

Kolorimetrisk bestemmelse af nitrat i jord

I. GAD og J. BENJAMINSEN

For planternes kvælstofforsyning er jordens aktuelle indhold af nitrat af betydning. Dette er hævet over enhver diskussion; men der kan heller ikke være tvivl om, at kendskab til jordens nitratindehold på et givet tidspunkt alene er utilstrækkeligt til at give oplysning om muligheden for en rigelig kvælstofforsyning en vækstperiode igennem.

Det ligger uden for dette arbejdes rammer at diskutere de fysisk-kemisk-biologiske fænomener, der bevirker, at nitrat til stadighed tilføres, dannes og forsvinder i jorden, ej heller skal vi her spå om, hvorvidt nitrathbestemmelser i agerjord i lighed med bestemmelse af andre planteneringsstoffer vil kunne være af værdi til vurdering af en jords gødningstilstand. Vi skal nøjes med at pege på, at interessen for nitratanalyser i en række lande har været stigende i de senere år, og at det fra flere sider er henstillet til Statens Planteavls-Laboratorium at tage spørgsmålet om en egnet laboratoriemetode op til overvejelse.

Adskillige fremgangsmåder har i tidens løb været anvendt til bestemmelse af jordens nitratindehold. Metoderne kan deles i to hovedtyper: destillationsmetoderne og de kolorimetriske.

I destillationsmetoderne (*Olsen*, 1929 og *Richardson*, 1938) reduceres nitrat til ammoniak, som derefter destilleres og bestemmes titrimetrisk. Denne fremgangsmåde har været benyttet af *Davies & Owen* (1951) til bestemmelse af nitrat i drivhusjord; til landbrugsjorder er metoden, som iøvrigt må anses for en af de mest pålidelige, ikke tilstrækkelig følsom. Efter samme princip er den for nylig af *Bremner & Shaw* (1955) offentliggjorte metode til bestemmelse af ammoniak og nitrat i jord. Her reduceres nitrat med titanhydroxyd til ammoniak, som bestemmes efter en noget modificeret Conway mikrodifffusionsteknik. Med denne fremgangsmåde opnås større følsomhed end ved de almindelige

destillationer, og metoden synes at imødekomme alle de krav, der kan stilles til en pålidelig og nøjagtig nitratbestemmelse; desværre kom den først til vort kendskab efter afslutningen af nær-værende arbejde.

De kolorimetriske metoder kan deles i to grupper. I den ene bestemmes nitrat ved de farvede forbindelser, der dannes ved nitrering af forskellige aromatiske stoffer. Herunder hører bl. a. brucin-, hydrostryknin- og difenylaminmetoderne, der ganske vist har fundet nogen anvendelse til jordundersøgelser, men alle er uspecifikke og ikke særligt følsomme. Også de to mest kendte og anvendte metoder indenfor denne gruppe — difenylsulfonsyre - og 2:4-xylenol metoderne — må anses for mindre velegnede, difenylsulfonsyremetoden fordi den påvirkes i meget høj grad af andre i jorden forekommende stoffer, således at re-producerbare resultater kun vanskeligt opnås, især på jorder med lavt nitratindhold. 2:4-xylenolmetoden, der bl. a. er undersøgt med henblik på jordundersøgelser af *Buckett, Duffield & Milton* (1955), har ikke denne mangel, men er uegnede til masseanalyser, da hver enkelt bestemmelse kræver enten en destillation eller en udrystning.

Den anden gruppe omfatter de metoder, hvori nitrat reduceres til nitrit, som derefter bestemmes kolorimetrisk ved Griess-Hosway reaktionen. Den største vanskelighed ved denne fremgangsmåde ligger i at kontrollere reduktionen, således at den giver et stort udbytte af nitrit og ikke går videre end til nitrit-stadiet. I de af *Bray* (1945) og *Nelson, Kurtz & Bray* (1954) udarbejdede metoder til bestemmelse af nitrat i jord anvendes som reduktionsmiddel zink og manganosulfat i eddikesur vædske. Udbyttet af nitrit ved denne behandling er kun ca. 4 pct., hvorved metoden som helhed bliver for usikker og for lidt følsom til bestemmelse af de lave nitratkoncentrationer, der normalt forekommer i landbrugsjord. Den har dog vundet en vis udbredelse p. gr. a. sin hurtighed og enkelhed; herhjemme anvendes den således af Alm. dansk Gartnerforenings Laboratorium til undersøgelse af drivhusjord.

