

En Metode til Bestemmelse af Ammoniak i Staldgødning og Ajle.

Udarbejdet af Assistent R. K. Kristensen, Askov.

29. Beretning fra Statens Forsøgsvirksomhed i Plantekultur.

Ved en Række Forsøg paa Forsøgsstationen ved Askov 1904—1906 over Opbevaringen af Ajle og Staldgødning er de dermed forbundne kemiske Undersøgelser for største Delen udførte af Assistent ved Stationen, Landbrugskand. *R. K. Kristensen*, og under dette Arbejde har han ved personlig Iagttagelse udformet den Methode for Ammoniakbestemmelse, som der gøres Rede for i nærværende Beretning.

Bestyrerne ved Statens Forsøgsvirksomhed i Plantekultur.

Ved de paa Askov Forsøgsstation i 1904—05 udførte Undersøgelser af Ajle og Staldgødning, — der for Ajleundersøgernes Vedkommende er offentliggjorte i 15. Beretning fra Statens Forsøgsvirksomhed i Plantekultur, Tidsskrift for Landbrugets Planteavl, 13. Bind, Side 235—50, — blev forefaldende Ammoniakbestemmelser udførte ved Destillation med Magnesia (se bl. a. »Kvantitativ og Agrikulturkemisk Analyse« af *Odin T. Christensen* og *C. F. A. Tuxen*). Denne Metode giver ofte mindre god Overensstemmelse mellem Fællesanalyser, og Analyse-resultaterne tør ikke betragtes som helt paalidelige. Som bekendt kan Urinstof ved Kogning omdannes til Ammoniak, og

man vil derfor kunne finde mere af den sidstnævnte Forbindelse, end der oprindeligt var til Stede i Materialet. Selv om man gaar ud fra, at Fejlen ikke er stor og i alle Tilfælde mindre, end hvis man til Frigørelse af Ammoniakken benyttede en stærk Base som Natron, er det dog mindre tilfredsstillende, at man ikke absolut kan stole paa den anvendte Metode, da paalidelige Ammoniakbestemmelser kan give værdifulde Oplysninger ved visse Undersøgelser. En i agrikulturkemiske Laboratorier meget benyttet Haandbog, *Königs* »Die Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe«, tilraader at benytte *Schloesings* Metode til Bestemmelse af Ammoniak i Stoffer, hvis Kvælstof delvis kan overføres til Ammoniak ved Destillation med Magnesia. Efter denne Metode blandes Stoffet med Kalkmælk og hensættes i 48 Timer under en Glasklokke sammen med et Glas med titreret Syre. Det kunde imidlertid synes tvivlsomt, om man paa denne Maade kan faa al Ammoniakken over i Syren, og det vilde i visse Tilfælde være ubehageligt at skulle vente to Døgn, før Resultatet forelaa. Der kunde tillige befrygtes en Ammoniakdannelse i Stoffet under de 48 Timers Henstand. I den nævnte Haandbog tilraades det derfor at kontrollere Sagen ved samtidig at henstille en Analyseprøve uden Tilsætning af Kalkmælk. Forholdet bliver derved noget sammensat, thi hvorledes bestemmer man nu — uden yderligere Ammoniakdannelse — den derved dannede Ammoniak? Det ønskelige i at have en nøjagtig og ikke altfor omstændelig Metode førte Forfatteren af denne Beretning ind paa de i det følgende refererede Undersøgelser.

Da det gjaldt om at undgaa Opvarmning af Stoffet, blev det taget under Overvejelse, om det ikke kunde lade sig gøre at overføre Ammoniakken ved Hjælp af en Luftstrøm, saa Kogningen kunde undgaa og Udskillelsen dog foregaa fuldstændigt og i et nogenlunde begrænset Tidsrum.

Der sammenstilledes det i Fig. 1 viste Apparat. I et lille Stativ anbragtes en omvendt, langhalset Kjeldahlskolbe, 200 Kbcm., hvori det til Analysen afvejede Stof anbragtes. Kolben lukkedes med en Gummiprop, hvori der var indsat to bøjede Glasrør; det ene af disse førte kun gennem Proppen, det andet omtrent til Kolbens Bund; det sidste sættes i Forbindelse med en almindelig Vaskeflaske, hvori der kom afmaalt, titreret Syre til Optagelse af den overførte Ammoniak. Flasken sættes i For-

bindelse med en Sugflaske, ved Hjælp af hvilken der sugedes atmosfærisk Luft, — som først passerede et Vaskeapparat med Svovlsyre, — gennem Apparatet. Til Optagelse af det til Analyse bestemte Stof blev først benyttet et almindeligt Reagensglas, men dette tillod kun en meget langsom Gennemgang af Luftstrømmen, da Vædsken ved stærkere Luftstrøm var tilbøjelig til at boble op i Forbindelsesrøret. Udvidelsen paa Kjeldahlskolben forhindrer en saadan Opbrusning, da Boblernes brister,

