OVERDRUK
UIT HET LANDBOUWKUNDIG TIJDSCHRIFT, MAANDBLAD VAN HET NED. GENOOTSCHAP VOOR LANDBOUWWETENSCHAP.
58ste JAARGANG No. 694—695 MAART—APRIL 1946

LANDBOUWPROEFSTATION EN BODEMKUNDIG INSTITUUT T.N.O. - GRONINGEN.

De gecombineerde zeef-pipetmethode voor de bepaling van de granulaire samenstelling van grond [1])

door
Dr S. B. HOOGHOUDT.

The combined sieve-pipette-method in mechanical analysis.
Summary p. 150.

§ 1. *Eenige algemeene opmerkingen ter inleiding.*

Op het Rijkslandbouwproefstation, op het Bodemkundig Instituut en op het Bedrijfslaboratorium voor Grondonderzoek zijn tot heden voor de bepaling van de granulaire samenstelling wel in hoofdzaak de methoden volgens *Atterberg* of volgens *Kopecky* in gebruik geweest [2]). Deze methoden hebben het voordeel, dat zij beide uitmuntend geschikt zijn voor massa-onderzoek; anderzijds hebben zij ook verschillende nadeelen. De belangrijkste daarvan zijn wel:

1. Het kleine gedeelte van de totale sommatiekromme, waarvoor deze methoden kunnen worden toegepast.
2. Het feit, dat de fijnste, bepaalde fractie verkregen moet worden uit het verschil van 100 % en de som van het gehalte aan humus, aan $CaCO_3$ en aan de grovere fracties.

De methode *Atterberg* kan immers slechts toegepast worden voor de bepaling van de fracties tusschen ongeveer 2 en 30 mu; de methode Kopecky voor de bepaling van de fracties tusschen omstreeks 16 en hoogstens 100 mu, waarbij voor de grofste fracties dan al een andere formule dan die van *Stokes* moet worden toegepast, aangezien deze daarvoor niet meer geldig is. In vloeistoffen met een hoogere viscositeit en dichtheid dan die van water, kunnen beide methoden ook voor grovere fracties worden gebruikt; dit kan hier echter verder buiten beschouwing blijven, aangezien deze methoden in dat geval alleen van belang zijn voor preparatieve doeleinden.

Een nog grooter bezwaar van beide methoden vormt echter wel de noodzakelijkheid om het gehalte van de fijnste bepaalde fracties te berekenen als het verschil van 100 en de som van de percentages van de grovere fracties, van het $CaCO_3$-gehalte en het humusgehalte, waarbij dus zoowel de door de voorbewerking in oplossing gegane bestanddeelen als het na de voorbewerking in het monster achtergebleven humusgehalte verwaarloosd worden, of feitelijk automatisch bij de fijnste, bepaalde fractie worden opgeteld, afgezien dan van het gedeelte, dat in de grovere fracties achterblijft. Aangezien bovendien daardoor verscheidene fouten kunnen worden gemaakt, waarvan men den invloed niet kan overzien, werd in verloop van tijd steeds dringender de behoefte gevoeld om een methode te ontwikkelen, die deze bezwaren niet heeft en bovendien langen tijd gebruikt kan worden, zonder dat verbeteringen behoeven te worden aangebracht.

De eischen, waaraan een goede methode zou moeten voldoen, zijn kort aangegeven de volgende:

1. De methode moet zoo nauwkeurig mogelijke resultaten geven.

---

[1]) Een uitvoerige publicatie van schrijver over dit onderwerp zal als no. 9 in de serie „Bijdragen tot de kennis van eenige natuurkundige grootheden van den grond" verschijnen in de Verslagen van Landbouwkundige Onderzoekingen.

De analyses werden uitgevoerd door den analyst 1e klasse A. Dekker. De bekwaamheid en zorgvuldigheid, waarmede deze werden verricht, hebben ten zeerste bijgedragen tot het welslagen van dit onderzoek. Hiervoor betuig ik gaarne mijn dank.

[2]) Zie o.a. het overzicht, gegeven in „De granulaire samenstelling van Nederlandsche grondsoorten", door Prof. Dr O. de Vries, Verslagen van Landbk. Onderz. 48 (1942), blz. 658.

2. Alle fracties en de, bij de voorbewerking in oplossing gegane, bestanddeelen moeten rechtstreeks bepaald worden.

3. De methode moet zoo mogelijk het geheele gebied van korreldoorsneden, waarmede we te maken hebben of kunnen krijgen, omspannen. Het aantal te bepalen subfracties moet verder voldoende groot en rationeel gekozen zijn.

4. De apparatuur moet zoo eenvoudig mogelijk en weinig breekbaar resp. gemakkelijk te herstellen zijn.

5. De methode moet zoo mogelijk geschikt zijn voor massaonderzoek, d.w.z., dat een niet te klein aantal analyses in een bepaalde tijdsruimte daarmede moet kunnen worden verricht.

Sommige van deze eischen spreken voor zich zelf, zoodat we er weinig over behoeven te zeggen. Het spreekt immers wel van zelf, dat eerst een zoo nauwkeurig mogelijke methode ontwikkeld moet worden; een daarvan afgeleide, snelle methode voor de bepaling van bepaalde fracties kan dan later worden opgesteld en door de eerstgenoemde, nauwkeurige methode worden gecontroleerd. Ook over de noodzakelijkheid om alle fracties en het bij de voorbewerking in oplossing gegane materiaal rechtstreeks te bepalen, is reeds het noodige gezegd. Verder is het vanzelfsprekend, dat de apparatuur liefst zoo eenvoudig mogelijk en zoo weinig mogelijk breekbaar moet zijn, evenals het noodzakelijk is, dat een niet te klein aantal analyses daarmede verricht moet kunnen worden. We kunnen ons dan ook beperken tot het iets dieper ingaan op de wenschelijkheid, dat deze methode zoo mogelijk het geheele gebied van korreldoorsneden moet ontspannen, waarmede we nu te maken hebben of in de toekomst te maken zouden kunnen krijgen.

Deze eisch wil zeggen, dat de methode vanaf ongeveer 0.02 mu tot 2000 mu geldig zou moeten zijn, aangezien *Berg* [3]) bewees, dat het gehalte voor de fractie < 0.02 mu in elk geval reeds zoo gering is, dat het nooit noodig zal zijn de gehalten aan nog fijnere fracties te bepalen; anderzijds wordt de grond door een zeef van 2 mm gezeefd, zoodat de grofste korrels een doorsnede van 2 mm of 2000 mu zullen hebben.

Nu bestaat er echter geen methode, die voor dit geheele gebied geldig is. Een en ander hangt o.a. samen met het feit, dat in waterige suspensies de Wet van *Stokes* bij kamertemperatuur geldig is tot deeltjes met een doorsnede van omstreeks 70 mu. Dit wil dus zeggen, dat er voor het geheele korrelgebied in elk geval twee methoden moeten worden toegepast. Voor de grovere deeltjes ligt het voor de hand hiervoor de (droge) zeefmethode te gebruiken, terwijl voor de fijnere deeltjes de pipetmethode de meest geschikte is. Deze methode heeft namelijk voor, dat ook de fijnste fractie (< 0.02 mu) hiermede bepaald kan worden, zij het dan ook, dat daarbij van een micropipet en van een centrifuge gebruik zal moeten worden gemaakt.

Hierop, evenals op de vraag in hoeverre de Wet van *Stokes* ook geldig is voor niet bol-vormige lichamen, ga ik kortheidshalve niet in; men zie hiervoor de uitvoerige publicatie.

Wat de grens betreft, waarbij de pipetmethode over moet gaan in de (droge) zeefmethode, moet met 4 factoren rekening worden gehouden.

1. In de eerste plaats is de Wet van *Stokes* bij kamertemperatuur geldig tot omstreeks 70 mu. Wil men bij de bepaling van de fijnere fracties de Wet van *Stokes* toepassen — en dat is om niet nader te bespreken redenen gewenscht —, dan zal de grens, waarbij van de pipetmethode op de zeefmethode wordt omgeschakeld, bij hoogstens 70 mu of bij een kleinere doorsnede moeten liggen.

2. Aangezien in een 12-jarige ervaring van het Bodemkundig Instituut en van het Bodemkundig Laboratorium van den Dienst der Zuiderzeewerken gebleken is, dat de droge zeefmethode reeds vanaf een veel kleinere doorsnede kan geschieden, kan deze grens zeker bij 35 mu worden gelegd.

3. Verlegging van de grens naar fijnere deeltjes heeft verder dit voordeel, dat de bezinkingstijd van de grofste met de pipetmethode te bepalen fractie langer wordt, hetgeen van voordeel is in verband met het feit, dat na het homogeniseeren de vloeistof niet direct in rust is.

---

[3]) S. Berg; Kolloid Beiheft, *53*, 377 e.v., 1941.

4. In de vierde plaats wordt de mogelijkheid om door omschudden de suspensie te homogeniseeren vergroot, naarmate de grofste deeltjes in de suspensie kleinere doorsneden hebben.

Uit deze 4 factoren volgt dan ook, dat de grens, waarbij we van de pipetmethode moeten overgaan op de droge zeefmethode, moet liggen bij 35 of 50 mu. Het is immers eenerzijds de gewoonte om de fractie < 16 mu te bepalen, terwijl anderzijds de fijnste zeef uit het stel genormaliseerde zeven, in gebruik bij de droge zeefmethode, een maaswijdte heeft van 50 mu. Als tusschenfracties zijn dan te kiezen $< \pm 35$ mu en < 25 mu, zoodat voor het punt van overgang van de pipet- op de droge zeefmethode 35 of 50 mu kan worden gekozen. Hierbij is dan tevens rekening gehouden met den door Prof. Dr *O. de Vries* gestelden eisch, dat ook bij het geregeld massaonderzoek de tot nog toe in zijn geheel bepaalde fractie 16—50 mu gesplitst wordt in drieën, met de ook voor de overige subfracties geldende verhouding $V2$, waaraan door de grenzen 25 en 35 mu vrijwel voldaan wordt [4]).

Wat de voorbewerking betreft hebben wij ons op het standpunt gesteld, dat deze zoo intensief mogelijk (maximale peptisatie) moet zijn. Er werd bij de voorbewerking dan ook de z.g. internationale methode A toegepast, waarbij de grond met H_2O_2 en HCl wordt voorbewerkt.

De eerste scheiding van de voorbewerkte korrelmassa moet uiteraard door nat-zeven worden verkregen. Het op het zeefje achterblijvende gedeelte wordt dan verder drooggezeefd. De doorgeloopen suspensie moet dan na de noodige, verdere voorbewerkingen gepipeteerd worden. Bedenken we nu verder, dat voor een goede peptisatie noodig is, dat de uitvlokkende electrolyten worden verwijderd, dan ligt het voor de hand, dat de korrelmassa na de voorbewerking gebracht wordt op een Büchnertrechter voorzien van een passend filter, waarop de grond wordt uitgewasschen. In het filtraat is dan tevens het tijdens de voorbewerking in oplossing gegane materiaal te bepalen, waarmede dus de mogelijkheid is geschapen om alle bestanddeelen rechtstreeks te bepalen.

Bij den aanvang van het onderzoek stond de uitvoering van de analyse op grond van deze overwegingen in groote trekken dan ook reeds vrijwel vast; diverse détailpunten, die niet door redeneering waren op te lossen, moesten door proefnemingen worden uitgemaakt. De resultaten daarvan zullen wij nu in groote trekken behandelen.

§ 2. *De droge zeefmethode.*

Een belangrijk onderdeel van het onderzoek vormde het onderzoek naar de verbetering van de reproduceerbaarheid van de, door de droge zeefmethode verkregen, fracties. Ook het karakter van het zeven zelf werd daarbij in studie genomen. Gezien de uitgebreidheid van het onderzoek heb ik gemeend dit gedeelte hier te moeten weglaten. Ik volsta te dezer plaatse met op te merken, dat een goede zeefmethode zoogenaamde „absolute cijfers" moet geven, d.w.z. dat de verkregen resultaten onafhankelijk moeten zijn van den zeefduur, van de hoeveelheid te zeven materiaal, van de zeefmachine en van den aard van de zeef (dus bijv. van plaatzeven met ronde openingen ten opzichte van draadzeven met uiteraard vierkante openingen).

