

Voorschriften voor meting, bemonstering, analyse en berekening

Definitiebepalingen

In deze bijlage wordt verstaan onder:

- a etmaal: de aaneengesloten periode van 24 uur waarover een etmaalverzamelmonster wordt samengesteld;
- b debiet: de hoeveelheid afgevoerd afvalwater gedurende het etmaal;
- c debietmeter: meter waarmee (bijvoorbeeld door middel van magnetische inductie) het debiet gemeten wordt;
- d momentaan debiet: de hoeveelheid afgevoerd afvalwater gedurende een moment van meting;
- e kalibreren: bepalen van de waarde van de afwijkingen ten opzichte van een van toepassing zijnde standaard;
- f droog kalibreren: kalibreren van een debietmeter waarbij een doorstroming van een hoeveelheid water door de debietmeter wordt gesimuleerd;
- g nat kalibreren: kalibreren van een debietmeter waarbij daadwerkelijk een nauwkeurig bekende hoeveelheid vloeistof door de debietmeter wordt geleid;
- h 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;
- i open meetsysteem: meetsysteem waarbij het oppervlak van het stromende afvalwater in contact staat met de buitenlucht;
- j moedermeter: debietmeter, waarvan de installatie kan worden herleid naar de nationale volumestandaard van het Nederlands Meetinstituut;
- k bewaartermijn: de periode tussen het einde van het etmaal en het begin van de voorbehandeling ten behoeve van de uitvoering van de analyse;
- l aantoonbaarheidsgrens: laagste concentratie van de component in het monster waarvan de aanwezigheid nog met een bepaalde betrouwbaarheid kan worden vastgesteld, zijnde 3x de spreiding van binnenlabreproduceerbaarheid.

A Wijze van meting, bemonstering en monsterbehandeling

Paragraaf 1 Algemeen

De meet- en bemonsteringsvoorzieningen verkeren in een goede staat, worden regelmatig choongemaakt en zijn altijd goed en veilig toegankelijk. De meet- en bemonsteringsvoorzieningen worden overeenkomstig onderstaande bepalingen respectievelijk NEN 6600-1 2009 geïnstalleerd en onderhouden. 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 wordt in de afvalwaterstroom gemeten.

In de plaats van de meting in de afvalwaterstroom 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 wordt een meetput of een meetgoot 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, bedragen gesommeerd minder dan 5% van het gemeten debiet;

2 de momentane debieten in het etmaal, gemeten bij overstorthoogten van minder dan 0,125 meter, bedragen gesommeerd minder dan 10% van het gemeten debiet.

Bij toepassing van een meetgoot bedragen 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.

De apparatuur voor de hoogtemeting wordt minimaal éénmaal per jaar bij overstorthoogten van 5, 10, 15, 20 en 25 centimeter droog gekalibreerd. In het kalibratierapport wordt voor elke overstorthoogte een vergelijking 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 wordt hierbij worden aangegeven. Bij ultrasone hoogtemeting wordt ook de temperatuurmeting en de temperatuurcorrectie gecontroleerd en gecorrigeerd bij afwijking.

2.2 Gesloten meetsystemen

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

Het gesloten meetstelsel is voorzien van een niet–resetbare mechanische pulsteller.

Registratie van momentane meetgegevens vindt plaats door middel van een printer of datalogger.

Inbouw

Bij de inbouw van een nieuwe debietmeter in een gesloten meetstelsel wordt een 'af fabriek' kalibratierapport meegeleverd, waarop naast de meterspecifieke kalibratiefactor, óók de correctiefactor, of meterconstante staat aangegeven. Natte kalibratie in ingebouwde toestand vindt direct plaats na inwerkingstelling van de debietmeter.

Voorts worden aan de inbouw de volgende eisen gesteld:

- a Bij het inbouwen wordt rekening gehouden worden met de mogelijkheid tot het uitvoeren van een natte kalibratie in–situ.
- b De lengte van de rechte leiding vóór de meetbuis bedraagt minimaal vijf maal de diameter van de meetbuis, gerekend vanuit het hart van de meter.
- c De lengte van de rechte leiding ná de meetbuis bedraagt minimaal twee maal de diameter van de meetbuis, gerekend vanuit het hart van de meter.
- d De diameter van de rechte leiding vóór en ná de meetbuis is exact gelijk aan de diameter van de meetbuis.
- e Toegepaste pakkingen steken niet naar binnen toe uit.
- f De meetbuis is dusdanig ingebouwd dat deze altijd volledig gevuld is met water.
- g De meter is geaard door middel van een aardring, dan wel met een aardelektrode die is ingebouwd in de meter.

