

Bidrag til Fodermiddelanalysens Metodik.

Ved **J. Find Poulsen.**

229. Beretning fra Statens Forsøgsvirksomhed i Plantekultur.

I Haandbøger til Brug ved kemiske Analyser finder man i Almindelighed angivet forskellige Metoder til Bestemmelse af de paagældende Stoffer eller Stofgrupper; det er imidlertid ofte vanskeligt at afgøre paa Forhaand, hvilken Metode der er mest formaals-tjenlig under de givne Omstændigheder, idet der jo baade maa tages Hensyn til Metodens Nøjagtighed, Arbejdets Omstændelighed og Kostbarheden af de Apparater og Kemikalier, der udkræves. Sammenlignende Undersøgelser over forskellige Metoder eller Enkeltheder ved disse er forholdsvis sjældne i Litteraturen, skønt saadanne er af stor Værdi for det praktiske Arbejde i Laboratorierne. I nærværende Beretning forelægges nogle Undersøgelser angaaende Bestemmelse af Stivelse og Raafedt i Kornsorter og Totalkvælstofbestemmelse i Runkelroer. Undersøgelserne blev iværksatte af Hensyn til det praktiske Arbejde paa Statens Planteavls-Laboratorium men vil formentlig ogsaa kunne være til Nytte for andre. De er udførte paa Laboratoriets agrikulturkemiske Afdeling af Assistent *J. Find Poulsen*, der ogsaa har udarbejdet Beretningen.

Forsøgslederne ved Statens Forsøgsvirksomhed i Plantekultur.

1. Om Bestemmelse af Stivelse i Kornsorter.

I vore Kornsorter udgør Stivelsen Hovedbestanddelen af den store Stofgruppe, de kvælstoffrie Ekstraktstoffer, som man ved den almindelige Foderstofanalyse faar frem som Differens efter direkte Bestemmelse af kvælstofholdige Stoffer, Raafedt, Træstof, Aske og Vand. En Bestemmelse af Stivelse alene er imidlertid ofte paakrævet saavel af fodringsmæssige som industrielle Hensyn, idet den kan bidrage til nærmere at karakterisere Fodermidlet og f. Eks. for Bygsorternes Vedkommende til at

karakterisere deres Værdi som Maltningsvare. I sidstnævnte Henseende har et stort Indhold af Stivelse og Forholdet mellem denne og de kvælstofholdige Stoffer Betydning.

En Bestemmelse af det kvantitative Indhold af Stivelse i et eller andet Produkt er imidlertid vanskelig, idet ledsagende Stoffer paavirker Analyseresultatet. Dette har medført, at der er bragt særdeles mange Metoder i Forslag til Stivelseanalyser, og at man mere maa betragte de ved denne eller hin Metode fremkomne Værdier for Stivelse som relative Værdier end som Udtryk for det virkelige Indhold.

Af de mange Metoder har herhjemme navnlig Diastase-metoden og i de senere Aar ogsaa *E. Ewers'* Metode fundet Anvendelse til Bestemmelse af Stivelse i Fodermidler. Da disse Metoder er meget forskellige i analytisk Henseende, har vi ment, at en Sammenligning af Resultaterne ikke vil være uden Interesse.

Ved Diastasemetoden forklistres først Stivelsen, hvorefter den med Malt-Diastase omdannes til en Opløsning af Maltose og Dextrin. Denne Opløsning hydroliseres til Druesukker ved Kogning med fortyndet Saltsyre, hvorpaa Reduktionsevnen over for Fehlings Vædske bestemmes.

Til Bestemmelse af Stivelse efter denne Metode er der angivet flere Fremgangsmaader, der navnlig adskiller sig i Maaden, hvorpaa Stivelsen sønderdeles og bringes i Opløsning, og i Behandlingen af det ved Reduktionsprocessen udskilte Kobberforilte. *H. Jessen-Hansen* (2)¹⁾ anvender 45 cm³ Vand til 5 g af det finmalede Korn, som forud er befriet for Kulhydrater, der er opløselige i Æter, fortyndet Vinaand og Vand, og forklistrer Stivelsen ved Kogning i 10 Minutter paa Traadnet over aaben Ild. Under Kogningen omrøres stadig for at hindre Paabrænding. Der afkøles til 62° C. og tilsættes ca. 50 mg Raa-Diastase, hvorpaa Blandingen stilles i et Vandbad paa 62° i en Time. Denne Behandling gentages, om fornødent 3 Gange, til Vædsken eller især det uopløste ikke giver Reaktion for Stivelse med Jod. Efter *V. Storch* (6) forklistres 2 g af det finpulveriserede Foderstof i 100 cm³ Vand ved Opvarmning i lukket Flaske enten mindst 2 Timer til 100° eller 1/2 Time i Autoklave til 110 à 120°. Efter Afkøling til ca. 60° tilsættes

¹⁾ Tallene i Parentes henviser til Litteraturfortegnelsen Side 581.

