

**COMPENDIUM VOOR DE MONSTERNEMING, METING EN
ANALYSE IN HET KADER VAN BODEMBESCHERMING
(BOC)**

VERSIE 1.2

INHOUDSTAFEL

1	BEMONSTERING	1
1.1	Doelstelling en toepassingsgebied	1
1.2	Bemonsteringsstrategie	1
1.3	Materiaal	2
1.4	Praktische uitvoering	3
1.5	Identificatie van de monsters	4
2	MONSTERVOORBEHANDELING	5
2.1	Bewaring	5
2.2	Vorbereiding voor de bepaling van pH, organische koolstof en de granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn).....	5
2.3	Referenties	5
3	BEPALING VAN HET ORGANISCHE KOOLSTOFGEHALTE IN BODEM	6
3.1	ISO 10694:1995 Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)	6
3.2	ISO 14235:1998 Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation	6
3.3	Gelijkwaardige meetmethoden	6
3.4	Referenties	6
4	PH BEPALING.....	7
4.1	ISO 10390:2005 Soil quality - Determination of pH.....	7
4.2	Methode BDB/089: Bepaling van de zuurtegraad pH-KCl.....	7
4.3	Referenties	7
5	BEPALING VAN DE BODEMTEXTUUR	8
5.1	Doel en toepassingsgebied.....	8
5.2	Manuele textuurbepaling	10
5.3	Granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn).....	12
5.4	Referenties	20

1 BEMONSTERING

1.1 Doelstelling en toepassingsgebied

De voorgestelde bemonsteringsmethoden hebben betrekking op volgende bodemanalyses voorzien in het besluit van de Vlaamse Regering van 8 juli 2005 tot instelling van een bedrijfstoelageregeling en tot vaststelling van bepaalde steunregelingen voor landbouwers en tot toepassing van de randvoorwaarden:

- bepaling van de zuurtegraad;
- bepaling van het organische koolstofgehalte.

Binnen deze regelgeving dienen de analyses enkel uitgevoerd te worden op akkerland.

De bemonsteringen worden uitgevoerd door en/of in opdracht van een erkend laboratorium in de discipline bodem, deeldomein bodembescherming. Indien de bemonstering uitgevoerd wordt door derden in opdracht van een erkend laboratorium, blijft het erkende laboratorium verantwoordelijk voor de correcte uitvoering van de bemonstering.

1.2 Bemonsteringsstrategie

De voorgeschreven bemonsteringsmethoden moeten de garantie inhouden dat de geanalyseerde bodemonsters voldoende representatief zijn voor het bemonsterde perceel. Om voldoende garanties te bieden inzake representativiteit van de genomen monsters wordt het aantal deelmonsters en de plaats van monsternamen van de deelmonsters eenduidig vastgelegd volgens een vooropgesteld bemonsteringspatroon. Bij de bemonstering wordt aanbevolen een homogeen gedeelte van het perceel te bemonsteren. Extremiteten zoals de toegang tot het perceel, drinkplaatsen, lokale schaduwrijke plaatsen, silo's en de omgeving van kopakkeropslag moeten vermeden worden.

1.2.1 Aantal bemonsteringen

Per perceel wordt een mengmonster gemaakt. Er worden minstens 15 boringen per perceel uitgevoerd. De deelmonsters worden samengevoegd tot 1 mengmonster.

Voor percelen groter dan 2 ha kan het aanbevolen zijn om op te splitsen in subpercelen.

1.2.2 Bemonsteringsdiepte

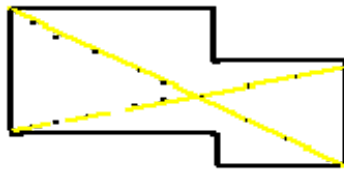
Zowel voor de bodembemonstering met het oog op het bepalen van het organische koolstofgehalte als voor de bemonstering voor de bepaling van de zuurtegraad dient de bemonsteringsdiepte minstens 23 cm en maximaal 30 cm onder het maaiveld te bedragen. Er kan binnen deze grenzen voor geopteerd worden te bemonsteren tot op bouwvoordiepte (perceelsspecifieke bemonsteringsdiepte) of tot op een vaste diepte (perceelsonafhankelijke bemonsteringsdiepte).

1.2.3 Bemonsteringspatroon

Om randeffecten te vermijden, moeten de bodemstalen steeds op een afstand van minstens 5 meter van de perceelsranden genomen worden.

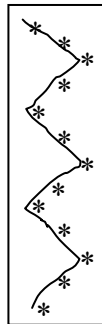
Percelen worden bemonsterd in kruisverband. Bemonstering in zig-zag verband is enkel toegestaan in uitzonderlijke gevallen voor lang uitgerekte, smalle percelen (dit zijn percelen met een breedte van 30 m of minder en waarvan de lengte meer dan 3 maal de breedte bedraagt) of percelen met een heel onregelmatige vorm.

Bemonstering volgens kruisverband (zie Figuur 1) gebeurt volgens de diagonalen van het perceel. De afstand tussen 2 bemonsteringsplaatsen wordt bepaald zodat het aantal bemonsteringen gerespecteerd blijft.



Figuur 1 Bemonstering volgens kruisverband

Figuur 2 geeft een voorbeeld van een zig-zag bemonstering op lang uitgerekte, smalle percelen of percelen met een heel onregelmatige vorm.



Figuur 2 Bemonstering volgens zig-zag patroon

1.3 Materiaal

- een grondboor van het type guts (zie Figuur 3) met een nuttige lengte van minimaal 23 cm voor de bemonstering van een bodemlaag van minstens 0-23 cm en maximaal 0-30 cm. Het gebruik van een boor met een binnendiameter van 20 mm is verplicht;
- een geschikt recipiënt om daarin de deelmonsters te verzamelen.



Figuur 3 : Grondboor type guts

1.4 Praktische uitvoering

De steekboringen worden uitgevoerd volgens het gekozen bemonsteringspatroon. De grond wordt ter plaatse lichtjes vastgetrapt op en rond de plaats waar de boring zal plaatsvinden. Op deze plaats wordt de boor loodrecht t.o.v. het maaiveld in de grond geduwd tot de gewenste diepte (minstens 23 cm en maximaal 30 cm). De gutsboor wordt minstens 1 maal volledig rondgedraaid om de boor los te maken en vervolgens langzaam omhooggetrokken. Hierbij is het belangrijk geen grondverlies te hebben. Dit risico is het grootst bij een droge bodemlaag. Met de spatel wordt de grond uit de boor geschoven en aangebracht in het recipiënt.

