

cb

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A

2

B

45

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

De colorimetrische bepaling van chloride met mercurithiocyanaat.

door:

Mej.W.H.v.d.Berg,

P.A.v.Dijk,

P.A.den Dekker.

A
2
B
45

2515

Slamboek no. 4436

De colorimetrische bepaling van chloride met mercurithiocyanaat.

Inhoud: Inleiding
Principe
Onderzoek: aanpassing voorschrift
 nauwkeurigheid
 stabiliteit
 absorptiespektrum
Samenvatting
Conclusie
Literatuur
Bijlagen (1 t/m 5)
Figuren (1 t/m 8)

maart 1970

W.H. v.d. Berg

P.A. van Dijk

P.A. den Dekker.

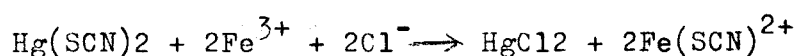
Inleiding:

Voor het routine-grondonderzoek wordt het chloridegehalte titrimetrisch bepaald met mercurinitraat. (bijlage I) Nadelen van deze methode zijn: tijdrovend; ongeschikt voor automatisering; voor een goed resultaat is veel extract (25 ml) nodig en er moet worden gerekend. Daarom is naar een bepalingsmethode gezocht, die wel te versnellen en te automatiseren is. Via het laboratorium voor landbouwscheikunde te Wageningen hebben wij een voorschrift ontvangen van een colorimetrische chloorbepaling, die reeds door de Staatsmijnen wordt gebruikt (bijlage II). Een onderzoek naar toepassing van deze chloorbepaling is op zijn plaats, omdat de automatisering van onze colorimetrische bepalingen in een vergevorderd stadium is gekomen. De resultaten worden, wanneer de ijkcurve recht is, rechtstreeks in de gewenste gehalten uitgeprint.

Bovendien kunnen de colorimetrische bepalingen m.b.v. de Escargot uitgevoerd worden, waarbij alleen het pipetteren nog niet geautomatiseerd is.

Principe:

Chloride reageert met mercurithiocynaat tot ongedissocieerd mercurichloride, waarbij een aan het chloride equivalente hoeveelheid thiocynaat vrijkomt. Door toevoeging van driewaardig ijzer ontstaat het roodgekleurde ferrithiocynaatcomplex. Ethanol verhoogt de intensiteit van de kleur.



Onderzoek:

1. Aanpassing voorschrift:

Allereerst werd de bepaling in enkele monsters geheel volgens het voorschrift van de Staatsmijnen (bijlage II) uitgevoerd, met als resultaat een rechte ijklijn (fig. I^a) en van enkele monsters werd een goede overeenkomst met de titrimetrische methode verkregen (tabel I).

De ijkcurve, die verkregen werd (fig. I^a) volgens het voorschrift van de Staatsmijnen vertoont grote overeenkomst in extinctiehoogte met de ijkcurve, die door de Staatsmijnen zelf gevonden werd (bijlage II). IJkcurve Naaldwijk: 0-0.5 mg Cl/50 ml: E-E₀ = 0.720 Ext. in 1 cm cuvet (fig. I^a).

IJkcurve Staatsmijnen: 0-0.3 mg Cl/50 ml: E-E₀ = 0.940 Ext. in 2 cm cuvet, d.w.z. voor 0-0.5 mg Cl/50 ml in 1 cm cuvet 0.780 Ext. (bijlage II).

In het oorspronkelijke voorschrift wordt een aanzienlijke hoeveelheid (15 ml) ethanol gebruikt, die de kostprijs van de bepaling ongunstig beïnvloedt. Daarom werd de bepaling ook uitgevoerd met alleen het mercurithiocyanaat in alcohol opgelost. Het resultaat was een rechte ijklijn (fig. I^b) en goede overeenkomst van enkele monsters t.o.v. de titrimetrische methode (tabel I).

Lab.nr.	mg Cl/ltr.		
	colorimetrisch		titrimetrisch
	met eth.	zonder eth.	
377	169	156	160
378	238	211	203
379	172	167	158
380	190	192	179

tabel I.

Een poging om geheel zonder ethanol te werken, dus ook de mercurithiocyanaat in water opgelost, gaf als resultaat een slechte ijklijn (fig. I^c) met lage extincties. Hieruit blijkt duidelijk, dat een toevoeging van ethanol noodzakelijk is.

Vervolgens is uit praktisch oogpunt (onze automatisering) overgegaan naar een kleiner volume n.l. 12.5 ml, met de reagentia in dezelfde verhouding als bij het oorspronkelijk voorschrift (bijlage II). Er werd 4 ml ethanol toegevoegd i.p.v. 3.75 ml. Het resultaat was een rechte ijklijn (fig. II), waarbij tevens bleek, dat de gevoeligheid t.o.v. de ijkcurve verkregen bij het oorspronkelijk voorschrift was toegenomen (fig. II).

Vervolgens werd getracht de alcoholtoevoegingen terug te brengen tot resp. 0-1-2 ml, waarbij ijkcurven gevonden werden, die in het laagste gedeelte van de lijn afwijkingen vertoonden t.o.v. de rechte (fig. III). De invloed van de ethanoltoevoegingen blijkt uit deze proef duidelijk. Om nu de bepaling in het routinewerk zo eenvoudig en zo snel mogelijk uit te voeren is het belangrijk, dat er weinig toevoegingen zijn. Van de drie toevoegingen: gedom. water; ethanol en ferrinitraat werd met goed resultaat één mengoplossing gemaakt, zodat er naast het pipetteren nog tweemaal gedoseerd moet worden.

Een standaardcurve, die op deze manier werd verkregen is opgenomen in fig. IV.

Van een mengoplossing gemaakt op 21 januari werd 25 januari en 2 februari een standaardcurve bereid om een indruk te krijgen van de houdbaarheid van het mengreagens. Zoals blijkt uit fig. V zijn de beide curven ongeveer gelijk.

De standaardlijn is aangepast aan het grondonderzoek en staat in mg NaCl/100 gr luchtdr.grond; zodat de resultaten direct in de gewenste concentraties worden uitgedrukt.

Een werkvoorschrift werd nu opgesteld en in dit verslag opgenomen als bijlage III.

2. Nauwkeurigheid van de bepaling.

Met de titrimetrische bepaling is bij routineonderzoek een nauwkeurigheid te bereiken van ± 0.05 ml $\times 12 = 0.60$ mg NaCl/100 gr grond. Bij deze colorimetrische bepaling is met de vitraton een afleesnauwkeurigheid te bereiken van ± 0.005 ext., hetgeen overeenkomt met een nauwkeurigheid in gehalte van 1.4 mg NaCl/100 gr grond.

De nauwkeurigheid van de colorimetrische bepaling is kleiner dan van de titrimetrische bepaling, doch voldoende nauwkeurig (fig. VI). Tevens werd van een verzameling van 81 monsters de standaardafwijking berekend (deze 81 monsters zijn opgenomen in bijlage IV).

Resultaat: titrimetrisch : $S^2 = 30.216$ $S = 5.5$

colorimetrisch: $S^2 = 25.815$ $S = 5.1$

Uit bovenstaande cijfers kan geconcludeerd worden, dat de dupliceerbaarheid van de beide bepalingen ongeveer gelijk ligt.

Het verband tussen de twee bepalingmethoden werd gevonden als (fig. VII):

$$Y = 0.906x - 1.6$$

$r = 0.995$ waarbij Y = colorimetrische methode
en x = titrimetrische methode

De waarden gevonden bij de colorimetrische bepaling blijken iets lager te liggen dan bij de titrimetrische bepalingmethode.

3. Stabiliteit van de kleur.

De kleur van de oplossing is vrij lang stabiel. Reeds tijdens het onderzoek bleek een stabiliteit van enkele uren.

Na een nacht overstaan werden de cijfers in tabel II verkregen en was na de twee staantijden de ijkcurve recht.

mg NaCl/100 gr grond	golflengte 460 nm	
	na 19 uur	na 24 uur
25	0.280	0.282
100	0.608	0.621
200	1.081	1.098

tabel II.

