

## Conservering en behandeling van watermonsters

---

**INHOUD**

<b>1</b>	<b>DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>TERMEN EN DEFINITIES</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>VOORBEHANDELING</b>	<b>13</b>
4.1	<i>Homogenisatie</i>	13
4.2	<i>Deelbemonstering</i>	13
<b>5</b>	<b>REFERENTIES</b>	<b>13</b>

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure beschrijft de voorbehandeling van de monsters voor de bepaling van het gehalte aan anorganische, organische, bacteriologische en ecotoxicologische parameters in 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.

Bovendien worden in deze procedure voorwaarden 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.

## 3 PRINCIPE

De monsters worden na ontvangst koel bewaard bij 1 à 5°C en bij voorkeur zo snel mogelijk voor analyse in behandeling genomen waarbij de maximale bewaartermijnen, vermeld in deze procedure, gerespecteerd worden.

Voor de conservering van de monsters bestemd voor **chemische analyses** wordt ISO 5667-3 gevolgd tenzij anders vermeld. Het toevoegen van conserveringsmiddelen gebeurt onmiddellijk (binnen 10 minuten) bij monstername, tenzij technisch niet haalbaar. De toevoeging gebeurt dan zo snel mogelijk en ter plaatse. Toevoeging van additionele conserveringsmiddelen is toegestaan. Conserveringsmethoden vermeld in de binnen WAC toegestane normmethoden (bv. Europese, Internationale) voor de bepaling van specifieke parameter(s) zijn eveneens toepasbaar.

In Tabel 1: *Water - organische parameters* en Tabel 2: *Water - anorganische parameters* 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 voorwaarden bij de deelbemonstering; de maximum bewaartermijnen en eventuele voorzorgen te nemen tijdens de bewaring, weergegeven. Wanneer meerdere parameters op eenzelfde monster (met dezelfde

conservering) worden bepaald, is minstens de hoeveelheid van de parameter met de hoogste minimale hoeveelheid van toepassing en moet de som van de nodige analyseporties kleiner zijn dan deze hoeveelheid.

Opmerking: De aangeleverde hoeveelheid monster dient vastgelegd te worden in overleg met het laboratorium, maar mag nooit lager zijn dan de minimale hoeveelheid vermeld in onderstaande tabel.

Voor de conservering van de monsters bestemd voor **bacteriologische analyses** zijn de maximale bewaartermijnen in Tabel 3 van toepassing vanaf het tijdstip (datum/uur) van de monsterneming. De monsters dienen dan ook tijdig aan het analyselaboratorium geleverd te worden zodat de houdbaarheid gerespecteerd kan worden. Voor gegevens betreffende de te bemonsteren volumes en recipiënten wordt verwezen naar Tabel 3: *Water bacteriologische parameters*.

Monsters bestemd voor **ecotoxicologische analyses** worden koel bewaard. De testen worden bij voorkeur gestart binnen 4 dagen na staalname. In geval testen herhaald moeten worden of indien chronische testen worden uitgevoerd, kan een maximale houdbaarheid van 25 dagen worden ingeroepen. In het testrapport worden in ieder geval duidelijk de data van staalname en testuitvoering aangegeven.

Tabel 1: Water - organische parameters

Bepaling van	Minimale hoeveelheid	Materiaal van het recipiënt	Opmerkingen	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
Minerale olie <sup>(1)</sup>	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren tot pH ≤ 2 met HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> of HNO <sub>3</sub> -koel bewaren -1 maand
TCE-extraheerbare stoffen	500 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren tot pH ≤ 2 met HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> of HNO <sub>3</sub> -koel bewaren -1 maand
Petroleumether extraheerbare stoffen	500 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren tot pH ≤ 2 met HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> of HNO <sub>3</sub> -koel bewaren -1 maand
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-koel en donker bewaren -1 week
Vluchtige organische verbindingen <sup>(2)(6)</sup>	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen / conische glazen stop (afdichten met PTFE film) of plastic stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte); -deelmonsternaming 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 deelmonsterneming voor oplosmiddelen	-50 mg/l Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> of 50 g/l ascorbinezuur of aanzuren tot pH 1-2 met HCl, HNO <sub>3</sub> of H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -koel en donker bewaren -2 weken

