

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,
TE NAALDWIJK.

db

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A
2
S
81

BIBLIOTHEEK
PROEFSTATION voor de GROENTEN- en
FRUITTEELT onder GLAS te NAALDWIJK

Onderzoek fosfaatbepaling in grond, gewas en mest, 1964.

door:

Mej.M.Staats.

Naaldwijk, 1964.

2241467

A
2
5
81

2511

Stamboek no. 812

PROEFSTATION VOOR DE GROENTE- EN FRUITTEELT ONDER GLAS TE NAALDWIJK
=====

Bibliotheek
Proefstation voor de Groenten- en
Fruittelen onder Glas te Naaldwijk

ONDERZOEK FOSFAATBEPALING IN GROND, GEWAS EN MEST 1964

Een fosfaatbepaling in grond volgens de molybdeenblauw-methode met ascorbinezuur als reductie middel werd wegens de eenvoud van de methode hier beproefd.

Deze fosfaatbepaling staat beschreven in „Analytica Chimica Acta 1962" nr. 27 bldz. 31 - 36, getiteld „ A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters", door J. Murphy en J.P. Riley (in map 23 bij den Dekker).

De oude fosfaatbepaling in grond heeft enkele bezwaren :

1^e de doordringende geur van sulfiet, die bovendien schadelijk voor de gezondheid is.

Er moet dan ook in een zuurkast gewerkt worden. Het laboratorium, waar deze bepaling uitgevoerd wordt, heeft geen zuurkast. Men voert de bepaling nu uit, dicht bij een ventilator.

2^e Er ontstaat op de duur een aanslag op het glaswerk, die zeer moeilijk te verwijderen is.

De nieuwe fosfaatbepaling heeft als voordelen :

1^e het is niet nodig in een zuurkast te werken.

2^e er wordt maar één mengoplossing gemaakt, tegen de oude bepaling twee.

3^e volgens de literatuur zou deze bepaling zeer gevoelig en zeer constant zijn.

4^e er kan volstaan worden met bijvoorbeeld 5 standaarden in plaats van 9 standaarden bij de oude bepaling.

5^e tot nu toe is er nog geen aanslag op het glaswerk ontstaan.

Het was niet mogelijk het voorschrift uit bovengenoemde publicatie onveranderd te volgen, omdat dit in groot volume gebeurt, hetgeen de snelheid van serie-werk niet ten goede komt. Bovendien zit in grondextract veel meer fosfaat, dan in zeewater, waar het voorschrift op gebaseerd is.

Achtereenvolgens werd onderzocht : verhouding tussen reagens en extract, houdbaarheid van de kleur, silicaatstoring, vergelijking van methoden oud en nieuw aan de hand van grondextracten van het seriewerk.

Daarna werd een nieuw voorschrift opgesteld voor grondextract.

(Zie bijlage 1).

Verhouding reagens en extract

In groot volume volgens het oorspronkelijke voorschrift met 2,5 ml standaardoplossing en gemeten door filter 750 in plaats van 882 nm en 2 cm cuvet, gaf een goede rechte curve.

Vervolgens werd in klein volume geprobeerd; 1 ml standaardoplossing en 8 ml onverdund mengreagens. Na 10 min. was nog geen kleuring ontstaan, zelfs na 1 nacht niet, echter nadat was verdund met gedemineraliseerd (gedem.) water ontstond binnen 10 min. kleuring. Het mengreagens wat te sterk, waarschijnlijk zal de pH te laag geweest zijn.

Toen werd geprobeerd 1 ml standaardoplossing (st.opl.) en 10 ml 1 : 4 verdund mengreagens. Binnen 10 min. kleurden de standaarden. De curve was heel slecht na meten met 1 cm cuvet bij 750 nm. zie fig. I
0,5 ml st.opl. en 10 ml 1 : 4 verdund mengreagens gaf na meting bij 750 nm en 2 cm cuvet een rechte curve. zie fig. II.

Verhoging extincties

In het seriewerk wordt gebruik gemaakt van een doorstroomcuvet \varnothing 1 cm. Er moest dus gezocht worden naar een bepaalde verhouding reagens/extract, die doorgemeten met de doorstroomcuvet goede extincties gaf.

Eerst werd geprobeerd 2 ml. st. opl. en 15 ml 1 : 4 verdund mengreagens, dit gaf een kromme curve, dus er zal te weinig reagens voor de hoogste standaarden zijn. zie fig. III cuvet 1 cm.

Vervolgens gaf 1 ml st.opl. en 15 ml 1 : 2 verdund mengreagens een kromme curve. zie fig. IV.

De twee hoogste standaarden waren na 1 uur uitgevlokt, gemeten met een cuvet van 1 cm. Toen werd nog geprobeerd 2 ml st.opl. en 15 ml 1 : 3 verdund mengreagens en dat gaf ook weer een kromme curve. De twee hoogste standaarden waren bovendien troebel. zie fig. V (cuvet 1 cm).

Als laatste werd 1 ml st.opl. en 15 ml 1 : 4 verdund mengreagens gedaan en dit gaf een prima rechte curve, hoewel wat laag. zie fig. VI (cuvet 1 cm).

Uit bovenstaande proefjes blijkt dus, dat de verhouding 1 ml st. opl. en monsters + 15 ml 1 : 4 verdund mengreagens gemeten bij 750 nm met 1 cm cuvet het beste is.

Houdbaarheid van de kleur.

Dit werd eerst in groot volume getest; 2,5 ml st.opl. aangevuld tot ongeveer 40 ml + 8 ml onverdund mengreagens en aangevuld tot 50 ml. Na 10 min. gemeten bij 750 nm en met 2 cm cuvet. Deze metingen herhaald na een $\frac{1}{2}$ uur, 1 uur, 3 uur en 1 nacht. (Zie tabel 1).

Uit deze metingen blijkt, dat de kleur constant is in groot volume 1 ml st.opl. + 15 ml 1:2 verdunde mengreagens gaf na 1 uur staan uitvlokken van de kleur. 1 ml. st.opl. + 15 ml 1:4 verdund mengreagens gaf pas na 1 nacht staan uitvlokken van de kleur.

Vervolgens werd nog 4 x geconstateerd, dat de kleur niet uitvlokte na 1 nacht staan van 1 ml st.opl. + 15 ml 1:4 verdund mengreagens.

