

## 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>          | 14        |
| <b>5</b> | <b>REFERENTIES</b>               | <b>14</b> |

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

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 monsternamen, 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 binnen 24 u gestart. Voor de houdbaarheidscondities en maximale termijn na staalname wordt verwezen naar Tabel 4: Water – ecotoxicologische parameters en bioeliminatie. {} In het testrapport worden in ieder geval duidelijk de data van staalname en start van testuitvoering aangegeven, **en elke afwijking qua houdbaarheidstermijn en bewaarconditie zoals benoemd in tabel 4.**

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><br>-koel bewaren<br>-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><br>-koel bewaren<br>-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><br>-koel bewaren<br>-1 maand                                                                                                     |
| Polycyclische aromatische koolwaterstoffen          | <del>100 ml</del> 25 ml | donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage                                      | afzonderlijke fles                                                                                                                                                                                                                                                     | -koel en donker bewaren<br>-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);<br>-deelmonsternamen dient door analist te gebeuren (rechtstreeks in purgeervial van P&T of in meetvial van headspace);<br>-indien monsterfles voor verschillende parameters, dan is de eerste deelmonsterneming voor | koel bewaren en ofwel<br>- 50 mg/l Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :<br>1 week<br>- 50 g/l ascorbinezuur:<br>2 weken<br>- aanzuren tot pH 1-2 met HCl of H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> :<br>1 week |

| Bepaling van                                                                                              | Minimale hoeveelheid    | Materiaal van het recipiënt                                                     | Opmerkingen                                                                           | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                                                                                                           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                           |                         |                                                                                 | oplosmiddelen                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| Matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen <sup>(3)(9)</sup>                                                  | <del>100 ml</del> 25 ml | donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage | -monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte) <sup>(8)</sup><br>-afzonderlijke fles | -koel en donker bewaren<br>-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<br>-koel en donker bewaren<br>-OPPs 1 week,<br>-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<br>-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<br>-koel en donker bewaren<br>-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 1.5 M Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> toevoegen per liter water ; monsterfles volledig vullen<br>-bij ontvangst in labo: aanzuren met 10 ml geconc. HNO <sub>3</sub> per liter water<br>-koel en donker bewaren<br>-2 weken<br>-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<br>-1 maand                                                                                                                                                                                                                                   |
| Per- en polyfluor-verbindingen                                                                            | 25 ml                   | Glas, polypropyleen of hoge dichtheid polyethyleen; dop met PP of HDPE inlage.  |                                                                                       | -koel bewaren<br>-1 maand                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Ftalaten                                                                                                  | 100 ml                  | donker gekleurd glas                                                            | afzonderlijke fles                                                                    | -koel en donker                                                                                                                                                                                                                                                           |

| Bepaling van                 | Minimale hoeveelheid       | Materiaal van het recipiënt                                                     | Opmerkingen                                                              | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                                                                               |
|------------------------------|----------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                              |                            | met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage                      |                                                                          | bewaren<br>-4 dagen                                                                                                                                                                                                                           |
| Kationische surfactanten     | 25 ml                      | polypropyleen, polyethyleen of glas                                             | afzonderlijke fles                                                       | -koel bewaren<br>-14 dagen mits toevoeging van gelijke hoeveelheid acetonitrile ofwel 10% isopropanol en 1 mM LAS; solvent dient ofwel ten velde ofwel binnen 3 dagen na aankomst in labo toegevoegd te worden <b>aan het volledige staal</b> |
| Niet-ionogene surfactanten   | <del>100 ml</del><br>25 ml | polypropyleen, polyethyleen of glas                                             | afzonderlijke fles                                                       | - koel en donker bewaren,<br>- 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 <b>aan het volledige staal</b>                  |
| Formaldehyde                 | 100 ml                     | donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage | - afzonderlijke fles<br>- monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte) | - koel en donker bewaren<br>- 4 dagen                                                                                                                                                                                                         |
| Andere organische parameters | 100 ml                     | donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage | afzonderlijke fles                                                       | - koel en donker bewaren<br>- 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) Carbondiazim 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
- (9) Indien dicofol bepaald moet worden dient het staal op pH 2 gebracht te worden met HCl en de maximale bewaartermijn bedraagt dan 7 dagen