De door ons gebruikte zeefmachine (Rotap zeefmachine) bleek resultaten te geven, die onafhankelijk zijn van den zeefduur en van de hoeveelheid te zeven materiaal binnen de grenzen, die hier van belang zijn. Door vergelijking met een eveneens zeer intensief zevende, anders geconstrueerde zeefmachine van het laboratorium van den Dienst der Zuiderzeewerken te Kampen, is gebleken, dat de resultaten eveneens onafhankelijk kunnen zijn van de gebruikte zeefmachine, mits deze slechts intensief genoeg zeeft en niet stuift. Anderzijds is wel de behoefte gebleken om de te gebruiken zeefmachines te ijken, aangezien niet alle — bijv. niet de z.g. trilzeefmachine — voldoend intensief zeven, zonder dat boven het zeefgaas een luchtsuspensie gevormd wordt, d.w.z. zonder dat stuiven optreedt.

Verder is het gelukt, aan te toonen, dat het verschil in resultaten verkregen met een plaatzeef met ronde openingen en een draadzeef met vierkante openingen, waarvan de doorsneden volgens de opgave van de fabriek

[4]) Het normaalblad N 210 noemt hiervoor 23 en 34 mu, die het gebied van 16—50 mu nog iets regelmatiger in 3 gelijke deelen verdeelen.

dezelfde zijn, ook voor een belangrijk deel daardoor verschillend zijn, dat deze doorsneden in werkelijkheid niet gelijk zijn.

Hierbij moge worden opgemerkt, dat plaatzeven langzamer zeven dan draadzeven, hetgeen vooral bij korrels, die sterk van den bolvorm afwijken (bijv. staafjes), tot uiting komt.

Tenslotte kan nog worden opgemerkt, dat de noodzakelijkheid overtuigend gebleken is om de zeven te ijken, d.w.z. hun effectieve gemiddelde maaswijdte te bepalen, waarop ik echter hier niet nader kan ingaan. Gebruikt men daartoe een zandfractie van bekende afmetingen, dan zullen bij gebruik van aldus geijkte zeven bij draadzeven en plaatzeven dezelfde resultaten verkregen moeten worden, aangezien de invloed van den, van den bolvorm afwijkenden, vorm daardoor automatisch in rekening wordt gebracht, terwijl men vermoedelijk wel mag aannemen, dat bij de Nederlandsche zandgronden de gemiddelde korrelvorm-verdeeling voor de fracties boven 1000 mu (overgang van draadzeven op plaatzeven) dezelfde is. Ook de invloed van het verschil in zeefsnelheid wordt door het ijken zeer waarschijnlijk van zelf in rekening gebracht. Aangezien deze ijkingen nog niet zijn geschied, zijn de bewijzen voor een en ander nog niet voorhanden.

§ 3. *De pipetmethode.*

a. *Eenige algemeene opmerkingen.*

Afgezien van enkele globale opmerkingen over de droge zeefmethode zullen we nu onze aandacht besteden aan de methode in haar geheel beschouwd en verder aan de bepaling van de fijnere fracties door de pipetmethode in het bijzonder.

Zooals reeds is opgemerkt, zal na de voorbewerking van den grond deze moeten worden uitgewasschen om de uitvlokkende electrolyten te verwijderen. Zeer geschikt bleek dit mogelijk te zijn door den voorbewerkten grond te brengen op een Büchnertrechter. Als filter werd eerst een Zsigmondy-membraan gebruikt; later bleek het filter 575 van Sch. en Sch. even goed, zoo niet beter te zijn. De uitgewasschen grond laat zich kwantitatief van het filter verwijderen, terwijl het filter zelf tien keer en meer gebruikt kan worden. Het spreekt vanzelf, dat ter bevordering van de filtratiesnelheid zoowel de voorbewerkte grondsuspensie als later het gedestilleerde water heet op het filter moet worden gebracht. Aangezien bleek, dat het waschwater vrij was van Cl'-ionen, nadat in de afzuigkolf 800 cm^3 filtraat was opgevangen, was het van belang den invloed van de doorsnede van de Büchnertrechter na te gaan. Proeven met een bepaalden, voorgewerkten kleigrond en met trechters van 9 en 15 cm inwendige doorsnede toonden aan, dat bij de laatste doorsnede de filtratie veel sneller verloopt, terwijl anderzijds het gebruik van dezen trechter ook weer niet onhandig werd, waarna dan ook verder trechters van deze doorsnede werden gebruikt.

Betreffende het natzeven moge voorloopig volstaan worden met op te merken, dat dit zoo verricht werd, dat de uitgewasschen grond op het zeefje (doorsnede 8 cm) werd gebracht en dan door spuiten met gedestilleerd water en door wrijven van de korrelmassa met een penseel werd gezeefd. Proefnemingen over de wenschelijkheid om dit zeven althans gedeeltelijk onder water uit te voeren — de door de oppervlaktespanning vastgehouden deeltjes laten dan los — hebben geleerd, dat dit inderdaad noodzakelijk is. Hierop zal kortheidshalve niet worden teruggekomen; volstaan zal worden met op te merken, dat het zeven zoodanig werd uitgevoerd, dat dit gedeeltelijk ook onder water plaats vond, d.w.z. dat de vloeistofspiegel zich iets boven het zeefgaas bevond.

b. *Bepaling van de glocirest (opgeloste bestanddeelen).*

Gaan we nu over tot de bespreking van de, bij de voorbewerking in oplossing gegane, hoeveelheid materiaal. Deze wordt aldus bepaald.

Het in de afzuigkolf opgevangen filtraat wordt in een maatkolf verdund tot 1 l. Hiervan werd oorspronkelijk 50 cm^3 in een porceleinen schaaltje tot droog ingedampt, gedurende 2 uur in een droogstoof bij 105° C. nagedroogd en gewogen. Deze massa bleek sterk hygroscopisch te zijn en bovendien nog chloriden te bevatten. Daarom werd de ingedampte rest 2 × met geconcentreerd HNO_3 bevochtigd en weer tot droog ingedampt, waardoor de chloriden in nitraten worden omgezet, waarna de droogrest bij

1000° C. wordt gegloeid. De nitraten gaan daarbij over in oxyden en met name het Ca-nitraat afkomstig van de $CaCO_3$ in den grond gaat daarbij over in CaO. Chloriden bleken in deze gegloeide massa niet meer voor te komen. Voor een correctie van het $CaCO_3$-gehalte van den grond is het dus voldoende 0.56 × het percentage $CaCO_3$ van het percentage van de ongecorrigeerde gloeirest (dus berekend per 100 gr droge stof) af te trekken.

Het was natuurlijk gewenscht om eenerzijds de samenstelling van dit filtraat na te gaan en om anderzijds te controleëren, of de som van de bepaalde oxyden overeenkwam met de niet-gecorrigeerde gloeirest. Hiertoe werd van een 19-tal gronden het filtraat onderzocht op het gehalte aan SiO_2, sesquioxyden, CaO, MgO en SO_3. Het gehalte aan alkali-oxyden, evenals aan P_2O_5 en enkele verdere elementen, werd, gezien het geringe bedrag daarvan, verwaarloosd. In bijgaande tabel 1 hebben wij slechts enkele cijfers ter illustratie aangegeven. Hierin staat echter wel vermeld de som van alle oxyden voor alle 19 gronden zoowel berekend uit de bepaalde gloeirest als uit de som van de oxyden.

TABEL 1.

Monster No.	% op 100 gram luchtdrogen grond							
	SiO_2	Al_2O_3 + Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Som oxyden	Gloeirest	Gloeirest / som oxyden
833	0.71	0.52	0.67	0.23	0.49	2.6	2.9	+ 0.3
2049	0.18	0.54	0.47	0.16	0.53	1.9	1.7	— 0.2
2053	0.39	0.88	0.60	0.28	0.55	2.7	2.7	0
2054	0.60	1.10	0.73	0.30	0.58	3.3	3.3	0
2624	0.34	0.65	0.26	0.26	0.53	2.0	1.8	— 0.2
2871	0.33	0.90	0.45	0.20	0.53	2.4	2.4	0
7288	0.78	2.12	2.88	0.50	1.39	7.7	8.1	+ 0.4
7978	0.65	0.64	0.67	0.39	0.52	2.9	3.1	+ 0.2
17753	0.41	1.23	0.82	0.15	1.08	3.7	3.3	— 0.4
7644	1.16	1.06	2.39	0.80	0.46	5.9	6.1	+ 0.2
17752	0.66	1.36	1.23	0.26	0.46	4.0	4.1	+ 0.1
Gemiddelde voor 19 monsters						3.1	3.1	0

Opm: in 50 cm³ H_2O_2 bleek 0.45 % SO_3 aanwezig te zijn (berekend op 100 g drogen grond).

Uit deze tabel blijkt, dat deze laatste twee getallen gemiddeld genomen precies gelijk zijn, waaruit volgt, dat de gloeirest op de aangegeven wijze mag worden bepaald, waarbij mag worden aangenomen, dat de chloriden via de nitraten worden omgezet in de oxyden. Verder blijkt uit de tabel, dat zoowel SiO_2 als andere oxyden zijn opgelost. Bij de voorbewerking wordt dan ook zeer waarschijnlijk een gedeelte van de kleimineralen aangetast. Dit zal later ook blijken uit de afname van de gehalten van de verschillende fracties, vooral van de fijnste fracties.

Uit de tabel volgt ook, dat het filtraat steeds SO_3 bevat. Aangezien het zeer onwaarschijnlijk was, dat alle gronden zooveel sulfaat zouden bevatten en bij het destrueeren van de humus een veel kleiner hoeveelheid zal zijn gevormd, werd het gebruikte H_2O_2 onderzocht, dat omgerekend per 100 gram grond 0.45 % SO_3 bleek te bevatten. De gloeirest moet dus met dit bedrag verminderd worden.

Tenslotte volgt uit de tabel, dat de gloeirest bij de 19 onderzochte grondmonsters meestal eenige procenten bedraagt, echter in één geval tot rond 6 % stijgt. Bedenken we, dat tijdens het koken de concentratie van het zoutzuur slechts 0.05 N (0.06 N) bedraagt, dan volgt hieruit reeds, dat een veel grootere concentratie aan HCl weinig wenschelijk zal zijn.

Bij enkele grondmonsters werden hoogere concentraties aan HCl (tijdens

het koken) gebruikt en de invloed op het gloeiverlies en op het gehalte van de diverse fracties nagegaan. Het resultaat daarvan, gecondenseerd tot enkele fracties, is in tabel 2 aangegeven.

TABEL 2.

Monster No.	Gebruikte HCl ....N	Gloei-rest	< 2 mu	2—35 mu	> 35 mu	16—35 mu
22967	0.5	1.4	3.0	25.9	64.3	20.1
	0.25	1.4	3.5	25.6	65.6	19.7
	0.06	1.2	5.9	23.7	65.3	19.3
22970	0.5	2.2	10.3	8.9	75.1	4.6
	0.25	2.0	10.3	9.7	75.7	4.4
	0.06	1.1	10.2	10.7	75.1	4.1
22971	0.5	3.0	15.7	11.1	70.2	5.6
	0.25	2.4	15.1	11.2	71.1	4.4
	0.06	0.5	16.5	12.2	69.6	5.0
22972	0.5	4.2	25.1	25.1	45.8	11.2
	0.25	2.9	25.6	25.0	45.8	10.5
	0.06	0.6	26.5	28.5	44.0	12.7
22973	0.5	8.3	47.5	43.9	2.0	8.0
	0.25	5.8	51.6	41.1	2.1	5.4
	0.06	1.1	53.7	43.6	1.9	6.3

Uit deze tabel volgt, dat voor bepaalde gronden de invloed van een toenemende HCl-concentratie nauwlijks merkbaar is. Voor enkele andere gronden stijgt de gloeirest van 0.6 tot 4.2, resp. van 1.1 tot zelfs 8.3 %. Vooral voor den laatsten grond neemt daarbij het gehalte aan fractie < 2 mu af. Hieruit volgt dan ook wel, dat voor deze gronden de fijnste fractie het meest wordt aangetast, hetgeen overigens ook voor de hand ligt. Ook de gehalten van de grovere fracties nemen echter somtijds niet onbeduidend af. Anderzijds wordt de gloeirest zoo hoog en daarmede de onzekerheid, uit welke fracties deze gloeirest afkomstig is, zoo groot, dat hoogere HCl-concentraties niet aan te raden zijn.