Van 2 ml. st.opl. + 15 ml 1 : 3 verdund mengreagens werd 2 x geconstateerd, dat er na 1 nacht staan uitvloking van de kleur was, nadat na 10 min. staan de 2 hoogste standaarden troebel waren.

Uitvloking van de kleur komt alleen in de hoogste standaarden voor.

Silicaatstoring.

In opklimmende hoeveelheden werd silicaatoplossing aan de standaarden toegevoegd (1 ml. st.opl. + 15 ml 1:4 verdunde mengreagens). Er is uitgegaan van het hoogste silicaatcijfer gevonden in 1:5 grondextract en verzadigde grondextract.

In de extincties was bijna geen verschil, dus er zal heel weinig silicaatstoring zijn. (Zie tabel 2).

Bij de oude bepaling stoort silicaat enigszins, zie het betreffende verslagje.

Vergelijken van de oude en nieuwe methode.

148 monsters werden op de oude en nieuwe methode bepaald. De nieuwe methode werd als volgt gedaan : 1 ml van de standaarden en de monsters + 15 ml 1:4 verdund mengreagens met pipet toegevoegd. Doorgemeten op de colorimeter van het bijzonder onderzoek met cuvet van 2 cm en bij 750 nm. Het gemiddelde cijfer van de nieuwe bepaling is 6,2 en van de oude bepaling 6,1 van 146 monsters (2 uitschieters) Zie tabel 3.

Vervolgens heeft een laborante 199 monsters bepaald op bovenstaande

wijze. Het gemiddelde cijfer van de nieuwe bepaling is 5,8 en van de oude bepaling 5,7. Zie tabel 4.

Toen werd overgegaan op het doseren met de automatische doseerinstallatie en doorgemeten op de colorimeter van het seriewerk met doorstroomcuve van 1 cm ϕ .

Dus 1 ml st.opl. en monsters met half automatisch pipetje en 15 ml 1:4 verdund mengreagens (gedoseerd).

Gemeten bij filter 61 (filter 75 was nog niet aanwezig op genoemde Kipp. Engel colorimeter, doch is inmiddels besteld) en door de doorstroomcuve. Er zijn met goed resultaat 150 monsters op de oude en nieuwe methode bepaald door een laborante.

Het gemiddelde cijfer van de nieuwe bepaling is 5,5 en van de oude bepaling 5,7. Zie tabel 5.

Het nieuwe voorschrift werd op 15 oktober in gebruik genomen.

Gewas :

Boven de al genoemde voordelen bij de grondbepaling zijn er voor de bepaling in gewas nog meer.

- 1e. er wordt maar 1 reagens gebruikt, tegen 3 in de oude bepaling.
- 2e. de bepaling kan veel sneller worden uitgevoerd, omdat de wachttijden tussen toevoegen van reagentia niet meer nodig zijn.

Verhouding reagens en extract.

Het voorschrift moest worden aangepast aan de hoeveelheden fosfaat, die gemiddeld in gewas gevonden worden. Er werd dus gebruik gemaakt van de standaardmonsters (S); s_1 = sla; s_2 = bloemkool; s_3 = tomatenblad en s_4 = tomatenvrucht en nog 2 monsters van het laboratorium voor landbouwscheikunde uit Wageningen van de z.g. uitwisselingsronde.

2 ml. uit het onverdunde extract en 10 ml st.opl. + 8 ml onverdund mengreagens aangevuld tot 100 ml gaf voor de standaarden en sommige monsters te hoge extincties doorgemeten bij 750 nm en met 1 cm cuvet.

Na 2 dagen staan hetzelfde extract nogmaals gemeten en de extincties waren nog veel hoger.

De extracten worden voor de Mg bepaling 10 \longrightarrow 100 verdund en van deze verdunning en de st. werd met een halfautomatisch pipetje 2 ml gepipetteerd, 8 ml onverdund mengreagens werd toegevoegd en aangevuld tot 50 ml. De extinctie van het hoogste monster was 0,32 en van de standaarden 0,54 doorgemeten bij 750 nm en met 1 cm cuvet.

Na 1 nacht staan werd opnieuw gemeten en het bleek, dat de extincties van de verdunde extracten constant gebleven waren en de extincties van de

standaarden hoger geworden waren. Daaruit werd geconcludeerd, dat het mogelijk is, dat bij de standaarden de hoeveelheid reagens niet voldoende is. Dit bleek ook uit het volgende meer uitgebreide proefje. Van de 10 → 100 verdunde extracten en van de onverdunde standaardoplossing 2 ml gepipetteerd met een halfautomatisch pipetje + 8 ml mengreagens en aangevuld tot 50 ml.

Na 10 minuten gemeten bij filter 75 en met 1 cm cuvet. Toen na $\frac{1}{2}$ uur; 1 uur; 2 uur en na $2\frac{1}{2}$ uur opnieuw gemeten. Het bleek dus weer, dat de extincties van de verdunde monsters constant gebleven waren en de standaarden steeds hogere extincties gaven. Zie tabel 6.

Vervolgens werd de standaardoplossing 1:1 verdund en opnieuw bepaald na 10 min.; na $\frac{1}{2}$ uur; na $1\frac{1}{2}$ uur en na 1 nacht staan.

Nu bleven de extincties vrijwel constant. Zie tabel 7.

De extincties mogen dus niet hoger worden dan de extincties van de standaard, anders nog meer verdunnen.

Mest.

Mestmonsters worden op dezelfde manier bepaald als de gewasmonsters, maar in plaats van 1:9 worden zij 1:3 verdund. Zie tabel 8.

Een nieuw voorschrift voor gewas- en mestmonsters werd opgesteld en in gebruik genomen november 1964. Zie bijlage 2.

Vergelijken oude en nieuwe methode.

De al eerder genoemde S-monsters en de 2 monsters uit Wageningen in enkelvoud en duplo, zowel met de oude, als met de nieuwe methode bepaald. Zie tabel 8.

In het oorspronkelijke voorschrift wordt aanbevolen de te gebruiken maatkolfjes van 50 ml één nacht over te laten staan met geconcentreerd zwavelzuur. Spoelen en na gebruik gevuld met water te laten staan, totdat de kolfjes opnieuw gebruikt moeten worden.

Voor de N-bep. in gewas wordt in kolfjes van 50 ml gedestruueerd met zwavelzuur en in deze kolfjes wordt de P.-bepaling uitgevoerd, dus is hiermee het schoonmaakbezwaar ook opgevangen.

