Wasser auch leicht und schwer flüchtige Bestandteile. Durch die intensive Erwärmung mittels Absorptionstrocknung wird die Gesamtfeuchte der Probe ermittelt. Der Messwert liegt meist oberhalb des Referenzverfahrens Trockenschrank. (Probleme: z.B. Porenverschluss, Oberflächenverbrennungen)
- ⇒ Ein Mikrowellentrockner verdampft neben dem Wasser nur geringe Mengen leicht flüchtiger Bestandteile. Durch die - auf Dipole ausgerichtete - Absorptionstrocknung liegt der Messwert sehr dicht am Wassergehalt und damit unterhalb vom Trockenschrankwert.
- ⇒ Die Karl-Fischer-Titration ermittelt durch eine chemische Reaktion die Anzahl der Wassermoleküle. Der Messwert entspricht hochgenau dem Wassergehalt.

International sind zwei Referenzmethoden anerkannt:

- ⇒ Die Trockenschrank – Methode zur Bestimmung der Materialfeuchte
- ⇒ Die Karl-Fischer-Titration zur Bestimmung des Wassergehalts
- ⇒ Alle anderen Methoden müssen – nach Bedarf – auf eines dieser beiden Verfahren abgeglichen werden!

1.1.1 Trockenschrankmethode

Bei der traditionellen Trockenschrankmethode erwärmt ein heißer Luftstrom die Probe von außen nach innen, gegen den Strom der aufsteigenden Feuchtigkeit und der an der Oberfläche entstehenden Verdunstungskälte. Oft sind lange Trocknungszeiten erforderlich.

Ein Trockenschrank ist eine Vorrichtung zur Entfeuchtung eines Gegenstandes, meist über die Entfeuchtung der Luft, unter Einsatz von hygroskopischen Materialien (Sorbentien). Trockenschränke werden für Temperaturbereiche von Raumtemperatur bis etwa 250°C angeboten.

Vorgehen (ca.):

- Probeschale wiegen
- Probe einwiegen
- Probe 1 Stunde trocknen
- Probe 20 Min. im Exsikkator (s.u.) abkühlen
- Probe zurückwiegen
- Manuelle Ergebnisberechnung

- Probe 30 Min. nachtrocknen
- Probe 20 Min. im Exsikkator abkühlen
- Probe zurückwiegen
- Erneute Ergebnisberechnung
- Schritte wiederholen, bis die Probe gewichtskonstant ist

Was ist ein Exsikkator?

Ein Exsikkator (auch: Exsiccator, von lat. exsiccare: austrocknen) ist ein chemisches Laborgerät, das hauptsächlich zur Trocknung fester chemischer Stoffe in der präparativen Chemie Verwendung findet.

Bei einem Exsikkator handelt es sich um ein meist aus Glas (oder seltener Kunststoff) gefertigtes dickwandiges Gefäß, welches durch einen mit Planschliff versehenen Deckel luftdicht verschlossen wird. Um diesen Verschluss zu gewährleisten, wird der Schliff gewöhnlich mit einem Schliiffett belegt. Der untere Teil des Exsikkators wird mit einem Trocknungsmittel befüllt und auf einem Einsatz aus Kunststoff oder Keramik oberhalb des Trocknungsmittels wird die zu trocknende Substanz abgelegt. Das Trocknungsmittel entzieht der Luft im Inneren des Exsikkators das von der zu trocknenden Substanz abgegebene, verdunstete Lösungsmittel. Dadurch kann die Substanz weiteres adsorbiertes Lösungsmittel verlieren; dieser Vorgang hält bis zum Erreichen eines bestimmten Restgehaltes an Lösungsmittel an, der durch die Intensität des Trocknungsmediums und die adsorptiven Eigenschaften der Substanz bedingt, nicht weiter vermindert werden kann oder das Trocknungsmittel (seine Kapazität) erschöpft ist. Soll dabei Wasser entzogen werden, so wird die vorrangige Eigenschaft des Trocknungsmittels als Hygroskopie bezeichnet. Gängig verwendet werden dabei Calciumchlorid, Phosphorpentoxid, Schwefelsäure oder Kieselgel; letzterem kann ein Feuchtigkeitsindikator beigelegt sein (Blaugel). Außer Wasser können in Abhängigkeit von der Wahl des Trocknungsmittels auch Reste anderer Lösungsmittel aufgenommen werden.

