

## Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale stikstof

---

## INHOUD

<b>1</b>	<b>Principe</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Apparatuur en materiaal</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Reagentia</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Werkwijze</b>	<b>4</b>
4.1	<i>Monstername</i>	4
4.2	<i>Destructie</i>	4
4.3	<i>Bepaling</i>	4
<b>5</b>	<b>Opmerkingen</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>Berekeningen</b>	<b>5</b>
<b>7</b>	<b>Rapportagegrens</b>	<b>5</b>
<b>8</b>	<b>Referenties</b>	<b>6</b>

## 1 PRINCIPE

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

Er wordt van uitgegaan dat vloeibare mest geen nitraat of nitriet bevat. Dat geldt eveneens voor de dunne fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest. De bepaling van totale stikstof bij vloeibare mest of de dunne fractie verkregen na scheiding van vloeibare mest beperkt zich dus tot Kjeldahl-stikstof. De bepaling van Kjeldahl-stikstof omvat een destructie met H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en een katalysatormengsel waarbij organische stikstofverbindingen worden omgezet naar ammonium. Na destructie wordt ammoniak vrijgesteld door toevoeging van natriumhydroxide en overgedestilleerd in een geschikte absorptievloeistof. In het destillaat wordt vervolgens ammonium bepaald met een titratie of spectrofotometrisch.

Als alternatief kan voor de Kjeldahl-stikstof bepaling het monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433, gevolgd door een titrimetrische of spectrofotometrische bepaling van het ammonium gehalte. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal P spectrofotometrisch of met ICP-AES te bepalen.

Als de analyse uitgevoerd wordt op vloeibare behandelde mest (bijvoorbeeld effluent uit biologie, spuistromen ...), uitgezonderd de dunne fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest, mag er niet van uitgegaan worden dat die producten geen nitraat of nitriet bevatten. In dat geval moet voor de bepaling van totale stikstof het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet gevolgd worden, en meer specifiek CMA/2/IV/4 Totale Stikstof (Matrix Meststof-Bodemverbeterend middel) (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>).

Deze BAM-procedure beschrijft de bepaling van Kjeldahl-N.

## 2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. destructiebuizen van 250 ml
- b. destructieblok, voor een temperatuur van 370 - 380°C
- c. destillatie-opstelling, geschikt voor de aansluiting van destructiebuizen van 250 ml
- d. kooksteentjes

## 3 REAGENTIA

- a. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 18M;
- b. zoutzuur, 0,2 mol/l: leng 16 tot 17 ml geconcentreerd zoutzuur aan tot 1l. Deze oplossing moet gesteld worden;
- c. methylroodoplossing, 2 mmol/l: los 0,5 g methylrood op in 1 l ethanoloplossing; 60% (v/v) ethanol in water;
- d. methyleenblauwoplossing, 4 mmol/l: los 1,5 g methyleenblauw op in ± 800 ml water, leng aan tot 1 l en meng;

- e. boorzuurindicatoroplossing, 0,3 mol/l: los 20 g boorzuur op in warm water. Koel af en voeg 10 ml methyloodoplossing en 2 ml methyleenblauwoplossing toe. Breng de pH op 4.6 (omslagpunt van methylood). Leng aan tot 1 l en meng;
- f. natriumhydroxideoplossing, 9 mol/l: los 360 g natriumhydroxide op in  $\pm$  800 ml water. Afkoelen, aanlengen tot 1 l en mengen;
- g. katalysator: 100 g kaliumsulfaat ( $K_2SO_4$ ) en 10 g kopersulfaatpentahydraat ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ): maal en meng (NEN 7437);
- h. antischuimmiddel.

## 4 WERKWIJZE

### 4.1 MONSTERNAME

Een bepaalde hoeveelheid vers gehomogeniseerd monster wordt afgewogen tot op 1 mg nauwkeurig (massa m) in een destructiebuis. Vloeibare mest wordt na homogenisatie bemonsterd met een pipet of een maatschepje. De hoeveelheid die in bewerking wordt genomen, bevat maximaal 1 g droge stof en een geschat stikstofgehalte van ten minste 2 mg en ten hoogste 100 mg.

### 4.2 DESTRUCTIE

Voeg 20 ml  $H_2SO_4$  toe en meng. Voeg 5 g katalysatormengsel toe. Voeg antischuimmiddel toe.

Verwarm langzaam tot de vloeistof zachtjes kookt. Let op voor overmatig schuimen. Bij vloeibare mest wordt eerst water verdampt. Daarna stijgt de temperatuur verder. Verwarm zo dat het zwavelzuur condenseert ongeveer halverwege de destructiebuis. Kook nadat de vloeistof helder wordt nog 15 minuten.

De optimale destructietemperatuur is 370 à 380°C. Bij lagere temperatuur is de destructie onvolledig, bij hogere treden verliezen op.

Laat de vloeistof na destructie afkoelen en verdun met 50 ml water.

### 4.3 BEPALING

Breng in een kolf 50 ml boorzuurindicatoroplossing. Plaats die kolf onder de koeler zodat de uitstroomopening zich onder de vloeistofspiegel bevindt.

Voeg aan het destruaat in de destructiebuis 50 ml natriumhydroxide-oplossing toe en sluit de buis onmiddellijk aan op het destillatietoestel. Destilleer met een snelheid van  $\pm$  10 ml/minuut tot alle ammoniak overgedestilleerd is.

Titreer de inhoud van de kolf met gesteld zoutzuur tot de kleur omslaat van groen naar paars-violet. Noteer het gebruikte volume ( $V_1$ ).

Voer de hele procedure uit voor een blanco. Noteer het volume voor dat blanco destruaat ( $V_0$ ).

Als alternatief kan de bepaling van ammonium in het destillaat uitgevoerd worden met een van de volgende methodes, mits een geschikte absorptievloeistof wordt gebruikt:

- 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.

Voor de praktische uitvoering van deze bepalingen wordt verwezen naar BAM/deel3/05, 3.2 *Meting van ammoniumstikstof in de uitloging*.

## 5 OPMERKINGEN

Er bestaan verscheidene varianten op de Kjeldahl-N methode. Ze zijn bruikbaar voor zover ze niets fundamenteel wijzigen aan de gegeven procedure.

Andere katalysatoren kunnen ook gebruikt worden. Doorgaans zijn die katalysatoren commercieel verkrijgbaar als tabletten.

## 6 BEREKENINGEN

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 stikstof in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM;

$M_N$ : molaire massa van stikstof (14.007 g/mol);

$V_1$ : gebruikte hoeveelheid zoutzuur bij titratie van het monster in ml;

$V_0$ : gebruikte hoeveelheid zoutzuur bij titratie van de blanco in ml;

$m$ : massa van het analysemonster in g;

$C_{HCl}$ : concentratie van het zoutzuur in mol/l;

$F$ : de verdunningsfactor.

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

## 7 RAPPORTAGEGRENSEN

De rapportagegrens is  $\leq 0,12$  kg N/1000 kg VM.

## 8 REFERENTIES

- a. NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof
- b. NBN EN 13654-1:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method
- c. NBN EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen
- d. NBN EN 13342:2000 Characterization of sludges - Determination of Kjeldahl nitrogen
- e. ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method
- f. NBN EN 25663:1994 Water Quality - Determination of Kjeldahl nitrogen - Method after mineralization with selenium (ISO 5663:1984)
- g. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- h. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- i. 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)
- j. 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