2—5 mg Diastase og Blandingen stilles i Termostatrum ved ca. 63° , hvor den forbliver, indtil Stivelsen er omdannet, hvilket angives i Reglen at være Tilfældet efter nogle Timers Forløb. *C. Rafn Dahm* og *K. Rørdam* (1) forklitrer i en Kolbe 2 à 3 g Stof i 100 cm³ Vand ved svag Kogning (paa Traadnet) i $\frac{1}{2}$ Time. Under Kogningen er Kolben forsynet med en Tilbageløbskøler. Blandingen afkøles til 60 — 65° og der tilsættes 5—10 mg Diastase, hvorpaa den henstaar i Termostatrum ved 63° i 2 Timer under jævnlig Omrystning. Der koges paany $\frac{1}{2}$ Time, afkøles og tilsættes yderligere 5—10 mg Diastase. Blandingen stilles atter hen i nævnte Termostat $\frac{1}{2}$ Time, hvorefter den opvarmes til Kogning og straks efter afkøles til Stuetemperatur. *König* (5) angiver om Diastasemetoden, at den højest egner sig for Bestemmelse af Stivelse i Kartofler, men betegner Metoden som usikker til Stivelseanalyser i Kornarter.

Der er, som nævnt, ogsaa Forskel i Behandlingen af Kobberforiltet, som udskilles ved Sukkeropløsningens reducerende Indvirkning paa Fehlings Vædske. I Stedet for den af *Kjeldahl*, *H. Jessen-Hansen*, *V. Storch* o. fl. benyttede Fremgangsmaade, hvor Kobberforiltet reduceres til metallisk Kobber med Brint, foretrækker *König*, *H. Wiessmann* (8) og *Dahm* og *Rørdam* en Iltning af Kobberforiltet til Kobberveilte og en Omregning efter Atomtallene til metallisk Kobber. *R. K. Kristensen* (3) betegner denne Metode som besværlig og anfører, at man ved tilstrækkelig rene Opløsninger kan undgaa Reduktionen med Brint og direkte omregne det vejede Kobberforilte til metallisk Kobber.

Det har imidlertid ikke her været Formaalet at gennemprøve disse forskellige Fremgangsmaader, men derimod paa Grundlag heraf at udlede en brugbar Arbejdsforskrift til Bestemmelse af Stivelse i Kornsorter efter Diastasemetoden og sammenligne de herved fundne Resultater med de Resultater, man faar frem ved *Ewers'* Polarisationsmetode, som er meget enkel og tidsbesparende.

Vi har for Diastasemetoden fundet følgende Fremgangsmaade særdeles egnet:

2.5 g af det finnalede Korn overføres i en almindelig Kjeldahl-Destruktionskolbe paa 200 cm³ og omrystes med 100 cm³ dest. Vand. Kolben anbringes paa Traadnet over en Bunsenlampe og omrystes

hyppigt, indtil Kogning er indtraadt; derpaa vedligeholdes en svag Kogning i $\frac{3}{4}$ Time. For at hindre Opkvældning af Stoffet og en for stærk Fordampning af Vandet forsynes Kolben med en Tilbageløbskøler, der let kan indrettes ved Hjælp af et Reagensglas, som sænkes ned i Kolbehalsen til 1 cm over Vædskeoverfladen, og med Tilløbs- og Afløbsrør for en stadig Strøm af Ledningsvand. Efter Kogning afskylles Reagensglasset og Blandingen afkøles til ca. 63° , hvorpaa der tilsættes ca. 20 mg Diastase, som ved Omrystning blandes godt med Indholdet. Kolben henstilles i Termostat ved 63° i 2 Timer under hyppig Omrystning, koges atter $\frac{1}{2}$ Time, og efter yderligere Tilsætning af ca. 20 mg Diastase og Henstand i Termostat 2 Timer opvarmes paany til Kogning, hvorved fortsat Indvirkning af Diastasen forhindres. Stivelsen er nu i Almindelighed fuldstændig omdannet, hvad man i øvrigt maa sikre sig ved Jodproven. Kolbens Indhold føres kvantitativt over i en Maalekolbe paa 200 cm^3 , og efter Afkøling til 20° fyldes op til Mærket med dest. Vand, omrystes og filtreres. Den første Del af Filtratet benyttes ikke. Af Filtratet overføres 100 cm^3 i en $\frac{1}{4}$ Liters Kogeflaske. Der tilsættes 12 cm^3 25 pCt.-holdig Saltsyre, og Kolben anbringes til Hydrolisering af Stivelsens Omdannelsesprodukter i kogende Vandbad $1\frac{1}{2}$ Time. Det er ved denne Proces hensigtsmæssigt at anbringe en Glaskugle med Stilk i Kolbehalsen. Efter Afkøling neutraliseres med Natronlud af samme Styrke som Saltsyren, hvorpaa Indholdet føres kvantitativt over i en Maalekolbe paa 250 cm^3 ; der fyldes op til Mærket med dest. Vand, omrystes og filtreres. Heller ikke her benyttes den første Del af Filtratet.