Naaldwijk, november 1964.
De Proefneemster,

Bijlage 1.

FOSFAAT BEPALING.

Apparatuur :

potten, 175 ml.
trechters, polyethyleen, ϕ 15 cm.
potjes, wijdmonds, 30 ml.
colorimeter, Kipp, voorzien van aftapcuvet met ca. 10 mm ϕ .
filtreerpapier, G.Schut en Zonen, VF 215, ϕ 24 cm.
schudmachine, slaglengte 5.8 cm en 160 t.p.m. voorzien van een
uurwerk-schakelaar.

Reagentia :

zwavelzuur; 5 n :

Voeg 70 ml 96% H_2SO_4 , p.a. toe aan 430 ml gedem.water.
Goed mengen en afkoelen.

ammoniummolybdaat oplossing 4% :

Los 20 gr. ammonium molybdaat, $(NH_4)_2 MoO_4$, p.a. op in
500 ml gedem. water.

ascorbinezuur oplossing; 0,1 M :

Los 1,32 gr ascorbinezuur, L(+)-ascorbinezuur,
 $C_6H_8O_6$, p.a. op in 75 ml gedem. water.
Deze oplossing moet pas vóór het gebruik gemaakt worden, omdat
ascorbinezuur makkelijk oxydeert. Ascorbinezuur moet in
het donker en koel bewaard worden.

kalium antimonyl-tartraat; 1 mg Sb/ml :

Los op 0.2743 gr kalium antimonyltartraat,
 $K SbO_4 C_4H_4O_6$, A.r., in gedem.water en vul aan tot 100,0 ml.
Deze oplossing moet in de koelkast bewaard worden.

hoofdstandaardoplossing; 0,2 mg P_2O_5 per ml :

Monokaliumfosfaat, KH_2PO_4 , vlgs. Sørensen,
mortieren. 0.3834 gr. oplossen en aanvullen tot 1000.0 ml
met gedem. water. Een paar druppels chloroform toevoegen;
vóór het aanvullen.

Bijlage 1 (vervolg 1)

De hoofdstandaardoplossing wordt gecontroleerd door de K-st-lijn van grond met de vlamfotometer, st.30.0 op galvanometerstand 190. Daarna de fosfaat-hoofdstandaard meten. De verdunde standaard wordt op dezelfde manier gecontroleerd, behalve dat nu K-st 6.0 op galvanometerstand 190 gezet wordt en alleen de K-st 1.5 en 3.0 opgenomen worden.

standaardoplossingen:

st.0	0 8	P ₂ O ₅	per 2,5 ml; 0,0 ml hfdst.opl. → 200,0 ml met gedem.water.
1	5 8	"	" " " ; 2,0 ml " " → " ml " " "
5	25 8	"	" " " ; 10,0 ml " " → " ml " " "
10	50 8	"	" " " ; 20,0 ml " " → " ml " " "
15	75 8	"	" " " ; 30,0 ml " " → " ml " " "
20	100 8	"	" " " ; 40,0 ml " " → " ml " " "

Mengreagens :

Meng goed 125 ml zwavelzuur 5 n en 37,5 ml ammoniummolybdaatoplossing 4%. Voeg daaraan toe 75 ml ascorbinezuuroplossing en 12,5 ml kalium antimonyltartraatoplossing. Dit mengreagens moet gemaakt worden direct vóór het gebruik, omdat het niet langer houdbaar is dan 24 uur. 1:4 verdunnen.

Uitvoering van de analyse.

Luchtdroge en gemalen grond en gedem. water in de verhouding van resp. 1 gram: 5 ml (beide hoeveelheden op 1% nauwkeurig) brengen in een pot van 175 ml.

Het mengsel goed omzwenken en gedurende één nacht over laten staan, of gedurende 15 min. krachtig mechanisch schudden,

Hierna filtreren over V F 215. Ook alle grond op het filter brengen. Van het filtraat, opgevangen in een pot van 175 ml en de standaardoplossingen 1.0 ml pipetteren met een half automatische pipet. Zie voor het gebruik en onderhoud van halfautomatische pipetten het voorschrift : Pipetten.

Van elke standaardoplossing, beginnende bij de laagste concentratie, drie maal pipetteren. De eerste maal wegwerpen; de andere twee maal dienen voor het samenstellen van twee standaardreeksen.

Aan de filtraten en standaarden toevoegen d.m.v. een dosserapparaat 15,0 ml 1:4 verdund mengreagens, daarna goed mengen.

- zie voor het gebruik en onderhoud van de automatische doseeropstelling het voorschrift : Pipetten.

Bovendien blijkt het noodzakelijk na het vullen van de doseerflessen,

Bijlage 1 (vervolg 2).

de gehele inhoud, uit de klep te laten lopen, op te vangen en daarna de fles er weer mee te vullen.

Doseerfles, slangen en klep zijn nu met een homogene vloeistof gevuld.-

Na 10 minuten de kleurintensiteit bepalen met de colorimeter, t .o.v. gedom. water in aftapcuvet van ca. 10 mm. ϕ bij filter 750 nm.

Extinctie waarden opgeven in twee decimalen.

Zowel bij het doseren van de oplossing als bij het meten van de kleurintensiteit, beginnen met de eerste standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte de tweede standaard reeks.

Berekening :

De concentraties van de waarden in P_2O_5 per 2,5 ml vermenigvuldigen met $\frac{100}{0,5} \times \frac{1}{1000}$.

De waarden van de standaarden worden resp. 0; 1; 5; 10; 15; 20.

Deze waarden geven via de st-curve direct $\text{mg P}_2\text{O}_5$ per 100 gr. luchtdroge grond.

FOSFAAT BEPALING.

Apparatuur :

bekerglazen, hoog model, van 400 ml.
stoombad.
horlogeglazen, ϕ ca. 8 cm.
electrische kookplaat, van 500 - 1500 Watt.
maatkolven, 100 en 200 ml.
colorimeter, Kipp met 1 cm. cuvetten.
filtreerpapier, G.Schut en Zn., no. V 257; ϕ 120 mm.

Reagentia :

salpeterzuur, HNO_3 ; 60%; p.a.
perchlorzuur, HClO_4 ; 70%; chem.2.
zoutzuur, HCl ; 38%; p.a.
zwavelzuur, H_2SO_4 ; 5 n.
Voeg 70 ml H_2SO_4 , 96%, p.a. toe aan 430 ml gedem.water.
Goed mengen en afkoelen.

ammoniummolybdaatoplossing, 4%.

