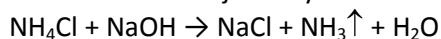


28. Oznaczanie azotu w nawozach sztucznych metodą Kjeldahla

Azot należy do trójki najważniejszych składników pokarmowych roślin, wraz z potasem i fosforem. Jego zawartość w nawozach sztucznych jest więc ważnym obiektem analiz. Do azotowych nawozów sztucznych należą m. in.: saletra wapniowa (mieszanka $\text{Ca}(\text{OH})\text{NO}_3$ i NH_4NO_3 – około 15.5% N), saletra sodowa (NaNO_3 , ok. 15.5% N), saletra potasowa (KNO_3 , ok. 13% N) i saletrzak (NH_4NO_3 i CaCO_3 lub MgCO_3 – ok. 20.5%). Jak widać, w nawozach azot może występować zarówno na -3, jak i na +5 stopniu utlenienia.

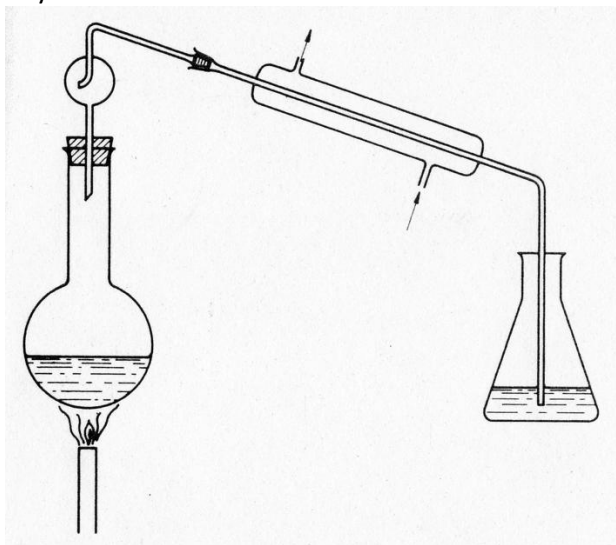
Zawartość azotu w nawozach oznacza się acydymetrycznie po uprzedniej redukcji stopem Devardy (50% Cu, 45% Al, i 5% Zn); następuje redukcja azotu(V) do amoniaku (dlaczego?). Amoniak natomiast oddestylowuje się w środowisku NaOH do znanej objętości mianowanego roztworu kwasu solnego lub siarkowego(VI). Pozostały po reakcji z amoniakiem nadmiar kwasu odmiareczkuje się mianowanym roztworem wodorotlenku sodu.

Wykorzystuje się tutaj fakt, iż amoniak jest słabą lotną zasadą. Jeżeli do soli amonowych doda się w nadmiarze mocnej zasady i roztwór ogrzeje się, to amoniak ulatnia się zgodnie z reakcją:



Wydzielający się amoniak oddestylowuje się do odbieralnika, zawierającego nadmiar mianowanego roztworu HCl, gdzie zostaje związany zgodnie z reakcją $\text{NH}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}$. Nadmiar niezobojętnionego kwasu odmiareczkuje się mianowanym roztworem wodorotlenku sodu. Różnica między liczbą moli HCl w pierwotnej porcji kwasu a liczbą moli NaOH zużytego na zmiareczkowanie kwasu po absorpcji amoniaku odpowiada liczbie moli amoniaku w próbce.

Ponieważ nawozy mogą zawierać zarówno azot amonowy (tzn. na -3 stopniu utlenienia), jak i azotanowy (na +3 i +5 stopniu), więc analizę metodą Kjeldahla powinno się wykonać dwukrotnie: dla azotu amonowego wprost z próbki, bez jej redukcji, a dla azotu całkowitego (sumy azotu amonowego i azotu azotanowego)- po redukcji próbki stopem Devardy.



Zestaw do destylacji używany w tym ćwiczeniu

Odczynniki:

- Roztwór HCl o stężeniu 0.1 M mol/L (przygotowuje p. Laborantka lub student z fiksanalą).
- Roztwór NaOH o stężeniu 0.1 M (przygotowuje p. Laborantka lub student z fiksanalą).
- 0.1% roztwór czerwieni metylowej w 60% alkoholu etylowym.
- Roztwór wodorotlenku sodu 20%.
- Papierki wskaźnikowe uniwersalne.
- Stop Devardy.

Sprzęt:

- Zestaw destylacyjny: kolba okrągłodenna o pojemności 250 mL, łapacz kropeł, chłodnica wodna, odbieralnik - kolba stożkowa o pojemności 250 mL, statywy z uchwytami 2 szt., płaszcz grzejny.
- Pipeta wielomiarowa 25 mL, pipeta jednomiarowa 20 mL, kolba miarowa 200 mL, naczynko wagowe, biureta 50 mL.
- Okulary ochronne lub osłona na twarz.

