

Protocol

Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor milieumonsters

Protocol 3001



~~Dit protocol, versie 3,
is op 3 september 2009 vastgesteld door
het Accreditatiecollege Bodembeheer, ondergebracht bij~~

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Büchnerweg 1 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 0182-540675 fax 0182-540676

~~Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB)~~
~~te Gouda~~

~~sikb/stukken/~~



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Büchnerweg 1 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 0182-540675 fax 0182-540676

Versie 5, 02-10-2014



Inhoudsopgave

Hoofdstuk 1 Inleiding	5
Hoofdstuk 2 Toelichting	6
Hoofdstuk 3 Begrippen	9
Hoofdstuk 4 Afkortingen.....	10
Tabel 1 Water	10
Tabel 2 Grond en waterbodem.....	10
Tabel 3 Bouwstoffen.....	16



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Gronigenweg 10 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 0182-540675 fax 0182-540676

Eigendomsrecht

Dit protocol is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer, ~~Postbus 420, 2800 AK Gouda. Dit protocol wordt inhoudelijk beheerd door (SIKB).~~ Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij ~~de SIKB te Gouda, beheert dit protocol inhoudelijk.~~ De actuele versie staat op de website van dit protocol op internet SIKB (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 ~~opdat er met het doel hieraan~~ rechten ~~aan ontleend te (kunnen worden) ontlene~~n.

Vrijwaring

SIKB is behoudens in geval van opzet of grove schuld niet aansprakelijk voor schade die bij ~~opdrachtnemers~~ accreditatie-instelling, het geaccrediteerde bedrijf of derden ontstaat door het toepassen van dit protocol met het accreditatieschema waarbij dit hoort en het gebruik van deze ~~certificatieregeling of~~ accreditatieregeling.

© Copyright SIKB

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

Bestelwijze

Dit Protocol is, evenals het accreditatieschema en het accreditatieprogramma waar dit bij hoort, in digitale vorm kosteloos te verkrijgen via de website van de bij SIKB: www.sikb.nl. Een ingebonden versie van dit protocol kunt u bestellen tegen kosten, op te vragen bij ~~de SIKB, Postbus 420, 2800 AK Gouda, e-mail: info@sikb.nl, fax: 0182-540676.~~

Updateservice

Door het AC Bodembeheer vastgestelde mutaties in dit protocol door AC Bodembeheer kunt u zijn te verkrijgen bij ~~de SIKB,~~ Via www.sikb.nl kunt u zich aanmelden via www.sikb.nl. Bij de SIKB voor automatische toezending van mutaties. U kunt ~~udaar~~ ook terecht voor het verzoek verzoeken tot toezending per post van de reguliere nieuwsbrief van SIKB, info@sikb.

Helpdesk / gebruiksaanwijzing

Voor vragen over de inhoud en toepassing van dit protocol kunt u terecht bij uw accreditatie-instelling of bij SIKB. Voor geschillen in het kader van beoordelingen voor het accreditatieschema zie de klachten- en geschillenregeling in het Reglement voor de Beleidsregel Accreditatie-~~(RAC),~~ ook bekend onder de code RvA ~~R02BR002-NL,~~ te downloaden van www.rva.nl.



Hoofdstuk 1 Inleiding

Protocol 3001, ~~Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor milieumonsters~~, milieumonsters is een richtlijn voor personen, instanties en bedrijven die te maken hebben met de praktische uitvoering en beoordeling van milieumonsters. Alle vermelde conserveringsmethoden en conserveringstermijnen zijn afkomstig uit openbare referenties. Wanneer gebaseerd op intern of extern onderzoek dan wel een andere referentiebron een afwijkende conserveringsmethode en/of ~~termijn~~conserveringstermijn wordt gebruikt, kan men zich niet baseren op de gegevens in protocol 3001.

Tabel 1, geeft een overzicht van het moment van zekerstellen van het gehalte voor diverse parameters in water, uitgaande van de meest gangbare analysenormen. Voor een overzicht van conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor diverse parameters in water wordt in deze versie van dit protocol 3001 volledig verwezen naar NEN-EN-ISO 5667-3 (2012).