Til en Maalekolbe paa 100 cm^3 overføres 50 cm^3 Fehlings Vædske og derpaa 50 cm^3 af den fremstillede Sukkeropløsning. Efter Omrystning foretages Reduktionen, idet Kolben nedsænkes til Mærket i kogende Vand, hvor den forbliver nøjagtig 20 Minutter. Filtreringen sker umiddelbart derefter med Benyttelse af Vakuumporcel-lænsfiltrerdigler, Rumindhold $10\text{--}15\text{ cm}^3$, hvortil det udskilte Kobberforilte kvantitativt overføres og udvaskes med ca. 300 cm^3 varmt Vand, $80\text{--}85^{\circ}$, og til Slut 5 à 6 Gange med smaa Portioner ren Acetone. Digel med Indhold anbringes i Vakuumporcel-lænsfiltrerdigler, hvor den ved Stuetemperatur og ca. 100 mm Kviksølvtryk i Løbet af $\frac{1}{2}$ Time er tørret til konstant Vægt. Efter Vejning bestemmes Diglens Taravægt, naar den over Sugeflasken er rengjort med fortyndet Salpetersyre, varmt Vand og lidt Acetone og paany tørret i Vakuumporcel-lænsfiltrerdigler. En Tare-ring af Diglen før Filtreringen er ikke tilstrækkelig og for saa vidt unødvendig, idet den alkaliske Opløsning angriber den ganske let og bevirker et lille Vægttab. Syrebehandlingen ved Rengjøringen af Diglen er derimod uden Indflydelse paa dens Vægt.

Af den oprindelige Stofmængde paa 2.5 g er der til Reduktionen anvendt 0.25 g. Det vejede Kobberforilte er omregnet til Kobber med Benyttelse af Faktoren 0.882 og den hertil svarende Glukosemængde

fundet i Kjeldahls Tabeller. Ved Omregning fra Glukose til Stivelse er anvendt Faktoren 0.9.

Da de herved fundne Resultater var for høje i Sammenligning med dem, der fremkom efter Ewers' Metode, blev der udført Blindbestemmelser med og uden Tilsætning af Diastase. Blindbestemmelserne er udførte efter foranstaaende Analysemetodik, kun med Udeladelse af Analysestoffet.

Resultater af Blindbestemmelserne.

Vejet Kobberforilte i g.

	Med Diastase	Uden Diastase
1	0.0096	0.0056
2	0.0097	0.0054
3	0.0098	0.0055
4	0.0096	0.0055
Middel	0.0097	0.0055

Forskellen, 0.0042 g, er trukket fra det vejede Kobberforilte ved de Resultater efter Diastasemetoden, som i Tabel 1 er sammenlignede med Resultaterne efter Ewers' Metode.

Tabel 1. Resultater af Stivelse-Bestemmelser efter Diastasemetoden og Ewers' Polarisationsmetode. pCt. Stivelse.

Prøve	Diastase-metoden		Ewers' Metode, ukorrigeret		For-skel
	Enkel	Middel	Enkel	Middel	
Blanding af forskellige Bygprøver fra 1927	62.04 62.32	62.18	61.76 61.76	61.76	÷ 0.42
do.	61.72 62.39	62.06	61.66 61.62	61.64	÷ 0.42
do.	61.67 62.06	61.87	61.52 61.56	61.54	÷ 0.33
Blanding af forskellige Bygprøver fra 1928	63.42 63.18	63.30	63.18 63.09	63.14	÷ 0.16
do.	63.01 63.22	63.12	62.82 62.86	62.84	÷ 0.28
do.	63.08 62.88	62.98	63.20 63.09	63.15	+ 0.17

Resultaterne efter Ewers' Metode er fundne ved følgende Fremgangsmaade:

4.74 g Stof (den halve Normalvægt) overføres i Maalekolbe paa 100 cm³; der tilsættes 25 cm³ 1.124 pCt.-holdig Saltsyre og omrystes og dernæst yderligere 25 cm³ af den nævnte Saltsyre. Kolben med Indhold anbringes i kogende Vandbad, hvor den under hyppig Omrystning, navnlig i Begyndelsen, forbliver nøjagtig 15 Minutter. Herefter tilsættes koldt dest. Vand til omtrent 90 cm³ og afkøles til 20°, derpaa 10 cm³ 4 pCt.-holdig Fosforwolframsyre og Opfyldning til Mærket. Efter Omrystning filtreres og polariseres ved 20° i 200 mm Rør. Ved Polariseringen er anvendt et Schmidt og Haensch-Apparat med Sukkerskala. Der er aflæst med $\frac{1}{10}^\circ$ Nøjagtighed, og de i Tabellen anførte Resultater for Stivelse er de dobbelte Middeltal, omregnet paa Tørstof, af 5 Indstillinger med tilsvarende Aflæsninger. Det aflæste Antal Grader multipliceret med 2 er altsaa her Udtryk for pCt. Stivelse i foreliggende Stof, idet der saavel ved Ewers' Metode som ved Diastasemetoden er set bort fra de i det følgende omtalte Korrektioner for ledsagende Stoffer.

