

## KLEIGEHALTE (PIPETMETHODE VAN ROBINSON-KÖHN)

### 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 (< 2mm), na afscheiding van de grove elementen. Om een goede dispersie van de kleifractie te bekomen, dienen alle cementerende materialen als organisch materiaal, CaCO<sub>3</sub>, oxiden en aanwezige opgeloste zouten verwijderd te worden. De fijne fracties (leem en klei) worden gescheiden van het zand door natte zeping 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.

### 2 REAGENTIA

- Zoutzuur (HCl 2N)
- Zoutzuur (HCl 1 N)
- Geconcentreerd zuurstofwater (30 %)
- Ethylalcohol (96%) in een spuitfles
- Dispergeermiddel: 33.0 g natriumhexametafosfaat (Grahamzout) en 7.0 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oplossen in 1 l water. Deze oplossing is één maand houdbaar.

### 3 APPARATEN

- porceleinen mortier, met stamper
- inox zeven van 2 mm en 50 µm met bijhorend deksel en opvangschaal (20 cm diameter)
- weegschalen met een nauwkeurigheid van 0.1 g en 0.001 g
- thermostatisch ultrasoonbad (op 70°C)
- trekkast
- centrifugebuizen van 300 ml
- centrifuge, voor buizen van 300 ml
- geleidbaarheidsmeter
- warme luchtoven (105°C)
- fles van 250 ml met schroefdop
- schudtoestel
- thermometer en chronometer
- MQ-water in spuitfles
- roertoestel met magnetisch staafje
- sedimentatiecilinders van 1 l met afsluitdop (min. diameter 50 mm)
- Robinson-Köhn pipet gemonteerd op een stander
- weegflesjes van ≥ 30 ml voor afweging fracties
- gethermostatiseerd waterbad op 30°C.

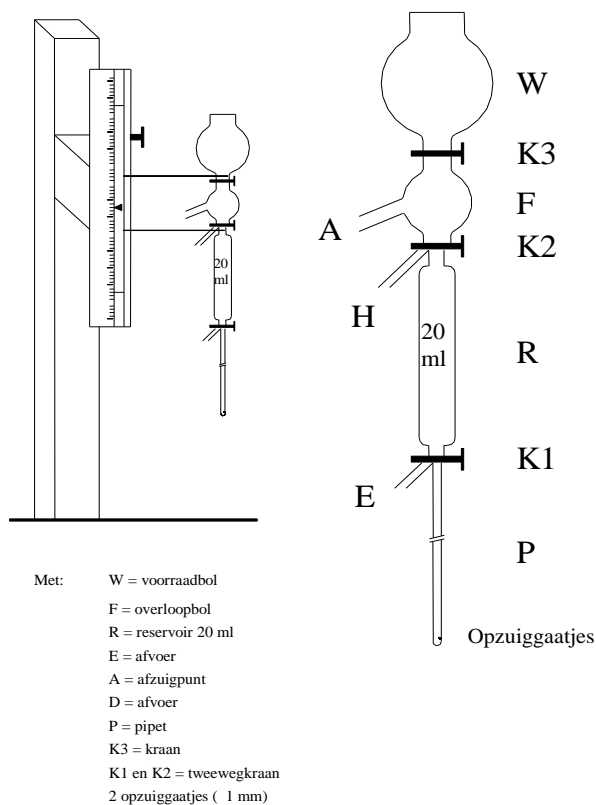
## 4 VOORBEREIDING

### 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.

### 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.

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.

Bovenaan, in voorraadbol W, zit gedemineraliseerd 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 maatcilinder aanbevolen. In onze proeven worden monsters 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 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.

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 10 seconden voor de berekende tijd via een rubberen slang aan afzuigpunt A totdat 20 seconden 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 en men spoelt 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 glijdt 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.

#### *Opmerking*

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 MQ-water in een sedimentatiecilinder thermostatiseren in het waterbad op 30°C.

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.

Voorbeeld:

De massa's van het water in de weegflesjes zijn:	21,1706 g
	21,0801 g
	21,1310 g

De gemiddelde massa water = 21,1272 g

De dichtheid van zuiver water bij 30°C = 0,995647 g/ml

Het volume van reservoir R is dan:  $R = V_p = \frac{21,1272 \text{ g}}{0,995647 \text{ g/ml}} = 21,2196 \text{ ml}$

### 4.3 Werkwijze

#### 1. Monster drogen

Het staal wordt gedroogd bij 40°C tot constant gewicht. Om te vermijden dat de droge stalen te harde klompen vormen, wordt het staal in een dunne laag gedroogd in petrischaaltjes. Tussendoor kan er eventueel gemengd worden.

