

Erjesztett takarmányok ammóniatartalmának direkt potenciometriás meghatározása

SARUDI IMRE és GELLÉRT ÉVA

Mezőgazdasági Főiskola, Kaposvár

Érkezett: 1985. december 23.

Ismeretes, hogy az erjesztéssel tartósított takarmányok mindig tartalmaznak több-kevesebb mennyiségű ammónium-iont, amit a 0,05%-os szint felett már általában hibajelenségként lehet értékelni, mivel nem megfelelő erjedési folyamatra, ill. fehérjebomlásra utal (1). Egészen másképp lehet megítélni az ammónium-ion-tartalmat, ha a tartósítási technológiának megfelelően valamilyen nitrogéntartalmú adalékot (pl. karbamidot) alkalmaznak. Az NH_4^+ -ionok meghatározása – természetesen más szempontból – ez utóbbi esetben is indokolt.

Az erjesztett takarmányok ammónium-iontartalmának meghatározására általában az ún. mikrodifúziós eljárás különböző változatait (2–3) alkalmazzák. Egyes kutatási feladataink megoldásához ezeknél nagyobb precizitású módszerre volt szükség, ezért a potenciometriás mérés technika alkalmazásával próbálkoztunk. Tapasztaltuk azonban, hogy az egyébként kiváló tulajdonságokkal rendelkező, RADELKIS gyártmányú OP-NH₄–0711 P típusjelű ionszelektív elektród nedvesen tárolt takarmányokból készült, derítetlen, vizes kivonatok esetében nem alkalmas tartós használatra, mivel néhány mérés után az oldattal szemben kialakult potenciál bizonytalanra, ill. a mérési eredmény reprodukálhatatlanná válik. – Feltetelezésünk szerint a mintaoldatban levő egyes fehérjék és nyálkaanyagok elektródmérgekként viselkednek.

Kézenfekvőnek látszott az élelmiszeralitikusok által jól ismert Carrez-féle derítési módszer (4) alkalmazása, amelynél azonban azt tapasztaltuk, hogy az oldatba került Zn^{2+} -ionok jelentősen lecsökkentik a potenciometriás mérés érzékenységet. Ez utóbbin úgy segítettünk, hogy az oldatban megfelelő klordion-koncentrációt hoztunk létre, majd a klorokomplexbe került cinket anion-cserélő oszlop segítségével eltávolítottuk (5).

Szükséges oldatok

0,1 M HNO₃

2 M HCl

Carrez I. oldat: 34 g ZnCl₂ · 1,5 H₂O 200 cm³ vízben.

Carrez II. oldat: 30 g K₃[Fe(CN)₆] · 3 H₂O 200 cm³ vízben.

5 M Cl⁻-ion oldat: 1 dm³ vizes oldatban 200 cm³ tömény sósav és 146 g nátriumklorid.

2 M Cl⁻-ion oldat: az előbbi hígításával készül.

0,2 M NH₄-Cl: 10,700 g NH₄-Cl 1 dm³ vizes oldatban.

Standard oldatok: 10⁻⁵-, 10⁻⁴-, 10⁻³-, 10⁻²-, 10⁻¹- mólos NH₄Cl oldat. Mindegyikük 30 térfogatszázaléknyi mennyiséget tartalmaz az 5 M Cl⁻-ion oldatból.

Ioncserélő oszlop

Töltet: VARION AD (NIKE gyártmányú, magyar) erősen bázisos ioncserélő műgyanta; magasság: 160 mm, átmérő: 18 mm. Regenerálás: 7–8 cm³/perc átfolyási sebességgel átengedünk az oszlopon 50 cm³ vizet, 70 cm³ 0,01 mólos HNO₃

oldatot, majd ismét 50 cm³ vizet, 50 cm³ 2 mólos HCl oldatot és végül 50 cm³ 2 mólos Cl⁻-ion oldatot. (Az oszlopot 8 meghatározás után szükséges ismét regenerálni.)