Tabel 2 en 3 geven een overzicht van de conserveringstermijnen voor diverse parameters in ~~achtereenvolgens waterige matrices~~, grond en waterbodem, ~~(Tabel 2) en bouwstoffen, (Tabel 3)~~, na monsterneming wanneer de vermelde conserveringsmethode en verpakking worden toegepast. De gegevens zijn afkomstig uit ~~NEN-EN-ISO 5667-3 (2004), NEN-EN-ISO-5667-15 (2009) en NEN-ISO 18512 (2007),~~ Accreditatieprogramma's) en Accreditatieprogramma AP04-SG (2001), AP04-U (2001) en AP04-V (2008). Daarnaast worden in een aantal analysespecifieke normen ook conserveringstermijnen en conserveringstechniekenconserveringsmethoden beschreven. Tenslotte zijn er validatieonderzoeken uitgevoerd ~~door KIWA (in het kader van de uitvoering van ringonderzoeken), STOWA (Stichting Toegepast Onderzoek Waterbeheer), in het kader van ANVM (Actieprogramma Normalisatie en Validatie van Milieumeetmethoden), SIKB-project 55 (Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters) en door FeNeLab en individuele FeNeLab-leden.~~

). Indien er verschillende termijnen in de literatuur worden vermeld voor dezelfde conservering, is voor de keuze van de gegevens vermeldt in dit protocol de volgende hiërarchie toegepast: gevalideerd en gepubliceerd onderzoek - ~~NEN-EN-ISO 5667-3 / NEN-EN-ISO 5667-15 / NEN-ISO 18512 - AP04 -~~ individuele analysespecifieke norm. Een gevalideerd en openbaar onderzoek heeft de hoogste hiërarchie omdat in veel normen de conserveringsmethoden en conserveringstermijnen arbitrair zijn vastgesteld dan wel geen gegevens bekend zijn hoe deze zijn vastgesteld. Voor alle ontbrekende verbindingen kan men terugvallen op de analysespecifieke norm horende bij de parameter of op generieke normen.

Voor alle ontbrekende verbindingen kan men terugvallen op de onderhavige norm horende bij de parameter of op generieke normen.

Status

Het Accreditatiecollege Bodembeheer heeft op 2 oktober 2014 ingestemd met deze versie van dit protocol, dat vervolgens door het bestuur van SIKB is vastgesteld. Deze versie van dit protocol treedt in werking op 1 juli 2015. Versie 3 van dit protocol wordt op 1 oktober 2016 ingetrokken.



Hoofdstuk 2 Toelichting

Referenties

In de ~~tabellen~~[tabel 2 en 3](#) wordt in de kolom "Referentie" veelal verwezen naar ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~, NEN-EN-ISO 5667-15 en NEN-ISO 18512. Er is naar gestreefd de conserveringsgerelateerde informatie zo exact mogelijk over te nemen. Daarbij wel de volgende opmerkingen:

- Analyse-instructies zijn niet opgenomen.
- Omdat LIMS systemen veelal op basis van kalenderdagen werken, zijn de in de normen genoemde conserveringstermijnen als volgt verwerkt:

24 h is: 1 dag

1 week is: 7 dagen

1 month is: 28 dagen (als kortst mogelijke maand).

Zuur voor conservering

~~Gegevensbronnen vermelden dikwijls één specifiek sterk zuur voor de conservering van een parameter. Voor een aantal parameters is bekend dat conservering en de daarbij vereiste zuurgraad (veelal pH 1-2), ook bereikt wordt bij gebruik van een ander sterk zuur. In dit protocol is er voor gekozen de keuze van het zuur, waar mogelijk, meer vrij te laten. In tabel 1 wordt waar "met zuur" vermeld is, de keuze gelaten tussen: H₂SO₄ (zwavelzuur), HCl (zoutzuur) en HNO₃ (salpeterzuur). Indien voor conservering van een parameter een zuur geschikt of juist niet geschikt is, wordt dit bij die parameter expliciet vermeld. Bijvoorbeeld "pH 1-2 met HNO₃" (alleen HNO₃ wordt geschikt geacht) of "pH 1-2 met zuur (geen H₂SO₄)" (HNO₃ en HCl zijn geschikt, echter H₂SO₄ niet).~~

Koelen

In die gevallen waarin koelen in dit protocol niet wordt voorgeschreven, is het koelen geen bezwaar.

