

**Accreditatieprogramma**

**Keuring van partijen grond,  
bouwstoffen en korrelvormige  
afvalstoffen**

**Onderdeel: Samenstelling Grond**

**AP04 - SG**



**Versie 12, 23-06-2016**

## Inhoud onderdeel samenstelling grond (SG)

<b>SG1</b>	<b>Introductie</b> .....	<b>5</b>
<b>SG2</b>	<b>Overzicht van verrichtingen</b> .....	<b>6</b>
<b>SG3</b>	<b>Begrippen/parameters</b> .....	<b>7</b>
<b>SG4</b>	<b>Validatie van een verrichting</b> .....	<b>9</b>
SG4.1	Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken .....	10
SG4.1.1	<b>Aantoonbaarheidsgrens (AG)</b> .....	10
SG4.1.2	<b>Bepalen van het meetbereik van de verrichting</b> .....	10
SG4.1.3	<b>Toetsing van de modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument</b> .....	10
SG4.1.4	<b>Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding (d, Tv)</b> .....	10
SG4.1.5	<b>Bepalen van (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsstandaardafwijking (S<sub>RW</sub>/ V<sub>C<sub>RW</sub></sub>)</b> .....	11
SG4.2	Gelijkwaardigheidsonderzoek niet-genormaliseerde verrichting .....	12
SG4.3	Rapportage van werkzaamheden .....	12
<b>SG5</b>	<b>Kwaliteitsborging van een verrichting</b> .....	<b>13</b>
SG5.1	Eerstelijnscontrole .....	13
SG5.1.1	<b>Periodiek performance onderzoek</b> .....	14
SG5.1.2	<b>Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting</b> .....	16
SG5.1.3	<b>Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een niet-routinematige verrichting</b> .....	17
SG5.1.4	<b>Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten</b> .....	17
SG5.1.5	<b>Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten</b> .....	19
SG5.2	Tweedelijnscontrole .....	21
SG5.3	Derdelijnscontrole .....	21
SG5.3.1	<b>Toetsing van resultaten ringonderzoek</b> .....	22
<b>SG6</b>	<b>Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen</b> <b>25</b>	
	Prestatieblad SG.I Bepaling van de pH-CaCl <sub>2</sub> in grond .....	25
	Prestatieblad SG.II Bepaling van het droge-stofgehalte in grond .....	27
	Prestatieblad SG.III Bepaling van het lutumgehalte in grond .....	29
	Prestatieblad SG.IV Bepaling van het organische-stofgehalte in grond .....	31
	Prestatieblad SG.V Bepaling van elementen in grond .....	33
	Prestatieblad SG.VI Bepaling van niet-vluchtig kwik in grond.....	36
	Prestatieblad SG.VII Bepaling van cyaniden (vrij en totaal) in grond .....	38
	Prestatieblad SG.VIII Bepaling van vluchtige aromatische koolwaterstoffen, vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen, MTBE en ETBE in grond .....	40
	Prestatieblad SG.IX Bepaling van Polycyclische Aromatische Koolwaterstoffen (PAK) in grond .....	43
	Prestatieblad SG.X Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in grond.....	45
	Prestatieblad SG.XI Bepaling van minerale olie in grond .....	47
	Prestatieblad SG.XII Bepaling van het gehalte aan chloride in grond .....	49
	Prestatieblad SG.XIII Bepaling van chloorfenolen in grond .....	51
	Prestatieblad SG.XIV Bepaling van organochloorbestrijdings-middelen (OCB) in grond .....	53
	Prestatieblad SG.XV Bepaling van het gehalte aan chloorbenzenen in grond .....	56



Prestatieblad SG.XVI Bepaling van organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen in grond .....	58
Prestatieblad SG.XVII Bepaling van het gehalte aan aromatische oplosmiddelen in grond .....	61
Prestatieblad SG.XVIII Bepaling van het gehalte aan asbest in grond .....	63
Prestatieblad SG.XIX Onderzoeksprotocol voor overige parameters .....	65
<b>SG7 Van toepassing zijnde documenten .....</b>	<b>67</b>
SG7.1 Normatieve documenten .....	67
SG7.2 Informatieve documenten .....	70



### **Eigendomsrecht**

Dit document is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert dit document inhoudelijk. De actuele versie van het document staat op de website van SIKB ([www.sikb.nl](http://www.sikb.nl)) en is op elektronische wijze tegen ongewenste aanpassingen beschermd. Het is niet toegestaan om wijzigingen aan te brengen in de originele en door het AC Bodembeheer goedgekeurde en vastgestelde teksten met het doel hieraan rechten te (kunnen) ontlenen.

### **Vrijwaring**

SIKB is behoudens in geval van opzet of grove schuld niet aansprakelijk voor schade die bij de Raad voor Accreditatie, het geaccrediteerde bedrijf of derden ontstaat door het toepassen van dit document met de bijbehorende documenten en het gebruik van deze accreditatieregeling.

### **© Copyright SIKB**

Overname van tekstdelen is toegestaan met bronvermelding. Alle rechten berusten bij SIKB.

### **Bestelwijze**

Dit document en de bijbehorende documenten zijn in digitale vorm kosteloos te verkrijgen via de website van SIKB. Een ingebonden versie kunt u bestellen tegen kosten bij SIKB.

### **Updateservice**

Door het AC Bodembeheer vastgestelde mutaties in dit document zijn te verkrijgen bij SIKB. Via [www.sikb.nl](http://www.sikb.nl) kunt u zich aanmelden voor automatische toezending van mutaties. U kunt daar ook verzoeken tot toezending per post van de gratis reguliere nieuwsbrief van SIKB: [info@sikb](mailto:info@sikb).

### **Helpdesk/gebruiksaanwijzing**

Voor vragen over inhoud en toepassing van dit document kunt u terecht bij SIKB. Voor geschillen in het kader van beoordelingen zie de klachten- en geschillenregeling in de Beleidsregel Accreditatie, ook bekend onder de code RvA-BR002, te downloaden van [www.rva.nl](http://www.rva.nl).



## SG1 Introductie

Het Accreditatieprogramma voor keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen, onderdeel samenstelling; grond (hierna te noemen AP04-SG) beschrijft de verrichtingen en de prestatiekenmerken van de verrichtingen, die in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit dienen te worden toegepast voor de uitvoering van samenstellingsonderzoek voor partijkeuringen van grond. Verder zijn de testprocedures gedefinieerd voor het bepalen van de prestatiekenmerken met de daarbij behorende criteria, waaraan een verrichting moet voldoen.

Referentiepunten van het Accreditatieprogramma AP04-SG zijn de (inter)nationaal genormaliseerde verrichtingen, die bij het onderzoek in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit worden gebruikt. Een aantal verrichtingen is conform de genormaliseerde voorschriften dwingend voorgeschreven. Voor de niet dwingend voorgeschreven verrichtingen wordt het referentiepunt met (inter)nationaal genormaliseerde voorschriften gedefinieerd. Indien een verrichting niet conform gedefinieerde (inter)nationale voorschriften wordt uitgevoerd, dient te worden aangetoond dat de meetmethode gelijkwaardig is.

In dit document zijn de op samenstellingsonderzoek voor partijkeuringen van grond betrekking hebbende verrichtingen die onder het Accreditatieprogramma vallen, in hoofdstuk SG2 vermeld. In hoofdstuk SG3 worden de gebruikte begrippen en parameters gedefinieerd en in hoofdstuk SG4 is de validatie van een verrichting weergegeven door algemeen geaccepteerde procedures. In hoofdstuk SG5 is de eerste-, tweede- en derdelijnscontrole omschreven die minimaal moet worden toegepast tijdens de uitvoering van verrichtingen die vallen onder het Accreditatieprogramma voor keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. De technische gegevens van de verrichtingen en de daarbij horende prestatiekenmerken zijn in hoofdstuk SG6 vermeld.



## SG2 Overzicht van verrichtingen

In dit onderdeel van het Accreditatieprogramma zijn alle verrichtingen opgenomen, die nodig zijn voor het uitvoeren van samenstellingsonderzoek voor partijkeuringen van grond in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit. De op in dit onderdeel beschreven verrichtingen van toepassing zijnde normversies zijn vermeld in hoofdstuk SG7.

De verrichtingen zijn ingedeeld in pakketten voor de specificatie Samenstelling; grond. Voor de pakket-indeling wordt verwezen naar AP04-A.

De volgende verrichtingen worden in AP04-SG beschreven:

- Bepaling van de pH in grond.
- Bepaling van het droge-stofgehalte in grond.
- Bepaling van het lutumgehalte in grond.
- Bepaling van het organische-stofgehalte in grond.
- Bepaling van het gehalte aan elementen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan kwik in grond.
- Bepaling van het gehalte aan cyaniden (totaal-vrij en totaal-complex pH>5) in grond.
- Bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische, vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen, MTBE en ETBE in grond.
- Bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan PCB in grond.
- Bepaling van het gehalte aan minerale olie in grond<sup>1</sup>.
- Bepaling van het gehalte aan chloride in grond.
- Bepaling van het gehalte aan chloorfenolen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan OCB in grond.
- Bepaling van het gehalte aan chloorbenzenen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan aromatische oplosmiddelen in grond.
- Bepaling van het gehalte aan asbest in grond.
- Onderzoeksprotocol voor overige analyten.

Voor de monstervoorbehandeling van grond wordt verwezen naar het betreffende Accreditatieprogramma-onderdeel AP04-V.

<sup>1</sup> deze parameter is methodebepaald, zie ook het desbetreffende prestatieblad.



## SG3 Begrippen/parameters

Voor definities met betrekking tot kwaliteitssysteemaspecten en prestatiekenmerken gelden definities zoals opgenomen in NEN 7777/C1 en NEN 7778/C1. Daarnaast worden de volgende definities uit andere bronnen of eigen definities gehanteerd.

### Conforme (meet)methode

Voor de definitie van conforme (meet)methode wordt verwezen naar het toelichtend document RVA-T001 van de Raad voor Accreditatie.

### Controlemonster

Homogeen materiaal dat qua samenstelling en vorm geaccepteerd wordt als zijnde representatief voor monsters en dat is bedoeld voor de controle op een of meer prestatiekenmerken van de meetmethode.

### Lineariteit

Verband tussen meetgrootte en meetsignaal dat wordt gekarakteriseerd door een rechte.

**Toelichting 1:** "Lineariteit" is een theoretisch begrip. Er zal altijd sprake zijn van een afwijking van het lineaire verband. Soms is die afwijking zo klein dat door de spreiding van (herhaalde) metingen die afwijking niet is vast te stellen. In dergelijke gevallen wordt lineariteit aangenomen.

**Toelichting 2:** Naarmate het aantal metingen voor bepaalde waarden van de meetgrootte toeneemt kunnen kleinere afwijkingen van de lineariteit worden vastgesteld (spreiding van de gemiddelde meetwaarde neemt af met het aantal meetwaarden).

**Toelichting 3:** Modelafwijking is een algemener begrip voor het verschil tussen het gemeten verband en het veronderstelde (mathematische) verband voor de kalibratiefunctie. Zo is alineariteit een afwijking van het lineair veronderstelde verband.

### Matrixonderzoek

Onderzoek waarin de prestatie van de meetmethode wordt vastgesteld bij relevante samenstellingsklassen van het monster.

*Opmerking: Het betreft over het algemeen de verschillende matrixsoorten (bijv. grond: veen, klei en zand) en bekende interferenties.*

### Trennzahl of scheidingsgetal (NPR 6405)

Als maat voor het scheidend vermogen van het chromatografische systeem kan de Trennzahl of het scheidingsgetal  $T_z$  worden gebruikt. De Trennzahl is als volgt gedefinieerd:

$$T_z = \frac{(t_{R,j} - t_{R,i})}{w_{1/2,i} + w_{1/2,j}} - 1$$

Waarin:

$t_{R,i}$  en  $t_{R,j}$  : de retentietijden van verbindingen  $i$  respectievelijk  $j$ ;

$w_{1/2,i}$  en  $w_{1/2,j}$  : de breedte op halve hoogte voor verbinding  $i$  respectievelijk  $j$ .

**Toelichting 1:** De Trennzahl is een maat voor de efficiëntie en selectiviteit van een chromatografisch systeem.

**Toelichting 2:** In zijn algemeenheid kan worden gesteld dat Trennzahl overeenkomt met het aantal analyten (pieken) dat nog tussen de analyten  $i$  en  $j$  kan worden gescheiden.

### z-score

Afwijking van de meetwaarde met de toetswaarde, in verhouding tot de standaardafwijking.



$$z_i = \frac{x_i - x}{s}$$

Hierbij is:  $x_i$ : meetwaarde;  
 $x$ : toetswaarde zoals:  
- "assigned value" bij een interlaboratorium onderzoek;  
- toegekende waarde bij een referentiemateriaal;  
- meetwaarde van een referentiemethode.  
 $s$ : standaardafwijking.

**Toelichting 1:** *In principe wordt in dit document steeds getoetst aan de in het prestatieblad geëiste variatiecoëfficiënt.*

$$\overline{z^2} = \frac{z_1^2 + z_2^2 + \dots + z_n^2}{n}$$

**Toelichting 2:** *De z-waarde wordt in dit document gebruikt voor het toetsen van systematische verschillen. Voor het evalueren van de afwijkingen van een serie meetwaarden wordt de gemiddelde  $z^2$  uitgerekend:  
De grenswaarden voor zowel  $z$  als de gemiddelde  $z^2$  zijn vastgesteld met inachtneming van de risico's van toevallige overschrijding en de relevantie t.o.v. de totale meetfout.*





## SG4 Validatie van een verrichting

Bij de introductie of wijziging van een verrichting dient een intralaboratoriumvalidatie-onderzoek te worden uitgevoerd.

In dit validatie-onderzoek moeten de volgende prestatiekenmerken worden getoetst:

- aantoonbaarheidsgrens;
- meetbereik;
- modelafwijking/alineariteit;
- bias/terugvinding;
- intralaboratoriumreproduceerbaarheid.

In het onderzoek moet worden aangetoond dat de prestatiekenmerken gelijkwaardig zijn aan die van de aangegeven norm, die als referentiepunt geldt binnen het Accreditatieprogramma, zie ook SG4.2.

Als basis voor het bepalen van prestatiekenmerken wordt gebruik gemaakt van NEN 7777/C1. Toetsing aan de criteria vindt plaats op de wijze vermeld in deze norm. De criteria voor de diverse prestatiekenmerken staan genoemd in de prestatiebladen. Deze waarden worden beschouwd als geschatte limietwaarden.

Indien een (nieuwe) verrichting conform een voorgeschreven norm wordt uitgevoerd dan dienen alleen de prestatiekenmerken te worden getoetst aan de eisen voor de prestatiekenmerken weergegeven in de prestatiebladen.

### Opmerking

In de prestatiebladen zijn criteria opgenomen voor het prestatiekenmerk herhaalbaarheid. In de validatie van een (nieuwe) verrichting behoeft de herhaalbaarheid als prestatiekenmerk niet te worden vastgesteld. De criteria voor herhaalbaarheid dienen als toetsmiddel voor (periodieke) controlehandelingen die plaatsvinden onder condities van herhaalbaarheid.

In principe gelden de prestatiekenmerken voor de gehele verrichting, zoals beschreven in het prestatieblad, inclusief monstervoorbewerkingen als extractie, ontsluiting, enz. Indien dit niet het geval is, staat expliciet in het prestatieblad of het validatie-onderzoek aangegeven voor welk deel van de verrichting de prestatiekenmerken gelden.

Indien van de norm wordt afgeweken dient met reële praktijkmonsters te worden vastgesteld of de selectiviteit van de verrichting overeenkomt met de genormaliseerde verrichting.

Bij methode-bepaalde parameters mag niet van het (meet)principe worden afgeweken en dient de methode conform de gedefinieerde verrichting te worden uitgevoerd.

De validatie dient te worden herhaald als de gelijkwaardige verrichting of de norm verandert. Dit moet conform NEN 7777/C1 "Ingebruikneming aangepaste methode" plaatsvinden.

De matrices die vallen onder AP04-SG worden als één toepassingsgebied beschouwd.

De prestatiekenmerken worden, indien niet anders vermeld in het prestatieblad van de desbetreffende parameter, bepaald op een grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, eventueel na additie van het te onderzoeken analyt, het verwijderen van het oplosmiddel en het in acht nemen van een wachttijd van ten minste 48 uur.

Concentratieniveaus voor validatie worden overeenkomstig NEN 7777/C1 gekozen.



## Opmerking

Voor de keuze van concentratieniveaus in het kader van validatie en kwaliteitsborging wordt als meetbereik van een verrichting in het kader van AP04 bedoeld het gebied tussen de in de prestatiebladen geëiste aantoonbaarheidsgrenzen en de hoogste waarde van de meetgrootte die volgens voorschrift kan worden gemeten waarbij de prestatiekenmerken aan gedefinieerde eisen voldoen.

## SG4.1 Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken

### SG4.1.1 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

Het bepalen van de aantoonbaarheidsgrens staat beschreven in NEN 7777/C1. De aantoonbaarheidsgrens moet, op basis van reproduceerbaarheidscondities, worden vastgesteld op een grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, tenzij anders is vermeld in het prestatieblad van de desbetreffende parameter.

Criterium:

- De aantoonbaarheidsgrens moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

**Opmerking1:** Voor de bepaling van de aantoonbaarheidsgrens voor organische stof geldt de eis voor het organische-stofgehalte niet omdat bij de validatie moet worden uitgegaan van een relevant niveau.

