

## A talajokban előforduló különböző nitrogén vegyületek elemzése Bremner szerint

A talajban levő nitrogén mennyiségének, formáinak, átalakulásainak tanulmányozásához olyan módszerek szükségesek, melyekkel a különféle N-vegyületek (szerves-N, szervesetlen-N, kicserélhető ammónium-, nitrát-, nitrit-N, kötött ammónium-N, mineralizálható-N, karbamid-N, ... stb.) mennyisége, valamint azok kismérvű mennyiségi változásai egyaránt nagy érzékenységgel és pontossággal határozhatók meg. Az utóbbi években ezektől a módszerektől azt is elvárjuk, hogy egyidejűleg tegyék lehetővé a talaj különféle N-vegyületeiből a nitrogén stabilis izotópszétételének meghatározását és ezzel a talajban végbemenő N-átalakulási folyamatok  $^{15}\text{N}$  stabil izotóp indikációval történő vizsgálatát.

A vázolt szempontok érvényesülnek BREMNER munkásságában, aki munkatár-saival együtt a „Soil Science Society of America Proceedings” folyóiratban „Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils” címen ismerteti a témakörben alapvető fontosságúnak mondható eljárásokat [2, 3, 4, 5, 6, 7, 8]. Módszerei azért érdemelnek különös figyelmet, mert azokat a már meglevő módszerek értékelő tanulmányozása során szerzett tapasztalatait felhasználva dolgozta ki úgy, hogy eljárásai a tanulmányozott módszerek általa észlelt hibáitól mentesek [1]. Munkája során figyelembe vette és összehangolta szinte valamennyi lényegesebb terület sajátos módszertani igényeit, s így módon olyan egységes analízis-rendszer dolgozott ki, mellyel a talaj-nitrogén helyzetéről, az abban folytonosan végbemenő változásokról a korábbiaknál megbízhatóbb képet nyerhetünk. Meg kell azonban jegyeznünk, hogy bizonyos elvi korlátok miatt (a kicserélhető, ill. kötött ammónium-N értelmezésére nincs egy általánosan elfogadott definíció) — a talajok szerves vegyületei közel felének kémiai azonosítása még nem történt meg . . . stb.), e módszerek egy része is — ahogyan azt BREMNER is kifejti és megokolja — a kutatók többsége által elfogadott konvenciókon alapulnak, tehát nem abszolút módszerek.

*Az ismertetésre kerülő eljárások lényege.*

Megfelelő előkészítés után a talajban levő különféle N-vegyületeket ammónium-vegyületekké alakítják át, vízgőzdesztillációval elkülönítik, az átdesztillált ammóniát indikátoros bórsav oldatban fogják fel, majd az ammónia mennyiségét savval történő titrálás útján határozzák meg. A titrált és megsavanyított oldatot bepárolják, majd lúgos NaOBr-oldattal az ammóniát nitrogén gázzá alakítják át a nitrogén stabilis izotóparányának mérése céljából. A minták előkészítése a különféle N-vegyületek ammónium-vegyületekké történő átalakításához, valamint maga az átalakítás, változatos analitikai feladatok megoldását igényli ugyan, azonban az ezt követő műveletek elvi azonossága lehetővé tette egy olyan desztilláló berendezés és ammónia meghatározási módszer kidolgozását, amely bármelyik itt ismertetett feladat megoldására alkalmas. Ezt a desztilláló berendezést és ammónia meghatározási módszert ismer-tjük elsőként.

### Készülék és módszer az ammónia desztillálására és meghatározására [2]

*A desztilláló berendezés.* A desztilláló berendezés a gőzfejlesztő kazánal együtt üvegből készült és annak egyes részei normál üvegiszolatokkal kapcsolhatók össze. A berendezéshez tartozó KJELDAHL-lombikok is normál csiszolattal vannak ellátva és a lombikok térfogata 50—250 ml. között változik. A desztilláló berendezésben az ammónia megkötődése minimumra csökkenthető, ill. a megkötött ammónia nyomok a készülék szétszedése nélkül abból eltávolíthatók. A minták ammóniával történő elszennyeződésének valószínűsége is minimális. A cserélhető, különféle fajtájú és irtartalmú lombikok pedig az előírt desztillálási feladatok megoldását teszik lehetővé.

