

Water

Fotometrische bepaling van het gehalte
aan ammoniumNEDERLANDSE
NORM

NEN 6472

Water - Photometric determination of ammonium content

2e druk, september 1983

Vervangt NEN 1056 III.5
en NEN 3235, 6.1.11 **Onderwerp**

Deze norm beschrijft een methode voor de fotometrische bepaling van het gehalte aan ammonium in water.

2 **Toepassingsgebied**De norm is van toepassing op alle soorten water. Uitgaande van 40 ml analysemonster en bij gebruik van cuvetten met een lichtweg van 40 mm is een onderste analysegrens van $\rho(N) = 0,01$ mg/l haalbaar.*Opmerkingen*

1. Sommige aminen worden meebepaald als ammonium, ook na destillatie.
2. Destillatie is noodzakelijk indien het analysemonster sterk gekleurd en/of troebel is, of als gedurende de kleurontwikkeling een troebeling ontstaat.

3 **Beginsel**

Ammonium reageert met hypochlorietionen, in situ gevormd door alkalische hydrolyse van natriumdichloorisocyanuraat, en met salicylaat bij een pH van ca. 12,6 in aanwezigheid van dinatriumpentacyanonitrosoferraat(III) als katalysator onder vorming van een (vermoedelijk met indofenolblauw verwante) blauwgekleurde verbinding. De extinctie bij 655 nm is een maat voor het ammoniumgehalte. Natriumcitraat wordt gebruikt om mogelijk storende kationen te maskeren.

4 **Reagentia en hulpmiddelen**

Gebruik alleen water en reagentia van analytisch zuivere kwaliteit. Gedemineraliseerd water dient zo nodig te worden gedestilleerd na toevoeging van enkele druppels zwavelzuur ($\rho = 1,84$ g/ml).

4.1 **Salicylaatreagens**

Los 130 g natriumsalicylaat ($\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3$), en 130 g natriumcitraatdihydraat ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) op in ca. 650 ml water in een maatkolf van 1 liter; controleer of de pH van deze oplossing niet groter is dan 8,0 en regel zo nodig de pH bij met zoutzuur. Voeg 0,970 g dinatriumpentacyanonitrosoferraat(III)dihydraat ($\text{Na}_2(\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$) toe, meng en verdun met water tot 1 liter.

Opmerking

Dit reagens is ten minste 2 weken houdbaar in een bruine glazen fles.

4.2 **Dichloorisocyanuraatreagens**

Los 32,0 g natriumhydroxide op in 500 ml water. Koel de oplossing tot kamertemperatuur en voeg 2,00 g natriumdichloorisocyanuraat ($\text{NaC}_3\text{N}_3\text{O}_3\text{Cl}_2$) toe. Vul na oplossen aan tot 1 liter en meng. Deze oplossing is ten minste 2 weken houdbaar in een koelkast (ca. 4 °C).

4.3 **Geconcentreerde ammoniumstandaardoplossing, $\rho(N) = 100$ mg/l**

Los 0,3819 g ammoniumchloride (gedroogd bij 105 °C) op in water in een maatkolf van 1 liter. Zuur na oplossen aan tot pH = 2. Vul aan tot 1 liter en meng. Bewaar deze oplossing in een glazen stopfles.

4.4 **Verdunde ammoniumstandaardoplossing, $\rho(N) = 1$ mg/l**

Pipetteer 10,0 ml ammoniumstandaardoplossing (4.3) in een maatkolf van 1 liter, vul aan tot de merkstreep en meng. Deze oplossing moet dagelijks worden bereid.

4.5 **Zoutzuur, $\alpha(\text{HCl}) = \text{ca. } 0,1$ mol/l**

Verdun 10,0 ml geconcentreerd zoutzuur, $\rho = 1,19$ g/ml, tot 1 liter met water.

4.6 **Natriumhydroxide-oplossing, $\alpha(\text{NaOH}) = 1$ mol/l**

Los 40 g natriumhydroxide op in ongeveer 500 ml water. Verdun na afkoelen tot kamertemperatuur tot 1 liter met water.

4.7 **Broomthymolblauwindicatoroplossing**

Los 0,50 g broomthymolblauw op in water en verdun tot 1 liter.

- 4.8 Magnesiumoxide, carbonaatvrij
Verhit magnesiumoxide bij 500 °C om carbonaat te verwijderen.
- 4.9 Kookkralen of carborundum
- 4.10 Glasvezelfilter of vouwfilter, vrij van ammoniumafgifte.

