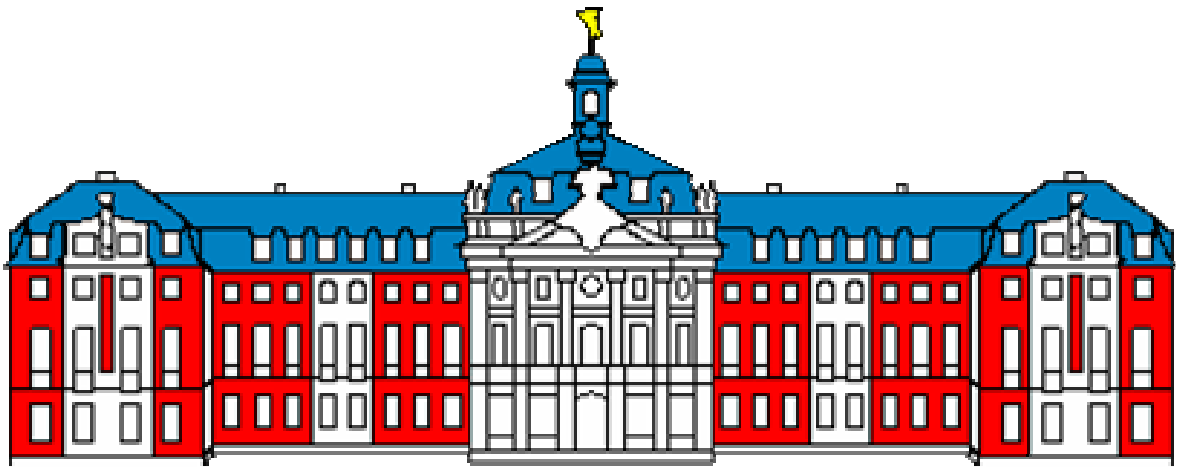


Zusatzinformation zum Anorganisch Chemischen Grundpraktikum

Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl



Dr. A. Hepp

(V 29.04.08)

Kjeldahlsche Stickstoffbestimmung

Die Kjeldahlsche Stickstoffbestimmung ist eine 1883 entwickelte quantitative, häufig verwendete Bestimmungsmethode [1]. Die Methode wurde nach dem dänischen Chemiker Johann Gustav Christoffer Kjeldahl (1849-1900) benannt. Der Stickstoff kann in vielen verschiedenen stickstoffhaltigen Verbindungen bestimmt werden, was sich im breiten Anwendungsfeld der Methode äußert:

- Nahrungsmittelindustrie
- Umweltanalytik
- Pharmazeutischen- und Chemischen Industrie

Beim klassischen Vorgehen wird eine genau gewogene Probemenge (0,5 bis 3 g, abhängig vom Stickstoffgehalt der Probe) mit Schwefelsäure in einem Kjeldahl-Kolben aufgeschlossen. Die organischen Anteile einer Probe werden so entfernt und der Stickstoff der Probe dabei in Ammoniumsulfat umgewandelt. Mit der Zugabe einer starken Base wird Ammoniak aus der Aufschlusslösung freigesetzt, welcher in einer Säure aufgefangen und titrimetrisch bestimmt wird. Bei einer Nitratbestimmung wird dieses im alkalischen mit Hilfe der Devardascher Legierung (Al:Cu:Zn = 45:50:5) oder speziell dafür entwickelt Kjeldahltablettten zu Ammonium reduziert und direkt ausgetrieben und wie bei der sauren Methode in einer Säure aufgefangen.

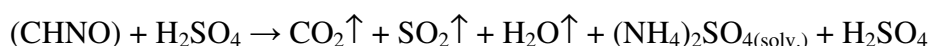
Es existieren auch Mikro-Methoden für 5–15-mg-Proben.

Zudem lässt sich die gesamte Bestimmung mittels vollautomatischer Laborgeräte - auch mit mehreren Proben gleichzeitig - automatisieren, so dass die Analysen auch ohne anwesendes Personal über Nacht abgewickelt werden können.

1.1 Aufschluss

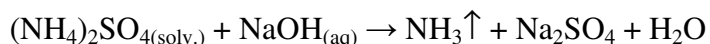
1.1.1 Saurer Aufschluss

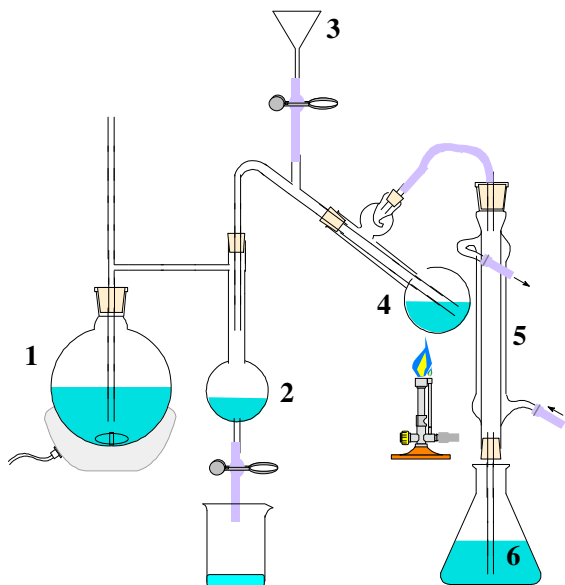
Bei diesem Aufschluss wird die Probe im offenen Kolben mit einem Überschuss an H_2SO_4 gekocht.



