



Chemische Bodenuntersuchung

Bestimmung des Gesamtstickstoffs
und des pflanzenverfügbaren extrahierbaren
anorganischen Stickstoffs (N_{an})

25418/03

Gruppe 940400

Химический анализ почвы, Определение содержания общего азота и доступного для растений содержания экстрагируемого неорганического азота ($N_{неорг.}$)

Chemical soil analysis; Determination of total-nitrogen and plant-available extractable inorganic nitrogen (N_{in})

Deskriptoren: **Bodenuntersuchung; Chemische Methode; Stickstoff**

Umfang 3 Seiten

Verantwortlich/bestätigt: 29. 10. 1987, Akademie der Landwirtschaftswissenschaften der DDR, Berlin

Verbindlich ab 1.9. 1988

Vorbemerkung

Der pflanzenverfügbare extrahierbare anorganische Stickstoff (N_{an}) setzt sich zusammen aus der Summe von Ammonium- und Nitratstickstoff.

1. PROBENAME

nach TGL 25418/01

Für die Bestimmung des N_{an} sind unabhängig von der Schlaggröße mit dem Bohrstock mindestens 25 oder bei vorausgegangener organischer Düngung mindestens 40 Einzelproben in Abhängigkeit von der Fruchtart in Tiefen von 0 bis 30cm, 31 bis 60cm oder 0 bis 60cm zu entnehmen und zu Durchschnittsproben zu vereinigen.

2. PROBENVORBEREITUNG

Für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs ist eine Feinmahlung, z.B. mittels Kugelmühle oder Reibschale, von 20g Boden <2mm nach Trocknung bei höchstens 40°C auf Korngröße <0,2mm durchzuführen.

Für die Bestimmung des Trockenmassegehaltes sind 10g Bodeneinwage bei 105°C bis zur Massekonstanz zu trocknen.

Die Bestimmung des N_{an} ist sowohl an vorbehandelten getrockneten Proben, Trocknung bei 40°C, als auch an naturfeuchten Proben zulässig. Naturfeuchte Proben sind von Hand sorgfältig zu zerreiben und zu durchmengen. Größere Einschlüsse, wie Steine, Pflanzenteile, sind auszulesen. Die Bestimmung des Trockenmassegehaltes naturfeuchter Proben, Trocknung bei 105°C, ist erforderlich.

Die Extraktion naturfeuchter Proben soll innerhalb von 24h nach Probenahme und bei Transport- und Lagerungstemperaturen unter 15°C erfolgen. Bei Aufbewahrung bis zu einer Woche sind Temperaturen unter 5°C, bei längerer Lagerung unter -15°C einzuhalten. Die Behältnisse müssen wasserdicht sein.

Die Lagerung getrockneter Proben in luftdichten Gefäßen bei Temperaturen unter 25°C ist zulässig.

3. PRÜFMITTEL

3.1. Geräte

3.1.1. für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs
Aufschlußgefäß, z. B. Kjeldahlkolben, 100 oder 250 ml
Erlenmeyerkolben 100 ml

Maßkolben 100 ml

Bürette 10 ml mit 0,05 ml Graduierung

Sicherheitspipette 10 ml

Aufschlußapparat

Destillationsapparat, z. B. modifiziert nach PARNAS-WAGNER

3.1.2. für die Bestimmung des Ammonium- und Nitratstickstoffs

— mittels Destillationsapparat

Erlenmeyerkolben 100 ml

Glas- oder Polyethylenflaschen 250 ml

Pipette 20 ml

Bürette 10 ml mit 0,05 ml Graduierung

Schüttelmaschine, vorzugsweise rotierend

Destillationsapparat

— mittels Analysenautomat

nach Methodenblatt, siehe Hinweise

— mittels Elektrode, nur für Nitratstickstoff

Glas- oder Polyethylenflaschen 250 ml

Becherglas 100 ml

pH-Meßverstärker, z. B. MV 87

nitratsensitive Elektrode

Bezugselektrode Ag/AgCl oder Hg/HgCl₂

elektrisches Rührwerk

Schüttelmaschine

3.2. Reagenzien

3.2.1. für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs

Schwefelsäure z. A., Dichte 1,84

Selenreaktionsgemisch nach WIENINGER

Natronlauge, 33%ig, N-frei, zur Stickstoffbestimmung
Borsäure 1%ig

Tashiro-Indikator: 0,2% Methylrot und 0,1% Methylblau in absolutem Ethanol

Phenolphthalein, 0,1% in absolutem Ethanol

Schwefelsäure, $c \frac{1}{2} (H_2SO_4) = 0,005 \text{ mol/dm}^3 (0,01 \text{ N})$
oder