~~Met name~~ Voor grond en waterbodem vermelden gegevensbronnen verschillende temperatuur-bereiken voor koelen. Bijvoorbeeld 0-5 °C, 1-5 °C, 4±2 °C. In dit protocol is er voor gekozen ~~altijd~~ het temperatuurbereik te hanteren dat in NEN-EN-ISO 5667-3 (2004) en NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) wordt vermeld, namelijk 1-5 °C. Dit temperatuurbereik van 1-5 °C is van toepassing bij opslag van monsters in het laboratorium en in een eventuele centrale opslagplaats. Voor transport wordt een temperatuurbereik van 2-8 °C gehanteerd, zoals ook vermeld in NEN-EN-ISO 5667-3 (2012), NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) en AS3000 versie 5 (2013).

~~Het temperatuurbereik van 1-5 °C heeft tenminste betrekking op opslag van monsters in het laboratorium en in een eventuele centrale opslagplaats. Voor transport hanteren een aantal documenten, NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) en AS3000 versie 3 (2008), een afwijkend temperatuurbereik (namelijk 2-8 °C).~~

Grondwater

~~De opdrachtgever/monsternemer zal zich altijd moeten afvragen of filtratie bij monsterneming voor het onderzoek juist wel of juist niet moet plaatsvinden. Dit protocol poot m.b.t. filtratie slechts ondersteunend te zijn voor standaardonderzoek van grondwater op basis van hetgeen opgenomen is in 3e ontwerp NEN 5744 (2008), d.w.z. filtratie van anorganische componenten in het veld, onder anaërobe omstandigheden.~~

Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor grond en waterbodem

Voor de conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor grond en waterbodem zijn met name NEN-ISO 18512 (2007) en NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) gebruikt. In dit protocol is er voor gekozen als een parameter wel beschreven is in één van beide, maar niet in beide normen:



- conserveringstermijnen voor grond ook van toepassing te laten zijn op waterbodem, onder vermelding "Analoog aan NEN-ISO 18512 (2007)";
- conserveringstermijnen voor waterbodem ook van toepassing te laten zijn op grond, onder vermelding "Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)".

NEN-ISO 18512 (2007) biedt voor grond weinig concrete informatie over de te gebruiken verpakking. Er wordt een voorkeur aangegeven voor het gebruik van glas, maar dit is geplaatst in de context van meerjarige opslag van monsters waarbij kunststof bros kan worden. Daarnaast wordt specifiek voor niet vluchtige organische verbindingen glas, PTFE of roestvrij staal geadviseerd.

Het volume van een monster kan dusdanig zijn, bijvoorbeeld in het kader van AP04-SG onderzoek, dat verpakking in glas praktisch niet meer mogelijk is. AP04-V (2008/2011) instructieblad V.XI geeft aanwijzingen voor de verpakking en staat daarbij kunststof emmers toe, mits afgesloten.

Deze zaken combinerend is er voor gekozen om bij grond als verpakkingsmaterialen zowel glas als kunststof op te nemen.

Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor bouwstoffen

Voor conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor bouwstoffen wordt tabel 2 matrix grond gevolgd. Uitzonderingen daarop zijn benoemd in tabel 3.

Houdbaarheid van verpakkingen

Door ~~een aantal~~ laboratoria wordt voor de veel gevraagde parameters in watermonsters, waar dat voor nodig is, aan het verpakkingsmateriaal het benodigde conserveringsmiddel vooraf toegevoegd. In aanvulling op NEN-EN-ISO 5667-3 geldt daarbij dat de houdbaarheid van de verpakkingen, als algemene regel, twee jaar na aanmaakdatum is. Mits de verpakkingsmaterialen goed afgesloten, rechtstandig en donker bewaard en vervoerd worden. Uitzonderingen op deze regel moeten duidelijk zijn voor de gebruiker (monsternemer) en het laboratorium.

~~De houdbaarheid van de verpakkingen is, mits onder beschreven omstandigheden opgeslagen en vervoerd, twee jaar na aanmaakdatum. De verpakkingsmaterialen dienen goed afgesloten, rechtstandig en donker bewaard en vervoerd te worden.~~

~~De gebruikte~~ De toegepaste conserveringsmiddelen zijn veelal milieuvreemde stoffen en in sommige gevallen schadelijk voor de gezondheid. De monsternemer gebruiker dient voor gebruik op de hoogte te zijn van de milieuhygiënische milieu hygiënische en veiligheidsmaatregelen voor gebruik het inzetten van de betreffende monsterverpakkingen.

Na overschrijding van de houdbaarheid dienen de verpakkingsmaterialen conform de geldende milieuhygiënische milieu hygiënische normen door de monsternemer gebruiker vernietigd te worden.