*Desztillációs eljárások.* A desztillálásokat az esetben, ha az  $^{15}\text{N}$  analízis nem követelmény, az A-eljárás szerint, ellenkező esetben a B-eljárás szerint végezzük el.

*A-eljárás.* A desztilláló berendezésből az esetleges ammónia nyomokat használat

előtt 10 percig tartó vízgőzdesztillálással távolítjuk el. Ezután a desztillálendő mintát tartalmazó megfelelő lombikot a készülékhez csatlakoztatjuk és a desztillálást megkezdve addig folytatjuk, amíg a szedőben 30 ml desztillátum gyűlik össze (kb. 4 perc).

*B-eljárás.* Használat előtt a készüléken etilalkoholt desztillálunk át, majd a desztillálendő mintát tartalmazó megfelelő KJELDAHL-lombikot a készülékhez kapcsoljuk és a desztillálást addig folytatjuk, amíg a szedőben 35 ml desztillátum gyűlik össze (kb. 4 perc). Ezután a desztilláló lombikot etilalkoholt tartalmazó lombikra cseréljük, majd a desztillálást változatlan szedő mellett 65 ml térfogat eléréséig folytatjuk.

Az előzetes alkoholos desztillálás a készülék által megkötött  $^{15}\text{N}$ -tartalmú ammónia nyomok eltávolítása miatt szükséges, míg az utólagos alkoholos desztillálás a mintában levő ammónia teljes kinyerését szolgálja.

*Az ammónia meghatározása.* Az A és B eljárások során átdesztillált ammóniát olyan nátriumhidroxiddal semlegesített, víz és etilalkohol elegyében oldott bórsavban fogják fel — amely brómkrezolzöld és metilvörös indikátorok meghatározott arányú keverékét is tartalmazza. A hűtő végének leöblítése után a desztillátumot mikrobürettából 0,005 N kénsavval titrálják.

#### Egyszerűsített eljárás a talaj-nitrogén izotóparányának mérésére [4]

*Az eljárás lényege.* A talajban levő nitrogén vegyületet úgy alakítják át ammónium vegyületekké, hogy a mintát megfelelő ideig olyan forró kénsavval kezelik, amely ml-ként kb. 0,7 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$ -ot tartalmaz. A kapott szuszpenziót mérőlombikba mossák át és miután az leülepedett, a tiszta folyadék 10 ml-éből nátriumhidroxid adagolás utáni vízgőzdesztillálással az ismeretett készülékben és módon meghatározzák az ammónia-N tartalmát. A tiszta folyadék egy másik részéből (4 ml) az ammónia desztillálása nélkül, közvetlenül NaOBr-os oxidációval alakítják át az ammóniát nitrogén gázzá az izotóparány mérése céljából.

A módszer nagy előnye, hogy egyazon oldatból lehetővé teszi mind az összes nitrogén meghatározását, mind a nitrogén gáz stabilis izotópposzetételének analizését oly módon, hogy az izotóparány mérés szempontjából egyik legkritikusabb műveletet az ammónia desztillálását és a desztillátum bepárlását kiküszöböli. Ezzel egyértelműen kizárja annak a lehetőségét is, hogy a vizs-

gálandó minta az ammónia desztillálása alatt a készülékben maradt ammónia nyomokkal, ill. a bepárlás alatt a levegő nitrogénjével szennyeződjenek.

A javasolt módszer Bremnernek egy korábbi Cu—Se katalizátoros módszerével [1] azonos értékeket szolgáltat, azonban nagymennyiségű nitrát és nitrit ezzel a módszerrel sem nyerhető tökéletesen vissza. Amennyiben ez az  $^{15}\text{N}$  analízis eredményét befolyásolná, úgy az eljárást módosítani kell, vagy más módszert kell alkalmazni.

#### A kicserélhető ammónium, nitrát és nitrit meghatározás extrakciós-desztillációs módszerrel [3]

*Az extrakciós-desztillációs módszer elve és lényege*

A talajok kicserélhető ammónium-N tartalmát azzal az ammónium-N mennyiséggel azonosítják — kiindulva a kutatók többsége által elfogadott korábbi konvencióból és ez irányú ellenőrző vizsgálatokból —, amely a talajok 2 M KCl-al (20 mekv.  $\text{K}^+$ /g talaj) szobahőmérsékleten történő extrakciójával azokból kivonható.

