

Conservering en behandeling van watermonsters

INHOUD

1	DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED	3
2	TERMEN EN DEFINITIES	3
3	PRINCIPE	3
4	VOORBEHANDELING	14
4.1	<i>Homogenisatie</i>	14
4.2	<i>Deelbemonstering</i>	14
5	REFERENTIES	14

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 bewaartermijn van monsters is specifiek voor de te analyseren parameter. Monsters mogen niet langer bewaard worden dan de maximale bewaartermijn vermeld in deze procedure. In het laboratorium worden de monsters koel bewaard bij 3 ± 2 °C. Monsters voor elementanalyse die met zuur zijn geconserveerd, kunnen op kamertemperatuur worden bewaard. Ingevroren monsters worden bewaard bij een temperatuur < -18 °C, tenzij anders aangegeven.

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 **microbiologische 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 bewaar temperatuur en de te bemonsteren volumes en recipiënten wordt verwezen naar Tabel 3: *Water microbiologische 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

<i>Bepaling van</i>	<i>Minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
Minerale olie ⁽¹⁾	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren tot pH ≤ 2 met HCl, H ₂ SO ₄ of HNO ₃ -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 ₂ SO ₄ of HNO ₃ -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 ₂ SO ₄ of HNO ₃ -koel bewaren -1 maand
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen	25 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 ⁽²⁾⁽⁶⁾	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen / conische glazen stop (optioneel afdichten met PTFE film) of plastic stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte); -deelmonsternamen dient door analist te gebeuren (rechtstreeks in purgeervial van P&T of in meetvial van headspace); -indien monsterfles voor	koel bewaren en ofwel - 50 mg/l Na ₂ S ₂ O ₃ : 1 week - 50 g/l ascorbinezuur: 2 weken - aanzuren tot pH 1-2

Bepaling van	Minimale hoeveelheid	Materiaal van het recipiënt	Opmerkingen	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
			verschillende parameters, dan is de eerste deelmonsterneming voor oplosmiddelen	met HCl of H ₂ SO ₄ : 1 week
Matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen ⁽³⁾⁽⁹⁾	25 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	-monsterfles volledig vullen (geen damp ruimte) ⁽⁸⁾ -afzonderlijke fles	-koel en donker bewaren -1 maand
Polaire pesticiden (fenoxyazijnzuurderivaten, uronen, organofosforpestic. en triazines) ⁽⁴⁾⁽⁷⁾	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 ₂ S ₂ O ₃ of Na ₂ SO ₃ toevoegen per liter water -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	250 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-aanzuren met HCl, H ₃ PO ₄ of H ₂ SO ₄ tot pH ≤ 4 -koel en donker bewaren -21 dagen
AOF	500 ml	Glas, polypropyleen of hoge dichtheid polyethyleen; dop met PP of HDPE inlage.		geen
EOX, AOX, POX ⁽⁵⁾	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 ₂ SO ₃ toevoegen per liter water ; monsterfles volledig vullen -bij ontvangst in labo: aanzuren met 10 ml geconc. HNO ₃ per liter water -koel en donker bewaren -2 weken -1 maand (-18°C)
Gebromeerde brandvertragers	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen	afzonderlijke fles	-koel en donker (!) bewaren

<i>Bepaling van</i>	<i>Minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
		stop of plastic stop met teflon inlage		-1 maand
Per- en polyfluor-verbindingen ⁽¹⁰⁾	25 ml	Glas, polypropyleen of hoge dichtheid polyethyleen; dop met PP of HDPE inlage.		-koel bewaren -1 maand
Ultra korte keten per- en polyfluor-verbindingen ⁽¹⁰⁾	25 ml	Glas, polypropyleen of hoge dichtheid polyethyleen; dop met PP of HDPE inlage.		-koel bewaren -1 maand
Ftalaten	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	afzonderlijke fles	-koel en donker bewaren -4 dagen
Kationische surfactanten	25 ml	polypropyleen, polyethyleen of glas	afzonderlijke fles	-koel bewaren -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 aan het volledige staal
Niet-ionogene surfactanten	25 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 aan het volledige staal ten velde ofwel binnen 3 dagen na aankomst in labo
Formaldehyde	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	- afzonderlijke fles - monsterfles volledig vullen (geen dampruimte)	- koel en donker bewaren - 4 dagen
Gehalogeneerde azijnzuren (HAA's)	100 ml	Donker gekleurd PET, polypropyleen of polyethyleen; donker gekleurd glas met	Afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren, - 14 dagen mits additie van 100 mg/l

