

Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde

Schülerversuch, ca. 25 Minuten

Material und Chemikalien:

- Ofentrockene Erde
- Kaliumchloridlösung ($c = 2 \text{ mol/l}$)
- Flasche (250 ml)
- Trichter
- Filterpapier
- Erlenmeyerkolben (250 ml) mit Stopfen

Versuchsdurchführung:

- Fülle 200 ml Kaliumchloridlösung in eine Flasche.
- Gib 30 g trockene Erde dazu.
- Verschließe die Flasche und schüttle sie 10 Minuten.
- Filtrierte das Gemisch in einen Erlenmeyerkolben ab, es kann verschlossen so lange im Kühlschrank aufbewahrt werden, bis es gebraucht wird.

Hinweis:

Stickstoff steht den Pflanzen in Form von Ammonium-Ionen und Nitrat-Ionen im Boden zur Verfügung. Die Methode, die für die Bestimmung des Stickstoffgehalts in der Erdprobe verwendet wird, wird auch in der Praxis für eine exakte Analyse benutzt. Schnellere und einfachere Methoden sind weniger genau.

Die in einer Bodenprobe vorhandenen Ammonium-Ionen gehen durch Ionenaustausch in Lösung, wenn man die Erde mit einer Lösung schüttelt, in der Kalium-Ionen im Überschuss vorhanden sind.

Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde! Ammonium-Stickstoff

Schülerversuch, ca. 60 Minuten

Material und Chemikalien:

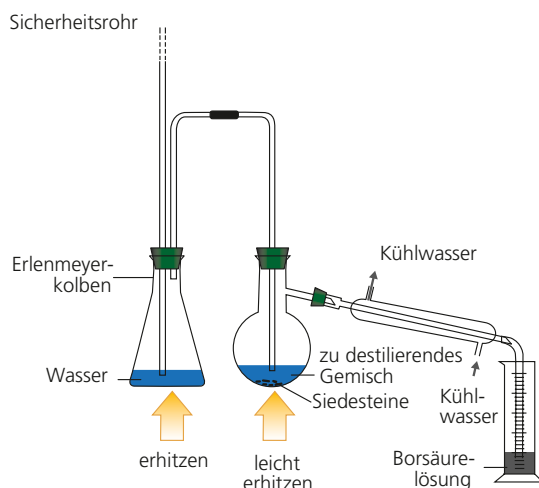
- Filtrat aus Experiment 2.1
- destilliertes Wasser
- Magnesiumoxid
- Borsäurelösung (w = 1 %) (H360FD | P201 P308+P313)
- Schwefelsäure (c = 0,005 mol/l) (H314 H290 | P280 P301+P330+P331 P309 P310 P305+P351+P338)
- Indikatorlösung für den pH-Bereich 5-6: Mischung von Methylrot (H411 | P273) und Bromcresolgrün (H225 | P210 P241 P280 P240 P303+P361+P353) im Verhältnis 1:1; 100 mg in 100 ml Ethanol (H225 | P210) lösen
- 2 Erlenmeyerkolben (250 ml)
- Stopfen mit 2 Bohrungen
- Sicherheitsrohr
- 2 Glasrohre (90° gebogen)
- Rundkolben (250 ml)
- Liebig-Kühler
- Glasrohr, gebogen mit Schliff
- Messzylinder (100 ml)
- Bürette
- Messkolben (100 ml)
- Messpipetten (10 ml)

Sicherheitshinweise



Versuchsdurchführung

Die Apparatur der Wasserdampfdestillation wird gemäß der Abbildung aufgebaut:



Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde!

