



Samanburður á húmusmælingu með
NaOH-aðferð og glæðitapsmælingu

Arnþór Óli Arason



Unnið á Rannsóknastofnun byggingariðnaðarins
fyrir Rannsóknasjóð Vegagerðarinnar 2005



Rannsóknastofnun byggingariðnaðarins

Keldnaholti, IS-112 Reykjavík, sími 570 7300, fax 570 7311

SKÝRSLA

Skýrsla nr: 06-02	Rb/SfB YP (J)
Dreifing Opin <input checked="" type="checkbox"/> Lokuð <input type="checkbox"/>	
Heiti skýrslu: Samanburður á húmusmælingu með NaOH-aðferð og glæðitapsmælingu	Dags: Apríl 2006
	Fjöldi síðna: 7
Höfundur: Arnbór Óli Arason	Faglega ábyrgur: Pétur Pétursson
Deild: Jarðfræði- og vegtæknideild	Rannsóknúmer: V-0505
Unnið fyrir: Rannsóknasjóð Vegagerðarinnar	
Útdráttur: Sótt var um styrk til Rannsóknasjóðs Vegagerðarinnar til verkefnisins. Verkefnið fólst í því að bera saman aðferðir til mats á magni lífrænna óhreininda í malarsýnum. Aðferðirnar sem bornar voru saman eru NaOH-aðferð með litaskala (hefðbundin aðferð), NaOH-aðferð með viðmiðunarlausn (skv. EN 1744-1) og glæðitapsmæling sem gefur þungahlutfall lífræns efnis (sbr. norska aðferð). Á þennan hátt var vonast til að unnt væri að tengja saman lit lausnar úr NaOH-prófi og magn lífrænna óhreininda með beinni mælingu. Við tilraunirnar var notuð tilbúin gróðurmold og gjallsandur. Moldin er sennilega sérstaklega húmusrík. Það þarf ekki nema 0,5% af henni til þess að ná viðmiðunarlit í NaOH lausn. Glæðitap 0,5% blöndu hefði aðeins verið um 0,52% (Mæling á 0% mold gaf 0,15% og 1% mold 0,90%). Lífræn óhreinindi í malbiksefni skv. Alverki'95 (bls. 21) „mega ekki vera meira en 2 skv. kvarða fyrir NaOH prófunina í efnunum sem ætluð eru í klæðingar og kaldblandað malbik, og ekki meira en 4 í efnunum sem nota á í heitblandað malbik.“ Í þessari tilraun þurfti um 0,125-0,25% mold til þess að ná lit nr. 2 á kvarða og innan við 2% til þess að ná lit nr. 4. Þar sem þetta rannsóknarverkefni er lítið í sniðum, er ekki hægt að draga einhlítar niðurstöður af því. Til dæmis má benda á að einungis var prófuð ein tegund af lífrænum efnunum, þ.e.a.s. tilbúin gróðurmold. Einnig var einungis notuð ein gerð steinefnis, þ.e.a.s. gjallsandur sem væntanlega er með tiltölulega lágt glæðitap (0,15 %) miðað við t.d. ummynduð steinefni. Það á þó eftir að sannreyna. Niðurstöðurnar benda þó til þess að ekki þurfi að vera mikið af lífrænum óhreinindum í malarefni til að það litist í NaOH-prófi, jafnvel innan við 1 % þunga til að teljast yfir viðmiðunarmörkum. Æskilegt væri að taka fjölbreyttari sýni og prófa þau, bæði með glæðitaps- og NaOH-prófi, þannig að unnt verði að segja fyrir um með meiri vissu hver samsvörun þessara tveggja aðferða við mælingu á lífrænum óhreinindum er.	