Los 20 gr. ammoniummolybdaat, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, p.a. op in gedem. water en vul aan tot 500 ml met gedem. water.

ascorbinezuuroplossing; 0.1 M

Los 1.32 gr. ascorbinezuur, L(+)-ascorbinezuur; $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, p.a. op in 75 ml gedem. water.
Deze oplossing moet pas vóór het gebruik gemaakt worden.
De stof moet in het donker en koel bewaard worden.

kalium antimonyltartraat; 1 mg Sb/ml:

Los op 0.2743 gr. kaliumantimonyltartraat. $\text{KSbO}_4 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$, A.r., in gedem.water en vul aan tot 100.0 ml.
Deze oplossing moet in de koelkast bewaard worden.

mengreagens :

Meng goed 125 ml zwavelzuur 5 n en 37,5 ml ammonium-molybdaatoplossing 4%. Voeg daaraan toe 75 ml ascorbinezuuroplossing en 12,5 ml kalium-antimonyltartraatoplossing.

Bijlage 2 (vervolg 1).

Dit mengreagens moet gemaakt worden direct vóór het gebruik, omdat het niet langer houdbaar is, dan 24 uur.

standaardoplossing : 0.05 mgr. P_2O_5 per ml.

0.0958 gr. monokaliumfosfaat, KH_2PO_4 ; vlgs. Sørensen oplossen en aanvullen tot 1000,0 ml. Een paar druppels chloroform toevoegen, vóórdat het aanvullen plaats vindt.

Uitvoering van de analyse :

6.000 gr. luchtdroog gewas in een bekersglas van 400 ml brengen.

Bij elke serie een standaardmonster en 2 blanco's meenemen.

10 ml salpeterzuur, 60% toevoegen; roeren met afgeplatte roerstaaf.

Op het stoombad tot bijna droogdampen. Deze bewerkingen 1 maal herhalen.

Vervolgens eerst toevoegen 20 ml 1:1 verdund salpeterzuur en het materiaal fijn wrijven; pas daarna twee glasparels en 20 ml 60% perchloorzuur toevoegen.

VOORZICHTIG met perchloorzuur; OGEN beschermen !!

Op een elektrische kookplaat op stand 500 Watt (zachtjes) destrueren; bekersglas met horlogeglas afsluiten. Is ongeveer de helft van het zuur verdampt (na ca. 3,5 uur) dan op stand 1000 Watt (hard) droogkoken.

De horlogeglazen geleidelijk schuiner leggen (voorzichtig !).

Zijn er na droogdampen nog zwarte delen in de as of aan het glas, dan moet eerst een weinig 1:1 verdund salpeterzuur en daarna een weinig perchloorzuur worden toegevoegd en drooggedampt.

Tenslotte de as driemaal met 4 ml zoutzuur 38% afroken op een waterbad en het residu in 3 ml zoutzuur 38% en een weinig gedem. water, oplossen, door verwarmen en fijnwrijven. Het destruaat in een maatkolf van 200 ml overspoelen en aanvullen met gedem.water. Hierna filtreren over Schut filtreerpapier no. V 257.

Van het destruaat wordt 10.0 ml gepipetteerd in een maatkolf van 100.0 ml (deze verdunning kan ook gebruikt worden voor de Mg bepaling).

Uit het verdunde extract en de standaardoplossing 2 ml met een half automatisch pipetje pipetteren in een maatkolfje van 50 ml.

De standaardoplossing in duplo pipetteren en bij standaard I en II resp. 2 ml van blanco I en II pipetteren.

Ongeveer 40 ml gedem. water toevoegen en daarna 8 ml mengoplossing.

Aanvullen met gedem.water en mengen.

Na 10 min. kleurintensiteit bepalen met de colorimeter t.o.v. gedem.water in cuvetten van 1 cm en bij filter 75.

Bijlage 2 (vervolg 2).

Berekening van de uitkomsten

$$\frac{\text{Ext. onbek.} - \text{bl}}{(\text{Ext. standaard} - \text{bl}) \times 10} \times \frac{100}{6} \times \frac{100}{\% \text{ droge stof}} = \% \text{ P}_{25} \text{ op stoofdroog-}$$

materiaal.

Resultaten opgeven in 2 decimalen.