Zekerstellen van het gehalte

Bij het vaststellen van de vermelde zekerstelmomenten is uitgegaan van de voor een analyt gebruikelijke analysemethode. Het laboratorium dient altijd zelf na te gaan of het in de tabel vermelde zekerstelmoment ook voor de door het laboratorium toegepaste methode geldend kan zijn.

Waar "extractie" is vermeld zal het voor een vaste matrix zoals grond voldoende zijn om oplosmiddel toe te voegen om het gehalte zeker te stellen. In geval van water zal het nodig zijn na het toevoegen van het extractiemiddel tenminste te schudden om het gehalte zeker te stellen.

Waar "ontsluiting" is vermeld, wordt uitgegaan van het moment waarop de reagentia gebruikt bij de ontsluiting in contact zijn gebracht met het monster.

Monsternemingsdatum



Als een monster genomen wordt binnen één kalenderdag, dan is duidelijk dat de monsternemings-datum de datum van die betreffende dag is. Dit is dan tevens de datum waarop de conserverings-termijn ingaat. Indien een mengmonster bereid wordt uit monsters genomen op dezelfde dag, dan is eveneens duidelijk dat dit de monsternemingsdatum is en dat dit tevens de datum is waarop de conserveringstermijn ingaat.

Tijdsproportionele of volumeproportionele monsterneming waarbij één fysiek monster verkregen wordt, zoals bij afvalwaterbemonsteringen of monsterneming uit materiaalstromen, omvat dikwijls meer dan één kalenderdag. De datum waarop de conserveringstermijn ingaat, is de datum van de laatste dag van monsterneming. Deze datum wordt aan het laboratorium als de monsternemings-datum doorgegeven.

Voor een mengmonster dat bereid wordt uit monsters die genomen zijn op verschillende kalenderdagen, wordt als datum waarop de conserveringstermijn ingaat de datum van het oudste monster genomen. Deze datum wordt aan het laboratorium als de monsternemingsdatum doorgegeven.

Terugvindbaar openbaar en gevalideerd onderzoek

De in de tabellen vermelde onderzoeken zijn gepubliceerd op de website van SIKB (www.sikb.nl) onder "Validatie SIKB-protocol 3001". Het betreft de volgende onderzoeken:

- Onderzoeken uitgevoerd in het kader van SIKB-project 55;
- [KIWAKWR](#) validatie t.b.v. ringonderzoeken;
- Fenelab onderzoek, ~~juni 2008 en 2009~~; tot 2011.
- ~~Vitens onderzoek VL-IO-AC0702, januari 2008;~~

~~Waterproef onderzoek, september 2007.~~



Hoofdstuk 3 Begrippen

Conserveringstermijn

De termijn tussen monsterneming (direct gevolgd door conservering) en het moment van zekerstellen van het gehalte.

Zekerstellen van het gehalte

Het moment tijdens monstervoorbehandeling of tijdens analyse waarop het monster een zodanige "behandeling" heeft ondergaan dat de gehalten van de analyten niet meer zullen wijzigen.

SIKB-project 55

Onderzoeksprogramma validatie conserveringstermijnen van milieumonsters.



Hoofdstuk 4 Afkortingen

Verpakking

P: Kunststof t.w. polyethyleen (PE), polypropyleen (PP), polycarbonaat (PC), polytetrafluorethyleen (PTFE) of polyetheentereftalaat (PET) (vooraf gecontroleerd op geschiktheid).

G: Glas (vooraf gecontroleerd op geschiktheid)

