



## INHOUD

<b>1</b>	<b>TOEPASSINGSGBIED</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>BEPALING VAN CZV MET KUVETTENTEST (ISO 15705)</b>	<b>4</b>
2.1	<i>Kwaliteitscontrole</i>	5
<b>3</b>	<b>BEPALING VAN CZV MET DE MACRO-METHODE (ISO 6060)</b>	<b>5</b>
3.1	<i>Principe</i>	5
3.2	<i>Opmerkingen</i>	6
3.3	<i>Monsterbewaring</i>	6
3.4	<i>Apparatuur en materiaal</i>	6
3.4.1	Apparatuur	6
3.4.2	Materiaal	6
3.5	<i>Reagentia en oplossingen</i>	7
3.5.1	Reagentia	7
3.5.2	Oplossingen	7
3.6	<i>Procedure</i>	8
3.6.1	Stellen van de ijzer(II)ammoniumsulfaatoplossing	8
3.6.2	Bepaling van het CZV gehalte (in blanco en watermonster)	8
3.7	<i>Berekening</i>	10
3.7.1	Berekening van de concentratie (titer) van de ijzer(II)ammoniumsulfaat oplossing	10
3.7.2	Berekening van het chemisch zuurstofverbruik (CZV)	10
3.8	<i>Kwaliteitscontrole</i>	10
<b>4</b>	<b>REFERENTIES</b>	<b>11</b>

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

- De CZV testmethode wordt aangewend ter controle van de zuurstofverbruikende verontreinigingen (zowel organisch als anorganisch), in oppervlakte- en afvalwater. De methode laat een kwantitatieve bepaling toe van het gehalte aan oxideerbare stoffen in watermonsters, als een indicatie voor de graad van organische verontreiniging.
- De meeste organische en oxideerbare anorganische componenten aanwezig in water worden geoxideerd (in 50% zwavelzuur milieu) met een standaard kaliumdichromaatoplossing ( $K_2Cr_2O_7$ ). De CZV waarde wordt berekend met de hierbij verbruikte hoeveelheid kaliumdichromaat.
- Voor de bepaling van het CZV gehalte in oppervlaktewater wordt de kleinschalig gesloten buismethode (of kuvettentest) toegepast (conform ISO 15705). Volgende methodiek is van toepassing:

Bij een chloride gehalte kleiner dan 1000 mg/l<sup>a</sup>:

- Bij een **CZV range van 7 tot 125 mg O<sub>2</sub>/l (= routine)** wordt het monster standaard gemeten in het laag meetgebied
- Bij een CZV range van 125 tot 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster gemeten in het hoog meetgebied (125 – 700 mg O<sub>2</sub>/l)
- Bij een CZV waarde > 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 700 mg O<sub>2</sub>/l en gemeten in het hoog meetgebied (125 – 700 mg O<sub>2</sub>/l)

Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l<sup>a</sup>:

- Bij een **CZV range van 7 tot 70 mg O<sub>2</sub>/l (=routine)** wordt het monster standaard gemeten in het laag meetgebied met kuvetten hoog Cl gehalte (7 – 70 mg O<sub>2</sub>/l)
  - Bij een CZV range van 70 tot 125 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 70 mg O<sub>2</sub>/l en gemeten in het laag meetgebied.
  - Bij een CZV waarde van 125 tot 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster gemeten in het hoog meetgebied met kuvettentest hoog Cl gehalte (70 – 700 mg O<sub>2</sub>/l) of worden deze verdund tot een chloride concentratie juist beneden de grens van 1000 mg/l voorafgaandelijk aan de analyse.
  - Bij een CZV waarde > 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 700 mg O<sub>2</sub>/l en gemeten in het hoog meetgebied met de geschikte kuvetten. Indien nodig, verdunnen tot een chloride concentratie juist beneden de grens van 1000 mg/l voorafgaandelijk aan de analyse.
- Voor de bepaling van het CZV gehalte in afvalwater wordt de kleinschalig gesloten buismethode (of kuvettentest) toegepast (conform ISO 15705). Volgende methodiek is van toepassing:  
  