Mullin & Riley har i 1955 offentliggjort en metode til bestemmelse af nitrat i vand, særlig havvand. Disse forfattere udnytter også nitritreaktionen, men reduktionen af nitrat foretages ved

hjælp af hydrazinsulfat i alkalisk vædske med kuprioner som katalysator. Herved fås et udbytte af nitrit på ca. 85 pct.

Denne metode, der er meget følsom og har givet velreproducerbare resultater ved undersøgelsen af nitratindholdet i vand og som egner sig til masseanalyser, er blevet gennemprøvet og modificeret med henblik på dens anvendelse til jordekstrakter.

Eksperimentelt

Mullin & Riley har foretaget en detaljeret undersøgelse af reduktionen af nitrat til nitrit og har fastlagt de optimale betingelser herfor. Efter disse udføres reduktionen med en hydrazinsulfat-koncentration på omkring 60 p.p.m. i nærværelse af 0.25 p.p.m. kobber i en opløsning, der er indstillet på pH 9.6 ved hjælp af natriumfenolat. Efter 24 timer ved stuetemperatur er processen løbet til ende, og overskud af hydrazin fjernes ved kondensation med acetone, hvorefter det dannede nitrit bestemmes ved diazotering af sulfanilsyre og kobling med 1-naftylamin efter Mellon & Rider's modifikation af Griess-Ilosway reaktionen.

Egne undersøgelser

1. *Vedr forsøgsmetodikken.* Hvert enkelt led i den af *Mullin & Riley* angivne fremgangsmåde er blevet gennemprøvet, hvorved de af disse forfattere fundne resultater i det store og hele har kunnet bekræftes. Følgende ændringer er dog foretaget:

- I. Den angivne fenol-natriumhydroxydstødpude er erstattet med en 0.1 n natriumborat-natriumhydroxydstødpude, pH 9.97. Dette var nødvendigt, da fenol-NaOH blandingen fandtes at have for ringe stødpudevirkning og at iltes meget hurtigt ved den for reduktionen nødvendige pH 9.6—9.7. Nærmere undersøgelser er iøvrigt foretaget af reduktionens forløb i rene opløsninger med ovennævnte borat-NaOH stødpude, idet *Mullin & Riley's* forsøgsplan nøje er fulgt. Herved er det konstateret, at de optimale mængder hydrazinsulfat og kobber er de samme i opløsninger indstillet på pH 9.6—9.7 med borat-NaOH-stødpuden (5—10 ml/30 ml opl.), som *Mullin & Riley* har fundet med Na-fenolat.
- II. De i originalforskriften angivne 2 ml acetone til binding af

uomdannet hydrazin og forhaling af udfældningen af det ved nitritreaktionen dannede røde azofarvestof, er ændret til 10 ml. Herved opnås, at opløseligheden af azofarvestoffet forøges ganske betydeligt, således at farven er holdbar i adskillige timer. Dette er rent praktisk en stor fordel, samtidig med at metodens sikkerhed forøges. Den større acetonemængde medfører en forskydning af absorptionsmaksimumets beliggenhed fra 522 $m\mu$ til omkring 528—530 $m\mu$. Målingen af farvestyrken i nærværende arbejde er foretaget med et Beckman Du spektrofotometer. Et hvilkensomhelst fotoelektrisk kolorimeter, der tillader aflæsning omkring 528—530 $m\mu$, vil dog kunne anvendes.

