

TOTALE STIKSTOF

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/IV/C.4 van **september 2005**.

In aanwezigheid van een katalysator (K_2SO_4 -mengsel) wordt het substraat behandeld met een kokend zwavelzuur-salicylzuurmengsel, zodat alle stikstofvormen omgezet worden tot $(NH_4)_2SO_4$. In sterk alkalisch midden wordt NH_3 , afkomstig van het ammoniumzout, door stoomdistillatie vrijgesteld en opgevangen in:

- ofwel een verzadigde boorzuoroplossing onder vorm van $(NH_4)_3BO_3$, de stikstofconcentratie wordt dan bepaald door (automatische) titratie met zoutzuur (0,01 N),
- ofwel een 0,1 N HCl oplossing en vervolgens spectrofotometrisch bepaald:
 - manueel (CMA/2/I/B.4.1)
 - met doorstroomanalysesysteem (CMA/2/I/B.4.2).
 - **met discrete analyser zoals beschreven in NEN 6604.**

De titrimetrische bepaling is hieronder beschreven.

De totale stikstof bepaling kan ook berekend worden uit de som van Kjeldahl, nitraat en nitriet stikstof. De Kjeldahl stikstof bepaling wordt uitgevoerd zoals beschreven in deze methode met wijziging van volgende reagentia:

- Salicylzuur/zwavelzuur mengsel wordt vervangen door geconcentreerd zwavelzuur (H_2SO_4).
- Natriumthiosulfaat $Na_2S_2O_3$ is niet nodig voor deze bepaling.

Het gehalte aan nitraat- en nitriet stikstof wordt bepaald op het waterige extract. Als analysetechniek kunnen volgende methoden worden toegepast:

- nitraat en nitriet met ionenchromatografie beschreven in CMA/2/I/C.3;
- spectrofotometrische bepaling van nitraat en nitriet met een doorstroomanalysesysteem beschreven in CMA/2/I/C.6.

De totale stikstofbepaling kan ook uitgevoerd worden volgens de Dumas methode zoals beschreven in EN 13654-2.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 2.1 Kjeldahlkolf van 250 ml
- 2.2 stoomdistillatieapparaat

3 REAGENTIA

- 3.1 katalysatormengsel: meng 200 g kaliumsulfaat en 6 g koper(II)sulfaat. $5H_2O$
- 3.2 zwavelzuur-salicylzuurmengsel: 25 g salicylzuur ($C_6H_4OH-COOH$) oplossen in geconcentreerd zwavelzuur (H_2SO_4), lichtjes opwarmen, afkoelen en aanvullen met H_2SO_4 tot 1 l.
- 3.3 natriumthiosulfaat $Na_2S_2O_3$
- 3.4 natriumhydroxide-oplossing 32 %: 320 g NaOH onder afkoeling oplossen in water, afkoelen en aanlengen tot 1 liter, ook commercieel verkrijgbaar.
- 3.5 verzadigde boorzuoroplossing (ongeveer 10 %): 100 g boorzuur (H_3BO_3) oplossen in \pm 900 ml water, 15 minuten koken, afkoelen en aanlengen met water tot 1 liter.
- 3.6 mengindicator: 0,15 g bromocresolgroen + 0,10 g methylrood, oplossen in 200 ml ethanol 96 %.
- 3.7 zoutzuur 0,01 N of 0,1 N

4 ANALYSEPROCEDURE

0,2 g (verwachte N-conc. 0,5 %) tot 1 g (verwachte N-conc. 0,1 %) voorgedroogd en gemalen analysemonster (bereid volgens methode CMA/5/ B.1) afwegen en overbrengen in een Kjeldahl-kolf van 250 ml, 10 ml zwavelzuursalicylzuurmengsel toevoegen, goed mengen en enkele uren (overnacht) laten staan. 0,5 g natriumthiosulfaat toevoegen en voorzichtig verwarmen tot het geheel niet meer schuimt.

Afkoelen, 1,1 g van het katalysatormengsel toevoegen en tot 5 uur destrueren (meestal volstaat 2 uur) tot een heldere vloeistof overblijft. In het begin op lage temperatuur houden en opletten voor opspatten. Geleidelijk aan de temperatuur verhogen tot de vloeistof helder is, zorg ervoor dat de temperatuur beneden de 400 °C blijft. Voorzichtig afkoelen, 30 ml water toevoegen, mengen en de kolf aansluiten op het stoomdistillatieapparaat 45 ml NaOH oplossing laten toedruppelen en distilleren tot alle NH₄ overgedistilleerd is (controle met lakmoes). Het distillaat opvangen in een erlenmeyer (100 ml) die 10 ml boorzuoroplossing bevat en 5 druppels mengindicator. Het uiteinde van de koeler moet zich onder het vloeistofniveau bevinden. Titreren met zoutzuur tot kleuromslag.

Gelijktijdig met de bepaling wordt een blancobepaling uitgevoerd teneinde de bijdrage van de extractieoplossing en eventueel glaswerk te bepalen.

Opmerking: Andere katalysatoren kunnen ook gebruikt worden indien gelijkwaardigheid met de huidige methode is aangetoond.

5 BEREKENING

Bereken het % N in het vers materiaal uit de formule:

$$\% N = (100 - a) \cdot \frac{(V_1 - V_0) \cdot M_N \cdot N_{HCl}}{m} \cdot 10^{-3}$$

a : % gewichtsverlies bepaald bij de bereiding van het analysemonster (CMA/5/B.1)

V₁ : volume, in ml, zoutzuur nodig voor titratie van staal

V₀ : volume, in ml, zoutzuur nodig voor titratie van blanco

N_{HCl} : normaliteit van zoutzuur opl.

M_N : molmassa van N (= 14)

m : hoeveelheid afgewogen voorgedroogd staal, in g.

6 REFERENTIE

- ISO 11261 (1995): Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl Method.
- NBN EN 13654-1 (2001): Bodemverbeterende middelen en groeimedia-bepaling van stikstof – deel 1: gewijzigde Kjeldahl-methode.
- **NBN EN 13654-2 (2001): Bodemverbeterende middelen en groeimedia-bepaling van stikstof – deel 2: Dumas-methode.**
- **NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie**