



Vaste dierlijke mest – Ammoniumstikstof



1 PRINCIPE

Bij vaste mest wordt er een extractie met KCl uitgevoerd. In het extract wordt vervolgens ammonium spectrofotometrisch of titrimetrisch na stoomdestillatie bepaald.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de vaste dierlijke mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/01.

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

3 EXTRACTIEPROCEDURE

3.1 Apparatuur en materiaal

- 3.1.1 Schudtoestel
- 3.1.2 Ploofilter of vergelijkbaar

3.2 Reagentia

- 3.2.1 Kaliumchloride-oplossing, 1 mol/l: los 74.6 g KCl op in 1 l water.

3.3 Werkwijze

- a. 5 g monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur, zie BAM/deel 4/02, afwegen in een recipiënt op 1 mg nauwkeurig (m).
- b. Voeg 50 ml 1M KCl (3.2.1) toe.
- c. 30 minuten schudden (3.1.1) bij constante temperatuur
- d. Het extract wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter (3.1.2) met monsteroplossing. Het eerste deel van het filtraat wordt verworpen. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

4 BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT NA STOOMDESTILLATIE

4.1 Principe

Ammonium in een oplossing die alkali-labele stikstof componenten bevat wordt vrijgesteld door toevoeging van MgO. De daarbij gevormde ammoniak wordt door stoomdestillatie vrijgesteld en opgevangen in een overmaat zuur. De hoeveelheid ammonium wordt door terugtitratie bepaald.

Er wordt tijdens de destillatie geen gebruik gemaakt van natriumhydroxide en de destillatieduur wordt zo kort mogelijk gehouden teneinde te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

4.2 Reagentia

- 4.2.1 Magnesiumoxide:
zuivere MgO gedurende 2 uur gloeien bij 600 à 700°C. Daarna bewaren in een exsiccator samen met KOH of in een goed gesloten potje.
- 4.2.2 Zoutzuur, 12 mol/l HCl
- 4.2.3 Zoutzuur, 0.03 mol/l:
leng 5 ml zoutzuur (4.2.2) aan tot 2 l met water. Deze oplossing moet gesteld worden.
- 4.2.4 Methylroodoplossing, 2 mmol/l:
los 0.5 g methylrood op in 1 l ethanoloplossing; 60% (v/v) ethanol in water
- 4.2.5 Methyleenblauwoplossing, 4 mmol/l:
los 1.5 g methyleenblauw op in ±800 ml water, leng aan tot 1 l en meng.
- 4.2.6 Boorzuurindicatoroplossing, 0.3 mol/l:
los 20 g boorzuur op in warm water. Koel af en voeg 10 ml methylroodoplossing (4.2.4) en 2 ml methyleenblauwoplossing (4.2.5) toe. Breng de pH op 4.6 (omslagpunt van methylrood). Leng aan tot 1 l en meng.

4.3 Apparatuur en materiaal

- 4.3.1 Stoomdestillatietoestel
- 4.3.2 Destillatiebuizen

4.4 Werkwijze

- Breng 20 ml extract in de destillatiebuis(4.3.2). Zorg ervoor dat de buis van het destillatietoestel (4.3.1) in de oplossing hangt. Voeg desnoods KCl oplossing toe.
- Breng 50 ml boorzuuroplossing(4.2.6) in een erlenmeyer en plaats die zo onder de koeler dat het uiteinde zich onder de vloeistofspiegel bevindt.
- Voeg 0.5 g MgO (4.2.1) toe aan de destillatiebuis.
- Begin onmiddellijk de stoomdestillatie.
- Destilleer tot minstens 100 ml overgekomen is, stop dan de destillatie.
- Titreer het destillaat met de gestelde HCl oplossing (4.2.3) tot kleuromslag (V_1). Er kan ook worden getitreerd met behulp van een pH meter. Titreer in dat geval tot pH 4.6.
- Voer dezelfde procedure uit voor een blanco-oplossing en titreer (V_0)

4.5 Berekeningen

Hierbij moet rekening gehouden worden met de voorbehandeling van de monsters.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule.

$$C_N = 14.007 \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times D \times \frac{V_{ext}}{20}$$

waarin:

- C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM
- V_1 : volume bij titratie van het monster in ml
- V_0 : volume bij titratie van de blanco in ml

- m: massa van het monster dat in bewerking werd genomen in g
C_{HCl}: concentratie van het zoutzuur in mol/l
D: droogfactor bepaald in BAM/deel 4/02
V_{ext}/20: verdunningsfactor bij de bepaling, gelijk aan de totale hoeveelheid extract, gedeeld door het volume (20 ml) dat genomen werd voor destillatie.

5 SPECTROFOTOMETRISCHE BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT

De spectrofotometrische bepaling van ammonium in een extract kan manueel of met een doorstroomanalysestelsel gebeuren volgens :

- NBN EN ISO 11732:2005 Waterkwaliteit - Bepaling van ammoniakale stikstof door stroomanalyse (CFA en FIA) en spectrometrische detectie (ISO 11732:2005)
- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- NEN6604:2007 Water – Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysestelsel en spectrofotometrische detectie

5.1 Berekeningen

Spectrofotometrische methodes gebruiken een ijklijn om de concentratie van onbekenden te bepalen. Bepaal de ammoniumconcentratie in het extract na blancocorrectie en houd daarbij rekening met eventuele verdunningen.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule.

$$C_N = \frac{C_1 \times V_{\text{ext}}}{m} \times F$$

waarin:

- C_N: concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM
C₁: concentratie ammonium in het extract na blancocorrectie in mg N/l
m: massa monster dat geëxtraheerd werd in g
V_{ext}: totaal volume extract in l
D: droogfactor bepaald in BAM/deel 4/02