Tabel 2: Water - anorganische parameters

| Bepaling van       | Minimale volume                                                            | Materiaal van het recipiënt | Opmerking                                                                                                        | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                  |
|--------------------|----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Alkaliniteit       | 200 ml<br>(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<br>- in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup><br>- 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<br>(Volledig gevuld om luchtballen zo veel mogelijk te elimineren) | P of G                      |                                                                                                                  | - gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 1 dag<br>- in diepvries (<-18°C) <sup>(5)</sup> , 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                     |
| Broomaat           | 20 ml                                                                      | P of G                      | Indien ozon aanwezig, voeg 50 mg ethyleendiamine toe aan 1 l monster onmiddellijk na staalname. <sup>(12)</sup>  | - gekoeld (1 – 5°C), 1 maand                                                                                                                                                     |

| Bepaling van   | Minimale volume                                   | Materiaal van het recipiënt | Opmerking                                                                     | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
|----------------|---------------------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 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<br>- in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| Chloraat       | 25 ml                                             | P of G                      |                                                                               | - onmiddellijk na staalname, 1 dag<br>- voeg NaOH toe tot pH 10 ± 0.5, 7 dagen                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| Chloriet       | 25 ml                                             | P of G                      |                                                                               | - onmiddellijk na staalname, 1 dag<br>- voeg NaOH toe tot pH 10 ± 0.5, 7 dagen (indien geen gebruik van chloordioxide bij de behandeling van water)<br>- bij aanwezigheid van resten chloordioxide: purgeer binnen 1 dag het monster met een inert gas gedurende minstens 5 minuten, analyse binnen 1 dag of voeg NaOH toe tot pH 10 ± 0.5, 7 dagen |
| Chroom(VI)     | 100 ml                                            | P of G                      | Reductie- en oxidatieprocessen tijdens bewaring kunnen het monster veranderen | - gekoeld (1 – 5°C), 1 dag                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |
| CZV            | 50 ml                                             | P of G                      |                                                                               | - aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 1 maand<br>- 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<br>- in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| Geleidbaarheid | 50 ml<br>(Volledig gevuld om lucht te elimineren) | P of G                      | Bij voorkeur analyse ter plaatse.                                             | - gekoeld (1 – 5°C), 1 dag                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |



| Bepaling van                                    | Minimale volume | Materiaal van het recipiënt | Opmerking                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
|-------------------------------------------------|-----------------|-----------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Kjeldahl stikstof                               | 60 ml           | P of G                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | <ul style="list-style-type: none"> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math>, gekoeld (1 - 5°C) in het donker, 1 maand</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></li> </ul>                                                                                                                                                                                             |
| Kleur                                           | 20 ml           | P of G                      | Bij grondwater, rijk aan Fe(II), analyse ter plaatse binnen 5 min na monstername                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C) in het donker, 5 dagen</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| Kwik                                            | 50 ml           | P of G                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | <ul style="list-style-type: none"> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met <math>\text{HNO}_3</math> of HCl; bij aankomst in labo en binnen 3 dagen na monstername stabilisator (1% HCl + 0,009 mM <math>\text{KBrO}_3</math> 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></li> </ul> |
| MBAS                                            | 100 ml          | PP, PE of glas              | afzonderlijke fles                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>- gekoeld (1 – 5°C), en donker bewaren, 1 dag</li> <li>- 4 dagen mits toevoegen van 1% van 37% formaldehyde-oplossing</li> <li>- in diepvries (&lt;-18°C), 1 maand<sup>(10)</sup> na toevoegen van 1% van 37% formaldehyde-oplossing</li> </ul>                                                                                                                           |
| 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 <math>\text{HNO}_3</math> of HCl, 1 maand</li> <li>- Ti: aanzuren tot pH 1-2 met <math>\text{HNO}_3</math> of HCl, 1 maand</li> <li>- Na, Mg, K, Ca: bij toepassing IC mag conservering tot pH 3 ± 0.5 met <math>\text{HNO}_3</math><sup>(4)</sup></li> <li>- Totaal P: aanzuren tot pH 1-2 met <math>\text{HNO}_3</math> of <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math>, 1 maand</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>- aanzuren tot pH 1-2 met <math>\text{HNO}_3</math>, 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<br>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>                                                                                                                                                                                                                                                                         |

