

Bepaling van het totaal stikstofgehalte na oxidatieve digestie met peroxodisulfaat

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft de bepaling van het stikstofgehalte in water onder de vorm van vrije ammonium, ammonium, nitriet, nitraat en organische stikstofverbindingen die door de beschreven oxidatie kunnen omzetten naar nitraat.

Opgelost stikstofgas wordt niet bepaald met deze methode.

Deze methode is geschikt voor de bepaling van het totaal stikstofgehalte in grond-, zee-, drink- en oppervlaktewater en behandelde effluenten. Het is ook bruikbaar voor afvalwater in dewelke het gehalte aan organisch materiaal in de testportie lager is dan 40 mg/l, uitgedrukt als C, gemeten als TOC en 120 mg/l uitgedrukt als O₂ en gemeten als COD.

De procedure zoals beschreven in ISO 11905-1:1997 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- Als destructietoestel mag naast de autoclaaf eveneens de microgolfoven en de digestieblok toegepast worden. Bij gebruik van de microgolfoven wordt het monster ontsloten gedurende (30 ± 5) minuten bij (120 ± 5)°C. Bij gebruik van de digestieblok wordt het monster ontsloten gedurende (60 ± 5) minuten bij een welbepaalde temperatuur (± 5°C) in de range van 95 tot 120°C.
- Voor de analytische bepaling van nitraat in de ontsluitingsoplossing mogen volgende methoden worden toegepast:
 - ISO 10304-1:2007 Water quality - Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions - Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate (WAC/III/C/001)
 - EN ISO 13395:1996 Water quality – Determination of nitrite nitrogen and nitrate nitrogen and the sum of both by flow analyses (CFA en FIA) and spectrometric detection (WAC/III/D/031)
 - ISO 7890-3: 1988 Water quality – Determination of nitrate – Part 3: Spectrometric method using sulfosalicylic acid
 - DIN 38405-9:2011 German standard methods for examination of water, waste water and sludge - Anions (group D) - Part 9: Spectrometric determination of nitrate (D 9)

Opmerking:

Indien gesuspendeerde stoffen aanwezig zijn, dient het monster voorafgaandelijk mechanisch gemixt te worden.

Aansluitend mag de kleinschalige gesloten buismethode toegepast worden mits een destructie met peroxodisulfaat wordt uitgevoerd. Hiervoor wordt het monster ontsloten in een destructieblok gedurende (60 ± 5) minuten bij een welbepaalde temperatuur (± 5°C) in de range van 95 tot 120°C. Bij toepassing van deze methode is het noodzakelijk om voorafgaandelijk het chloride gehalte te meten en indien nodig, conform de voorgeschreven specificaties van de fabrikant de nodige acties te ondernemen.

2 AANVULLINGEN BIJ ISO 11905-1:1997

- §5 zie aanvullingen beschreven in het toepassingsgebied van deze WAC methode.
- §6 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §7 zie aanvullingen beschreven in het toepassingsgebied van deze WAC methode.

- §8 Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- §9.3 Reiniging ontsluitingsrecipiënten: niet van toepassing indien wegwerpbuizen worden gebruikt.
- §9.5 De uit te voeren kwaliteitscontroles bij elke meetreeks hebben betrekking op het vaststellen van mogelijke contaminaties, verliezen en de oxidatie-efficiëntie. Volgende kwaliteitscontroles komen hiervoor in aanmerking:
 - Blanco bepaling
 - Glycine, ammonium standaard of ureum om eventuele verliezen te traceren, **waarbij het rendement $\geq 90\%$ is.**
 - **Creatinine standaard om de efficiëntie van de oxidatie op te volgen, waarbij het rendement $\geq 60\%$ is.**
- §9.6 t.e.m. 9.9: niet van toepassing, voor de analytische bepaling van nitraat wordt verwezen naar de methoden zoals aangegeven in het toepassingsgebied van deze WAC methode.

3 REFERENTIE

- EN ISO 11905-1: 1998; Water quality-Determination of nitrogen- Method using oxidative digestion with peroxodisulfate.