Bepaling van	Minimale hoeveelheid	Materiaal van het recipiënt	Opmerkingen	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
Matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen <sup>(3)</sup>	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte) <sup>(8)</sup> -afzonderlijke fles	-koel en donker bewaren -1 maand
Polaire pesticiden (fenoxyazijnzuurderivaten, uronen, organofosforpestic. en triazines) <sup>(4)(7)</sup>	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	- drinkwater en afvalwater: bij monsterneming 10 ml 0.01M Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> of Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> toevoegen per liter water - pH 6-9 met HCl of NaOH -koel en donker bewaren -OPPs 1 week, -andere 2 weken
Organische screening	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-koel en donker bewaren -1 week
PCDD/F	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	1 maand
Fenolische verbindingen	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren met HCl, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> of H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> tot pH ≤ 4 -koel en donker bewaren -21 dagen
EOX, AOX, POX <sup>(5)</sup>	500 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-bij monsterneming: 10 ml 1M Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> toevoegen per liter water ; monsterfles volledig vullen -bij ontvangst in labo: aanzuren met 10 ml geconc. HNO <sub>3</sub> per liter water -koel bewaren -2 weken -1 maand (-18°C)
Gebromeerde brandvertragers	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-koel en donker (!) bewaren -1 maand
Perfluorverbindingen	100 ml	polypropyleen (voorkeur), polyethyleen of glas (stop zonder teflon inlage!)		-koel bewaren -1 maand
Ftalaten	100 ml	donker gekleurd glas	afzonderlijke fles	-koel en donker

<i>Bepaling van</i>	<i>Minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
		met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage		bewaren -4 dagen
Kationische surfactanten	100 ml	polypropyleen, polyethyleen of glas	afzonderlijke fles	-koel bewaren -14 dagen mits toevoeging van gelijke hoeveelheid acetonitrile ofwel 10% isopropanol en 1 mM LAS
Niet-ionogene surfactanten	100 ml	polypropyleen, polyethyleen of glas	afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren, - 7 dagen mits toevoegen van gelijke hoeveelheid acetonitrile ofwel 1% van 37% formaldehyde-oplossing ofwel 1% F-solv ofwel 0.1% 2-bromo-2-nitro-1,3-propanediol
Andere organische parameters	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren - 1 week

- (1) - indien niet aangezuurd wordt, zijn de stalen 4 dagen houdbaar.  
- voor grondwateranalyses in het kader van bodemonderzoek (Vlarebo) dient aangezuurd te worden met HCl of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- (2) Styreen en MTBE breken af in aanwezigheid van HCl of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in combinatie met NaCl als uitzoutingsreagens; indien deze componenten bepaald moeten worden dient het staal geconserveerd te worden met ascorbinezuur (50 gram per liter; de pH die aldus bekomen wordt kan hoger liggen dan 1-2). Bij conservering met Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kan afbraak optreden van 2,2-dichloorpropaan en 1,3-dichloorpropeen
- (3) 'Matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen' : voor grondwateranalyses in het kader van bodemonderzoek (Vlarebo) is een maximale bewaartermijn van 1 week van toepassing
- (4) 'Organofosforpesticiden' : voor grondwateranalyses in het kader van bodemonderzoek (Vlarebo) dient de pH niet aangepast te worden
- (5) 'EOX/AOX/POX' : tijdens de additie van zuur aan het staal (bij aankomst in het labo) kan gasontwikkeling optreden; om drukopbouw te vermijden wordt aangeraden om de recipiënten pas af te sluiten nadat de gasontwikkeling ophoudt.  
Voor AOX bepaling dient een tweede staal aangeleverd te worden met een volume van 100 ml dat niet geconserveerd wordt, ter bepaling van DOC en totaal halogeniden.  
Voor POX is aanzuren facultatief; indien niet aangezuurd bedraagt de bewaartermijn 24u.
- (6) 'VOC' : tijdens de additie van zuur aan het staal (bij aankomst in het labo) kan gasontwikkeling optreden; om drukopbouw te vermijden wordt aangeraden om de

recipiënten pas af te sluiten nadat de gasontwikkeling ophoudt. Daarbij kunnen vluchtige verbindingen verloren gaan, dit dient vermeld te worden op het analyseverslag

- (7) Carbendazim kan verloren gaan door complexering met koperionen. Dit kan vermeden worden door additie van EDTA aan het staal. Aan 500 ml staal wordt 2 ml toegevoegd van een oplossing die 4,6 mg/ml Na<sub>2</sub>EDTA bevat.
- (8) Indien de trichloorbenzenen niet geanalyseerd moeten worden, dient de fles niet volledig gevuld te zijn