De Stivelsen ledsagende Stoffer, som ved Diastasemetoden og Ewers' Polarisationsmetode, paavirker Analyseresultatet, kan i Hovedsagen henregnes til vandopløselige Kulhydrater, der dels direkte eller efter Hydrolyse med Syre reducerer Fehlings Vædske eller er optisk aktive, samt Pentosaner, resp. Pentoser, som ved Indvirkning af Diastase og Syre delvis bringes i Op-løsning og har samme Virkning. V. Storch (6) anfører, at Stivelsebestemmelser efter Diastasemetoden vil omfatte foruden Stivelsen i det undersøgte Fødestof ogsaa dets Indhold af Sukker samt noget af dets Pentosanindhold. For Kornsorternes Vedkommende og ud fra et fodringsmæssigt Synspunkt anser han det imidlertid ikke for nødvendigt at korrigere herfor, idet Sukkerindholdet er ringe og væsentlig bestaar af Rørsukker, ligesom Indholdet af Pentosaner ikke er stort i Sammenligning med Stivelse-mængden. H. Jessen-Hansen (2) tager ved Stivelse-analyser efter Diastasemetoden Hensyn til opløselige Kulhydrater, idet han forud udvasker den til Analyse bestemte Stof-mængde med Æter, fortyndet Alkohol og Vand. Til Opnaaelse af mere nøjagtige Værdier for Stivelse i Kornsorter, bestemt ved Ewers' Polarisationsmetode, anbefaler H. Wiessmann (8), at korrigere for opløselige Kulhydrater. Han anvender hertil 10 g Stof og 100 cm³ 1.124 pCt.-holdig Saltsyre. Blandingen hen-staar 24 Timer ved almindelig Stuetemperatur under hyppig

Omrystning, derpaa filtreres og 50 cm³ af Filtratet behandles efter den for Metoden anførte Metodik. Den herved fundne Drejning af Polarisationsplanet trækkes fra Totaldrejningen. Ogsaa *C. von Schèele* og *G. Svensson* (7) korrigerer ved Ewers' Metode for vandopløselige Kulhydrater. De overfører af Byg 23.70 g (= 5 Gange den halve Normalvægt) til en Maalekolbe paa 250 cm³ og fylder op med Vand til ca. 200 cm³. Blandingen henstaar ved Stuetemperatur i 1 Time og omrystes herunder hyppig; derpaa fyldes op til Mærket, omrystes og filtreres. 50 cm³ af Filtratet, modsvarende den halve Normalvægt, overføres til en Maalekolbe paa 100 cm³ og behandles med 2.1 cm³ 1.124 pCt.-holdig Saltsyre efter Forskriften. Den fundne Drejning af Polarisationsplanet, som ved Undersøgelse af 20 forskellige Bygprøver udgjorde fra 0.05—0.45° Ventzke, trækkes fra Totaldrejningen¹⁾. Forskellen i Korrektionsværdierne kan ifølge *H. Jessen-Hansen* (2) antagelig føres tilbage til en forskellig Modningsgrad af Kornet.

Medens en Korrektion for vandopløselige Kulhydrater ret let og sikkert lader sig udføre, er det modsatte Tilfældet for Pentosanernes Vedkommende. Kun en lille Del af Kornets Pentosanindhold er vandopløselig og inkluderes i førnævnte Korrektion, medens Hovedparten gaar i Opløsning ved Indvirkning af Syre og sandsynligvis af Diastase efter henholdsvis Ewers' Metode og Diastasemetoden. Da Indflydelsen heraf paa Resultatet af Stivelseanalysen ikke direkte lader sig bestemme, maa man indirekte søge Oplysning om, i hvilken Retning Resultatet paavirkes, og om Størrelsen af den herved foranledigede Afvigelse. Dette er gjort af *C. von Schèele* og *G. Svensson* ved de ovennævnte Undersøgelser i Byg. De anvender hertil Mask fra Bryggerierne, som de ved Behandling med Diastase og paafølgende Udvaskning befrier for den sidste Rest af Stivelse. Med dette Materiale som Udgangspunkt kommer de til det Resultat, at ved polarimetrisk Bestemmelse af Stivelse i Korn efter Ewers' Metode gaar Hovedparten af Pentosanindholdet over i Opløsningen, hvorved praktisk talt et konstant Forhold opstaar mellem Totalindholdet og den Mængde, der gaar i Opløsning. De opløste Pentosaner hydrolyseres delvis ved Syrebehandlingen; herved fremkommer en Blanding af venstredrejende Pentosaner og højredrejende Pentosener med

¹⁾ Jvf. Referat i nærv. Binds Slutning.

et ligeledes konstant Forhold mellem disse. Blandingen er svagt højredrejende, og Værdien af Drejningen, som med Benyttelse af 4.74 g Stof udgør ca. $+ 0.4^{\circ}$ Ventzke, er paa Grund af de nævnte Forhold og den ringe Variation i Kornets Pentosanindhold ret konstant. Det virkelige Indhold af Stivelse i Korn, bestemt efter Ewers' Polarisationsmetode, kan da udtrykkes ved Formlen, $2(a-0.4)$ pCt., naar a er lig Drejningsvinklen i $^{\circ}$ Ventzke efter Korrektion for vandopløselige Kulhydrater, og naar der til Bestemmelse er anvendt 4.74 g Stof (= den halve Normalvægt).

Som det frengaar af de her refererede Undersøgelser, er Korrektionsværdierne for opløselige Kulhydrater og Pentosaner i Reglen ret smaa, men kan, navnlig for de førstes Vedkommende, variere en Del. Korrektionen for opløselige Kulhydrater kan derfor være mere nødvendig ved visse Undersøgelser end Korrigerings for Pentosaner.

