

Celkový dusík

Celkový dusík zahrnuje stanovení organické i anorganické formy dusíku. Pro toto stanovení jsou k dispozici 2 analytické přístupy – Kjeldhalova metoda s destilací nebo metoda elementární analýzy, která umožňuje stanovit C, H, N, S a O.

Pro stanovení ostatních forem dusíku v půdách existuje celá řada standardizovaných postupů: ISO 14255:1998 Sys. Review (6-2003) Soil quality – Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen and total soluble nitrogen in air-dry soils using calcium chloride solution as extractant. ISO/TS 14256-1 03-15-2003: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soil using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method. ISO/TS 14256-2, 03-15-2003: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soil using potassium chloride solution as extractant – Part 2: automated method.

Metody stanovení

Standardizované metody stanovení

ČSN ISO 11261 (836415) Kvalita půdy – Stanovení celkového dusíku – Modifikovaná Kjeldahlova metoda

Tato norma je českou verzí mezinárodní normy ISO 11261:1995 Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method. Mezinárodní norma ISO 11261:1995 má status české technické normy. Tato mezinárodní norma určuje metodu stanovení celkového dusíku (amoniakálního-N, dusičnanového-N, dusitanového-N a organického N) v půdě. Dusík ve vazbách N-N, N-O a některé heterocykly (zejména pyridin) jsou stanoveny jen částečně. Tato norma je použitelná pro všechny druhy půd. Norma předepisuje mineralizaci vzorku podle Kjeldahla s tím, že místo selenu se používá jako katalyzátor oxid titaničitý, protože je z "ekologického hlediska méně nebezpečný než selen". Norma obsahuje tyto kapitoly: kapitolu 1 - Předmět normy, kapitolu 2 – Normativní odkazy, kapitolu 3 – Podstata zkoušky, kapitolu 4 – Chemikálie, kapitolu 5 – Přístroje, kapitolu 6 – Příprava vzorků půdy, kapitolu 7 – Postup zkoušky, kapitolu 8 – Výpočet výsledků, kapitolu 9 – Shodnost a kapitolu 10 – Protokol o zkoušce. Dále norma obsahuje informativní Přílohu A. ČSN ISO 11261 (83 6415) byla vydána v červenci 1998.

ISO 13878:1998 Sys Review (6-2003) Soil quality – Determination of total nitrogen content after dry combustion („elemental analysis“)

Oxidace dusíku na N_2 a NO_x – spalovací systém je napojen na plynový chromatograf s TCD detekcí (Thermal conductivity detection). Mez detekce je 0,04 $N_{celk}\%$, reprodukovatelnost 5 %.

EPA method 351.3 Nitrogen, Kjeldahl, Total (colorimetric, titrimetric, potentiometric)

Metoda je vhodná pro stanovení celkového dusíku ve vodách, komunálních a průmyslových odpadech. Je založena na přeměně jednotlivých forem dusíku na amoniak. Amoniak je po destilaci stanoven titračně (metoda je vhodná pro koncentrace > 1 mg/l) nebo fotometricky s Nesslerovým činidlem (< 1 mg/l) nebo potenciometricky v rozsahu 0,05 – 1 400 mgN/l.

U.S. EPA Method 440, Rev.1.4: september 2007 Elemental C and N by Combustion and Thermal Conductivity. Official Name: Determination of Carbon and Nitrogen in Sediments and Particulates of Estuarine/Coastal Waters Using Elemental Analysis

Zvážené množství sedimentu (vysušený vzorek) se rozkládá v elementárním analyzátoru při vysoké teplotě. Rozkladný produkt se vede přes Cu-redukční trubici, kde se oxidy dusíku konvertují na N_2 , který je stanoven příslušným TCD detektorem.

CEN/TF, 2005 Total nitrogen in soil, biowaste and sewage sludge

Stanovení celkového dusíku (organický a anorganický) v půdách, kalech, bioodpadech a odpadech s vysokým podílem organické složky vychází z Dumasovy metody, která je publikována v rámci EN 13654-2 Soil improvers and growing media – Determination of nitrogen – part 2: Dumas method

Pro analýzu se používá vysušený vzorek podle metody EN 12880:2000. Aby se minimalizovaly ztráty amoniakálního dusíku během sušení je doporučováno rychlé sušení mikrovlnným ohřevem. Pro analýzu se navíc vzorek upraví. Analýza se provádí na vzorku prosátém pod 2 mm. Celkový dusík se stanovuje po zahřátí materiálu na teplotu $> 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ v přítomnosti kyslíku. Anorganický i organický dusík je oxidován, rozkladnými produkty jsou oxidy dusíku a molekulární N_2 . Po konverzi oxidu dusíku na molekulární N_2 je obsah dusíku v plynu stanoven metodou termické konduktivity.

Literatura

Methods for Determination of Chemical Substances in Marine and Estuarine Matrices – 2nd Edition (EPA/600/R-97/072).