<i>Bepaling van</i>	<i>Minimale hoeveelheid</i>	<i>Materiaal van het recipiënt</i>	<i>Opmerkingen</i>	<i>Bewaringsvoorzorgen en -termijn</i>
		geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage		ammoniumchloride bij de staalname
Microcystine-LR	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	Afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren, - 21 dagen mits additie van 150 mg/l natriumthiosulfaat
Beta-estradiol	100 ml	donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	Afzonderlijke fles	- koel en donker bewaren, - 28 dagen mits additie van 150 mg/l ascorbinezuur
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 H₂SO₄.
- (2) Styreen en MTBE breken af in aanwezigheid van HCl of H₂SO₄ 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 Na₂S₂O₃ 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 Na₂EDTA 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
- (10) Voor de analyse van de ultrakorte keten PFAS moet niet noodzakelijk een apart recipiënt voorzien worden; voor de analyse van ultra korte keten PFAS mag ook een deelstaal van 1 ml uit het recipiënt van de PFAS genomen worden. De bewaartermijn van 1 maand geldt ook voor verdunningen van stalen in acetonitrile of methanol (1:1).

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 ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag
Ammonium stikstof	100 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 1 dag - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand ⁽¹⁰⁾ - aanzuren tot pH 1-2 met H_2SO_4 , gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 21 dagen
Bezinkbare stoffen	1000 ml	P of G		- onmiddellijk na staalname, 2 dagen
BZV	1000 ml (Volledig gevuld om luchtballen zo veel mogelijk te elimineren)	P of G		- gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$) in het donker, 1 dag - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$) ⁽⁵⁾ , 1 maand ⁽¹⁰⁾
Bromaat	20 ml	P of G	Indien ozon aanwezig, voeg 50 mg ethyleendiamine toe aan 1 l monster onmiddellijk na staalname. ⁽¹²⁾	- gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 maand
Bromide	25 ml	P of G		- gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 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 ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 maand - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand ⁽¹⁰⁾
Chloraat	25 ml	P of G		- indien een analyse binnen 2 dagen na staalname niet mogelijk is, voeg NaOH toe tot pH 10 ± 0.5 , 7 dagen

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
Chloriet	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - indien een analyse binnen 2 dagen na staalname niet mogelijk is, voeg NaOH toe tot pH 10 ± 0.5, 7 dagen (indien geen gebruik van chloordioxide bij de behandeling van water) - bij aanwezigheid van resten chloordioxide: purgeer binnen 1 dag het monster met een inert gas gedurende minstens 5 minuten, analyse binnen 2 dagen 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	<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag
CZV	50 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - aanzuren tot pH 1-2 met H_2SO_4, 1 maand - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾
Cyanide-totaal	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - NaOH toevoegen tot pH > 12, gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$) in het donker, 7 dagen
Cyanide-vrij	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - NaOH toevoegen tot pH > 12, gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$) in het donker, 7 dagen
Droogrest	1000 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag
Fenolindex	50 ml	G		<ul style="list-style-type: none"> - aanzuren tot pH < 4 met H_3PO_4 of H_2SO_4, 21 dagen
Fluoride	100 ml	P (niet PTFE)		<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 maand - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾
Geleidbaarheid	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag
Kjeldahl stikstof	60 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - aanzuren tot pH 1-2 met H_2SO_4, gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$) in het donker, 1 maand - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾
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"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$) in het donker, 5 dagen
Kwik	50 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - aanzuren tot pH 1-2 met HNO_3 of HCl; bij aankomst in labo en binnen 3 dagen na monstername stabilisator (1%

