

Bestimmung von Kjeldahl-Stickstoff in Hof- und Recyclingdüngern

Version 1.2 (2023)

| Code der Referenzmethode | HR-N-KJ | | Mögliche Einsatzbereiche |
|--|--|--|--------------------------|
| Einsatzbereich | Düngeberatung | Ackerkulturen und Grasland | |
| | | Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus) | |
| | | Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen | |
| | Standortcharakterisierung | | |
| | Schadstoffbeurteilung | | |
| | Recyclingdünger | Kompost | x |
| | | Gärgut fest | x |
| | | Gärgut flüssig | x |
| | | Klärschlamm | x |
| | Hofdünger | Mist | x |
| Gülle | | x | |
| Mineraldünger | | | |
| Pflanzkohle | | | |
| Forschungsmethoden | | | |
| Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen | Kontrolle von Recyclingdüngern und Hofdüngern nach ChemRRV und DüV | | |
| Zulassungskriterien für Labors | - | | |
| Analysenprogramm | Probennahme | RD-PN, HD-MI-PN, HD-GU-PN | |
| | Probenaufbereitung | RD-AO-PA | |
| | Aufschluss | - | |
| | Messung | HR-N-KJ | |

| | |
|-------------------------------|--|
| Konzentrations- / Messbereich | |
| Angabe der Ergebnisse | N in g / kg Dünger. 2 Dezimalstellen (feste Recyclingdünger und Mist) N in g / L Dünger: 2 Dezimalstellen (flüssige Recyclingdünger und Gülle) |
| Äquivalente Methoden | SN EN 15'750 Bestimmung von Gesamtstickstoff in Düngemitteln mit N in Form von Ammonium, Nitrat und Harnstoff unter Anwendung von 2 verschiedenen Verfahren. (Verfahren A ohne Reduktion (6.3.2.1) und Hydrolyse (6.3.2.2)) ISO 15'604 Fertilizers- Determination of different forms of nitrogen in the same sample, containing nitrogen as nitric, ammoniacal, urea and cyanamide nitrogen. (in the absence of nitrates by direct Kjeldahl digestion (4.2.2.1)) Dumas Methode für feste Gärgüter. |
| Sicherheit / Umwelt | |



Bestimmung von Kjeldahl-Stickstoff in Hof- und Recyclingdüngern

1. Prinzip

Der Stickstoff in Hof- und Recyclingdüngern wird in einem Kjeldahl-Aufschluss mit kochender konzentrierter Schwefelsäure in Anwesenheit von Kupfersulfat und Titandioxid als Katalysator in Ammonium umgewandelt. Dieses wird nach Zugabe von Natronlauge im alkalischen Milieu durch Wasserdampfdestillation ausgetrieben, in einer borsäurehaltigen Lösung aufgefangen und mit Schwefelsäure titriert.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte:

- (A) Aufschlussblock mit Kjeldahl-Aufschlussröhren und Absaugvorrichtung
- (B) Destillationsapparatur mit Titrationseinheit

Reagenzien:

- (1) Demineralisiertes Wasser (H_2O , Leitfähigkeit $<5 \mu\text{S/cm}$)
- (2) Konz. Schwefelsäure p.a. ($w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98 \%$, $M = 98.08$, $d = 1.84 \text{ g/ml}$)
- (3) Kjeldahl-Tabletten à 5 g ($\text{K}_2\text{SO}_4/\text{CuSO}_4/\text{TiO}_2$, z. B. VWR 1.15348.1000)
- (4) Schwefelsäurelösung zum Titrieren ($c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$)
Schwefelsäure 0.1 mol/L Titrisol in 1 L H_2O (1) verdünnen
- (5) Natronlauge tech. ($w(\text{NaOH}) = 30 \%$, $M = 40.0 \text{ mol/L}$)
- (6) Borsäurelösung ($w(\text{H}_3\text{BO}_3) = 4 \%$, $M = 61.83 \text{ mol/L}$)
40 g Borsäure p.a. in 1 L H_2O (1) lösen

Arbeitsvorschrift:

10 ± 1 g Recyclingdünger bzw. 20 ± 1 g Hofdünger werden in die Kjeldahl-Aufschlussröhren (A) eingewogen, 2 Kjeldahl-Tabletten (3) sowie 25 ml konzentrierte Schwefelsäure (2) dazu gegeben. Dann wird die Mischung im Aufschlussblock (A) bis zum Sieden erhitzt. Die Aufheizphase wird optisch kontrolliert, um bei einsetzender Schaumbildung die Heizleistung vorübergehend zu reduzieren. Nachdem die Lösung klar geworden ist, wird der Aufschluss noch 45 Minuten fortgesetzt; insgesamt beträgt die Aufschlusszeit probenabhängig etwa 2.5 h. Nach dem Abkühlen der aufgeschlossenen Probe wird das entstandene Ammonium in der Destillationsapparatur nach Zugabe von 90 ml Natronlauge (5) durch Wasserdampfdestillation in die vorgelegte Borsäurelösung (6) getrieben. Der aufgefangene Ammoniak wird mit Schwefelsäure 0.1 M (4) auf den Endpunkt pH 4.65 titriert.

Anmerkung: Der Farbwechsel des Extrakts von Hell- zu Dunkelblau zeigt an, dass genügend Natronlauge (5) zugegeben wurde; andernfalls muss die Zugabe bis zu diesem erhöht werden.

