

Szervetlen műtrágya össznitrogén-tartalmának meghatározása Devarda módszerrel, konduktometriás titrálással

Mérés elve: Devarda ötvözet: ~45% Al, 50%Cu, 5% Zn, amelyből lúgos közegben in situ keletkező hidrogén a nitrit- ill. nitrátionokat ammóniumionná redukálja. Az ammóniumionokból a reagensként hozzáadott lúg ammóniát szabadít fel, amely az oldatból kidesztillálható. Az ily módon kidesztillált, és feleslegben lévő sósavban elnyeletett ammónia-tartalom a savfelesleg visszatitrálása után számítható.

Eszközök, anyagok: Devarda-ötvözet vagy cink (por vagy finom granulátum), konduktométer, Schulek-desztilláló feltét, HCl mérőoldat. 50%-os NaOH-oldat, 2%-os bórsavoldat, kiforralt desztillált víz.

Feladat leírása:

1. A vizsgálandó mintából a desztilláló forralójába mérjen be 0,1000 ($\pm 0,01$ g pontosan!) vizsgálandó mintát, majd mérjen hozzá (1,00 \pm 0,05) g Devarda-ötvözetet.
2. Készítsen a vizsgálandó minta és az ötvözet keverékéből 25-50 mL szuszpenziót, ügyelve arra, hogy az esetlegesen a lombik falán lévő anyagot a lombikba mossa.
3. Papírzsebkendővel vagy vattával a csiszolato(ka)t törölje szárazra (fontos!), majd szerelje össze a desztilláló berendezést.
4. Töltsön egy 250 mL-es alacsony falú főzőpohárba mérőhengerrel 50 mL 2%-os bórsavoldatot, és úgy állítsa össze a berendezést, hogy a desztilláló feltét hűtőjének szára az elnyelető oldat felszíne alá, majdnem az edény aljáig érjen!
5. Töltsön a desztilláló reagensadagolójába 50%-os NaOH-oldatot, és kezdje meg a lúg adagolását. Figyeljen, hogy a tölcserben mindig maradjon folyadék az ammóniaveszteség elkerülésére! Kb. 45 mL (3 töltcsérnyi) lúgot adagoljon! A lúg beadagolása után a tölcserért ioncserélt vízzel töltsse fel!
6. Kezdje meg az oldat melegítését, és kb. 30 percig intenzíven forralja az oldatot. (Desztilláció)
7. 30 perc elteltével emelje le a szedőt, hogy a hűtő szára ne érjen a folyadék felszíne alá, és hagyja, hogy pár percig az átdesztilláló folyadék a hűtőt átöblítse. A hűtő szárát ioncserélt vízzel öblítse a szedőbe.
8. Az oldatban elnyeletett ammóniát ismert koncentrációjú sósav mérőoldat segítségével vezetési titrálással meghatározza meg. Az oldat vezetését minden mérőoldat-részlet után feljegyezzük. A mérőoldat adagolását addig folytatjuk, amíg az egyenértékpont környékén tapasztalható hirtelen vezetőképesség-változás után legalább 6-8 pontot nem kapunk!

Lejátszódo reakciók egyenletei:



$$w(\text{N}) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{N})}{m(\text{minta})} \cdot 100, \text{ ahol } c(\text{HCl}) \text{ a sósav pontos koncentrációja (mol/dm}^3\text{)}$$

$V(\text{HCl})$ a sósav mérőoldat fogyása dm^3

$M(\text{N}) = 14 \text{ g/mol}$

$m(\text{minta})$ a bemért minta tömege (g)

Beadandó: a műtrágya N-tartalma N%-ban megadva (minta azonosító!), a Schulek-desztilláló készülékrajza. A konduktometriás titrálás titrálási görbéje.