Tussen twee boringen wordt de boor (steekstang, binnenzijde en buitenzijde van de guts) schoon geschraapt met de spatel om achterblijvende bodemresten te verwijderen.

Het volledige bodemmonster wordt rechtstreeks in het daartoe voorziene recipiënt verzameld en in zijn geheel meegenomen. De verdere bewerkingen kunnen dan in het laboratorium worden uitgevoerd.

Bemonstering van beteelde en omgewoelde percelen

- Beteelde percelen:

Er dient hier bijzondere aandacht gegeven te worden aan de representatieve boring. Er dienen een evenredig aantal boringen uitgevoerd te worden zowel tussen de plantrijen als in de plantrijen. Er dient op toegezien te worden dat enkel bodem meegenomen wordt en geen gewas.

- Omgewoelde percelen:

Hier moeten de extreme hoogtes en dieptes vermeden worden. De grond wordt beperkt aangedrukt en geëgaliseerd indien mogelijk. De toestand van het perceel moet vermeld worden in het analyseverslag.

1.5 Identificatie van de monsters

De nummering moet eenduidig zijn, zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan m.b.t. de herkomst van de monsters.

Volgende informatie moet minimaal op de recipiënten of op een begeleidend formulier aanwezig zijn:

- opdrachtgever;
- perceelsidentificatie (identificatienummer dat vermeld is op de verzamelaanvraag) en het jaartal van deze verzamelaanvraag;
- X- en Y-coördinaten van het middelpunt van het bemonsterde deel van het perceel: te bepalen via GPS (in Lambert 1972) of af te lezen op het orthofotoplan van de verzamelaanvraag (afronden naar 100-tal);
- bemonsteringsdiepte (in cm);
- aanduiding bouwvoordiepte of vaste bemonsteringsdiepte;
- naam van monsternemer;
- plaats en datum van monsterneming;
- uit te voeren analyses.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie met betrekking tot een individueel monster éénduidig te traceren.

Indien zich uitzonderlijke omstandigheden voordoen, dient dit te worden vermeld.

2 MONSTERVEROORBEHANDELING

Basisnorm : ISO 11464 Soil Quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses

2.1 Bewaring

De monsters dienen binnen de week na monsterneming in behandeling te worden genomen (gedroogd). Voor langere perioden dient het monster koel bewaard te worden ($< 4^{\circ}\text{C}$).

2.2 Voorbereiding voor de bepaling van pH, organische koolstof en de granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn)

- De bodemmonsters worden gedroogd bij een temperatuur van maximaal 45°C in een droogstoof met geforceerde luchtcirculatie. Het monster wordt hiervoor uitgespreid in een dunne laag in een geschikt recipiënt.
- Het monster wordt gebroken en vervolgens gezeefd op 2 mm. Alleen de gezeefde bodem, vrij van steentjes, plantenresten, e.d. wordt gebruikt voor verdere analyse.

Voor specifieke monsterveroorzorgingsstappen in functie van de te analyseren parameter wordt verwezen naar de beschrijving van de analysemethoden.

2.3 Referenties

- ISO 11464:2006 Soil Quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses

3 BEPALING VAN HET ORGANISCHE KOOLSTOFGEHALTE IN BODEM

3.1 ISO 10694:1995 Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

De procedure zoals beschreven in ISO 10694 is van toepassing mits volgende aanpassingen :
§ 4.2 : andere kalibratiestandaarden zoals bv. EDTA kunnen eveneens worden gebruikt;

§ 4.3 : andere niet-oxiderende minerale zuren (bv. H_3PO_4) kunnen eveneens worden gebruikt;

§ 6 : het drogestofgehalte dient niet bepaald te worden (zie § 2 van het compendium);

§ 8.3 is niet van toepassing.

3.2 ISO 14235:1998 Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation

De procedure zoals beschreven in ISO 14235 is van toepassing mits volgende aanpassingen :

§ 1 : titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode;

§ 5.4 : het niveau van de digestieoplossing in de digestiebuis dient zich volledig onder het oppervlak van de destructieblok te bevinden;

§ 6 : het drogestofgehalte dient niet bepaald te worden (zie § 2 van het compendium);

§ 7.2 : het monster dient 30 minuten bij $135^{\circ}C$ te worden gedestruueerd;

§ 7.2 : in plaats van centrifugatie kan eveneens rechtstreeks een filtratie worden uitgevoerd;

§ 7.4 : titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode.

3.3 Gelijkwaardige meetmethoden

Tot 31/12/2011 kunnen naast deze meetmethoden ook andere meetmethoden worden toegepast, indien hun gelijkwaardigheid met één van de voorgeschreven methoden wordt bewezen en goedgekeurd door de afdeling Land en Bodembescherming, Ondergrond, Natuurlijke Rijkdommen. Vanaf 1/1/2012 worden enkel de methoden beschreven in ISO 10694 en ISO 14235 met de hierboven vermelde aanpassingen toegestaan.

3.4 Referenties

- ISO 10694:1995 Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)
- ISO 14235:1998 Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation

4 PH BEPALING

4.1 ISO 10390:2005 Soil quality - Determination of pH

De procedure zoals beschreven in ISO 10390 is van toepassing mits volgende aanpassingen :

§ 1 : toepassingsgebied beperkt tot 1M KCl;

§5.3 : glaselectrode en referentie electrode: voor het nulpunt van de glaselectrode wordt een maximale afwijking van 0.25 pH eenheden of ± 15 mV vooropgesteld; de waarde van de helling moet gelegen zijn tussen 95% en 102% van de theoretische helling;

§ 6 : de extractie kan eveneens op het verse voorbehandelde monster worden uitgevoerd;

§ 7.1.3 : naast het mechanisch schudden gedurende 60 minuten is eveneens het mechanisch schudden gedurende een kortere periode en het manueel schudden van de suspensie toegestaan. Een minimale contacttijd tussen bodem en KCl oplossing van 2 uur is noodzakelijk. (referentie: VITO rapport 2007/MIM/R/023);

§7.2 : de kalibratie van de pH-meter en de pH-meting zelf moet uitgevoerd worden conform ISO 10523:2008 *Water quality – Determination of pH*;

§ 7.2 : $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$;

§7.2 : de kalibratie wordt gecontroleerd door een onafhankelijke kalibratiebuffer-oplossing te meten. In het gebied tussen 4 en 10 zal de gemeten pH-waarde niet meer dan 0.1 pH eenheden afwijken van de theoretische bufferwaarde;

§ 7.3 : $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

4.2 Methode BDB/089: Bepaling van de zuurtegraad pH-KCl

De methode BDB/089 kan toegepast worden tot uiterlijk 31/12/2011.

