

Stickstoffbestimmung in einem NPK-Dünger

Andreas Döring

7. Juni 2009

Inhaltsverzeichnis

1 Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl	1
1.1 Chemikalien für die Destillation . . .	1
1.2 Versuchsvorbereitung	1
1.3 Durchführung der Destillation: Variante A (Ammoniumbestimmung)	2
1.4 Durchführung der Destillation: Variante B (Gesamtstickstoffbestimmung)	2
1.5 Durchführung der Titration	2
1.5.1 Geräte und Chemikalien . . .	2
1.5.2 Durchführung	2
1.5.3 Auswertung	3
2 Hintergründe	3
2.1 Versuche	3

1 Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl

das Verfahren ist nach dem Dänischen Chemiker JOHAN KJELDAHL benannt, Forscher am Brauereilaboratorium des Carlsberg-Fonds.[1]

Bei der Stickstoffbestimmung nach KJELDAHL werden die stickstoffhaltige Verbindungen einer Probe in Ammoniak überführt. Dieses wird dann durch Destillation abgetrennt und in einer säurehaltigen Vorlage aufgefangen. Da Ammoniak als Lauge wirkt, neutralisiert es einen Teil der Säure. Die noch verbleibende Restsäure wird durch Titration bestimmt. So kann auf die Menge an Ammoniak und damit auf die ursprüngliche Menge an Stickstoff geschlossen werden. Das Verfahren ist für 5 - 50 mmol Stickstoff geeignet, das sind bei in der Regel 1 - 4 g Probe.

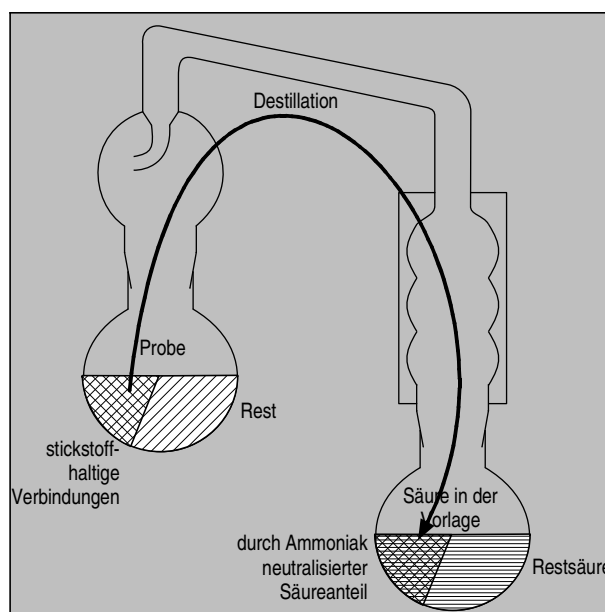


Abbildung 1: Prinzip der Stickstoffabtrennung nach KJELDAHL

1.1 Chemikalien für die Destillation

- Natronlauge ca. 2 mol/L
- Salzsäure 1,00 mol/L
- DEWARDAsche Legierung (ca. 2 g)
- Methylgemischindikator
- Wasser aus der Spritzflasche

1.2 Versuchsvorbereitung

In der in Abbildung 2 auf der nächsten Seite dargestellten Versuchsanordnung werden in der Vorlage (6) 50 mL Salzsäure mit der Pipette vorgelegt. Hinzu werden einige Tropfen des Methylgemischindikators gegeben. Im Tropftrichter (3)

(vor dem Einfüllen schließen!) werden 50 mL Natronlauge vorgelegt. Dann werden $m_{\text{Probe}} \approx 1 - 2$ g Probe genau eingewogen und mit etwa 50 mL Wasser in den Destillationskolben (2) gespült. Im Falle, dass Nitrat reduzierend aufgeschlossen werden soll, werden der Probe 2 g DEWARDASche Legierung zugegeben (siehe Abschnitt 1.4). Die Anlage wird zusammengebaut, die Kühlung eingestellt und die Heizhaube (1) auf höchste Stufe geschaltet. Schlägt der Indikator während der Destillation um, so ist der Versuch mit einer geringeren Probenmenge zu wiederholen.