2. Ekstraktion.

Ekstraktion af nitrat fra jord frembyder i sig selv ingen vanskeligheder. For at kunne gennemføre en kolorimetrisk bestemmelse af nitrat er det imidlertid nødvendigt at have fuldstændigt klare og farveløse ekstrakter. Der er ganske vist beskrevet flere metoder til affarvning af jordekstrakter, der dog alle kan influere på nitratindholdet på forskellig vis (*Sowden & Atkinson*, 1949). Der er derfor foretaget en række forsøg på at finde et ekstraktionsmiddel, som opløser det mindst mulige af uvedkommende stoffer. Blandt de undersøgte viser 1 pct. aluminiumsulfatopløsning sig at opfylde de stillede fordringer. Den mængde 1 pct. aluminiumsulfat, der skal anvendes til ekstraktionen, retter sig efter den pågældende jordtype; i langt de fleste tilfælde vil 5 ml pr. g jord være tilstrækkeligt, ved stærkt humusholdige jorder kan det være nødvendigt at anvende 10 ml pr. g. Ekstraktionen foretages ved rystning i rysteapparat i $1\frac{1}{2}$ time. Efter frafiltrering af jorden kan filtraterne opbevares i veltillukkede kolber i indtil 14 dage ved stuetemperatur uden ændringer i nitratindholdet. På grundlag af disse forudgående undersøgelser bliver den endelige udformning af fremgangsmåden til bestemmelse af nitrat i jord som beskrevet i det følgende.

3. Metode.

Reagenser.

Alle kemikalier er analysevarer; til fremstillingen af opløsningerne anvendes udelukkende frisk glasdestilleret vand.

1. *Aluminiumsulfatopløsning, 1 pct.*

20,0 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ opløses i vand til et samlet rumfang af 2,00 l. Filtreres gennem et udvasket filter (Munktell, askefri, nr. 00, 15 cm). Opbevares i flaske med glasprop. Fornyres, når opløsningen er blevet uklær.

2. *Natriumborat, 0,1 n.*

19,072 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 10 H_2O opløses i frisk udkogt, afkølet vand til et samlet rumfang af 1,00 l. Opbevares i flaske af alkali-resistent glas, beskyttet mod luftens kuldioxyd.

Det til fremstillingen anvendte natriumborat t. a. opbevares i ekssikator over følgende blanding: 25 dele rørsukker opløses ved opvarmning i 10 dele vand; efter afkøling tilsættes 4 dele natriumklorid, hvorefter blandingen hensættes i 3 døgn under hyppig omrøring. Natriumboratet kan først bruges efter et par døgn henstand i ekssikatoren.

3. *Natriumhydroxyd, 0,1 n, karbonatfri.*

Fremstilles af karbonatfri 50 pct. natriumhydroxydopløsning ved fortynding med frisk udkogt, afkølet vand. Faktoren bestemmes dels med fenolftalein, dels med metylrødt som indikator på følgende måde: 25,00 ml 0,1 n NaOH titreres efter tilsætning af 3 dråber fenolftalein-ind. med 0,1 n saltsyre til den røde farve netop forsvinder; derefter tilsættes 5 dråber metylrødt-ind., og hvis vædsken ikke derved farves rød, fortsættes titreringen til farveomslag, hvortil der højst må forbruges 0,30 ml 0,1 n salt-syre (grænse for karbonat).

$$\text{Faktor} = \frac{\text{antal ml 0,1 n HCl} \times \text{syrens faktor}}{25,00}$$

Faktoren, bestemt med fenolftalein, skal ligge mellem 0,990 og 1,010. Opbevares i flaske af alkaliresistent glas, beskyttet mod luftens kuldioxyd.

4. *Borat-natriumhydroxydstødpude, 0,1 n, pH 9,97.*

600 ml 0,1 n natriumborat (2) og 400 ml 0,1 n natriumhydroxyd (3) blandes. Opbevares i flaske af alkaliresistent glas, beskyttet mod luftens kuldioxyd.

5. *Hydrazinsulfat-opløsning, 0,48 pct.*

1,20 g hydrazinsulfat opløses i vand til et samlet rumfang af 250,0 ml. Opbevares i mørk flaske med glasprop.

6. *Kuprisulfat-opløsning, 0,1 mg Cu pr. ml.*

0,0393 g CuSO_4 , 5 H_2O opløses i vand til et samlet rumfang af 100,0 ml. Opbevares i flaske med glasprop. Holdbar 2—3 uger.

7. *Hydrazin-kobber reduktionsblanding.*

25,0 ml hydrazinsulfatopløsning (5) og 5,0 ml kuprisulfatopløsning (6) afmåles i en 50 ml målekolbe og fortyndes til mærket med vand. Omrystes godt. Fremstilles umiddelbart før brugen.