De analyseresultaten die bekomen worden met de methode BDB/089, moeten vanaf 1/1/2011 omgerekend worden aan de hand van de volgende formule:

$$\text{pH} = 0,9598 \times (\text{pH}_{\text{BDB/089}} + 0,1127)$$

(referentie: VITO rapport 2009/MANT/R/068)

Vanaf 1/1/2012 wordt enkel de ISO 10390 norm met de hierboven vermelde aanpassingen toegestaan.

4.3 Referenties

- ISO 10390:2005 Soil quality - Determination of pH
- ISO 10523: 2008 Water quality – Determination of pH
- C. Vanhoof, B. Van Hasselt, K. Duysens en K. Tirez. Bepaling van pH in bodem. VITO rapport 2007/MIM/R/023
- C. Vanhoof, H. Van den Broeck, S. Hofman, Groep AN en K. Tirez. Vergelijkende metingen van pH in bodem. VITO rapport 2009/MANT/R/068

5 BEPALING VAN DE BODEMTEXTUUR

5.1 Doel en toepassingsgebied

De granulometrische samenstelling (korrelverdeling) van een bodem is een belangrijk gegeven, gezien dit zowel de fysische als de chemische eigenschappen van een bodem in belangrijke mate beïnvloedt. Een bodem bestaat uit een mengeling van korrels van verschillende grootte. De korrelgrootte kan ingedeeld worden in diverse fracties:

- De fractie > 2 mm noemt men de grove fractie of grindfractie en wordt als dusdanig niet in een granulometrische analyse betrokken.
- De fractie < 2 mm wordt fijne aarde of fijngrond genoemd en deze fractie wordt dan in verdere deelfracties onderverdeeld:
 - Zandfractie (50-2000 μm)
 - Leemfractie (2-50 μm)
 - Kleifractie (< 2 μm)

De textuur van een bodem wordt benoemd in functie van de korrelgroottesamenstelling, dit is het gehalte aan klei (0-2 μm), leem (2-50 μm) en zand (50-2000 μm). Voor de exacte bepaling van de textuur moet men berekenen hoeveel procent van elk van de fracties in het mengsel aanwezig is; vervolgens kan men via een driehoeksgrafiek de textuur afleiden. Door het Centrum voor Bodemkartering (Rijksuniversiteit Gent) werd rond 1950 een textuurdriehoek voor alle Belgische bodems voorgesteld (Figuur 4: Belgische textuurdriehoek). De indeling in zones en hun benaming is een compromis tussen al de termen gebruikt door de verschillende karteringsleiders.

De verschillende zones zijn op de volgende wijze afgebakend:

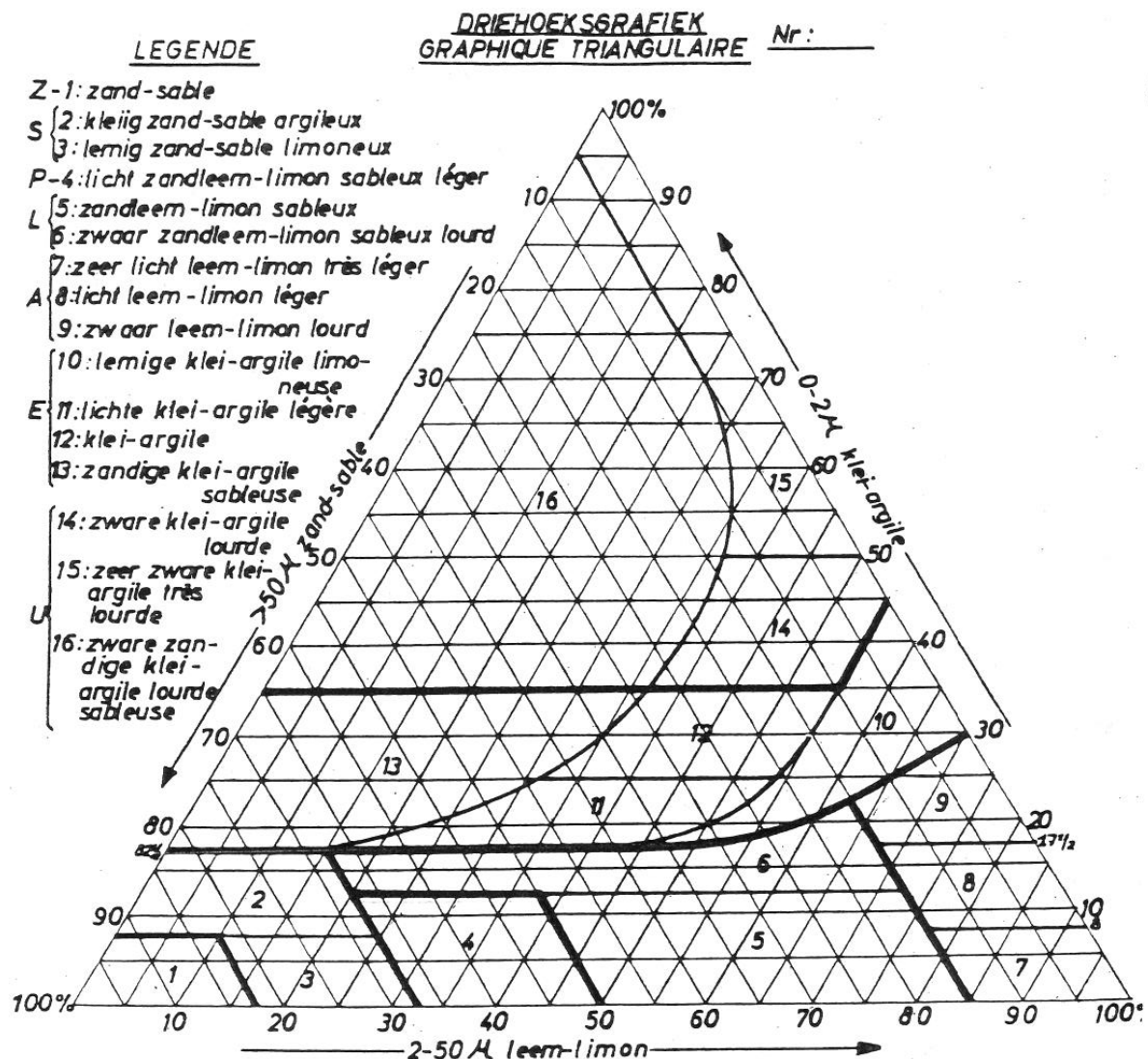
- Zand
 - 1 zand
 - 2 kleilig zand
 - 3 lemig zand
- Zandleem
 - 4 licht zandleem
 - 5 zandleem
 - 6 zwaar zandleem
- Leem
 - 7 zeer licht leem
 - 8 licht leem
 - 9 zwaar leem
- Klei
 - 10 lemige klei
 - 11 lichte klei
 - 12 klei
 - 13 zandige klei
 - 14 zware klei
 - 15 zeer zware klei
 - 16 zware zandige klei

