



Calcimeter

Handleiding



Meet the difference

Inhoud

Over deze gebruiksaanwijzing.....	3
1. Inleiding	3
2. Informatie vooraf	4
3. Testen op lekkage	4
4. Benodigde stoffen	4
5. Voorbereiding	5
6. De meting.....	5
6.1 Blanco bepalingen	5
6.2 Kalibratie.....	6
6.3 Grondmonster (analysemonster)	6
7. Opmerkingen	7
8. Berekening.....	7
9. Herhaalbaarheid	8
10. NEN normen	8

Over deze gebruiksaanwijzing



Wanneer tekst volgt op een markering (zoals links afgebeeld) betekent dit dat er een belangrijke aanwijzing volgt.



Wanneer tekst volgt op een markering (zoals links afgebeeld) betekent dit dat er een belangrijke waarschuwing volgt die duidt op gevaar voor letsel voor de gebruiker of beschadiging van het apparaat. N.B. De gebruiker is ten alle tijd zelf verantwoordelijk voor voldoende persoonlijke bescherming

Text

Cursief aangegeven tekst betekent dat de tekst letterlijk op het beeldscherm of het apparaat staat.

1. Inleiding

Het carbonaatgehalte van de bodem is een zekere maat voor de vruchtbaarheid van de bodem. Om het te bepalen heeft Eijkelkamp in samenwerking met Nederlandse onderzoeksinstituten een calcimeter ontwikkeld die voldoet aan de norm NEN-ISO 10693.

De calcimeter van Eijkelkamp is geschikt voor de gelijktijdige bepaling van het carbonaatgehalte in 5 monsters. De calcimeter werkt volgens de methode van Scheibler. Daarbij wordt het carbonaatgehalte van de bodem op volumetrische wijze bepaald. De in het monster aanwezige carbonaten worden omgezet in CO_2 door zoutzuur toe te voegen. Als gevolg van de vrijkomende CO_2 stijgt het water in de buret (maatverdeling in ml) die wordt belucht. Het verschil in niveau is een indicatie van de hoeveelheid vrijgekomen CO_2 , waaruit het carbonaatgehalte kan worden berekend. Dit gehalte wordt uitgedrukt in equivalenten calciumcarbonaat.

Voordelen in vergelijking met andere methoden (zoals die van Wesemael en Anderson) zijn:

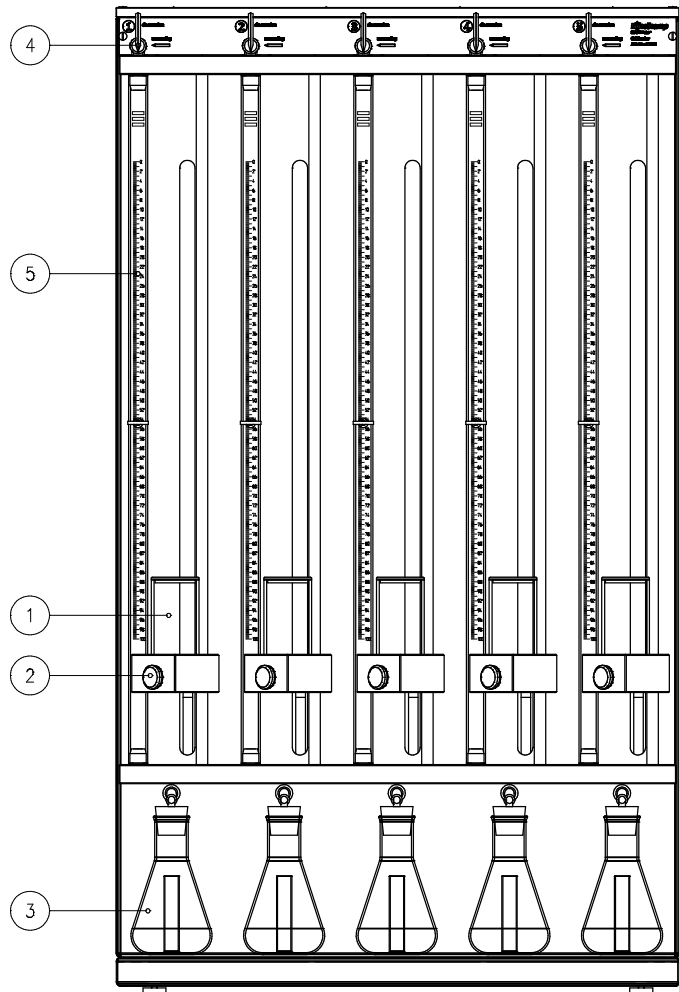
- Geen oven nodig om de silicagel te drogen.
- Geen andere chemicaliën nodig.
- Geen lange wachttijden.
- Geen zeer nauwkeurige weeginstrumenten nodig.
- Minder kwetsbare glazen onderdelen.
- Het is gemakkelijker het gehalte op volumetrische wijze te bepalen dan door het gas te wegen.

