

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest – Ammoniumstikstof

1 PRINCIPE

De bepaling van het ammoniumgehalte van vloeibare mest of vloeibare behandelde mest kan rechtstreeks op het gehomogeniseerde monster worden uitgevoerd bij toepassing van de titrimetrische methode na stoomdestillatie volgens:

- ISO 5664: 1984 Water quality – Determination of ammonium- Distillation and titration method

Bij toepassing van onderstaande methoden is een uitloging van het monster vereist:

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

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

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van vloeibare mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/01. De bemonstering van vloeibare behandelde mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in CMA/1/A.16 en CMA/1/A.18¹.

De monstervoorbehandeling voor vloeibare mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02. De monstervoorbehandeling voor vloeibare behandelde mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in CMA/5/B.1².

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.

¹ Volgende afwijking t.o.v. CMA wordt toegestaan: Indien enkel de parameters droge stof, stikstof en fosfor op dit monster dient bepaald te worden, mag naar analogie met ruwe mest het volume bij monstername beperkt worden tot 0.5 l à 0.8 l.

² Volgende afwijking t.o.v. CMA wordt toegestaan: Het monster dient ten laatste de zevende dag na monstername in bewerking genomen te worden voor analyse.

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 PROCEDURE

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

- § 2.3 Gevoeligheid: niet van toepassing
- § 4 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 6 Monsterbehandeling: Voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02 voor vloeibare mest en naar CMA/5/B.1 (zie voetnoot paragraaf 2) voor vloeibare behandelde mest.
- § 7.1 Selectie van testportievolume: Andere volumes mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §7.2.3 Bepaling: ook andere eindpuntdetecties zijn mogelijk.

3.3 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.

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

waarin:

- C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM
 M_N : de 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
 F : verdunningsfactor

4 BEPALING VAN AMMONIUM NA UITLOGING

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in een uitloging met één van de volgende methoden:

- 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)

- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection

4.1 EXTRACTIEPROCEDURE

- a. Weeg een bepaalde hoeveelheid vers gehomogeniseerd monster (± 5 g) 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. Het volume van de maatkolf is V_{ext} .
- c. De oplossing wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter 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.

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.

4.2 METING VAN AMMONIUM STIKSTOF IN DE UITLOGING

4.2.1 AMMONIUM STIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

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

- § 1.5 Gevoeligheid: De minimum absorptantie dient gecontroleerd te worden, echter de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken t.o.v. de beschreven ISO procedure.
- § 4 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 6 Monsterbehandeling: Voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02 voor vloeibare mest en naar CMA/5/B.1 (zie voetnoot paragraaf 2) voor vloeibare behandelde mest.
- § 7.3 Bepaling: Andere relevante concentratieniveaus mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden dient dezelfde procedure te worden toegepast.
- § 7.5 Kalibratie: Methodiek mag afwijken van de beschreven procedure mits de kalibratielijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en deze voldoet voor deze toepassing.

4.2.2 AMMONIUM STIKSTOF MET CONTINU-DOORSTROOMANALYSE (CFA) MET SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 11732:2005 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §3 Bepaling van ammonium stikstof met flow injectie analyse (FIA) en spectrofotometrische bepaling: niet van toepassing
- §4.3 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing
- §4.4.3 Monsterbehandeling: Voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02 voor vloeibare mest en naar CMA/5/B.1 (zie voetnoot paragraaf 2) voor vloeibare behandelde mest.

- §4.5.2 Instrument performantie controle: De minimum absorptie dient gecontroleerd te worden, echter de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken t.o.v. de beschreven ISO procedure.
- §4.5.3 Reagentia blanco controle: De blanco controle van de reagentia is optioneel.

4.2.3 AMMONIUM STIKSTOF MET ION CHROMATOGRAFIE.

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 14911:1999 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §6 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §8 Kwaliteitseisen voor scheidingskolom: Andere concentraties mogen gebruikt worden om scheidingscondities te evalueren.
- §9 Monsterbehandeling: Voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02 voor vloeibare mest en naar CMA/5/B.1 (zie voetnoot paragraaf 2) voor vloeibare behandelde mest.

4.2.4 AMMONIUM STIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESYSTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

De procedure zoals beschreven in ISO 15923-1:2013 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- § 5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 7 Voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02 voor vloeibare mest en naar CMA/5/B.1 (zie voetnoot paragraaf 2) voor vloeibare behandelde mest.
- Annex B t.e.m.H: Afwijkingen aan de uitvoering van de beschreven methoden 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.
- §8.1 en 8.2: Bijkomende kwaliteitscontrole voor de bepaling van parameters ammonium, nitraat en nitriet in uitlogingen. Bij de analyse van deze monsters dient minimaal één van de volgende kwaliteitscontroles uitgevoerd te worden:
 - Analyse van het monster met minimum 1 dopering waarvan de bias tov de theoretische waarde max. 10% mag bedragen
 - Minstens 2 metingen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt, resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die max. 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 dit te ondervangen.

Opmerking: Ammonium en nitraat kunnen bepaald worden in uitlogingen van vloeibare mestmonsters en monsters die in of als meststof of bodemverbeterend middel kunnen aangewend worden. Deze monsters dienen doorgaans sterk verdund te worden om matrix interferentie te elimineren.

4.3 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.

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

waarin:

- C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM
 C_1 : concentratie ammonium in het extract in mg N/l
 m : massa monster dat geëxtraheerd werd in g
 V_{ext} : totaal volume extract in l
 F : verdunningsfactor

4.4 RAPPORTAGEGREN

De rapportagegrens is ≤ 0.2 kg N/1000 kg VM.

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