

Bodem

Bepaling van het gehalte aan carbonaten in grond Volumetrische methode

NEDERLANDSE
NORM

NEN 5757

Soil – Determination of carbonates content in soil – Volumetric method

1e druk, oktober 1991

1 Onderwerp

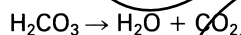
Deze norm beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan carbonaten in grond.

2 Toepassingsgebied

Deze norm is van toepassing op alle soorten grondmonsters, die zijn voorbehandeld volgens NEN 5751.

3 Beginsel

Aan grond wordt zoutzuur toegevoegd, waardoor de aanwezige carbonaten ontleden. De reactie luidt in vereenvoudigde vorm als volgt (Me staat voor een metaalatom):



Het volume van het geproduceerde koolstofdioxide wordt gemeten met behulp van een Scheiblerapparaat [2] (5.1) en vergeleken met het volume koolstofdioxide, afkomstig van een op dezelfde wijze behandelde hoeveelheid zuiver calciumcarbonaat. Om te voorkomen dat moet worden gecorrigeerd voor verschillen in temperatuur en druk, worden alle bepalingen onder dezelfde omstandigheden uitgevoerd.

Opmerkingen

- Het gehalte aan carbonaten wordt uitgedrukt als een equivalent gehalte aan calciumcarbonaat. In feite worden alle carbonaten en bicarbonaten bepaald die in grondmonsters kunnen voorkomen. Veel voorkomende carbonaten zijn calciet en aragoniet (CaCO_3), dolomiet ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), sideriet (FeCO_3) en rhodochrosiet (MnCO_3). In gronden gelegen in droge (aride) gebieden, kan soda ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) voorkomen.
- Andere geproduceerde gassen (bijv. waterstofsulfide in anaërobe sulfidehoudende grondmonsters) leiden tot een overschatting van het gehalte aan carbonaten. In deze gevallen dient het geproduceerde gas te worden gezuiverd en daarna dient het geproduceerde koolstofdioxide op een andere manier te worden gekwantificeerd [1].

4 Reagentia

Gebruik uitsluitend reagentia van analysekwaliteit.

- Water met een soortelijke geleiding van ten hoogste 0,2 mS/m bij 25 °C en een pH > 5,6.
- Zoutzuur, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.
Verdun 340 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) tot 1000 ml met water (4.1).
- Calciumcarbonaat, CaCO_3 , vast.

5 Toestellen en glaswerk

- Scheiblerapparaat, aangepast voor seriewerk (zie figuur 1).

Een voorbeeld van een enkelvoudig apparaat met de situatie van het niveau in de buizen voor en na de meting is weergegeven in figuur 2.

Opmerkingen

- Hier is uitgegaan van een gekalibreerde glazen U-vormige buis met een volume van $2 \times 100 \text{ ml}$. Het gebruik van buizen met een volume van $2 \times 50 \text{ ml}$ is ook mogelijk. In dit laatste geval dient de hoeveelheid in bewerking te nemen analysemonster te worden aangepast.
 - De temperatuur van het water in het systeem moet gelijk zijn aan de omgevingstemperatuur.
 - Indien slechts enkele monsters worden geanalyseerd, kan worden volstaan met ten minste 5 enkelvoudige Scheiblerapparaten. De reactievaten kunnen dan met de hand worden geschud. In dit laatste geval moet rekening worden gehouden met temperatuurvariaties in de lucht van de reactievaten.
 - Door het waterniveau in de linkerbuis (zie figuur 2) naar beneden te brengen met gesloten kraan, wordt in de rechterbuis een onderdruk aangebracht. Door deze onderdruk enige tijd te laten bestaan kan het systeem op lekken worden gecontroleerd.
- Analytische balans, afleesbaar tot op ten minste 0,1 mg.
 - Reactievaten, inhoud 150 ml, met wijde mond.
 - Kunststof vaatje (inhoud ca. 10 ml), dat de hals van het reactievat (5.3) kan passeren.

7.2 Meting

Bepalingen aan monsters, blanco's en calciumcarbonaat als standaard dienen gelijktijdig te worden uitgevoerd in een ruimte waarin geen grote ruimtelijke temperatuurverschillen bestaan (minder dan 4 °C). Voer per serie bepalingen 2 blancobepalingen en twee bepalingen met 0,2 en 0,4 g calciumcarbonaat (4.3) uit voor de kalibratie.

Weeg van het laboratoriummonster de volgens de oriënterende bepaling benodigde hoeveelheid analysemonster (zie 7.1 en tabel 1) af tot op 1 mg nauwkeurig. Breng de afgewogen hoeveelheid over in een reactievat (5.3) en voeg 20 ml water (4.1) toe. Weeg voor de kalibratie tevens 0,2 en 0,4 g calciumcarbonaat (4.3) af tot op 1 mg nauwkeurig en breng dit over in reactievaten (5.3); voeg 20 ml water toe. Neem voor blancobepalingen alleen 20 ml water in bewerking.

Zet de reactievaten voor het Scheiblerapparaat (5.1 en figuur 1) en wel zodanig dat blanco's en standaarden gelijkmatig over de schudbalk zijn verdeeld. Breng door openen van de kranen D₁ en D₂ de vloeistofspiegels in de gasbuizen E bij monsters en standaarden op 3 ml en bij blanco's op 20 en 80 ml. Sluit vervolgens kraan D₂.

