

REF 918979

06.20

de

NANOCOLOR®

NanOx N

Feststoffreagenzien für den oxidativen

Aufschluss zur Bestimmung von

gesamt-Stickstoff TN_b

Inhalt:

- 30 g *NanOx* N Aufschlussreagenz
- 1 Messlöffel 85 mm orange
- 25 g *NanOx* N Kompensationsreagenz
- 1 Messlöffel 85 mm schwarz

Gefahrenhinweise:

Informationen zu Gefahren finden Sie auf dem Außenetikett und im Sicherheitsdatenblatt. Das Sicherheitsdatenblatt können Sie unter www.mn-net.com/SDS herunterladen.

Prinzip:

Oxidation aller anorganischen und organischen stickstoffhaltigen Substanzen zu Nitrat. Nach der Oxidation verbleibende Reste an Peroxid und ggf. enthaltenes oxidiertes Chrom(VI), die die Nitratbestimmung stören, werden durch das Kompensationsreagenz eliminiert.

Anwendungsbereich:

Aufschluss im Thermoblock

Der Aufschluss im Thermoblock bei 120 °C beinhaltet ein geringeres Oxidationspotential als der Mikrowellenaufschluss. Bei überwiegend kommunalen Abwässern lässt sich diese Methode anwenden, wenn die Matrix über längere Zeiträume konstant bleibt. In Abständen sollte die Vergleichbarkeit über Vergleichsmethoden (z.B. Mikrowellenaufschluss) überprüft werden. Bei gewerblichen und industriellen Abwässern dagegen besteht die Gefahr, dass sich schwer oxidierbare Stickstoffverbindungen mit dieser Methode nicht oder nur teilweise aufschließen lassen.

Druckaufschluss in der Mikrowelle

Diese Methode ist im Vergleich zu Nassaufschlüssen im Thermoblock neben der beträchtlichen Zeitersparnis wesentlich einfacher zu handhaben. Die Wiederfindungsrate von schwer aufschließbaren organischen Bestandteilen ist sehr hoch.

Bestimmung von gesamt-Stickstoff TN_b (gesamt-N):

Messbereiche:	0,5–22,0 mg/L N	Methode 0831
	0,3–8,0 mg/L N	Methode 0651
	3–60 mg/L N	Methode 0921
	5–220 mg/L N	Methode 0881

Die anorganischen Komponenten Ammonium, Nitrit und Nitrat werden zusammen mit den organischen Stickstoffverbindungen wie Aminosäuren, Harnstoff, Komplexbildner etc. erfasst. Die Bestimmung erfolgt als Nitrat-Stickstoff mit dem Test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrat 50.

Hinweis:
Der pH-Wert der jeweils aufzuschließenden Probe muss zwischen pH 5 und 9 liegen, ggf. mit Natronlauge oder Schwefelsäure einstellen. Stickstoffkonzentrationen außerhalb des doppelten Messbereichs können Messwerte simulieren, die innerhalb des einfachen Messbereiches liegen und somit falsch gedeutet werden können. Den von der Probe zu erwartenden Messwert vorher in den vom Test angegebenen Messbereich verdünnen. Bei Wasser unbekannter Konzentration sollten zur Sicherheit Untersuchungen mit stark unterschiedlichen Verdünnungen (1+9; 1+99) durchgeführt werden, bis sich aus der letzten Verdünnung der vorher gefundene Wert bestätigt. Bei Proben, die große Mengen an Oxidationsmittel verbrauchen (z.B. bei CSB-Werten über 1000 mg/L O₂), besteht die Gefahr eines unvollständigen Aufschlusses, außerdem kann die Sicherheitsberstscheibe im Aufschlussgefäß zerstört werden. In diesen Fällen ist der Aufschluss mit der zuvor verdünnten Originalprobe zu wiederholen.

Bestimmung von gesamt-Phosphor und gesamt-Metall:

Zur Bestimmung von gesamt-Phosphor (Summe aller Phosphorverbindungen wie ortho-Phosphate, Polyphosphate und Organophosphate) sowie von komplex gebundenen Metallen oder Metallen, die in einer Oxidationsstufe vorliegen, die sich ohne Aufschluss ihrem Nachweis entziehen (z.B. Chrom(III)), wird der Reagenziensatz *NANOCOLOR*® *NanOx* Metall (REF 918978) empfohlen.