Den Korrektion, der i Henhold til Blindbestemmelserne er regnet med ved Diastasemetoden, maa ved de i Tabel 1 anførte Resultater anses for paakrævet, idet Forskellen i det vejede Kobberforilte fra Blindbestemmelserne kun kan være foranlediget af den benyttede Diastase. Der er da Grund til at tro, at Diastasen ogsaa i Analyserne har bevirket en tilsvarende Reduktion. Den »Egenreduktion« af 50 cm³ Fehlings Vædske, som er fundet ved Blindbestemmelsen uden Diastase, svarer til ca. 4.9 mg Kobber og er saaledes i ret god Overensstemmelse med den, der er fundet af *Kjeldahl* (4), som for Fehlings Vædske af samme Rumfang og samme Kogningstid udgør 5.9 mg Kobber.

Som det ses af Tabel 1, hvor de anførte Enkeltbestemmelser for begge Metoder helt igennem er særskilte, ligger Resultaterne efter Ewers' Metode med en enkelt Undtagelse lidt lavere end de Resultater, der er fundne ved Diastasemetoden. Overensstemmelsen mellem Resultaterne fra de to saa forskellige Metoder maa dog betegnes som god, i Særdeleshed ved Bygprøven fra 1928. Begge Metoder er derfor i og for sig lige anvendelige til almindelige Stivelsebestemmelser i Kornsorter, men da Analysemetodikken ved Ewers' Polarisationsmetode i Modsætning til Diastasemetoden er langt simple og tager betydelig mindre Tid, er denne Metode at foretrække.

2. Om Raafedtbestemmelse i Kornsorter.

Som bekendt omfatter den almindelige Foderstofanalyse en direkte Bestemmelse af kvælstofholdige Stoffer, Raafedt, Træstof, Aske og Vand, medens den resterende store Næringsstofgruppe, de kvælstoffrie Ekstraktstoffer, bestemmes som Differens. Derved bliver sidstnævnte Gruppe behæftet med de opsummerede Analysefejl ved de direkte Bestemmelser og saaledes afhængig af den Nøjagtighed, hvormed disse er udførte. Enhver Forbedring af Fremgangsmaaden ved de direkte Analyser vil da ogsaa bevirke en Forbedring af Ekstraktstoffernes Bestemmelse.

Ved Bestemmelse af Raafedt i Fødermidler er der navnlig to Forhold at tage i Betragtning, nemlig Stoffets Behandling før Analysen og Æterens Kvalitet, idet smaa Ændringer heri, som det senere skal vises, kan influere ret betydeligt paa Resultaterne.

Kornsorterne indsendes sædvanligvis til Laboratoriet i lufttør Tilstand og i en ved Indbjærgningen bestemt afvejet Mængde. Det kan da være hensigtsmæssigt og arbejdsbesparende at tørre Prøven i hel Tilstand til Tørstofbestemmelse, hvorved man samtidig opnaar at faa Prøven i en Tilstand, hvori den let lader sig male til den Finhedsgrad, som eventuelle kemiske Undersøgelser maatte nødvendiggøre.

For at undersøge, om denne Fremgangsmaade skulde paavirke Fedtbestemmelsens Resultat, blev en Prøve af Havre undersøgt paa forskellig Maade. Prøven blev delt i to Dele, a og b, af hvilke a-Prøven straks blev finmalet uden Fortørring og forblev i lufttør Tilstand, medens b-Prøven blev tørret til Tørstofbestemmelse før Finmalingen. En Uge senere, da b-Prøven atter havde optaget Fugtighed fra Luften og meget nær havde samme Fugtighedsgrad som a-Prøven, blev der udført Raafedtbestemmelse i begge Prøver, hvilke Bestemmelser derefter blev gentaget paa de i Tabellen anførte Tidspunkter. Analyserne er udførte efter den sædvanlige Forskrift, idet en passende Stofmængde blev overført til Ekstraktionsfiltrene og i disse tørret i Termostat i 3 Timer ved 95—98°, før Filtrene blev indsatte i Ekstraktionsapparatet. Resultaterne, der er beregnede paa Tørstof, er anførte i Tabel 2.

Tabel 2.

Bestemmelse af Raafedt i to ensartede Havreprøver, a og b.
 Begge Prøver tørrede umiddelbart før Analysen i Termostat
 i 3 Timer ved 95—98°.

pCt. Raafedt.

Analyserne udførte	a-Prøven. Uden Tørring før Finmaling		b-Prøven. Tørret til Tørstofvægt før Finmaling		Forskel
	Enkel	Middel	Enkel	Middel	
19. Marts	5.93 5.95	5.94	5.55 5.61	5.58	0.36
22. Marts	5.92 6.00	5.96	5.61 5.65	5.63	0.33
25. Marts	6.03 5.93	5.98	5.60 5.61	5.61	0.37
27. Marts	6.02 6.03	6.03	5.74 5.65	5.70	0.33
3. April	5.98 5.95	6.03	5.58 5.61	5.70	0.33

Det fremgaar af Tabellen, at en saa langvarig Tørring af hele Prøven før Formalingen, som er nødvendig til Opnaelse af Tørstofvægten, har en betydelig Indflydelse paa Resultatet af Raafedtbestemmelsen. Tørringen af Prøven har indvirket saaledes paa dens Fedtstoffer, at Resultaterne ligger fra 0.33 til 0.37 pCt. under de Resultater, der er fundne ved den forskriftsmæssigt behandlede Prøve, eller i pCt. af sidstnævnte Resultater fra ca. 5¹/₂ til 6 pCt. under disse. Det ses endvidere, at en længere Henliggen af Prøven mellem Tørringsprocessen og Analysens Udførelse, hvorved dens Vandindhold atter vil nærme sig det normale for lufttørt Stof, ikke formindsker den ved Tørringen skete Paavirkning af Fedtstofferne.

