



Meten en bemonsteren van afvalwater

werkgroep III

maart 1998



Inhoud

1	INLEIDING	5
2	DEBIETMETING IN OPEN EN GESLOTEN SYSTEMEN	7
2.1	Methoden voor debietmetingen	7
2.2	Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen	8
2.2.1	Nauwkeurigheid van de meetvoorziening	9
2.2.2	Controle en kalibratie van meetapparatuur	9
2.2.3	Staat van onderhoud van meetapparatuur	10
2.2.4	Mogelijkheid tot en wijze van controle van apparatuur	10
2.3	Overzicht huidige mogelijkheden en principes voor debietmeting	11
2.3.1	Open meetsystemen	11
2.3.1.1	Meetschotten	11
2.3.1.2	Meetgoten	12
2.3.1.3	Apparatuur voor hoogtemeting in open meetsystemen	12
2.3.2	Gesloten meetsystemen	13
2.3.2.1	Elektromagnetische flowmeters	13
2.3.2.2	Ultrasone debietmeters	13
2.4	Door leveranciers van meetapparatuur opgegeven specificaties	14
2.4.1	Debietmeting in open systemen	14
2.4.2	Debietmeting in gesloten systemen	14
2.4.3	Kalibreren van debietmeters	15
2.5	Knelpunten	16
2.6	Conclusies en aanbevelingen	17
2.6.1	Algemeen	17
2.6.2	Open systemen	17
2.6.3	Gesloten systemen	17
3	BEMONSTERING	19
3.1	Steekbemonstering	19
3.1.1	Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen	19
3.1.1.1	Plaats van onttrekking van het monster	20
3.1.1.2	Wijze van bemonstering	20
3.1.2	Knelpunten	21
3.1.3	Conclusies en aanbevelingen	21
3.2	Automatische bemonstering	22
3.2.1	Methoden voor automatische bemonstering	22
3.2.2	Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen	23
3.2.2.1	Algemeen	23
3.2.2.2	Plaats waar het monster wordt onttrokken	23
3.2.2.3	Afstand tussen de plaats van onttrekking van het monster en de bemonsteringsapparatuur	24
3.2.2.4	Diameter leidingwerk	24
3.2.2.5	Wijze van afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat	25
3.2.2.6	Bemonsteringsinterval	25
3.2.2.7	Volume per deelmonster	25
3.2.2.8	Uitvoering van het monsterverzamelvat	26
3.2.2.9	Conservering van de inhoud v/h monsterverzamelvat	26
3.2.2.10	Aanzuignelheid (bij vacuüm- en slangenpomp- bemonstering)	27

3.2.2.11	Mogelijkheden tot en wijze van controle van bemonsteringsapparatuur.....	28
3.2.2.12	Staat van onderhoud en reiniging van apparatuur	28
3.2.3	Overzicht huidige mogelijkheden en principes voor automatische bemonstering	28
3.2.3.1	Vacuümbemonstering.....	29
3.2.3.2	Slangenpompbemonstering.....	29
3.2.3.3	Plunjerbemonstering	29
3.2.3.4	Bemonstering uit drukleidingen met behulp van een tweewegklep	30
3.2.4	Door leveranciers van automatische bemonsterings-apparatuur opgegeven specificaties	30
3.2.4.1	Vacuümbemonstering.....	30
3.2.4.2	Slangenpompbemonstering.....	31
3.2.4.3	Plunjerbemonstering	31
3.2.4.4	Bemonstering uit drukleidingen met behulp van een tweewegklep	32
3.2.5	Knelpunten.....	32
3.2.6	Praktijkonderzoek.....	32
3.2.6.1	Leidingdiameter	32
3.2.6.2	Aanzuigsnelheid.....	33
3.2.6.3	Koeling en chemische conservering	34
3.2.6.4	Koeling.....	35
3.2.6.5	Vergelijking vacuüm- en 'in-line'-bemonstering	36
3.2.7	Conclusies en aanbevelingen.....	37
3.2.7.1	Plaats waar het monster wordt onttrokken	37
3.2.7.2	Afstand tussen de plaats van onttrekking van het monster en de bemonsteringsapparatuur	37
3.2.7.3	Diameter leidingwerk.....	38
3.2.7.4	Aanzuigsnelheid (bij vacuüm- en slangenpomp-bemonstering)	38
3.2.7.5	Keuze voor een geschikt bemonsteringssysteem	38
3.2.7.6	Bemonsteringsinterval en volume per deelmonster	38
3.2.7.7	Wijze van afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat	39
3.2.7.8	Uitvoering van het monsterverzamelvat	39
3.2.7.9	Conservering van de inhoud v/h monsterverzamelvat	39
3.2.7.10	Mogelijkheden tot en wijze van controle van bemonsteringsapparatuur.....	40
3.2.7.11	Staat van onderhoud en reiniging van apparatuur	40
4	MONSTERBEHANDELING.....	41
4.1	Algemeen.....	41
4.1.1	Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen	41
4.1.1.1	Reiniging van de te gebruiken middelen.....	41
4.1.1.2	Materiaal en voorbehandeling monsterflessen.....	42
4.1.1.3	Wijze van homogeniseren van het monster.....	44
4.1.1.4	Vullingsgraad monsterflessen.....	45
4.1.1.5	Tijdsduur tussen bemonstering en analyse	45
4.1.2	Conclusies en aanbevelingen.....	47
4.1.2.1	Reiniging van de te gebruiken middelen.....	47
4.1.2.2	Materiaal en voorbehandeling monsterflessen.....	48
4.1.2.3	Wijze van homogeniseren van het monster.....	48
4.1.2.4	Vullingsgraad monsterflessen.....	48
4.1.2.5	Tijdsduur tussen bemonstering en analyse	48
4.2	Conservering.....	48
4.2.1	Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen	48
4.2.1.1	Koelen tijdens transport en opslag.....	49

4.2.1.2	Chemische conservering	50
4.2.2	Praktijkonderzoek.....	51
4.2.3	Conclusies en aanbevelingen.....	52
5	SAMENVATTING VAN AANBEVELINGEN.....	54
5.1	Debietmeting.....	54
5.1.1	Algemeen.....	54
5.1.2	Open systemen.....	54
5.1.3	Gesloten systemen.....	55
5.2	Bemonstering.....	55
5.2.1	Steekbemonstering	55
5.2.2	Automatische bemonstering	56
5.3	Monsterbehandeling.....	57
6	TEKSTVOORSTEL, OP TE NEMEN IN BIJLAGE I VAN HET UITVOERINGSBESLUIT VERONTREINIGING RIJKSWATEREN.....	60
7	LITERATUUROVERZICHT	78
8	BEGRIPPENLIJST.....	80
9	BIJLAGEN	83

Bijlagen:

1. Onderzoek leidingdiameter (pag. 1, 2, 5 en 6 van 10).
2. Onderzoek aanzuigsnelheid (pag. 1, 2, 5 en 6 van 10).
3. Onderzoek koeling en chemische conservering (pag. 1,2 en 3 van 21).
4. Vervolgonderzoek koeling (pag. 1 en 2 van 18).
5. Onderzoek vergelijking 'in-line'- en vacuümbemonsteringsapparaat (pag. 1 van 23).
6. Onderzoek conservering van monsters, te analyseren op heffingsparameters (pag. 1 en 2 van 47).
7. Verslag van de bespreking met een koeltechnicus.
8. Beschrijving van de gebruikte statistische formules.
9. Berekeningswijze van de aanzuigsnelheid bij vacuümapparatuur.
10. Schematische tekeningen van bij het praktijkonderzoek gebruikte bemonsteringsapparatuur.
11. Vervolgonderzoek conservering (pag. 1 van 73).
12. Temperatuurgrafieken (niet opgenomen).

De pagina's die niet zijn opgenomen in dit rapport liggen ter inzage bij het secretariaat van de CIW III

1 Inleiding

In het kader van de vergunningverlening en handhaving van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren (WVO) en voor de vaststelling van de verontreinigingsheffing stellen waterkwaliteitsbeheerders eisen aan de wijze van meten en bemonsteren van afvalwater. Voor het opstellen van deze eisen wordt uitgegaan van diverse bestaande voorschriften en richtlijnen.

In Bijlage I van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren (UVR) zijn onder 'A. Wijze van meting en bemonstering', voorschriften opgenomen die in acht genomen moeten worden bij de berekening van het aantal inwonerequivalenten van zuurstofbindende en andere stoffen van een bedrijfsruimte.

In de Nederlandse praktijkrichtlijn NPR 6600 van april 1993 worden voor bemonstering van industrieel afvalwater en rioolwater onder § 3.4 algemene aanwijzingen voor de opzet en uitvoering van bemonsteringen gegeven. Tevens worden aanwijzingen gegeven voor de daarbij te gebruiken toestellen.

In de ontwerp Nederlandse praktijkrichtlijn o-NPR 6601 worden richtlijnen gegeven voor de conservering en behandeling van monsters voor fysisch en chemisch onderzoek.

Het ontbreken van eenduidigheid in deze voorschriften en richtlijnen wordt als een probleem ervaren. Verder zijn de voorschriften en richtlijnen vrij algemeen van aard. Bij de diverse waterkwaliteitsbeheerders bestaat dan ook behoefte aan een duidelijke uniforme richtlijn met betrekking tot de wijze van meten en bemonsteren van afvalwater.

Op initiatief van de werkgroep III van de Coördinatiecommissie Uitvoering Wet Verontreiniging Oppervlaktewateren (CUWVO) is in september 1993 de subwerkgroep 'Meting en bemonstering van afvalwater' ingesteld. Deze subgroep kreeg de opdracht de bestaande voorschriften en procedures op het gebied van het meten en bemonsteren van afvalwater en de behandeling van afvalwatermonsters tot aan het chemisch-analytisch onderzoek te inventariseren en te controleren op onder andere volledigheid en uitvoerbaarheid. Aan de subgroep werd opgedragen een tekst te ontwerpen die onderdeel A. van Bijlage I van het UVR zou kunnen vervangen. De taken van de subgroep zijn als volgt omschreven:

- het inventariseren van bestaande methoden van meting en bemonstering van afvalwater en conservering, transport en voorbereiding van afvalwatermonsters;
- het zo nodig formuleren en uitvoeren van praktijkonderzoek;
- het opstellen van voorschriften en richtlijnen inzake meting en bemonstering van afvalwater en conservering, transport en voorbereiding van afvalwatermonsters;
- het definiëren van niet in richtlijnen of voorschriften opgenomen procedures en eventuele knelpunten met betrekking tot de bovengenoemde punten.

Bij het uitvoeren van het onderzoek zijn de prioriteiten gelegd bij de wijze van meten en bemonsteren in het kader van de vaststelling

van de verontreinigingsheffing.

Er is ook, hetzij in mindere mate, aandacht besteed aan aspecten die meer samenhangen met de wijze van meten en bemonsteren in het kader van de vergunningverlening en de handhaving van de WVO (onder andere steekbemonstering en vluchtige bestanddelen).

De samenstelling van de subgroep is als volgt:

- | | |
|-------------------------------|--|
| - Dhr. R. Dilling | - Zuiveringsschap Drenthe; |
| - Dhr. H. Hiddink | - Waterschap Regge en Dinkel; |
| - Dhr. ing. R.J. van den Hoek | - RIZA (voorzitter); |
| - Dhr. ing. W. Nel | - RIZA; |
| - Dhr. ing. R.J.J.C.M. Rensen | - HHRS van West-Brabant; |
| - Dhr. H.H. Wertheim | - Gem. Amsterdam, afd. Bedrijfsafvalwater. |

De werkzaamheden ten behoeve van het onderzoek, alsmede het secretariaat, zijn op aanwijzing van de subgroep uitgevoerd door de heren W. van Mourik en ing. H.J. Vosseveld van Tauw Milieu bv te Deventer.

In dit rapport wordt per onderdeel meten, bemonsteren en monsterbehandeling respectievelijk hoofdstukken 2, 3 en 4 ingegaan op de methoden, bestaande eisen/richtlijnen, knelpunten en uitvoering van praktijkonderzoek.

In hoofdstuk 5 wordt een samenvatting van de aanbevelingen gegeven. Een voorstel voor de tekst die artikel 13 en de onderdelen A, B en C van Bijlage I bij het UVR kan vervangen is in hoofdstuk 6 weergegeven.

Omwille van de geheimhouding zijn de namen van de bij dit onderzoek betrokken leveranciers van apparatuur niet in dit rapport genoemd.

2 Debietmeting in open en gesloten systemen

In dit hoofdstuk wordt de apparatuur behandeld die geschikt is voor het meten van afvalwaterdebieten. Het hoofdstuk is als volgt opgebouwd:

In § 2.1 wordt aangegeven welke methoden kunnen worden gebruikt voor het meten van afvalwaterdebieten.

§ 2.2 geeft een overzicht van de in geraadpleegde literatuur gevonden eisen en richtlijnen voor debietmetende apparatuur.

§ 2.3 geeft een overzicht van voor het meten van afvalwaterstromen geschikte meetsystemen en hun mogelijkheden. Daarbij worden alleen die systemen behandeld die op het moment van verschijnen van dit rapport (vrij) algemeen in gebruik zijn.

In § 2.4 wordt een overzicht gegeven van door leveranciers van meetapparatuur opgegeven specificaties.

In § 2.5 is een aantal knelpunten genoemd met betrekking tot debietmeting van afvalwater.

§ 2.6 tenslotte geeft een overzicht van conclusies en de door de subgroep aanbevolen voorschriften en richtlijnen.

2.1 Methoden voor debietmetingen

Hierna zal een overzicht worden gegeven van methoden voor het meten van afvalwaterdebieten. In het overzicht wordt onderscheid gemaakt tussen open en gesloten meetsystemen.

Bij open meetsystemen (meetputten en meetgoten) wordt het via de meetvoorziening geloosde debiet gerelateerd aan de hoogte van het waterniveau voor een obstructie. De volgende gangbare methoden kunnen worden gebruikt voor het meten van de opstuwning:

- het borrelbuissysteem, waarbij de drukweerstand wordt gemeten van lucht die op een vaste hoogte in de waterstroom wordt geblazen;
- het echosysteem of ultrasoon (ultrasonoor) systeem, waarbij de tijd wordt gemeten die een geluidssignaal nodig heeft om van een vast opgestelde zender via het wateroppervlak de ontvanger te bereiken.

De volgende methoden zijn ook bruikbaar voor het meten van opstuwning maar worden niet of nauwelijks toegepast:

- het drukdoosysteem, waarbij met een drukdoos op de bodem van de put (of net daarboven) de hydrostatische druk van de bovenstaande waterkolom wordt gemeten;
- het vlottersysteem, waarbij de hoogte van de opstuwning wordt gemeten met een drijflichaam;
- het elektrode- of naaldsysteem, waarbij een naaldvormige elektrode met korte tussenpozen wordt neergelaten tot deze het wateroppervlak raakt;

In gesloten meetsystemen wordt het debiet gemeten met een in de leiding opgenomen debietmeter. De meest gangbare methode voor het meten van afvalwaterdebieten in gesloten leidingen is de elektromagnetische flowmeter of magnetisch-inductieve flowmeter, ge-

baseerd op 'de wet van Faraday'.

De volgende methoden kunnen worden gebruikt voor metingen in gesloten leidingen, maar zijn minder gangbaar dan de elektromagnetische flowmeter:

- de ultrasone debietmeter, waarbij de verschuiving van de frequentie van een door de waterstroom gezonden geluidsgolf gerelateerd wordt aan het debiet (dopplermeter) of waarbij de tijd die een door de waterstroom gezonden geluidspuls nodig heeft wordt gerelateerd aan het debiet (looptijdmeter). Wanneer gesproken wordt van ultrasone debietmeter wordt meestal de looptijdmeter bedoeld;
- drukverschilmeters, waarbij het drukverschil voor en achter een obstructie maatgevend is voor de stroomsnelheid van het water. De obstructie kan bestaan uit een meetschijf, een meettuit of een venturi (niet geschikt voor het meten van inhomogeen afvalwater);
- massaflowmeting, gebaseerd op het 'Coriolis-effect' (zeer nauwkeurig, echter relatief duur);
- verplaatsingsflowmeters, waarbij met een schoepenwiel, tandrad of ringzuiger, nauw aansluitend op de wanden van de meter, het debiet gemeten wordt (voor het meten van inhomogene waterstromen vaak ongeschikt);
- propeller- en turbine-flowmeters, waarbij de snelheid van de waterstroom wordt gemeten met een schoepenwiel (voor het meten van inhomogene waterstromen vaak ongeschikt);
- rotameter of tolvlottermeter, waarbij het debiet wordt aangegeven door een vlotter die in een naar beneden taps toelopende buis vrij kan bewegen, (geeft slechts het momentane debiet aan en is ongeschikt voor het meten van inhomogene waterstromen).

2.2 Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen

Deze paragraaf geeft een overzicht van bestaande eisen en richtlijnen voor debietmetingen. De eisen/richtlijnen zijn zo mogelijk letterlijk uit de bronnen overgenomen. De afkortingen in de bronvermelding staan voor:

- Uvr Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren [3];
- HWB Bijlagen A en B, behorende bij de meetbeschikking van het Hoogheemraadschap West-Brabant [4];
- WRD Algemene voorschriften welke bij meting en bemonstering moeten worden nagestreefd, Waterschap Regge en Dinkel [5];
- WF Gedragsregels metende instanties in Friesland, Waterschap Friesland (concept) [6];
- NPR Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6600 [12].

2.2.1 Nauwkeurigheid van de meetvoorziening

Bron:

Uvr De meting van de afvalwaterhoeveelheid zal geen grotere afwijkingen mogen vertonen dan 5%. Zij kan geschieden zowel in de afvalwaterstroom als in het watertoevoersysteem van het bedrijf. In het laatste geval mag de afgevoerde hoeveelheid afvalwater niet groter zijn dan de toegevoerde hoeveelheid water.

HWB De nauwkeurigheid van de meting van de afvalwaterhoeveelheid mag geen grotere afwijking vertonen dan 5%. Vindt meting plaats in het watertoevoersysteem van de bedrijfsruimte dan dient de meetnauwkeurigheid te voldoen aan de KIWA-eisen, zijnde 2% meetnauwkeurigheid.

NPR De debietmeetvoorziening moet ook voor de monsterneming geschikt zijn.

2.2.2 Controle en kalibratie van meetapparatuur

Bron:

HWB Regelmatig, doch tenminste tweemaal per jaar, dient de goede werking van de apparatuur te worden gecontroleerd en zonodig te worden bijgesteld. Voor wat betreft het ijken van elektromagnetische flowmeters houdt dit in: het testen van de meetversteker via een simulator en het eventueel herstellen van afwijkingen. Testelementen zijn: lineariteit, versterkingsfactor en eventueel nulpunt. Tenminste 1x per twee jaar dient natte ijking plaats te vinden. Bij voorkeur moet de ijking in de ingebouwde situatie plaatsvinden. Indien dit niet mogelijk is moet ijking van de meetbuis plaatsvinden met de bij de meetbuis behorende signaalomvormer. Voor wat betreft het ijken van niveaumeters voor open kanalen bestaat het ijken uit de controle op de juiste hoogte-instelling van de meetopnemer zowel op het meetpunt zelf als op de doorgave van het signaal aan de meetwaarde-omvormer.

WRD Regelmatig dient de werking van de apparatuur te worden gecontroleerd en zonodig te worden bijgesteld. De apparatuur, welke wordt gebruikt bij debietmeting in open kanalen, dient minimaal eenmaal per jaar te worden geijkt. De ijking dient minimaal te omvatten een controle van het aangegeven debiet in relatie tot de overstort-hoogte en een controle van het integratormechanisme. De apparatuur, welke wordt gebruikt bij een gesloten meetsysteem dient minimaal eenmaal per vijf jaar te worden geijkt. Voorts dient minimaal eenmaal per jaar een simulatietest te worden uitgevoerd.

WF	<p>De door de instantie gebruikte meetapparatuur dient eens per vier maanden te worden gecontroleerd en geïjkt.</p> <p>Het ijkrapport dient minimaal te bevatten een controle van het aangegeven debiet in relatie tot de overstorthoogte (5, 10, 15 en 20 cm) en een controle van het integratormechanisme met de daarbij geconstateerde afwijking in %.</p> <p>Indien gebruik wordt gemaakt van een inductief meetstelsel dient een actueel ijkrapport welke niet ouder mag zijn dan één jaar bij de meetrapportage aanwezig te zijn.</p> <p>De wijze van controle en ijking van de gebruikte meetapparatuur behoeven de goedkeuring van het hoofd van de afdeling Handhaving.</p>
NPR	<p>Debietmeters moeten tenminste 1 keer per jaar worden gekalibreerd. Daarbij moet aandacht worden besteed aan:</p> <ul style="list-style-type: none"> - de elektronica (droge kalibratie); - de apparatuur (natte kalibratie); - de meetvoorziening ('on-line' kalibratie).

2.2.3 Staat van onderhoud van meetapparatuur

Bron:

HWB	De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen te allen tijde in goede staat te zijn, goed te worden onderhouden en goed te functioneren.
WRD	De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen te allen tijde in goed verzorgde staat te verkeren.
WF	Tijdens de bemonsteringsperiode dient regelmatig steekproefsgewijs de toestand in en om de meetput te worden gecontroleerd en dienen, indien men dit noodzakelijk acht, die maatregelen te worden genomen om ongewenste invloeden op de meting en bemonstering te voorkomen (bijvoorbeeld verzegeling apparatuur).

2.2.4 Mogelijkheid tot en wijze van controle van meetapparatuur

Bron:

HWB	De apparatuur dient <u>te allen tijde</u> goed en veilig conform de hiervoor geldende veiligheidseisen, toegankelijk te zijn. Indien deze toegankelijkheid om praktische redenen niet mogelijk is, dient hiervoor een regeling aan het Hoogheemraadschap West-Brabant kenbaar te worden gemaakt, zodanig dat de meet- en bemonsteringsvoorzieningen op elk moment kunnen worden gecontroleerd.
-----	--

WRD Door ambtenaren van het Waterschap Regge en Dinkel dient te allen tijde zonder voorafgaande melding controle en/of meting en bemonstering te kunnen worden uitgevoerd. De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen daartoe voor deze ambtenaren toegankelijk te zijn.

2.3 Overzicht huidige mogelijkheden en principes voor debietmeting

In deze paragraaf worden alleen die meetsystemen behandeld die op het gebied van meting van afvalwaterhoeveelheden op het moment van verschijnen van dit rapport (vrij) algemeen in gebruik zijn.

2.3.1 Open meetsystemen

Bij het meten van afvalwaterdebieten in open kanalen wordt onderscheid gemaakt tussen metingen met behulp van meetschotten en die met behulp van meetgoten. In beide gevallen is de debietmeting gebaseerd op het meten van de hoogte van de opstuwings van het water vóór de in het meetsysteem geplaatste obstructie. Voor het meten van de opstuwingshoogte kan voor beide meetsystemen dezelfde apparatuur worden toegepast.

2.3.1.1 Meetschotten

Indien bij de debietmeting van afvalwater gebruik wordt gemaakt van een meetput met een Thomson-meetschot die voldoet aan de aanbevolen specificaties in het STORA-rapport [1], blijft de maximale systematische afwijking met betrekking tot de afvoerrelatie beperkt tot 2 à 3% van de gemeten waarde. Daarbij wordt aangetekend dat het doorgestroomde volume bij overstorthoogten van minder dan 0,05 m geen essentiële bijdrage mag leveren aan het totaal geregistreerde volume (bijvoorbeeld minder dan 5 à 10% van het totale debiet). Een voordeel van een meetput volgens STORA-model is dat de afmetingen van de put beperkt blijven.

Een meetput met een meetschot met trapeziumvormige overlaat is volgens het RIZA-rapport [31] slechts geschikt bij lage aanstroomsnelheid. Alleen door het gebruik van een grote meetput kan de systematische meetfout beperkt worden tot maximaal 5%.

Bij meetputten met een meetschot met een rechthoekige overlaat wordt in het RIZA-rapport [31] geen opgave gedaan van de procentuele systematische meetfout. Meetschotten met trapeziumvormige en rechthoekige overlaten zijn ongeschikt voor het meten van kleine debieten.

Voor alle typen meetschotten geldt dat de overstortende straal niet belemmerd mag worden. De minimale afstand tussen de kruin van het meetschot en het waterniveau benedenstrooms van het meetschot mag daarom niet kleiner zijn dan 0,05 m.

De rangeability van een meetvoorziening bestaande uit een meetput met een Thomson-meetschot bedraagt 5,66 bij een gewenste relatieve onnauwkeurigheid van maximaal 5% en een maximale

afwijking van het meetinstrument van 1%. Als de momentane doorstroming kleiner wordt dan 17,7% van de maximale doorstroming, is de relatieve fout groter dan 5% [21].

Volgens Welvaadt [22] is de rangeability van een meetput met Thomson meetschot 3,2. Als de momentane doorstroming kleiner wordt dan 31% van de maximale doorstroming, is de relatieve fout groter dan 5%.

2.3.1.2 Meetgoten

In meetgoten wordt de opstuwning veroorzaakt door een insnoering van de zijwanden van de goot, al dan niet met een ingebouwde drempel of een verdieping van de bodem ter plaatse van de insnoering.

Meetgoten worden toegepast bij relatief grote debieten. Voorwaarde is dat ook het minimaal geloosde debiet relatief groot is. Bij de in Nederland meest gangbare typen meetgoten te weten de rechthoekige meetgoot en de Khafagi-meetgoot vermeldt het RIZA-rapport [31] als minimum debiet respectievelijk 24 m³/h en 18 m³/h.

Voor alle typen meetgoten geldt dat benedenstrooms van de insnoering het water onbelemmerd moet kunnen wegstromen.

De rangeability van zowel de rechthoekige meetgoot als de Khafagi-meetgoot bedraagt 6,09 bij een gewenste relatieve onnauwkeurigheid van maximaal 5% en een maximale afwijking van het meetinstrument van 1%. Als de momentane doorstroming kleiner wordt dan 16,4% van de maximale doorstroming, is de relatieve fout groter dan 5% [21]. Analoog aan de berekening van Welvaadt [22] kan de rangeability voor een rechthoekige of een Khafagi-meetgoot worden berekend op 4,35. Als de momentane doorstroming kleiner wordt dan 16,4% van de maximale doorstroming, is de relatieve fout groter dan 5%.

2.3.1.3 Apparatuur voor hoogtemeting in open meetsystemen

Van de mogelijke systemen om de hoogte van de opstuwning in meetputten en meetgoten te meten is er een tweetal nog vrij algemeen in gebruik, te weten: het borrelbuissysteem en het echosysteem of ultrasoon-systeem (of ultrasonoor systeem). Een nadeel van het borrelbuissysteem is dat de meetbuis kan vervuilen waardoor het gemeten debiet hoger is dan het werkelijk geloosde debiet. Dit stelt bij bepaalde typen afvalwater eisen aan de staat van onderhoud van de meetapparatuur. Het borrelbuissysteem en het drukdoosysteem zijn, mits voldoende corrosiebestendig uitgevoerd, geschikt voor alle typen afvalwater.

Een voordeel van het echosysteem is dat de apparatuur niet in direct contact komt met het afvalwater, waardoor vervuiling en corrosie hier geen grote rol spelen. Het echosysteem is niet geschikt voor afvalwater met opdrijvend schuim. Bij het gebruik van het echosysteem voor hoogtemeting is (automatische) temperatuurcorrectie noodzakelijk omdat de snelheid van geluid afhankelijk is van de temperatuur van de lucht. Dit dient een zeer nauwkeurige temperatuurmeting te zijn, die beschermd moet worden tegen bijvoorbeeld de invloed van direct zonlicht.

2.3.2 Gesloten meetsystemen

Voor het meten van debieten in gesloten leidingen is een groot aantal meetsystemen op de markt. Debietmeters met draaiende delen of een obstructie zijn in veel gevallen ongeschikt voor het meten van afvalwaterdebieten omdat deze door aankoecken van vuildeeltjes een foutief signaal kunnen geven, of zelfs kunnen verstoppen.

2.3.2.1 Elektromagnetische flowmeters

Het principe van de elektromagnetische flowmeter, ook wel magnetisch-inductieve flowmeter genoemd, is gebaseerd op 'de wet van Faraday'. Een elektrische geleider (het afvalwater) die zich beweegt in een magnetisch veld (opgewekt in de meetbuis van de elektromagnetische flowmeter) wekt een spanning op die loodrecht staat op de richting van de beweging van de geleider en loodrecht op de richting van het magnetisch veld. Deze inductiespanning is recht evenredig met de snelheid waarmee de geleider zich door het magnetisch veld beweegt, in het geval van afvalwater de gemiddelde snelheid van het afvalwater in de leiding. Elektromagnetische flowmeters zijn in vergelijking met debietmeters in open systemen zeer nauwkeurig. Er dienen echter voorwaarden te worden gesteld aan de minimale snelheid van het afvalwater in de meetbuis (voor de meeste elektromagnetische flowmeters 1 m/s). Dit betekent dat elektromagnetische flowmeters bijna altijd ongeschikt zijn voor het meten van afvalwater dat onder vrij verval wegstroomt. Ze worden dan ook bijna uitsluitend toegepast in combinatie met niveauge-schakelde pompen. Als op een lozingspunt het lozingspatroon echter vrij constant is, kan ook water dat onder vrij verval afstroomt gemeten worden met een elektromagnetische flowmeter.

Volgens Welvaadt [22] is van een inductieve meter bij een maximale onnauwkeurigheid van 0,5% van de schaaleindwaarde + 0,5% van de meetwaarde de rangeability 9. Als de momentane doorstroming kleiner wordt dan 11% van de maximaal te meten doorstroming, is de relatieve fout groter dan 1%.

2.3.2.2 Ultrasonische debietmeters

Bij ultrasonische debietmeting kunnen twee systemen worden onderscheiden, te weten de dopplermeter en de looptijdmeting. De dopplermeter, die de snelheid meet van vaste deeltjes of luchtbellens in de afvalwaterstroom, is sterk afhankelijk van het soort afvalwater en wordt daarom niet veel toegepast. De looptijdmeting meet de tijd die een uitgezonden hoogfrequente geluidsgolf nodig heeft om het gehele stromingsprofiel in de leiding te doorlopen. De tijd die de geluidsgolf nodig heeft om de ontvanger te bereiken is afhankelijk van de stroomsnelheid van het afvalwater in de leiding. De fabrikant van de ultrasonische debietmeter nr. 5 in tabel 3 geeft op dat voor meetbuizen met een diameter van 50 mm of groter het Reynoldsgetal groter moet zijn dan 5.000. Bij een Reynoldsgetal $Re > 12.000$ mag ervan worden uitgegaan dat volledige turbulentie heerst [15]. In tabel 1 is een overzicht gegeven van de watersnelheden en bijbehorende debieten in leidingen bij een Reynoldsgetal $Re = 12.000$.

Tabel 1 Snelheden en debieten bij $Re = 12.000$

Diameter meetbuis (mm)	Snelheid v/h afvalwater (m/s)	Debiet (m^3/h)
50	0,24	1,7
65	0,18	2,2
80	0,15	2,7
100	0,12	3,4
125	0,10	4,4
150	0,08	5,1
200	0,06	6,8

De snelheden en debieten in tabel 1 gelden voor een gladde leiding. Obstructies in leidingen leiden plaatselijk tot meer turbulentie.

Als voldaan wordt aan de door de fabrikant gestelde eisen voor de minimale stroomsnelheid in elektromagnetische of ultrasone debietmeters, mag ervan worden uitgegaan dat volledige turbulentie heerst in de leiding ter plaatse van de debietmeter.

2.4 Door leveranciers van meetapparatuur opgegeven specificaties

2.4.1 Debietmeting in open systemen

In tabel 2 zijn gegevens opgenomen van een aantal meetinstrumenten voor hoogtemeting in meetputten en meetgoten. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven.

Tabel 2 Specificaties van niveaumeters in open meetsystemen

Meetinstrument	1	2	3
Meetsysteem	Borrelbuis	Drukdoos	Borrelbuis
Meetnauwkeurigheid t.o.v. de gemeten waarde (m)	$\pm 0,002$	$\pm 0,003$	1%
Bijbehorend meetbereik (m)	<0,31	<1,52	0,01 - 0,25 / 0,01 - 0,30
maximum meetbereik (m)	0,003 - 3,05	0,003 - 3,05	0 - 0,25 / 0 - 0,30

Meetinstrument	4	5	6
Meetsysteem	Echo	Echo	Echo
Meetnauwkeurigheid t.o.v. de gemeten waarde (m)	<1%	$\pm 0,003$	1%
Bijbehorend meetbereik (m)	>4% Q_{max}	-	-
maximum meetbereik (m)	0,4 - 2	0,5 - 5	1 - 25

- = geen opgave

2.4.2 Debietmeting in gesloten systemen

In tabel 3 worden gegevens vermeld van een aantal in Nederland leverbare meetinstrumenten die geschikt zijn voor het meten van afvalwaterdebieten in gesloten systemen. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven.