Durchführung im Thermoblock:

Benötigtes Zubehör:

NANOCOLOR® Thermoblock
NANOCOLOR® Reaktionsgläser 16 mm AD (REF 91680)

5,0 mL Probelösung in ein leeres Reaktionsglas 16 mm AD pipettieren, 1 gestrichenen orangefarbenen Messlöffel *NanOx* N Aufschlussreagenz zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in den Thermoblock einsetzen und 30 min bei 120 °C oder 1 h bei 100 °C erhitzen. Aus dem Thermoblock entnehmen, kurz umschwenken und abkühlen lassen. Das Reaktionsglas öffnen und mit 1 gestrichenen schwarzen Messlöffel *NanOx* N Kompensationsreagenz versetzen, verschließen und kräftig schütteln. Der Inhalt kann nun als Probelösung zur Bestimmung von gesamt-Stickstoff TN_b mit Test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrat 50 eingesetzt werden.

Alternative Durchführung in der Mikrowelle:

Benötigtes Zubehör:

Mikrowellenherd, z.B. Siemens 750 Watt oder Panasonic 900 Watt mit digitaler Anzeige (sekundengenaue Einstellung), PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL mit Sicherheitsauffanggefäß (REF 91640)

10 mL Probelösung in das Aufschlussgefäß pipettieren, 2 gestrichene orangefarbene Messlöffel *NanOx* N Aufschlussreagenz zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Aufschlussgefäß im Mikrowellengerät auf den äußeren Rand des Drehtellers stellen und 23 s mit 900 Watt oder 28 s mit 750 Watt erhitzen (immer die höchste Leistungsstufe des jeweiligen Gerätes wählen). Aus der Mikrowelle nehmen und etwa 10 min abkühlen lassen. Das Aufschlussgefäß einmal auf den Kopf schwenken und anschließend vorsichtig öffnen. Die Aufschlusslösung wird jetzt mit 2 gestrichenen schwarzen Messlöffeln *NanOx* N Kompensationsreagenz versetzt, verschlossen und noch einmal kräftig geschüttelt. Der Inhalt kann nun als Probelösung zur Bestimmung von gesamt-Stickstoff TN_b mit Test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrat 50 eingesetzt werden.

Verdünnungen:

Probe 1+4 verdünnt	Messbereich 3–60 mg/L N
Thermoblock:	1,0 mL Probelösung und 4,0 mL dest. Wasser in ein Reaktionsglas 14 mm ID pipettieren
Mikrowelle:	2,0 mL Probelösung und 8,0 mL dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren
Probe 1+9 verdünnt	Messbereich 5–220 mg/L N
Thermoblock:	0,5 mL Probelösung und 4,5 mL dest. Wasser in ein Reaktionsglas 14 mm ID pipettieren
Mikrowelle:	1,0 mL Probelösung und 9,0 mL dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren

Störungen:

- a) **Die Berstfolie reißt**
- 1- Materialermüdung
→ Berstfolie und Dichtfolie austauschen
 - 2- Probe gaat aus → verdünnen
 - 3- Siedeverzüge
→ spezielle Siedehilfe für *NanOx* N verwenden
 - 4- Zeitvorwahl → korrigieren
- b) **Verfärbung der Nitrat 50 Rundküvette (kann Messwerte vortäuschen)**
- 1- Aufschluss unvollständig
Hinweis: leichter nitroser Geruch beim Öffnen des Aufschlussgefäßes oder Aufschlusslösung nicht klar
→ in den Messbereich verdünnen, ggf. zweimal aufschließen
 - 2- andere Störungen, die sich durch den Aufschluss mit *NanOx* N nicht ohne Weiteres eliminieren lassen

Zeitumrechnung für Mikrowellengeräte:

Für den Aufschluss mit *NanOx* N können bei Verwendung anderer Mikrowellengeräte die Bestrahlungszeiten folgendermaßen berechnet werden, wobei die jeweiligen Mikrowellengeräte immer auf der höchsten Leistungsstufe betrieben werden und sekunden-genau einzustellen sind.

Beispiel: Mikrowelle 900 Watt → 24 s Bestrahlungszeit
Mikrowelle 750 Watt → X s Bestrahlungszeit
X = 900/750 x 24 s = 28,8 s → 29 s

Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die oben errechnete Zahl u.U. auf Grund schwankender Mikrowellenleistung von Gerät zu Gerät zu überprüfen und ggf. einzustellen ist.