De lavere Resultater maa antagelig tilskrives en ved den lange Tørring foranlediget Iltning og muligvis anden Ændring af Fedtstofferne, hvorved disse er gjort tungere opløselige i Æter. Her er da aabenbart et ret vigtigt Punkt ved Stoffets Forbehandling til Raafedtbestemmelse, idet det paa den ene Side er af Betydning at bortskaffe Vandet før Ekstraktionen,

hvilket nærmere er belyst i det følgende Afsnit om Æterens Beskaffenhed, medens paa den anden Side den hertil nødvendige Tid ikke maa overskrides væsentlig.

Det andet Forhold er, som nævnt, Kvaliteten af den Æter, hvormed Stoffet ekstraheres. Er denne forringet ved et væsentligt Indhold af fremmede Bestanddele, som Vand, Alkohol, Syrer m. m., vil man under Ekstraktionen faa opløst Stoffer, der ikke hører til i Æterekstrakten og bidrager til for høje Resultater.

Nogen absolut Garanti for den til Raafedtbestemmelse i Fodermidler anvendte Æter har man ikke, idet man i Almindelighed hertil ikke anvender ren Æter (dest. over Natrium), men Æter, hvor enkelte fremmede Bestanddele ikke er helt fjærnedede, men dog indskrænkede til et vist Minimum. For saa vidt dette er Tilfældet, kan en saadan Æter fuldt ud gøre Fyldest, og den er betydelig billigere end den rene Æter.

Af uheldige fremmede Bestanddele i Æter er det navnlig Indholdet af Vand, som kommer i Betragtning. Et for stort Indhold kan influere ret betydeligt paa Raafedtbestemmelsen, hvad følgende Sammenligning viser, selv om Vandet ganske vist her paa anden Maade er indbragt i Analysen. Af en Bygprøve blev Analysestoffet i det ene Tilfælde tørret paa sædvanlig Maade i Ekstraktionsfiltret i 3 Timer ved 95—98° før Ekstraktionen, medens Stoffet i det andet Tilfælde blev ekstraheret i lufttør Tilstand. Da Bygprøven indeholdt ca. 10 pCt. Vand, var der altsaa i de 5 g lufttørt Analysestof ca. 0.5 g Vand eller ca. $\frac{1}{2}$ cm³. Til Raafedtbestemmelsen blev i begge Tilfælde anvendt ren Æter (dest. over Natrium):

For-tørret Stof	Lufttørt Stof
2.05 pCt. Raafedt	2.30 pCt. Raafedt
2.04 » »	2.31 » »
Middel 2.05 pCt. Raafedt	2.31 pCt. Raafedt

Der er altsaa i den lufttørre Prøve fundet 12.7 pCt. Raafedt mere end i den Prøve, der er for-tørret paa forskriftsmæssig Maade.

Forskellen i Resultatet er antagelig i Hovedsagen foranlediget af Stoffets Vandindhold. Da dette absolut set er ringe, var der paa Forhaand Grund til at tro, at et væsentligt Indhold af Vand i Æter vilde føre til Resultater, der gik i samme Retning og altsaa var for høje.

Ved de følgende Fedtbestemmelser i Byg blev Æter Nr. 2 sammenlignet med ren Æter (dest. over Natrium). I Undersøgelsen inddrog vi paa lignende Maade en anden billig Æter, Ph. dan.¹⁾.

Tabel 3. Fedtbestemmelser i Byg, Æter Nr. 2 og Æter Ph. dan. sammenlignet med ren Æter.

pCt. Raafedt.

Prøve mrkt.	Ren Æter		Æter-Nr. 2		For-skel	Prøve mrkt.	Ren Æter		Æter Ph. dan.		For-skel
	En-ikel	Mid-del	En-ikel	Mid-del			En-ikel	Mid-del	En-ikel	Mid-del	
Svaløf Guld-Byg	1.99 2.00	2.00	2.07 2.04	2.06	+ 0.06	Abed Nr. 27	2.11 2.11	2.11	2.11 2.08	2.10	÷ 0.01
Abed Binder-Byg	1.97 1.99	1.98	2.02 2.05	2.04	+ 0.06	Abed Nr. 32	1.95 1.99	1.97	1.97 1.98	1.98	+ 0.01
Opal-Byg	2.07 2.08	2.08	2.16 2.13	2.15	+ 0.07	Archer-Byg	1.76 1.76	1.76	1.74 1.74	1.74	÷ 0.02
						Abed Nr. 39	1.78 1.76	1.77	1.76 1.79	1.78	+ 0.01

