

## Szervestrágyák „összes“-nitrogén, foszfor és kálium tartalmának gyors meghatározási módszerei

SARKADI JÁNOS, PERCZEL ISTVÁN, BELEA GYÖNGYI, LATORCZAI GYULA és  
LEGÉNY BÉLÁNÉ

*Agrokémiai Kutató Intézet Szervestrágyázási Osztálya, Budapest*

### Bevezetés

A szervestrágyák értékének elbírálásához tápanyagtartalmuk ismerete — bár nem elegendő — de szükséges feltétel. A három legfontosabb elem (N, P, K) »klasszikus« meghatározási módszerei közismertek. E módszerek is meglehetősen hosszadalmasak, ezért számos, gyors, szériavizsgálatra alkalmas eljárást dolgoztak ki. E gyors módszerek nagy száma azonban azt bizonyítja, hogy egyikük sem terjedt el általánosan, megbízhatóságukról ellentétes vélemények alakultak ki.

Mivel istállótrágyakezelési kísérleteinkben aránylag nagyszámú mintaanyagot kell feldolgozni, szükséges volt, hogy kiválasszuk azokat a módszereket, melyek céljainknak legjobban megfelelnek, illetve hogy az irodalomban talált ellentmondásokat megvizsgáljuk.

A szervestrágyák anorganikus elemeinek meghatározásához mint köztudomású, a szervesanyagot el kell roncsolni. A roncsolás történhet nedves, vagy száraz úton.

A nitrogénmeghatározáshoz 1883 óta — mióta Kjeldahl [10] módszere ismertté vált, — a kénsavas feltárást használjuk. A  $P_2O_5$  és  $K_2O$  meghatározásához a legtöbb módszerkönyv [1, 11, 12, 13] külön száraz vagy nedves roncsolást ír elő. A nedves roncsolást általában kénsav és salétromsav keverékével azzal az indokolással javasolják, hogy a nitrogénmeghatározás alkalmával végzett kénsavas feltáráskor foszfor, illetőleg káli veszteségekkel számolhatunk. Ezzel szemben mások [4, 8] a nitrogén, foszfor és káli együttes meghatározását Kjeldahl feltárással ajánlják.

Az ellentétes irodalmi adatok miatt kénytelenek voltunk tehát módszertani vizsgálatokat végezni.

### Kísérleti rész

#### 1. Feltárás

A három elem együttes meghatározására a bőséges irodalomból olyan kénsavas feltárást kellett kiválasztanunk, melyhez a legkevesebb idegen anyag (katalizátor) hozzáadása szükséges. Erre legalkalmasabbnak Sarudi [15] módszere látszott. Hadorn és munkatársai [7] vizsgálatai szerint ez a módszer élelmiszereknél némi (1,5–2%) nitrogénvesztéssel jár, ezzel szemben Ducet és munkatársai [5] növényi anyagok meghatározására megfelelőnek találták a hidrogénperoxidos módszert. Fenti szerzők azonban élelmiszerekkel és növényi anyagokkal dolgoztak, ezért megvizsgáltuk, hogy használható-e a módszer nitráttartalmú szervestrágyák meghatározására is.

Kellően homogenizált eredeti nedvességű istállótrágyamintákból 10–10 g-ot 500 ml-es Kjeldahl lombikokba mértünk. Az egyik sorozatot módosított Jodlbauer módszer szerint fenol kénsavval, nátriumtioszulfáttal és szelénkeverék katalizátorral [2], míg a másik sorozatot tömény kénsavval és hidrogénperoxiddal roncsoltuk.

## 2. Nitrogén meghatározás

A törzsoldatokból Parnass–Wagner készülékben desztillálással határoztuk meg a nitrogént, ill. az ammóniát. Egy-egy mintából általában 4 meghatározást végeztünk; az 1. táblázatban a meghatározások átlag értékeit tüntetjük fel.

1. táblázat  
Összehasonlító nitrogén meghatározások

(1) Minta	(2) Módosított Jodlbauer módszer			(3) Hidrogénperoxidos módszer			(4) Különbség	(5) Arányszám
	M	m	m %	M	m	m %		
9	1,085	±0,020	1,84	1,123	±0,018	1,60	+0,038	103,5
61/p	0,838	±0,014	1,67	0,810	±0,018	2,22	-0,028	96,8
62/p	1,012	±0,019	1,87	1,004	±0,007	0,67	-0,008	99,4
93/a	0,626	±0,003	0,48	0,628	±0,006	0,96	+0,002	100,1
93/b	0,830	±0,014	1,69	0,859	±0,018	2,10	+0,029	103,5
94/a	0,540	±0,001	0,18	0,534	±0,014	2,63	-0,006	98,9
94/b	0,597	—	—	0,583	±0,020	3,44	-0,014	97,8
95/b	0,624	±0,028	4,49	0,625	±0,018	2,88	+0,001	100,1
Átlag	0,769			0,771			+0,002	100,2

Az eredményekből látható, hogy a két módszerrel kapott értékek jól egyeznek. A trágyaminták vizsgálatán felül a roncsolás és desztillálás ellenőrzése végett ismert nitrogéntartalmú anyagból (karbamid) is végeztünk meghatározásokat. A talált nitrogén milligrammok a számított értékek 98,6–102,5%-a között ingadoztak.