A mért ammónium-N mennyisége tehát fizikai-kémiai értelemben nem definiált. Ezért helyesebb lenne a „kicserélhető” elnevezés helyett a 2 M KCl oldattal „extrahálható” vagy „kivonható” ammónium-N mennyiségéről beszélni. E közlemény jellegére való tekintettel azonban BREMNER eredeti elnevezését a továbbiakban változtatás nélkül megtartjuk.

A vizsgálandó talajokat 2 M KCl oldattal (10 ml 2 M KCl/g talaj) szobahőmérsékleten egy órán át rázatják. A kapott szuszpenziót ülepítik és a tiszta folyadék 20 ml-éből a különféle N-vegyületekben levő kicserélhető nitrogén mennyiségét a leírt berendezésben frakcionált desztillálással határozzák meg.

#### A frakcionált desztillálás lényege

A kivonat alikvot részéből a kicserélhető ammónium-N-t MgO-s desztillálással különítik el és mérik.

A kicserélhető (nitrát+nitrit) -N együttes mennyiségét a kicserélhető ammónium-N előzetes MgO-os desztillálással történő eltávolítása után DEWARDA-ötözőzettel redukálják, a kapott ammóniát átdesztillálják és mérik.

A kicserélhető nitrát-N mennyiségét úgy határozzák meg, hogy előzetesen a leírt módon eltávolítják a kicserélhető ammónium-N-t MgO-os desztillációval, a nitritet

pedig előzetes szulfaminsavas kezeléssel elbontják, majd DEWARDA ötvözetet adagolva a nitrát redukciójából keletkező ammóniát átdestillálják és meghatározzák.

Az ismertetett elvet felhasználva lehetőség van még a kicserélhető (ammónium + nitrát + nitrit)-N, valamint a kicserélhető (ammónium + nitrát)-N együttes mennyiségének meghatározására is. Ha a vizsgálandó mintában nitrit nincs jelen, az analízist egyszerűbben is el lehet végezni.

Szerző részletesen megvizsgálta azokat a faktorokat, amelyek a talajok ilyen célú extrakciójánál zavaró tényezőként szóba jöhetnek. Az ezzel kapcsolatban végzett munka lényege és főbb eredményei a következőkben összegezhetők:

1. Savanyú talajjal (pH = 4,8) végzett vizsgálatok szerint az extrakció folyamán a nitritek kémiai lebomlása nem következett be.

2. 10 súly %  $\text{CaCO}_3$ -ot tartalmazó talajt vizsgálva sem észlelhető az extrakció ideje alatt ammónia veszteség.

3. Az extrakció időtartama alatt a vizsgált talajok enzimatiszus aktivitása csak az esetben okozott számottevő ammónia gyarapodást, ha a talajt előzetesen 200 ppm-nek megfelelő karbamiddal kezelték.

4. 69 féle szervesanyaggal (aminósavak, purin- és pirimidin származékok, amidok, hexozaminok, . . . stb.) végzett vizsgálatok során mindössze a glükózamin és a galaktózamin esetén észleltek kimutatható ammónia többletet. E szerves vegyületek azonban a vizsgált talajok KCl-os extraktumaiban vagy ki sem mutathatók vagy csekély mennyiségeik miatt elhanyagolhatók.

5. A KCl-os, a vizes- vagy  $\text{K}_2\text{SO}_4$ -os kivonathoz adott ammónium, nitrát és nitrit mennyisége ezzel az eljárással kvantitativé visszanyerhető.

6. A kivonat szűrés nélkül 5 C°-on 48 órán át, leszűrve 25 C°-on 45 napon át, 5 C°-on 4 hónapon át tárolható.

7. A talajkivonatban levő szerves és szervetlen talajalkatrészek a javasolt módszert annyira nem zavarják, hogy az analízis — ahogyan a következőkben látni fogjuk — előzetes extrahálás nélkül, közvetlenül is elvégezhető.

**A kicserélhető ammónium, nitrát és nitrit meghatározása direkt-desztillációs módszerrel [5]**

A módszer az előző extrakciós-desztillációs eljárásnál ismertetett elven alapul, azzal a különbséggel, hogy a KCl-os extrak-

ciót elhagyva, a talajminták kicserélhető N-vegyületeit KCl jelenlétében frakcionált desztillálással olyan feltételek mellett határozza meg, hogy az ily módon nyert adatok az extrakciós-desztillációs módszerrel kapott eredményekkel egyezzenek.

