



Application Note AN-H-146

Ammonium- und Harnstoffstickstoff in NPK-Düngern

Schnelle, gleichzeitige Bestimmung der beiden Komponenten
durch thermometrische Titration

Düngemittel werden in der Landwirtschaft eingesetzt, um wachsenden Pflanzen mehr wichtige Nährstoffe zuzuführen. Die so genannten "NPK"-Dünger liefern den Pflanzen diese Nährstoffe mit ihren drei Hauptkomponenten (N - Stickstoff, P - Phosphor, K - Kalium). In Düngemitteln wird Stickstoff hauptsächlich in drei Formen bereitgestellt: als Ammoniumnitrat (NH_4NO_3), Ammoniak (NH_3) und Harnstoff (H_2NCONH_2). Aufgrund der unterschiedlichen physikalischen und chemischen Eigenschaften sowie der Aufnahme- und Freisetzungskinetik werden Mischungen der

stickstoffliefernden Verbindungen verwendet. Durch die Verwendung solcher Mischungen wird das Problem von Verbrennungen an Blatträndern der Pflanzen, die durch einen Überschuss an Stickstoff verursacht werden, verringert.

Die Bestimmung der einzelnen stickstoffliefernden Komponenten ist oft eine mühsame Arbeit. Die thermometrische Titration bietet die Möglichkeit, die Menge an Ammoniumstickstoff und Harnstoffstickstoff in einer einzigen Titration mit Natriumhypochlorit als Titriermittel schnell zu bestimmen.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Application wird an zwei verschiedenen festen NPK-Düngern demonstriert. Für die Analyse werden Stammlösungen der Festdünger hergestellt. Die

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse wird mit einem Titrotherm 859 durchgeführt, der mit einer Thermoprobe ausgestattet ist. Um den manuellen Umgang mit Chemikalien zu vermeiden, werden alle Lösungen automatisch mit einem 846 Dosing Interface dosiert. Die Titration basiert auf der Reaktion zwischen Natriumhypochlorit und Ammoniumstickstoff bzw. Harnstoff. Bromid wird als Katalysator für die Reaktion verwendet. Da Harnstoff langsamer mit Hypochlorit reagiert als Ammoniumstickstoff, ergeben sich zwei Endpunkte.

Vor der Titration wird die Probe in das Titrationsgefäß pipettiert. Alle erforderlichen Hilfslösungen werden automatisch zudosiert, und das Gefäß wird mit entionisiertem Wasser auf ein Gesamtvolumen von 50

ERGEBNISSE

Titrationen mit zwei Endpunkten erhält man, wenn die Probe Ammonium und Harnstoff enthält. Eine beispielhafte Titrationkurve ist in **Abbildung 2** dargestellt. Je nach Harnstoffmenge in der Probe kann

Festdünger genau in einen Messkolben eingewogen und in warmem Wasser aufgelöst.



Abbildung 1. 859 Titrotherm-Setup für die thermometrische Titration und die mit tiamo durchgeführte Datenauswertung.

mL aufgefüllt. Danach wird die Lösung bis nach dem zweiten exothermen Endpunkt mit Natriumhypochlorit titriert.

eine zusätzliche Aufstockung der Probe den Nachweis von Harnstoff verbessern und sicherstellen, dass ein zweiter Endpunkt gefunden wird.

Tabelle 1. Ergebnisse der thermometrischen Titration von festen NPK-Düngern mit Harnstoff und Ammonium (n = 6).

	NPK 17-8-10	NPK 15-15-15
$w(N_{\text{Ammoniak}}) / \%$	11.31	11.98
$s(\text{rel})_{\text{Ammoniak}} / \%$	0.70	0.31
$w(N_{\text{Harnstoff}}) / \%$	4.51	2.03
$s(\text{rel})_{\text{Harnstoff}} / \%$	0.69	2.35

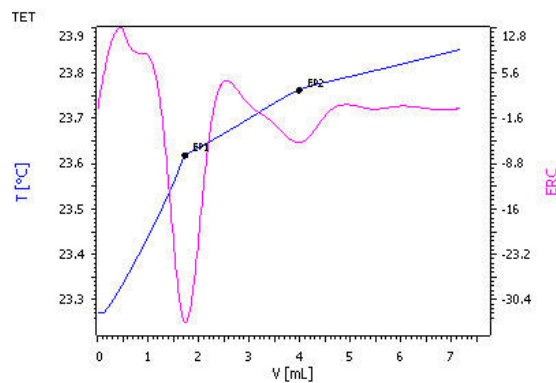


Abbildung 2. Titrationskurve der thermometrischen Bestimmung von Ammonium (EP1) und Harnstoff (EP2) in NPK-Dünger 17-8-10.

FAZIT

Die thermometrische Titration ist eine sehr schnelle und genaue Methode zur Bestimmung des Ammonium- und Harnstoffgehalts in Düngemitteln in

einer Titration. Die Methode ermöglicht eine Differenzierung dieser beiden Komponenten mit einer Bestimmungszeit von **weniger als 3 Minuten**.

Interne Referenz: AW TI CH1-1299-112019

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



859 Titrotherm komplett mit tiamo™

PC-gesteuerter Titrator für die thermometrische Titration. Inklusive komplettem Zubehör für die Titration (10 mL Bürette, Titrationsstand mit Stabrührer, Thermoprobe, Titrationsgefäß und tiamo™ light).



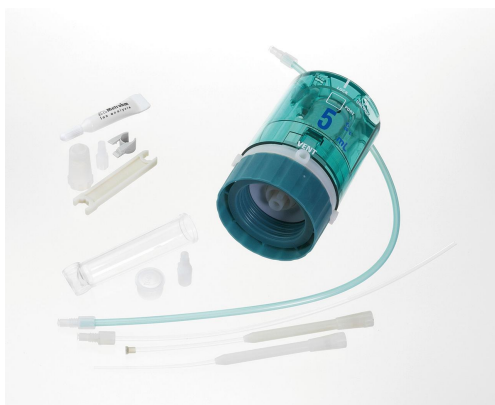
846 Dosing Interface

USB-fähige Steuereinheit für den Anschluss von max. vier 800 Dosinos oder 805 Dosimaten für Dosier- und Liquid-Handling-Aufgaben. Zur Bedienung ist ein Touch Control oder der Anschluss an einen PC mit OMNIS Software, tiamo™, MagIC Net, viva oder 797 VA Computrace nötig.



800 Dosino

Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 150 cm).



807 Dosing Unit 5 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 5 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.



807 Dosing Unit 10 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 10 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.



807 Dosing Unit 50 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 50 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.