

Bepaling van het totaal stikstofgehalte na oxidatie tot stikstofdioxiden

1 TOEPASSINGSGBIED

Deze methode beschrijft de bepaling van het stikstofgehalte in water onder de vorm van vrije ammonium, ammonium, nitriet, nitraat en organische stikstofverbindingen die door de beschreven oxidatie kunnen omzetten naar stikstofoxiden.

Opgelost stikstofgas wordt niet bepaald met deze methode.

Deze methode is geschikt voor de analyse van oppervlaktewater, afvalwater en behandelde effluenten. Totaal stikstof kan worden bepaald in een gebied van 1 mg/l tot 200 mg/l. Hogere concentraties kunnen, indien nodig, bepaald worden door verdunning van het monster.

De procedure zoals beschreven in EN 12260 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §4 Filtratie over 0.45 µm filter wordt niet toegestaan. Indien niet wordt voldaan aan de eis van 10%, kan de methode niet worden toegepast.
- §5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §7 Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- §7 Bij aanwezigheid van deeltjes moet het monster worden gehomogeniseerd (gemixt). Filtratie over 0.45 µm filter is niet toegestaan.
- §9 Het meetgebied mag worden opgesteld i.f.v. de eigen methode. **De kalibratie oplossingen dienen minimaal te bestaan uit een mix van ammonium en nitraat, en de zuurmatrix moet identiek zijn aan deze van de te analyseren monsters (matrix matching).**
- §10 De uit te voeren kwaliteitscontroles bij elke meetreeks hebben betrekking op het vaststellen van mogelijke contaminaties, de oxidatie-efficiëntie en de responsfactor. Volgende kwaliteitscontroles komen hiervoor in aanmerking:
 - Blanco bepaling
 - **Afzonderlijke meting van ammonium en nitraat, met berekening van de responsfactor (verhouding ammonium/nitraat), waarbij de toegelaten afwijking op de theoretische waarde van de individuele controlemonsters ≤10% is en de responsfactor ≥0.9 en ≤1.1 bedraagt.**
 - Nicotinamide of nicotinezuur controlestandaard om de efficiëntie van de oxidatie op te volgen, **waarbij het rendement ≥ 90% is.**~~De toegelaten afwijking op de theoretische waarde van de verschillende controleoplossingen mag 10% bedragen.~~
- § 10 Tijdens de validatie dienen volgende factoren geëvalueerd te worden:
 - De invloed van het TOC-gehalte moet worden nagegaan en – naar analogie met ISO 11905-1 – dient hiervoor een criterium te worden vooropgesteld.
 - Er dient te worden nagegaan dat eenzelfde responsfactor voor ammonium en nitraat wordt bekomen.

2 REFERENTIE

- EN 12260:2003 Water quality - Determination of nitrogen – Determination of bound nitrogen (TN_b), following oxidation to nitrogen oxides.