A kicserélhető ammónium-N mennyiségének meghatározására 2 g talajminta, 10 ml 2 M KCl oldat és 0,1 g MgO szükséges. A desztillálás időtartama 3,3 perc. E feltételek mellett mért értékek azonosak az extrakciós-desztillációs eljárással kapottal.

Az értékek magasabbak lesznek, ha a desztillálás időtartamát vagy a MgO-mennyiségét növeljük, vagy ha a MgO helyett erős alkáliákat (CaO, NaOH, KOH) alkalmazunk a desztilláláshoz. Az ammónia mennyiségének növekedését az alkáli-labil szerves vegyületekből, ill. a talajok kötött ammónia tartalmából szabadddá váló ammónia eredményezi. A direkt-desztillációs eljárást alkalmazva szerzők enzimatiszus hatást még a karbamiddal kezelt talaj esetén sem észleltek.

A kicserélhető nitrát- és nitrit-nitrogén együttes mennyiségét a kicserélhető ammónium-N eltávolítása után határozzák meg oly módon, hogy a desztilláló lombikba 0,2 g DEWARDA ötvözetet adnak és a desztillálást, valamint a desztillátum ammónia tartalmának meghatározását a már ismertetett módon elvégzik.

A kicserélhető nitrát-nitrogén mennyiségét a kicserélhető ammónium-N előzetes MgO-os eltávolítása, ill. a nitrit szulfaminsavas elbontása után Dewarda ötvözetet adagolva a leírt módon határozzák meg.

Természetszerűleg ezzel az eljárással is meghatározható még a kicserélhető (ammónium + nitrát + nitrit)-N, valamint a (ammónium + nitrát)-N együttes mennyisége is és ha nitrit nincs a vizsgálandó mintában az analízis egyszerűbben végezhető el.

Szerző vizsgálatai szerint a KCl hozzáadása után a talajszuszpenzióhoz adott ammónium, nitrát és nitrit mennyisége ezzel az eljárással is kvantitativé visszanyerhető. Ha azonban a vizsgálandó talaj  $\text{CaCO}_3$ -tartalma nagy, akkor a nitrit elbontásához alkalmazott szulfaminsav hatástalan. Ezért azokban az esetekben, amikor feltehetően sok nitritet tartalmaz a talaj és a  $\text{CaCO}_3$ -tartalom is nagy, az extrakciós-desztillációs eljárás alkalmazását javasolja a szerző.

Az extrakciós-desztillációs és a direkt-desztillációs módszerek összehasonlítása céljából végzett vizsgálataik során az egyes talajokra a két módszerrel kapott eredmények átlagértékei közötti különbség ritkán volt 1 ppm-nél nagyobb és a legnagyobb különbség 2 ppm volt.

**A kötött „nem kicserélhető” ammónium [8]**

*A módszer lényege.* A vizsgálandó talaj-mintákból KOBr-os előkezeléssel távolítják el a kicserélhető ammónium- és szerves nitrogén-vegyületeket csaknem kvantitatíve. A talajmaradékot 0,5 M KCl-el mosják, majd 5 N HF: 1N HCl keverékével a kötött ammónia felszabadítása céljából 24 órán át rázatják. A felszabadult ammóniát a savas talajszuszpenzió 12 perces (100 ml desztillátum) KOH-os vízgőzdesztillációja útján határozzák meg az ismertetett berendezésben és módon (A-eljárás).

Az eljárás egy módosított változatát is kidolgozta a szerző (B-eljárás), melyben a 24 órás HF—HCl-os rázatás helyett a savas talajszuszpenziót 100 C°-on 30 percen át kezelik.

Szerző javasolt módszereinek kidolgozása során és azok ellenőrzése céljából kiterjedt, sokoldalú és alapos vizsgálatot végzett, melyek főbb eredményei a következőkben összegezhetők:

1. A maximálisan 18% szervesanyagot tartalmazó KOBr-al előkezelt talajok maradványában a kicserélhető N-vegyületekből (ammónium, nitrát, nitrit) vagy az el nem távolított szervesanyagból származó ammónia nem volt kimutatható.

