

CODE VAN GOEDE PRAKTIJK VOOR DE BEMONSTERING EN ANALYSE VAN AFVALWATER

INLEIDING

Volgens de ordonnantie van het Brussels Hoofdstedelijk Gewest (BHG) d.d. 25 maart 1999 betreffende de opsporing, vaststelling en vervolging van misdrijven inzake het leefmilieu kunnen de met toezicht belaste personeelsleden metingen van verontreinigingen verrichten en monsters nemen, of hiervoor beroep doen op door het BHG erkende laboratoria. Artikel 16 van deze ordonnantie vermeldt evenwel dat zulke monsternames moeten voldoen aan voorwaarden van representativiteit en kwaliteit en dat er voldoende monster moet genomen worden om een correcte evaluatie van de analyseresultaten toe te laten, dit echter zonder te specificeren welke deze voorwaarden zijn.

Om te voldoen aan de door de ordonnantie opgelegde voorwaarden en om een uniformiteit in de monstername en analyse te garanderen onafhankelijk van de uitvoerder ervan werd beslist tot het opstellen van een code van goede praktijk. De code moet dan ook een belangrijke bijdrage leveren aan het uniformiseren van de precisie en juistheid van analyseresultaten. Uiteindelijk zal het implementeren van deze code van goede praktijk resulteren in een verhoogde betrouwbaarheid en juridische onderbouwing van analyseresultaten wat op zijn beurt een belangrijke bijdrage moet leveren tot het handhaven van de milieuwetgeving van het BHG.

Onderstaande code is drieledig: naast richtlijnen voor monsternames worden ook de te gebruiken analysemethoden opgegeven en worden minimale voorwaarden voor de rapportering van zowel monsternames als analyseresultaten gegeven. Om een zo breed als mogelijke toepassing van deze code mogelijk te maken werd er steeds geopteerd voor het gebruik van internationaal erkende normmethoden wanneer deze beschikbaar waren. Wanneer echter binnen deze methodes één of meerdere keuzes werden toegelaten die mogelijk een invloed hebben op de meetwaarden wordt gebruik van één van de varianten opgelegd om een zo groot mogelijke uniformiteit tussen de resultaten te bekomen. Voor een aantal beproevingen of handelingen, waarvoor geen internationale normen aanwezig zijn of in geval deze niet zonder meer toepasbaar waren wordt verwezen naar eigen procedures.



DEEL 1: MONSTERNAME EN VOORBEHANDELING

Parameter / methode	Referentie
Schepmonster van afvalwater	CVGP2
Schepmonster van zwembadwater	CVGP3
Tijds- en debietsproportionele monstername	CVGP4
Monstername aan kraan	CVGP5
Hoeveeheden, bewaarcondities- en termijnen voor watermonsters	NBN EN ISO 5667-3:2012 (Opmerking 1)

Opmerking 1: indien 'opgeloste' parameters bepaald moeten worden, dient er ter plaatse gefiltreerd te worden vooraleer eventuele conserveermiddelen toegevoegd worden aan het watermonster.

DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE

Parameter	Referentie
Temperatuur	DIN 38404/C4:1976 (Opmerking 2)
pH	NBN ISO 10523:2012
Geleidbaarheid (25°C)	NBN EN 27888:1994 (Opmerking 3)
Opgeloste zuurstof	NBN EN ISO 5814:2012 EPA 360.3 ISO/DIS 17289
Vrije en gebonden chloor	NBN EN ISO 7393-2:2000 (Opmerking 4)

Opmerking 2: De temperatuur wordt gemeten in een volume van minstens 1 liter, hetzij rechtstreeks in het te bemonsteren water, hetzij in een afzonderlijke recipiënt. De thermometer moet regelmatig gecontroleerd worden ten opzichte van een gecertificeerde thermometer.

Opmerking 3: met als referentietemperatuur 25°C.