BG: ~~Borosilicaat glas (vooraf gecontroleerd op geschiktheid)~~

(B)G: ~~Glas of borosilicaat glas (vooraf gecontroleerd op geschiktheid)~~

RVS: ~~Roestvrij staal (stainless steel)~~

Nb: ~~Niet bekend / niet vermeld~~

Stb: Steekbus

Conservering

T: Temperatuur

°C: Graden Celsius

H₂SO₄: ~~Zwavelzuur~~

HCl: ~~Zoutzuur~~

HNO₃: ~~Salpeterzuur~~

H₃PO₄: ~~Fosforzuur~~

K₂Cr₂O₇: ~~Kaliumdichromaat~~

NaOH: ~~Natronloog~~

Na₂S₂O₃: ~~Dinatriumthiosulfaat~~

Na₂SO₄: ~~Natriumsulfaat~~

CuSO₄: ~~Kopersulfaat~~



Tabel 1 Water

Parameter	Matrix	Conserve- ringstermij n (dagen)	Conserveringsmethod e	Verpakkin g	Referenti e	Filt t gw	Zekerstellen van gehalte	
Aciditeit / alkaliteit								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
Ammoniak / ammonium								Verwijderde cellen
								Ingevoegde cellen
Anionische oppervlakte actieve stoffen								Alle watersoorten
AOX								Alle watersoorten
Bezinkselvolume								Alle watersoorten
Beoor (B)								Verwijderde cellen
Broomaat								Verwijderde cellen
Bromide (Br)								Verwijderde cellen
BZV	Alle waterseorten	1	T 1-5 °C en donker en volledig afvullen	P of G	NEN-EN-ISO 5667-3 (2004)		Aanvang analyse	Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
Filtratie								Ingevoegde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
Extractie								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
Chloride (Cl)								Verwijderde cellen
Chlorophyl								Verwijderde cellen
CO ₂								Gesplitste cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
								Verwijderde cellen
Cyanide totaal (CN totaal)								Verwijderde cellen
								Gesplitste cellen
								Ingevoegde cellen

Gyanide-vrij (CN-vrij)	Alle watersoorten
CZV (Chemisch zuurstofverbruik)	Alle watersoorten
Droogrest (droge stof, droge massa, indamprest)	Alle watersoorten
▲	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
▲	Verwijderde cellen
	Ingevoegde cellen
	Gesplitste cellen
Fenolindex	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
▲	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Ingevoegde cellen
Fluoride (F)	Gesplitste cellen
	Verwijderde cellen
Fosfor totaal	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
Geleidbaarheid (EC)	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
Hardheid	Ingevoegde cellen
	Gesplitste cellen
Jodide	Alle watersoorten
Kationische oppervlakte-actieve stoffen	Alle watersoorten
Kjeldahl-N	Alle watersoorten

Metaal Aluminium (Al)	Alle watersoorten
Metaal Antimoon (Sb)	Alle watersoorten
Metaal Arseen (As)	Alle watersoorten
Metaal Barium (Ba)	Alle watersoorten
Metaal Beryllium (Be)	Alle watersoorten
Metaal Cadmium (Cd)	Alle watersoorten
Metaal Calcium (Ca)	Alle watersoorten
Metaal Chroom (Cr)	Alle watersoorten
Metaal Chroom (VI) (Cr-6)	Alle watersoorten
Metaal IJzer (Fe)	Alle watersoorten
Metaal IJzer (II) (Fe-2)	Alle watersoorten
Metaal Kalium (K)	Alle watersoorten
Metaal Kobalt (Co)	Alle watersoorten
Metaal Koper (Cu)	Alle watersoorten
Metaal Kwik (Hg)	Alle watersoorten
Metaal Lithium (Li)	Alle watersoorten
Metaal Lood (Pb)	Alle watersoorten
Metaal Magnesium (Mg)	Alle watersoorten
Metaal Mangaan (Mn)	Alle watersoorten
Metaal Molybdeen (Mo)	Alle watersoorten
Metaal Natrium (Na)	Alle watersoorten
Metaal Nikkel (Ni)	Alle watersoorten



Metaal—Selen (Se)	Alle watersoorten
Metaal—Tin (Sn)	Alle watersoorten
Metaal—Vanadium (V)	Alle watersoorten
Metaal—Zilver (Ag)	Alle watersoorten
Metaal—Zink (Zn)	Alle watersoorten
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Verwijderde cellen
	Ingevoegde cellen
	Gesplitste cellen
Non-ionische oppervlakte-actieve stoffen	Alle watersoorten
NO ₂ (nitriet)	Afval- en oppervlaktewater
	Alle watersoorten
NO ₃ (nitraat)	Afval- en oppervlaktewater
	Alle watersoorten
NO ₂ (nitriet) plus NO ₃ (nitraat) (som)	Afval- en oppervlaktewater
	Alle watersoorten
N-totaal (stikstof totaal)	Alle watersoorten
Opgeloste bestanddelen	Alle watersoorten
o-PO ₄ (ortho-fosfaat, opgelost)	Alle watersoorten