1.1.2 Karl- Fischer-Methode

Diese Methode dient zur Mengenbestimmung des Wassergehalts. Hierbei wird die spezifische Reaktion des Wassers auf ein Karl Fischer Reagens benützt, das Jod, Schwefeldioxid und Pyridin in Anwesenheit von Methanol enthält. Diese Methode kann entweder als coulometrische Titration oder volumetrische Titration angewendet werden. Bei der coulometrischen Titration wird die Probe dem Karl Fischer Reagens zugegeben und einer elektrolytischen Oxidation unterzogen, um Jod zu erzeugen. Da das Jod im Verhältnis zu der Menge Elektrizität nach dem Faradayschen Gesetz erzeugt wird, kann die Menge des Wassers sofort nach der Menge der Elektrizität bestimmt werden, die für die elektrolytische Oxidation benötigt wird. Bei der volumetrischen Titration wird die Probe einem geeigneten dehydratisierten Lösungsmittel in einem Titrationskolben zugegeben, der mit einem Titrant wasserfrei gemacht wurde. Die Titration erfolgt dann unter Verwendung eines Titrants mit zuvor standardisierten Titer (mg H₂O/ml). Der Feuchtigkeitsgehalt der Probe wird aus dem Titrationsvolumen (ml) bestimmt. Automatische volumetrische Titratoren auf der Grundlage dieser Methoden sind im Handel erhältlich.

1.1.3 Thermogravimetrische Messung mit Halogen-Feuchtebestimmer

Die Halogen-Feuchtebestimmer von KERN liefern schnelle und zuverlässige Messergebnisse. Die Instrumente messen nach dem Prinzip der Thermogravimetrie.

Die Probe wird gewogen und mit einer Halogenlampe (Infrarotstrahlung) erwärmt. Der Gewichtsverlust wird kontinuierlich erfasst und die Trocknung nach einem definierten Kriterium beendet. Aus der Gewichts Differenz wird der Feuchtegehalt automatisch errechnet.

Die Trocknung mit dem Halogenstrahler ist eine Weiterentwicklung der Infrarottrocknungsmethode.

Während des Trocknungsprozesses in einem Halogen-Feuchtebestimmer absorbiert die Probe die Infrarotstrahlung einer Halogenlampe. Die Strahlung dringt zum überwiegenden Teil in die Probe ein und wandelt sich erst dort in Wärmeenergie um.

Dadurch erhitzt sich die Probe sehr schnell.

Ein kleiner Teil der Strahlung wird von der Probe reflektiert oder durchgelassen. Die Menge der reflektierten Strahlung hängt überwiegend davon ab, ob es eine helle oder dunkle Probe ist

Diesen Effekt kennen Sie aus dem Alltag:

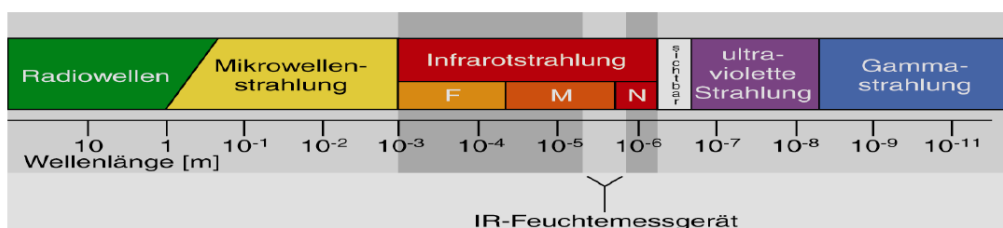
Wenn Sie mit schwarzer Kleidung in der Sonne stehen, ist es Ihnen viel heißer als mit einem weißen Hemd.

Für eine dunklere Substanz ist grundsätzlich eine leicht niedrigere Trocknungstemperatur zu wählen als für eine helle Probe.

Die Eindringtiefe der IR-Strahlung hängt von der Durchlässigkeit der Probe ab. Bei einer geringen Durchlässigkeit dringt die IR-Strahlung nur in die oberen Schichten ein. Entscheidend für den weiteren Transport der Wärme in die tiefer gelegenen Schichten ist damit das Wärmeleitvermögen der Substanz. Je höher die Wärmeleitfähigkeit ist, umso schneller und homogener erwärmt sich die Probe.

Aus diesem Grund muss die Substanz gleichmäßig und dünn auf der Probenschale verteilt sein, s. Kap. 2.1.1.

1.1.3.1 Wellenspektrum



Die Infrarotstrahlung ist ein Teilbereich im elektromagnetischen Wellenspektrum. Diese nicht sichtbare Wärmestrahlung tritt an der langwelligen Seite des optischen Spektrums auf, also im Anschluss an das rote Licht. Infrarotstrahlung unterliegt den Gesetzen der Optik und kann z.B. mittels eines Hohlspiegels gebündelt werden.

2 Betrieb Halogen-Feuchtebestimmer

Die Qualität der Messresultate steht und fällt mit der optimalen Vorbereitung der Probe und mit einer korrekten Wahl der wichtigsten Messparameter wie

- ⇒ Probengröße
- ⇒ Trocknungstemperatur
- ⇒ Abschaltkriterium
- ⇒ Trocknungsdauer

Die optimale Trocknungstemperatur und Trocknungsdauer sind abhängig von der Art und Größe der Probe und von der gewünschten Genauigkeit des Messresultates. Sie lassen sich nur experimentell ermitteln.

2.1 Probengröße

Grundsätzlich gilt: Je inhomogener die Probe, umso größer die Probenmenge, die nötig ist, um ein wiederholbares Resultat zu erzielen.

