



***Conservering en behandeling
van watermonsters***



INHOUD

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED 3

2 TERMEN EN DEFINITIES 3

3 PRINCIPE..... 3

4 VOORBEHANDELING 9

 4.1 HOMOGENISATIE 9

 4.2 DEELBEMONSTERING..... 9

5 REFERENTIES..... 9

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de voorbehandeling van de monsters voor de bepaling van het gehalte aan anorganische en organische parameters op water.

Het doel van de in deze methode beschreven voorbehandeling is de bereiding van een analysemonster dat een gehalte aan verontreinigingen bevat dat gelijk is aan het gemiddelde verontreinigingsgehalte van het gehele oorspronkelijke monster. De methode beschrijft de mogelijke scheiding van het monster in afzonderlijke fasen indien deze visueel waarneembaar zijn. Na bepaling van de relatieve fasensamenstelling van het monster en analyse van de afzonderlijke fasen kunnen de gevonden gehalten teruggerekend worden naar gehalten in het oorspronkelijke monster.

Bovendien worden in deze procedure richtlijnen gegeven in verband met het nodige monstervolume, het materiaal van het recipiënt waarin het monster wordt genomen en bewaard en eventuele voorzorgen die moeten genomen worden om watermonsters te bewaren met het oog op het uitvoeren van analyses.

2 TERMEN EN DEFINITIES

Monster: hoeveelheid water dat als geheel aan het laboratorium wordt aangeleverd. Elk monster is apart verpakt.

Opmerking: het is mogelijk dat een aantal recipiënten tot één monster behoren.

Deelmonster: een gedeelte van het monster aangeboden aan het laboratorium waarvan wordt verondersteld dat het representatief is voor het gehele monster.

Monstervoorbehandeling: het geheel van handelingen, zoals mengen enz., die de eigenlijke analyseprocedure voorafgaat.

Analysemonster: de hoeveelheid van een deelmonster dat voor een welbepaalde analyse wordt opgewerkt.

Mengmonster: een monster dat is samengesteld uit verschillende deelmonsters.

3 PRINCIPE

De monsters worden na ontvangst koel bewaard en bij voorkeur zo snel mogelijk voor analyse in behandeling genomen.

In de onderstaande tabellen zijn per parameter voor het matrixtype water de minimale hoeveelheden monster nodig voor de uitvoering van een analyse; het meest geschikte recipiënt; de in acht te nemen richtlijnen bij de deeltbemonstering; de maximum bewaartermijnen en eventuele voorzorgen te nemen tijdens de bewaring, weergegeven.

Tabel 1: Water - organische parameters

<i>Bepaling van</i>	<i>Aanbevolen minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
Minerale olie	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte) -afzonderlijke fles	aanzuren tot pH 2 met HCl koel bewaren 1 week (extract 1 maand)
TCE-extraheerbare stoffen PE-extraheerbare stoffen	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles niet volledig vullen -afzonderlijke fles	aanzuren tot pH 2 met HCl koel bewaren 1 week (extract 1 maand)
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte) -afzonderlijke fles	koel en donker bewaren 1 week (extract 1 maand)
Vluchtige organische verbindingen	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen / conische glazen stop (afdichten met PTFE film) of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte); -deelmonstername dient door analist te gebeuren (rechtstreeks in purgeervial van P&T of in meetvial van headspace); -indien monsterfles voor verschillende parameters, dan is de eerste deelmonstername voor oplosmiddelen	1 g/l Na ₂ S ₂ O ₃ of 50 g/l ascorbinezuur koel en donker bewaren 2 weken
Matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte) -afzonderlijke fles	koel en donker bewaren 1 maand
Polaire pesticiden (fenoxyazijnzuurderivaten, uronen, organofosforpestic. en triazines)	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte) -afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren - Fosforpesticides 1 dag (extract 1 maand) - overige 2 weken (extract 1 maand)
Organische screening	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	koel en donker bewaren 1 week
PCDD/F	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	1 maand
Fenolische verbindingen	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastieke stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte) -afzonderlijke fles	aanzuren met HCl tot pH 4 1 g/l CuSO ₄ .5H ₂ O koel en donker bewaren 1 week (extract 40 dagen)
EOX	800 ml	donker gekleurd glas	-monsterfles volledig vullen	koel bewaren