## 3. $P_2O_5$ meghatározás

a) *kolorimetrikus meghatározási módszer kidolgozása.* A szériavizsgálatokra legalkalmasabb kolorimetrikus foszfát meghatározások a foszformolibden-komplex (ill. redukált alakja) vagy a foszfor-vanádiummolibden-komplex színintenzitásának mérésén alapulnak. Ezek közül trágyavizsgálatokra a metolos vagy »Photo-Rex« módszer látszott a legalkalmasabbnak, mert aránylag nagyobb foszforkonzentrációjú oldatok kolorimetrikus meghatározásra is alkalmas. Tschopp ajánlotta először redukálószerként a monomethyl-p-Amidofoszulfátot. Módszerét azóta többen, így Scheel [16], Butyenko és Kirs [3], továbbá Herrmann és munkatársai [9] módosították műtrágyák ill. a Neubauer-hamu  $P_2O_5$ -tartalmának meghatározására. Mivel mi erősen savas és zavaró ionokat tartalmazó kivonatok foszfortartalmát kívántuk meghatározni, további módosítások váltak szükségessé. Előkísérleteink alkalmával megállapítottuk, hogy a szervestrágyák kivonataiban sajnos, gyakran oly mennyiségű  $SiO_2$  található, mely már zavarja a meghatározást. Az egyéb zavaró ionok ( $Fe^{+++}$ , As, stb.) mennyisége elhanyagolható. A  $SiO_2$  zavaró hatásának kiküszöbölésére itt is alkalmasnak találtuk a borkősavval való maszkírozást [18]. Az aránylag nagy H<sup>+</sup> (ill. Hidrónium) ion koncentráció zavaró

hatását (időben eltolódik a maximális színintenzitás kialakulása) semlegesítéssel lehet megszüntetni. Előkísérleteink alkalmával azt is megállapítottuk, hogy kevesebb kémszer használata is elegendő.

Az általunk módosított metolos módszert Lórenz—Endrédy [6] eljárással hasonlítottuk össze. A trágyamintákat mésztejjel megnedvesítve 500°-on elhamvasztottuk, a hamut királyvízben feloldottuk és a törzsoldatok foszfortartalmát mindkét módszerrel meghatároztuk.

2. táblázat

Összehasonlító  $P_2O_5$  vizsgálatok királyvízes törzsoldatokból

(1) Mintaszám	(2) $P_2O_5\%$		(3) Arányszám
	Lórenz—Endrédy szerint	Módosított metolos módszer	
1. ....	0,260	0,272	104,8
2. ....	0,240	0,248	103,5
3. ....	0,252	0,252	100,0
4. ....	0,221	0,229	103,8
5. ....	0,231	0,225	97,5
6. ....	0,202	0,200	99,0
7. ....	0,226	0,222	98,3
8. ....	0,813	0,812	99,9
9. ....	0,916	0,931	101,8
10. ....	0,683	0,692	101,3
11. ....	0,734	0,730	99,6
12. ....	0,578	0,550	95,2
13. ....	0,242	0,234	96,6
14. ....	0,220	0,228	103,8
15. ....	0,311	0,313	100,8
Átlag .....	0,4086	0,4092	100,1

Egy-egy törzsoldatból két-két párhuzamos vizsgálatot végeztünk. A párhuzamos meghatározások közötti egyezés mindkét módszerrel kielégítő volt (az eltérés kisebb mint 3 relatív százalék), ezért a 2. táblázatban csak a meghatározások középértékeit tüntettük fel, az eredeti nedvességű trágyaminták  $P_2O_5\%$ -ában kifejezve. A táblázatból látható, hogy a vizsgált módszerek közötti egyezés kielégítő. (A gravimetrikus foszformeghatározásokat Krámer Mihály végezte, munkájáért e helyen mondunk köszönetet.)

b) *A kénsavas feltárás alkalmazhatóságának vizsgálata.* A következőkben azt kívántuk eldönteni, hogy kell-e  $P_2O_5$  veszteséggel számolnunk a kénsavas roncsolás folyamán. Különböző mennyiségű  $KH_2PO_4$  adagokat mértünk be Kjeldahl lombikokba, majd 8 óráig roncsoltuk kénsav és  $H_2O_2$  elegyével. Roncsolás után a lombikok tartalmát 250 ml-es mérőlombikokba mostuk és a törzsoldatok foszfortartalmát a metolos módszerünkkel meghatároztuk.