Zuurstof (opgelost)	Alle watersoorten
	Drink-, grond- en oppervlaktewater

- *1: Indien Wanneer geen voorbehandeling van het watermonster verdacht monster plaatsvindt, dan is de meting het moment van zekerstellen van het gehalte. Dit kan ook gelden voor vluchtige (methylkwik) en of metallisch kwik, dan dient $K_2Cr_2O_7$ (0,05%) toegevoegd te worden.
- *2: Voor grondwater wordt de in het 3^e ontwerp NEN 5744 (2008) vermeld dat voor anorganische Tabel 1 genoemde parameters gefiltreerd moet worden (in het veld onder anaërobe omstandigheden). De opdrachtgever/monsternemer zal zich echter altijd moeten afvragen of filtratie bij monsterneming voor het onderzoek juist wel of juist niet moet plaatsvinden.
- *3: In versie 1.0 van SIKB protocol 3001 is onderzoek van KIWA (validatie in het kader van de uitvoering van ringonderzoeken) gehanteerd om een conserveringstermijn van 8 dagen voor organochloorbestrijdingsmiddelen in drink-, grond- en oppervlaktewater te onderbouwen. Er blijkt geen consensus te zijn over de vraag of een voldoende aantal verschillende monsters was onderzocht. Tevens is er discussie of het in NEN-EN-ISO-5667-3 (2004) gegeven commentaar dat „Bijvoorbeeld voor metalen als geen ontsluiting wordt toegepast of voor bestrijdingsmiddelen de extractie binnen 1 dag uitgevoerd zou moeten worden, relevant is voor organochloorbestrijdingsmiddelen, gezien de bewezen stabiliteit van deze verbindingen in het milieu bij directe injectie HPLC.



In FeNeLab kader is gewerkt aan nadere onderbouwing van de conserveringstermijn van 8 dagen. Uit onderzoekgegevens van grondwater en oppervlaktewater blijkt dat tot aan 7 tot 10 dagen en voor de meeste verbindingen zelfs tot aan 14 dagen (de langst onderzochte termijn), geen aantoonbare afname in concentraties optreedt. Voor afvalwater is het onderzoek nog lopende. Om voorlopig aan gebruikers van dit protocol continuïteit te kunnen bieden in de toe te passen conserveringstermijn, is dit onderdeel vooralsnog ongewijzigd t.o.v. van versies 1.0 en 2.0 van SIKB protocol 3001. Zonodig zal dit in een volgende versie aangepast worden.

*4: De conserveringsmethode is noodzakelijk voor (anaëroob) grondwater. Uit het vermelde onderzoek is gebleken dat deze ook geschikt is voor drink- en oppervlaktewater.

*5: NEN-EN-ISO 5567-3 gaat uit van een analysenorm waarbij uitgeschud wordt in de fles en daarom de fles niet volledig moet worden afgevuld. Indien het laboratorium niet de betreffende analysenorm volgt, kan het t.a.v. het afvullen afwijkende instructies geven aan zijn klanten.

*a: NEN-EN-ISO 5567-3 vermeldt in tabel 1 dat glazen flessen niet met detergent gewassen zouden moeten worden en dat gespoeld moet worden met methanol.

*b: NEN-EN-ISO 5567-3 vermeldt in tabel 1 dat glazen flessen met oplosmiddel gewassen moeten zijn.

*c: NEN-EN-ISO 5567-3 vermeldt in tabel 1 dat flessen zuur gewassen moeten zijn.

*d: NEN-EN-ISO 5567-3 vermeldt in tabel 1 dat glazen flessen niet met detergent gewassen zouden moeten worden.

NEN-EN-ISO 5567-3 geeft in tabel 1 voor een aantal analyses richtlijnen voor de voorbehandeling van de monsterfles (verpakking). Waar dit van toepassing is, is dit in dit SIKB protocol 3001 tabel 1 met een noot (*a, *b, *c of *d) aangegeven, de betreffende noot is hierboven verklaard.

In Nederland wordt bij monsterneming hoofdzakelijk gebruik gemaakt van (wegwerp) flessen die zijn uitgegeven door laboratoria. Zij borgen, zoals NEN-EN-ISO 5567-3 toelaat, dat de uitgegeven flessen geschikt zijn voor verpakking van monsters voor de betreffende analyse. Daarom zijn de genoemde richtlijnen niet in dit SIKB protocol 3001 tabel 1 opgenomen. Monsternemers die eigen flessen toepassen, dienen de geschiktheid van de flessen voor de betreffende analyse zelf te borgen of de richtlijnen uit NEN-EN-ISO 5567-3 tabel 1 te volgen.