#### 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 van 300 ml 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.

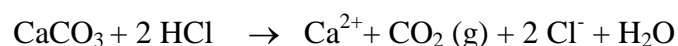
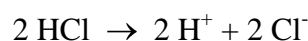
#### 3. Vernietiging van de carbonaten

De fijne fractie (< 2 mm) wordt getest op de aanwezigheid van carbonaten door enkele druppels HCl 2N toe te voegen aan een kleine hoeveelheid van het gezeefde monster. Indien een bruisende reactie optreedt moeten de carbonaten vernietigd worden.

Dit gebeurt als volgt:

- Voeg 50 ml HCl 1 N toe, behandel 1 minuut ultrasoon en laat 2 uur reageren. Af en toe even omroeren of ultrasoon behandelen (1 minuut).

De vernietiging van de carbonaten verloopt volgens volgende reactie:



Indien er geen bruisende reactie plaats vindt met het 2 N HCl, dan zijn er geen carbonaten aanwezig en mag deze stap dus worden overgeslagen.

#### 4. Vernietiging van organisch materiaal

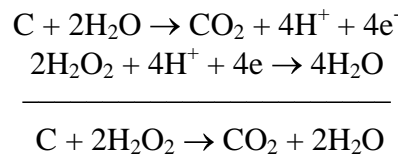
Indien er carbonaten aanwezig waren, wordt verder gewerkt met dit voorbehandeld monster. Aan de buis die in het ultrasoonbad staat wordt, na 2 uur lang de carbonaten weggereageerd te hebben, vervolgens H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> toegevoegd om het organisch materiaal te vernietigen.

- Gespreid over 3 uur wordt er, om het half uur 12.5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 %) toegevoegd. Op die manier wordt er in totaal 75 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> toegevoegd. Na toevoegen van H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> wordt het monster in de buis telkens 1 minuut ultrasoon behandeld. Voeg de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> voorzichtig toe opdat 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 (96%) toe te voegen.
- Laat na 3 uur het peroxide even wegreacteren, af en toe omroeren of ultrasoon behandelen (1 minuut) en leng vervolgens aan met MQ-water en centrifugeer.

Indien er geen carbonaten aanwezig waren kan men meteen beginnen met de vernietiging van het organische materiaal.

Het monster in de centrifugebuis moet dan echter wel met een weinig water worden bevochtigd alvorens waterstofperoxide wordt toegevoegd. Vervolgens kan men verder gaan met de twee hierboven beschreven stappen.

De vernietiging van het organisch materiaal verloopt volgens volgende redoxreactie :



#### 5. Verwijderen van aanwezige oplosbare zouten en gipsen

De oplosbare zouten en gipsen worden verwijderd door te wassen.

- Decanteer de bovenstaande vloeistof af en voeg 150 tot 200 ml MQ-water toe.
- Plaats een rubber stop op de centrifugeerbuis en schud een half uur op de schudmachine.
- Na een half uur wordt er weer gecentrifugeerd en de geleidbaarheid van het supernatant wordt gemeten. Als de geleidbaarheid < 0,4 mS/cm is dan is er voldoende gewassen, zoniet worden de bovenstaande stappen herhaald.
- Decanteer de bovenstaande vloeistof af.

#### 6. Dispersie

- Breng het monster kwantitatief over in een fles van 250 ml met schroefdop, voeg 25 ml dispergeermiddel toe leng aan met ongeveer 150 ml MQ-water.
- Plaats deze fles op de schudmachine en schud minstens 18 uur.

