

Bepaling van Kjeldahl-stikstof. Methode na mineralisatie met selenium

1 TOEPASSINGSGEBIED

De Kjeldahl destructiemethode laat toe de organisch gebonden stikstof (en ammonium) te bepalen afkomstig van verontreinigingen aanwezig in het water (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater), vooropgesteld dat zij onder de gekozen werkomstandigheden geoxideerd kunnen worden tot ammoniumionen. Slechts negatief drievaleent stikstof wordt bepaald.

In de beschreven methode wordt stikstof, vervat in nitraat en nitriet, niet aangetast en dus ook niet meebepaald. De vrije ammoniumionen worden wel meebepaald daar zij niet vooraf worden verwijderd.

Organische stikstofverbindingen zoals azide, azine, azo, hydrazon, nitroso, oxime of semicarbazon worden niet kwantitatief bepaald evenals heterocyclische stikstofverbindingen.

De beschreven methode is bruikbaar voor de bepaling van 1 mg/l (100 ml monstervolume) tot 1000 mg/l stikstof (10 ml monstervolume).

De ammonium bepaling (in het destillaat) kan uitgevoerd worden met de analysetechnieken beschreven in WAC/III/E.

De procedure zoals beschreven in ISO 5663:1984 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 APPARATUUR

2.1.1 Stoomdestillatietoestel

2.1.2 Destructieapparaat met destructiebuis en een regelbare verwarmingsblok met een temperatuursrange van $385 \pm 10^\circ\text{C}$

Opmerking:

De temperatuur wordt gecontroleerd in een met zand gevulde destructiebuis over de verschillende plaatsen heen van de destructieblok.

3 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

In ISO 5663 wordt een katalysatormengsel van kaliumsulfaat en seleen gebruikt.

Indien voldaan wordt aan de vooropgestelde kwaliteitseisen (zie §5) kunnen andere katalysatoren gebruikt worden (bv. kaliumsulfaat in combinatie met kopersulfaat).

4 PROCEDURE

4.1 DESTRUCTIE EN DESTILLATIE

- Breng een geschikte hoeveelheid staal in een Kjeldahl destructiebuis of -fles en voeg 10 ml zwavelzuur en katalysatormengsel toe.

- Voeg enkele kooksteentjes toe, breng de destructiebuis in een geschikt destructiesysteem.
- Verwarm het monster geleidelijk op teneinde het water te verwijderen en het spatten te minimaliseren.
- Vervolgens destrueer 2 uur bij $385 \pm 10^\circ\text{C}$.
- Laat afkoelen tot kamertemperatuur.
- Voeg ultra puur water toe, plaats in het destillatieapparaat en voeg NaOH-oplossing toe.
- Voer de destillatie uit en vang het destillaat op in een geschikt medium, afhankelijk van de bepalingsmethode voor ammonium

Opmerking:

Rechtstreekse analyse op het destruaat kan worden uitgevoerd indien gelijkwaardigheid met de methode na destillatie kan worden aangetoond.

4.2 EIGENLIJKE BEPALING

- Voor de ammonium bepaling in het destillaat kunnen de analysetechnieken beschreven in WAC/III/E worden toegepast.

5 KWALITEITSCONTROLE

De uit te voeren kwaliteitscontroles bij elke meetreeks hebben betrekking op het vaststellen van mogelijke contaminaties, verliezen en de destructietemperatuur. Volgende kwaliteitscontroles komen hiervoor in aanmerking:

- Blanco bepaling
- Controle 1: Glycine, ammonium standaard of ureum om eventuele verliezen te traceren
- Controle 2: Nicotinamide of nicotinezuur standaard om de efficiëntie van de destructie op te volgen

Controle 1 en controle 2 zijn afzonderlijke controlemonsters en het rendement dient voor elke controle $\geq 90\%$.

6 REFERENTIES

- Standard Methods for the examination of water and waste water: 1998; 20th edition
- ISO 5663: 1984 (EN 25663: 1993) Water Quality – Determination of Kjeldahl nitrogen – Method after mineralization with selenium.