| Bepaling van             | Minimale volume                                    | Materiaal van het recipiënt | Opmerking                                                                                                                                 | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                                                                                     |
|--------------------------|----------------------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <del>NPOC</del>          | <del>20 ml</del>                                   | <del>P of G</del>           |                                                                                                                                           | <del>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</del><br><del>gekoeld (1 – 5°C), 7 dagen</del><br><del>in diepvries (&lt; -18°C), 1 maand<sup>(10)</sup></del>                |
| Ortho-fosfaat (opgelost) | 25 ml                                              | P of G                      | Filtratie ter plaatse<br>Voor analyse, oxiderende stoffen mogen worden verwijderd door toevoeging van ijzer(II)sulfaat of natriumarseniet | - gekoeld (1 – 5°C), 1 maand<br>- aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 1 maand<br>- in diepvries (< -18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                             |
| Ortho-fosfaat (totaal)   | 25 ml                                              | P of G                      |                                                                                                                                           | - gekoeld (1 – 5°C), 1 dag<br>- aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 1 maand<br>- in diepvries (< -18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                               |
| Opgeloste zuurstof       | 300 ml<br>(Volledig gevuld om lucht te elimineren) | P of G                      |                                                                                                                                           | - Zuurstof ter plaatse fixeren (cfr ISO 5813), monsters in het donker bewaren, 4 dagen<br>- De electrochemische methode moet ter plaatse worden uitgevoerd.                                                                         |
| Oxideerbaarheid          | 100 ml                                             | P of G                      | Analyse zo snel mogelijk na staalname                                                                                                     | - 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<br>- te velde aanzuren tot pH 1-2 met H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , in diepvries (< -18°C), 1 maand <sup>(10)</sup> |
| Perchloraat              | 25 ml                                              | P of G                      |                                                                                                                                           | - gekoeld (1 – 5°C), 1 maand                                                                                                                                                                                                        |
| pH                       | 50 ml<br>(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<br>- in diepvries (< -18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                                                                                                                                                   |
| Sulfide                  | 150 ml<br>(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<br>(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                      | <del>monsterfles volledig vullen (geen dampvrije ruimte)</del>                                                                            | - 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<br><del>Bij aanwezigheid van</del>                                                                                        |

| Bepaling van                             | Minimale volume                          | Materiaal van het recipiënt | Opmerking                                                                                     | Bewaringsvoorzorgen en -termijn                                                                                                                                 |
|------------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                          |                                          |                             |                                                                                               | <del>vluchtige componenten, analyse binnen 8 uur</del><br>- gekoeld (1 – 5°C), 7 dagen<br>- in diepvries (<-18°C), 1 maand <sup>(10)</sup>                      |
| Totaal anorganisch gebonden fluoride     | 500 ml                                   | P (niet PTFE)               |                                                                                               | - gekoeld (1 – 5°C), 1 maand<br>- 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<br>- 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<br>- 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

- 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.
- Indien voorafgaand aan de bemonstering het recipiënt wordt voorzien van zinkacetaat, dient NaOH pas worden toegevoegd na de bemonstering (vermijden van neerslagvorming).
- Referentie: Kohler P, *Ringversuch für die enzymatische Bestimmung von Harnstoff in badewasser*, Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg., 76, 1985, 470-477.
- 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
- Rekening houdend met de bijkomende opmerkingen beschreven in § 10 van ISO 5815-1.
- Eén recipiënt voor de bepaling van de elementen én Hg
- 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> of HCl kan bij aankomst in het labo onmiddellijk en binnen 3 dagen na monsternamen BrCl-oplossing<sup>(1)</sup> worden toegevoegd.
- 12) **Indien conservering ter plaatse niet mogelijk is, kan dit leiden tot een positieve bias van het meetresultaat. Bij overschrijding van de normwaarde moet hierover een opmerking op het analyseverslag worden gemaakt.**

Tabel 3: Water bacteriologische parameters

| Bepaling van                                               | Minimale volume | Materiaal van het recipiënt  | Opmerking                        | Aanbevolen en aanvaardbare bewaringsvoorzorgen en -termijn in uren volgens 150 19458 |                           |
|------------------------------------------------------------|-----------------|------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
|                                                            |                 |                              |                                  | Gekoelde bewaring (5±3°C)                                                            |                           |
|                                                            |                 |                              |                                  | aanbevelen                                                                           | aanvaardbaar <sup>b</sup> |
| Totaal kiemgetal (22°C, 37°C)                              | 20 ml           | P of G, steriel <sup>a</sup> | monsterfles niet volledig vullen | 8                                                                                    | 12                        |
| Coliformen                                                 | 100 ml          |                              |                                  | 12                                                                                   | 18                        |
| <i>E. coli</i>                                             | 100 ml          |                              |                                  | 12                                                                                   | 18                        |
| Enterokokken                                               | 100 ml          |                              |                                  | 12                                                                                   | 18                        |
| <i>Salmonella spp.</i>                                     | 1000 ml         |                              |                                  | 12                                                                                   | 18                        |
| <i>Legionella pneumophila</i> en <i>Legionella species</i> | 250 ml          |                              |                                  | 24                                                                                   | 48                        |
| Coagulase positieve stafylokokken                          | 100 ml          |                              |                                  | 8                                                                                    | 24                        |
| <i>Clostridium perfringens</i> (vegetatieve cellen)        | 100 ml          |                              |                                  | 12                                                                                   | 18                        |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i>                              | 100 ml          |                              |                                  | 8                                                                                    | 12                        |