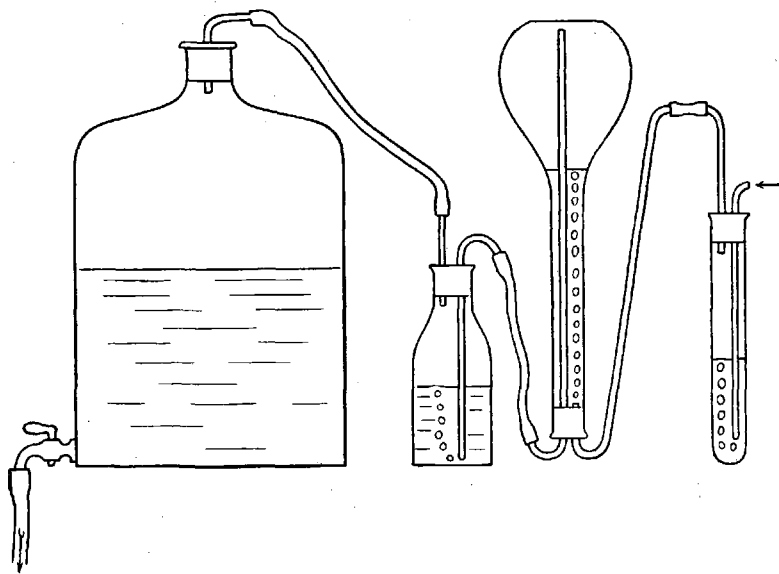


Fig. 1.

idet de trækker sig op ad Glassets skraa Sider. Ved Behandling af Stoffer, der er tilbøjelige til at skumme stærkt, f. Eks. ganske frisk Ajle, viste det sig senere nødvendigt at anvende en større Kolbe med stærkere Udvidelse. Der blev anstillet sammenlignende Forsøg med to Kolber af noget forskellig Halsvidde, men der viste sig ingen større Forskel i Virkningen af Luftstrømmen i de to Tilfælde. En snævrere Hals giver ganske vist en højere Vædskesøjle til Paavirkning af Luftstrømmen, men dette Forhold faar mindre Betydning, da Vædsken for en stor Del rives op i Bobler, der fylder hele Kolbens Hals.

Forsøg med forskellig Hastighed af Luftstrømmen viste ingen afgjort Forskel i Virkningen af en vis Luftmasse, enten

denne passerede hurtigere eller langsommere gennem Apparatet, og det vilde derfor være fordelagtigt at anvende saa stærk en Luftstrøm, som Vædskerne i Apparatet tillod. Ved de følgende Undersøgelser benyttedes en Hastighed af 1.5 Liter pr. Minut. Anvendtes større Hastigheder, boblede Vædskerne for stærkt op. Ved den nævnte Hastighed var Udløbet fra Sugeflasken sænket 1 M. og foregik gennem en Slange med 6 Mm. Lysning.

Med Apparatet foretoges nu en Række Ammoniakbestemmelser i en fortyndet Opløsning af Klorammonium. Til hver Analyse benyttedes 5 Kbcm., som blev afmaalt med Pipette og vejat. Ammoniakken frigjordes ved Tilsætning af stærk Natron, og der sugedes Luft gennem Apparatet, til fortsat Gennem sugning ikke gav yderligere Ammoniakudskillelse. Der kom 25 Kbcm. $\frac{1}{10}$ normal Syre i Forlagsflasken. Den overførte Ammoniak mættede ca. 20.5 Kbcm., og der var saaledes et Overskud af 4.5 Kbcm. Syre i Forlaget. Da det maatte antages, at Vædskens Højde i Forlagsflasken vilde være bestemmende for, hvor fuldstændigt den med Luftstrømmen overførte Ammoniak kunde tilbageholdes i Forlaget, blev der benyttet forskellige Mængder af Vædske i Forlagsflasken. De 25 Kbcm. Syre gav en Vædskehøjde af 1 Cm., større Højder tilvejebragtes ved Tilsætning af Vand. Røret, hvorigennem Luftblandingen tilførtes, var ført saa nær til Flaskens Bund, at Luftboblerne maatte passere gennem hele Vædskesøjlen. Opløsningens Ammoniakindhold fastsattes ved nogle Bestemmelser paa et almindeligt Destillerapparat ved Kogning med Overskud af Natron. Ved alle Titreringer blev som Indikator benyttet Kongorødt, der paa et bestemt Punkt af Farveovergangen, det egentlige Mætningspunkt, reagerer fint for en Draabe $\frac{1}{10}$ norm. Titrervædske. Der fremkom de i Tabel 1 anførte Resultater (Ammoniakken beregnet som NH₃).