8. *Sulfanilsyre-opløsning, 0,30 pct.*

1,50 g sulfanilsyre opløses i en 500 ml målekolbe i ca. 400 ml vand, tilsættes 64,5 ml konc. saltsyre t. a. og efter afkøling til stuetemperatur vand til mærket; omrystes. Opbevares i flaske med glasprop.

9. *1-naftylaminhydroklorid-opløsning, 0,60 pct.*

0,48 g 1-naftylamin (∞ 0,60 g hydroklorid) i en 100 ml målekolbe med glasprop opløses i en blanding af 14,0 ml n saltsyre og ca. 70 ml vand ved hyppig omrystning. Når alt er opløst fortyndes med vand til mærket. Opbevares i mørk flaske med glasprop. Fornys når opløsningen er blevet farvet eller uklar.

10. *Natriumacetat, 2 n.*

68,0 g $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na}$, 3 H_2O opløses i vand til et samlet rumfang af 250,0 ml. Opbevares i flaske med glasprop over et par dråber kviksølv.

11. *Acetone, Merck.*

12. *Nitrat-stamopløsning, 0,1 mg N pr. ml.*

0,722 g KNO_3 opløses i vand til et samlet rumfang af 1,00 l. Tilsættes 1,0 ml kloroform. Opbevares i flaske med glasprop. Standardopløsninger, indeholdende fra 2—20 μg N pr. ml fremstilles af stamopløsningen ved fortynding med vand umiddelbart før brugen.

13. Nitrit-stamopløsning, 0,1 mg N pr. ml.

0,4926 g NaNO_2 opløses i vand, indeholdende 4,0 ml 0,1 n natriumhydroxyd pr. l til et samlet rumfang af 1,00 l. Tilsættes 1,0 ml kloroform. Opbevares i flaske med glasprop.

Standardopløsninger, indeholdende fra 2—20 μg N. pr. ml, fremstilles af stamopløsningen ved fortynding med vand umiddelbart før brugen. Det anvendte natriumnitrit analyseres som angivet i Ph. Dan. 48, II, s. 524 på følgende måde: 0,4000 g natriumnitrit opløses i vand til et samlet rumfang af 100,0 ml. I en erlenmeyerkolbe afmåles 30,00 ml 0,1 n cerisulfat, hvorefter der under stadig svingning af kolben tilsættes 20,00 ml af den ovennævnte nitritopløsning fra en pipette, der under udtømningen udmunder under vædskeoverfladen i kolben. Efter henstand i 2 minutter tilsættes en opløsning af 2 g kaliumjodid i 10 ml vand, hvorefter der titreres langsomt og under stadig svingning af kolben med 0,1 n natriumtiosulfat til farveomslag (stivelseind.). Der skal hertil forbruges 7,20—6,65 ml 0,1 n natriumtiosulfat, svarende til 98,3—100,7 pct. NaNO_2 (1 ml 0,1 n cerisulfat \approx 0,003450 g NaNO_2).

Rensning af glasvarer og gummipropper

Alle glasvarer, herunder målekolber, pipetter, standflasker etc., behandles med kromsvovlsyre (konc. svovlsyre indeholdende 5 pct. kaliumdikromat), hvorefter de skylles, først med alm. dest. vand, derpå med fortyndet natriumhydroxydopløsning (0,1 n), atter med alm. dest. vand og til sidst mindst 3 gange med glasdest. vand. Anvendes glasvarerne udelukkende til nitratanalyser, er det ved daglige bestemmelser tilstrækkeligt at rense grundigt med ledningsvand, alm. dest. vand og glasdest. vand.

Gummipropper renses ved udkogning med fortyndet natriumhydroxydopløsning, derefter flere gange med alm. dest. vand og til sidst et par gange med glasdest. vand. Til daglig er en skylning med alm. dest. vand efterfulgt af glasdest. vand tilstrækkelig.

Fremgangsmåde

Hvor ikke andet er anført, skal der ved betegnelsen »vand« forstås glasdest. vand.