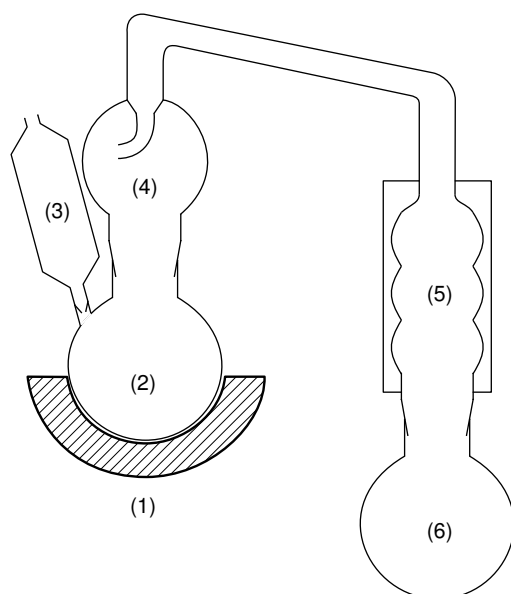


Abbildung 2: Versuchsaufbau zur KJELDAHLdestillation

1.3 Durchführung der Destillation: Variante A (Ammoniumbestimmung)

Sobald die Destillation begonnen hat und die ersten Tropfen des Destillats in die Vorlage tropfen, wird der Hahn des Tropftrichters geöffnet. Die Tropfgeschwindigkeit sollte etwa 2 Tropfen pro Sekunde betragen.

Kurz bevor der Tropftrichter leerläuft, wird der Hahn geschlossen. Man lässt danach noch weitere 20 Minuten destillieren. Danach werden Heizung und Kühlung abgeschaltet.

1.4 Durchführung der Destillation: Variante B (Gesamtstickstoffbestimmung)

Sobald die Destillation begonnen hat und die ersten Tropfen des Destillats in die Vorlage tropfen, wird der Hahn des Tropftrichters geöffnet. Die Tropfgeschwindigkeit sollte zunächst 2 Tropfen pro Sekunde betragen. Nach etwa 10 - 20 mL Lauge beginnt eine heftige Reaktion der Legierung mit der Lauge und die Tropfgeschwindigkeit wird vorsichtig angepasst. Um ein eventuelles Übersäumen zu vermeiden, muss möglicherweise die Heizhaube kurzzeitig abgesenkt werden (dabei unbedingt die Heizung abschalten!).

Achtung!

Lässt die Heftigkeit der Reaktion wieder nach, so ist nach etwa 50 mL Lauge die Legierung abreagiert. Vor dem Leerlaufen des Tropftrichters wird dieser erneut mit 50 mL Lauge befüllt. Diese lässt man zügig (ca. 2 Tropfen pro Sekunde) zulaufen. Kurz bevor der Tropftrichter leerläuft, wird der Hahn geschlossen. Man lässt danach noch weitere 20 Minuten destillieren. Danach werden Heizung und Kühlung abgeschaltet.

1.5 Durchführung der Titration

1.5.1 Geräte und Chemikalien

Geräte: Bürette 10 mL, Pipette 10 mL, Peläusball, Erlenmeyerkolben 100 mL, Becherglas 100 mL, Maßkolben 250 mL, Spritzflasche

Chemikalien: Destillat, Methylgemischindikator, Natronlauge 2,00 mol/L

1.5.2 Durchführung

Das Destillat wird im Maßkolben auf 250 mL aufgefüllt. Davon werden 10 mL mit der Pipette abgenommen und mit dem Methylgemischindikator gegen 0,2 molare Natronlauge titriert. Der Verbrauch an Natronlauge V_{NaOH} wird notiert. Nach einer Probetitration sollte der Versuch noch zweimal wiederholt werden.

Verfahren nach [2].