Er is een systeem op de markt, geschikt voor het meten van onder

vrij verval afstromend afvalwater met behulp van een elektromagnetische of ultrasone debietmeter, waarbij het minimaal te meten momentane debiet wordt gegarandeerd met behulp van een niveau-geschakeld klepsysteem. Volgens de leverancier kan dit systeem worden ingebouwd in bijvoorbeeld een bestaande meetput volgens STORA-model [1, 2].

Het klepsysteem kan worden toegepast in combinatie met bijna elke leverbare en voor de betreffende afvalwaterstroom geschikte debietmeter.

Tabel 3 Specificaties van elektromagnetische en ultrasone flowmeters

Meetinstrument	7	8	9
Meetsysteem	Elektromagnetisch	Elektromagnetisch	Elektromagnetisch
Meetonnauwkeurigheid t.o.v. de gemeten waarde	± 1%	± 0,4%	± 0,5%
Bijbehorend meetbereik (m/s)	10 - 100% Q_{max}	1	± 0,5 - 15
meetbereik (m/s)	0 - 10	≥ 0,5 - 15	0 - 15

Meetinstrument	10	11	12
Meetsysteem	Elektromagnetisch	Ultrasoon (looptijd)	Ultrasoon ¹⁾ (looptijd)
meetonnauwkeurigheid t.o.v. de gemeten waarde	± 1%	± 1%	± 0,5 - 3%
bijbehorend meetbereik (m/s)	20 - 100% Q_{max}	≥ 1	-
meetbereik (m/s)	0 - 10	0 - 18	0 - 12

- = geen opgave van de fabrikant of importeur
¹⁾ 'Clamp-on'-systeem

2.4.3 Kalibreren van debietmeters

Er is geen genormeerd systeem voor het kalibreren van niveaumeters, geschikt voor het meten van debieten in open meetsystemen. Veelal wordt bij een aantal vaste overstorthoogten (bijvoorbeeld 5, 10, 15, 20 en 25 cm) het geregistreerde debiet vergeleken met het theoretisch geloosde debiet.

Volgens opgave van een aantal leveranciers van elektromagnetische flowmeters is het uitvoeren van een natte kalibratie in een praktijksituatie niet mogelijk. De leveranciers van de apparaten 7, 8, 11 en 12 kunnen flowmeters van mobiele meetapparatuur wel in de ingebouwde situatie nat kalibreren. Ze beschikken over een door het NMI gecertificeerde kalibratie-opstelling. Volgens de leverancier van de apparaten 8 en 11 worden daarbij de meetbuis en de versterker echter afzonderlijk getest. Volgens de leveranciers van de apparaten 9 en 10 wordt de natte kalibratie uitgevoerd in respectievelijk Duitsland en Zwitserland. De flowmeter is dan ongeveer vier weken niet te gebruiken.

Volgens opgave van de leveranciers wordt de natte kalibratie uitgevoerd vóór afleveren van de flowmeters. Eenmaal in gebruik zijnde flowmeters worden bijna nooit nat gekalibreerd.

De droge kalibratie kan bij de vier in tabel 3 genoemde elektromagnetische flowmeters worden uitgevoerd op de locatie. De droge kali-

bratie moet bestaan uit het controleren van de meetbuis en de elektroden en het doormeten van de meetversterker.

2.5 Knelpunten

Bij de door het Hoogheemraadschap West-Brabant gestelde eis dat indien de debietmeting geschiedt in het watertoevoersysteem de maximale afwijking kleiner moet zijn dan 2% kan het volgende worden opgemerkt. Aan deze eis is te voldoen door gebruik te maken van een watermeter die voldoet aan KIWA-eisen. KIWA certificeert echter alleen watermeters, bedoeld voor het meten van water in drinkwaterinstallaties [13, 14]. Bij gebruik van bronwater kan met gangbare koudwatermeters niet worden gegarandeerd dat aan de eis van maximaal 2% afwijking wordt voldaan.

Bij open kanaalmeting kan worden aangetekend dat het afstellen van de niveaumeter bij het STORA-onderzoek [1, 2] is gebeurd onder laboratoriumomstandigheden. In de praktijk zal het nauwkeurig afstellen van niveaumeters echter meer problemen geven dan tijdens het genoemde onderzoek. Bij een meetput met een Thomson-meetschot levert een afstellingsfout van 1 mm bij een overstorthoogte van 15 cm al een meetfout op van $\pm 2\%$ van het geloosde debiet. Bij kleinere overstorthoogten neemt deze fout toe.

Bij elektromagnetische flowmeters is het niet mogelijk de meetbuis en de elektroden te controleren zonder dat de flowmeter wordt uitgebouwd. In de praktijk wordt deze controle daarom vaak achterwege gelaten. De meetbuis en de elektroden zijn echter gevoelig voor afwijkingen omdat deze in direct contact komen met het afvalwater. De controle van de meetbuis en de elektroden is daarom belangrijker dan de controle van de randapparatuur. De praktijk wijst uit dat de randapparatuur niet of nauwelijks ontregeld raakt tijdens gebruik.

Voor wat betreft het ijken en kalibreren van elektromagnetische flowmeters is informatie opgevraagd bij het Nederlands Meetinstituut (NMI). Het NMI houdt zich onder andere bezig met het certificeren van prototypes van debietmeters.

Het ijken van debietmetende apparatuur kan alleen worden verricht door daartoe bevoegde instanties zoals het NMI en het Waterloopkundig Laboratorium [19]. Het ijken van debietmeters is echter alleen voorgeschreven voor meters die worden gebruikt voor handelsdoeleinden of voor het vaststellen van heffing. Hoewel afvalwaterdebietmeters in veel gevallen aan het laatste criterium voldoen, is er geen wettelijke verplichting voor het ijken van individuele exemplaren. Door waterkwaliteitsbeheerders kan echter worden voorgeschreven dat afvalwaterdebietmeters moeten worden gekalibreerd door een daartoe bevoegde instantie, zoals het NMI of het Waterloopkundig Laboratorium. Een aantal leveranciers van elektromagnetische flowmeters beschikt over een installatie voor het verrichten van een 'natte kalibratie' en is gecertificeerd door het NMI.

2.6 Conclusies en aanbevelingen

2.6.1 Algemeen

Aan de in het Uvr [3] gestelde eis, dat de maximale afwijking voor het gemeten debiet 5% mag bedragen, kan met de gangbare apparatuur in de meeste gevallen worden voldaan. Het is echter van belang dat bij de keuze van meetapparatuur rekening wordt gehouden met een eventueel onregelmatig lozingspatroon.

De apparatuur moet ook geschikt zijn om 'pieken' te meten. Algemeen dient te worden gesteld dat meetvoorzieningen in goede staat moeten verkeren, regelmatig moeten worden schoongemaakt en altijd goed en veilig toegankelijk moeten zijn.

2.6.2 Open systemen

Bij de toepassing van een meetput met Thomson-meetschot volgens STORA-model [1] of een meetput met een rechthoekige scherpe overlaat volgens STORA-model [2] mag, per etmaal, het gemeten debiet bij overstorthoogten van minder dan 0,05 m niet meer te bedragen dan 5% van het totale debiet. Het gemeten debiet bij overstorthoogten van minder dan 0,125 m (dit komt bij een maximale overstort van 0,25 m overeen met 17,7% van het maximaal te meten debiet) mag, per etmaal, niet meer bedragen dan 10% van het totale debiet.

Bij de toepassing van een meetgoot mag, per etmaal, het debiet dat wordt gemeten bij een momentaan debiet kleiner dan 16,4% van het maximaal te meten momentane debiet, niet meer te bedragen dan 10% van het totale debiet.

De meetvoorzieningen moeten gedurende de periode van meting in goede staat verkeren. De wanden van de meetvoorziening en de overstortranden van meetschotten moeten vrij zijn van aangekoekt vuil. Bij niveaumeting met een borrelbuis moet ook de borrelbuis regelmatig worden schoongemaakt.

Als in de meetvoorziening bezinking kan optreden, moet deze regelmatig worden schoongemaakt. De frequentie van schoonmaken is afhankelijk van de uitvoering van de meetvoorziening en de aard van het afvalwater.

De apparatuur voor de hoogtemeting in open systemen moet minimaal 1 keer per jaar worden gekalibreerd, door simulatie van een meting bij de overstorthoogten 5, 10, 15, 20 en 25 cm. In het kalibratierapport moet voor elke overstorthoogte een vergelijking worden gemaakt tussen het gemeten debiet en het bij de betreffende overstorthoogte berekende debiet. Zowel het absolute als het procentuele verschil moet hierbij worden aangegeven. Bij ultrasone hoogtemeting dient ook de temperatuurmeting en -correctie te worden gecontroleerd en te worden gecorrigeerd bij afwijking.

2.6.3 Gesloten systemen

Gesloten meetsystemen moeten zodanig worden toegepast dat te allen tijde kan worden voldaan aan de eisen die de leverancier van

het meetsysteem stelt aan de minimale doorstroming. In theorie is dit mogelijk voor het meten van afvalwater dat onder vrij verval wordt geloosd. In de meeste gevallen zal het meetsysteem echter worden toegepast in combinatie met een vuilwaterpomp met een capaciteit die ruimschoots groter is dan het minimaal te meten momentane debiet.

Het in § 2.4.2 genoemde klepsysteem moet geschikt worden geacht voor toepassing in combinatie met een gesloten meetsysteem.

Meetapparatuur voor debietmeting in gesloten systemen moet minimaal één keer per jaar 'droog' worden gekalibreerd. Deze 'droge kalibratie' dient minimaal te bestaan uit:

- het controleren van de meetversterker en het registreren en corrigeren van afwijkingen. De versterker moet worden gecontroleerd op lineariteit, versterkingsfactor en nulpuntsinstelling;
- het uitbouwen van de flowmeter en het controleren van de binnenkant van de meetbuis op vervuiling. De in de meetbuis aanwezige vervuiling moet daarbij worden verwijderd.

Minimaal één keer per drie jaar moet voor debietmeters voor meting in gesloten systemen een 'natte kalibratie' in ingebouwde toestand worden uitgevoerd. Onder natte kalibratie wordt verstaan dat daadwerkelijk een nauwkeurig bekende hoeveelheid water door de meter wordt geleid. Voor debietmeters in mobiele meetapparatuur moet de 'natte kalibratie' in ingebouwde situatie plaatsvinden op een door het NMI gecertificeerde installatie.

De hiervoor genoemde aanbevelingen zijn opgesteld voor 'standaard' meetsituaties. Bij het meten van afvalwater dat een groter risico geeft op vervuiling en verstopping van meetapparatuur, kan het nodig zijn dat de controlerende instantie strengere eisen stelt aan schoonmaak, onderhoud, controle en kalibratie van meetapparatuur.

3 Bemonstering

In dit hoofdstuk wordt apparatuur behandeld die geschikt is voor het bemonsteren van afvalwater. Het hoofdstuk is als volgt opgebouwd: In § 3.1 wordt de steekbemonstering behandeld. Er wordt ingegaan op de reeds bestaande eisen en richtlijnen en de knelpunten ten aanzien van steekbemonstering. In § 3.1.3 wordt een overzicht gegeven van door de subgroep geformuleerde voorschriften en richtlijnen voor steekbemonstering.

In § 3.2 wordt ingegaan op automatische bemonstering.

§ 3.2.1 geeft een overzicht van methoden voor het automatisch bemonsteren van afvalwater.

In § 3.2.2 wordt een overzicht gegeven van de in geraadpleegde literatuur gevonden eisen en richtlijnen voor automatische bemonsteringsapparatuur.

§ 3.2.3 geeft een overzicht van bemonsteringsapparatuur en de mogelijkheden daarvan.

In § 3.2.4 wordt een overzicht gegeven van door leveranciers van bemonsteringsapparatuur opgegeven specificaties.

In § 3.2.5 is een aantal knelpunten genoemd met betrekking tot automatische bemonstering van afvalwater.

In § 3.2.6 wordt het praktijkonderzoek (met betrekking tot bemonstering) behandeld dat in het kader van dit project verricht is.

§ 3.2.7 tenslotte geeft een overzicht van de door de subgroep geformuleerde voorschriften en richtlijnen ten aanzien van automatische bemonstering.

3.1 Steekbemonstering

Volgens ISO 5667-10 [10] dient onder een steekmonster te worden verstaan:

Een op een willekeurig(e) tijdstip en/of plaats genomen discreet (water-)monster.

Een steekmonster wordt meestal handmatig genomen, maar kan ook met automatische bemonsteringsapparatuur worden genomen. Steekbemonstering wordt veelal verricht in het kader van handhaving van de Wvo. De plaats waar het monster dient te worden onttrokken is veelal vastgelegd in de lozingsvergunning.

Volgens ISO 5667-10 [10] kunnen voor bepaalde analyses alleen steekmonsters worden gebruikt. Dit is bijvoorbeeld het geval bij olie en vetten, opgelost zuurstof, chloor en sulfide.

Volgens NPR 6600 [12] zijn steekmonsters 'vereist voor de bepaling van o.a. de temperatuur, zuurtegraad en de gehalten opgeloste zuurstof en andere vluchtige stoffen, vrij chloor en sulfide'.

3.1.1 Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen

In deze paragraaf wordt een overzicht gegeven van bestaande eisen en richtlijnen voor (steek-)bemonstering. De eisen/richtlijnen zijn zo mogelijk letterlijk uit de bronnen overgenomen. De afkortingen in de bronvermelding staan voor:

- RIZA Rapport 'Meting en bemonstering van afvalwater' [31];
- NPR Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6600 [12];

-
- ISO 1 International Standard ISO 5667/1 [7];
 - ISO 2 International Standard ISO 5667/2 [8];
 - ISO 10 International Standard ISO 5667-10 [10];
 - DIN 11 Deutsche Norm 38 402 Teil 11 [11];

3.1.1.1 Plaats van onttrekking van het monster

Bron:

- RIZA Monsternameplaats: Om de representativiteit zo groot mogelijk te houden moet een monster in een turbulente gedeelte van de stroom worden genomen.
- NPR De meest representatieve monsters worden verkregen uit turbulente, goed gemengde wateren.
- ISO 1 Monsters dienen te worden genomen uit turbulente, goed gemengde vloeistoffen. In laminaire stromen dient zo mogelijk turbulentie te worden opgewekt. Dit geldt niet voor het nemen van monsters die geanalyseerd moeten worden op opgeloste gassen of vluchtige componenten waarvan de concentratie door turbulentie zou kunnen afnemen.

3.1.1.2 Wijze van bemonstering

Bij het nemen van steekmonsters uit afvalwaterstromen kan onderscheid worden gemaakt tussen steekmonsters uit open kanalen en steekmonsters uit gesloten leidingen. Steekmonsters kunnen op de volgende manieren uit een afvalwaterstroom worden onttrokken.

Bron:

- ISO 2/
ISO 10/
NPR Een (wijdmondse) monsterfles, al dan niet met behulp van een houder aan een steel, in de afvalwaterstroom houden en ophalen na vollopen.
- ISO 10/
DIN 11 Met een monsterschep een hoeveelheid water uit de afvalwaterstroom scheppen.
- ISO 2/
ISO 10/
NPR Met een emmer een hoeveelheid water uit de afvalwaterstroom scheppen.

Verder worden in de geraadpleegde literatuur/normen de volgende opmerkingen gemaakt met betrekking tot (steek-)bemonstering.

Bron:

- ISO 10 Hulpmiddelen voor handmatige bemonsteringen zijn gemaakt van inert materiaal dat de later in het monster uit te voeren analyse niet beïnvloedt. Hulpmiddelen mogen niet in de afvalwaterstroom worden gespoeld als dit de later in het monster uit te voeren analyse beïnvloedt.

DIN 11 Het monster moet zo mogelijk onder het wateroppervlak worden genomen. Het verrichten van handelingen (zoals omschenken en schudden) met het monster moet tot een minimum worden beperkt.

NEN Er moet worden voorkomen dat tijdens de monsterneming vervuiling van het monster optreedt.

In de geraadpleegde literatuur werd nergens steekbemonstering uit een gesloten leiding genoemd.

3.1.2 Knelpunten

De beste wijze van het nemen van een steekmonster is afhankelijk van de in het monster te analyseren parameters.

3.1.3 Conclusies en aanbevelingen

Steekmonsters moeten worden genomen in een turbulent gedeelte van de stroom. Met uitzondering van monsters die geanalyseerd moeten worden op opgeloste gassen en vluchtige verbindingen, moet bij laminaire stromen turbulentie worden opgewekt. Daarbij dienen reeds bezonken delen niet te worden opgewerveld. Het nemen van een steekmonster voor de analyse op parameters genoemd in de vergunningsvoorwaarden is alleen dan zinvol als op het moment van monsterneming ook daadwerkelijk lozing plaatsvindt.

Uit open systemen kan een steekmonster worden genomen door met een monsterschep een hoeveelheid water uit de stroom te scheppen en deze hoeveelheid al dan niet met behulp van een trechter in een monsterfles te gieten. Indien het steekmonster op meerdere parameters moet worden geanalyseerd, zodat meerdere monsterflessen moeten worden afgevuld, verdient het aanbeveling om met een emmer een hoeveelheid water uit de stroom te scheppen. Vanuit de emmer kan men met een monsterschep en al dan niet met behulp van een trechter de monsterflessen afvullen. De wijze van monsterneming uit de emmer komt overeen met de te volgen werkwijze bij het nemen van een monster uit een monsterverzamelvat (§ 4.1.2).

Uit gesloten systemen kan alleen steekbemonstering worden uitgevoerd als een voorziening voor bemonstering is aangebracht. Dit kan een bemonsteringsapparaat voor automatische bemonstering zijn waarmee op een willekeurig tijdstip, met de mogelijkheid voor handmatige monsterneming, een steekmonster kan worden genomen. Een andere mogelijkheid is het nemen van een steekmonster uit een aftakking met afsluiter. In dat geval moeten de aftakking en de afsluiter enige tijd worden doorgespoeld met het afvalwater alvorens het steekmonster wordt genomen.

Hulpmiddelen die worden gebruikt bij het nemen van steekmonsters en die met het monster in contact komen, moeten schoon zijn en gemaakt zijn van een materiaal dat geen invloed heeft op de in het betreffende monster te analyseren parameter(s). Het aantal handelingen dat met het monster wordt verricht moet zo klein mogelijk zijn.

3.2 Automatische bemonstering

Automatische bemonstering wordt vaak verricht om een monster te verkrijgen waarvan de samenstelling representatief is voor de hoeveelheid geloosd water gedurende een bepaalde periode, veelal een etmaal. Een monster bestaande uit meerdere deelmonsters wordt veelal aangeduid als een verzamelmonster. Een verzamelmonster kan tijdproportioneel of volumeproportioneel worden genomen. Bij tijdproportionele bemonstering worden met vaste tijdsintervallen, deelmonsters genomen met een vast volume. Het automatische bemonsteringsapparaat kan worden aangestuurd door een signaal van een interne of externe tijd klok.

Volumeproportionele bemonstering wordt meestal uitgevoerd door met vaste volume-intervallen deelmonsters te nemen met een vast volume. Het bemonsteringsapparaat wordt dan aangestuurd door een signaal van een debietmeter. Een niet of nauwelijks nog toegepaste methode van volumeproportionele bemonstering is het met vaste tijdsintervallen nemen van deelmonsters waarvan het volume is gerelateerd aan het momentane debiet.

3.2.1 Methoden voor automatische bemonstering

Hierna zal een overzicht worden gegeven van apparatuur die gebruikt kan worden voor het automatisch bemonsteren van afvalwater. In het overzicht wordt onderscheid gemaakt tussen apparatuur geschikt voor open systemen en apparatuur geschikt voor gesloten systemen.

Voor bemonstering uit open systemen is vacuümbemonstering veruit de meest gangbare methode. Bij dit systeem worden de deelmonsters met behulp van een vacuümpompje via een aanzuigleiding opgevoerd tot boven het monsterverzamelvat.

De volgende methoden kunnen worden gebruikt voor het bemonsteren uit open systemen maar zijn minder gangbaar dan vacuümbemonstering:

- Slangenpompbemonstering waarbij het monster wordt aangezogen met behulp van een slangenpomp;
- Een tweewegklep met opvoerpompje. Bij dit type bemonsteringsapparaat wordt continu een deel van de afvalwaterstroom via een 'by-pass' rondgepompt. De deelmonsters worden genomen door met behulp van een tweewegklep gedurende een vastgestelde tijd het water naar het monsterverzamelvat te leiden (Dit systeem is zonder opvoerpompje ook toepasbaar voor het bemonsteren uit drukleidingen);
- Het CKW-bemonsteringsapparaat, waarbij het monster wordt genomen door per deelmonster een zuiger over een vastgestelde afstand in een cilinder te verplaatsen (ontworpen voor het bemonsteren van water met vluchtige verbindingen).

De volgende methoden kunnen worden gebruikt voor het bemonsteren uit gesloten systemen:

- Een tweewegklep die vanuit een 'by-pass' de deelmonsters met vastgesteld volume naar het monsterverzamelvat leidt

- (monstervolume niet instelbaar);
- Plunjerbemonstering, waarbij met behulp van een plunjer met uitsparing deelmonsters met een vastgesteld volume uit de hoofdleiding of uit een 'by-pass' worden genomen (monstervolume niet instelbaar);
- Een bemonsteringsapparaat bestaande uit een klepsysteem en een in hoogte verstelbare standleiding waarmee het volume per deelmonster kan worden ingesteld.

3.2.2 Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen

Deze paragraaf geeft een overzicht van bestaande eisen en richtlijnen voor automatische bemonstering. De eisen/richtlijnen zijn zo mogelijk letterlijk uit de bronnen overgenomen. De afkortingen in de bronvermelding staan voor:

- Uvr Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren [3];
- HWB Bijlagen A en B, behorende bij de meetbeschikking van het Hoogheemraadschap West-Brabant [4];
- WRD Algemene voorschriften welke bij meting en bemonstering moeten worden nagestreefd, Waterschap Regge en Dinkel [5];
- WF Gedragsregels metende instanties in Friesland, Waterschap Friesland (concept) [6];
- NPR Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6600 [12].
- ISO 1 International Standard ISO 5667/1 [7];
- ISO 2 International Standard ISO 5667/2 [8];
- ISO 10 International Standard ISO 5667-10 [10];
- DIN 11 Deutsche Norm 38 402 Teil 11 [11];
- RIZA Rapport 'Meting en bemonstering van afvalwater' [31];
- UBA Rapport 'Stand der Technik, Einsatzmöglichkeiten und grenzen automatisch arbeitender Abwasserprobenahmegeräte' [17];
- ÖN ÖNORM M5881 [16];
- S&S Artikel 'Repräsentative Abwasserprobenahme, Stand, Möglichkeiten, Grenzen' [18].
- K+I Artikel 'Enkele notities met betrekking tot de conservering van afvalwatermonsters: in het bijzonder door koelen en invriezen' [20].

3.2.2.1 Algemeen

Bron:

- Uvr/
RIZA De bemonstering zal zodanig moeten zijn dat een monster wordt verkregen, dat in voldoende mate representatief is voor de totale hoeveelheid afvalstoffen, welke gedurende het etmaal wordt afgevoerd.

3.2.2.2 Plaats waar het monster wordt onttrokken

Bron:

- NPR Bij het nemen van monsters gaat de voorkeur uit naar sterk turbulente stroming om een goede menging te

verzekeren.

Neem daarom bij gebruik van een V-schot het monster achter het schot.

- RIZA Monsternameplaats: Om de representativiteit zo groot mogelijk te houden moet het monster in een turbulent gedeelte van de stroom worden genomen
In open meetsystemen kan bemonstering benedenstrooms van het meetschot plaatsvinden. Dit deel van de afvalwaterstroom is doorgaans het meest turbulent, waardoor een goede menging van het afvalwater ontstaat en een representatief monster uit de afvalwaterstroom verkregen wordt.
- ISO 1 Monsters dienen te worden genomen uit turbulente, goed gemengde vloeistoffen. In laminaire stromen dient zo mogelijk turbulentie te worden opgewekt. Dit geldt niet voor het nemen van monsters die geanalyseerd moeten worden op opgeloste gassen of vluchtige componenten waarvan de concentratie door turbulentie zou kunnen afnemen.
- ISO 10 Het is essentieel dat de geselecteerde locatie representatief is voor de te bemonsteren afvalwaterstroom. Men dient een locatie te kiezen waar het effluent sterk turbulent stroomt, om verzekerd te zijn van een goede menging. Bij afwezigheid van een dergelijke locatie, moet turbulentie worden opgewekt door een restrictie in de stroom aan te brengen, zodanig dat stroomopwaarts van de restrictie geen bezinking kan plaatsvinden. Het bemonsteringspunt dient zich altijd stroomafwaarts van de restrictie te bevinden.

3.2.2.3 Afstand tussen de plaats van onttrekking van het monster en de bemonsteringsapparatuur

Bron:

- ÖN Om warmte- en lichtinvloeden te voorkomen moet bij het aanzuigen van de monsters een zo kort mogelijke weg worden gekozen, of voorzieningen worden getroffen om de invloed van licht en warmte tegen te gaan. Bijvoorbeeld bij apparaten met slangaanzuiging bij monsterhoeveelheden minder dan 5 l/d dient de aanzuigslang niet langer dan 1 m te zijn, als geen voorzieningen zijn getroffen om de invloed van warmte en licht tegen te gaan.

3.2.2.4 Diameter leidingwerk

Bron:

- ISO 2 Een innamepunt met een minimale inwendige diameter van 12 mm. (aanbeveling).

ISO 10	De minimale diameter van alle doorstroomde delen, van het innamepunt tot het punt waar het monster wordt afgeleverd in het monsterverzamelvat, moet 9 mm bedragen om de kans op verstopping te minimaliseren. Het innamepunt dient beschermd te worden om verstopping van de aanzuigslang te voorkomen.
NPR	Gebruik voor het aanzuigen van monsters korte, rechte slangen, zonder chicanes, met een inwendige diameter van tenminste 13 mm.
UBA/ S&S	Kleinste doorsnede van de doorstroomde delen, minimale eis: 15 mm. Voor afvalwater dat veel vaste stoffen bevat, minimale eis: 25 mm.
ÖN	Voor ruw afvalwater en sterk verontreinigd oppervlaktewater is normaal gesproken een leidingdiameter van 2,5 cm en voor overige wateren 1,5 cm voldoende.

3.2.2.5 *Wijze van afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat*

In de geraadpleegde literatuur zijn geen aanwijzingen te vinden voor de wijze waarop het monster moet worden afgevoerd naar het monsterverzamelvat.

3.2.2.6 *Bemonsteringsinterval*

Bron:

ISO 10	Het tijdsinterval tussen discrete monsters moet ingesteld kunnen worden tussen 5 min en 1 uur.
DIN 11	De tijdsintervallen tussen de afzonderlijke deelmonsters bij proportionele bemonstering dient in het algemeen bij twee-uurs-verzamelmonsters niet groter te worden gekozen dan 5 minuten, bij etmaalverzamelmonsters niet groter dan 30 minuten.

In de geraadpleegde literatuur zijn geen eisen of aanwijzingen te vinden voor het bemonsteringsinterval bij volumeproportionele bemonstering.

3.2.2.7 *Volume per deelmonster*

Bron:

ISO 10	Zowel bij volume- als tijdproportionele bemonstering dient elk afzonderlijk deelmonster een volume groter dan 50 ml te hebben. Vaak is het te adviseren dat deelmonsters een volume hebben van 200 of 300 ml om een representatief monster te kunnen verzamelen. Het monstervolume van de deelmonsters mag maximaal 5% afwijken van het ingestelde volume.
--------	--

NPR	Voor de verschillende deelmonsters is een volume van ten minste 50 ml aan te bevelen. Het volume moet kunnen worden vastgesteld met een onnauwkeurigheid kleiner dan 5%.
UBA	Men dient kleine goed reproduceerbare volumes per deelmonster na te streven en een hoge monsterne-mingsfrequentie.
ÖN	Het volume per deelmonster moet minstens 20 ml zijn.

3.2.2.8 Uitvoering van het monsterverzamelvat

Bron:

ISO 2	Contaminatie van het watermonster door het materiaal waarvan de monsterfles of het monstervat is gemaakt, bijvoorbeeld uitloggen van anorganische componenten uit glas en organische componenten en metalen uit kunststoffen, dient te worden geminimaliseerd. Men moet de wanden van monstervaten kunnen schoonmaken en behandelen om oppervlaktecontaminatie te verminderen. Het materiaal waarvan het vat gemaakt is moet chemisch en biologisch inert zijn om reacties tussen monsterbestanddelen en het monstervat te minimaliseren.
ISO 10	Monstervaten en slangverbindingen moeten zodanig zijn uitgevoerd dat ze gemakkelijk zijn uit te nemen, schoon te maken en terug te plaatsen in bemonsteringsapparaten.
DIN 11	Een verandering in het watermonster door wisselwerking met het materiaal waarvan het monstervat is gemaakt moet zoveel mogelijk worden verhinderd.
UBA	Veranderingen in de monsterhoedanigheid door het materiaal van delen die met het monster in contact komen moet worden verhinderd.
S&S	Voor alle delen die met het monster in contact komen dient inert materiaal te worden gebruikt.
NPR	Het monster dient te worden beschermd tegen lichtinvloeden. Het materiaal dat met het monster in contact komt mag het gehalte van de te bepalen grootte niet beïnvloeden.

3.2.2.9 Conservering van de inhoud van het monsterverzamelvat

Bron:

ISO 2	Alle monsters moeten in het donker bewaard worden. Voor temperatuur/tijdgevoelige monsters dient de mogelijkheid aanwezig te zijn voor het bewaren van mon-
-------	---

sters bij 4 °C gedurende een periode van ten minste 24 uur bij omgevingstemperaturen tot 40 °C (aanbeveling).

- ISO 10 De meest algemene manier van conservering van monsters is koelen tot een temperatuur van 0 tot 4 °C. Indien gekoeld tot deze temperatuur en bewaard in het donker zijn de meeste monsters normaal gesproken stabiel gedurende maximaal 24 uur.
- DIN 11 De ruimte waarin de monsterverzamelvaten worden bewaard moet, voor monsters die door biologische activiteit kunnen veranderen, kunnen worden gekoeld tot ongeveer 4 °C.
- NPR Tijdens continue monsterneming moet men de monsters zo conserveren dat zij niet in samenstelling kunnen wijzigen tussen het moment van monsterneming en het transport van de monsters. De meest algemene wijze van conservering is, afhankelijk van de onderzoeksdoelstelling, de monsters direct na monsterneming te koelen tot 0 - 4 °C. Het voorraadvat moet kunnen worden gekoeld tot 4 °C bij buitentemperaturen van ten hoogste 40 °C bij aanwezigheid van temperatuurgevoelige componenten in het te bemonsteren (afval)water.
- K+I
- ten gevolge van accumulatie van warmte in het monstervat kan de temperatuur van het monster de buitenluchttemperatuur aanzienlijk overschrijden;
 - het is mogelijk gebleken op eenvoudige wijze en tegen geringe kosten de monsters tijdens de bemonstering op een temperatuur van 3 °C te houden door koeling c.q. verwarming.

3.2.2.10 Aanzuigsnelheid (bij vacuüm- en slangenpompbemonstering)

Bron:

- ISO 10 De aanzuigsnelheid dient minimaal 0,5 m/s te bedragen om fase-scheiding in de monsterleiding en het doeseervaatje te voorkomen.
- UBA Volgens de ÖNORM M 5881 (Aug. 1983) moet de aanzuigsnelheid in de aanzuigslangen minimaal 0,6 m/s zijn. De aanzuigsnelheid dient minimaal gelijk te zijn aan de stroomsnelheid op de bemonsteringslokatie. Bij slangenpompbemonstering moet een aanzuigsnelheid van 0,8 tot 1,5 m/s worden nagestreefd.
- S&S De aanzuigsnelheid mag niet lager zijn dan 0,6 m/s. Aanbevolen wordt een aanzuigsnelheid groter dan 1 m/s. Bij slangenpompbemonstering moet een aanzuigsnel-

heid van 0,8 tot 1,5 m/s worden nagestreefd.

