

~~~~~

*Bepaling van ammoniakale stikstof door  
destillatie en titratie*

~~~~~

INHOUD

1	TOEPASSINGSGEBIED	3
2	PRINCIPE	3
3	OPMERKINGEN	3
4	MATERIAAL	3
4.1	MATERIAAL.....	3
5	REAGENTIA EN OPLOSSINGEN	3
5.1	REAGENTIA.....	3
5.2	OPLOSSINGEN.....	4
6	PROCEDURE	4
6.1	REINIGINGSPROCEDURE DESTILLATIEOPSTELLING.....	4
6.2	DESTILLATIE.....	4
6.3	TITRATIE.....	5
7	BEREKENING	5
8	REFERENTIES	6

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bepaling van ammoniakale stikstof in water (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater).

Een ammoniumconcentratie tot 10 mg in het monstervolume kan bepaald worden, bv. voor een monstervolume van 10 ml stemt dit overeen met een concentratie van 1000 mgN/l. De detectielimiet voor een volume van 250 ml is 0,2 mg N/l.

Deze procedure beschrijft de manuele titratie van boorzuur, niettegenstaande kan een automatische titratie van boorzuur worden toegepast.

2 PRINCIPE

De gebufferde watermonsters (pH = 6.0-7.4) worden na toevoeging van magnesium oxide (licht alkalisch milieu) aan een stoomdestillatie onderworpen om mogelijke storingen te verwijderen en het ammonium af te zonderen.

Het destillaat wordt opgevangen in een verdunde boorzuooplossing. De ammoniumconcentratie in het destillaat wordt titrimetrisch met HCl ten opzichte van een boorzuurindicator bepaald.

3 OPMERKINGEN

- Het is aan te raden het destillatietoestel tussen elke monsterdestillatie grondig te reinigen om resten ammonium te verwijderen. Men destilleert minimum 100 ml over.
- Ureum interfereert op de bepaling omdat het als ammonium overdestilleert en zo mee bepaald wordt. Men bekomt dus een verhoging van het resultaat.
- Vluchtige amines destilleren ook mee over en reageren met het zuur gedurende de titratie zodat ook deze een verhoging van het resultaat veroorzaken.
- Chlooramines welke aanwezig zijn in gechloreerd water worden ook meebepaald .
- **Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.**

4 MATERIAAL

4.1 Materiaal

- 4.1.1 Destillatiekolven (800-1000ml)
- 4.1.2 Condensor
- 4.1.3 Verwarmingselement
- 4.1.4 Volpipetten : 2 ,10,50 ml
- 4.1.5 8 maatkolven van 1000 ml voor het aanmaken van reagentia
- 4.1.6 Erlenmeyers van 500 ml om destillaat in op te vangen

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 Reagentia

- 5.1.1 Ultra puur water: (elektrische geleidbaarheid kleiner dan $0,1 \text{ mS m}^{-1}$, equivalent met een weerstand groter dan $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$ (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$). Vrij van ammoniak.
- 5.1.2 Zoutzuur, HCl, geconcentreerd 37%, $d=1.19 \text{ g/ml}$
- 5.1.3 Natriumhydroxide, NaOH
- 5.1.4 Methyl rood, water oplosbaar
- 5.1.5 Methyl blauw
- 5.1.6 Boorzuur
- 5.1.7 Broomthymolblauw
- 5.1.8 Magnesium oxide poeder: de carbonaten werden verwijderd door het poeder op 500°C te verwarmen.
- 5.1.9 Antischuimmiddel
- 5.1.10 Natriumthiosulfaat , p.a.