**Opmerking2:** Voor de bepaling van asbest is de aantoonbaarheidsgrens (AG) niet relevant. In afwijking van NEN 7777/C1 wordt in plaats van de aantoonbaarheidsgrens de bepalingsgrens vastgesteld conform NEN 5898. De bepalingsgrens wordt hierbij slechts eenmalig vastgesteld.

### SG4.1.2 Bepalen van het meetbereik van de verrichting

Geef als meetbereik op het gebied tussen aantoonbaarheidsgrens en de hoogste waarde (minimaal interventiewaarde) van de meetgrootte die volgens voorschrift kan worden gemeten waarbij de prestatiekenmerken aan gedefinieerde eisen voldoen.

**Toelichting 1:** Als verdunning van de monsters een onderdeel is van de vastgestelde meetmethode dan moet bij de kwantificering van het meetbereik de verdunning worden inbegrepen.

**Toelichting 2:** "Aantoonbaarheidsgrens" moet worden vervangen door "laagste waarde" indien door andere beperkingen (bijv. alineariteit) een prestatiekenmerk (bijv. lineariteit) voor waarden boven de aantoonbaarheidsgrens nog niet aan gedefinieerde eisen voldoet.

**Opmerking:** Bij de bepaling van asbest wordt het meetbereik niet vastgesteld. Het meetbereik van de analysemethode voor asbest is naar boven toe niet begrensd. Voor aanvullende informatie wordt verwezen naar NEN 5898.

### SG4.1.3 Toetsing van de modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument

De toetsing van de bruikbaarheid van de gekozen kalibratiefunctie voor het gehele meetbereik staat beschreven in NEN 7777/C1. De toetsing moet plaatsvinden op basis van absolute limietwaarden.

**Opmerking:** In afwijking op NEN 7777/C1 wordt de lineariteit bij de bepaling van asbest niet getoetst. Vanaf de bepalingsgrens tot aan de maximale meetwaarde (100 % asbest) is de methode lineair. Voor aanvullende informatie wordt verwezen naar NEN 5898.

### SG4.1.4 Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding (d, Tv)

De intralaboratorium-bias / terugvinding van de verrichting kan op de volgende manieren, in afnemende preferentie, worden bepaald:

- gecertificeerd referentiemateriaal (of monster met een conventionele waarde) ;
- geadderde monsters.



#### **SG4.1.4.1 Intralaboratorium-bias met behulp van gecertificeerd referentiemateriaal (of monster met een conventionele waarde)**

De bepaling van de intralaboratorium-bias volgens deze manier staat beschreven in NEN 7777/C1.

Criterium:

- De intralaboratorium-bias moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis voor de bias.

**Toelichting:** *De eisen aan de terugvinding en bias gelden voor het gemiddelde van de gevonden gehalten in het onderzochte monstermateriaal, niet voor individuele meetresultaten. Bij deze interpretatie zorgt de eis aan reproduceerbaarheid dat de fluctuatie rondom het gemiddelde binnen acceptabele grenzen blijft.*

#### **SG4.1.4.2 Terugvinding uit toevoeging**

Terugvindingsonderzoeken worden uitgevoerd op geaddeerde monsters, indien voor de verrichting en voor een bepaalde matrix niet kan worden beschikt over een gecertificeerd referentiemonster. De additie aan het monstermateriaal vindt plaats na de voorbehandeling van het monster conform AP04-V.

De bepaling van de terugvinding uit toevoeging volgens deze manier staat beschreven in NEN 7777/C1.

**Toelichting:** *Indien mogelijk worden de monsters onder de in het prestatieblad gegeven bewaarcondities 48 uur bewaard. Na 48 uur worden de monsters volgens de verrichting geanalyseerd. Dit is niet mogelijk voor de bepaling van vluchtige verbindingen (zie AP04-V voor de definitie van vluchtige verbindingen).*

Criterium:

- De terugvinding moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis voor de terugvinding.

#### **SG4.1.5 Bepalen van (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsstandaardafwijking ( $S_{Rw}$ , $VC_{Rw}$ )**

De bepaling van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking staat beschreven in NEN 7777/C1. Deze kan op twee manieren worden uitgevoerd: duploanalyse van verschillende monsters of herhaalde analyse van hetzelfde laboratoriummonster. Beide methoden zijn toegestaan.

Voor de bepaling moet de gehele meetmethode worden doorlopen, dus inclusief monstervoorbehandeling.

Dit houdt in dat voordat een monster in duplo of in meervoud wordt geanalyseerd, het voorbehandeld moet zijn conform AP04-V. Wanneer voor het verkrijgen van een goed concentratieniveau, aan een monster analyt wordt geaddeerd, dan mag dit zowel voor als na de monstervoorbehandeling worden gebeuren.

**Toelichting:** *Voor het bepalen van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking mag het controlemonster van de eerstelijnscontrole worden gebruikt.*

In het prestatieblad wordt de intralaboratoriumreproduceerbaarheid (tenzij anders aangegeven) als variatiecoëfficiënt ( $vc_{Rw}$ ) uitgedrukt.

Criterium:

- De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt moet voldoen aan het prestatieblad vermelde eis.

**Opmerking:** *Voor de bepaling van asbest is de (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsstandaardafwijking niet relevant. Bij de bepaling van asbest wordt de (pseudo)herhaalbaarheidsstandaardafwijking bepaald conform NEN 5898, Bijlage B §1.3, door herhaalde*

*analyse, door verschillende analisten, van een geaddeerd en voorbehandeld monster. Na een analyse worden de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd.*

## **SG4.2 Gelijkwaardigheidsonderzoek niet-genormaliseerde verrichting**

Het gelijkwaardigheidsonderzoek is niet relevant voor methodebepaalde parameters, maar moet worden uitgevoerd indien een verrichting niet conform de referentiemethode wordt uitgevoerd. Het gelijkwaardigheidsonderzoek dient conform NEN 7778/C1 te worden uitgevoerd.

## **SG4.3 Rapportage van werkzaamheden**

Het validatie-onderzoek wordt afgesloten met een validatierapport/verslag. De conclusie van het onderzoek dient relevant te zijn in relatie met het AP04 en wordt weergegeven in een prestatieblad, waarin ook het validatieresultaat en de AP04-eis zijn opgenomen. Van ieder uitgevoerd validatie-onderzoek moet volledige documentatie bij het accreditatie-onderzoek beschikbaar zijn.



## SG5 Kwaliteitsborging van een verrichting

De kwaliteitsborging van een verrichting is als volgt onderverdeeld:

- Eerstelijnscontrole - Controle van de verrichting door de uitvoerenden zelf.
- Tweedelijnscontrole - Controle binnen de organisatie van de instelling en onafhankelijk van de uitvoerenden.
- Derdelijnscontrole - Onafhankelijke externe controle, ringonderzoeken.

De kwaliteitsborging van de instelling dient te zijn vastgelegd in eerste-, tweede- en derdelijns documenten, waarin de volgende aspecten dienen te worden ondergebracht:

- statistische controle van de kwaliteitsborging;
- afhandeling bij situaties van onbeheerste kwaliteit;
- gebruik c.q. bereiding van de monsters;
- verantwoordelijkheden van functionarissen.

De gedefinieerde eerste-, tweede- en derdelijnscontrole vormt géén additionele kwaliteitsborging maar de minimale kwaliteitsborging die dient te worden toegepast.

Een verrichting wordt in de meeste gevallen routinematig uitgevoerd, maar om verschillende redenen kan het zijn dat de uitvoering van een verrichting niet-routinematig is. Bijvoorbeeld als:

- de praktijk uitwijst dat voor een verrichting over langere perioden geen monsters worden aangeboden;
- gewerkt wordt onder een clusterregeling waarbij volgens schema een verrichting door een laboratorium over een langere periode niet wordt uitgevoerd, gevolgd door een periode waarbij deze wel regelmatig wordt uitgevoerd.

Er is geen exacte scheiding aan te geven wanneer een verrichting routinematig is en wanneer niet-routinematig. Ook kan het zijn dat een verrichting over langere perioden als niet-routinematig is te beschouwen, maar over een periode waarin wel een regelmatig aanbod van monsters voor de verrichting is, juist als routinematig benaderd moet worden (zoals in het voorbeeld van de clusterregeling).

Globale richtlijnen zijn:

- Volg voor de eerstelijnscontrole (SG5.1) de werkwijze voor een niet-routinematige verrichting als over een periode van vier opeenvolgende kwartalen geen volle controlekaart kan worden verkregen.
- Volg voor de tweedelijnscontrole (SG5.2) en de derdelijnscontrole (SG5.3) de werkwijze voor een niet-routinematige verrichting als over een tijdbestek van vier opeenvolgende kwartalen in drie van de vier kwartalen geen monsters worden aangeboden.

De eerstelijns, tweedelijns en derdelijnscontrole verschillen tussen een routinematige en een niet-routinematige verrichting. Voor ieder is hierna aangegeven welke kwaliteitsborging uitgevoerd moet worden voor een routinematige en voor een niet-routinematige verrichting.

De kwaliteitsborging kan pas op basis van een niet-routinematige verrichting uitgevoerd worden, nadat de accreditatie en definitieve aanwijzing zijn verkregen op basis van validatie-onderzoek en kwaliteitsborging van een routinematige verrichting.

### SG5.1 Eerstelijnscontrole

De eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd conform NEN 6603.

In de periodieke evaluatie (het periodiek performance onderzoek) moet worden onderzocht of de verrichting voldoet aan de in het prestatieblad vermelde gegevens (hoofdstuk SG6).

Voor niet-routinematige verrichtingen gelden afwijkende frequenties.

De eerstelijnscontrole voor de bepaling van asbest vindt op afwijkende wijze plaats. Zie voor de werkwijze bij de bepaling van asbest het prestatieblad. Criterium hierbij is dat het resultaat van de controle moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

### **SG5.1.1 Periodiek performance onderzoek**

De uitgangsmaterialen waarop het onderzoek wordt uitgevoerd zijn:

Grond: grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, tenzij anders aangegeven.

**Opmerking :** *het is toegestaan om een monster met consensuswaarde, bijv. SETOC 789/ISE 859 toe te passen voor het periodiek performance onderzoek, als hiermee op bias wordt getoetst in plaats van terugvinding.*

#### **SG5.1.1.1 Terugvinding**

Analyten : alle parameters.  
Concentratiebereik : geaddeerde monsters met concentratie binnen het meetbereik van de verrichting  
Werkwijze : zie SG4.1.4.  
Frequentie : 1 op de 100 monsters, met als minimum 1 maal per maand en als maximum 1 maal per week.  
Aantal : enkelvoud.  
Criterium : Zie het criterium, vermeld in de prestatiebladen.  
Periodiek performance onderzoek op terugvinding is niet van toepassing voor een niet-routinematige verrichting (zie SG5.1.3).

**Toelichting :** *Bij multicomponentanalyses worden de kritische parameters in een controlekaart bijgehouden. Van de andere componenten dient per half jaar de terugvinding te worden bepaald.*

#### **SG5.1.1.2 Controle-duploanalyses**

Analyten : alle parameters.  
Concentratiebereik : binnen het meetbereik van de verrichting  
Werkwijze : routinematig onderzoek:  
1 op de 100 aangeboden praktijkmonsters, met als minimum 1 praktijkmonster per maand en als maximum 1 praktijkmonster per week, wordt in duplo geanalyseerd; voor bepalingen die standaard in meervoud worden uitgevoerd kan worden volstaan met de dagelijkse toetsing volgens SG5.1.4.1.  
: niet-routinematig onderzoek:  
zie SG4.1.5.  
Frequentie : routinematig onderzoek:  
evaluatie per kwartaal.  
niet-routinematig onderzoek:  
1 maal per jaar, indien de verrichting wordt uitgevoerd.

Criteria:

Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder herhaalbaarheidscondities: de herhaalbaarheids-variatiëcoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.  
Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder reproduceerbaarheidscondities: de reproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.



### **SG5.1.1.3 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt ( $vc_{RW}$ )**

De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt dient te worden bepaald als:

- geen controlekaart wordt gebruikt,
- een controlekaart wordt gehanteerd waaruit de intralaboratoriumreproduceerbaarheid niet van alle parameters kan worden bepaald in het gewenste concentratiebereik.

Analyten	:	parameters.
Concentratiebereik	:	binnen het meetbereik van de verrichting
Werkwijze	:	zie SG4.1.6.
Frequentie	:	routinematig onderzoek: 1 maal per jaar. niet-routinematig onderzoek: 1 maal per jaar, indien de verrichting wordt uitgevoerd.
Aantal	:	minimaal tien stuks.
Criteria	:	In het prestatieblad vermelde eis.

### **SG5.1.1.4 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument**

De geldigheid van de kalibratiefunctie moet worden getoetst indien:

- de routinematige bepaling van de functie volgens het meetvoorschrift niet is overgedimensioneerd<sup>2</sup> en
- de gevoeligheid (=helling kalibratiefunctie) met meer dan 20% veranderd is of het instrument weer in gebruik genomen wordt na een majeure ingreep of na langere tijd buiten gebruik.

Bij een multicomponentanalyse worden die analyten die bepalend zijn voor het meetbereik getoetst.

Analyten	:	alle parameters;
Concentratiebereik	:	het meetbereik van het analyse-instrument;
Werkwijze	:	zie SG4.1.3 De controle op de modelafwijking als onderdeel van de kwaliteitsborging is indicatief. Aanbevolen wordt niet alleen de meetstandaard(en) maar ook de kalibratiestandaarden in meervoud te meten.
Aantal	:	zie SG4.1.3
Criteria	:	zie SG4.1.3

Periodiek performance onderzoek op modelafwijking is niet van toepassing voor een niet-routinematige verrichting (zie SG5.1.3).

<sup>2</sup> Overgedimensioneerd betekent dat bij een lineaire functie gekalibreerd wordt op meer dan twee niveaus, bij een tweedegraads polynoom op meer dan drie, enz.



### SG5.1.1.5 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

De aantoonbaarheidsgrens van de verrichting moet worden getoetst als de gevoeligheid (meetsignaal/hoeveelheid analyt) dusdanig afneemt dat aannemelijk is dat de geëiste aantoonbaarheidsgrens niet wordt gehaald.

Als criterium geldt dat de aantoonbaarheidsgrens vastgesteld dient te worden indien:

$$B_{gev} < \frac{AG_{vst} * B_{vst}}{AG_{eis}}$$

Hierin:  $B_{gev}$  : de gevonden gevoeligheid;  
 $AG_{eis}$  : in het prestatieblad geëiste aantoonbaarheidsgrens;  
 $AG_{vst}$  : de aantoonbaarheidsgrens bij laatste vaststellingsonderzoek;  
 $B_{vst}$  : de gevoeligheid bij het laatste vaststellingsonderzoek van de aantoonbaarheidsgrens.

**Toelichting 1:** Bij multicomponentanalyse worden die componenten gekozen waarbij de gevonden aantoonbaarheidsgrens het dichtst bij de in het prestatieblad vermelde eis liggen.

**Toelichting 2:** De aantoonbaarheidsgrens dient te worden getoetst wanneer het analyse-instrument, na opheffing van defect of optimalisatie van het analyse-instrument, niet aan de specificaties/eisen voldoet.

Analyten : alle parameters of de kritische parameters.  
Werkwijze : zie SG4.1.1.  
Criterium : de aantoonbaarheidsgrens dient overeen te komen met de in het prestatieblad gegeven eis.

### SG5.1.2 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting

De instelling dient de kwaliteit van de verrichting tijdens de uitvoering te controleren, zodanig dat over alle facetten van de verrichting (voorbereidende handelingen t.b.v. analyse en de analyse zelf) de kwaliteit aantoonbaar wordt geborgd. Deze kwaliteitsborging dient te geschieden op een reël grondmonster (tenzij anders aangegeven in de prestatieblad), waarbij de meetwaarde ligt binnen het meetbereik van de verrichting.

De resultaten dienen statistisch te worden gecontroleerd conform NEN 6603.

**Toelichting 1:** Indien een gelijkwaardige meetmethode wordt gehanteerd dient de instelling die parameters in een controlekaart bij te houden waarmee de meetmethode adequaat wordt geborgd.

#### Aanmaak van controlemonster

Voor het controlemonster wordt een praktijkmonster of mengmonster van praktijkmonsters, bij voorkeur een mengsel van grondsoorten, genomen. Het praktijkmonster dient de te bepalen analyten (zie prestatieblad) in de gewenste concentratie te bevatten. Het monster dient dusdanig te worden gehomogeniseerd dat de inhomogeniteit van het monster geen significante invloed heeft op de intralaboratoriumreproduceerbaarheid. Om praktische redenen (beperkte houdbaarheid) kan het controlemonster worden vervangen door een terugvindingsexperiment, zoals de bepaling van vluchtige componenten in grond. Voor het controlemonster mag ook een referentiemonster worden gebruikt, indien deze aan de gestelde criteria voldoet (zie SG4.1.4.1).

**Opmerking :** In de praktijk kan het samenstellen van een controlemonster tot moeilijkheden leiden. Indien een of twee analyten niet in het gestelde concentratiebereik liggen, mogen deze aan het monster worden toegevoegd (zie SG4.1.4).





### **SG5.1.3 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een niet-routinematige verrichting**

De kwaliteit van een niet-routinematige verrichting wordt geborgd met een beperkte validatie van de verrichting. Bij het beperkte validatie-onderzoek dienen de volgende prestatiekenmerken minimaal te worden getoetst:

- terugvinding;
- modelafwijking / alineariteit indien de bepaling van de kalibratiefunctie niet is overgedimensioneerd (zie voetnoot 5.1.1.4);
- reproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt, evt. herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt;
- aantoonbaarheidsgrens.