Opmerking 4: gebonden chloor wordt bekomen door het verschil van totale en vrije chloor. De meting voor vrije en totale chloor moet ter plaatse uitgevoerd worden, binnen 10 min. na monstername



DEEL 3: ANALYSE

Parameter	Referentie
AFVALWATER – ANORGANISCHE PARAMETERS	
Metalen, totaal en opgelost (Opmerking 1)	
Ontsluiting voor bepaling van metalen in water	NBN EN ISO 15587-1 NBN EN ISO 15587-2 (Opmerking 5)
Arseen (As)	Analyse: – ICP-OES (Opmerking 6): NBN EN ISO 11885:2009 – ICP-MS (Opmerking 7): NBN EN ISO 17294-1 NBN EN ISO 17294-2 – AAS, grafietoven NBN EN ISO 15586 – Hg NBN EN ISO 17852 NBN EN ISO 12846 – As: AAS hydride (Opmerking 8) NBN EN ISO 11969
Aluminium (Al)	
Barium (Ba)	
Boor (B)	
Cadmium (Cd)	
Chroom (Cr)	
Ijzer (Fe)	
Kobalt (Co)	
Koper (Cu)	
Lood (Pb)	
Nikkel (Ni)	
Tin (Sn)	
Zilver (Ag)	
Zink (Zn)	
Kwik (Hg)	
Chroom VI (CrVI)	ISO 11083:1994 NBN EN ISO 10304-3:1997 (Opmerking 9)
Andere anorganische parameters	
Bezinkbare stoffen	NBN T91-101:1974 (Opmerking 10)
Biochemische zuurstof-vraag (BOD5)	ISO 5815-1:2003 ISO 5815-2:2003 (Opmerking 11)
Chemische zuurstof-vraag (COD)	ISO 6060:1989 ISO 15705:2002 (Opmerking 12)
Cyanide, niet- chlooroxideerbare	(Opmerking 13)
Cyanide, totale	NBN EN ISO 14403-2:2012
Cyanide, vrije	NBN EN ISO 14403-2:2012 (Opmerking 13)
Fluoride, opgelost	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 10359-1:1992
Fluoride, totaal	WAC/III/C/020 WAC/III/C/022



Parameter	Referentie
Fosfaat, als totaal orthofosfaat	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 15681-1:2005 NBN EN ISO 15681-2:2005 NBN EN ISO 6878:2004 ISO/DIS 15923-1:2011
Fosfaat, als totaal fosfor (P)	NBN EN ISO15681-1:2005 NBN EN ISO 15681-2:2005 NBN EN ISO 11885:2009 NBN EN ISO 17294-1:2006 NBN EN ISO 17294-2:2006
Geleidbaarheid (T_{ref} 25°C)	NBN EN 27888:1994 (Opmerking 3) (Opmerking 14)
Stikstof, totaal (N)	NBN EN ISO 11905-1:1998 ISO 29441:2010 NBN EN 12260:2003 ISO/TR 11905-2:1997
Sulfaat, totaal (als S)	NBN EN ISO 10304-1:2009 ISO 22743:2006 ISO/FDIS 15923-1:2011
Sulfide, opgelost	ASTM D4658-92:1996 ISO 13358:1997 ISO 10530:1992
Temperatuur	DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE (Opmerking 15)
Zuurstof, opgelost	DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE (Opmerking 15)
Zuurtegraad (pH)	DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE (Opmerking 15)
Zwevende stoffen	NBN EN 872:2005 ISO 11923:1997

Opmerking 5: Voor de ontsluiting van metalen: ISO 15587-1 en ISO 15587-2.

Per reeks monsters die ontsloten worden, wordt er steeds een procedureblanco ontsloten. Dit is een volume ultra puur water dat de hele ontsluitingsprocedure doorloopt. Hierdoor wordt de zuiverheid van de zuren en eventuele andere contaminaties gecontroleerd.