<i>Bepaling van</i>	<i>Aanbevolen minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
AOX POX		met geslepen glazen stop of plasticke stop met teflon inlage	(geen damp ruimte) -afzonderlijke fles	2 weken
Andere organische parameters	800 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plasticke stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	koel en donker bewaren 1 week

Tabel 2: Water - anorganische parameters

<i>Bepaling van</i>	<i>Aanbevolen minimaal volume</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerking</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en –termijn</i>
Ammonium stikstof	250 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 24 uur - in diepvries (-20°C), 1 maand - aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, gekoeld (1 - 5°C), 21 dagen
Bezinkbare stoffen	1000 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 24 uur
BZV	1000 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G		- gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 24 uur - in diepvries (-20°C), 1 maand
Bromaat	20 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Bromide	25 ml *	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Buffercapaciteit	200 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse. Reductie- en oxidatieprocessen tijdens bewaring kunnen het monster veranderen.	- gekoeld (1 - 5°C), 24 uur
Chloride	25 ml *	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Chroom(VI)	20 ml	P of G	Reductie- en oxidatieprocessen tijdens bewaring kunnen het monster veranderen	- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur
CZV	50 ml	P of G		- aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Cyanide	25 ml	P of G		- NaOH toevoegen tot pH > 12, gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 7 dagen
Droogrest	1000 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur
Fenolindex	50 ml	G		- CuSO ₄ toevoegen en aanzuren tot pH < 4 met H ₃ PO ₄ , 21 dagen
Fluoride	50 ml	P (niet PTFE)		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Geleidbaarheid	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur
Kjeldahl stikstof	60 ml	P of G		- aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, gekoeld (1 - 5°C) in het donker, 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Kleur	20 ml	P of G	Bij grondwater, rijk	- gekoeld (1 – 5°C) in het

Bepaling van	Aanbevolen minimaal volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
			aan Fe(II), analyse ter plaatse binnen 5 min na monstername	donker, 5 dagen
Kwik	50 ml	P of G		- aanzuren met HNO ₃ tot pH 1-2 en toevoegen K ₂ Cr ₂ O ₇ (0.05%), 1 maand - toevoegen van 2.5% BrCl-oplossing ⁽¹⁾ , 1 maand
Metalen (en totaal P)	100 ml, 150 ml als > 8 Vlarebo metalen	P of G	- B en Si: geen conservering noodzakelijk - As en Sb: aanzuren met HNO ₃ of HCl tot pH 1-2, 1 maand - Sn: <u>steeds</u> aanzuren met HCl tot pH 1-2, 1 maand	- aanzuren met HNO ₃ , tot pH 1-2, 1 maand
Nitraat	25 ml *	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur - in diepvries (-20°C), 1 maand - aanzuren met HCl tot pH 1-2, 7 dagen
Nitriet stikstof Totaal geoxideerde stikstof	25 ml *	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur - in diepvries (-20°C), 1 maand
NPOC	20 ml	P of G		- aanzuren met H ₂ SO ₄ of H ₃ PO ₄ tot pH 1-2, 7 dagen - in diepvries (-20°C), 1 maand
Ortho-fosfaat (opgelost)	25 ml	P of G	Filtratie ter plaatse Voor analyse, oxiderende stoffen verwijderen door toevoeging van ijzer(II)sulfaat of natriumarseniet	- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Ortho-fosfaat (totaal)	25 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur - aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Opgeloste zuurstof	300 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G		- Zuurstof ter plaatse fixeren, monsters in het donker bewaren, 4 dagen - De electrochemische methode moet ter plaatse worden uitgevoerd.
Oxideerbaarheid	150 ml	P of G	Analyse zo snel mogelijk na staalname	- aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, 2 dagen - gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 2 dagen

Bepaling van	Aanbevolen minimaal volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
				- in diepvries (-20°C), 1 maand
pH	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur
Silicaat (totaal)	50 ml	P		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Sulfaat	25 ml *	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Sulfide	150 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P	Bij bepaling van opgelost sulfide, filtratie (0.45 µm) te velde en nadien conserveren.	- toevoegen van 2 ml 10 m/m% zinkacetaat (indien nodig NaOH tot pH >9 ⁽²⁾), gekoeld (1 – 5°C), 1 week
Sulfiet	(Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P or G	Ter plaatse fixeren met 1 ml van een 2.5% (massa) EDTA oplossing per 100 ml monster	- 2 dagen
TOC	20 ml	P of G	-monsterfles volledig vullen (geen dampruimte)	- Bij aanwezigheid van vluchtige componenten, analyse binnen 8 uur - gekoeld (1 – 5°C), 7 dagen - in diepvries (-20°C), 1 maand
Totaal chloor		P of G	Analyse ter plaatse, binnen 5 min na monstername	- 5 min
Totale hardheid	100 ml	P of G	Bij aanzuren met HNO ₃ , voorafgaandelijke filtratie (0.45 µm) noodzakelijk	- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Totale stikstof	100 ml	P of G		- aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH 1-2, 1 maand - in diepvries (-20°C), 1 maand
Ureum				- conform NEN 6494 - gekoeld (1 – 5°C), 4 dagen ⁽³⁾
Vrije chloor		P of G	Analyse ter plaatse, binnen 5 min na monstername	- 5 min
Vrij CO ₂	(Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P or G	Analyse bij voorkeur ter plaatse	- gekoeld (1 – 5°C), 24 uur
Vrije cyaniden	25 ml	P of G		- NaOH toevoegen tot pH > 12, gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 7 dagen
Zwevende stoffen	1000 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 2 dagen

* alle anionen kunnen tegelijkertijd met hetzelfde volume monster bepaald worden.

1) BrCl oplossing: Los 2.7 g KBr op in 250 ml geconcentreerd zoutzuur. Roer de oplossing gedurende 1 uur. Voeg al roerend en langzaam 3.8 g KBrO₃ toe. Wanneer

alle KBrO_3 is toegevoegd, zal de oplossing verkleuren naar geel/oranje. De oplossing nog 1 uur roeren alvorens af te sluiten.

- 2) Indien voorafgaand aan de bemonstering het recipiënt wordt voorzien van zinkacetaat, dient NaOH pas worden toegevoegd na de bemonstering (vermijden van neerslagvorming).
- 3) Referentie: Kohler P, *Ringversuch für die enzymatische Bestimmung von Harnstoff in badewasser*, Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg., 76, 1985, 470-477.

4 VOORBEHANDELING

4.1 Homogenisatie

Opdat het deelmonster representatief zou zijn voor het gehele laboratoriummonster dient voorafgaand een homogenisatie van het monster te worden uitgevoerd. Watermonsters worden veelal manueel geschud.

4.2 Deelbemonstering

Vooraleer tot deelbemonstering wordt overgegaan, dient het monster zorgvuldig te worden gemengd (zie homogenisatie).

De deelbemonstering van waterstalen beperkt zich in hoofdzaak tot het uitgieten van een hoeveelheid monster in een deelmonsterrecipiënt of pipetteren van een welbepaalde hoeveelheid uit het oorspronkelijk recipiënt.

Bij de deelbemonstering rechtstreeks uit het oorspronkelijk recipiënt van het analysemonster dienen de nodige voorzorgen genomen te worden om mogelijk contaminatiegevaar te vermijden.

5 REFERENTIES

- ISO 5667-3: 2003 Water Quality – Sampling – Part 3: Guidance on the Preservation and Handling of Samples
- ISO 5667 – 15: 1999 Water quality - Sampling - Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples
- NBN T91-052: 1980 Waterbemonstering, Algemene richtlijnen voor de bewaring en de behandeling van de monsters
- NVN 5730: 1991 Bodem. Monstervoorbehandeling voor de bepaling van organische parameters in grond
- NVN 5870: 1995 Afvalstoffen. Analyse van afvalstoffen. Monstervoorbehandeling voor de bepaling van het gehalte aan organische en anorganische parameters