Tabel 2: Water - anorganische parameters

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
Alkaliniteit	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), 1 dag
Ammonium stikstof	100 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 1 dag - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup> - aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , gekoeld (1 - 5°C), 21 dagen
Bezinkbare stoffen	1000 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 2 dagen
BZV	1000 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G		- gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 1 dag - in diepvries (<-18°C) <sup>(5)</sup> , 1 maand <sup>(10)</sup>
Bromaat	20 ml	P of G	Indien ozon aanwezig, voeg 50 mg ethyleendiamine toe aan 1 l monster onmiddellijk na staalname.	- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Bromide	25 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Chloor-totaal		P of G	Analyse ter plaatse, binnen 5 min na monstername	- 5 min
Chloor-vrije		P of G	Analyse ter plaatse, binnen 5 min na monstername	- 5 min
Chloride	25 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Chroom(VI)	100 ml	P of G	Reductie- en oxidatieprocessen tijdens bewaring kunnen het monster	- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
			veranderen	
CZV	50 ml	P of G		- aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Cyanide-totaal	25 ml	P of G		- NaOH toevoegen tot pH > 12, gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 7 dagen
Cyanide-vrij	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), 1 dag
Fenolindex	50 ml	G		- aanzuren tot pH < 4 met H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> of H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 21 dagen
Fluoride	50 ml	P (niet PTFE)		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Geleidbaarheid	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag
Kjeldahl stikstof	60 ml	P of G		- aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , gekoeld (1 - 5°C) in het donker, 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Kleur	20 ml	P of G	Bij grondwater, rijk aan Fe(II), analyse ter plaatse binnen 5 min na monstername	- gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 5 dagen
Kwik	50 ml	P of G		<del>- aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub> en K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (0.05%), 1 maand</del> <del>- aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub> of HCl<sup>(6)</sup>; binnen 2 dagen na monstername wordt stabilisator (BrCl-oplossing<sup>(4)</sup> of K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) toegevoegd, 1 maand</del> - aanzuren tot pH 1-2 met HNO <sub>3</sub> ; bij aankomst in labo en binnen 3 dagen na monstername stabilisator (1% HCl + 0,009 mM KBrO <sub>3</sub> of 1% HCl + 2 mg/l Au) toevoegen, 1 maand <sup>(6)</sup> . Bij toepassing van CV-AAS/AFS wordt aan een deelmonster extra BrCl oplossing <sup>(1)</sup> toegevoegd. <sup>(7, 11)</sup>
MBAS	100 ml	PP, PE of glas	afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren, - 4 dagen mits toevoegen van



Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
				1% van 37% formaldehyde-oplossing
Metalen	100 ml,	P of G	<ul style="list-style-type: none"> <li>- B en Si: geen conservering noodzakelijk</li> <li>- As, Sb en Sn: aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub> of HCl, 1 maand</li> <li>- Ti: aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub> of HCl, 1 maand</li> <li>- Na, Mg, K, Ca: bij toepassing IC mag conservering tot pH 3 ± 0.5 met HNO<sub>3</sub><sup>(4)</sup></li> <li>- Totaal P: aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub> of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1 maand</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub>, 1 maand (zie ook Hg)</li> <li>- Ag: in het labo stabilisatie met HCl</li> <li>- Sb: in het labo optioneel stabilisatie met HCl/HF</li> </ul>
Nitraat	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met HCl, 7 dagen</li> </ul>
Nitriet stikstof Totaal geoxideerde stikstof	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> </ul>
NPOC	20 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> of HCl, 7 dagen</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> </ul>
Ortho-fosfaat (opgelost)	25 ml	P of G	Filtratie ter plaatse Voor analyse, oxiderende stoffen mogen worden verwijderd door toevoeging van ijzer(II)sulfaat of natriumarseniet	<ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand</li> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1 maand</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> </ul>
Ortho-fosfaat (totaal)	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag</li> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1 maand</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> </ul>
Opgeloste zuurstof	300 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G		<ul style="list-style-type: none"> <li>- Zuurstof ter plaatse fixeren (cfr ISO 5813), monsters in het donker bewaren, 4 dagen</li> <li>- De electrochemische methode moet ter plaatse worden uitgevoerd.</li> </ul>
Oxideerbaarheid	100 ml	P of G	Analyse zo snel mogelijk na staalname	<ul style="list-style-type: none"> <li>- te velde aanzuren tot pH 1-2 met H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 2 dagen</li> <li>- te velde aanzuren tot pH 1-2</li> </ul>