2. Informatie vooraf

Het apparaat (zie tekening):

- Boven op het apparaat zitten tweewegkranen (4), deze werken als volgt:
 - Door de handel naar boven te draaien worden zowel reactievat (3) als buret (5) ontluicht; dit is de ontluichtstand.
 - Door de handel horizontaal te zetten wordt de ontluchting afgesloten en is het reactievat verbonden met de buret; dit is de meet- en tevens de teststand.
- De buffervaten (1) kunnen op en neer bewogen worden door de bufferhouder vast te pakken en met de duim de zwarte knop (2) in te drukken. De blokkering van het buffervat is nu opgeheven en het vat kan verschoven worden.
- Voor de meting moeten de buretten gevuld zijn met water. Hiervoor moeten de buffervaten in de hoogste stand geschoven worden (kraan in ontluichtstand). Nu kan er water in de vaten gegoten worden, dit stroomt vanzelf de buret in. Verwijder gevangen luchtballen door het buffervat een paar keer op en neer te bewegen.

Met het buffervat in de hoogste stand moet er water toegevoegd worden tot het niveau in de buret tot 0 ml gestegen is.



 **Verwijder overtollig water daar dit problemen kan veroorzaken.**

3. Testen op lekkage

Sluit de buret door de kraan in de teststand te draaien met het buffervat in de bovenste positie. Sluit de siliconen dop aan op de lege Erlenmeyer en breng nu het buffervat helemaal naar beneden. In de buret ontstaat nu onderdruk. Na 60 minuten wachttijd mag het waterniveau niet meer dan 0,5 cm zakken. De test moet worden uitgevoerd bij gelijkblijvende temperatuur en luchtdruk.

4. Benodigde stoffen

- Monstermateriaal (grond) voorbehandeld luchtdroog en gezeefd volgens ISO 11464, waarbij uitgegaan moet worden van de fractie deeltjes kleiner dan of gelijk aan 2 mm. Bepaal in een deelmonster het vochtgehalte volgens NEN-ISO 11465.
- Calciumcarbonaat (CaCO_3) poeder.
- Zoutzuur $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.
Verdun 340 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) met water tot 1000 ml.
- Water van analysekwaliteit: met een soortelijke geleiding van ten hoogste $0,2 \text{ mS/m}$ bij $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (volgens kwaliteitsgraad 2 zoals genoemd in ISO 3696).

5. Voorbereiding

Een deel van het laboratoriummonster (ca. 2,5 gr) wordt, voor een oriënterende bepaling, op een horlogeglas behandeld met ca. 1 ml zoutzuur. Het carbonaatgehalte wordt geschat aan de hand van de mate van en tijdsduur van het bruisen. Aan de hand van deze schattingen wordt de hoeveelheid analysemonster bepaald, die in bewerking dient te worden genomen.

Zie NEN-ISO-10693 blz. 4, paragraaf 7.1.

Intensiteit van het bruisen	Carbonaatgehalte g/kg	Massa van de test hoeveelheid g
Niet of zeer beperkt	<20	10
Duidelijk, maar voor korte tijd	20 tot 80	5
Sterk, voor langere tijd	80 tot 160	2,5
Zeer sterk, voor langere tijd	>160	≤ 1

6. De meting

Vul een reactievat met een beetje calciumcarbonaat (CaCO_3). Plaats het reageerbuisje met zoutzuur in het reactievat, sluit het reactievat met de stop. Zet de kraan in de meetstand en door het reactievat schuin te houden, stroomt het zoutzuur uit het reageerbuisje over het Calciumcarbonaat (CaCO_3), waardoor de reactie op gang komt.

Laat dit een dag staan zodat het water in de buret verzadigd raakt met CO_2 .

Voer per serie metingen 2 blancobepalingen uit (ter verkrijging van een nul/referentie-waarde) en 2 bepalingen van 0,2 en 0,4 g CaCO_3 voor de kalibratie.



De metingen dienen bij voorkeur in een temperatuurgecontroleerde ruimte plaats te vinden (temperatuurverschillen kunnen de metingen significant beïnvloeden).

6.1 Blanco bepalingen

Vul voor de blancobepalingen 2 reactievaten met 20 ml water. De bepalingen van monsters en standaarden beginnen met een startniveau van 3 ml, dit wordt ingesteld m.b.v. de buffervaten. Het startniveau van 3 ml is nodig om stijgen van het waterniveau in de buret mogelijk te maken. Dit kan in de praktijk een enkele keer voorkomen als er bijna geen CO_2 vrij komt, maar er wel iets wordt opgenomen.