Bij een chloride gehalte kleiner dan 1000 mg/l<sup>a</sup>:
    - Bij een **CZV range van 70 tot 700 mg O<sub>2</sub>/l (= routine)** wordt het monster standaard gemeten in het hoog meetgebied (70 – 700 mg O<sub>2</sub>/l)

---

<sup>a</sup> Volgens specificaties leverancier

- Bij een CZV waarde > 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 700 mg O<sub>2</sub>/l en gemeten in het hoog meetgebied (70 – 700 mg O<sub>2</sub>/l)
- Bij een CZV waarde < 70 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster gemeten in het laag meetgebied (7 – 70 mg O<sub>2</sub>/l)

Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l<sup>3</sup>:

- Bij een **CZV range van 70 tot 700 mg O<sub>2</sub>/l (=routine)** wordt het monster standaard gemeten in het hoog meetgebied met kuvetten hoog Cl gehalte (70 – 700 mg O<sub>2</sub>/l) of worden deze verdund tot een chloride concentratie juist beneden de grens van 1000 mg/l voorafgaandelijk aan de analyse.
- Bij een CZV waarde van > 700 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 700 mg O<sub>2</sub>/l en gemeten in het hoog meetgebied met de geschikte kuvetten. Indien nodig, verdunnen tot een chloride concentratie juist beneden de grens van 1000 mg/l voorafgaandelijk aan de analyse.
- Bij een CZV waarde < 70 mg O<sub>2</sub>/l wordt het monster gemeten in het laag meetgebied met kuvetten hoog Cl gehalte (7 – 70 mg O<sub>2</sub>/l)

Opmerking: De macro-methode zoals beschreven in §3, mag voor afvalwater worden toegepast.

- ~~Voor de bepaling van het CZV gehalte in afvalwater is onderstaande analyseprocedure van toepassing, indien het chloride gehalte lager is dan 20 g/l en indien het CZV gehalte van de betreffende watermonsters tussen 7 mg/l en 700 mg/l ligt. Overschrijdt het CZV gehalte de 700 mg/l, of het chloride gehalte de 20 g/l, dan wordt het watermonster verdund tot een CZV gehalte lager dan 700 mg/l en een chloride gehalte kleiner dan 20 g/l.~~

~~Opmerking: Voor de CZV bepaling in (verdunde) monsters met een chloridegehalte lager dan 1000 mg/l en een CZV lager dan 1000 mg/l kan ook ISO 15705 worden toegepast. Bij deze methode worden kleinere hoeveelheden aan schadelijke stoffen gebruikt. Testen hebben aangetoond dat er een goede overeenkomst is tussen deze methode (ISO 15705) en de hieronder beschreven methode (ISO 6060). Echter mag niet aangenomen worden dat in alle gevallen de methoden vergelijkbaar zijn zonder dit uit te testen, voornamelijk wanneer er problemen optreden met het nemen van een representatieve testportie van 2 ml (bv. bij aanwezigheid van gesuspendeerde deeltjes). Indien gesuspendeerde stoffen aanwezig zijn, dienen de monsters voorafgaandelijk mechanisch gemixt te worden.~~

~~Bij toepassing van ISO 15705 worden dezelfde werkgebieden gehanteerd als bij de methode beschreven in deze procedure (i.e. laag meetbereik van 7 tot 70 mg O<sub>2</sub>/l en hoog meetbereik van 70 tot 700 mg O<sub>2</sub>/l). Monsters met onbekende samenstelling worden standaard eerst in het hoge meetgebied geanalyseerd. Indien nodig, wordt meting in het lage meetgebied uitgevoerd.~~

~~Bij toepassing van ISO 15705 en chloridegehalten hoger dan 1000 mg/l worden de monsters verdund, geanalyseerd in het hoge meetgebied en indien nodig, geanalyseerd in het lage meetgebied.~~