Det ses, at begge Metoder gav det samme Resultat, og at der er god Overensstemmelse mellem de enkelte Analyser, skønt Vædskens Højde i Forlaget blev varieret ved Anvendelse af Luftstrøm. Det viste sig altsaa muligt at faa Ammoniakken udskilt af Opløsningen ved Hjælp af Luftstrømmen og at faa den opfanget i Forlaget. Mod Forventning var en saa ringe Vædskehøjde som 1 Cm. tilstrækkelig til at tilbageholde Ammoniakken. For at se, om et større eller mindre Overskud af Syre i Forlaget havde nogen Betydning i denne Henseende,

Tabel 1. Bestemmelser af Ammoniak ved Anvendelse af en Luftstrøm og ved Kogning.

Luftstrøm		Kogning	
Vædskehøjde i Forlaget, Cm.	Ammoniak fundet, pCt.	Analyse Nr.	Ammoniak fundet, pCt.
1	0.697	1	0.697
do.	0.696	2	0.696
2	0.696	3	0.696
do.	0.698	4	0.698
3	0.696		
4	0.698		
5	0.698		
6	0.695		
7	0.697		
Gennemsnit	0.697	Gennemsnit	0.697

blev der i den samme Opløsning foretaget nogle Bestemmelser, hvor der kun kom 21 Kbcm. Syre i Forlaget; der var altsaa kun et Overskud af ca. 0.5 Kbcm. Vædsken Højde i Forlaget var dels 1, dels 2 Cm. Resultatet ses af Tabel 2.

Tabel 2. Bestemmelser af Ammoniak ved Anvendelse af Luftstrøm. Ringe Overskud af Syre i Forlaget.

1 Kbcm. Syre i Forlaget		2 Kbcm. Syre i Forlaget	
Analyse Nr.	Ammoniak fundet, pCt.	Analyse Nr.	Ammoniak fundet, pCt.
1	0.692	1	0.697
2	0.698	2	0.697
3	0.690		
4	0.691		
Gennemsnit	0.692	Gennemsnit	0.697

Det ses, at der ved en Vædskehøjde af 2 Cm. i Forlaget er fundet samme Ammoniakmængde som ved Anvendelsen af større Syreoverskud. Derimod synes det, at en Vædskehøjde

af kun 1 Cm. i Forbindelse med det ringe Overskud af Syre har medført et mindre Tab af Ammoniak.

Da der under Udførelsen af disse Analyser havde vist sig Tegn til, at Tilsætning af en stor Mængde Natron fremmer Ammoniakudskillelsen i høj Grad, blev følgende Forsøg anstillet. I den nævnte Opløsning af Klorammonium blev der udført en Række Analyser, hvor der blev tilsat forskellige Mængder af Natron. For ikke at forøge Rumfanget af den ammoniakholdige Vædske mere end nødvendigt blev der benyttet en mættet Opløsning af Natron. Da Kalihydrat er endnu mere letopløseligt end Natronhydrat, blev der tillige gjort Forsøg med en mættet Opløsning af Kalihydrat. Til hver Analyse afmaaltes nøjagtig 5 Kbcm. af Klorammoniumopløsningen, og det bestemtes, hvor megen Syre der var mættet af den overførte Ammoniak efter Forbrug af nøjagtig 10 Liter Luft. Det blev derefter beregnet, hvor lang Tid der vilde have medgaaet til Overførelse af al Ammoniakken. Grundlaget for Beregningen er nærmere omtalt Side 107. Ved denne Fremgangsmaade blev den noget vanskelige, teoretisk set umulige, Bestemmelse af Tidspunktet for Ammoniakudskillelsens Ophør undgaaet. Resultaterne var følgende (se Tabel 3).

