

BIBLIOTHEEK
STARINGGEBOUW
STARINGGEBOUW

NN31545.1398

TA 1398

januari 1983

Instituut voor Cultuurtechniek en Waterhuishouding
Wageningen

CHEMISCHE ANALYSE METHODEN GEBRUIKT VOOR
DE ZUIDELIJKE PEELSTUDIE
PROJECTGROEP ZUIDELIJK PEELGEBIED 17

J. Harmsen



Nota's van het Instituut zijn in principe interne communicatiemiddelen, dus geen officiële publikaties. Hun inhoud varieert sterk en kan zowel betrekking hebben op een eenvoudige weergave van cijferreeksen, als op een concluderende discussie van onderzoeksresultaten. In de meeste gevallen zullen de conclusies echter van voorlopige aard zijn omdat het onderzoek nog niet is afgesloten. Bepaalde nota's komen niet voor verspreiding buiten het Instituut in aanmerking

95N 184116-02

I N H O U D

	blz.
1. INLEIDING	1
2. HET LABORATORIUM IN BOXTEL	1
3. HET WATERKWALITEITSLABORATORIUM VAN HET ICW	4
4. LITERATUUR	7

1. INLEIDING

In het kader van de Zuidelijke Peelstudie worden een groot aantal watermonsters genomen, waarin verschillende parameters worden bepaald. De analyses worden verricht door het laboratorium van de Gemeenschappelijke Technologische Dienst Oost-Brabant in Boxtel en op het Waterkwaliteitslaboratorium van het ICW. In deze nota is weergegeven welke analysemethoden worden gebruikt. Het is daarom verder binnen de studie niet meer noodzakelijk alle gebruikte analysemethoden in de verschillende nota's te beschrijven. Een verwijzing naar deze nota is voldoende.

2. HET LABORATORIUM IN BOXTEL

N i t r a a t e n n i t r i e t

Nitraat en nitriet worden zoals veel andere analyses in Boxtel bepaald met behulp van een auto-analyser. Dit is een systeem waarbij het toevoegen van reagentie, verwarmen, meten en andere handelingen automatisch gebeurt.

Nitraat en nitriet worden gemeten met een methode van de firma Technicon (TECHNICON 1973). Hierbij wordt nitraat met behulp van een koper-cadmium reductie kolom gereduceerd tot nitriet. Het nitriet reageert onder zure omstandigheden met sulfanilamide tot een diazoverbindingen, wat vervolgens koppelt met N-1-naphtylethyleendiamine dihydrochloride tot een rood paars gekleurde azo-verbinding. De gekleurde verbinding wordt spektrofotometrisch bepaald bij 520 nm. Het resultaat is de som van nitraat en nitriet.

A m m o n i u m

Ammonium wordt bepaald volgens een Technicon methode (TECHNICON 1971-I). Deze auto-analyser methode maakt gebruik van de zogenaamde Berthelot reactie. Hierbij reageert ammonium met fenol en hypochloriet tot een groen gekleurde indophenol verbinding, welke wordt gemeten bij 630 nm. De methode heeft bewezen betrouwbare gehalten te geven. Alleen als de monsters veel te sterk zijn aangezuurd kunnen te lage gehalten worden verkregen, doordat het bufferend vermogen van de reagentia dan te laag is. De methode is optimaal bij een pH van circa 12.

K j e l d a h l N

Het monster wordt gedestruëerd met geconcentreerd zwavelzuur en kaliumsulfaat. Na neutralisatie wordt de gevormde NH_4 gemeten met de methode voor ammonium.

O r t h o - f o s f a a t

Ortho-fosfaat wordt eveneens op de auto-analyser bepaald. De gebruikte methode staat in de literatuurlijst vermeld als TECHNICON (1971-II). Dit is een versie van de molybdaat methode. Fosfaat reageert hierbij met ammoniummolybdaat en de gevormde verbinding wordt gereduceerd met ascorbinezuur tot een blauw gekleurd complex, die wordt gemeten bij 660 nm.