De performantie van de ontsluitingsprocedure kan nagegaan worden door:

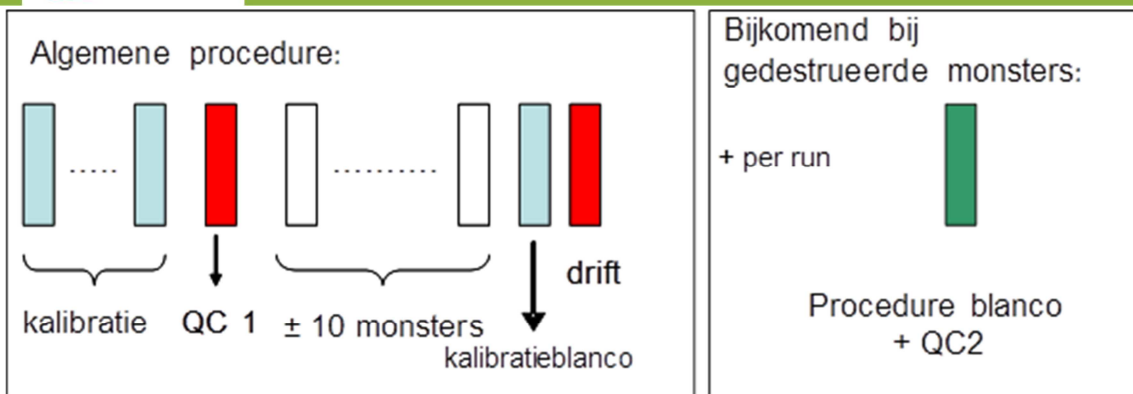
- een gecertificeerd referentiemateriaal te ontsluiten om zo te controleren op ontsluitingsrendement, juistheid en reproduceerbaarheid
- op regelmatige basis een controlemonster te ontsluiten en zo de reproduceerbaarheid na te gaan
- reële monsters te spiken (toevoegen) met een gekende hoeveelheid analiet

Afhankelijk van het type ontsluitingssysteem dient minstens 1x per jaar volgende controles/kalibraties te worden uitgevoerd:

- vermogens- en temperatuurskalibratie van microgolfovensystemen
- temperatuurscontrole van destructieblokken

De controle/kalibratie-eis dient te voldoen aan de specificaties van de fabrikant.

Volgende verduidelijking van de ontsluitings- en analyseprocedure wordt geformuleerd:



Waarbij :

- QC 1: onafhankelijk aangemaakte controle;
- Drift: kalibratiestandaard of onafhankelijke standaard (QC1);
- Bij gedestrueerde monsters dient per run van de microgolfoven/verwarmingstoestel een procedure blanco en een QC monster (QC2), die beiden de hele procedure hebben doorlopen, mee geanalyseerd te worden.

Opmerking 6: Het meten van 2 analytische lijnen per element (indien beschikbaar) om spectrale interferenties op te sporen, is noodzakelijk; de beoordeling hiervan wordt als “expert judgement” beschouwd. Voor elk element wordt aangegeven welke de aanbevolen lijn is, alsook de alternatieve lijn(en) indien beschikbaar.

Het gebruik van interne standaard(en) ter compensatie van niet spectrale interferenties is facultatief en moet tijdens de validatie van de methode worden geëvalueerd.

Opmerking 7: De controle op de aanwezigheid van mogelijke interferenten is noodzakelijk, maar kan op verschillende manieren worden ingevuld binnen een laboratorium, zoals:

- het meten van 2 isotopen (indien analytisch haalbaar en met de minste interferentie) per element om spectrale interferenties op te sporen wordt aanbevolen en de beoordeling hiervan wordt als “expert judgement” beschouwd. Voor elk element wordt aangegeven welke de aanbevolen isotoop is, alsook de alternatieve isotoop(en) indien beschikbaar.
- het uitvoeren van een voorafgaandelijke screening van de gekende interferenten bij een welgedefinieerde matrix

Bij de bepaling van Ag en Sb is een bijkomende stabilisatie nodig met HCl. Voor de stabilisatie van Sb kan, mits validatie, ook een andere stabilisator (bv. tartaarzuur, HF) worden gebruikt.