In dit verband kan worden opgemerkt, dat proefnemingen werden genomen met 0.01 N HCl in overmaat tijdens het koken. Hierbij bleek echter, dat de peptisatie bij sommige gronden kleiner was dan met ± 0.06 N HCl. Blijkbaar kan een veel kleinere concentratie dan 0.06 N HCl overmaat tijdens het koken evenmin worden toegepast.

Het voorgaande neemt niet weg, dat men zich kan afvragen, of bij ijzeroxydehoudende gronden een hoogere HCl-concentratie toch niet voordeeliger is. Met name zou dit het geval zijn, indien bij gebruik van een hoogere HCl-concentratie tijdens de voorbewerking de peptisatie toeneemt, zonder dat de gloeirest al te sterk toeneemt, of, indien deze toeneemt, practisch alleen het Fe_2O_3-gehalte in het filtraat toeneemt. In het laatste geval zou immers alleen het kittende Fe_2O_3 zijn opgelost, daarentegen geen korrelmateriaal. Een 3-tal grondmonsters werd, uitgaande van 20 gram grond, daartoe voorbewerkt met 0.06 N, 1.0 en 10.0 N HCl tijdens het koken. In het filtraat werden weer SiO_2, SO_3, Al_2O_3, Fe_2O_3, CaO en MgO bepaald. Van de verkregen resultaten deelen we alleen mede, dat, behalve Fe_2O_3, meestal ook belangrijk hoogere gehalten aan SiO_2, Al_2O_3 en soms ook aan MgO bij gebruik van hoogere HCl-concentraties in oplossing gaan, ook al gaat het Fe_2O_3-gehalte wel in de belangrijkste mate met een toenemende concentratie aan HCl tijdens de voorbewerking in het filtraat stijgen.

TABEL 3.

Monster No.	Gebruikte HCl ....N	Gloei rest	< 2 mu	2—16 mu	16—35 mu	> 35 mu
210751	0.06	1.6	18.0	17.8	40.1	21.5
	1.0	9.5	9.2	24.0	43.1	12.5
	10.0	11.5	6.7	14.3	46.6	13.6
210752	0.06	1.6	17.3	15.4	44.4	20.4
	1.0	6.8	9.4	19.6	45.4	18.8
297185 gegloeid	0.06	13.6	2.0	5.0	2.8	15.8
	1.0	24.1	0.2	3.5	1.8	7.1
	10.0	25.4	0.5	3.0	2.0	6.7

Uit tabel 3, waarin het resultaat van de voorbewerking van deze 3 monsters kort samengevat is, blijkt echter ook, dat de gloeirest zeer sterk toeneemt met een stijgende HCl-concentratie, hetgeen dus op zichzelf al een reden vormt om bij de voorbewerking zoo verdund mogelijk zoutzuur te gebruiken. Verder blijkt bij twee van de gronden het gehalte van de fractie < 2 mu sterk af te nemen. Bij den laatsten grond was het gehalte daarvan op zich zelf klein; hier nemen de andere fracties, zoo o.a. de fractie > 35 mu sterk af. Dit laatste is ook nog met één van de andere gronden het geval. Hieruit volgt dan ook wel, dat tijdens de voorbewerking zoo verdund mogelijk HCl gebruikt moet worden. Anderzijds wordt tijdens de voorbewerking wel in de belangrijkste mate de fractie < 2 mu aangetast; ook het gehalte van de grovere fracties en met name zelfs van de fractie > 35 mu kan echter niet onbelangrijk afnemen. Tellen we de gloeirest bij de fractie < 2 mu op, dan zal dit meestal wel in hoofdzaak, echter lang niet altijd, geoorloofd zijn. Een betere omrekening wordt gemiddeld genomen verkregen, indien we deze gloeirest pondspondsgewijze omslaan over de fractie < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu en 8—16 mu. In sommige gevallen kan dit echter tot niet onbelangrijke fouten aanleiding geven, zooals bijv. in het geval, dat de grond sterk ijzeroxydehoudend is, echter het gehalte aan de fractie < 16 mu gering is. Ofschoon dus een dergelijke omrekening nooit exact is — bij *Atterberg* en *Kopecky* wordt deze gloeirest automatisch bij de fijnste bepaalde fractie gevoegd — is de beste methode wellicht nog deze gloeirest evenredig met de gehalten van de fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu, 8—16 mu over deze fracties te verdeelen en verder er voor zorg te dragen, dat deze gloeirest zoo klein mogelijk is. De fouten, die daarbij dan nog gemaakt worden, zijn de verwaarloozen, zoolang de gloeirest slechts enkele procenten bedraagt. Zoodra deze gloeirest hooger wordt, neemt deze foutenmogelijkheid toe, waarom het dan ook aanbeveling verdient kleine HCl-concentraties te gebruiken (0.05 à 0.06 N HCl). Zooals reeds werd opgemerkt, kan een veel geringer concentratie dan 0.05 à 0.06 N niet gebruikt worden, aangezien de peptisatie dan niet volledig is.

In verband hiermede kan nog worden opgemerkt, dat onder het microscoop is waar te nemen, dat bij de bovengenoemde 3 gronden de fractie > 35 mu alleen bij 0.06 N HCl nog ijzeroxydekorrels bevat. Dit ijzeroxyde omhult volgens vroegere waarnemingen korrels van doorzichtig materiaal (wellicht kwartskorrels). Ook complexe korrels zijn waargenomen. De met de hoogere HCl-concentraties voorbehandelde gronden bevatten geen ijzeroxydekorrels meer.

c. In hoeverre beïnvloedt het al of niet natzeven de resultaten?

Een verder punt om na te gaan was, wat voor verschil het maakt als bij een overigens gelijke behandeling van den grond al of niet nat gezeefd wordt. Dit punt is daarom van belang, aangezien bij een snelle methode, die van deze methode eventueel wordt afgeleid — bijv. voor de bepaling van de fractie < 2 mu — een versnelling reeds verkregen zou kunnen worden door niet nat te zeven. Dit onderzoek werd met een behoorlijk groot aantal

monsters verricht. Hierbij bleek. dat dit punt niet den minsten invloed heeft. Enkele resultaten zijn in tabel 4 aangegeven. Hierbij werden in beide gevallen de facties <2 mu, < 8 mu en < 16 mu bepaald.

TABEL 4.

Gemiddelden van triplo's

Monster No.	Al- of niet natgezeefd	In % op drogen grond				
		$CaCO_3$	Humus	<2 mu	<8 mu	<16 mu
17752 rivierklei	niet	0.2	2.1	66.0	84.8	91.4
	wel	0.2	2.1	66.3	85.5	92.6
17753 leem	niet	0	5.2	63.7	75.9	79.7
	wel	0	5.2	64.4	76.7	79.2
8400 knik	niet	0	0.8	35.9	44.1	50.3
	wel	0	0.8	35.4	42.7	48.0

d. *Bepaling van de maaswijdte van de zeef; contrôle van de zeef.*

Voor het nat zeven is het noodzakelijk de gemiddelde maaswijdte van de zeven te bepalen. Tevens wordt daardoor een middel aan de hand gedaan om te controleeren in hoeverre deze gemiddelde maaswijdte in verloop van tijd verandert en wanneer dus de zeef als versleten moet worden beschouwd. Dit is eensdeels noodig, aangezien uit de ervaring, verkregen met het droog zeven is af te leiden, dat de maaswijdten in werkelijkheid anders zijn dan door de fabriek wordt aangegeven en bovendien van zeef tot zeef niet onbelangrijk kunnen verschillen.

Uit ervaringen, bij het droog zeven verkregen, was ons reeds gebleken, dat alle gebreken verbonden aan het zeven, verscherpt tot uiting komen, als gezeefd wordt met een fractie, waarvan de korreldoorsneden weinig uiteenloopen en wel ter weerszijden van de zeefopening liggen. Hierop ga ik niet verder in; ik volsta met er op te wijzen, dat de gelijkheid van twee zeven met bijv. een maaswijdte van 35 mu zeer nauwkeurig moet zijn aan te geven door de fractie 30—40 mu hiermede te zeven. Om nu tegelijkertijd de zeven te ijken, d.w.z. de gemiddelde maaswijdte in mu's aan te geven, werden met behulp van de Kopecky-methode fracties gemaakt van 30—40 mu, 40—50 mu en 50—60 mu. De Kopecky-methode werd hiervoor gebruikt, aangezien deze juist voor deze fracties exacte korreldoorsneden geeft, waarop niet verder zal worden ingegaan.

Om de methode duidelijk te maken, denken we ons de contrôle voor een zeef uitgevoerd, waarvan de maaswijdte volgens de fabriek 30 mu bedraagt. Stel eens, dat 50 % door de zeef heen gaat en dus 50 % op de zeef blijft liggen. Welke is dan de maaswijdte? Gezien het feit, dat de kleinste en grootste korreldoorsnede voor deze fractie zoo weinig onderling verschillen, maakt het weinig uit hoe de sommatiekromme binnen deze fractie verloopt. Hier kunnen we aannemen, dat het percentage korrels beneden een bepaalde doorsnede recht evenredig met deze doorsnede is; zie diagram II. In dit geval is de gemiddelde maaswijdte dus $30 + \frac{50}{100} \times 10 = 35$ mu, aangezien per 10 % van de fractie, die door de zeef gaat, de maaswijdte 1 mu grooter is. Zelfs indien de analyses slechts op 10 % nauwkeurig zijn, is deze gemiddelde maaswijdte op 1 mu nauwkeurig vast te stellen, hetgeen meer dan voldoende nauwkeurig is.

De onderzochte zeven waren alle draadzeven. In één geval werd een Temaplaatzeef met vierkante openingen onderzocht. Aangezien deze zeef veel en veel langzamer zeeft dan een draadzeef, werd het onderzoek hiermede niet verder voortgezet. We zullen deze bepaling hier verder laten rusten; wij volstaan met op te merken, dat als regel bijv. het gaas voor 30 mu (opgave van de fabriek) met voldoende benadering 35 mu is, n.l. 35 ± 2 mu.

De vraag, die nu gesteld moet worden, is welke eischen aan deze maaswijdte moeten worden gesteld. Met een bepaalden grond, die de grootste

korrelmassa bevat tusschen 25 en 50 mu (ruim 60 %) werd met verschillende zeefjes en dus ook met verschillende gemiddelde maaswijdten nagegaan, wat het gehalte aan de fractie < 35 mu en > 35 mu was. Hierbij bleek, dat de maaswijdte met voldoende benadering vast staat, indien deze ligt tusschen 33 en 37 mu of dus 35 ± 2 mu bedraagt. De plaatsruimte laat niet toe dit met cijfermateriaal aan te toonen.

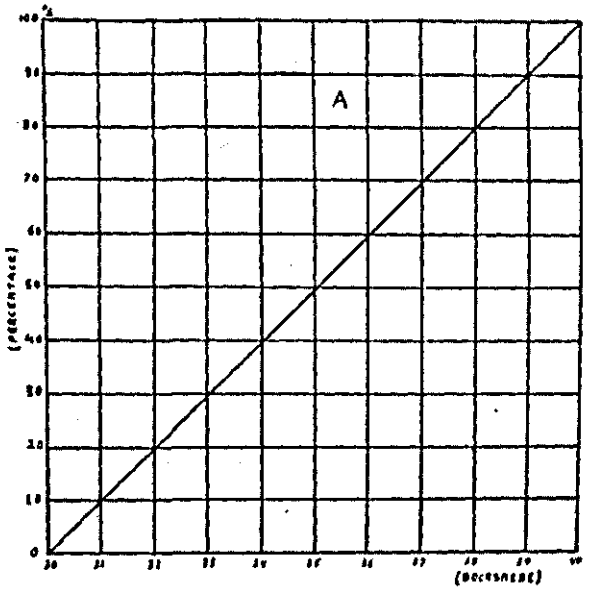


DIAGRAM II

We vragen ons nu eens af, in hoeverre deze wijze van zeven absoluut is, d.w.z. onafhankelijk is van de hoeveelheid te zeven materiaal en den zeeftijd. Aangezien dit zeven gedeeltelijk onder water en door wrijven met een penseel met de hand geschiedt, is de zeefduur te vergrooten door langer door te zeven, zoodat meer vloeistof in de kolf onder de zeef wordt opgevangen.