Bár a 3. táblázat szerint némi veszteség tapasztalható, ez a gyakorlati trágyavizsgálatok szempontjából elhanyagolható. Ez kitűnik a 4. táblázatból is, melyben a kénsav + hidrogénperoxidos roncsolásból végzett meghatározások eredményeit hasonlítjuk össze a száraz úton (500°-on végzett égetés, utána a hamu királyvízes feltárása) végzett roncsolások eredményeivel. Egy-egy mintából 4 párhuzamos be-

mérést és minden egyes törzsoldaltból két párhuzamos meghatározást végeztünk. A 4. táblázatban a 8—8 meghatározás középértékét és a középértékek »négyzetes« középhibáit tüntettük fel.

3. táblázat

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> meghatározások kénsavas roncsolással

(1) P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> mg		(2) Különbség	(3) Talált mg a bemért %-ában
Bemért	Talált		
50,1	48,7 ± 0,0	-1,4	97,2
50,4	50,3 ± 0,3	-0,1	99,8
125,1	122,4 ± 0,5	-2,7	97,8
125,7	123,9 ± 0,6	-1,8	98,6
626,0	626,5 ± 1,5	+0,5	100,1
626,0	620,5 ± 1,5	-5,5	99,1
267,2	265,7	-1,8	99,3

4. táblázat

Összehasonlító P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> meghatározások

(1) Minta- szám	(2) P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> mg/100 g nedves trágya						(3) Különbség		(4) Arány- szám
	Királyvizes feltárás			H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -as feltárás			D	md	
	M	m	m%	M	m	m%			
1. ....	250	± 6,4	2,6	248	± 2,5	1,0	-2	± 6,8	99,3
2. ....	220	± 4,3	2,0	222	± 3,3	1,5	+2	± 3,9	101,0
3. ....	786	± 11,4	1,5	794	± 14,2	1,8	+8	± 18,3	101,0
4. ....	575	± 8,8	1,5	571	± 12,0	2,1	-4	± 14,9	99,3
5. ....	314	± 9,0	2,8	310	± 5,3	1,7	-4	± 3,3	98,7

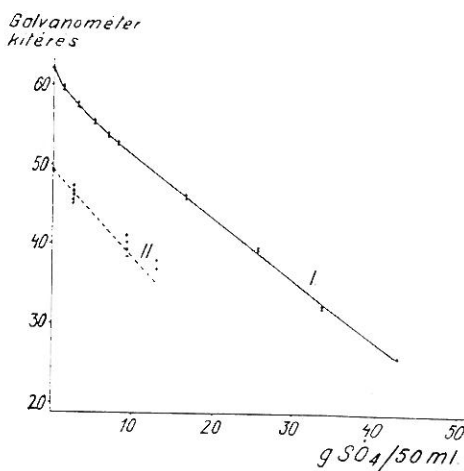
A táblázatból látható, hogy a vizsgált eljárások közötti egyezés kielégítő, a két eljárás közti különbségek nagyságrendje általában kisebb, az analitikai ill. a minták inhomogenitásából származó hibák nagyságrendjénél.

4. K<sub>2</sub>O meghatározás

A lángfotométerek elterjedése óta a leggyorsabb a kettős vörös kálium vonal (7665/7699 Å°) intenzitás mérésén alapuló meghatározás. Az irodalom szerint az erős ásványi savak, ill. sóik zavarnak [14]. C a l w e l [4] szerint az oldat semlegesítésével és nagymennyiségű (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adagolással reprodukálható értékeket lehet kapni, sajnos azonban ez a módszer a mi vizsgálataink szerint nem vált be. Ennek az is lehet az oka, hogy a tapasztalat szerint az egyes készülékek érzékenysége a fotocella és a szűrő minősége szerint változó, ezért ajánlatos, hogy minden lángfotométerrel rendelkező laboratórium megvizsgálja készüléke tulajdonságait.

Vizsgálatainkat a Zeiss (Jena) cég által készített Schuhknecht—Waibel lángfotométerrel végeztük. Megállapítottuk, hogy a kénsav ill. a SO<sub>4</sub> ionok mennyisége erősen befolyásolja a meghatározást. 50 ml-es mérőlombikokba 8—8 mg K<sub>2</sub>O-nak megfelelő K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oldatokat mértünk be és növekvő mennyiségű kénsavat adagoltunk hozzá. A szulfát koncentráció növelésével a spektrum intenzitása illetőleg a galvanometer kitérése állandóan csökken (1. ábra I-es görbe). Ugyanez a helyzet akkor is, ha NH<sub>4</sub>OH-dal semlegesítettük a kénsavat, illetőleg ha növekvő mennyi-

ségű  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -t adagoltunk (ez esetben 5–5 mg  $\text{K}_2\text{O}$ -t mértünk a lombikokba). Sajnos, a tömény sóoldatok vizsgálatakor a készülékünk igen megbízhatatlanul mér, a porlasztó gyakran eltömődik, a láng erősen ingadozik. A II. görbénél látható, hogy az egyes ismétlések annál erősebben térnek el egymástól, minél több az  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  mennyisége.