De grootte van de interferenties (bij gebruik van correctiefactoren) of de eliminatie van interferenten (bij gebruik van collision of reaction cell) dient gecontroleerd te worden. Mogelijke procedures zijn:

- toevoegen van interferenten (bv. Cl, S, P, C) aan de onafhankelijke controle
- analyse van een gecertificeerd referentiemateriaal met een matrix representatief voor de te analyseren monsters
- additie van interferenten aan het te analyseren monster

Opmerking 8: Zet alle instrumentparameters van de atomaire absorptie spectrometer volgens de richtlijnen in de handleiding van de fabrikant (golflengten As: 193,7 nm; Sb: 217,6 nm; Se: 196 nm).

Volg de instructies van de fabrikant voor de instellingen op de gas-vloeistofscheider.

Zoek de optimale positie van de absorptiecel teneinde een maximale transmissie van de lichtstraal te krijgen.

Stuur een argon- of stikstofstroom doorheen het systeem en zet het instrument op nul.



Meet de absorptie van de oplossingen in de volgende volgorde : blanco oplossing , ijkoplossingen , monsters

Voer een heranalyse van iedere oplossing uit en verwerk het gemiddelde van deze metingen.

Opmerking 9: Er wordt aanbevolen om in eerste instantie en binnen de houdbaarheid van chroom VI, chroom totaal te meten. Indien chroom totaal kleiner is dan de norm voor chroom VI dan moet deze laatste parameter niet gemeten worden.

Opmerking 10: In elke meetreeks wordt één duplo uitgevoerd. De verschillen tussen beide resultaten worden beoordeeld gebruik makend van de gegevens uit het validatierapport.

Opmerking 11: Als incubatietijd wordt 5 dagen \pm 6 uur weerhouden.

Voor een gekend monster met minimale schommelingen in BOD-concentratie, dienen minstens 3 verdunningen ingezet te worden.

Voor onbekende monsters worden minstens 5 verdunningen ingezet.

De standaard BOD-procedure omvat een incubatie van 5 dagen bij 20 °C. Door incubatie van het monster gedurende maximaal 2 dagen bij (0-4) °C gevolgd door een incubatie gedurende 5 dagen bij 20 °C, wordt een BOD₂₊₅ resultaat bekomen.

Als entwater wordt omwille van vergelijkbaarheid enkel commercieel beschikbaar entmateriaal weerhouden. Andere enten kunnen gebruikt worden mits vermelding op het analyseverslag.

Indien het resterende zuurstofgehalte na 5 dagen niet gelegen is tussen 1/3 (33%) en 2/3 (66%) van het oorspronkelijk zuurstofgehalte, mag het resultaat binnen de 20 -80% grens gerapporteerd worden mits opmerking op het analyseverslag. Dit blijft een uitzonderingsmaatregel.

Opmerking 12: De extra toevoeging van HgSO₄ bij hoog chloridegehalte dient niet bijkomend voorzien te worden.

Opmerking 13: ISO 14403-2 bevat zowel de methode beschreven in WAC (WAC/III/C/030) als de methode beschreven in het CWEA (E-II-4). Beide methoden zijn verschillend, maar de ISO-norm beschrijft geen voor-of nadeel voor één van beide. Analytisch gezien worden de chlooroxideerbare cyaniden gelijkgesteld aan de vrije cyaniden.

Opmerking 14: bij voorkeur meting ter plaatse (bij monstername)

Opmerking 15: deze meting moet ter plaatse uitgevoerd worden (bij monstername)