Deze prestatiekenmerken dienen per onderzoek te worden getoetst. De prestatiekenmerken dienen minimaal bepaald te worden met het onderstaande experiment:

- 1) één blanco-experiment,
- 2) twee terugvindingsexperimenten in de laagste decade van het meetbereik.
- 3) twee terugvindingsexperimenten in de hoogste decade van het meetbereik.

#### **SG5.1.3.1 Terugvinding**

Analyten	:	alle parameters;
Werkwijze/berekening	:	zie SG4.1.4. eventueel onder herhaalbaarheidscondities
Frequentie	:	per onderzoek;
Criterium	:	de gemiddelde terugvinding (experiment 2 en 3) dient overeen te komen met de in het prestatieblad vermelde eis.

#### **SG5.1.3.2 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt, evt. Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt**

Analyten	:	alle parameters;
Frequentie	:	per onderzoek;
Criterium	:	van de terugvindingsexperimenten (experiment 2 en 3) wordt de variatiëcoëfficiënt bepaald. Deze variatiëcoëfficiënt dient lager te zijn dan de in het prestatieblad vermelde eis van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid resp. herhaalbaarheid.

#### **SG5.1.3.3 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie**

Analyten	:	alle parameters;
Frequentie	:	per onderzoek;
Berekening	:	zie SG4.1.3
Criterium	:	zie SG4.1.3

#### **SG5.1.3.4 Aantoonbaarheidsgrens**

Analyten	:	alle parameters;
Frequentie	:	per onderzoek;
Criterium	:	zie SG5.1.1.5.

### **SG5.1.4 Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten**

Indien in het genormaliseerde voorschrift additionele kwaliteitsborgingspunten staan vermeld, dienen deze te worden gecontroleerd. Verder is in het prestatieblad van de desbetreffende verrichting een aantal additionele kwaliteitsborgingspunten vermeld (specifieke aandachtspunten). Indien een kwaliteitsborgingspunt in beide staat vermeld, geldt het scherpste criterium.

Daarnaast behoort het tot de goede praktijk om standaard(en) en (procedurele) blanco's aan de meetseries toe te voegen. De standaard(en) en (procedure) blanco's dienen aan de volgende richtlijnen te voldoen:

- Een 1-punts kalibratie-oplossing dient bij voorkeur hoger te zijn dan 20 maal de aantoonbaarheidsgrens en lager dan 0,6 maal het lineair meetgebied van het meetstelsel of meetmethode, indien geen verdunningsstap wordt toegepast.
- Een procedureblanco moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis of, indien de door het laboratorium gehanteerde rapportagegrens lager is, kleiner zijn dan deze rapportagegrens.

De instelling dient in een document te hebben opgenomen hoe de instelling omgaat met verhoogde blanco's, o.a. met betrekking tot:

- verhoogde rapporteringswaarden;
- correctie voor de blanco;
- grenswaarde voor onbeheerste kwaliteit van de verrichting.

#### **SG5.1.4.1 Bepalen in meervoud (duplobepaling)**

Die analyses waarvoor de deelmonsters worden genomen voordat monstervoorbewerking heeft plaatsgevonden, dienen in tweevoud te worden uitgevoerd. De duplobepaling wordt onder herhaalbaarheidscondities uitgevoerd. Dit geldt bijvoorbeeld wanneer een monster als asbestverdacht is gekenmerkt.

Een duplobepaling dient aan het volgende criterium te voldoen indien de meetwaarde hoger is dan 20 maal de aantoonbaarheidsgrens:

- De meetresultaten van de duplobepalingen mogen niet meer dan 4 maal de eis voor de herhaalbaarheidsstandaarddeviatie van elkaar afwijken. Als deze eis relatief is dan wordt de procentuele onderlinge afwijking van de duploresultaten berekend uitgaande van het gemiddelde resultaat.

**Opmerking:** *Bovenstaande heeft geen betrekking op verrichtingen waarbij de deelmonsters voorafgaand aan de meting separaat worden opgewerkt en daarna worden samengevoegd (vluchtige verbindingen, cyanide).*

Van de bepaling in duplo wordt de gemiddelde waarde gerapporteerd. Als een van beide resultaten lager is dan de rapportagegrens dan wordt voor dit resultaat, voor de berekening van het gemiddelde,  $0,7 * \text{de rapportagegrens}$  genomen.

In het rapport wordt door middel van een opmerking vermeld dat voor de analyses is uitgegaan van het veldvochtige monster.

Wanneer een monster zichtbaar asbest bevat, maar niet als asbestverdacht is gekenmerkt, dan wordt dit gemeld aan de opdrachtgever. Vervolgens wordt overlegd hoe verder wordt gehandeld met het monster.

#### **SG5.1.4.2 Omgaan met duplomonsters**

Als monsterneming plaatsvindt conform Protocol 1001 'Monsterneming voor partijkeuringen grond en baggerspecie', dan worden per partij te onderzoeken grond minimaal twee mengmonsters samengesteld en aan het laboratorium geleverd voor onderzoek. Deze twee mengmonsters worden in het kader van de partijkeuring beschouwd als duplomonsters.

In de BRL SIKB 1000 en AS SIKB 1000 is aangegeven dat analyseresultaten en toetsing van de analyseresultaten onderdeel kunnen zijn van een rapportage of milieuhygiënische verklaring. Indien dit het geval is en indien er een verschil van meer dan een factor 2,5 bestaat tussen analyseresultaten van de duplomonsters, dan kan door de opdrachtgever om een heranalyse worden verzocht. In het geval van verzoek om heranalyse moet de volgende werkwijze worden toegepast.

**Toelichting:** *In het Bouwstoffenbesluit (o.m. Uitvoeringsregeling Bouwstoffenbesluit, bijlage F) was geregeld dat monsterneming in voorkomende gevallen dient te worden herhaald als tussen twee duplomonsters een verschil van meer dan een factor 2,5 wordt vastgesteld. In de Regeling Bodemkwaliteit is deze passage niet (meer) opgenomen, mede in de veronderstelling dat de regel in AP04 zelf thuishoort. Derhalve is onderstaande omgangswijze met duploresultaten opgenomen.*



**Opmerking:** De hier gegeven werkwijze is gebaseerd op de Notitie Heranalyse van het Vakdeskundigenoverleg van Fenelab (d.d. 31 mei 2010).

#### Werkwijze bij heranalyse van duplomonsters:

Controleer of beide originele monstermaterialen nog binnen de conserveringstermijn van de desbetreffende analyse vallen. Als dit zo is, voer dan de heranalyse uit vanuit elk van beide opgeslagen contramonsters.

De resultaten van de heranalyses kunnen in een nieuwe versie van het analyserapport worden gerapporteerd. Vallen de monstermaterialen buiten de conserveringstermijn dan moet dit middels een opmerking op het analyserapport worden vermeld.

Handel voor elk contramonster als volgt:

Wanneer het resultaat van de heranalyse afwijkt van het originele resultaat dan hoeft niet direct duidelijk te zijn welk resultaat juist is of dat er sprake van bijvoorbeeld zeer inhomogeen monstermateriaal. Duidelijkheid hieromtrent kan worden verkregen door de heranalyse direct in duplo uit te voeren.

Beoordeel of het resultaat van de heranalyse significant verschilt van het originele resultaat. Neem hiervoor als criterium 4 maal de eis voor de reproduceerbaarheidsstandaarddeviatie. Als de reproduceerbaarheidsstandaarddeviatie een relatieve waarde heeft, ga dan voor de berekening van de significantiegrenswaarde uit van het originele resultaat.

Als het resultaat van de heranalyse significant verschilt van het originele resultaat:

- Indien een oorzaak voor het verschil is gevonden in de originele analyse: rapporteer het resultaat van de heranalyse.
- Indien geen oorzaak voor het verschil is gevonden, voer dan de heranalyse opnieuw uit als niet in eerste instantie al een duploanalyse is uitgevoerd.
  - Als de twee resultaten van de heranalyses met elkaar overeenkomen dan wordt ervan uitgegaan dat het originele resultaat onjuist is. Breng in dat geval een nieuw rapport op basis van het gemiddelde van de twee resultaten van de heranalyses.
  - Als de twee resultaten van de heranalyses niet met elkaar overeenkomen, dan is veelal sprake van inhomogeniteit van het oorspronkelijke monstermateriaal. Breng in dat geval een nieuw analyserapport uit waarin naast het originele resultaat ook de resultaten van beide heranalyses worden gerapporteerd en waarin middels een opmerking melding wordt gemaakt van de geconstateerde inhomogeniteit.

De beoordeling van de resultaten van de heranalyses moet door een daartoe bevoegde medewerker worden uitgevoerd.

### **SG5.1.5 Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten**

De instelling dient per verrichting een aanvullend periodiek kwaliteitsborgingspunt te introduceren, ter voorkoming van grove fouten. Voor een aantal verrichtingen is dit aanvullend kwaliteitsborgingspunt in het prestatieblad voorgeschreven.

#### **SG5.1.5.1 Het gebruik van (procedurele) interne standaarden**

Indien in een gedefinieerde verrichting gebruik wordt gemaakt van een of meer (procedurele) interne standaarden, dan moet de instelling de standaard(en) toepassen. De (procedurele) interne standaard(en) moeten worden toegevoegd op het moment en worden toegepast op de wijze zoals beschreven in de gedefinieerde verrichting.

**Opmerking:** Kenmerkende momenten voor het toevoegen van een interne standaard in een verrichting zijn: voorafgaande aan een extractie, derivatisering of injectie.



Indien in een gedefinieerde verrichting geen gebruik wordt gemaakt van (procedurele) interne standaarden dan mag de instelling, indien mogelijk, gebruik maken van interne standaard(en) om grove fouten in de verrichting op te sporen.

Voorwaarden aan het gebruik van deze interne standaard(en):

- De interne standaard dient in een vroeg stadium (aan het monster of extract van het monster) te worden toegevoegd, zodat deze de hele verrichting doorloopt.
- De interne standaard dient representatief te zijn voor de te bepalen analyten. Hieronder worden verstaan gelabelde, gedeutereerde verbindingen of een congenere van de te bepalen analyten.
- Een interne standaard wordt toegepast wanneer de verrichting dit toelaat.

Een meetwaarde mag alleen voor een (procedurele) interne standaard worden gecorrigeerd, indien dit in de gedefinieerde verrichting is beschreven. De instelling dient in een validatie-onderzoek vast te stellen aan welke grenswaarde de interne standaard moet voldoen; deze dient in redelijke verhouding te staan met de in het prestatieblad vermelde gegevens van de desbetreffende verrichting.

### **SG5.1.5.2 Aanvullende confirmatie**

Indien bij een bepaling een niet-specifieke detector wordt toegepast dan dient, indien mogelijk, aanvullende confirmatie te worden uitgevoerd met behulp van bijvoorbeeld een andere detector. Veelal zijn hiervoor in de norm, die is vermeld onder 'Werkwijze' in de prestatieblad, aanwijzingen opgenomen. Criteria met betrekking tot aanvullende confirmatie zijn vermeld in de prestatiebladen.

**Toelichting:** *Een voorbeeld van een specifieke detector is een massaselectieve detector (MS).*

Het is bij aanvullende confirmatie niet de bedoeling resultaten in kwantitatieve zin te bevestigen. Veeleer gaat het om bevestiging dat de aangetroffen verbindingen terecht en juist zijn geïdentificeerd.

Aanvullende confirmatie dient, indien aangegeven in de prestatieblad, op 2 % van de monsters voor een bepaling te worden uitgevoerd. Voor de aanvullende confirmatie dient een analytbevattend monster te worden gekozen.

De aanvullende confirmatie kan worden uitgevoerd op het destruaat/extract, het zekergestelde analysemonster voor de reeds uitgevoerde analyse, op het voorbereide monstermateriaal of op het veldvochtige monstermateriaal.

De instelling dient nader onderzoek te plegen als de identificatie van verbindingen door de aanvullende confirmatie niet worden bevestigd.

### **SG5.1.5.3 Consistentie-analyse van kalibratie-oplossingen**

De bewaking van de bias van een kalibratie-oplossing vindt plaats bij de aanmaak van nieuwe kalibratiestandaarden: dat geldt zowel voor stockoplossingen als voor kalibratie-oplossingen.

Als per meetserie nieuwe kalibratie-oplossingen worden bereid, dient de bias dagelijks te worden gecontroleerd. Veelal gebeurt dit al met een controlekaart (controlemonster). Wordt een kalibratie-oplossing echter gedurende een langere periode gebruikt, dan wordt volstaan met een eenmalige controle van de bias van de kalibratie-oplossing na de bereiding.

Voor de controle op consistentie wordt de nieuw bereide kalibratie-oplossing vergeleken met de tot dan toe gebruikte ("oude") kalibratie-oplossing.

Criterium:

- Het relatieve verschil tussen de "oude" en de nieuw bereide kalibratieoplossing

mag niet meer dan 7,5% bedragen. Voor multicomponent- of multi-elementkalibratieoplossingen mag voor ten hoogste éénvijfde van de componenten of elementen het relatieve verschil 7,5%-12,5% bedragen.

## SG5.2 Tweedelijnscontrole

Het laboratorium dient de verrichtingen regelmatig te onderzoeken met een tweedelijnscontrole-monster, waarvan de identiteit zo mogelijk niet bekend is. De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijnscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt, behoudens voor de bepaling van asbest. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste één een derdelijnscontrole (ringonderzoek).

Voor de tweedelijnscontrole dient de bereiding van de monsters en de statistische verwerking in een werkvoorschrift te zijn vastgelegd. Verder dienen de procedurele aspecten in een aparte procedure te zijn opgenomen.

Voor de tweedelijnscontrole kan gebruik worden gemaakt van:

- (intern) gecertificeerde referentiematerialen;
- monsters met een conventionele waarde;
- geaddeerde monsters;
- blanco materiaal.

Bij de tweedelijnscontrole dienen de herhaalbaarheid of reproduceerbaarheid en de bias of terugvinding te worden getoetst op de in het prestatieblad vermelde eisen. Indien de tweedelijnscontrole niet aan deze eisen voldoet dient de instelling correctieve acties te ondernemen.

**Opmerking:** *De tweedelijnscontrole voor de bepaling van asbest vindt minimaal vier keer per jaar plaats, door middel van additie van hechtgebonden asbest aan niet asbesthoudende praktijkmonsters. Zie voor de werkwijze bij de tweedelijnscontrole bij de bepaling van asbest het prestatieblad. Criterium hierbij is dat de terugvinding en de (pseudo)herhaalbaarheid moet voldoen aan de in het prestatieblad gestelde eis.*

Voor een niet-routinematige verrichting is tweedelijnscontrole nodig in de perioden dat de verrichting wordt uitgevoerd.

## SG5.3 Derdelijnscontrole

De instelling dient, indien mogelijk, regelmatig zijn geaccrediteerde verrichtingen aan derdelijnscontrolemonsters te onderwerpen. Hierbij kan gebruik worden gemaakt van ringonderzoeken.

De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijnscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt, behoudens voor de bepaling van asbest. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste één een derdelijnscontrole (ringonderzoek).

Voor de derdelijnscontrole dienen de procedurele aspecten in een apart document te zijn opgenomen.

**Opmerking:** *Voor de bepaling van asbest geldt dat minimaal één keer per jaar moet worden deelgenomen aan een ringonderzoek dan (ondermeer) de typering van asbesttypen omvat. Zie voor de uitvoeringswijze het prestatieblad.*

Voor een niet-routinematige verrichting is derdelijnscontrole nodig in de perioden dat de verrichting wordt uitgevoerd.



### SG5.3.1 Toetsing van resultaten ringonderzoek

De resultaten van een ringonderzoek worden op onderstaande wijze geëvalueerd.

Per component wordt de z-score berekend volgens:

$$Z_i = \frac{X_i - X_{ref}}{s}$$

waarin :

$X_i$  meetwaarde  $i$   
 $X_{ref}$  de toegekende waarde (zie NEN-ISO 13528)

Indien het aantal deelnemers aan het ringonderzoek groter dan 6 is dan wordt standaardafwijking,  $s$ , vastgesteld volgens:

$$S_{Rw,eis} > S_{ring} \rightarrow S = S_{Rw,eis}$$

$$S_{Rw,eis} < S_{ring} \rightarrow S = S_{ring}$$

waarin :

$S_{Rw,eis}$  de eis ten aanzien van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidstandaardafwijking;  
 $S_{ring}$  de standaardafwijking van meetwaarden in het ringonderzoek.

Als het aantal deelnemers kleiner is dan zes, dan kan het ringonderzoek alleen worden benut voor toetsing van de bias of terugvinding, als de ware waarde van het monstermateriaal bekend is. Als de ware waarde niet bekend is, dan moet het ringonderzoek als niet zinvol worden geacht en kan het niet worden benut voor toetsing. Alleen voor de componenten met een niveau dat hoger is dan 5 maal de vastgestelde AG worden de z waarden berekend en beoordeeld. Het resultaat van een component of groepscomponent is significant afwijkend van de toegekende waarde indien:

- De absolute waarde van de z-score voor één van de waarnemingen groter dan 3 is ( $|z| > 3$ ).
- Een ringonderzoek dat uit 1 of 2 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters in de laatste twee ringonderzoeken of voor 2 monsters binnen het laatste ringonderzoek, groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 3 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 4 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 3 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of voor meer dan 2 binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.