fig. 1

extincties st

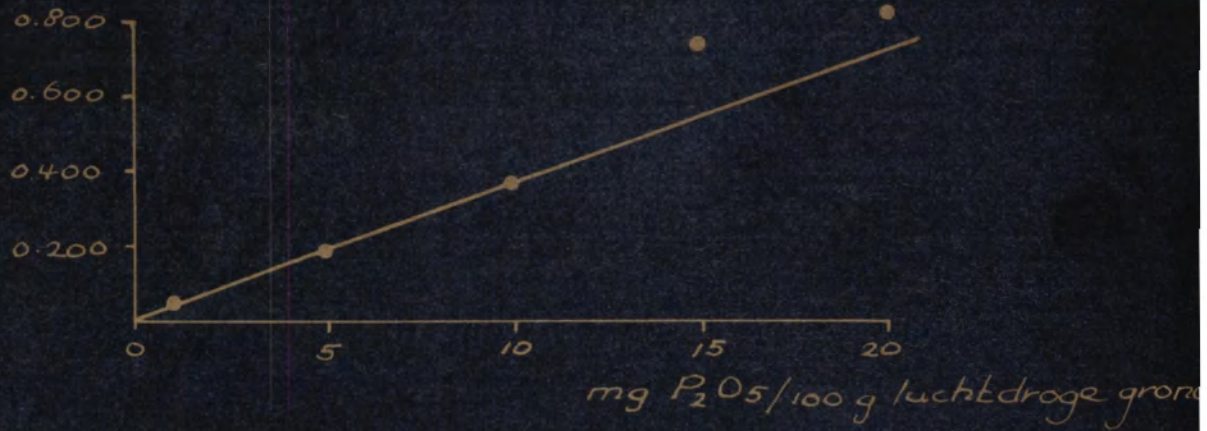


fig. 2

extincties st

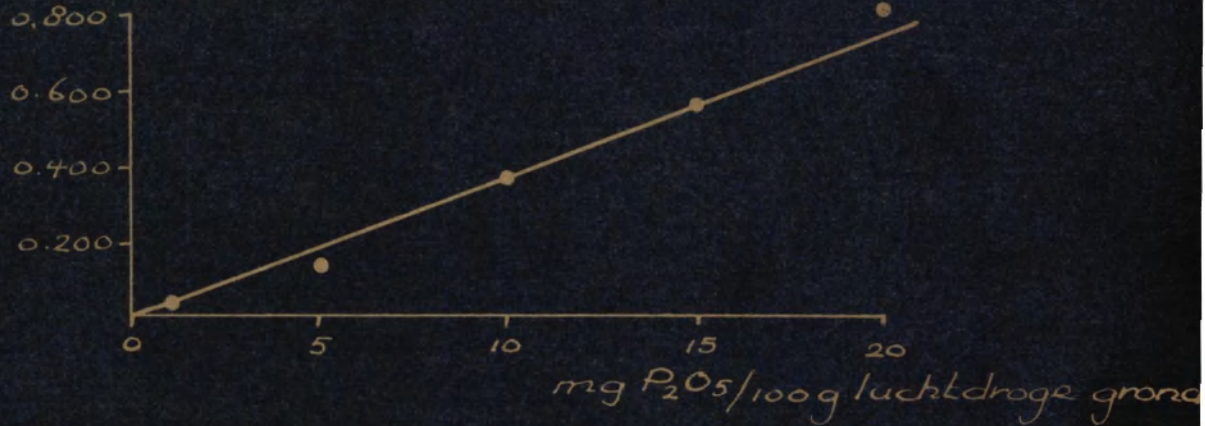


fig. 3

extincties st

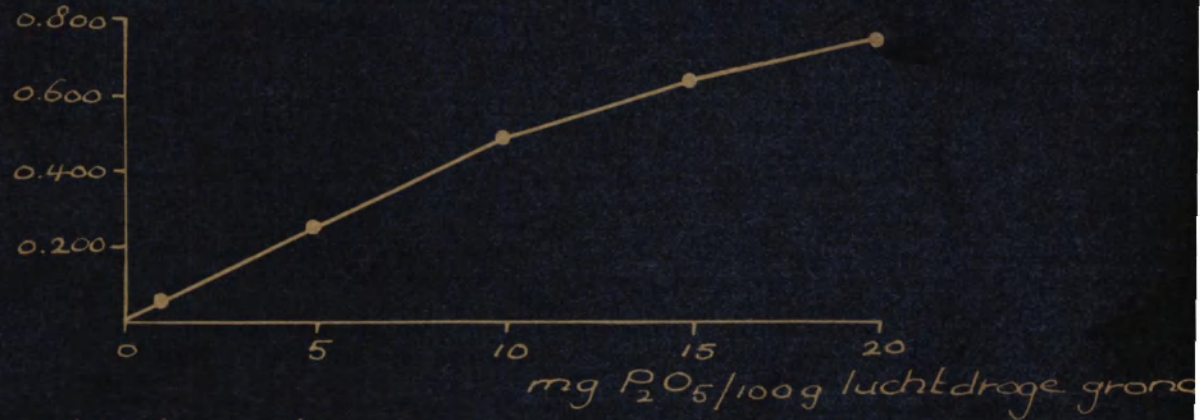


fig. 4

extincties st

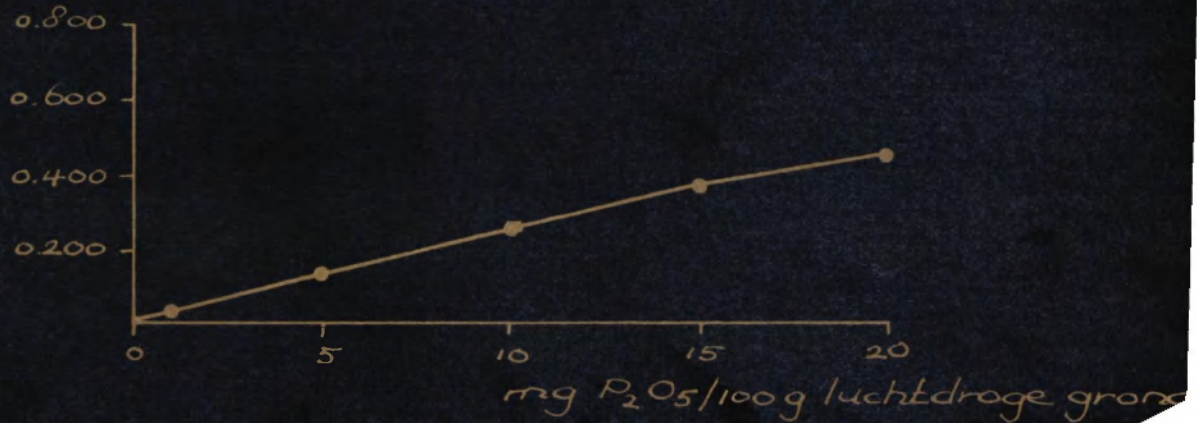
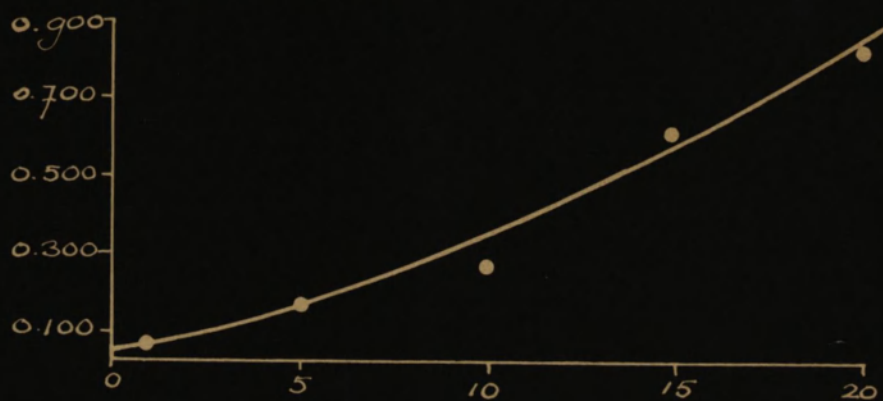
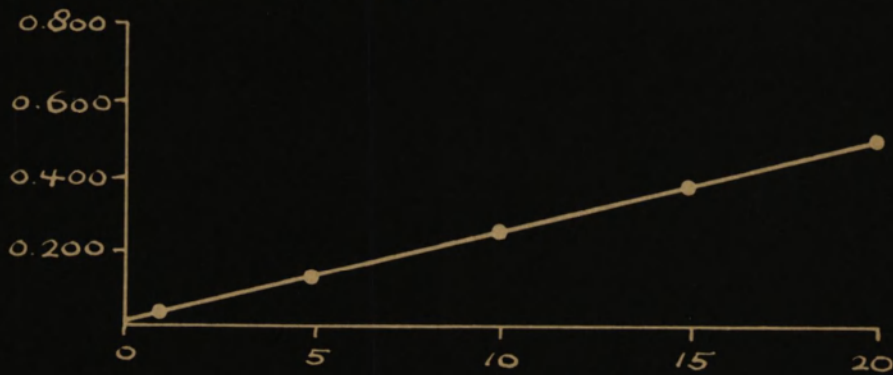