Korrigieren und Optimieren von Bestrahlungszeiten:

Die Leistung von Mikrowellengeräten auch gleicher Bauart kann von Gerät zu Gerät schwanken oder sich mit der Zeit verändern. Beim Aufschluss mit *NanOx* N kommt es aber auf eine genaue Dosierung der Energiezufuhr an. Um die Mikrowellenzeit zu optimieren, wird immer die höchste Leistungsstufe des jeweiligen Gerätes gewählt (max. 1000 Watt), weil diese durch keine Zeitintervalle getaktet wird. Bei einer Mikrowelle mit 900 Watt Leistung werden die Aufschlusszeiten etwa um 24 s liegen. Eine sehr zuverlässige und einfache Methode, die erforderliche Mikrowellenleistung festzustellen, stellt folgende Vorgehensweise dar:

Den mitgelieferten Erlenmeyerkolben 100 mL mit genau 100 mL Wasser (ca. Raumtemperatur) füllen und mit einem Thermometer die Temperatur ermitteln (z.B. 21 °C). Jetzt den mit Wasser gefüllten Erlenmeyerkolben (ohne Thermometer) auf den äußeren Rand des Mikrowellentellers (gleicher Standort wie das Aufschlussgefäß) stellen und mit der zuvor berechneten Zeit bestrahlen. Sofort danach den Erlenmeyerkolben entnehmen und die Wassertemperatur unter leichtem Rühren bestimmen (z.B. 53 °C). Die Temperaturdifferenz muss 30 °C betragen. In diesem Beispiel beträgt die Differenz 53 - 21 = 32 °C. Um diesen abweichenden Betrag ist die Bestrahlungsdauer zu korrigieren:

Soll/Ist x Zeit = korrigierte Zeit
30 / 32 x 24 s = 22,5 s → 23 s

Diese Zeit nochmals in derselben Art und Weise überprüfen.

Hinweis: Für den gesamt-Stickstoff-Aufschluss mit *NanOx* N in der Mikrowelle kann man die Aufschlussdauer um etwa 5% verringern, um ein Bersten der Sicherheitsfolien zu vermeiden (hier z.B. auf 22 s).

Kontrolle der Einstellparameter:

Mit *NANOCONTROL* Multistandards lässt sich der Mikrowellenaufschluss mit den ermittelten Zeiten leicht überprüfen. Die Multistandards enthalten gebundenen Stickstoff, Ammonium und Nitrat. Testen Sie auch vor Aufschluss auf die oben genannten Parameter.

Allgemeine Arbeitshinweise:

Das Aufschlussgefäß immer an die gleiche Stelle an den äußeren Rand des Mikrowellentellers stellen. Für ein leichteres Arbeiten empfehlen wir, das Sicherheitsauffanggefäß mit Filterlocken oder Zellstoff zu füllen und ggf. mit einem Rundfilter abzudecken, außerdem den Abluftschlauch am Ausgleichsbehälter ganz zu entfernen. Nach ca. 5 Aufschlüssen sind die Filterlocken oder der Zellstoff zu erneuern. Nach einem Reißen der Folien das Sicherheitsauffanggefäß vor dem nächsten Einsatz trocknen bzw. Filterlocken oder Zellstoff erneuern. Bei Aufschlusslösungen, die zu Siedeverzügen neigen, empfiehlt sich der Einsatz von PTFE-Siedehilfen. Nach dem Aufschluss die Aufschlusslösung aus dem Aufschlussgefäß entfernen. Bei starker Verschmutzung und nach mehrfachem Gebrauch das Aufschlussgefäß mit einer Flaschenbürste reinigen und mit dest. Wasser ausspülen. Es empfiehlt sich, von Zeit zu Zeit einen Aufschluss mit dest. Wasser unter Zugabe von *NanOx* N Aufschlussreagenz, jedoch ohne anschließende Zugabe von Kompensationsreagenz durchzuführen; alternativ kann man die Gefäße mit dest. Wasser füllen, mit einigen Tropfen Wasserstoffperoxid 30% versetzen und einige Stunden stehen lassen.

REF	
918979	<i>NANOCOLOR</i> ® <i>NanOx</i> N Feststoffreagenzien 30 g Aufschlussreagenz und Dosierlöffel 25 g Kompensationsreagenz und Dosierlöffel
91640	1 PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL mit Sicherheitsauffanggefäß, Dicht- und Berstfoliensset
91643	1 PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL
91640.1	1 PFA-Sicherheitsauffanggefäß
91646	1 PFA-Schlauchverbindung mit Verschraubung
91644	1 Pg. = 20 PFA-Dichtfolien
91645	1 Pg. = 10 PTFE-Berstfolien
91628	1 Pg. = 3 PTFE-Siedehilfen
91680	1 Pg. = 20 Reaktionsgläser 16 mm AD
481100	1 Pg. = Filterlocken 500 g
481110	1 Pg. = Filterlocken 1000 g

REF 918979

06.20

en

NANOCOLOR®

NanOx N

Solid reagents for oxidative decomposition

to determine total nitrogen TN_b

Contents:

- 30 g *NanOx* N decomposition reagent
- 1 spoon 85 mm orange
- 25 g *NanOx* N compensation reagent
- 1 spoon 85 mm black

Hazard warning:

Information on hazards can be found on the outer label and on the safety data sheet. The safety data sheet can be downloaded from www.mn-net.com/SDS.