Tabel 3. Bestemmelser af Ammoniak ved Anvendelse af Luftstrøm. Forskellige Mængder af Kali og Natron tilsat.

Natron tilsat, Kbcm.	Syre mættet, Kbcm.	Ammoniakudskillelsens Varighed, Min.	Kali tilsat, Kbcm.	Syre mættet, Kbcm.	Ammoniakudskillelsens Varighed, Min.
1	12.70	42.3	1	13.90	35.4
2	15.00	30.5	2	16.75	23.6
3	16.85	24.5	3	18.25	18.2
4	17.40	21.2	4	19.05	15.1
5	17.90	19.4	5	19.45	13.5
6	18.15	18.5	6	19.60	12.3

Resultaterne er grafisk fremstillede i Fig. 2. De lodrette Afstande angiver Tiden for Ammoniakudskillelsens Varighed i

Minutter, de vandrette Mængderne af tilsat Natron og Kali i Kbcm.

Man ser, at Tilsætningen af en større Mængde Alkali, end der udkræves ifølge den kemiske Proces, er et virksomt Mid- del til at fremme Ammoniakudskillelsen og opnaa en betydelig Tidsbesparelse. 1 Kbcm. Natron er meget mere end tilstrække- lig til at frigøre Ammoniakken (og mætte den med Luftstrøm- men tilførte Kulsyre), men Ammoniakudskillelsen varer over

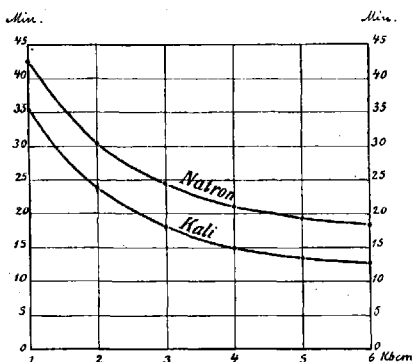


Fig. 2.

40 Minutter; en Tilsætning af 4 Kbcm. bringer Tiden ned til det halve. Mættet Kali har, som det var at vente, en endnu mere fremskyndende Virkning end mættet Natron; der kan vindes 6—7 Minutter paa hver Ana- lyse, og Ammoniakken kan overføres paa mindre end et Kvarter. Men Anvendelsen af mættet Kaliopløsning medfører til Gengæld et større Forbrug af Kemikalier end Anvendelsen af Natron.

Da Koncentrationen af det tilsatte Alkali har en saa stor Betydning for Hastigheden af Processens Forløb, som Tilfældet er, vilde det egentlig være konsekvent at tilsætte tørt pulveriseret Natron eller Kali, naar Stoffet, der skal analyseres, fore- ligger i Form af en Opløsning. En saadan Tilsætning af uop- løst Alkali medfører imidlertid en saa stærk Opvarmning af Vædsken, at Princippet i Metoden — Ammoniakudskillelse uden Opvarmning — ikke mere er fyldestgjort. Opvarmningen kan undgaas ved samtidig at tilsætte en passende Mængde af et Stof, der forbruger Varme ved at opløses. Der blev gjort For- søg med en Blanding af pulveriseret Natronhydrat og kulsurt Natron. Opvarmningen blev undgaaet, og Ammoniakudskillel- sen foregik hurtigt, men det tager nogen Tid, før Blandingen er opløst, og Fremgangsmaaden er i det hele taget mindre praktisk.

Da det saaledes havde vist sig fordelagtigt at tilsætte for- holdsvis store Mængder af Alkali, blev det undersøgt, om en

saadan Tilsætning muligvis kunde foranledige Omdannelser i Stoffet, som kunde paavirke Analyseresultatet, Omdannelser, som det netop var Hensigten at undgaa. 1 Gr. Urinstof opløstes i 50 Kbcm. Vand, og 5 Kbcm. af denne Opløsning blev tilsat 6 Kbcm. mættet Natron og behandlet paa Luftstrømsapparatet i længere Tid. I Forlagsflasken var anbragt 5 Kbcm. $\frac{1}{10}$ norm. Syre; efter Behandlingen tilbagetitreredes med samme Mængde Natron. Forsøget gentoges, men saaledes, at Vædsken i Forlagsflasken kun var ganske svagt sur, saa den efter Tilsætning af Kongørødt stod paa det Punkt, hvor en Farveforandring var lettest at iagttage. En Del af Vædsken sattes hen i tilproppet Glas til senere Sammenligning. Efter Gennemsugning af Luft i 3 Kvarter kunde der ikke ses nogen Forskel i Farven af de to Vædsker. Det samme Forsøg blev anstillet med Anvendelse af mættet Kali i Stedet for Natron, men heller ikke i dette Tilfælde kunde der paavises nogen Ammoniakdannelse. For at komme de virkelige Forhold ved en Analyse af Ajle eller Staldgødning nærmere, blev der foretaget Ammoniakbestemmelser i en Opløsning af kulsur Ammoniak, der tilsattes Urinstof og Hippursyre. Ammoniakindholdet blev bestemt i 5 Kbcm. af Opløsningen uden Tilsætning, i 5 Kbcm. tilsat 0.1 Gr. Urinstof og i 5 Kbcm. tilsat 0.1 Gr. Urinstof og 0.1 Gr. Hippursyre. Forsøget blev udført med Tilsætning af