Natte kalibratie

De meetapparatuur wordt ten minste éénmaal per drie jaar in ingebouwde toestand nat gekalibreerd. In het jaar van natte kalibratie hoeft niet tevens een droge kalibratie te worden uitgevoerd.

Voor debietmeters in mobiele meetapparatuur vindt de natte kalibratie jaarlijks plaats in ingebouwde toestand bij minimaal de volgende vijf meetpunten: 10%, 25%, 50%, 75% en 100% van het maximaal meetbereik op een ijkbevoegde- of NKO-geaccrediteerde instelling, waarvan de installatie kan worden herleid naar de nationale volumestandaard van het Nederlands Meetinstituut.

Voorts worden aan de natte kalibratie de volgende eisen gesteld:

- a Minimaal éénmaal per drie jaar worden gesloten meetstelsels in ingebouwde toestand nat gekalibreerd. Onder natte kalibratie wordt verstaan dat een vooraf nauwkeurig bepaalde hoeveelheid water door de te kalibreren meter wordt geleid (waarbij deze hoeveelheid is vastgesteld bij een onder b genoemde instelling), dan wel dat tijdelijk een tweede, bij voorkeur op hetzelfde meetprincipe gebaseerd meetstelsel in serie wordt geplaatst en fungeert als moedermeter, dan wel op een andere, door de ambtenaar belast met de heffing goedgekeurde methode.

- b Indien bij de natte kalibratie gebruik gemaakt wordt van een moedermeter, wordt deze in ingebouwde toestand nat gekalibreerd bij minimaal de volgende vijf meetpunten: 10%, 25%, 50%, 75% en 100% van het maximaal meetbereik. De natte kalibratie vindt plaats op een ijkinstallatie van een ijkbevoegde- of NKO-geaccrediteerde instelling, waarvan de installatie kan worden herleid naar de nationale volumestandaard van het Nederlands Meetinstituut (NMI). Ook wanneer de moedermeter nieuw is, wordt deze gekalibreerd op één van de genoemde installaties, waarbij de meter is ingebouwd in de meetset of meetwagen waarin deze in de praktijk zal worden ingezet.
- c Het kalibratierapport van de moedermeter, waaruit het onder b bepaalde moet blijken, mag niet ouder zijn dan één jaar. Dit kalibratierapport wordt bij die van het gekalibreerde meetsysteem gevoegd.
- d Tijdens de natte kalibratie wordt zoveel water door het te kalibreren meetsysteem geleid, dat minimaal 2.000 waarnemingen worden bereikt. Bij gebruik van een moedermeter vindt de natte kalibratie plaats in het meetbereik waarin de te kalibreren meter onder normale bedrijfsomstandigheden functioneert.
- e Tijdens de natte kalibratie worden de gemeten hoeveelheden water van de te kalibreren flowmeter (én van de moedermeter, wanneer daarvan sprake is) door middel van printers of dataloggers met een frequentie van minimaal éénmaal per uur geregistreerd. In geval van het toepassen van dataloggers worden ook de ruwe, onbewerkte data bij het kalibratierapport gevoegd.
- f Bij de natte kalibratie wordt ook de randapparatuur, voor zover die betrokken is bij de registratie van de meetgegevens, op een goede werking gecontroleerd.

Droge kalibratie

Meetapparatuur voor debietmetingen wordt ten minste éénmaal per jaar droog gekalibreerd, tenzij in dat jaar een natte kalibratie plaatsvindt.

Voorts worden aan de droge kalibratie de volgende eisen gesteld:

- a Bij een droge kalibratie wordt de weerstand of de geleidbaarheid tussen de elektroden gemeten. Wanneer aan de hand van deze controle blijkt dat de meetbuis (mogelijk) vervuild is, dient deze te worden gereinigd.
- b Op het kalibratierapport van een droge kalibratie wordt de weerstand of de geleidbaarheid tussen de elektroden weergegeven. Wanneer de meetbuis is gereinigd, wordt deze waarde zowel vóór, als ná het reinigen in het kalibratierapport vermeld.
- c Bij de droge kalibratie wordt ook de werking van randapparatuur, voor zover die betrokken is bij de registratie van de meetgegevens, op een goede werking gecontroleerd.
- d Wanneer bij een droge kalibratie blijkt dat de meetfout groter is dan 5%, wordt het gesloten meetsysteem onmiddellijk in ingebouwde toestand nat gekalibreerd, volgens de bepalingen welke van toepassing zijn bij een natte kalibratie.