1.5.3 Auswertung

Die absolute Stoffmenge an Stickstoff (Ammonium oder gesamt, je nach Verfahren) in der eingewogenen Probemenge m_{Probe} beträgt

$$\begin{aligned} n_{\text{N}} &= \left(\frac{V_{\text{gesamt}}}{V_{\text{Pipette}}} \right) \cdot \frac{c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{gesamt}}} \cdot V_{\text{Pipette}} - \\ &\quad c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \\ &= 5 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot (10 \text{ mL} - V_{\text{NaOH}}) \end{aligned} \quad (1)$$

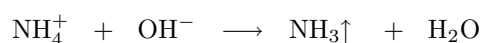
Daher ist der Gehalt an Stickstoff (Ammonium oder gesamt) in Prozent

$$\begin{aligned} \text{Gehalt} &= \frac{n_{\text{M}} \cdot M_{\text{N}}}{m_{\text{Probe}}} \cdot 100 \% \\ &= \frac{n_{\text{M}} \cdot 14,01 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{m_{\text{Probe}}} \cdot 100 \% \end{aligned} \quad (2)$$

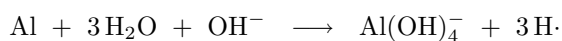
2 Hintergründe

Düngung fügt dem Boden vor allem Stickstoff, Phosphor und Kalium zu – Nährstoffe, die die Pflanze zum Wachstum benötigt. Während Natürdünger wie Hornspäne oder Gülle den Stickstoff in vielen unterschiedlichen Verbindungen enthalten, kommen in Kunstdüngern im Wesentlichen Ammonium- (NH_4^+) und Nitrationen (NO_3^-) vor.

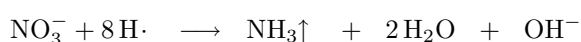
Ammoniumionen bilden mit Hydroxidionen Ammoniak und Wasser:



Nitrationen können durch Wasserstoff zu Ammoniak reduziert werden. Aluminium, das in der DEWARDASchen Legierung enthalten ist, reagiert dabei mit der Natronlauge zu Wasserstoff:



Das Besondere sind die in dieser Lösung vorhandenen, freien Wasserstoffatome, die sehr aggressiv reagieren. Diese Atome sind in der Lage, die Nitrationen zu Ammoniak zu reduzieren:



2.1 Versuche

Geräte: Porzellanschale, Spatel

Chemikalien: Natronlauge, Aluminiumfolie, Ammoniumchlorid, Kaliumnitrat

1. Um Ammonium in Ammoniumchlorid nachzuweisen, gibt man in einer Porzellanschale zu einer Spatelspitze des Salzes einige Tropfen Natronlauge und prüft vorsichtig den Geruch.

Vorsicht!

2. In Kaliumnitrat kann auf die gleiche Weise kein Ammonium nachgewiesen werden.

3. Um Nitrat zu Ammoniak zu reduzieren, gibt man zu etwa 2 mL Natronlauge und einer erbsengroßen Menge an Kaliumnitrat ein Stück Aluminiumfolie. Nach einer kurzen Induktionsperiode beginnt eine lebhafte Gasentwicklung. Man prüft wieder sehr vorsichtig den Geruch.

Vorsicht!

Aufgaben:

1. Stellen Sie die Reaktionsgleichung zwischen Kaliumnitrat und Natronlauge auf. (Hilfestellung: Natronlauge enthält NaOH, und das zerfällt in Natrium- und Hydroxidionen.)
2. Geben Sie die Formel für Kaliumnitrat an.
3. Geben Sie die molare Masse für Ammoniumchlorid an und modifizieren Sie die Formel (2) so, dass sie in einer Probe Lakritz den Ammoniumchloridgehalt angeben können.

Literatur

- [1] FALBE, Jürgen (Hrsg.); REGITZ, Manfred (Hrsg.): *CD Römpp Chemie Lexikon*. Georg Thieme Verlag, 1999
- [2] JANDER, Gerhart; BLASIUS, Ewald: *Einführung in das anorganisch-chemische Grundpraktikum*. 13. S. Hirzel Verlag Stuttgart, 1990