

Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau
Chemische Laboruntersuchungen
Teil 3: Bestimmung des Glühverlusts und des Glührückstands

DIN
19684-3

ICS 13.080.10; 65.060.35

Ersatz für
DIN 19684-3:1977-02

Methods of soil investigations for agricultural water engineering; chemical laboratory tests – Part 3: Determination of the loss on ignition and the residue of soil after ignition

Méthodes d'analyses du sol dans la technique hydraulique agricole; Examens chimique de laboratoire – Partie 3: Détermination de la perte au feu et au résidu du sol après calcination

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW), Arbeitsausschuss I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“, erarbeitet.

Es wird empfohlen, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Die weiteren Teile dieser Norm sind in Anhang A aufgeführt. Anhang A ist informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN 19684-3:1977-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Text redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 19684-3: 1977-02

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Glühverlusts und des Glührückstands fest.

Der Glühverlust ermöglicht eine Aussage über den Gesamtgehalt an organischer Substanz in humusreichen, carbonatfreien Sandböden sowie in Torfen.

Der Glührückstand ermöglicht Rückschlüsse auf die Dichte der Torfe und auf die Torfart.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 4220, *Bodenkundliche Standortuntersuchung – Kennzeichnung, Klassifizierung und Ableitung von Bodenkennwerten (normative und nominale Skalierung)*.

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse – Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465:1993)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Wassergehalt

Massenanteil des Wassers in Prozent, bestimmt durch Trocknung der lufttrockenen (oder feldfeuchten) Probe bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz.

3.2

Trockenmasse

Masse in Gramm der bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrockneten Analysenprobe (luftgetrocknet).

3.3

Masseverlust

Masseverlust in Gramm, um den die Masse der bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrockneten Analysenprobe (luftgetrocknet) durch Glühen bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ abnimmt.

3.4

Glühverlust

Masseverlust in Prozent, der beim Glühen der Probe bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ eintritt, bezogen auf die Trockenmasse der bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrockneten Probe.

3.5

Glührückstand

Massenanteil in Prozent, der nach dem Glühen bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ der bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrockneten Probe verbleibt.

4 Grundlagen

Glühen bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ (wegen eventuell vorliegenden CaCO_3) einer gesiebten, bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ (mindestens 3 h) auf Massekonstanz getrockneten Bodenprobe, Wägung des Rückstands und Ermittlung von Glühverlust und Glührückstand, daraus Ableitung des Gesamtgehalts an organischer Substanz der Bodenprobe.

ANMERKUNG Beim Glühen entweichen gasförmig neben Humusabbauprodukten auch Anteile vom Kristallwasser einzelner Minerale (z. B. Gips, Tonminerale, Sesquioxide). Dieser Vorgang ist bei Zeolithen bereits unterhalb 100°C zu beobachten. Demgegenüber tritt bei einigen Tonmineralen auch bei 300°C noch keine vollständige Abgabe adsorptiv gebundenen Wassers ein, während strukturell gebundenes Wasser bereits in diesem Temperaturbereich entweicht. Da beim Glühen neben Kristall-(Hydrat-)wasser auch Kohlenstoffdioxid freigesetzt wird, können hierdurch bedingt höhere Werte erhalten werden. Da der Einfluss derartiger methodischer Fehler nicht ohne erheblichen Mehraufwand quantifizierbar ist, findet diese einfache Methode zur Bestimmung der organischen Substanz bei tonarmen, humusreichen, carbonatfreien Böden sowie bei Torfen Anwendung und ist weniger für lehm- und tonreiche Böden geeignet.

5 Reagenzien

5.1 Ammoniumnitrat-Lösung (gesättigt)

oder

5.2 Wasserstoffperoxid in wässriger Lösung,

30 % (Massenanteil), als Veraschungshilfen bei Bedarf, siehe 7.3.

6 Geräte

6.1 Prüfsieb (2 mm Maschenweite) bzw. Sieb (5 mm Maschenweite).

6.2 Trockenschrank mit Umluftführung und thermostatischer Regelung.

6.3 Muffelofen, auf eine Temperatur von $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ einstellbar, in einem Abzug aufgestellt.

6.4 Elektronische Analysenwaage, Fehlergrenzen höchstens 0,1 g.

6.5 Porzellanschalen oder -tiegel (hitzebeständig markiert), ggf. geeignete Abdeckung, wie z. B. Porzellandeckel oder feinmaschiges, korrosionsbeständiges Metallgewebe (Gaze).

6.6 Exsikkator mit aktivem Trockenmittel (z. B. Silikagel).

7 Durchführung

7.1 Probenvorbereitung

Im feldfeuchten Zustand zu untersuchendes Probenmaterial wird durch ein Sieb (5 mm Maschenweite) (6.1) gestrichen, bei luftgetrockneten Bodenproben kommt ein Prüfsieb (2 mm Maschenweite) (6.1) zur Anwendung.

ANMERKUNG Humusreiche und anmoorige Böden sollten im feldfeuchten Zustand eingewogen, getrocknet und verascht werden. Es ist zu beachten, dass beim Mahlen der getrockneten Analysenprobe eine Entmischung der mineralischen und organischen Bodenbestandteile eintreten kann, wodurch infolge Inhomogenität der Probe Analysefehler entstehen können.

7.2 Bestimmung der Trockenmasse

Die Trockenmasse ist nach DIN ISO 11465 zu bestimmen. Das Ergebnis (Masse m_b) ist in Gleichung (4) (siehe 7.4.3), Gleichung (5) (siehe 7.4.4) und die Gleichungen (6) und (7) (siehe 7.4.5) einzusetzen.

7.3 Veraschen und Glühen der Probe

Porzellanschalen oder -tiegel (6.5) im Muffelofen (6.3) 20 min bei $550 \pm 25^\circ\text{C}$ vorglühen, im Exsikkator (6.6) auf Raumtemperatur abkühlen und anschließend wägen (Masse m_a).

Je nach Gehalt an organischer Substanz werden 5 g bis 20 g des nach 7.1 gesiebten und nach 7.2 bei $105 \pm 5^\circ\text{C}$ getrockneten Bodens oder Torfs in bis zur Gewichtskonstanz vorgeglühte Porzellanschalen oder -tiegel auf 0,01 g eingewogen (m_b), die in den kalten Ofen gestellt werden. In Abhängigkeit vom Untersuchungsmaterial darf die Einwaage maximal $\frac{1}{3}$ bis $\frac{1}{2}$ des Schalenvolumens ausmachen. Die Temperatur wird stufenweise auf einen Wert von $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ gebracht. Bei dieser Temperatur wird die Porzellanschale (oder -tiegel) mit Probe 2 h bis 4 h bis zur Massekonstanz geglüht. Nach Abschalten der Stromzufuhr wird die Schale mit Probe bis zum Abkühlen auf etwa 100°C im Ofen bei geöffneter Tür belassen, dann in den Exsikkator überführt und nach Abkühlen auf Raumtemperatur (etwa 1 h) zur Wägung gebracht (m_c). Es sind zwei Bestimmungen durchzuführen. Als Ergebnis wird das arithmetische Mittel der Masse in Gramm von beiden Bestimmungen auf eine Stelle nach dem Komma gerundet angegeben. Die Abweichungen der Ergebnisse zweier Bestimmungen vom Mittelwert dürfen dabei 5 % des Mittelwertes nicht überschreiten.

Humusreiche Proben sind mittels Porzellandeckel oder feinmaschiger Metallgewebe abzudecken, da während des Glü-