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
				HCl + 0,009 mM KBrO ₃ of 1% HCl + 2 mg/l Au) toevoegen, 1 maand ⁽⁶⁾ . Bij toepassing van CV-AAS/AFS wordt aan een deelmonster extra BrCl oplossing ⁽¹⁾ toegevoegd. ^(7, 11)
MBAS	100 ml	PP, PE of glas	afzonderlijke fles	<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), en donker bewaren, 1 dag - 4 dagen mits toevoegen van 1% van 37% formaldehyde-oplossing - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾ na toevoegen van 1% van 37% formaldehyde-oplossing
Metalen	100 ml,	P of G	<ul style="list-style-type: none"> - B en Si: geen conservering noodzakelijk - As, Sb en Sn: aanzuren tot pH 1-2 met HNO₃ of HCl, 1 maand - Ti: aanzuren tot pH 1-2 met HNO₃ of HCl, 1 maand - Na, Mg, K, Ca: bij toepassing IC mag conservering tot pH 3 ± 0.5 met HNO₃⁽⁴⁾ - Totaal P: aanzuren tot pH 1-2 met HNO₃ of H₂SO₄, 1 maand 	<ul style="list-style-type: none"> - aanzuren tot pH 1-2 met HNO₃, 1 maand (zie ook Hg) - Ag: in het labo stabilisatie met HCl - Sb: in het labo optioneel stabilisatie met HCl/HF
Nitraat	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾ - aanzuren tot pH 1-2 met HCl, 7 dagen
Nitriet stikstof Totaal geoxideerde stikstof	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾
Orthofosfaat	25 ml	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 dag - aanzuren tot pH 1-2 met H₂SO₄, 1 maand - in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand⁽¹⁰⁾
Opgeloste zuurstof	300 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G		<ul style="list-style-type: none"> - Zuurstof ter plaatse fixeren (cfr ISO 5813), monsters in het donker bewaren, 4 dagen - De electrochemische methode moet ter plaatse worden uitgevoerd.
Oxideerbaarheid	100 ml	P of G	Analyse zo snel mogelijk na	<ul style="list-style-type: none"> - te velde aanzuren tot pH 1-2 met H₂SO₄, gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$)

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Bewaringsvoorzorgen en -termijn
			staalname	in het donker, 2 dagen - te velde aanzuren tot pH 1-2 met H ₂ SO ₄ , in diepvries (<-18°C), 1 maand ⁽¹⁰⁾
Perchloraat	25 ml	P of G		- gekoeld (3 ± 2°C), 1 maand
pH	50 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Bij voorkeur analyse ter plaatse.	- gekoeld (3 ± 2°C), 1 dag
Silicaat (totaal)	50 ml	P		- gekoeld (3 ± 2°C), 1 maand
Sulfaat	25 ml	P of G		- gekoeld (3 ± 2°C), 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand ⁽¹⁰⁾
Sulfide	150 ml (Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P		- toevoegen van 2 ml zinkacetaat (10 g/l) (indien nodig NaOH tot pH >9 ⁽²⁾), gekoeld (3 ± 2°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 (3 ± 2°C), 2 dagen
TOC	20 ml	P of G		- aanzuren tot pH 1-2 met H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄ of HCl, 7 dagen - gekoeld (3 ± 2°C), 7 dagen - in diepvries (<-18°C), 1 maand ⁽¹⁰⁾
Totale hardheid (met titrimetrie)	100 ml	P of G		- gekoeld (3 ± 2°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 ₃ ⁽⁴⁾	- aanzuren tot pH 1-2 met HNO ₃ , 1 maand
Totale stikstof	100 ml	P of G		- gekoeld (3 ± 2°C) in het donker, 2 dagen - aanzuren tot pH 1-2 met H ₂ SO ₄ ⁽⁸⁾ of met HCl ⁽⁹⁾ , 1 maand - in diepvries (<-18°C), 1 maand ⁽¹⁰⁾
Troebelingsgraad	100 ml	P of G	Analyse bij voorkeur ter plaatse	- gekoeld (3 ± 2°C) in het donker, 1 dag
Ureum	100 ml	P of G		- per liter monster 1 ml natriumthiosulfaatoplossing (30 g/l), gekoeld (3 ± 2°C), 4 dagen ⁽³⁾
Vrij CO ₂	(Volledig gevuld om lucht te elimineren)	P of G	Analyse bij voorkeur ter plaatse	- gekoeld (3 ± 2°C), 1 dag
Zwevende stoffen	1000 ml	P of G		- gekoeld (3 ± 2°C), 2 dagen