4. Absorptiespektrum.

Absorptiemetingen zijn verricht met de standaarden 50; 100 en 200 mg NaCl/100 gr. luchtdr.grond (fig. VIII en tabel III). Het golflengtegebied, waarin de metingen zijn verricht ligt tussen 400 en 530 nm, waarbij stappen zijn genomen van 5 nm, hetgeen nog nauwkeurig ingesteld kan worden. Bij de golflengte van 465 nm is de absorptie maximaal, terwijl lab. Staatsmijnen 460 nm als absorptie-maximum aangeeft en bij welke golflengte wij ook meten.

golflengten (nm)	Extinctie x 1000			Extinctie herleid		
	mg NaCl/100 gr.l dr.grond			tot extinctie		
	50	100	200	50 mg NaCl/100 gr.grond		
400	81	170	332	81	85	83
405	96	198	382	96	99	96
410	108	226	432	108	113	108
415	126	257	493	126	128	124
420	138	283	542	138	142	136
425	154	313	598	154	156	150
430	166	337	645	166	168	161
435	179	363	694	179	182	174
440	189	383	732	189	192	183
445	201	405	773	201	202	193
450	207	419	802	207	210	200
455	213	432	820	213	216	205
460	217	438	835	217	219	209
465	218	443	842	218	222	210
470	218	442	840	218	221	210
475	215	437	830	215	218	208
480	212	428	815	212	214	204
485	206	414	790	206	207	198
490	198	402	765	198	201	191
495	188	382	730	188	191	182
500	180	366	696	180	183	174
505	168	343	658	168	172	164
510	158	323	618	158	162	154
515	146	300	572	146	150	143
520	137	278	532	137	139	133
525	126	257	490	126	128	122
530	114	234	447	114	117	112
535	103	213	408	103	106	102
540	94	193	372	94	96	93
545	84	174	333	84	87	83
				75	78	76

Samenvatting:

Uitgaande van het voorschrift van Staatsmijnen werd een goed bruikbaar voorschrift opgesteld voor het routinelaboratorium, waarbij als enig bezwaarlijk feit moet worden opgemerkt, dat vrij veel niet gedestilleerde ethanol gebruikt wordt.

Conclusie:

De colorimetrische chloorbepaling m.b.v. de vitratrom blijkt veel sneller en even nauwkeurig te zijn dan de titrimetrische methode en kan dan ook zonder bezwaar de titrimetrische bepaling vervangen.

Literatuur:

1. Voorschriften van het Centraal Laboratorium Staatsmijnen.
2. NEN 3104. Cl⁻.4

maart 1970

W.H. v.d. Berg.

CHLOORBEPALING.Apparatuur:

potten, 175 ml.

trechters, plastic, ϕ 15 cm.

potjes, 100 ml.

buret, bruin, 25 ml in 0.01 ml.

Kipfer, 1ml.

filtreerpapier en schudmachine, zie onder de STIKSTOFBEPALING.

Reagentia:

salpeterzuur, HNO_3 ; chem.z.; 60 %.

mercurinitraat, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$; p.a. 0.0100 n:

10,82 g rood kwikoxyde HgO oplossen in een mengsel van 13 ml HNO_3 60 % en ca. 70 ml gedemineraliseerd water. Verdun deze oplossing met gedemineraliseerd water tot 10 l. De pH is 2.2. Stel deze oplossing door ca. 300 mg NaCl p.a. (gedurende 1 uur bij 300°C gedroogd) op te lossen en aan te vullen tot 1.0 l met gedemineraliseerd water. Van deze oplossing 25.0 ml afpipetteren.

natriumchloride, NaCl ; p.a.

salpeterzuur, HNO_3 ; chem.z.; 0.2 n:

25 ml 60 % HNO_3 aanvullen tot 1.5 liter.

mengindicator, voorraadoplossing:

5.0 g diphenylcarbazon; gekr.; chem.z.; oplossen in 500 ml gedenatureerde alcohol 95 %. Deze indicator lost zeer langzaam op. (wegzetten op een warme plaats!).

0.25 g broomphenolblauw; gekr.; chem.z.; oplossen in 500 ml gedenatureerde alcohol 95 %. Deze indicator lost langzaam op (wegzetten op een warme plaats!).

Beide indicatoroplossingen, na oplossen, samen voegen.

mengindicator, gebruikoplossing:

gelijke volumina van: mengindicator (voorraadoplossing),

HNO_3 0.2 n, en gedemineraliseerd water mengen. Het mengsel na uitvlokken affiltreren.

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen grond en gedemineraliseerd water in een 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 een nacht over laten staan of gedurende 15 minuten krachtig mechanisch schudden. Hierna affiltreren over Schut V.F. 215. Van het filtraat, opgevangen in een pot van 175 ml wordt 25.0 ml afgepipetteerd in een potje van 100 ml. Nu toevoegen, 1 ml mengindicator (gebruiksooplossing) en eventueel juist zoveel druppels 0.2 n. HNO_3 tot geel (pH 3.6). Titreren met kwiknitraat tot lichtviolet. Buret aflezen in 0.05 ml. Bij elke serie bepalingen van 25 monsters wordt een blanco (25 ml gedemineraliseerd water) meegenomen.

Berekening van de uitkomsten:

$$\text{getitreerde ml Hg(NO}_3)_2 - \text{blanco} \times \frac{0.01 \times 58.4 \times 100}{5} = \text{mg NaCl in}$$

100 g luchtdroge grond.

Staatsmijnen.

Centraal Laboratorium, 14 december 1965.

FOTOMETRISCHE BEPALING VAN CHLORIDE.

1. Doel en toepasbaarheid.

Bepaling van ten hoogste 0,5 mg chloride.

Storingen treden op bij de aanwezigheid van bromide, jodide en thiocynaat. Hoeveelheden < 50 mg sulfaat, < 30 mg peroxide, < 2 mg fosfaat, $< 0,3$ mg nitriet storen de bepaling niet. Voor storingen van cyanide zie opmerking nr. 10-1-

2. Beginsel.

Chloride reageert met mercuri-thiocynaat tot ongedissocieerd mercurichloride, waarbij een aan het chloride equivalente hoeveelheid thiocynaat vrijkomt. Door toevoeging van ijzer (III) ontstaat het roodgekleurde ijzer (III)-thiocynaat-komplex; de extinctie van deze gekleurde oplossing wordt gemeten bij een golflengte van 460 mm en is een maat voor de hoeveelheid chloride.

3. Reagentia en hulpstoffen.

Mercuri-thiocynaatoplossing: verzadig ethanol bij kamertemperatuur met mercuri-thiocynaat en filtreer. Bewaar de heldere verzadigde oplossing in een bruine fles. Gebruik bij verzadigen bijv. magnetische roerder.

Ferri-nitraatoplossing, los 50 gram $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ op in water, voeg 215 ml p.a. salpeterzuur 1,40 toe en vul aan tot 500 ml.

Ethanol, niet gedenatureerd, chloride-vrij 96 %.

4. Analysemateriaal.

Ga uit van een hoeveelheid monster, die niet meer dan 0,5 mg chloride (Cl^-) bevat in een volume van max. 20 ml.

5. Toestel.

Spectrofotometer Beckman DU of Unicam Sp. 600.

6. Uitvoering.

Pipetteer een geschikte hoeveelheid monster in een maatkolf van 50 ml. Voeg toe 15 ml ethanol, 8,0 ml ferri-nitraatoplossing, 6,0 ml mercurithiocyanaatoplossing, vul aan en meng, Bepaal na 15 minuten de optische dichtheid (E) bij een golflengte van $640 \times$ nm en een laagdikte van 1 of 2 cm. Voer tevens een blanco-bepaling (E_0) uit.

7. Berekening.

Bereken het verschil tussen optische dichtheid van de bepaling en de blanco ($E - E_0$) en zoek in een ijkgrafiek de hiermee overeenkomende hoeveelheid chloride op.

8. Opstellen van de ijkgrafiek.

Los 824,2 mg natriumchloride, gedroogd 1 uur 300°C , op in een maatkolf van 1 liter, vul aan en meng (oplossing I). Pipetteer 100 ml van oplossing I in een maatkolf van 1 liter, vul aan en meng (= oplossing A. 1 ml 0,050 mg chloride).