Aangezien het duidelijk zal zijn, dat bij gebruik van een zeef van 35 mu de grootste fouten verkregen worden, indien de fractie 25—50 mu zoo groot mogelijk is, werden een 4-tal monsters onderzocht, waarbij dit het geval was (tot meer dan 60 %). Hierbij werd gezeefd tot 0.8 l resp. 2 l vloeistof was opgevangen. De resultaten zijn medegedeeld in tabel 5.

TABEL 5.

Gehalten fractie > 35 mu; gemiddelden van duplo's.

Monster No.	Doorgezeefd werd tot:		
	2 l	0.8 l	0.8 l
	zeefje A	zeefje B	zeefje A
23010	26.2	39.5	35.9
22966	54.9	68.0	69.5
22968	66.7	64.2	59.1
22262	74.9	79.5	—

Opm. De gehalten van de fractie 25—50 mu van deze gronden zijn zeer hoog.

Uit tabel 5 blijkt, dat in het ergste geval de fractie > 35 mu inderdaad kleiner is, indien tot 2 l dan indien tot 0.8 l wordt doorgezeefd. De resultaten met 2 verschillende, echter geijkte, zeefjes verkregen, waarbij in beide gevallen tot 0.8 l werd doorgezeefd, zijn daarentegen gelijk, d.w.z. dat, zooals de ervaring geleerd heeft, de uiterste verschillen hoogstens 5 % (± 2.5 %)

uiteenliggen. Ofschoon in verreweg de meeste grondmonsters het zeven tot 2 l resp. tot 0.8 l slechts een te verwaarloozen verschil zal opleveren, hangt echter het resultaat van het zeven van gronden met een hoog gehalte van de fractie 25—50 mu meer of minder af van den zeefduur. Aangezien steeds werd doorgezeefd tot 0.8 l vloeistof was doorgeloopen, is in dit opzicht het zeven dus conventioneel en dient naar verbetering te worden gezocht, waarop wij hieronder terugkomen.

In tabel 6 is met behulp van de fractie 30—40 mu de invloed van de hoeveelheid te zeven materiaal nagegaan.

TABEL 6.

Fractie 30—40 mu.

Hoeveelheid materiaal in grammen	Doorgezeefd tot	Door de zeef gegaan in %	Maaswijdte in mu's
5	0.8	11.1	31.0
5	2.0	33.2	33.5
10	0.8	17.5	32.0
10	2.0	24.6	32.5
20	0.8	5.8	30.5
20	2.0	10.4	31.0

Opm. De effectieve maaswijdte werd telkens berekend uit het percentage van de fractie 30—40 mu, die door de zeef is gegaan.

Bedenken we, dat we hier met een fractie met korreldoorsneden binnen nauwe grenzen te doen hebben en dus de fouten zwaar versterkt worden, dan blijkt uit de verkregen resultaten, dat deze invloed op de bepaling van de gemiddelde maaswijdte van een geringe grootte is. Dit geldt zelfs, zij het dan ook niet geheel, wat den invloed van den zeefduur betreft. Ten opzichte van het gehalte van de fractie, die door de zeef heengaat, heeft de zeefduur een zoo grooten invloed, dat deze ten opzichte van een kwantitatieve analyse ontoelaatbaar is. De invloed van de hoeveelheid te zeven materiaal is onregelmatig; althans bij zeven tot 0.8 l doorgeloopen vloeistof. Herleiden we dit tot het gehalte van de fractie 25—50 mu bij gewone gronden, waarin de uiterste korreldoorsneden dus belangrijk verder uiteenliggen dan de korreldoorsneden van de fractie 30—40 mu en bovendien dit gehalte wel nooit boven de 65 % zal uitkomen, dan volgt hieruit, dat de invloed van de hoeveelheid te zeven materiaal mogelijk, echter waarschijnlijk niet, te verwaarloozen is; de invloed van den zeefduur is in overeenstemming met de reeds eerder besproken resultaten niet te verwaarloozen.

Uit het voorgaande volgt, dat het gewenscht is, deze zeefmethode te verbeteren, nl. door deze zoo uit te voeren, dat de methode weer absoluut is, nl. dat de resultaten onafhankelijk zijn van den zeefduur en de hoeveelheid te zeven materiaal. Proeven verricht met de trilzeef in gebruik bij de Aardappelstudiecommissie (Dr *A. H. A. de Willigen*) bleken zeer hoopvolle resultaten te geven, aangezien zelfs bij gebruik van fracties de zeefresultaten practisch onafhankelijk zijn van de zeefhoeveelheid en bovendien de duplo's daarvan behoorlijk kloppen. Deze methode kan verder zoo worden uitgevoerd, dat de zeefduur geen invloed uitoefent. Door vergelijking met de tot nu gevolgde methode bleek tevens, dat minder op de zeven blijft liggen.

Zoodra een trilzeefmachine ter beschikking zal zijn, zal deze methode dan ook verder worden uitgewerkt.

Samengevat blijkt dus, dat voor verreweg de meeste gronden de tot nu toe gevolgde zeefmethode absolute cijfers geeft; voor gronden met hooge gehalten aan de fractie 25—50 mu, geeft de methode conventioneele waarden, die door de trilzeef in absolute cijfers moeten worden omgezet. Door gebruik te maken van deze trilzeefmachine kan bovendien de zeefsnelheid worden vergroot, doordat 3 gronden tegelijkertijd gezeefd kunnen worden, hetgeen een verder voordeel beteekent.

Nu zal het duidelijk zijn, dat bij gebruik van de zeefjes deze zullen slijten. De vraag is, wat er bij dit verslijten van de zeefjes geschiedt. Door een grond met een hoog gehalte aan de fractie 25—50 mu zoowel te zeven door een lang gebruikt zeefje als door een nieuw, pas geijkt zeefje bleek, dat de fractie, die op de zeef blijft liggen, soms 20 % en meer kan verschillen. Blijkbaar was het oude zeefje versleten en gaat dit verslijten in de richting van een vergrooting van de maaswijdte. Om dit na te gaan werd, nadat een zeker aantal malen met een zeefje was gezeefd, telkens met de fractie 30—40 mu de gemiddelde maaswijdte bepaald. Hierbij bleek steeds weer, dat sedert het in gebruik nemen de maaswijdte eerst iets terugloopt (gedeeltelijke verstopping van de mazen?) en daarna weer toeneemt. De zeef wordt afgekeurd, nadat de gemiddelde maaswijdte boven 37 mu is gekomen. Het is hierbij gebleken, dat genoegen genomen moet worden met een korte periode, waarin de gemiddelde maaswijdte iets kleiner is geworden dan 33 mu, aangezien dit te vaak voorkomt om deze zeven niet meer te gebruiken. Het is niet onwaarschijnlijk, dat hierin bij gebruik van een trilzeef ook een verbetering kan worden aangebracht, doordat de doorsnede van de zeven in plaats van 8, 12 cm is en bovendien de slijtage geringer zal zijn, aangezien de grond niet meer met een penseel over het zeefgaas gewreven behoeft te worden.

Als voorbeeld is in tabel 7, deze contrôle van één zeefje gegeven.

TABEL 7.

Datum contrôle	Na.... bepalingen heeft de contrôle plaats gevonden	Zeefje No. (draadzeef)	Gedeelte fractie 30—40 mu, dat door de zeef gaat in %	Maaswijdte in mu's
Begin	—	12	68.2	37.0
3-7-'43	34	12	15.9	31.5
6-7-'43	42	12	25.2	32.5
9-7-'43	55	12	20.5	32.0
9-8-'43	77	12	49.3	35.0
21-8-'43	113	12	98.1	>40

Bij deze contrôle blijkt, dat na gemiddeld rond 80 bepalingen dit zeefje door een nieuw moet worden vervangen.

c. *Bepaling van de oorspronkelijke concentratie van de suspensie.*

Wil men de fractie 25—35 mu rechtstreeks bepalen (maaswijdte zeef 35 mu), dan is het noodzakelijk de oorspronkelijke concentratie te bepalen van de suspensie, die door het zeefje van 35 mu is heengegaan, nadat deze suspensie tot 1 l is verdund. Het zal duidelijk zijn, dat de eenige wijze, waarop deze concentratie practisch gesproken kan worden bepaald, is om te trachten deze suspensie door omschudden te homogeniseeren en dan met de pipet hieraan een monster te onttrekken, dit tot droog in te dampen, te drogen bij 105° C. en te wegen, waarna uit de droogrest deze oorspronkelijke concentratie kan worden berekend. Een tweede methode bestaat hierin de geheele suspensie tot droog in te dampen, hetgeen overigens alleen ter contrôle kan geschieden, aangezien in de droogrest geen verdere bepalingen meer zijn te doen. Nu spreekt het wel van zelf, dat de kans om met de pipetmethode de oorspronkelijke concentratie te bepalen kleiner wordt, naarmate de deeltjes in deze suspensie grover worden. Om na te gaan bij welke deeltjesgrootte deze moeilijkheden beginnen, werden suspensies van een bekende concentratie gemaakt van de volgende fracties: 0.15—2 mu, 2—8 mu, 8—16 mu, 16—32 mu, 30—40 mu en 40—50 mu. Om na te gaan welken invloed op de bepaling de tijd heeft, gedurende welken na de homogeniseering van de suspensie en dus na het neerzetten van de cylinders, waarin zich de suspensie bevindt, wordt gewacht, alvorens met de pipet een monster aan de suspensie te onttrekken, werd deze tijd gekozen naar de valsnelheid van

deeltjes van bepaalde doorsneden, waardoor tevens nog rekening met de temperatuur van de suspensie is te houden.

Uit de verkregen resultaten blijkt, dat voor suspensies van deeltjes tot 32 mu toe binnen kleine foutengrenzen de oorspronkelijke concentratie juist wordt bepaald. Bij de fijnere fracties tot en met de fractie 8—16 mu was het onverschillig, wanneer na de homogeniseering met de pipet een monster aan de suspensie werd onttrokken, mits deze tijd natuurlijk kleiner was dan de bezinkingstijd van de grofste korrels tot de diepte onder den vloeistofspiegel, waaruit gepipeteerd werd. Bij de fractie 16—32 mu was het reeds noodig om niet te lang na het homogeniseeren te wachten, voordat het monster genomen werd. De beste tijd bleek een wachttijd van 46 sec. te zijn op ± 20 cm onder den vloeistofspiegel afhankelijk van de temperatuur van de suspensie. In suspensies van de fractie 30—40 resp. 40—50 mu was het in het geheel niet meer mogelijk de oorspronkelijke concentratie te bepalen. Nu bevat een grond echter nooit 100 % van de fractie 30—40 mu resp. 40—50 mu. Het was dus gewenscht na te gaan in hoeverre het in mengsels, waarin ook grovere deeltjes dan 32 mu aanwezig waren, nog wel mogelijk was de oorspronkelijke concentratie te bepalen. Hierbij bleek, dat dit in suspensies van een mengsel bestaande uit 50 % van de fractie 30—40 mu en 50 % van de fractie 40—50 mu niet meer mogelijk was, hoe langen tijd na de homoniseering ook werd gewacht en op welke diepte het monster onder den vloeistofspiegel ook werd genomen. Wel gelukte dit met mengsels bestaande uit 25 % van de fractie 2—16 mu, 25 % van de fractie 16—32 mu, 25 % van de fractie 30—40 mu en 25 % van de fractie 40—50 mu. De beste resultaten werden daarbij verkregen na een tijd wachten na de homogeniseering (46 sec.), die overeenkomt met de bezinkingssnelheid van deeltjes van 70 mu over een diepte van ± 20 cm. Ditzelfde was het geval met de suspensie van een mengsel bestaande uit 25 % van de fractie 2—16 mu; 25 % van de fractie 16—32 mu en 50 % van de fractie 30—40 mu.

Om bovengenoemde redenen, nl. om de oorspronkelijke concentratie van de suspensie te kunnen bepalen, kan dus nog wel een zeefje met maaswijdten van 50 mu worden genomen, zij het dan ook, dat gronden zullen voorkomen, waarbij het niet meer gelukt de oorspronkelijke concentratie van de suspensie na zeven door een zeef van 50 mu te bepalen en waarvoor dus een zeef met een maaswijdte van 35 mu noodzakelijk is.