NPR Vooral bij inhomogene afvalwaterstromen (oplosmiddelen of veel zwevende deeltjes) kan de aanzuighoogte en de aanzuigsnelheid kritisch zijn. Met betrekking tot de aanzuigsnelheid kan ervan worden uitgegaan dat deze ten minste 0,6 m/s moet bedragen.

3.2.2.11 Mogelijkheden tot en wijze van controle van bemonsteringsapparatuur

Bron:

HWB De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen te allen tijde goed en veilig conform de hiervoor geldende eisen toegankelijk te zijn. Indien deze toegankelijkheid om praktische redenen niet mogelijk is dient hiervoor een regeling aan het Hoogheemraadschap kenbaar te worden gemaakt, zodanig dat de meet- en bemonsteringsvoorzieningen op elk gewenst moment kunnen worden gecontroleerd. Het Hoogheemraadschap geeft tevens een lijst met punten waarop de bemonsteringsapparatuur kan worden gecontroleerd.

WRD Door ambtenaren van het Waterschap Regge en Dinkel dient te allen tijde zonder voorafgaande melding, controle en/of meting en bemonstering te kunnen worden uitgevoerd. de meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen daartoe voor deze ambtenaren toegankelijk te zijn.

3.2.2.12 Staat van onderhoud en reiniging van apparatuur

Bron:

NPR/
ISO 10 Apparatuur dient eenvoudig van ontwerp te zijn en gemakkelijk te onderhouden, te bedienen en te reinigen.

HWB De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen te allen tijde in goede staat te zijn, goed onderhouden te worden en goed te functioneren. Regelmatig, doch tenminste twee maal per jaar, dient de goede werking van de apparatuur te worden gecontroleerd en zonodig te worden bijgesteld.

WRD De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen te allen tijde in goed verzorgde staat te verkeren.

3.2.3 Overzicht huidige mogelijkheden en principes voor automatische bemonstering

Er kan onderscheid gemaakt worden tussen bemonstering uit open en bemonstering uit gesloten systemen. In deze paragraaf worden alleen die bemonsteringsmethoden behandeld die op het moment

van verschijnen van dit rapport (vrij) algemeen in gebruik zijn.

3.2.3.1 Vacuümbemonstering

Bij bemonstering met vacuümbemonsteringapparatuur wordt het monster vanuit de afvalwaterstroom met een door een vacuümpompje opgewekte onderdruk tot boven het monsterverzamelvat getransporteerd. Per monsternemingscyclus zijn achtereenvolgens de volgende fasen te onderscheiden:

- 1 startsignaal;
- 2 het leegblazen van de aanzuigleiding;
- 3 het aanzuigen van een hoeveelheid monster uit de afvalwaterstroom;
- 4 het afmeten van de ingestelde hoeveelheid monster door het overschot door de aanzuigleiding terug in de afvalwaterstroom te laten lopen;
- 5 de afgemeten hoeveelheid monster in het monsterverzamelvat laten lopen;
- 6 einde monsterneming en wachten op het volgende startsignaal.

Het vacuümbemonsteringssysteem is het meest toegepaste bemonsteringssysteem. Het systeem is niet geschikt voor bemonstering uit gesloten systemen onder druk.

3.2.3.2 Slangenpompbemonstering

Evenals bij vacuümbemonstering, vindt bij slangenpompbemonstering het transport plaats door een onderdruk. Het vacuüm wordt bij dit systeem echter opgewekt door een slangenpomp. Per monsternemingscyclus zijn achtereenvolgens de volgende fasen te onderscheiden:

- 1 startsignaal;
- 2 het leegblazen van de aanzuigleiding door het pompwiel in omgekeerde richting te laten lopen;
- 3 het aanzuigen van het monster uit de afvalwaterstroom en het transporteren hiervan direct naar het monsterverzamelvat;
- 4 het afmeten van de ingestelde hoeveelheid monster door na een bepaald aantal omwentelingen de slangenpomp stop te zetten;
- 5 het leegblazen van de aanzuigslang door het pompwiel in omgekeerde richting te laten lopen;
- 6 einde monsterneming en wachten op het volgende startsignaal.

Dit systeem is niet geschikt voor bemonstering uit gesloten leidingen onder druk.

3.2.3.3 Plunjerbemonstering

Plunjerbemonstering is geschikt voor bemonstering uit gesloten leidingen. In rusttoestand bevindt de plunjer zich in de leiding waardoor het te bemonsteren afvalwater stroomt. Dit is ofwel de hoofd-

leiding, ofwel een constant doorstroomde 'by-pass'. Bij het ontvangen van een startsignaal wordt de plunjer, met daarin een uitsparing met vast volume uit de leiding getrokken tot boven het monsterverzamelvat. Het monster stroomt nu onder vrij verval in het monsterverzamelvat. Het monstervolume is niet instelbaar, doch afhankelijk van het volume van de uitsparing in de plunjer.

3.2.3.4 Bemonstering uit drukleidingen met behulp van een tweewegklep

Met behulp van een tweewegklep kan uit een gesloten drukleiding worden bemonsterd. Bij deze apparatuur wordt altijd bemonsterd uit een 'by-pass'. De apparatuur kan ook geschikt worden gemaakt voor bemonstering uit open systemen als ze wordt voorzien van een opvoerpompje dat zorgt voor het voortdurend rondpompen van 'vers' afvalwater door het bemonsteringsapparaat.

Er zijn twee systemen voor bemonstering met een tweewegklep.

Een systeem werkt met een doorboorde kogel die continu doorstroomd wordt. Bij elke startpuls draait de kogel 180° en doseert op die manier telkens een vast, niet instelbaar monstervolume.

Het andere systeem werkt met een kolfje waarin vanuit de toevoerslang continu een hoeveelheid 'vers' afvalwater in de afvoerslang wordt geleid. Bij elke startpuls wordt de toevoerslang afgebogen waardoor het doseerkolfje zich vult. Als de toevoerslang weer in de uitgangspositie staat, stroomt een instelbaar volume naar het monsterverzamelvat.

3.2.4 Door leveranciers van automatische bemonsteringsapparatuur opgegeven specificaties

Van een aantal fabrikanten/importeurs van bemonsteringsapparatuur zijn specificaties verkregen van in Nederland geleverde apparatuur. Voor de drie belangrijkste bemonsteringsprincipes zijn de verkregen specificaties weergegeven in tabelvorm.

3.2.4.1 Vacuümbemonstering

In tabel 4 zijn gegevens opgenomen van een aantal vacuümbemonsteringsapparaten. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven. De zes vermelde bemonsteringsapparaten zijn allemaal geschikt voor volumeproportionele bemonstering.

Tabel 4 Specificaties van vacuüm-bemonsteringsapparaten

Bemonsteringsapparaat	1	2	3
Aanzuighoogte maximaal (m)	7	6	7,5
Aanzuigsnelheid (m/s)	>0,6 (bij 5 m aanzuighoogte)	0,5 (bij 1 m aanzuighoogte)	-
Minimale doorlaat (mm)	13	-	-
Doseervolume (ml)	50 - 150	20 - 500	40 - 500
Mediumtemperatuur maximaal	70 °C	50 °C	-

Bemonsteringsapparaat	4	5	6
Aanzuighoogte maximaal (m)	8	7	>5
Aanzuigsnelheid (m/s)	-	-	>0,6
Minimale doorlaat (mm)	-	9,5	13
doseervolume (ml)	20 - 330	5 - 500	20 - 330
mediumtemperatuur maximaal	-	60 °C	-

- = geen opgave

3.2.4.2 Slangenpompbemonstering

In tabel 5 zijn gegevens opgenomen van een tweetal slangenpomp-bemonsteringsapparaten. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven. Beide bemonsteringsapparaten zijn geschikt voor volumeproportionele bemonstering.

Tabel 5 Specificaties van slangenpompbemonsteringsapparaten

Bemonsteringsapparaat	7	8
aanzuighoogte maximaal (m)	7	7,9
aanzuigsnelheid (m/s)	0,7 (bij 1 m aanzuighoogte)	0,75 (bij 1 m aanzuighoogte)
diameter aanzuigslang (mm)	9,5	9,5
volume per deelmonster (ml)	50 - 1.000 (± 10 ml)	10 - 990 ± 10 ml)

3.2.4.3 Plunjerbemonstering

In tabel 6 zijn gegevens opgenomen van een tweetal plunjerbemonsteringsapparaten. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven. Beide bemonsteringsapparaten zijn geschikt voor volumeproportionele bemonstering.

Tabel 6 Specificaties van plunjerbemonsteringsapparaten

bemonsteringsapparaat	9	10
maximale diameter van in te vangen deeltjes (mm)	9,5	-
volume per deelmonster (ml)	3, 8, 10 en 25 eventueel 100	50

- = geen opgave

3.2.4.4 Bemonstering uit drukleidingen met behulp van een tweewegklep

In tabel 7 zijn gegevens opgenomen van een tweetal tweewegklep-bemonsteringsapparaten. De gegevens zijn door de leveranciers van de apparatuur opgegeven. Beide bemonsteringsapparaten zijn geschikt voor volumeproportionele bemonstering.

Tabel 7 Specificaties van tweewegklep-bemonsteringsapparaten

Bemonsteringsapparaat	11	12
Diameter toevoerleiding (mm)	-	16
volume per deelmonster (ml)	50	12 - 450
Mediumtemperatuur maximaal	50 °C	40 °C

- = geen opgave

3.2.5 Knelpunten

Buiten de in § 3.2.2 vermelde punten, worden de volgende knelpunten ervaren bij de bemonstering van afvalwater:

- de keuze voor een bemonsteringssysteem (bijvoorbeeld voor analyse op vluchtige stoffen;
- de benodigde koelapparatuur voor het koelen van monsters in monsterverzamelvaten.

3.2.6 Praktijkonderzoek

In deze paragraaf wordt het onderzoek beschreven dat in het kader van dit project verricht is. Voor gedetailleerde beschrijvingen van de afzonderlijke onderdelen van het praktijkonderzoek, wordt verwezen naar de bijlagen. Voor alle statistische berekeningen die zijn gebruikt voor het berekenen van de significantie van verschillen is gebruik gemaakt van de gepaarde t-toets [25, 26, 27]. De berekeningswijze wordt uiteengezet in bijlage 8.

3.2.6.1 Leidingdiameter

Omdat de eisen en richtlijnen in bestaande voorschriften en normen voor de gewenste minimale leidingdiameter sterk uiteenlopen, is onderzoek verricht naar de invloed van de inwendige leidingdiameter op analyseresultaten. Voor dit onderzoek zijn twee bemonsteringsapparaten gebruikt. De opzet van het onderzoek was het vergelijken van monsters genomen met bemonsteringsopstellingen die afgezien van de inwendige diameter van de aanzuigleiding niet van elkaar verschillen. Ook de nagestreefde aanzuigsnelheid van de twee bemonsteringsapparaten moest gelijk zijn. De drie vergelijkbare etmaalverzamelmonsters van beide opstellingen zijn geanalyseerd op de parameters Chemisch zuurstofverbruik (CZV), Bezinkselvolume en het gehalte aan niet-opgeloste bestanddelen (zwevende stof). Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en resultaten zijn te vinden in bijlage 1 (pagina 1 t/m 4).

Uit dit onderzoek werd geconcludeerd dat geen significant verschil kon worden aangetoond tussen CZV-analyses in monsters van beide opstellingen. Omdat het aantal monsters te laag was om harde conclusies aan te verbinden, is vervolgonderzoek verricht.

Bij het vervolgonderzoek is gebruik gemaakt van dezelfde bemonsteringsapparaten. Het vervolgonderzoek week op de volgende punten af van het oorspronkelijke onderzoek:

- er werd geen gebruik gemaakt van een monsterverzamelvat, de verzamelmonsters werden vanuit het doseerglaasje van het bemonsteringsapparaat direct opgevangen in een monsterfles;
- er werden geen etmaalverzamelmonsters verzameld, de verzamelmonsters bestonden uit deelmonsters genomen in een periode van circa 1 uur;
- de monsters zijn niet chemisch geconserveerd (wel gekoeld);
- de periodemonsters (16 stuks) zijn uitsluitend geanalyseerd op CZV.

Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en de resultaten zijn te vinden in bijlage 1 (pagina 5 t/m 8).

Er is een significant verschil aangetoond tussen het CZV van monsters genomen met apparatuur met een minimale inwendige diameter van 13 mm (aanzuigslang inwendig 19 mm) en die met een diameter van 9,5 mm (aanzuigslang inwendig 12 mm). Het gemiddeld CZV in monsters genomen met de opstelling met een minimale inwendige diameter van 13 mm is gemiddeld 11% hoger dan bij de opstelling met diameter 9,5 mm.

Vanwege technische beperkingen is geen onderzoek verricht naar apparatuur met nog grotere minimale inwendige diameters.

3.2.6.2 Aanzuigsnelheid

Omdat de eisen en richtlijnen in bestaande voorschriften en normen voor de gewenste minimale aanzuigsnelheid sterk uiteenlopen, is onderzoek verricht naar de invloed van de aanzuigsnelheid op analyseresultaten. Voor dit onderzoek zijn drie bemonsteringsapparaten gebruikt. De opzet van het onderzoek was het vergelijken van monsters genomen met bemonsteringsopstellingen die afgezien van de aanzuigsnelheid zo min mogelijk van elkaar verschillen.

De drie vergelijkbare etmaalverzamelmonsters van de drie opstellingen zijn geanalyseerd op de parameters CZV, Bezinkselvolume en het gehalte aan niet-opgeloste bestanddelen (zwevende stof). Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en de resultaten zijn te vinden in bijlage 2 (pagina 1 t/m 4).

Uit dit onderzoek werd geconcludeerd dat geen significant verschil kon worden aangetoond tussen CZV-analyses in monsters van de drie opstellingen. Zowel in de monsters genomen met het bemonsteringsapparaat met de laagste aanzuigsnelheid (circa 0,3 m/s) als die genomen met het apparaat met de hoogste aanzuigsnelheid (circa 0,9 m/s) was het CZV circa 7% hoger dan in monsters genomen met het apparaat met aanzuigsnelheid 0,6 m/s. Omdat het aantal monsters te laag was om harde conclusies aan te verbinden,

is vervolgonderzoek verricht.

Bij het vervolgonderzoek is voor de opstellingen met nagestreefde aanzuigsnelheid 0,3 m/s en 0,6 m/s gebruik gemaakt van dezelfde bemonsteringsapparaten als bij het oorspronkelijke onderzoek. Het vervolgonderzoek week op de volgende punten af van het oorspronkelijke onderzoek:

- de opstelling met aanzuigsnelheid 0,9 m/s is vervangen door een extra bemonsteringsapparaat met aanzuigsnelheid circa 0,6 m/s (om ook eventuele verschillen te kunnen aantonen tussen twee identieke bemonsteringsopstellingen).
- er werd geen gebruik gemaakt van een monsterverzamelvat, de verzamelmonsters werden vanuit het doseerglaasje van het bemonsteringsapparaat direct opgevangen in een monsterfles;
- er werden geen etmaalverzamelmonsters verzameld, de verzamelmonsters bestonden uit deelmonsters genomen in een periode van circa 1 uur;
- de monsters zijn niet chemisch geconserveerd (wel gekoeld);
- de periodemonsters (14 stuks) zijn uitsluitend geanalyseerd op CZV.

Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en de resultaten zijn te vinden in bijlage 2, (pagina 5 t/m 9).

Er is geen significant verschil aangetoond tussen het CZV van monsters genomen met de twee opstellingen met aanzuigsnelheid circa 0,6 m/s. Het verschil tussen deze beide opstellingen bedroeg circa 2%. Het gemiddeld CZV in monsters genomen met de opstelling met aanzuigsnelheid circa 0,3 m/s is gemiddeld circa 5,5% hoger dan het gemiddeld CZV in monsters genomen met de opstellingen met aanzuigsnelheid circa 0,6 m/s. Het verschil is niet significant.

3.2.6.3 Koeling en chemische conservering

Omdat de eisen en richtlijnen in bestaande voorschriften en normen voor de conservering van monsters in monsterverzamelvaten en tijdens transport niet eenduidig zijn, is onderzoek verricht naar de invloed van de koeling en chemische conservering van monsters op analyseresultaten. Voor dit onderzoek zijn vijf bemonsteringsapparaten gebruikt. De opzet van het onderzoek was het vergelijken van monsters genomen met bemonsteringsopstellingen die afgezien van de manier van koelen van het monster in het monsterverzamelvat zo min mogelijk van elkaar verschillen.

Van twee van de vijf opstellingen zijn extra monsters genomen om de invloed van ongekoeld transport en conserveringsmethoden op analyseresultaten te onderzoeken. De drie vergelijkbare etmaalverzamelmonsters van de vijf opstellingen zijn (indien relevant) geanalyseerd op de parameters pH, CZV, Kjeldahlstikstof (N-Kj.) en Bezinkselvolume.

Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en resultaten zijn te vinden in bijlage 3.

Met de koelapparatuur van geen van de vijf opstellingen bleek het mogelijk om een monstertemperatuur van minder dan 4 °C te bereiken. De temperatuur varieerde tussen 7 °C en 17 °C voor de gekoelde monsters en tussen 22 °C en 30 °C voor het niet gekoelde

monster (voor grafische weergave van het temperatuurverloop zie bijlage 12). In bijna alle niet-aangezuurde monsters zijn pH-waarden gevonden tussen pH=4,5 en pH=6,5.

Deze lage pH-waarden worden waarschijnlijk veroorzaakt door natuurlijke verzuring zowel in het afvalwater in de ontvangstput, als in de monsters in de monsterverzamelvaten. Vanwege deze verzuring, het feit dat in geen van de monsters de gewenste temperatuur van minder dan 4 °C bereikt werd en omdat het aantal monsters te laag was om harde conclusies aan te verbinden, is vervolgonderzoek verricht. Dit vervolgonderzoek is gesplitst in:

- een onderzoek naar de invloed van temperatuur van monsters in monsterverzamelvaten en de bewaarduur op het laboratorium op analyseresultaten;
- een onderzoek naar verschillende manieren van conservering op analyseresultaten.

3.2.6.4 Koeling

Het vervolgonderzoek, waarbij de invloed van koeling van monsters in monsterverzamelvaten en de bewaarduur van monsters op het laboratorium op analyseresultaten werd onderzocht, week op de volgende punten af van het oorspronkelijke onderzoek:

- het onderzoek heeft plaatsgevonden op een rioolwaterzuiveringsinstallatie (RWZI), waar de afloop van de voorbezinktank werd bemonsterd;
- er werd gebruik gemaakt van twee bemonsteringsapparaten waarbij in een opstelling de verzamelmonsters werden gekoeld tot 0-4 °C en in de andere opstelling de verzamelmonsters werden verwarmd tot 15-20 °C;
- er werden in totaal 16 etmaalverzamelmonsters verzameld;
- de monsters zijn niet chemisch geconserveerd;
- de periodemonsters zijn uitsluitend geanalyseerd op CZV.

Een gedetailleerde beschrijving van het onderzoek en resultaten zijn te vinden in bijlage 4.

Er is een significant verschil aangetoond tussen het CZV van monsters die gedurende de bemonsteringsperiode bewaard zijn bij minder dan 4 °C en monsters die bewaard zijn bij meer dan 15 °C (bij 16 waarnemingen). Voor een grafische weergave van het temperatuurverloop wordt verwezen naar bijlage 12. Het CZV van de relatief warme monsters was, bij analyse binnen 4 uur na bemonstering, gemiddeld 7,5% lager dan in de gekoelde monsters. In de monsters die in de koelcel van het laboratorium werden bewaard (gedurende maximaal 7 dagen bij 4-6 °C) werd een afname van CZV van circa 1,4% per etmaal aangetoond. Er mag worden aangenomen dat de afname van CZV in het monsterverzamelvat bij bewaren bij een temperatuur van 4 °C in dezelfde orde van grootte zal zijn. Bij dit onderzoek kan worden aangetekend dat de omstandigheden voor afbraak van CZV gunstig waren. Het onderzochte water bevat goed afbreekbaar CZV en de kans op natuurlijke verzuring is klein. De temperatuur van het water op het bemonsteringspunt was circa 15 °C. Op de bemonsterde voorbezinktank wordt doorlopend een hoeveelheid recirculatiewater geloosd, waardoor het gehalte aan geadapteerde micro-organismen in de monsters hoog is.

Uit informatie van een bedrijf, dat gespecialiseerd is in het fabriceren van koelapparatuur, is gebleken dat het mogelijk is om bij temperaturen van meer dan 35 °C het verzamelmonster te koelen tot minder dan 4 °C (bijlage 7).

3.2.6.5 Vergelijking vacuüm- en 'in-line'-bemonstering

Omdat in de geraadpleegde literatuur geen aanwijzingen te vinden waren voor de keuze van het meest geschikte bemonsteringssysteem voor een bepaalde bemonsteringslokatie, is onderzoek verricht op twee locaties naar verschillen in analyseresultaten tussen 'in-line', vacuüm- en slangenpompbemonsteringsapparatuur. Voor dit onderzoek is gebruik gemaakt van vier 'in-line'-bemonsteringsapparaten, een vacuüm- en een slangenpompbemonsteringsapparaat. Het onderzoek is verricht met afvalwater van een tankwagencleanbedrijf en met huishoudelijk afvalwater vanuit een persleiding. De etmaalverzamelmonsters zijn afzonderlijk geanalyseerd op CZV en Kjeldahlstikstof. De monsters afkomstig van het tankwagencleanbedrijf zijn ook geanalyseerd op aromatische oplosmiddelen.

Voor zowel CZV als Kjeldahlstikstof is slechts een gering verschil aangetoond tussen de vier 'in-line'-bemonsteringsapparaten onderling. Het verschil is niet significant. De maximale afwijking tussen twee 'in-line'-bemonsteringsapparaten bedroeg voor de parameter CZV bij het tankwagencleanbedrijf 1,3% en bij huishoudelijk afvalwater 5,2%. Voor de parameter Kjeldahlstikstof waren deze afwijkingen respectievelijk 1,7% en 4,2%.

Voor de parameter CZV is alleen in de volgende gevallen een significant verschil aangetoond:

- bij het tankwagencleanbedrijf tussen het slangenpompbemonsteringsapparaat en twee 'in-line'-bemonsteringsapparaten (kogelkraan met standleiding: verschil 1,3% en pluñjer met sparing rondom: verschil 2,0%). In beide gevallen waren de analyseresultaten van het slangenpompbemonsteringsapparaat hoger.
- met huishoudelijk afvalwater tussen het slangenpompbemonsteringsapparaat en de doorboorde pluñjer (de analyseresultaten van monsters genomen met het slangenpompbemonsteringsapparaat waren gemiddeld 9,8% hoger).

Voor de parameter Kjeldahlstikstof is alleen bij huishoudelijk afvalwater een significant verschil aangetoond tussen het vacuumbemonsteringsapparaat en de doorboorde pluñjer (de analyseresultaten van monsters genomen met het vacuumbemonsteringsapparaat waren gemiddeld 4,9% hoger).

Bij de analyse op vluchtige oplosmiddelen is een significant verschil aangetoond tussen de doorboorde pluñjer en de drie andere 'in-line'-bemonsteringsapparaten (de verschillen bedroegen 9,6%, 11,3% en 11,6%).

Bij het vacuumbemonsteringsapparaat was er een significant verschil met dezelfde drie 'in-line'-bemonsteringsapparaten (de analyseresultaten van monsters genomen met het vacuumbemonsteringsapparaat waren 7,8%, 9,5% en 9,9% lager).

Bij de resultaten van dit onderzoek moet worden aangetekend dat het gebruikte slangenpompbemonsteringsapparaat niet voldoet aan de in § 3.2.7 gestelde eis t.a.v. de minimale diameter van het leidingwerk (deze bedroeg bij de gebruikte slangenpomp 9,5 mm). Het is niet mogelijk om voor wat betreft de parameter Vluchtige oplosmiddelen uitspraak te doen over het percentage van de oorspronkelijke concentratie dat in de analysemonsters werd teruggevonden.

Bij geen van de gebruikte bemonsteringsapparaten was de afvoer van de monsters naar het monsterverzamelvat in overeenstemming met de aanbeveling in § 3.2.7.

Voor monsters te analyseren op CZV of Kjeldahlstikstof zijn op grond van de resultaten van dit onderzoek zowel vacuüm-, slangenpomp- als 'in-line'-bemonsteringsapparaten geschikt. Bij voorgenomen analyses op vluchtige stoffen verdient het gebruik van 'in-line'-bemonsteringsapparatuur aanbeveling.

3.2.7 Conclusies en aanbevelingen

De voorschriften die in de volgende paragrafen worden aanbevolen voor vacumbemonstering gelden ook voor slangenpompbemonstering.

3.2.7.1 Plaats waar het monster wordt onttrokken

Monsters moeten worden genomen op plaatsen waar turbulentie heerst. Bij automatische bemonstering uit open systemen dient het aanzuigpunt zich zo dicht mogelijk stroomafwaarts van de obstructie te bevinden.

Bij bemonstering uit gesloten systemen met behulp van 'in-line'-bemonsteringsapparatuur mag het bemonsteringspunt zich niet in een bocht of een vernauwing in de leiding bevinden. Als lozing plaatsvindt met behulp van een pomp, dan moet het bemonsteringspunt zich aan de perszijde van deze pomp bevinden.

Als een gesloten meetsysteem wordt gecombineerd met een vacuümbemonsteringsapparaat moet het aanzuigpunt van dit bemonsteringsapparaat zich bij voorkeur bevinden op het punt waar de gesloten leiding uitmondt op een open afvoersysteem. Als dit niet mogelijk is, kan vanuit de gesloten leiding een aftakking worden gemaakt, uitmondend in een buffervat waaruit wordt bemonsterd. Hierbij dient de snelheid van het afvalwater in de aftakking ten minste gelijk te zijn aan die in de hoofdleiding.

Bij vacuümbemonstering geldt dat het aanzuigpunt zich altijd onder het vloeistofoppervlak moet bevinden.

3.2.7.2 Afstand tussen de plaats van onttrekking van het monster en de bemonsteringsapparatuur

Bij vacuümbemonstering dient de aanzuigleiding zo kort mogelijk te zijn en onder afschot te worden gelegd. De aanzuigleiding moet

worden beschermd tegen bevriezing en direct zonlicht. In de aanzuigleiding dienen zich geen knikken of overbodige bochten te bevinden.

3.2.7.3 Diameter leidingwerk

Bij het onderzoek dat verricht is naar de invloed van de diameter van het leidingwerk op analyseresultaten (§ 3.2.6 en bijlage 1) is een significant verschil aangetoond tussen het Chemisch zuurstofverbruik (CZV) van monsters genomen met apparatuur met een minimale inwendige diameter van 13 mm en dat van monsters genomen met apparatuur met een minimale inwendige diameter van 9,5 mm (bij 16 waarnemingen). Het gemiddeld CZV in monsters genomen met de opstelling met een minimale inwendige diameter van 13 mm is gemiddeld 11% hoger dan bij de opstelling met diameter 9,5 mm.

De diameter van alle doorstroomde delen van bemonsteringsapparatuur van het aanzuigpunt tot het punt waar het monster wordt afgeleverd in het monsterverzamelvat moet minimaal 13 mm bedragen. In verband met mogelijke verstopping wordt aanbevolen om de gehele aanzuigleiding (inclusief slangtules e.d.) met dezelfde inwendige diameter uit te voeren.

3.2.7.4 Aanzuigsnelheid (bij vacuüm- en slangenpompbemonstering)

Bij het onderzoek dat verricht is naar de invloed van de aanzuigsnelheid van vacuümbemonsteringsapparatuur op analyseresultaten (§ 3.2.6 en bijlage 2) is geen significant verschil aangetoond tussen het CZV van monsters genomen met apparatuur met een aanzuigsnelheid van 0,3 m/s en apparatuur met aanzuigsnelheid van 0,6 m/s (bij 14 waarnemingen).

Bij gebruik van vacuümbemonsteringsapparatuur moet de gemiddelde aanzuigsnelheid minimaal 0,3 m/s bedragen.

3.2.7.5 Keuze voor een geschikt bemonsteringssysteem

Bij het onderzoek dat verricht is naar verschillen tussen Vacuüm- en 'in-line'-bemonsteringsapparatuur (§ 3.2.6 en bijlage 5) is gebleken dat voor bemonstering waarbij de monsters moeten worden geanalyseerd op CZV en Kjeldahlstikstof zowel vacuüm-, slangenpomps als 'in-line'-bemonsteringsapparatuur geschikt is. Bij voorgenomen analyse op vluchtige stoffen dient uitdrukkelijk te worden gelet op de wijze van afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat.

3.2.7.6 Bemonsteringsinterval en volume per deelmonster

Het bemonsteringsinterval moet zodanig worden ingesteld dat een etmaalverzamelmonster wordt verkregen dat bestaat uit ten minste 100 deelmonsters. Bij vacuümbemonstering moet elk deelmonster een volume van minimaal 50 ml hebben. Bij 'in-line'-bemonstering moet het volume per deelmonster minimaal 20 ml bedragen. Het volume per deelmonster moet zodanig worden ingesteld dat de her-

haalbaarheid maximaal 5% van het ingestelde volume per deelmonster bedraagt.

3.2.7.7 *Wijze van afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat*

Bij het afvoeren van het deelmonster naar het verzamelvat moet voorkomen worden dat het monster wordt belucht. Bij voorgenomen analyse op vluchtige stoffen moet de afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat zodanig zijn dat het verlies van vluchtige stoffen wordt beperkt.

3.2.7.8 *Uitvoering van het monsterverzamelvat*

Het monsterverzamelvat moet een zodanige inhoud hebben dat het vat tijdens de bemonsteringsperiode niet overloopt. Het vat moet zijn gemaakt van gemakkelijk te reinigen inert materiaal dat de in het monster uit te voeren analyse(s) niet beïnvloedt. Het monsterverzamelvat moet gemakkelijk kunnen worden uitgenomen en zijn uitgevoerd als emmer of als vat met een wijde hals zodat met een monsterschep gemakkelijk kan worden geroerd en geschept. Tijdens de bemonsteringsperiode moet het monsterverzamelvat zijn afgesloten met een goed afsluitende deksel. Als in het monster geen metalen worden geanalyseerd, verdient het aanbeveling om gebruik te maken van een roestvrijstalen monsterverzamelvat. Zowel de warmtegeleidingscoëfficiënt als de soortelijke warmte van staal is vele malen groter dan die van kunststoffen.

3.2.7.9 *Conservering van de inhoud van het monsterverzamelvat*

Bij het onderzoek dat verricht is naar de invloed van koeling van verzamelmonsters op analyseresultaten (§ 3.2.6 en bijlage 4) is een significant verschil aangetoond tussen het CZV van monsters die gedurende de bemonsteringsperiode bewaard zijn bij minder dan 4 °C en monsters die bewaard zijn bij meer dan 15 °C (bij 16 waarnemingen). Het CZV van de relatief warme monsters was, bij analyse binnen 4 uur na bemonstering, gemiddeld 7,5% lager dan in de gekoelde monsters.

Monsters in monsterverzamelvaten moeten worden bewaard bij een temperatuur tussen 0 °C en 4 °C. Zo snel mogelijk na het nemen van elk deelmonster moet de temperatuur van het verzamelmonster deze temperatuur hebben bereikt. Bevriezing van het monster moet worden voorkomen.

Als overtuigend wordt aangetoond dat voor een bepaald type afvalwater koeling van monsters in monsterverzamelvaten geen invloed heeft op analyseresultaten, kan van bovenstaand voorschrift worden afgeweken.

3.2.7.10 Mogelijkheden tot en wijze van controle van bemonsteringsapparatuur

Bemonsteringsvoorzieningen moeten te allen tijde goed en veilig toegankelijk zijn. De bemonsteringsapparatuur moet zijn ondergebracht in een afsluitbare (kast-) ruimte zodat onbevoegden geen toegang hebben.

3.2.7.11 Staat van onderhoud en reiniging van apparatuur

Bemonsteringsvoorzieningen moeten te allen tijde in goede staat te verkeren. Aan apparatuur moet onderhoud gepleegd worden volgens voorschriften van de leverancier.

4 Monsterbehandeling

In dit hoofdstuk wordt aangegeven hoe steekmonsters en verzamelmonsters dienen te worden geconserveerd om te voorkomen dat in de monsters verandering optreedt voor de te analyseren parameter tussen het moment van bemonstering en het moment van analyse. Het conserveren van het monster in het verzamelvat (bij automatische bemonstering) is reeds in hoofdstuk 3 behandeld. Het hoofdstuk is als volgt opgebouwd:

In § 4.1 worden de algemene aspecten behandeld van de (voor-)behandeling van monsters. In § 4.1.2 wordt een overzicht gegeven van door de subgroep geformuleerde voorschriften en richtlijnen voor monsterbehandeling.