Salzsäure, $c \frac{1}{2} (HCl) = 0,01 \text{ mol/dm}^3 (0,01 \text{ N})$

3.2.2. für die Bestimmung des Ammonium- und Nitratstickstoffs

— mittels Destillationsapparatur

Kaliumchlorid, z. A. oder rein, $c(\text{KCl}) = 1,0 \text{ mol/dm}^3$ (1N)

Borsäure 1%ig

Tashiro-Indikator

Schwefelsäure, $c \frac{1}{2} (\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,0025 \text{ mol/dm}^3$ (0,005 N)

oder

Salzsäure, $c \frac{1}{2} (\text{HCl}) = 0,005 \text{ mol/dm}^3$ (0,005 N)

Legierung nach DEVARDA, feingemahlen < 0,05 mm

Magnesiumoxid, 2h auf 600 bis 700°C erhitzt, über Kalilauge abgekühlt und dichtverschlossen aufbewahrt

Ammoniumsulfat, z. A., 0,236 g auf 1 l Wasser

Kaliumnitrat, z. A., 0,361 g auf 1 l Wasser

— mittels Analysenautomat

nach Methodenblatt, siehe Hinweise

— mittels Elektrode, nur für Nitratstickstoff

Kaliumaluminiumsulfat, z. A., 1%ig

Kaliumnitrat, z. A.

4. DURCHFÜHRUNG DER PRÜFUNG

4.1. Allgemeines

Von jeder Probe sind Doppelbestimmungen durchzuführen.

4.2. Gesamtstickstoff

2g ± 0,01g des nach Abschnitt 2. vorbehandelten Bodens sind in einem Kjeldahlkolben mit 10ml, bei humosen und bei kalkreichen Böden mit 15ml konzentrierter Schwefelsäure zu vermischen. Nach 5min sind 2g Selenreaktionsgemisch zuzugeben und die Probe ist bis zum Klarwerden und 1h darüber hinaus zum Sieden zu erhitzen. Die abgekühlte Aufschlußlösung ist in einen 100-ml-Maßkolben zu überspülen und mit Wasser aufzufüllen. Entsprechend den zu erwartenden Stickstoffgehalten sind aliquote Teile in den Destillationskolben zu pipettieren. Diese sind mit 2 bis 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung zu versehen. Nach Zugabe der Natronlauge bis zum Umschlag nach rot-violett ist das Ammoniak mit Wasserdampf abzudestillieren. Als Vorlage ist ein 100-ml-Erlenmeyerkolben mit 10ml Borsäure und 3 Tropfen Tashiro-Indikator zu verwenden. Das Kühlrohrende muß in die Flüssigkeit eintauchen. Der Abschluß der Destillation ist von der Apparatur abhängig; als Richtwert ist eine Destillatmenge von 50ml anzustreben, die konkrete Dauer ist anhand von Aufschlußlösungen mit bekanntem Stickstoffgehalt zu ermitteln. Die Titration ist mit 0,01N Schwefel- oder Salzsäure durchzuführen. Das Mitführen einer Blindprobe ist erforderlich.

4.3. Ammonium- und Nitratstickstoff

4.3.1. mittels Destillationsapparatur

Zur Extraktion sind 20g ± 0,01g trockener oder feuchter Boden in einem 250-ml-Glas- oder Polyethylengefäß mit 100ml Kaliumchloridlösung 1h zu schütteln. Nach dem Absetzen ist der klare Extrakt zu dekantieren, erforderlichenfalls ist zu zentrifugieren. Klare Extrakte können bei Temperaturen unter 15°C bis zu 2 Wochen gelagert werden. Längere Lagerung ist im gefrorenen Zustand zulässig. Nach dem Auftauen ist die Flüssigkeit kurz zu schütteln.

— Ammoniumstickstoff

Vor Beginn der Analyse ist die Apparatur etwa 10min auszudampfen. 20ml Extrakt sind in den Destillationskolben zu pipettieren und mit 0,2g Magnesiumoxid zu

ben mit 10ml Borsäure und 3 Tropfen Tashiro-Indikator zu verwenden. Das Kühlrohrende muß in die Flüssigkeit eintauchen. Das Ammoniak ist mittels Wasserdampf abzudestillieren. Die Destillation ist beendet, wenn 40ml Destillat vorliegen. Die Titration ist mit 0,005N Schwefel- oder Salzsäure durchzuführen.