Wil men dan ook een zooveel mogelijk uniforme methode hebben, die voor alle gronden geldt, dan is het gewenscht, het nat-zeven uit te voeren door een zeefje met maaswijdten van 35 mu. Er is echter bovendien nog een andere reden. De vraag moet gesteld worden, tot welke deeltjesgrootte de pipetmethode geldig is. Deze deeltjesgrootte moet natuurlijk zoo klein zijn, dat een homogene suspensie verkregen kan worden. Ook om deze reden mag de maaswijdte van het zeefje dus niet te groot zijn.

f. *Tot welke deeltjesgrootte is de pipetmethode geldig?*

In verband met het feit, dat het na het omschudden van de suspensie een noodzakelijke voorwaarde is, dat een homogene suspensie wodt verkregen, wil de pipetmethode bevredigende resultaten geven, zal de pipet dus wel niet veel boven de 30 mu gebruikt kunnen worden. Er is echter nog een tweede reden. Tengevolge van het omschudden van de suspensie ontstaan stroomingen in de suspensie, die slechts langzaam uitsterven. Het zal duidelijk zijn, dat als de bezinkingstijd te kort is, een te sterke beïnvloeding door deze stroomingen zal optreden, zoodat geen juiste cijfers kunnen worden verkregen. De bezinkingsbaan wijkt te sterk van de verticale richting af; overigens zijn er op- en neergaande stroomingen. Hierbij kunnen we ons beperken tot de waterige suspensies, zooals deze bij de pipetanalyse voor grondsuspensies optreden, d.w.z. van suspensies met een viscositeit practisch gelijk aan die van zuiver water.

Om dit na te gaan werd een mengsel gemaakt bestaande uit 50 % van de fractie 30—40 mu en 50 % van de fractie 40—50 mu. Wordt hiervan een suspensie gemaakt van een bekende concentratie, homogeniseert men deze suspensie en neemt men nu op een bepaalde diepte onder den vloeistofspiegel (20 cm) een monster na een tijd, die overeenkomt met deeltjes van een doorsnede van 40 mu, dan moet dus een gehalte van 50 % worden gevonden. Het bleek echter, dat de verkregen resultaten daarvan sterk afweken, het-

geen ook het geval bleef, indien op 30 cm onder den vloeistofspiegel werd gepipeteerd. Hieruit volgt dus, dat de fractie < 40 mu niet meer volgens de pipetmethode kan worden bepaald. Daarom werd een mengsel onderzocht bestaande uit 25 % van de fractie 2—16 mu, 25 % van de fractie 16—30 mu en 50 % van de fractie 30—40 mu. Werd hierin met de pipetmethode het gehalte van de fractie < 30 mu bepaald, dan werd hiervoor binnen nauwe foutengrenzen inderdaad 50 % gevonden [5]). In overeenstemming met de verwachting is dus met de pipetmethode wel het gehalte van de fractie < 30 mu en natuurlijk ook van alle fijnere fracties te bepalen. Hieruit volgt dus, dat het aanbeveling verdient met de pipetmethode geen grovere fracties te bepalen dan ongeveer de fractie < 30 mu. Voeren we het nat zeven uit met een zeef met maaswijdten van 35 mu, dan kan de eerste fractie, waarvan het gehalte met de pipetmethode bepaald moet worden, de fractie < 25 mu zijn. Helaas bleek, dat, toen tot de uitvoering van deze methode in het groot door het Bedrijfslaboratorium van Grondonderzoek was besloten, gaas met maaswijdten van 35 mu niet meer te krijgen was. Het Bedrijfslaboratorium gebruikt nu gaas met een maaswijdte van bijna 50 mu. In overeenstemming met de verwachting kan vrijwel steeds de oorspronkelijke concentratie van de suspensie worden bepaald; in een aantal gevallen lukte dit echter niet en moet een zeefje van 35 mu worden gebruikt, dat daartoe in voorraad wordt gehouden. In dit geval is het gewenscht de fractie < 35 mu met de pipetmethode te bepalen. Om deze reden was het wenschelijk na te gaan, of dit geoorloofd is. Om dit te doen werd een mengsel gemaakt, bestaande uit 50 % van de fractie 16—35 mu en 50 % van de fractie 35—43 mu, waarbij het gehalte aan de fractie < 35 mu werd bepaald. Hierbij werd een te laag gehalte gevonden, waaruit volgt, dat de pipetmethode niet meer voor de bepaling van de fractie < 35 mu gebruikt mag worden. Voor zoover dit noodgedwongen geschiedt, worden fouten gemaakt, waarmede rekening gehouden moet worden.

g. De peptisatie.

We komen nu tot de peptisatie. Hierbij werd in de eerste plaats nagegaan, welken invloed de hoeveelheid water heeft, waarmede de voorbewerkte grond op de Büchnertrechter wordt uitgewasschen. Hierbij werden verschillende gronden uitgewasschen tot 0.8 l water in de afzuigkolf was opgevangen, resp. tot 1.25 en tot 1.6 l was opgevangen.

Het resultaat van al deze onderzoekingen was, dat verder uitwasschen dan tot 0.8 l vloeistof in de afzuigkolf was opgevangen, geen invloed meer op de peptisatie uitoefent. Ter illustratie zijn in tabel 8 de resultaten bij een tweetal onderzochte monsters weergegeven.

TABEL 8.

Gemiddelden van duplo's.

Monster	Uitgewasschen tot 0.8 l				Uitgewasschen tot 1.6 l			
	<2 mu	2—8 mu	8—16 mu	<16 mu	<2 mu	2—8 mu	8—16 mu	<16 mu
17752 rivierklei	67.6	20.2	6.0	93.8	67.0	19.4	7.0	93.4
17753 leem	66.0	11.3	1.2	78.5	64.1	11.0	2.7	77.8

[5]) De *Atterberg*-methode werd op soortgelijke wijze gecontroleerd, waarbij werd uitgegaan van een mengsel bestaande uit 50 % van de fractie 16—30 mu en 50 % van de fractie 30—40 mu en waarbij het gehalte van de deeltjes < 30 mu werd bepaald. Hierbij werd nauwkeurig met de temperatuur van het water rekening gehouden. Uit dit onderzoek bleek, dat de fractie < 30 mu niet meer met de methode Atterberg bepaald mag worden; de bepaalde gehalten waren te laag.

Bij het bovenstaande kan ook nog de volgende kwestie behandeld worden: Tijdens de voorbewerking verliest de grond een gedeelte van zijn uitwisselbare basen, echter niet alles. Volgens sommigen zou de peptisatie door $(COONa)_2$ zoo tot stand komen, dat de Ca^{++}-ionen worden uitgewisseld tegen de Na^{+}-ionen van het oxalaat, waarbij Ca-oxalaat neerslaat. Er wordt door hen aan getwijfeld of zuivere H^{+}-gronden wel met Na-oxalaat (pH ± 6.5) zijn te peptiseeren. In het geval van zgn. laterietgronden zou geen stabiele suspensie zijn te verkrijgen, maar zou deze onmiddellijk uitvlokken. Om dit te onderzoeken werden 3 verschillende gronden (rivierklei, leem en zeeklei) en een laterietgrond in de eerste plaats op de gewone wijze onderzocht. Vervolgens werd de, op de gewone wijze op den Büchnertrechter uitgewasschen, grond verder uitgewasschen met 1.75 l, 0.06 N heet HCl en vervolgens weer met gedestilleerd water tot 0.8 l vloeistof was doorgeloopen. Al de uitwisselbare basen zijn dan verdwenen. Daarna werden de gronden op de gewone wijze verder onderzocht, d.w.z. dat de suspensie met 0.005 M $(COONa)_2$ gedurende 15 minuten werd gekookt, afgekoeld, aangevuld tot juist 1 l, waarna de betreffende fracties met de pipetmethode werden bepaald.

Het resultaat was, dat volgens beide methoden dezelfde resultaten werden verkregen. Met alle gronden werden na het koken met 0.005 M $(COONa)_2$ stabiele suspensies verkregen, die ook na twee dagen staan niet waren uitgevlokt, noch hiertoe neiging vertoonden. De peptisatie van zuivere H^{+}-gronden is dus met $(COONa)_2$ zeer goed mogelijk; het mechanisme is daarvan verder blijkbaar anders dan genoemde onderzoekers zich voorstellen. De graad van uitwasschen van de kationen speelt hierbij dus geen rol. Ter illustratie laat ik in tabel 9 de resultaten zien, verkregen met een van Prof. *Hudig* ontvangen laterietgrond.

TABEL 9.

Gemiddelden van duplo's.

Grondmonster No.	Voorbewerking gewoon of met extra HCl	$CaCO_3$	Humus	Droogrest 1e 0.8 l	Droogrest 2e 1.75 l	Fractie <2 mu	2-4 mu	4-8 mu	8-16 mu	16-25 mu	25-35 mu	mu >35	Som
23887 laterietgrond van Prof. Hudig	*Extra* HCl	0	1.1	1.4	0.6	80.5	4.1	3.4	1.9	0.8	2.4	5.0	101.2
	gewoon	0	1.1	1.6	—	81.1	3.9	2.9	2.6	0.1	2.4	5.4	101.1

Een tweede punt, dat onderzocht moest worden, was de invloed, die de hoeveelheid grond, waarvan werd uitgegaan, op de resultaten heeft, of m.a.w. wat de invloed van de concentratie van de suspensie is. Dit is uit twee overwegingen van belang. Volgens *Tuorilla* is de peptisatie maximaal, indien de verkregen gehalten onafhankelijk zijn van de concentratie van de suspensie en van de diepte, waaruit de suspensie gepipeteerd wordt. In de tweede plaats ligt het voor de hand, dat de nauwkeurigheid van de bepaling grooter wordt, indien van meer grond wordt uitgegaan. Op dit laatste punt komen wij terug.

Ter onderzoeking van het eerste punt werden vele gronden onderzocht, waarbij zoowel van 10 als 20 gram en soms ook van 30 gram werd uitgegaan. Het resultaat van dit onderzoek was, dat de hoeveelheid materiaal (tot 30 gram werd onderzocht, waarbij dus telkens 1 l suspensie werd verkregen), waarvan werd uitgegaan, geen invloed op de resultaten uitoefent. Uitvlokking tijdens het bezinken treedt dus niet op.

Ter illustratie zijn in tabel 10 de resultaten, verkregen met een 2-tal gronden, waarbij van 10, 20 en 30 gram grond werd uitgegaan, aangegeven.

TABEL 10.
Gemiddelden van duplo's.

Grondmonster No.	Uitgegaan werd van .... gram	Gehalten van de fracties in % op drogen grond			
		< 2 mu	2-8 mu	8-16 mu	< 16 mu
17752 rivierklei	10	66.0	18.3	6.9	91.2
	20	67.0	19.4	7.0	93.4
	30	66.1	20.2	6.1	92.4
17753 leem	10	64.9	11.7	1.9	78.5
	20	64.1	11.0	2.7	77.8
	30	63.7	11.2	2.2	77.1

Veiligheidshalve — ook al bleek dit later niet noodig te zijn geweest — werd, indien van 20 en 30 gram grond uitgegaan werd, uitgewasschen, totdat 1.6 l waschvloeistof was opgevangen. Bij de voorbewerking werd, indien van 20 gram grond werd uitgegaan, 100 cm³ 30 % H_2O_2 en 125 cm³ 0.2 N HCl in overmaat toegevoegd en indien van 30 gram grond werd uitgegaan, 150 cm³ H_2O_2 en 150 cm³ overmaat 0.2 N HCl. Zooals reeds werd opgemerkt, zijn de verkregen resultaten onafhankelijk van de hoeveelheid grond.

De invloed van de diepte, waarop gepipeteerd wordt, werd eveneens aan eenige gronden onderzocht. Om te maken, dat enkele malen pipeteeren van dezelfde fractie practisch geen invloed uitoefent, d.w.z. dat daardoor de concentratie niet verandert, werd uitgegaan van 2.5 l suspensie, die in het eene geval verkregen was door 3 × 10 gram afzonderlijk op de gewone wijze voor te bewerken en in het andere geval door 3 × 20 gram afzonderlijk en eveneens op de gewone wijze voor te bewerken. De 3 suspensies werden daarbij telkens samengevoegd en op precies 2.5 l gebracht, nadat iedere suspensie afzonderlijk gekookt was met 0.005 M $(COONa)_2$ gedurende 15 minuten.