In § 4.2 wordt ingegaan op de conservering van afvalwatermonsters. In § 4.2.2 wordt het praktijkonderzoek (met betrekking tot bemonstering) behandeld dat in het kader van dit project verricht is.

In § 4.2.3 wordt een overzicht gegeven van door de subgroep geformuleerde voorschriften en richtlijnen voor conservering en bewaartermijn.

4.1 Algemeen

4.1.1 Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen

In deze paragraaf wordt een overzicht gegeven van bestaande eisen en richtlijnen voor de behandeling van (afvalwater-) monsters voordat deze worden afleveren op het laboratorium. De eisen/richtlijnen zijn zo mogelijk letterlijk uit de bronnen overgenomen. De afkortingen in de bronvermelding staan voor:

- HWB Bijlagen A en B, behorende bij de meetbeschikking van het Hoogheemraadschap West-Brabant [4];
- RIZA Rapport 'Meting en bemonstering van afvalwater' [31];
- ISO 10 International Standard ISO 5667-10 [10];
- ISO 2 International Standard ISO 5667/2 [8];
- ISO 3 International Standard ISO 5667/3 [9];
- O-NPR Ontwerp-Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6601 [23];
- DIN 11 Deutsche Norm 38 402 Teil 11 [11];
- WRD Algemene voorschriften welke bij meting en bemonstering moeten worden nagestreefd, Waterschap Regge en Dinkel [5];
- WF Gedragsregels metende instanties in Friesland, Waterschap Friesland (concept) [6];
- K+I Artikel 'Enkele notities met betrekking tot de conservering van afvalwatermonsters: in het bijzonder door koelen en invriezen' [20].

4.1.1.1 Reiniging van de te gebruiken middelen

Bron:

- RIZA Ook met betrekking tot het toegepaste materiaal bij de monsterneming zal dit nodige zorg en aandacht moe-

ten worden besteed. Voor, tijdens en na de bemonstering zal er schoon gewerkt dienen te worden.

Enige aandachtspunten hierbij zijn:

- een schone werkomgeving en bemonsteringsmateriaal (er mogen geen resten van andere (etmaal)monsters in contact komen met het genomen monster);
- rondwarrelend stof vermijden (stof uit de lucht kan het watermonster beïnvloeden);
- contact tussen het watermonster en de handen vermijden (plastic handschoenen dragen).

ISO 10 Bemonsteringsbenodigdheden moeten zijn gemaakt van inert materiaal dat de later in het monster uit te voeren analyse niet beïnvloedt.

Voor aanvang van de bemonstering moeten de hulpmiddelen worden gereinigd met schoonmaakmiddel en water of behandeld zoals door de leverancier wordt aangegeven. Daarna wordt het afgespoeld met water. De hulpmiddelen kunnen voor gebruik worden gespoeld met het te bemonsteren afvalwater om het risico van contaminatie te minimaliseren. Hulpmiddelen mogen niet in het afvalwater worden voorgespoeld als dit de later uit te voeren analyse beïnvloedt.

4.1.1.2 Materiaal en voorbehandeling monsterflessen

Bron:

RIZA Het bemonsteringsmateriaal moet met zorg worden gekozen, afhankelijk van de te onderzoeken stoffen. Wanneer de hoeveelheid ijzer bijvoorbeeld bepaald moet worden in een monster, mag de deksel niet van ijzer zijn; of wanneer vluchtige koolwaterstoffen bepaald moeten worden, mag de fles niet van kunststof zijn.

ISO 2/
ISO 10E De monsterfles moet de samenstelling van het monster beschermen tegen verliezen door absorptie, vervluchtiging en contaminatie. Andere factoren die invloed hebben op de keuze van de monsterfles zijn: weerstand tegen extreme temperaturen, breukbestendigheid, sluiting en heropening, afmeting, vorm, gewicht, verkrijgbaarheid, prijs, mogelijkheid tot schoonmaak en hergebruik, etc.

Voor de keuze van monsterflessen dienen de volgende criteria te worden gesteld:

- a. minimalisering van contaminatie van het watermonster door het materiaal waarvan de fles is gemaakt;
- b. mogelijkheid om wanden van de fles schoon te maken en te behandelen om oppervlaktecontaminatie te verminderen;

c. chemische en biologische inertheid.

ISO 10 Het laboratorium, verantwoordelijk voor de analyse van de monsters, dient te worden geraadpleegd over het type monsterfles dat moet worden gebruikt voor het nemen, bewaren en transport van het monster.

Voor afvalwatermonsters worden kunststof monsterflessen aanbevolen voor de meeste analyseparameters. Er zijn enkele uitzonderingen waarvoor uitsluitend glazen monsterflessen moeten worden gebruikt, zoals:

- oliën en vetten;
- koolwaterstoffen;
- detergents;
- pesticiden.

ISO 3/
O-NPR De keuze van monstervat en de voorbehandeling ervan kan grote invloed hebben op het resultaat van de analyse.

Steeds moet worden voorkomen dat het monstervat en zijn sluiting:

- het monster contamineren (flessen van borosilicaat- of kalksodaglas kunnen bijvoorbeeld de gehalten silicium of natrium verhogen);
- de te bepalen component adsorberen of absorberen (koolwaterstoffen kunnen bijvoorbeeld worden geabsorbeerd door een polyetheen vat, sporen metalen kunnen geabsorbeerd worden aan het oppervlak van een glazen fles);
- reageren met bepaalde componenten van het monster (fluoriden bijvoorbeeld kunnen reageren met glas).

Lichtafhankelijke processen kunnen aanzienlijk worden beperkt door gebruik van ondoorzichtige of bruine (actinidevrije) flessen. Als controle op de bruikbaarheid van keuze van monstervat en schoonmaakprocedure moeten blanco monsters worden genomen, geconserveerd en geanalyseerd.

Om sporen chemische componenten te analyseren in oppervlakte- of afvalwater, is het gebruikelijk nieuwe monstervaten grondig te reinigen om contaminatie van monsters te voorkomen. De aard van het te gebruiken schoonmaakmiddel en van het monstervat hangen af van de te bepalen component.

Voor algemene doeleinden moeten glazen flessen worden gereinigd met water en detergents om stof en verpakkingsmateriaal te verwijderen. Daarna moeten zij worden gereinigd met een mengsel van dichromaat en zwavelzuur en zorgvuldig worden nagespoeld met gedestilleerd water. Het gebruik van chroomzuur kan vanwege milieu- of gezondheidsrisico's ongewenst zijn. In dat geval kunnen speciaal reinigingsmiddelen worden gebruikt, mits vaststaat dat deze geen verontreinig-

ging veroorzaken van de monsters.

Fosfaathoudende reinigingsmiddelen kunnen niet worden toegepast als fosfaten of detergenten moeten worden bepaald. Dichromaatzwavelzuur kan niet worden gebruikt als sporen sulfaat en chroom moeten worden bepaald. Monstervaten uit polyetheen moeten in het algemeen worden gereinigd door ze te vullen met 1 mol/l salpeterzuur, ze enkele uren te laten staan en zorgvuldig te spoelen met gedestilleerd of gedeïoniseerd water.

In de tabel, opgenomen in de ontwerp-NPR en de ISO-norm zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor te gebruiken monsterflessen opgenomen:

- Voor BZV en CZV: glas of polyetheen. Bij voorkeur glas bij lage BZV- en CZV-waarden;
- Voor Kjeldahlstikstof: glas of polyetheen (o-NEN), borosilicaatglas of polyetheen (ISO 3);
- Voor zware metalen uitgezonderd kwik: borosilicaatglas of polyetheen;
- Voor kwik: borosilicaatglas.

O-NPR Opmerking: De aanwijzingen voor monsterfles of -vat gelden ook voor de stop of sluiting daarvan en voor eventuele apparatuur waarmee het monster in aanraking komt.

DIN 11 Een verandering van het watermonster door een wisselwerking met de stof waarvan de monsterfles gemaakt is, moet zoveel mogelijk voorkomen worden. Wordt gevreesd voor verliezen door diffusie, dan mogen slechts glas- of borosilicaatflessen of metalen monsterflessen worden gebruikt.

Moeten monsters worden ingevroren, dan kunnen daarvoor geschikte kunststofflessen en eventueel metalen monsterflessen worden gebruikt. Voor de analyse van oplosmiddelen in afvalwatermonsters moeten in beginsel glazen flessen met geslepen conische sluitingen worden gebruikt.

4.1.1.3 Wijze van homogeniseren van het monster

Bron:

HWB Het nemen van het monster uit het monsterbewaarat dient als volgt te geschieden. Met behulp van een voldoende grote scheplepel met een inhoud van circa 250 ml wordt de gehele inhoud van het bewaarvat zodanig geroerd dat al het eventueel bezonken materiaal weer opgemengd wordt. Vervolgens worden de af te vullen flessen voorgespoeld met een deel van het monster uit het bewaarvat. De te vullen flessen worden om en om gevuld met circa 250 ml monster. Bij iedere schep wordt de inhoud

van het bewaarvat opnieuw omgeroerd.

Scheppen gebeurt door tegenstrooms in het draaiende mengsel telkenmale de schep te vullen na het oproeren. Op deze wijze worden alle flessen bijna gelijktijdig afgevuld onder dezelfde condities.

Wordt om enige reden het dagverzamelmonster in een jerrycan of andersoortig vat verzameld, dan wordt vereist, dat ten behoeve van de juiste monsterverdeling en opmenging, de inhoud hiervan in een vat van voldoende inhoud, vervaardigd van inert materiaal, rond van vorm, zonder appendages, met vlakke bodem en voorzien van een opening aan de bovenzijde van minimaal 200 mm, wordt gebracht, waarna het nemen van het monster dient te worden uitgevoerd zoals bovenstaand is omschreven.

4.1.1.4 Vullingsgraad monsterflessen

Bron:

ISO 3/
O-NPR

Voor monsters voor het bepalen van fysisch-chemische parameters is een simpele, maar niet steeds afdoende voorzorgsmaatregel de fles volledig te vullen en zo af te sluiten dat zich boven het monster geen lucht bevindt. Dit beperkt de wisselwerking met de gasfase en het door elkaar schudden van de inhoud tijdens vervoer (dit gaat verandering in gehalte aan koolstofdioxide, en daarmee in pH tegen; waterstofcarbonaten worden niet omgezet in weinig oplosbare carbonaten; ijzer heeft minder neiging te worden geoxideerd, hetgeen kleurverandering voorkomt; enz.). Monsterflessen waarvan de inhoud met het oog op conservering wordt ingevroren moeten niet volledig worden gevuld.

Vaten (hier worden monsterflessen bedoeld) moeten niet geheel worden gevuld.

4.1.1.5 Tijdsduur tussen bemonstering en analyse

Bron:

RIZA

Conserveren verlengt de houdbaarheid van het monster, maar niet onbeperkt. De bepaling van het chemisch zuurstofverbruik zal binnen enkele dagen moeten gebeuren, de bepaling van metalen binnen enkele weken. De tijd tussen monsterneming en analyse zal zo kort mogelijk gehouden moeten worden.

DIN 11

Omdat ruw of gedeeltelijk gezuiverd afvalwater door biologische omzettingen snel kunnen veranderen, moeten deze soorten afvalwater zo snel mogelijk geanalyseerd worden. Anders moeten ze met daarvoor geschikte voorbehandelings- of conserveringsmethoden tegen belangrijke veranderingen beschermd worden.

O-NPR In de tabel, opgenomen in de ontwerp-NPR zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor de maximale tijd tussen bemonstering en analyse opgenomen:

- Voor BZV en CZV: zo spoedig mogelijk analyseren (als het monster koel en donker bewaard wordt);
- Voor CZV: 2 dagen (als het monster is aangezuurd met H_2SO_4 tot $pH = 2$), aanzuren is in het bijzonder aan te bevelen wanneer het CZV het gevolg is van organisch materiaal;
- Voor Kjeldahlstikstof: 48 uur (als het monster is aangezuurd met H_2SO_4 tot $pH < 2$ en koel wordt bewaard), voor ammoniumstikstof geldt bij dezelfde bewaarcondities een termijn van 24 uur;

ISO-3 In de tabel, opgenomen in de ISO-norm zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor de maximale tijd tussen bemonstering en analyse opgenomen:

- Voor BZV: 24 uur (als het monster donker bewaard wordt bij een temperatuur tussen $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $5\text{ }^{\circ}\text{C}$);
- Voor CZV: 5 dagen (als het monster is aangezuurd met H_2SO_4 tot $pH < 2$ en als het monster donker bewaard wordt bij een temperatuur tussen $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $5\text{ }^{\circ}\text{C}$);
- Voor Kjeldahlstikstof: 24 uur (als het monster is aangezuurd met H_2SO_4 tot $pH < 2$ en wordt bewaard bij een temperatuur tussen $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $5\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Onderstaande eisen voor maximale bewaaruur gelden voor monsters die bestemd zijn voor BZV, CZV en Kjeldahlstikstof.

HWB Het voor analyse bestemde monster dient:

- uiterlijk 48 uur na monsterneming, na bewaring in het donker in een goed gesloten vat/fles bij maximaal $4\text{ }^{\circ}\text{C}$, te worden geanalyseerd,
- indien dit wordt bewaard bij een temperatuur van $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ te worden ontdooid door plaatsing ervan in een warm waterbad onder voortdurend mengen waarbij de temperatuur van het monster niet boven $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ mag stijgen. Na het ontdooien dient de temperatuur op $15 - 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ te worden gebracht, waarna het monster kan worden geanalyseerd.

WRD Het voor analyse bestemde monster dient:
hetzij binnen 12 uren na monsterneming;
hetzij binnen 24 uren na monsterneming na bewaring in een goed gesloten vat/fles bij maximaal $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ of geconserveerd met behulp van chemische middelen volgens Nederlands Praktijk Richtlijn (NPR 6601);
hetzij binnen 1 week na monsterneming na bewaring in een goed gesloten verpakking bij minstens $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, indien door onderzoek is aangetoond dat geen verandering optreedt in de samenstelling te worden geanalyseerd.

seerd

- WF Het monster dient:
- binnen 4 uur na monsterneming;
 - binnen 24 uur na monsterneming onder voorwaarde dat het monster in een goed gesloten vat/fles gekoeld bij 2 - 5 °C wordt bewaard;
 - binnen 48 uur na monsterneming onder voorwaarde dat het monster in een goed gesloten vat/fles met geconcentreerd zwavelzuur wordt geconserveerd op pH 2 dan wel
 - binnen 1 week na monsterneming onder voorwaarde dat het monster in een goed gesloten plastic vat wordt ingevroren op minstens -18 °C te worden geanalyseerd;
- K+I Uit de resultaten van de verschillende deelonderzoeken kan het volgende worden geconcludeerd:
- zowel de temperatuur als de opslagtijd van het monster beïnvloeden de BZV- en CZV-waarden. Naarmate de temperatuur hoger en de opslagtijd langer is, worden deze waarden lager;
 - wanneer de BZV moet worden bepaald, dient bij opslag van het monster gedurende, 24 uur of meer koeling tot 3 °C te worden toegepast;
 - wanneer de CZV moet worden bepaald, dient bij opslag van het monster gedurende 48 uur of meer koeling tot 3 °C te worden toegepast. Opslag gedurende 24 uur bij temperaturen tot circa 20 °C geeft geen grote afwijkingen van de CZV-waarden;
 - het ammoniakgehalte blijkt weinig, het nitraatgehalte geheel ongevoelig voor temperatuursinvloeden te zijn;

4.1.2 Conclusies en aanbevelingen

4.1.2.1 Reiniging van de te gebruiken middelen

Al het materiaal dat bij de monsterneming wordt gebruikt moet regelmatig schoongemaakt worden. Het te nemen monster mag niet in contact komen met (resten van) andere monsters. Bemonsteringsbenodigdheden die in aanraking komen met het afvalwater moeten zijn gemaakt van eenvoudig te reinigen inert materiaal dat de later in het monster uit te voeren analyse niet beïnvloedt. De hulpmiddelen kunnen voor gebruik worden gespoeld met het te bemonsteren afvalwater. Hulpmiddelen mogen niet in het afvalwater worden voorgespoeld als dit de later uit te voeren analyse beïnvloedt. Monsterflessen mogen niet worden voorgespoeld met het te bemonsteren afvalwater.

4.1.2.2 Materiaal en voorbehandeling monsterflessen

Voor monsters te analyseren op de heffingsparameters BZV, CZV en Kjeldahlstikstof dienen bij voorkeur schone glazen monsterflessen te worden gebruikt. Voor monsters bestemd om te worden ingevroren moeten schone polyetheen-flessen worden gebruikt. De flessen mogen niet met het te bemonsteren afvalwater worden voorgespoeld.

4.1.2.3 Wijze van homogeniseren van het monster

Het monster wordt uit het monsterbewaarvat geschept met een voldoende grote scheplepel. Voor elke keer dat geschept wordt moet de gehele inhoud van het bewaarvat zodanig worden geroerd dat al het eventueel bezonken materiaal weer opgemengd wordt. Daarbij wordt met de monsterschep afwisselend links- en rechtsom geroerd (dit om ontmenging als gevolg van het zgn. 'whirlpool'-effect te vermijden). De te vullen flessen worden om en om gevuld om te bevorderen dat elke fles hetzelfde monster bevat.

4.1.2.4 Vullingsgraad monsterflessen

Monsterflessen worden bij voorkeur niet volledig gevuld. In verband met het homogeniseren van de inhoud van de fles op het laboratorium worden flessen voor circa 90% gevuld. Als in het monster vluchtige stoffen moeten worden geanalyseerd, moet de monsterfles volledig worden gevuld.

4.1.2.5 Tijdsduur tussen bemonstering en analyse

De tijdsduur tussen bemonstering en analyse is afhankelijk van de toegepaste manier van conservering. Aanbevelingen hiervoor zijn opgenomen in § 4.2.3.

4.2 Conservering

4.2.1 Eisen/richtlijnen in bestaande voorschriften/normen

In deze paragraaf wordt een overzicht gegeven van bestaande eisen en richtlijnen voor de behandeling van (afvalwater-) monsters voordat deze worden afleveren op het laboratorium. De eisen/richtlijnen zijn zo mogelijk letterlijk uit de bronnen overgenomen. De afkortingen in de bronvermelding staan voor:

- ISO 10 International Standard ISO 5667-10 [10];
- ISO 3/ International Standard ISO 5667/3 [9];
- O-NPR Ontwerp-Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6601 [23];
- DIN 11 Deutsche Norm 38 402 Teil 11 [11];
- NPR Nederlandse Praktijkrichtlijn NPR 6600 [12];

4.2.1.1 Koelen tijdens transport en opslag

Bron:

ISO 10/
NPR Er moet aandacht worden besteed aan het vervoer van lege monsterflessen naar de bemonsteringslokatie en aan het vervoer van volle monsterflessen richting het laboratorium.

's-Zomers of als gevreesd wordt voor biologische omzettingen, moeten monsters (tijdens transport) worden geconserveerd door mechanische koeling of koeling door middel van ijs.

ISO 3/
O-NPR Eenvoudig koelen in een koelbox of koelkast bij een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C en in donker bewaren zijn veelal voldoende voorzorgsmaatregelen tijdens het vervoer naar het laboratorium en een korte periode van opslag voor de analyse. Koelen kan vooral voor afvalwatermonsters niet worden beschouwd als conserveringsmethode voor langere termijnen. Het monster moet worden bewaard bij een temperatuur lager dan bij het vullen van het monstervat.

ISO 3 Er moet benadrukt worden dat koelen of invriezen van monsters uitsluitend echt effect heeft als het wordt uitgevoerd onmiddellijk na het nemen van de monsters. Indien mogelijk, maakt dit het gebruik van koelboxen of koelkasten in voertuigen op de bemonsteringslokatie noodzakelijk.

Normaal gesproken kan bij invriezen (-20 °C) een langere bewaarperiode worden toegestaan. Het is echter nodig de invries- en ontdooitechnieken te beheersen om het monster na ontdooien in de oorspronkelijke evenwichtstoestand terug te brengen. In dat geval wordt het gebruik van kunststofflessen (bijvoorbeeld PVC) sterk aanbevolen. Glazen flessen zijn niet geschikt voor invriezen.

O-NPR In de tabel, opgenomen in de ontwerp-NPR zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor conservering van afvalwatermonsters door koeling opgenomen:

- Voor BZV en CZV: koelen tot een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C (en donker bewaren);
- Voor Kjeldahlstikstof: koelen tot een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C, alleen in combinatie met aanzuren met H₂SO₄ tot pH=2.

ISO-3 In de tabel, opgenomen in de ISO-norm zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor conservering van afvalwatermonsters door koeling opgenomen:

- Voor BZV en CZV: koelen tot een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C (en donker bewaren) of invriezen tot -20 °C;
- Voor Kjeldahlstikstof: koelen tot een temperatuur

tussen 2 °C en 5 °C.

DIN 11 De met afvalwater gevulde monsterflessen moeten goed afgesloten, koel en donker, zo snel mogelijk naar het laboratorium vervoerd worden.

4.2.1.2 Chemische conservering

Bron:

O-NPR/
ISO-3 Bepaalde componenten van watermonsters kunnen worden geconserveerd door toevoeging van chemicaliën, die na de monsterneming worden toegevoegd of vooraf in het lege monstervat worden gebracht. Zeer wezenlijk is dat conserveringsmiddelen de analytische bepaling niet storen; in geval van twijfel moet dit door vooronderzoek worden getoetst. Het verdient aanbeveling conserveringsmiddelen toe te voegen in een voldoende geconcentreerde oplossing, zodat slechts geringe volumina nodig zijn. De overeenkomstige verdunning van het monster kan dan meestal worden verwaarloosd. De toevoeging van conserveringsmiddelen kan ook de chemische of fysische aard van bestanddelen wijzigen. Deze veranderingen mogen niet strijdig zijn met het doel van het onderzoek.

In de tabel, opgenomen in de ontwerp-NPR zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor chemische conservering van afvalwatermonsters opgenomen:

- Voor CZV: aanzuren met H_2SO_4 tot pH = 2, aanzuren wordt in het bijzonder aangeraden wanneer het CZV het gevolg is van de aanwezigheid van organisch materiaal;
- Voor Kjeldahlstikstof: aanzuren met H_2SO_4 tot pH < 2 en koelen tot een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C;
- Voor zware metalen: aanzuren met HNO_3 tot pH < 2;
- Voor kwik: aanzuren met HNO_3 (15 mol/l) tot pH = 1 en 0,2 g kaliumdichromaat per liter toevoegen. Bijzondere zorg is nodig om te voorkomen dat de monsterfles contaminatie veroorzaakt.

In de tabel, opgenomen in de ISO-norm zijn onder andere de volgende aanbevelingen voor chemische conservering van afvalwatermonsters opgenomen:

- Voor CZV en Kjeldahlstikstof: aanzuren met H_2SO_4 tot pH < 2, alleen in combinatie met koelen tot een temperatuur tussen 2 °C en 5 °C;
- Voor zware metalen: aanzuren tot pH < 2;
- Voor kwik: aanzuren met HNO_3 tot pH < 2 en toevoegen van $K_2Cr_2O_7$ (0,05% (m/m) eindconcentratie) Bijzondere zorg is nodig om ervoor te zorgen dat de monsterflessen vrij zijn van con-

taminatie.

4.2.2 Praktijkonderzoek

Omdat de eisen en richtlijnen in bestaande voorschriften en normen voor de conservering van monsters in monsterverzamelvaten en tijdens transport niet eenduidig zijn, is onderzoek verricht naar de invloed van de koeling en chemische conservering van monsters op analyseresultaten. Het eerste deel van dit onderzoek is reeds besproken in § 3.2.6.

Omdat het afvalwater dat gebruikt werd voor het oorspronkelijke onderzoek minder geschikt bleek in verband met de optredende natuurlijke verzuring is vervolgonderzoek verricht. Bij dit vervolgonderzoek zijn voor monsters afkomstig van de voorbezinktank van een RWZI de volgende conserveringsmethoden vergeleken:

- gekoeld bewaren;
- invriezen tot $< -18\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- aanzuren met geconcentreerd zwavelzuur tot $\text{pH} < 2$ en gekoeld bewaren.

Na verschillende bewaartermijnen zijn de monsters geanalyseerd op CZV en BZV. Aangezuurde monsters te analyseren op BZV zijn voor analyse geneutraliseerd.

Bij de monsters van effluent van een RWZI zijn alleen de methoden 'gekoeld bewaren' en 'invriezen' tot $< -18\text{ }^{\circ}\text{C}$ onderzocht. Een gedetailleerde beschrijving en de resultaten van dit onderzoek zijn te vinden in bijlage 6.

Bij de conclusies die uit dit onderzoek zijn getrokken zijn ook de resultaten van het onderzoek naar de koeling van monsters in het monsterverzamelvat (§ 3.2.6 en bijlage 4) betrokken.

In zowel de CZV- als de BZV-monsters is in de periode 48 uur - 72 uur in de aangezuurde monsters een structureel hoger gehalte te zien dan in de overige monsters. In een aantal monsters is zelfs een toename te zien t.o.v. het gehalte bij analyse binnen 4 uur. Aanzuren is een handeling die de in het monster uit te voeren analyse kan beïnvloeden. De subgroep geeft de aanbeveling dat monsters alleen dan worden aangezuurd als dit voor de voorgenomen analyse noodzakelijk is;

Bij het koelen van monsters tot $0\text{-}4\text{ }^{\circ}\text{C}$ is een lichte rechtlijnige daling te zien van zowel het CZV als het BZV. Het CZV in de monsters afkomstig van de voorbezinktank daalde bij het onderzoek 'conservering' met circa 1% per etmaal, bij het vervolgonderzoek 'koeling' met circa 1,4% per etmaal. Bij de effluentmonsters was de daling van het BZV ruim 2,5% per etmaal.

In de ingevroren monsters was het CZV na 48 uur ongeveer gelijk aan dat bij analyse binnen 4 uur na bemonstering. Tussen 48 uur en 7 dagen nam het CZV af met circa 0,7% per etmaal. Voor het BZV in monsters van de voorbezinktank werd echter nauwelijks afname waargenomen.

In de effluentmonsters was het BZV in de ingevroren monsters na 48 uur circa 20% lager dan in de monsters geanalyseerd binnen 4

uur. Het BZV nam daarna niet verder af. Bij het onderzoek dat door de zuiveringsschappen Drenthe en Limburg verricht is naar de conservering van effluentmonsters is bij een BZV van minder dan 50 mg/l eveneens een sterke daling aangetoond van het BZV in ingevroren monsters [24].

Omdat onderzoek, uitsluitend verricht aan het afvalwater afkomstig van de voorbezinktank van een RWZI, te beperkt werd geacht, is vervolgonderzoek verricht. Dit vervolgonderzoek is verricht met afvalwater afkomstig van:

- een slachthuis;
- een zuivelbedrijf;
- een ziekenhuis.

Er is onderzoek verricht naar de invloed van het conserveren van afvalwatermonsters door aanzuren met geconcentreerd zwavelzuur tot $\text{pH} < 2$ en gekoeld bewaren op analyseresultaten. De monsters zijn geanalyseerd: binnen 4 uur na bemonstering, na 48 uur, na 72 uur en na 120 uur. De monsters zijn geanalyseerd op CZV en Kjeldahlstikstof. Een gedetailleerde beschrijving en de resultaten van dit onderzoek zijn te vinden in bijlage 11.

4.2.3 Conclusies en aanbevelingen

Als tijdstip voor het begin van de bewaarduur van monsters ($T=0$) dient in het geval van steekmonster het tijdstip van bemonstering te worden aangehouden. Bij etmaalverzamelmonsters begint de bewaartermijn op het moment dat de bemonsteringsperiode is afgelopen (dus 24 uur na aanvang van de bemonsteringsperiode).

Afvalwatermonsters te analyseren op CZV en Kjeldahlstikstof moeten gekoeld worden bewaard bij een temperatuur tussen $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ en worden geanalyseerd binnen 48 uur na afloop van de bemonsteringsperiode ($T=0$) indien ze niet chemisch worden geconserveerd. Als monsters, te analyseren op CZV en Kjeldahlstikstof worden aangezuurd met 18 M zwavelzuur (H_2SO_4) tot $\text{pH} < 2$ moeten deze worden geanalyseerd binnen 5 dagen na afloop van de bemonsteringsperiode ($T=0$).

Voor het conserveren van afvalwatermonsters te analyseren op BZV wordt aanbevolen: koelen tot een temperatuur tussen $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ en analyseren binnen 24 uur na afloop van de bemonsteringsperiode ($T=0$).

Invriezen is een goede manier van conserveren voor CZV-, Kjeldahlstikstof- en BZV-monsters. Bij een laag BZV is echter een verlies van BZV te zien in ingevroren monsters. Invriezen is alleen zinvol als de tijd tussen einde bemonsteringsperiode ($T=0$) en analyse meer is dan 48 uur. Ingevroren monsters, te analyseren op BZV moeten binnen 72 uur na afloop van de bemonsteringsperiode ($T=0$) worden geanalyseerd. Ingevroren monsters, te analyseren op CZV en Kjeldahlstikstof moeten binnen 5 dagen na afloop van de bemonsteringsperiode ($T=0$) worden geanalyseerd.

Door invriezen kunnen ongewenste neveneffecten optreden. Voor monsters die moeten worden geanalyseerd op vluchtige stoffen is invriezen een ongeschikte conserveringsmethode. Bij een laag BZV

(minder dan 50 mg/l) moet voor de analyse op BZV, invriezen als een minder geschikte conserveringsmethode worden gezien.

Van bovenstaande aanbevelingen kan in individuele situaties worden afgeweken als overtuigend wordt aangetoond dat voor dit de betreffende situatie geen verschil in analyseresultaten oplevert.

5 Samenvatting van aanbevelingen

In dit hoofdstuk wordt een samenvatting gegeven van aanbevelingen zoals deze in voorgaande hoofdstukken zijn opgenomen. De aanbevelingen zijn per onderdeel samengevat.

5.1 Debietmeting

5.1.1 Algemeen

Bij de keuze van meetapparatuur moet rekening worden gehouden met een eventueel onregelmatig lozingspatroon. De apparatuur moet ook geschikt zijn om 'pieken' te meten. Algemeen dient te worden gesteld dat meetvoorzieningen in een goede staat moeten verkeren, regelmatig moeten worden schoongemaakt en altijd goed en veilig toegankelijk moeten zijn.

5.1.2 Open systemen

Bij de toepassing van een meetput met Thomson-meetschot volgens STORA-model [1] of een meetput met een rechthoekige scherpe overlaat volgens STORA-model [2] mag, per etmaal, het gemeten debiet bij overstorthoogten van minder dan 0,05 m niet meer bedragen dan 5% van het totale debiet. Het gemeten debiet bij overstorthoogten van minder dan 0,125 m mag, per etmaal, niet meer bedragen dan 10% van het totale debiet.

Bij de toepassing van een meetgoot mag, per etmaal, het debiet dat wordt gemeten bij een momentaan debiet kleiner dan 16,4% van het maximaal te meten momentane debiet, niet meer te bedragen dan 10% van het totale debiet.

De meetvoorzieningen dienen gedurende de periode van meting in goede staat te verkeren. De wanden van de meetvoorziening en de overstortranden van meetschotten moeten vrij zijn van aangekoekt vuil. Bij niveaumeting met een borrelbuis dient ook de borrelbuis regelmatig te worden schoongemaakt.

Als in de meetvoorziening bezinking kan optreden, moet deze regelmatig worden schoongemaakt. De frequentie van schoonmaken is afhankelijk van de uitvoering van de meetvoorziening en de aard van het afvalwater.

De apparatuur voor de hoogtemeting in open systemen dient minimaal 1 keer per jaar te worden gekalibreerd, door simulatie van een meting bij de overstorthoogten 5, 10, 15, 20 en 25 cm. In het kalibratierapport dient voor elke overstorthoogte een vergelijking te worden gemaakt tussen het gemeten debiet en het bij de betreffende overstorthoogte berekende debiet. Zowel het absolute als het procentuele verschil moet hierbij worden aangegeven. Bij ultrasone hoogtemeting dient ook de temperatuurmeting en -correctie te worden gecontroleerd en te worden gecorrigeerd bij afwijking.