Tabel 4. Bestemmelser af Ammoniak i en Opløsning af kulsur Ammoniak med og uden Tilsætning af Urinstof og Hippursyre. Luftstrøm anvendt.

Analysen foretaget paa	Ammoniak fundet, pCt.	
	Natron anvendt	Kali anvendt
Kulsur Ammoniak	0.674	0.672
do.	0.673	0.673
Kulsur Ammoniak + Urinstof	0.678	0.676
do. do.	0.675	0.672
Kulsur Ammoniak + Urinstof og Hippursyre...	0.678	0.673
do. do. do.	0.674	0.673

Natron og med Tilsætning af Kali. Der anvendtes 6 Kbcm. af de mættede Opløsninger. Luftstrømmen holdtes i Gang i 20 Minutter, fortsat Gennem sugning gav ikke yderligere Ammoniakudskillelse. Analyserne gav de i Tabel 4 meddelte Resultater.

Man ser, at der i alle Tilfælde, — naar Arbejdsfejl fraegnes, — er funden den samme Ammoniakmængde. Tilsætningen af Urinstof (og Hippursyre) har ikke bevirket nogen Forøgelse af Ammoniakindholdet.

Der blev nu udført Ammoniakbestemmelser ved Anvendelse af Luftstrøm og ved Destillation med Magnesia i nogle Ajleprøver af forskellig Alder. Nr. 1 var frisk Kourin, Nr. 2 havde henstaaet i Flasken et Par Dage, Nr. 3 var taget af Slambrønden i Kostalden ved Askov Forsøgsstation, Nr. 4 af Ajlekummen samme Sted. Af Nr. 1 og 2, der kun indeholdt lidt Ammoniak, blev taget 10 Kbcm. til hver Analyse, af Nr. 3 og 4 kun 5 Kbcm. Ved Anvendelse af Luftstrøm tilsattes 5 Kbcm. mættet Natronopløsning. Ammoniakudskillelsen var i alle Tilfælde tilendebragt efter 20 Minutters Forløb. Analyseresultaterne ses af Tabel 5.

Tabel 5. Bestemmelser af Ammoniak i forskellige Ajleprøver ved Anvendelse af Luftstrøm og ved Kogning med Magnesia.

Prøve Nr.	Ammoniak fundet, pCt.		Differens mellem begge Metoder	Differens i pCt. af Ammoniak- indholdet
	Luftstrøm anvendt	Kogning anvendt		
1	0.017	0.081	0.014	82.4
do.	0.017	0.085	0.018	105.9
2	0.082	0.094	0.012	14.6
do.	0.082	0.095	0.013	15.9
3	0.390	0.411	0.021	5.4
do.	0.389	0.407	0.018	4.8
4	0.561	0.589	0.028	5.0
do.	0.568	0.580	0.017	3.0

Kogning gav stadig højere Resultat end Anvendelse af Luftstrøm. Forskellen bevæger sig fra 0.012 til 0.028 pCt. Jo mindre Ammoniak, der er fundet, jo mere betyder selvfølgelig Forskellen; medens den ved Nr. 4 kun udgør faa pCt. af Ammoniakindholdet (regnet efter Luftstrømbestemmelserne), løber den ved Nr. 1 op til over 100 pCt. Man ser, at Kogningen har givet mindre god Overensstemmelse mellem Fællesanalyserne, hvad der er ganske naturligt. Skyldes det højere Ammoniakindhold Omdannelser i Stoffet under Kogningen, er det klart, at forskellige Faktorer, som f. Eks. Kogningens Varighed, faar Indflydelse paa Resultatet.