1. ábra

Az oldat szulfáttartalmának befolyása a galvanométer kitérésére I. Kénsav. II. Nátriumszulfát

A semlegesítést ezért el kellett hagynunk, a kénsav zavaró hatását pedig úgy küszöböltük ki, hogy mind a törzsoldatok, mind a standardok szulfát koncentrációját egyforma értékre igyekeztünk beállítani. A feltárás alkalmával 30 ml cc  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -t adagolunk a trágyamintákba, tehát a 250 ml-es törzsoldatokban a kénsav maximális koncentrációja 20 súly % lehet. (A gyakorlatban ennél mindig kevesebb a törzsoldatokban a kénsav, mert a roncsoláskor  $\text{SO}_3$  gőzök távoznak el.)

Vizsgálendő törzsoldatainkban általában 0,2–0,4% lehet a maximális anorganikus sókoncentráció. Az 5. táblázatban közölt vizsgálataink szerint ez a sőtár.

5. táblázat

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  hatása a  $\text{K}_2\text{O}$  meghatározás pontosságára

(1) Adagolt $\text{K}_2\text{O}$	(2) $\text{H}_2\text{SO}_4$ mg 50 ml deszt. víz	(3) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ mg 50 ml deszt. víz	(4) Galvanometer kitérés	(5) Talált $\text{K}_2\text{O}$ mg	(6) Arányszám
—	—	—	2,0	—	—
—	10,000	2,000	2,0	—	—
3	10,000	—	24,0	3,0	100,0
3	10,000	400	24,0	3,0	100,0
3	10,000	2,000	24,0	3,0	100,0
6	10,000	—	47,5	6,0	100,0
6	10,000	400	48,0	6,05	100,9
6	10,000	2,000	46,5	5,85	97,5

talom a nagymennyiségű kénsav mellett nem befolyásolja az eredményeket, tehát a  $\text{SO}_4$  tartalmat a H ion koncentráció alapján egyszerű titrálással határozhatjuk meg.

Ezek után megvizsgáltuk, hogy a törzsoldatokban vannak-e egyéb, a meghatározást zavaró anyagok. 10–10 trágyaminta feltárásával nyert törzsoldatból aliquot részeket összekevertünk és az így kapott két »keverék« törzsoldatból (I és II) 25–25 ml-t, majd különböző mennyiségű  $K_2O$ -t adagoltunk 50 ml-es mérőlombikokba. A  $H_2SO_4$  koncentrációt 10 n  $H_2SO_4$ -val 20%-ra egészítettük ki, majd a lombikokat jelig töltöttük s meghatároztuk az oldatok  $K_2O$  tartalmát.

6. táblázat

Törzsoldatokhoz adagolt ismert mennyiségű  $K_2O$  meghatározása

(1) Törzsoldat	(2) Adagolt $K_2O$ mg	(3) Galvanométer kitérés	(4) Talált $K_2O$ mg	(5) Visszakapott $K_2O$ mg	(6) Különbség mg	(7) Arányszám
I ...	—	55,6	7,20	—	—	—
I .....	1	61,0	8,15	0,95	—0,05	95,0
I .....	5	79,5	12,10	4,90	—0,10	98,0
II .....	—	23,5	2,70	—	—	—
II .....	1	32,0	3,60	0,90	—0,10	90,0
II .....	5	59,0	7,80	5,10	+0,10	102,0
II .....	10	82,0	12,85	10,15	+0,15	101,5

Az eredményekből látható, hogy a bemért és visszakapott  $K_2O$  mg-ok között az egyezés gyakorlati vizsgálatok céljaira kielégítő, törzsoldatainkban a  $SO_4$ -okon kívül nincsen olyan anyag, mely a káli vonalak intenzitását csökkentené.