500 ml monsterrecipiënten zijn meestal voldoende, indien minder dan vijf types micro-organismen worden gemeten, waarvoor telkens maximaal een volume van 100 ml nodig is. In sommige gevallen zijn andere volumes nodig: voor *Legionella spp.* is er minimaal 250 ml nodig of minimaal 500 ml indien de screening met PCR gebeurt, voor flessenwater is er voor analyse 250 ml per parameter nodig, voor *Salmonella spp.* is er tot 1 liter nodig.

<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, alsook bij koeltorens/klimaatregelingen, 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 van 0,1 mg/ml natriumsulfide-oplossing per 100 ml monster.

<sup>b</sup> De 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. Het laboratorium dient te streven naar de aanvaardbare termijnen door per

parameter de watermonsters chronologisch in te zetten volgens het uur van monsternamen en door de meest kritische parameters (zoals totaal kiemgetal en *Pseudomonas aeruginosa*) prioriteit te geven.

Vanuit praktisch oogpunt geldt voor alle bacteriologische parameters (met uitzondering van *Legionella*) een tolerantie van 24 uur vanaf dag/uur van monsternamen. Het overschrijden van deze tolerantie moet vermeld worden op het analyseverslag.

Tabel 4: Water – ecotoxicologische parameters en bioeliminatie

| Bepaling van                | Minimale hoeveelheid                                              | Materiaal van het recipiënt | Opmerkingen                                                 | Bewaringsvoorzorgen en maximale bewaartermijn                                                               |
|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Bacterietest                | 100 ml                                                            | P of G                      |                                                             | - 4 dagen gekoeld (1-5°C) <sup>(2)</sup><br>- 14 dagen diepvries (<-18°C) <sup>(3)</sup>                    |
| Algentest                   | 1000 ml                                                           | P of G                      |                                                             | - 4 dagen gekoeld (1-5°C) <sup>(2)</sup><br>- 14 dagen diepvries (<-18°C) <sup>(3)</sup>                    |
| Watervlo test               | 1000 ml                                                           | P of G                      |                                                             | - 4 dagen gekoeld (1-5°C) <sup>(2)</sup><br>- 14 dagen diepvries (<-18°C) <sup>(3)</sup>                    |
| Vistest met zebravisembryo  | 1000 ml                                                           | P of G                      | Test enkel in te zetten indien geleidbaarheid < 14000 µS/cm | - 4 dagen gekoeld (1-5°C) <sup>(2)</sup><br>- 14 dagen diepvries (<-18°C) <sup>(3)</sup>                    |
| Vistest met juveniele forel | 50 l                                                              | P of G                      | Test enkel in te zetten indien geleidbaarheid ≥ 14000 µS/cm | - 4 dagen gekoeld (1-5°C) <sup>(2)</sup><br>- 14 dagen diepvries (<-18°C) <sup>(3)</sup>                    |
| Zahn-Wellens                | 25 l water + 2.5 l actief slib van ontvangende WZl <sup>(1)</sup> | P of G                      |                                                             | - 24 u gekoeld (1-5°C) (water)<br>- 24 u, luchtdicht, donker, gekoeld (1-5°C), (actief slib) <sup>(4)</sup> |

- (1) Volumes voor bacterie, alg, watervlo en zebravisembryo test. Hoeveelheid slib en afvalwater herrekenen bij uitvoering van een vistest met forel, i.f.v. grootte van de vissen.
- (2) Bij uitzonderlijke omstandigheden (zoals herhalingen) kan de bewaartermijn in de koelkast verlengd worden tot 7 dagen. Indien verlenging van bewaartermijn van toepassing is voor een test wordt dit steeds gerapporteerd als afwijking.
- (3) 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. Indien de test werd uitgevoerd op ingevroren monsters dan wordt dit altijd gerapporteerd als afwijking.
- (4) Zie ISO 5667-15 (2009) m.b.t. parameters respiratie, biodegradatie.

## 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 5667-3:2018 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://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2010\\_Rapport\\_conservering\\_finaal.pdf](https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/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.