Műszer

RADELKIS OP – 205/1 PH-mérő

RADELKIS OP – NH₄ – 0711 P ammóniumérzékeny elektród

RADELKIS OP – 0820 P Ag/AgCl vonatkoztatási elektród

Munkamenet

Főzőpohárba bemérünk 50 g erjesztett takarmányt, hozzáadunk 500 cm³ vizet és 6 óra hosszat szobahőmérsékleten állni hagyjuk, miközben üvegbottal néhány-szor megkeverjük. Az így elkészített vizes kivonat 75 cm³-ét 200 cm³-es Kohlrausch-lombikban 3 cm³ Carrez I. és 3 cm³ Carrez II. oldattal derítjük. A derítési művelet során 80 cm³ 5 mólos kloridoldatot is beadagolunk a lombikba, hogy a későbbi ioncsereszempontjából fontos Cl⁻-ionkoncentrációt biztosítsuk. A csapadék jó szűrhetősége érdekében a következő beadagolási sorrendet tartjuk célszerűnek: kb. 20 cm³ víz – Carrez I. oldat – Carrez II. oldat (csapadékképződés) – mintaoldat – kloridoldat. A lombik vízzel való feltöltése után az anyagot összerázzuk, kb. 15 percig állni hagyjuk, majd közepes pórusméretű redős szűrőpapíron szűrést végzünk. Ezután 100 cm³ szűrédéket 5–6 cm³/perc átfolyási sebességgel átengedünk az ioncserélő oszlopon oly módon, hogy a lecsepegő folyadék 200 cm³-es Kohlrausch-lombikba gyűljön össze. Az utánmosást 50 cm³ 2 mólos kloridoldattal végezzük. Ezt követően a lombikot vízzel feltöltjük, majd elvégezzük a potenciometriás mérést. A leolvasott potenciálkülönbséget a standard oldatok segítségével felvett hitelesítő görbe (1. ábra) alapján értékeljük.

1. ábra

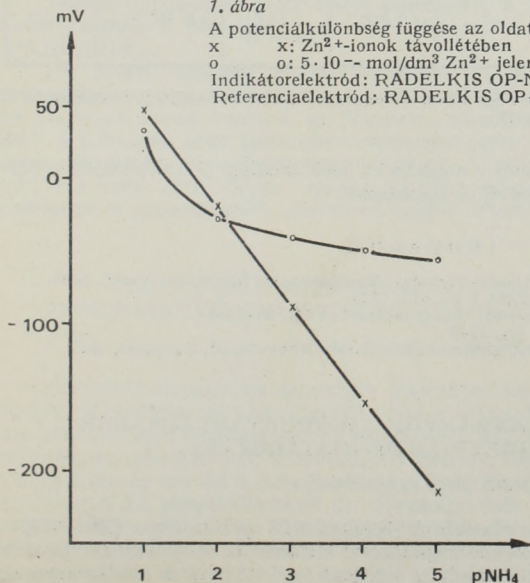
A potenciálkülönbség függése az oldat NH₄⁺-ionexponensétől

x x: Zn²⁺-ionok távollétében

o o: 5 · 10⁻³ mol/dm³ Zn²⁺ jelenlétében

Indikátorelektrod: RADELKIS OP-NH₄-0711 P

Referenciaelektrod: RADELKIS OP-0820 P Ag/AgCl



$\text{NH}_3(\%) = 90,7a$ ahol

a: az oldat ammóniatartalma mol/dm^3 -ben kifejezve.

Eredmények és következtetések

A módszer megbízhatóságának vizsgálata céljából 5 szilázsminta esetében végeztünk párhuzamos meghatározásokat. A variációs koeficiens megállapításán túlmenően 4 esetben az ún. addíciós módszert is alkalmaztuk a módszer pontosságának értékelésére. Az 1. táblázatban összefoglalt eredmények alapján megállapítható, hogy a meghatározás megbízhatósága megfelel a követelményeknek.

1. táblázat

Direktpotenciometriás ammónia-meghatározás* megbízhatósága

Minta	Mintában talált NH_3 (%)	Variációs koeficiens (%)	Vizes kivonathoz hozzáadott NH_3 (mol/dm ³)	Meghatározott NH_3 -adalék (%)
Silókukorica-szilázs	0,016	28,7 (n = 7)	$2,0 \cdot 10^{-2}$	123
Silókukorica-szilázs	0,088	9,6 (n = 10)	—	—
Fűszilázs	0,174	9,4 (n = 5)	$1,5 \cdot 10^{-3}$	94
Lucernaszilázs	0,242	6,1 (n = 7)	$2,0 \cdot 10^{-3}$	107
Lucernaszilázs	1,810	11,6 (n = 8)	$1,0 \cdot 10^{-2}$	97

* Eredményeinket NH_3 -ban adjuk meg, mivel a vonatkozó takarmányozástani irodalomban is ezzel találkozhatunk NH_4^+ helyett.

Megjegyezzük továbbá, hogy a módszert a későbbiekben bendőfolyadék és bél-sár minták esetében is megkíséreljük alkalmazni.

I R O D A L O M

- (1) Baitner K.: Gazdasági állatok takarmányozása. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1960.
- (2) Conway, E. J. — Byrne, J.: Biochem J. 27, 419, 1933.
- (3) Juhász, B. — Szegedi, B. — Gertner, M.: Állattenyésztés 6 (4), 353, 1957.
- (4) Sarudi, I. sen.: Tejgazdaság 7, 171, 1949.
- (5) Inczedy, J.: Ioncserélők analitikai alkalmazása. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1962.

ERJESZTETT TAKARMÁNYOK AMMÓNIATARTALMÁNAK POTENCIOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSA

Sarudi Imre és Gellért Éva

A vizes kivonat NH_4^+ -ion-tartalmát RADELKIS gyártmányú OP — NH_4 — 0711 P típusú ionszelektív elektród segítségével határoztuk meg. Tapasztalataink szerint az említett elektród működését az oldatban levő fehérjék és nyálkaanyagok

zavarják, ezért azokat Carrez-féle derítéssel eltávolítottuk az oldatból. Minthogy a derítőszerrel bevitt Zn^{2+} -ionok nagymértékben csökkentik a mérés érzékenységét, ezek eltávolításáról is gondoskodnunk kellett. Ezt úgy oldottuk meg, hogy a Zn^{2+} -ionokat klorokomplexben vittük, majd az utóbbit VARION AD anioncserélő műgyantán megkötöttük.

DIRECT POTENTIOMETRIC DETERMINATION OF AMMONIA CONTENT OF FEEDS

Sarudi, I. and Gellért, É.

The NH_4^+ -ion in water extract were determined using ion selective electrode type OP-NH₄-0711 produced by Radelkis. According to the authors' experiences the operation of the electrode is disturbed by the proteins and polysaccharides in the solution and for this reason these materials were removed from the solution by Carrez clarification.

For the Zn^{2+} -ions given into the solution with the clarifying agent considerably decrease the sensitivity of the measurement, they also had to be removed. To solve this problem chlorocomplex was formed from the Zn^{2+} -ions and the complex was linked to VARION AD anion exchange resing.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ГИДРООКСИ АММОНИЯ В СБРОЖЕННОМ ФУРАЖЕ

И. Шаруди и Е. Геллерт

Авторы определяли содержание ионов NH_4^+ в водном экстракте с помощью ионселективного электрода типа OP-NH₄-0711 P произведенного фирмой «РАДЕЛКИС».

По опыту авторов беспрепятственному действию электрода мешали имеющиеся в растворе белки и слизистые материалы, поэтому они удалялись из раствора путем очистки по Царрезу. Внесенные по ходу очистки ионы Zn^{2+} в большой мере снижали чувствительность измерения, поэтому нужно было обеспечить их удаление из раствора. Авторы разрешили эту проблему так, что ионы Zn^{2+} были перенесены в хлоркомплекс, который затем был связан на искусственной анионнообменной смоле ВАРИОН АД.

DIREKT POTENTIOMETRISCHE BESTIMMUNG DES AMMONIAKGEHALTES VON VERGORENEN FUTTERMITTELN

Sarudi, I. und Gellért, É.

Der NH_4^+ -Gehalt des wässrigen Extraktes wurde mit einer ionselektiven RADELKIS-Elektrode vom Typ OP-NH₄-0711 P bestimmt. Nach Erfahrungen der Verfasser wird die Funktion der betreffenden Elektrode durch die in der Lösung befindlichen Eiweiss- und Schleimstoffe gestört, deshalb wurden diese mit der Carrez-Klärung aus der Lösung entfernt. Da die mit dem Klärmittel eingeführten Zn^{2+} -ionen die Empfindlichkeit der Messung stark herabmindern, müssen auch diese entfernt werden. Das wurde so gelöst, dass die Zn^{2+} -Ionen in den Komplex überführt wurden und letzterer an VARION AD Anion austauscher-Kunstharz gebunden werden konnte.