7. táblázat

A törzsoldatok mennyiségének befolyása a  $K_2O$  meghatározására

(1) I törzs- oldat ml/50 ml	(2) Talált $K_2O$ mg	(3) 25 ml törzs- oldatra számítva	(4) Az átlag %-ban	(1) II törzs- oldat ml/50 ml	(2) Talált mg $K_2O$	(3) 25 ml törzs- oldatra számítva	(4) Az átlag %-ban
5	1,40	7,00	98,6	5	0,55	2,70	100,2
10	2,85	7,12	100,2	10	1,05	2,62	97,5
15	4,20	7,00	98,6	15	1,60	2,66	98,9
20	5,70	7,13	100,3	20	2,15	2,69	100,0
25	7,20	7,20	101,5	25	2,70	2,70	100,2
30	8,50	7,08	99,7	30	3,25	2,71	100,8
35	10,00	7,15	100,9	35	3,70	2,64	98,2
Átlag		7,10				2,69	

Végül azt kellett kipróbálnunk, hogy a törzsoldatainkban levő egyéb kationok növelik-e a kálium vonalak intenzitását. Az irodalomból ismeretes [17], hogy a növényi kivonatokban várható zavaró kationok megfelelő vörös vonalának intenzitása jóval kisebb a kettős kálivonalénál, s emellett az ionkoncentráció és az

intenzitás összefüggését ábrázoló függvény jóval kevésbé meredek, mint a kálium esetében. Ha tehát egy olyan törzsoldatot, amely pl. nagymennyiségű Na-t tartalmaz, kétszeresére töményítünk, az előzőleg meghatározott látszólagos  $K_2O$  tartalom kétszeresénél kevesebbet kapunk, mert a megfelelő Na vonal intenzitása jóval kisebb mértékben növekszik a koncentráció növelésével, mint a káliumé.

Törzsoldatainkból 50 ml-es lombikokba különböző térfogatu aliquot részeket mértünk, a  $H_2SO_4$  koncentrációt mindegyik lombikban 20%-ra állítottuk és meghatároztuk az 50 ml össztérfogatú oldatok  $K_2O$  tartalmát.

A 7. táblázatban közölt eredményekből látható, hogy az eredmények megnyugtatóak, nagymennyiségű zavaró kation nem lehet a vizsgált törzsoldatokban.

### Az ajánlott módszer

Vizsgálataink alapján szerves trágyák N, P, K tartalmának meghatározására az alábbi eljárást ajánljuk.

A kellő mértékben homogenizált trágyamintából a nedvességtartalomtól függően 5—15 g-t 500 ml-es Kjeldahl-lombikba mérünk. 30 ml cc  $H_2SO_4$ -t adunk hozzá és a lombik alapos összerázása után 24 óráig szobahőmérsékleten állni hagyjuk. Amennyiben a vizsgálat sürgős, a 24 órás állás helyett vízfürdőn 1 óráig melegítjük. Azután óvatosan kb. 2—3 ml 30%-os N, P és K mentes  $H_2O_2$ -t adagolunk a lombikokba. Összerázás után ronszolófülkében óvatosan gyenge lángon a fehér gőzök megjelenéséig ronszoljuk. Ezután a lángot leoltjuk és most már 4—5 ml  $H_2O_2$ -t adagolunk óvatosan a lombikba (ha túlheves a reakció 2—3 részletben) ezután erősebb lángon ronszolhatunk. A fehér gőzök megjelenése után újra eloltjuk a lángot és a  $H_2O_2$  adagolást megismételjük, mindaddig, míg az oldat világos sárga lesz. Összesen 15—20 ml  $H_2O_2$  elegendő szokott lenni. Az utolsó  $H_2O_2$  adagolás után még kb. félóráig ronszolunk erős lángon, míg az oldat teljesen kiszíntelenedik, illetve tejfehér lesz (erősen földes trágyaminták esetében az oldat szürkésfehér).

A Kjeldahl-lombik tartalmát 250 ml-es mérőlombikba mossuk és aliquot részből (10—20 ml) desztillálással (célszerűen Parnass—Wagner készülékben) meghatározzuk a törzsoldat  $NH_3$  illetve N tartalmát.

A  $P_2O_5$  meghatározás céljára a törzsoldatból mikropipettával 0,1—1,0 mg  $P_2O_5$  tartalmú oldatot (1—2 ml) 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk. Az oldathoz 2 csepp  $\beta$ -dinitrofenolt adunk és kb. n NaOH-dal a sárga szín megjelenéséig semlegesítünk, majd 5 ml 1%-os borkősavoldatot adunk hozzá. Az oldatot desztillált vízzel 25 ml-ig kiegészítjük, hozzáadunk 4 ml keverék reagenst, majd 10 perc után 10 ml 2,5 n nátrium acetátot, majd a lombikot jelig töltjük. Újabb 10 perc eltelte után az oldat kolorimetrálható, színe kb. 3 óráig állandó.

A standard oldatok is lehetőleg ugyanannyi anorganikus só-t tartalmazzanak, mint a vizsgálandó oldatok, tehát az ismert  $P_2O_5$ -mennyiségeket tartalmazó lombikokhoz 1 ml kb. 10 n  $H_2SO_4$ -at adunk, semlegesítjük, s a továbbiakban ugyanúgy kezeljük, mint a vizsgálandó oldatokat.