I den sidste Ajleprøve, Nr. 4, blev der foretaget Bestemmelse af den samlede Kvælstofmængde efter *Kjeldahls* Metode, og i Materialet fra Ammoniakbestemmelserne paa Luftstrømapparatet blev Mængden af det tilbageværende Kvælstof bestemt. I Tabel 6 er Summen af Ammoniakkvælstof og Restkvælstof sammenstillet med den fundne Mængde Totalkvælstof.

Tabel 6. Bestemmelser af Ammoniakkvælstof ved Anvendelse af Luftstrøm, Restkvælstof og Totalkvælstof i Ajle.

Analyse Nr.	Ammoniakkvælstof, pCt.	Restkvælstof, pCt.	Ammoniakkv. + Restkvælst., pCt.	Totalkvælstof, pCt.
1	0.480	0.197	0.657	0.657
2	0.482	0.197	0.659	0.658

Der blev altsaa fundet samme Kvælstofmængde, enten Ammoniakkvælstof og Restkvælstof bestemtes hver for sig, eller den samlede Kvælstofmængde blev bestemt under eet.

Derefter blev Luftstrømapparatet benyttet til Bestemmelse af Ammoniak i en Prøve tørret og malet Staldgødning (tørret efter Tilsætning af Syre). Til hver Analyse benyttedes 2 Gr. Stof, som bragtes i Kolben og tilsattes 10 Kbcm. almindelig stærk Natron, Vf. 1.88, hvori den tørre Gødning blev omhyggelig udrystet. Gennemsugningen af Luft foregik uden Vanskeligheder; Ammoniakudskillelsen var tilendebragt i Løbet af 25 Minutter. Til Sammenligning blev der i den samme Prøve

foretaget Ammoniakbestemmelser ved Kogning. Her blev ogsaa benyttet 2 Gr. Stof, som kom i Destillerkolben og tilsattes Vand og Magnesia. — Sammenlignende Bestemmelser i Staldgødning er vanskeligere end tilsvarende Bestemmelser i Ajle og kunstige Opløsninger, fordi Materialet er langt mindre ensartet. Foruden uundgaaelige Fejl ved selve Analysen indføres tillige Fejl ved Udtagning af Stof til den enkelte Analyse, og disse Fejl er forholdsvis store. Der blev derfor benyttet 6 Fællesanalyser ved de i Tabel 7 og 8 opførte Bestemmelser.

Tabel 7. Bestemmelser af Ammoniak i tørret Staldgødning ved Anvendelse af Luftstrøm og ved Kogning med Magnesia.

Analyse Nr.	Ammoniak fundet, pCt.		Differens mellem begge Metoder	Differens i pCt. af Ammoniak- indholdet
	Luftstrøm anvendt	Kogning anvendt		
1	0.461	0.480		
2	0.464	0.476		
3	0.465	0.482		
4	0.464	0.480		
5	0.459	0.482		
6	0.465	0.488		
Gennemsnit	0.468	0.488	0.020	4.8

Kogningen gav ogsaa her det højeste Resultat. Forskellen mellem begge Metoder var 0.020 pCt. eller godt 4 pCt. af Ammoniakindholdet. Ligesom ved Ajleanalyserne blev den bedste Overensstemmelse mellem Fællesanalyserne opnaaet ved Anvendelse af Luftstrøm.

I Materialet fra Bestemmelserne paa Luftstrømapparatet blev der foretaget Bestemmelser af Restkvælstoffet og i selve Gødningsprøven Bestemmelser af den samlede Kvælstofmængde. Den ved de to forskellige Fremgangsmaader fundne Mængde af Totalkvælstof fremgaar af Tabel 8.

Ogsaa her var der Overensstemmelse mellem de ved begge Fremgangsmaader fundne Mængder af samlet Kvælstof.

Tabel 8. Bestemmelser af Ammoniakkvælstof ved Anvendelse af Luftstrøm, Restkvælstof og Totalkvælstof i tørret Staldgødning.