In onderstaande tabel zijn ter verduidelijking de grensgevallen ingevuld. Ten eerste wordt een toetsing uitgevoerd op het laatste ringonderzoek. Daarbij dient het maximum aantal overschrijdingen lager te zijn dan hetgeen is gegeven in kolom 2 en kolom 3. Indien binnen het laatste ringonderzoek of het één na laatste ringonderzoek geen significante afwijking is geconstateerd, dan worden vervolgens de laatste twee onderzoeken getoetst aan de eisen die gegeven zijn in kolom 2 en 3.

De in de tabel gegeven volgorde is willekeurig gekozen en is niet van belang bij de toetsing op een significante afwijking. Het gaat bij de beoordeling alleen om het aantal overschrijdingen en van welk type (II of III) deze zijn.

**Tabel: Criteria voor de beoordeling van ringonderzoeken<sup>1</sup>**

Aantal te beoordelen monsters	Toegestaan <sup>2</sup>	Niet toegestaan <sup>3</sup>
1	II	III
2	I, II	II, II
		I, III
3	I, II, II	II, II, II
		I, I, III
4	I, I, II, II	I, II, II, II
		I, I, I, III
5	I, I, I, II, II	I, I, II, II, II
		I, I, I, I, III
6	I, I, I, I, II, II	I, I, I, II, II, II
		I, I, I, I, I, III
7	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II
		I, I, I, I, I, I, III
8	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II
		I, I, I, I, I, I, I, III

<sup>1</sup>) **I** =  $|z| < 2$  sigma (gehalte ligt in het 95% betrouwbaarheidsgebied), **II** =  $2 \text{ sigma} < |z| < 3$  sigma (gehalte ligt buiten het 95% betrouwbaarheidsgebied) en **III** =  $|z| > 3$  sigma (een overschrijding stel oorzaak vast); <sup>2</sup>) z-scores per parameter die binnen één ringonderzoek zijn toegestaan; <sup>3</sup>) z-scores per parameter waar vanaf de oorzaak van de afwijking moet worden vastgesteld.

Bij het beoordelen van de tabel en het vaststellen of het laboratorium tijdig actie heeft ondernomen moet rekening worden gehouden met de rapportagetijd van de ringonderzoeken. Het kan voorkomen dat ringonderzoek n pas wordt gerapporteerd als de resultaten van ringonderzoek n+1 al zijn ingestuurd. Pas na het insturen van ringonderzoek n+2 kan dan worden vastgesteld of de resultaten voor een bepaalde component in zowel ringonderzoek n als in ringonderzoek n+1 afwijkingen gaven. Het is daarbij mogelijk dat ook in ringonderzoek n+2 (dat al is ingestuurd) zich dezelfde afwijking voordoet zonder dat het laboratorium kan worden verweten dat het niet tijdig actie heeft ondernomen.

In het volgende processchema is het een en ander ter verduidelijking grafisch weergegeven.





**Figuur Stappenschema toetsing ringonderzoek resultaten**

Wanneer een resultaat significant afwijkt, dient het laboratorium de mogelijke oorzaak te onderzoeken.

Tijdens dit onderzoek dienen de volgende punten aan de orde te komen:

- analyseer het kwaliteitsprobleem, gebaseerd op de resultaten van vorige succesvolle ringonderzoeken, interne data van de kwaliteitsborging en de relevante metingen;
- maak een plan voor correctieve acties;
- leg uitvoering van de correctieve actie(s) vast;
- controleer of de correctieve actie succesvol is / was.

Indien geen oorzaak geconstateerd is bij het onderzoek naar de afwijking(en) dient één van de volgende acties te worden ondernomen:

- uitvoeren van een tweedelijnscontrole;
- indien het zelf opgewerkte destraat/extract nog aanwezig is, het gehalte laten vaststellen door een ander, voor AP04 geaccrediteerd, laboratorium.





## SG6 Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen

### Prestatieblad SG.I Bepaling van de pH-CaCl<sub>2</sub> in grond

#### Beginsel

Het analysemonster wordt gedroogd bij 40 °C en geëxtraheerd met een CaCl<sub>2</sub>-oplossing in een verhouding van 1:5 (v/v). De pH-waarde wordt gemeten met behulp van een pH-meter. Als referentie-elektrode wordt een verzadigde kalomel-elektrode toegepast.

#### Werkwijze en kwaliteitsborging

	Grond
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Verrichting</b>	NEN-ISO 10390 (CaCl <sub>2</sub> ), NEN-EN 15933 (CaCl <sub>2</sub> )
	Het monster moet worden voorgedroogd bij een temperatuur niet hoger dan 40 °C.
Monstergrootte	> 5 ml
In meervoud	n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	n.v.t.
<b>Water</b>	geleidbaarheid < 0,2 mS/m
<b>Controlemonster</b>	grondmonster met een pH tussen 6 en 8
<b>Terugvinding</b>	n.v.t.
<b>Bias</b>	<0,4

#### Herhaalbaarheidsstandaardafwijking (uitgedrukt in s<sub>r</sub>)

	pH < 7,00	< 0,15
7,00 <	pH < 7,50	< 0,20
7,50 <	pH < 8,00	< 0,30
	pH > 8,00	< 0,40

#### Intralaboratorium reproduceerbaarheidsstandaardafwijking (uitgedrukt in s<sub>w</sub>)

	pH < 7,00	< 0,15
7,00 <	pH < 7,50	< 0,20
7,50 <	pH < 8,00	< 0,30
	pH > 8,00	< 0,40

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.

#### Specifieke aandachtspunten

##### - Dagelijkse kalibratie

#### Vergelijkingsonderzoek

<u>analytbevattende monsters</u>	ja
	in minimaal 12 monsters moet de pH liggen tussen 4 en 6,
	in minimaal 12 monsters moet de pH liggen tussen 6 en 8,
	in minimaal 12 monsters moet de pH liggen tussen 8 en 10.

afwijkende bodemkenmerken nee

aanvullende vergelijkingsexperimenten nee



Vervolg prestatieblad : pH

### **TWEDELIJNSCONTROLE**

Grond

Concentratie bereik van analyten in het monster: tussen pH 2 en pH 12.

### **DERDELIJNSCONTROLE**

#### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek : n.v.t.

Concentratiebereik van de monsters : n.v.t.

Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### **Referentiematerialen**

Concentratie van de monsters : n.v.t.

Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van

: Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST).  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad  
beschreven verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.II Bepaling van het droge-stofgehalte in grond

### Beginsel

#### *luchtdroge grond*

Het analysemonster wordt gedurende 6 uur bij 105 °C gedroogd tot constante massa. Het massaverschil tussen de hoeveelheid grond vóór en na het drogen is een maat voor het vochtgehalte en daarmee tevens voor het gehalte aan droge stof.

#### *veldvochtig monster en vermalen monster*

Het analysemonster wordt gedurende 16 uur bij 105 °C gedroogd tot constante massa. Het massaverschil tussen de hoeveelheid grond vóór en na het drogen is een maat voor het vochtgehalte en daarmee tevens voor het gehalte aan droge stof.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

	Veldvochtige grond	Luchtdroge grond
<b>WERKWIJZE</b>		
<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V	AP04-V
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Verrichting</b>	NEN 6499, NEN-EN 15934	NEN 6499, NEN-EN 15934
Monstergrootte	35 ± 5g	12,5 ± 2,5 g
In meervoud	in duplo	in duplo (indien niet gehomogeniseerd)

#### **Monster vanuit steektoestellen voor vluchtige verbindingen:**

Uit elk van 12 steektoestellen wordt een deelmonster van 6 ± 1 g gestoken. Zes aselect hieruit gekozen deelmonsters worden bij elkaar gevoegd. De overige zes deelmonsters worden eveneens bij elkaar gevoegd.

### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	n.v.t.	n.v.t.
<b>Blanco</b>	n.v.t.	n.v.t.
<b>Controlemonster</b>	2% in duplo of additie van H <sub>2</sub> O (<20%) aan zand	2% in duplo of additie van H <sub>2</sub> O (<10%) aan zand
<b>Terugvinding</b>	90-110 % (relatief)	90-110 % (relatief)
<b>Bias</b>	20 - 50% (m/m) < 2,5 % (absoluut) 50 - 100% (m/m) < 5 % (relatief)	n.v.t. < 5 % (relatief)
<b>Herhaalbaarheidsstandaardafwijking</b>	20 - 50% (m/m) < 5 % 50 - 80% (m/m) < 2,5 % 80 - 100% (m/m) < 2,5 %	< 2,5 % < 2,5 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking</b>	20 - 50% (m/m) < 5 % 50 - 80% (m/m) < 2,5 % 80 - 100% (m/m) < 2,5 %	< 2,5 % < 2,5 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	Proc.interne stand. n.v.t. Confirmatie n.v.t.	n.v.t. n.v.t.
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.	



Vervolg prestatieblad: Droge stof

### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja, met afwijkende bodemkenmerken

afwijkende bodemkenmerken ja

Droge stof	<u>Veldvochtige grond</u>		<u>Luchtdroge grond</u>	
	lutum	organische stof	lutum	organische stof
85 - 100 % (m/m)	< 15 %	< 20 % (m/m)	< 15 %	< 20 % (m/m)
70 - 85 % (m/m)	< 20 %	> 20 % (m/m)	< 20 %	> 20 % (m/m)
70 - 85 % (m/m)	> 20 %	< 20 % (m/m)	> 20 %	< 20 % (m/m)
50 - 70 % (m/m)	10 - 45 %	< 20 % (m/m)	10 - 45 %	< 20 % (m/m)
50 - 70 % (m/m)	10 - 45 %	> 20 % (m/m)	10 - 45 %	> 20 % (m/m)
20 - 55 % (m/m)	< 45%	> 50 % (m/m)	< 45 %	> 50 % (m/m)

alle bovengenoemde combinaties dienen op minimaal 10 verschillende monsters conform paragraaf 4.2.2 worden getoetst.

aanvullende vergelijkingsexperimenten nee

### TWEEDE- EN DERDELIJNSCONTROLE

n.v.t.



## Prestatieblad SG.III Bepaling van het lutumgehalte in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt voorbehandeld met waterstofperoxide om aanwezige organische stof te oxyderen. Daarna wordt zoutzuur toegevoegd om de aanwezige carbonaten en kittende bestanddelen te verwijderen.

Van het monster wordt een suspensie gemaakt, waaraan een peptisator (natriumpyrofosfaatoplossing) wordt toegevoegd. De lutumfractie wordt bepaald met de pipetmethode.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Grond	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
Bewaartermijn	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Bewaarcondities	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
Bewaartermijn	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
<b>Verrichting</b>	NEN 5753
Samenhangende verrichting	NEN-ISO 10390 (pH-CaCl <sub>2</sub> ), NEN 5754 (organische stof) en NEN-ISO 10693 of NEN 5752 (calciet)
Monstergrootte	>20 g (zie criteria in NEN 5753)
In meervoud	in enkelvoud bij monster voorgedroogd inzetten in duplo bij monster veldvochtig inzetten

### Verrichting is methodebepaald.

### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	< 2 gew.%
<b>Controlemonster</b>	
lutumgehalte	-> 7 gew.% lutum
<b>Terugvinding</b>	
lutum (<10 gew.%)	60 - 120 %
lutum (>10 gew.%)	90 - 110%
<b>Bias</b>	
lutum (<10 gew.%)	<30 %
lutum (>10 gew.%)	<10 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
lutum	< 10%
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
lutum	< 15%
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
proc.interne stand.	n.v.t.
confirmatie	n.v.t.

### Specifieke aandachtspunten

- **Methodebepaalde parameter**
- **Bij validatie toetsen sedimentatiestap met gecertificeerd referentiemateriaal of referentiemateriaal met een conventionele waarde**

### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: - > 7 gew.%

### DERDELIJNSCONTROLE

#### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek	: 2 gew.%
Concentratiebereik van de monsters	: - > 7 gew.%
Grond	: voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.



Vervolg prestatieblad: Lutumgehalte

**Referentiematerialen**

Concentratie van de monsters : 2 - 15 gew. %  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.IV Bepaling van het organische-stofgehalte in grond

### Beginssel

Het analysemonster wordt, na drogen bij 105 °C, gegloeid bij 550 °C. Het massaverlies bij 550 °C is een maat voor het gehalte aan organische stof. Het resultaat wordt gecorrigeerd voor het aan kleimineralen gebonden water en, indien meer dan 5 % (m/m) vrij ijzer (uitgedrukt als Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) wordt verwacht, voor het aan dit ijzer gebonden water.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512  
Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V  
Monstergrootte >8 kg  
Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512  
Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

NEN 5754 met uitzondering van voorbehandeling  
Samenhangende verrichting NEN 5739 (vrij ijzer, voor deze bepaling is meting van ijzer met ICP-AES toegestaan)  
NEN 5753 (lutum)  
Monstergrootte >10 g  
In meervoud duplo

### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

#### Validatiematrix

voor de aantoonbaarheidsgrens: monster met relevant gehalte aan organische stof

#### Aantoonbaarheidsgrens

##### Blanco (absolute waarde)

< 0,7 %

##### Controlemonster (controle van de spreiding)

n.v.t.  
2% van monsters in duplo of  
Grondmonster met een organisch-stofgehalte tussen 5 en 15%  
n.v.t.

#### Terugvinding

##### Bias

0 - 5% < 1 % (absoluut)  
5 - 15% < 10 % (relatief)  
> 15% < 8 % (relatief)

#### Herhaalbaarheidsstandaardvariatiëcoëfficiënt

0 - 5% < 0,75% (absoluut)  
5 - 15% < 7 % (v<sub>c,r</sub>)  
> 15% < 6 % (v<sub>c,r</sub>)

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardvariatiëcoëfficiënt

0 - 5% < 1,0 % (absoluut)  
5 - 15% < 10 % (v<sub>c,w</sub>)  
> 15% < 8 % (v<sub>c,w</sub>)

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.  
Confirmatie n.v.t.

#### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: Organische stofgehalte

**Vergelijkingsonderzoek**

analytbevattende monsters ja

afwijkende bodemkenmerken ja

Veldvochtige grond

lutum	organische stof
< 15 %	< 20 % (m/m)
< 20 %	> 20 % (m/m)
> 20 %	< 20 % (m/m)
10 - 45 %	< 20 % (m/m)
10 - 45 %	> 20 % (mm)
< 45 %	> 50 % (m/m)

aanvullende vergelijkingsexperimenten nee

**TWEEDE- EN DERDELIJNSCONTROLE**

n.v.t.





## Prestatieblad SG.V Bepaling van elementen in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt ontsloten met koningswater. De gehalten aan elementen worden gemeten met atoomabsorptiespectrometrie (vlam-, grafietoven- of hydridetechniek), ICP-AES of ICP-MS.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		AG <sub>eis</sub>
		achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie waarde <sup>2)</sup>	
Lood	7439-92-1	32	530	10
Cadmium	7440-43-9	0,35	13	0,2
Zink	7440-66-5	59	720	20
Nikkel	7440-02-0	12	100	4
Arseen	7440-38-2	11,4	76	4
Chroom	7440-47-3	30	180 <sup>3)</sup>	10
Koper	7440-50-8	19,3	190	5
Molybdeen	7439-98-7	1,5	190	1,5
Antimoon	7440-36-0	4	22	1,5
Barium	7440-39-3	49	920	20
Vanadium	7440-62-2	27	250 <sup>3)</sup>	10
Tin	7440-31-5	1,8	900 <sup>3)</sup>	1,5
Kobalt	7789-43-7	4,3	190	3
Beryllium	7440-71-7	-	30 <sup>4)</sup>	1
Seleen	7782-49-2	-	100 <sup>4)</sup>	1,5
Tellurium	13494-80-9	-	600 <sup>4)</sup>	2
Thallium	7440-28-0	-	15 <sup>4)</sup>	1
Zilver	7440-22-4	-	15 <sup>4)</sup>	1

<sup>1)</sup> De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof en 2% lutum.

<sup>2)</sup> De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof en 25% lutum (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009.

<sup>3)</sup> In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009, is voor dit element als zodanig geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is de Maximale waarde bodemfunctieklasse Industrie, gebaseerd op grond met 10% organische stof en 25% lutum (zie Bijlage B Regeling Bodemkwaliteit) en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

<sup>4)</sup> In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009, is voor dit element geen interventiewaarde opgenomen. In Bijlage B van de Regeling Bodemkwaliteit is voor dit element geen achtergrondwaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is het Indicatief niveau voor ernstige verontreiniging, gebaseerd op grond met 10% organische stof en 25% lutum (zie de Circulaire Bodemsanering 2009) en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.



Vervolg prestatieblad: Elementen in grond

## Werkwijze en kwaliteitsborging

### Grond

#### WERKWIJZE

<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaarcondities	
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Monstergrootte	> 8 kg
Bewaarcondities	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
Bewaartermijn	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
<b>Verrichting</b>	NEN 6950 (koepelnorm bodem); NEN 6965/C1 (vlam-AAS); NEN 6966/C1 (ICP-AES); NVN 7323, NEN-EN-ISO 15586 (GF-AAS); NEN-EN 16170 (ICP/AES), NEN-EN 16171 (ICP-MS), CEN/TS 16172 (GF-AAS), CEN/TS 16188 (vlam-AAS), NEN-EN-ISO 17294-2 (ICP-MS), ISO 22036 (meting) .
Samenhangende verrichting	NEN 6961 (ontsluiting), NEN-EN 16174 (ontsluiting)
Monstergrootte	> 5 g <sup>1)</sup>

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

#### Controlemonster

Analyt(en) alle

#### Terugvinding

Alle 80 – 110 %

#### Bias

Alle < 15 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Zink	< 7,5 %
Lood	< 7,5 %
Cadmium	< 7,5 %
Nikkel	< 10 %
Arseen	< 7,5 %
Chroom	< 10 %
Koper	< 7,5 %
Molybdeen	< 7,5 %
Antimoon	< 7,5 %
Barium	< 10 %
Tin	< 7,5 %
Vanadium	< 10 %
Kobalt	< 7,5 %

Beryllium < 10 %

Seleen < 10 %

Tellurium < 10 %

Thallium < 10 %

Zilver < 10 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle < 10 %

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc. interne stand. Ja (5.1.5.1)

Confirmatie meting met ICP-AES uitvoeren bij verschillende golflengten

#### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.

#### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja (alle)

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten n.v.t.

#### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratie bereik van analyten in het monster : binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten per kwartaal onderzoeken op : alle



Vervolg prestatieblad: Elementen in grond

### **DERDELIJNSCONTROLE**

#### **Ringonderzoeken**

- Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### **Referentiematerialen**

- Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Nederlands Instituut voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.

<sup>1)</sup> Als de maximale hoeveelheid organische stof genoemd in de norm (0,25 of 0,5 gram) wordt overschreden, dient evenredig meer zuur te worden toegepast. Wanneer bij een gesloten ontsluiting de maximale monsterhoeveelheid per vaatje wordt overschreden dan moeten meerdere vaatjes worden gebruikt. De extracten moeten na ontsluiting worden samengevoegd.



## Prestatieblad SG.VI Bepaling van niet-vluchtig kwik in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt ontsloten met koningswater. In het destuaat wordt kwik met tin(II)chloride gereduceerd tot vluchtig atomair kwik. Het kwik wordt uit de oplossing in dampvorm gebracht.

Het gehalte aan kwik wordt gemeten met behulp van atoomabsorptiespectrometrie of fluorescentiespectrometrie.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds) achtergrond-interventie waarde <sup>1)</sup>	waarde <sup>2)</sup>	AG <sub>eis</sub>
Kwik	7439-97-6	0,10 <sup>3)</sup>	4,8 <sup>4)</sup>	0,05

<sup>1)</sup> De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof en 2 % lutum.

<sup>2)</sup> Deze waarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof en 25% lutum (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

<sup>3)</sup> De gegeven achtergrondwaarde geldt voor kwik. Voor de achtergrondwaarde wordt in wettelijk kader geen onderscheid gemaakt tussen kwik totaal en kwik niet-vluchtig.

<sup>4)</sup> In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009 is voor kwik als zodanig geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is de Maximale waarde bodemfunctieklaas Industrie, gebaseerd op grond met 10% organische stof en 25% lutum (zie Bijlage B Regeling Bodemkwaliteit) en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
 SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V

Monstergrootte > 8 kg

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

NEN-ISO 16772, NEN-EN 16171 (ICP-MS), NEN-EN 16175-1 (CV-AAS),

NEN-EN 16175-2 (CV-AFS)

Samenhangende verrichting NEN 6961 (ontsluiting), NEN-EN 16174 (ontsluiting)

Monstergrootte > 5 g<sup>1)</sup>

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

##### Controlemonster

Analyt(en) kwik-bevattend grondmonster

##### Terugvinding

kwik 80 - 110 %

##### Bias

kwik <15 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

kwik < 10 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Kwik < 10 %

##### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc. interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

##### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: niet-vluchtig kwik

### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja  
afwijkende bodemkenmerken n.v.t.  
aanvullende vergelijkingsexperimenten n.v.t.

### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten per kwartaal onderzoeken op : kwik

### DERDELIJNSCONTROLE

#### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### Referentiematerialen

Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiemonsters (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.

<sup>1)</sup> Als de maximale hoeveelheid organische stof genoemd in de norm (0,25 of 0,5 gram) wordt overschreden, dient evenredig meer zuur te worden toegepast. Wanneer bij een gesloten ontsluiting de maximale monsterhoeveelheid per vaatje wordt overschreden dan moeten meerdere vaatjes worden gebruikt. De extracten moeten na ontsluiting worden samengevoegd.



## Prestatieblad SG.VII Bepaling van cyaniden (vrij en totaal) in grond

### Beginsel

#### Voorbehandeling grond

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met natronloog. Het gehalte aan vrij en/of totaal cyanide wordt gemeten met behulp van fotometrie.

Indien steektoestellen zijn aangeleverd worden de analysemonsters gestoken uit twaalf steektoestellen, in twee door aselece selectie tot stand gekomen groepen van zes samengevoegd, elke groep in een extractiepot waarin zich natronloog bevindt, en geëxtraheerd.

#### Bepaling van het totaal gehalte aan cyanide

Complexgebonden cyanide wordt onder invloed van UV-licht omgezet in vrije cyanide-ionen. Deze worden, samen met de al aanwezige vrije cyanide-ionen, vanuit een bufferoplossing met een initiële pH van 3,8 overgedestilleerd. Het gehalte aan cyanide wordt fotometrisch gemeten na omzetting van het cyanide met behulp van pyridine-barbituurzuur.

#### Bepaling van het gehalte aan vrij cyanide

Vrije cyanide-ionen worden vanuit een bufferoplossing met een initiële pH van 3,8 overgedestilleerd. Het gehalte aan cyanide wordt fotometrisch gemeten na omzetting van het cyanide met behulp van pyridine-barbituurzuur.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		AG <sub>eis</sub>
		achtergrond- waarde	interventie- waarde	
Cyanide (vrij)		3,0	20	2
Cyanide (totaal)				3
Cyanide (complex)		5,5	50	



### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V

Monstergrootte > 8 kg

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

Samenhangende verrichting -

Monstergrootte > 45 g

Bij deelbemonstering vanuit steektoestellen:  $8 \pm 1$  g uit elk van 12 steektoestellen. Zes aselece hieruit gekozen deelmonsters worden samengevoegd. De overige zes deelmonsters worden eveneens bij elkaar gevoegd.

In meervoud extractie in viervoud, analyse in enkelvoud.

Bij deelbemonstering vanuit steektoestellen: extractie in tweevoud.

**Van de verrichting is de extractie methode bepaald.** Dat wil zeggen dat de werkwijze zoals beschreven in de referentiemethode verplicht is, met in achtneming van de hierboven genoemde hoeveelheid in behandeling te nemen grond en de extractieverhouding zoals genoemd in de referentiemethode.

Vervolg prestatieblad: Cyaniden (vrij en totaal)

## VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Validatiematrix</b>	Voor alle prestatiekenmerken: grond met organische stof >10 % De terugvinding van vrij cyanide wordt separaat vastgesteld in grond met organische stof <2 % en in grond met organische stof >10 %
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	< AG <sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")
<b>Blanco</b>	< AG <sub>eis</sub>
<b>Controlemonster</b>	K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> , Thiocynaat, KCN
<b>Terugvinding</b>	
<b>Vrij cyanide</b>	
K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	-<5 % (op basis van 1000 µg/l oplossing aan CN
Thiocynaat	< 2 µg/l (< 0,2 %, uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN
KCN	80 - 110 % op basis van additie aan grond met organische stof <2 % >30 % op basis van additie aan grond met organische stof >10 %
	<b>Toelichting:</b> in de praktijk is gebleken dat met de in de referentiemethode beschreven extractie na additie aan een zandmonster KCN voor meer dan 80% wordt teruggevonden. Na additie aan een organischstofrijk monster (>10%) is de terugvinding veel lager. De extractiemethode is daarom methodebepaald. De vaststelling van de terugvinding dient in beide validatiematrices te worden uitgevoerd.
<b>Totaal cyanide</b>	
K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	80 - 110 %
Thiocynaat	< 10 µg/l (< 1 %, uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN
<b>Bias</b>	
Vrij cyanide	<15 %, met inachtneming van de eisen aan terugvinding voor K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> en thiocynaat
Totaal cyanide	<15 %, met inachtneming van de eisen aan terugvinding voor thiocynaat
<b>Herhaalbaarheidsvariatioecoëfficiënt</b>	
Vrij cyanide	< 10 %
Totaal cyanide	< 10 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioecoëfficiënt</b>	
Vrij cyanide	< 15 %
Totaal cyanide	< 15 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Interne standaard	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	<b>Van de verrichting is de extractie methodebepaald</b>
<b>Vergelijkingsonderzoek</b>	
<u>analytbevattende monsters</u>	ja
voor vrij cyanide en totaal cyanide	
<u>afwijkende bodemkenmerken</u>	nee
<u>aanvullende vergelijkingsexperimenten</u>	ja
10 monsters met 100 mg/l sulfide.	

## TWEDELIJNSCONTROLE

Grond  
Concentratie bereik van analyten in het monster : binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten per kwartaal onderzoeken op : K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>, Thiocynaat, KCN

## DERDELIJNSCONTROLE

### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

### Referentiematerialen

Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.VIII Bepaling van vluchtige aromatische koolwaterstoffen, vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen, MTBE en ETBE in grond

### Beginsel

De analysemonsters, gestoken uit twaalf steektoestellen, worden in twee door aselece selectie tot stand gekomen groepen van zes samengevoegd, elke groep in een extractiepot waarin zich methanol bevindt, en geëxtraheerd. Een gedeelte van het extract wordt met water verdund.

Voor de meting kunnen twee methoden worden toegepast:

- De vluchtige verbindingen worden uit deze oplossing gedreven met stikstofgas.
- De vluchtige verbindingen worden gemeten vanuit de luchtlaag boven het extract-oppervlak.

Het gehalte aan vluchtige verbindingen wordt gemeten met een gaschromatograaf met FID- en ECD-detectie of met een massaspectrometer.

De bepaling mag worden gecombineerd met de bepaling van aromatische oplosmiddelen (zie Prestatieblad SG.XVII) en de bepaling van monochloorbenzeen en dichloorbenzenen (zie Prestatieblad SG.XV).

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment ( $\mu\text{g}/\text{kg}\cdot\text{ds}$ )		AG <sub>eis</sub>
		achtergrond-waarde <sup>1)</sup>	interventie-waarde <sup>2)</sup>	
<b>Vluchtige aromatische koolwaterstoffen</b>				
Benzeen	71-43-2	40	1100	50
Tolueen	108-88-3	40	32000	50
Ethylbenzeen	100-41-4	40	110000	50
o-Xyleen	95-47-6	-	-(2000) <sup>3)</sup>	50
m-Xyleen	108-38-3	-	-(2000) <sup>3)</sup>	} som
p-Xyleen	106-42-5	-	-(2000) <sup>3)</sup>	} 100 <sup>5)</sup>
Som van xylenen <sup>1)</sup>		90	17000	
Styreen	100-42-5	50	86000	50
Som aromatische oplosmiddelen <sup>6)</sup>		500	-	
<b>Vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen</b>				
Monochlooretheen (vinylchloride)	75-01-4	20	100	50
Dichloormethaan	75-09-2	20	3900	50
Trichloormethaan	67-66-3	50	5600	50
Tetrachloormethaan	56-23-5	60	700	50
Trichlooretheen	79-01-6	50	2500	50
Tetrachlooretheen	127-18-4	30	8800	50
1,1-Dichloorethaan	75-74-3	40	15000	100
1,2-Dichloorethaan	107-06-2	40	6400	100
1,1-Dichlooretheen	75-35-4	60	300	100
cis 1,2-Dichlooretheen	156-59-2	-	-(1000) <sup>3)</sup>	100
trans 1,2-Dichlooretheen	156-60-5	-	-(1000) <sup>3)</sup>	100
Som van 1,2-dichloorethenen <sup>4)</sup>		60	1000	
1,1,1-Trichloorethaan	79-01-6	50	15000	50
1,1,2-Trichloorethaan	79-00-5	60	10000	50
1,1-Dichloorpropan	78-99-9	-	-(1000) <sup>3)</sup>	50
1,2-Dichloorpropan	78-87-5	-	-(1000) <sup>3)</sup>	50
1,3-Dichloorpropan	142-28-9	-	-(1000) <sup>3)</sup>	50
Som dichloorpropanen <sup>4)</sup>		160	2000	





Vervolg prestatieblad: vluchtige koolwaterstoffen

Overige vluchtige verbindingen

Methyl(tert)butylether (MTBE)	1634-04-4	40	100000	100
Ethyl(tert)butylether (ETBE)	637-92-3	-	-(2000) <sup>3)</sup>	300

- 1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.
- 2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009.
- 3) In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009 is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.
- 4) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.
- 5) Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse samen. Het totaal van beide verbindingen wordt gerapporteerd.
- 6) De 'Som aromatische oplosmiddelen' heeft naast de verbindingen in de tabel ook betrekking op trimethylbenzenen, ethyltoluenen, isopropylbenzeen en propylbenzeen (zie Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit). Zie voor deze verbindingen prestatieblad SG.XVII.

## Werkwijze en kwaliteitsborging

### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
 SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Bewaarcondities n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)

Bewaartermijn n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)

##### Verrichting

NEN-EN-ISO 15009,, NEN 6970, NEN 6971/C1, NVN 6983 (meting), NEN-EN-ISO 22155. Extractie vindt plaats in de verhouding monster : extractiemiddel 1:1 (m/V).

Monstergrootte 35 ± 2 g uit elk van 12 steektoestellen.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")

**Blanco** < AG<sub>ag</sub>

##### Controlemonster

Analyt(en) monochlooretheen, dichloormethaan, benzeen, tetrachlooretheen

##### Terugvinding

Monochlooretheen 60 - 120%

Dichloormethaan 70 - 120%

Andere 70 - 115%

##### Bias

Monochlooretheen <30 %

Dichloormethaan <25 %

Andere <20 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle < 20%

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Monochlooretheen <25 %

Methyl(tert)butylether <20 %

Ethyl(tert)butylether <20 %

Andere <15 %

##### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard Ja (5.1.5.1)

Confirmatie Ja, 2 % van de monsters bij toepassing van FID- en/of ECD-detectie (zie 5.1.5.2). Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie NEN-EN-ISO 15009 of NEN 6970).



Vervolg prestatieblad: Vluchtige koolwaterstoffen

### Specifieke aandachtspunten

#### - Chromatografische analyse

Selectiviteit: Zie NEN-EN-ISO 15009 of NEN 6970, bij toepassing van GC-MS alleen voor analyten met dezelfde m/z

#### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja

voor benzeen, toluen, xylenen, trichlooretheen en tetrachlooretheen

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten ja

Voor de overige analyten worden met behulp van additie aan grond (SG4.2) met extractiemiddel, de gelijkwaardigheid vastgesteld.

### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
per kwartaal onderzoeken op : benzeen, toluen, dichloormethaan en  
tetrachlooretheen

per halfjaar onderzoeken op : alle

### DERDELIJNSCONTROLE

#### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sup>eis</sup>

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau van Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.IX Bepaling van Polycyclische Aromatische Koolwaterstoffen (PAK) in grond

### Beginsel

Voor de bepaling van PAK-verbindingen zijn twee extractiemethoden mogelijk.

#### NEN 6972/A1 (andere normmethoden mogelijk):

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt, als storende verbindingen worden verwacht, gezuiverd over een kolom met aluminiumoxide.

#### NEN 6971/C1:

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton. Het acetonextract wordt over een vastefasekolom gezuiverd.

Het gehalte aan PAK-verbindingen wordt gemeten met een HPLC met UV- en/of fluorescentiedetectie, of met massaspectrometrie.

De bepaling van naftaleen mag optioneel met de methode van prestatieblad AP04-SG.VIII worden uitgevoerd.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond (mg/kg.ds) achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie- waarde <sup>2)</sup>	AG eis
naftaleen	91-20-3	-	-	0,05
fenantreen	85-01-8	-	-(2) <sup>3)</sup>	0,05
antraceen	120-12-7	-	-	0,05
fluoranteen	206-44-0	-	-	0,05
benzo(a)antraceen	56-55-3	-	-(2) <sup>3)</sup>	0,05
chryseen	218-01-9	-	-	0,05
benzo(k)fluoranteen	207-08-9	-	-	0,05
benzo(a)pyreen	50-32-8	-	-(2) <sup>3)</sup>	0,05
benzo(ghi)peryleen	191-24-2	-	-(2) <sup>3)</sup>	0,05
indeno(1,2,3-cd)pyreen	193-39-5	-	-	0,05
PAK (som 10) <sup>4)</sup>		1,5	40	

<sup>1)</sup> De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organisch stof.

<sup>2)</sup> De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

<sup>3)</sup> In de Regeling Bodemkwaliteit is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

<sup>4)</sup> Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V  
Samenhangende verrichting NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Monstergrootte 250 ± 13 g

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512



Vervolg Prestatieblad: Polycyclische aromatische koolwaterstoffen

<b>Verrichting</b>	NEN 6970, NEN 6971/C1, NEN 6972/A1, NEN 6974/C1, NEN 6976, NEN 6977/C1 (meting), CEN/TS 16181, NEN-ISO 18287
Monstergrootte	> 20 g (inclusief toeslagmaterialen)
In meervoud	n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

#### Controlemonster

Analyt(en) naftaleen, fenantreen, benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3-cd)pyreen

#### Terugvinding

Naftaleen 60 - 110%

Fenantreen 60 - 110%

Andere 85 - 110%

#### Bias

Naftaleen <25 %

Fenantreen <25 %

Andere <20 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Naftaleen < 15%

Fenantreen < 15%

Andere < 15%

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle <20 %

#### Aanvullende kwaliteitborgingspunten

Proc.interne stand. Ja (5.1.5.1)

Confirmatie Ja, 2 % van de monsters bij gebruik UV of fluorescentiedetectie (zie 5.1.5.2). Confirmatie met MS- of fluorescentiedetectie bij gebruik van UV-detectie. Confirmatie met MS- of UV-detectie bij gebruik van fluorescentiedetectie. Zie NEN 6977.

