

## Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Ammoniumstikstof

**INHOUD**

|          |  |          |
|----------|--|----------|
| <b>1</b> | <b>Principe</b>  | <b>3</b> |
| <b>2</b> | <b>Bepaling van ammonium na stoomdestillatie</b>                                       | <b>3</b> |
| 2.1      | <i>Principe</i>  | 3        |
| 2.2      | <i>Procedure</i>   | 3        |
| 2.3      | <i>Berekeningen</i>  | 4        |
| <b>3</b> | <b>Bepaling van ammonium na uitloging</b>  | <b>4</b> |
| 3.1      | <i>Extractieprocedure</i>  | 4        |
| 3.2      | <i>Meting van ammoniumstikstof in de uitloging</i>                                     | 5        |
| 3.2.1    | Ammoniumstikstof met manuele spectrofotometrische methode                              | 5        |
| 3.2.2    | Ammoniumstikstof met continu-doorstroomanalyse (CFA) met spectrofotometrische detectie | 5        |
| 3.2.3    | Ammoniumstikstof met ion chromatografie  | 5        |
| 3.2.4    | Ammoniumstikstof met een discreet analysesysteem (spectrofotometrische detectie)       | 6        |
| 3.3      | <i>Berekeningen</i>  | 6        |
| 3.4      | <i>Rapportagegrens</i>   | 6        |
| <b>4</b> | <b>Referenties</b>   | <b>7</b> |

## 1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

De bepaling van het ammoniumgehalte van vloeibare mest of vloeibare behandelde mest kan rechtstreeks op het gehomogeniseerde monster worden uitgevoerd bij toepassing van de titrimetrische methode na stoomdestillatie volgens:

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

Bij toepassing van onderstaande methodes is een uitloging van het monster vereist:

- 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  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  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.

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

## 2 BEPALING VAN AMMONIUM NA STOOMDESTILLATIE

### 2.1 PRINCIPE

Ammonium in een oplossing die alkali-labele stikstof componenten bevat, wordt vrijgesteld door toevoeging van  $\text{MgO}$ . 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 om te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

### 2.2 PROCEDURE

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

- a. §2.3 Gevoeligheid: niet van toepassing;
- b. §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §6 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §7.1 Selectie van testportievolumen: andere volumes mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- e. §7.2.3 Bepaling: ook andere eindpuntdetecties zijn mogelijk.

### 2.3 BEREKENINGEN

Daarbij 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:

$$C_N = M_N \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times F$$

waarbij:

$C_N$ : 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;

$F$ : verdunningsfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden  $\leq 1$  en 1 decimaal voor waarden  $> 1$ .

## 3 BEPALING VAN AMMONIUM NA UITLOGING

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in een uitloging met één van de volgende methoden:

- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- 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);
- 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.

### 3.1 EXTRACTIEPROCEDURE

Weeg een bepaalde hoeveelheid vers gehomogeniseerd monster ( $\pm 5$  g) af tot op 1 mg nauwkeurig. Een representatief deelmonster kan worden genomen aan de hand van een pipet met brede uitstroomopening of met een maatschepje.

Dit deelmonster wordt verdund met water in een verhouding van 1/100 (m/v) in een maatkolf. Goed schudden. Het volume van de maatkolf is  $V_{ext}$ .

De oplossing wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter voor met monsteroplossing en verwerp het eerste deel van het filtraat. De rest van het filtraat wordt opgevangen in een droog recipiënt.

Voer de verdere analyse onmiddellijk na de filtratie uit.

Opmerking: Het water dat wordt gebruikt voor de verdunning van de mest kan lichtjes worden aangezuurd met HCl om ammoniakvervluchtiging te vermijden. Dat mag enkel gebeuren als dat geen invloed heeft op de bepalingsmethode.

### 3.2 METING VAN AMMONIUMSTIKSTOF IN DE UITLOGING

#### 3.2.1 AMMONIUMSTIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

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

- a. §1.5 Gevoeligheid: de minimum absorptantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO procedure;
- b. §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §6 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §7.3 Bepaling: andere relevante concentratieniveaus mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden moet dezelfde procedure worden toegepast;
- e. §7.5 Kalibratie: de methodiek mag afwijken van de beschreven procedure als de kalibratielijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en ze voldoet voor deze toepassing.

#### 3.2.2 AMMONIUMSTIKSTOF MET CONTINU-DOORSTROOMANALYSE (CFA) MET SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE

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

- a. §3 Bepaling van ammoniumstikstof met flow injectie analyse (FIA) en spectrofotometrische bepaling: niet van toepassing;
- b. §4.3 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §4.4.3 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §4.5.2 Instrument performantie controle: de minimale absorptantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kunnen afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- e. §4.5.3 Reagentia blanco controle: de blanco controle van de reagentia is optioneel.

#### 3.2.3 AMMONIUMSTIKSTOF MET ION CHROMATOGRAFIE

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

- a. §6 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- b. §8 Kwaliteitseisen voor scheidingskolom: andere concentraties mogen gebruikt worden om scheidingscondities te evalueren;
- c. §9 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02.

### 3.2.4 AMMONIUMSTIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESYSTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

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

- a. §5 andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- b. §7 voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- c. annex B t.e.m.H: afwijkingen aan de uitvoering van de beschreven methodes 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 moet minstens 1 van de volgende kwaliteitscontroles uitgevoerd worden:
  - 1) analyse van het monster met minstens 1 dopering waarvan de bias ten opzichte van de theoretische waarde maximaal 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 maximaal 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 dat te ondervangen.

Opmerking: Ammonium en nitraat kunnen bepaald worden in uitlogingen van vloeibare mestmonsters en monsters die in of als meststof of bodemverbeterend middel kunnen aangewend worden. Die monsters moeten doorgaans sterk verdund worden om matrix interferentie te elimineren.

### 3.3 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:

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

waarbij:

$C_N$ : 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;

$V_{\text{ext}}$ : totaal volume extract in l;

$F$ : verdunningsfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden  $\leq 1$  en 1 decimaal voor waarden  $> 1$ .

### 3.4 RAPPORTAGEGRENSEN

De rapportagegrens is  $\leq 0,2$  kg N/1000 kg VM.

#### 4 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  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  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](https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2011_rapport_discrete_analyser_VLM.pdf)