2. Néhány talajjal, valamint azok KOBr-al előkezelt maradványaival végzett ellenőrző vizsgálatok során azok összes nitrogéntartalma nem változott, ha az összes nitrogén meghatározási módszert úgy módosították, hogy HF—H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-as kezelést is alkalmaztak a szilikát ásványok lebontása és a bennük megkötődött ammónia felszabadítása céljából.

3. Ammóniummal telített vermikulitot KOBr-al kezelve, kötött ammónia felszabadulását nem észlelték.

4. Az ammóniummal telített vermikulit és szerves nitrogénvegyületek keverékére alkalmazott KOBr-os előkezelés során a vermikulitból kötött ammónia nem szabadult fel, ugyanakkor a vermikulit ammóniát sem kötött meg a szervesanyag KOBr-os eltávolítása alatt.

5. Mindezek alapján valószínűnek látszik, hogy az ajánlott módon kivitelezett KOBr-os kezeléssel a talaj KCl-al extrahálható N-vegyületei és a szerves nitrogénvegyületek a talajból csaknem tökéletesen és olyan feltételek mellett távolíthatók el, hogy az előkezelés során sem kötött ammónia felszabadulása, sem az agyagásványok általi ammónia megkötődése nem következhet be.

6. Az ammóniummal telített vermikulitból 5N HF : 1N HCl savkeverékkel történő 24 órás rázatással a kötött ammónia

kvantitatíve felszabadítható, ha a HF koncentrációja legalább 40 mekv HF/g talaj volt.

Hasonló kezeléssel a kötött ammónia az ammóniummal telített illitből, ill. a KOH-al előkezelt talajok maradványából is kvantitatíve felszabadult.

7. Ezzel szemben ahhoz, hogy 1 g KOBr-al kezelt talaj maradványából 5N HF : 1N HCl savkeverékkel 24 órás rázatás alatt a kötött ammónia kvantitatíve felszabaduljon a HF koncentrációjának 100 mekv HF/g talajnak kell lennie.

8. A kötött ammónia felszabadítására alkalmazott HF-os kezelés értékelése során a talaj szerves nitrogénvegyületei zavaró hatásának semmiféle jelét nem találták.

9. A B-eljárásban javasolt HF-os kezelés ugyan olyan eredményeket szolgáltatott, mint az A-eljárásnál alkalmazott HF-os kezelés, még abban az esetben is, ha hevítés időtartamát, vagy ha a HF : HCl savkeverék mennyiségét növelték. Az A és B eljárással kapott értékek közötti különbség 10 talaj átlagában — két mintát kivéve — nem volt nagyobb 1 ppm-nél. A nagyobb különbségek a B-eljárásnál annál a két mintánál adódtak, melyek KOBr-al előkezelt maradványainak viszonylag magas volt a szerves nitrogén tartalma. Szerző ezért 5% szervesanyag tartalom felett az A-eljárás alkalmazását javasolja.

10. Szerző megjegyzi, hogy bár az A-eljárást a vizsgált talajok esetében a szerves nitrogén vegyületek nem zavarták számottevően, mégsem lenne helyes az ilyenfajta zavaróhatásra határozott következtetést levonni.

11. Szerző javasolt módszereit más közismert és elterjedt módszerekkel is összehasonlította (RODRIGUES, SCHATSCABEL, BREMNER korábbi módszere, DHARIWAL—STEVENSON, MOGILEVKINA). Az összehasonlító vizsgálat eredményeként megállapította, hogy e módszerekkel azonos talajra is meglepően széles intervallumban változó kötött NH<sub>4</sub>—N értékeket kapott (554 ppm—65 ppm). Véleménye szerint a legrealisabb értékeket a javasolt A-eljárás szolgáltatja, amely ugyanakkor a legpontosabb is.

Hangsúlyozza, hogy jelenleg még nincs mód arra, hogy a javasolt eljárás vagy bármely más módszer pontosságát abszolút értelemben igazoljuk, mivel a HF-os kezelés realitásával kapcsolatban két alapvető kérdés még nem tisztázott.