Het resultaat van de onderzoekingen was ook nu, dat geen invloed van de diepte, waarop gepipeteerd werd, was te constateeren. Ook dit wijst er dus op, dat geen uitvlokking tijdens het bezinken optreedt. Ofschoon geen volstrekt bewijs, wijst dit er evenals het voorgaande onderzoek op, dat de peptisatie maximaal is. Ter illustratie zijn in tabel 11 de resultaten, met enkele monsters verkregen, aangegeven, waaruit het voorgaande voor de fracties < 8 en < 2 mu blijkt.

TABEL 11.

Fractie in mu's	Diepte onder vloeistofspiegel, waaruit gepipetteerd werd in cm	Grondmonster No.				
		17752	17753	22976	23020	23449
< 8	± 6	89.7	76.7	34.1	56.3	68.4
< 8	± 12	89.3	76.8	34.1	55.7	68.0
< 8	± 18	91.2	76.2	33.9	56.4	67.6
< 2	± 5	67.0	64.2	26.2	41.2	54.7
< 2	± 10	67.7	64.7	26.3	40.9	53.5

Opm. De juiste diepte, waarop gepipeteerd werd, hangt van de temperatuur van de suspensie af.

In een ander onderzoek was dit bovendien het geval voor de fractie < 16 mu. Voor grovere fracties spreekt dit dan wel van zelf.

We komen nu tot het gedeelte betreffende de bevordering van de peptisatie door een mechanisch hulpmiddel en door toevoeging van een geschikten peptisator. Aangezien alleen veel onderzoekingen hier bewijzend zijn en

wij de resultaten van al die onderzoekingen hier niet kunnen aanvoeren, zullen wij de resultaten hier slechts kort bespreken.

In de eerste plaats werd nagegaan, wat na de toevoeging van verschillende peptisatoren het meest de peptisatie verhoogt, nl. schudden van de suspensie op de schudmachine of koken van de suspensie. Hierbij werd tevens de invloed van den schudduur resp. van den kookduur onderzocht. Het resultaat van deze onderzoekingen was, dat koken van de suspensie beter was dan schudden. De peptisatie was nl. na koken van de suspensie in verschillende gevallen niet alleen beter dan na schudden van de suspensie op de schudmachine, maar de resultaten waren bovendien zekerder (kleinere verschillen tusschen de duplo's).

Wat de kookduur betreft, bleek 15 minuten koken wel de beste resultaten te geven, zoodat hieraan dan ook werd vastgehouden.

Om de invloed van den peptisator te bestudeeren, werden aanvankelijk gewone uitvlokkingsproeven genomen met toenemende concentraties van verschillende peptisatoren. Het bleek echter spoedig, dat op zichzelf nog sterk verschillende concentraties op het oog practisch geen verschil in peptisatie gaven. Dit geheele onderzoek werd dan ook in kwantitatieven zin herhaald met een aantal grondmonsters, waarbij 5 verschillende peptisatoren, n.l. NH_4OH, Li_2CO_3, Na_2CO_3, $(COONa)_2$ en $Na_4P_2O_7$ in verschillende concentraties werden onderzocht en waarbij dus telkens de gehalten van de fracties < 2 mu en < 16 mu en soms ook < 8 mu werden bepaald. Ook hier volstaan wij met het resultaat van dit onderzoek kort mede te deelen, aangezien ook hier veel materiaal getoond zou moeten worden, om dit een bewijzend karakter te geven, terwijl anderzijds de verschillen meestal te klein zijn om eenige resultaten ter illustratie te laten zien.

De beste peptisatoren bleken te zijn $(COONa)_2$ en $Na_4P_2O_7$, terwijl NH_4OH, hoewel meestal gelijkwaardig, in sommige gronden (grond uit Soedan en enkele ijzerhoudende gronden) te lage cijfers gaf. Bij een onderzoek, uitgevoerd bij een 19-tal grondmonsters bleek (zie tabel 12), dat de verkregen m.f. voor de verschillende fracties voor $(COONa)_2$ kleiner waren dan voor $Na_4P_2O_7$, terwijl in de verkregen gehalten practisch geen verschil tusschen deze laatste peptisatoren bestond. Aan $(COONa)_2$ werd dan ook de voorkeur gegeven, terwijl de concentratie daarvoor $\pm$ 0.005 M moest bedragen om de beste resultaten te verkrijgen.

TABEL 12.

Gemiddelde resultaten en de m.f. verkregen met 19 grondmonsters; uitgegaan werd van 10 gram grond; de suspensie werd 15 minuten gekookt.

Peptisator	In % op drogen grond							
	Gloei-rest	< 2 mu	2—8 mu	8—16 mu	16—25 mu	25—35 mu	> 35 mu	Som
	Gemiddelden							
NH_4OH 0.1 M	1.8	47.0	10.3	4.9	6.3	5.7	23.6	102.0
$(COONa)_2$ 0.005 M	2.4	46.2	9.4	6.1	6.1	6.4	22.1	100.9
$Na_4P_2O_7$ 0.003 M	2.8	47.5	9.2	5.7	5.1	8.1	21.3	102.1
	Middelbare fouten van één bepaling							
NH_4OH 0.1 M	0.27	0.82	0.69	1.04	1.03	1.19	0.41	0.84
$(COONa)_2$ 0.005 M	0.12	0.70	0.78	1.06	0.83	1.02	0.32	0.95
$Na_4P_2O_7$ 0.003 M	0.14	0.93	1.36	1.29	1.42	1.41	0.28	0.91

Hierbij moet worden opgemerkt, dat bij gebruik van $(COONa)_2$ en $Na_4P_2O_7$ correcties moeten worden aangebracht, in zooverre de bepaalde fracties met het gewicht van de toegevoegde hoeveelheden peptisator moet worden verminderd. Voor de som van alle fracties + $CaCO_3$ + humus + gloeirest is het hierbij van geen belang of hierbij ionenuitwisseling optreedt, aangezien geen fouten worden gemaakt, indien de hoeveelheid toegevoegde peptisator in mindering wordt gebracht, aangezien uitgewisselde kationen in de gloeirest worden bepaald.

Voor NH_2OH behoeft geen correctie te worden aangebracht. Dit is niet een vanzelfsprekend feit. Immers tijdens de voorbewerking wordt een groot gedeelte van de kationen uitgewisseld tegen H^+-ionen. Door toevoeging van NH_4OH zou hier adsorptie kunnen optreden. Dit werd nagegaan door een zwaren kleigrond voor te bewerken en op de gewone wijze uit te wasschen. Na indamping tot droog en drogen tot 105° C werd deze hoeveelheid gewogen. Daarna werd aan het schaaltje evenveel NH_4OH toegevoegd als anders geschiedt bij de analyse van een grond, indien NH_4OH als peptisator wordt gebruikt. Na indampen tot droog en nadrogen bij 105° C werd opnieuw gewogen. Het gewicht bleek binnen nauwe foutengrenzen hetzelfde te zijn gebleven. Adsorptie treedt niet op of wordt althans niet geconstateerd, indien de eventueel geadsorbeerde NH_3 door de verhitting tot 105° C mocht ontwijken. Dit laatste is hier verder van geen belang.

h. *Enkele foutenbronnen.*
Verder werden nog enkele foutenbronnen nagegaan, zooals fouten tengevolge van de weging en van de watersorptie. Hierbij bleek, dat bij de gevolgde methode, nl. bij nadrogen bij 105° C en afkoelen in een gewonen exsiccator boven $CaCl_2$ adsorptie van water optreedt, die ongeveer 0.16 % per 10 % van de fractie < 2 mu bedraagt, indien we aannemen, dat alleen deze fractie water sorbeert. Een en ander was geconstateerd door een voorbehandelden, uitgewasschen en tot droog ingedampten grond na droging bij 105° C zoowel af te koelen in een vacuum-exsiccator boven P_2O_5 als in een gewonen exsiccator boven $CaCl_2$. Hiermede moge, wat dit punt betreft, volstaan worden.

i. *De nauwkeurigheid van de methode.*
Ten opzichte van de te bereiken nauwkeurigheid leek het, zulks in verband met de hiervoor genoemde foutenbronnen, waarschijnlijk, dat, indien van meer grond werd uitgegaan dan van 10 gram grond, de resultaten nauwkeuriger zouden worden, indien de grondsuspensie telkens gebracht werd op 1 l. In verband met het natzeven en met de tot nu toe gevolgde methode, nl. wrijven met een penseel, waarbij het geen zin had zeven met een doorsnede van meer dan 8 cm te gebruiken, was het niet mogelijk van meer dan 20 gram grond uit te gaan, aangezien het zeven dan te veel tijd in beslag neemt en bovendien doorgezeefd moest worden tot meer dan 0.8 l vloeistof was doorgeloopen, hetgeen moeilijkheden oplevert, indien deze hoeveelheid boven 1 l stijgt. De suspensie moet dan eerst zoover ingedampt worden, dat na toevoeging van den peptisator en na koken en overspoelen in den cylinder, hiervan een suspensie van juist 1 l was te maken. Uiteraard wordt een dergelijke uitvoering van de analyse te tijdroovend om algemeen te kunnen worden toegepast.
Om na te gaan in hoeverre deze foutengrens verandert, indien van meer grond wordt uitgegaan, werden een 18-tal grondmonsters (natuurlijk in duplo, zooals dat steeds het geval was) onderzocht, waarbij in het eene geval van 10 gram en in het andere geval van 20 gram grond werd uitgegaan. De m.f. van één bepaling zijn in tabel 13 aangegeven.

TABEL 13.

Gemiddelden en middelbare fouten verkregen met 18 grondmonsters, waarbij van 10 en 20 gram grond werd uitgegaan, de suspensie 15 minuten werd gekookt en waarbij $(COONa)_2$ als peptisator werd gebruikt.

Hoeveelheid materiaal in grammen	In % op drogen grond							
	< 2 mu	2—8 mu	8—16 mu	16—25 mu	25—35 mu	> 35 mu	Glooi-rest	Som
	Gemiddelden							
10	44.9	9.3	6.0	6.1	6.6	23.1	2.9	101.1
20	45.3	10.1	6.2	5.5	5.8	23.1	3.0	100.8
	Middelbare fout van één bepaling							
10	0.77	0.77	1.08	0.82	1.00	0.32	0.13	0.95
20	0.44	0.71	0.63	0.59	0.48	0.45	0.17	0.72

Uit deze tabel volgt, dat voor alle subfracties van de fractie < 35 mu de m.f. van één bepaling lager tot meestal aanzienlijk lager is, indien van 20 gram grond dan indien van 10 gram grond wordt uitgegaan. Alleen van de fractie > 35 mu is het omgekeerde het geval, hetgeen ook te verwachten is, aangezien het zeven moeilijker wordt, naarmate van meer grond wordt uitgegaan. Oorspronkelijk was de m.f. van de gloeirest kleiner indien van 10 dan indien van 20 gram grond werd uitgegaan (zie tabel 13). Dit is onnatuurlijk, aangezien, indien van 10 gram grond werd uitgegaan, slechts 50 cm³ filtraat werd uitgedampt, daarentegen, indien van 20 gram grond werd uitgegaan, 100 cm³ filtraat werd gebruikt. Latere onderzoekingen, waarbij de gloeirest door verschillende personen werd bepaald, hebben echter aangetoond, dat de foutengrens, waarbij van 10 gram grond werd uitgegaan en 50 cm³ filtraat werd genomen, abnormaal laag was geweest en in werkelijkheid belangrijk grooter is dan indien van 20 gram grond wordt uitgegaan en 100 cm³ filtraat wordt ingedampt, waarmede deze tegenstrijdigheid dus is verdwenen.

j. *De som van alle bestanddeelen moet 100 zijn.*

Tot slot zullen we nog even ingaan op de vraag, in hoeverre de som van de $CaCO_3$, van de humus, van alle subfracties en van de gloeirest van 100 % afwijkt.

Uit de analyses blijkt, dat, indien het oorspronkelijk humusgehalte minder dan 20 % bedraagt, de bovengenoemde som vrijwel 100 % bedraagt. Deze som kan desgewenscht ook nog voor de watersorptie gecorrigeerd worden. Als voorbeeld zijn in tabel 14 een gedeelte der resultaten aangegeven.