Een bodemkundige met veldervaring is in staat, door het kneden en verkrumelen van de grond tussen de vingers, deze bodemtextuurklassen te onderscheiden. Het blijft echter aangewezen deze schattingen op het veld regelmatig te confronteren met de analysegegevens van het laboratorium.

Textuurbepalingen in het kader van bodembescherming vereisen enkel een onderscheid in de volgende 4 hoofdtexturen: zand, zandleem, leem en klei.

De indeling in de hoofdtexturen kan uitgevoerd worden volgens de manuele textuurbepaling of volgens de granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn).

In paragraaf 5.2 zijn richtlijnen beschreven voor de manuele textuurbepaling en in paragraaf 5.3 wordt de procedure beschreven voor de granulometrische textuurbepaling.



Figuur 4: Belgische textuurdriehoek

5.2 Manuele textuurbepaling

De textuur van de bodem kan manueel geschat worden en een ervaren bodemkundige kan hierbij een grote nauwkeurigheid bereiken. De schatting gebeurt door kneden en verkrumelen van de bodem tussen de vingers. Een aantal richtlijnen, opgesteld door de Universiteit Gent, worden hieronder beschreven om deze manuele textuurschatting te kunnen uitvoeren. Enkele fysische eigenschappen worden beschreven en daarnaast worden, in zoverre dit mogelijk is, de verschillende texturen beschreven aan de hand van deze eigenschappen.

Iedere bodemkundige mag zijn eigen specifieke methode toepassen. Ervaring is veruit de belangrijkste eigenschap om tot een juiste schatting van de textuur te komen.

5.2.1 Fysische eigenschappen

5.2.1.1 Kleverigheid

Deze eigenschap wordt geschat door de bodem tussen duim en wijsvinger samen te drukken en dan de twee vingers terug van elkaar te verwijderen. Naargelang de hoeveelheid bodem die aan de vingers blijft kleven en naargelang de bodem uitrekt bij het verwijderen van de vingers, wordt de kleverigheid van het materiaal aangeduid. Gewoonlijk is zand niet kleverig, want bij het loslaten blijft bijna niets aan de vingers kleven. Leem is licht kleverig: het kleeft wel, maar het oefent weinig weerstand uit bij het lostrekken. Een zware klei is zeer kleverig, want het materiaal kleeft sterk aan de vingers en rekt uit wanneer deze van elkaar verwijderd worden.

5.2.1.2 Plasticiteit

De plasticiteit wordt geschat naar de mate waarin het materiaal tussen duim en wijsvinger tot een draad of staafje kan gerold worden en naar de mate waarin men het draadje of staafje kan bewerken. Gewoonlijk is zand niet plastisch (er kan geen draad gerold worden). Zandleem is weinig plastisch (er kan een kort rolletje gerold worden, maar het rolletje vertoont scheuren). Leem is licht plastisch (er kan een rolletje gerold worden, maar de rol breekt wanneer men ze tracht te plooiën in een hoefijzervorm). Klei is zeer plastisch (de rol buigt tot een hoefijzervorm en bij zware klei zelfs tot een cirkel).

5.2.1.3 Kneedbaarheid

De kneedbaarheid wordt bepaald door de druk die nodig is om een bodemmassa met een vochtgehalte tussen luchtdroog en veldcapaciteit in de hand te kneden. Zand is los tot zeer brokkelig, leem is brokkelig en zware klei is stijf tot uitermate stijf.

5.2.1.4 Consistentie

De consistentie wordt in droge toestand bepaald door een bodemmassa tussen duim en wijsvinger te breken. Hierover zijn geen algemene gedragingen van de verschillende texturen te vermelden. Zo kan zand zowel los als uitermate hard zijn in droge toestand.

5.2.2 Beschrijving van de verschillende texturen

ZAND

Zand bestaat uit losse korrels die individueel te voelen en doorgaans ook te zien zijn. Neemt men een handvol, min of meer samenhangend en vrij droog zand, dan valt dit reeds bij een zeer lichte druk in losse korrels uiteen. In vochtige toestand is het materiaal ietwat coherent, alhoewel het door zwakke mechanische inwerking (druk, schok, ...) uiteen zal vallen. Zand mist iedere plasticiteit en cohesie.

ZANDLEEM

Zandleem bevat reeds een zeer geringe tot geringe hoeveelheid klei, zodat de korrels iets meer samenhangend zijn. In droge toestand valt het materiaal daardoor minder gemakkelijk uiteen in losse korrels. Individuele zandkorrels kunnen echter nog gezien worden. In droge toestand zijn de kluiten gemakkelijk te breken, terwijl ze in vochtige toestand, wanneer men voorzichtig te werk gaat, reeds min of meer gemanipuleerd kunnen worden (bv. gekneet tot een cilinder).