#### Specifieke aandachtspunten

##### - Chromatografische analyse

Selectiviteit:

Zie NEN 6977/C1, NEN-ISO 18287.

#### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja (alle)

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten n.v.t.

#### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van de analyten in het monster :binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten(minimaal) per kwartaal onderzoeken op :naftaleen, fenanthreen , benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3-cd)-pyreen  
per halfjaar onderzoeken op :alle

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Grond : voor ringonderzoeken geaccrediteerde instelling.

##### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR), Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR), National Bureau of Standards (NBS), National Institute of Standards and Technology (NIST), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.X Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in grond

### Beginssel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt gezuiverd over een aluminiumoxide- en eventueel een silicagelkolom. Het gehalte aan PCB wordt gemeten met behulp van gaschromatografie en ECD-detectie of een massaspectrometer.

De bepaling mag worden gecombineerd met de bepaling van OCB (zie Prestatieblad SG.XIV).

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		AG <sup>eis</sup>
		achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie- waarde <sup>2)</sup>	
PCB 28 (2,4,4'-trichloorbifenyyl)	7012-37-5	0,0002	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 52 (2,5,2',5'- tetrachloorbifenyyl)	35693-99-3	0,0002	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 101 (2,4,5,2',5'-pentaCB)	37680-37-2	0,0008	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 118 (2,4,5,3',4'-pentaCB)	31508-00-6	0,0008	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 138 (2,3,4,2',4',5'-hexaCB) <sup>4)</sup>	35065-28-2	0,0008	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 153 (2,4,5,2',4',5'-hexaCB)	35065-27-1	0,0008	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
PCB 180 (2,3,4,5,2',4',5'-heptaCB)	35065-29-3	0,0008	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
som polychloorbifenylen <sup>5)</sup>		0,004	1	

1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.

2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

3) In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009 is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

4) PCB 138 valt bij de gaschromatografische analyse mogelijk samen met PCB 163. Dit wordt geaccepteerd, mits hiervan melding wordt gemaakt in het analyserapport.

5) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V

Samenhangende verrichting NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Monstergrootte 250 ± 13 g

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

ISO 10382, NEN 6970, NEN 6972/A1, NEN 6974/C1, NEN 6980/C1/C2  
(meting), NEN-EN 16167

Monstergrootte > 20 g (inclusief toeslagmaterialen)

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens < AG<sup>eis</sup> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco < AG<sup>eis</sup>

##### Controlemonster

Analyt(en) PCB 52, PCB 153



Vervolg Prestatieblad: Polychloorbifenylen

#### Terugvinding

alle 75 - 110%

#### Bias

alle <20 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle < 20%

Vervolg prestatieblad: PCB

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle < 25%

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard Ja (5.1.5.1)

Confirmatie Ja, 2 % van de monsters bij toepassing van ECD-detectie (zie 5.1.5.2).  
Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie ISO 10382 of NEN 6980/C1/C2).

#### Specifieke aandachtspunten

- Chromatografische analyse

Selectiviteit: Zie ISO 10382.

#### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja

voor PCB 138, PCB 153.

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten ja

overige analyten door additie aan grondmonsters van paragraaf 4.2 (zie 4.1.4.2)

#### TWEEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten(minimaal) per kwartaal onderzoeken : PCB 52 en PCB 153

Per halfjaar onderzoeken op : alle

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sup>eis</sup>

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

##### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards(NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards & Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XI Bepaling van minerale olie in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt gezuiverd met behulp van florisil en eventueel ingedampt. Het gehalte aan minerale olie wordt gemeten met een gaschromatograaf met FID-detectie.

### Toelichting:

*Definitie minerale olie: verbindingen die onder de omstandigheden van deze norm isoleerbaar zijn en die zijn te chromatograferen met retentietijden die liggen tussen de retentietijden van n-decaan en n-tetracontaan.*

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment(mg/kg.ds) achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie- waarde <sup>2)</sup>	AG <sub>eis</sub>
Minerale olie	-	38	5000	35

- 1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.
- 2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organisch stof. (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting AP04-V  
NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Monstergrootte 250 ± 13 g  
NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

NEN 6970, NEN-EN-ISO 16703

Monstergrootte > 20 g (inclusief toeslagmaterialen)

In meervoud n.v.t.

##### Verrichting is methodebepaald.

**Opmerking:** voor veenhoudende en plantaardige olie bevattende monsters is het, teneinde een mogelijke bijdrage van plantaardige olie en/of humusachtige verbindingen aan het gehalte aan minerale olie weg te nemen, toegestaan de opzuiveringsstap met florisil te herhalen. Daarbij dient in het analyserapport te worden vermeld dat voor de bepaling van minerale olie de werkwijze van de referentiemethode is gevolgd, maar dat de opzuiveringsstap met florisil is herhaald en dat dientengevolge het gerapporteerde gehalte aan minerale olie als indicatief moet worden beschouwd.  
**Toelichting:** door de opzuiveringsstap worden (plantaardige) vetzuren en humusachtige verbindingen verwijderd, maar niet uitgesloten is dat dit ook deels geldt voor minerale-olieverbindingen.

### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")  
gebaseerd op gas- en motorolmengsel

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

#### Controlemonster

Analyt(en) gas- en motorolie-bevattend grondmonster

#### Terugvinding

70 - 110%

#### Bias

<20 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

< 15%

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

gas- en motorolie mengsel < 15%

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.



Vervolg prestatieblad: Minerale olie

#### **Specifieke aandachtspunten**

- **Methode-bepaalde parameter**
- **Kalibratie-apparatuur**

Responsverhouding C40/C20 moet hoger zijn dan 0,80.  
Kwantificering op RIVM-NMi-standaard.

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op : gasolie geaddeerd grondmonster

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

##### **Referentiematerialen**

Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.





## Prestatieblad SG.XII Bepaling van het gehalte aan chloride in grond

### Beginsel

Aan het analysemonster wordt 100 ml water toegevoegd. Dit wordt gedurende 1 uur geschud. Het extract wordt gefiltreerd over een vouwfilter, waarna het gehalte aan chloride wordt bepaald met behulp van potentiometrische titratie, met behulp van een ionchromatograaf, met spectrofotometrie of met doorstroomanalyse.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds) achtergrond- waarde	interventie- waarde	AG <sub>eis</sub>
Chloride		-	-(2000) <sup>1)</sup>	150

<sup>1)</sup> In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009 geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)

Monstergrootte > 8 kg

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

Extractie met water, werkwijze: ca. 10 gram monster wordt gesuspendeerd in 100 ml demiwater. De suspensie wordt gedurende 1 uur geschud en vervolgens gefiltreerd over een vouwfilter. Het filtraat wordt geanalyseerd. NEN 6476/A1 (meting), NEN-EN-ISO 10304-1 (meting), NEN-EN-ISO 15682 (meting), NEN-ISO 15923-1 (meting).

Monstergrootte > 10 g

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

##### Controlemonster

Analyten chloride

##### Terugvinding

Chloride 90 - 110%

##### Bias

Chloride < 10 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Chloride < 5%

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Chloride < 7,5%

##### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

##### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: Chloride

### **TWEDELIJNSCONTROLE**

Grond

Concentratie bereik van analyten in het monster : binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten per kwartaal onderzoeken op : Alle

### **DERDELIJNSCONTROLE**

#### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### **Referentiematerialen**

Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XIII Bepaling van chloorfenolen in grond

### Beginsel

#### Extractie van grond

Het analysemonster (ca. 50 g) wordt geëxtraheerd met 75 ml aceton/hexaan (1:1, v:v) en 0,5 ml gec. zoutzuur.

#### Clean-up extract

Het extract wordt tweemaal geëxtraheerd met een natriumhydroxide-oplossing. De natriumhydroxide-oplossing wordt aangezuurd m.b.v. zoutzuur en tweemaal geëxtraheerd met 50 ml hexaan. Ten slotte wordt het hexaanextractie tweemaal geëxtraheerd met 35 ml kaliumcarbonaatoplossing.

#### Derivatisering

De chloorfenolen worden geacetyleerd m.b.v. azijnzuuranhydride en d.m.v. geëxtraheerd met hexaan. Het gehalte aan chloorfenolen wordt vanuit deze hexaanfase gemeten met behulp van een gaschromatograaf met ECD-detectie of een massaspectrometer.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds) achtergrond-interventie waarde <sup>1)</sup>	waarde <sup>2)</sup>	AG eis
2-Chloorfenol	95-57-8		-(2) <sup>3)</sup>	0,01
3-Chloorfenol	108-43-0		-(2) <sup>3)</sup>	0,01
4-Chloorfenol	106-48-9		-(2) <sup>3)</sup>	0,01
som monochloorfenolen <sup>4)</sup>		0,009	5,4	-
2,3-Dichloorfenol	576-24-9		-(2) <sup>3)</sup>	0,001
2,4-Dichloorfenol	120-83-2		-(2) <sup>3)</sup>	} som
2,5-Dichloorfenol	583-78-8		-(2) <sup>3)</sup>	} 0,002 <sup>5)</sup>
2,6-Dichloorfenol	87-65-0		-(2) <sup>3)</sup>	0,001
3,4-Dichloorfenol	95-77-2		-(2) <sup>3)</sup>	0,001
3,5-Dichloorfenol	591-35-5		-(2) <sup>3)</sup>	0,001
som dichloorfenolen <sup>4)</sup>		0,04	22	-
2,3,4-Trichloorfenol	15950-66-0		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,3,5-Trichloorfenol	933-78-8		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,3,6-Trichloorfenol	933-75-5		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,4,5-Trichloorfenol	95-95-4		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,4,6-Trichloorfenol	88-06-2		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
3,4,5-Trichloorfenol	609-19-8		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
som trichloorfenolen <sup>4)</sup>		0,0006	22	-
2,3,4,5-Tetrachloorfenol	4901-51-3		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,3,4,6-Tetrachloorfenol	58-90-2		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
2,3,5,6-Tetrachloorfenol	935-95-5		-(2) <sup>3)</sup>	0,0005
som tetrachloorfenolen <sup>4)</sup>		0,003	21	-
Pentachloorfenol	87-86-5	0,0006	12	0,0005

1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organisch stof.

2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof. (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

3) In Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009 is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

4) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

5) Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse samen. Het totaal van beide verbindingen wordt gerapporteerd.



Vervolg prestatieblad: chloorfenolen

## Werkwijze en kwaliteitsborging

### Grond

#### WERKWIJZE

<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Samenhangende verrichting	NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Verrichting</b>	NEN-ISO 14154
Monstergrootte	> 45 g
In meervoud	N.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	< AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco</b>	< AG <sub>eis</sub>
<b>Controlemonster</b>	
Analyt(en)	2-chloorfenol, 2,4,5-trichloorfenol en pentachloorfenol
<b>Terugvinding</b>	
Monochloorfenolen	65 - 110 %
Andere	70 - 110 %
<b>Bias</b>	
Monochloorfenolen	<25 %
Andere	<20 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Alle	< 20 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Alle	< 20 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Interne standaard	n.v.t.
Confirmatie	Ja, 2 % van de monsters (zie 5.1.5.2). Confirmatie m.b.v. GCMS.
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	
- <b>Gaschromatografische analyse</b>	
Selectiviteit:	
	Trennzahl (tussen de monochloorfenolen) > 0.0
	Trennzahl tussen niet genoemde analyten moet minimaal > 2,0 zijn, behalve die tussen 2,4- en 2.5-dichloorfenol.
<b>Vergelijkingsonderzoek</b>	
<u>analytbevattende monsters</u>	n.v.t.
<u>afwijkende bodemkenmerken</u>	n.v.t.
<u>aanvullende vergelijkingsexperimenten</u>	n.v.t.
	bodemkenmerken van paragraaf 4.2 met additie van alle componenten (zie 4.1.4.2)

#### TWEDELIJNSCONTROLE

##### Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten(minimaal) per kwartaal onderzoeken op : 2-chloorfenol, 2,4,5-trichloorfenol en pentachloorfenol  
Per halfjaar analyten onderzoeken op : alle

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

##### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR), National Bureau of Standards (NBS), Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR), National Institute of Standards and Technology (NIST), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XIV Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt gezuiverd over een aluminiumoxide en, indien PCB aanwezig zijn, eventueel een silicagelkolom. Het gehalte aan OCB wordt gemeten met behulp van gaschromatografie en ECD-detectie of een massaspectrometer.

De analyten hexachloorbutadien, cis- en trans-chloordaan zijn niet expliciet in het toepassingsgebied van de normen genoemd. De normen zijn desalniettemin toepasbaar.

De bepaling mag worden gecombineerd met de bepaling van PCB (zie Prestatieblad SG.X).

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		AG eis
		achtergrond-waarde <sup>1)</sup>	interventiewaarde <sup>2)</sup>	
Hexachloorbenzeen (HCB) <sup>4)</sup>	188-74-1			
alfa-Hexachloorcyclohexaan ( $\alpha$ -HCH)	319-84-6	0,0017	17	0,001
beta-Hexachloorcyclohexaan ( $\beta$ -HCH)	319-85-7	0,0004	1,6	0,001
gamma-Hexachloorcyclohexaan ( $\gamma$ -HCH)	58-89-9	0,0006	1,2	0,001
delta-Hexachloorcyclohexaan ( $\delta$ -HCH)	319-86-8	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Aldrin	390-00-2	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Dieldrin	60-57-1	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Endrin	72-20-8	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som van deze drin's <sup>5)</sup>		0,003	0,14	
o,p'-DDD	53-19-0	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
p,p'-DDD	72-54-8	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som DDD <sup>5)</sup>		0,004	34	
o,p'-DDE	3424-82-6	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
p,p'-DDE	72-54-9	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som DDE <sup>5)</sup>		0,02	1,3	
o,p'-DDT	784-02-6	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
p,p'-DDT	50-29-3	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som DDT <sup>5)</sup>		0,04	1	
Isodrin	465-73-6	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Telodrin	297-78-6	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Hexachloorbutadien	87-68-3	0,0006	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Heptachloor	76-44-8	0,00014	4	0,001
$\alpha$ -Endosulfan	959-98-7	0,00018	4	0,001
cis-Heptachloorepoxide	1024-57-3	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
trans-Heptachloorepoxide	28044-83-9	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som heptachloorepoxide <sup>5)</sup>		0,0004	4	
cis-Chloordaan	5103-71-9	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
trans-Chloordaan	5103-74-2	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,001
Som chloordaan <sup>5)</sup>		0,0004	4	
Endosulfansulfaat	1031-07-8	-	-(0,3) <sup>3)</sup>	0,002
Som organochloorhoudende bestrijdingsmiddelen <sup>5)</sup>		0,08	-	

<sup>1)</sup> De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.

<sup>2)</sup> De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof. (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

<sup>3)</sup> In de Regeling Bodemkwaliteit is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.



Vervolg prestatieblad: Organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB)

- 4) Zie prestatieblad SG-XV.  
5) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

## Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE	
<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Samenhangende verrichting	NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)
Monstergrootte	250 ± 13 g
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Verrichting</b>	ISO 10382, NEN 6970, NEN 6972/A1, NEN 6974/C1, NEN 6980/C1/C2 (meting)
Monstergrootte	> 20 g (inclusief toeslagmaterialen)
In meervoud	n.v.t.

## VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens < AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

### Controlemonster

Analyt(en) HCB, β-HCH, α-HCH,  
p,p-DDT en α-endosulfan

### Terugvinding

HCB	60 - 110%
α-endosulfan	60 - 110%
δ-HCH	60 - 110%
endosulfansulfaat	60 - 110%
andere	75 - 110%

### Bias

HCB	<25 %
α-endosulfan	<25 %
δ-HCH	<25 %
endosulfansulfaat	<25 %
andere	<20 %

### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle < 20%

### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle < 25%

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard Ja (5.1.5.1)

Confirmatie Ja, 2 % van de monsters bij toepassing van ECD-detectie (zie 5.1.5.2).  
Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie ISO 10382 of NEN 6980/C1/C2).

### Specifieke aandachtspunten

#### - Chromatografische analyse

Selectiviteit: Zie ISO 10382 of NEN 6980/C1/C2.

### Vergelijkingsonderzoek

#### analytbevattende monsters

ja  
voor hexachloorbenzeen, γ-HCH en p,p'-DDT.

#### afwijkende bodemkenmerken

n.v.t.

#### aanvullende vergelijkingsexperimenten

ja  
overige analyten door additie aan grondmonsters van paragraaf 4.2 (zie 4.1.4.2)

## TWEDELIJNSCONTROLE

### Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten(minimaal) per kwartaal onderzoeken : HCB, α-HCH, β-HCH, α-endosulfan en p,p'-DDT  
Per halfjaar onderzoeken op : alle



Vervolg prestatieblad: Organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB)

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Vervolg prestatieblad: Organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB)

Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

##### **Referentiematerialen**

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards(NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards & Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XV Bepaling van het gehalte aan chloorbenzenen in grond

### Beginsel

#### *Mono-, di- en trichloorbenzenen*

Zie prestatieblad SG-VIII. De vluchtige chloorbenzenen zijn niet expliciet in het toepassingsgebied van de normen genoemd. De normen zijn desalniettemin toepasbaar.