A talajok tartalmazhatnak olyan ammóniumot, amelyet KCl-al nem lehet extrahálni, azonban olyan formában, hogy az a HF-os kezeléssel sem szabadul fel, vagy a HF-os kezelés előtt a szerves nitrogén vegyületek eltávolítása céljából alkalmazott

előkezelés során eltávozik. Példaként a fém-ammónium-foszfátokat említi.

A talajok az agyagásványok rétegei között tartalmazhatnak olyan labilis szerves nitrogén vegyületeket is, amelyek az előkezeléssel onnan nem távolíthatók el, azonban felszabadulhatnak és jelentős mennyiségű ammónia képződése közben lebomolhatnak azoknak a kezeléseknak a során, amelyet a kötött ammónia felszabadítása és meghatározása céljából végzünk. Ilyen vegyületek létezésére vonatkozó nyilvánvaló bizonyossággal még nem rendelkezünk, azonban előfordulásuk lehetőségét nem lehet kizárni.

### Mineralizálható nitrogén [6]

*A módszer lényege:* Légszáraz talaj és mosott kvarehomok 1 : 3 arányú keverékét 6 ml vizet tartalmazó, megfelelő szellőztető eszközzel ellátott lombikban 30 C°-ra beállított termosztátban 14 napon át érlelik. Az érlelt talajt 100 ml 2M KCl oldattal 1 órán át rázatják. A kapott szuszpenziót üleptetik és a tiszta folyadék 20 ml-éből az extrakciós-desztillációs eljárásnál ismertett elv szerint és módon [3] határozzák meg az érlelés alatt képződött mineralizálható nitrogén összes mennyiségét, ill. annak sajátos formáit.

A módszerre vonatkozó főbb megállapítások:

1. A különféle mechanikai összetételű talajok nitrogénvegyületeinek maximális aerob mineralizációjához azonos mennyiségű víz szükséges (kb. 0,6 ml víz/g talaj), ha az érlelés előtt a talajmintákat háromszoros mennyiségű, megfelelő szemese méretű kvarehomokkal keverjük össze.

2. Szerzők javasolt eljárással, valamint STANFORD—HANWAY, HAGIN, GASSER, OLSON, CUMMIGHAM módszereivel tíz talajmintát vizsgáltak meg. GASSER és CUMMIGHAM módszerei valamennyi vizsgált talaj esetén ugyanolyan eredményt szolgáltatnak, mint a javasolt eljárás. A többi módszerrel nyolc talajnál azonos, két talajnál eltérő eredményt kaptak. Az eltérés oka, hogy ezek a módszerek az érlelés alatt keletkező nitrát-N mennyiségét mérik és e két talajban a mineralizált-N túlnyomó többsége ammónium-N formájában volt jelen.

3. Tenyészedénykísérletekkel igazolták, hogy a javasolt eljárással kapott mineralizálható-N érték a talaj nitrogén felvehető-ségére jó indexet szolgáltat.

### Karbamid nitrogén [7]

A talajokban levő karbamid nitrogén meghatározására egy extrakciós-desztillá-

ciós és egy direkt-desztillációs eljárást dolgoztak ki.

*Az extrakciós-desztillációs módszer lényege.* Az analizálandó talajmintákat 2M KCl-oldattal (10 ml KCl-oldat/g talaj) 5 percig extrahálják. A leszűrt kivonatot részéhez kálium-foszfát puffert (pH=8) és ureáz oldatot adnak, majd 30 C°-os termosztátban 2 órán át kezelik a karbamid-N ammónium-N-né történő átalakítása céljából. A kezelés során képződött ammónium-N-t a leírt berendezésben és módon 3,3 percig történő vízgőzdesztillálással szeparálják és mérik. A KCl oldattal kivont kicserélhető ammónium-N mennyiségének meghatározására a leszűrt kivonatot egy megfelelő részét kálium-foszfát puffert adagolása után 3,3 percig vízgőzzel desztillálják. A karbamid-N-t a két mérés eredményéből számítják.

*A direkt-desztillációs eljárás lényege.* A vizsgálandó talajmintát közvetlenül a desztilláló lombikban kezelik kálium-foszfát pufferral és ureáz oldattal 30 C°-on egy órán át. Kezelés után a desztilláló lombikot a vízgőzdesztilláló berendezéshez csatolva elvégzik a kezelés során képződött ammónia átdesztillálását és a desztillátum ammónia tartalmának meghatározását. Az ammónium-N meghatározása céljából az eljárást megismétlik, de ureáz oldatot nem adnak a talajokhoz. A desztillálás alatt (3,3 perc) felszabadult ammónia mennyiségét az előző mérés eredményéből levonva, a vizsgált talajmintában levő karbamid-N mennyiségét kapják.