A kálium meghatározáshoz 20—25 ml (2—10 mg  $K_2O$ ) törzsoldatot 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk. Ezután annyi ml kb. 10 n kénsavat adunk a lombikba, hogy a végtérfogatban 10 g kénsav legyen. Ehhez előzőleg meg kell határoznunk a törzsoldat kénsav koncentrációját, 2—5 ml törzsoldatot n NaOH-dal megtitrálunk. Ezen adatból már ki tudjuk számítani, hogy mennyi 10 n kénsavat kell a

lombikba adagolnunk.  $\left(x = \frac{10 \cdot a \cdot y}{0,4904 \cdot f}\right)$  ahol  $x$  = adagolandó 10 n  $H_2SO_4$  ml,

$a$  = törzsoldat ml,  $y$  = g  $H_2SO_4$ /ml törzsoldat,  $f$  = 10 n  $H_2SO_4$  faktora.

A szükséges  $H_2SO_4$  adagolás után a lombikot összerázzuk, lehűlés után jelig töltjük és meghatározzuk a  $K_2O$  tartalmát. Természetesen az összehasonlításhoz szolgáló standardek kénsavkoncentrációjának is 20%-osnak kell lenniök.

### Szükséges vegyszerek

- a) Feltáráshoz
1. cc  $H_2SO_4$
  2. 30%-os  $H_2O_2$  (N, P és K mentes)
- b) N meghatározáshoz
1. 40%-os NaOH (technikai)
  2. n/70  $H_2SO_4$
  3. 1%-os bórsav
  4. Metilvörös-metilénkék keverés indikátor (0,2 g metilvörös + 0,1 g metilénkék 200 ml 60%-os alkoholban oldva)
- c)  $P_2O_5$ - meghatározáshoz
1. Molibdenát oldat. 50 g kristályos ammóniummolibdenatot 500 ml 10 n kénsavban gyenge melegítés közben feloldunk. Lehűlés után desztillált vízzel 1000 ml-re kiegészítjük.
  2. Redukáló oldat. 1 g metolt, 5 g  $Na_2SO_3$ -t és 150 g  $NaHSO_3$ -t (vagy 75 g  $Na_2S_2O_5$ -t) 1000 ml-es mérőlombikba mérünk és 700—800 ml meleg deszt. vízben feloldunk. Kihűlés után a lombikot jelig töltjük. Szükség esetén az oldatot megsűrjük.
  3. Keverék reagens. 1 rész molibdenát oldatot 1 rész redukáló oldattal összekeverünk. (Míg a molibdenát és a redukáló oldat sötét üvegcben hónapokig eltartható, addig a keverék reagenset minden nap frissen kell készíteni.)
  4. 2,5 n natriumacetát oldat. 340 g  $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ -t 1000 ml-es mérőlombikban deszt. vízzel feloldunk és pH-ját 7-re állítjuk be. Amennyiben a natriumacetát foszfot tartalmaz, az oldathoz mésztejet adunk. 24 óra múlva a csapadékot leszűrjük és a szüredék pH-ját 7-re beállítjuk.
  5. Standard foszfát oldat. 0,1917 g vízmentes  $KH_2PO_4$ -t 1000 ml-es mérőlombikban deszt. vízben oldunk. Tartósítás céljából pár csepp toluolt vagy kloroformot adunk hozzá.
  6.  $\beta$  dinitrofenol indikátor. 0,4 g-ot 100 ml 50%-os alkoholban feloldunk.
- d)  $K_2O$  meghatározáshoz
1. 10 n  $H_2SO_4$
  2.  $K_2O$  standard oldat. 1,850 g  $K_2SO_4$  1000 ml desztillált vízben oldva.

### Összefoglalás

Vizsgálatokkal igazoltuk, hogy szervestrágyaminták »összes« N, P, K tartalma egy feltárásból nyert törzsoldatból aránylag kényelmesen és gyorsan meghatározható. A feltárást kénsav és hidrogénperoxid keverékkel végeztük. A törzsoldatokból a N-t desztillálással, a  $P_2O_5$ -t az általunk módosított metolos módszerrel, a  $K_2O$ -t pedig lángfotométerrel határoztuk meg.

Érkezett : 1954. november 20.

### Irodalom

- [1] Ballenegger, R. & Mados, L. : Talajvizsgálóti módszerkönyv. 302. oldal. M. Áll. Földtani Intézet kiadása. Budapest. 1944.
- [2] Ballenegger, R. : Talajvizsgálóti módszerkönyv. 178. oldal. Mezőgazdasági kiadó. Budapest. 1953.
- [3] Butyenko, G. A. & Kirs, N. V. : Zav. lab. 9. 555. 1940. Cit. : Babko—Pilipenko : Kolorimetriás analízis. 225. oldal. Akadémiai kiadó. Budapest, 1953.