TABEL 14

Grondmonster	Som gecorr. voor $CaCO_3$ en SO_3	Som gecorr. voor $CaCO_3$, SO_3 en sorptie	Humusgehalte (Elem. analyse)		Som gecorr. voor $CaCO_3$, SO_3, sorptie en resteerende humus
			Oorspr.	Na voorbewerking	
2049	98.7	98.5	0.7	0.0	98.5
2053	99.9	99.0	1.3	0.1	98.9
2871	99.9	99.5	1.7	0.1	99.4
7978	102.1	101.1	1.5	0.1	101.0
8400	102.0	101.4	0.8	0.2	101.2
15120	101.9	101.1	4.6	0.6	100.5
7288	103.9	102.7	6.7	1.4	101.3
833	101.7	100.8	1.1	0.2	100.6
7644	102.7	101.7	0.7	0.6	101.1
7663	100.0	99.3	5.1	0.6	98.7
17752	101.9	100.8	5.2	0.6	100.2
17753	103.0	101.9	2.1	0.4	101.5
Gem.	101.2	100.5	2.1	0.3	100.2

Hieruit blijkt, dat de som van alle bestanddeelen gemiddeld genomen boven 100 % ligt en dit zelfs nog iets het geval is na de correctie voor de sorptie, die hier overigens bij wijze van uitzondering is aangebracht. Uit deze sommen van alle bestanddeelen voor de afzonderlijke grondmonsters blijkt echter, dat deze soms duidelijk boven de 100 % kunnen uitkomen. Aangezien het reeds bekend was, dat na de voorbewerking met H_2O_2 en HCl nog humus in den grond achterblijft, werden deze gronden nogmaals voorbewerkt en daarna tot droog ingedampt. In deze droge voorbewerkte gronden werd dan het resteerend humusgehalte volgens de elementair analyse bepaald. Wordt ook dit gehalte in mindering gebracht, dan wordt gemiddeld genomen 100.2 % van deze som van alles gevonden. In een tweede reeks van ruim 80 monsters werd van de som van alle bestanddeelen 99.6 % gevonden. Na het aanbrengen van de correcties voor het resteerende humusgehalte en voor de sorptie is deze 98.9 %.

Uit deze resultaten blijkt reeds, dat het aanbrengen van deze correcties niet belangrijk is, indien het oorspronkelijk humusgehalte maar laag genoeg

is. Is dit oorspronkelijk humusgehalte grooter, dan bleek soms zichtbaar zooveel resteerende humus in de fractie > 35 mu over te blijven, dat deze zonder meer niet gezeefd kon worden. Deze fractie moest daarvoor eerst worden gegloeid. Dit bleek toelaatbaar te zijn, aangezien een onderzoek met een reeks zeer weinig humus bevattende gronden had geleerd, dat de zandfractie (in dit geval > 35 mu) zonder bezwaar mag worden gegloeid, aangezien de gehalten van de diverse fracties daardoor niet veranderen. Dit was gecontroleerd door de fractie > 35 mu eerst gewoon te zeven, dan alle zeeffracties weer samen te voegen en deze fractie > 35 mu te gloeien en opnieuw te zeven. De verkregen resultaten waren binnen zeer nauwe foutengrenzen precies dezelfde.

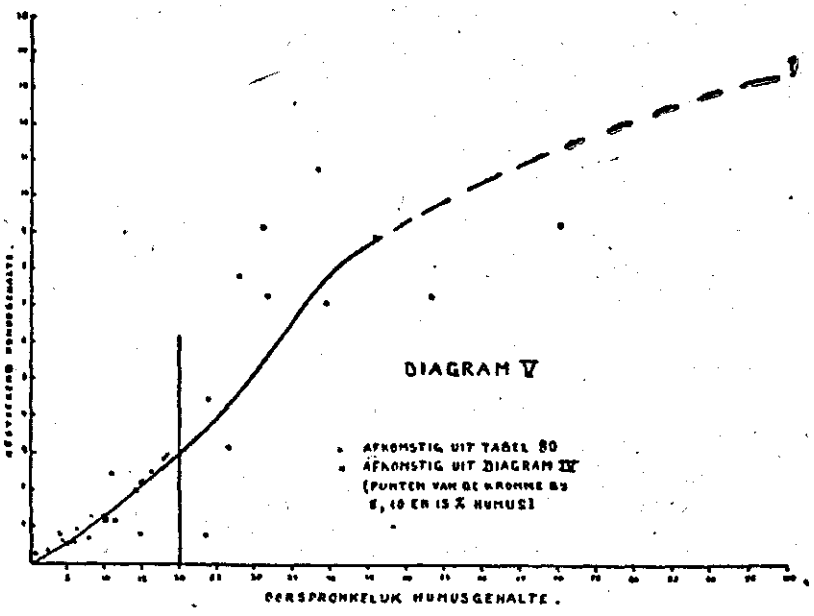
Om echter na te gaan, of ook in de fractie < 35 mu nog een resteerend humusgehalte aanwezig was, werd in een reeks van rond 30 grondmonsters met opklimmende humusgehalten tot rond 99 % toe het resteerend humusgehalte van den voorbewerkten grond volgens de elementair analyse bepaald, nadat deze eerst door natzeven tot 0.8 l was gesplitst in de fractie < 35 mu en > 35 mu. Hierbij bleek, dat zich verreweg het grootste gedeelte van den resteerenden humus bevindt in de fractie < 35 mu. In tabel 15 zijn enkele van deze resultaten aangegeven, waaruit dit nader blijkt.

TABEL 15.

Monster	Resteerend humusgehalte in % op drogen grond			Oorspronkelijk humusgehalte
	< 35 mu	> 35 mu	Totaal	
19502	0.05	0.23	0.28	0.60
9761	0.42	0.39	0.81	3.75
20792	0.39	0.18	0.57	5.15
20853	0.68	0.27	0.95	6.40
7315	1.10	0.19	1.29	9.90
20823	1.88	0.54	2.42	10.80
20906	1.64	0.30	1.94	14.20
19802	1.83	0.60	2.43	16.35
20834	2.56	0.28	2.84	17.65
19468	9.97	0.71	10.68	38.60
19543	6.18	0.97	7.15	31.80
20768	5.66	1.47	7.13	53.80
16842	4.97	2.03	7.00	39.85
20772	10.54	1.50	12.04	57.30
23126	13.28	0.11	13.39	74.20
16841	14.28	0.31	14.59	98.60

Uit deze resultaten volgt, dat in totaal soms meer dan 14 % humus achterblijft en verder, dat er althans een ruw verband tusschen het resteerende humusgehalte en het oorspronkelijk humusgehalte aanwezig is. Uit diagram V, waarin het resteerend humusgehalte tegen het oorspronkelijke humusgehalte is uitgezet, blijkt het verband tusschen het oorspronkelijke en het resteerende humusgehalte voor gronden met oorspronkelijke humusgehalten boven 20 % zoo vaag te zijn, dat het aanbrengen van een correctie, indien dit wenschelijk zou blijken, onmogelijk is. Zoowel om deze reden als om na te gaan hoe de resteerende humus over de verschillende sub-fracties verdeeld was, was een geheel nieuw onderzoek noodig.

Aangezien beneden 10 % oorspronkelijk humusgehalte het resteerende humusgehalte hoogstens 2 % bedraagt, leek het in eerste instantie het beste, hier geen correctie voor de resteerende humusgehalten aan te brengen. Uit hier niet meer te beschrijven onderzoekingen bleek echter, dat dit mogelijk was voor gronden met een humusgehalte van hoogstens 20 %. Genoemde onderzoekingen leerden tevens, dat voor grond met hoogstens 20 % humus, de resteerende humus vrijwel geheel in de fractie < 2 mu is opgehoopt. Zelfs geldt dit laatste voor gronden met veel hoogere humusgehalten, hetgeen hier niet van belang is, aangezien de gronden met meer dan 20 % humus worden gegloeid.



De gronden met meer dan 20 % humus moeten overigens gewoon worden geanalyseerd. De fractie > 35 mu moet echter eerst gegloeid worden, voordat deze gezeefd wordt. Van de subfracties < 35 mu worden de afzonderlijk ingedampte massa's afkomstig van de afgepipeteerde 20 cm³ suspensie — dus voor de fractie < 35 mu; < 25 mu; < 10 mu; < 8 mu; < 4 mu en < 2 mu — gegloeid. Hierdoor verdwijnt de resteerende humus, maar ook het vastgebonden water. Voor dit laatste moet weer een correctie worden aangebracht. Deze correctie is bepaald door gloeien van fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu, 8—16 mu, 16—25 mu en 25—43 mu, waarvan van verschillende gronden een toereikende voorraad aanwezig was. Deze correctie bleek voor niet en wel ijzerhoudende gronden niet altijd gelijk te zijn, waarop niet verder kan worden ingegaan.

Hiermede moet voor dit korte overzicht van de resultaten worden volstaan. Zooals reeds bij den aanvang van deze publicatie is opgemerkt, is het de bedoeling om na beëindiging van het onderzoek de gegevens volledig te publiceeren in de Verslagen van Landbouwkundige Onderzoekingen, waarnaar moge worden verwezen.

Aangezien het voor de toepassing van de methode gewenscht is de uitvoering van de analyse nauwkeurig te kennen, zal deze hieronder uitvoerig worden medegedeeld.

k. *Beschrijving van de uiteindelijk vastgestelde analysemethode.*

1. Gronden met hoogstens 20 % humus.

20 gram van den luchtdrogen grond, gezeefd door een zeef van 2 mm, worden in een bekerglas van 750 cm³ met 100 cm³ H_2O_2 30 % overgoten en den volgenden morgen gedurende 5 minuten op een kleine vlam gekookt. Daarna wordt 0.2 N HCl toegevoegd en wel 125 cm³ meer dan noodig is om de $CaCO_3$ op te lossen (20 cm³ 0.2 N HCl voor ieder procent $CaCO_3$ op luchtdrogen grond). Vervolgens wordt aangevuld tot 400 cm³, waarna de HCl-concentratie in het bekerglas ± 0.06 N bedraagt. Men kookt daarna 15 minuten op de vrije vlam en filtreert warm door een Büchnertrechter, voorzien van een filter 575 Sch. en Sch. De grond op het filter wascht men uit met warm water tot ± 0.8 liter (minimaal 0.8 l) is opgevangen, waarna men den grond met water van het filter op een zeefje (diameter 8 cm) van 35±2 mu maaswijdte (deze zeefjes moeten worden geijkt) brengt. Dit zeefje is geplaatst in een trechter, waarvan de steel met een gummislang en klemkraan is afgesloten. Onder zacht wrijven met een dasharen penseel No. 11 of 12 en onder voortdurend spuiten met warm gedestilleerd water wordt nat

gezeefd. Tijdens het zeven laat men het water in den trechter telkens zoo hoog stijgen, totdat het iets boven het zeefgaas staat, waarna ook de zeef nog eenige malen op en neer wordt bewogen. Vervolgens opent men de klemkraan, laat een gedeelte in de kookkolf vloeien, sluit de klemkraan weer en spuit opnieuw water op de zeef. Tusschentijds laat men den trechter ook eens geheel leegvloeien. Deze bewerking wordt zoolang herhaald tot 0.8 liter (minimaal 0.8 l) in de kookkolf is opgevangen. Er komen dan practisch geen deeltjes < 35 mu meer door de zeef. Bij humeuze en ijzerhoudende gronden wordt eveneens tot 0.8 l doorgezeefd, waarna het zeven wordt stopgezet, ongeacht of dan nog het resteerend ijzeroxyde het zeefwater iets troebel maakt. Vervolgens voegt men hier aan toe 50 cm³ van een Na-oxalaatoplossing, die 13.399 g p. liter bevat en kookt gedurende 15 minuten op de vrije vlam.

De suspensie spoelt men daarna in een cylinderglas (diameter 6 cm) over en vult na afkoeling tot kamertemperatuur met gedestilleerd water aan tot precies 1 liter (cylinderglas ijken, horizontale streep bij 1 liter plaatsen). De concentratie van de Na-oxalaat is dan 0.005 molair.

Met een speciaal hiervoor geconstrueerde pipet (inhoud tusschen de 2 driewegkranen 20 cm³) [6]) worden nu achtereenvolgens de fracties < 35 mu, < 25 mu, < 16 mu, < 8 mu, < 4 mu en < 2 mu afgepipeteerd.