Som det fremgaar af Tabellen, ligger Resultaterne af Raafedtbestemmelsen med Æter Nr. 2 ca. 3 pCt. over de Resultater, der er fundne ved Anvendelse af ren Æter. Æter Nr. 2 er derfor, som den har foreligget ved disse Undersøgelser, uegnet til Fedtbestemmelse. Derimod viser Undersøgelsen, at Forskellen i Resultaterne fra Fedtbestemmelserne med ren Æter og Æter Ph. dan. ubetinget ligger inden for Fejlgrænsen ved disse Analyser. Resultaterne er praktisk talt ens. Æter Ph. dan., som paa nærværende Tidspunkt er billigere end Æter Nr. 2, kan i Henhold til disse Undersøgelser fuldt ud gøre fyldest ved Raafedtbestemmelse i Byg og sandsynligvis ogsaa i andre Fodermidler.

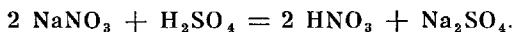
Denne Del af Undersøgelsen viser, at man ved Raafedtbestemmelse i Fodermidler, hvor man almindeligvis anvender den billigere Æter, forud maa kontrollere Kvaliteten enten direkte ved Prøver for Renhed eller ved sammenlignende Bestemmelser med ren Æter.

¹⁾ Fra Fabrikant *Petri*, Vanløse.

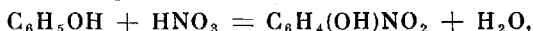
3. Totalkvælstofbestemmelse i Runkelroer.

Ved Totalkvælstofbestemmelse i Fodermidler, Gødningsmidler eller andre Stoffer, som kun indeholder Kvælstof i organisk bunden Form, anvendes som bekendt Kjeldahls Metode. Metodens Anvendelighed er dog begrænset og bl. a. kan den ikke anvendes over for Stoffer, der indeholder Nitritter eller Nitrater, idet disse sønderdeles af den koncentrerede Svovlsyre under Kogningen, hvorved Kvælstof undviger i luftformig Tilstand som Kvælstofilte. Dette Forhold spiller en Rolle ved Analysen af Runkelroer. Tab af Kvælstof fra Nitraterne kan imidlertid undgaaes ved Tilsætning af Fenol (Karbolsyre) eller Salicylsyre, saaledes som foreslaet af *M. Jodlbauer*.

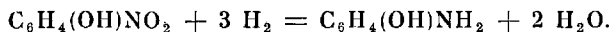
Ved Jodlbauers Metode frigøres Salpetersyren med Svovlsyre:



Den dannede Salpetersyre omdannes med Fenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) til Nitrofenol ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{NO}_2$):



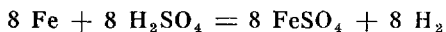
hvorefter der ved Tilsætning af Zink reduceres til Aminofenol ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{NH}_2$):



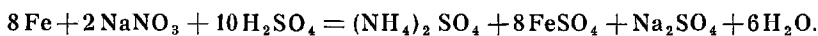
Nitratkvælstoffet er ved denne Proces overført til Aminokvælstof og kan som saadant med det øvrige organisk bundne Kvælstof bestemmes efter Kjeldahl.

Ved O. Foersters Metode, der ikke adskiller sig væsentligt fra Jodlbauers, reduceres med Natriumtiosulfat (Na_2SO_3) i Stedet for Zink.

Disse Metoder er dog ikke ved Statens Planteavls-Laboratorium bragt i Anvendelse til Bestemmelse af Totalkvælstof i Runkelroer, af hvilke Laboratoriet hvert Efteraar har en Del Analyser fra Gødningsforsøg med stigende Kvælstofmængder. Nogle orienterende Undersøgelser udpegede nemlig K. Ulschs Metode som mindre omstændelig og særdeles brugbar til dette Formaal. Ved denne Metode reduceres Nitratkvælstoffet i svovlsur Vædske til Ammoniak med Jærnpulver (Ferrum hydrogenio reductum). Reduktionsprocessen foregaar efter følgende Skema:



$2 \text{NaNO}_3 + 2 \text{H}_2\text{SO}_4 + 8 \text{H}_2 = (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 6 \text{H}_2\text{O}$;
sammenfattes begge Ligninger faar man:



Tilsætningen af Jærnpulver til den svovlsure Vædske foranlediger en kraftig Brintudvikling og hermed en hurtig og vedvarende Opbrusning af de organiske, opkvædede Bestanddele; denne Opbrusning kan dog let forhindres ved før Tilsætning af Jærn at tilsætte nogle faa Draaber Oktylalkohol.

Vi har i nogle Roepøver fra Forsøg med stigende Kvælstofmængder sammenlignet den almindelige Kjeldahlbestemmelse med Ulschs Metode, idet man undertiden kan møde den Opfattelse, at Kjeldahls Metode skulde være fyldestgørende ved Totalkvælstofbestemmelse i Runkelroer, idet den i Forhold til Nitratmængden meget store Mængde organisk Stof skulde kunne reducere de tilstedeværende Nitrater. Men navnlig ved Roer med større Indhold af Nitrater er Reduktionen ikke fuldstændig, saaledes at der her kan forekomme et Kvælstoftab.