Pipetteer 40 ml van oplossing I in een maatkolf van 1 liter, vul aan en meng (oplossing B, 1 ml 0,020 mg chloride).

a. Handel voor een ijkgrafiek, geldend voor een laagdikte van 1 cm, als volgt:

Breng in maatkolven van 50 ml respectievelijk 0 (= blanco) - 2.00 - 4.00 - 6.00 - 8.00 - 10.00 ml van oplossing A. Verdun tot 20 ml en handel verder als beschreven onder 6. Bepaal de extinctie (E) bij een laagdikte van 1 cm.

b. Handel voor een ijkgrafiek, geldend voor een laagdikte van 2 cm, als volgt:

Breng in maatkolven van 50 ml respectievelijk 0 (= blanco) - 2.00 - 4.00 - 6.00 - 8.00 - 10.00 ml van oplossing B. Verdun tot 20 ml en handel verder als beschreven onder 6. Bepaal de extinctie (E) bij een laagdikte van 2 cm.

9. Literatuur.

J.S. Swain, Chemistry and Industry (1956) 418.

D.M. Zall, D. Fischer and M.Q. Garner, Anal. Chem. vol. 28
(1956) 1665.

10. Opmerkingen.

1 hoeveelheden cyanide $>0,003$ mg storen de bepaling; hoeveelheden cyanide tot 2,5 mg kunnen worden verwijderd door uitkoken met 5 ml 4 n salpeterzuur in een volume van \pm 80 ml. Na 10 min koken wordt afgekoeld, overgespoeld in een maatkolf van 100 ml en aangevuld. In max. 20 ml van deze verdunning wordt chloride bepaald, zoals beschreven onder 6.

Colorimetrische Chloorbepaling.Apparatuur:

potjes; 175 ml en 30 ml.
trechters, polyaethyleen, ϕ 15 cm.
filtreerpapier, G. Schut en Zonen, VF 215, ϕ 24 cm.
colorimeter.
schudmachine, slaglengte 5.8 cm en 160 t.p.m. voorzien van een
 uurwerkschakelaar.
doseerapparaat, zelfbouw grondlab, waarmee reagens automatisch
 gedoseerd wordt.

Reagentia:

Ethanol, niet gedenatureerd; chloridevrij; 96 %.
Salpeterzuur, HNO_3 ; 65 %; p.a.
Mercurithiocyanaatoplossing, $\text{Hg}(\text{SCN})_2$; p.a.
 Verzadig met behulp van een magnetische roerder ethanol bij
 kamertemperatuur met mercurithiocyanaat.
 Daarna filtreren. (heldere oplossing in bruine fles bewaren).
Ferrinitraatoplossing, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$; p.a.
 100 g ferrinitraat oplossen in gedem.water, 430 ml HNO_3 65 %
 toevoegen en aanvullen tot 1 liter.

Mengoplossing:

Meng $2\frac{1}{4}$ deel gedem.water met 2 delen ethanol en 1 deel ferri-
 nitraatoplossing.

Hoofdstandaardoplossing, 500 mg NaCl /100 gr. luchtdr. grond.

1000 mg NaCl, gedroogd gedurende 3 uur bij 105°C , oplossen en
 aanvullen tot 1.0 liter met gedem.water.

De oplossing bewaren in een polyaethyleen fles.

Standaardoplossingen:

0 mg NaCl /100 gr. ldr. gr.; 0.0 ml van de hoofdstandaard-
 oplossing afpipetteren en
 aanvullen met gedem.water
 tot 100.0 ml. Bewaren in
 een polyaethyleen fles.

25 mg NaCl / 100 gr. ldr. gr.;	5.0 ml	idem
50 mg NaCl / 100 gr. ldr. gr.;	10.0 ml	idem
100 mg NaCl / 100 gr. ldr. gr.;	20.0 ml	idem
150 mg NaCl / 100 gr. ldr. gr.;	30.0 ml	idem
200 mg NaCl / 100 gr. ldr. gr.;	40.0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen grond en gedemineraliseerd water in de verhouding van 1 gram : 5 ml, (beide hoeveelheden op 1 % nauwkeurig) brengen in een pot van 175 ml. Het mengsel goed omzwenken en gedurende 15 minuten krachtig mechanisch schudden. Hierna filtreren over Schut VF 215 (ook alle grond op het filter brengen). Van het filtraat, opgevangen in een pot van 175 ml en van de standaardoplossingen 0.5 ml pipetteren met een half automatische pipet. Zie voor het gebruik en onderzoek van half automatische pipetten het voorschrift: Pipetten.

Van de standaardoplossingen, beginnende met de laagste concentratie, drie maal pipetteren. De eerste hoeveelheid wegwerpen; de andere hoeveelheden dienen voor het samenstellen van twee standaardreeksen. Aan de filtraten en standaarden toevoegen: (zie opmerking) 10.5 ml mengoplossing en 1.5 ml mercurithiocynaatoplossing. De flesjes afsluiten en mengen door ze over de kop te schudden. Zie voor het gebruik en onderhoud van de automatische doseeropstelling het voorschrift: Pipetten.

Bovendien blijkt het noodzakelijk na het vullen van de doseerflessen de gehele inhoud versneld uit de klep te laten lopen, opvangen en daarna de fles er weer mee te vullen. Doseerfles, slangen en klep zijn nu met een homogene vloeistof gevuld. Na 15 minuten de kleurintensiteit bepalen met de colorimeter.

Metingen t.o.v. standaard 0 mg NaCl /100 gr. ldr. gr., in een cuvet van ca. 10 mm ϕ , bij 460 nm.

Opmerking:

Zowel bij het doseren (pipetteren) van de beide oplossingen als bij het meten van de kleurintensiteit beginnen met de eerste standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte de tweede standaardreeks in bewerking nemen.

Berekening van de uitkomsten:

De via de standaardcurve verkregen resultaten staan direct in mg NaCl /100 gr. ldr. grond.

Dupliceerbaarheid van beide methoden.

Reproduceerbaarheid t.o.v. elkaar.

Lab.nr.	mg NaCl/100 gr.ldr. grond						Lab.nr.	mg NaCl/100 gr.ldr. grond					
	titrimetrisch			colorimetrisch				titrimetrisch			colorimetrisch		
	Bl	R	gem.	Bl	R	gem.		Bl	R	gem.	Bl	R	gem.
19676	283	284	284	261	278	270	19857	101	95	98	89	94	92
19677	-	190	190	184	194	189	19858	137	121	129	118	111	114
19678	176	162	169	159	166	162	19859	195	167	181	153	166	160
19679	59	56	58	54	53	54	19860	154	123	138	144	149	146
19680	139	138	138	132	146	139	19861	120	129	124	107	135	121
19681	85	83	84	75	79	77	19862	98	103	100	96	99	98
19682	61	60	60	54	56	55	19863	118	123	120	113	124	118
19683	121	106	114	118	107	112	19864	100	95	98	92	93	92
19684	43	38	40	36	34	35	19865	29	31	30	25	26	26
19685	34	33	34	27	30	28	19866	98	107	102	91	95	93
19686	38	41	40	30	37	34	19867	138	133	136	128	130	129
19687	45	47	46	38	44	41	19868	137	147	142	123	129	128
19688	58	53	56	48	69	58	19869	36	35	36	31	34	32
19689	68	64	66	58	56	57	19870	61	55	58	58	51	54
19690	38	37	38	35	35	35	19871	55	47	51	48	44	46
19691	62	60	61	55	59	57	19872	32	29	30	29	28	28
19692	67	62	64	62	65	64	19873	46	50	48	40	45	42
19693	28	28	28	23	26	24	19874	20	37	20	27	33	30
19694	63	59	61	59	67	63	19875	27	25	26	22	24	23
19695	58	55	56	51	54	52	30260	43	38	40	40	36	38
19696	51	56	54	49	53	51	30261	7	4	6	2	1	2
19697	104	71	71	69	73	71	30262	31	29	30	27	30	28
19698	84	80	82	77	82	80	30263	31	28	30	24	25	24
19699	52	49	50	45	48	46	30264	14	14	14	12	8	10
19700	34	31	32	25	28	26	30265	81	75	78	77	69	73
19851	49	49	49	44	46	45	30266	35	32	34	29	32	30
19852	38	37	38	32	34	33	30267	37	33	35	32	32	32
19853	46	47	46	43	43	43	30268	17	16	16	15	16	16
19854	152	158	155	137	151	144	30269	71	74	72	72	67	70
19855	130	131	130	117	125	121	30270	76	70	73	-	70	70
19856	119	117	118	108	118	113	30271	28	27	28	49	25	25

Bijlage IV.