Parameter	Referentie
AFVALWATER – ORGANISCHE PARAMETERS	
AOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	NBN EN ISO 9562
EOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	WAC/IV/B/010
VOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	WAC/IV/B/012
Stoffen extraheerbaar met petroleumether	WAC/IV/B/005
Stoffen extraheerbaar met CCl ₄	WAC/IV/B/026 (Opmerking 16)
Minerale olie (GC-FID)	ISO/DIS 9377-2
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK), 16 EPA	
naftaleen	NBN EN ISO 17993:2004 ISO 28540:2011
acenaftyleen	
acenafteen	
fluoreen	
fenanthreen	
anthraceen	
fluoranteen	
pyreen	
benzo(a)anthraceen	
chryseen	
benzo(b)fluoranteen	
benzo(k)fluoranteen	
benzo(a)pyreen	
indeno(1,2,3-cd)pyreen	
dibenzo(a,h)antraceen	
benzo(g,h,i)peryleen	
Vluchtige organische stoffen (VOC)	
benzeen	NBN EN ISO 15680:2004 ISO 11423-1:1997
tolueen	
xylenen (som van o-,p- en m-xyleen)	
Ethylbenzeen	
styreen	
MTBE	
1,2-dichloorethaan	
dichloormethaan	
tetrachloorethyleen,	
tetrachloormethaan	
trichloorbenzenen: 1,2,4 trichloorbenzeen 1,2,3-trichloorbenzeen 1,3,5-trichloorbenzeen	
trichloorethyleen,	



Parameter	Referentie
trichloormethaan	
vinylchloride	
Matig vluchtige gehalogeneerde organische verbindingen (MVOC)	
heptachloor	NBN EN ISO 6468:1997
hexachloorbenzeen	
hexachloorbutadieen	
hexachloorcyclo-hexaan (alfa, beta, gamma, delta)	
trichloorbenzenen: 1,2,4trichloorbenzeen, 1,2,3trichloorbenzeen, 1,3,5trichloorbenzeen	
Fenolen, als totaal C	
fenol	ISO 8165-2:1999
2-methylfenol	
3-methylfenol	
4-methylfenol	
2,4-dimethylfenol	
4-ethylfenol	
2,6-bis(1,1-dimethyl-ethyl)-4-methylfenol	
2-phenylfenol	
2-benzylfenol	
2-benzyl-4-methylfenol	
2-chloorfenol	
3-chloorfenol	
4-chloorfenol	
4-chloro-2-methylfenol	
4-chloro-3-methylfenol	
6-chloro-3-methylfenol	
2,4-dichloor-3,5-dimethylfenol	
2-chloro-4-t-butylfenol	
2-cyclopentyl-4-chloorfenol	
4-chloro-2-benzylfenol	
6-chloro-5-methyl-2-(1-methylethyl)fenol	
2,3-dichloorfenol	
2,4-dichloorfenol	
2,5-dichloorfenol	
2,6-dichloorfenol	
2,4,6-trichloorfenol	
2,3,5-trichloorfenol	
2,4,5-trichloorfenol	



Parameter	Referentie
2,3,6-trichloorfenol	
2,3,4,5-tetrachloorfenol	
2,3,4,6-tetrachloorfenol	
2,3,5,6-tetrachloorfenol	
Pentachloorfenol	

Opmerking 16: De term met tetrachlooretheen extraheerbare apolaire stoffen dekt de in de milieuwetgeving voorkomende termen “perchlooretheen extraheerbare apolaire stoffen”, “met CCl₄ extraheerbare stoffen”, “alifatische en naftische koolwaterstoffen” en “minerale oliën”.

Parameter	Referentie
Zwembaden	
Zuurtegraad (pH)	DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE (Opmerking 15)
Vrije en gebonden chloor	DEEL 2: METINGEN TER PLAATSE (Opmerking 4)
Ureum	Enzymatische omzetting ureum naar ammonium: NEN 6494 Analyse ammonium: ISO 7150-1 ISO 11732 ISO 5664 ISO 14911 ISO/DIS 15923-1
Chloroform	NBN EN ISO 15680:2004 ISO 11423-1:1997
Oxideerbaarheid	NBN EN ISO 8467:1995
Chloriden	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 10304-4:1999 NBN EN ISO 15682:2001 ISO/DIS 15923-1:2011

PRESTATIEKENMERKEN EN RAPPORTERING

Parameter / methode	Referentie
Rapportage van monsternames en analysesresultaten	CVGP6