Tabel 2 Grond en waterbodem

Parameter	Matrix	Conserverings- termijn (dagen)	Conserveringsmethode	Verpakking	Referentie	Zekerstellen van het gehalte
Aciditeit / alkaliteit	Grond	14	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Meting
	Waterbodem	14	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Bromide (Br)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Chloorbenzenen, mono en di Zie hiervoor: Vluchtige chloorkoolwaterstoffen (CKW)						
Chloorbenzenen, <u>tri</u>	Grond	21	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	SIKB-project 55	Extractie
	Waterbodem	21	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) (PCB, PAH, chloropesticides) / SIKB-project 55	
Chloorbenzenen, tetra, penta en hexa	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	SIKB-project 55	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) (PCB, PAH, chloropesticides) / SIKB-project 55	
Chloride (Cl)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Chloorfenolen	Grond	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	Analoog aan NEN-ISO 18512 (2007)	
Cyanide (vrij, totaal)	Grond	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P * <u>8</u> ₁ of G, gekleurd	NEN-ISO 17380 (2006) en analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Extractie
		28	T <-18 °C en luchtdicht en donker	P	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
	Waterbodem	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
		28	T <-18 °C en luchtdicht en donker	P	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Droge stof * <u>2</u>	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht	P of G	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Aanvang analyse

Parameter	Matrix	Conserverings- termijn (dagen)	Conserveringsmethode	Verpakking	Referentie	Zekerstellen van het gehalte
	Waterbodem	7	T 1-5 °C en luchtdicht	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Extraheerbare organohalogenen verbindingen (EOX)	Grond	7 *6	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Fluoride (F)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G (geen PTFE)	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G (geen PTFE)	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Fosfor totaal	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Geleidbaarheid	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Meting
	Waterbodem	1	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Kjeldahl-N	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) (Total N)	Ontsluiting
	Waterbodem	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Lutum	Grond	Onbeperkt	Geen	P of G	Accreditatieprogramma AP04-SG (2001)	n.v.t.
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) (Particle size distribution)	Meting
Metaal - Chroom (VI) (Cr-6)	Grond	30	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Meting
	Waterbodem	2	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Metaal - Kwik (Hg) totaal (inclusief vluchtig)	Grond	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G <u>of stb</u>	NEN-ISO 18512 (2007)	Ontsluiting
	Waterbodem	4	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Metaal - Kwik (Hg) niet vluchtig	Grond	6 maanden	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	n.v.t.
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Ontsluiting
Metalen exclusief kwik	Grond	6 maanden	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Ontsluiting
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	

Parameter	Matrix	Conserverings- termijn (dagen)	Conserveringsmethode	Verpakking	Referentie	Zekerstellen van het gehalte
Minerale olie	Grond	7 *63	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G of stb *4	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
		28	T <-18 °C en luchtdicht en donker	P of G of stb *4	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
		6 maanden	T <-18 °C	P	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
NO ₃ (nitraat)	Grond	3	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Organotin verbindingen	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Extractie en/of derivatisering
		6 maanden	T <-18 °C en luchtdicht en donker	G	Analoog aan NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
	Waterbodem	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
		6 maanden	T <-18 °C en luchtdicht en donker	G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Organisch stof	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) (Humus)	Aanvang analyse
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) (Total organic carbon)	
Organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) / SIKB-project 55	Extractie
		6 maanden	T -20 -18 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) / SIKB-project 55	
Organofosforbestrijdingsmiddelen (OPB)	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	Extraheer en bewaar bij T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Meting
Organostikstofbestrijdingsmiddelen (ONB)	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	Extraheer en bewaar bij T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	Meting
o-PO ₄ (ortho-fosfaat)	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) (available P)	Extractie
	Waterbodem	2	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	