Eine praktische Probenmenge liegt erfahrungsgemäß bei ca. 5 bis 15 g (2 bis 5 mm Höhe). Andernfalls kann es zu unvollständiger Trocknung kommen, verlängerter Messzeit, Verkrustungen, Verbrennungen und nicht reproduzierbaren Messergebnissen.

2.2 Probenvorbereitung

Immer nur eine Probe für die Messung vorbereiten. Dadurch wird vermieden, dass die Probe Feuchtigkeit mit der Umgebung austauschen kann. Müssen mehrere Proben gleichzeitig entnommen werden, so sollten diese, in luftdichte Behälter verpackt werden, damit sie sich während der Lagerung nicht ändern.

Die Probe gleichmäßig und dünn auf der Probenschale verteilen, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten.

Durch ungleichmäßiges Aufbringen kommt es zu einer inhomogenen Wärmeverteilung in der zu trocknenden Probe, was unvollständige Trocknung oder die Verlängerung der Messzeit zur Folge hat. Durch eine Aufhäufung der Probe erfolgt eine stärkere Erwärmung an den oberen Schichten, was Verbrennungen oder Verkrustungen zur Folge hat. Die hohe Schichtdicke oder eventuell entstehende Verkrustung macht es der Feuchtigkeit unmöglich aus der Probe zu entweichen. Diese Restfeuchte hat zur Folge, dass so ermittelte Messergebnisse nicht nachvollziehbar und reproduzierbar sind.

Für flüssige, pastöse, fetthaltige, schmelzende und stark reflektierende Proben sollten die optional erhältlichen Glasfaserfilter verwendet werden. Dies gilt auch für Proben, die unter Wärmeeinwirkung eine Haut an der Oberfläche bilden. Der Glasfaserfilter sorgt für eine gleichmäßige und rasche Wärmeverteilung und verhindert die Bildung einer undurchlässigen Haut an der Probenoberfläche.

Probenvorbereitung für Feststoffe:



- Pulvrige und körnige Proben gleichmäßig auf der Probenschale verteilen
- Grobkörnige Proben mit Mörser oder Schroter verkleinern. Beim Zerkleinern der Probe jegliche Wärmezufuhr vermeiden, da dies zu Feuchteverlust führt.

Probenvorbereitung mit hohem Feuchtegehalt:

Zum Messen von Ketchup, Mayonnaise, oder Zahnpasta drücken Sie die erforderliche Probenmenge auf die Probenschale und verstreichen diese mit einem Spachtel. Arbeiten Sie schnell, da die Verdampfung schon beim Verstreichen der Probe beginnen kann, wenn diese einen hohen Gehalt an leicht flüchtigen Bestandteilen hat.

Probenvorbereitung für Flüssigkeiten:



Gießen Sie die Flüssigkeit in die Schale, um sie über die ganze Fläche zu verteilen. Eine sehr dickflüssige Probe verteilt sich jedoch nicht ganz leicht. Verteilen Sie in diesem Fall die Probe gleichmäßig mit einem Spachtel in der Schale.

Für Flüssigkeiten, Pasten oder schmelzende Proben empfiehlt es sich einen Glasfaserfilter zu verwenden. Der Glasfaserfilter hat folgende Vorteile:

- gleichmäßige Verteilung wegen Kapillarwirkung
- keine Tropfenbildung
- schnelles Verdunsten durch größere Oberfläche

2.3 Messparameter definieren

Zur Anpassung des Feuchtebestimmers an die zu messende Probe stehen folgende Messparameter zu Verfügung:

- ⇒ Trocknungsmodus
- ⇒ Abschaltkriterium
- ⇒ Ergebnisanzeige

2.3.1 Trocknungsmodi

Die wählbaren Trocknungsmodi sind von Gerät zu Gerät verschieden. Detaillierte Informationen sind der Betriebsanleitung, die dem jeweiligen Gerät beiliegt zu entnehmen.

In der Regel können sie unter den nachfolgend beschriebenen Modi die Einstellungen für die Temperaturregelung entsprechend den Eigenschaften der Probe auswählen.

Einstellungsbeispiele:



Standardtrocknung

Die Standardtrocknung ist für die meisten Probenarten geeignet.

1. Automatischer Ende-Modus: AUTO

Die Probe wird auf die eingestellte Temperatur bei normaler Leistung erwärmt und wird dann auf dieser Temperatur gehalten. Die Probenmasse nimmt dann mit der Zeit ab. Die Messung wird automatisch beendet, wenn der eingestellte Gewichtsverlust (ΔM) erreicht wird.

Durch die Einstellung der automatischen Abschaltbedingung auf einen kleinen Wert, erhält man einen gemessenen Feuchtigkeitsgehaltswert, der dem tatsächlichen Wert näher kommt, jedoch wird dadurch die Messzeit verlängert. Mit Einstellung eines höheren Werts kann die Messung schnell beendet werden, in manchen Fällen aber können die Messungen abbrechen, bevor das Wasser ausreichend verdampft ist. Die automatische Abschaltbedingung muss so eingestellt werden, dass diese den Eigenschaften der Probe entspricht.