Das Mitführen einer Blindprobe ist erforderlich. Dazu sind vor der ersten Analyse 20ml Kaliumchloridlösung mit Magnesiumoxid zu destillieren. Zur Neutralisation des Destillates sollen weniger als 0,2ml Säure verbraucht werden, anderenfalls ist die Apparatur zu reinigen oder sind die zur Destillation verwendeten Substanzen auf den Stickstoffgehalt zu prüfen und erforderlichenfalls auszutauschen. Der Stickstoffgehalt des zur Extraktion verwendeten Kaliumchlorids ist vorher zu kontrollieren.

— Nitratstickstoff

20ml Extrakt sind in den Destillationskolben zu pipettieren und mit 0,2g Magnesiumoxid und 0,2g Legierung nach DEVARDA zu versetzen. Als Vorlage ist ein 100-ml-Erlenmeyerkolben mit 10ml Borsäure und 3 Tropfen Tashiro-Indikator zu verwenden. Das Kühlrohrende muß in die Flüssigkeit eintauchen. Das Ammoniak ist mittels Wasserdampf abzudestillieren bis 40ml Destillat vorliegen. Diese Menge darf frühestens nach 8min erreicht werden, sonst verläuft die Reduktion der Ammoniak nicht quantitativ. An der Wandung der Apparatur haftende Reagenzien sind mit höchstens 20ml Wasser abzuspielen. Die Titration ist mit 0,005N Schwefel- oder Salzsäure durchzuführen. Im Ergebnis der Analyse liegt die Summe aus Ammonium- und Nitratstickstoff, N_{an} , vor. Der Nitratstickstoff ist nach der Formel

$$\text{NO}_3\text{-N} = N_{\text{an}} - \text{NH}_4\text{-N}$$

zu errechnen.

Das Mitführen einer Blindprobe ist erforderlich. Dazu sind vor der ersten Analyse 20ml Kaliumchloridlösung mit Magnesiumoxid und Legierung nach DEVARDA zu destillieren. Zur Neutralisation des Destillates sollen weniger als 0,4ml Säure verbraucht werden, anderenfalls ist wie bei Ammoniumstickstoff zu verfahren.

4.3.2. mittels Analysenautomat

Extraktion des Bodens und Behandlung der Extrakte nach Abschnitt 4.3.1.

Analyse nach Methodenblatt, siehe Abschnitt Hinweise

4.3.3. Nitratstickstoff mittels Elektrode

20g trockener oder feuchter Boden sind in einen 250-ml-Glas- oder Polyethylengefäß mit 100ml Kaliumaluminiumsulfatlösung 1h zu schütteln. Nach dem Absetzen ist zu dekantieren und erforderlichenfalls zu zentrifugieren oder zu filtrieren. Etwa 50ml der klaren Bodenextrakte sind in ein 100-ml-Beherglas zu überführen. Nach dem Einführen der Meßelektroden und des Rührstabes ist nach etwa 1min die Spannungsdifferenz des Elektrodensystems an den pH-Meßverstärker abzulesen. Auf gleichmäßiges Rühren ohne Luftblaseneinschluß sowie Temperaturkonstanz ist zu achten.

5. AUSWERTUNG DER PRÜFUNG

5.1. Berechnung

5.1.1. Gesamtstickstoff

$$N \text{ in } \% = \frac{(a - b) \cdot 0,14 \cdot F \cdot 100 \cdot 100}{E \cdot c}$$

- a Verbrauch an 0,01 N Säure für die Titration des abdestillierten Ammoniaks in ml
 b Verbrauch an 0,01 N Säure für die Blindwertbestimmung in ml
 E Einwage in mg

5.1.2. Ammonium- und Nitratstickstoff

— mittels Destillationsapparatur

für trockenen Boden:

$$\text{mg N/100 g trockener Boden} = (a - b) \cdot 0,07 \cdot 25$$

für feuchten Boden:

$$\text{mg N/100 g trockener Boden} = (a - b) \cdot 0,07 \cdot \frac{100}{c} \cdot 5 \cdot \left(5 + \frac{100 - c}{100}\right)$$

mg N $\text{NH}_4\text{-N}$, $\text{NO}_3\text{-N}$ oder N_{an}

- a Verbrauch an 0,005 N Säure für die Titration des abdestillierten Ammoniaks in ml
 b Verbrauch an 0,005 N Säure für die Blindwertbestimmung in ml
 c Trockenmassegehalt des feuchten Bodens in %

— mittels Analysenautomat

nach Methodenblatt, siehe Abschnitt Hinweise

— mittels Elektrode; nur für Nitratstickstoff

Zur Herstellung der Stammlösung für die Kalibrierkurve sind 7,218g Kaliumnitrat, bei 110 bis 130°C getrocknet, mit bidestilliertem Wasser zu lösen und auf 1000ml aufzufüllen. 1 ml dieser Lösung enthält 1 mg $\text{NO}_3\text{-N}$.