A. Ekstraktion af jord.

10,0 g jord i en 250 ml mælkeflaske tilsættes 50,0 ml 1 pct. aluminiumsulfatopl. (1), lukkes med en gummiprop og rystes 1½ time i rysteapparat. Opslemningen filtreres derpå gennem et askefrit filter (Munktell, nr. 00, 11 cm) ned i en 100 ml erlenmeyerkolbe, idet de første 4—5 ml filtrat bortkastes.

I ekstrakter af karbonatholdige jorder fremkommer der forholdsvis hurtigt en udkrystallisation af kalciumsulfat, der kan nødvendiggøre en ekstra filtrering.

B. Bestemmelse af nitrat (+ reduktion).

Af filtraterne afmåles i 50 ml målekolber 10,00 ml, der tilsættes 20,0 ml borat-natriumhydroxydstødpude (4) og vand til mærket. Som blindværdi (I) på reagenserne afmåles samtidig 10,00 ml 1 pct. aluminiumsulfatopl. (1), der behandles på samme måde som analyserne. Målekolberne rystes omhyggeligt, hvorefter opløsningerne filtreres gennem 11 cm Munktell filtre nr. 00 ned i 100 ml erlenmeyerkolber, idet de først gennemløbne 2—3 ml filtrat bortkastes. Af filtraterne afmåles i andre 50 ml målekolber en passende mængde, afhængig af nitratinholdet (ved nitratkoncentrationer fra 0—20 p.p.m. tages 10,00—20,00 ml, fra 20—80 p.p.m. 2,00—5,00 ml etc.). Af blindværdien (I) afmåles mængder svarende til analyserne.

Hvis der er afmålt 10 ml eller mindre af filtraterne, tilsættes der 5,0 ml borat-natriumhydroxydstødpude (4) — ved større mængder filtrat udelades tilsætningen af stødpude (den samlede mængde stødpude skal ligge mellem 5 og 10 ml; indenfor disse grænser er mængden ikke afgørende (blindværdi i alm. O), men større kvanta giver udfældninger senere i analysen). Der tilsættes nu vand til ca. 30 ml og 1,00 ml hydrazin-kobber reduktionsblanding (7), hvorefter kolberne hensættes i mørke ved stuetemp. i 18—24 timer. En blindværdi (II) til anvendelse ved aflæsningen bestående af 5,0 ml borat-natriumhydroxydstødpude (4), ca. 25 ml vand og 1,00 ml hydrazin-kobber reduktionsblanding (7) i en 50 ml målekolbe behandles på samme måde. Når reduktionstiden er til ende, tilsættes — for at fjerne overskud af hydrazin og for senere at stabilisere farven — 10,0 ml acetone til hver

kolbe, der omrystes og hensættes mindst 30 min. (24 timers henstand i tilproppet tilstand giver samme resultat).

Den kolorimetriske bestemmelse udføres derpå på følgende måde. Til hver kolbe tilsættes så hurtigt som muligt 2,0 ml sulfanilsyreopl. (8) under omrystning, hvorefter kolben hensættes i nøjagtig 5 min. (stopur) beskyttet mod direkte dagslys, derpå tilsættes hurtigt 1,0 ml 1-naftylaminopl. (9) under omrystning og 1,0 ml natriumacetatopl. (10) ligeledes under omrystning. Til sidst fyldes op til mærket med vand, hvorefter indholdet blandes godt. Efter henstand i mindst 30 min. måles farvestyrken i Beckman spektrofotometer ved 528 $m\mu$, 1 cm kuvetter, af analyser og blindværdier (I), idet blindværdi II anvendes som referenceopløsning. Farven er holdbar i mindst 4 timer.

C. Standardkurve, nitrat.

Forskellige mængder standardnitratopløsning (svarende til 2—20 μg NO_3 -N) afmåles i 50 ml målekolbe, tilsættes 5,0 ml boratnatriumhydroxydstødpudd (4), vand til ca. 30 ml, 1,00 ml hydrazin-kobber reduktionsblanding (7), omrystes og hensættes 18—24 timer i mørke.