fig. 5. extinctiewaarde



mg $P_2O_5/100g$ luchtdroge grond

fig. 6. extinctiewaarde



mg $P_2O_5/100g$ luchtdroge grond

Tabel 1

P_{-st}	extincties na 10 min.	na $\frac{1}{2}$ uur	na 1 uur	na 3 uur	na 7 nacht
0	0.003	0.010	0.008	0.006	0.005
1	0.047	0.047	0.047	0.044	0.046
5	0.212	0.213	0.217	0.215	0.222
10	0.413	0.417	0.420	0.423	0.427
15	0.615	0.620	0.626	0.625	0.630
20	0.820	0.820	0.820	0.830	0.835

Tabel 2.

Silicaatstoring.

Het hoogste silicaatcijfer in verzadigings en 1:5 extract is 3 mval SiO_3/l .

Dus per 2 ml is dat 0.006 mval.

SiO_3 hoofdstandaard bevat $\frac{0.4}{38.03} = 0.0105$ mval SiO_3/ml .

- I. 1.0 ml P-st 0-1-5-10-15 en 20 + 0.0 ml SiO_3 st + 1.0 ml gdem.water
 II. " " " " + 0.2 ml " + 0.8 ml " "
 III. " " " " + 0.5 ml " + 0.5 ml " "
 IV. " " " " + 1.0 ml " + 0.0 ml " "

daaraan toegevoegd 15 ml 1:4 verdund mengreagens en gemeten door filter 75 met een cuvet van 2 cm.

P-st. mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$	I. 0 mval SiO_3		II. 0.021 mval SiO_3		III. 0.0052 mval SiO_3		IV 0.0105 mval SiO_3	
	ext. waarde	mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$	ext. waarde	mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$	ext. waarde	mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$	ext. waarde	mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$
0.0	0.019		0.016	0.0	0.011	0.0	0.012	0.0
2.0	0.067	2.0	0.063	2.0	0.060	1.8	0.060	1.8
10.0	0.248	10.0	0.251	10.0	0.252	10.0	0.258	10.2
20.0	0.483	20.0	0.489	20.0	0.490	20.1	0.490	20.1
30.0	0.705	30.0	0.715	29.6	0.710	29.4	0.718	29.7
40.0	1.025	40.0	0.950	39.5	0.950	39.5	0.950	39.5

Bijlage 5. Tabel 3.

monsterno.	nieuw	oud
46376	9.0	9.5
77	8.5	8.9
78	12.3	12.2
79	6.3	6.3
80	6.6	7.2
81	14.6	14.1
82	1.8	1.5
83	0.7	0.8
84	1.3	1.3
85	1.3	1.5
86	7.2	8.6
88	5.8	4.8
89	3.8	3.6
90	4.4	4.6
91	2.7	2.3
92	2.6	2.7
93	3.0	3.7
94	3.5	3.2
95	4.7	4.5
96	5.4	5.1
97	7.8	7.2
98	6.0	5.4
99	0.8	0.8
46400	8.3	7.4
BMU 15351	6.3	6.1
52	9.2	8.8
53	14.3	14.2
54	8.1	7.9
55	5.1	5.0
56	uit- schieter	--
57	5.6	5.4
58	3.8	3.8
59	5.6	5.8
60	10.8	10.6
15717	5.6	5.3
18	6.8	6.1
19	12.8	11.6

monsterno.	nieuw	oud.
BMU 15361	11.2	11.0
62	10.8	10.1
63	6.6	6.7
64	9.1	8.8
65	7.4	7.0
66	4.9	4.9
67	5.9	5.8
68	4.7	4.7
69	2.9	3.1
70	5.8	5.8
71	7.9	7.6
72	9.1	9.0
73	4.3	4.3
74	6.6	6.7
75	8.8	8.6
BO 36026	6.9	5.9
27	5.4	5.2
28	4.8	4.9
29	5.5	5.4
30	5.6	5.8
31	10.3	9.5
32	6.9	6.8
33	3.6	3.6
34	5.7	5.6
36	5.4	5.4
37	15.4	15.3
38	14.8	16.9
39	14.7	14.6
40	13.6	13.5
41	6.1	5.8
42	3.3	3.2
43	4.2	4.1
45	uit- schieter	--
46	1.9	2.0
15720	13.7	14.0
21	12.4	12.2
22	12.9	12.6

monsterno.	nieuw	oud
BO 36047	6.0	6.1
48	3.9	3.8
49	4.4	4.3
50	2.9	2.9
46551	1.1	1.5
52	2.9	3.2
53	4.8	4.8
54	2.5	2.6
55	9.7	10.9
56	5.3	5.3
57	1.8	1.9
58	5.9	6.3
59	0.4	0.7
60	7.5	7.5
61	5.7	6.1
62	0.3	0.5
63	3.1	3.1
64	0.1	0.3
65	0.0	0.0
66	0.0	0.3
67	0.0	0.0
BMU 15626	1.9	1.9
27	2.8	2.7
28	5.4	6.0
29	4.2	4.2
30	1.7	1.7
31	4.5	4.6
32	9.6	8.6
33	12.3	12.3
34	6.1	6.8
35	7.5	7.0
46502	10.4	9.9
03	11.2	10.5
04	3.8	3.4
15723	3.7	3.6
24	6.4	6.0
25	6,7	6.3