Vul het kunststof vaatje (5.4) met 7 ml zoutzuur (4.2) en breng dit, zonder morsen, met een pincet (5.5) in het reactievat met het analysemonster. Zorg ervoor dat geen zoutzuur met het monster in contact komt voordat het reactievat aan het Scheiblerapparaat is aangesloten.

Bevochtig de rubberstoppen van het apparaat met water en bevestig de vaten aan de rubberstoppen. Sluit kraan D₁ en controleer nogmaals de stand van de buizen. Laat voorzichtig het zoutzuur uit het vaatje (5.4) op het monster stromen door het reactievat schuin te houden. Het geproduceerde gas zal het water-niveau in de ene buis laten dalen en in de andere buis laten stijgen. Laat nu 1 h schudden. Zorg dat tijdens het schudden het niveauverschil in beide buizen niet meer bedraagt dan 3 ml door openen van kraan D₂. Breng na afloop van het schudden de waterniveaus in beide buizen op gelijke hoogte en lees de gasvolumes op de gekalibreerde buis af tot op 0,1 ml.

Opmerkingen

1. De volumeverandering tijdens de bepaling van de blanco mag niet meer dan 1,0 ml bedragen.
2. Bij grond met een hoog gehalte aan organische stof moet meer water worden toegevoegd.

8 Berekening

Bereken de volumeverandering voor het analysemonster (V_1), de gemiddelde volumeverandering voor de beide kalibratiebepalingen met calciumcarbonaat (V_2) en de blanco's (V_3) door van de eindstand in de gekalibreerde buis de beginstand af te trekken.

Het carbonaatgehalte van het analysemonster wordt berekend volgens:

$$\rho(\text{CaCO}_3) = 1000 \times \frac{m_2 \times (V_1 - V_3)}{m_1 \times (V_2 - V_3)} \times \frac{(100 + w)}{100}$$

waarin:

- $\rho(\text{CaCO}_3)$ is het carbonaatgehalte van de grond uitgedrukt als equivalent gehalte aan calciumcarbonaat, in g/kg op basis van stoofdrome grond;
- m_1 is de massa van het analysemonster, in g;
- m_2 is de gemiddelde massa van de voor de kalibratie gebruikte hoeveelheden calciumcarbonaat, in g;
- V_1 is het volume koolstofdioxide ontwikkeld door het analysemonster, in ml;
- V_2 is het gemiddeld volume koolstofdioxide ontwikkeld bij de kalibratiebepalingen met calciumcarbonaat, in ml;
- V_3 is de gemiddelde volumeverandering bij de blanco's (deze kan ook een negatieve waarde hebben), in ml;
- w is het vochtgehalte, in % (m/m) op basis van stoofdrome grond, bepaald volgens NEN 5748.

Rond de uitkomst af tot op een geheel getal.

9 Herhaalbaarheid

Het verschil tussen twee enkelvoudige meetresultaten die in herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen, mag niet groter zijn dan de in tabel 2 gegeven waarden.

Opmerking

Onder herhaalbaarheidsomstandigheden worden in overeenstemming met NEN-ISO 5725 verstaan omstandigheden waarin onderling onafhankelijk meetresultaten worden verkregen bij toepassing van dezelfde methode op identiek monstermateriaal in hetzelfde laboratorium door dezelfde persoon met dezelfde apparatuur binnen een kort tijdsbestek.

Tabel 2 – Herhaalbaarheid

carbonaatgehalte g/kg		toelaatbaar verschil
groter dan	tot en met	
0,0	50,0	3 g/kg
50,0	150,0	6 g/kg
150,0	180,0	9 g/kg
180,0	–	5 % van het gemiddelde van de twee resultaten

10 Verslag

Vermeld in het verslag:

- a. de gegevens die noodzakelijk zijn voor het identificeren van het monster;
- b. de toegepaste methode: volgens NEN 5757;
- c. het gevonden gehalte aan carbonaten, in g/kg, afgerond tot op een geheel getal en berekend op basis van stoofdroge grond;
- d. eventuele bijzonderheden tijdens de bepaling waargenomen;
- e. alle niet in de norm voorgeschreven handelingen die het resultaat kunnen hebben beïnvloed.

11 Literatuur

- [1] Allison, L.E., Wet combustion apparatus and procedure for organic and inorganic carbon in soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 24 (1960), 36-40.
- [2] Bruin, P., Enige ervaringen bij de bepaling van het gehalte van grond aan koolzure kalk volgens de methode Scheibler. Chem. Weekblad 34 (1937), 755-759.

Preview
 NEN 5757

Bestelformulier

NEN

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft

NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NEN 5757:1991 nl Bodem - Bepaling van het gehalte aan carbonaten
in grond - Volumetrische methode € 24.20

**Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via
www.nen.nl/normshop**

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen, normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Retourneren

Fax: (015) 2 690 271
E-mail: klantenservice@nen.nl
Post: NEN Standards Products & Services,
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft
(geen postzegel nodig).

Gegevens

Bedrijf / Instelling _____

T.a.v. _____ O M O V

E-mail _____

Klantnummer NEN _____

Uw ordernummer _____

BTW nummer _____

Postbus / Adres _____

Postcode _____

Plaats _____

Telefoon _____

Fax _____

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres _____

Postcode _____

Plaats _____

Datum _____

Handtekening _____

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2016, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon (015) 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.