

NO₃-N-Bestimmung im 0.01 M Calciumchlorid-extrakt (1:4)

Version 2.1 (2020)

Code der Referenzmethode	NM-NO3		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	x
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	x
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	
	Standortcharakterisierung		
	Schadstoffbeurteilung		
	Recyclingdünger	Kompost	
		Gärgut fest	
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	
	Hofdünger	Mist	
Gülle			
Mineraldünger			
Pflanzkohle			
Forschungsmethoden			
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen	Messung von Nährstoffgehalten für Düngeberatung laut den Grundlagen für die Düngung landwirtschaftlicher Kulturen in der Schweiz (GRUD).		
Zulassungskriterien für Labors			
Analysenprogramm	Probennahme	NM-PN	
	Probenaufbereitung	NM-PA	
	Aufschluss	NM-Ex	
	Messung	NM-NO3, NM-NH4, NM-N, Smin	

Konzentrations- / Messbereich	1.0 – 50.0 mg/NO ₃ -N/ kg Boden-TS Kalibrationsstandards von 0.25 – 12.5 mg NO ₃ -N/L für Bodenanalysen
Angabe der Ergebnisse	mg NO ₃ -N/l Extrakt; 2 Dezimalstellen. mg NO ₃ -N/kg Boden-TS; eine Dezimalstelle. Werte die kleiner als 0.5 mg NO ₃ -N/kg Boden-TS sind, werden "< 0.5" angegeben.
Äquivalente Methoden	Statt manueller Photometrieanalyse kann auch ein automatisches Verfahren mittels segmentierter Durchflussanalytik benutzt werden, wie beispielsweise beschrieben in DIN ISO 14'256-2 Teil 2 (Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung. Bei Verwendung von internationalen Standards müssen die Standards den Schweizer Extraktionsmethoden angepasst werden. Nitrat kann auch mittels Ionenchromatographie bestimmt werden, siehe Methode Smin.
Sicherheit / Umwelt	Keine besonderen Massnahmen



1. Prinzip

Nitrat zeigt im UV-Spektrum bei 210 nm ein Absorptionsmaximum. In verdünnten Bodenextrakten wird bei 210 nm die Gesamtaborption gemessen. Nach der Reduktion des Nitrates mit Raney-Nickel werden die Bodenextrakte erneut gemessen. Aus der Differenz wird die Menge Nitrat berechnet.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte

- (A) Präzisionswaage (0.01 g Teilung)
- (B) Analysenwaage (0.0001 g Teilung)
- (C) Div. Messkolben, Pipetten, Reagenzgläser, Trichter
- (D) Faltenfilter (Schleicher & Schuell, 602eh ½)
- (E) Faltenfilter (Schleicher & Schuell, 790 ½), 32 cm Ø
- (F) Pipettiersystem, 0-5 ml bzw. 0-1 ml
- (G) Trockenschrank
- (H) Fotometer mit Quarz-Durchfluss-, bzw. Referenzküvette, 1 cm

Reagenzien

- (1) Demineralisiertes Wasser (H_2O , Leitfähigkeit $<5 \mu S/cm$)
- (2) Calciumchlorid-Extraktionslösung 0.01 M $CaCl_2$:
1.470 g Calciumchlorid ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$, $M=147.02 \text{ g/mol}$) in 1000 ml Messkolben (C) spülen, auflösen und mit H_2O (1) zur Marke auffüllen.
- (3) Raney-Nickel (Nickel-Aluminium-Legierung, 50:50%)
- (4) Schwefelsäure-Lösung H_2SO_4 20% (V/V):
20 ml Schwefelsäure (H_2SO_4 konz., $M=98.08 \text{ g/mol}$, $d=1.84$) vorsichtig zu ca. 70 ml H_2O (1) geben, abkühlen lassen und auf 100 ml auffüllen.
- (5) NO_3-N Standardlösungen:
 - (5a) Standardlösung A (1 g NO_3-N/l):
7.2185 g (B) Kaliumnitrat (KNO_3 , $M=101.11 \text{ g/mol}$) in 1000 ml Messkolben (C) spülen, auflösen und mit H_2O (1) zur Marke auffüllen.
 - (5b) Standardlösung B (100 mg NO_3-N/l):
100 ml NO_3-N -Stammlösung (5a) in 1000 ml Messkolben (C) pipettieren und mit H_2O (1) zur Marke auffüllen.
- (6) Calciumchlorid-Extraktionslösung filtriert
Nach Bedarf je 600 ml Calciumchloridlösung 0.01 M (2) blind durch Faltenfilter (E) filtrieren. Die ersten 100 ml (Vorlauf) werden verworfen. Diese Lösung wird zur Herstellung der Kalibrierlösungen verwendet.
- (7) Kalibrierlösungen: Das angegebene Volumen der Standardlösung (5b) wird jeweils mit $CaCl_2$ -Lösung (6) auf 250 ml aufgefüllt.
 - (7a) 1.0 ml Standardlösung (5b) = 0.4 mg NO_3-N/l
 - (7b) 2.5 ml Standardlösung (5b) = 1.0 mg NO_3-N/l
 - (7c) 5.0 ml Standardlösung (5b) = 2.0 mg NO_3-N/l
 - (7d) 10.0 ml Standardlösung (5b) = 4.0 mg NO_3-N/l
 - (7e) 25.0 ml Standardlösung (5b) = 10.0 mg NO_3-N/l
 - (7f) 50.0 ml Standardlösung (5b) = 20.0 mg NO_3-N/lKalibrationsblindwert: Lösung (6)

Arbeitsvorschrift:

a) Behandlung der Kalibrierlösungen:

- Bestimmung vor Reduktion (NVR-Wert)
Je 5 ml (F) Kalibrierlösung (7) in 20 ml Messkolben pipettieren, mit 0.5 ml (F) Schwefelsäure-Lösung (4) versetzen und mit H₂O (1) auffüllen. Die Lösungen werden bei 210 nm in 1 cm Quarzküvette (H) gegen H₂O (1) im Referenzstrahl gemessen (NVR-Wert).
- Bestimmung nach Reduktion (NNR-Wert)
0.6 g Raney-Nickel (3) in ein Reagenzglas einwiegen (A), mit 10 ml der höchsten Kalibrierlösung (7f) versetzen und gut mischen. Anschliessend 1 ml Schwefelsäurelösung (4) zugeben, erneut mischen.
Das Reagenzglas 1 Stunde bei 60°C im Trockenschrank (G) stehen lassen (Nitrat-Reduktion). Die noch heisse Lösung durch Faltenfilter (D) filtrieren. 5.5 ml Filtrat in 20 ml Messkolben pipettieren und mit H₂O (1) auffüllen. Die Lösung bei 210 nm in 1 cm Quarzküvette (H) gegen H₂O (1) im Referenzstrahl messen (NNR-Wert). Dieser Wert dient als Kontrolle der vollständig abgelaufenen Reduktion und wird als absoluter 0-Wert für die nachfolgenden Messungen verwendet.

b) Behandlung der Bodenextrakte

- Bestimmung vor Reduktion (NVR-Wert)
Je 5 ml Bodenextrakt (Methode NM-Ex) in 20 ml Messkolben pipettieren, mit 0.5 ml Schwefelsäurelösung (4) versetzen und mit H₂O (1) auffüllen. Die Lösungen werden bei 210 nm in 1 cm Quarzküvette (H) gegen H₂O (1) im Referenzstrahl gemessen (NVR-Wert).
- Bestimmung nach Reduktion (NNR-Wert)
Je 0.6 g Raney-Nickel (3) in ein Reagenzglas einwiegen (A), mit 10 ml Bodenextrakt versetzen und gut mischen. Anschliessend 1 ml Schwefelsäurelösung (4) zugeben, erneut mischen. Die Reagenzgläser 1 Stunde bei 60°C im Trockenschrank (G) stehen lassen (Nitrat-Reduktion). Die noch heisse Lösung durch Faltenfilter (D) filtrieren. 5.5 ml Filtrat in 20 ml Messkolben pipettieren und mit H₂O (1) auffüllen. Die Lösungen bei 210 nm in 1 cm Quarzküvette (H) gegen H₂O (1) im Referenzstrahl messen (NNR-Wert).
Zur Kontrolle der vollständig abgelaufenen Reduktion lässt man die höchste Kalibrierlösung (7f) als Probe mitlaufen.

3. Berechnung

- Kalibriergerade
 - Absolute Extinktionswerte
Die absoluten Extinktionswerte berechnen sich als Differenz zwischen dem Wert vor und nach der Reduktion: Absoluter Extinktionswert = (NVR-Wert) - (NNR-Wert)
 - Kalibriergerade
Aus den absoluten Extinktionswerten und den entsprechenden Nitratgehalten lässt sich mittels linearer Regression eine Kalibriergerade berechnen: 0, 0.4, 1.0, 2.0, 4.0, 10.0, 20.0 mg NO₃-N/l.
- Absolute Extinktionswerte der Bodenextrakte.
 - Die Bestimmung erfolgt analog derjenigen für die Kalibriergeraden. Der Wert dient zur Bestimmung des NO₃-N-Gehaltes des Bodenextraktes.

Berechnungselemente:

a = mg NO₃-N/l Bodenextraktlösung aufgrund der Kalibriergeraden.

b = Mengenfaktor: 600 ml Extrakt entsprechen 150 g Boden
1000 ml Extrakt entsprechen 250 g Boden

Gesucht Gehalt pro g Boden: $b = \frac{1}{250}$

c = Gewichtsfaktor g/kg Boden

Berechneter Gehalt: mg NO₃-N/g Boden

Gesuchter Gehalt: mg NO₃-N/kg Boden c = 1000

d = Faktor der prozentualen TS-Angabe: d = 100

e = % TS der feldfeuchten Bodenprobe

Berechnung:

$$\text{mg NO}_3\text{-N/kg Boden-TS} = \frac{a \cdot b \cdot c \cdot d}{e} = \frac{a \cdot 1 \cdot 1000 \cdot 100}{250 \cdot e} = \frac{a \cdot 400}{e}$$

Für die Berechnung von mg NO₃-N pro kg Boden-TS in kg N_{min} pro ha siehe Methode NM-N.

Verdünnungen sind entsprechend zu berücksichtigen.

4. Resultatangabe

mg NO₃-N/l Extrakt; 2 Dezimalstellen.

mg NO₃-N/kg Boden-TS; eine Dezimalstelle.

Werte die kleiner als 0.5 mg NO₃-N/kg Boden-TS sind, werden "< 0.5" angegeben.

5. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1 (1995)	Erstellung Methode		
Version 1.1 (1996)			
Version 2.0 (1997)	Überarbeitung Methode		
Version 2.1 (2020)	editorisch	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout	

Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020