



Vaste dierlijke mest – Totale stikstof



1 PRINCIPE

Er wordt van uitgegaan dat verse vaste dierlijke mest geen nitraat of nitriet bevat. De bepaling van totale stikstof bij verse vaste dierlijke mest beperkt zich dus tot Kjeldahl stikstof (NEN 7437:1998, mits enkele wijzigingen). De bepaling van Kjeldahl stikstof omvat een destructie met H_2SO_4 en een katalysatormengsel waarbij organische stikstofverbindingen worden omgezet naar ammonium. Na destructie wordt ammoniak vrijgesteld door toevoegen van natriumhydroxide en overgedestilleerd in een geschikte absorptievloeistof. In dat destillaat wordt vervolgens ammoniak bepaald met een titratie of spectrofotometrisch.

Wanneer de analyse uitgevoerd wordt op andere mestproducten dan verse mest, dan mag er niet van uitgegaan worden dat die producten geen nitraat of nitriet bevatten. In dat geval moet voor de bepaling van totale stikstof de niet-gemodificeerde methode voor de bepaling van totale N toegepast worden volgens NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof. De totale N mag eveneens bepaald worden uit de som van de Kjeldahl stikstof en de afzonderlijk bepaalde nitraat- en nitrietstikstof.

Deze BAM procedure beschrijft de Kjeldahl-N bepaling in verse vaste dierlijke mest.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de vaste dierlijke mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/01.

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

3 REAGENTIA

3.1 H_2SO_4 , 18M

3.2 Zoutzuur, 0.2 mol/l:

leng 16 tot 17 ml geconcentreerd zoutzuur aan tot 1l. Deze oplossing moet gesteld worden.

3.3 Methylroodoplossing, 2 mmol/l:

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

3.4 Methyleenblauwoplossing, 4 mmol/l:

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

3.5 Boorzuurindicatoroplossing, 0.3 mol/l:

los 20 g boorzuur op in warm water. Koel af en voeg 10 ml methylroodoplossing (3.3) en 2 ml methyleenblauwoplossing (3.4) toe. Breng de pH op 4.6 (omslagpunt van methylrood). Leng aan tot 1 l en meng.

3.6 Natriumhydroxideoplossing, 9 mol/l:

los 360 g natriumhydroxide op in \pm 800 ml water. Afkoelen, aanlengen tot 1 l en mengen.

3.7 Katalysator:

100 g kaliumsulfaat (K_2SO_4) en 10 g kopersulfaatpentahydraat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$): maal en meng (NEN 7437).

3.8 Antischuimmiddel

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 Destructiebuizen van 250 ml
- 4.2 Destructieblok, voor een temperatuur van 370 – 380°C
- 4.3 Destillatie-opstelling, geschikt voor de aansluiting van 250 ml destructiebuizen
- 4.4 Kooksteentjes

5 WERKWIJZE

5.1 Monstername

Vertrek van een monster dat is voorbehandeld volgens BAM/deel 4/02. Een bepaalde hoeveelheid monster wordt afgewogen tot op 1 mg nauwkeurig (massa m) in een destructiebuis (4.1). Voor vaste mest wordt een monster genomen na drogen met wijnsteenzuur. 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.

5.2 Destructie

- a. Voeg 20 ml H₂SO₄ (3.1) toe en meng.
- b. Voeg 5 g katalysatormengsel (3.7) toe.
- c. Voeg antischuimmiddel (3.8) toe. Verwarm langzaam tot de vloeistof zachtjes kookt. Let op voor overmatig schuimen. Verwarm zo dat het zwavelzuur condenseert ongeveer halverwege de destructiebuis. Kook nadat de vloeistof helder wordt nog 15 minuten
- d. De optimale destructietemperatuur is 370 à 380 °C. Bij lagere temperatuur is de destructie onvolledig, bij hogere treden verliezen op.
- e. Laat de vloeistof na destructie afkoelen en verdun met 50 ml water.

5.3 Bepaling

- a. Breng in een kolf 50 ml boorzuurindicatoroplossing (3.5). Plaats de kolf onder de koeler zodat de uitstroomopening zich onder de vloeistofspiegel bevindt.
- b. Voeg aan het destruaat in de destructiebuis 50 ml natriumhydroxide-oplossing (3.6) toe en sluit de buis onmiddellijk aan op het destillatietoestel.
- c. Destilleer met een snelheid van ± 10 ml/minuut tot alle ammoniak overgedestilleerd is.
- d. Titreer de inhoud van de kolf met gesteld zoutzuur (3.2) tot de kleur omslaat van groen naar paars-violet. Noteer het gebruikte volume (V₁).
- e. Voer de hele procedure uit voor een blanco. Noteer het volume voor dat blancodestruaat (V₀).

Alternatief kan de bepaling van ammonium in het destillaat spectrofotometrisch worden uitgevoerd, mits een geschikte absorptievloeistof wordt gebruikt, volgens :

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

6 OPMERKINGEN

Er bestaan verscheidene varianten op deze methode. Ze zijn bruikbaar voor zover zij niets fundamenteel wijzigen aan de gegeven procedure.

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

- 200 g kaliumsulfaat (K_2SO_4), 6 g kopersulfaatpentahydraat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) en 6 g titaandioxide (TiO_2): maal en meng (ISO 11261⁹)
- 20 g seleenpoeder, 15 g kopersulfaat ($CuSO_4$) en 950 g Na_2SO_4 , goed mengen (WAC/III/D/030).

7 BEREKENINGEN

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule.

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

waarin:

C_N concentratie stikstof in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM

M_N de 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} de concentratie van het zoutzuur in mol/l

D de droogfactor bepaald in BAM/deel 4/02

8 REFERENTIE

NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof (mits enkele wijzigingen)

⁹ ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method