Derpå tilsættes 10,0 ml acetone, og efter mindst 30 min. henstand foretages den kolorimetriske bestemmelse nøjagtig som angivet ovenfor. Aflæses med blindværdi indeholdende samtlige reagenser (= ovenfor angivne blindværdi II).

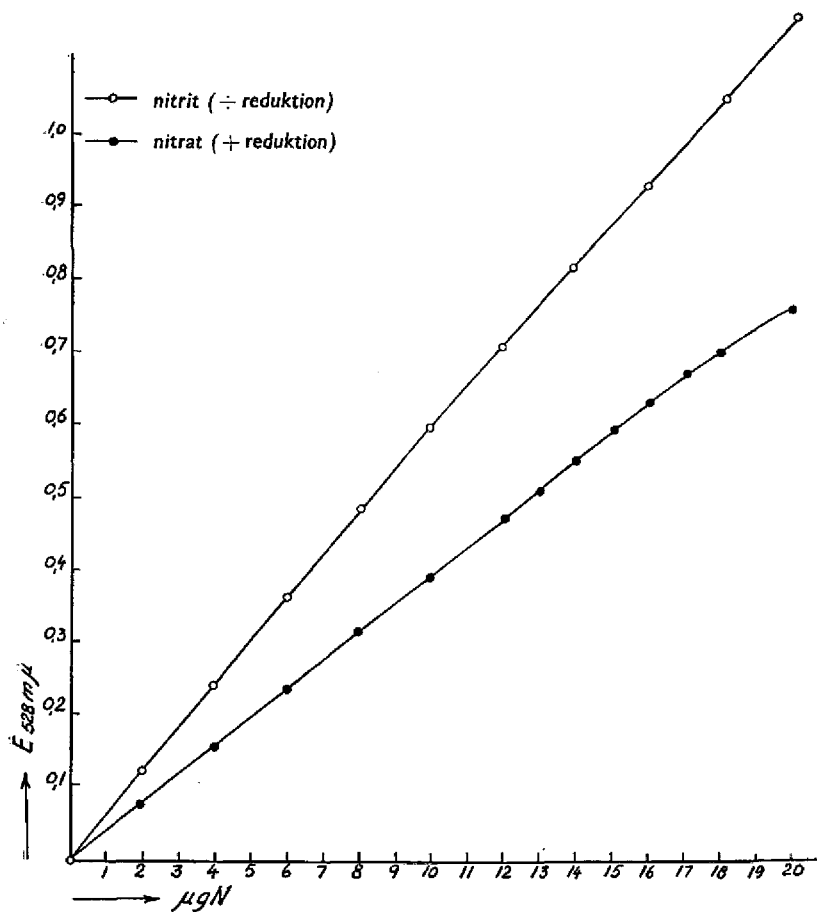
En standardkurve optegnes, som anvendes ved beregningen af nitratindholdet i jordextrakterne.

D. Beregning.

De til de fundne ekstinktioner svarende antal μg NO_3 -N for analyserne og de dertil svarende blindværdier (I) aflæses på standardkurven. Blindværdiens nitratindhold trækkes fra analysens, hvorefter nitratindholdet i denne beregnes som mg NO_3 -N pr. kg tør jord (= p.p.m.). Dette tal angiver totalindholdet af nitrat og nitrit i jordprøverne, da nitrit underkastet ovenstående reduktionsbehandling følger den samme standardkurve.

Da nitritindholdet som oftest er yderst ringe, må totalværdien i alm. anses for at give et tilfredsstillende udtryk for jordens nitratindhold.

Standardkurve for nitrat og nitrit.



Skulle særlige forhold imidlertid tale for det, kan nitrit bestemmes særskilt som beskrevet i det følgende.

E. Bestemmelse af nitrit (\div reduktion).

Jorden behandles som angivet under A. Jordekstrakterne og 10,00 ml 1 pct. aluminiumsulfatopl. (1) som blindværdi på reagenserne fældes derpå med borat-natriumhydroxydstødpude (4) fuldstændig som beskrevet under B. Af filtraterne fra denne fældning afmåles i 50 ml målekolbe 20,00 ml, der tilsættes vand til

ca. 30 ml og 10,0 ml acetone. Efter omrystning og henstand indtil blandingerne har antaget stuetemperatur (ca. 30 min.), foretages den kolorimetrisk bestemmelse nøjagtig som angivet under B, dog foretages aflæsningen her med den aluminiumsulfatholdige blindværdi, da filtratmængden er konstant.