Zur Herstellung der Vergleichsreihe sind von dieser Lösung 1, 2, 3, 4 und 5 ml in 500-ml-Meßkolben mit Kaliumaluminiumsulfatlösung aufzufüllen. Von diesen Lösungen sind mit jeweils etwa 50 ml die Vergleichswerte entsprechend 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 und 1,0 mg $\text{NO}_3\text{-N}/100\text{ ml}$ zu ermitteln und auf halblogarithmisches Millimeterpapier aufzutragen. Die Kalibrierkurve ist vor jeder Serie neu zu bestimmen.

für trockenen Boden:

$$\text{mg N/100 g trockener Boden} = a \cdot 5$$

für feuchten Boden:

$$\text{mg N/100 g trockener Boden} = a \cdot \frac{100}{c} \cdot \left(5 + \frac{100 - c}{100}\right)$$

mg N $\text{NO}_3\text{-N}$ in mg

- a Meßwert in mg $\text{NO}_3\text{-N}/100\text{ ml}$
 c Trockenmassegehalt des feuchten Bodens in %

5.2. Zulässige Abweichung

5.2.1. Referenzmaterial

Zur Überprüfung ist Referenzmaterial von bekanntem Stickstoffgehalt mitzuführen. Bei Gesamtstickstoff darf die Abweichung 5%, bei Ammonium- und Nitratstickstoff 10% des bekannten Stickstoffgehaltes nicht überschreiten.

5.2.2. Gesamtstickstoff

Die Abweichung der Werte der Doppelbestimmung vom Mittelwert darf $\pm 0,01\%$ Gesamtstickstoff nicht überschreiten.

- c Trockenmassegehalt des Bodens in %
 F Faktor, der sich aus dem Verhältnis Gesamtaufschlußlösung zu Aliquot ergibt, z. B. Faktor 5 bei 20 ml Aliquot von 100 ml Gesamtlösung

5.2.3. Ammonium- und Nitratstickstoff

Die Abweichung der Werte der Doppelbestimmung vom Mittelwert darf $\pm 0,2\text{ mg N}/100\text{ g Boden}$ nicht überschreiten.

5.3. Ergebnis

Als Ergebnis ist der arithmetischen Mittelwert zweier Bestimmungen bei Gesamtstickstoff mit 2 Kommastellen und bei $\text{NH}_4\text{-N}$, $\text{NO}_3\text{-N}$ und N_{an} mit einer Kommastelle anzugeben.

Beispiel:

Gesamtstickstoff nach TGL 25418/03

0,27%

Ammoniumstickstoff nach TGL 25418/03

0,6 mg $\text{NH}_4\text{-N}/100\text{ g Boden}$

Nitratstickstoff (KCl-Extrakt) nach TGL 25418/03

2,3 mg $\text{NO}_3\text{-N}/100\text{ g Boden}$

Nitratstickstoff ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ -Extrakt) nach TGL 25418/03

2,3 mg $\text{NO}_3\text{-N}/100\text{ g Boden}$

Anorganischer Stickstoff nach TGL 25418/03

2,9 mg $\text{N}_{\text{an}}/100\text{ g Boden}$

6. PRÜFPROTOKOLL

Die Ergebnisse sind in Attestform zu erfassen. Bei der Angabe von N_{an} , $\text{NH}_4\text{-N}$ - und $\text{NO}_3\text{-N}$ -Werten ist zu vermerken, ob trockene oder naturfeuchte Proben zur Analyse verwendet wurden.

Hinweise

Ersatz für TGL 25418/03 Ausg. 11.79

Änderungen: Verzicht auf die quantitative Erfassung von Nitrat bei der Gesamtstickstoffbestimmung. Der Gesamtstickstoffgehalt wird auf die Trockenmasse bezogen. Bei der N_{an} -Berechnung wird die Verdünnung des Extraktionsmittels durch den Wassergehalt feuchter Proben berücksichtigt.

Im vorliegenden Standard ist auf folgenden Standard Bezug genommen: TGL 25418/01

Prüfung organischer Düngestoffe; Bestimmung leichtlöslicher Makronährstoffe in gärtnerischen Erden und Substraten siehe TGL 37 126/04

Kontinuierlicher Analysenautomat, Vierkanalsystem; Methodenblatt zu Bestimmung von Ammonium, Nitrat, Kalzium, Magnesium, Aluminium und Mangan in 1 N KCl-Bodenauszügen vom 14.9.1979 Bestellnummer 411/065 des VEB MLW Prüfgeräte-Werk Medingen, Sitz Freital