Analyse Nr.	Ammoniakkvælstof, pCt.	Restkvælstof, pCt.	Ammoniakkv. + Restkvælst., pCt.	Totalkvælstof, pCt.
1	0.378	1.421	1.799	1.776
2	0.380	1.399	1.779	1.782
3	0.381	1.401	1.782	1.800
4	0.380	1.417	1.797	1.788
5	0.377	1.399	1.776	1.776
6	0.381	1.413	1.794	1.790
Gennemsnit	0.380	1.408	1.788	1.785

Som Supplement til disse sammenlignende Bestemmelser blev der i en Opløsning af Urinstof foretaget nogle Bestemmelser af den under Kogningen paa et almindeligt Destillerapparat dannede Ammoniak. 5 Kbcm. af den Side 101 nævnte 2 pCt.-holdige Urinstofopløsning blev fortyndet og kogt med Magnesia og den af den dannede og overdestillerede Ammoniak mættede Mængde Syre bestemt efter 25 Minutters Kogning (ca. 70 Kbcm. Vand overdestilleret) og efter yderligere 10 Minutters Kogning (i alt ca. 100 Kbcm. Vand overdestilleret). Forsøget gentoges

Tabel 9. Bestemmelser af Ammoniak, dannet ved Destillation af Urinstof i vandig Opløsning.

5 Kbcm. Urinstofopløsning destilleret med	Kbcm. $\frac{1}{10}$ norm. Syre mættet		
	efter 25 Minutters Kogning	efter 10 Min.s fortsat Kogning	i alt efter 35 Minutters Kogning
1 Gr. Magnesia og 160 Kbcm. Vand	0.05	0.70	1.65
do. do.	1.05	0.65	1.70
10 Gr. Kalkmælk og do.	1.20	0.65	1.85
do. do.	1.00	0.65	1.65
10 Kbcm. Natron og do.	1.00	1.00	3.50
do. do.	2.05	1.65	3.70

med Anvendelse af Kalkmælk og med Anvendelse af almindelig stærk Natron. Tabel 9 viser Resultaterne af Bestemmelserne.

Det ses, at der i alle Tilfælde var dannet en betydelig Mængde Ammoniak, størst ved Anvendelsen af Natron. Fællesanalyserne stemmer ikke overens, men der blev heller ikke ved disse blot supplerende Bestemmelser lagt Vægt paa en særlig nøje Kontrol af de Faktorer, der her betinger Resultatet.

Ved Omtalen af disse sammenlignende Undersøgelser maa nævnes et Forhold, der stadig har gjort sig gældende ved Ammoniakbestemmelser i Ajle og Staldgødning, naar Analysen udføres ved Destillation med Magnesia. Under Kogningen dannes der flygtige, ildelugtende Forbindelser, der gaar over i Forlaget og forstyrrer Titringen; der fremkommer uklare Farver, og det er vanskeligt at faa en skarp Overgang. Det har derfor vist sig nødvendigt at bortkoge disse Forbindelser efter endt Destillation, før Tilbagetitring foretages. Et Forsøg med at tilbagetitring et Par af de i Tabel 5 opførte Analyser (Prøve Nr. 3) før Renkogningen gav, som det ses af Tabel 10, for lavt Ammoniakindhold. Efter den første Titring tilsattes Overskud af Syre, før Renkogningen foretoges.

Tabel 10. Bestemmelser af Ammoniak i Ajle ved Destillation med Magnesia, med og uden Renkogning af Destillatet.

Analyse Nr.	Kbem. $\frac{1}{10}$ norm. Syre mættet		pCt. Ammoniak fundet	
	før Renkogning	efter Renkogning	før Renkogning	efter Renkogning
1	11.90	12.10	0.404	0.411
2	11.80	12.00	0.401	0.407
Gennemsnit	11.85	12.05	0.408	0.409

Ved Anvendelse af Luftstrøm viser der sig intet Tegn til saadanne Forbindelser. Vædsken viser ved Titringen klare, rene Farver, og der mærkes intet til den ubehagelige Lugt, som ledsager Udførelsen af Analysen efter den anden Metode.

Paa Grund af disse Forhold kommer en Ammoniakbestemmelse ved Kogning til at tage forholdsvis lang Tid. Ved Anvendelse af Luftstrøm kan en Bestemmelse udføres paa ca. den halve Tid.

Tillæg.