Wat de uitvoering van de pipetanalyse betreft, is het voor de massaanalyse het geschiktste de bezinkingstijden constant te houden, echter de insteldiepten van de pipet met de temperatuur van de suspensie te laten varieeren. De bezinkingstijden werden berekend volgens de Wet van Stokes. De dichtheid van den grond werd op 2.675 gesteld, terwijl voor de viscositeit van de suspensie die van zuiver water werd genomen [7]). Een uitzondering hierop vormt de bepaling van de fractie < 35 mu, waarvoor een bezinkingstijd berekend werd alsof de deeltjes een doorsnede hadden van 70 mu. Bij 18° C zijn voor de fracties < 35 mu, < 25 mu, < 16 mu, < 8 mu, < 4 mu en < 2 mu de insteldiepten resp. 19.5; 17.3; 19.9; 6.7; 5.0 en 5.0 cm en de bezinkingstijden resp 46 sec., 5 min., 20 sec., 15 min., 20 min., 60 min. en 240 min.

Ten behoeve van de homogeniseering van de suspensie worden de cylinderglazen met een gummistop afgesloten, gedurende 1½ minuut flink met de hand geschud, waarna zij worden neergezet en de gummikurk wordt verwijderd. Tijdens de bepaling van de fractie < 2 mu worden de cylinderglazen in een grooten bak met water geplaatst; voor de bepaling van de grovere fracties blijven de cylinderglazen aan de lucht staan. Voor het afpipeteeren van een volgende fractie wordt steeds de temperatuur opgenomen, hetzij dus van het water in den bak, hetzij van de suspensie in de cylinderglazen vóór het homogeniseeren.

De afgepipeteerde fracties worden op een waterbad tot droog ingedampt en daarna gedurende 1 uur bij 105° C gedroogd, afgekoeld in een exsiccator boven $CaCl_2$ en gewogen. Voor de toegevoegde hoeveelheid Na-oxalaat wordt 13.5 mg afgetrokken, hetgeen dus practisch alleen voor de fijnste fractie van belang is, tenzij men de gehalten van de fracties aldus opgeeft: nl. < 35 mu, < 25 mu, < 16 mu, enz.

Ter verkleining van fouten veroorzaakt tengevolge van de hygroscopiciteit verdient het aanbeveling de schaaltjes (porselein; inhoud ruim 30 cm³) steeds in denzelfden exsiccator eenzelfde plaatsje te geven, het wegen der schaaltjes steeds in dezelfde volgorde te doen plaats vinden en verder steeds gedurende eenzelfden tijd na drogen bij 105° C te laten afkoelen.

De fractie > 35 mu wordt eveneens bij 105° C gedroogd en gewogen en daarna met behulp van de Rotap-zeefmachine gedurende 10 minuten gezeefd door zeven volgens normaalblad N 210 met een diameter van 20 cm en gewogen. De omrekening op drogen grond (bij 105° C gedroogd) vindt via het gehalte van de fractie > 35 mu, waarvan het gehalte op bij 105° C gedroogde grond bekend is, plaats.

---

[6]) Bedoelde pipet werd volgens mijn aanwijzingen gemaakt door de Neon Install. en Glasinstrum. fabriek N.I.G.I.F. te Groningen.

[7]) Deze bezinkingstijden wijken iets af van de tijden berekend met behulp van de in het normaalblad N 213 aangegeven formule, welke laatste bezinkingstijden door het Bedrijfslaboratorium voor Grondonderzoek worden gebruikt.

Van het heldere filtraat (± 0.8 l), dat door den Büchnertrechter gefiltreerd is en dat wordt aangevuld tot 1 l, wordt 100 cm³ in een porseleinen schaaltje ingedampt, daarna 2-maal drooggedampt met 10 cm³ geconc. HNO_3 en in een moffel bij 1000° C gedurende 2 uren gegloeid. De gevonden gloeirest wordt omgerekend in procenten op drogen grond en verminderd met 0.56 × het $CaCO_3$-gehalte op drogen grond, alsmede met het SO_3-gehalte van de gebruikte H_2O_2, welk gehalte dus bij het in gebruik nemen van een nieuwe mandflesch H_2O_2 opnieuw moet worden bepaald. Men denke er om, dit gehalte (meestijds 0.4—0.6 %) uit te drukken op drogen grond (per 100 gram luchtdrogen grond wordt 500 cm³ H_2O_2 gebruikt).

Opgegeven worden in procenten op drogen grond: $CaCO_3$, org. stof (humus), gecorr. gloeirest, de gepipeteerde fracties < 35 mu en de gezeefde fracties > 35 mu. De som hiervan moet ± 100 % zijn.

De omrekening op 100 %, waarbij dan tevens de gloeirest verdwijnt, geschiedt aldus, dat de fractie < 16 mu wordt vermeerderd met de gloeirest en het algebraïsch verschil van alle bestanddeelen en 100 %. De gehalten van de fracties > 16 mu blijven dus onveranderd. Als voorbeeld zijn in tabel 16 twee voorbeelden behandeld, waarnaar verwezen mag worden.

TABEL 16.

Grondmonsters No.	Voor of na omrekening	Gehalten in procenten op drogen grond								
		< 2 mu	2-4 mu	4-8 mu	8-16 mu	>16 mu	$CaCO_3$	Humus	Gloeirest	Som
22977	voor	36.4	4.4	5.9	7.7	36.2	1.5	4.7	3.8	100.6
	na	38.5	4.7	6.2	8.2	36.2	1.5	4.7	—	100.0

De fractie < 16 mu moet om op 100 % te komen vermeerderd worden met 3.8—0.6 = 3.2 %. Voor het omrekenen was het gehalte van de fractie < 16 mu 54.4 % en na de omrekening dus 57.6 %. De gehalten van de fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu en 8—16 mu moeten derhalve met $\frac{57.6}{54.4}$ vermenigvuldigd worden.

22981	voor	30.5	3.5	3.8	6.2	45.3	4.7	2.3	1.8	98.1
	na	33.1	3.8	4.1	6.7	45.3	4.7	2.3	—	100.0

De fractie < 16 mu moet om op 100 % te komen vermeerderd worden met 1.8+1.9 = 3.7 %. Voor de omrekening was het gehalte van de fractie < 16 mu 44.0 % en na de omrekening 47.7 %. De gehalten van de fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu, 8—16 mu moeten derhalve met $\frac{47.7}{44.0}$ vermenigvuldigd worden.

Bij dit voorschrift kan worden opgemerkt, dat, indien de grond meer dan omstreeks 12.5 % $CaCO_3$ bevat, na de voorbewerking met H_2O_2 en na toevoeging van HCl de vloeistof meer dan 400 cm³ bedraagt [8]). Indien dit het geval is, moet de uitwassching op den Büchnertrechter zoover worden voortgezet, dat evenveel meer waschvloeistof dan 800 cm³ wordt opgevangen dan de eerstgenoemde vloeistof meer dan 400 cm³ bedraagt. Dit laatste is noodzakelijk om zeker te zijn, dat de grond goed wordt uitgewasschen.

Bevat de grond verder zooveel $CaCO_3$, dat de waschvloeistof meer dan 1 liter bedraagt, dan moet voor de bepaling van de gloeirest deze waschvloeistof tot een grooter volume (bijv. 2 l, 3 l) worden verdund. Ook nu kan volstaan worden met 100 cm³ hiervan in te dampen, enz. Men denke er om, dat in dit geval de omrekeningsfactor, nl. om de gloeiresten in procenten op

[8]) Men zorge ervoor, dat in dat geval tijdens het koken de concentratie van de HCl 0.05 à 0.06 N is door eventueel meer dan 125 cm³ 0.2 N HCl toe te voegen.

drogen grond om te rekenen, verandert *). In de huidige omstandigheden is het soms moeilijk of onmogelijk om zeefgaas met een maaswijdte van 35 mu (door de fabriek met 30 mu aangeduid) te verkrijgen. In dat geval kan men als noodhulp ook gaas met een doorsnede volgens de fabriek van 40 mu (in werkelijkheid meestal 48—50 mu) of desnoods van 50 mu (in werkelijkheid meestal 54—58 mu) gebruiken. De fractie < 35 mu moet dan met de pipetmethode bepaald worden, hetgeen echter niet meer geoorloofd is en waardoor fouten ontstaan. Bovendien is het gehalte van de fractie < 48 à 50 mu en zeker < 54 à 58 mu niet steeds meer op de aangegeven manier te bepalen, alhoewel dit wel meestijds het geval is. Voor zoover dit niet het geval is, blijft de som van alle bestanddeelen belangrijk beneden 100 %. De bezinkingstijd voor deze fractie (<48 à 50 resp. < 54 à 58 mu) is dezelfde als van de fractie < 35 mu.

2. Gronden met meer dan 20 % humus.

De uitvoering van de analyse van gronden met meer dan 20 % humus is, afgezien van de hieronder aan te geven uitzonderingen, precies dezelfde als voor gronden met hoogstens 20 % humus, terwijl alle gemaakte opmerkingen ook voor deze gronden gelden. Zoo wordt ook nu gezeefd tot ± 0.8 l (minimaal 800 cm^3) vloeistof is doorgeloopen, waarna het zeven wordt stopgezet, ongeacht of dan nog de resteerende humus het zeefwater troebel maakt.

De fractie > 35 mu wordt ook op de gewone wijze gedroogd bij 105° C en gewogen, echter daarna (in porseleinen schaaltje) gedurende 2 uren gegloeid bij 1000° C, afgekoeld in een exsiccator boven $CaCl_2$ en gewogen, waarna deze fractie op de gewone wijze door zeven in subfracties wordt onderverdeeld.

Ook de fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu, 8—16 mu, 16—25 mu en 25—35 mu worden eerst op de gewone wijze bij 105° C gedroogd en gewogen. Daarna worden zij bij ± 1000° C gedurende 2 uren gegloeid, afgekoeld in een exsiccator boven $CaCl_2$ en gewogen. Men denke er om, dat de correctie voor de toegevoegde hoeveelheid Na-oxalaat nu slechts·6 mg bedraagt, aangezien Na-oxalaat bij gloeien overgaat in Na_2O. De gehalten van alle bestanddeelen worden nu aangegeven in procenten op drogen grond (dus zoowel voor als na het gloeien), waarna de fracties < 2 mu, 2—4 mu, 4—8 mu, 8—16 mu, 16—25 mu en 25—35 mu worden gecorrigeerd voor het vastgebonden water, waarvoor de gehalten van deze gegloeide fracties worden vermenigvuldigd met resp. 1.103; 1.035; 1.027; 1.017; 1.009. Er komen gronden (ijzerhoudende gronden) voor, waar de fractie 2—25 mu abnormale hoeveelheden vastgebonden water bevat. Helaas zijn deze gronden niet te onderkennen, zoodat hiervoor alleen de normale correctie voor alle gronden kan worden aangebracht. Deze gronden komen echter slechts zeer zelden voor.

SUMMARY.

A method was developped and checked to determine the mechanical composition of the soil from 2000 till 2 μ (later till 1 μ) enclosing the determination of the part dissolved during the preparation of the soilsample with H_2O_2 and HCl. The method used was as follows: After the preparation with H_2O_2 and HCl the soil is washed out and sieved (wet). The coarse part (> 35 μ) is dried and sieved (dry); the suspension containing the particles smaller than 35 μ is boiled with a dispersing agent. In the suspension the subfractions smaller than 35 μ are determined with the aid of the pipettemethod.

A study was made of: the formula of Stokes and other formula (nonspherical particles), the effect of the factors influencing the settling velocity, the dry- and wet-sieving, the dissolved part during the preparation of the soil with H_2O_2 and HCl, the influence of the effect of the yes or no removing of the particles coarser than 35 μ on the result of the pipette-analysis,

*) Zelfs bij een grond met 66 % $CaCO_3$ werden op deze wijze goede resultaten verkregen (som alle bestanddeelen ongeveer 100 %).

the possibility of determining the initial concentration of the soilsuspension with the pipette-method, the most coarse fracion, which can be determined with the pipette-method, the method of getting the best peptisation (dispersing agent, time of boiling of the suspension etc.), the effect of the clay concentration, the effect of settling depth, the reproducibility of the method (also with regard to the clay-concentration and the dispersing agent), the remaining organic matter after the preparation of the soil with H_2O_2 and HCl and the necessity of igniting the fraction $> 35\mu$ before dry-sieving resp. igniting the fractions $< 35\mu$ obtained with the pipette.

A detailed description of the method used ends this publication.