monsterno.	nieuw	oud
46505	10.9	10.4
06	12.4	11.0
07	3.4	3.2
08	4.0	3.4
09	9.6	9.0
10	3.9	3.8
11	6.6	6.3
12	3.6	3.2
13	12.5	11.0
14	13.1	12.2
15	3.6	3.6
16	11.6	10.5
17	9.3	9.4
18	3.6	3.6
19	6.1	5.9
20	11.1	10.8
21	4.1	4.0
22	11.2	11.2
23	4.1	4.1
24	3.7	3.6
25	7.8	8.0
BMU 15701	3.3	3.2
02	7.3	7.0
03	4.3	5.0
04	2.8	5.4
05	7.3	6.0
06	4.7	4.8
07	6.8	6.2
08	6.0	5.0
09	2.7	2.0
10	0.1	0.0
11	0.1	0.0
12	15.7	14.6
13	4.5	4.2
14	2.0	1.4
15	1.4	1.0
16	9.6	8.5

monsterno.	nieuw	oud	nieuw	oud.
	<u>blauw</u>		<u>rood</u>	
BMU 16001	5.2	5.0	4.8	4.2
2	3.8	3.8	3.7	3.7
3	1.8	1.8	1.6	1.6
4.	0.7	1.0	0.8	0.8
5	9.2	8.8	9.2	8.5
6	4.8	5.0	4.7	4.3
7	3.1	3.0	-	-
8	3.3	3.0	3.3	2.9
9	6.2	6.4	6.8	5.9
10	10.5	10.1	10.4	9.6
11	7.6	7.4	7.4	6.9
12	11.4	11.2	10.3	9.6
13	15.4	15.0	15.7	14.9
14	7.2	7.0	6.7	6.2
15	9.3	9.6	9.1	8.5
16	12.6	12.5	12.6	11.7
17	6.0	5.6	5.9	5.6
18	3.6	3.5	3.8	3.4
19	8.7	8.6	8.0	7.2
20	12.4	12.0	11.9	10.9
21	5.4	5.3	5.3	5.1
22	3.5	3.7	4.2	3.8
23	8.1	8.0	7.9	7.2
24	9.3	9.4	9.4	8.6
25	2.5	2.1	2.1	1.9
46876	6.4	6.4	6.3	5.8
77	5.0	5.0	4.9	4.6
78	3.6	3.7	3.9	3.7
79	4.1	4.0	4.3	3.8
80	3.4	3.0	3.2	2.9
81	5.0	5.0	5.1	4.5
82	4.0	3.8	4.0	3.4
83	9.1	7.5	8.1	7.5
84	8.7	8.6	7.9	7.2
85	6.8	6.9	6.8	6.2
86	0.5	0.6	0.3	0.5
87	0.2	0.1	0.1	0.2
88	5.3	5.1	5.8	5.3

Bijlage 6 Tabel 4 (vervolg 1).

monsterno.	nieuw	oud	nieuw	oud
	<u>blauw</u>		<u>rood</u>	
46889	4.4	4.2	4.4	4.2
90	5.1	5.1	4.9	4.5
91	4.5	4.3	4.3	4.0
92	2.4	3.1	1.9	1.9
93	0.1	0.0	0.0	0.2
94	0.1	0.0	0.1	0.0
95	4.1	4.0	4.3	4.0
96	0.1	0.0	0.0	0.2
97	0.2	0.0	0.1	0.2
98	0.2	0.0	0.0	0.2
99	0.1	0.0	0.0	0.2
46900	3.7	3.5	3.9	3.5
BMU 16026	8.8	9.1	9.5	9.5
27	6.0	6.4	6.6	6.8
28	3.6	3.5	3.8	3.8
29	11.1	11.0	11.3	11.5
30	15.4	15.2	14.3	14.8
31	13.2	13.8	12.9	13.7
32	9.8	9.8	9.8	9.9
33	3.7	3.5	3.2	3.6
34	4.3	4.2	4.3	4.5
35	2.4	2.4	3.1	2.2
36	6.2	6.1	6.1	6.1
37	8.6	8.6	8.2	8.1
38	2.4	2.2	2.4	2.2
39	2.3	1.9	2.4	2.2
40	7.2	7.0	7.4	7.4
41	14.7	15.0	14.1	14.0
42	2.3	1.9	2.2	2.2
43	1.8	1.6	1.8	1.6
44	7.2	7.0	7.4	7.0
45	8.2	8.2	8.6	8.5
46	4.6	4.5	4.7	4.3

monsterno.	nieuw	oud	nieuw	oud
	<u>blauw</u>		<u>rood</u>	
47	3.9	3.7	4.0	3.8
48	5.3	5.3	5.2	5.0
49	5.7	5.6	5.7	5.4
50	11.5	11.8	10.5	10.6
BO 36651	0.7	0.5	0.0	0.2
52	3.7	3.4	3.7	3.5
53	0.4	0.3	0.5	0.5
54	3.6	3.4	3.1	3.0
55	1.3	1.3	1.2	1.3
56	5.2	4.6	5.3	5.0
57	1.1	1.1	1.2	1.1
58	0.7	0.5	0.7	0.7
59	7.0	6.9	7.2	7.2
60	3.6	3.5	3.1	3.1
61	12.1	11.8	11.0	11.0
62	16.8	17.1	15.8	16.2
63	12.5	12.3	11.8	11.0
64	8.7	8.5	8.0	8.0
65	14.2	14.2	13.7	13.9
66	15.9	16.3	14.3	14.8
67	7.4	7.4	7.4	7.4
68	8.2	8.0	7.0	6.8
69	6.6	6.1	5.8	5.8
70	4.3	4.0	4.3	5.9
71	6.2	5.6	5.2	5.9
72	5.7	5.3	4.9	4.7
73	6.0	5.8	5.6	5.2
74	5.4	5.1	5.1	4.9
75	3.9	3.7	3.6	3.6

Tabel 5.