F. Standardkurve, nitrit.

Forskellige mængder standardnitritopløsning (svarende til 2—20 μg $\text{NO}_2\text{-N}$) afmåles i 50 ml målekolber, tilsættes 5,0 ml boratnatriumhydroxydstødpude (4), vand til ca. 30 ml og 10,0 ml acetone. Efter omrystning og henstand indtil opløsningerne har antaget stuetemp., udføres den kolorimetrisk bestemmelse som angivet under B. Aflæsningen foretages med blindværdi indeholdende de samme reagenser som standardopløsningerne.

En standardkurve optegnes, som anvendes ved beregning af nitritindholdet i jordprøverne.

G. Beregning.

De til de fundne ekstinktioner for analyserne svarende antal μg $\text{NO}_2\text{-N}$ aflæses på standardkurven og beregnes derefter som mg pr. kg tør jord (p.p.m.). Denne værdi trækkes fra den tilsvarende totalværdi.

4. Resultater.

Analysemetoden er blevet efterprøvet på en række forskellige jorder tilsat kendte mængder nitrat. Resultaterne er opstillet i tabel 1.

Det ses, at de tilsatte mængder kan genfindes med tilfredsstillende nøjagtighed.

For at få oplyst om de fundne resultater efter den angivne fremgangsmåde virkelig er et udtryk for den pågældende jordprøves nitratindhold, er en række jordprøver også analyseret for nitrat efter den af C. Olsen (1929) beskrevne fremgangsmåde. På grund af det lave nitratindhold i en del af jorderne samt den ringe mængde jord, der har været til rådighed, har det været nødvendigt at foretage enkelte, ikke principielle modifikationer i Olsens metode. Bestemmelsen er herefter udført på følgende måde:

25 g jord ekstraheres med 100 ml n kaliumklorid tilsat saltsyre til pH 1,0—1,5 i 1½ time og filtreres. 50,0 ml af filtratet

Tabel 1. Forsøg med tilsatte mængder $\text{NO}_3\text{-N}$ til jord med kendt $\text{NO}_3\text{-indhold}$.

Jord nr.	$\text{NO}_3\text{-indhold}$ p.p.m. $\text{NO}_3\text{-N}$	Tilsat $\text{NO}_3\text{-N}$ p.p.m.	Genfundet $\text{NO}_3\text{-N}$ p.p.m.	Genfundet $\text{NO}_3\text{-N}$ %
1.	9.4	10	9.87	98.7
		20	19.72	98.6
2.	0	10	10.10	101.0
		20	18.50	92.5
3.	3.7	5	4.65	93.0
		10	9.25	92.5
4.	1.0	5	4.85	97.0
		10	9.90	99.0
5.	2.2	5	4.70	94.0
		10	10.10	101.0
6.	0	10	9.10	91.0
		20	17.30	86.5
7.	3.8	10	10.12	101.2
		20	17.10	85.5
8.	126	20	20.20	101.0
9.	116	20	24.00	120.0
10.	123	20	21.00	105.0
		50	53.50	107.0
11.	23	20	20.80	104.0
12.	297	20	21.50	107.5
		50	51.50	103.0

anbringes i en rundbundet literkolbe af tungtsmelteligt glas, tilsættes 250 ml ledningsvand og 4 g magnesiumoxyd. Kolben forbindes med et Kjeldahl destillationsapparat, hvorefter ca. 200 ml destilleres over i et forlag indeholdende 5 ml 2 pct. borsyre. Den overdestillerede ammoniak bestemmes ved titrering med 0,01 n svovlsyre fra 10 ml mikroburette. Som indikator anvendes 15 dråber af en blanding af 5 ml 0,1 pct. bromkresolgrønt og 2 ml 0,1 pct. metylrødt, begge opløst i 96 pct. alkohol. Til resten i destillationskolben sættes derpå ca. 200 ml ledningsvand og 3 g Devarda's legering, hvorefter der atter afdestilleres 200 ml over