Method:

Oxidation of all inorganic and organic nitrogen-containing substances to form nitrate. Residues of peroxide and eventually oxidized chromium(VI), which remain after oxidation and interfere with the determination of nitrate, are eliminated by a compensation reagent.

Field of application:

Decomposition in a heating block

The decomposition in a heating block at 120 °C features a lower oxidation potential than the microwave decomposition. For mainly municipal wastewaters this method can be used, if the matrix is constant over a longer time period. In certain intervals the applicability of the method should be checked against a reference procedure (e.g. microwave decomposition). For industrial wastewaters, however, nitrogen compounds which are difficult to oxidize, frequently are not or only partially decomposed in a heating block.

Pressurized microwave decomposition

This method offers the advantage of considerable time-saving and convenient operation compared to wet decompositions in the heating block. The recovery of organic components, which are difficult to decompose, is very high.

Determination of total nitrogen TN_b (total N):

Ranges:	0.5–22.0 mg/L N	method 0831
	0.3–8.0 mg/L N	method 0651
	3–60 mg/L N	method 0921
	5–220 mg/L N	method 0881

The inorganic components ammonium, nitrite and nitrate are determined together with the organic nitrogen compounds such as aminoacids, urea, complexing agents etc. The determination results as nitrate nitrogen with test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrate 50.

Remarks:

The pH value of the sample to be decomposed must be between pH 5 and 9, if necessary adjust with sodium hydroxide solution or sulphuric acid. Nitrogen concentrations above the double measuring range can simulate results within the measuring range and thus cause a wrong evaluation. Dilute the sample until the measured value is within the measuring range. For waters of unknown concentrations we recommend that you perform the test with very different dilutions (e.g. 1+9, 1+99) until the last dilution confirms the previous value. For samples which consume large amounts of oxidizing substances (e.g. for COD values above 1000 mg/L O₂), decomposition can be incomplete, or the safety diaphragm in the pressure vessel can be destroyed. In such cases repeat the decomposition with a diluted sample solution.

Determination of total phosphorus (total P) and total metal:

For the determination of total phosphorus (sum of all phosphorus compounds such as ortho-phosphates, polyphosphates and organophosphates) as well as for metals bonded as complexes or for metals, which are present in an oxidation state which is not covered by an analytical procedure (e.g. chromium(III)), you have to perform the decomposition with reagent set *NANOCOLOR*® *NanOx* Metall (REF 918978).

Procedure for decomposition in the heating block:

Requisite accessories:

NANOCOLOR® heating block
NANOCOLOR® 16 mm OD test tubes (REF 91680)

Pipet 5.0 mL sample solution into an **empty** reaction tube 16 mm OD, add 1 level orange measuring spoon *NanOx* N decomposition reagent, close and shake thoroughly. Place the reaction tube into the heating block and heat 30 min at 120 °C or 1 h at 100 °C. Remove tube from the heating block, shake lightly and let cool. Open the reaction tube and add 1 level black measuring spoon *NanOx* N compensation reagent, close and shake thoroughly. The contents can now be used as sample solution for determination of total nitrogen TN_b with test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrate 50.

Alternative procedure for microwave decomposition:

Requisite accessories:

Microwave oven with digital display (time setting in seconds), PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition and safety expansion reservoir (REF 91640)

Pipet 10 mL sample solution into the decomposition vessel, add 2 level orange measuring spoons *NanOx* N decomposition reagent, close and shake thoroughly. Place pressure vessel on the outer rim of the turntable in the microwave oven and heat 23 s at 900 VA or 28 s at 750 VA (always use the highest setting of the respective instrument). Remove vessel from the microwave oven and let cool for about 10 min. Turn the pressure vessel on its head once and then open it with caution. Add 2 level black measuring spoons *NanOx* N compensation reagent, close and shake thoroughly. The contents can now be used as sample solution for determination of total nitrogen TN_b with test 0-64 *NANOCOLOR*® Nitrate 50.

