

Accreditatieschema

Laboratoriumanalyses voor grond-, waterbodem- en grondwateronderzoek

Protocollen 3210 t/m 3290 (waterbodem)



Versie 4, 03-10-2013

Voorwoord

Deze waterbodemprotocolen zijn een onderdeel van AS SIKB 3000. Hierin worden de eisen per bepaling per protocol vastgelegd waaraan de prestatiekenmerken van de door het laboratorium gekozen bepalingsmethode¹⁾ moeten voldoen.

Zie voor het overzicht van alle protocollen behorend bij AS SIKB 3000 hoofdstuk 1, figuur 1.1.

1) Keuze bepalingsmethode

De keuze van de bepalingsmethode heeft de volgende in afnemende zin weergegeven voorkeur:

- conform een NEN, NEN-EN, NEN-ISO of NEN-EN-ISO norm²⁾;
- conform een ISO norm;
- conform een NEN-norm, bedoeld voor een andere matrix dan waterbodemp, bijvoorbeeld grond of bouw materiaal;
- conform een DIN, ASTM- of EPA-norm;
- conform een gevalideerde methode van een vooraanstaand instituut (bijvoorbeeld RWS Waterdienst, RIVM, RIKILT)
- volgens een gelijkwaardige methode (zie hoofdstuk 3, figuur 3.1 van AS SIKB 3000) aan een hierboven genoemde methode.

2) Literatuur normen

- Voor de referentienormen is gekozen achter de normen op de prestatiebladen jaartal en titel van de norm te beschrijven. Voor de te hanteren versie van de norm wordt verwezen naar paragraaf 1.4 van AS SIKB 3000.
- De algemene normen voor o.a. de validatie zijn uitgebreid opgenomen in paragraaf 1.4 (Normatieve verwijzingen) van AS SIKB 3000.
- De algemene normen voor conservering en monstervoorbehandeling zijn eenmalig beschreven in het hoofdstuk Conservering en monstervoorbehandeling.



Eigendomsrecht

Deze protocollen zijn opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert deze protocollen inhoudelijk. De actuele versie van de protocollen staat op de website van 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 met het doel hieraan rechten te (kunnen) ontnemen.

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 deze protocollen, het bijbehorende accreditatieschema en het gebruik van deze accreditatieregeling.

© Copyright SIKB

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

Bestelwijze

Deze protocollen en het bijbehorende accreditatieschema 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 deze protocollen zijn te verkrijgen bij SIKB. Via 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.

Helpdesk/gebruiksaanwijzing

Voor vragen over inhoud en toepassing van deze protocollen 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.



Inhoudsopgave

Conservering en monstervoorbehandeling	5
Protocol 3210	6
Waterbodem Standaardpakket.....	6
1 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan droge stof in waterbodem.....	7
2 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan organische stof in waterbodem	8
3 Prestatieblad Bepaling van het lutumgehalte in waterbodem	9
4 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem	10
5 Prestatieblad Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in waterbodem	12
6 Prestatieblad Bepaling van minerale olie in waterbodem.....	14
7 Prestatieblad Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in waterbodem	15
Protocol 3220	17
Waterbodem aanvullend I	17
1 Prestatieblad Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem	18
2 Prestatieblad Bepaling van overige organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem	20
Protocol 3230	21
Waterbodem aanvullend II	21
1 Prestatieblad Bepaling van monochloorbenzeen en dichloorbenzenen in waterbodem	22
2 Prestatieblad Bepaling van tri- en tetrachloorbenzenen in waterbodem ..	24
Protocol 3240	26
Waterbodem aanvullend III	26
1 Prestatieblad Bepaling van cyanide in waterbodem	27
2 Prestatieblad Bepaling van chloride in waterbodem	28
3 Prestatieblad Bepaling van pH-H₂O in waterbodem	29
Protocol 3250	30
Waterbodem aanvullend IV	30
1 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem	31
Protocol 3260	33
Waterbodem aanvullend V.....	33
1 Prestatieblad Bepaling van pentachloorfenol in waterbodem	34
2 Prestatieblad Bepaling van organotinverbindingen in waterbodem	35
Protocol 3270	36
Waterbodem aanvullend VI	36
1 Prestatieblad Bepaling van asbest in waterbodem	37
Protocol 3290	39
Waterbodem Onderzoeksprotocol	39
1 Prestatieblad Onderzoeksprotocol voor waterbodem.....	40



Conservering en monstervoorbehandeling

De conservering en monstervoorbehandeling van waterbodemonsters moet worden uitgevoerd conform de onderstaande referentiemethoden.

WERKWIJZE

Alle analyses protocollen 3210, 3220, 3230, 3240, 3250, 3260 en 3290

Conservering	NEN-EN-ISO 5667-15	2009	Water – Monsterneming – Deel 15: Richtlijn voor conservering en behandeling van slib en sedimentmonsters.
	SIKB-protocol 3001	v3, 2009	Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor milieumonsters.
Voorbehandeling	NEN 5719	1999	Bodem – Voorbehandeling van waterbodemonsters.