LEEM

Leem bevat een gering tot matig klei-zand gehalte. Vandaar dat dit materiaal in droge toestand kluiten of brokken vormt, die met de hand te breken en te verpulveren zijn. Het materiaal voelt des te zachter aan naarmate er minder zand in aanwezig is. De droge aggregaten zijn des te moeilijker te breken naarmate het kleigehalte groter wordt. Lemig materiaal voelt bloemachtig (meel-achtig) aan. Zowel droog als nat vormt het aggregaten of kluiten die gemakkelijk te behandelen zijn. In vochtige tot natte toestand kan nochtans door kneden tussen duim en wijsvinger slechts een korte draad gevormd worden, die snel afbreekt onder invloed van zijn eigen gewicht. Drukt men met de hand een vochtige kluit samen dan valt deze in fragmenten uiteen.

KLEI

Klei vormt in droge toestand aggregaten of kluiten die niet meer met de hand te breken zijn. Ze zijn zeer hard. Zijn de aggregaten vochtig tot nat, dan is het materiaal plastisch (denk aan boetseerlei), meestal stijf (het vraagt behoorlijke wat kracht om klei te kneden) en dikwijls iets kleverig. Door kneden tussen duim en wijsvinger kan een lange, buigzame draad gevormd worden. Het materiaal voelt vettig aan in nattere toestand.

Bovenstaande verschillen geven niet alle nuances weer die een specialist tussen de verschillende texturen aanvoelt. Het geheel wordt nog ingewikkelder, wanneer de bodem organisch materiaal en CaCO_3 bevat. Een vrij algemene regel hierbij is dat door een hoger gehalte aan goed verteerd organisch materiaal zandbodems kleirijker schijnen, terwijl zware kleibodems beter kneedbaar en minder stijf zullen zijn dan hun kleigehalte zou doen vermoeden. Grote hoeveelheden CaCO_3 voelen zacht aan wat een kenmerk is van leembodems. Daarnaast zal het zandgehalte hoger schijnen naarmate de korrels grover zijn. Ook door een licht aaneenklitten van zandkorrels, kan de zandige beoordeling van een bodem overdreven worden.

5.3 Granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn)

5.3.1 Principe

Het kleigehalte wordt bepaald door een gedeeltelijke textuuranalyse uit te voeren. De textuuranalyse betreft de scheiding van de minerale bodem in korrelgroottefracties, met name zand, leem en klei, alsook de bepaling van de proporties van de fracties. De analyse wordt uitgevoerd op de fijne aarde (< 2 mm), na afscheiding van de grove elementen. Om een goede dispersie van de kleifractie te bekomen, dienen alle cementerende materialen als organisch materiaal, CaCO₃, oxiden en aanwezige opgeloste zouten verwijderd te worden.

De fijne fracties (leem en klei) worden gescheiden van het zand door natte zieving op een zeef van 50 µm. De bepaling van het kleigehalte gebeurt met behulp van een pipet van Robinson-Köhn na dispersie van de colloïdale fractie met een dispergerende stof. De tijd en de diepte van de pipetopname worden afgeleid van de Wet van Stokes.

5.3.2 Reagentia

- zoutzuur (HCl 2N)
- zoutzuur (HCl 1 N)
- geconcentreerd waterstofperoxide H₂O₂ (30 %)
- antischuimmiddel bv. ethylalcohol (96%)
- dispergeermiddel: 33,0 g natriumhexametafosfaat (Grahamzout) en 7,0 g Na₂CO₃ oplossen in 1 l water. Deze oplossing is één maand houdbaar.
Opmerking: Andere dispergeermiddelen zijn ook toegelaten mits vergelijkbare resultaten worden verkregen.
- ultra puur water, dat voldoet aan de eisen van ISO 3696 grade 2 water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m⁻¹, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25 °C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een waterzuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm)

5.3.3 Apparatuur

- porceleinen mortier, met stamper
- inox zeven van 2 mm en 50 µm en opvangschaal (20 cm diameter)
- weegschaal met een nauwkeurigheid van 0,1 mg
- gethermostatiseerd ultrasoonbad op 70°C of zandbad op 60°C
- centrifuge, met buizen van minimaal 300 ml
- geleidbaarheidsmeter
- schudtoestel
- roertoestel met magnetisch staafje
- sedimentatiecilinders van 1 l met afsluitdop (min. diameter 50 mm)
- Robinson-Köhn pipet gemonteerd op een staander
- weegflesjes van ± 30 ml voor afweging fracties
- gethermostatiseerd waterbad of gethermostatiseerde ruimte (tussen 20°C en 30°C ± 0.5°C).
- exsiccator
- pH-indicator strips

- geventileerde droogstoof instelbaar op een temperatuur van $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ en op 40°C

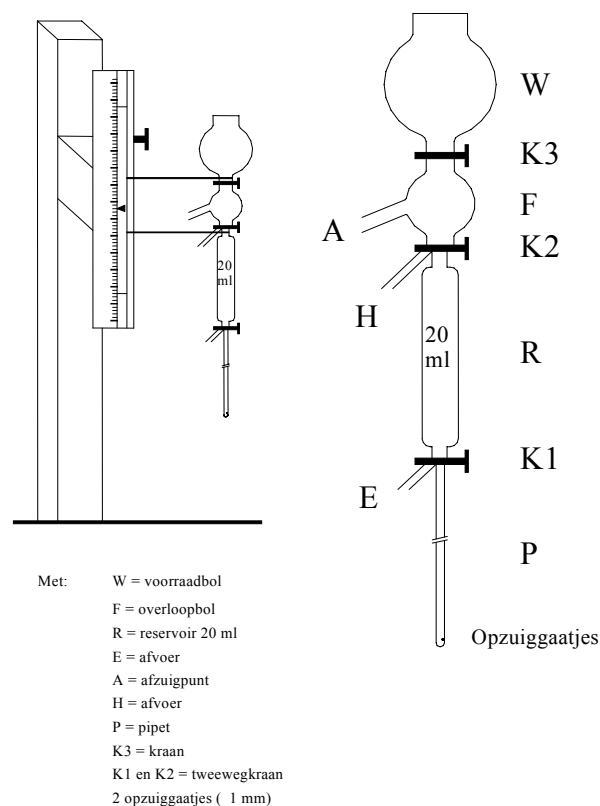
5.3.4 Voorbereiding

5.3.4.1 Weegflesjes

De weegflesjes worden vooraf gedroogd in een warme luchtoven op 105°C gedurende 12 uur en, na afkoelen in een exsiccator, gewogen.