5.1.3 Gesloten systemen

Gesloten meetsystemen dienen zodanig te worden toegepast dat te allen tijde kan worden voldaan aan de eisen die de leverancier van het meetstelsel stelt aan de minimale doorstroming.

Meetapparatuur voor debietmeting in gesloten systemen moeten minimaal één keer per jaar 'droog' worden gekalibreerd. Deze 'droge kalibratie' dient minimaal te bestaan uit:

- het controleren van de meetversterker en het registreren en corrigeren van afwijkingen. De versterker dient te worden gecontroleerd op lineariteit, versterkingsfactor en nulpuntsinstelling;
- het uitbouwen van de flowmeter en het controleren van de binnenkant van de meetbuis op vervuiling. De in de meetbuis aanwezige vervuiling moet daarbij worden verwijderd.

Minimaal één keer per drie jaar moet voor debietmeters voor meting in gesloten systemen een 'natte kalibratie' in ingebouwde toestand worden uitgevoerd. Onder natte kalibratie wordt verstaan dat daadwerkelijk een nauwkeurig bekende hoeveelheid water door de meter wordt geleid. Voor debietmeters in mobiele meetapparatuur moet de 'natte kalibratie' in ingebouwde situatie plaatsvinden op een door het NMI gecertificeerde installatie.

De hiervoor genoemde aanbevelingen zijn opgesteld voor 'standaard' meetsituaties. Bij het meten van afvalwater dat een groter risico geeft op vervuiling en verstopping van meetapparatuur, kan het nodig zijn dat de controlerende instantie strengere eisen stelt aan schoonmaak, onderhoud, controle en kalibratie van meetapparatuur.

5.2 Bemonstering

5.2.1 Steekbemonstering

Steekmonsters moeten worden genomen in een turbulent gedeelte van de stroom. Met uitzondering van monsters die geanalyseerd moeten worden op opgeloste gassen en vluchtige verbindingen, moet bij laminaire stromen turbulentie worden opgewekt. Daarbij dienen reeds bezonken delen niet te worden opgewerveld. Het nemen van een steekmonster voor de analyse op parameters genoemd in de vergunningsvoorwaarden is alleen dan zinvol als op het moment van bemonstering ook daadwerkelijk lozing plaatsvindt.

Uit open systemen kan een steekmonster worden genomen door met een monsterschep een hoeveelheid water uit de stroom te scheppen en deze hoeveelheid al dan niet met behulp van een trechter in een monsterfles te gieten. Indien het steekmonster op meerdere parameters moet worden geanalyseerd, zodat meerdere monsterflessen moeten worden afgevuld, verdient het aanbeveling om met een emmer een hoeveelheid water uit de stroom te scheppen. Vanuit de emmer kan men met een monsterschep en al dan niet met behulp van een trechter de monsterflessen afvullen. De wijze van monsterneming uit de emmer komt overeen met de te volgen werkwijze bij het nemen van een monster uit een monsterverzamelvat.

Uit gesloten systemen kan alleen steekbemonstering worden uitgevoerd als een voorziening voor bemonstering is aangebracht. Dit kan een bemonsteringsapparaat voor automatische bemonstering zijn waarmee op een willekeurig tijdstip, met de mogelijkheid voor handmatige monsterneming, een steekmonster kan worden genomen.

Een andere mogelijkheid is het nemen van een steekmonster uit een aftakking met afsluiter. In dat geval dienen de aftakking en de afsluiter enige tijd te worden doorgespoeld met het afvalwater alvorens het steekmonster wordt genomen.

Hulpmiddelen die worden gebruikt bij het nemen van steekmonsters en die met het monster in contact komen, moeten schoon zijn en gemaakt zijn van een materiaal dat geen invloed heeft op de in het betreffende monster te analyseren parameter(s). Het aantal handelingen dat met het monster wordt verricht moet zo klein mogelijk zijn.

5.2.2 Automatische bemonstering

Monsters moeten worden genomen op plaatsen waar turbulentie heerst. Bij automatische bemonstering uit open systemen dient het aanzuigpunt zich zo dicht mogelijk stroomafwaarts van de obstructie te bevinden.

Bij bemonstering uit gesloten systemen met 'in-line'-bemonsteringsapparatuur mag het bemonsteringspunt zich niet in een bocht of een vernauwing in de leiding bevinden. Als lozing plaatsvindt met behulp van een pomp, dan moet het bemonsteringspunt zich aan de perszijde van deze pomp bevinden.

Als een gesloten meetsysteem wordt gecombineerd met een vacuumbemonsteringsapparaat moet het aanzuigpunt van dit bemonsteringsapparaat zich bij voorkeur bevinden op het punt waar de gesloten leiding uitmondt op een open afvoersysteem. Als dit niet mogelijk is, kan vanuit de gesloten leiding een aftakking worden gemaakt, uitmondend in een buffervat waaruit wordt bemonsterd. Hierbij dient de snelheid in de aftakking ten minste gelijk te zijn aan die in de hoofdleiding. Bij gebruik van vacuumbemonsteringsapparatuur dient de aanzuigleiding zo kort mogelijk te zijn en onder afschot te worden gelegd. De aanzuigleiding moet worden beschermd tegen bevroering en direct zonlicht. In de aanzuigleiding dienen zich geen knikken of overbodige bochten te bevinden. Het aanzuigpunt dient zich altijd onder het vloeistofoppervlak te bevinden.

De diameter van alle doorstroomde delen van bemonsteringsapparatuur van het aanzuigpunt tot het punt waar het monster wordt afgeleverd in het monsterverzamelvat moet minimaal 13 mm bedragen. In verband met mogelijke verstopping wordt aanbevolen om de gehele aanzuigleiding (inclusief slangtules e.d.) met dezelfde inwendige diameter uit te voeren.

De aanzuigsnelheid van vacuumbemonsteringsapparatuur moet minimaal 0,3 m/s bedragen.

Bij het afvoeren van het deelmonster naar het monsterverzamelvat moet voorkomen worden dat het monster wordt belucht. Bij voorge-

nomen analyse op vluchtige stoffen moet de afvoer van het monster naar het monsterverzamelvat zodanig zijn dat het verlies van vluchtige stoffen beperkt wordt.

Het bemonsteringsinterval moet zodanig worden ingesteld dat een etmaalverzamelmonster wordt verkregen dat bestaat uit ten minste 100 deelmonsters. Bij vacuümbemonstering moet elk deelmonster een volume van minimaal 50 ml hebben. Bij 'in-line'-bemonstering moet het volume per deelmonster minimaal 20 ml bedragen. Het volume per deelmonster moet zodanig worden ingesteld dat de herhaalbaarheid maximaal 5% van het ingestelde volume per deelmonster bedraagt.

Het monsterverzamelvat moet een zodanige inhoud hebben dat het vat tijdens de bemonsteringsperiode niet overloopt. Het vat moet zijn gemaakt van inert materiaal dat de in het monster uit te voeren analyse(s) niet beïnvloedt. Het vat moet gemakkelijk kunnen worden gereinigd.

Het verzamelvat moet gemakkelijk kunnen worden uitgenomen en zijn uitgevoerd als emmer of als vat met een wijde hals zodat met een monsterschep gemakkelijk kan worden geroerd en geschept. Tijdens de bemonsteringsperiode moet het monsterverzamelvat zijn afgesloten met een goed afsluitende deksel.

Als in het monster geen metalen worden geanalyseerd, verdient het aanbeveling om gebruik te maken van een roestvrijstalen monsterverzamelvat. Zowel de warmte-geleidingscoëfficiënt als de soortelijke warmte van staal is vele malen groter dan die van kunststoffen.

Monsters in monsterverzamelvaten moeten worden bewaard bij een temperatuur tussen 0 °C en 4 °C. Zo snel mogelijk na het nemen van elk deelmonster moet het verzamelmonster deze temperatuur hebben bereikt. Bevriezing van het monster moet worden voorkomen.

Als overtuigend wordt aangetoond dat voor een bepaald type afvalwater koeling van monsters geen invloed heeft op analyseresultaten, kan van bovenstaand voorschrift worden afgeweken.

Bemonsteringsvoorzieningen moeten te allen tijde goed en veilig toegankelijk zijn en zijn ondergebracht in een afsluitbare (kast-)ruimte zodat onbevoegden geen toegang hebben.

Bemonsteringsvoorzieningen moeten te allen tijde in goede staat te verkeren. Aan apparatuur moet onderhoud gepleegd worden volgens voorschriften van de leverancier.

5.3 Monsterbehandeling

Al het materiaal dat bij de bemonstering wordt gebruikt moet regelmatig schoongemaakt worden. Het te nemen monster mag niet in contact komen met (resten van) andere monsters.

Bemonsteringsbenodigdheden die in aanraking komen met het afvalwater, moeten zijn gemaakt van eenvoudig te reinigen inert materiaal dat de later in het monster uit te voeren analyse niet beïnvloedt. De hulpmiddelen kunnen voor gebruik worden gespoeld met het te bemonsteren afvalwater. Hulpmiddelen mogen niet in het afvalwater worden voorgespoeld als dit de later uit te voeren analyse

benvloedt. Monsterflessen mogen niet worden voorgespoeld met het te bemonsteren afvalwater.

Voor monsters te analyseren op de heffingsparameters BZV, CZV en Kjeldahlstikstof dienen bij voorkeur schone glazen monsterflessen te worden gebruikt. Voor monsters bestemd om te worden ingevroren moeten schone polyetheen-flessen worden gebruikt.

Het monster wordt uit het monsterbewaarvat geschept met een voldoende grote scheplepel. Voor elke keer dat geschept wordt moet de gehele inhoud van het bewaarvat zodanig worden geroerd dat al het eventueel bezonken materiaal weer opgemengd wordt. Daarbij wordt met de monsterschep afwisselend links- en rechtsom geroerd (dit om ontmenging als gevolg van het zgn. 'whirlpool'-effect te vermijden). De te vullen flessen worden om en om gevuld om te bevorderen dat elke fles hetzelfde monster bevat.

Monsterflessen worden bij voorkeur niet volledig gevuld. In verband met homogeniseren van de inhoud van de fles op het laboratorium worden flessen voor circa 90% gevuld. Als in het monster vluchtige stoffen moeten worden geanalyseerd, moet de monsterfles volledig worden gevuld.

Als tijdstip voor het begin van de bewaarduur van monsters ($T=0$) dient in het geval van steekmonster het tijdstip van bemonstering te worden aangehouden. Bij etmaalverzamelmonsters begint de bewaartermijn op het moment dat de bemonsteringsperiode is afgelopen (dus 24 uur na aanvang van de bemonsteringsperiode). Een overzicht van aanbevelingen voor de bewaartermijn van afvalwatermonsters wordt gegeven in tabel 8. In deze tabel is ook aangegeven welke eisen in de ontwerp-NPR-6601 [23] en de ISO 5667/3 [9] aan de bewaartermijn worden gesteld.

Tabel 8 Bewaartermijn van op heffingsparameters te analyseren monsters

Parameter	Temperatuur van het monster gedurende de bewaartermijn	Chemische conservering	Maximale bewaartermijn		
			o-NPR-6601	ISO 5667/3	subgroep
Biochemisch zuurstofverbruik te verwachten BZV < 50 mg/l	Tussen 0 °C en 4 °C	-	Zo spoedig mogelijk (bij 2-5 °C)	24 uur (bij 2-5 °C)	24 uur
Biochemisch zuurstofverbruik te verwachten BZV ≥ 50 mg/l	Tussen 0 °C en 4 °C	-	Zo spoedig mogelijk (bij 2-5 °C)	24 uur (bij 2-5 °C)	24 uur
	≤ -18 °C	-	-	-	72 uur
Chemisch Zuurstofverbruik (CZV)	Tussen 0 °C en 4 °C	-	Zo spoedig mogelijk (bij 2-5 °C)	-	48 uur
		Aanzuren met geconcentreerd H ₂ SO ₄ (18 M) tot pH < 2	2 dagen	5 dagen (bij 2-5 °C)	5 dagen
	≤ -18 °C	-	-	1 maand (bij -20 °C)	5 dagen
Kjeldahlstikstof (N-Kj.)	Tussen 0 °C en 4 °C	-	-	-	48 uur
		Aanzuren met geconcentreerd H ₂ SO ₄ (18 M) tot pH < 2	48 uur (bij 2-5 °C)	24 uur (bij 2-5 °C)	5 dagen
	≤ -18 °C	-	-	-	5 dagen
Zware metalen uitgezonderd kwik	Tussen 0 °C en 4 °C	Aanzuren met HNO ₃ (15 M) tot pH < 2	1 maand	1 maand	1 maand
Kwik (Hg)	Tussen 0 °C en 4 °C	Aanzuren met HNO ₃ (15 M) tot pH < 2 en minimaal 0,5 g K ₂ Cr ₂ O ₇ per liter toevoegen	Enige maanden	1 maand	1 maand

6 Tekstvoorstel, op te nemen in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit Verontreiniging Rijkswateren

In dit hoofdstuk is een voorstel opgenomen voor de tekst die kan worden opgenomen in Bijlage I van het uitvoeringsvoorschrift C-1.1, Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren. De tekst kan de bestaande tekst van onderdeel **A. Wijze van meting en bemonstering** vervangen. Het oorspronkelijke voorstel is aangereikt door subwerkgroep 'Meting en bemonstering van afvalwater' en goedgekeurd door werkgroep III van de CIW. Het voorstel is geredigeerd door werkgroep I/II van de CIW en de Hoofddirectie van de Waterstaat.

Wij Beatrix, bij de gratie Gods, Koningin der Nederlanden, Prinses van Oranje-Nassau, enz. enz. enz.

Op de voordracht van Onze Minister van Verkeer en Waterstaat van 10 januari 1997, nr. HW/RH 96/1671;

Gelet op artikel 22, eerste lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren;

De Raad van State gehoord(advies van 17 maart 1997, nr. W09.97.0019);

Gezien het nader rapport van Onze Minister van Verkeer en Waterstaat van..., RH...;

Hebben goedgevonden en verstaan:

Artikel I

Het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren wordt als volgt gewijzigd:

A. Artikel 13 komt als volgt te luiden:

Artikel 13

1. De vervuilingswaarde voor bedrijven of bedrijfsonderdelen wordt berekend met behulp van door meting, bemonstering en analyse verkregen gegevens. De berekening geschiedt met inachtneming van de in bijlage I, onderdeel C, opgenomen voorschriften. De meting, bemonstering en analyse geschieden zodanig dat;

- a. de gemeten hoeveelheid afvalwater niet meer dan 5% afwijkt van de werkelijke hoeveelheid afvalwater;*
- b. het verkregen monster representatief is voor de totale hoeveelheid afvalstoffen die gedurende de bemonsteringsperiode vanuit het bedrijf of het bedrijfsonderdeel in rijkswateren wordt gebracht;*
- c. de in bijlage I, onderdelen A en B, van dit besluit opgenomen voorschriften in acht genomen worden.*

2. Het hoofd:

- a. kan, voorzover noodzakelijk ter voldoening aan het bepaalde in het eerste lid, onderdelen a en b, ambtshalve bepalen dat meting en bemonstering geschieden in afwijking van één of meer van de in bijlage I, onderdelen A en B van dit besluit opgenomen voorschriften en kan daaromtrent nadere voorschriften geven.*
- b. beslist op aanvraag van de heffingplichtige, die aannemelijk maakt dat daardoor voldaan wordt aan het bepaalde in het eerste lid, onderdelen a en b, en de uitkomsten van de*

analyse daardoor niet worden beïnvloed, dat van één of meer van de in bijlage I, onderdelen A en B, van dit besluit opgenomen voorschriften, kan worden afgeweken en kan daaromtrent nadere voorschriften geven.

3.
 - a. De beslissing van het hoofd, bedoeld in het tweede lid, onderdeel a, bevat in elk geval:
 - a. de voorschriften van bijlage I, onderdelen A en B, waarvan moet worden afgeweken;
 - b. de voorgeschreven afwijkingen van de in bijlage I, onderdelen A en B, opgenomen voorschriften;
 - c. nadere voorschriften van het hoofd;
 - d. het heffingsjaar of de heffingsjaren ten aanzien waarvan die beschikking van toepassing is.
 - b. De beslissing van het hoofd op een aanvraag als bedoeld in het tweede lid, onderdeel b, bevat in elk geval:
 - a. de voorschriften van bijlage I, onderdelen A en B waarvan mag worden afgeweken;
 - b. de toegestane afwijkingen van de in bijlage I, onderdelen A en B, opgenomen voorschriften;
 - c. nadere voorschriften van het hoofd;
 - d. het heffingsjaar of de heffingsjaren ten aanzien waarvan die beschikking van toepassing is.
4. Het hoofd neemt zijn beslissingen, bedoeld in het tweede lid, bij voor bezwaar vatbare beschikking. Het hoofd is bevoegd twee of meer van de op basis van het tweede lid genomen beschikkingen, die betrekking hebben op hetzelfde bedrijf of hetzelfde bedrijfsonderdeel, in één geschrift te verenigen.
5. De heffingplichtige brengt de wijze van meting en bemonstering met een beschrijving van de daarvoor te gebruiken apparatuur, voor aanvang van het heffingsjaar, ter kennis aan het hoofd.
6. Voor de berekening van de in het eerste lid bedoelde vervuilingswaarde geschieden meting, bemonstering en analyse door de heffingplichtige ieder etmaal van het heffingsjaar met betrekking tot alle in de heffing betrokken stoffen.
7. Op aanvraag van de heffingplichtige, die aannemelijk maakt dat voor de berekening van de vervuilingswaarde kan worden volstaan met een beperkt aantal gegevens, beslist het hoofd dat meting, bemonstering en analyse, in afwijking van het zesde lid, gedurende een beperkt aantal etmalen plaatsvinden.
8. Het hoofd beslist op de aanvraag, bedoeld in het zevende lid, bij voor bezwaar vatbare beschikking. In zijn beschikking geeft het hoofd in ieder geval voorschriften met betrekking tot:
 - a. de afvalstromen en de stoffen waarop de beschikking betrekking heeft;
 - b. het aantal in het heffingsjaar gelegen, daartoe aangewezen tijdvakken waarin meting, bemonstering en analyse dienen te geschieden, hetzij ieder etmaal van dat aantal tijdvakken, hetzij een of meer daartoe aangewezen etmalen daarvan;
 - c. de wijze waarop de op de voet van de onderdelen a en b verkregen uitkomsten worden herleid tot het gemiddelde aantal inwonerequivalenten en het aantal vervuilingseenheden over een aldaar bedoeld tijdvak, onderscheidenlijk over het heffingsjaar;
 - d. het heffingsjaar of de heffingsjaren, ten aanzien waarvan die beschikking van toepassing is.

9. Het hoofd kan bij veranderingen of te verwachten veranderingen in de hoeveelheid of hoedanigheid van de stoffen, die vanuit een bedrijf of een bedrijfsonderdeel in rijkswateren worden gebracht;

- a. de desbetreffende beschikkingen, bedoeld in het vierde lid, wijzigen of intrekken, in verband met het bepaalde in het eerste lid, onderdelen a tot en met c;
- b. de desbetreffende beschikking, bedoeld in het achtste lid, wijzigen indien toepassing van berekeningsvoorschrift IV van onderdeel C van bijlage I leidt tot een ander aantal etmalen, bedoeld in het achtste lid, onderdeel b, dan in die beschikking is opgenomen.

10. Het hoofd neemt de in het negende lid bedoelde beslissingen bij voor bezwaar vatbare beschikking.

B. Artikel 23 wordt als volgt gewijzigd:

1. In het eerste lid wordt "bedoeld in artikel 2, eerste lid, onderdeel c, van die wet" vervangen door: bedoeld in artikel 2, eerste lid, onderdeel i, van die wet.

2. In het tweede lid wordt " artikel 9, vierde lid, onderdeel a en slot" vervangen door: artikel 9, vijfde lid, onderdeel a en slot.

C. Bijlage I, komt als volgt te luiden:

Bijlage I als bedoeld in artikel 13, eerste lid, van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren.

Definitiebepalingen

In deze bijlage wordt verstaan onder:

- a. etmaal: de aaneengesloten periode van 24 uur waarover een etmaalverzamelmonster wordt samengesteld;
- b. debiet: de hoeveelheid geloosd afvalwater gedurende het etmaal;
- c. momentaan debiet: de hoeveelheid geloosd afvalwater gedurende een moment van meting;
- d. kalibreren: bepalen van de waarde van de afwijkingen ten opzichte van een van toepassing zijnde standaard;
- e. droog kalibreren: kalibreren van een debietmeter waarbij een doorstroming van een hoeveelheid water door de debietmeter wordt gesimuleerd;
- f. nat kalibreren: kalibreren van een debietmeter waarbij daadwerkelijk een nauwkeurig bekende hoeveelheid vloeistof door de debietmeter wordt geleid;
- g. gesloten meetsysteem: meetsysteem dat het debiet meet in een gesloten leiding of in een gesloten drukleiding, waarbij het afvalwater niet in contact staat met de buitenlucht;
- h. open meetsysteem: meetsysteem waarbij het oppervlak van het stromende afvalwater in contact staat met de buitenlucht;
- i. bewaartermijn: de periode tussen het einde van het etmaal en het begin van de voorbehandeling ten behoeve van de uitvoering van de analyse;
- j. bepalingsgrens: $10 \times$ de standaarddeviatie die gevonden wordt indien een blanchometing 10 keer wordt uitgevoerd.

A. Wijze van meting, bemonstering en monsterbehandeling

Paragraaf 1 Algemeen

De meet- en bemonsteringsvoorzieningen dienen in een goede staat te verkeren, regelmatig te worden schoongemaakt en moeten altijd goed en veilig toegankelijk zijn. De meet- en bemonsteringsvoorzieningen moeten overeenkomstig de voorschriften van de leverancier geïnstalleerd en onderhouden worden. De bemonsteringsvoorzieningen dienen te zijn ondergebracht in een afsluitbare (kast-)ruimte. Een afvalwaterstroom kan zowel in een open als in een gesloten meetsysteem worden gemeten en bemonsterd.

In paragraaf 2 wordt nader ingegaan op de meting en in paragraaf 3 op de bemonstering.

In paragraaf 4 wordt nader ingegaan op de behandeling van het samengestelde etmaalverzamelmonster.

Paragraaf 2 Meting

De meting betreft het debiet. Het debiet moet in de afvalwaterstroom worden gemeten. In de plaats daarvan kan het debiet worden bepaald op basis van meting van de hoeveelheid water in het watertoevoersysteem van het bedrijf of van de bedrijfsonderdelen. In het laatstbedoelde geval mag de per etmaal afgevoerde hoeveelheid afvalwater niet groter zijn dan de in dezelfde periode toegevoerde hoeveelheid water.

2.1. Open meetsystemen

Bij open meetsystemen moet een meetput of een meetgoot worden toegepast.

Bij toepassing van een meetput gelden de volgende eisen;

- 1. De momentane debieten in het etmaal, gemeten bij overstorthoogten van minder dan 0,05 meter, moeten gesommeerd minder dan 5% van het gemeten debiet bedragen;*
- 2. De momentane debieten in het etmaal, gemeten bij overstorthoogten van minder dan 0,125 meter, moeten gesommeerd minder dan 10% van het gemeten debiet bedragen.*

Bij toepassing van een meetgoot moeten de momentane debieten in het etmaal, van minder dan 16,4% van het maximaal mogelijk momentane debiet, gesommeerd, minder dan 10% van het gemeten debiet bedragen.

De apparatuur voor de hoogtemeting moet minimaal éénmaal per jaar bij overstorthoogten van 5, 10, 15, 20 en 25 centimeter droog gekalibreerd worden. In het kalibratierapport dient voor elke overstorthoogte een vergelijking te worden gemaakt tussen de gemeten hoeveelheid afvalwater gedurende de periode van het kalibreren, en de bij de desbetreffende overstorthoogte met behulp van de afvoerrelatie van de meetvoorziening berekende hoeveelheid afvalwater over de periode van het kalibreren. Zowel het absolute als het procentuele verschil moet hierbij worden aangegeven. Bij ultrasone

hoogtemeting dient ook de temperatuurmeting en de temperatuurcorrectie te worden gecontroleerd en te worden gecorrigeerd bij afwijking.

2.2. Gesloten meetsystemen

De momentane debieten in het etmaal, van minder dan 10% van het maximaal mogelijk momentaan debiet, moeten gesommeerd minder dan 5% van het gemeten debiet bedragen.

Meetapparatuur voor debietmetingen dient ten minste éénmaal per jaar droog te worden gekalibreerd.

Het droog kalibreren dient minimaal te bestaan uit:

- het controleren van de meetversterker en het registeren en corrigeren van afwijkingen. De meetversterker dient te worden gecontroleerd op lineariteit, versterkingsfactor en nulpuntsinstelling;
- het uitbouwen van de flowmeter en het controleren van de binnenkant van de meetbuis op vervuiling. De in de meetbuis aanwezige vervuiling moet daarbij worden verwijderd.

De meetapparatuur dient na 1 januari 1997 tenminste éénmaal per vijf jaar nat gekalibreerd te worden in ingebouwde toestand.

Voor debietmeters in mobiele meetapparatuur moet de natte kalibratie in ingebouwde toestand plaatsvinden op een door het Nederlands Meetinstituut of een daarmee vergelijkbare instelling gecertificeerde installatie.

Van een debietmeter moet het meest recente kalibratierapport overgelegd kunnen worden.

Paragraaf 3 Bemonstering

3.1. Algemeen, Instelling en Uitvoering van Apparatuur

De bemonstering dient plaats te vinden met behulp van automatische monstername-apparatuur.

Het bemonsteringsinterval moet zodanig ingesteld worden dat een etmaalverzamelmonster wordt verkregen dat bestaat uit ten minste 100 deelmonsters. Het volume per deelmonster wordt zodanig ingesteld dat de herhaalbaarheid maximaal 5% van het ingestelde volume bedraagt. Bij vacuümmonstername-apparatuur moet het volume per deelmonster minimaal 50 milliliter bedragen. Bij 'in-line'bemonstering bedraagt het volume per deelmonster minimaal 20 milliliter en dient een etmaalverzamelmonster te worden verkregen dat in plaats van tenminste uit 100 deelmonsters bestaat uit ten minste 250 deelmonsters.

Het monsterverzamelvat moet een zodanige inhoud hebben dat het vat gedurende het etmaal niet overloopt.

Zowel het monsterverzamelvat als andere onderdelen van de monstername-apparatuur die met het afvalwater in aanraking komen, moeten zijn gemaakt van gemakkelijk te reinigen, inert materiaal, dat de uit te voeren analyse niet beïnvloedt. Het monsterverzamelvat moet gemakkelijk uitgenomen kunnen worden en moet zijn uitgevoerd als emmer of als vat met een wijde hals zodat met een monsterschep gemakkelijk kan worden geroerd en

geschept. Tijdens het etmaal moet het monsterverzamelvat afgesloten zijn met een goed afsluitende deksel.

3.2. Open meetsystemen

Het aanzuigpunt moet zich zo dicht mogelijk stroomafwaarts van de obstructie bevinden. Op het aanzuigpunt dient het afvalwater turbulent te stromen.

Bij gebruik van vacuümmonstername-apparatuur moet de aanzuigleiding zo kort mogelijk en onder afschot gelegd zijn. De aanzuigleiding dient beschermd te zijn tegen bevriezing en direct zonlicht. In de aanzuigleiding mogen zich geen knikken of overbodige bochten bevinden. Het aanzuigpunt moet zich onder het vloeistofoppervlak bevinden.

De diameter van alle doorstroomde delen van de monstername-apparatuur van het aanzuigpunt tot het punt waar het monster wordt afgeleverd in het monsterverzamelvat dient minimaal 13 millimeter te bedragen. Bij gebruik van vacuümmonstername-apparatuur moet de gemiddelde aanzuigsnelheid minimaal 0,3 meter per seconde bedragen.

Bij het afvoeren van het deelmonster naar het monsterverzamelvat dient voorkomen te worden dat het monster wordt belucht.

3.3. Gesloten meetsystemen

Bij bemonstering met behulp van in-line-monstername-apparatuur mag het bemonsteringspunt zich niet in een bocht of een vernauwing in de leiding bevinden. Indien het te bemonsteren afvalwater wordt afgevoerd met behulp van een pomp dan moet het bemonsteringspunt zich aan de perszijde van deze pomp bevinden.

Als een gesloten meetsysteem wordt gecombineerd met vacuümmonstername-apparatuur dient het aanzuigpunt zich op het punt te bevinden waar de gesloten leiding uitmondt in een open afvoersysteem of er dient vanuit de gesloten leiding een aftakking te kunnen worden gemaakt, uitmondend in een buffervat waaruit wordt bemonsterd. De stroomsnelheid van het afvalwater in de aftakking moet, indien vanuit de gesloten leiding een aftakking is gemaakt, in dat geval ten minste gelijk zijn aan die in de hoofdleiding.

Paragraaf 4 Monsterbehandeling

4.1. Algemeen

De deelmonsters in het monsterverzamelvat dienen te worden bewaard bij een temperatuur hoger dan 0° Celsius en lager dan of gelijk aan 4° Celsius. Bevriezing van het etmaalverzamelmonster in het monsterverzamelvat moet derhalve worden voorkomen.

Bemonsteringsbenodigdheden die in aanraking komen met het afvalwater dienen te zijn gemaakt van eenvoudig te reinigen inert materiaal dat de later uit te voeren analyse(s) niet beïnvloedt. De monsters uit het etmaalverzamelmonster moeten binnen een uur na afloop van het etmaal, zijn genomen. De monsters dienen met een voldoende grote monsterschep te worden genomen. De gehele inhoud van het monsterverzamelvat moet elke keer, voordat geschept wordt, zodanig geroerd worden dat al het eventueel bezonken materiaal wordt opgemengd. Daarbij dient de monsterlepel afwisselend links- en rechtsom geroerd te worden. De

monsterflessen bestemd voor analyse door de heffingplichtige en voor contra-analyse vanwege het hoofd moeten om en om gevuld worden. Op deze wijze wordt bewerkstelligd dat het monster voor de analyse op een heffings-parameter door de heffingplichtige en voor de desbetreffende contra-analyse vanwege het hoofd zoveel mogelijk identiek zijn.

4.2. Conservering en maximale bewaartermijn

De monsters uit het etmaalverzamelmonster dienen tot en met het einde van de bewaartermijn geconserveerd te worden op de wijze zoals is aangegeven in tabel A. Als een monster uit het etmaalverzamelmonster wordt ingevroren of chemisch geconserveerd moet dit binnen 4 uur na afloop van het etmaal geschieden. De eventuele voorschriften met betrekking tot chemische conservering gelden in aanvulling op de voorschriften met betrekking tot de conserverings-temperatuur gedurende de bewaartermijn.

In tabel A zijn tevens de maximale bewaartermijnen opgenomen die gelden voor de onderscheidenlijke uit te voeren analyses. De voorbehandeling ten behoeve van een analyse moet derhalve na het einde van het etmaal aanvangen, binnen de maximale bewaartermijn die bij de desbetreffende analyse in tabel A is vermeld. De voorbehandeling van het monster ten behoeve van de analyse, waaronder ondermeer wordt begrepen het ontdooien van bevroren monsters, moet op een wijze en binnen een zodanige termijn worden uitgevoerd dat daardoor de representativiteit van het monster niet wordt verstoord. Een monster dat op één van de in tabel A aangegeven wijzen chemisch is geconserveerd wordt niet gebruikt voor één van de in tabel A opgenomen wijzen van analyse, waarvoor op basis van tabel A geen of andere voorschriften op het vlak van de chemische conservering gelden.

tabel A

Analyse op:	Temperatuur (T) in graden Celsius van het monster tot het einde van de bewaartermijn	Chemische Conservering	Maximale Bewaartermijn
Biochemisch zuurstofverbruik (BZV) < 50 mg/l	0° < T ≤ 4°	-	24 uur.
Biochemisch zuurstofverbruik (BZV) ≥ 50 mg/l	0° < T ≤ 4°	-	24 uur
	T ≤ -18°		72 uur
Chemisch zuurstofverbruik (CZV)	0° < T ≤ 4°	-	48 uur
	0° < T ≤ 4°	Aanzuren met geconcentreerd H ₂ SO ₄ (18M) tot pH < 2	5 dagen
	T ≤ -18°		5 dagen
Kjeldahlstikstof (N-Kj)	0° < T ≤ 4°	-	48 uur
	0° < T ≤ 4°	Aanzuren met geconcentreerd H ₂ SO ₄ (18M) tot pH < 2	5 dagen
	T ≤ -18°		5 dagen
Cadmium, arseen, chroom, koper, lood, nikkel en zink	0 < T ≤ 4°	Aanzuren met HNO ₃ (15 M) tot pH < 2	1 maand
kwik (Hg)	0 < T ≤ 4°	Aanzuren met HNO ₃ (15 M) tot pH < 2 en minimaal 0,5 g K ₂ Cr ₂ O ₇ per liter toevoegen	1 maand

Het biochemisch zuurstofverbruik is weliswaar ingevolge artikel 19, tweede lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren, geen heffingsparameter voor de verontreinigingsheffing rijkswateren, maar wordt aangewend bij toepassing van berekeningsvoorschrift II van Onderdeel C van deze bijlage. Op grond van dit berekeningsvoorschrift moet de methode van het biochemisch zuurstofverbruik worden toegepast voor de bepaling van het percentage chemisch zuurstofverbruik van de biologisch niet of nagenoeg niet afbreekbare stoffen.