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en –termijn
				met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
pH	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag
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 (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
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 zinkacetaat (10 g/l) (indien nodig NaOH tot pH >9 <sup>(2)</sup> ), gekoeld (1 – 5°C), 7 dagen
Sulfiet	100 ml (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	- gekoeld (1 – 5°C), 2 dagen
TOC	20 ml	P of G	monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte)	- Bij aanwezigheid van vluchtige componenten, analyse binnen 8 uur - gekoeld (1 – 5°C), 7 dagen - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Totaal anorganisch gebonden fluoride	500 ml	P (niet PTFE)		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Totale hardheid (met titrimetrie)	100 ml	P of G		- gekoeld (1 – 5°C), 1 maand
Totale hardheid (met berekeningsmethode)	100 ml	P of G	Mg, Ca: bij toepassing IC mag conservering tot pH 3 ± 0.5 met HNO <sub>3</sub> <sup>(4)</sup>	- aanzuren tot pH 1-2 met HNO <sub>3</sub> , 1 maand
Totale stikstof	100 ml	P of G		- aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> <sup>(8)</sup> of met HCl <sup>(9)</sup> , 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>
Troebelingsgraad	100 ml	P of G	Analyse bij voorkeur ter plaatse	- gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 1 dag
Ureum	100 ml	P of G		- conform NEN 6494 - gekoeld (1 – 5°C), 4 dagen <sup>(3)</sup>
Vrij CO <sub>2</sub>	(Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Analyse bij voorkeur ter plaatse	- gekoeld (1 – 5°C), 1 dag
Zwevende stoffen	1000 ml	P of G		- gekoeld (1 - 5°C), 2 dagen

P: plastic, G: glas, PP: polypropyleen, PE: polyethyleen

- 1) 0.1 N KBr/KBrO<sub>3</sub> oplossing cfr NBN EN ISO 12846:2012: Los 1.39 g KBrO<sub>3</sub> op in 250 ml water. Los 5.95 g KBr op in 250 ml water. Meng gelijke delen van KBrO<sub>3</sub> oplossing met KBr oplossing. Aan 100 ml monster wordt 2 ml 0.1 N KBr/KBrO<sub>3</sub> oplossing toegevoegd (en eventueel 1 ml HCl). Varianten op de concentratie van de reagentia zijn mogelijk.  
Opmerking: indien het monster niet geconserveerd werd met HCl, dient bij toevoeging van KBr/KBrO<sub>3</sub> oplossing eveneens HCl toegevoegd te worden.  
Opmerking: De additie van BrCl-oplossing tot 6 dagen na bemonstering wordt enkel in uitzonderlijke gevallen toegestaan.
- 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) Referentie: ISO 14911:1998 Water quality - Determination of dissolved Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup> and Ba<sup>2+</sup> using ion chromatography - Method for water and waste water
- 5) Rekening houdend met de bijkomende opmerkingen beschreven in § 10 van ISO 5815-1.
- 6) **Eén recipiënt voor de bepaling van de elementen én Hg**  
~~Voor de bepaling van Hg wordt aan het originele aangezuurde monster stabilisator toegevoegd. Na homogenisatie kunnen deelmonsters genomen worden voor de bepaling van Hg of eventueel ook metalen indien de aanwezige stabilisator niet interfereert bij de metingen. Belangrijk is dat deelmonsters enkel mogen genomen worden na toevoegen van de stabilisator.~~
- 7) Referentie: ISO 12846 en VITO rapport 2011/MANT/R/021 (C. Vanhoof, K. Duyssens en K. Tirez, *Monsterconservering en –bewaring van anorganische parameters*).
- 8) Bij toepassing van de oxidatieve digestiemethode cfr WAC/III/D/032 mag worden aangezuurd tot pH < 4.
- 9) Bij toepassing van de chemiluminiscentie methode cfr WAC/III/D/033
- 10) Het invriezen van monsters ter conservering is een uitzonderingsmaatregel. In praktijk wordt als vuistregel gehanteerd dat maximaal 10% van de te analyseren monsters bij uitzondering mogen worden ingevroren.
- 11) **Indien een afzonderlijk recipiënt voor Hg is voorzien, aangezuurd tot pH 1-2 met HNO<sub>3</sub>, kan bij aankomst in het labo onmiddellijk en binnen 3 dagen na monsternamen BrCl-oplossing<sup>(1)</sup> worden toegevoegd.**