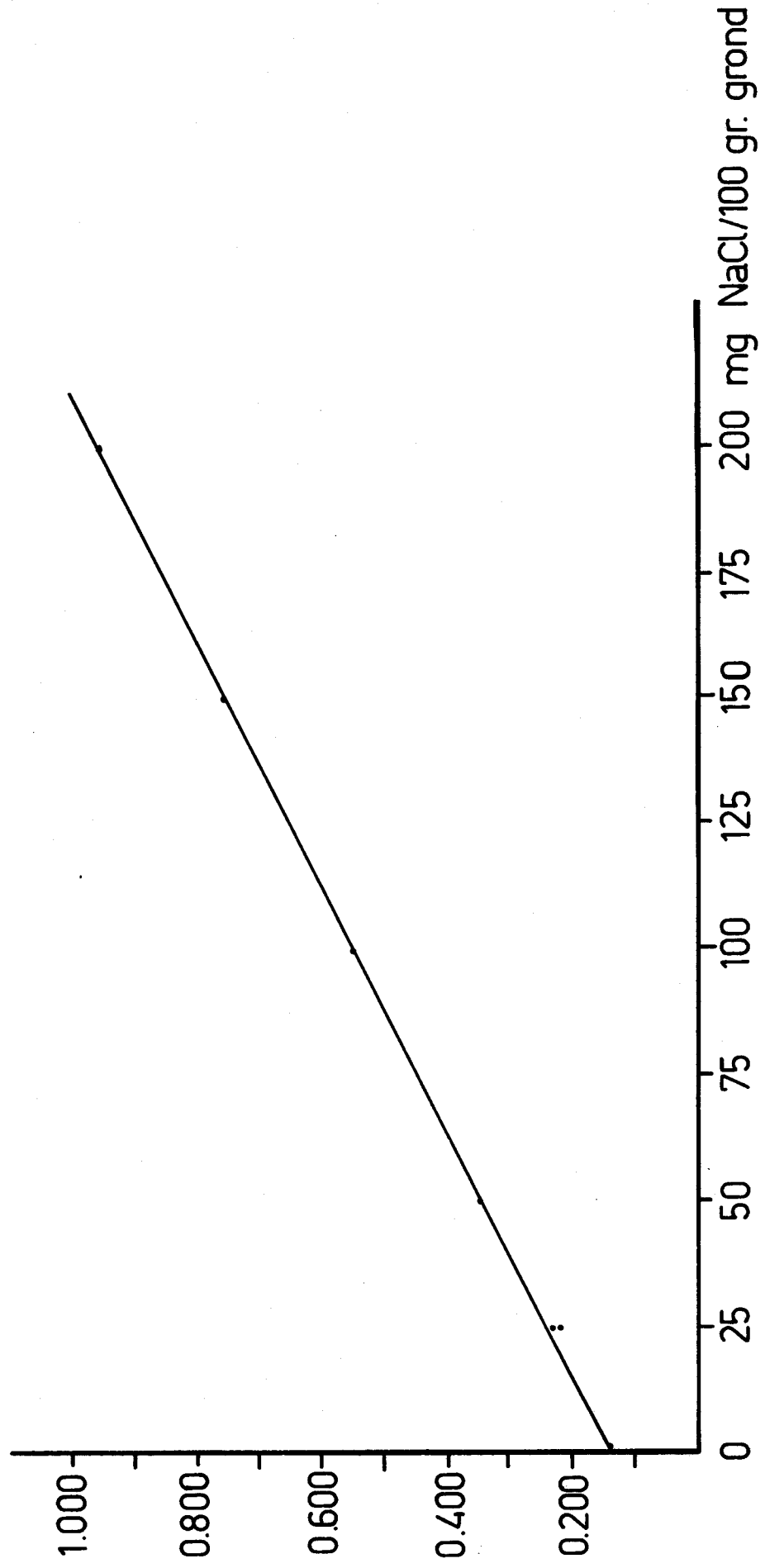
Lab.nr.	mg NaCl/100 gr.ldr. grond					
	titrimetrisch			colorimetrisch		
	Bl	R	gem.	Bl	R	gem.
30272	25	25	25	22	11	22
30273	38	35	36	32	30	31
30274	32	30	31	27	28	28
30275	27	26	26	24	23	24
20201	26	28	27	23	25	24
20202	47	49	48	43	46	44
20203	52	49	50	44	48	46
20204	83	79	81	75	77	76
20205	70	71	70	69	68	68
20206	40	40	40	36	37	36
20207	105	110	108	107	104	106
20208	84	85	84	78	80	79
20209	70	73	72	69	68	68
20210	117	121	119	117	114	116
20211	137	143	140	143	138	140
20212	95	97	96	97	92	94
20213	84	80	82	76	77	76
20214	29	29	29	25	26	26
20215	29	29	29	27	26	26

Omdat het gebruik van zuivere ethanol een groot bezwaar is in verband met het verkrijgen van accijnsvrije ethanol werd een onderzoek gedaan naar het gebruik van vermengde ethanol.

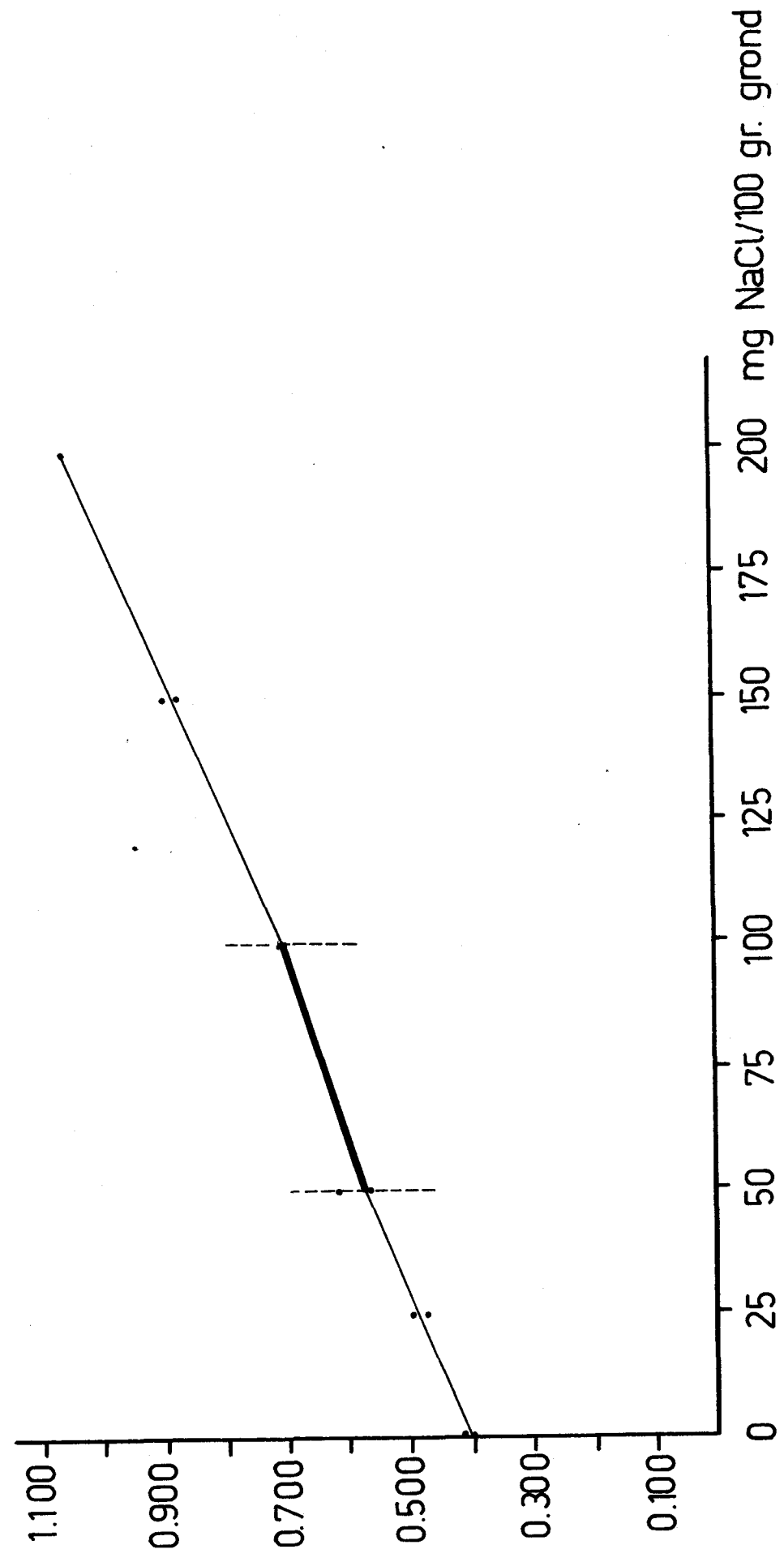
Standaardlijnen werden gemeten met normaal gedenatureerde ethanol en zuivere ethanol vermengd met 5 % aceton.

