



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 OMNIS Titrator durchgeführt, der mit einer dThermoprobe ausgestattet ist (**Abbildung 1**). 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

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



Abbildung 1. OMNIS Titrator-Setup für die thermometrische Titration und die mit der OMNIS-Software durchgeführte Datenauswertung.

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

ERGEBNISSE

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

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

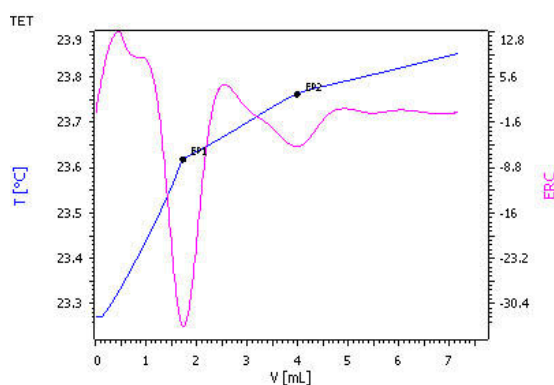


Abbildung 2. Titrationskurve der thermometrischen Bestimmung von Ammonium (EP1) und Harnstoff (EP2) in NPK-Dünger 17-8-10.

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



OMNIS Titrator mit Magnetrührer, ohne Funktionslizenz

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems. 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 Rührer erweitert werden. Dank verschiedenen Software-Funktionslizenzen sind verschiedene Messmodi und Funktionalitäten möglich.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- 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:

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



dThermoprobe

Hochempfindlicher digitaler Temperaturfühler für die thermometrische Titration mit OMNIS.

Die Thermoprobe hat eine kurze Ansprechzeit und eine hohe Auflösung und ermöglicht die präzise Erfassung von kleinsten Temperaturänderungen.

Dieser Sensor kann in wässrigen und nichtwässrigen Lösungen verwendet werden, die kein HF enthalten, wie z.B. die Bestimmung von:

- Säurezahl (TAN) nach ASTM D8045
- Basenzahl (TBN)
- freie Fettsäuren
- Ca/Mg Bestimmung
- Phosphat



Zylindereinheit OMNIS spezial 10 mL

Intelligente Zylindereinheit 10 mL für einen OMNIS Titrator, Titration Module oder Dosing Module. Diese Zylindereinheit wird speziell für die folgenden Lösungen empfohlen:

- Wässrige alkalische Lösungen
- Titrant 5
- Silbernitrat Lösungen
- Nichtwässrige alkalische Lösungen
- Permanganat Lösungen
- EDTA Lösungen

Inklusive Dosierschläuchen und Antidiffusionsbürettenspitze.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Funktionslizenz Thermometric Titrator

Funktionslizenz "Thermometrischer Titrator" für den OMNIS Titrator

Beinhaltet die Funktionsmodi:

- Thermometrische Titration (TET)
- MEAS U / T / pH
- Liquid Handling
- Titration nur mit interner Bürette eines OMNIS Titrators