2. Zeitgesteuertes Ende: TIME

Die Probe wird auf die eingestellte Temperatur bei normaler Leistung erwärmt und wird dann auf dieser Temperatur gehalten. Die Messung wird beendet, wenn die eingestellte Zeit abgelaufen ist.

Diese Methode eignet sich für Proben bei denen ein geringer Masseverlust unbestimmt andauern kann.



Schnelltrocknung

Die Schnelltrocknung ist für Proben mit einem Feuchtigkeitsgehalt von ca. 5% - 15% (z.B. Flüssigkeiten) und wärmebeständigen Proben mit hohen Zersetzungstemperaturen einsetzbar.

Natriumtartrat-Dihydrat und feines Mehl sind Beispiele für solche Messungen

Bei der Schnelltrocknung wird eine Vorheizstufe zugeschaltet. d. h. die Temperatur wird sehr schnell erhöht und übersteigt so lange die eingestellte Trocknungstemperatur bis der eingestellte Sollwert (z.B. Gewichtsverlust/30 sec) unterschritten wird.

Anschließend wird die Temperatur auf den eingestellten Wert herunter geregelt. Die Trocknung endet abhängig von der Einstellung, wenn die eingestellte Zeit abgelaufen ist oder der eingestellte Gewichtsverlust (ΔM) erreicht ist.



Schonrocknung

Die Schonrocknung ist für Substanzen geeignet, welche eine schnelle Erwärmung durch die Strahler nicht vertragen. Es gibt auch Substanzen, welche bei schneller Erwärmung eine Haut bilden. Diese Haut beeinflusst anschließend das Verdampfen der eingeschlossenen Feuchtigkeit. Für diese Substanzen ist diese softe Art der Erwärmung ebenfalls geeignet.

Bei der Schonrocknung wird die Temperatur langsamer als bei der Standardrocknung auf den eingestellten Wert erhöht.

Die Messung endet abhängig von der Einstellung, wenn die eingestellte Zeit abgelaufen ist oder der eingestellte Gewichtsverlust (ΔM) erreicht ist. Die Schonrocknung ist für Proben geeignet, welche eine schnelle Erwärmung durch die Strahler nicht vertragen. Ebenso für Proben, welche bei schneller Erwärmung eine Haut bilden. Diese Haut beeinflusst anschließend das Verdampfen der eingeschlossenen Feuchtigkeit.



Stufentrocknung

Die Stufentrocknung eignet sich für das Messen eines jeden Bestandteils, wenn die Verdampfungstemperatur von Wasser und den flüchtigen Bestandteilen, die in der Probe enthalten sind, unterschiedlich sind.

Bei steigender Probentemperatur verdampft das Wasser und die Änderung des Feuchtigkeitsgehalts wird normalerweise ständig geringer. In einigen Fällen nimmt der Feuchtigkeitsgehalt jedoch über einer gewissen Temperatur wieder zu. Vermutlich weil das Wasser anfänglich verdampft, danach aber beginnen die schwer flüchtigen Substanzen zu verdampfen oder die Probe beginnt zu zerfallen. Solche Messungen sind nicht zuverlässig da eine genaue Messung des Feuchtigkeitsgehalts unmöglich ist. Dieses Phänomen erscheint zum Beispiel, wenn Sojabohnen gemessen werden. In diesem Fall kann die Stufentrocknung nützlich sein, um das Wasser bei niedriger Temperatur verdampfen zu lassen, bevor die Temperatur erhöht wird, um den Feuchtigkeitsgehalt der Bestandteile mit hohem Siedepunkt zu bestimmen. Es ist jedoch schwierig, Bestandteile zu trennen, die einen Siedepunkt nahe dem von Wasser, oder die ähnlich hohe Siedepunkte haben.

Die einzelnen Stufen können in Dauer und Erwärmungsschritt frei gewählt werden.

Die Messung endet abhängig von der Einstellung bei Stufe 2 oder 3, wenn die eingestellte Zeit abgelaufen oder der eingestellte Gewichtsverlust (ΔM) erreicht ist.

2.3.2 Abschaltkriterium

Das Abschaltkriterium bestimmt, wann die Messung beendet und das Resultat angezeigt wird. Die Feuchtebestimmer bieten in der Regel zwei verschiedene Abschaltkriterien an.

Die zeitgesteuerte Abschaltung (TIME) oder die Gewichtsabnahme pro Zeiteinheit (AUTO). Die integrierte Waage bestimmt kontinuierlich den Gewichtsverlust der Probe während der Trocknung. Wenn der Gewichtsverlust (ΔM) in einer gewissen Zeit (Δt) unterschritten ist, wird die Trocknung beendet und das Resultat angezeigt

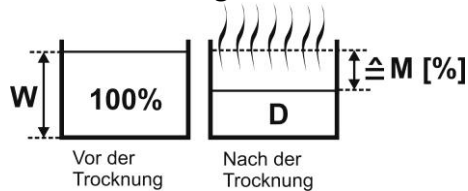
2.3.3 Ergebnisanzeige

Es stehen verschiedene Arten der Ergebnisanzeige zur Verfügung.

g: Restgewicht in Gramm

Angezeigt wird das Gewicht der Probe in Gramm.

