



**TEKNOLOGISK
INSTITUT**

Måling af vandindhold Teknologier og udfordringer

Claus Melvad



Indhold

- Tre definitioner af vandindhold
- Oversigt over 14 målemetoder
- Vurdering af begrænsninger, usikkerheder og fejlbidrag
- Plan for fremtidigt arbejde



Definition af vandindhold

Vandindhold defineres aktuelt enten volumetrisk eller gravimetrisk:

□ Volumetrisk:
$$\theta = \frac{V_{\text{vand}}}{V_{\text{materiale}} + V_{\text{luft}} + V_{\text{vand}}}$$
 Anvendes primært i Karl Fischer-metoden - er en smule uheldig, fordi luftindholdet indgår.

□ Gravimetrisk (wet basis):
$$u = \frac{m_{\text{vand}}}{m_{\text{våd}}} = \frac{m_{\text{våd}} - m_{\text{tør}}}{m_{\text{våd}}}$$

□ Gravimetrisk (dry basis):
$$u = \frac{m_{\text{vand}}}{m_{\text{tør}}} = \frac{m_{\text{våd}} - m_{\text{tør}}}{m_{\text{tør}}}$$

Definitionerne skelner ikke mellem det frie og det bundne vand, men det gør måleudstyret, kalibreringsmetoderne, tørreprocesserne og anvendelsen.

Desuden er det svært for nogle metoder at skelne mellem vand og andre væsker.



Målemetoder - kategorisering

- Direkte vs. indirekte
- Real-time & in-line vs. prøveudtagning
- Destruktive tests (ikke repeterbare)



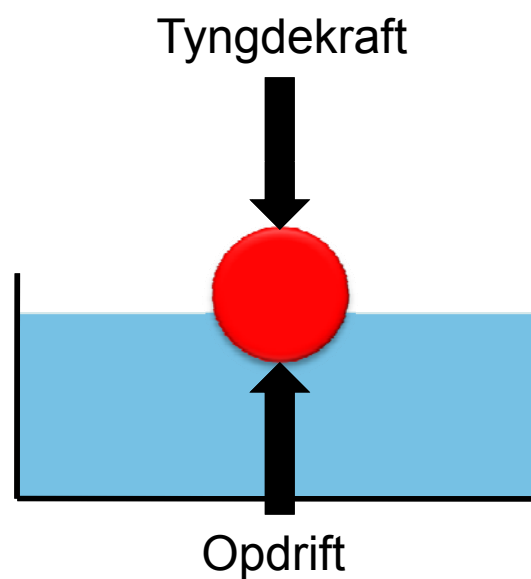
Vejledende oversigt for måling af vandindhold i materialer (1)

	Direkte	Indirekte
Real-time & in-line		Nær infrarød refleksion (NIR) Mikrobølge absorption Højfrekvens (HF)
Prøveudtagning	Måling af vandoptagelse Veje-tørre-veje Karl Fischer Titrering Termogravimetrisk analyse (TGA)	Ultralyd Tidsdomæne reflektometri (TDR) Elektrisk ledningsevne Elektrisk kapacitans
		Dielektrisk spektroskopi Kernemagnetisk resonans (NMR) %rh målinger under konstante forhold



Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)





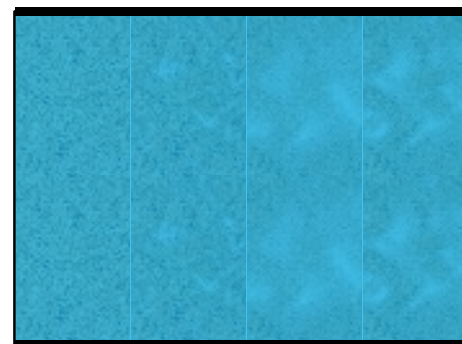
Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)