Kalibratierapport

Van een debietmeter moet het meest recente kalibratierapport bij de aangifte overgelegd worden.

Bij een natte kalibratie in ingebouwde toestand (dat wil zeggen: ter plekke op het bedrijf, of als complete mobiele meetset op een ijkbank van een daartoe bevoegde instantie), worden de volgende aspecten vastgesteld én gerapporteerd op het kalibratierapport:

- de ‘as-found’ meetafwijking (de gevonden meetafwijking);
- eventuele hardwarematige aanpassingen (nieuwe spoel, etc.);
- de justering (softwarematige aanpassing van de correctiefactor/meterconstante);
- de ‘as-left’ meetafwijking, eventueel na hardwarematige aanpassing/justering;
- de (eventueel nieuwe) correctiefactor, of meterconstante.

Paragraaf 3 Bemonstering

3.1 Algemeen, instelling en uitvoering van apparatuur

De bemonstering dient plaats te vinden met behulp van automatische monsternamen-apparatuur. De bemonstering geschiedt in overeenstemming met NEN 6600-1 (Water-Monsterneming Deel 1: Afvalwater 2009), met dien verstande dat bemonstering door steekbemonstering niet is toegestaan, tenzij anders bepaald.

Paragraaf 4 Monsterbehandeling

4.1 Algemeen

De monsterbehandeling geschiedt in overeenstemming met NEN 6600-1 (Water-Monsterneming Deel 1: Afvalwater 2009) en conform paragraaf 9 van NEN 6600-1 (2009) wordt na monsterneming geconserveerd volgens NEN-EN-ISO 5667-3 (2012). De monsters worden gekoeld en in donker bewaard tussen 1° en 5° C. Van elk verzameld monster wordt een representatief deel van een liter gedurende 24 uur in een goed gesloten vat/fles bij maximaal 5° C in het donker bewaard ten behoeve van contra-analyse door het waterschap. De monsterflessen bestemd voor analyse door de heffingsplichtige en voor contra-analyse vanwege de heffingsambtenaar van het waterschap worden om en om gevuld. Op deze wijze wordt bewerkstelligd dat het monster voor de analyse op een heffingsparameter door de heffingsplichtige en voor de desbetreffende contra-analyse vanwege de heffingsambtenaar van het waterschap zoveel mogelijk identiek zijn.

4.2 Conservering en maximale bewaartermijn

De monsters uit het etmaalverzamelmonster worden tot en met het einde van de bewaartermijn geconserveerd op de wijze zoals is aangegeven in tabel A. Als een monster uit het etmaalverzamelmonster wordt ingevroren of chemisch geconserveerd, geschiedt dit binnen twaalf uur na afloop van het etmaal. De eventuele voorschriften met betrekking tot chemische conservering gelden in aanvulling op de voorschriften met betrekking tot de conserveringstemperatuur gedurende de bewaartermijn.

In tabel A zijn tevens de maximale bewaartermijnen opgenomen die gelden voor de onderscheidenlijk uit te voeren analyses. De voorbehandeling ten behoeve van een analyse vangt na het einde van het etmaal aan, 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, wordt uitgevoerd op een wijze en binnen een zodanige termijn 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

Voor analyse op	Omgevingstemperatuur		Methode conservering	Maximale bewaartijd
	tijdens transport	tot einde bewaartermijn		
Biochemisch zuurstofverbruik	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen onder uitsluiting van licht.	1 dag
		<-18 °C	Invriezen binnen twaalf uur	1 mnd (indien BZV <=50 mg/l) 6 mnd (indien BZV >50 mg/l)
Chemisch zuurstofverbruik	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH < 2	6 maanden
		<-18 °C	Invriezen binnen twaalf uur	6 maanden