- [4] *Calwell, A. J.* : Journal of the Science of Food and Agriculture. **5**. 195. 1954.  
 [5] *Ducet, G., Bats, I. & Mme Dupouy-Bras* : Annales Agronomiques **2**. 367. 1951.  
 [6] *Endrédy, E.* : Z. anorg. Chemie. **194**. 239. 1930.  
 [7] *Hadorn, H., Jungkunz, R. & Bieffer, K. W.* : Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **44**. 14. 1953.  
 [8] *Herrmann, R.* : Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenbuch) II. köt. 115. oldal. Neumann—Neudamm. Berlin. 1941.  
 [9] *Herrmann, R., Lederle, P. & Metzén, O.* : Bodenkunde u. Pfl. Ernähr. **24**. 356. 1941.  
 [10] *Kjeldahl, I.* : Z. Anal. Chem. **22**. 366. 1883.  
 [11] *Klein, G.* : Handbuch der Pflanzenanalyse, I. 180. oldal. Springer. Berlin. 1931.  
 [12] *Lepper, A. H.* : Official Methods of Analysis of the Association of the Official Agricultural Chemists. A. O. A. C. Washington. 7. kiadás. 8. oldal. 1950.  
 [13] *Peterburgszkij, A. V.* : Agrokémiái Praktikum. 333. oldal. Szeljhozgiz. Moszkva. 1954.  
 [14] *Rauterberg, E., & Knippenberg, E.* : Bodenkunde u. Pfl. Ernähr. **20**. 364. 1941.  
 [15] *Sarudi, I.* : Szervetlen mennyiségi analízis. 322. oldal. A szerző kiadása. Budapest. 1949.  
 [16] *Scheel, Z.* : Z. Anal. Chem. **50**. 256. o. 1936.  
 [17] *Schuhknecht, W.* : Angew. Chem. **50**. 299. o. 1937.  
 [18] *Sik, K. & Koch, L-né* : Agrokémiái és Talajtan. **2**. 207. 1953.

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА КАЛИЯ, ФОСФОРА И АЗОТА В ОРГАНИЧЕСКИХ УДОБРЕНИЯХ

Я. Шаркади, И. Перцел, Д. Бэла, Д. Латорцан и Б. Легень

Отдел органических удобрений Научно-Исследовательского Института Агрохимии, Будапешт (Венгрия)

### Резюме

Опытами доказано, что содержание NPK в образцах органических удобрений можно быстро и просто определить после мокрого озоления. Озоление производится с помощью  $H_2SO_4$  и  $H_2O_2$ . После перегонки азот сравнивали с данными, полученными по методу Иодльбауэра. Данные соответствовали друг другу (таблица 1). Для определения  $P_2O_5$  использовался, усовершенствованный, нами метоловый метод. (табл. 2). Мы показали, что при озолении с помощью  $H_2SO_4$  потери  $P_2O_5$  незначительны, (табл. 3). Для определения  $K_2O$  можно использовать пламенный фотометр Шухткнехт—Вейбеля, даже при исходных растворах, содержащих много  $H_2SO_4$ , если стандартные и исходные растворы имеют постоянную и одинаковую концентрацию  $H_2SO_4$  (табл. 6, 7).

На основе наших опытов подробно описываем наш метод для определения состава органических удобрений.

*Рис. 1.* Влияние содержания сульфатов в растворе на движение стрелки гальванометра. I серная кислота. II Сульфат натрия.

*Таблица 1.* Сопоставление результатов определения азота разными методами (1) образец (2) усовершенствованный метод Иодльбауэра (3) гидрогенпероксидный (4) разница (5) соотношение.

*Таблица 2.* Сопоставление исследования  $P_2O_5$  из исходного раствора царской водки (1) образца (2)  $P_2O_5$  в % по Норез—Эндреди этот метод является усовершенствованным метоловым методом. (3) соотношение.

*Таблица 3.* Определение  $P_2O_5$  при озолении  $H_2SO_4$ . (1)  $P_2O_5$  в мг. (2) разница (3)  $P_2O_5$  в % навески.

*Таблица 4.* Сопоставление определения NPK. (1) № образца (2)  $P_2O_5$  в мг/100 гр. влажного навоза методами царской водки и озоления  $CH_2SO_4$  (3) разница (4) соотношение.

*Таблица 5.* Влияние  $(NH_4)_2SO_4$  на точность  $K_2O$ . (1) Дозы  $K_2O$  (2)  $H_2SO_4$  в мг/50 мл дистиллированной воды (4) отклонение гальванометра (5)  $K_2O$  в мг (6) соотношение.

*Таблица 6.* Определение известного количества  $K_2O$  прибавляемого к основному раствору. (1) исходный раствор (2) определённое количество  $K_2O$  которое мы дали необходимому раствору (3) отклонение гальванометра (4) количество найденного  $K_2O$  в мг. (5) вторично полученный  $K_2O$  в мг. (6) разница.