3 lykilorð: Á íslensku

Á ensku

Steinefni	Aggregates
Húmus	Humus
Glæðitap	Loss on ignition

Efnisyfirlit

1 Inngangur	4
2 Aðferðir	4
3 Efni	5
4 Próf	5
4.1 NaOH-upplausn	5
4.2 Glæðitap	6
5 Ályktanir og umræða	7
Heimildir	8

1 Inngangur

Lengst af hefur verið í notkun héraendis svokallað NaOH-próf þar sem stuðst er við ákveðinn litaskala til að meta hvort magn lífrænna óhreininda er undir eða yfir mörkum. Nefnd innan Vegagerðarinnar, sem hefur m.a. með höndum að setja fram endurskoðaðar kröfur til steinefna, hefur velt því fyrir sér hvort eðlilegra geti talist að setja fram slíkar kröfur sem leyfilegt þyngdarhlutfall, byggt á glæðitapsmælingu.

Sótt var um styrk til Rannsóknasjóðs Vegagerðarinnar til verkefnisins. Verkefnið fólst í því að bera saman aðferðir til mats á magni lífrænna óhreininda í malarsýnum. Aðferðirnar sem bornar voru saman eru NaOH-aðferð með litaskala (hefðbundin aðferð), NaOH-aðferð með viðmiðunarlausn (skv. EN 1744-1) og glæðitapsmæling sem gefur þungahlutfall lífræns efnis (sbr. norska aðferð). Á þennan hátt var vonast til að unnt væri að tengja saman lit lausnar úr NaOH-prófi og magn lífrænna óhreininda með beinni mælingu.

Markmið verkefnisins var að leggja mat á og velja heppilegustu aðferðina til að segja til um magn lífrænna óhreininda í malarsýni. Prófuð voru efni með mismunandi magni af lífrænum óhreinindum og metið hvort viðmiðunarmörkin væru í samræmi við það sem viðgengist hefur héraendis.

2 Aðferðir

Húmusmæling með NaOH-aðferð var gerð samkvæmt staðlinum ÍST EN 1744-1:1998, kafla 15.1 Determination of humus content.¹ Í þeirri aðferð er efnið sem prófa á þurrkað við 55°C og síðan er hlutinn yfir 4 mm sigtaður frá. Notaðar eru mæliflöskur sem eru um 7 cm í þvermál. 3% lausn af natríumhydroxíði er hellt í flöskuna þar til hæðin er um 8 cm og síðan sýninu sem prófa á þar til hæðin nær 12 cm. Flaskan er hrist vel og látin standa í sólarhring. Litur prófupplausnarinnar er borinn við staðallausn og er sú er með nokkuð sterkum rauðbrúnum lit. Í niðurstöðum á aðeins að segja hvort prófupplausnin sé ljósari eða dekkri en staðallausnin.

Aðferðin er í grunnatriðum lík þeirri sem hefur verið notuð á Rannsóknastofnun byggingariðnaðarins. Sú er reyndar að segja má úr tveimur áttum. Sýnið er útbúið í 250 ml mæliflöskur eftir gamla staðlinum ÍST 10, Steinsteypa hluti II.² Í kafla 2.4.3 segir: „Lit prófupplausnarinnar skal bera við staðlaða litarupplausn. Sé litur prófupplausnarinnar dekkri en staðalupplausnarinnar, er of mikið af lífrænum óhreinindum í sandinum.“ Ekki er gert ráð fyrir nánari lýsingu, en á Rannsóknastofnun byggingariðnaðarins hefur litur lausnar verið borinn við litakvarða³ og með tölugildum frá 0 upp í 4 þar sem litur 0 er hrein og tær lausn, en litur 3 samsvarar staðallausn.

¹ ÍST EN 1744-1:1998, Tests for chemical properties of aggregates. Chemical analysis. Kafli 15.1 Determination of humus content.

² ÍST 10, Steinsteypa hluti II, gildistaka 1971-02-03. Kafli 2.4 Lífræn óhreinindi í sandi.

³ Litakvarðinn á R.b. er frá Cementa í Svíþjóð.

Glæðitap var mælt með aðferð frá Statens vegvesen í Noregi.⁴ Hún er í stuttu máli þannig að efnið er þurrkað við 110°C, hálfsmálímd korn mulin og efnið síðan sigtað í gegnum 0,5 mm sigti. 10,00 g af sýninu eru síðan brennd við 450 °C í sólarhring og glæðitap reiknað eftir kælingu í þurrkara (eksikator).

3 Efni

Í samanburðarprófunum var ákveðið að nota annars vegar hreinan sand og hinsvegar tilbúna pottamold.

Sandurinn var 0-10 mm steypusandur unnin af ÍAV í Súlum á Reykjanesskaga og er hann kolsvartur og gjallkenndur. Útbúin voru tvö hlutasýni og var annað þurrkað við 55°C og hlutinn undir 4 mm tekinn frá til prófunar í NaOH lausn. Hitt var þurrkað við 105°C og hlutinn undir 0,5 mm tekinn frá vegna mælinga á glæðitapi.

Moldin var „Blómamold“ frá Borgarprýði og Blómavali. Samkvæmt texta á poka var innihaldið sphagnum, sem er mosi, mómold, vikur, kalk og áburður. Rök moldin var fyrst sigtuð á 8 mm sigti og lengstu mosatægjurnar fjarlægðar þannig. Sá hluti var um 6% sýnisins. Hlutinn undir 8 mm var síðan þurrkaður við 55°C og var rakinn um 144% af þurru sýni. Moldin var sigtuð á 0,5 mm sigti og sat helmingur hennar á því eftir að hálfsmálímd korn höfðu verið mulin. Vikur og gróðurleifar voru áberandi í þeim hluta. Hlutinn undir 0,5mm var notaður í bæði prófin til þess að samanburður yrði sem bestur.

4 Próf

4.1 NaOH-upplausn

Sandurinn undir 4 mm og moldin undir 0,5 mm voru þurrkuð við 55°C. Útbúin voru sjö sýni með moldarhluta frá 0 að 4 % af heildarþunga. Hlutasýnin af sandinum voru útbúin með skiptingu í sýnadeili, en af moldinni með fjórðungaskiptingu.

Lýsing á lit lausnar eftir sólarhring

- 4% mold: Lausnin var svört að segja má og ljós sást ekki í gegnum hana. Trefjar flutu ofan á henni. Dekkri en staðallausn og >4 á litakvarða.
- 2% mold: Lausnin svört eða svarbún og ógegnsæ eins og 4% lausnin. Dekkri en staðallausn og > 4 á litakvarða.
- 1% mold: Lausn var brún og gegnsæ og dekkri en staðallausn eða 3-4 á litakvarða.
- 0,5% mold: Var svipuðum litastyrk og staðallausn. Litur próflausnarinnar var brúnn en staðallausnarinnar er rauðbrúnn. Próflausnin var svolítið skýjuð en staðallausnin er hrein. Litastyrkur var sem sagt jafn staðallausn eða 3 á litakvarða.
- 0,25% mold: Litur var ljós eða svipaður og í þunnu tei. Ljósari en staðallausn, 2-3 á litakvarða.

⁴ Statens vegvesen: Håndbok 014 Laboratorieundersøkelser; 14.445 Humusinnhold ved gløding. Version april 2005.

- 0,125% mold: Svólíttill litur var á próflausninni en ljósari en staðallausn, 1-2 á litakvarða. Lausnin var hrein að segja má og varla ský í henni.
- 0% mold: Lausn var alveg vatnstær.