Oznaczanie azotu amonowego

Procedura

1. Odważyć na wadze analitycznej ok. 3.0 g (skonsultować masę z prowadzącym) badanej próbki i przenieść ilościowo do zlewki. Rozpuścić w ok. 100 mL wody destylowanej.
2. W razie potrzeby otrzymany roztwór przesączyć zbierając przesącz w kolbie miarowej o pojemności 200 mL. Otrzymany przesącz rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski.
3. Odmierzyć do odbieralnika dokładnie 50 mL roztworu HCl o stężeniu 0.1 M (mianowanego).
4. Odpipetować 20 mL badanego roztworu do kolby okrągłodennej o pojemności 250 mL. Wrzucić do kolby kilka kamyczków wrzennych. Wlać ok. 50 mL 20 % roztworu NaOH (odmierzyć cylindrem miarowym) i natychmiast zamknąć kolbę korkiem z łapaczem kropeł, który jest połączony z chłodnicą wodną i odbieralnikiem. Koniec chłodnicy powinien być nieco zanurzony w kwasie.
5. Ogrzewać roztwór w kolbie do wrzenia. Tak regulować grzanie, aby wrzenie miało spokojny przebieg. Zakończyć gdy objętość cieczy w kolbie zmniejszy się do 1/2 pierwotnej (około 15 minut).
6. Do ochłodzonego roztworu w odbieralniku dodać kilka kropli czerwieni metylowej i odmiareczkować niezwiązany amoniakiem kwas solny roztworem NaOH o stężeniu 0.1 M (mianowany) do zmiany zabarwienia wskaźnika na żółte.
7. Oznaczenie powtórzyć przynajmniej 2 razy.

Oznaczanie azotu całkowitego

Procedura

1. Odmierzyć do odbieralnika dokładnie 50 mL roztworu HCl o stężeniu 0.1 M (mianowanego).
2. Odpipetować 20 mL badanego roztworu z punktu 2 poprzedniej procedury do kolby okrągłodennej o pojemności 250 mL. Wrzucić do kolby kilka kamyczków wrzennych, wsypać ok. 1 g stopu Devardy. Wlać ok. 50 mL 20 % roztworu NaOH (odmierzyć cylindrem miarowym) i natychmiast zamknąć kolbę korkiem z łapaczem kropeł, który jest połączony z chłodnicą wodną i odbieralnikiem. Koniec chłodnicy powinien być nieco zanurzony w kwasie.
3. Dalej postępuj zgodnie z p. 5-7 poprzedniej procedury.

Sprawozdanie

Zapisz wszystkie otrzymane wyniki.

Oblicz średnią liczbę moli amoniaku w obu analizach.

Dla obu analiz przelicz liczbę moli amoniaku na masę azotu i oblicz procentową zawartość tego pierwiastka w pierwotnej próbce: całkowitą i formy amonowej.

Oblicz – przez różnicę liczby moli – procentową zawartość azotu nieamonowego w pierwotnej próbce.

Źródła:

Internet: Wikipedia i <http://www.zcha.us.edu.pl/>

Podręczniki

Sprawozdanie

Imię i nazwisko:		Data:			
Temat: Oznaczanie azotu w nawozach sztucznych metodą Kjeldahla					
Oznaczam (wpisz oznaczenie próbki)					
Miano użytego roztworu NaOH [M]: $c_{\text{NaOH}} =$					
Współmierność kolby z pipetą: $W =$					
Azot amonowy					
Lp.	Naważka nawozu m [g]	V_{NaOH} [cm ³]	n_{N} [mol] ($=0,05 \cdot 0,1 - V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}}$)	% _{wag.} zawartości azotu amonowego w analizowanym nawozie ($=W \cdot 14,01 \cdot n_{\text{N}} \cdot 100\%/m$)	Średnia % _{wag.} zawartość azotu amonowego w analizowanym nawozie
1.					
2.					
3.					
Azot całkowity					
Lp.	Naważka nawozu m [g]	V_{NaOH} [cm ³]	n_{N} [mol] ($=0,05 \cdot 0,1 - V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}}$)	% _{wag.} zawartości azotu całkowitego w analizowanym nawozie ($=W \cdot 14,01 \cdot n_{\text{N}} \cdot 100\%/m$)	Średnia % _{wag.} zawartość azotu całkowitego w analizowanym nawozie
1.					
2.					
3.					
Uwagi:					