

Vaste mest en vaste behandelde mest – Ammoniumstikstof

INHOUD

1	Principe	3
2	Extractieprocedure	3
2.1	<i>Apparatuur en materiaal</i>	3
2.2	<i>Reagentia</i>	3
2.3	<i>Werkwijze</i>	3
3	Bepaling van ammonium in het extract na stoomdestillatie	4
3.1	<i>Principe</i>	4
3.2	<i>Procedure</i>	4
3.3	<i>Berekeningen</i>	4
4	Spectrofotometrische bepaling van ammonium in het extract	5
4.1	<i>Meting van ammonium stikstof in de uitloging</i>	5
4.1.1	Ammonium stikstof met manuele spectrofotometrische methode	5
4.1.2	Ammonium stikstof met continu-doorstroomanalyse (CFA) met spectrofotometrische detectie	5
4.1.3	Ammonium stikstof met ion chromatografie	5
4.1.4	Ammonium stikstof met een discreet analysesysteem (spectrofotometrische detectie)	6
4.2	<i>Berekeningen</i>	6
5	Referenties	6

1 PRINCIPE

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

Voor de bepaling van het ammonium gehalte in vaste mest of vaste behandelde mest wordt van het monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur en vermalen tot < 0.5 of 1 mm, een extractie met KCl uitgevoerd. In het extract wordt vervolgens het ammonium gehalte bepaald volgens:

- a. ISO 5664: 1984 Water quality – Determination of ammonium- Distillation and titration method
- b. ISO 7150-1:1984 Water quality – Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method
- c. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- d. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality – Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography – Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- e. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection

Opmerking: bij zwaar belaste matrices dient de nodige aandacht besteed te worden aan de analyse om interferentievrij te meten.

2 EXTRACTIEPROCEDURE

2.1 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. Schudtoestel
- b. Plooi-filter of vergelijkbaar

2.2 REAGENTIA

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

2.3 WERKWIJZE

Weeg 5 g monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur af in een recipiënt op 1 mg nauwkeurig (m).

Voeg 50 ml 1M KCl toe (V_{ext}). Schud 30 minuten bij constante temperatuur

Het extract wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter met monsteroplossing. Het eerste deel van het filtraat wordt verworpen. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

3 BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT NA STOOMDESTILLATIE

3.1 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.

3.2 PROCEDURE

De procedure zoals beschreven in ISO 5664:1984 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §2.3 Gevoeligheid: niet van toepassing.
- §4 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §6 Monsterbehandeling: niet van toepassing.
- §7.1 Selectie van testportievolume ($V_{\text{testportie}}$): Andere volumes mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §7.2.3 Bepaling: ook andere eindpuntdetecties zijn mogelijk.

3.3 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.

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

waarin:

C_N	concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM
M_N	de molaire massa van stikstof (14.007 g/mol)
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
V_{ext}	volume extractiemiddel in ml
$V_{testportie}$	volume van de testportie in ml

Rond de uitkomst af op 2 decimalen.

4 SPECTROFOTOMETRISCHE BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in het extract met één van de volgende methoden:

- a. ISO 7150-1:1984 Water quality – Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method
- b. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- c. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality – Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography – Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- d. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection

4.1 METING VAN AMMONIUM STIKSTOF IN DE UITLOGING

4.1.1 AMMONIUM STIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

De procedure zoals beschreven in ISO 7150-1:1984 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- a. §1.5 Gevoeligheid: De minimum absorbantie dient gecontroleerd te worden, echter de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken t.o.v. de beschreven ISO procedure.
- b. §4 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- c. §6 Monsterbehandeling: niet van toepassing.
- d. §7.3 Bepaling: Andere relevante concentratieniveaus mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden dient dezelfde procedure te worden toegepast.
- e. §7.5 Kalibratie: Methodiek mag afwijken van de beschreven procedure mits de kalibratielijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en deze voldoet voor deze toepassing.

4.1.2 AMMONIUM STIKSTOF MET CONTINU-DOORSTROOMANALYSE (CFA) MET SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 11732:2005 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- a. §3 Bepaling van ammonium stikstof met flow injectie analyse (FIA) en spectrofotometrische bepaling: niet van toepassing
- b. §4.3 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing
- c. §4.4.3 Monsterbehandeling: niet van toepassing.
- d. §4.5.2 Instrument performantie controle: De minimum absorbantie dient gecontroleerd te worden, echter de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken t.o.v. de beschreven ISO procedure.
- e. §4.5.3 Reagentia blanco controle: De blanco controle van de reagentia is optioneel.

4.1.3 AMMONIUM STIKSTOF MET ION CHROMATOGRAFIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 14911:1999 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- a. §6 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- b. §8 Kwaliteitseisen voor scheidingskolom: Andere concentraties mogen gebruikt worden om scheidingscondities te evalueren.
- c. §9 Monsterbehandeling: niet van toepassing.

4.1.4 AMMONIUM STIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESYSTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

De procedure zoals beschreven in ISO 15923-1:2013 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- a. §5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- b. §7 niet van toepassing.
- c. Annex B t.e.m. H: Afwijkingen aan de uitvoering van de beschreven methoden zijn toegestaan zolang de procedure is gebaseerd op hetzelfde principe als een bestaande EN of ISO norm en zolang voldaan wordt aan de vereiste prestatiekenmerken.
- d. §8.1 en §8.2: Bijkomende kwaliteitscontrole voor de bepaling van parameters ammonium, nitraat en nitriet in uitlogingen. Bij de analyse van deze monsters dient minimaal één van de volgende kwaliteitscontroles uitgevoerd te worden:
 - 1) Analyse van het monster met minimum 1 dopering waarvan de bias tov de theoretische waarde max. 10% mag bedragen.
 - 2) Minstens 2 metingen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt, resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die max. 10% van elkaar verschillen.

Opmerking: Bij de bepaling van ammonium kunnen vals negatieve resultaten optreden bij hoge concentraties. De hierboven vermelde kwaliteitscontroles hebben tot doel dit te ondervangen.

4.2 BEREKENINGEN

Bepaal de ammoniumconcentratie in de uitloging en hou daarbij rekening met eventuele verdunningen.

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

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

waarin:

C_N	concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM
C_1	concentratie ammonium in het extract in mg N/l
m	massa monster dat geëxtraheerd werd in g
V_{ext}	totaal volume extract in l
D	droogfactor

Rond de uitkomst af op 2 decimalen.

5 REFERENTIES

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

- b. ISO 7150-1:1984 Water quality – Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method
- c. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- d. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality – Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography – Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- e. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection
- f. 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
- g. C. Vanhoof, A. Cluyts, E. Poelmans, W. Wouters en K. Tirez, *Evaluatie discrete analyser voor de bepaling van nitraat en ammonium in bodem en mest*, VITO rapport 2012/MANT/R/04, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2011_rapport_discrete_analyser_VLM.pdf