



Application Note AN-T-214

Kjeldahl-Stickstoff im Abwasser

Einfache Bestimmung durch Titration nach ASTM D3590

ZUSAMMENFASSUNG

Stickstoffbasierte Verbindungen sind in der Umwelt weit verbreitet. Sie sind essentielle Wachstumsnährstoffe für photosynthetische Organismen (z. B. Pflanzen und Algen). Daher ist es wichtig, die Menge an Stickstoffverbindungen, die in die Umwelt freigesetzt werden, zu überwachen und zu kontrollieren.

In dieser Application Note wird eine Methode zur Bestimmung des Stickstoffgehalts in Wasser durch Kjeldahl-Aufschluss und Destillation mit anschließender photometrischer oder potentiometrischer Titration gemäß **ASTM D3590** vorgestellt. Die Stickstoffbestimmung durch Kjeldahl-Aufschluss und Destillation wird seit 1883

durchgeführt. Die Universalität, Präzision und Reproduzierbarkeit der Kjeldahl-Methode haben sie zur international anerkannten Methode gemacht, um beispielsweise den Proteingehalt in vielen Matrizes abzuschätzen, und sie ist die Standardmethode, an der alle anderen Methoden gemessen werden.

Nach der Kjeldahl-Destillation wird der Stickstoffgehalt durch Säure-Base-Titration bestimmt. Abhängig von der Probe und den Vorlieben des Benutzers kann es sich dabei entweder um eine photometrische oder potentiometrische Titration handeln. Beide Titrationsmethoden bieten eine zuverlässige und kostengünstige Bestimmung.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Bestimmung wird an Abwasser für die photometrische Titration und an dotiertem Wasser für die potentiometrische Titration demonstriert.

Jede Probe wird zum Aufschluss in eine Kjeldahl-Röhre überführt. Der Aufschluss erfolgt automatisch mit einem handelsüblichen Heizblock bzw. einer

Kjeldahl-Aufschlussapparatur. Nach dem Aufschluss wird der Mischung Natronlauge zugesetzt und der entstehende Ammoniak mittels einer Wasserdampfdestillationsapparatur automatisch in ein Borsäure enthaltendes Auffanggefäß destilliert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird auf einem OMNIS Advanced Titrator durchgeführt, der mit einer Optrode für die photometrische Titration und mit einer dEcotrode plus für die potentiometrische Titration ausgestattet ist.

Die vorbereiteten Proben werden mit Schwefelsäure titriert, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist. Um eine gute Wiederfindung und Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, ist es wichtig, dass die für diese Probenvorbereitung verwendete Destillationsapparatur dicht ist und dass das Wasser, das für den Blindwert verwendet wird, stickstofffrei ist.



Abbildung 1. OMNIS Advanced Titrator ausgestattet mit einer dEcotrode plus für die potentiometrische Bestimmung von Kjeldahl-Stickstoff in Wasser.

ERGEBNISSE

Die Wiederfindung und Standardabweichung der beiden unterschiedlichen Titrationen konnten nicht verglichen werden, da unterschiedliche Proben

verwendet wurden. Allerdings liegen die relativen Standardabweichungen bei beiden Methoden unter 2 %, was für diese Anwendung akzeptabel ist.

Tabelle 1. Ergebnisse der Stickstoffbestimmungen in Wasser durch Titration nach Kjeldahl-Aufschluss und Destillation.

	Photometrische Titration (n = 4)	Potentiometrische Titration (n = 3)
Mittelwert	33,63 mg/L	19,78 mg/L
SD(abs)	0,45 mg/L	0,26 mg/L
SD(rel)	1.33%	1.34%

FAZIT

Die Titration ist eine einfache Methode zur Bestimmung von Kjeldahl-Stickstoff im Abwasser nach **ASTM D3590**. Die Titration kann entweder photometrisch oder potentiometrisch durchgeführt werden. Die potentiometrische Methode bietet den Vorteil, dass kein Indikator benötigt wird. Andererseits ist die Optrode für photometrische Messungen

wartungsfrei. Welche Titration verwendet wird, hängt von der Probe und den Vorlieben des Benutzers ab. Für beide Methoden kann ein OMNIS Titrator verwendet werden. Dadurch können Sie das System individuell an Ihre Bedürfnisse anpassen und für weitere Titrationsanwendungen erweitern, die für die Qualitätskontrolle von Wasser erforderlich sind.

Interne Referenz: AW TI CH1-1301-032020

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS Advanced Titrator mit Magnetrührer
Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkt titration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Stabrehrer erweitert werden. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrehrer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkt titration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkt titration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkt titration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



Ecotrode plus

Kombinierte pH-Elektrode für wässrige Säure/Base-Titrationen. Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich. Referenzelektrolyt: $c(KCl) = 3 \text{ mol/L}$, Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung.



Optrode

Optischer Sensor für photometrische Titrationen mit 8 verfügbaren Wellenlängen. Die Umschaltung der Wellenlänge kann softwaregesteuert (ab tiamo 2.5) oder mit einem Magnet erfolgen. Der Glasschaft ist komplett lösungsmittelresistent und einfach zu reinigen. Der platzsparende Sensor ist z.B. geeignet für:

- nichtwässrige Titrationen nach USP oder EP
- Bestimmungen von Carboxylendgruppen
- TAN/TBN nach ASTM D974
- Sulfatbestimmung
- Fe, Al, Ca in Zement
- Wasserhärte
- Chondroitinsulfat nach USP

Der Sensor ist nicht geeignet für Bestimmungen von Konzentrationen durch die Messung der Farbintensität (Kolorimetrie).