B Analysevoorschriften

Paragraaf 1 Algemeen

De analyses worden uitgevoerd in het representatieve monster, dat is verkregen op de in onderdeel A van deze bijlage vermelde wijze. Het onderzoek wordt in het water als zodanig uitgevoerd, dus zonder dat daaruit bezinkbare of oprijvende bestanddelen zijn verwijderd. Er is in dit onderdeel verwezen naar normbladen, uitgegeven door het Nederlands Normalisatie-Instituut.

De publikatie van de normbladen wordt aangekondigd in de Nederlandse Staatscourant. Een wijziging in een normblad wordt voor de toepassing van dit besluit eerst van kracht op 1 januari van het jaar

volgende op dat waarin de bekendmaking van de wijziging in de Nederlandse Staatscourant heeft plaatsgevonden.

De in tabel B en in tabel C vermelde bepalingsgrenzen zijn de concentraties van de desbetreffende stoffen die bij de analyse tenminste aangetoond moeten kunnen worden.

Paragraaf 2 Analyse

De analyse van het monster moet geschieden op de wijze, zoals is aangegeven in tabel B.

tabel B

Analyse	Normblad		
Chemisch zuurstofgebruik	NEN 6633		
som ammoniumstikstof en organisch gebonden stikstof	NEN-ISO 5663 (EN 25663) of NEN 6646		
Stof	Ontsluiting volgens normblad	meting volgens normblad	bepalingsgrens in $\mu\text{g/l}$
Arseen	NEN 6432	NEN 6432	1,50
Arseen	NEN 6465	NEN 6426	1,50
Cadmium	NEN 6465	NEN 6452 of NEN 6426	15,00
Chroom	NEN 6465	NEN 6448 of NEN 6426	100,00
Koper	NEN 6465	NEN 6451 of NEN 6426	35,00
Kwik	NEN 6449	NEN 6449	0,25
Lood	NEN 6465	NEN 6453 of NEN 6426	125,00
Nikkel	NEN 6465	NEN 6456 of NEN 6426	100,00
Zink	NEN 6465	NEN 6443 of NEN 6426	35,00

Voor de analyse met betrekking tot de stof arseen moet de analyse op basis van tabel B geschieden volgens normblad NEN 6432 of volgens de combinatie van de normbladen NEN 6465 en NEN 6426.

Indien het chloridegehalte en het metaalgehalte van het afvalwater hoger is dan 10 g/l onderscheidenlijk lager is dan 0,1 mg/l, geldt met betrekking tot de stoffen cadmium, koper, lood, nikkel en zink het volgende:

Het monster dat gebruikt wordt voor de analyse op de stoffen cadmium, koper, lood, nikkel en zink moet door filtratie gesplitst worden waarna het filtraat geëxtraheerd moet worden volgens ISO 8288-C en het residu gedestruëerd moet worden volgens normblad NEN 6447. De verdere analyse van het filtraat en het residu dient te geschieden op de in tabel B aangegeven wijze. Het aantal gewichtseenheden van de onderscheidenlijke metalen in het monster wordt berekend door sommatie van de analyseresultaten van het filtraat en het residu, rekening houdende met onderlinge gewichts-hoeveelheden.

Indien de met behulp van analyse gevonden concentratie van de stof arseen, kwik of zink geringer is dan de in tabel B bij de desbetreffende analyse vermelde bepalingsgrens, wordt het aantal gewichtseenheden van die stof voor de berekening van de vervuilingswaarde op nihil gesteld. Het bovenstaande geldt ook met betrekking tot de concentratie van de stof cadmium, chroom, koper, lood of nikkel indien het afvalwater een soortelijke geleiding heeft van groter dan 1500 mS/cm of een zwevend stofgehalte hoger dan 100 mg/l.

Indien de concentratie van de stof cadmium, chroom, koper, lood of nikkel in het afvalwater, geringer is dan de in tabel B bij de desbetreffende analyse vermelde bepalingsgrens en het afvalwater een soortelijke geleiding heeft van kleiner dan 1500 mS/cm en een zwevend stofgehalte lager dan 100 mg/l, wordt voor de in tabel B aangegeven wijze gelezen: de in tabel C aangegeven wijze. De overige voornoemde analysevoorschriften zijn van toepassing. Indien de met behulp van analyse, op de wijze zoals is aangegeven in tabel C, gevonden concentratie van de stof onderscheidenlijk van die stoffen, geringer is dan de in tabel C bij de desbetreffende analyse vermelde bepalingsgrens, wordt het aantal gewichtseenheden van die stof onderscheidenlijk van die stoffen voor de berekening van de vervuilingswaarde op nihil gesteld.

tabel C

stof	Meting volgens normblad	bepalingsgrens in mg/l
cadmium	NEN 6458	0,30
chroom	NEN 6444	2,00
koper	NEN 6454	10,00
lood	NEN 6429	10,00
Nikkel	NEN 6430	7,00

C Berekeningsvoorschriften

I. Het aantal inwonerequivalenten in een etmaal wordt berekend volgens de formule

$$Q \times \frac{(CZV + 4,57 \times N)}{136}$$

waarbij:

- Q = het debiet in m³;
- CZV = het chemisch zuurstofverbruik bepaald volgens de in onderdeel B van deze bijlage vermelde analysevoorschriften in mg/l;
- N = de som van ammonium-stikstof en organisch gebonden stikstof, bepaald volgens de in onderdeel B van deze bijlage vermelde analysevoorschriften, in mg/l.

II. Indien de CZV-waarde voor ten minste 25% afkomstig is van biologisch niet of nagenoeg niet afbreekbare stoffen in het afvalwater, wordt op die waarde een correctie toegepast door deze te vermenigvuldigen met de breuk

$$\frac{100 - T}{75}$$

waarbij

T = het percentage CZV, afkomstig van biologisch niet of nagenoeg niet afbreekbare stoffen.

T wordt berekend bij:

- a. het brengen van zuurstofbindende stoffen, vanuit een inrichting voor het biologisch zuiveren van afvalwater, in gebruik bij een provincie, een gemeente, een waterschap of een ander openbaar lichaam of het brengen van zuurstofbindende stoffen, na voorafgaande biologische zuivering, met een biochemisch zuurstofverbruik van niet meer dan 20 mg/l vanuit een bedrijf of een bedrijfsonderdeel als bedoeld in artikel 2, onderdeel I, van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren, met behulp van de methode van het biochemisch zuurstofverbruik na vijf dagen, volgens normblad NEN 6634 van het Nederlands Normalisatie Instituut.
- b. het brengen van zuurstofbindende stoffen in de niet onder a bedoelde gevallen met behulp van een andere toereikende bepalingmethode.

III. De in een etmaal geloosde hoeveelheden, uitgedrukt in kilogrammen, van de stoffen arseen, cadmium, chroom, koper, kwik, lood, nikkel en zink worden berekend volgens de formule:

$$\frac{Q \times c}{1000}$$

waarbij

Q = het debiet in m^3 ;
 c = de concentratie van respectievelijk de stoffen arseen, cadmium, chroom, koper, kwik, lood, nikkel en zink, bepaald volgens de in onderdeel B van deze bijlage vermelde analysevoorschriften in mg/l.

IV. Bij de bepaling van het aantal etmalen bedoeld in artikel 13, achtste lid, onderdeel b, wordt gebruik gemaakt van de volgende formule:

$$n = \frac{\left(\frac{2 \times s_n}{tso}\right)^2 \times N}{\left(\frac{2 \times s_n}{tso}\right)^2 + N}$$

waarbij

- n = het berekende aantal meetdagen
 tso = toelaatbare statische onnauwkeurigheid $35/(e^{0,000175 \times ie})$
= indien ie wordt gemeten met dien verstande dat ie vervangen wordt door respectievelijk VeZ en VeG, indien VeZ respectievelijk VeG wordt gemeten, waarbij
 ie = vervuilingswaarde in een jaar van de verontreiniging van rijkswateren met zuurstofbindende stoffen. Onder VeG respectievelijk VeZ wordt verstaan de vervuilingswaarde in een jaar van de verontreiniging van rijkswateren met de stoffen chroom, koper, lood, nikkel en zink respectievelijk met de stoffen arseen, cadmium en kwik;
 N = het aantal lozingsdagen per jaar;
 s_n = spreidingspercentage in de meetwaarden.

Artikel II

Indien de meetapparatuur in een bedrijf, als bedoeld in artikel 2, onderdeel I, van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren, of in een onderdeel daarvan, op of voor 1 januari 1998 zodanig is geïnstalleerd dat nat kalibreren, als bedoeld in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren, van die meetapparatuur niet mogelijk is, geschiedt, in afwijking van het bepaalde in bijlage I, onderdeel A, paragraaf 2, van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren, het nat kalibreren van de meetapparatuur in dat bedrijf of in dat onderdeel van dat bedrijf voor de eerste keer voor 1 januari 2008.

Artikel III

Dit besluit treedt in werking met ingang van de dag na de datum van uitgifte van het Staatsblad waarin het wordt geplaatst en werkt terug tot en met 1 januari 1998.

Lasten en bevelen dat dit besluit met de daarbij behorende nota van toelichting in het Staatsblad zal worden geplaatst.

De Minister van Verkeer en Waterstaat,
A.Jorritsma – Lebbink

Nota van toelichting

Algemeen

Dit besluit bestaat in de eerste plaats uit een wijziging van bijlage I van het Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren (hierna aan te duiden als: het Uitvoeringsbesluit) en een daarmee samenhangende wijziging van artikel 13 van het Uitvoeringsbesluit. Bijlage I van het Uitvoeringsbesluit bevat een zodanig aantal wijzigingen dat, gezien aanwijzing 224 van de Aanwijzingen voor de regelgeving, is overgegaan tot de vaststelling van een nieuw Bijlage I van het Uitvoeringsbesluit.

Dit besluit creëert in de tweede plaats de mogelijkheid voor het hoofd van het bureau verontreinigingsheffing rijkswateren (hierna aan te duiden als: het hoofd) om beschikkingen op het vlak van de wijze van meting, bemonstering en analyse en van de frequentie van meting, bemonstering en analyse te wijzigen of in te trekken bij verandering in de lozings situatie. Dit besluit bevat in de derde plaats een bepaling van overgangsrecht in verband met de nieuwe bijlage I van het Uitvoeringsbesluit.

Ingevolge dit besluit wordt in de vierde plaats in bijlage I, onder C, berekeningsvoorschrift IV, van het Uitvoeringsbesluit bestaand beleid van het hoofd met betrekking tot de uitvoering van artikel 19, vierde lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren gecodificeerd.

De verontreinigingsheffing rijkswateren wordt geheven over de vervuilingsswaarde van het geloosde afvalwater. Het is voor een correcte bepaling van de vervuilingsswaarde van belang om de hoeveelheid afvalwater vast te stellen. Dit geschiedt door middel van meting. Op basis van het Uitvoeringsbesluit, zoals dat tot nog toe luidde mocht de gemeten afvalwaterhoeveelheid niet meer dan 5% afwijken van de werkelijke hoeveelheid afvalwater. In de aangepaste Bijlage I, onderdeel A, van het Uitvoeringsbesluit, zijn voorschriften opgenomen die moeten worden opgevolgd teneinde aan deze eis te kunnen voldoen.

Het is voor een correcte bepaling van de vervuilingsswaarde tevens van belang dat de concentratie aan verontreiniging in het afvalwater wordt vastgesteld. Dit geschiedt door het nemen van monsters uit het afvalwater (bemonstering) en door analyse van de genomen monsters uit het afvalwater. Het Uitvoeringsbesluit, zoals dat tot nog toe luidde, bepaalde dan ook dat de bemonstering moet resulteren in een monster dat in voldoende mate representatief was voor de totale hoeveelheid afvalstoffen in het etmaal. De aangepaste bijlage I van het Uitvoeringsbesluit bevat nu nadere voorschriften ter invulling van de bovenbedoelde representativiteitseis. De nieuwe in bijlage I opgenomen voorschriften resulteren in de grote meerderheid van de lozingen op rijkswateren in een meting met een afwijking van niet meer dan 5% van de werkelijke hoeveelheid afvalwater en in een representatief monster. Het is mogelijk dat aan de bovengenoemde eisen met betrekking tot meting en bemonstering voldaan kan worden bij voor de heffingplichtige gunstige afwijkingen van de in bijlage I opgenomen voorschriften. In artikel 13, tweede lid, onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit, is opgenomen dat het hoofd, op aanvraag van de heffingplichtige, toestaat dat van één of meer van de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften op het vlak van meting en bemonstering wordt afgeweken.

In een enkel geval zijn de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften met betrekking tot meting, bemonstering en analyse niet toereikend om aan de bovenbedoelde eisen te voldoen. In artikel 13, tweede lid, onderdeel a, van het Uitvoeringsbesluit, is dan tevens de mogelijkheid voor het hoofd opgenomen, om ambtshalve afwijkende en nadere voorschriften op het gebied van meting en bemonstering te geven. Deze bevoegdheid is ingeperkt in die zin dat de afwijkende en nadere voorschriften slechts gegeven kunnen worden voorzover deze noodzakelijk zijn om een meting met een afwijking van niet meer dan 5% van de werkelijke hoeveelheid afvalwater en een representatief monster te verkrijgen. Op basis van bijlage I van het Uitvoeringsbesluit zoals dat nog toe luidde gold dit ook in verband met de algemene eisen omtrent de meetnauwkeurigheid en de representativiteit van het monster.

De analysevoorschriften van bijlage I van het Uitvoeringsbesluit zijn zodanig gewijzigd dat de analyse voor de zware metalen ook kan worden verricht volgens normblad NEN 6465 in combinatie met normblad NEN 6426. Het betreft hier normbladen die worden uitgegeven door het Nederlands Normalisatie-Instituut. In de voorschriften met betrekking tot de uit te voeren analyses zijn tevens zogenaamde bepalingsgrenzen opgenomen. De bij een analyse behorende bepalingsgrens is de concentratie van de desbetreffende stof die bij de analyse tenminste aangetoond moet kunnen worden.

De toepassing van de atomaire-absorptiespectrometriemethode is onder voorwaarden op basis van dit besluit ook van toepassing bij chloridegehalten hoger dan 10 g/l of bij metaalgehalten lager dan 0,1 mg/l. De gevonden concentratie in het afvalwater van de stof cadmium, chroom, koper, lood of nikkel in het afvalwater moet geringer zijn dan de in tabel B van bijlage I, onderdeel B, van het Uitvoeringsbesluit bij de desbetreffende analyse vermelde bepalingsgrens en de soortelijke geleiding en het zwevend stofgehalte van het afvalwater moeten bovendien geringer zijn dan 1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ onderscheidenlijk dan 100 mg/l. De atomaire-absorptiespectrometriemethode is nu opgenomen in tabel C van bijlage I, onderdeel B, van het Uitvoeringsbesluit. Ingevolge artikel 13, tweede lid, onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit staat het hoofd op aanvraag van de heffingplichtige toe dat kan worden afgeweken van één of meer van de in bijlage I, onderdeel B, van het Uitvoeringsbesluit opgenomen analysevoorschriften, indien daardoor het resultaat van de analyse niet wordt beïnvloed. Op deze wijze wordt voorkomen dat de heffingplichtige onnodig hoge kosten met betrekking tot de analyse van het geloosde afvalwater moet maken.

In artikel 13, negende lid, van het Uitvoeringsbesluit, is de bevoegdheid opgenomen voor het hoofd, om zijn beschikkingen, bedoeld in het vierde lid en het achtste lid op het vlak van meting, bemonstering en analyse onderscheidenlijk van frequentie van meting, bemonstering en analyse te wijzigen of in te trekken. Hierbij dient te worden opgemerkt dat de bovenbedoelde wijzigingen voor de heffingplichtige zowel begunstigend als verzwarend kunnen zijn. Het hoofd beschikt over deze bevoegdheid bij veranderingen in de lozings situatie. Deze bevoegdheid is met name van belang indien de beschikkingen voor twee of meer heffingsjaren gelden.

De bovengenoemde bevoegdheden van het hoofd zijn gebaseerd op de artikelen 20, tweede lid, en artikel 22, eerste lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren juncto artikel 19, eerste lid,

onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit, op basis waarvan het hoofd voor de toepassing van de Algemene wet inzake rijksbelastingen (hierna aan te duiden als: Awr) en de Invorderingswet 1990 beschikt over de bevoegdheden van de inspecteur

Financiële gevolgen voor het bedrijfsleven

De in bijlage I, onderdeel A, van het Uitvoeringsbesluit, opgenomen nieuwe voorschriften leiden niet of nauwelijks tot een stijging van de lasten voor het bedrijfsleven.

Op basis van het Uitvoeringsbesluit, zoals dit tot nog toe luidde, mocht de meting geen grotere afwijkingen vertonen dan 5% van de werkelijke hoeveelheid afvalwater en moest het monster representatief zijn voor de totale hoeveelheid afvalstoffen welke gedurende het etmaal in rijkswateren worden gebracht. Het merendeel van de nieuwe in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften, omtrent meting en bemonstering, moest ook voor de inwerkingtreding van dit besluit worden opgevolgd teneinde de vereiste resultaten omtrent meting en bemonstering te bewerkstelligen. Het nat kalibreren, bedoeld in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit, is echter op dit moment nog niet in alle gevallen mogelijk. Een verandering, in de installatie van de meet-apparatuur, die natte kalibratie mogelijk zou moeten maken kan in sommige gevallen kostbaar zijn. In artikel II van dit besluit is dan ook een overgangstermijn van tien jaar opgenomen voor de veranderingen in de installatie van de meetapparatuur. Op basis van het gewijzigde Uitvoeringsbesluit kan het hoofd ambtshalve voorschriften met betrekking tot meting en bemonstering geven, die strenger zijn dan de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften. De voorschriften op het vlak van meting en bemonstering moesten ook op basis van het Uitvoeringsbesluit, zoals dat luidde voor de inwerking-treding van dit besluit, worden opgevolgd aangezien ook toen reeds de eisen omtrent de nauwkeurigheid van de meting en de representativiteit van het monster golden.

De in bijlage I, onderdeel B, van het Uitvoeringsbesluit opgenomen ruimere toepassing van de atomaire-absorptiespectrometriemethode leidt wel tot een stijging van de kosten voor het bedrijfsleven. De zeer lage bepalingsgrenzen bij deze methode resulteren in een groter aantal vervuilingseenheden met betrekking tot zware metalen. Naar schatting bedraagt het bedrag aan jaarlijkse meeropbrengsten als gevolg van de nieuwe analysevoorschriften ongeveer f300.000. Hierbij dient echter te worden opgemerkt dat een zeer gering aantal heffing-plichtigen afvalwater met een zodanig lage concentratie aan cadmium, chroom, koper, lood en nikkel loost dat het wordt getroffen door de ruimere toepassing van de atomaire-absorptiespectrometriemethode.

In het algemene deel van de toelichting is reeds gewezen op het kostenbesparend effect van artikel 13, tweede lid, onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit op basis waarvan het hoofd op verzoek van de heffingplichtige afwijkingen van de in bijlage I, onderdeel B, van het Uitvoeringsbesluit kan toestaan.

De wijziging van berekeningsvoorschrift II, van bijlage I, onderdeel C, van het Uitvoeringsbesluit leidt niet tot een kostenstijging voor het bedrijfsleven aangezien dit een codificatie is van bestaand beleid van het hoofd.

Handhaving

De voorschriften omtrent de wijze en de frequentie van meting, bemonstering en analyse van het afvalwater worden uitsluitend bestuursrechtelijk door het hoofd gehandhaafd. Het hoofd kan indien de bovenbedoelde voorschriften door de heffingplichtige niet of niet geheel zijn gevolgd, ingevolge artikel 11, tweede lid, van de Awr, afwijken van de ingediende aangifte en het verschuldigd bedrag voor de verontreinigingsheffing baseren op een hoger aantal vervuilingseenheden. Indien de heffingplichtige de vervuilingswaarde opzettelijk tot een te lage waarde heeft aangegeven dan is tevens de vereiste aangifte voor de verontreinigingsheffing rijkswateren niet gedaan. Ingevolge artikel 25, zesde lid, en artikel 29, tweede lid, van de Awr, volgt er dan in een eventuele bezwaarprocedure onderscheidenlijk in een eventuele beroepsprocedure omkering van bewijslast ten nadele van de heffingsplichtige. Het bezwaar en het beroep moet dan worden afgewezen tenzij de heffingplichtige aantoonst dat de door het hoofd vastgestelde aanslag inzake de verontreinigingsheffing rijkswateren onjuist is. Indien aan de in artikel 16, eerste lid, van de Awr, opgenomen voorwaarden is voldaan kan door het hoofd een navorderingsaanslag met verhoging vastgesteld worden.

Het bovenstaande geldt eveneens indien een heffingplichtige niet of niet volledig heeft voldaan aan de in artikel 13, vijfde lid, van het Uitvoeringsbesluit, opgenomen verplichting om de wijze van meting en bemonstering voor aanvang van het heffingsjaar ter kennis te brengen van het hoofd. Indien de heffingplichtige wel aan deze verplichting zou hebben voldaan zou het hoofd aanleiding gevonden kunnen hebben om gebruik te maken van zijn in artikel 13, tweede lid, onderdeel a, opgenomen bevoegdheid om afwijkende en nadere voorschriften op het vlak van de meting en bemonstering van het afvalwater te geven. De handhavers met betrekking tot de verontreinigingsheffing rijks-wateren, het hoofd, de ambtenaren van het Rijksinstituut voor Integraal Zoetwaterbeheer en Afvalwaterbehandeling en de aangewezen ambtenaren van de regionale directies van Rijkswaterstaat, zijn betrokken geweest bij de voorbereiding van het onderhavige besluit. Aangezien het onderhavige besluit voor verreweg het grootste gedeelte een codificatie is van bestaand beleid leidt dit niet tot een noemenswaardige stijging van de handhavingslasten.

Artikelsgewijze toelichting

Artikel I

Onderdeel A, artikel 13

De in het eerste lid, onderdelen a en b opgenomen voorschriften waren, voor de inwerkingtreding van dit besluit, opgenomen in bijlage I, onderdeel A van het Uitvoeringsbesluit.

Indien op basis van het tweede lid wordt afgeweken van de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften wordt dit vastgelegd in een beschikking. Het hoofd neemt zijn beslissingen ingevolge het tweede lid, op basis van het vierde lid, bij voor bezwaar vatbare beschikking. Dit houdt in dat de desbetreffende heffingplichtige ingevolge artikel 20, tweede lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren juncto artikel 23, eerste lid van

de Awr, tegen de bovenbedoelde beslissingen een bezwaarschrift kan indienen bij het hoofd. De heffingplichtige kan op basis van artikel 20, tweede lid van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren, juncto artikel 26 van de Awr, tegen de uitspraak van het hoofd op het bezwaarschrift beroep instellen bij het gerechtshof. Het hoofd dient ingevolge artikel 5a van de Awr juncto artikel 20, eerste lid, van het Uitvoeringsbesluit, op een aanvraag als bedoeld in artikel 13, tweede lid, onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit te beslissen binnen één jaar na ontvangst van de aanvraag.

Op basis van artikel 13, derde lid, van het Uitvoeringsbesluit, dient het hoofd in zijn ingevolge artikel 13, tweede lid, van het Uitvoeringsbesluit, genomen beschikkingen aan te geven voor welk heffingsjaar of welke heffingsjaren die beschikkingen gelden. Indien zodanige beschikkingen in de loop van het heffingsjaar door het hoofd worden gegeven gelden ze slechts voor het resterend gedeelte van dat heffingsjaar en voor de daaropvolgende heffingsjaren ten aanzien waarvan die beschikkingen gelden. De meting, bemonstering en analyse over het reeds verstreken gedeelte van het heffingsjaar is immers reeds geschied.

In het vierde lid is mede de bevoegdheid voor het hoofd opgenomen om de ingevolge het tweede lid genomen beschikkingen te voegen. Het is immers zeer goed mogelijk dat de heffingplichtige een aanvraag indient om van één of meer van de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit opgenomen voorschriften te mogen afwijken en dat het hoofd aanleiding ziet om van zijn in het tweede lid, onderdeel a, bedoelde bevoegdheid gebruik te maken. Ingevolge het vierde lid, onderdeel a, dient het hoofd, indien door de heffingplichtige een aanvraag als bedoeld in het tweede lid, onderdeel b, is gedaan, in zijn beslissing op de aanvraag aan te geven op welke wijze mag worden afgeweken van de in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit, opgenomen voorschriften.

De in het vijfde lid opgenomen verplichting was opgenomen in bijlage I van het Uitvoeringsbesluit zoals dat tot nog toe luidde.

De wijziging of intrekking in de loop van het heffingsjaar van een beschikking op de voet van artikel 13, negende lid, van het Uitvoeringsbesluit, geldt slechts voor het nog resterende gedeelte van het heffingsjaar en de daarop volgende heffingsjaren ten aanzien waarvan de gewijzigde of ingetrokken beschikking gold. In het negende lid, onderdeel b, is verwezen naar bijlage I, onderdeel C, berekeningsvoorschrift IV, van het Uitvoeringsbesluit. Bij de beslissing op de aanvraag voor een zogenaamde meetbeschikking wordt op basis van dit voorschrift het aantal etmalen bepaald gedurende welke meting, bemonstering en analyse dienen plaats te vinden.

Onderdeel B, artikel 23

Het betreft hier aanpassingen aan vernummeringen in de Invorderingswet 1990.

Onderdeel C, Bijlage I

Bijlage I van het Uitvoeringsbesluit bevat technische voorschriften als bedoeld in artikel 1, negende lid, van richtlijn nr. 83/189/EEG van de Raad van de Europese Gemeenschappen betreffende een informatie-procedure op het gebied van normen en technische voorschriften (PbEG 1983 L 109). De bovengenoemde voorschriften

hebben dan ook de op de basis van artikel 8 van bovenbedoelde richtlijn voorge-schreven notificatieprocedure bij de Europese Commissie doorlopen. Het door de Europese Commissie toegekende notificatienummer is 97/0677/NL.

Op basis van artikel 19, vierde lid, van de Wet verontreiniging oppervlaktewateren, wordt indien de uitkomst van de methode tot bepaling van het chemisch zuurstofverbruik in belangrijke mate beïnvloed wordt door biologisch niet of nagenoeg niet afbreekbare stoffen daarop een correctie toegepast. In berekeningsvoorschrift II, van bijlage I, onderdeel C, van het Uitvoeringsbesluit, is hiertoe de zogenaamde T-correctie opgenomen. Bij biologisch gezuiverd afvalwater dat vanuit communale rioolwaterzuiveringsinrichtingen in rijkswateren wordt gebracht en biologisch gezuiverd bedrijfsafvalwater met een biochemisch zuurstofgebruikgehalte van niet meer dan 20 mg/l moet de methode van het biochemisch zuurstofverbruik na 5 dagen worden aangewend. In de overige gevallen dient een andere toereikende methode te worden gebruikt ter bepaling van het chemisch zuurstofgebruik van de biologisch niet of nagenoeg niet afbreekbare stoffen.

Artikel II

De in dit artikel opgenomen overgangstermijn geldt niet voor de gevallen waarin natte kalibratie van de meetapparatuur reeds mogelijk was op een onmiddellijk voor de inwerkingtreding van dit besluit liggend tijdstip.

Artikel III

Op basis van artikel II van dit besluit zoals dit aan de Raad van State is gezonden zou dit besluit terugwerken tot en met 1 januari 1997. Dit inwerkingtredingstijdstip is ook aan de heffingplichtigen voor de verontreinigingsheffing rijkswateren medegedeeld. De inwerkingtreding van dit besluit is echter vertraagd door de vereiste notificatieprocedure bij de Europese Commissie. De regels met betrekking tot de meting, bemonstering en analyse dienen echter om uitvoeringstechnische redenen gedurende een geheel heffingsjaar te gelden. Het voorgaande leidt mede gezien de beperkte duur gedurende welke dit besluit terugwerkt, namelijk enkele weken, niet tot strijdigheid met het vertrouwensbeginsel.

De Minister van Verkeer en Waterstaat,
A.Jorritsma – Lebbink.

7 Literatuuroverzicht

- [1] STORA-rapport: Meten en bemonsteren van afvalwaterstromen, II Afvoerrelaties in meetputten met Thomson meet-schotten, 1978.
- [2] STORA-rapport: Meten en bemonsteren van afvalwaterstromen, III Minimalisering putafmetingen (rechthoekige scherpe overlaten), 1985.
- [3] Uitvoeringsbesluit verontreiniging rijkswateren, Bijlage I, Voorschriften voor meting, bemonstering, analyse en berekening, 1970.
- [4] Hoogheemraadschap West-Brabant, meetbeschikking, 1993, Bijlage A: Meting, bemonstering en analyse van het afvalwateren.
Bijlage B: Apparatuurcontrole.
- [5] Waterschap Regge en Dinkel, meetbeschikking 1993, Algemene voorschriften, welke bij meting en bemonstering moeten worden nageleefd.
- [6] Waterschap Friesland, concept-brief: Gedragsregels metende instanties in Friesland, 1993.
- [7] International Standard ISO 5667/1, Water quality - Sampling - Part 1: Guidance on the design of sampling programmes, 1980.
- [8] International Standard ISO 5667/2, Water quality - Sampling - Part 2: Guidance on sampling techniques, 1991.
- [9] International Standard ISO 5667/3, Water quality - Sampling - Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples, 1985.
- [10] International Standard ISO 5667-10, Water quality - Sampling - Part 10: Guidance on sampling of waste waters, 1992.
- [11] Deutsche Norm DIN 38 402 Teil 11, Probenahme von abwas-sern (A11), 1985.
- [12] Nederlandse praktijkrichtlijn NPR 6600, Afvalwater. Opper-vlaktewater, sediment en zuiveringsslib. Monsterneming, 1993.
- [13] Beoordelingsrichtlijn KIWA BRL-K618/02, Koudwatermeters, 1993.
- [14] Kwaliteitseisen nr. 78 (1e herziening), KIWA, 1987.
- [15] Poly-Technisch Zakboekje, 46^e druk, Koninklijke PBNA, 1994.
- [16] Österreichische Norm Ö-NORM M 5881, Anforderungen an

Dauerprobenentnahmegeräte für die Entnahme von Wasserproben, 1983.

- [17] Umweltbundesamt-rapport: Stand der Technik, insatzmöglichkeiten und grenzen automatisch arbeitender Abwasserprobenentnahmegeräte, Forschungsbericht 102 05 305, UBA-FB 91-027, 1991.
- [18] H. Schumann, G. Schulze: Repräsentative Abwasserprobenahme, Stand, Möglichkeiten, Grenzen., Korrespondenz Abwasser (38), p 499-509, 1991.
- [19] D.J. van Putten: Vijf jaar ijken van volumestroommeters bij het Waterloopkundig Laboratorium te Delft., H₂O (16), p 606-608, 1983.
- [20] A.W. van der Vlies, S.A. Oldenkamp, H. Onstwedder: Enkele notities met betrekking tot de conservering van afvalwatermonsters: in het bijzonder door koelen en invriezen., H₂O (11), p 314-318, 1978.
- [21] J. Baltjes, Meten en bemonsteren van afvalwater, Rijks- (Zuivel) Agrarische Afvalwaterdienst Arnhem, 1968, ook verschenen in Poly-Technisch Tijdschrift Procestechneik, (4) p. 126 e.v., 1968.
- [22] C. Welvaadt: Het meten van afvalwaterstromen met behulp van een meetput met meetschot, Rapport 3/06 BA 73, 1973.
- [23] Ontwerp-Nederlandse Praktijkrichtlijn o-NPR 6601, Water Richtlijn voor de conservering en behandeling van monsters voor fysisch en chemisch onderzoek, 1992.
- [24] R. Dilling en G. IJff, Onderzoek naar de conservering bij de BZV-bepaling, ILOW 92-04, 1992.
- [25] P.K. Baggelaar, Criteria bij controle aangifte verontreinigingsheffing meetbedrijven, KIWA SWO 93.282, 1994.
- [26] J.S. Milton en J.C. Arnold, Introduction to probability and statistics, 2nd edition, Mc Graw Hill International Editions, 1990.
- [27] M.L. Wijvekate, Verklarende statistiek, 18^e druk, Het Spectrum, 1983.
- [28] Nederlandse norm NEN 6599, Water, Termen en definities, 1991.
- [29] Verklarende hydrologische woordenlijst, Commissie voor hydrologisch onderzoek TNO, 1986.
- [30] Nederlandse norm NEN 2649, Voorwaarden te stellen aan meet- en kalibratiesystemen, 1981.
- [31] RIZA-rapport: Meting en bemonstering van afvalwater, Notanr. 91.043, 1991.