Dilutions:

Sample 1+4 diluted	Range 3–60 mg/L N
Heating block:	Pipet 1.0 mL test sample and 4.0 mL dist. water into a 14 mm ID reaction tube
Microwave:	Pipet 2.0 mL test sample and 8.0 mL dist. water into the decomposition vessel
Sample 1+9 diluted	Range 5–220 mg/L N
Heating block:	Pipet 0.5 mL test sample and 4.5 mL dist. water into a 14 mm ID reaction tube
Microwave:	Pipet 1.0 mL test sample and 9.0 mL dist. water into the decomposition vessel

Interferences:

- a) **The safety diaphragm ruptures**
- 1- Material fatigue
→ replace safety diaphragm and sealing disc
 - 2- Sample develops gases → dilute sample
 - 3- Delays in boiling
→ use special *NanOx* N boiling chips
 - 4- Wrong time setting → adjust time
- b) **Discoloration of the Nitrate 50 test tube (can simulate positive results)**
- 1- Decomposition incomplete
Note: slightly nitrous odour when opening the decomposition vessel or decomposition solution not clear
→ dilute into the measuring range, if necessary decompose twice
 - 2- other interferences, which cannot be eliminated by decomposition with *NanOx* N

Time adjustment for different microwave ovens:

For decomposition with *NanOx* N the microwave times have to be adjusted for different instruments. All instruments should be operated at the highest setting, and the time is adjusted to the second.

Example for calculation:

Microwave energy 900 VA → 24 s heating time

Microwave energy 750 VA → X s heating time

X = 900/750 x 24 s = 28.8 s → 29 s

Please note that the actual power of the microwave oven may deviate from the nominal value. In these cases test and adjust the time as described below.

Correction and optimization of microwave times:

The output of microwave ovens can fluctuate even between instruments of the same model or it can change with time. For the decomposition with *NanOx* N, however, an exact dosing of energy is required. In order to optimize the microwave time, always choose the highest setting of the respective instrument (max. 1000 VA), because this is not interrupted by time intervals. For a microwave oven with 900 VA output the microwave time will be about 24 s. The following procedure is a very reliable and simple method to determine the microwave energy:

Fill the included Erlenmeyer flask 100 mL with exactly 100 mL water (of ambient temperature) and measure the temperature with a thermometer (e.g. 21 °C). Now place the filled Erlenmeyer flask (without thermometer) on the outer rim of the microwave turntable (same position as the decomposition vessel) and heat for the calculated time. Immediately remove the Erlenmeyer flask and measure the water temperature after slight stirring (e.g. 53 °C). The temperature difference must

be 30 °C. In our example the difference is 53 - 21 = 32 °C. The heating time has to be corrected for this deviation:

Nominal difference/actual difference x time = corrected time
30 / 32 x 24 s = 22.5 s → 23 s

Check this time setting again following the above procedure.

Note: For microwave decomposition of total nitrogen with *NanOx* N you may lower the heating time by about 5 % to prevent destruction of the safety diaphragm (e.g. 22 s in the above example).

Control of decomposition parameters:

With the *NANOCONTROL* multistandards you can easily check the microwave decomposition using the determined time setting. The multistandards contain bonded nitrogen, ammonium and nitrate. Analyze for these parameters prior to decomposition.

General remarks:

Always place the decomposition vessel on the same position of the microwave turntable. For easier handling we recommend that you fill the safety expansion reservoir with filter flocs or pulp, covered with a filter circle, and remove the exhaust tubing from the safety expansion reservoir. After 5 decompositions the filter flocs or pulp have to be replaced. If the safety diaphragm ruptures, always dry the safety reservoir prior to the next run, or replace the filter flocs or pulp. For sample solutions which tend to delays in boiling, we recommend using PTFE boiling chips. After decomposition remove the decomposition solution from the vessel. When the vessel is heavily soiled, or after continued use, clean the decomposition vessel with a bottle brush and dist. water. We recommend that from time to time you perform a blank decomposition with dist. water and *NanOx* N decomposition reagent, but without addition of compensation reagent. As an alternative, you may fill the vessel with dist. water and some drops of hydrogen peroxide 30 % and let it stand for some hours.

