

# 擴散法在硝酸態氮定量上的應用

## (低濃度試液的處理法)

李 蘭 帝

### 前 言

Conway 氏的擴散法在大量樣本的銨態氮定量上確有很多的幫助，如果用簡單的方法能把硝酸態氮還原成銨，則擴散法必為硝酸態氮定量的良法。Conway 氏(1)曾使用 Devada 合金以達此目的。亦有用硫酸鈦的方法(2)(3)，前者有產生氫氣之缺點，後者適當的試藥難以獲得。筆者曾用鋅粉及硫酸第一鐵為還原劑，而得良好的結果，故提供大家參考。

此法應用於低濃度之試液甚理想，較其他比色法為簡便，對較濃之試液亦可應用自如。

### 試藥配製及其他

- (1)鋅粉
- (2)硫酸第一鐵， $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。
- (3)硼酸液：2%溶液，加 Bromocresol green 為指示劑（約 0.08%）。以稀 HCl 和 NaOH 調整 pH 使其呈綠色。pH 值在 4.5 左右。
- (4)0.002N  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ：由標定好的 0.1N 標準液稀釋，再以標準銨液依擴散法標定後使用。
- (5)擴散皿：市面有專用品。但亦可培養皿 (Petri dish) 代替。內徑約 9 公分。同大小者方可，以膠帶封閉。
- (6)小杯：形如蒸發皿，內徑約 5 分。

### 實 驗 方 法

取供試液 10 至 30 c.c. (氮量在  $200\mu\text{g}$  以下) 於擴散皿。加鋅粉及硫酸第一鐵各 0.2g。攪拌使硫酸第一鐵溶解並使鋅粉分散。內放小杯 (內裝 3c.c. 的硼酸液)。加 4N NaOH 3c.c. 後施蓋，並以膠帶封閉。輕輕搖動使溶液充分混合。此為測定銨態及硝酸態氮總和之用。另取同量供試液，仍依上法 (但不加鋅及硫酸第一鐵) 測定銨態氮。在  $35^\circ\text{C}$  保溫 3 天之後取出硼酸液，以 0.002 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  滴定至原有綠色為止。由總和滴定數減去銨態氮滴定數即為硝酸態氮之滴定數。應做空白試驗以矯正試藥中之氮量。0.002 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 ml 相當於  $28\mu\text{g}$  的氮。

### 結果與討論

本試驗使用純  $\text{KNO}_3$  及  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，各配 10ppm 氮溶液。硝酸態氮即依本法測定。標準酸液則使用標準硫酸銨液，依擴散法標定。供試液均取硝酸態  $100\mu\text{g}$ ，另加所需水量以做成不同液量，其結果在表 1。

表 1. 不同液量對硝酸態氮測定值之影響

Table 1. Nitrate-N as determined in different solution volume from 100 $\mu$ g of N

| 供 試 液 量 (c.c.)<br>Volume of sample solution (c.c.) | 所 測 氮 量 ( $\mu$ g)<br>Amount of N found ( $\mu$ g) |      |      |
|--|--|------|------|
| 10   | 96.0   |      | 96.0 |
| 30   | 94.6   | 96.0 | 96.0 |
|  | 96.0   |      | 96.0 |
| 50   | 92.6   | 95.0 | 94.0 |

由表 1 得知此測定法之回收率為 96%。如液量增加至 50c.c. 稍有降下的趨勢。

本法並未考慮亞硝酸之存在。如有亞硝酸則包含在硝酸態之內。如欲知亞硝酸之量須做前處理。請參考 Bremner (2)(3)之報告。

硝酸的還原多用 Devada 合金。此合金產生氫氣，在密封室裡成爲引起誤差的原因 (5)。鋅因其過電壓 (Overvoltage) 高，在室溫不產生氫氣。惟僅用鋅，硝酸的還原不完全，故必有硫酸第一鐵存在。鐵的功用恐怕在乎其催化作用。Bremner (4)謂，用硫酸鈦亦須鐵之存在。

本法如應用於較濃的試料 (氮量在 0.2 至 1 mg 者)，硼酸液及標準酸液須予以調整。請參照筆者報告 (6)。惟鋅及硫酸第一鐵之用量無須調整。

### 參 考 文 獻

- (1) Conway, E. J. 1947. Microdiffusion Analysis and Volumetric Error, Ed. 2. Crosby Lockwood London
- (2) Bremner, J. M. and Shaw, K. 1955 Determination of ammonia and nitrate in soil. J. Agr. Sci. 46:320-328
- (3) Bremner J. M. and Shaw, K. 1958 Denitrification in soil. I. method of investigation. J. Agr. Sci. 51: 22-39
- (4) Ho C. L., and Bremner, J. M. 1960. Unpublished work. Department of Agronomy. Iowa State University.  
(1)至(4)均在 "Method of Soil Analysis" Part 2. (The American Society of Agronomy 出版) 一書上找到要點。
- (5) 永井恭三：1965，硝酸態窒素的微量擴散分析における濾紙の使用について，日土肥，36卷，12號。
- (6) 李蘭帝：1966，大量植物樣本氮磷鉀的迅速測定法。農業研究15 (2)：1~5。

## Determination of Nitrate by Microdiffusion

by

L. T. Li

### Summery

Zinc powder and ferrous sulphate are used as reducing agents for the determination of nitrate by microdiffusion. The ammonia is absorbed in boric acid and titrated with 0.002N acid. No hydrogen is evolved as in using Devada alloy. The method is simple and suitable for the solution of low concentration (1 to 6 ppm of nitrogen using 30 ml of sample solution). The recovery is about 96%.