8 Begrippenlijst

Aanzuigpunt	:	Bij vacuümbemonstering het punt waar het monster uit de afvalwaterstroom wordt onttrokken.
Aanzuigleiding	:	Toevoerleiding (meestal een slang) naar een automatisch bemonsteringsapparaat, vanuit de afvalwaterstroom.
Aanzuigsnelheid	:	Bij vacuümbemonstering, de gemiddelde snelheid van de vloeistof in de aanzuigleiding van het aanzuigpunt tot het bereiken van het detectiesysteem in het doseerglaasje (berekening in bijlage 9).
Bemonstering	:	Het nemen van één monster of meerdere deelmonsters (handmatig of automatisch) uit de afvalwaterstroom of uit een monsterverzamelvat.
Bemonsteringsperiode	:	Een vóór aanvang van de bemonstering vaststaande periode waarin een verzamelmonster wordt samengesteld.
Bewaartermijn	:	De termijn die bij steekbemonstering begint op het moment van bemonstering en bij volumeproportionele bemonstering op het moment dat de bemonsteringsperiode is afgelopen en die duurt tot het moment dat de analyse wordt ingezet.
Conservering	:	Fysische of chemische behandeling van een monster die er op gericht is dat het monster voor de te analyseren parameter gedurende de bewaartermijn niet wijzigt.
Coriolis-effect	:	Het effect dat een voorwerp dat zich in een roterend stelsel ten opzichte van de rotatie-as verplaatst een extra versnelling krijgt.
Debiet	:	Het vloeistofvolume dat per tijdseenheid door een doorsnede stroomt [29].
Droge kalibratie	:	Kalibratie van een debietmeter waarbij een doorstroming door de meter wordt gesimuleerd.
Etmaalverzamelmonster	:	Een verzamelmonster, samengesteld uit deelmonsters, genomen met automatische bemonsteringsapparatuur gedurende een aaneengesloten periode van 24 uur.

Gesloten meetsysteem	:	Meetsysteem dat het debiet van het afvalwater meet in een gesloten (druk-)leiding, waarbij het afvalwater niet in direct contact staat met de buitenlucht.
Herhaalbaarheid	:	De waarde waar beneden het absolute bedrag van het verschil tussen een tweetal uitkomsten, verkregen met dezelfde methode, met identiek proefmateriaal, onder gelijke omstandigheden, met een voorgeschreven waarschijnlijkheid kan worden verwacht (als andere opgaven ontbreken bedraagt de waarschijnlijkheid meestal 95%) [28].
IJken	:	Het vaststellen (meestal onder verantwoordelijkheid van het Nederlands Meetinstituut) of een meetinstrument geheel voldoet aan de bij de aard van het onderzoek behorende en op het tijdstip van de vaststelling geldende voorschriften [30].
'In-line'-bemonstering	:	Wijze van bemonstering waarbij (deel-)monsters bemonstering rechtstreeks, dus niet via een leiding, uit de hoofdstroom worden onttrokken.
Kalibratie	:	Het bepalen van de waarde van de afwijkingen van een meetinstrument ten opzichte van een van toepassing zijnde standaard [30].
Khafagi-meetgoot	:	Meetgoot waarvan de keellengte 0 is.
Kruin	:	Bij meetschotten het laagste punt van de overlaat.
Laminaire stroming:		Stroming waarbij zich in het stromingsprofiel geen wervelingen voordoen. Laminaire stroming treedt op bij een Reynoldsgetal lager dan 2300.
Meetbeschikking	:	Beschikking waarin de waterkwaliteitsbeheerder onder meer de frequentie en de wijze van meten en bemonsteren van het afvalwater aan de heffingsplichtige oplegt.
Meetgoot	:	Meetvoorziening in open kanalen waarbij de obstructie gevormd wordt door een insnoering van de zijwanden.
Meetput	:	Meetvoorziening in open kanalen waarbij de obstructie gevormd wordt door een meetschot (meestal een Thomson-meetschot).
Momentsaan debiet:		De waarde van het debiet op een bepaald tijdstip.

Monsterneming	:	Het nemen van een monster (handmatig of automatisch) uit de afvalwaterstroom of uit een monsterverzamelvat.
Monsterverzamelvat		Het vat waarin de door het automatische bemonsteringsapparaat genomen deelmonsters worden verzameld.
Natte kalibratie	:	Kalibratie van een debietmeter waarbij daadwerkelijk een nauwkeurig bekende hoeveelheid vloeistof door de meter wordt geleid.
Obstructie	:	Verhoging van de bodem of insnoering van de wand of leiding waardoor de stroming van het water afgeremd wordt.
Open meetsysteem:		Meetsysteem waarbij het oppervlak van het stromende afvalwater in direct contact staat met de buitenlucht.
Rangeability	:	De verhouding tussen de maximaal te meten waarde met een meetinstrument en de minimaal te meten waarde bij een bepaalde relatieve onnauwkeurigheid.
Reynoldsgetal	:	Dimensieloos getal dat de aard van de stroming uitdrukt.
Thomson meetschot		Meetschot met een V-vormige overlaat.
Turbulente stroming		Stroming waarbij in het stromingsprofiel sterke wervelingen optreden. Bij een Reynoldsgetal hoger dan 12.000 is turbulente stroming gegarandeerd.
Verontreinigingsheffing	:	Heffing bedoeld in de Wet verontreiniging oppervlaktewateren.

9 Bijlagen

BIJLAGE 1	84
BIJLAGE 2	87
BIJLAGE 3	90
BIJLAGE 4	93
BIJLAGE 5	95
BIJLAGE 6	96
BIJLAGE 7	98
BIJLAGE 8	100
BIJLAGE 9	103
BIJLAGE 10	104
BIJLAGE 11	106

Bijlage 1

Praktijkonderzoek, leidingdiameter

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in de weken 29 en 30 van 1994 op de RWZI Deventer. Voor het onderzoek zijn twee bemonsteringsapparaten gebruikt. De apparaten stonden opgesteld in de kelder voor de opvoervijzel. Het influent van de zuivering werd bemonsterd vlak voor de vijzel, waar het water sterk turbulent stroomt. De stroom op het bemonsteringspunt bestaat uit het water dat ontvangen wordt van de stadsriolering en van de terreinriolering, inclusief water afkomstig van de slibindiking.

De beide aanzuigslangen waren gemonteerd op een stang, zodanig dat ze beide tot op dezelfde diepte in de stroom staken. De aanzuigopeningen bevonden zich op 16 cm vanaf de bodem. De openingen bevonden zich 13 cm uit elkaar en waren schuin van elkaar af gericht.

Als aanzuigslangen zijn gewapende PVC-luchtslangen gebruikt. De gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang werd berekend door de benodigde tijd te meten tussen het moment van het begin van aanzuigen tot het bereiken van de elektroden in het deksel van het doseerglaasje (berekenningswijze in bijlage 9). Om bij beide opstellingen, ondanks een aanzienlijk verschil in inwendige diameter van de aanzuigslang, een nagenoeg gelijke aanzuigsnelheid te bereiken, is gebruik gemaakt van twee bemonsteringsapparaten met verschillende vacuümpompen.

Tabel 1. Gegevens opstelling onderzoek leidingdiameter

Opstelling	1	2
Minimale leidingdiameter (slangtule) (mm)	9,5	13
Diameter aanzuigslang inwendig, uitwendig (mm)	12, 19	19, 28
Lengte aanzuigslang (m)	4,75	4,75
Aanzuighoogte minimaal, maximaal (m)	3,14, 3,84	3,14, 3,84
Volume systeem (aanzuigslang + doseerglaasje) (ml)	756	1566
Vacuümpomp	relatief zwak	relatief sterk
Nagestreefde aanzuigsnelheid (m/s)	0,45	0,45
Monsternemingsinterval (minuten)	10	10
Volume per monsterneming (ml)	100	100
Inhoud monsterverzamelvat (l)	25	25
Koelkast voor opstelling monsterverzamelvat	Huishoudkoelkast	Huishoudkoelkast

Vanwege het extreem warme weer tijdens het onderzoek (minimumtemperatuur 15-17 °C en maximumtemperatuur 27-33 °C) is besloten de monsterverzamelvaten te koelen. Beide koelkasten zijn daartoe aangesloten op netspanning en op stand maximaal gezet. De aanvoer van afvalwater op de zuivering was tijdens het gehele onderzoek relatief laag vanwege de droogte. De aanzuighoogte zal daarom nauwelijks minder zijn geweest dan 3,80 m.

Om te bereiken dat de gemiddelde aanzuigsnelheden in de leidingen voor beide opstellingen nagenoeg gelijk waren, is de doorlaat van de afblaasslang van de vacuümpomp van opstelling 2 enigszins verkleind.

Het onderzoek werd opgestart op woensdag 20 juli 1994. Op zondag 24 juli is door een medewerker van de RWZI Deventer om 10.00 uur de bemonstering opgestart door de stroomvoorziening van beide opstellingen in te schakelen. Op maandag 25 juli bleek het bemonsteringsapparaat van opstelling 2 slechts 63 monsters te hebben genomen. Het apparaat heeft waarschijnlijk door verstopping ongeveer de helft van deze periode niet correct gewerkt. De bemonsteringsperiode zondag 24 tot maandag 25 juli is daarom afgekeurd. Het onderzoek werd afgesloten op dinsdag 26 juli 1994. De inhoud van de monsterverzamelvaten werd bemonsterd op donderdag 21, vrijdag 22 en dinsdag 26 juli.

Op het bemonsteringstijdstip werd de bemonsteringsapparatuur uitgezet. De monsterverzamelvaten verbleven tot het moment van temperatuurmeting in de koelkast. De gevolgde werkwijze tijdens de bemonstering was als volgt:

- monsterverzamelvat uit de koelkast halen;
- meten van de temperatuur van het monster (met behulp van een alcoholthermometer);
- afvullen van de monsterflessen;
- bepalen van de hoeveelheid monster in het monsterverzamelvat.

Op donderdag 21 en dinsdag 26 juli werden eerst de monsters geschept van opstelling 2, op vrijdag 22 juli eerst van opstelling 1. De deelmonsters werden geschept met een roestvrijstalen monsterschep (soeplepel) met een inhoud van 250 ml. De monsters werden afgevuld in groene glazen literflessen die werden afgesloten met kunststof doppen met teflon inleg. Voor elke schep werd de inhoud van het monsterverzamelvat geroerd door met de monsterschep afwisselend twee maal rechtsom en twee maal linksom te draaien. Uit elk monsterverzamelvat werden zes monsterflessen afgevuld door met behulp van een trechter telkens één volle schep per fles te gieten. Bij het gieten van de eerste en de derde schep per fles werd deze volgorde gehanteerd: CZV, bezinksel, zwevende stof, CZV, bezinksel, zwevende stof. Bij het gieten van de tweede en de vierde schep per fles werd de omgekeerde volgorde gehanteerd. Voor met het afvullen van de flessen werd begonnen werden de monsterschep en de trechter twee maal met het monster uit het betreffende monsterverzamelvat gespoeld. De monsterflessen werden niet met het monster voorgespoeld. De monsters bestemd voor de analyse van CZV werden na afvullen van de laatste monsterfles geconserveerd met 2 ml geconcentreerd zwavelzuur. Op de eerste dag van het onderzoek is voor en na aanzuren de pH in een extra monsterfles bepaald met behulp van pH-indicatorstripjes (Merck). De pH voor aanzuren was 6-7, na aanzuren 1-2.

De monsterflessen werden zo mogelijk binnen een uur na monsterneming bij het laboratorium afgeleverd. Indien dit niet mogelijk werd geacht, werden de monsters in een koelkast in het laboratorium van de RWZI bewaard tot vertrek van de locatie. De maximale bewaar-duur in deze koelkast was anderhalf uur.

In de monsters werden de volgende analyses uitgevoerd:

- chemisch zuurstofverbruik volgens NEN 6633;
- bepaling van het gehalte aan niet-opgeloste bestanddelen (zwevende stof) volgens NEN 6621;
- bezinksel(volume) volgens NEN 6623.

Praktijkonderzoek, aanvullend onderzoek leidingdiameter

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in week 48 van 1994 op de RWZI Deventer. Voor het onderzoek zijn twee bemonsteringsapparaten gebruikt. De apparaten stonden opgesteld in de kelder voor de opvoervijzel. Het influent van de zuivering werd bemonsterd vlak voor de vijzel, waar het water sterk turbulent stroomt. De stroom op het bemonsteringspunt bestaat uit het water dat ontvangen wordt van de stadsriolering en van de terreinriolering, inclusief water afkomstig van de slibindikking.

De beide aanzuigslangen waren gemonteerd op een stang, zodanig dat ze beide tot op dezelfde diepte in de stroom staken. De aanzuigopeningen bevonden zich op circa 15 cm vanaf de bodem. De openingen bevonden zich circa 15 cm uit elkaar en waren schuin van elkaar af gericht. Als aanzuigslangen zijn gewapende PVC-luchtslangen gebruikt. De gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang werd berekend door de benodigde tijd te meten tussen het moment van het begin van aanzuigen tot het bereiken van de elektroden in het deksel van het doseerglaasje (berekingswijze in bijlage 9). Om bij beide opstellingen, ondanks een aanzienlijk verschil in inwendige diameter van de aanzuigslang, een nagenoeg gelijke aanzuigsnelheid te bereiken, is gebruik gemaakt van twee bemonsteringsapparaten met verschillende vacuümpompen. Bij de opzet van dit onderzoek is getracht om, afgezien van de duur van de bemonsteringsperioden en het aantal vergelijkbare monsters, het onderzoek zoveel mogelijk te laten overeenkomen met het onderzoek in juli 1994. De startpulsen zijn voor beide apparaten op dezelfde tijdstippen handmatig gegeven.

Tabel 3. Gegevens opstelling aanvullend onderzoek leidingdiameter

Opstelling	1	2
Minimale leidingdiameter (slangtule) (mm)	9,5	13
Diameter aanzuigslang inwendig, uitwendig mm	12, 19	19, 28
Lengte aanzuigslang (m)	5,28	5,28
Aanzuighoogte (m) minimaal, maximaal	3,14, 3,84	3,14, 3,84
Volume systeem (aanzuigslang + doseerglaasje) (ml)	816	1716
Vacuümpomp	relatief zwak	relatief sterk
Monsternemingsinterval (minuten)	circa 4	circa 4
Volume per monsterneming (ml)	100	100

Omdat gedurende de twee dagen dat het onderzoek plaatsvond nauwelijks neerslag is gevallen, was de aanvoer van afvalwater op de zuivering relatief laag. De aanzuighoogte zal daarom nauwelijks minder zijn geweest dan 3,80 m. Om te bereiken dat de gemiddelde aanzuigsnelheden in de leidingen voor beide opstellingen nagenoeg gelijk waren, is de doorlaat van de afblaasslang van de vacuümpomp van opstelling 2 enigszins verkleind. Het onderzoek werd uitgevoerd op dinsdag 29 en woensdag 30 november 1994, tussen 8 uur en 16 uur. De deelmonsters werden vanuit het bemonsteringsapparaat direct opgevangen in de monsterflessen. Na afloop van elke periode (± 1 uur) werden de monsterflessen afgesloten en bewaard bij de opstelling. De monsters zijn niet chemisch geconserveerd. De monsterflessen werden aan het eind van de werkdag bij het laboratorium afgeleverd. In de monsters werd de volgende ochtend het chemisch zuurstofverbruik bepaald volgens NEN 6633. In totaal zijn 16 vergelijkbare monsters genomen en geanalyseerd.

Bijlage 2

Praktijkonderzoek, aanzuigsnelheid

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in week 30 van 1994 op de RWZI Deventer. Voor het onderzoek zijn drie bemonsteringsapparaten gebruikt. Twee apparaten stonden opgesteld direct naast de kelder voor de opvoervijzel. Het derde apparaat stond opgesteld in de kelder voor de opvoervijzel. Het influent van de zuivering werd bemonsterd vlak voor de vijzel, waar het water sterk turbulent stroomt. De stroom op het bemonsteringspunt bestaat uit het water dat ontvangen wordt van de stadsriolering en van de terreinriolering, inclusief water afkomstig van de slibindikking.

De drie aanzuigslangen waren gemonteerd op een stang, zodanig dat ze alle drie tot op dezelfde diepte in de stroom staken. De aanzuigopeningen bevonden zich op 17 cm vanaf de bodem. De openingen bevonden zich ongeveer 15 cm uit elkaar en waren schuin van elkaar af gericht.

Als aanzuigslangen zijn gewapende PVC-luchtlangen gebruikt met een inwendige diameter van 12 mm. De lengte van de drie aanzuigslangen was gelijk. De aanzuigslang van opstelling 3 is zodanig opgehangen dat zich geen 'zakken' in de leiding bevonden. De gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang werd berekend door de benodigde tijd te meten tussen het moment van het begin van aanzuigen tot het bereiken van de elektroden in het deksel van het doseerglasje (berekeningswijze in bijlage 9).

Tabel 1. Gegevens opstelling onderzoek aanzuigsnelheid

Opstelling	1	2	3
Diameter aanzuigslang inwendig, uitwendig (mm)	12, 19	12, 19	12, 19
Lengte aanzuigslang (m)	6,90	6,90	6,90
Aanzuighoogte minimaal, maximaal (m)	4,73, 5,43	4,73, 5,43	3,14, 3,84
Nagestreefde aanzuigsnelheid (m/s)	< 0,3	> 0,6	> 1,0
Volume systeem (aanzuigslang + doseerglasje) (ml)	1328	1328	999
Monsternemingsinterval (minuten)	10	10	10
Volume per monsterneming (ml)	100	100	100
Inhoud monsterverzamelvat (l)	25	25	25
Koelkast voor opstelling monsterverzamelvat	Geïntegreerd	Geïntegreerd	Huishoudkoelkast

Vanwege het extreem warme weer tijdens het onderzoek (minimumtemperatuur 17-19 °C en maximumtemperatuur 30-33 °C) is besloten de monsterverzamelvaten te koelen. De koelkast van opstelling 3 is daartoe aangesloten op netspanning en op stand maximaal gezet. Van de beide ASP-Stationen werd de temperatuur ingesteld op 12 °C.

De aanvoer van afvalwater op de zuivering was tijdens het gehele onderzoek relatief laag. De aanzuighoogte zal daarom nauwelijks minder zijn geweest dan 3,80 m voor opstelling 3 en 5,40 m voor de opstellingen 1 en 2. Op woensdag 26 juli heeft het 's-avonds kort, hevig geregend in de wijk Colmschate. De aanzuighoogte kan daardoor gedurende korte tijd kleiner zijn geweest. Dit geldt dan

voor de drie opstellingen in gelijke mate.

Het onderzoek werd opgestart op dinsdag 26 juli en werd afgesloten op vrijdag 29 juli 1994. De inhoud van de monsterverzamelvaten werd bemonsterd op woensdag 27, donderdag 28 en vrijdag 29 juli. De in de monsters uitgevoerde analyses zijn gelijk aan die van het onderzoek 'leidingdiameter, week 29 en 30, 1994'.

De gevolgde werkwijze voor de werkzaamheden op de locatie was gelijk aan die van het onderzoek 'leidingdiameter, week 29 en 30, 1994'. De volgorde van bemonstering van de monsterverzamelvaten was altijd: opstelling 1, opstelling 2, opstelling 3.

De opstellingen 1 en 2 waren afgezien van het verschil in aanzuigsnelheid aan elkaar gelijk. Opstelling 3 week naast de hogere aanzuigsnelheid en opvoerhoogte ook af van de andere twee opstellingen in het volume van het monsterdoseervaatje. Dit kan invloed hebben op de samenstelling van het monster.

Praktijkonderzoek, aanvullend onderzoek aanzuigsnelheid

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in week 41 van 1994 op de RWZI Deventer. Voor het onderzoek zijn drie bemonsteringsapparaten gebruikt, opgesteld direct naast de kelder voor de opvoervijzel. Het influent van de zuivering werd bemonsterd vlak voor de vijzel, waar het water sterk turbulent stroomt. De stroom op het bemonsteringspunt bestaat uit het water dat ontvangen wordt van de stadsriolering en van de terreinriolering, inclusief water afkomstig van de slibindikking.

De drie aanzuigslangen waren gemonteerd op een stang, zodanig dat ze alle drie tot op dezelfde diepte in de stroom staken. De aanzuigopeningen bevonden zich op 17 cm vanaf de bodem. De openingen bevonden zich ongeveer 15 cm uit elkaar en waren schuin van elkaar af gericht.

Als aanzuigslangen zijn gewapende PVC-luchtslangen gebruikt met een inwendige diameter van 12 mm. De lengte van de drie aanzuigslangen was gelijk. De gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang werd berekend door de benodigde tijd te meten tussen het moment van het begin van aanzuigen tot het bereiken van de elektroden in het deksel van het monsterdoseerglaasje (berekeningswijze in bijlage 9).

Tabel 3. Gegevens opstelling aanvullend onderzoek aanzuigsnelheid

Opstelling	1	2	3
Diameter aanzuigslang inwendig, uitwendig (mm)	12, 19	12, 19	12, 19
Lengte aanzuigslang (m)	7,00	7,00	7,00
Aanzuighoogte minimaal, maximaal (m)	4,73, 5,43	4,77, 5,47	4,73, 5,47
Nagestreefde aanzuigsnelheid (m/s)	< 0,3	> 0,6	> 0,6
Volume systeem (aanzuigslang + doseerglaasje) (ml)	1273	1322	1331
Monsternemingsinterval (minuten)	4	4	4
Volume per monsterneming (ml)	50	50	50
Inhoud monsterfles (l)	1	1	1
Koelkast voor opstelling monsterfles	Geïntegreerd	Geïntegreerd	Geïntegreerd

Van de drie bemonsteringsapparaten werd de temperatuur ingesteld op 4 °C. De drie bemonsteringsapparaten kregen op dezelfde tijdstippen startpulsen.

De aanvoer van afvalwater op de zuivering is tijdens het aanvullend onderzoek niet extreem hoog geweest. De aanzuighoogte zal daarom nauwelijks minder zijn geweest dan 4,70 m.

Het onderzoek werd opgestart op woensdag 12 oktober om 10.00 uur. De monsters werden via een trechter direct verzameld in groene glazen literflessen. Per uur werd van monsterfles gewisseld. De monsterflessen waren voor circa 80% gevuld. De monsters werden niet geconserveerd, maar gedurende de monsterdag gekoeld bewaard. Aan het eind van de dag werden de monsters bij het laboratorium afgeleverd. Alle monsters werden uitsluitend geanalyseerd op chemisch zuurstofverbruik volgens NEN 6633. Analyse van de monsters vond plaats op de ochtend na bemonstering. Op woensdag 12 oktober werden per opstelling zes één-uurs-monsters afgeleverd, op donderdag 13 oktober acht stuks.

Bijlage 3

Praktijkonderzoek, koeling en conservering

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in week 31 van 1994 bij een aardappelverwerkend bedrijf in Deventer. Voor het onderzoek zijn vijf bemonsteringsapparaten gebruikt. De apparaten stonden opgesteld onder een overkapping waar zich onder andere de ontvangstkelders van het procesafvalwater uit de fabriek en de zeefbochten bevinden. Gedurende het eerste etmaal is het procesafvalwater direct uit de fabriek bemonsterd.

Met een slangenpomp (capaciteit 1,5 m³/h) werd het afvalwater vanuit de ontvangstput in een zuurkoolvat met een inhoud van 50 l gepompt. Het debiet van de slangenpomp werd om praktische redenen ingesteld op ca 0,75 m³/h. Het vat stroomde over in een kunststof bak met afvoer die het water terugleidde in de ontvangstput.

De vijf aanzuigslangen waren gemonteerd op een stang, zodanig dat ze allen tot op dezelfde diepte in het vat staken. De aanzuigopeningen bevonden zich op 20 cm vanaf de bodem. De openingen waren schuin van elkaar af gericht. Als aanzuigslangen zijn gewapende PVC-luchtslangen gebruikt met een inwendige diameter van 12 mm.

Voor de opstellingen 3 en 4 werd gebruik gemaakt van bemonsteringsapparaten met een relatief zwakke vacuümpomp, waardoor de aanzuigsnelheid lager was dan die van de overige drie opstellingen. De opstellingen 3 en 4 zijn geplaatst, direct naast de bak van waaruit werd bemonsterd. De aanzuigslangen van deze beide opstellingen waren korter dan die van de overige drie opstellingen.

Voor de opstellingen 1 en 2 werd gebruik gemaakt van bemonsteringsapparaten, uitgevoerd met een monsterdoseerglas met een inhoud van 500 ml. bij de overige drie opstellingen was de inhoud van het monsterdoseerglas 150 ml.

Tabel 1. Gegevens opstelling onderzoek koeling

Opstelling	1	2	3	4	5
Minimale leidingdiameter (mm)	12 (slang)	12 (slang)	9,5 (slangtule)	9,5 (slangtule)	12 (slang)
Vacuümpomp	Relatief sterk	relatief sterk	relatief zwak	relatief zwak	relatief sterk
Monsternemingsinterval (minuten)	6	6	6	6	6
Volume per monsterneming (ml)	100	100	100	100	100
Inhoud monsterverzamelvat (l)	25	25	25	25	25
Koelkast voor opstelling monsterverzamelvat	Geïntegreerd	Geïntegreerd	Huishoudkoelkast	Huishoudkoelkast	Huishoudkoelkast
Koeling	Gethermostatiseerd op watertemperatuur	Gethermostatiseerd op luchttemperatuur	Gekoeld, stand max.	Geforceerd gekoeld, stand max.	Niet gekoeld,

Het onderzoek werd opgestart op maandag 1 augustus 1994. Om de vijf bemonsteringsapparaten op exact dezelfde tijdstippen de startpulsen te laten ontvangen, zijn ze aangesloten op een pulsgever.

Op dinsdag 2 augustus bleek dat niet elk bemonsteringsapparaat elke puls had ontvangen. Gedurende de rest van het onderzoek zijn de apparaten op de stand 'intern signaal' gezet. Het monsterne-
mingsinterval werd bij alle apparaten ingesteld op 10 minuten. Het onderzoek werd afgesloten op dinsdag 26 juli 1994.

De inhoud van de monsterverzamelvaten werd bemonsterd op dinsdag 2, woensdag 3 en donderdag 4 augustus.

De temperatuur van de inhoud van de monsterverzamelvaten en de afvalwaterstroom werd geregistreerd met een temperatuurschrijver waarop zes thermokoppels konden worden aangesloten. De temperatuurschrijver kon pas op dinsdagmiddag 2 augustus worden aangesloten. Van de periode dinsdag 2 tot woensdag 3 augustus zijn nauwelijks temperatuurgegevens voorhanden in verband met het herhaaldelijk vastlopen van het papier in de schrijver. Op woensdag 3 augustus werd dit probleem opgelost. op donderdagavond 4 augustus is de temperatuurschrijver om 23.30 uur gestopt. De temperatuurschrijver is volgens de leverancier waarschijnlijk oververhit geraakt. Een uitdraai van het temperatuurverloop gedurende een bemonsteringsperiode tijdens dit onderzoek is weergegeven in bijlage 12.

Op dinsdag 2 augustus bleek dat het te bemonsteren water veel vliesjes en delen van aardappelschillen bevatte. In verband met de aard van het onderzoek was dit ongewenst. Bij navraag in het bedrijf bleek dat tot dan de ontvangstput bemonsterd werd die het water direct uit de fabriek ontvangt. Het afvalwater is dan nog geen zeefbocht gepasseerd. Er is besloten om vanaf dinsdag 2 augustus 14.00 uur de put na de zeefbochten te bemonsteren. Het afvalwater uit deze put was echter koeler dan het afvalwater direct uit de fabriek.

Om het opgepompte water in het vat goed gemengd te houden, is op dinsdag 2 augustus een blower opgesteld, waarvan de slang uitmondde op de bodem van het vat. Op woensdag 3 augustus bleek dat de grote hoeveelheid bezinkbaar materiaal die de vorige dag gevonden werd in het afvalwater voor een belangrijk deel kon worden toegeschreven aan een defect aan apparatuur van het bedrijf.

Op donderdag 4 augustus werd door een medewerker van het bedrijf geconstateerd dat de aanzuigslang van de slangepomp dichtgekapt was, waardoor het debiet nog slechts ongeveer 50 liter per uur bedroeg. Om 13.00 uur is dit euvel verholpen.

Op het bemonsteringstijdstip werd de bemonsteringsapparatuur uitgezet. De monsterverzamelvaten verbleven tot het moment van monsterneming in de koelkast. de koelkasten werden pas uitgeschakeld (om de verdamper te ontdooien) op het moment dat het monsterverzamelvat eruit verwijderd werd.

De gevolgde werkwijze tijdens de bemonstering was als volgt:

- monsterverzamelvat uit de koelkast halen;
- koelkast uitzetten (alleen bij de opstellingen 3 en 4);
- bepalen van de hoeveelheid monster in het monsterverzamelvat;
- inhoud van het monsterverzamelvat zeven over een zeef met maaswijdte 1 mm;
- afvullen van de monsterflessen en -potjes.

Bij het scheppen van de monsters uit de monsterverzamelvaten is op de eerste twee dagen de volgende volgorde aangehouden: opstelling 1, 2, 4, 3, 5. Op de derde dag was de volgorde als volgt: opstelling 1, 5, 2, 4, 3.

De deelmonsters werden geschept met een roestvrijstalen monsterschep (soeplepel) met een inhoud van 250 ml. Bij het afvullen werd gebruik gemaakt van een kunststof trechter.

De monsters werden afgevuld in de volgende verpakkingen:

- monsters bestemd voor de analyse op bezinksel en pH in PE-literflessen;
- monsters alleen bestemd voor de analyse op pH in kunststof 50 ml-destruaatpotjes;
- monsters bestemd voor analyse op CZV en N-Kjeldahl in PE-250 ml-wijdhalspotjes.

Voor het nemen van de eerste schep werd de inhoud van het monsterverzamelvat intensief geroerd met de monsterschep. Bij het nemen van elke volgende schep werd het monster in het monsterverzamelvat in beweging gehouden. Uit elk monsterverzamelvat werd het aantal monsters genomen dat voor analyse nodig was. Het eerst werden de flessen afgevuld voor monsters te analyseren op bezinksel en pH, vervolgens de monsterpotjes voor monsters bestemd voor de analyse op CZV en N-Kjeldahl. De monsterpotjes voor monsters te analyseren op pH werden afgevuld door eerst een literfles te vullen en deze vervolgens over te gieten in de monsterpotjes. De monsterverpakkingen werden voor afvullen niet met het monster voorgespoeld.

De monsters bestemd voor de analyse van CZV en stikstof volgens Kjeldahl van monstergroep 3, werden na afvullen van de laatste monsterfles, uit het betreffende monsterverzamelvat, geconserveerd met 0,5 ml geconcentreerd zwavelzuur. Op de eerste dag van het onderzoek is voor en na aanzuren de pH in een extra monsterfles bepaald met behulp van pH-indicatorstripjes (Merck). De pH voor aanzuren was 6-7, na aanzuren 1-2.

De monsters voor analyse op bezinksel en pH werden binnen een half uur na het nemen van het laatste monster bij het laboratorium afgeleverd. De monsters voor analyse op CZV en N-Kjeldahl werden binnen anderhalf uur na het nemen van het laatste monster bij het laboratorium afgeleverd. Een aantal monsters werd gekoeld vervoerd in een huishoud koelkast. De luchttemperatuur in de koelkast gemeten op donderdag 4 augustus bij aankomst bij het laboratorium bedroeg 8 °C.

