

08.53 CALCIMETER

GEBRAUCHSANWEISUNG



Inhalt

Über diese Gebrauchsanweisung	2
1. Einleitung	2
2. Beschreibung	2
3. Testen auf Undichtheiten	3
4. Benötigte Stoffe.....	3
5. Vorbereitung.....	3
6. Die Messung.....	4
6.1 Referenzmessungen.....	4
6.2 Kalibrierung.....	4
6.3 Bodenprobe (Analyseprobe).....	5
7. Bemerkungen	5
8. Berechnung	6
9. Wiederholpräzision	6
10. Normen	6

All it takes for environmental research

P.O. Box 4, 6987 ZG Giesbeek,
the Netherlands

T +31 313 88 02 00
F +31 313 88 02 99

E info@eijkelkamp.com
I www.eijkelkamp.com



Über diese Gebrauchsanweisung



Wenn ein Text nach diesem Zeichen folgt, (wie links abgebildet) bedeutet dies, dass ein wichtiger Hinweis folgt.



Wenn ein Text nach diesem Zeichen folgt, (wie links abgebildet) bedeutet dies, dass eine wichtige Warnung folgt, die auf eine Gefahr vor Verletzungen des Benutzers oder vor Beschädigung des Geräts hinweist. Der Benutzer ist selbst für ausreichenden Arbeitsschutz verantwortlich.

Text Text in Kursivdruck bedeutet dass der Text genauso auf dem Bildschirm erscheint oder auf dem Gerät steht.

1. Einleitung

Der Karbonatgehalt des Bodens ist ein sicheres Anzeichen für dessen Fruchtbarkeit. Zur Bestimmung des Karbonatgehalts des Bodens hat Eijkelkamp (zusammen mit niederländischen Forschungsinstituten) ein Calcimeter entwickelt, das der Norm NEN-ISO 10693 erfüllt.

Das Calcimeter von Eijkelkamp eignet sich zur gleichzeitigen Bestimmung des Karbonatgehalts in 5 Proben. Das Calcimeter funktioniert gemäß der Methode von Scheibler. Bei dieser Methode wird der Karbonatgehalt im Boden basierend auf einer volumetrischen Methode ermittelt. Die in der Probe vorhandenen Karbonate werden in CO_2 umgeformt, indem man zur Probe Salzsäure hinzufügt. Aufgrund des vom freigesetzten CO_2 erzeugten Drucks steigt das Wasser in einer entlüfteten Bürette (Teilung in ml) an. Der gemessene Unterschied des Stands ist ein Maß für die freigegebene Menge CO_2 , woraus der Karbonatgehalt errechnet werden kann. Der Karbonatgehalt wird als äquivalenter Kalzium-Karbonatgehalt ausgedrückt.

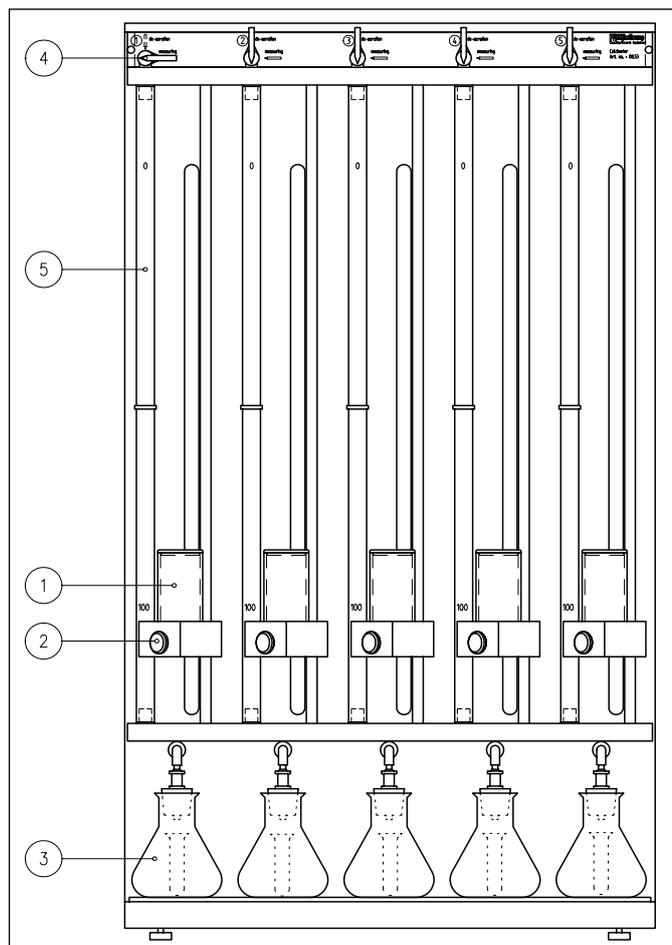
Die Vorteile, verglichen mit anderen Methoden (zum Beispiel Wesemael- und Anderson-Methoden), sind:

- Es wird kein Ofen benötigt, um das Kieselgel zu trocknen.
- Keine weiteren Chemikalien erforderlich.
- Keine langen Wartezeiten.
- Genaue Wiegegeräte werden nicht benötigt.
- Weniger empfindliche Glasteile.
- Der Gehalt kann leichter mit der volumetrischen Methode bestimmt werden als durch das Wiegen des Gases.

2. Beschreibung

Das Gerät (siehe Zeichnung):

- An der Oberseite vom Gerät befinden sich 5 zweiwege Hähne (4), die Funktion ist wie folgt:
 - Nach oben gedreht werden sowohl das Reaktionsgefäß (3) als die Bürette (5) entlüftet. Das ist der Entlüftungsstand.
 - In Horizontalstand schließt der Hahn die Entlüftung ab und ist das Reaktionsgefäß verbunden mit der Bürette. Das ist der Meßstand und Teststand.



- Die Puffergefäße (1) können nach oben und nach unten bewegt werden indem man den Pufferhalter festhält und mit dem Daumen den schwarzen Knopf (2) eindrückt. Die Verriegelung wird so aufgehoben, und das Gefäß kann verschoben werden.
- Zum Messen müssen die Büretten mit Wasser gefüllt sein. Hierzu werden die Puffergefäße in ihren höchsten Stand geschoben (Hahn im Entlüftungsstand). Wasser kann jetzt in die Gefäße gegossen werden, es strömt von alleine in die Bürette.
Luftblasen entfernen durch auf und ab bewegen des Gefäßes.

Mit dem Puffergefäß im höchsten Stand muß Wasser nachgegeben werden bis das Niveau in der Burette bis 0 angestiegen ist.



Überflüssiges Wasser entfernen, da dies Probleme verursachen kann.

3. Testen auf Undichtheiten

Die Bürette schliessen durch in den Teststand drehen des Hahns wenn das Puffergefäß ganz oben steht. Verschliesse der Erlenmeyer Flasche (das Reaktionsgefäß) mit dem Silikon-Stöpsel und bringe das Puffergefäß ganz nach unten. In der Burette entsteht jetzt einen Unterdruck. Nach 60 Minuten Einpendel-Zeit darf das Wasserniveau nicht mehr zurück laufen, sondern muß stabil sein.

4. Benötigte Stoffe

- Probematerial (Boden), vorbehandelt nach NEN ISO 11464
- Kalziumkarbonat (CaCO_3), Pulver
- Salzsäure (HCl) 4 mol/l
- Wasser in Analysequalität, Leitfähigkeit bis max 0,2 mS/m bei 25 °C (Qualitätsgrad 2 nach ISO 3696).

5. Vorbereitung

Vorab wird eine orientierende Bestimmung durchgeführt, wobei durch aufgießen von 1 ml HCl auf eine Bodenprobe von etwa 2,5 Gramm an Hand der Intensität und Dauer des Brausens, der Karbonatgehalt geschätzt wird. Mit diesen Erkenntnissen stellt man die benötigte Probemenge fest. Siehe NEN-ISO 10693 Seite 4, Paragraph 7.1.