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

## 5 BEPALING VAN DE FRACTIES GROTER DAN 50 $\mu\text{M}$

### 5.1 Afscheiding van de zandfractie (nat zeven)

- Neem de fles 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 (spuitfles met MQ-water) waarbij licht met de vingertoppen over de zeef gewreven wordt (dragen van handschoenen!).
- Vang het filtraat op in de opvangschaal.
- Het zeven wordt beëindigd zodra het doorstromend water helder is. Het volume filtraat dient < 1 liter te zijn, indien dit niet het geval moet er ingedampt worden.
- Breng het filtraat kwantitatief over in de sedimentatiecilinder en leng aan tot 1 liter.
- De zandfractie die op de zeef ligt wordt kwantitatief overgebracht in een op voorhand gewogen weegflesje.
- Droog het weegflesje in de warme luchtoven bij 105°C tot constant gewicht.
- Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator en bepaal de massa van het zand (=  $m_z$ ).

### 5.2 Bepaling van de leem- en kleifractie

- Breng de inhoud van de cilinder op precies 1000 ml en breng er een magnetische roeder in.
- Maak eveneens een getuigecilinder klaar met enkel 25 ml dispergeermiddel en MQ-water.
- De sedimentatiecilinders worden vervolgens afgesloten met rubberen stoppen en in het gethermostatiseerde (30°C) bad geplaatst.
- De monsters worden overnacht op temperatuur gebracht.

*Eerste staalname: opname van klei en leem (+ dispergeermiddel)*

- De volgende dag wordt de suspensie gehomogeniseerd door de cilinder uit het warmwaterbad te halen en op een roerplaat te plaatsen. Terwijl er geroerd wordt, wordt er 20 ml opgezogen m.b.v. de Robinson-Köhn pipet op een diepte van 10 cm.
- Plaats vervolgens de sedimentatiecilinder terug in het warmwaterbad zodat die niet te veel afkoelt.
- De suspensie in de pipet wordt opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje, pipet naspoelen.
- Het weegflesje laten drogen in de warme luchtoven bij 105°C tot constant gewicht.
- Laat het weegflesje afkoelen in het droogtoestel en weeg, bepaal de massa van de inhoud (=  $m_{k+l+d}$ ).

*Tweede staalname: opname van klei (+ dispergeermiddel)*

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 voorafbepaald tijdstip ofwel op een gefixeerde diepte na een bepaalde tijdspanne (zie tabel 1).

- 30 seconden voor het einde van de sedimentatietijd wordt voorzichtig de pipet (met gesloten opening) in de suspensie gedompeld op 10 cm diepte.
- De suspensie wordt langzaam opgezogen, zodanig dat het einde van de sedimentatietijd precies samenvalt met het midden van de duur van de opname.
- De suspensie in de pipet wordt weer opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje.
- Laat het weegflesje drogen in de warme luchtoven 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*

- Van de getuigecilinder worden er 3 stalen genomen. Eén op tijdstip 0 (gelijktijdig dus met de eerste staalname van de andere cilinders), één na 3 uur 11' 30" en één na 6 uur 23'.
- Deze stalen worden opgevangen in drie op voorhand gewogen weegflesjes.
- De weegflesjes worden gedroogd bij 105°C en de massa van het residu wordt bepaald.
- Het gemiddelde van de drie metingen wordt berekend (=  $m_r$ ).

## 6 BEREKENING

$m_z$  = massa zand in het weegflesje

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

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

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

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

$V_p$  = werkelijk volume van de pipet (zie calibratie 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 ( $50 \mu m - 2 mm$ ):

$$\% \text{ zand} = (m_z / m_t) * 100\%$$

% leem ( $2 \mu m - 50 \mu m$ ):

$$\% \text{ leem} = (m_l / m_t) * 100\%$$

% klei ( $< 2 \mu m$ ):

$$\% \text{ klei} = (m_k / m_t) * 100\%$$

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

Temperatuur °C	Diepte (d) (t = 8 uur)	Sedimentatietijd (t) (d = 10 cm)
18	9.5	8u24'
19	9.8	8u12'
20	10.0	8u00'
21	10.3	7u49'
22	10.5	7u38'
23	10.8	7u27'
24	11.0	7u17'
25	11.3	7u07'
26	11.5	6u57,
27	11.8	6u48'
28	12.1	6u39'
29	12.3	6u31'
30	12.6	6u23'

## 7 VEILIGHEID

Zoutzuur, HCl

R : 34-37

S : 2-26

- corrosief



Waterstofperoxide, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

R : 34

S : 28-39

- corrosief

Ethanol, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH

R : 11

S : 7-16

- licht ontvlambaar

## 8 REFERENTIES

ISO 11277 International Standard: Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation (ISO 11277:1998(E)).