i et nyt forlag, også indeholdende 5 ml 2 pct. borsyre. Den ved reduktionen af nitrat dannede og overdestillerede ammoniak titreres som ovenfor. Blindværdier på reagenserne bestemmes på samme måde. (Det skal tilføjes, at det har været nødvendigt at rense Devarda's legering, da den gav en altfor stor blindværdi. Denne rensning er foretaget ved en meget forsigtig behandling med n natriumhydroxyd. Når blandingen begynder at reagere ganske svagt, suges legeringen hurtigt fra og vaskes derpå meget grundigt, først med alm. dest. vand, til sidst med glasdest. vand. Pulveret suges så tørt som muligt og henlægges derpå til lufttørring ved stuetemp. til næste dag. Ved destillation af 3 g Devarda's legering, rensat på denne måde, fås en blindværdi på omkring 0,5 ml 0,01 n svovlsyre).

Resultaterne af nitratbestemmelser i en række jordprøver af forskellig type, foretaget dels efter den kolorimetriske metode dels efter destillationsmetoden, er opført i tabel 2. Jordprøvernes indhold af ammoniak er bestemt, men ikke medtaget, da det er uden interesse for nærværende undersøgelse. Ingen af jorderne indeholdt påviselige mængder nitrit.

Det fremgår af tabellen, at der gennemgående er god overensstemmelse mellem de to metoder — så god som man kan vente det ved bestemmelser af denne art.

Det kan herefter fastslås, at den beskrevne kolorimetriske metode til bestemmelse af jordens nitratindhold giver tilstrækkeligt sikre og nøjagtige resultater.

Til slut skal opmærksomheden henledes på, at værdien af nitratbestemmelser i jord, uanset den anvendte metodes pålidelighed, må tages med forbehold på grund af de hurtige forandringer i kvælstofomsætningen, vanskeligheden ved prøveudtagning etc.

Tabel 2. NO_3 -indholdet i forskellige jordtyper.

A. p.p.m. $\text{NO}_3\text{-N}$ fundet efter den beskrevne kolorimetriske metode.

B. p.p.m. $\text{NO}_3\text{-N}$ fundet efter reduktion til NH_3 og destillation.

Jord nr.		A p.p.m. $\text{NO}_3\text{-N}$, kolorim.	B p.p.m. $\text{NO}_3\text{-N}$, destillation
1	ler.....	9.4	9.9
2	do.....	0	0
3	do.....	3.7	1.3
4	do.....	1.0	3.7
5	do.....	2.2	3.3
6	sand.....	0	0
7	marsk....	3.8	3.0
8	gartner...	126	105
9	do.....	116	106
10	do.....	123	99
11	do.....	23	—
12	do.....	297	245
13	do.....	77	82
14	do.....	48	61
15	do.....	39	64
16	do.....	82	77
17	do.....	117	100
18	do.....	80	79
19	do.....	108	93
20	do.....	120	121
21	do.....	1.1	3.8
22	do.....	1.4	—
23	kompost..	164	166
24	do.....	107	117
25	do.....	91	106
26	do.....	23	26
27	do.....	153	157
28	do.....	18	22
29	do.....	11	16

LITTERATUR

- R. H. Bray: Soil Sci. 60, 219, 1945.
 J. M. Bremner and K. Shaw: J. Agric. Sci. 46, 320, 1955.
 J. Buckett, W. D. Duffield and R. F. Milton: Analyst 80, 141, 1955.
 J. N. Davies and O. Owen: J. Sci. Food & Agric. 2, 268, 1951.
 L. Hlosway: Bull. Soc. Chim. France (3) 2, 388, 1889.
 J. B. Mullin and J. P. Riley: Anal. Chim. Acta 12, 464, 1955.
 J. L. Nelson, L. T. Kurtz and R. H. Bray: Anal. Chem. 26, 1081, 1954.
 C. Olsen: C. R. Lab. Carlsberg 17, nr. 15, 1929.
 H. L. Richardson: J. Agric. Sci. 28, 73, 1938.
 B. F. Rider with M. G. Mellon: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 18, 96, 1946.
 F. J. Sowden and H. J. Atkinson: Canad. J. Res. B. 27, 76, 1949.