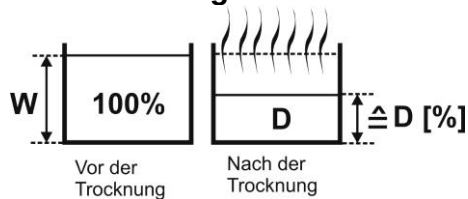
% M: Feuchtegehalt



Angezeigt wird der Feuchtegehalt der Probe in Prozenten des Nassgewichtes
(W = wet weight = Startgewicht = 100%)

$$M [0 \dots -100\%] = \frac{\text{Nassgewicht } W - \text{Trockengewicht } D}{\text{Nassgewicht } W} \times 100\%$$

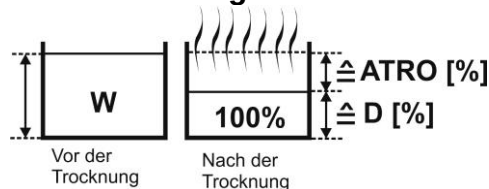
% D: Trockengehalt



Angezeigt wird der Trockengehalt der Probe in Prozenten des Nassgewichtes
(W = wet weight = Startgewicht = 100%)

$$D [100 \dots 0\%] = \frac{\text{Trockengewicht } D}{\text{Nassgewicht } W} \times 100\%$$

ATRO %M: ATRO Feuchtegehalt



Angezeigt wird der Feuchtegehalt der Probe in Prozenten des Trockengewichtes
(D = dry weight = Endgewicht = 100%)

$$ATRO [0 \dots -999\%] = \frac{\text{Nassgewicht } W - \text{Trockengewicht } D}{\text{Trockengewicht } D} \times 100\%$$



ATRO ist eine Einheit, die ausschließlich in der Holzindustrie Anwendung findet.

3 Beispielmessungen mit Halogen-Feuchtebestimmer (KERN DBS 60-3)

3.1 Allgemeines

Grundsätzlich lassen sich die probenspezifischen Parameter meist nur experimentell ermitteln,

oder

Sie orientieren sich an bereits existierenden Normen, firmeninternen Weisungen oder an nachfolgenden Empfehlungen.

Hinweis:

Die Trocknungstemperatur beeinflusst maßgeblich die Messdauer. Sie ist so zu wählen, dass sich die Probe weder zersetzt noch in ihrer chemischen Struktur ändert.

Eine zu tiefe Trocknungstemperatur verlängert unnötig die Trocknungsdauer.

Zu beachten ist auch, dass gewisse Proben bei unterschiedlichen Trocknungstemperaturen unterschiedlich viel Feuchte abgeben können. Dies ist bei Substanzen der Fall, in denen die Feuchte verschieden stark gebunden vorliegt oder solchen, die zu Zersetzungserscheinungen neigen. Minimale Abweichungen können durch das Verändern der Trocknungstemperatur an die Feuchtegehaltswerte des Referenzverfahrens angeglichen werden.

Für die Wahl der Temperatur empfehlen wir folgendes Vorgehen:

- Feuchtegehalte der Probe abschätzen.
- Zersetzungstemperatur der Probe durch Versuche bestimmen
- Vergleich der Messresultate mit dem Referenzverfahren, falls dies existiert.

Wurde zu viel Feuchte abgetrennt, ist die Trocknungstemperatur zu reduzieren. Bei zu tiefen Messresultaten ist möglicherweise die Trocknungstemperatur zu tief oder die Trocknungsdauer war zu kurz.

3.2 Allgemeine Probenhinweise



- Für pastöse Proben wie Ketchup empfiehlt es sich einen Glasfaserfilter (Option) zu verwenden. Dadurch wird die Trocknungszeit reduziert und die Reproduzierbarkeit erhöht.
- Für Flüssigkeiten empfiehlt es sich einen Glasfaserfilter (Option) zu verwenden. Dadurch wird die Trocknungszeit reduziert und die Reproduzierbarkeit erhöht.
- Für dunkelfarbige Proben Trocknungstemperatur so niedrig wie möglich einstellen.

3.3 Spezifische Probenhinweise

Kristallzucker



Bei hoher Trocknungstemperatur kann der Kristallzucker karamellisieren, eine genaue Messung wird dadurch verhindert.

Kunststoffgranulat



Kunststoffgranulat enthält neben dem Polymermaterial, auch weitere flüchtige Bestandteile, die beim Trocknen entweichen. Da die Feuchtigkeit an der Oberfläche des Granulats gemessen werden sollte, wurde die Trocknungstemperatur auf 100°C eingestellt.

Durch die geringe Trocknungstemperatur gestaltete sich die Trocknung schwierig. Im Trocknungsmodus TIME nimmt der Feuchtigkeitsgehalt mit der Zeit offenbar zu, was auf nachfolgende Verdampfung aus dem Inneren des Granulats zurückzuführen ist.

Im Trocknungsmodus AUTO wird die Messzeit reduziert.

Entweichen bei einem Trocknungsprozess neben Feuchtigkeit auch weitere Bestandteile ist für die Messung des absoluten Feuchtegehalts der Halogen-Feuchtebestimmer ungeeignet.

Mais-Silage



Probennahme

Einfluss der Probennahme auf Reproduzierbarkeit:

- Möglichst viele Proben an mehreren Stellen entnehmen und gut durchmischen
- Feuchteaufnahme oder –abgabe während der Probennahme vermeiden
- In luftdichtem Behälter aufbewahren damit sich die Probe während der Lagerung nicht verändert.

Probenvorbereitung

Eine Zerkleinerung der Probe führt zu einer schnelleren und besseren Feuchteabgabe.

- Die Probe mit einem leistungsstarken elektrischen Zerkleinerer (z.B. 1000 Watt) zerkleinern.
- Zügig arbeiten, damit sich die Probe bei der Zerkleinerung nicht erwärmt, dies würde zu einem Feuchteverlust schon während der Vorbereitung führen.
- Für eine hohe Wiederholbarkeit immer die gleiche Probenmenge verwenden, z. B. 5 g.
- Probe gleichmäßig auf der Probenschale verteilen.

Natriumtartrat-Dihydrat

Natriumtartrat-Dihydrat ($\text{NaOOCCH(OH)CH(OH)COONa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ist eine stabile, ungiftige Substanz. Aufgrund ihrer relativ guten Übereinstimmung mit dem theoretischen Feuchtigkeitswert, der sich aus ihrer Molekularformel



[36.03 (zwei Wasser Moleküle) / 230.08 (gesamtes Molekulargewicht) = $15,66 \%$] errechnen lässt, wird sie allgemein als Testsubstanz für Feuchtebestimmer verwendet.

Der gemessene Feuchtigkeitsgehalt von $15,80 \%$ weicht leicht vom theoretischen Wert ($15,66 \%$) ab. Die Ursache hierfür ist z. B. die Absorption von Luftfeuchtigkeit während der Lagerung.

Salz



Da dieses Salz unter Verwendung eines Ionenaustauschharzes gewonnen wurde, enthielt es fast keinen Verunreinigungen. Die Verpackung wurde erst kurz vor der Messung geöffnet, dadurch hatte das Salz keine Feuchtigkeit absorbiert. Der Feuchtigkeitsgehalt war extrem niedrig.

Sägemehl



Die Trocknungstemperatur wurde auf 160°C, eingestellt, da solche Proben sich bei Trocknungstemperaturen von 200°C entzünden können.

Waschpulver



Die Messungen wurden mit handelsüblichem Waschpulver durchgeführt, das blaue Teilchen eines Bleichmittels enthält.

Die Trocknungstemperatur wurde auf geringe 120°C gesetzt, damit das Erscheinungsbild der Probe nach dem Trocknen virtuell gleichbleibt.

Die Verdampfung dauerte nach der vergleichsweise langen Trocknungszeit von 13 Minuten weiter an. Angeblich verdampfen Feuchtigkeit oder ein flüchtiger Bestandteil aus dem Inneren der Reinigungspartikel, aber es ist unklar, welcher Bestandteil verdampft ist.

Die Abschaltbedingung ist 0,05 %. Wird diese Einstellung reduziert, verlängert sich die Messzeit.

Eine Erhöhung der Trocknungstemperatur hat wahrscheinlich eine Zersetzung der Probe zur Folge. Proben, die eine solche graduelle Verdampfung aufweisen, sind schwer zu messen, da das Verhältnis zwischen der Trocknungszeit und der Probenzersetzung bei der Wahl der Messbedingungen berücksichtigt werden muss.