En homogen prøve med
uhomogent vandindhold



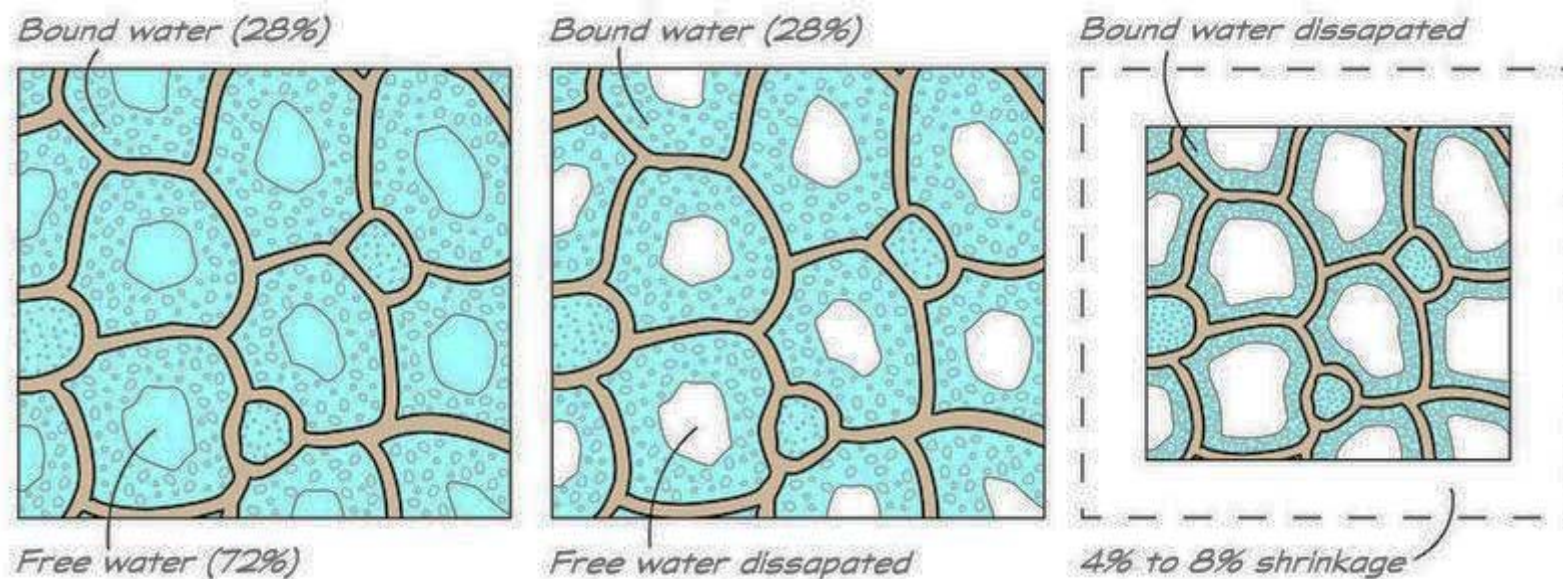
En uhomogen prøve med
homogent vandindhold





Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)
- Forskel mellem frit og bundet vand (ukendt)



Billedreference:

http://workshopcompanion.com/KnowHow/Design/Nature_of_Wood/2_Wood_Movement/2_Wood_Movement.htm



Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)
- Forskel mellem frit og bundet vand (ukendt)
- Korrelation med olier (afhængig af prøve)



Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)
- Forskel mellem frit og bundet vand (ukendt)
- Korrelation med olier (afhængig af prøve)
- Materialeafhængighed (1-2 % + korrektion)

Forskellige materialer = forskellige egenskaber





Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)
- Forskel mellem frit og bundet vand (ukendt)
- Korrelation med olier (afhængig af prøve)
- Materialeafhængighed (1-2 % + korrektion)
- Kondens på prøven (afhængig af målemetode)





Generelle fejlkilder

- Manglende korrektion for opdrift ved vejning (2 %)
- Uhomogen prøve og vandindhold (ukendt)
- Forskel mellem frit og bundet vand (ukendt)
- Korrelation med olier (afhængig af prøve)
- Materialeafhængighed (1-2 % + korrektion)
- Kondens på prøven (afhængig af målemetode)
- Prøvehåndtering (største)





Vejledende oversigt for måling af vandindhold i materialer (2)

Metode	Måleområde Wet-basis	Oplyst måleusikkerhed	Restriktioner og muligheder
Nær infrarød refleksion (NIR) Absorption/refleksion af infrarødt lys med en bestemt bølgelængde korreleres med vandindholdet	0-100 %	$\pm 0,1 - 0,5 \%$	i. Måler kun få millimeter ind i materialet ii. Reflektive eller meget mørke overflader kan volde problemer iii. Vha. spektroskopi kan andre materialeparametre måles iv. Kan i nogle tilfælde skelne mellem frit og bundet vand
Mikrobølge absorption Absorption/refleksion af elektromagnetiske bølger i mikrobølgeområdet måles og relateres til vandindholdet	0-100 % (lab) 3-45 % (in-line)	$\pm 0,1 - 2 \%$	i. Generelt materialeafhængig ii. Temperaturafhængig
Højfrekvens (HF)	0-100 %	$\pm 0,1 - 2 \%$	i. Materialeafhængig ii. Temperaturafhængig iii. Densitetsafhængig iv. Høj opløsning

Referencer:

NPL Report CMAM 20, S.A.Bell, "A study of the requirement for standards for the measurement of moisture in solid materials" 1998.
NPL Report ENG 7, P.A.Carroll, S.A.Bell, "Needs for NMS support for measurements of moisture in materials" 2008.