Dette Forhold fremgaar med stor Tydelighed af Tabel 4, hvor Resultaterne af Totalkvælstofbestemmelserne efter Ulschs Metode og den almindelige Kjeldahlbestemmelse samt Forskellen mellem disse er anførte.

Prøverne stammer fra to Gødningsforsøg med Tilskud af henholdsvis 0, 30, 60 og 90, samt 0, 30 og 60 kg Kvælstof pr. ha.

I Tabellen er endvidere anført pCt. Nitratkvælstof, bestemt efter Devarda. Disse Bestemmelser er dog ikke udførte paa samme Tidspunkt som Totalkvælstofbestemmelserne, der udførtes i Pulpprøver, som i nogen Tid havde henstaaet med Kloroformtilsætning, medens Nitratbestemmelserne er udførte paa tilsvarende friske Pulpprøver. En absolut Sammenligning er derfor ikke mulig, men Sammenligningen vil dog kunne bidrage til Belysning af Tallene.

Det ses saaledes, at ved de 4 første Prøver, hvor der er et stigende Indhold af Nitratkvælstof, bliver Forskellen mellem Ulschs Metode og Kjeldahls Metode stadig større. Der er dog i alle Prøver reduceret en Del Nitratkvælstof ($\frac{2}{3}$ eller mere) ved Kjeldahls Metode, og i Prøven med 0 kg Kvælstof pr. ha er Resultaterne praktisk taget ens for begge Metoder. Sidstnævnte Tilfælde falder altsaa sammen med den tidligere nævnte Opfattelse, hvorefter der ved Totalkvælstofbestemmelse i Runkelroer ikke skulde være nogen Forskel mellem Kjeldahls Metode og en forud foretagen Reduktion af Nitratkvælstof ved Ulschs eller andre Metoder.

Tabel 4. Totalkvælstofbestemmelse
i Runkelroer efter Ulschs Metode og efter Kjeldahls Metode.
pCt. Kvælstof (N).

Prøve mrkt.	Ulschs Metode		Kjeldahls Metode		Forskel	Nitrat- kvælstof
	Enkel	Middel	Enkel	Middel		
0 kg N	1.128 1.120	1.124	1.120 1.120	1.120	0.004	0.133
30 kg N	1.327 1.318	1.323	1.284 1.276	1.280	0.043	0.136
60 kg N	1.540 1.549	1.545	1.470	1.470	0.075	0.253
90 kg N	1.559 1.559	1.559	1.430 1.438	1.434	0.125	0.376
0 kg N	1.162 1.162	1.162	1.108 1.099	1.104	0.058	0.250
30 kg N	1.358 1.348	1.353	1.302 1.293	1.298	0.055	0.306
60 kg N	1.474 1.465	1.470	1.397 1.397	1.397	0.073	0.267

Ved de tre sidste Prøver er der ingen større Forskel i det procentiske Indhold af Nitratkvælstof, men Indholdet, navnlig ved 0 og 30 kg Kvælstof, ligger betydeligt over det tilsvarende i første Serie. Der er da ogsaa her en ret stor Forskel mellem Ulschs og Kjeldahls Metode.

Alt i alt viser disse Undersøgelser, at man ved Totalkvælstofbestemmelser i Runkelroer bør anvende Ulschs eller andre Metoder, der bevirker en effektiv Reduktion af Nitratkvælstof, saafremt man vil være absolut sikker paa Totalkvælstofbestemmelsen. Kun i Runkelroer, der vides at have et absolut set ringe Indhold af Nitratkvælstof, kan en almindelig Kjeldahlbestemmelse give rigtige Resultater.

Litteraturfortegnelse.

1. *Dahm, C. Rafn og Rørdam, K.*: Vejledning i kvantitativ agrikulturkemisk Analyse (Side 228).
2. *Jessen-Hansen, H.*: Studier over de i Rug, Byg og Hvede paa forskellige Udviklingstrin forekommende Kulhydrater. Meddelelser fra Carlsberg Laboratoriet, 4. Bind. Side 145.
3. *Kristensen, R. K.*: Sukkerbestemmelse i Hø og Roer, II. Tidsskrift for Planteavl, 23. Bind, Side 757.
4. *Kjeldahl, J.*: Undersøgelser over Sukkerarternes Forhold mod alkaliske Kobberopløsninger. Meddelelser fra Carlsberg Laboratoriet, 4. Bd., S. 1.
5. *König, J.*: Untersuchung landwirtschaftlich u. landw. gewerblich wichtiger Stoffe. Bind 1, 5. Oplag (Side 375).
6. *Storch, V.*: Den kemiske Analyse af Foderstoffer og dens Forhold til Fodringsforsøgene. 58. Beretning fra den kgl. Veterinær- og Landbohøjskoles Laboratorium for landøkonomiske Forsøg (Side 126).
7. *Schéele, C. von og Svansson, G.*: Svenska Bryggareföreningens Månadsblad, Nr. 2, 1927 (Side 43).
8. *Wiessmann, H.*: Agrikulturchemisches Praktikum, Quantitative Analyse, (Side 179 og 185).