Tabel 3: Water bacteriologische parameters

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Aanbevolen en aanvaardbare bewaringsvoorzorgen en -termijn in uren volgens ISO 19458	
				aanbevolen	aanvaardbaar
				gekoeld ( $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ ) van toepassing vanaf het tijdstip (datum/uur) van de monsterneming	
				aanbevolen	aanvaardbaar
Totaal kiemgetal ( $22^{\circ}\text{C}$ , $37^{\circ}\text{C}$ )	20 ml	P of G, steriel <sup>a</sup>	monsterfles niet volledig vullen	8	12 <sup>b</sup>
Coliformen	100 ml			12	18 <sup>c</sup>
<i>E. coli</i>	100 ml			12	18 <sup>c</sup>
Enterokokken	100 ml			12	18 <sup>d</sup>
<i>Salmonella spp.</i>	1000 ml			12	18 <sup>b</sup>
<i>Legionella pneumophila</i> en <i>Legionella species</i>	250 ml			24	48
Coagulase positieve stafylokokken	100 ml			8	24 <sup>e</sup>
<i>Clostridium perfringens</i> (vegetatieve cellen)	100 ml			12	18 <sup>b</sup>
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	100 ml			8	12 <sup>b</sup>

<sup>a</sup> voor drinkwater worden voorgeconserveerde steriele monsterrecipiënten gebruikt met 0,1 ml 1,8% natriumthiosulfaat pentahydraat-oplossing voor elke 100 ml volume van de monsterrecipiënt of een equivalente hoeveelheid vast product.

Voor waterbemonstering in therapiebaden en whirlpools / bubbelbaden worden steriele monsterrecipiënten gebruikt waaraan 0,2 ml 1,8% natriumthiosulfaat pentahydraat-oplossing of een equivalente hoeveelheid vast product voor elke 100 ml volume van de monsterrecipiënt wordt toegevoegd.

Chelaatvormers zijn aanbevolen om bacteriën te beschermen tegen de werking van toxische zware metalen zoals koper of zink. EDTA (ethyleendiaminetetra-azijnzuur) of NTA (nitrilotriazijnzuur) kan worden gedoseerd via een filter-gesteriliseerde oplossing bij een eindconcentratie van ongeveer 5 mg per 100 ml monster.

Zilver kan worden geïnactiveerd door natriumsulfide, met een dosering van 0,1 ml 0,1 mg/ml natriumsulfide-oplossing per 100 ml monster.

<sup>b</sup> tijdsduur tussen bemonstering en analyse kan afbreuk doen aan de betrouwbaarheid van de resultaten. Bijgevolg dienen bemonstering en analyses zo afgestemd te worden dat het aantal te analyseren monsters op de dag na de monsterneming tot een minimum wordt beperkt.

Er is een tolerantie voor de bewaringstermijn tot 24u. Vertragingen dienen zo kort mogelijk te zijn en dienen op de laboratorium rapporten vermeld te worden (conform ISO 19458).

<sup>c</sup> in uitzonderlijke gevallen mag de bewaringstermijn tot 24 uur bedragen conform ISO 9308-1.

<sup>d</sup> in uitzonderlijke gevallen mag de bewaringstermijn tot 24 uur bedragen conform ISO 7899-2.

<sup>e</sup> voor zwembadwater dient de analyse op de dag van bemonstering uitgevoerd te worden conform XP T 90-412.

## 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 reciënt.

Bij de deelbemonstering rechtstreeks uit het oorspronkelijk reciënt 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 5667-3:2012 Water Quality – Sampling – Part 3: Preservation and handling of water samples
- ISO 5667-15: 2009 Water quality - Sampling - Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples
- 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
- Vito rapport 2011/MANT/R/021, *Monsterconservering en –bewaring van anorganische parameters*, C. Vanhoof, K. Duyssens en K. Tirez, [https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2010\\_Rapport\\_conservering\\_finaal.pdf](https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2010_Rapport_conservering_finaal.pdf)
- ISO 12846:2012 Water quality – Determination of mercury – Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment.
- EN 25813:1992 (ISO 5813:1983) Water quality - Determination of dissolved oxygen - Iodometric method
- ISO 19458: 2006 Water quality - Sampling for microbiological analysis.