De bepaling van de blanco's begint met startwaarden 20 en 80 ml.

De hoofdreden hiervoor is dat er verschillen in de meetwaarden onder en boven in de buret kunnen ontstaan door bijv. diffusie of drukverschil. Met de twee verschillende niveau's kan hiervoor een redelijk gemiddelde genomen worden. Zet de reactievaten op de calcimeter, zodat ze niet meer verplaatst hoeven worden. Vul nu een klein reageerbuisje met 7 ml zoutzuur en plaats dit met een pincet in een reactievat.



Er mag geen zuur gemorst worden op de te bemeten stof, voordat de stop op het reactievat zit en de kraan in de meetstand staat. Bevochtig de stop voordat deze op het reactievat geplaatst wordt. Draai vervolgens de kraan naar beneden in de meetstand. Doe dit bij elk reactievat.

Door het reactievat schuin te houden, stroomt het zoutzuur uit het reageerbuisje over de te bemeten stof, waardoor de reactie op gang komt. Het geproduceerde gas zal het vloeistofniveau in de buret doen zakken en in het buffervat doen stijgen. Laat dit niveauverschil niet groter worden dan 3 ml. Zou dit verschil groter

worden, dan komt de CO_2 onder druk te staan, wat oplossen hiervan in water bevordert. Dit kan weer een onnauwkeuriger resultaat tot gevolg hebben.

Schud af en toe het reactievat om de reactie volledig te laten verlopen. Schud gedurende 5 minuten. Als het volume dan niet meer varieert, kan het volume genoteerd worden. Als het volume toch nog varieert, dan dient verder te worden geschud, totdat het volume stabiel is, maar niet langer dan 1 uur.

6.2 Kalibratie

Weeg voor de kalibratie 0,2 en 0,4 g (gedroogd) CaCO_3 af, op 1 mg nauwkeurig, breng dit over in 2 reactievaten en voeg bij elk 20 ml water toe.

De bepalingen van monsters en standaarden beginnen met een startniveau van 3 ml, dit wordt ingesteld m.b.v. de buffervaten.

Het startniveau van 3 ml is nodig om stijgen van het waterniveau in de buret mogelijk te maken. Dit kan in de praktijk een enkele keer voorkomen als er bijna geen CO_2 vrij komt, maar er wel iets wordt opgenomen. Zet de reactievaten op de calcimeter, zodat ze niet meer verplaatst hoeven worden.

Vul nu een klein reageerbuisje met 7 ml zoutzuur en plaats dit met een pincet in een reactievat.



Er mag geen zuur gemorst worden op de te bemeten stof, voordat de stop op het reactievat zit en de kraan in de meetstand staat. Bevochtig de stop voordat deze op het reactievat geplaatst wordt. Draai vervolgens de kraan naar beneden in de meetstand. Doe dit bij elk reactievat.

Door het reactievat schuin te houden, stroomt het zoutzuur uit het reageerbuisje over de te bemeten stof, waardoor de reactie op gang komt. Het geproduceerde gas zal het vloeistofniveau in de buret doen zakken en in het buffervat doen stijgen. Laat dit niveauverschil niet groter worden dan 3 ml. Zou dit verschil groter worden, dan komt de CO_2 onder druk te staan, wat oplossen hiervan in water bevordert. Dit kan weer een onnauwkeuriger resultaat tot gevolg hebben. Schudt af en toe het reactievat om de reactie volledig te laten verlopen.

Schud gedurende 5 minuten. Als het volume dan niet meer varieert, kan het volume genoteerd worden. Als het volume toch nog varieert, dan dient verder te worden geschud, totdat het volume stabiel is, maar niet langer dan 1 uur. (de waarden die gemeten worden liggen rond 40 en 80 ml CO_2).

6.3 Grondmonster (analysemonster)

Weeg van het voorbehandelde monstermateriaal, op 1 mg nauwkeurig, de juiste hoeveelheid af volgens de oriënterende bepaling. Breng deze hoeveelheid over in een reactievat en voeg 20 ml water toe.

Zet de reactievaten op de calcimeter, zodat ze niet meer verplaatst hoeven worden.

Vul nu een klein reageerbuisje met 7 ml zoutzuur en plaats dit met een pincet in een reactievat.



Er mag geen zuur gemorst worden op de te bemeten stof, voordat de stop op het reactievat zit en de kraan in de meetstand staat. Bevochtig de stop voordat deze op het reactievat geplaatst wordt. Draai vervolgens de kraan naar beneden in de meetstand. Doe dit bij elk reactievat.