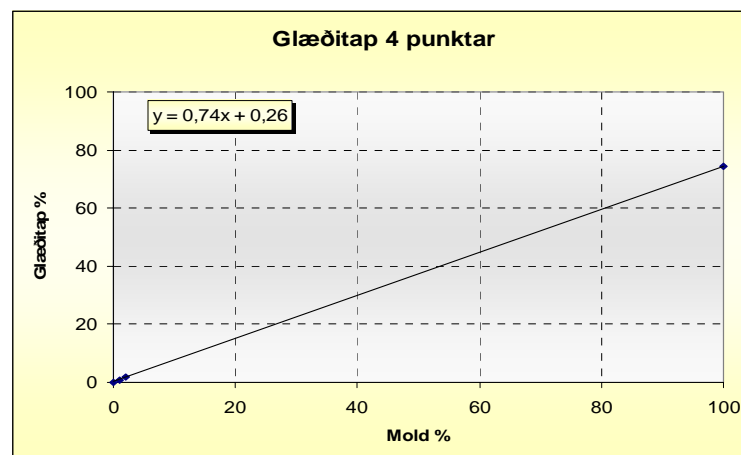
4.2 Glæðitap

Sýnin af sandi og mold voru undir 0,5 mm og hafði sandurinn verið þurrkaður við 105°C en moldin við 55°C. Hæfilegur skammtur af hvoru efni var þurrkaður aftur við 105°C í a.m.k. þrjá tíma og síðan kældur í tvo tíma í þurrkara. Útbúin voru fjögur sýni í tveimur áföngum og tvö hlutasýni af hverju. Eitt sýnanna var með hreinum sandi og annað með hreinni mold. Hin tvö voru með 1 og 2% mold af heildarþunga. Hlutasýnin af sandinum og hreinu moldinni voru útbúin með fjórðungaskiptingu. 1 og 2% moldarskammtarnir voru teknir með skeið.

Hvert hlutasýni var 10,00 g og var sett í deiglu og inn í kaldan ofn. Fjögur hlutaýni í senn voru síðan í ofninum 24 tíma eftir að hann hafði náð brunahita, eða 450°C. Eftir brunann voru deiglurnar kældar í þurrkara í tvo tíma áður en þær voru vegnar, sjá niðurstöður í töflu 1 og mynd 1 hér að neðan.

TAFLA 1 Niðurstöður glæðitapsmælinga.

Glæðitap				
Sandur %	Mold %	Leif g (af 10,00)	Tap %	Meðaltap %
0	100	2,36 2,75	76,40 72,50	74,45
98	2	9,82 9,79	1,80 2,10	1,95
99	1	9,90 9,92	1,00 0,80	0,90
100	0	9,99 9,98	0,10 0,20	0,15



MYND 1 Niðurstöður glæðitapsmælinga

5 Ályktanir og umræða

Gróðurmoldin er sennilega sérstaklega húmusrík, en það þarf ekki nema um það bil 0,5% af henni til þess að ná viðmiðunarlit í NaOH lausn, sjá mynd 2. Glæðitap 0,5% moldarblöndu hefði því aðeins gefið um 0,52% þyngdartap (Mæling á 0% mold gaf 0,15% og 1% mold 0,90%). Líklegt má telja að “venjulegt” jarðvegslag sé snauðara af lífrænum efnum en tilbúin gróðurmold, þótt engar mælingar liggi fyrir til að styðja þá ályktun.



MYND 2 Niðurstöður mælinga á lífrænum óhreinindum.

Mynd 2 sýnir að viðmiðunarlausnin, sem útbúin er samkvæmt staðlinum ÍST EN 1744-1 og er efst á myndinni. Þar undir eru mæliflöskur með mismikilli mold, allt frá 0% þungahlutfalls upp í 2%. Eins og sést er vökvinn í flöskunni lengst til vinstri nánast glær (0% mold), en í flöskunni lengst til hægri (2% mold) er vökvinn ógegnisær og mjög dökkur. Flaskan sem merkt er 0,5% hefur lit sem er um það bil samsvarandi viðmiðunarlausninni, eða e.t.v. rétt rúmlega það.

Lífræn óhreinindi í malbiksefni skv. Alverki'95 (bls. 21) „mega ekki vera meira en 2 skv. kvarða fyrir NaOH prófunina í efnum sem ætluð eru í klæðingar og kaldblandað malbik, og ekki meira en 4 í efnum sem nota á í heitblandað malbik.“ Í þessari tilraun þurfti um 0,125-0,25% mold til þess að ná lit nr. 2 á kvarða og innan við 2% til þess að ná lit nr. 4.