Brausintensität	Karbonat- gehalt g/kg	Masse der Testportion g
Kein oder beschränkt	<20	10
Deutlich, aber kurze Zeit	20 bis 80	5
Stark, längere Zeit	80 bis 160	2,5
Sehr stark, längere Zeit	>160	≤ 1

6. Die Messung

Füllen Sie etwas Calciumcarbonat (CaCO_3) in ein Reaktionsgefäß. Stellen Sie das Reagenzglas mit Salzsäure in das Reaktionsgefäß und verschließen Sie dieses mit dem Stöpsel (tun Sie dies für alle Reaktionsfässer). Drehen Sie den Hahn in den Messstand. Halten Sie das Reaktionsgefäß schräg, sodass die Salzsäure aus dem Reagenzglas über das Calciumcarbonat (CaCO_3) läuft, wodurch die Reaktion in Gang gesetzt wird.

Lassen Sie dies einen Tag lang stehen, sodass das Wasser in der Bürette mit CO_2 gesättigt wird.

Führen Sie je Serie zwei Referenzmessungen (zum Erhalt von Null- und Referenzwerten) sowie zwei Messungen mit 0,2 und 0,4 g CaCO_3 zur Kalibrierung durch.

Die Messungen sollten vorzugsweise in einem temperaturkontrollierten Raum stattfinden (Temperaturunterschiede können die Messungen wesentlich beeinflussen).

6.1 Referenzmessungen

Füllen Sie für die Referenzmessungen zwei Reaktionsgefäße mit je 20 ml Wasser. Die Bestimmung der Referenzwerte und Standards beginnt mit einem Startniveau von 3 ml; dies wird mithilfe der Puffergefäße eingestellt. Das Startniveau von 3 ml ist notwendig, um einen Anstieg des Wasserstands in der Bürette zu ermöglichen. Dies kann in der Praxis gelegentlich vorkommen, wenn kaum CO_2 freigesetzt, aber dennoch etwas aufgenommen wird.

Die Bestimmung der Referenzwerte beginnt mit den Startwerten 20 und 80 ml. Der Hauptgrund hierfür besteht darin, dass sich im oberen und unteren Teil der Bürette verschiedene Messwerte ergeben können, beispielsweise durch Diffusion oder infolge eines Druckunterschieds. Aus den bei zwei verschiedenen Flüssigkeitsständen ermittelten Messwerten kann ein relativ zuverlässiger Mittelwert errechnet werden. Stellen Sie die Reaktionsgefäße so auf den Calcimeter, dass sie nicht mehr bewegt zu werden brauchen.

Füllen Sie nun 7 ml Salzsäure in ein kleines Reagenzglas und setzen Sie dieses mithilfe einer Pinzette in das Reaktionsgefäß.



Achten Sie darauf, dass keine Säure auf die zu messende Substanz gelangt, bevor das Gefäß mit dem Stöpsel verschlossen und der Hahn in den Messstand gedreht wurde. Feuchten Sie den Stöpsel an, bevor Sie das Reaktionsgefäß damit verschließen. Drehen Sie anschließend den Hahn nach unten in den Messstand. Wiederholen Sie dies bei allen Reaktionsgefäßen.

Halten Sie das Reaktionsgefäß schräg, sodass die Salzsäure aus dem Reagenzglas über den zu messenden Stoff läuft und die Reaktion in Gang setzt. Das entstehende Gas führt dazu, dass der Flüssigkeitsstand in der Bürette sinkt und im Puffergefäß ansteigt. Lassen Sie diesen Niveauunterschied nicht größer als 3 ml werden. Bei einer größeren Differenz würde das CO_2 unter Druck geraten, wodurch dessen Lösung in Wasser gefördert würde. Dies könnte zu einem ungenauen Messergebnis führen.

Schütteln Sie das Reaktionsgefäß ab und zu (während 5 Minuten), um zu gewährleisten, dass die Reaktion vollständig abläuft. Notieren Sie das Volumen, sobald es sich nicht mehr ändert. Wenn sich doch noch Volumenänderungen ergeben, muss das Gefäß weiter geschüttelt werden, bis das Volumen stabil ist, jedoch nicht länger als eine Stunde.

6.2 Kalibrierung

Wiegen Sie zur Kalibrierung 0,2 und 0,4 g (getrocknetes) CaCO_3 (auf 1 mg genau) ab, geben Sie es in zwei Reaktionsgefäße und fügen Sie jeweils 20 ml Wasser hinzu.

Die Bestimmung der Werte und Standards beginnt mit einem Startniveau von 3 ml; dies wird mithilfe der Puffergefäße eingestellt.

Das Startniveau von 3 ml ist notwendig, um einen Anstieg des Wasserstands in der Bürette zu ermöglichen. Dies kann in der Praxis gelegentlich vorkommen, wenn kaum CO_2 freigesetzt, aber dennoch etwas aufgenommen wird.

Stellen Sie die Reaktionsgefäße so auf den Calcimeter, dass sie nicht mehr bewegt zu werden brauchen.

Füllen Sie nun 7 ml Salzsäure in ein kleines Reagenzglas und setzen Sie dieses mithilfe einer Pinzette in das Reaktionsgefäß.



Achten Sie darauf, dass keine Säure auf die zu messende Substanz gelangt, bevor das Gefäß mit dem Stöpsel verschlossen und der Hahn in den Messstand gedreht wurde. Feuchten Sie den Stöpsel an, bevor Sie das Reaktionsgefäß damit verschließen. Drehen Sie anschließend den Hahn nach unten in den Messstand. Wiederholen Sie dies bei allen Reaktionsgefäßen.

Halten Sie das Reaktionsgefäß schräg, sodass die Salzsäure aus dem Reagenzglas über den zu messenden Stoff läuft und die Reaktion in Gang setzt. Das entstehende Gas führt dazu, dass der Flüssigkeitsstand in der Bürette sinkt und im Puffergefäß ansteigt. Lassen Sie diesen Niveauunterschied nicht größer als 3 ml werden. Bei einer größeren Differenz würde das CO_2 unter Druck geraten, wodurch dessen Lösung in Wasser gefördert würde. Dies könnte zu einem ungenauen Messergebnis führen.

Schütteln Sie das Reaktionsgefäß ab und zu (während 5 Minuten), um zu gewährleisten, dass die Reaktion vollständig abläuft. Notieren Sie das Volumen, sobald es sich nicht mehr ändert. Wenn sich doch noch Volumenänderungen ergeben, muss das Gefäß weiter geschüttelt werden, bis das Volumen stabil ist, jedoch nicht länger als eine Stunde (Die Messwerte liegen zwischen 40 und 80 ml CO_2).

6.3 Bodenprobe (Analyseprobe)

Wiegen Sie die richtige Menge des vorbehandelten Probenmaterials gemäß der Orientierungsprobe auf 1 mg genau ab. Geben Sie diese Menge in ein Reaktionsgefäß und fügen Sie 20 ml Wasser hinzu.

Stellen Sie die Reaktionsgefäße so auf den Calcimeter, dass sie nicht mehr bewegt zu werden brauchen.

Füllen Sie nun 7 ml Salzsäure in ein kleines Reagenzglas und setzen Sie dieses mithilfe einer Pinzette in das Reaktionsgefäß.



Achten Sie darauf, dass keine Säure auf die zu messende Substanz gelangt, bevor das Gefäß mit dem Stöpsel verschlossen und der Hahn in den Messstand gedreht wurde. Feuchten Sie den Stöpsel an, bevor Sie das Reaktionsgefäß damit verschließen. Drehen Sie anschließend den Hahn nach unten in den Messstand. Wiederholen Sie dies bei allen Reaktionsgefäßen.

Halten Sie das Reaktionsgefäß schräg, sodass die Salzsäure aus dem Reagenzglas über den zu messenden Stoff läuft und die Reaktion in Gang setzt. Das entstehende Gas führt dazu, dass der Flüssigkeitsstand in der Bürette sinkt und im Puffergefäß ansteigt. Lassen Sie diesen Niveauunterschied nicht größer als 3 ml werden. Bei einer größeren Differenz würde das CO_2 unter Druck geraten, wodurch dessen Lösung in Wasser gefördert würde. Dies könnte zu einem ungenauen Messergebnis führen.

Schütteln Sie das Reaktionsgefäß ab und zu (während 5 Minuten), um zu gewährleisten, dass die Reaktion vollständig abläuft. Notieren Sie das Volumen, sobald es sich nicht mehr ändert. Wenn sich doch noch Volumenänderungen ergeben, muss das Gefäß weiter geschüttelt werden, bis das Volumen stabil ist, jedoch nicht länger als eine Stunde.

Bei Böden mit schwer löslichen Carbonaten, z. B. Muscheln, kann dieser Vorgang etwas länger dauern. Als Faustregel gilt, dass die Reaktion abgelaufen ist, wenn kein Brausen mehr wahrnehmbar ist. Bringen Sie die Flüssigkeitsstände in Bürette und Puffergefäß auf gleiche Höhe und lesen Sie den Stand ab. Wenn Sie dies bei allen fünf Reaktionsgefäßen getan haben, ist die Messung beendet.

7. Bemerkungen

- Die Volumenänderung bei der Bestimmung von den Nullproben darf nicht mehr als 1 ml sein
- Bei Böden mit einem hohen Anteil an organischem Stoffen braucht man mehr Wasser.
- Andere produzierte Gase (z.B. Schwefelwasserstoff in anäroben sulfiden Böden) geben einen höheren Wert. In vorkommenden Fällen sollte dieses berechnet werden und dann das CO_2 auf eine andere Weise bestimmt werden.



Bei der Reinigung des Gerätes (vor allem bei den Kunststoffteilen) keine Lösungs- und Reinigungsmittel verwenden.

8. Berechnung

Die Volumenänderung des durch die Analyse-Probe (V_1), die Kalziumkarbonatreferenzproben (V_2) und die Blindproben (V_3) freigesetzten Gases berechnen, indem der Ausgangswert des kalibrierten Rohres vom Messwert subtrahiert wird.

Den Karbonatgehalt der Probe nach folgender Gleichung berechnen (Formel aus ISO 10693):

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

Dabei ist:

- $w(\text{CaCO}_3)$ = Massenanteil an Karbonat des ofentrockenen Bodens in g/kg.
- m_1 = Probeneinwaage in g.
- m_2 = Mittlere Masse der Kalziumkarbonatreferenzproben in g.
- V_1 = Volumen des Kohlenstoffdioxids aus der Reaktion der Untersuchungsprobe in ml.
- V_2 = Mittleres Volumen des Kohlenstoffdioxids aus der Reaktion der Kalziumkarbonatreferenzproben in ml.
- V_3 = Volumenänderung der Blindwertlösungen in ml. (dieser Wert kann negativ sein)
- $w(\text{H}_2\text{O})$ = Massenanteil an Wasser in % der getrockneten Probe, bestimmt nach ISO 11465

Ergebnisse der Bestimmungen abrunden auf ganze Zahlen.

9. Wiederholpräzision

Die Wiederholpräzision der Bestimmung des Karbonatgehaltes von zwei kurz aufeinanderfolgenden, getrennt durchgeführten Messungen, muss die in die Tabelle enthaltenen Anforderungen erfüllen.

Massenanteil an Karbonat g/kg	Wiederholpräzisionsgrenze
0 bis 50	3 g/kg
> 50 bis 150	6% des Wertes
> 150 bis 180	9 g/kg
> 180	5% des Wertes

10. Normen

Weitere Informationen über Probenvorbereitung, Berechnungen und Wiederholbarkeit in DIN ISO 10693.

Ohne vorherige schriftliches Einverständnis der Firma Eijkelkamp Agrisearch Equipment dürfen aus dieser Ausgabe keine Vervielfältigungen mittels Druck, Fotokopie, Mikrofilm oder irgend eine andere Art und Weise publiziert werden.

Technische Daten können ohne vorherige Mitteilung geändert werden.

Eijkelkamp Agrisearch Equipment haftet nicht für Sachschäden/persönliche Schäden in Folge (fehlerhafter) Anwendung dieses Geräts

Eijkelkamp Agrisearch Equipment ist an Ihren Reaktionen und Bemerkungen über die Produkte und Gebrauchsanweisungen interessiert.