Amennyiben a karbamid-N-ben a <sup>15</sup>N gyakoriságát is meg kell határozni, akkor a vizsgálandó mintákból az ammónium-N-t a szerzők által előírt módon előzetesen el kell távolítani.

Az eljárásokkal kapcsolatos főbb megállapítások:

1. A kálium-foszfát puffert alkalmazása azért előnyös, mert a foszfát-ionok az ureáz aktivitását fokozzák és mert az ureáz enzim aktivitása pH = 8-nál maximális.

2. A 2M KCl-os extrahálást nem lehetett a kicserélhető (ammónium+nitrát+nitrit)-N meghatározásához hasonlóan [3] elvégezni, mivel az ott javasolt egy óráz rászési idő alatt a karbamid a talaj természetes ureáz aktivitása miatt bizonyos mértékig hidrolizált. Az ureáz aktivitását forró KCl alkalmazásával nem lehetett megszüntetni. Mivel enzimgátló anyagok alkalmazhatóságát a módszerek eleve kizárták, ezért szerzők a 2M KCl-oldattal történő rászési idejének csökkentését választották.

3. A kálium-foszfát pufferral végzett ellenőrző vizsgálatok során a talaj szerves anyagából 3,3 perces desztillálási idő alatt (direkt módszer) nem szabadult fel számot-

tevő mennyiségű ammónium és a puffer magas  $K^+$ -koncentrációja az ammónia megkötődését is megakadályozta.

4. Az eljárásokban leírt feltételek mellett maximálisan 500  $\mu g$  karbamid-N alakítható át kvantitativé ammónia-N-né.

5. A talajmintákhoz adott karbamid-N a direkt-desztillációs eljárással 99,5–100,2%-os, míg az extrakciós-desztillációs módszer alkalmazása esetén több ízben csupán 99% alatti értékkel volt visszanyerhető.

6. Ellenőrző vizsgálatok szerint az alkalmazott ureáz-preparátum a biuretből, asparaginból, glutaminból, oxamidból, tio-karbamidból, glükózaminból vagy az aminosavakból ammóniát nem szabadított fel.

Az ismertetett módszerek nélkülözhetetlenek a talajok nitrogén-vegyületeinek tanulmányozásához abban az esetben is, ha a talajokban végbemenő N-átalakulási folyamatokat izotópjelzés nélkül vizsgáljuk. Ezért úgy gondoljuk, hogy az e téren dolgozó szakemberek részére is segítséget jelenthet e módszerek ismerete.

#### Irodalom

- [1] BREMNER, J. M.: In Methods of soil analysis. Part 2. 1149–1286 és 1324–1345. Am. Soc. Agron. Madison. 1965.
- [2] BREMNER, J. M. & EDWARDS, A. P.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 1. Apparatus and Procedure for Distillation and Determination of Ammonium. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **29**. 504–507. 1965.
- [3] BREMNER, J. M. & KEENEY, D. R.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 3. Exchangeable Ammonium, Nitrate and Nitrite by Extraction-Distillation Methods. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **30**. 577–582. 1966.
- [4] CHENG, H. H. & BREMNER, J. M.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 2. A Simplified Procedure for Isotope-Ratio Analysis of Soil Nitrogen. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **30**. 450–453. 1966.
- [5] KEENEY, D. R. & BREMNER, J. M.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 4. Exchangeable Ammonium, Nitrate and Nitrite by Direct-Distillation Methods. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **30**. 583–587. 1966.
- [6] KEENEY, D. R. & BREMNER, J. M.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 6. Mineralizable Nitrogen. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **31**. 34–39. 1967.
- [7] KEENEY, D. R. & BREMNER, J. M.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 7. Urea. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **31**. 317–321. 1967.
- [8] SILVA, J. A. & BREMNER, J. M.: Determination and Isotope-Ratio Analysis of Different Forms of Nitrogen in Soils: 5. Fixed Ammonium Soil. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. **30**. 587–594. 1966.

Érkezett: 1969. augusztus 27.

VARGA GYULA