Sandurinn sem notaður var í þessu rannsóknarverkefni var örugglega mjög hreint gjall og varð glæðitap á hreinum sandi því lítið eða 0,15%. Í norsku verklýsingunni er bent á að

nákvæmni aðferðarinnar væri m.a. háð kalkinnihaldi og að auki gæti kristallavatn tapast. Hérlendis gæti það þýtt tap vegna skelja í sjávarsandi og e.t.v. kristallavatns eða bundins vatns í sandi úr ummynduðu bergi.

Þar sem þetta rannsóknarverkefni er lítið í sniðum, er ekki hægt að draga einhlítar niðurstöður af því. Til dæmis má benda á að einungis var prófuð ein tegund af lífrænum efnum, þ.e.a.s. tilbúin gróðurmold. Einnig var einungis notuð ein gerð steinefnis, þ.e.a.s. gjallsandur sem væntanlega er með tiltölulega lágt glæðitap (0,15 %) miðað við t.d. ummynduð steinefni. Það á þó eftir að sannreyna. Niðurstöðurnar benda þó til þess að ekki þurfi að vera mikið af lífrænum óhreinindum í malarefni til að það litist í NaOH-prófi, jafnvel innan við 1 % þunga til að teljast yfir viðmiðunarmörkum. Æskilegt væri að taka fjölbreyttari sýni og prófa þau, bæði með glæðitaps- og NaOH-prófi, þannig að unnt verði að segja fyrir um með meiri vissu hver samsvörun þessara tveggja aðferða við mælingu á lífrænum óhreinindum er.

Í ÍST EN 1744-1:1998, kafla 17, er lýst ákvörðun á glæðitapi. Statens vegvesen rökstyður sérstakt próf með því að verklagið í staðlinum sé ekki hugsað sérstaklega fyrir húmus. Hitinn er þar 975°C og tapast því koltvíoxíð, kristallavatn og fleira. Í þessu sambandi má nefna að á fundi sem haldinn var í nefnd CEN/TC 154/TG 12 í febrúar 2006 var meðal annars unnið að 5 ára endurskoðun staðalsins ÍST EN 1744-1 frá 1998. Íslenski fulltrúinn í nefndinni benti á að í framtíðinni þyrfti að setja inn aðferð til að mæla magn lífrænna efna með glæðitapi, þar sem kafli 17 í staðlinum hentaði ekki til þess. Formaður nefndarinnar TG 12 benti þá á að ekkert væri því til fyrirstöðu að nota aðferð sem lýst er í kafla 15.3 “Determination of organic contaminants by mortar method”. Við nánari skoðun kemur í ljós að sú aðferð sem bent var á (þ.e.a.s. kafli 15.3.4. í staðlinum) er í grunninn svipuð nosku aðferðinni sem notuð var í þessu verkefni, en mun fljótlegri, þar sem glæðihitinn er $(480 \pm 25)^\circ\text{C}$ og glæðitíminn er $(4 \pm 0,25)$ klst. Það er því, ef marka má orð formanns TG 12, leyfilegt að mæla glæðitap steinefnasýna samkvæmt kafla 15.3.4. í ÍST EN 1744-1, þótt þar sé í raun um að ræða hluta úr annarri prófunaraðferð.

Ef framhald verður á samanburði mælinga á lífrænum óhreinindum með glæðitaps- og NaOH-mælingum er æskilegt að notast við þá aðferð sem gefin er upp í ÍST EN 1744-1, kafla 15.3.4 til að mæla glæðitapið.

Heimildir

ÍST EN 1744-1:1998 *Tests for chemical properties of aggregates*. Staðlaráð Íslands.

ÍST 10, *Steinsteypa hluti II*, gildistaka 1971-02-03. Kafli 2.4 Lífræn óhreinindi í sandi.

Litakvarðinn á R.b. er frá Cementa í Svíþjóð

Statens vegvesen: *Håndbok 014 Laboratorieundersøkelser*; 14.445 Humusinnhold ved gløding. Version april 2005.