#### *Tri-, tetra-, penta- en hexachloorbenzenen*

Zie prestatieblad SG-XIV. De matig-vluchtige chloorbenzenen zijn niet expliciet in het toepassingsgebied van de normen genoemd. De normen zijn desalniettemin toepasbaar.

De bepaling van trichloorbenzenen mag optioneel met beide methoden worden uitgevoerd.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment ( $\mu\text{g}/\text{kg}\cdot\text{ds}$ )		AG <sub>eis</sub>
		achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie- waarde <sup>2)</sup>	
Monochloorbenzeen	108-90-7	40	15000	40
1,2-Dichloorbenzeen	95-50-1	-	-(6000) <sup>3)</sup>	100
1,3-Dichloorbenzeen	541-73-1	-	-(6000) <sup>3)</sup>	100
1,4-Dichloorbenzeen	106-46-7	-	-(6000) <sup>3)</sup>	100
Som dichloorbenzenen <sup>4)</sup>		400	19000	
1,2,3-Trichloorbenzeen	87-61-6	-	-(600) <sup>3)</sup>	1
1,2,4-Trichloorbenzeen	120-82-1	-	-(600) <sup>3)</sup>	1
1,3,5-Trichloorbenzeen	108-70-3	-	-(600) <sup>3)</sup>	1
Som trichloorbenzenen <sup>4)</sup>		3	11000	
1,2,3,4-Tetrachloorbenzeen	634-66-2	-	-(600) <sup>3)</sup>	1
1,2,3,5-Tetrachloorbenzeen	634-90-2	-	-(600) <sup>3)</sup>	}som }2 <sup>5)</sup>
1,2,4,5-Tetrachloorbenzeen	95-94-3	-	-(600) <sup>3)</sup>	
Som tetrachloorbenzenen <sup>4)</sup>		1,8	2200	
Pentachloorbenzeen	608-93-5	0,5	6700	1
Hexachloorbenzeen	188-74-1	1,7	2000	1

1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organisch stof.

2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof. (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

3) In de Circulaire Bodemsanering 2009 is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

4) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

5) Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse mogelijk samen. In dat geval wordt het totaal van beide verbindingen gerapporteerd.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### WERKWIJZE

#### Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

#### Monstervoorbehandeling

#### Verrichting

**Mono-, di-, trichloorbenz.**

zie perf.sheet SG-VIII

zie perf.sheet SG-VIII

**Tri-, tetra-, penta-, hexachloorbenz.**

zie prestatieblad SG-XIV

zie prestatieblad SG-XIV





vervolg prestatieblad: Chloorbenzenen

### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie "Te bep.anal.") < AG<sub>eis</sub> (zie "Te bep.anal.")  
**Blanco** < AG<sub>eis</sub> < AG<sub>eis</sub>

### Controlemonster

Analyten zie perf.sheet SG-VIII zie perf.sheet SG-XIV en 1,2,3,4-Tetrachloorbenzenen

### Terugvinding

Mono-, dichloorbenzenen 70 - 110%  
Trichloorbenzenen 60 - 110%  
Tetrachloorbenzenen 55 - 110%  
Pentachloorbenzenen 65 - 110%  
Hexachloorbenzenen zie prestatieblad SG-XIV

### Bias

Mono-, dichloorbenzenen <20 %  
Trichloorbenzenen <25 %  
Tetrachloorbenzenen <20 %  
Pentachloorbenzenen <20 %  
Hexachloorbenzenen zie prestatieblad SG-XIV

### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle < 20%

### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Mono-, dichloorbenzenen <15 %  
Andere <20 %

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard zie prestatiebladen SG-VIII en SG-XIV  
Confirmatie zie prestatiebladen SG-VIII en SG-XIV

### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.

### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratie bereik van analyten in het monster : binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten per kwartaal onderzoeken op : Alle

### DERDELIJNSCONTROLE

#### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### Referentiematerialen

Concentratie van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix grond : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XVI Bepaling van organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen in grond

### Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton. Een deel van het extract wordt gedroogd en overgebracht op een hoeveelheid dichloormethaan. Het extract wordt geconcentreerd. Bij aanwezigheid van storende verbindingen wordt een clean-up uitgevoerd. Het gehalte aan organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen wordt gemeten met behulp van een gaschromatograaf met NPD-detectie of een massaselectieve detector.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		AG <sub>eis</sub>
		achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie waarde <sup>2)</sup>	
Atrazine	1912-24-9	0,007	0,71	0,01
Propazine	139-40-2	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Simazine	122-34-9	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Terbutryn	886-50-0	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Azinfos-methyl	86-50-0	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Bromofos-ethyl	4824-78-6	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Bromofos-methyl	2104-96-3	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Chloorpyrifos-ethyl	2921-88-2	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Dichloorvos	62-73-7	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Disulfoton	298-04-4	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Fenthion	55-38-9	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Malathion	121-75-5	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Parathion-ethyl	56-38-2	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Parathion-methyl	298-00-0	-	-(6) <sup>3)</sup>	0,01
Som organostikstof- en organofosfor bestrijdingsmiddelen <sup>4)</sup>		0,018	-	

1) De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.

2) De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof. (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

3) In de Circulaire Bodemsanering 2009 is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

4) Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Grond

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

van toepassing zijnde SIKB-protocollen  
 Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512  
 Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Monstervoorbehandeling

AP04-V  
 Samenhangende verrichting NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)  
 Monstergrootte 250 ± 13 g  
 Bewaarcondities SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512  
 Bewaartermijn SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512

##### Verrichting

NEN-EN-ISO 10695 (meting)  
**De extractie is methodebepaald, dat wil zeggen dat de werkwijze zoals onderstaand beschreven verplicht is.**  
 Monstergrootte > 20 g (inclusief toeslagmaterialen)



Vervolg prestatieblad: Niet organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen

In meervoud n.v.t.

**Werkwijze voor de Extractie:**

Extraheer het monstermateriaal met 20ml aceton door schudden bij 200 min<sup>-1</sup> gedurende 15 min.

**Opmerking:**

1. Het volume van 20 ml voldoet tot een monstergrootte van ca. 22 g. Bij een grotere monstergrootte moet het volume aceton in gelijke verhouding worden verhoogd.
2. Maak gebruik van minstens één interne standaard die het gehele analysetraject doorloopt. Maak hiervoor, in het geval dat massaspectrometrische detectie wordt toegepast, gebruik van een isotopisch gelabelde organostikstof- of organofosforverbinding, bijv. D<sub>5</sub>-atrazine of D<sub>6</sub>-parathion-methyl.

Centrifugeer het mengsel gedurende 2 min. bij 1500 min<sup>-1</sup>.

Neem 10 ml extract af en droog m.b.v. anhydrysch natriumsulfaat tot het extract visueel droog is.

Breng in een glazen puntbuis ca. 13 ml dichloormethaan.

Breng 2,5 ml van het gedroogde acetoneextract voorzichtig over op het dichloormethaanoppervlak (zo min mogelijk mengen).

Damp het extract in tot 1 ml door overleiden van stikstofgas. Het is toegestaan het extract te verwarmen tot maximaal 35°C.

Breng het eindextract over in een gaschromatografieflaas.

Een clean-up van het extract moet worden uitgevoerd indien verbindingen aanwezig zijn die interfereren met de analyten in het gaschromatogram of die de gaschromatografiemeting kunnen beïnvloeden (contaminatie van het gaschromatografisch systeem) of die, in het geval dat massaspectrometrische detectie wordt toegepast, de massaspectrometrische identificatie van analyten beïnvloeden.

**Clean-up van het extract:**

Bij de clean-up worden de volgende eluentia toegepast:

- Eluens A: mengsel aceton/water (33% / 67% V/V)
- Eluens B: mengsel aceton/water (50% / 50% V/V)
- Eluens C: mengsel aceton/water (60% / 40% V/V)

Ga voor de clean-up uit van het eindextract. Breng dit over in een puntbuis en damp in m.b.v. een stikstofstroom tot een volume van ca. 300 µl.

Breng het extract over op een Reverse Phase C18-kolom (360 mg sorbent). Spoel de puntbuis na met 1 ml eluens A en breng dit eveneens over op de absorptiekolom.

Elueer het absorptiekolommetje met achtereenvolgens 20 ml eluens A, 20 ml eluens B en 10 ml eluens C. Vang de eluaten op, breng gezamenlijk over in een scheidtrechter. Voeg hieraan 100 ml demiwater toe en ca. 1 g natriumchloride. Extraheer de oplossing drie maal met telkens 50 ml dichloormethaan. Meng de extracten en droog m.b.v. natriumsulfaat. Damp het extract in m.b.v. Kuderna Danish tot ca. 10 ml en vervolgens door overleiden van stikstof tot 1 ml.

**Meting van het extract:**

Meet de gehalten aan analyten m.b.v. gaschromatografie met een massaspectrometer of met NPD-detectie. Houd bij het berekenen van gehalten rekening met het feit dat slechts een deel van het acetoneextract is gebruikt voor de monsteropwerking.

**Opmerking:**

Organofosforbestrijdingsmiddelen zijn gevoelig voor afbraak. Bewaar het extract in het donker bij een temperatuur van -18 °C als de meting niet binnen 24 h na extractie kan plaatsvinden.

**VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE**

**Aantoonbaarheidsgrens** < AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

**Blanco** < AG<sub>eis</sub>

**Controlemonster**

Analyt(en)

Atrazine, chloorpyrifos-ethyl, parathion-ethyl



Vervolg prestatieblad: Niet organostikstof- en organofosforbestrijdingsmiddelen

### Terugvinding

Alle 70 - 110 % (op basis van additie aan grond met <2 % organische stof)  
>50 % (op basis van additie aan grond met >10 % organische stof)  
**Toelichting:** in de praktijk is gebleken dat met de onder 'Verrichting'  
beschreven extractiemethode na additie aan een zandmonster voor meer  
dan 70 % wordt teruggevonden. Na additie aan een organisch-stofrijk  
monster is de terugvinding lager. De extractiemethode is daarom  
methodebepaald. De vaststelling van de terugvinding dient in beide  
matrices te gebeuren.

### Bias

Alle <20 %

### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle < 20 %

### Intralaboratorium reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle < 25 %

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard n.v.t.  
Confirmatie Ja, 2 % van de monsters bij gebruik van NPD-detectie (zie 5.1.5.2).  
Confirmatie m.b.v. GCMS.

### Specifieke aandachtspunten

#### - Gaschromatografische analyse

Selectiviteit: bij toepassing van GC-MS alleen voor analyten met dezelfde m/z  
Trennzahl (simazine en atrazine) > 1,5  
Trennzahl (propazine en atrazine) > 1,5

### Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters n.v.t.

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten nee

bodemkenmerken van paragraaf 4.2 met additie van alle componenten (zie 4.1.4.2)

### TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
Analyten(minimaal) per kwartaal onderzoeken op : Atrazine, chloorpyrifos-ethyl, parathion-ethyl  
Per halfjaar onderzoeken op : alle

### DERDELIJNSCONTROLE

#### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

#### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau voor Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XVII Bepaling van het gehalte aan aromatische oplosmiddelen in grond

### Beginsel

De analysemonsters, gestoken uit twaalf steektoestellen, worden in twee door aselece selectie tot stand gekomen groepen van zes samengevoegd, elke groep in een extractiepot waarin zich methanol bevindt, en geëxtraheerd.

Een gedeelte van het extract wordt met water verdund.

Voor de meting kunnen twee methoden worden toegepast:

- De vluchtige verbindingen worden uit deze oplossing gedreven met stikstofgas.
- De vluchtige verbindingen worden gemeten vanuit de luchtlaag boven het extract-oppervlak.

Het gehalte aan vluchtige verbindingen wordt gemeten met een gaschromatograaf met FID-detectie of met een massaspectrometer.

De analyse kan worden gecombineerd met die van de vluchtige aromatische koolwaterstoffen (zie Prestatieblad SG.VIII) en de bepaling van monochloorbenzeen, di- en trichloorbenzenen (zie Prestatieblad SG.XV).

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (µg/kg.ds) achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	interventie- waarde <sup>2)</sup>	AG eis
Vluchtige aromatische koolwaterstoffen				
1,2,3-Trimethylbenzeen	526-73-8	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
1,2,4-Trimethylbenzeen	95-63-6	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
1,3,5-Trimethylbenzeen	108-67-8	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
2-Ethyltolueen	611-14-3	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
3-Ethyltolueen	620-14-4	-	-(2000) <sup>3)</sup>	} som
4-Ethyltolueen	622-96-8	-	-(2000) <sup>3)</sup>	} 200 <sup>4)</sup>
Isopropylbenzeen	98-82-8	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
Propylbenzeen	103-65-1	-	-(2000) <sup>3)</sup>	100
Som aromatische oplosmiddelen <sup>5)</sup>		500		

<sup>1)</sup> De achtergrondwaarde is gebaseerd op grond met 2% organische stof.

<sup>2)</sup> De interventiewaarde is gebaseerd op grond met 10% organische stof (zie Bijlage 1 (Streefwaarden grondwater, interventiewaarden bodemsanering, indicatieve niveaus voor ernstige verontreiniging, bodemtypecorrectie en meetvoorschriften) van de Circulaire Bodemsanering 2009).

<sup>3)</sup> In de Regeling Bodemkwaliteit is geen interventiewaarde gegeven. De gegeven waarde wordt bij de validatie en kwaliteitsborging gehanteerd.

<sup>4)</sup> Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse samen. Het totaal van beide verbindingen wordt gerapporteerd.

<sup>5)</sup> De 'Som aromatische oplosmiddelen' heeft naast de verbindingen in de tabel ook betrekking op benzeen, toluen, xylenen, ethylbenzeen en styreen (zie Bijlage N van de Regeling Bodemkwaliteit). Zie voor deze verbindingen prestatieblad SG.VIII.



Vervolg prestatieblad: Aromatische oplosmiddelen

## Werkwijze en kwaliteitsborging

<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512
<b>Monstervoorbehandeling</b>	AP04-V
Samenhangende verrichting	NEN 6499, NEN-EN 15934 (droge stof)
Bewaarcondities	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
Bewaartermijn	n.v.t. (SIKB-protocol 3001, NEN-ISO 18512)
<b>Verrichting</b>	NEN-EN-ISO 15009, NEN 6970, NVN 6983, NEN-EN-ISO 22155. Extractie vindt plaats in de verhouding monster : extractiemiddel 1:1 (m/V).
Monstergrootte	35 ± 2 g uit elk van 12 steektoestellen.
In meervoud	n.v.t.

## VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	< AG <sub>eis</sub> (zie hierboven bij "Te bepalen analyten")
<b>Blanco</b>	< AG <sub>ag</sub>
<b>Controlemonster</b>	
Analyt(en)	1,2,3-trimethylbenzeen, 2-ethyltolueen
<b>Terugvinding</b>	
Alle	70 - 115%
<b>Bias</b>	
Alle	<20 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Alle	< 20%
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Alle	< 20%
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Interne standaard	Ja (5.1.5.1)
Confirmatie	Ja, 2 % van de monsters bij toepassing van FID-detectie (zie 5.1.5.2). Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie NEN-EN-ISO 15009).

## Specifieke aandachtspunten

### - Chromatografische analyse

Selectiviteit: Zie NEN-EN-ISO 15009, bij toepassing van GC-MS alleen voor analyten met dezelfde m/z

## Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters ja  
voor 1,2,3-trimethylbenzeen, 2-ethyltolueen en isopropylbenzeen

afwijkende bodemkenmerken n.v.t.

aanvullende vergelijkingsexperimenten ja

Voor de overige analyten worden met behulp van additie aan grond (SG4.2) met extractiemiddel, de gelijkwaardigheid vastgesteld.

## TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

Concentratiebereik van analyten in het monster: binnen het meetbereik van de verrichting  
per kwartaal onderzoeken op : 1,3,5-trimethylbenzeen, 4-ethyltolueen en  
propylbenzeen  
per halfjaar onderzoeken op : alle

## DERDELIJNSCONTROLE

### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek : AG<sub>eis</sub>  
Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Grond : voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling.

### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters : binnen het meetbereik van de verrichting  
Matrix : zand, klei, veen of mengsel van deze grondsoorten  
Grondmonsters van : Bureau Communautaire de Reference (BCR),  
National Bureau of Standards (NBS),  
Nederlands Bureau van Referentiematerialen (NMI-NBR),  
National Institute of Standards and Technology (NIST),  
Monsters met een conventionele waarde,  
Gecertificeerde materialen, die met de in het prestatieblad beschreven  
verrichting zijn geanalyseerd.



## Prestatieblad SG.XVIII Bepaling van het gehalte aan asbest in grond

### Beginsel

Voor de bepaling van asbest in grond is NEN 5898 opgesteld. Het monster wordt in zijn geheel in behandeling genomen en wordt door middel van zeven in verschillende zeeffracties opgesplitst. Iedere zeeffractie wordt visueel geïnspecteerd op asbestverdachte materialen, waarna de asbestverdachte stukjes worden geanalyseerd volgens NEN 5896.