3. Berechnung

Feste Recyclingdünger

Das Resultat in g/kg Trockensubstanz (TS) von festen Recyclingdüngern wird folgendermassen berechnet (mit Kompensation der Faktoren ml/L und g/kg):

- a = Volumen der verbrauchten Titrationslösung in ml
- b = Protonenkonzentration der Titrationslösung in mol/L = 0.2 mol/L
- c = Molmasse von Stickstoff in g/mol = 14 g/mol
- d = Einwaage der Probe in g

e = Trockensubstanzgehalt der eingewogenen Probe (% , gemäss Referenzmethode D-TS)

$$g \text{ N / kg TS Recyclingdünger} = (a \text{ [ml]} \cdot b \text{ [mol/L]} \cdot c \text{ [g/mol]} / d \text{ [g]}) \cdot (100 / e \text{ [%]})$$

Anmerkung: Mit Eingabe oder Übernahme der Probeneinwaage in die Titrationseinheit wird in der Regel der Ausdruck in der linken Klammer automatisch berechnet. In diesem Fall muss nur noch auf Trockensubstanz umgerechnet werden (Klammerausdruck rechts).

Flüssige Hof- und Recyclingdünger

Das Resultat in g/L flüssiger Hof- oder Recyclingdünger wird folgendermassen berechnet (mit Kompensation der Faktoren ml/L und g/L):

a = Volumen der verbrauchten Titrationslösung in ml

b = Protonenkonzentration der Titrationslösung in mol/L = 0.2 mol/L

c = Molmasse von Stickstoff in g/mol = 14 g/mol

d = Einwaage der Probe in g

f = Dichte der eingewogenen Probe in g/ml

$$g \text{ N / L flüssiger Hof- oder Recyclingdünger} = (a \text{ [ml]} \cdot b \text{ [mol/L]} \cdot c \text{ [g/mol]} / d \text{ [g]}) \cdot f \text{ [g/ml]}$$

Anmerkung: Mit Eingabe oder Übernahme der Probeneinwaage in die Titrationseinheit wird in der Regel der Ausdruck in der linken Klammer automatisch berechnet. In diesem Fall muss nur noch auf die Dichte des flüssigen Hof- oder Recyclingdüngers umgerechnet werden (Ausdruck rechts von der Klammer).

Stallmist (frisch)

Das Resultat in g/kg Frischsubstanz (FS) von Mist wird folgendermassen berechnet (mit Kompensation der Faktoren ml/L und g/kg):

a = Volumen der verbrauchten Titrationslösung in ml

b = Protonenkonzentration der Titrationslösung in mol/L = 0.2 mol/L

c = Molmasse von Stickstoff in g/mol = 14 g/mol

d = Einwaage der Probe in g

$$g \text{ N / kg FS Mist} = a \text{ [ml]} \cdot b \text{ [mol/L]} \cdot c \text{ [g/mol]} / d \text{ [g]}$$

4. Resultatangabe

Feste Recyclingdünger:

Stickstoffgehalt in g/kg TS, 2 Dezimalstellen

Gülle und flüssige Recyclingdünger:

Stickstoffgehalt in g/L, 2 Dezimalstellen

Mist:

Stickstoffgehalt in g/kg FS, 2 Dezimalstellen

5. Bemerkungen

- Der Kjeldahl-Aufschluss wurde gewählt, um mit der gleichen Methode Hof- und Recyclingdünger analysieren zu können.
- Beim Kjeldahl-Aufschluss werden Nitrat sowie gewisse heterozyklische N-Verbindungen nicht oder nur unvollständig vollständig erfasst. Im Falle von Hofdüngern und Gärgütern ist dieser Anteil am Gesamtstickstoff in der Regel vernachlässigbar klein, so dass mit dieser Methode so gut wie der Gesamt-Stickstoff gemessen werden kann. Der Gesamt-Stickstoffgehalt in Kompost hingegen kann ohne Reduktionsschritt nicht gemessen werden.
- Die Dumas Methode kann für die Bestimmung des Gesamtstickstoffes bei festen Düngern verwendet werden. Für den Praxisgebrauch stimmen die Werte bei den festen Gärgütern genügend gut mit denen dieser Methode überein.
- Der Übergang zwischen fest und flüssig kann bei Hof- und Recyclingdüngern fließend sein. Als „flüssig“ werden hier diejenigen Dünger verstanden, welche in flüssiger Form gehandhabt und ausgebracht werden. Die übrigen fallen unter den Begriff „fest“. In diesem Sinn steht „Gülle“ für alle flüssigen, „Mist“ für alle festen Hofdünger.

- Probenvorbereitung und Trockensubstanzbestimmung erfolgen gemäss den entsprechenden Referenzmethoden.
- Zur Titration des entstandenen Ammoniums kann auch Salzsäure verwendet werden. Als einprotonige Säure führt sie zu einem klareren Wendepunkt oder Farbumschlag. Bei Titration auf einen vorgegebenen pH-Wert spielt dies keine Rolle.
- In der Praxis wird für Gülle und flüssige Recyclingdünger die Stickstoff-Konzentration auch in kg/m³ angegeben. Der Betrag bleibt dabei gleich wie im Resultat gemäss Abschnitt 3; nur die Dimension ist unterschiedlich.

6. Historie

| Version | Art der Änderung | neu | bisher |
|--------------------|--|--|--|
| Version 1.0 (2015) | Methode erstellt | | |
| Version 1.1 (2020) | Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout Überarbeitung Kapitel Bemerkung | Recyclingdünger durch Gängüter ersetzt und Ergänzung für Kompost | |
| Version 1.2 (2023) | Korrektur Einsatzbereich Methode | Methode ist für alle festen organischen Recyclingdünger zugelassen. Häckchen wurde für Kompost gesetzt. DüBV wurde durch DüV ersetzt in Einführungstabelle. | Kein Häckchen bei Kompost in Einführungstabelle, obwohl Methode für org. Recyclingdünger zugelassen. |

Impressum

| | |
|-------------|---|
| Herausgeber | Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden |
| Auskünfte | Diane Bürge |
| Copyright | © Agroscope 2023 |