Som ammoniumstikstof en organisch gebonden stikstof	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met H ₂ SO ₄ tot pH < 2	1 maand
		<-18 °C	Invriezen binnen twaalf uur	6 maanden
Cadmium, chroom, koper, lood, nikkel, zilver en zink	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met HNO ₃ tot pH < 2	6 maanden
Arseen	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met HNO ₃ tot pH < 2 Indien hydride techniek wordt gebruikt aanzuren met HCl tot pH < 2	6 maanden
Kwik (Hg)	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met HNO ₃ tot pH < 2	6 maanden
Kwik (Hg)	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren met HCl, 1 ml/100 ml	2 dagen

Het biochemisch zuurstofverbruik is weliswaar geen heffingsparameter voor de zuiveringsheffing, maar wordt aangewend bij toepassing van berekeningsvoorschrift II van Onderdeel C van deze bijlage. Op grond van dit berekeningsvoorschrift wordt de methode van het biochemisch zuurstofverbruik 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 opdrijvende bestanddelen zijn verwijderd. Er is in dit onderdeel verwezen naar normbladen, uitgegeven door het Nederlands Normalisatie-Instituut. De publicatie van de normbladen wordt aangekondigd in de Nederlandse Staatscourant. Een wijziging in een normblad wordt 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 vermelde aantoonbaarheidsgrenzen zijn de concentraties van de desbetreffende stoffen die bij de analyse ten minste aangetoond moeten kunnen worden.

Paragraaf 2 Analyse

De analyse van het monster geschiedt op de wijze zoals die is aangegeven in tabel B.

Tabel B

Parameter/stof	Ontsluiting volgens normblad	Meting volgens normblad	Aantoonbaarheidsgrens ¹⁾
----------------	------------------------------	-------------------------	-------------------------------------

chemisch zuurstofverbruik		NEN 6633 of NEN-ISO 15705 ²⁾	5 mg/l ³⁾
biochemisch zuurstofverbruik		NEN-EN 1899-1 NEN-EN 1899-2	3mg/l 0,5 mg/l
som ammoniumstikstof en organisch gebonden stikstof	NEN 6645	NEN 6604 of ISO 15923	0,5 mg/l
		NEN 6646	
		NEN-EN-ISO 11732	
	NEN-EN 12260	NEN-EN 12260 voor correctie nitriet/nitraat: NEN-EN-ISO 13395, NEN 6604 of ISO 15923-1	
		NEN-ISO 5663	
	NEN-ISO 5663		
NEN 6646	NEN 6646		
	NEN 6604 of ISO 15923		
Arseen	NEN-EN-ISO 11969	NEN-EN-ISO 11969	2 µg/l
	NEN-EN-ISO 15587-1	NEN-EN-ISO 11885 (ICP-AES)	
	NEN-EN-ISO 15587-1	NEN-EN-ISO 17294-2 (ICP-MS)	
Onopgeloste stoffen		NEN-EN 872	2 mg/l
cadmium (Cd), chroom (Cr), koper (Cu), lood (Pb), nikkel (Ni), zilver (Ag), zink (Zn)	NEN-EN-ISO 15587-1	NEN-EN-ISO 11885 (ICP-AES)	Cd: 0,3 µg/l Cr: 2 µg/l Cu: 10 µg/l Pb: 10 µg/l Ni: 7 µg/l Ag: 10 µg/l Zn: 40 µg/l
		NEN-EN-ISO 17294-2 (ICP-MS)	
	NEN 6953, hoofdstuk 5.3.3.3 ⁴⁾	NEN-EN-ISO 11885 (ICP-AES)	
		NEN-EN-ISO 17294-2 (ICP-MS)	
Kwik	NEN-EN-ISO 15587-1	NEN-EN-ISO 12846 (AAS)	0,25 µg/l

		NEN-EN-ISO 17852 (AFS)	
		NEN-EN-ISO 11885 (ICP-AES)	
		NEN-EN-ISO 17294-2 (ICP-MS)	