## 2 BEPALING VAN CZV MET KUVETTENTEST (ISO 15705)

De methode zoals beschreven in ISO 15705 is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- §1 Toepassingsgebied: Voor het toepassingsgebied van de methode (meetgebied in functie van de matrix) wordt verwezen naar §1 van deze WAC procedure
- §1 Toepassingsgebied: titrimetrische methode is niet van toepassing
- §4.3: titrimetrische methode is niet van toepassing
- §6 Reagentia: uitsluitend commercieel beschikbare kuvettentesten (< 1000 mg Cl/l) conform ISO 15705 zijn van toepassing. Informatie over de reagentia gebruikt in het laag CZV meetgebied is beschreven in Annex D van deze normmethode.

- §7 Apparatuur: volgens specificaties van de leverancier voor de digestie en meting van monsters met de hierboven beschreven kuvetten
- §7.1.1 Heating block: minimaal jaarlijkse controle van de temperatuur
- §8 Monsterbehandeling: Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010
- §9 Instrument kalibratie/controle gevoeligheid: Niet van toepassing
- §10.1 Digestie: volgens de instructies van de leverancier
- §10.1.5 Blanco controle enkel van toepassing voor het laag CZV meetgebied
- §10.2 Fotometrische detectie: volgens de instructies van de leverancier
- §10.2.3. en §10.3 Titrimetrische detectie is niet van toepassing
- §11.2 Titrimetrische procedure: niet van toepassing
- §13 Test report: niet van toepassing

## 2.1 KWALITEITSCONTROLE

Bij elke analysereeks (i.e. per destructieblok en per meetgebied) worden volgende controles meegenomen:

- Bij een chloride gehalte kleiner dan 1000 mg/l:
  - Laag CZV meetgebied:
    - Blanco controle: eis < 7 mg O<sub>2</sub>/l
    - Controlemonster: Kaliumwaterstofphtalaat ± 30 mg O<sub>2</sub>/l (basis milieukwaliteitsnorm)), opvolging in controlekaart
  - Hoog CZV meetgebied: controlemonster: 2,3-pyridinedicarboxylzuur 417 mg O<sub>2</sub>/l, rendement ≥ 80%
- Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l:
  - Laag CZV meetgebied:
    - Blanco controle: eis < 7 mg O<sub>2</sub>/l
    - Controlemonster: Kaliumwaterstofphtalaat ± 30 mg O<sub>2</sub>/l met hoge Cl concentratie (bijv. 10000 mg/l), opvolging in controlekaart
  - Hoog CZV meetgebied: controlemonster: 2,3-pyridinedicarboxylzuur 417 mg O<sub>2</sub>/l met hoge Cl concentratie (bijv. 10000 mg/l), opvolging in controlekaart

## 3 BEPALING VAN CZV MET DE MACRO-METHODE (ISO 6060)

### 3.1 PRINCIPE

Het analysemonster wordt, na toevoeging van kaliumdichromaat als oxidatiemiddel en zilversulfaat als katalysator, in sterk zwavelzuur milieu verhit (constante temperatuur en reactietijd). De overmaat aan dichromaat ionen wordt met een ijzer(II) ammoniumsulfaat oplossing bepaald ofwel titrimetrisch met ferroïne als indicator ofwel met een potentiometrische titratie, en omgerekend naar de equivalente hoeveelheid zuurstof.

De oxidatie van chloride ionen, aanwezig in concentraties tot 20 g/l, wordt verhinderd door toevoeging van kwiksulfaat waarbij stabiele en oplosbare kwikhalogenide complexen worden gevormd. De oxidatie van bromide en jodide ionen wordt slechts gedeeltelijk voorkomen door toevoegen van kwiksulfaat.

Opmerking: De storing door chloride kan eveneens gemaskeerd worden door toevoeging van zilvernitraat en mag toegepast worden, mits aantonen van gelijkwaardigheid.