Regner man, at den Mængde Ammoniak, der ved Hjælp af Luftstrømmen overføres i hver Tidsenhed, staar i ligefremt Forhold til Koncentrationen, Opløsningens Indhold af Ammoniak, vil — naar andre Forhold ellers er lige — følgende Formel angive Processens Forløb, idet s er Summen af de i de enkelte Tidsenheder overførte Mængder og a den i første Tidsenhed overførte Mængde:

$$s = a + a \left(\frac{s-a}{s} \right) + a \left(\frac{s-a}{s} \right)^2 + a \left(\frac{s-a}{s} \right)^3 + a \left(\frac{s-a}{s} \right)^4 \dots$$

Har man bestemt, hvor megen Ammoniak der er overført i hver af de to første Tidsenheder, kan man beregne Opløsningens hele oprindelige Ammoniakindhold. Er dette s , og kaldes de i første og anden Tidsenhed overførte Mængder henholdsvis a og b , har man:

$$a \left(\frac{s-a}{s} \right) = b, \quad s = \frac{a^2}{a-b}$$

Er s og a kendte, kan man udregne, hvor megen Ammoniak der vil være overført efter Forløbet af et vist Antal Tidsenheder — altsaa ogsaa, hvor megen Ammoniak der er tilbage i Opløsningen. Søges den første Størrelse, Mængden af overført Ammoniak, og kaldes Antallet af Tidsenheder for n og $\frac{s-a}{s}$ for q , har man ifølge Reglerne for Kvotientrækker:

$$x = \frac{a - aq^n}{1 - q}$$

Følgelig kan man ogsaa udregne, hvor mange Tidsenheder der vil forløbe, før en vis Mængde Ammoniak er overført. Kaldes denne Mængde m , har man:

$$m = \frac{a - aq^x}{1 - q}, \quad x = \frac{\log((a + mq - m) : a)}{\log q}$$

man kan altsaa finde, hvor lang Tid der behøves for at bringe den i Opløsningen tilbageværende Mængde Ammoniak ned til en vis lille Størrelse, praktisk talt: hvor lang Tid der vil forløbe, til Processen er færdig.

At Processen meget nær følger den angivne Formel, viser følgende Forsøg. En ammoniakholdig Opløsning blev behandlet paa Luftstrømapparatet og den overførte Ammoniakmængde bestemt for hver 2 Liter Luft, der passerede Apparatet. Hvis Formlen var gyldig, skulde der altsaa fremkomme en

Kvotientrække, hver enkelt af de fundne Mængder skulde være en bestemt Brøkdæl af den foregaaende, q være konstant. I Tabel 11 er opført de fundne Ammoniakmængder, maalt ved Mængden af mættet Syre. Tredje Rubrik viser den Kvotient, der fremkommer ved at dividere den paagældende Størrelse med den foregaaende. I sidste Rubrik er angivet den Ammoniakmængde, der skulde have været fundet, hvis Kvotienten skulde have været konstant og lig $\frac{3.15}{4.40} = 0.716$ eller lig den ved anden og tredje Bestemmelse fundne Kvotient.

Den ved første Bestemmelse fundne Ammoniakmængde er holdt ude af Betragtning; den er nemlig mindre, end den skulde være i Sammenligning med de øvrige Mængder, fordi Apparatet i Begyndelsen maa fyldes med ammoniakholdig Luft, før Opsamlingen i Forlaget kan begynde.

Tabel 11. Bestemmelser til Belysning af Ammoniakudskillelsens Forløb ved Anvendelse af Luftstrøm.

Bestemmelse Nr.	Kbcm. $\frac{1}{10}$ norm. Syre mættet	Kvotient	Kbcm. $\frac{1}{10}$ norm. Syre mættet, $q = 0.716$
1	(4.20)		
2	4.40		4.40
3	3.15	0.72	3.15
4	2.25	0.71	2.26
5	1.66	0.73	1.62
6	1.15	0.70	1.16
7	0.86	0.74	0.88
8	0.60	0.70	0.59
9	0.45	0.75	0.42
10	0.30	0.67	0.30
11	0.20	0.67	0.22
12	0.15	0.75	0.16
13	0.10	0.67	0.11
14	0.06	0.60	0.08

Det ses, at Processen har fulgt Formlen, for saa vidt Titrermetodens Nøjagtighed tillader at kontrollere Forholdet. Forskellen mellem Ammoniakmængderne i de to Rubrikker er stadig mindre end en Draabe Titrervædske (ved disse saavel som alle de foregaaende Titreringer blev kun regnet med hele Draaber, der blev kun aflæst 0 og 5 i 2. Decimal).

I Almindelighed vil det dog ikke være heldigt at afbryde Processen og benytte Formlen til Beregning af Analyseresultatet i Stedet for at fortsætte, til Ammoniakudskillelsen er tilendebragt. Der vil ikke spares megen Tid, og der kan let indføres særlige Fejlkilder ved en saadan indirekte Bestemmelse.