- 1) De aantoonbaarheidsgrenzen voor zware metalen zijn gebaseerd op een afvalwatermonster met een soortelijke geleiding tot 1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ en een zwevend stof gehalte tot 100 mg/l. Bij afvalwatermonsters met een matrix die groter is dan genoemde waarden voor geleiding en zwevende stof kan een hogere aantoonbaarheidsgrens gelden.
- 2) De analyse volgens normblad NEN-ISO 15705 is toepasbaar voor onverdunde monsters met een gehalte aan zuurstofverbruik tot aan 1.000 mg/l en chloridenconcentraties die lager zijn dan 1.000 mg/l. Tevens dient aannemelijk te worden gemaakt dat de uitkomsten verkregen door analyse volgens NEN-ISO 15705 overeenkomen met de uitkomsten verkregen door analyses verricht volgens NEN 6633.
- 3) De analyse volgens normblad NEN-ISO 15705 heeft een aantoonbaarheidsgrens van 6 mg/l voor fotometrische detectie bij 600nm en 15 mg/l voor titrimetrische detectie (gebaseerd op één enkelvoudige meting van één laboratorium) wanneer cuvetten worden gebruikt met een bereik van maximaal 1.000 mg/l.
- 4) NEN 6953, hoofdstuk 5.3.3.3 mag alleen worden toegepast op afvalmonsters met een soortelijke geleiding tot 1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ en een zwevend stof gehalte tot 100 mg/l.

C Berekeningsvoorschriften

I Berekeningswijze van het aantal vervuilingseenheden

a Zuurstofbindende stoffen:

(artikel 6, derde lid)

Het aantal vervuilingseenheden met betrekking tot het zuurstofverbruik wordt berekend door het totale aantal kilogrammen zuurstofverbruik van de in het kalenderjaar afgevoerde zuurstofbindende stoffen te delen door 54,8 kilogram.

Het aantal kilogrammen zuurstofverbruik van de gedurende een etmaal afgevoerde zuurstofbindende stoffen wordt berekend volgens de formule:

$$\frac{Q \times (\text{CZV} + 4,57 \times \text{N-Kj})}{1000}$$

In deze formule wordt verstaan onder:

Q: het aantal m^3 afgevoerd afvalwater per etmaal;

CZV: het chemisch zuurstofverbruik bepaald volgens de in onderdeel B van deze bijlage vermelde analysevoorschriften, in mg/l;

N-Kj: de som van ammoniumstikstof en organisch gebonden stikstof volgens de in onderdeel B van de deze bijlage vermelde analysevoorschriften, in mg/l.

b Andere dan zuurstofbindende stoffen:

(artikel 6, vierde lid)

Het aantal vervuilingseenheden met betrekking tot de andere dan zuurstofbindende stoffen wordt berekend door het totale aantal kilogrammen van deze in het kalenderjaar afgevoerde stoffen te delen door respectievelijk:

1 1,00 kilogram voor de stoffen chroom, koper, lood, nikkel, zilver en zink;

2 0,100 kilogram voor de stoffen arseen, kwik en cadmium;

De afgevoerde hoeveelheden per etmaal voor de hierboven onder b genoemde stoffen worden bepaald met behulp van de formule: $\frac{Q \times C}{1000}$

1000

In deze formules wordt verstaan onder:

Q: het aantal m³ afgevoerd afvalwater per etmaal;

C: de concentratie van de desbetreffende stoffen in mg/l, bepaald op de onder B omschreven wijze.

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

75

waarbij

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

- III Bij de bepaling van het aantal etmalen in artikel 8, wordt gebruik gemaakt van de volgende formule:

$$n = \frac{\left(\frac{2 \times \sigma_n}{tso} \right)^2 \times N}{\left(\frac{2 \times \sigma_n}{tso} \right)^2 + N}, \text{ waarbij}$$

n = het berekende aantal meetdagen;

N = het aantal dagen per jaar waar op wordt afgevoerd;

σ_n = spreidingspercentage in de meetwaarden, uitgedrukt ten opzichte van de gemiddelde hoeveelheid zuurstofverbruik van de onderzoeksresultaten gedurende het heffingsjaar;

tso = toelaatbare statistische onnauwkeurigheid = $35/e^{0,000175 \times VeO}$, met dien verstande dat VeO vervangen kan worden door respectievelijk VeZ en VeG, waarbij:

VeO = vervuilingswaarde van de afgevoerde zuurstofbindende stoffen;

VeG = vervuilingswaarde van de afgevoerde stoffen chroom, koper, lood, nikkel, zilver en zink;

VeZ = vervuilingswaarde van de afgevoerde stoffen arseen, cadmium en kwik.