Wasserdampfdestillation

Nach dem Aufschluss liegt der Stickstoff als Ammoniumsulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ in Schwefelsäure gelöst vor. Bei Zugabe einer starken Base (beispielsweise NaOH) wird die Schwefelsäure neutralisiert und Ammoniak ausgetrieben, welcher mittels Wasserdampfdestillation quantitativ in eine Vorlage mit einer genau definierten Menge einer Säure, eingeleitet wird.

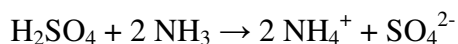




- 1 Wasserdampferzeuger
- 2 Wasserabscheider
3. Zugabe von NaOH zum Austreiben
4. Kjeldahl-Kolben mit dem sauren Aufschluss
5. Kühler mit vorgeschaltetem Tropfenfänger
6. Vorlage mit definierter Menge an Säure + Indikator

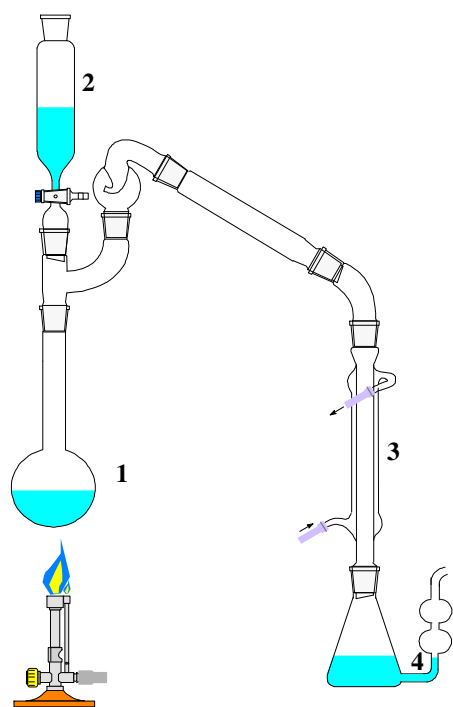
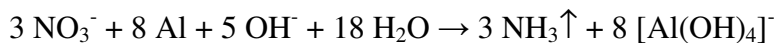
Abbildung 1 Ammoniakdestillation mit Wasserdampf nach einem saurem Aufschluss

Zum Auffangen kann prinzipiell jede Säure verwendet werden, welche man als Maßlösung herstellen kann. Dazu legt man eine genau abgemessene Menge dieser sauren Maßlösung (z.B. Schwefelsäure, Borsäure) vor und leitet den ausgetriebenen Ammoniak dort hinein.



1.1.2 Alkalischer Aufschluss

Beim alkalischen Aufschluss wird das Nitrat in der Probe mit z.B. der Devarda-Legierung und NaOH in einer geschlossenen Apparatur reduziert und direkt ausgetrieben.

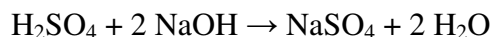


1. Probe mit Reduktionsmittel für alkalische Reduktion
2. Tropftrichter für Natronlauge
3. Kühler mit Tropfenfänger
4. Vorlage mit definierter Menge an Säure im Volhard-Fresenius-Kolben

Abbildung 2 Apparatur nach Kjeldahl ohne separate Wasserdampferzeugung z.B. für einen alkalische Aufschluss

1.2 Rücktitration

Am Ende der Bestimmung wird die restliche saure Maßlösung (hier H₂SO₄), mit einer eingestellten NaOH-Maßlösung unter Verwendung von Methylrot zurücktitriert.



Aus der Differenz zwischen vorgelegter Menge an Säure und verbleibender Menge an Säure ergibt sich der Verbrauch an Säure durch den Ammoniak. Dies kann in den Stickstoffgehalt der Probe umgerechnet werden.

Beispiel: Vorlage: X,XX mL 0,5 M (1N) H₂SO₄ * F_x
Titration: Y,YY mL 1 M (1N) NaOH * F_y
ΔDiff. : X,XX mL * F_x – Y,YY mL * F_y = Z,ZZ mL 0,5 M H₂SO₄ * F₁
Z,ZZ mL * F_x * 18,038 g NH₄⁺/mol = a,aaa g NH₄⁺ pro Probe
oder Z,ZZ mL * F_x * 14,007 g N/mol = b,bbb g N pro Probe
>>> b,bbb gN / c,ccc g Einwage Probe * 100 = d,d % N

1.3 Literatur

- [1] Kjeldahl, J., Z. Anal. Chem. **22**, 366 (1983)
- [2] Jander, G. und Blasius, E. (2005) *Einführung in das anorganisch - chemische Praktikum*
15. Aufl., S. Hirzel Verlag Stuttgart, S.449
- [3] Jander, G. Jahr, K.F. (2003) *Maßanalyse* 16 Aufl., Walter de Gruyter Berlin New York, S.115