

# APPLICATION NOTE

## Bestimmung des Gesamtstickstoffs und TKN (Total Kjeldahl Nitrogen) in Wasser und Abwasser

Kjeldahl Applikation basierend auf **DIN 38409** – Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser, Abwasser- und Schlammuntersuchung, Bestimmung von gebundenem Stickstoff, **AOAC 973.48** – Nitrogen Total in Water, Kjeldahl Method, 1973.



### Einleitung

Stickstoff kommt in verschiedenen Formen in der Umwelt vor. In dem Stickstoffkreislauf wird dieser immer wieder umgewandelt und gelangt dann häufig über Düngemittel, die Ausscheidungen von Menschen und Tieren oder durch Abfallprodukte von produzierendem Gewerbe in Wasser und Abwasser. Für die Bestimmung von Stickstoff in Wasser und Abwasser sind dabei vor allem Ammonium, Organischer Stickstoff, Nitrat und Nitrit relevant. Je nach Norm und Ziel der Bestimmung werden dabei folgende Werte analysiert:

**Gesamtstickstoff** = TKN (Total Kjeldahl Nitrogen) + Nitrat + Nitrit

**Gesamter organischer Stickstoff** = TKN (Total Kjeldahl Nitrogen) – Ammonium

**Gesamter anorganischer Stickstoff** = (Nitrat + Nitrit) + Ammonium

**TKN (Total Kjeldahl Nitrogen)** = Gesamter organischer Stickstoff + Ammonium

#### C. Gerhardt Geräte:

- KJELDATHERM KT20 (alternativ TURBOTHERM)
- VAPODEST 200 – 500C
- VACUSOG/TURBOSOG

#### Zusätzliche Ausstattung:

- Mixer für die Homogenisierung
- Analytische Waage
- Wasserbad
- Laborabzug

Besonders für die Abwasserbehandlung sind die Zusammensetzung und die Art der Stickstoffverbindungen wichtig. Im Laufe der Abwasserbehandlung in kommunalen Klärwerken wird organischer Stickstoff in anorganischen Stickstoff umgewandelt. Dabei ist z.B. der TKN-Wert (Total Kjeldahl Nitrogen) für die biologische Abwasserbehandlung wichtig. Dieser muss bei den einzelnen Verfahrensschritten zur Aufreinigung des Abwassers bestimmt werden, um das Verfahren zu überwachen und womöglich anzupassen. Häufig ist auch der Ammoniumgehalt für Wasserwerke und Klärwerke relevant um z.B. den Verschmutzungsgrad des eingeleiteten Wassers zu bestimmen. Am Ende des Wasseraufbereitungsprozess liegt überwiegend anorganischer Stickstoff vor. Mit der in der Application Note beschriebene Methode auf Basis der **Kjeldahl-Methode** lässt der **TKN (Total Kjeldahl Nitrogen)** bestimmen. Durch die weiteren verfügbaren Applikationen „**Bestimmung von Ammonium in wässrigen Proben**“ und „**Bestimmung von Nitrat in wässrigen Proben**“ lassen sich so die einzelnen für die Wasser- und Abwasseranalysen relevanten Werte bestimmen.

# APPLICATION NOTE

## Die Methode

### Probenvorbereitung und Planung

Der erste wichtige Schritt dieser Methode ist eine sinnvolle Probenmenge auszuwählen. Diese sollte sich an die Konzentration der eingesetzten Chemikalien und Stickstoffinhalt der Probe orientieren. Dafür haben wir eine Tabelle für die Vereinfachung der Routine angefertigt.

Probenmenge[ml]	Konzentrationsbereich N [mg/L]
500	<1
250	1-5
100	5-35
50	20-70
20	50-175
10	100-350
5	300-700

➔ **Applikationsnotiz:** Für den Einsatz größerer Probenmengen können Glasgrößen bis 800 ml von C. Gerhardt eingesetzt werden.

### Aufschluss

Nun wird das ausgewählte Volumen der Probe in ein entsprechendes großes Kjeldahlglas einpipettiert. Hier sollte besonders auf Homogenität geachtet werden. Weiterhin ist eine genaue Zugabe von großer Bedeutung, da diese einen großen Einfluss auf die Präzision der Ergebnisse hat. Anschließend erfolgt die Zugabe der Katalysatortabletten und der Schwefelsäure. Der Aufschluss verläuft über 90 Min. bis der Aufschluss klar geworden ist.

➔ **Applikationsnotiz:** Je nach Wasserprobentyp tendieren diese zu Schäumen. Hier kann ein langsames Temperaturprogramm gewählt oder Antischaumtabletten eingesetzt werden.

### Destillation und Titration

Im nächsten Schritt werden die aufgeschlossenen Wasserproben in die VAPODEST Destillationseinheit überführt. Hier erfolgt je nach Modell die Zugabe des Wassers, der Lauge und die Titration automatisch. Auch hier sollten die eingesetzte Borsäure und die entsprechende Titrationssäure den Stickstoffkonzentrationsbereich entsprechen. So werden sinnvolle Titrationsvolumina und eine sehr gute Präzision erreicht.

➔ **Applikationsnotiz:** In der Wasseranalytik sind i.d.R. geringe Stickstoffkonzentrationen zu erwarten. Hier sollte eine gering konzentrierte Borsäure (zwischen 0,1 - 1 %) und eine ebenfalls gering konzentrierte Titrationssäure (0,01 - 0,05 N) zum Einsatz kommen. Somit wird die Auflösung und die Standardabweichung verbessert.

# APPLICATION NOTE

## Beispielerggebnisse für Abwasserproben (Tabelle 1)

Probentyp	Probenmenge	Theor. Gehalt	Gemessenes Ergebnis	Wiederholbarkeit / Standardabweichung
Abwasser aus Zeolithherstellung	200 ml	20 ppm	20,03 ppm	0,1245
NMP in Abwasser	10 ml	0,8 % N	0,796	0,01

## Beispielwerte Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (Tabelle 2)

Probentyp	Probenmenge	Theor. Gehalt	Wiederholbarkeitsstandardabweichung	Vergleichsstandardabweichung
Oberflächenwasser	1-200 ml	9,84 ppm	0,57 ppm	1,93 ppm
Industrieller Wasserablauf	1-200 ml	206 ppm	3,30 ppm	7,60 ppm
Kommunaler Kläranlagenablauf	1-200 ml	23,3 ppm	0,93 ppm	3,18 ppm

## Fazit

Für die Wasser- und Abwasseranalytik ist eine Vielzahl von Stickstoffverbindungen relevant, sowohl Organische als auch Anorganische. Mit den für die Wasseranalytik optimierten Applikationen und den VAPODEST Destillationssystemen lassen sich alle relevanten Werte automatisiert bestimmen. Zudem erleichtert spezielles Zubehör von C. Gerhardt, wie die größeren Kjeldahlkolben, die Analyse für den Anwender.

Für weitere Informationen oder andere Anwendungen wenden Sie sich bitte an:

**application@gerhardt.de**