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

- 1) 0.1 N KBr/KBrO₃ oplossing cfr NBN EN ISO 12846:2012: Los 1.39 g KBrO₃ op in 250 ml water. Los 5.95 g KBr op in 250 ml water. Meng gelijke delen van KBrO₃ oplossing met KBr oplossing. Aan 100 ml monster wordt 2 ml 0.1 N KBr/KBrO₃ 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/KBrO₃ 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⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ and Ba²⁺ 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
- 7) Referentie: ISO 12846 en VITO rapport 2011/MANT/R/021 (C. Vanhoof, K. Duysens 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) **Het gebruik van zwavelzuur als conservering kan neerslag van sulfaat op de katalysator veroorzaken** 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 HNO₃ of HCl kan bij aankomst in het labo onmiddellijk en binnen 3 dagen na monsternamen BrCl-oplossing⁽¹⁾ 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 microbiologische parameters

Bepaling van	Minimale volume	Materiaal van het recipiënt	Opmerking	Aanbevolen en aanvaardbare bewaringsvoorzorgen en -termijn in uren volgens 150 19458	
				aanbevolen	aanvaardbaar ^b
				Gekoelde bewaring (5±3°C)	
				aanbevolen	aanvaardbaar ^b
Totaal kiemgetal (22°C, 36°C)	20 ml	P of G, steriel ^a	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
Virussen: somatische colifagen	1000 ml			48	72

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.* en voor somatische colifagen is er tot 1 liter nodig.

^a 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 minimum 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.

^b 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) ⁽²⁾ - 14 dagen diepvries (<-18°C) ⁽³⁾
Algentest	1000 ml	P of G		- 4 dagen gekoeld (1-5°C) ⁽²⁾ - 14 dagen diepvries (<-18°C) ⁽³⁾
Watervlo test	1000 ml	P of G		- 4 dagen gekoeld (1-5°C) ⁽²⁾ - 14 dagen diepvries (<-18°C) ⁽³⁾

Vistest met zebravisembryo	1000 ml	P of G	Test enkel in te zetten indien geleidbaarheid < 14000 $\mu\text{S}/\text{cm}$	- 4 dagen gekoeld (1-5°C) ⁽²⁾ - 14 dagen diepvries (<-18°C) ⁽³⁾
Vistest met juveniele forel	50 l	P of G	Test enkel in te zetten indien geleidbaarheid \geq 14000 $\mu\text{S}/\text{cm}$	- 4 dagen gekoeld (1-5°C) ⁽²⁾ - 14 dagen diepvries (<-18°C) ⁽³⁾
Zahn-Wellens	25 l water + 2.5 l actief slib van ontvangende WZl ⁽¹⁾	P of G		- 24 u gekoeld (1-5°C) (water) - 24 u, luchtdicht, donker, gekoeld (1-5°C), (actief slib) ⁽⁴⁾

- (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 recipiënt.

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

5 REFERENTIES

- ISO 5667-3:2018 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
- NEN 5709:2006 Bodem - Monstervoorbehandeling voor de bepaling van organische en anorganische parameters in grond
- NPR 5870:2016 Afvalstoffen - Analyse van afvalstoffen – Monster-voorbehandeling 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 final.pdf](https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2010_Rapport_conservering_finaal.pdf)
- NBN EN ISO 12846:2012 Water quality – Determination of mercury – Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment (ISO 12846:2012).
- EN 25813:1992 Water quality - Determination of dissolved oxygen - Iodometric method (ISO 5813:1983)
- NBN EN ISO 19458: 2006 Water quality - Sampling for microbiological analysis (ISO 19458:2006).
- NBN EN ISO 5667-3:2024 Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples (ISO 5667-3:2024)