Door het reactievat schuin te houden, stroomt het zoutzuur uit het reageerbuisje over de te bemeten stof, waardoor de reactie op gang komt. Het geproduceerde gas zal het vloeistofniveau in de buret doen zakken en in het buffervat doen stijgen. Laat dit niveauverschil niet groter worden dan 3 ml. Zou dit verschil groter worden, dan komt de CO_2 onder druk te staan, wat oplossen hiervan in water bevordert. Dit kan weer een onnauwkeuriger resultaat tot gevolg hebben. Schudt af en toe het reactievat om de reactie volledig te laten verlopen.

Schud gedurende 5 minuten. Als het volume dan niet meer varieert, kan het volume genoteerd worden. Als het volume toch nog varieert, dan dient verder te worden geschud, totdat het volume stabiel is, maar niet langer dan 1 uur.

Bij grond met moeilijk oplosbare carbonaten, zoals bijv. schelpen kan dit wat langer duren. Als maatstaf kan aangehouden worden, dat wanneer het bruisen niet meer waarneembaar is, de reactie afgelopen is. Breng

de niveaus in buret en buffervat op gelijke hoogte en lees het niveau af. Als dit voor alle 5 reactievaten gedaan is, is de meting klaar.

7. Opmerkingen

- De volumeverandering tijdens de bepaling van de blanco's mag niet meer bedragen dan 1,0 ml.
- Bij grond met een hoog gehalte aan organische stof moet meer water worden toegevoegd.
- Andere geproduceerde gassen (bijv. waterstofsulfide in anaërobe sulfidehoudende grond) leiden tot een overschatting van het gehalte aan carbonaten. In deze gevallen dient het geproduceerde gas gezuiverd te worden, waarna het geproduceerde CO₂ op een andere manier gekwantificeerd dient te worden.



Bij het reinigen van het apparaat (zeker bij de kunststofonderdelen) geen oplos-/reinigingsmiddelen gebruiken.

8. Berekening

Voor de berekening van de volumeverandering voor het analysemonster, de gemiddelde volumeverandering voor de beide kalibratiebepalingen met calciumcarbonaat en de blanco's wordt van de eindstand in de gekalibreerde buis de beginstand afgetrokken. Formule afkomstig uit NEN-ISO 10693 blz. 5, paragraaf 8.

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:

$$w(\text{CaCO}_3) = 1000 \times \frac{m_2 (V_1 - V_3)}{m_1 (V_2 - V_3)} \times \frac{100 + w(\text{H}_2\text{O})}{100}$$

Waarin

- $w(\text{CaCO}_3)$ = het carbonaatgehalte van de grond uitgedrukt in grammen per kilogram op basis van stoofdroge grond
- m_1 = de massa van het analysemonster in gr.
- m_2 = de gemiddelde massa van de voor de kalibratie gebruikte hoeveelheden calciumcarbonaat, in gr.
- V_1 = het volume koolstofdioxide ontwikkeld door het analysemonster in ml.
- V_2 = het gemiddeld volume koolstofdioxide ontwikkeld bij de kalibratiebepalingen met calciumcarbonaat in ml.
- V_3 = de gemiddelde volumeverandering bij de blanco's in ml. (deze kan ook een negatieve waarde hebben)
- $w(\text{H}_2\text{O})$ = het vochtgehalte, uitgedrukt als een % van de massa van een stoofdroge grond, bepaald volgens ISO 11465

Rond het resultaat 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 van NEN-ISO 10693 blz. 5, paragraaf 9 gegeven waarden.

Carbonaatgehalte g/kg	Toelaatbaar verschil
0 tot 50	3 g/kg
> 50 tot 150	6% van de waarde
> 150 tot 180	9 g/kg
> 180	5% van de waarde

Tabel 2 van NEN-ISO 10693

10. NEN normen

De in deze handleiding vermelde (NEN)-ISO normen, met name NEN-ISO 10693, geven uitgebreidere informatie over voorbereiding, berekening en herhaalbaarheid.

De normen zijn te bestellen bij: NEN

Postbus 5059
2600 GB Delft
www.nen.nl

Niets uit deze uitgave mag worden verveelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotokopie, microfilm of op welke andere wijze dan ook zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de uitgever. Technische gegevens kunnen zonder voorafgaande kennisgeving worden gewijzigd.

Royal Eijkelkamp is niet verantwoordelijk/aansprakelijk voor schade/persoonlijk letsel door (verkeerd) gebruik van dit product. Royal Eijkelkamp is geïnteresseerd in uw reacties en opmerkingen over de producten en de gebruiksaanwijzingen.