



*Vloeibare dierlijke mest – Ammoniumstikstof*



## 1 PRINCIPE

Als de bepaling van ammonium titrimetrisch na stoomdestillatie gebeurt kan die rechtstreeks op het gehomogeniseerde monster worden uitgevoerd.  
Voor de spectrofotometrische bepalingsmethode is een uitloging van het monster vereist.

## 2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de vloeibare dierlijke mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/01.

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

## 3 BEPALING VAN AMMONIUM 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 teneinde te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

### 3.2 Reagentia

#### 3.2.1 Magnesiumoxide:

zuivere MgO gedurende 2 uur gloeien bij 600 à 700°C. Daarna bewaren in een exsiccator samen met KOH of in een goed gesloten potje.

#### 3.2.2 Zoutzuur, 12 mol/l HCl

#### 3.2.3 Zoutzuur, 0.03 mol/l:

leng 5 ml zoutzuur (3.2.2) aan tot 2 l met water. Deze oplossing moet gesteld worden.

#### 3.2.4 Methylroodoplossing, 2 mmol/l:

los 0.5 g methylrood op in 1 l ethanoloplossing; 60% (v/v) ethanol in water

#### 3.2.5 Methyleenblauwoplossing, 4 mmol/l:

los 1.5 g methyleenblauw op in ±800 ml water, leng aan tot 1 l en meng.

#### 3.2.6 Boorzuurindicatoroplossing, 0.3 mol/l:

los 20 g boorzuur op in warm water. Koel af en voeg 10 ml methylroodoplossing (3.2.4) en 2 ml methyleenblauwoplossing (3.2.5) toe. Breng de pH op 4.6 (omslagpunt van methylrood). Leng aan tot 1 l en meng.

### 3.3 Apparatuur en materiaal

#### 3.3.1 Stoomdestillatietoestel

#### 3.3.2 Destillatiebuizen

### 3.4 Werkwijze

- Weeg een bepaalde hoeveelheid monster ( $\pm 5$  g), gehomogeniseerd volgens BAM/deel 3/02, 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. Weeg bij voorkeur rechtstreeks in de destillatiebuis af. Voeg water toe zodat de buis van het destillatietoestel in de oplossing hangt.
- Breng 50 ml boorzuoroplossing (3.2.6) in een erlenmeyer en plaats die zo onder de koeler dat het uiteinde zich onder de vloeistofspiegel bevindt.
- Voeg 0.5 g MgO (3.2.1) toe aan de destillatiebuis.
- Begin onmiddellijk de stoomdestillatie.
- Destilleer tot minstens 100 ml overgekomen is, stop dan de destillatie.
- Titreer het destillaat met de gestelde HCl oplossing (3.2.3) tot kleuromslag ( $V_1$ ). Er kan ook worden getitreerd met behulp van een pH meter. Titreer in dat geval tot pH 4.6.
- Voer dezelfde procedure uit voor een blanco-oplossing en titreer ( $V_0$ )

### 3.5 Berekeningen

Hierbij 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.

$$C_N = 14.007 \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times F$$

waarin:

- $C_N$ : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM  
 $V_1$ : 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 zoals bepaald volgens BAM/deel 3/02

## 4 SPECTROFOTOMETRISCHE BEPALING VAN AMMONIUM NA UITLOGING

De spectrofotometrische bepaling van ammonium in een extract kan manueel of met een doorstroomanalyzesysteem gebeuren volgens :

- NBN EN ISO 11732:2005 Waterkwaliteit - Bepaling van ammoniakale stikstof door stroomanalyse (CFA en FIA) en spectrometrische detectie (ISO 11732:2005)
- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- NEN6604:2007 Water – Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie

## 4.1 Apparatuur en materiaal

- 4.1.1 Schudtoestel
- 4.1.2 Ploofilter of vergelijkbaar

## 4.2 Werkwijze

### 4.2.1 Algemeen

- a. Weeg een bepaalde hoeveelheid monster ( $\pm 5$  g), gehomogeniseerd volgens BAM/deel 3/02, 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.
- b. Dit deelmonster wordt verdund met water in een verhouding van 1/100 (m/v) in een maatkolf. Goed schudden (4.1.1). Het volume van de maatkolf is  $V_{\text{ext}}$ .
- c. De oplossing wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter (4.1.2) voor met monsteroplossing en verwerp het eerste deel van het filtraat. De rest van het filtraat wordt opgevangen in een droog recipiënt.
- d. Voer de verdere analyse onmiddellijk na de filtratie uit.

### 4.2.2 Opmerking

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

## 4.3 Berekningen

Spectrofotometrische methodes gebruiken een ijklijn om de concentratie van onbekenden te bepalen. Bepaal de ammoniumconcentratie in het extract na blancocorrectie 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.

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

waarin:

- $C_N$ : concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM
- $C_I$ : concentratie ammonium in het extract na blancocorrectie in mg N/l
- $m$ : massa monster dat geëxtraheerd werd in g
- $V_{\text{ext}}$ : totaal volume extract in l
- $F$ : verdunningsfactor zoals bepaald volgens BAM/deel 3/02