Vejledende oversigt for måling af vandindhold i materialer (3)

Metode	Måleområde Wet-basis	Oplyst måleusikkerhed	Restriktioner og muligheder
Tidsdomæne reflektometri (TDR) En elektromagnetisk bølge fra en step puls sendes ind i materialet. Det reflekterede signals transmissionstid og størrelse måles.	0-70 %	$\pm 1 - 3 \%$	i. En probe skal stikkes ind i materialet
Elektrisk ledningsevne Strøm (AC eller DC) ledes gennem materialet imellem to elektroder	0-25 %	Måler blot tilstedeværelsen af vandige opløsninger	i. "Rent" vand leder ikke strøm ii. Påvirkes af alt strømledende iii. En probe skal stikkes ind i materialet iv. Påvirkes af uhomogenitet
Elektrisk kapacitans Den dielektriske permittivitet måles	0-30 %	$\pm 1 \%$	i. Densitetsafhængig ii. Geometriaafhængig iii. Overfladeeffekter påvirker målingen

Referencer:

NPL Report CMAM 20, S.A.Bell, "A study of the requirement for standards for the measurement of moisture in solid materials" 1998.
NPL Report ENG 7, P.A.Carroll, S.A.Bell, "Needs for NMS support for measurements of moisture in materials" 2008.



Vejledende oversigt for måling af vandindhold i materialer (4)

Metode	Måleområde Wet-basis	Oplyst måleusikkerhed	Restriktioner og muligheder
Kernemagnetisk resonans (NMR)	0-100 %	± 1 %	i. Påvirkes af andet hydrogenindhold samt olier. Pulserende NMR kan være vand-specifik. ii. Kan skelne mellem bundet og frit vand.
%rh målinger under konstante forhold			i. I nogle tilfælde kan der empirisk findes en sammenhæng mellem vandindhold og %rh
Dielektrisk spektroskopi Den dielektriske permittivitet måles ved flere frekvenser	Stadig primært på forskningsniveau		i. Prøver at skelne mellem det frie og det bundne vand ii. Temperaturafhængig
Ultralyd Resonansfrekvensen måles	Stadig primært på forskningsniveau		i. Kun på faste materialer – primært træ ii. Materialeafhængig

Referencer:

NPL Report CMAM 20, S.A.Bell, "A study of the requirement for standards for the measurement of moisture in solid materials" 1998.
NPL Report ENG 7, P.A.Carroll, S.A.Bell, "Needs for NMS support for measurements of moisture in materials" 2008.



Vejledende oversigt for måling af vandindhold i materialer (5)

Metode	Måleområde Wet-basis	Oplyst måleusikkerhed	Restriktioner og muligheder
Veje-tørre-veje	0-100 %	Generelt ikke oplyst	i. Måler alt, der fjerner sig fra prøveemnet, så vil typisk måle for højt ii. Vil fordampe en ukendt mængde af det bundne vand
Termogravimetrisk analyse (TGA)	0-100 %	Generelt ikke oplyst	i. Måler alt, der fjerner sig fra prøveemnet, så vil typisk måle for højt ii. Kan bedre skelne mellem bundet og frit vand
Karl Fischer Titrering Materialet kværnes og opløses i en kemisk blanding	0-100 %	$\pm 0,5 - 1 \% \cdot \theta$	i. Anvendes primært til måling af vandindhold i væsker ii. Vandindholdet ændres, når materialet kværnes iii. Ikke fuldstændigt kværnet materiale frigiver ikke alt sit vandindhold iv. Nogle materialer kan ikke anvendes, fordi de resulterer i en kemisk reaktion v. Brandfarlig og afgiver giftige dampe

Referencer:

NPL Report CMAM 20, S.A.Bell, "A study of the requirement for standards for the measurement of moisture in solid materials" 1998.
NPL Report ENG 7, P.A.Carroll, S.A.Bell, "Needs for NMS support for measurements of moisture in materials" 2008.



Plan for fremtidigt arbejde

- **Mikrobølgebaseret måling**
 - i. Opnåelig nøjagtighed
 - ii. Forskellige materialer og forskellige metoder
 - iii. Uhomogenitet
 - iv. Skelne mellem frit og bundet vand

- **Setup til kalibrering af vandindhold (sporbart?)**
 - i. Transferstandard
 - 1. Kalibreres ved frysning
 - 2. Kalibreres ved vejning-vandtilførsel-vejning
 - ii. Referencematerialer

- **Feedback ønskes**



**TEKNOLOGISK
INSTITUT**

Tak for jeres opmærksomhed

For yderligere information kontakt:



Claus Melvad
Konsulent og projektleder
cmd@teknologisk.dk
+45 7220 2098