*Таблица 7.* Влияние количества исходного раствора для определения  $K_2O$ . (1) I, II исходный раствор в мг. (2)  $K_2O$  в мг. (3) пересчёт на 25 мл. исходного раствора (4) количество  $K_2O$  в %.

## Methoden zur Bestimmung des »gesamten« Stickstoff-, Phosphor- und Kalium-Gehaltes bei organischen Düngern

J. SARKADI, I. PERCZEL. GY. BELEA, GY. LATORCZAI und FRAU B. LEGÉNY

Agrochemisches Forschungsinstitut, Abteilung für organische Düngung, Budapest (Ungarn)

### Zusammenfassung

Untersuchungen erwiesen, dass der »gesamte« N-, P- und K-Gehalt von organischen Düngerproben aus einer durch gemeinsame Aufschliessung gewonnenen Stammlösung verhältnismässig leicht und rasch bestimmt werden kann. Die Aufschliessung wurde mit einer Mischung von  $H_2SO_4$  und  $H_2O_2$  vorgenommen. Den mit Destillation bestimmten N-Gehalt haben wir vermittels des Jodlbauer-Verfahrens verglichen und hierbei gut übereinstimmende Ergebnisse erhalten (Tabelle 1). Für die  $P_2O_5$ -Bestimmung haben wir eine — unsererseits abgeänderte — Form des Methol-Verfahrens als geeignet befunden (Tabelle 2). Wir haben erwiesen, dass im Verlaufe der Zerstörung mit  $H_2SO_4$  kein wesentlicher  $P_2O_5$ -Verlust eintritt (Tabelle 3). Der Schuhknecht—Waibel-Flammenphotometer ist auch zur Bestimmung des  $K_2O$ -Gehaltes von Stammlösungen mit hohem  $H_2SO_4$ -Gehalt geeignet, falls die  $H_2SO_4$ -Konzentration der Standard- und der Stammlösungen immer auf die gleichen Werte eingestellt werden (Tabellen 6. und 7.)

Auf Grund unserer Untersuchungen wird die zur Prüfung von organischen Düngern empfohlene Methode eingehend erörtert.

Abb. 1. Der Einfluss des Sulphatgehaltes der Lösung auf den Ausschlag des Galvanometers I. Schwefelsäure. II. Natriumsulphat.

Tabelle 1. Vergleichende Stickstoffbestimmungen. (1) Probe. (2) Abgeändertes Jodlbauer-Verfahren. (3) Wasserstoffsuperoxyd-Verfahren. (4) Unterschiede. (5) Verhältniszahl.

Tabelle 2. Vergleichende  $P_2O_5$ -Untersuchungen mit Salpetersalzsäure-Stammlösungen. (1) Nummer der Probe. (2)  $P_2O_5$ -Prozent laut Lorenz-Endrédy-Verfahren, bzw. mit dem modifizierten Methol-Verfahren bestimmt. (3) Verhältniszahl.

Tabelle 3.  $P_2O_5$ -Bestimmungen mit Schwefelsäurezerstörung. (1) Zugewogene, bzw. gefundene  $P_2O_5$  mg. (2) Unterschied. (3) Gefundene mg im Prozentsatz der zugewogenen Menge.

Tabelle 4. Vergleichende  $P_2O_5$ -Bestimmungen. (1) Nummer der Probe. (2)  $P_2O_5$  mg/100 g feuchten Düngers aus Salpetersalzsäure bzw. Schwefelsäure-Aufschliessung. (3) Unterschied. (4) Verhältniszahl.

Tabelle 5. Einfluss von  $(NH_4)_2SO_4$  auf die Genauigkeit der  $K_2O$ -Bestimmung. (1) Zugewogenes  $K_2O$ . (2)  $H_2SO_4$  mg/50 ml dest. Wasser. (3)  $(NH_4)_2SO_4$  50 ml dest. Wasser. (4) Ausschlag des Galvanometers. (5) Gefundene  $K_2O$  mg. (6) Verhältniszahl.

Tabelle 6. Bestimmung von  $K_2O$ , welches den Stammlösungen in bekannter Menge zugeführt wurde. (1) Stammlösung. (2) Zugeführte  $K_2O$  mg. (3) Ausschlag des Galvanometers. (4) Gefundene  $K_2O$  mg. (5) Zurückerhaltene  $K_2O$ -mg. (6) Unterschied. (7) Verhältniszahl.

Tabelle 7. Einfluss der Stammlösungsmenge auf die Bestimmung von  $K_2O$ . (1) Stammlösung I. bzw. II. ml/50 ml. (2) Gefundene  $K_2O$ -mg. (3) Auf 25 ml Stammlösung bezogen. (4) Im Prozentsatz des Durchschnitts.