Ammonium-Stickstoff

Versuchsdurchführung:

- Füllt 50 ml des Filtrats aus Experiment 2.1 in den Rundkolben und gebt 0,5 g Magnesiumoxid dazu.
- Füllt 5 ml Borsäure in den Messzylinder, in dem die Ammoniaklösung nach der Destillation aufgefangen wird.
- Erhitzt jetzt das Wasser im Erlenmeyerkolben. Wenn es Wasser siedet, strömt der Dampf durch die Mischung im Rundkolben. Erhitze diesen Kolben ebenfalls vorsichtig, damit der Dampf dort nicht kondensiert.
- Destilliert so lange, bis ungefähr 40 ml des Destillats aufgefangen wurden. Das Destillat sollte dann das gesamte Ammoniak, das in der Erde gebunden war, enthalten.
- Um einen Rückfluss aufgrund eines Unterdrucks in der Apparatur zu vermeiden, solltet ihr die Vorlage entfernen, bevor ihr das Erhitzen der Kolben beendet. Trennt danach den Erlenmeyerkolben von der Apparatur.
- Ein von euch baut während der Destillation eine Bürette auf, in die die Schwefelsäure gefüllt wird.
- Überführt das Destillat in einen 100-ml-Messkolben und füllt ihn bis zur Markierung mit destilliertem Wasser. Verschließt den Kolben und schüttelt ihn gut.
- Überführt mit einer Pipette 10 ml der Lösung in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben und gebt zwei bis drei Tropfen der Indikatorlösung hinzu.
- Eine grobe Titration informiert euch über den zu erwartenden Verbrauch von Schwefelsäure. Vermerkt das Ergebnis zur Orientierung.
- Nun führt die exakte Titration dreimal durch. Notiert jeweils das Volumen der dabei verbrauchten Schwefelsäure und bildet einen Mittelwert.

Aufgaben zur Auswertung

- Nutzt die Werte des Experiments (Teil 2 und 3), um die Masse m_1 des Stickstoffs zu berechnen, der in folgenden Formen in der Erde enthalten ist: Ammonium-Ionen, gesamter Stickstoffgehalt, Nitrat-Ionen.
- Ein ha Erde mit einer Tiefe von 20 cm hat eine Masse m_2 von etwa 2500 t. Berechnen Sie die gesamte Masse m_3 des Stickstoffs, der von Pflanzen in den obersten 20 cm der Erde genutzt werden kann.
- Stellt die Reaktionsgleichung der Reaktion zwischen Ammonium-Ionen und Magnesiumoxid auf.
- Formuliert abschließend die Reaktionsgleichung für die Reaktion des Destillats mit Schwefelsäure.

Hinweise

Ammonium-Ionen einer Bodenprobe gehen durch Ionenaustausch in Lösung, wenn man die Erde mit einer Lösung schüttelt, in der Kalium-Ionen im Überschuss vorhanden sind (Experiment 2.1). Wird diese Lösung alkalisch gemacht, so bildet sich Ammoniak, das abdestilliert werden kann. Bei der Wasserdampfdestillation entsteht eine wässrige Ammoniaklösung. Das entstandene Ammoniak wird in 1%iger Borsäurelösung absorbiert. Bei dieser Reaktion bildet sich Borat, das mit einer starken Säure, wie z. B. Schwefelsäure, titriert werden kann. Als Indikator wird eine Mischung aus Methylrot und Bromcresolgrün gewählt, die beim Umschlagspunkt ihre Farbe von Blau-Grün nach Pink wechselt.

Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde! Gesamtstickstoffgehalt

Schülerversuch, ca. 60 Minuten

Material und Chemikalien:

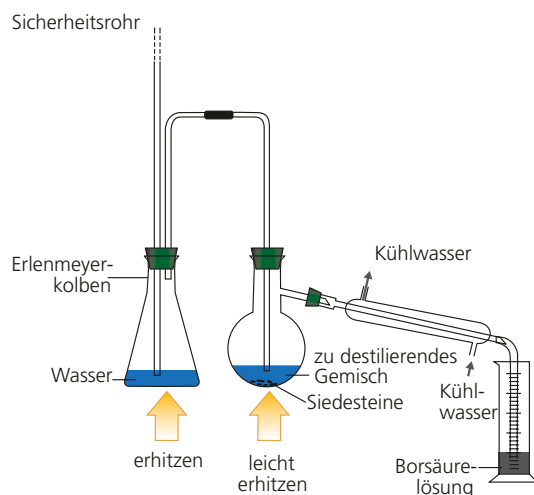
- Filtrat aus Teil 1
- destilliertes Wasser
- Magnesiumoxid
- Borsäurelösung (w = 1 %) (H360FD | P201 P308+P313)
- Devard'sche Legierung (50 % Cu, 45 % Al, 5 % Zn)
- Schwefelsäure (c = 0,005 mol/l) (H314 H290 | P280 P301+P330+P331 P309 P310 P305+P351+P338)
- Indikatorlösung für den pH-Bereich 5–6: Mischung von Methylrot (H411 | P273) und Bromcresolgrün (H225 | P210 P241 P280 P240 P303+P361+P353) im Verhältnis 1:1; 100 mg in 100 ml Ethanol (H225 | P210) lösen
- 2 Erlenmeyerkolben (250 ml)
- Stopfen mit 2 Bohrungen
- Sicherheitsrohr
- 2 Glasrohre (90 ° gebogen)
- Rundkolben (500 ml)
- Liebig-Kühler
- Glasrohr, gebogen mit Schliff
- Messzylinder (250 ml)
- Bürette
- Messkolben (100 ml)
- Messpipetten (10 ml)

Sicherheitshinweise



Versuchsdurchführung

Die Apparatur der Wasserdampfdestillation wird gemäß der Abbildung aufgebaut:



Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde!

Gesamtstickstoffgehalt

Versuchsdurchführung:

- Füllt 50 ml des Filtrats aus Experiment 2.1 in den Rundkolben und gebt 0,5 g Devard'sche Legierung und 0,5 g Magnesiumoxid dazugegeben.
- Füllt 5 ml Borsäure in den Messzylinder, in dem die Ammoniaklösung nach der Destillation aufgefangen wird.
- Erhitzt jetzt das Wasser im Erlenmeyerkolben. Wenn das Wasser siedet, strömt der Dampf durch die Mischung im Rundkolben. Dieser Kolben sollte ebenfalls vorsichtig erhitzt werden, damit der Dampf dort nicht kondensiert.
- Destilliert so lange, bis ungefähr 40 ml des Destillats aufgefangen wurden. Das Destillat sollte dann das gesamte Ammoniak, das in der Erde gebunden war, enthalten.
- Um einen Rückfluss aufgrund eines Unterdrucks in der Apparatur zu vermeiden, solltet ihr die Vorlage entfernen, bevor ihr das Erhitzen der Kolben beendet. Trennt danach den Erlenmeyerkolben von der Apparatur.
- Während der Destillation sollte einer von euch eine Bürette aufbauen, in die die Schwefelsäure gefüllt wird.
- Überführt das Destillat in einen 100-ml-Messkolben und füllt ihn bis zur Markierung mit destilliertem Wasser. Verschließt den Kolben und schüttelt ihn gut.
- Überführt mit einer Pipette 10 ml der Lösung in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben und gebt zwei bis drei Tropfen der Indikatorlösung hinzu.
- Eine grobe Titration informiert euch über den zu erwartenden Verbrauch von Schwefelsäure. Vermerkt das Ergebnis zur Orientierung.
- Nun führt die exakte Titration dreimal durch. Notiert dabei jeweils das Volumen der dabei verbrauchten Schwefelsäure und bildet einen Mittelwert.

Aufgaben zur Auswertung

- Nutzt die Werte des Experiments (Teile 2 und 3), um die Masse m_1 des Stickstoffs zu berechnen, der in folgenden Formen in der Erde enthalten ist: Ammonium-Ionen, gesamter Stickstoffgehalt, Nitrat-Ionen.
- 1 ha Erde mit einer Tiefe von 20 cm hat eine Masse m_2 von etwa 2500 t. Berechnen Sie die gesamte Masse m_3 des Stickstoffs, der von Pflanzen in den obersten 20 cm der Erde genutzt werden kann.
- Formuliert die Reaktionsgleichung für die Reduktion der Nitrat-Ionen zu Ammoniak-Ionen.
- Stellt die Reaktionsgleichung der Reaktion zwischen Ammonium-Ionen und Magnesiumoxid auf.
- Formuliert abschließend die Reaktionsgleichung für die Reaktion des Destillats mit Schwefelsäure.