5.3.4.2 Robinson-Köhn-pipet

Werking van de Robinson-Köhn pipet



Afbeelding 1 : Robinson-Köhn pipet of Andreasen pipet

In afbeelding 1 is een voorbeeld van een Robinson-Köhn-pipet terug te vinden. Deze pipet wordt gebruikt om een exact volume (in dit geval 20 ml) op te zuigen uit een beker of sedimentatiecilinder vanop een bepaalde diepte.

Opmerking: Bij gebruik van een geautomatiseerde opstelling is een nauwkeurige instelling van de insteekdiepte en gepipeteerd volume een vereiste.

Het opgezogen monster dat in een weegflesje wordt gedeponereerd moet eenzelfde samenstelling hebben als het staal op die bepaalde diepte in de cilinder. Daarom werd de Robinson-Köhn-pipet voorzien van verschillende reservoirs en kranen. Onderaan de pipet

bevinden zich aan weerszijden van de gesloten punt, twee gaatjes van ongeveer 1 mm doorsnede langswaar de suspensie opgezogen wordt. De afstand van de onderkant van de pipet tot aan de opzuiggaatjes is 3 mm. Pipetten met opening onderaan zijn niet toegestaan.

Bovenaan, in voorraadbol W, zit ultra puur water. Na elke staalname zal dit water het staal kwantitatief in een weegflesje spoelen en de pipet op een snelle en eenvoudige manier schoon spoelen.

Voor de insteekdiepte van de pipet wordt een minimale diepte van 4 cm onder de vloeistofspiegel en een maximale diepte van 4 cm boven de bodem van de maatscilinder aanbevolen. In deze procedure wordt als voorbeeld een monster genomen op een diepte van 10 cm onder het oppervlak. Om dit op een gemakkelijke en reproduceerbare manier uit te voeren, is de Robinson-Köhn-pipet op een statief met zwenkarm en pipethouder gemonteerd. De pipet wordt boven het staal gehangen. Men laat de pipet zakken tot deze het vloeistofoppervlak raakt en men leest de stand van de lat op het statief af.

Vervolgens laat men de gesloten pipet rustig zakken tot de opzuiggaatjes op een diepte van 10 cm zitten. In praktijk betekent dit dat de pipet 10,3 cm naar beneden gedraaid wordt vanaf het raken van het wateroppervlak bij gebruik van de hierboven beschreven pipet.

Men zet kranen K1 en K2 in de juiste stand zodat er enkel een doorgang is vanaf de opzuiggaatjes tot aan het afzuigpunt. Men zuigt eerst 10 seconden via een rubberen slang aan afzuigpunt A en vervolgens 20 seconden totdat later het peil net in de overloopbol F staat. Op deze wijze komt de gemiddelde bemonsteringstijd overeen met de berekende sedimentatietijd.

Men draait nu snel kraan K2 een halve slag en kraan K1 een kwartslag. Doordat kraan K1 volledig dicht staat, kunnen de deeltjes niet wegzinken uit reservoir R. De overmaat in overloopbol F verdwijnt door afvoer H. Vervolgens spoelt men overloopbol F en afvoer H door kraan K3 eventjes open te draaien.

Men houdt een weegflesje onder afvoer E en draait K1 nog een kwartslag verder, het monster loopt nu in het weegflesje. Spoel het reservoir R nog even na zodat het monster zich volledig in het weegflesje bevindt.

De pipet wordt nu voorzichtig omhoog gedraaid en leeggespoeld in een opvangbekertje. Vervolgens wordt de pipet aan de buitenkant gereinigd en is ze weer klaar voor de volgende meting.

De opstelling moet op een trillingsvrij oppervlak geplaatst te worden.

IJking van de Robinson-Köhn pipet:

De pipet van Robinson-Köhn dient vooraf geijkt te worden door de inhoud te controleren. Daarvoor laat men ultra puur water in een sedimentatiecilinder thermostatiseren in het waterbad op een welbepaalde temperatuur bv. 30°C of in een gethermostatiseerde ruimte. Men zuigt het reservoir R vol en men laat het vervolgens leeglopen in een op voorhand gewogen weegflesje. Het weegflesje met het water wordt gewogen, en het volume van het reservoir R wordt bepaald (= V_p). Dit doet men drie maal met drie aparte weegflesjes.

De dichtheid van water is gelegen tussen 0.9982 g/ml en 0.9956 g/ml bij 20°C en 30°C, respectievelijk. Voor de berekening van het volume V_p mag een densiteit van water van 1.0000 g/ml weerhouden worden.

5.3.5 Werkwijze

5.3.5.1 Monster drogen

Het staal wordt gedroogd bij 40°C in de droogstoof tot constant gewicht. Om te vermijden dat de droge stalen te harde klompen vormen, wordt het staal in een dunne laag gedroogd.

Tussendoor kan er eventueel gemengd worden.

5.3.5.2 Afscheiden van de grove fractie

De grove fractie (> 2 mm) wordt verwijderd door het droge staal te zeven op een zeef van 2 mm maaswijdte. Indien het staal toch aan elkaar gekoekt is, wordt het voor het zeven in een mortier voorzichtig verkruid.

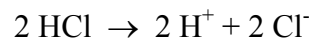
Indien gevraagd, kan het droge staal voor en na het zeven worden gewogen en de massafractie groter dan 2 mm worden gerapporteerd.

Met dit gezeefde monster (< 2 mm) werkt men verder. Men neemt van het gezeefde materiaal ongeveer 20 g voor zanderige bodems en ongeveer 10 g voor kleiige bodems.

Dit wordt in een centrifugebuis gebracht en vervolgens in het gethermostatiseerde ultrasoonbad geplaatst. Alternatief kan de monstervoorbehandeling ook uitgevoerd worden op een zandbad bij 60°C. Er dient dan voldoende geroerd te worden.

5.3.5.3 Vernietiging van de carbonaten

De vernietiging van de carbonaten verloopt volgens volgende reactie:



De fijne fractie (< 2 mm) wordt getest op de aanwezigheid van carbonaten door enkele druppels HCl toe te voegen aan een kleine hoeveelheid van het gezeefde monster.