3.4 Nahrungsmittel – Trockenlebensmittel

Nahrungsmittel/ Produkt	Proben- gewicht	Proben- vorbereitung	Einstellung	Abschaltkriterium	Zeit	% MC	Anmerkung
Trockenlebensmittel							
<i>Gersteflocken</i>	5.7 g	Unverändert	Standard, 200°C	AUTO 0.05% (ΔM)	10 min	12,65	Fast keine Änderung, leichte Gelbfärbung
<i>Grüner Tee</i>	5.0 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	9 min	3,76	Fast keine Änderung, nur die glänzend grüne Farbe erscheint gedämpfter.
<i>Haferflocken grob</i>	2.6 g	Unverändert	Standard, 90°C	AUTO 0.05% (ΔM)	12 min	8,75	Fast keine Veränderung
<i>Haselnüsse gemahlen</i>	5 g	Unverändert	Standard, 130°C	AUTO 0.05% (ΔM)	7 min	4,32	Fast keine Veränderung
<i>Kristallzucker*</i>	5 g	Unverändert	Standard, 160°C	TIME	5 min	0,13	Keine Verfärbung, Oberfläche leicht verfestigt
<i>Kaffee gemahlen</i>	5 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	5,5 min	5,4	Keine Verfärbung
<i>Kaffeebohnen ungeröstet</i>	5.0 g	Zermahlen	Standard, 140°C	AUTO 0.05% (ΔM)	17 min	9,32	Oberfläche teilweise verbrannt
<i>Kaffeebohnen geröstet</i>	3g	Zermahlen	Standard, 140°C	AUTO 0.05% (ΔM)	7 min	2,68	Oberfläche teilweise verbrannt
<i>Löslicher Kaffee</i>	1 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	7 min	7,02	Fast keine Veränderung
<i>Löslicher Kaffee</i>	1 g	Unverändert	Standard, 120°C	TIME	10 min	7,43	Fast keine Veränderung
<i>Maisstärke</i>	5 g	Unverändert	Standard, 180°C	AUTO 0.02% (ΔM)	9,5 min	12,17	Fast keine Veränderung
<i>Milchpulver</i>	1.8 g	Unverändert	Standard, 105°C	AUTO 0.05% (ΔM)	6 min	5,89	Fast keine Veränderung
<i>Reis</i>	5.9 g	Unverändert	Standard, 200°C	AUTO 0.05% (ΔM)	14 min	14,48	Gelbfärbung
<i>Speisesalz (NaCl)*</i>	5 g	Unverändert	Standard, 200°C	TIME	10 min	0,083	Fast keine Veränderung
<i>Weizenkleie</i>	2.6 g	Unverändert	Standard, 90°C	AUTO 0.05% (ΔM)	10 min	11,07	Fast keine Veränderung

Produkte die mit einem * gekennzeichnet sind, haben besondere Hinweise in Kapitel 3.3

3.5 Nahrungsmittel – Gebackene/getrocknete Lebensmittel

<i>Nahrungsmittel /Produkt</i>	<i>Proben- gewicht</i>	<i>Proben- vorbereitung</i>	<i>Einstellung</i>	<i>Abschaltkriterium</i>	<i>Zeit</i>	<i>% MC</i>	<i>Anmerkung</i>
<i>Gebackene/getrocknete Lebensmittel</i>							
<i>Äpfel getrocknet</i>	1.4 g	Zerkleinert	Standard 90°C	AUTO 0.02% (ΔM)	5,5 min	3,42	Fast keine Veränderung
<i>Cashewnüsse geröstet</i>	3.8 g	Zerkleinert	Standard 130°C	TIME	15 min	3,7	Fast keine Veränderung
<i>Cranberrys getrocknet</i>	2.6 g	Zerkleinert	Standard 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	17 min	12,02	Fast keine Veränderung
<i>Kartoffelchips</i>	4.1 g	Zerkleinert	Standard, 105°C	AUTO 0.01% (ΔM)	17 min	2,57	Fast keine Veränderung
<i>Mango getrocknet</i>	3.8 g	Zerkleinert	Standard, 120°C	TIME	30 min	8,74	Braunfärbung, äußere Schicht hart, innerer Kern blieb weich
<i>Pflaumen getrocknet</i>	5.3 g	Zerkleinert	Standard 110°C	AUTO 0.05% (ΔM)	46 min	13,69	Fast keine Veränderung

3.6 Nahrungsmittel – Verschiedene Lebensmittel

Nahrungsmittel/ Produkt	Proben- gewicht	Proben- vorbereitung	Einstellung	Abschaltkriterium	Zeit	% MC	Anmerkung
Verschiedene Lebensmittel							
<i>Basilikum (getrocknet)</i>	1 g	Unverändert	Standard 90°C	AUTO 0,05% (ΔM)	6,5 min	8,42	Fast keine Änderung
<i>Kreuzkümmel</i>	2.8 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	9 min	8,57	Fast keine Änderung
<i>Mayonnaise</i>	1 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 160°C	AUTO 0.05% (ΔM)	6,5 min	20,4	leichte Verfärbung Wasser und Öle verdampfen,
<i>Mayonnaise</i>	1 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 160°C	TIME	10 min	20,61	leichte Verfärbung Wasser und Öle verdampfen,
<i>Oregano</i>	1.1 g	Unverändert	Standard, 90°C	AUTO 0.05% (ΔM)	5 min	7,42	Fast keine Veränderung
<i>Paprikapulver</i>	2.8 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	6 min	7,43	Keine Änderung
<i>Palmöl</i>	2.5 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 120°C	TIME	5 min	0,41	Fast keine Veränderung, hat sich vollständig verteilt
<i>Tomatenketchup</i>	2.5 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 140°C	AUTO 0.01% (ΔM)	20 min	69,4	Dunkel verfärbt
<i>Zitroneneis</i>	2.5 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 140°C	TIME	12 min	84,53	Gelbfärbung