Parameter	Matrix	Conserverings- termijn (dagen)	Conserveringsmethode	Verpakking	Referentie	Zekerstellen van het gehalte
pH (zuurtegraad), op gedroogd materiaal	Grond	3 jaar	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Meting
	Waterbodem	3 jaar	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	Analoog aan NEN-ISO 18512 (2007)	
pH (zuurtegraad), rechtstreeks op nat materiaal	Grond	7	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Meting
	Waterbodem	1	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Polychloorbifenylen (PCB)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) / SIKB-project 55	Extractie
		6 maanden	T 1-5 <18 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009) / SIKB-project 55	
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK)	Grond	14 *75 (naftaleen 4 dagen)	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) / SIKB-project 55	Extractie
		6 maanden	T -20 <18 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
SO ₄ (sulfaat)	Bodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
TOC (Totaal organisch koolstof)	Grond	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	P of G	NEN-ISO 18512 (2007) (Humus)	Meting
	Waterbodem	28	T 1-5 °C en luchtdicht en donker	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Vluchtige chloorkoolwaterstoffen (CKW)	Grond	4	T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen	P*8 of G of RVS *9Stb	NEN-ISO 18512 (2007)	Extractie
		28	T 1-5°C en donker en methanol	G of stb	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	4	T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	
Vluchtige monocyclische aromaten (o.a. BTEX)	Grond	4	T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen	P*8 of G of RVS *9Stb	NEN-ISO 18512 (2007) / SIKB-project 55	Extractie
		28	T 1-5°C en donker en methanol	G of stb	NEN-ISO 18512 (2007)	
	Waterbodem	4	T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen	G, met PTFE lined dop	NEN-EN-ISO 5667-15 (2009)	

Samengevoegde cellen

Samengevoegde cellen

- ~~*1: In het kader van AP04 onderzoek kan op basis van AP04-V instructieblad V.XI gebruik gemaakt worden van kunststof emmers. Voor ander type onderzoek wordt glas voorgeschreven.~~
- ~~*6*2 Als het droge stof gehalte later dan 7 dagen na monsterneming wordt bepaald, maar binnen 7 dagen van het moment van zekerstellen van de analyses waarvoor het droge stof gehalte voor de berekening van de gehalten wordt gebruikt, dan hoeft geen overschrijding van de conserveringstermijn te worden gemeld.~~
- *3: 28 dagen volgens NEN-ISO 18512 (2007), na chemisch drogen met Na₂SO₄ zoals beschreven in ISO 14507.
- ~~*7*4 De steekbus is als optie alleen van toepassing ingeval van grondonderzoek in het kader van AS3000, niet voor AP04 (bouwstoffengrond).~~
- *5: Gebleken is dat in sommige monsters naftaleen binnen de vermelde conserveringstermijn kan afbreken. Het verdient daarom aanbeveling voor die monsters waarbij verwacht wordt dat naftaleen aanwezig is en het gehalte van naftaleen voor de beoordeling van het resultaat van belang is, het monster binnen 4 dagen na monsterneming voor het laboratorium beschikbaar te maken voor het zekerstellen van het gehalte.
- ~~*8: In het kader van AP04 onderzoek kan op basis van AP04-V instructieblad V.XI gebruik gemaakt worden van kunststof emmers. Voor ander type onderzoek wordt glas voorgeschreven.~~
- ~~*9: RVS is van toepassing in het geval dat er gebruik gemaakt wordt van steekbussen.~~

Tabel 3 Bouwstoffen

Parameter	Matrix	Conserve- ringstermijn (dagen)	Conserveringsmethode	Verpakking	Referentie	Zekerstellen van het gehalte
<u>Parameter</u>	<u>Matrix</u>	<u>Conserverings- termijn (dagen)</u>	<u>Conserveringsmethode</u>	<u>Verpakking</u>	<u>Referentie</u>	<u>Zekerstellen van het gehalte</u>
EOX	Bouwstof (niet zijnde grond)	28	Geen	P of G	SIKB-project 55	Extractie
Minerale olie	Bouwstof (niet zijnde grond)	28	Geen	P of G	SIKB-project 55	Extractie
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK)	Bouwstof (niet zijnde grond)	28	Geen	P of G	SIKB-project 55	Extractie
<u>Vluchtige chloorkoolwaterstoffen (CKW)</u>	<u>Bouwstof (niet zijnde grond)</u>	<u>4</u>	<u>T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen</u>	<u>P of G</u>	<u>NEN-ISO 18512 (2007)</u>	<u>Extractie</u>
<u>Vluchtige monocyclische aromaten (o.a. BTEX)</u>	<u>Bouwstof (niet zijnde grond)</u>	<u>4</u>	<u>T 1-5°C en luchtdicht en donker en volledig afvullen</u>	<u>P of G</u>	<u>NEN-ISO 18512 (2007) / SIKB-project 55</u>	<u>Extractie</u>