

## AMMONIUM- EN NITRAATSTIKSTOF

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/IV/C.7 van januari 2005.

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

- spectrofotometrische bepaling van ammonium (manuele methode) beschreven in CMA/2/IV/B.4.1;
- spectrofotometrische bepaling van ammonium met een doorstroomanalysesysteem (SFA) beschreven in CMA/2/IV/B.4.2;
- nitraat met ionenchromatografie beschreven in CMA/2/IV/C.3;
- spectrofotometrische bepaling van nitraat met een doorstroomanalysesysteem beschreven in CMA/2/IV/C.6;
- bepaling van ammonium- en nitraatstikstof door stoomdistillatie zoals beschreven hieronder. De bepaling van het ammonium- en nitraatgehalte na stoomdistillatie kan ook spectrofotometrisch worden uitgevoerd volgens:
  - CMA/2/IV/B.4.1 Manuele spectrofotometrische methode
  - CMA/2/IV/B.4.2 Spectrofotometrische bepaling van ammonium met een doorstroomanalysesysteem (SFA)
  - CMA/2/IV/C.3 Nitraat met ionenchromatografie
  - CMA/2/IV/C.6 Spectrofotometrische bepaling van nitraat met een doorstroomanalysesysteem
  - NEN6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie

### BEPALING VAN AMMONIUM- EN NITRAATSTIKSTOF DOOR STOOMDISTILLATIE

#### PARAMETER AMMONIUMSTIKSTOF

##### 1 PRINCIPE

Aan het waterige extract wordt MgO toegevoegd tot alkalische reactie. Door stoomdistillatie wordt enkel de ammoniumstikstof vrijgesteld, gebonden als boraat en getitreerd met zoutzuur.

##### 2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 Kjeldahlkolf van 250 ml

##### 3 REAGENTIA

- 3.1 MgO poeder
- 3.2 verzadigde boorzuoroplossing (ongeveer 10%): 100 g boorzuur ( $H_3BO_3$ ) oplossen, koken en aanlengen tot 1 l met water
- 3.3 zoutzuur 0,01 N.
- 3.4 mengindicator: 0,15 g bromocresolgroen + 0,10 g methylrood oplossen in ethanol (96 %).
- 3.5 ammoniumnitraat ( $NH_4NO_3$ ), kristallijn, zuiverheid min. 99%

#### 4 ANALYSEPROCEDURE

50 ml waterig extract (zie CMA/2/IV/6 punt 4.1) pipetteren in een Kjeldahlkolf van 250 ml 0,5 g MgO toevoegen en distilleren tot alle ammonium is overgedistilleerd (controle met lakmoes). Het distillaat opvangen onder vloeistofniveau in een erlenmeyer van 100 ml die 10 ml boorzuoroplossing en een paar druppels mengindicator bevat. Titreren met 0,01 N zoutzuur.

Een blancobepaling uitvoeren in identieke omstandigheden met 50 ml water. De maximaal toegelaten hoeveelheid zoutzuur bedraagt 0,5 ml.

Een controlebepaling uitvoeren in identieke omstandigheden met 50 ml van een oplossing die 200 mg NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> per l bevat. De maximaal toegelaten afwijking bedraagt 5 %.

#### 5 BEREKENING

Het gehalte aan ammoniumstikstof wordt uitgedrukt in mg NH<sub>4</sub>-N/l vers materiaal en wordt berekend met de volgende formule:

$$\text{mg NH}_4\text{-N/l compost} = x \cdot 14$$

x = aantal ml zoutzuur 0,01 N getitreerd, na aftrek van de blanco-waarde.

De bepalingsgrens ligt op 10 mg NH<sub>4</sub>-N/l compost.

#### PARAMETER NITRAATSTIKSTOF

##### 1 PRINCIPE

Aan het waterig extract, waaruit kwantitatief de ammoniumstikstof werd overgedistilleerd, wordt een reducerend mengsel (Devarda mengsel) toegevoegd, zodat de nitraten gereduceerd worden tot ammoniumstikstof. Na stoomdistillatie wordt de ammoniumstikstof kwantitatief gebonden door vorming van ammoniumboraat en getitreerd met zoutzuur. Stalen die niet onmiddellijk geanalyseerd worden, moeten bewaard worden bij 2 tot 3°C.

##### 2 REAGENTIA

- 2.1 Devarda mengsel : 5 g Zn + 45 g Al + 50 g Cu-poeder, goed gemengd
- 2.2 verzadigde boorzuoroplossing (ongeveer 10%) : 100 g boorzuur (H<sub>3</sub>B<sub>3</sub>O<sub>3</sub>) oplossen, koken en aanlengen tot 1 l met water
- 2.3 mengindicator : 0,15 g bromocresolgroen + 0,10 g methylrood oplossen in ethanol (96 %)
- 2.4 zoutzuur 0,01 N
- 2.5 ammoniumnitraat (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>), kristallijn, zuiverheid min. 99%

##### 3 ANALYSEPROCEDURE

Aan de resterende vloeistof bekomen na distillatie overeenkomstig parameter ammoniumstikstof punt 4 en na afkoelen 50 ml water toevoegen en 0,5 g Devarda mengsel. Distilleren tot alle ammonium is overgedistilleerd (controle met lakmoes). Het distillaat opvangen onder vloeistofniveau in een erlenmeyer van 100 ml die 10 ml boorzuoroplossing en een paar druppels mengindicator bevat. Titreren met 0,01 N zoutzuur.

Een blancobepaling uitvoeren in identieke omstandigheden met 50 ml water. De maximaal toegelaten hoeveelheid zoutzuur bedraagt 0,5 ml.

Een controlebepaling uitvoeren in identieke omstandigheden met 50 ml van een oplossing die 200 mg NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> per l bevat. De maximaal toegelaten afwijking bedraagt 5 %.

#### **4 BEREKENING**

Het gehalte aan nitraatstikstof wordt uitgedrukt in mg NO<sub>3</sub>-N/l en berekend met volgende formule:

$$\text{mg NO}_3\text{-N/l compost} = x \cdot 14$$

x =      aantal ml zoutzuur 0,01 N getitreerd.

De bepalingsgrens ligt op 10 mg mg NO<sub>3</sub>-N/l compost.

#### **NITRAATSTIKSTOF/AMMONIUMSTIKSTOF VERHOUDING**

De verhouding wordt berekend door het gehalte aan nitraatstikstof (berekend volgens parameter nitraatstikstof punt 4) te delen door het gehalte aan ammoniumstikstof (berekend volgens parameter ammoniumstikstof punt 5).