Beide methoden gaven bij herhaling geen rechte standaardlijn.

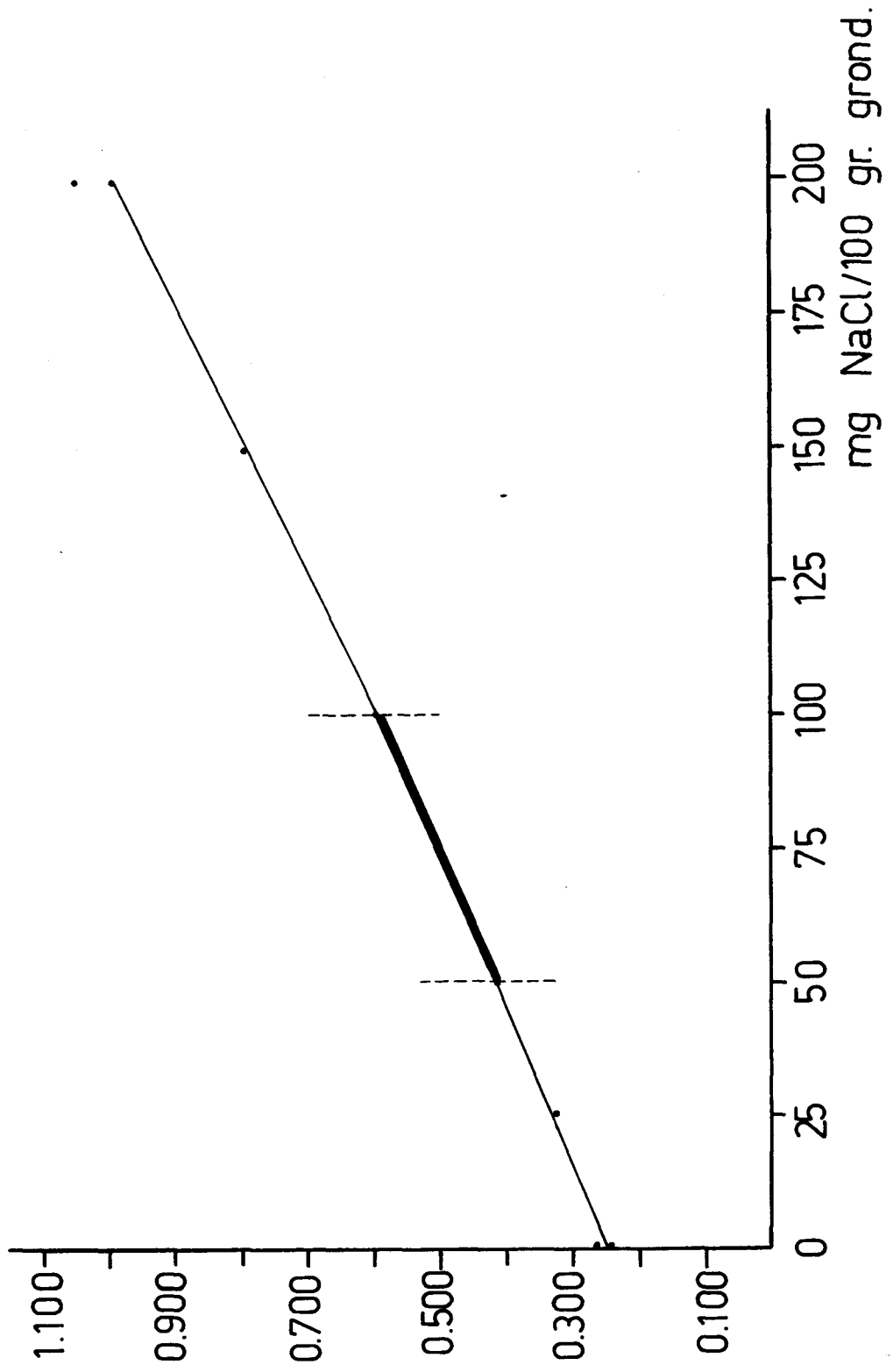
Bijlage 5 NIET GEDEN. ETHANOL



Bijlage 5. GED. ETHANOL



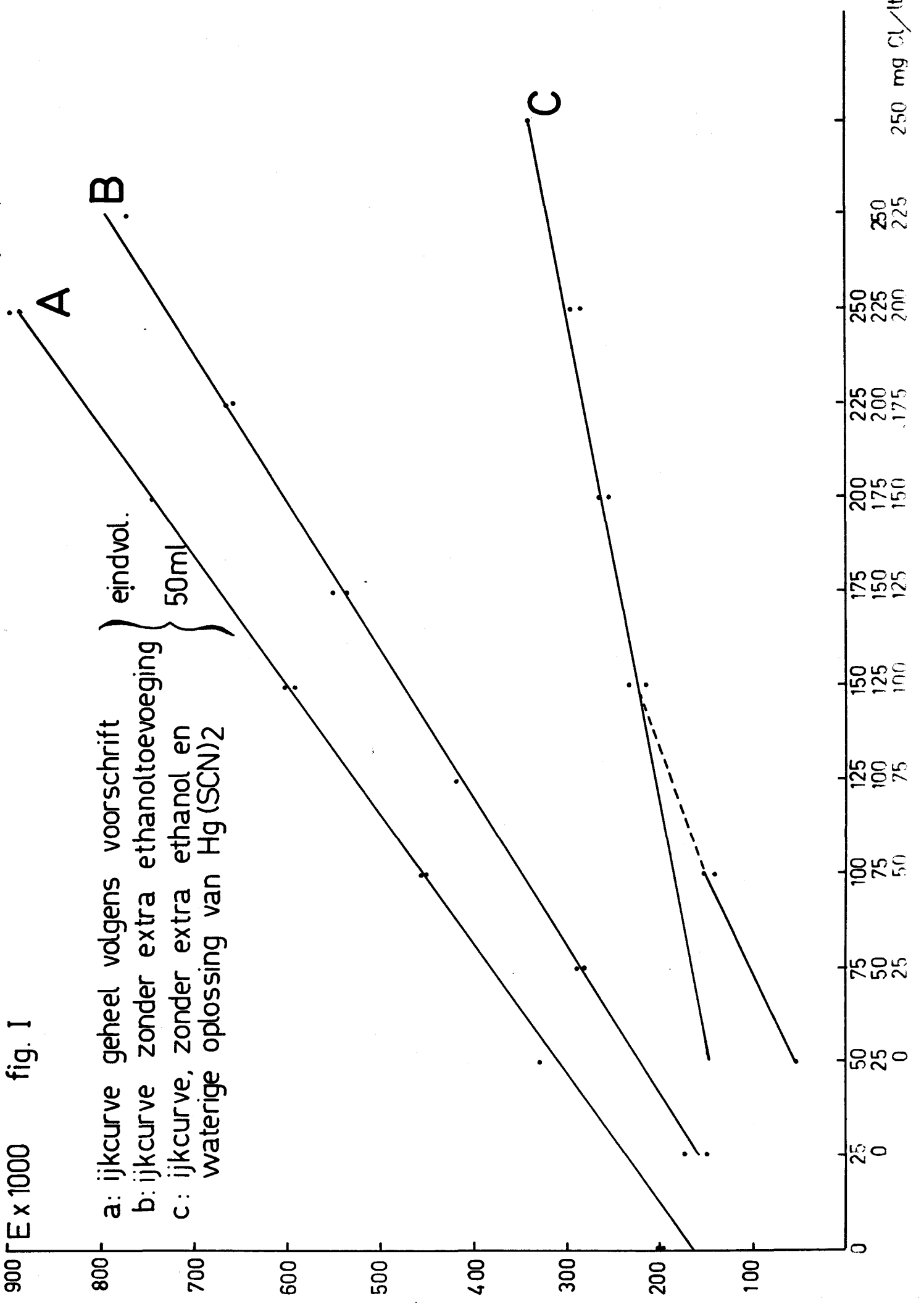
Bijlage 5. NIET GED. ETHANOL + 5% ACETON.



900 E x 1000 fig. I

- a: ijkcurve geheel volgens voorschrift
- b: ijkcurve zonder extra ethanoltoevoeging
- c: ijkcurve, zonder extra ethanol en waterige oplossing van Hg(SCN)2

eindvol.
50ml



VERSCHIL GEVOELIGHEID

fig II

A: oorspronkelijk voorschrift E - E_o = 0.695 Ext.

B: klein volume (12,5 ml. totaal) E - E_o = 0.843 Ext.

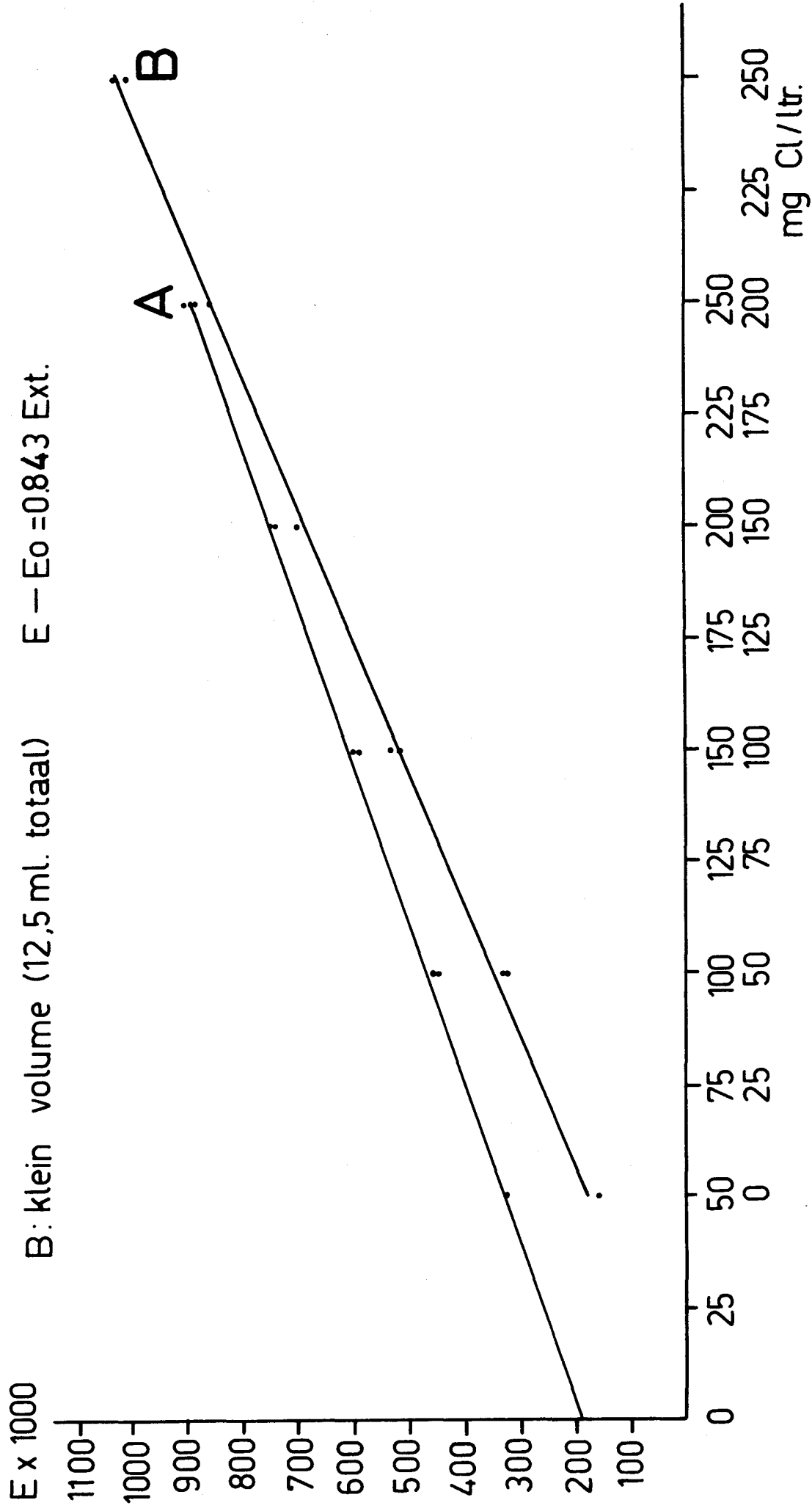


fig. III GEWIJZIGDE ETHANOLTOEVOEGINGEN

A: toevoeging van 2 ml. ethanol

B: " " 1 ml. "

C: " " 0 ml. "

Ex 1000

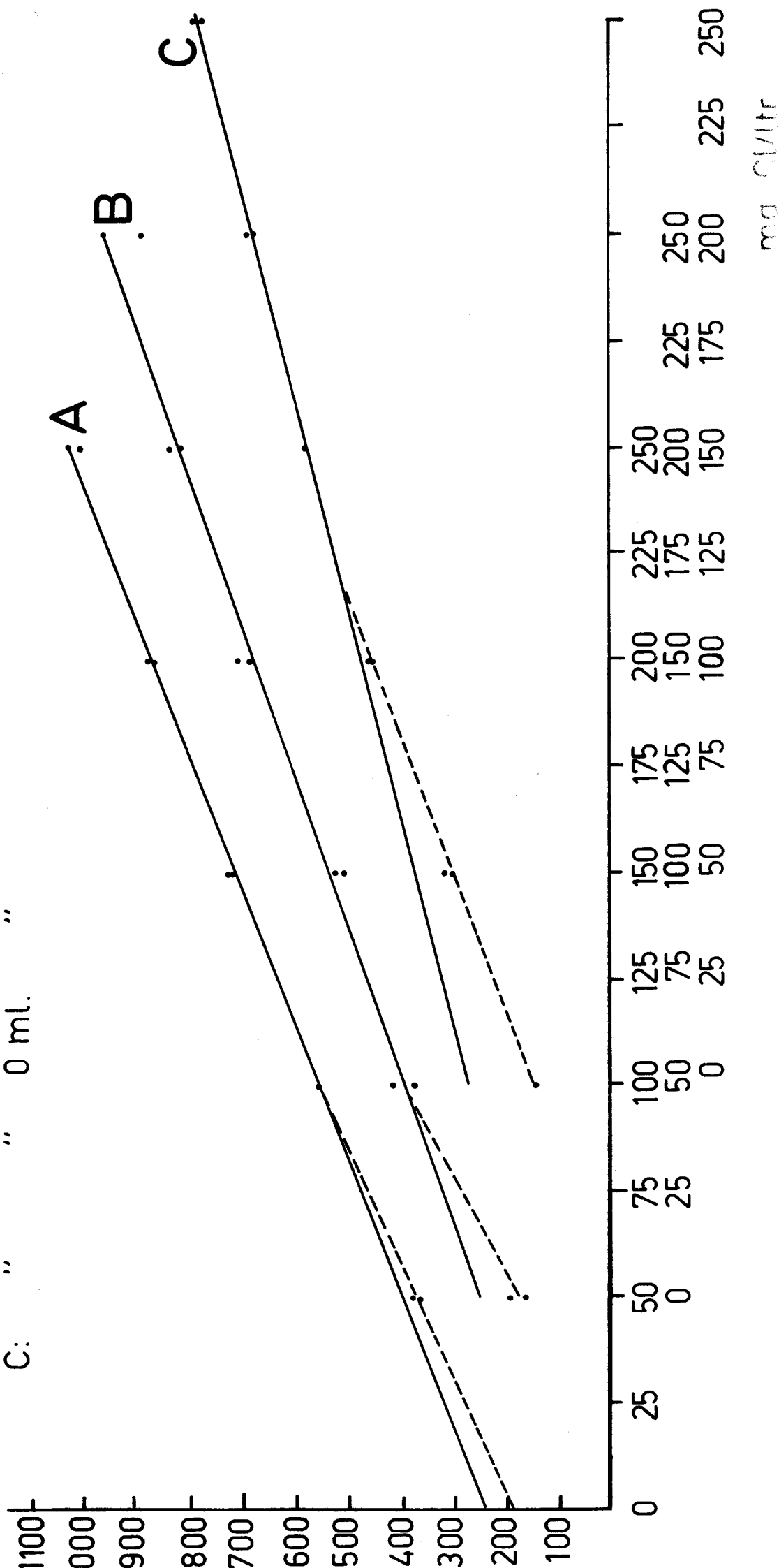
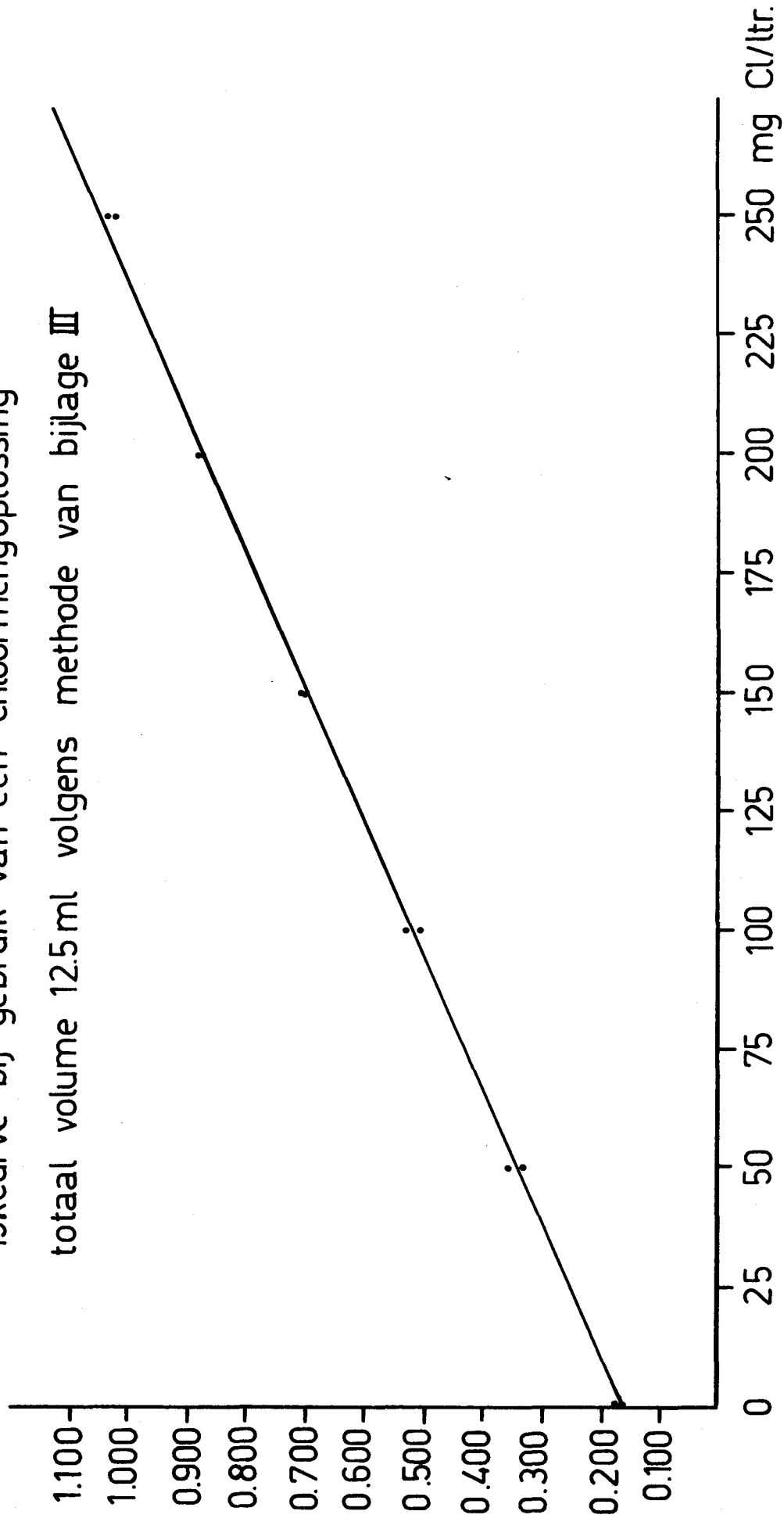


fig IV

IJkcurve bij gebruik van een chloormengoplossing
totaal volume 12.5 ml volgens methode van bijlage III