5 Toestellen

- 5.1 Een spectrofotometer of filterfotometer, geschikt voor metingen bij 655 nm; cuvetten met een optische weglengte van 10 en 40 mm.
- 5.2 Een geheel glazen destillatietoestel met spatbol en staande koeler voorzien van een allonge. De destillatiekolf moet ca. 350 ml monster kunnen bevatten. Ook een stoomdestillatietoestel kan worden toegepast.
- 5.3 Waterbad te gebruiken bij 25 °C.

6 Analysemonster

Ga uit van een monster genomen volgens NEN 6600, zo nodig geconserveerd volgens NPR 6601. Neutraliseer zonnodig het monster voor de bepaling. Neem het monster zo spoedig mogelijk na monstername in bewerking. Neem indien het analysemonster helder en kleurloos is, een hoeveelheid water in bewerking met een volume van ten hoogste 40 ml, waarin ten hoogste 40 µg ammoniumstikstof aanwezig is, voor de bepaling zonder voorafgaande destillatie (7.1). Neem, indien het analysemonster sterk gekleurd en/of troebel is of als gedurende de kleurontwikkeling een troebeling ontstaat, een hoeveelheid water met een volume van 250 ml in bewerking voor de bepaling met voorafgaande destillatie (7.2).

7 Werkwijze

Raadpleeg voor de fotometrie NEN 6400.

7.1 Bepaling zonder voorafgaande destillatie

Breng het monster voorafgaande aan de analyse op kamertemperatuur, filtreer zo nodig over een filter (4.10). Pipetteer het analysemonster (hoeveelheid V_0) in een 50 ml-maatkolf met stop en verdun zo nodig tot 40 ml. Voeg 4,0 ml salicylaatreagens (4.1) toe en meng. Voeg vervolgens 4,0 ml dichloorisocyanuraatreagens (4.2) tot en meng; de pH van de verkregen oplossing behoort $12,6 \pm 0,1$ te zijn. Vul daarna aan tot de merkstreep en meng. Plaats de maatkolf in water van $25 \pm 0,2$ °C. Bepaal niet eerder dan na 1 uur en na ten hoogste 3 uur de extinctie A_x bij 655 nm. Voer ook een blancobepaling (40 ml water te behandelen als het analysemonster) uit (A_0). Bereken de gecorrigeerde extinctie volgens:

$$A'_x = A_x - A_0$$

Stel een ijkgrafiek op door uit te gaan van een aantal oplossingen met bekend ammoniumgehalte (4.4). Zet in deze grafiek de gecorrigeerde extinctie uit tegen de hoeveelheid ammoniumstikstof in µg.

7.2 Bepaling met voorafgaande destillatie

Breng in een conische kolf 30 ml zoutzuur (4.5) en plaats deze kolf zodanig onder de koeler dat de uitstroombopening van de allonge onder de vloeistofspiegel staat. Breng 250 ml analysemonster in de destillatiekolf (5.2). Voeg enkele druppels indicatoroplossing (4.7) toe en breng de pH tussen pH = 6,0 (indicator geel) en pH = 7,4 (indicator blauw) met base (4.6) of zuur (4.5). Voeg 0,25 g magnesiumoxide (4.8) en enige kookkralen (4.9) toe en sluit de kolf onmiddellijk aan op het destillatietoestel onder goed mengen. Destilleer met een tempo van ca. 10 ml/min totdat ca. 150 à 180 ml destillaat is verkregen. Breng de pH op 3 à 4 met natriumhydroxideoplossing (4.6), breng over in een maatkolf van 250 ml en vul aan. Meng en neem hiervan een hoeveelheid V_0 (maximaal 40 ml), die niet meer dan 40 µg ammoniumstikstof bevat, in bewerking voor de bepaling beschreven onder 7.1 te beginnen met de 2e alinea.

Bestelformulier

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft



NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NEN 6472:1983 nl Water - Fotometrische bepaling van het gehalte aan ammonium € 16.00

Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via www.nen.nl/normshop

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen, normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Gegevens

Bedrijf / Instelling

T.a.v. O M O V

E-mail

Klantnummer NEN

Uw ordernummer BTW nummer

Postbus / Adres

Postcode Plaats

Telefoon Fax

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres

Postcode Plaats

Datum Handtekening

Retourneren

Fax: 015 2 690 271

E-mail: klantenservice@nen.nl

Post: NEN Standards Products & Services,

t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft

(geen postzegel nodig).

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2018, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon 015 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.