

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>	4
2.3	<i>Werkwijze</i>	4
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 ammoniumstikstof in de uitloging</i>	5
4.1.1	Ammoniumstikstof met manuele spectrofotometrische methode	5
4.1.2	Ammoniumstikstof met continu-doorstroomanalyse (CFA) met spectrofotometrische detectie	6
4.1.3	Ammoniumstikstof met ion chromatografie	6
4.1.4	Ammoniumstikstof met een discreet analysesysteem (spectrofotometrische detectie)	6
4.2	<i>Berekeningen</i>	7
5	Referenties	7

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:

- ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method;
- 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);
- NBN EN ISO 15923-1:2024** Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection (**ISO 15923-1:2013**).

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

Bij de bepaling van ammonium in vaste of vaste behandelde mest worden volgende controles meegenomen:

- Procedure blanco: tijdens het drogen van het monster met wijnsteenzuur wordt bij elke batch een procedure blanco meegenomen (25 gram wit zand + 30 ml wijnsteenzuur ($c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 0.445 \text{ mol/l}$)). De concentratie ammonium-N in vers materiaal, uitgedrukt als kg N/1000 kg wordt berekend als volgt:

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

met:

- C_N concentratie ammonium-N in vers materiaal, uitgedrukt als kg N/1000 kg
- C_i concentratie ammonium-N in het extract na blanco correctie, in mg N/l
- m massa geëxtraheerd monster, in g (i.e. 5 g, zie punt 2.3)
- V_{ext} volume extractiemiddel, in ml (i.e. 50 ml, zie punt 2.3)
- D droogfactor bepaald volgens BAM/deel 4/02

Als richtlijn is het gehalte van de procedure blanco voor ammonium < 0,1 kg N/1000 kg. (zie BAM/deel 4/02 §5)

- Blanco KCl oplossing: dit is de extractie-oplossing
- Optioneel: QAQC 1^{ste} lijnscontrolemonster voor Erkenningspakket A.2.1 Meststof/bodemverbeterend middel – anorganische parameters (zie CMA/6/D)

2 EXTRACTIEPROCEDURE

2.1 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 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 om te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

3.2 PROCEDURE

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

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

3.3 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:

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

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM;

M_N : 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 voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

4 SPECTROFOTOMETRISCHE BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in het extract met een van de volgende methodes:

- 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);
- NBN EN ISO 15923-1:2024** Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection (**ISO 15923-1:2013**).

4.1 METING VAN AMMONIUMSTIKSTOF IN DE UITLOGING

4.1.1 AMMONIUMSTIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

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

- §1.5 Gevoeligheid: de minimale absorbantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §6 Monsterbehandeling: niet van toepassing;
- §7.3 Bepaling: andere relevante concentratieniveau's mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden moet dezelfde procedure worden toegepast;
- §7.5 Kalibratie: de methodiek mag afwijken van de beschreven procedure als de kalibratielijijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en ze voldoet voor deze toepassing.

4.1.2 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: niet van toepassing;
- d. §4.5.2 Instrument performantie controle: de minimale absorbantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- e. §4.5.3 Reagentia blanco controle: de blanco controle van de reagentia is optioneel.

4.1.3 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: niet van toepassing.

4.1.4 AMMONIUMSTIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESYSTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

De procedure zoals beschreven in **NBN EN ISO 15923-1:2024** is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- b. §7 niet van toepassing;
- 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.

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:

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

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM;

C_1 : concentratie ammonium in het extract na blanco correctie 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 voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

5 REFERENTIES

- ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method
- 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)
- NBN EN ISO 15923-1:2024** Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection (**ISO 15923-1:2013**)
- 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
- 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