REF	
918979	<i>NANOCOLOR® NanOx</i> N solid reagents 30 g decomposition reagent plus measuring spoon 25 g compensation reagent plus measuring spoon
91640	PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition with safety expansion reservoir, set of sealing discs and safety diaphragms
91643 91640.1 91646 91644 91645 91628 91680 481100 481110	PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition PFA safety expansion reservoir PFA tubing with fitting pack of 20 PFA sealing discs pack of 10 PTFE safety diaphragms pack of 3 PTFE boiling chips pack of 20 reaction tubes 16 mm OD filter flocs, pack of 500 g filter flocs, pack of 1000 g

REF 91897906.20

fr

NANOCOLOR®

NanOx N

Réactifs solides pour la décomposition oxydative pour la détermination de l'azote total TN_b

Contenu :

30 g de *NanOx* N réactif de minéralisation
1 cuillère 85 mm orange
25 g de *NanOx* N réactif de compensation
1 cuillère 85 mm noire

Indications de danger :

Vous trouverez des informations sur les risques sur l'étiquette de l'emballage et dans la fiche de données de sécurité. Vous trouverez la fiche de données de sécurité sur le site www.mn-net.com/SDS pour la télécharger.

Principe :

Oxydation de toutes les substances azotées organiques et inorganiques en nitrates. Des peroxydes résiduels et du chrome(VI) oxydé, éventuellement présents dans le mélange après oxydation et qui perturbent la détermination en tant que nitrates, sont éliminés par le réactif de compensation.

Domaines d'application :

Minéralisation dans un bloc chauffant

Le potentiel d'oxydation lors d'une minéralisation dans un bloc chauffant à 120 °C est plus faible que celui d'une minéralisation dans un four à micro-ondes. Cette méthode est applicable pour des eaux usées principalement communales, pour lesquelles la matrice ne change pas pendant un long laps de temps. Nous conseillons de vérifier à intervalles réguliers la comparabilité à l'aide de méthodes de comparaison (minéralisation dans un four à micro-ondes p.ex.). Par contre, pour des eaux usées industrielles on court le risque de ne minéraliser que partiellement ou pas du tout les composés azotés difficilement oxydables.

Minéralisation haute pression dans un four à micro-ondes

Cette méthode présente par rapport aux méthodes traditionnelles, utilisant un bloc chauffant, un gain de temps considérable et une remarquable facilité de manipulation. Quant aux résultats, le taux de recouvrement des substances organiques difficiles à minéraliser est extrêmement élevé.

Détermination de l'azote total TN_b (N total) :

Domaines de mesure :	0,5–22,0 mg/L N	méthode 0831
	0,3–8,0 mg/L N	méthode 0651
	3–60 mg/L N	méthode 0921
	5–220 mg/L N	méthode 0881

Les composantes inorganiques telles que l'ammonium, le nitrite ou le nitrate sont intégrées dans la mesure ainsi que les composés azotés organiques (acides aminés, urée, complexants, etc.). Le dosage en tant qu'azote nitrique est effectué au moyen du test 0-64 *NANOCOLOR®* Nitrate 50.

Remarque :

La valeur du pH de l'échantillon à minéraliser doit être comprise entre 5 et 9 ; si nécessaire ajuster avec une solution de soude caustique ou avec de l'acide sulfurique. Des concentrations en azote hors du domaine de mesure double peuvent simuler des valeurs situées dans le domaine de mesure indiqué et seraient donc interprétées de manière erronée. Dans ce cas, selon la valeur expérimentale attendue, il faut diluer l'échantillon de sorte à ramener la valeur expérimentale dans le domaine de mesure. Pour des eaux de concentrations inconnues, il est conseillé de travailler avec des dilutions très différentes (1+9 ; 1+99) jusqu'à confirmation de la valeur résultante de la dilution précédente. Les échantillons qui consomment une grande quantité d'oxydants (p.ex. pour des DCO supérieures à 1000 mg/L O₂)

risquent d'entraîner une minéralisation incomplète et dès lors, suite à une émission plus longue, une détérioration des membranes de sécurité et d'étanchéité dans la cuve de minéralisation. Si ce cas se présente, il faut recommencer la minéralisation, mais en diluant d'abord l'échantillon.

Détermination du phosphore total (P total) et du métal total :

Pour la détermination du phosphore total (tous les composés phosphorés comme les ortho-, poly- et organophosphates) et pour les métaux complexés ou les ions métalliques se trouvant à un certain niveau d'oxydation, qui sans minéralisation échapperaient à la mesure (p.ex. chrome(III)), nous renvoyons à l'utilisation des réactifs *NANOCOLOR® NanOx* Metall (REF 918978) pour la minéralisation.