3.7 Nahrungsmittel – Milchprodukte

Nahrungsmittel/ Produkt	Proben- gewicht	Proben- vorbereitung	Einstellung	Abschaltkriterium	Zeit	% MC	Anmerkung
Milchprodukte							
<i>Butter</i>	2.3 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	8,5 min	14,43	Veränderung erkennbar
<i>Frischkäse</i>	7.9 g	Unverändert	Standard, 100°C	AUTO 0.10% (ΔM)	56 min	70,3	Fast keine farbliche Veränderung
<i>Hüttenkäse</i>	7.9 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	58 min	75,31	Fast keine farbliche Veränderung
<i>Käse Gouda</i>	1.5 g	Zerkleinert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	28 min	38,48	Fast keine farbliche Veränderung
<i>Milch</i>	1 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 140°C	TIME	10 min	87,66	Nach Trocknung, dünner, gelber Fett- fleck
<i>Milch</i>	1 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 140°C	AUTO 0.05% (ΔM)	7,5 min	87,66	Nach Trocknung, dünner, gelber Fett- fleck
<i>Schmelzkäse Cheddar</i>	1.3 g	Zerkleinert	Standard 120°C	AUTO 0,05% (ΔM)	58 min	29,37	Farbliche Veränderung erkennbar

3.8 Industrieprodukte

<i>Nahrungsmittel /Produkt</i>	Proben- gewicht	Proben- vorbereitung	Einstellung	Abschaltkriterium	Zeit	% MC	Anmerkung
Verschiedenes							
<i>Blumenerde</i>	5 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	15 min	33,4	Fast keine Veränderung
<i>Farbe auf Wasserbasis</i>	1.1 g	Unverändert	Standard, 160°C	AUTO 0.05% (ΔM)	10 min	52,39	Fast keine Veränderung
<i>Geschirrspülmittel</i>	1.5 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	13 min	71,65	Keine Veränderung
<i>Gips</i>	5 g	Unverändert	Standard, 105°C	AUTO 0.01% (ΔM)	10 min	0,76	Keine Veränderung
<i>Handseife</i>	2.5 g	Zerkleinert	Standard, 200°C	TIME	16 min	9,09	Braunfärbung und kleine Bläschen an der Oberfläche
<i>Holzkleber</i>	1.3 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	10 min	48,64	Keine Veränderung
<i>Kleintierstreu</i>	1 g	Unverändert	Standard, 105°C	AUTO 0.05% (ΔM)	3,5 min	10,13	Keine Veränderung
<i>Kunststoffgranulat*</i>	10 g	Unverändert	Standard, 100°C	AUTO 0.05% (ΔM)	2 min	0,07	Messzeit wird reduziert Fast keine Veränderung
<i>Kunststoffgranulat*</i>	10.5 g	Unverändert	Standard, 100°C	TIME	25 min	0,13	Feuchtigkeitsgehalt nimmt zu Fast keine Veränderung
<i>Lippenstift</i>	0.7 g	Unverändert	Standard, 100°C	TIME	3 min	0,73	Nach einer Minute geschmolzen
<i>Mais-Silage*</i>	5 g	Zerkleinert	Standard, 120°C	AUTO 0.01% (ΔM)	22 min	32,74	Fast keine Veränderung
<i>Metallpulver</i>	10 g	Unverändert	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	1 min	0,16	Keine Veränderung
<i>Natriumtartrat-Dihydrat*</i>	5 g	Unverändert	Standard, 160°C	TIME	15 min	15,8	Fast keine Veränderung
<i>Sephacryl</i>	1 g	Unverändert	Standard, 140°C	AUTO 0.05% (ΔM)	10 min	90,22	Keine Veränderung
<i>Schlammkuchen</i>	2.1 g	Unverändert	Standard, 200°C	AUTO 0.05% (ΔM)	21 min	81,55	Volumen reduziert
<i>Sägemehl*</i>	4 g	Unverändert	Standard, 160°C	AUTO 0.02% (ΔM)	8,5 min	34,38	Oberfläche leicht verbrannt, bräunliche Farbe

Produkte die mit einem * gekennzeichnet sind, haben besondere Hinweise in Kapitel 3.3

Nahrungsmittel/ Produkt	Proben- gewicht	Proben- vorbereitung	Einstellung	Abschaltkriterium	Zeit	% MC	Anmerkung
<i>Seife flüssig</i>	1.5 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	11 min	89,27	Keine Veränderung
<i>Tabak</i>	2.6 g	Unverändert	Standard, 95°C	TIME	20 min	10	Keine Veränderung
<i>Toner</i>	3.1 g	Unverändert	Schontrocknung, 100°C	TIME	5 min + 2 min	0,71	5 min Aufheizzeit Geschmolzen mit verkrusteter Oberfläche
<i>Waschmittel flüssig</i>	1.9 g	Glasfaserfilter gleich- mäßig verteilen	Standard, 120°C	AUTO 0.05% (ΔM)	22 min	57,49	Keine Veränderung
<i>Waschpulver*</i>	5 g	Unverändert	Standard, 160°C	AUTO 0.05% (ΔM)	13 min	9,79	Fast keine Veränderung

*Produkte die mit einem * gekennzeichnet sind, haben besondere Hinweise in Kapitel 3.3*