5.2 Oplossingen

- 5.2.1 HCl 0,1 M-0.02 M : maak deze oplossingen vertrekkende van geconcentreerd zoutzuur (5.1.2.) of gebruik commercieel bereide oplossingen.
- 5.2.2 Methylroodoplossing : Los $0.5 \pm 0.1 \text{ g}$ methylrood(5.1.4.) op in 800 ml water (5.1.1.) en leng aan tot 1000 ml met water (5.1.1.)
- 5.2.3 Methylblauw oplossing : Los $1.5 \pm 0.1 \text{ g}$ methyleenblauw (5.1.5.) op in 800 ml water (5.1.1.) en leng aan tot 1000 ml met water (5.1.1.)
- 5.2.4 Boorzuurindicatoroplossing : Los $20 \pm 1 \text{ g}$ boorzuur (5.1.6.) op in warm water . Laat afkoelen tot kamertemperatuur . Voeg $10 \pm 0,5 \text{ ml}$ methylrood oplossing (5.2.2.) en $2,0 \pm 0,1 \text{ ml}$ methylblauwoplossing (5.2.3.) toe en verdun tot 1000 ml.
- 5.2.5 Broomthymolblauw : Los $0,5 \pm 0,02 \text{ g}$ broomthymolblauw op in water (5.1.1.) en leng aan tot 1000 ml met water (5.1.1.)
- 5.2.6 HCl 1% : Leng $10 \pm 1 \text{ ml}$ HCl (5.1.2.) aan tot 1000 ml water (5.1.1.)
- 5.2.7 NaOH 1mol/l : Los $40 \pm 2 \text{ g}$ NaOH op in 500 ml water (5.1.1) laat afkoelen tot kamertemperatuur en leng aan tot 1000 ml .

6 PROCEDURE

6.1 Reinigingsprocedure destillatieopstelling

Wanneer de destillatieopstelling voor het eerst wordt gebruikt of reeds een lange tijd heeft stil gestaan moet deze gereinigd worden . Breng 350 ml water (5.1.1.) in een destillatiekolf en voeg een paar kooksteentjes toe. Destilleer 100 ml destillaat over. Verwijder het destillaat en het residu in de kolf.

6.2 Destillatie

Afhankelijk van de ammoniumconcentratie (zie tabel 1) wordt een bepaalde hoeveelheid staal in een destillatiekolf gepipetteerd .

Tabel 1: Hoeveelheid staal afhankelijk van concentratie

Ammoniumconcentratie (mg N/l)	Volume staal (ml)
< 10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

Breng 50 ± 5 ml boorzuurindicatoroplossing (5.2.4.) in de erlenmeyer om het destillaat in op te vangen. Zorg ervoor dat het destillaat wordt opgevangen onder het vloeistofniveau van de boorzurooplossing (5.2.4.).

Breng een juiste hoeveelheid staal in de destillatiekolf.

Opmerking : Indien er chloor aanwezig is in het staal moeten er enkele kristallen natriumthiosulfaat (5.1.10.) worden toegevoegd om chloor te verwijderen.

Voeg een paar druppels broomthymolblauw indicator (5.2.5) in de kolf toe en pas indien nodig de pH aan (6 -7,4) met de NaOH-oplossing (5.2.7.) of de HCl-oplossing (5.2.6.).

Voeg water toe (5.1.1.) tot een eindvolume van 350 ml .

Breng nadien $0,25 \pm 0,05$ g magnesiumoxide en enkele kooksteentjes in de destillatiekolf. De kolf onmiddellijk in de destillatieopstelling plaatsen.(voor sommige afvalwaters is het nodig om antischuimmiddel toe te voegen.)

Verwarm de destillatiekolf zodanig dat men een debiet heeft van ongeveer 10 ml/minuut. Wanneer er 200 ml destillaat is opgevangen in de erlenmeyer mag de destillatie beëindigd worden.

Ook een blankotest wordt uitgevoerd door het staal te vervangen door 250 ml water (5.1.1.) en dezelfde procedure als het staal te doorlopen.

6.3 Titratie

Titreer het destillaat met de HCl-oplossing 0.02 M tot een purpere kleuromslag.

Bij hoge ammoniumconcentraties wordt HCl 0.1 M als titratieoplossing genomen.

7 BEREKENING

Het gehalte aan ammoniakale stikstof wordt uitgedrukt in mgN/l en berekend met de volgende formule.

$$mgN/l = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14,01 \times 1000$$

V_0 = Volume staal (ml)

V_1 = Volume zoutzuur (ml)

V_2 = volume zoutzuur bij blanco-test

c = concentratie zoutzuur (mol/l)

14,01 = atoommassa van stikstof (g/mol)

De omrekeningsfactoren kan je vinden in tabel 2.

Tabel 2: Omrekeningsfactoren N

	N mg/l	NH ₃ mg/l	NH ₄ ⁺ mg/l	NH ₄ ⁺ μmol/l
1 mg N /l	1	1.216	1.288	71.4
1 mg NH ₃ /l	0.823	1	1.059	58.7
1 mg NH ₄ ⁺ /l	0.777	0.944	1	55.4
1 μmol/l NH ₄ ⁺	0.014	0.017	0.018	1

8 REFERENTIES

- ISO 5664: 1984; Water quality – Determination of ammonium- Distillation and titration method.