- Indien een bruisende reactie optreedt, moeten de carbonaten vernietigd worden in de trekkast.
Dit gebeurt als volgt:
voeg 50 ml 1 N HCl toe, behandel 1 minuut ultrasoon bij minimale frequentie en laat 2 uur reageren. Af en toe even omroeren of ultrasoon behandelen (1 minuut).

De toegevoegde hoeveelheid 1 N HCl voor het verwijderen van carbonaten komt stoichiometrisch overeen met een gehalte van 1.5% (totaal) anorganische koolstof in de bodem. Wanneer een bodem met een hoger gehalte wordt voorbehandeld, is de toegevoegde hoeveelheid HCl onvoldoende en is bijgevolg de pH van de oplossing niet zuur genoeg voor het bekomen van een goede bezinking van de kleideeltjes.

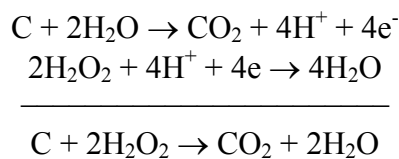
Controleer na 30 minuten de pH van de bovenstaande oplossing in de centrifugebuis met behulp van een pH-indicator strip. Als de pH van de oplossing groter is dan pH 3 was er onvoldoende zuur toegevoegd. Er wordt dan extra 5 ml 1 N HCl aan de centrifugebuis toegevoegd, waarna er opnieuw geroerd of ultrasoon behandeld (1 minuut) wordt. Na 10

minuten wordt de pH van de bovenstaande oplossing nogmaals gecontroleerd. Indien de pH nog steeds groter is dan pH 3 wordt er opnieuw 5 ml 1 N HCl toegevoegd. Dit wordt herhaald totdat de pH van de bovenstaande oplossing kleiner is dan pH 3.

- Indien er geen bruisende reactie plaatsvindt na toevoegen van 2 N HCl, dan zijn er geen carbonaten aanwezig. In dit geval moet het monster met een weinig water worden bevochtigd. Vervolgens wordt het monster aangezuurd door 5 ml 1 N HCl toe te voegen. De pH van de bovenstaande oplossing wordt gecontroleerd. Net zoals bij monsters waar wel carbonaten aanwezig zijn, dient de pH kleiner te zijn dan 3. Er moet eventueel nog zuur worden toegevoegd.

5.3.5.4 Vernietiging van organisch materiaal

De vernietiging van het organisch materiaal verloopt volgens volgende redoxreactie:



Aan de centrifugebuizen die in het ultrasoonbad staan, wordt gespreid over 3 uur, 75 ml waterstofperoxide toegevoegd. Voeg het waterstofperoxide voorzichtig toe zodat de reactie niet te hevig verloopt (zorg ervoor dat er geen monster uit de buis spat). Hevig schuimen kan bedwongen worden door een weinig ethanol toe te voegen. Na toevoegen van het waterstofperoxide wordt het monster in de centrifugebuis telkens 1 minuut ultrasoon behandeld bij minimale frequentie.

Laat na de laatste toevoeging het peroxide wegreageren (af en toe omroeren of ultrasoon behandelen (minimaal 1 minuut)) en leng vervolgens aan met ultra puur water tot een volume van ongeveer 200 ml. Centrifugeer om een heldere bovenstaande vloeistof te verkrijgen.

Opmerking: De overmaat waterstofperoxide kan men ook verwijderen door verwarming in een kokend waterbad of op een verwarmingsplaat gedurende ca. 5 minuten of zoveel langer als nodig is.

Opmerking: Het is aanbevolen om te centrifugeren gedurende 15 minuten bij een relatieve centrifugaalkracht van minimaal 400 g.

De centrifugaalkracht F_c , uitgedrukt in g, wordt berekend uit:

$$F_c = \frac{R * T^2 * 4 * \pi^2}{9.81} \text{ [g]}$$

Waarbij:

R = de straal van het middelpunt van de centrifuge tot het middelpunt van de centrifugebuis, uitgedrukt in meter (m)

T = het toerental van de centrifuge, uitgedrukt in toeren per seconde (t/s)

5.3.5.5 Verwijderen van aanwezige oplosbare zouten en gipsen

De oplosbare zouten en gipsen worden verwijderd door te wassen.

Decanteer de bovenstaande vloeistof af. Was met ultra puur water en centrifugeer om een heldere bovenstaande vloeistof te verkrijgen. Meet de geleidbaarheid van het supernatant. Is de geleidbaarheid $< 0,4$ mS/cm dan is er voldoende gewassen, zoniet wordt de bovenstaande procedure herhaald.

5.3.5.6 Dispersie

Voeg 25 ml disperseermiddel toe en leng aan tot een eindvolume van ongeveer 150 ml ultra puur water. Volgende methodes voor dispersie kunnen toegepast worden:

1. Plaats het recipiënt op het schudtoestel en schud minstens 18 uur, of
2. Breng het monster aan de kook en laat het monster gedurende 5 minuten doorkoken. Koel het monster af tot op omgevingstemperatuur, of
3. Ultrasonische behandeling van het monster bij 70°C gedurende 10 minuten.

Hierna is het monster volledig gedispergeerd en kunnen de zand-, leem- en kleifracties bepaald worden.

5.3.6 Bepaling van de fracties groter dan $50\ \mu\text{m}$

5.3.6.1 Afscheiding van de zandfractie (nat zeven)

Neem het recipiënt met het gedispergeerde monster en breng de inhoud kwantitatief over op een zeef met een maaswijdte van $50\ \mu\text{m}$.

Zeef de leem- en kleifractie af onder een waterstraal waarbij licht met de vingertoppen over de zeef gewreven wordt.

Vang het filtraat op in de opvangschaal.

Het zeven wordt beëindigd zodra het doorstromende water helder is. Het volume filtraat dient < 1 liter te zijn; indien dit niet het geval is, moet er ingedampt worden.

Breng het filtraat kwantitatief over in de sedimentatiecilinder.

De zandfractie die op de zeef ligt, wordt kwantitatief overgebracht in een op voorhand gewogen weegflesje.

Droog het weegflesje in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator en bepaal de massa van het zand ($= m_z$).

5.3.6.2 Bepaling van de leem- en kleifractie

Breng de inhoud van de sedimentatiecilinder op precies 1000 ml en breng er een magnetische roeder in.

Maak eveneens een getuigecilinder klaar met enkel 25 ml disperseermiddel en ultra puur water.

De sedimentatiecilinders worden vervolgens afgesloten met rubberen stoppen en in het gethermostatiseerde bad geplaatst. De monsters worden overnacht op temperatuur gebracht.

Alternatief kan gewerkt worden in een gethermostatiseerde ruimte.

- eerste staalname: opname van klei en leem (+ disperseermiddel)

Na temperatuurstabilisatie wordt de suspensie gehomogeniseerd bv. door de sedimentatiecilinder uit het warmwaterbad te halen en op een roerplaat te plaatsen. Terwijl er geroerd wordt, wordt er 20 ml opgezogen met behulp van een pipet.

De suspensie in de pipet wordt opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje; pipet naspoeien.

Het weegflesje laten drogen in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator en weeg, bepaal de massa van de inhoud (= m_{k+l+d}).

- tweede staalname: opname van klei (+ dispergeermiddel)

Na roeren/opschudden en het plaatsen van de sedimentatiecilinder op de geschikte temperatuur (ev. in warmwaterbad), start het tijdstip voor de tweede opname.

De opname van klei is gebaseerd op de relatie tussen de sedimentatiesnelheid en de korrelgrootte van de partikels en kan gebeuren op een variërende diepte op een vooraf bepaald tijdstip ofwel op een gefixeerde diepte na een bepaalde tijdspanne (zie tabel 1).

30 seconden voor het einde van de sedimentatietijd wordt voorzichtig de Robinson-Köhn pipet (met gesloten opening) in de suspensie gedompeld op de vooraf bepaalde diepte.

Bijvoorbeeld: bij een temperatuur van 30°C moet men, indien er gekozen is voor een vaste insteekdiepte van 10 cm, na 6 uur 09' een staalname uitvoeren.

De suspensie wordt langzaam opgezogen, zodanig dat het midden van de opnameduur precies samenvalt met het einde van de sedimentatietijd.

De suspensie in de pipet wordt weer opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje.

Laat het weegflesje drogen in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator, weeg en bepaal de massa van de inhoud (= m_{k+d}).

- de getuigecilinder

Pipetteer zowel bij de eerste als bij de tweede staalname uit de getuigecilinder (blanco), zoals hierboven beschreven, de inhoud van de pipet in vooraf gewogen weegflesjes. De weegflesjes worden gedroogd bij 105°C en de massa van het residu wordt bepaald.

Het gemiddelde van de 2 metingen wordt berekend (= m_r).

5.3.7 Berekening

m_z = massa zand in het weegflesje

m_{k+l+d} = massa klei, leem en dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

m_{k+d} = massa klei en dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

m_r = massa dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

V_c = volume van de suspensie in de sedimentatiecilinder (= 1000 ml).

V_p = werkelijk volume van de pipet (zie kalibratie Robinson-Kohn-pipet).

mf_1 = massa leem, klei en dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

mf_2 = massa klei en dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

m_d = massa dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

$$mf_1 = m_{k+l+d} * (V_c/V_p)$$

$$mf_2 = m_{k+d} * (V_c/V_p)$$

$$m_d = m_r * (V_c/V_p)$$

m_l = massa leem in 1 liter suspensie.

m_k = massa klei in 1 liter suspensie.

$$m_l = mf_1 - mf_2$$

$$m_k = mf_2 - m_d$$

m_t = totaal van de gevonden massa zand, klei en leem.

$$m_t = m_z + m_l + m_k$$

% zand (50 μ m – 2 mm): % zand = $(m_z / m_t) * 100\%$

% leem (2 μ m – 50 μ m): % leem = $(m_l / m_t) * 100\%$

% klei (< 2 μ m): % klei = $(m_k / m_t) * 100\%$

Tabel 1: Sedimentatietijd voor de bepaling van het kleigehalte in functie van temperatuur en opnamediepte (in cm)

Temperatuur (°C)	Sedimentatietijd (t) (opnamediepte = 5 cm)	Sedimentatietijd (t) (opnamediepte = 10 cm)
20	3u52'	7u44'
21	3u47'	7u34'
22	3u42'	7u24'
23	3u37'	7u13'
24	3u32'	7u03'
25	3u27'	6u53'
26	3u22'	6u44'
27	3u18'	6u35'
28	3u13'	6u26'
29	3u09'	6u18'
30	3u05'	6u09'

De sedimentatietijd t i.f.v. de temperatuur en de insteekdiepte wordt bepaald vanuit de Wet van Stokes:

$$t = \frac{18 \eta h}{[(\rho_s - \rho_w) g d_p^2]}$$

Waarbij:

t sedimentatietijd, in seconden, van een deeltje met diameter d_p

η viscositeit van water (zie tabel 2), in mPa/sec

h opnamediepte, in cm

ρ_s dichtheid van de vaste stof, in g/ml (i.e. 2.65 g/ml, zie opmerking)

- ρ_w dichtheid van de vloeistof, in g/ml (i.e. 1.0000 g/ml, zie opmerking)
 g versnelling van de zwaartekracht, in cm/s^2 (i.e. 981 cm/s^2)
 d_p diameter van het deeltje, in mm (i.e. 0.002 mm)

Opmerking: De dichtheid van bodemdeeltjes kan sterk verschillen, maar voor deze analyses wordt een gemiddelde dichtheid van kwarts gehanteerd i.e. 2.65 g/ml. De dichtheid van water is gelegen tussen 0.9982 g/ml en 0.9956 g/ml bij respectievelijk 20°C en 30°C. Voor de berekening van de sedimentatietijd in deze procedure mag een densiteit van water van 1.0000 g/ml weerhouden worden.

Tabel 2: Viscositeit van water in functie van de temperatuur

Temperatuur (°C)	η (mPa/s)
20	1.002
21	0.9779
22	0.9548
23	0.9325
24	0.9111
25	0.8904
26	0.8705
27	0.8513
28	0.8327
29	0.8148
30	0.7975

5.4 Referenties

- ISO 11277:2009: Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation.
- Methode voor manuele textuurbepaling - Universiteit Gent (Fac. Bio-ingenieurswetenschappen - Vakgroep Bodembeheer).