Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

http://www.emis.vito.be

Bepaling van het chemisch zuurstofverbruik (CZV)

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

http://www.emis.vito.be

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[a]:
  - Oppervlaktewaters worden standaard geanalyseerd in de **CZV range van 7 tot 125 mg O_2/l** (laag meetgebied), eventueel na verdunning.

  - ~~Bij een **CZV range van 7 tot 125 mg O_2/l (= routine)** wordt het monster standaard gemeten in het laag meetgebied~~
  - ~~Bij een CZV range van 125 tot 1000 mg O_2/l wordt het monster gemeten in het hoog meetgebied (125 – 1000 mg O_2/l)~~
  - ~~Bij een CZV waarde > 1000 mg O_2/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 1000 mg O_2/l en gemeten in het hoog meetgebied (125 – 1000 mg O_2/l)~~

  Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l[a]:
  - Oppervlaktewaters worden standaard geanalyseerd in de **CZV range van 7 tot 70 mg O_2/l** (laag meetgebied), eventueel na verdunning, met kuvetten hoog Cl gehalte (1 – 20 g Cl/l).

  - ~~Bij een **CZV range van 7 tot 70 mg O_2/l (=routine)** wordt het monster standaard gemeten in het laag meetgebied met kuvetten hoog Cl gehalte (7 – 70 mg O_2/l)~~
  - ~~Bij een CZV range van 70 tot 125 mg O_2/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 70 mg O_2/l en gemeten in het laag meetgebied.~~
  - ~~Bij een CZV waarde van 125 tot 1000 mg O_2/l wordt het monster gemeten in het hoog meetgebied met kuvettentest hoog Cl gehalte (70 – 1000 mg O_2/l).~~
  - ~~Bij een CZV waarde > 1000 mg O_2/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 1000 mg O_2/l en gemeten in het hoog meetgebied met de geschikte kuvetten.~~

  Opmerking: De kuvetten voor hoog chloride gehalte zijn toepasbaar voor monsters met een chloride gehalte gelegen tussen 1000 en 20000 mg Cl/l. Bij hogere chloride gehaltes wordt een minimale verdunning uitgevoerd.

- 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:

[a] Volgens specificaties leverancier

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

http://www.emis.vito.be

Bij een chloride gehalte kleiner dan 1000 mg/l[a]:

- Afvalwaters worden standaard geanalyseerd in de **CZV range vanaf 70 mg O_2/l (hoog meetgebied).**
- Bij een CZV waarde < 70 mg O_2/l wordt het monster gemeten in het laag meetgebied (7 – 70 mg O_2/l)

- ~~Bij een **CZV range van 70 tot** 1000 **mg O_2/l (= routine)** wordt het monster standaard gemeten in het hoog meetgebied (70 – 1000 mg O_2/l)~~
- ~~Bij een CZV waarde > 1000 mg O_2/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 1000 mg O_2/l en gemeten in het hoog meetgebied (70 – 1000 mg O_2/l)~~

Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l[a]:

- Afvalwaters worden standaard geanalyseerd in de **CZV range vanaf 70 mg O_2/l (hoog meetgebied)** met kuvetten hoog Cl gehalte (1 – 20 g Cl/l).
- Bij een CZV waarde < 70 mg O_2/l wordt het monster gemeten in het laag meetgebied (7-70 mg O_2/l) met kuvetten hoog Cl gehalte (1 – 20 g Cl/l).

- ~~Bij een **CZV range van 70 tot 1000 mg O_2/l (=routine)** wordt het monster standaard gemeten in het hoog meetgebied met kuvetten hoog Cl gehalte (70 – 1000 mg O_2/l).~~
- ~~Bij een CZV waarde van > 1000 mg O_2/l wordt het monster verdund tot een CZV gehalte < 1000 mg O_2/l en gemeten in het hoog meetgebied met de geschikte kuvetten.~~

Opmerking 1: De kuvetten voor hoog chloride gehalte zijn toepasbaar voor monsters met een chloride gehalte gelegen tussen 1000 en 20000 mg Cl/l. Bij hogere chloride gehaltes wordt een minimale verdunning uitgevoerd.

Opmerking 2: Monsters in het meetgebied > 70 mg O_2/l mogen verdund worden zolang na verdunning het gehalte aan CZV > 70 mg O_2/l blijft.

Opmerking 3: Voor het gebruik van de kuvetten voor het CZV meetgebied > 70 mg O_2/l en chloride gehalte > 1000 mg/l moet de voorgeschreven procedure strikt gevolgd worden. Het is belangrijk om de kuvet krachtig te schudden en het monster onmiddellijk na het schudden van de kuvet toe te voegen. Deze 2 stappen moeten achtereenvolgens worden uitgevoerd indien meer dan één kuvet wordt voorbereid. Voor deze kuvetten is centrifugeren noodzakelijk vooraleer de meting uit te voeren.

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 bij (148 ± 3)°C gedurende 2 uur ± 10 min.

- §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 RICHTLIJNEN VOORBEHANDELING KUVETTENTEST (CZV GEBIED > 70 MG O_2/L, CL GEHALTE > 1000 MG CL/L)

Bij het gebruik van de kuvettentest (CZV gebied > 70 mg O_2/l en Cl gehalte > 1000 mg Cl/l) is het volgen van het voorgeschreven protocol essentieel. Volgende stappen moet toegepast worden:

- Krachtig schudden van de kuvet om het sediment volledig in suspensie te brengen en onmiddellijk het monster pipetteren. Voer stap 1 en 2 achtereenvolgens uit indien meer dan één kuvet wordt voorbereid. Kuvet onmiddellijk sluiten en krachtig schudden.
- Centrifugatie van de kuvet om sediment volledig te laten bezinken.

2.2 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_2/l

    Opmerking: Voor deze analyse worden 2 blanco's gemeten: één blanco voor de autozero van het instrument en één blanco gemeten als monster (= controle).

    - Controlemonster: Kaliumwaterstofphtalaat ± 30 mg O_2/l (basis milieukwaliteitsnorm)), opvolging in controlekaart
  - Hoog CZV meetgebied: controlemonster: pyridine-2,3-dicarbonzuur 417 mg O_2/l, rendement ≥ 80%

    Opmerking: Los 0,3957 g pyridine-2,3-dicarbonzuur op in ultra puur water. Voeg 5 ml H_2SO_4 toe en leng aan tot 1000 ml.

- Bij een chloride gehalte groter dan 1000 mg/l:
  - Laag CZV meetgebied:
    - Blanco controle met hoge Cl concentratie (bijv. 10000 mg/l): eis < 7 mg O_2/l
    - Controlemonster: Kaliumwaterstofphtalaat ± 30 mg O_2/l met hoge Cl concentratie (bijv. 10000 mg/l), opvolging in controlekaart
  - Hoog CZV meetgebied: controlemonster: pyridine-2,3-dicarbonzuur 104.25 of 417 mg O_2/l (afh. van het gebruikte meetgebied) met hoge Cl concentratie (bijv. 10000 mg/l), rendement ≥ 80%

3 REFERENTIES

- ISO 15705:2002 Water quality – Determination of the chemical oxygen demand index (ST-COD) – Small-scale sealed-tube method.

http://www.emis.vito.be --- Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024