T o t a a l f o s f a a t

In monsters waarin eveneens Kjeldahl-N wordt gemeten, gebeurt de destructie met geconcentreerd zwavelzuur en kaliumsulfaat. Na de destructie wordt de oplossing geneutraliseerd. Indien geen Kjeldahl-N wordt gemeten wordt gedestueerd met zwavelzuur en kaliumperoxydisulfaat volgens NEN 6479. Na de destructie wordt gemeten op de auto-analyser volgens TECHNICON (1974). Deze methode heeft hetzelfde principe als die voor ortho-fosfaat.

C h l o r i d e

Voor half april 1982 gebeurde de analyse van chloride met de Chor-o-counter (Marius Utrecht). Hierna is overgestapt op een automatische methode van Skalar. Het met salpeterzuur verdunde monster wordt hierbij tegen kleurreagens gedialiseerd, waarmee het daarna nogmaals wordt gemengd.

Het chloride-ion reageert met het kwikion tot een niet geïoniseerde verbinding. Het vrijgekomen rhodanide reageert met ijzer (III) tot een rood complex, welk bij 490 nm kan worden gemeten.

S u l f a a t

Tot half april 1982 werd sulfaat gravimetrisch als BaSO_4 bepaald. Hierna volgens een automatische methode van Skalar. Hierbij wordt het monster door een ionenwisselaar geleid, waardoor storende kationen worden verwijderd. Vervolgens wordt een complex-oplossing van barium-methylthymolblauw toegevoegd, waardoor het aanwezig sulfaat als bariumsulfaat wordt gebonden. Het vrijgekomen methylthymolblauw wordt gemeten bij 460 nm en is een maat voor de hoeveelheid sulfaat.

B i c a r b o n a a t

Het bicarbonaat wordt bepaald door titratie met 0,1 n HCl tot een pH van 4,5. Het volgen van de pH gedurende de titratie gebeurt met een glas-elektrode en pH-meter.

S i l i c a a t

Voor silicaat wordt gebruik gemaakt van NEN 6471. Bij deze methode geeft silicaat met molybdeenzuur het geel gekleurde silicomolybdeenzuur. Dit wordt gemeten bij 385 nm.

M e t a l e n

De metalen worden na destructie volgens NEN 6465 met behulp van atomaire absorptie spectrometrie (AAS) gemeten. Bij de destructie gaan ook de metalen aanwezig in eventueel aanwezige slibdeeltjes in oplossing.

C h e m i s c h Z u u r s t o f V e r b r u i k

Voor het CZV wordt de organische stof geoxideerd met behulp van dichromaat en zwavelzuur en als katalysator zilver. De methode is beschreven in NEN 3235.

p H

De pH wordt gemeten met een glas-elektrode en een Electrofact pH-meter NEN 6411.

G e l e i d b a a r h e i d

De geleidbaarheid wordt gemeten met een WTW geleidbaarheidsmeter, gecompenseerd bij 20°C. Dit is volgens NEN 6412.

3. HET WATERKWALITEITSLABORATORIUM VAN HET ICW

N i t r a a t e n n i t r i e t

Nitraat en nitriet worden met behulp van vloeistofchromatografie gemeten (HARMSSEN, 1982). De stoffen worden in een UV-detector bij 210 nm geregistreerd. In tegenstelling tot Boxtel worden de stoffen afzonderlijk bepaald.

A m m o n i u m

Na destillatie van de monsters (NEN 6472) om eventuele storingen te verwijderen, vindt kleuring plaats met behulp van Nessler's reagens. De extinctie wordt gemeten bij 420 nm.

K j e l d a h l - N

De destructie vindt plaats met zwavelzuur en seleenmengsel. NEN 3235. Hierna wordt de gevormde ammonium via stoomdestillatie overgedestilleerd en bepaald met behulp van Nessler's reagens.

O r t h o - f o s f a a t

Ortho-fosfaat wordt bepaald volgens NEN 6479. Dit is de molybdaat methode. Er wordt gemeten bij 886 nm. In gevallen waarin de monsters troebel zijn, wordt afgeleide spectrometrie gebruikt (HARMSSEN, 1979).

T o t a a l - f o s f a a t

Ook totaal fosfaat wordt volgens NEN 6479 bepaald. Hierbij worden de monsters gedestruëerd met behulp van zwavelzuur en kaliumperoxydisulfaat, waarna op dezelfde wijze wordt gemeten als bij ortho-fosfaat.