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	grond/sediment (mg/kg.ds)		BG <sub>eis</sub> <sup>3)</sup>
		achtergrond- waarde <sup>1)</sup>	Interventie waarde <sup>2)</sup>	
Chrysotiel	12001-29-5	-	100	3
Crocidoliet	12001-28-4	-	100	3
Amosiet	12172-73-5	-	100	3
Vezelvormig anthophylliet	77536-67-5	-	100	3
Vezelvormig actinoliet	77536-66-4	-	100	3
Vezelvormig tremoliet	77536-68-6	-	100	3

- 1) Voor asbest is geen achtergrondwaarde geformuleerd.
- 2) De interventiewaarde is een gewogen norm, waarbij de concentratie aan amfibool asbest (crocidoliet, amosiet, anthophylliet, actinoliet, tremoliet) met een factor 10 wordt vermenigvuldigd en wordt opgeteld bij de concentratie aan serpentijn asbest (chrysotiel).  
Tevens maximale waarde voor functieklassen wonen en functieklassen industrie.
- 3) De bepalingsgrens is gebaseerd op een monstergrootte van 10 kg, waarbij de zeeffracties >4mm in zijn geheel worden geïnspecteerd en 5%, 20% en 50% van de zeeffracties 0,5-1, 1-2 en 2-4mm wordt onderzocht.

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Bewaarcondities

Bewaartermijn

##### Verrichting

Samenhangende verrichting

Monstergrootte

In meervoud

NEN 5707, SIKB-protocol 2018

NEN 5707, SIKB-protocol 3001

NEN 5707, SIKB-protocol 3001

NEN 5898, AP04-V

> 10 kg<sup>1)</sup>

NEN 5898, SIKB-protocol 3001

NEN 5898, SIKB-protocol 3001

NEN 5898

NEN 5896

9 kg of 10 kg (zie NEN 5898)

n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

##### Bepalingsgrens

< BG<sub>eis</sub>

##### Blanco

n.v.t.

##### Controlemonster

De eerstelijnscontrole moet minimaal een maal per week worden uitgevoerd op alle uitvoerenden van de analyse. De eerstelijnscontrole vindt plaats door controle van een willekeurig gekozen voorbehandeld monster. Het monster moet asbesthoudend zijn (gehalte > BG). De oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes worden hierbij niet aan de betreffende fractie teruggevoegd, het gaat hierbij om controle van de reeds geanalyseerde fracties. Hierbij geldt dan het volgende:

Er moet minimaal één willekeurige fractie >4 mm en één willekeurige fractie <4 mm worden gecontroleerd.

- Voor de geanalyseerde fractie >4 mm geldt dat er bij de controle geen asbestdeeltjes meer mogen worden gevonden.
- Voor de willekeurige fractie <4 mm geldt dat als bij de controle alsnog asbestdeeltjes worden gevonden, alle fracties <4 mm moeten worden gecontroleerd. De hierbij gevonden asbestdeeltjes mogen er niet toe leiden dat het nieuwe resultaat (bij de controle gevonden asbestdeeltjes plus de oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes) valt buiten het 95 %-betrouwbaarheidsinterval (Poisson-verdeling) van het oorspronkelijke resultaat.

De matrices die in de eerstelijnscontroles worden toegepast moeten een weerspiegeling zijn van de eigen populatie monsters.



Vervolg prestatieblad: Asbest

## Terugvinden

70-110 %<sup>2)</sup>

## Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt (pseudo)

< 7,5 %<sup>3)</sup>

## Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

n.v.t.

## Aanvullende kwaliteitsborging

Proc.interne.stand.

n.v.t.

Confirmatie

n.v.t.

## Specifieke aandachtspunten

Schatting percentage asbest in materialen op basis van gewichtsprocenten door vergelijking met referentiematerialen conform NEN 5896

## Vergelijkingsonderzoek

Analytbevattende monsters

ja (chrysotiel, amosiet en crocidoliet)

Afwijkende bodemkenmerken

n.v.t.

Aanvullende

vergelijkingsexperimenten

n.v.t.

## TWEDELIJNSCONTROLE

Grond

De tweedelijnscontrole moet vier keer per jaar worden uitgevoerd en bestaat uit additie van een bekende hoeveelheid van twee typen hechtgebonden asbest aan schone grond (monsterhoeveelheid minimaal 9 kg) en herhaalde analyse, door alle uitvoerenden van de analyse, van het voorbehandelde monster. Na een analyse worden de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd. De additie moet worden uitgevoerd door een derde persoon (niet zijnde één van de uitvoerenden van de analyse).

Concentratiebereik van de analyten in het monster

binnen 10x interventiewaarde

Analyten:

(minimaal) vier keer per jaar onderzoeken op

chrysotiel en/of amosiet en/of crocidoliet (elk minimaal één keer per jaar).

## Terugvinding

Alle

70 - 110 %<sup>2)</sup>

## DERDELIJNSCONTROLE

### Ringonderzoeken

Minimaal één keer per jaar moet worden deelgenomen aan een ringonderzoek dat (ondermeer) de typering van asbesttypen omvat. De analyse moet door iedere analist worden uitgevoerd. De toetsing van de resultaten betreft alleen de juistheid van de typering, zoals uitgevoerd door iedere analist.

**Toelichting:** het is toegestaan om de resultaten van één uitvoerende in te sturen en de resultaten van andere uitvoerenden na ontvangst van de ringonderzoeksrapportage zelf te toetsen.

#### **Criterium:**

de typering is door alle uitvoerenden juist uitgevoerd.

Rapportagegrens ringonderzoek

n.v.t.

Concentratiebereik van de monsters

n.v.t.

Grond

n.v.t.

Typering asbestdeeltjes

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

### Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters

binnen 10x interventiewaarde

Matrix

zand, veen, licht kleihoudend of mengsel van deze grondsoorten

Grondmonsters van

Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium (NMI-VSL), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

<sup>1)</sup> Monstergrootte is afhankelijk van de grootte van de asbesthoudende materialen (zie NEN 5707).

<sup>2)</sup> De terugvindingseisen gelden voor hechtgebonden asbest in niet-kleiachtige grond.

<sup>3)</sup> (Pseudo) herhaalbaarheid: conform NEN 5898, Bijlage B, § 1.3, vastgesteld d.m.v. herhaalde analyse, Vervolg prestatieblad: Asbest

door verschillende analisten, van de zeeffracties van een voorbehandeld monster. Hierbij worden de gevonden asbestdeeltjes na elke analyse aan de betreffende fractie teruggevoegd.





## Prestatieblad SG.XIX Onderzoeksprotocol voor overige parameters

Het onderzoeksprotocol geldt voor alle parameters die niet in het Accreditatieprogramma zijn genoemd en voor die parameters waarvoor in het Accreditatieprogramma geen verrichting is gedefinieerd. De validatie en kwaliteitsborging van een verrichting dient volgens het Accreditatieprogramma te geschieden.

Voor de voorbehandeling van monsters dient document AP04-V te worden gevolgd.

### 1 Keuze van een verrichting

Een verrichting die onder het Onderzoeksprotocol wordt uitgevoerd dient de in onderstaande tabel prestatiekenmerken te bezitten.

Tabel: Kwaliteitseisen voor kwalitatieve verrichting

	<b>Grond: Organische componenten</b>	<b>Grond: Anorganische componenten</b>
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	< 0,33 maal de achtergrondwaarde <sup>1)</sup>	< 0,33 maal de achtergrondwaarde <sup>1)</sup>
<b>Meetbereik</b>		
alle	tot interventiewaarde	tot interventiewaarde
<b>Terugvinding</b>		
alle	50 - 110 %	70 - 110 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>		
alle	< 20 %	< 20 %

<sup>1)</sup> uitgaande van 2 % organische stof en 0 % lutum.

De keuze van verrichting heeft de volgende preferente volgorde:

- Conform de Regeling Bodemkwaliteit Bijlage D (organische parameters).
- Conform een NEN-norm (samenstellingsbepaling); indien de norm aan de gewenste prestatiekenmerken voldoet, wordt de parameter conform deze norm bepaald.
- Conform een CEN- of ISO-norm; Indien voor de betreffende parameter een NEN-norm is dient deze conform te worden bepaald.
- Gebaseerd op een NEN-norm voor een andere matrix dan grond (waterbodem of bouw materiaal; samenstellingsbepaling); indien de norm aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen, wordt de parameter conform deze norm bepaald.

Organische parameters:

- Kan de parameter worden bepaald met de methoden vermeld in bijlage D van de de Regeling Bodemkwaliteit?
- Is er een gevalideerde RWS-, IVM-, RIVM- of RIKILT-meetmethode die aan de gewenste prestatiekenmerken voldoet?
- Conform ASTM- of EPA-norm, die aan de gewenste prestatiekenmerken voldoet.
- Een "eigen" meetmethode (literatuuronderzoek) die aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen.

Anorganische parameters:

- Is er een gevalideerde RWS-, IVM-, RIVM- of RIKILT-meetmethode: zo ja, voldoet deze verrichting aan de gewenste prestatiekenmerken?
- Conform EPA-norm; indien deze de gewenste prestatiekenmerken bezit.
- Een "eigen" meetmethode (literatuuronderzoek) die aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen.



Vervolg prestatieblad: Overige parameters

Indien er geen verrichting aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen mag een verrichting met mindere prestatiekenmerken t.a.v. reproduceerbaarheid (max 25%) worden toegepast. Bij een reproduceerbaarheid van >20 % dient de verrichting in veelvoud, eventueel onder herhaalbaarheidscondities, te worden uitgevoerd.

## **2 Validatie van de niet-voorgeschreven verrichting**

De verrichting wordt gevalideerd volgens de in hoofdstuk 4 gegeven testprocedures. In het validatie-onderzoek dient het meetbereik, de aantoonbaarheidsgrens, de terugvinding en de reproduceerbaarheid te worden bepaald.

## **3 Kwaliteitsborging van de niet-voorgeschreven verrichting**

De verrichting wordt de kwaliteitsborging conform hoofdstuk 5 uitgevoerd.



## SG7 Van toepassing zijnde documenten

### SG7.1 Normatieve documenten

NEN 5739	1996	Bodem - Bepaling van het gehalte aan vrij ijzer met atomaire-absorptiespectrometrie.
NEN 5752	1995	Bodem - Bepaling van het gehalte aan carbonaten in grond - Gravimetrische methode.
NEN 5753 incl. C1	2006 2009	Bodem - Bepaling van het lutumgehalte en de korrelgrootteverdeling in grond en waterbodem met behulp van zeef en pipet.
NEN 5754	2014	Bodem - Berekening van het gehalte aan organische stof volgens de gloeiverliesmethode.
NEN 5896	2003	Kwalitatieve analyse van asbest in materialen met polarisatiemicroscopie.
NEN 5898	2015	Bepaling van het gehalte aan asbest in grond, waterbodem, bouw- en sloopafval en granulaat.
NEN 6476 incl. A1	1981 2010	Water - Bepaling van het gehalte aan chloride door potentiometrische titratie.
NEN 6499	2014	Milieu - Koepelnorm voor de bepaling van het gehalte aan onopgeloste stoffen en droge stof en de gloeiresten daarvan.
NEN 6603	2010	Milieu en voedingsmiddelen – Eerstelijnscontrole met controlekaarten voor chemische en microbiologische analyses.
NEN 6950	2005	Bodem - Koepelnorm voor de bepaling van geselecteerde elementen in bodem, waterbodem en (zuiverings)slib.
NEN 6961	2014	Milieu - Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen.
NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire bsorptiespectrometrie met vlamtechniek.
NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire-emissie-spectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
NEN 6970	2016	Koepelnorm voor de bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof (grond).
NEN 6971 incl C1	2008 2010	Bodem - Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6972 incl A1	2008 2012	Bodem - Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6974 incl. C1	2008 2010	Bodem - Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6976	2008	Bodem - Zuivering met vastefase-extractie voor de bepaling van organische componenten.



NEN 6977 incl. C1	2008 2010	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) met hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC).
NEN 6980 incl. C1 incl. C2	2008 2010 2011	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie
NVN 6983	2008	Bodem en water - Bepaling van vluchtige organische verbindingen met GC-MS.
NVN 7323	1997	Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen - Bepaling van het gehalte van anorganische componenten - Bepaling van het gehalte van arseen, antimoon en seleen met atomaire-absorptiespectrometrie (hydridegeneratietechniek).
NEN 7777 incl. C1	2011 2012	Milieu en voedingsmiddelen - Prestatiekenmerken van meetmethoden.
NEN 7778 incl. C1	2003 2014	Milieu - Gelijkwaardigheid van meetmethoden.
NEN-EN-ISO 10304-1	2009	Bepaling van opgeloste anionen met vlloeistofionchromatografie - Deel 1: Bepaling van bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, fosfaat en sulfaat.
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.
NEN-ISO 10390	2005	Bodem - Bepaling van de pH waarde.
NEN-EN-ISO 10693	2014	Bodem - Bepaling van het gehalte aan carbonaten - Volumetrische methode.
NEN-ISO 14154	2005	Bodem - Bepaling van geselecteerde chloorfenolen - Gaschromatografische methode.
NEN-EN-ISO 15009	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen, naftaleen en vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen - "Purge-and-trap"-methode met thermische desorptie.
NEN-EN-ISO 15682	2001	Water - Bepaling van het gehalte aan chloride met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en fotometrische of potentiometrische detectie.
NEN-EN-ISO 15586	2003	Water - Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek
NEN-ISO 15923-1	2013	Waterkwaliteit - Bepaling van de ionen met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie - Deel 1: Ammonium, chloride, nitraat, nitriet, ortho-fosfaat, silicaat en sulfaat.
NEN-EN 15933	2012	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van de pH waarde.
NEN-EN 15934	2012	Slib, behandeld biologisch afval, bodem en afval - Berekening van het droge stofgehalte door de bepaling van de droogrest of het watergehalte.
NEN-EN 16167	2012	Slib, behandeld bioafval en bodem - Bepaling van polychloorbifenylen (PCB'S) door gaschromatografie met massaselectieve detectie (GC-MS) en gaschromatografie met electronenvangstdetectie (GC-ECD).
NEN-EN 16170	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van elementen met inductief gekoppeld plasma en optische emissiespectrometrie (ICP-OES).



NEN-EN 16171	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van elementen met inductief gekoppeld plasma en massaspectrometrie (ICP-MS).
CEN/TS 16172	2013	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van elementen in koningswater- en salpeterzuurdestruaten – Grafietoven atomaire absorptiespectrometrie (GFAAS).
NEN-EN 16174	2012	Slib, behandeld bioafval en bodem – Ontsluiting van fracties van in koningswater oplosbare elementen.
NEN-EN 16175-1	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van het gehalte aan kwik na ontsluiting met koningswater of salpeterzuur – Deel 1: Koude damp atomaire absorptiespectrometrie (CVAAS).
NEN-EN 16175-2	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van het gehalte aan kwik – Deel 2: koude damp fluorescentiespectrometrie (CVAFS).
CEN/TS 16181	2013	Slib, behandeld bioafval en bodem – Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) door gaschromatografie (GC) en hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC).
CEN/TS 16188	2012	Slib, behandeld bioafval en bodem – Bepaling van de elementen na ontsluiting in koningswater en salpeterzuur – Atomaire-absorptiespectrometrie vlamtechniekmethode (FAAS).
NEN-EN-ISO 16703	2011	Bodem – Bepaling van het gehalte aan minerale olie van C <sub>10</sub> tot C <sub>40</sub> door gaschromatografie.
NEN-ISO 16772	2004	Bodem - Bepaling van het gehalte aan kwik in koningswater bodemextracten met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie met koude damp of atomaire fluorescentiespectrometrie met koude damp.
NEN-EN-ISO 17294-2	2004	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma (ICP-MS) - Deel 2: Bepaling van 62 elementen.
NEN-EN-ISO 17380	2013	Bodem - Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan eenvoudig vrij te maken cyanide - Continue doorstroomanalyse.
NEN-ISO 18512	2007	Bodem – Richtlijn voor lange en korte termijnopslag van bodemmonsters.
NEN-ISO 18287	2006	Bodem - Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) - Gaschromatografische methode met massaspectrometrische detectie (GC-MS).
ISO 22036	2008	Soil Quality – Determination of trace elements in extracts of soil by inductively coupled plasma – atomic emission spectrometry (ICP-AES).
NEN-EN-ISO 22155	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van vluchtige aromatische en gehalogeneerde koolwaterstoffen en geselecteerde ethers - Statische 'headspace' methode.
SIKB-Protol 3001	2014	Conserveringsmethoden en -termijnen voor milieumonsters.
AP04 – A	2016	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Algemeen
AP04 – V	2016	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Monstervoorbehandeling



## SG7.2 Informatieve documenten

ISO 3534-1	2006	Statistiek - Woordenlijst en symbolen - Deel 1: Algemene statistische termen en termen voor waarschijnlijkheidsrekening.
NEN 5707	2015	Bodem – Inspectie en monsterneming van asbest in bodem en partijen grond.
ISO 8466-1	1990	Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function.
NEN-EN-ISO 9169	2006	Luchtkwaliteit - Definitie en bepaling van de prestatiekenmerken van een automatisch meetsysteem.
NEN-EN-ISO 10695	2000	Water – Bepaling van het gehalte aan geselecteerde organostikstof- en organofosforverbindingen – Gaschromatografische methoden.
NEN-ISO 13528	2015	Statistische methoden voor gebruik bij laboratorium-evaluerend interlaboratoriumonderzoek.
VPR C85-17	1985	Voorlopige praktijkrichtlijn bodem – grondwater en grond, opwerking en analyse – Organostikstofbestrijdingsmiddelen (triazines).
VPR C85-18	1985	Voorlopige praktijkrichtlijnen bodem – grond en grondwater, opwerking en analyse – Organo-fosforbestrijdingsmiddelen.
SIKB-Protocol 2018	2013	Locatie-inspectie en monsterneming van asbest in bodem.
BRL SIKB 1000	2014	Monsterneming voor partijkeuringen
AS SIKB 1000	2010	Monsterneming voor partijkeuringen