Mode d'emploi (bloc chauffant) :

Accessoires nécessaires :

NANOCOLOR® bloc chauffant,
NANOCOLOR® éprouvettes de réaction 16 mm DE (REF 91680)
Pipetter **5,0 mL** de l'échantillon à analyser dans une éprouvette de réaction **vide** 16 mm DE. Ajouter **1 cuillère de mesure (orange)** remplie à ras bord de *NanOx* N réactif de minéralisation, fermer et agiter vigoureusement. Placer l'éprouvette dans le bloc chauffant et chauffer pendant 30 min à 120 °C ou 1 h à 100 °C. Sortir la cuve du bloc chauffant, secouer légèrement et laisser refroidir. Ouvrir l'éprouvette et ajouter **1 cuillère de mesure (noire)** remplie à ras bord de *NanOx* N réactif de compensation, fermer et agiter vigoureusement. Le contenu de la cuve peut être utilisé comme l'échantillon à analyser pour la détermination de l'azote total TN_b avec test 0-64 *NANOCOLOR®* Nitrate 50.

Alternative mode d'emploi (four à micro-ondes) :

Accessoires nécessaires :

Four à micro ondes p.ex. Siemens 750 watts ou Panasonic 900 watts avec affichage digital (réglage à la seconde près indispensable), cuve haute pression en téflon 20 mL et récipient de sécurité (REF 91640)

Pipetter **10 mL** de l'échantillon à analyser dans la cuve de minéralisation. Ajouter **2 cuillères de mesure (orange)** remplies à ras bord de *NanOx* N réactif de minéralisation, fermer et agiter vigoureusement. Placer la cuve de minéralisation dans le four à micro-ondes sur le bord extérieur du plateau pivotant et chauffer pendant 23 s pour une puissance de 900 watts ou pendant 28 s pour 750 watts (choisir toujours la puissance maximale de l'appareil !). Sortir la cuve du four et laisser refroidir pendant environ 10 min. Mélanger légèrement et ouvrir la cuve prudemment. Ensuite, ajouter **2 cuillères de mesure (noire)** remplies à ras bord de *NanOx* N réactif de compensation, fermer et agiter à nouveau vigoureusement. Le contenu de la cuve peut être utilisé comme l'échantillon à analyser pour la détermination de l'azote total TN_b avec test 0-64 *NANOCOLOR®* Nitrate 50.

Dilutions :

Echantillon : dilution 1+4	Domaine de mesure 3–60 mg/L N
Au bloc chauffant :	Pipeter 1,0 mL de l'échantillon et 4,0 mL d'eau distillée dans un tube de 14 mm de diamètre
Au four micro-ondes :	Pipeter 2,0 mL de l'échantillon et 8,0 mL d'eau distillée dans la cuve de minéralisation
Echantillon : dilution 1+9	Domaine de mesure 5–220 mg/L N
Au bloc chauffant :	Pipeter 0,5 mL de l'échantillon et 4,5 mL d'eau distillée dans un tube de 14 mm de diamètre
Au four micro-ondes :	Pipeter 1,0 mL de l'échantillon et 9,0 mL d'eau distillée dans la cuve de minéralisation

Perturbations :

a) La membrane de sécurité se rompt

- 1- Fatigue du matériel
→ remplacer les membranes de sécurité et d'étanchéité
- 2- L'échantillon s'évapore
→ diluer l'échantillon
- 3- Retards d'ébullition
→ utiliser des régulateurs d'ébullition spéciaux (spirales en téflon) pour *NanOx* N
- 4- Réglage du temps
→ corriger

b) Décoloration de la solution après le test Nitrate 50 (peut simuler des résultats positifs)

- 1- Minéralisation incomplète
Indication : odeur légère de gaz nitreux lors de l'ouverture de la cuve ou la solution n'est pas limpide
→ diluer ; le cas échéant, minéraliser deux fois
- 2- Autres interférences ne pouvant être éliminées facilement par minéralisation avec *NanOx* N

Calcul du temps de réaction avec le four à micro-ondes :

Concernant la minéralisation avec *NanOx* N dans d'autres fours à micro-ondes, le temps peut être calculé de la manière suivante (régler l'appareil sur la puissance maximale).

Exemple : Four à micro-ondes 900 watts → 24 s d'émission
Four à micro-ondes 750 watts → X s d'émission
X = 900/750 x 24 = 28,8 → 29 s d'émission

En vertu des fluctuations de puissance des fours à micro-ondes, il faut contrôler le temps calculé d'un appareil à l'autre et, le cas échéant, l'ajuster.