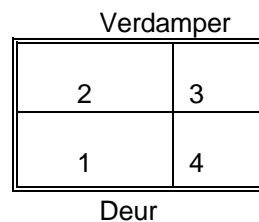
Bijlage 4

Praktijkonderzoek, vervolgonderzoek koeling

Dit gedeelte van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in week 48 van 1994 op de RWZI Beilen. Het water dat op deze zuivering wordt ontvangen is voor een belangrijk deel afkomstig van een zuivelfabriek. Er is voor dit bemonsteringspunt gekozen vanwege:

- het relatief hoge gehalte aan goed afbreekbare stoffen (CZV 300-1000 mg/l, BZV 100-350 mg/l);
- de hoge temperatuur van het afvalwater (circa 15 °C);
- de ongevoeligheid van dit water voor natuurlijke verzuring;
- de hoeveelheid recirculatiewater met geadapteerde micro-organismen.

Gedurende vier etmalen is de afloop van de voorbezinktank bemonsterd met twee vacuüm-bemonsteringsapparaten met geïntegreerd koelgedeelte, elk met een monsterverdeeleenheid voor vier vaten. De nummering van de vaten is als volgt (bovenaanzicht):



De monsters zijn genomen uit een emmer die continu werd gevoed met een slangenpomp vanuit de overloop van de voorbezinktank. De emmer stroomde over in de terreinriolering. De toevoerslang vanaf de slangepomp en de aanzuigslangen mondden uit op circa 10 cm vanaf de bodem van de emmer. Zowel de emmer als de slangen zijn star bevestigd aan het afdekrooster waarmee de put was afgedekt.

Het monstervolume van de beide apparaten was ingesteld op 100 ml. Elke bemonsteringsdag werden beide apparaten tegelijk opgestart. De bemonstering werd tijdproportioneel uitgevoerd. Elke 5 minuten werd door beide apparaten tegelijkertijd een monster genomen. Meteen na het nemen van een deelmonster schakelde de monsterverdeeleenheid door op het volgende monsterverzamelvat. Per etmaal zijn vier vergelijkbare verzamelmonsters verkregen (van 7,2 liter elk). In totaal zijn met dit onderzoek 16 vergelijkbare monsters verkregen.

Een bemonsteringsapparaat is ingesteld op een temperatuur van 3°C. In elk van de vier monsterverzamelvaten van dit apparaat is een schone goed afgesloten PE-literfles met ijs gezet zodat ook de eerste deelmonsters snel werden gekoeld tot een temperatuur van 0-4 °C. De PE-literflessen werden dagelijks vervangen door 'vers' exemplaar. Het andere bemonsteringsapparaat is ingesteld op 29 °C (de maximaal in te stellen temperatuur). De verzamelmonsters werden verwarmd tot een temperatuur van 15 tot 20 °C.

De temperatuur van het te bemonsteren afvalwater, de verzamelmonsters (van beide bemonsteringsapparaten de monsterverzamelvaten 1 en 3) en de buitentemperatuur werd continu geregistreerd met temperatuursensoren (thermokoppels) en registratieapparatuur. Van de laatste bemonsteringsperiode is de uitdraai van de temperatuurregistratie onleesbaar. Uit de temperatuur van de verzamelmonsters, gemeten bij aankomst op de locatie aan het eind van de laatste bemonsteringsdag mag worden afgeleid dat het temperatuurverloop tijdens de laatste bemonsteringsperiode niet of nauwelijks afwijkt van die van de andere bemonsteringsperiodes. Een uitdraai van het temperatuurverloop gedurende een bemonsteringsperiode tijdens dit onderzoek is weergegeven in bijlage 12.

Elke ochtend werden uit elk vat 5 monsterflessen afgevuld (voor analyse na 4 uur, 24 uur, 48 uur, 72 uur en 7 dagen). De inhoud van elk vat werd daartoe overgegoten in een schone roestvrijstalen emmer. De monsters zijn geschept met een schone monsterschep (soeplepel) met een inhoud van 250 ml. De monsters zijn niet chemisch geconserveerd. Na het scheppen van de monsters, controle van de apparatuur en de opstart van de nieuwe bemonsteringsperiode werden de monsters in koelboxen getransporteerd naar het laboratorium. De gekoelde en de ongekoeelde monsters werden in aparte koelboxen vervoerd.

De monsters bestemd voor analyse binnen 4 uur na bemonstering zijn kort na aankomst op het laboratorium ingezet. De overige monsters zijn tot het tijdstip van de analyse bewaard in de koelcel. Dit geldt zowel voor de gekoelde als de verwarmde monsters. De monsters zijn geanalyseerd op chemisch zuurstofverbruik (NEN 6633). De analyses zijn in duplo uitgevoerd en gerapporteerd.

Bijlage 5

Praktijkonderzoek, vergelijking 'in-line'- en vacuümbemonsterings-apparatuur

Met dit gedeelte van het praktijkonderzoek werd aangevangen in week 47 van 1994 bij een tankwagencleanbedrijf. Dit bedrijf reinigt tankwagens voor vervoer van levensmiddelen, plantaardige, dierlijke en minerale olie en chemicaliën. Het eerste deel is afgerond in week 49. Met ingang van week 50 is dit onderzoek vervolgd bij de persleiding waarmee afvalwater (bijna uitsluitend huishoudelijk afvalwater) vanuit de gemeente Abcoude/Baambrugge wordt aangevoerd op RWZI Zuid te Amsterdam. Voor het onderzoek werd gebruik gemaakt van een mobiele meetwagen van de Afdeling Bedrijfsafvalwater van de gemeente Amsterdam. In de mobiele meetwagen is een viertal verschillende 'in-line'-bemonsteringsapparaten ingebouwd, te weten:

- een plunjer-bemonsteringsapparaat met een uitsparing rondom de plunjer;
- een plunjer-bemonsteringsapparaat met een doorboorde plunjer;
- een tweewegklep met een gedeeltelijk doorboorde kogel en een obstructie in de hoofdleiding;
- een driewegklep met standleiding (by-pass-systeem, a).

Het afvalwater werd niveaugeschakeld door de meetwagen gepompt met een vuilwaterpomp met een capaciteit van circa 30 m³/h. De afvoer van de meetwagen mondde uit in een vat, opgehangen in de put van waaruit het water wordt geloosd op de gemeentelijke riolering. Bij in werking zijnde pomp werd het vat sterk turbulent doorstroomd. Vanuit dit vat werd het water bemonsterd met een vacuüm- en een slangenpomp-bemonsteringsapparaat. De beide aanzuigslangen waren daartoe bevestigd aan de afvoerslang van de meetwagen, zodanig dat het afvalwater nog niet met lucht in contact was gekomen vóór de aanzuigpunten van beide bemonsteringsapparaten. De bemonsteringsapparaten ontvingen op dezelfde tijdstippen startpulsen.

Alle monsterverzamelvaten werden gekoeld bewaard. De monsters, afkomstig van de apparaten a, b en c werden bewaard in één koelkast. Van de overige bemonsteringsapparaten werden de monsters in afzonderlijke koelkasten bewaard. De etmaalmonsters van het onderzoek bij het tankwagencleanbedrijf zijn afzonderlijk geanalyseerd op onder andere de volgende parameters:

- chemisch zuurstofverbruik (NEN 6633);
- stikstof volgens Kjeldahl (NEN 6646);
- aromatische oplosmiddelen;

De etmaalmonsters van het onderzoek bij de persleiding uit Abcoude zijn afzonderlijk geanalyseerd op onder andere chemisch zuurstofverbruik en stikstof volgens Kjeldahl.

Bijlage 6

Praktijkonderzoek: conservering van monsters, te analyseren op heffingsparameters

Dit deel van het praktijkonderzoek is verricht in week 6 van 1995 op de RWZI van Deventer en de RWZI van Beilen. Het water dat op de laatste zuivering aankomt is voor een belangrijk deel afkomstig van een zuivelfabriek. Op maandag 6 en woensdag 8 februari zijn 7 steekmonsters genomen met elk een volume van circa 20 liter voor de afloop van de voorbezinktank (VBT) en circa 10 liter voor de afloop van de tussenbezinktank (TBT na oxidatiebed 1). De monsters zijn genomen met tussenpozen van circa 30 minuten en vervoerd in kunststof emmers. Op het laboratorium zijn de monsters bewaard in de koelcel tot de volgende ochtend, bij een temperatuur van 4 - 6 °C.

Op dinsdag 7 en donderdag 9 februari zijn uit de emmers deelmonsters geschept (dit wordt beschouwd als het eigenlijke bemonsteringstijdstip). De monsters die niet zijn ingevroren zijn bewaard in glazen literflessen. De monsters die bestemd waren om te worden ingevroren zijn bewaard in PE-literflessen.

Voor de afloop van de VBT zijn twee conserveringsmethoden vergeleken met een blanco (koelen tot 4 °C). De twee onderzochte conserveringsmethoden zijn:

- invriezen;
- aanzuren met H₂SO₄ tot pH <2.

De monsters van de laatste groep zijn aangezuurd met circa 2 ml geconcentreerd zwavelzuur. de pH daalde daardoor tot circa pH=1. Voor de afloop van de TBT zijn ingevroren monsters vergeleken met gekoelde monsters.

In de onderstaande tabel is een overzicht gegeven van de uitgevoerde analyses en de tijdsduur tussen bemonstering en analyses.

Tabel 1. tijdsduur tussen bemonstering en analyse

Monsters afloop voorbezinktank, te analyseren op CZV en BZV		
Gekoeld bewaren	Invriezen tot < -18 °C	Aanzuren tot pH <2 en gekoeld bewaren
< 4 uur	-	< 4 uur
24 uur	-	24 uur
48 uur	48 uur	48 uur
72 uur	72 uur	72 uur
7 dagen	7 dagen	7 dagen
Monsters afloop tussenbezinktank, te analyseren op BZV		
Gekoeld bewaren	Invriezen tot < -18 °C	
< 4 uur	-	-
-	-	-
48 uur	48 uur	-
72 uur	72 uur	-
7 dagen	7 dagen	-

De monsters die zijn ingevroren zijn voor analyse gedurende circa 24 uur ontdooid in de koelcel. De overige monsters werden tot het tijdstip van analyse bewaard in de koelcel van het laboratorium bij 4-6 °C.

Op dinsdag 7 februari bleek dat het geschatte BZV van de afloop van de TBT ruimschoots hoger was dan beoogde 10 - 40 mg/l. De oorzaak van de verhoging ten opzichte van het normale BZV was een hoeveelheid percolaat (volgens opgave niet toxisch), die dagelijks per tankwagen werd aangevoerd. Er is besloten om dezelfde ochtend nog effluentmonsters van de RWZI Deventer te halen. Daarin was het geschatte BZV 5 - 10 mg/l. Op donderdag is per effluentmonster van de RWZI Deventer circa 2 liter van de monsters afloop TBT van de RWZI Beilen toegevoegd, waardoor het BZV hoger is dan in de eerste serie van zeven monsters.

Een aantal BZV-analyses bleek veel lager uit te vallen dan op grond van de overige analyseresultaten waarschijnlijk was. Het ging hierbij uitsluitend om BZV-analyses in aangezuurde monsters. Inspectie van de restanten van de monsters wees uit dat de monsters vóór analyse niet waren geneutraliseerd. Deze resultaten staan in de tabellen vermeld in gearceerde vakken. Met de onjuiste analysere-sultaten zijn geen berekeningen uitgevoerd.

Bijlage 7

Verslag van het gesprek met een koeltechnicus

Datum : 19 januari 1995
Onderwerp : Mogelijkheden op gebied van koeling van verzamelmonsters

Het koelen van verzamelmonsters in huishoudkoelkasten of bemonsteringsapparaten met geïntegreerd koelsysteem wordt vooral bij hoge omgevingstemperaturen bemoeilijkt door de volgende problemen:

1. warmte-overdracht van de condensor naar de omgevingslucht;
2. warmte-overdracht van de koelruimte naar de verdamper;
3. warmte-overdracht van het monster naar de koelruimte;
4. onvoldoende buffering in de koelkast.

Hiervoor zijn de volgende oplossingen mogelijk:

ad.1

Met een huishoudkoelkast kan bij hoge omgevingstemperaturen geen monstertemperatuur van 4 °C of lager worden bereikt. Bij de volgende specificaties is een koelvermogen (de hoeveelheid energie door de verdamper aan de koelruimte te onttrekken) nodig van circa 300 W om een monstertemperatuur van 4 °C of lager te garanderen:

- kastgrootte : 0,6 x 0,6 x 1 m;
- dikte isolatie : 35 mm;
- omgevingstemperatuur : 35 °C;
- temperatuur te bemonsteren water : 20 °C;
- monstervolume : 10 - 15 l;
- koelen tot < 4 °C binnen : 5 minuten na het nemen van het deelmonster.

Bij warmte-overdracht door spontane luchtstroming langs de condensor ten gevolge van het temperatuurverschil tussen omgevingslucht en condensor kan de warmte-overdracht tekort schieten. Om de condensatietemperatuur te verhogen is aanmerkelijk meer vermogen nodig. De beste manier om voldoende warmte-overdracht te garanderen is geforceerde luchtstroming door middel van een ventilator. De condensor dient altijd te worden afgeschermd van direct zonlicht en andere warmtebronnen.

ad.2

Bij warmte-overdracht van de koelruimte naar de verdamper speelt hetzelfde probleem als bij de condensor. Ook hier is de overdracht te bevorderen door geforceerde luchtstroming. Hierbij moet echter rekening worden gehouden met eventueel explosiegevaar. Verder moet het vermogen van de in de koelruimte geplaatste ventilator via het koelsysteem worden afgevoerd. Omdat de koelruimte altijd vochtig is en de temperatuur in de verdamper bijna altijd lager is dan 0 °C, is het bijna onvermijdelijk dat er aan de verdamper ijsvorming optreedt, waardoor de warmte-overdracht vermindert.

Van tijd tot tijd moet de verdampers worden ontdooid. Tijdens het ontdooiden wordt tijdelijk geen warmte aan de koelruimte onttrokken, of wordt zelfs warmte toegevoerd die later weer moet worden onttrokken.

ad.3

De warmte-overdracht tussen het monster en de koelruimte wordt bij gebruik van kunststof monstervaten bemoeilijkt door de lage warmtegeleidingcoëfficiënt. Deze is een factor 100 tot 150 lager dan die van roestvrij staal. Om een optimale overdracht van warmte van het monster naar de koelruimte te garanderen verdient het gebruik van een roestvrijstalen monstervat aanbeveling. Een roestvrijstalen monstervat kan echter de monsters beïnvloeden.

ad.4

Vooraf voor de eerste deelmonsters van elke bemonsteringsperiode is het moeilijk om de monstertemperatuur binnen korte tijd onder 4 °C te brengen. Dit wordt vaak extra bemoeilijkt door de lage soortelijke warmte van de veel gebruikte kunststof monstervaten. De soortelijke warmte van roestvrij staal ligt een factor 250 hoger dan die van bijvoorbeeld polyethyleen (PE). Bij huishoudkoelkasten is de binnenwand vaak uitgevoerd in kunststof, wat ook nadelig is voor de (koude) buffercapaciteit.

Bij gebruik van huishoudkoelkasten voor het koelen van verzamelmonsters kan bij hoge omgevingstemperaturen (> 30 °C) in het algemeen niet gegarandeerd worden dat de temperatuur van het monster in het monsterverzamelvat binnen korte tijd tot onder 4 °C kan worden gebracht. Huishoudkoelkasten zijn meestal uitgevoerd met capillaire expansie, omdat dit relatief goedkoop is en huishoudkoelkasten (tussen 15 en 25 °C). Een capillair als smoororgaan geeft echter geen enkele mogelijkheid tot een regeling. Om een koelkast goed te laten werken onder wisselende omstandigheden is een thermostatisch regelventiel nodig.

Uit het praktijkonderzoek is gebleken dat ook met bemonsteringskasten met geïntegreerd koelsysteem het niet onder alle omstandigheden mogelijk is om een monstertemperatuur van < 4 °C te bereiken.

Als rekening wordt gehouden met de hiervoor vermelde punten is het goed mogelijk om onder praktijkomstandigheden verzamelmonsters ook in het begin van de bemonsteringsperiode te koelen tot < 4 °C.

Bijlage 8

Beschrijving van de statistische berekening, gebruikt voor de beoordeling van analyseresultaten van het praktijkonderzoek.

Voor de beoordeling van de analyseresultaten van het praktijkonderzoek is gebruik gemaakt van de gepaarde t-toets [25,27]. Daarbij is de volgende werkwijze gevolgd.

Van de twee te vergelijken opstellingen is een aantal (n) te vergelijken monsters genomen. Van opstelling A zijn dat de monsters a_1, a_2, \dots, a_n en van opstelling B, de monsters b_1, b_2, \dots, b_n . Voor elk met elkaar te vergelijken monsterpaar wordt het verschil in analyseresultaat berekend: $v_1 = a_1 - b_1, v_2 = a_2 - b_2, \dots, v_n = a_n - b_n$. Uit deze verschillen wordt het gemiddelde verschil (v_{gem}) en de standaardafwijking van het verschil (s_v) berekend, volgens de volgende formules:

$$v_{gem} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n} \quad ; \quad s_v = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (v_i - v_{gem})^2}{n-1}}$$

De nulhypothese (H_0) die we willen toetsen luidt dat het gemiddelde verschil in analyseresultaten van alle met elkaar te vergelijken monsterparen 0 is ($\mu_v = 0$).

De toetsingsgrootte (T) waaraan H_0 wordt getoetst is als volgt gedefinieerd:

$$T = \frac{v_{gem}}{s_v \sqrt{\frac{1}{n}}}$$

Als de nulhypothese waar is, volgt T de zogenaamde Student-t-kansverdeling. Het gemiddelde hiervan is nul. De nulhypothese mag pas verworpen worden als de gevonden waarde voor T zo groot of zo klein is dat het zeer onwaarschijnlijk is dat deze optreedt onder de nulhypothese. Bij een tweezijdige overschrijdingskans van 5%, die geldt bij $n-1$ vrijheidsgraden mag H_0 worden verworpen als:

$$|T| > t_{(5\%, n-1)}$$

De waarde van t is te vinden in een tabel van de Student-t-verdeling. Als deze werkwijze wordt gevolgd, is er een kans van slechts 5% dat onterecht wordt geconcludeerd dat de twee opstellingen significant van elkaar verschillen.

Bij een aantal onderdelen van het praktijkonderzoek zijn meer dan twee opstellingen met elkaar vergeleken. In die gevallen is gebruik gemaakt van de meervoudige-vergelijking-toets [26]. Bij deze toets wordt H_0 pas verworpen als:

$$|T| > t_{(5\%, n-k)}$$

Waarbij k staat voor het aantal opstellingen dat bij het onderzoek

wordt vergeleken. Bij deze toets is het aantal vrijheidsgraden bij een bepaald aantal waarnemingen lager dan bij de gepaarde t-toets.

Rekenvoorbeeld (ontleend aan praktijkonderzoek leidingdiameter, bijlage 1, tabel 2):

Datum:	21/07	22/07	26/07
Mtwrdn CZV opstelling 1 (mg/l):	617,5 (a₁)	527,5 (a₂)	602,5 (a₃)
Mtwrdn CZV opstelling 2 (mg/l):	665 (b₁)	552,5 (b₂)	570 (b₃)

Absoluut verschil opstelling 1 t.o.v. opstelling 2

21/07 :	665	-	617,5	=	47,5	(v₁)
22/07 :	552,5	-	527,5	=	25	(v₂)
26/07 :	570	-	602,5	=	- 32,5	(v₃)

Vershil opstelling 2 - opstelling 1:
 $(45,5 + 25 - 32,5) / 3 = 13,3$

Gemiddelde van drie meetdagen:
 $(34,2 + 11,7 - 45,8) / 3 = 0,03$ (**v_{gem}**)

Standaardafwijking gem. verschil (steekproef):
41,3 (**s_v**)

Steekproefgrootte n: 3

Toetsingsgrootte T: 0,560

Significantiegrens 5% tweezijdig (n-1=2): 4,303 [15]

De afwijking is: niet-significant

Bij het gebruik van de gepaarde t-toets worden de volgende kanttekeningen gemaakt. De toets geeft aan of het gemiddelde resultaat van een bemonsteringsopstelling significant afwijkt van een andere bemonsteringsopstelling. De toets geeft echter niet aan welke van de twee opstellingen de werkelijkheid het dichtst benadert. De resultaten van onderzoek kunnen worden verstoord door systematische fouten en door toevallige fouten. Door een relatief groot aantal vergelijkingen te maken (veel vergelijkbare monsters) wordt de invloed van toevallige fouten verkleind. Bij het onderzoek is steeds getracht de opstellingen die worden vergeleken slechts op één parameter te laten verschillen.

Bij alle uitgevoerde analyses moet rekening worden gehouden met een zekere spreiding van de analyseresultaten. De mate van spreiding verschilt per analyse en hangt ook af van de concentratie van de te analyseren parameter. Voor de in het kader van dit onderzoek uitgevoerde analyses wordt een overzicht gegeven van de standaardafwijking van de analyseresultaten. De waarden zijn indicatief en zijn ontleend aan een aantal RIZA- en KIWA-ringonderzoeken. De vermelde binnenlabspreiding is de gemiddelde binnenlabspreiding van de deelnemende laboratoria.

<u>parameter</u>	<u>binnenlabspreiding</u>	<u>tussenlabspreiding</u>
CZV	3 tot 8%	5 tot 17%
Kjeldahlstikstof	3 tot 15%	6 tot 30%
BZV ₅	5 tot 15%	15 tot 25%
onopgeloste bestanddelen	5 tot 25%	30 tot 50%

Bijlage 9

Berekeningswijze van de aanzuigsnelheid bij vacuümapparatuur.

De gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang van vacuüm-bemonsteringsapparatuur is bij alle onderdelen van het praktijkonderzoek waarvoor dit relevant was, berekend met de volgende formule:

$$v_{gem} = \frac{V_{tot}}{\frac{1}{4} \pi D^2 t}$$

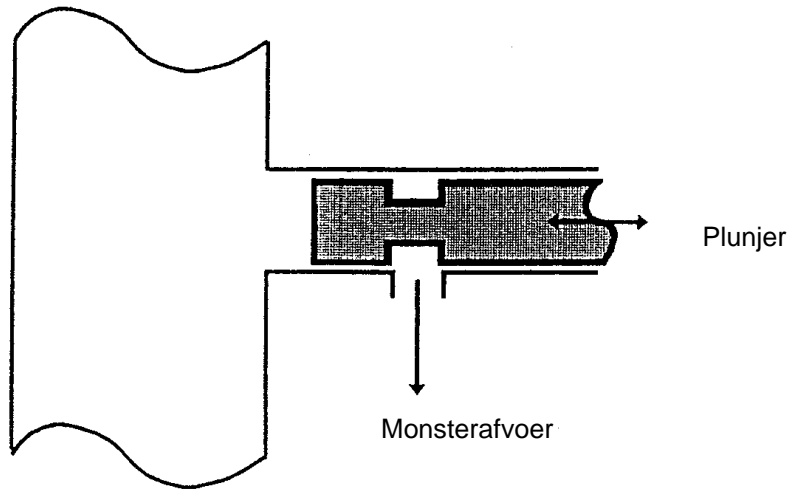
waarin:

- v_{gem} = de gemiddelde aanzuigsnelheid in de aanzuigslang, gedurende de gehele aanzuigtijd in **m/s**;
- V_{tot} = het volume van het totale systeem, van het aanzuigpunt tot het bereiken van de elektroden in het deksel van het doseervaatje in **ml**;
- D = de inwendige diameter van de aanzuigslang in **mm**;
- t = de aanzuigtijd, van het moment dat de vacuümpomp omslaat van blazen naar zuigen tot het moment dat de elektroden in de deksel van het doseervaatje worden bereikt, in **s**.

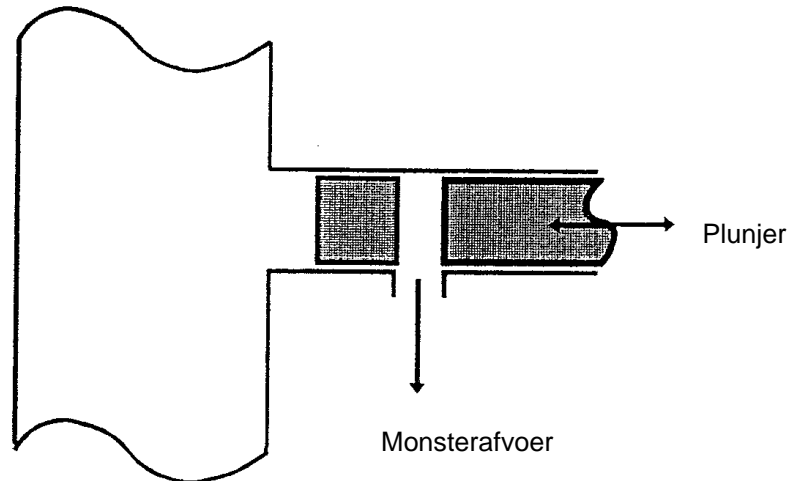
Bijlage 10

Schematische tekeningen van bij het praktijkonderzoek gebruikte bemonsteringsapparatuur

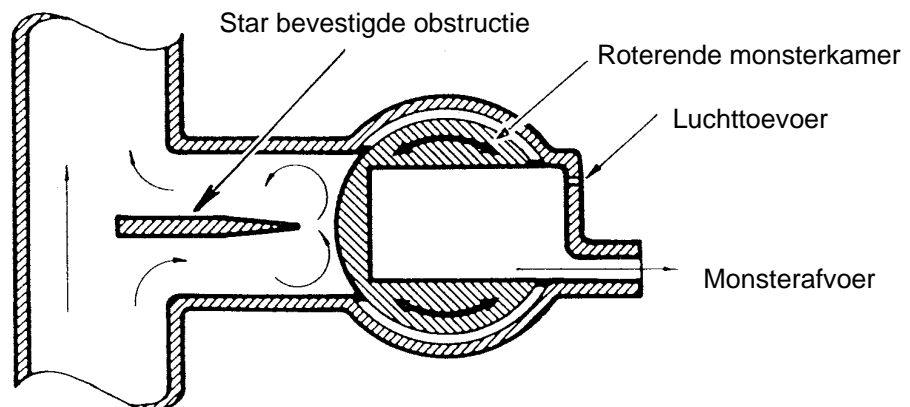
Figuur 1 Plunjer met sparing rondom



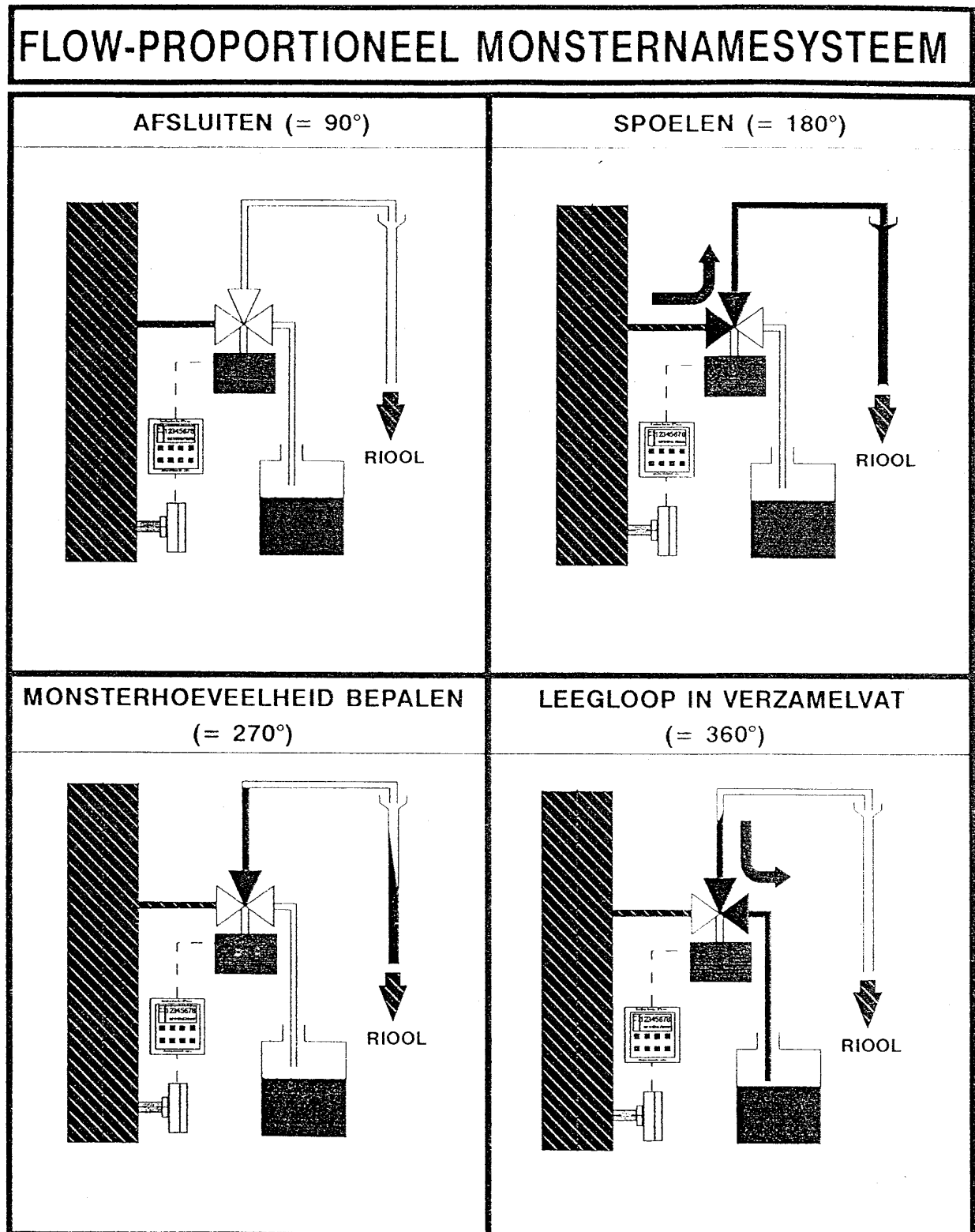
Figuur 2 Doorboorde plunjer



Figuur 3 Kogelkraan met doorboorde kogel en obstructie



Figuur 4 Driewegkogelkraan met standleiding



Bijlage 11

Praktijkonderzoek: vervolgonderzoek conservering van monsters, te analyseren op heffingsparameters

Dit deel van het praktijkonderzoek heeft plaatsgevonden in de weken 19 en 20 van 1995 met een aantal typen afvalwater waarbij in alle gevallen afbraak van CZV en/of N-Kj. mag worden verwacht als de omstandigheden waaronder de monsters worden bewaard dit toelaten. Het onderzochte afvalwater is afkomstig van:

- een ziekenhuis;
- een slachthuis;
- een zuivelbedrijf.

De bemonsteringslocaties zijn zo gekozen dat de monsters binnen korte tijd op het laboratorium konden worden afgeleverd. Per bemonsteringslocatie zijn op dinsdag 9, maandag 15 en dinsdag 16 mei 1995 op wisselende tijdstippen in totaal 15 steekmonsters genomen. De monsters afkomstig van het ziekenhuis en het slachthuis zijn gehomogeniseerd met een staafmixer. De monsters zijn op de bemonsteringslocatie afgevuld in glazen flessen. Een deel van de monsters is meteen na het afvullen van de flessen geconserveerd door aanzuren met 2 ml geconserveerd zwavelzuur. De pH van de monsters daalde hierbij tot < 2 . Per bemonsteringsdag en per locatie is dit vóór bemonstering gecontroleerd. De monsters zijn vervolgens binnen korte tijd getransporteerd naar het laboratorium. De monsters bestemd voor analyse binnen vier uur na bemonstering zijn vervolgens ingezet, de overige monsters zijn tot het tijdstip van analyse gekoeld bewaard.

De monsters zijn geanalyseerd:

- binnen 4 uur na bemonstering;
- 48 uur na bemonstering;
- 72 uur na bemonstering;
- 5 dagen na bemonstering.

Alle monsters zijn geanalyseerd op:

- chemisch zuurstofverbruik (CZV);
- stikstof volgens Kjeldahl (N-Kj.).

De analysewaarden in de tabellen 20, 25 en 30 en de grafieken 36, 45 en 54 zijn gecorrigeerd voor de recovery in het controlemonster van de serie waartoe de afzonderlijke monsters behoorden.