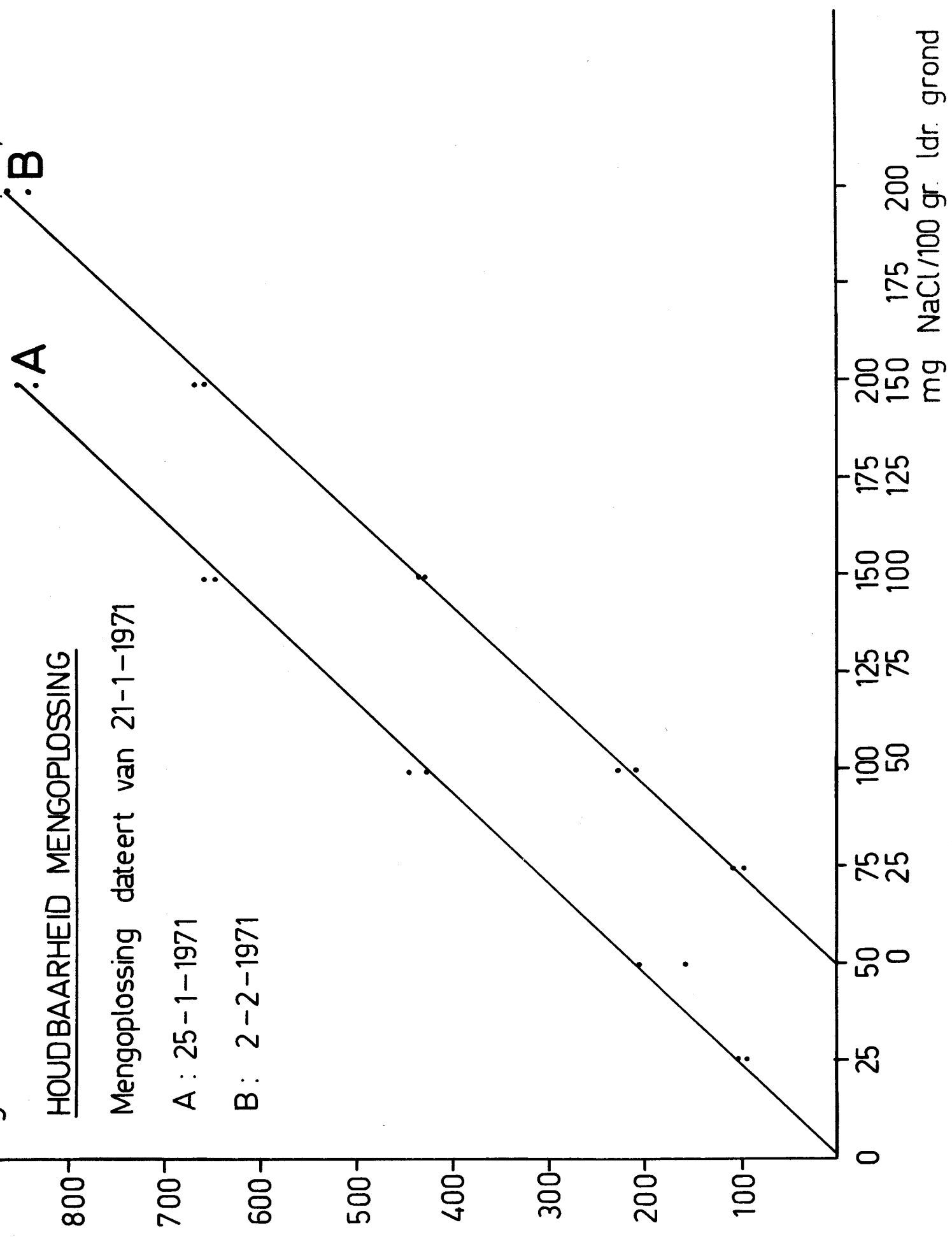


HOUDBAARHEID MENGOPLOSSING

Mengoplossing dateert van 21-1-1971

A : 25-1-1971

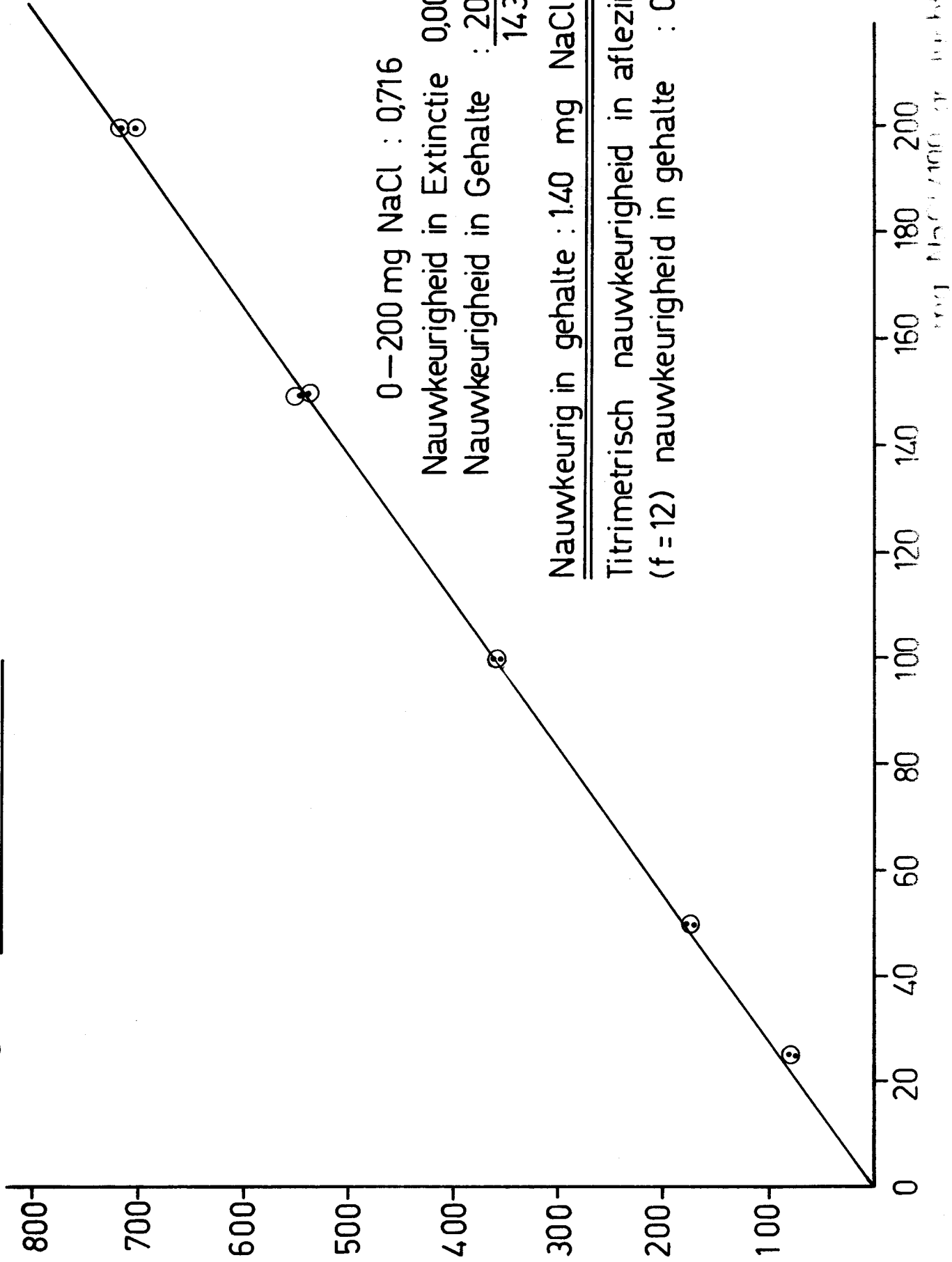
B : 2-2-1971



NAUWKEURIGHEID

fig VI

E x 1000



0—200 mg NaCl : 0,716

Nauwkeurigheid in Extinctie 0,005

Nauwkeurigheid in Gehalte : $\frac{200}{143,2} = 1,40$

Nauwkeurig in gehalte : 1.40 mg NaCl

Titrimetrisch nauwkeurigheid in aflezing : 0,05 ml

(f = 12) nauwkeurigheid in gehalte : 0,6 mg NaCl

fig VII VERBAND TUSSEN DE TITRIMETRISCH EN DE
COLORIMETRISCHE BEPALINGSMETHODE

y
mg NaCl/100 gr. ldr. gr.

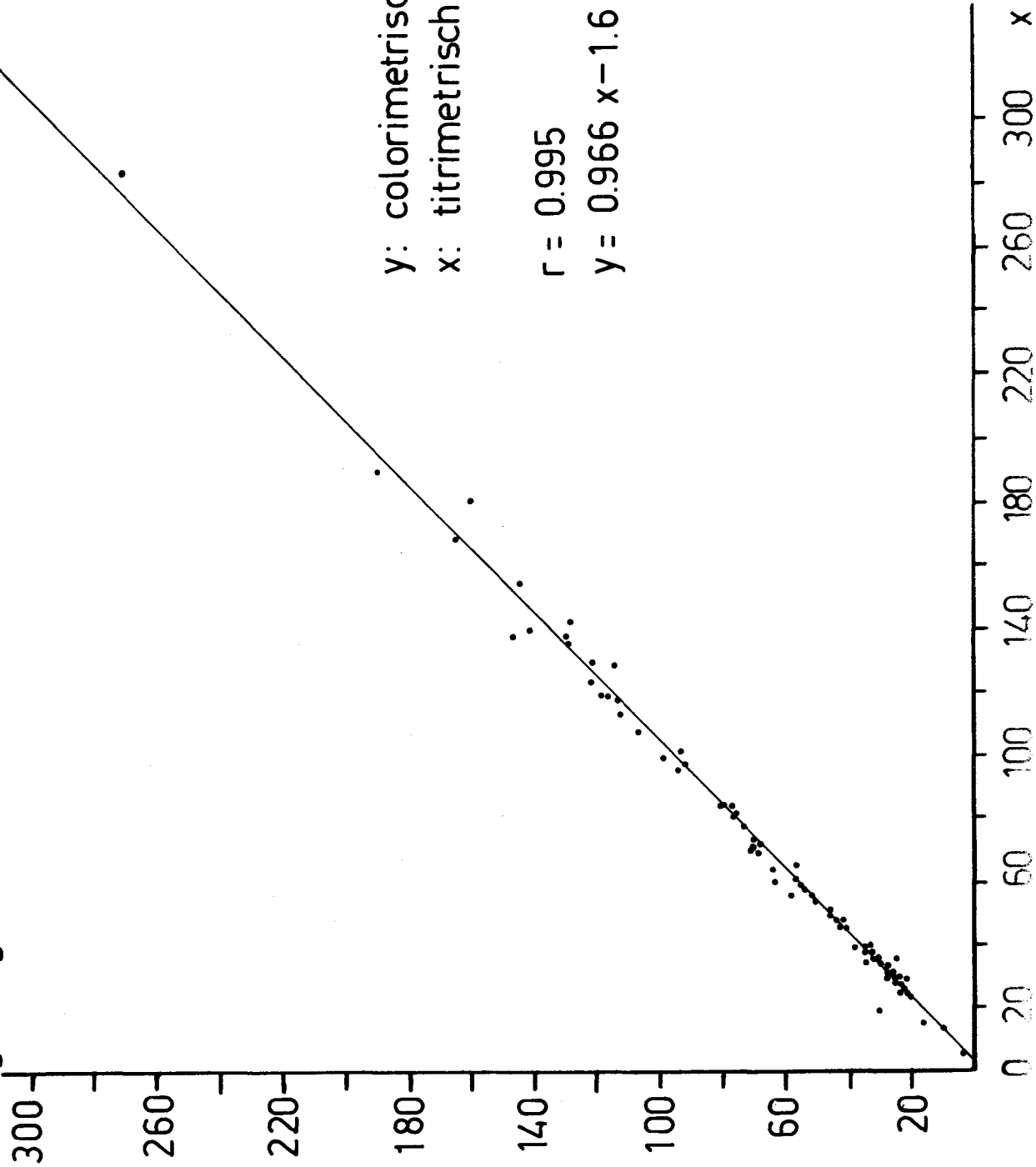


fig. VIII : ABSORPTIESPEKTRUM

A: 200 mg NaCl/100 gr. gr.
B: 100 " "
C: 50 " "