monsterno.	nieuw blauw	oud	nieuw rood	oud.
BMU 16051	6,6	6.9	6.2	6.3
52	8.4	7.8	7.5	7.7
53	12.3	11.7	11.4	11.6
54	13.1	13.4	13.1	13.1
55	12.7	12.8	11.8	11.7
56	4.0	3.7	4.0	4.1
57	4.0	3.8	4.0	4.1
58	5.7	5.6	5.7	6.0
59	20.1	18.6	20.5	19.2
60	9.2	9.4	10.0	10.4
61	5.7	5.6	6.2	6.0
62	11.0	11.2	10.5	10.5
63	13.1	13.4	12.7	12.2
64	8.8	9.3	10.1	9.7
65	12.7	13.6	12.7	12.1
66	4.4	4.8	4.4	4.6
67	18.4	19.8	17.9	17.0
68	6.2	6.2	6.2	6.1
69	18.8	18.7	18.4	17.7
70	4.0	4.2	4.0	4.1
71	11.4	11.2	11.0	10.7
72	6.6	6.4	6.6	7.1
73	11.4	10.2	12.3	12.1
74	5.7	5.8	5.3	5.4
75	1.0	0.9	0.5	0.5
76	2.0	2.2	1.8	2.0
77	2.0	1.9	1.5	1.8
78	1.6	1.6	1.5	1.6
79	8.8	8.8	8.2	9.9
80	7.2	7.1	6.1	5.8
81	4.8	4.9	4.0	4.0
82	1.2	1.0	0.0	0.6
83	3.6	4.2	2.9	3.6
84	7.6	7.5	6.5	6.8
85	7.6	7.6	6.5	6.4
86	3.6	3.7	2.5	3.3
87	9.6	8.2	6.8	6.4

Tabel 5 (vervolg 1).

monsterno.	nieuw blauw	oud	nieuw rood	oud
BMU 16088	5.2	4.8	3.2	3.9
89	4.8	4.2	2.9	3.3
90	1.2	1.0	0.0	0.6
91	10.4	10.5	9.0	9.6
92	3.6	3.4	2.5	3.2
93	2.8	3.1	2.2	2.8
94	2.4	2.4	1.1	1.8
95	9.2	8.8	7.9	8.1
96	13.6	13.3	11.5	11.4
97	4.4	4.4	2.9	3.6
98	7.2	7.1	6.1	5.8
99	8.8	8.8	8.2	8.1
16100	11.2	11.0	11.1	11.1
46976	0.5	0.6	0.5	0.6
77	0.5	0.3	0.5	0.5
78	4.5	4.0	5.0	4.5
79	3.5	3.2	3.5	3.7
80	4.5	3.7	4.5	4.2
81	2.0	1.8	2.5	2.1
82	2.0	1.9	2.0	2.2
83	2.5	2.2	2.5	2.6
84	1.5	1.8	2.0	1.9
85	3.5	3.0	3.0	3.5
86	0.5	0.8	0.5	1.0
87	1.0	0.8	0.5	1.1
88	0.0	0.5	0.0	0.0
89	0.0	0.3	0.0	0.0
90	0.5	0.0	0.0	0.0
91	0.0	0.0	0.0	0.0
92	0.0	0.0	0.0	0.0
93	5.5	4.8	6.0	4.6
94	4.5	4.3	4.5	4.3
95	3.5	2.9	3.5	3.2
96	3.0	2.7	3.5	2.9
97	5.5	4.8	6.0	5.0
98	8.0	6.9	8.0	7.4
99	3.5	3.4	4.0	3.7
47000	8.0	5.6	7.0	4.5

Bijlage 7

Tabel 6.

mon- sterno.	ext. waarde na 10 min.	ext. waarde na $\frac{1}{2}$ uur	ext. waarde na 1 uur	ext. waarde na 2 uur	ext. waarde na $2\frac{1}{2}$ uur
S ₁	0.205	0.203	0.201	0.204	0.203
S ₂	0.350	0.350	0.352	0.353	0.357
S ₃	0.387	0.387	0.389	0.386	0.392
S ₄	0.240	0.240	0.239	0.238	0.242
285	0.264	0.274	0.264	0.268	0.270
316	0.104	0.100	0.097	0.097	0.100
bl	0.005	0.005	0.004	0.004	0.003
bl	0.003	0.003	0.003	0.003	0.006
st	0.720	0.755	0.770	0.790	0.810
st	0.715	0.750	0.770	0.790	0.820

Tabel 7.

no.	ext.waarde na 10 min.	ext.waarde na $\frac{1}{2}$ uur	ext.waarde na $1\frac{1}{2}$ uur	ext.waarde na 1 nacht en $\frac{1}{2}$ dag
St ₁	0.413	0.412	0.410	0.426
St ₂	0.413	0.413	0.414	0.424

Tabel 8.

monster- no.:	gemid. cijfer % P ₂ O ₅	oud % P ₂ O ₅	nieuw % P ₂ O ₅	monster - no.:	gemid. cijfer % P ₂ O ₅	oud % P ₂ O ₅	nieuw % P ₂ O ₅
enk.v.				duplo			
S ₁	0.82	0.80	0.80	S ₁	0.82	0.78	0.77
S ₂	1.34	1.28	1.37	S ₂	1.34	1.34	1.37
S ₃	1.59	1.51	1.58	S ₃	1.59	1.57	1.51
S ₄	0.93	0.94	0.92	S ₄	0.93	0.88	0.88
285	1.14	0.97	1.06	285	1.14	1.04	1.08
316	0.43	0.37	0.40	316	0.43	0.41	0.40
Mest 218	-	2.18	2.43	Mest 218	-	2.13	2.53
219	-	0.30	0.50	219	-	0.33	0.41
220	-	0.52	0.60	220	-	0.51	0.60
221	-	0.63	0.77	221	-	0.71	0.84
222	-	0.43	0.70	222	-	0.56	0.68
223	-	1.61	1.39	223	-	1.56	1.61
Wag.sept/bkt				Wag.sept/okt			
I.	0.43	0.39	0.42	I.	0.43	0.37	0.45
II.	0.43	0.36	0.38	II.	0.43	0.36	0.36
III.	0.85	0.80	0.70	III.	0.85	0.72	0.78
IV.	1.14	1.09	1.12	IV.	1.14	1.11	1.11
V.	0.50	0.47	0.50	V.	0.50	0.50	0.47
VI.	0.43	0.39	0.39	VI.	0.43	0.39	0.38
S ₂	1.34	1.34	1.30	S ₂	1.34	1.28	1.33
Mest	-	-	-	Mest	-	-	-
225	-	1.84	1.80	225	-	1.87	1.79
226	-	0.69	0.73	226	-	0.64	0.63
227	-	0.13	0.09	227	-	0.07	0.09
228	-	0.49	0.36	228	-	0.41	0.43
229	-	0.09	0.06	229	-	0.01	0.08
230	-	1.20	1.26	230	-	1.22	1.26
231	-	1.25	1.27	231	-	1.20	1.24
232	-	3.85	3.57	232	-	3.87	3.53
233	-	5.07	4.26	233	-	4.80	4.23
234	-	0.91	0.99	234	-	1.01	1.01
235	-	0.45	0.46	235	-	0.41	0.40