Hinweis:

Ammonium-Ionen einer Bodenprobe gehen durch Ionenaustausch in Lösung, wenn man die Erde mit einer Lösung schüttelt, in der Kalium-Ionen im Überschuss vorhanden sind (Teil 1). Wird diese Lösung alkalisch gemacht, so bildet sich Ammoniak, das abdestilliert werden kann. Bei der Wasserdampfdestillation entsteht eine wässrige Ammoniaklösung. Nitrat-Ionen befinden sich nach Experiment 2.1 noch in der Erdlösung und werden durch Teil 2 des Experiments nicht erfasst. Überführt man sie durch ein Reduktionsmittel (Devard'sche Legierung) in Ammoniak, ergibt die Destillation gemäß Teil 2 mit anschließender Titration nun den gesamten verfügbaren Gehalt an Stickstoff in der Erde. Der Gehalt in Form von Nitrat-Ionen kann durch Subtraktion berechnet werden.

Bestimmung des Stickstoffgehalts von Erde

Auswertung

- Generell gilt: Durch Wasserdampfdestillation lässt sich zum einen die Masse des Stickstoffs in NH_4^+ (m_2) aus den vorgegebenen 30 g Erde bestimmen, zum anderen die Gesamtmasse an Stickstoff (m_3).
- Anschließend kann man die Masse des Stickstoffs in Nitrat (m) aus diesen Bodenproben berechnen: $m = m_3 - m_2$.
- Um zunächst die Masse des Stickstoffs in NH_4^+ (m_2) zu ermitteln, wird Teil 2 der Experimentieranleitung durchgeführt. Das bei der Wasserdampfdestillation erhaltene Ammoniak wird in 1%ige Borsäurelösung geleitet. Es bildet sich Borat, das z. B. mit Schwefelsäure titriert werden kann. Aus dem Verbrauch der Schwefelsäure bis zum Farbumschlag lässt sich die Masse von NH_3 berechnen, wobei $n(\text{NH}_3) = n(\text{H}_2\text{SO}_4)$ ist. Aus der Masse von NH_3 kann man die Masse des Stickstoffs (= Masse des Ammoniumstickstoffs) berechnen.
- Um die Masse des Gesamtstickstoffs (m_3), also die Masse des Stickstoffs in NH_4^+ und in NO_3^- , zu ermitteln, wird Teil 3 der Experimentieranleitung durchgeführt. Das nun bei der Wasserdampfdestillation erhaltene Ammoniak wird ebenfalls in 1%ige Borsäurelösung geleitet und das sich bildende Borat mit Schwefelsäure titriert. Aus dem Verbrauch an Schwefelsäure bis zum Farbumschlag lässt sich erneut die Masse von NH_3 und daraus die Masse des Stickstoffs (=Gesamtstickstoff) berechnen. Die Masse des Nitrat-Stickstoffs ergibt sich, wie oben bereits erwähnt, aus der Differenz der Masse des Gesamtstickstoffs und der Masse des Ammonium-Stickstoffs.
- Die ermittelte Masse an Gesamtstickstoff stammt aus 30 g Erde. Nimmt man vereinfachend an, dass die Stickstoffverteilung in der Erde gleichmäßig ist, und es sich auch bei 2500 t Erde um trockene Erde handelt, wird wie folgt berechnet:

$$m = 2,5 \cdot 109\text{g}/30\text{g} \cdot m_3$$
- Die reduzierende Wirkung der Devard-Legierung beruht darauf, dass wässrige Alkalien mit Aluminium und Zink naszierenden Wasserstoff bilden:

