

Bestimmung von Gesamtstickstoff in Extrakten

Version 1.2 (2020)

Code der Referenzmethode	B-NT-E		Mögliche Einsatzbereiche	
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland		
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)		
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen		
	Standortcharakterisierung		x	
	Schadstoffbeurteilung			
	Düngeruntersuchungen	Recyclingdünger	Kompost	
			Gärgut fest	
			Gärgut flüssig	
			Klärschlamm	
		Hofdünger	Mist	
	Gülle			
Mineraldünger				
Pflanzkohle				
Forschungsmethoden				
Analysenprogramm	Probennahme	B-M-PN		
	Probenaufbereitung	B-PAL		
	Aufschluss	B-CN-Ex		
	Messung	B-NT-E		

Konzentrations- / Messbereich	
Angabe der Ergebnisse	
Bemerkungen für äquivalente Methoden	
Sicherheit / Umwelt	



1. Prinzip

Der Gesamt-Stickstoff im Extrakt (Methode B-BM-FE) setzt sich zusammen aus organischem und mineralischem Stickstoff. Zuerst wird Nitratstickstoff unter stark sauren Bedingungen zu Ammonium reduziert. Anschliessend wird der organische Stickstoff durch einen KJELDAHL-Aufschluss ebenfalls zu Ammonium reduziert. Das Ammonium wird durch Destillation und Titration bestimmt.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte:

- (A) Aufschlussblock oder Reihenheizbad
- (B) Destillationsapparatur
- (C) Bürette

Reagenzien:

- (1) Demineralisiertes Wasser (H_2O , Leitfähigkeit $< 5 \mu\text{S/cm}$).
- (2) Zink-Pulver.
- (3) Konz. Schwefelsäure (H_2SO_4 , 98 %, $M = 98.08$, $d = 1.84 \text{ kg/l}$, p.A.).
- (4) Schwefelsäurelösung 0.005 M
Schwefelsäure 0.005 mol/l Titrisol in 1 l H_2O (1) verdünnen.
- (5) Kupfersulfatlösung 0.19 M:
4.744 g Kupfersulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $M = 249.68 \text{ g/mol}$, p.a.) in 100 ml H_2O (1) lösen.
- (6) Natronlauge 10 M:
400 g Natriumhydroxid (NaOH , $M = 40.0 \text{ g/mol}$) in 1 l H_2O (1) lösen.
- (7) Borsäurelösung 2 %:
20 g Borsäure (H_3BO_3 , $M = 61.83 \text{ g/mol}$) in 1 l H_2O (1) lösen.
- (8) Reduktionsreagenz:
50 g Chrom(III)kaliumsulfat ($\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $M = 499.41 \text{ g/mol}$) werden in ungefähr 700 ml H_2O (1) gelöst,
200 ml konz. Schwefelsäure (3) werden dazugegeben. Nach dem Abkühlen auf 1000 ml auffüllen.

Arbeitsvorschrift:

Tiefgefrorene Proben (vgl. Methode B-BM-FE) werden über Nacht im Kühlraum (4°C) aufgetaut. 10 ml des Reduktionsreagenz (8) und ca. 300 mg Zinkpulver (2) werden zu 30 ml Extrakt gegeben und mindestens 2 h bei Raumtemperatur stehen gelassen, bevor der KJELDAHL-Aufschluss begonnen wird. Nach der Reduktion von Nitrat werden dem Extrakt 0.6 ml Kupfersulfatlösung (5) und 8 ml konz. Schwefelsäure (3) hinzugefügt. Diese Mischung wird vorsichtig erhitzt, bis alles Wasser verdunstet ist und dann 3 h siedend aufgeschlossen. Nach dem Abkühlen der aufgeschlossenen Probe erfolgt die Destillation mit 40 ml Natronlauge (6), Absorption des ausgetriebenen Ammoniaks in Borsäurelösung (7) und Titration mit 0.005 M Schwefelsäure (4) auf pH 4.8.

3. Berechnung

$$N_{ges} = \frac{(S-B)}{A} \cdot M \cdot N$$

wobei:

N_{ges} = Stickstoffgehalt des Extraktes

S = H₂SO₄-Verbrauch des Extraktes der Bodenprobe (μl)

B = H₂SO₄-Verbrauch des Extraktes der Leerprobe (μl)

A = Probenaliquot (μl Extrakt)

M = Molarität der Schwefelsäure (4) x 2

N = Molekulargewicht von N (14)

4. Resultatangabe

Stickstoffgehalt des Extraktes, mg N/l, 2 Dezimalstellen

5. Bemerkungen

– Berechnung des N-Gehaltes bezogen auf Bodentrockensubstanz:

Gehalt im Boden = Gehalt in der Extraktionslösung multipliziert mit Gesamtflüssigkeitsmenge im Extrakt dividiert durch Menge Bodentrockensubstanz.

$$\text{mg N / kg Boden-TS} = a \cdot \frac{x + (EW \cdot WG\%)}{(EW \cdot TS\%)}$$

wobei:

a = N-Gehalt in der Extraktionslösung (mg N/l)

x = zugegebene Menge Extraktionslösung (ml)

EW = Bodeneinwaage (naturfeucht) (g)

WG % = Wassergehalt des naturfeuchten Bodens (vgl. Methode TS) (%)

TS % = Trockensubstanzgehalt des naturfeuchten Bodens (vgl. Methode TS) (%)

6. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1 (1996)	Erstellung Methode		
Version 1.1 (1998)	Freigabe Methode		
Version 1.2 (2020)	Editorisch	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout	

Impressum

Herausgeber Agroscope
Reckenholzstrasse 191
8046 Zürich
www.agroscope.ch/referenzmethoden

Auskünfte Diane Bürge

Copyright © Agroscope 2020