C h l o r i d e

Chloride wordt door titratie met zilvernitraat bepaald. Het vaststellen van equivalentiepunt gebeurt door de potentiaal van een zilverelektrode te meten ten opzichte van die van een verzadigd K_2SO_4 elektrode. Het equivalentiepunt is bereikt bij een potentiaal van -120 mV.

S u l f a a t

Bij deze bepaling wordt bariumchloride aan het monster toegevoegd. Dit geeft met sulfaat een fijn verdeeld neerslag, wat in suspensie wordt gehouden met een conditioneringsreagens. De extintie veroorzaakt door de toebeling bij 420 nm is een maat voor de hoeveelheid sulfaat. Om te compenseren voor de kleur van het monster wordt tevens een blanco-bepaling uitgevoerd. Deze methode staat beschreven in de STANDARD METHODS (1960).

B i c a r b o n a a t

Voor bicarbonaat wordt het totaal anorganisch koolstofgehalte in het monster bepaald met behulp van de Total Organic Carbon Analyser van Beekman. Met behulp van de pH wordt hierna het bicarbonaatgehalte berekend (HARMSSEN e.a., 1979).

S i l i c a a t

Evenals in Boxtel wordt bij het ICW silicaat bepaald volgens NEN 6471.

D e m e t a l e n

Voor het meten van de metalen wordt de atomaire absorptie gebruikt. Indien men alleen geïnteresseerd is in het opgeloste gehalte wordt geen destructie uitgevoerd en wordt direct na toevoegen van de benodigde chemicaliën gemeten.

Begin 1983 zal worden overgegaan op het gebruik van ICP (Inductively Coupled Plasma) voor het meten van de metalen.

C h e m i s c h Z u u r s t o f V e r b r u i k

Voor het CZV wordt evenals in Boxtel gebruik gemaakt van NEN 3235.

p H

De pH wordt gemeten met een glaselectrode en een Philips PW 9408 pH meter uitgerust met een Pt 100 temperatuurscompensatie. NEN 6411.

G e l e i d b a a r h e i d

Met een Philips PW 9506 geleidbaarheidsmeter wordt de geleidbaarheid gemeten. De temperatuur wordt automatisch gecompenseerd naar 20°C. NEN 6412.

4. LITERATUUR

- HARMSSEN, J., 1979. De analyse van fosfaat in troebele monsters met behulp van afgeleide spektrofotometrie. ICW nota 1151.
- HARMSSEN, J., 1982. De analyse van nitriet, nitraat en bromide in water met behulp van vloeistofchromatografie. ICW nota 1367.
- HARMSSEN, J., H. VAN DRUMPT en J.M. MUYLEAERT, 1979. Een snelle methode voor de bepaling van bicarbonaat in grond-, oppervlakte en afvalwater. *H₂O* 12, 25: 585-586. Verspr. Overdr. ICW 244.
- NEN 3235, 1978. Methoden voor de analyse van afvalwater. Nederlands Normalisatie Instituut, Delft.
- NEN 6411, 1982. Water. Bepaling van de pH.
- NEN 6412, 1979. Drinkwater. Bepaling van de soortelijke geleiding.
- NEN 6465, 1981. Water en lucht. Monstervoorbehandeling van slib, slibhoudend water en luchtstof voor de bepaling van elementen met automatische absorptie-spectrometrie-ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur.
- NEN 6471, 1981. Water. Fotometrische bepaling van het gehalte aan kiezelzuur.
- NEN 6472, 1981. Water. Fotometrische bepaling van het gehalte aan ammonium.
- NEN 6479, 1981. Water. Fotometrische bepaling van het gehalte aan fosforverbindingen.
- SKALAR METHODS. Methoden voor sulfaat en chloride in water. Skalar analytical Breda.
- STANDARD METHODS, 1960. Standard Methods for the examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Inc. New York.
- TECHNICON-I, 1971. Ammonia in water and waste water. Industrial Method no. 98-70W. Technicon Instruments Rotterdam.
- TECHNICON-II, 1971. Phosphate (ortho) in water and wastewater. Industrial Method no. 94-70W.
- TECHNICON, 1973. Nitrate and nitrite in water and wastewater. Industrial Method no. 100-70W.
- TECHNICON, 1974. Phosphorus/BD acid digests. Industrial Method no. 327-74W.