Correction et optimisation des temps d'émission :

La puissance d'un four à micro-ondes peut varier d'un appareil à l'autre, même pour des types d'appareils identiques, ou s'altérer avec le temps. La minéralisation avec *NanOx* N nécessite un dosage précis d'énergie. Ainsi, on sélectionne toujours la puissance maximale de l'appareil (1000 watts max.), pour éviter un réglage d'émission par intervalles de temps. Pour un four à micro-ondes d'une puissance de 900 watts, le temps de minéralisation se situe aux environs de 24 s. Une méthode simple et fiable d'ajuster le temps d'émission consiste en la procédure suivante :

Remplir l'erlenmeyer, qui fait partie du poste de mesure, avec exactement 100 mL d'eau (à température ambiante) et déterminer sa température à l'aide d'un thermomètre (ex. 21 °C). Placer l'erlenmeyer rempli d'eau (sans thermomètre) dans le four à micro-ondes sur le bord extérieur du plateau pivotant (au même endroit que la cuve de minéralisation) et chauffer pendant le temps d'émission calculé. Ensuite, sortir immédiatement l'erlenmeyer du four et déterminer la température de l'eau après légère agitation (ex. 53 °C). La différence de température doit être de 30 °C. Dans l'exemple, la différence est de 53 - 21 = 32 °C. Le temps d'émission doit donc être corrigé :

Différence théorique/différence mesure x temps = temps corrigé
30 / 32 x 24 s = 22,5 → 23 s

Nous conseillons de contrôler une seconde fois ce temps en procédant de la même manière.

Remarque : dans le cas de la détermination de l'azote total, suite à une minéralisation avec *NanOx* N dans un four à micro-ondes, le temps de minéralisation peut être réduit de 5 %, afin d'éviter une rupture éventuelle de la membrane de sécurité (dans l'exemple ci-dessus : 22 s).

Contrôle des paramètres de réglage :

La minéralisation dans le four à micro-ondes peut être facilement contrôlée au moyen des multistandards *NANOCONTROL*. Ce multistandards contiennent de l'azote lié, d'ammonium et de nitrate. Avant d'entamer la minéralisation avec *NanOx* N, examiner les paramètres mentionnés ci-dessus.

Consignes générales de manipulation :

Placer toujours la cuve de minéralisation sur le bord extérieur et au même endroit du plateau pivotant. Afin d'assurer un nettoyage plus aisé en cas de rupture de la membrane de sécurité, nous conseillons de remplir le récipient de sécurité de flocons filtrants. Ces flocons doivent être remplacés après 5 minéralisations. Après rupture de la membrane de sécurité, sécher le récipient de sécurité avant l'utilisation suivante et remplacer les flocons filtrants. Pour les solutions qui tendent à retarder l'ébullition, nous recommandons d'utiliser des spirales en téflon comme régulateurs d'ébullition. Après minéralisation, sortir la solution de minéralisation de la cuve. Après salissement grave et après utilisation de la cuve à plusieurs reprises, nettoyer la cuve à l'aide d'un goupillon et la rincer avec de l'eau distillée. Nous recommandons d'effectuer de temps en temps une minéralisation avec de l'eau distillée en ajoutant le réactif de minéralisation seul (pas de réactif de compensation !) ou de remplir les récipients avec de l'eau distillée et de quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène 30 % (laisser reposer pendant quelques heures).

REF	
918979	<i>NANOCOLOR® NanOx</i> réactifs solides 30 g réactif de minéralisation avec cuillère de mesure 25 g réactif de compensation avec cuillère de mesure
91640	1 cuve haute pression en téflon 20 mL avec récipient de sécurité, jeu de membranes de sécurité et d'étanchéité
91643 91640.1 91646 91644 91645 91628	1 cuve haute pression en téflon 20 mL 1 récipient de sécurité en PFA 1 tuyau en PFA avec adaptateur 1 paquet de 20 membranes d'étanchéité en PFA 1 paquet de 10 membranes de sécurité en téflon 1 paquet de 3 spirales en téflon (régulateurs d'ébullition)
91680 481100 481110	1 paquet de 20 éprouvettes de réaction 16 mm DE 1 paquet de 500 g de flocons filtrants 1 paquet de 1000 g de flocons filtrants

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Valenciener Str. 11 · 52355 Düren · Allemagne
Tél. : +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · www.mn-net.com
France : MACHEREY-NAGEL SAS
1, rue Gutenberg – BP135 · 67720 Hoerdt · France
Tél. : 03 88 68 22 68 · sales-fr@mn-net.com
MACHEREY-NAGEL SAS
(Société par Actions Simplifiée) au capital de 186600 €
Siret 379 859 531 00020 · RCS Strasbourg B379859531
N° intracommunautaire FR04 379 859 531