Bepaling van asbest, protocol 3270

Conservering	NEN 5707 incl. C1	2003 2006	Bodem – Inspectie, monsterneming en analyse van asbest in bodem en partijen grond.
Voorbehandeling	NEN 5707 incl. C1	2003 2006	Bodem – Inspectie, monsterneming en analyse van asbest in bodem en partijen grond.
	NTA 5727	2004	Bodem – Monsterneming en analyse van asbest in waterbodem en baggerspecie.



Protocol 3210

5 Waterbodem Standaardpakket



1 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan droge stof in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN-EN 12880*) 2001 Karakterisering van slib – Bepaling van het droge-stofgehalte en het watergehalte.
NEN 6499 2010 Milieu – Koepelnorm voor de bepaling van het gehalte aan opgeloste en onopgeloste stoffen en droge stof en de gloeiresten daarvan.

5 *) Onder toepassing van NEN 6499, hoofdstuk 6.

Verplichte onderdelen - drogen bij 105 °C ± 5 °C

10 PRESTATIE-EISEN

Droge stof	RG_{geslim}	SRw_{geslim} of $VCr_{w,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
20 - 50 % m/m	n.v.t.	$s_w < 2$ % m/m	<2,5 % m/m	90 - 110 %
50 - 100 % m/m		$vc_w < 2,5$ % (relatief)	<5 % (relatief)	

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.

15



2 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan organische stof in waterbodem

5 WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 5754	2005	Bodem - Bepaling van het gehalte aan organische stof op massabasis in grond en waterbodem volgens de gloeiverliesmethode.
	NEN 6499	2010	Milieu – Koepelnorm voor de bepaling van het gehalte aan opgeloste en onopgeloste stoffen en droge stof en de gloeiresten daarvan.

Verplichte onderdelen

- gloeien bij 550 °C ± 25 °C
- correctie lutumgebonden water en, als het vrij-ijzergehalte boven de 5% is, voor het aan vrij ijzer gebonden water

10 Opmerking: Indien geen lutumbepaling wordt uitgevoerd dan moet bij de berekening van het organisch stof gehalte een correctie worden gedaan met behulp van de mediaanwaarde die bij een onderzoek van de gegevensbestanden van 5 milieulaboratoria is gevonden (lutumgehalte 5.4 %). Dit moet vermeld worden op de rapportage.

PRESTATIE-EISEN

Organische stof	$RG_{geslim}^{1)}$	$SR_{w,geslim}$ of $VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
0 – 5 % m/m	2 % m/m	$s_w < 1$ % m/m	< 1 % m/m	90-110 %
5 – 15 % m/m		$vc_w < 10$ % (relatief)	< 10 % (relatief)	
> 15 % m/m		$vc_w < 8$ % (relatief)	< 8 % (relatief)	

15 ¹⁾ De RG_{geslim} moet worden vastgesteld m.b.v. monstermateriaal met een organisch-stofgehalte van maximaal 2 %.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.

20



3 Prestatieblad Bepaling van het lutumgehalte in waterbodem

Te bepalen fractie: < 2 μm (lutum)

5 WERKWIJZE

Referentiemethode NEN 5753 2006 Bodem – Bepaling van het lutumgehalte en de korrelgrootteverdeling in grond en
incl. C1 2009 waterbodem met behulp van zeef en pipet.

Verplichte onderdelen

- meting op basis van sedimentatie
- verwijderen organische stof met waterstofperoxide
- verwijderen carbonaten (indien aanwezig) met zuur
- verwijderen zouten en controle van deze stap door toetsing van de geleidbaarheid van de bovenstaande (heldere) vloeistof in overeenstemming met NEN 5753
- toevoegen natriumpyrofosfaat
- stel dichtheid bodemdeeltjes op 2650 kg/m³

10 PRESTATIE-EISEN

Minerale fracties op basis van droge stof	RG_{geslim}	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}
lutum (fractie <2 μm)	2 % m/m	< 15 % (relatief)	lutum (<10 % m/m): <30 % lutum (>10 % m/m): <10 %

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.

15



4 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6950	2005	Bodem – Koepelnorm voor de bepaling van geselecteerde elementen in bodem, waterbodem en (zuiverings)slib.
	NEN 6961	2005	Milieu – Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen in water, waterbodem, slib, slibhoudend water, luchtstof, grond en bouwstoffen.
	NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire absorptiespectrometrie (AAS) met vlamtechniek.
	NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
	NEN-EN-ISO 15586	2003	Water - Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek.
	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.
	ISO 22036	2008	Bodem – Bepaling van spoorelementen in bodemextracten met inductief gekoppeld plasma-atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES).

5

Verplichte onderdelen

- ontsluiting met koningswater.
- relatie temperatuur en tijdsduur van de ontsluiting in overeenstemming met NEN 6961
- verhouding zuur en absolute hoeveelheid organische stof in overeenstemming met NEN 6961
- controle spectrale interferenties bij ICP-AES
- controle massa-interferenties bij ICP-MS

PRESTATIE-EISEN

Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	AW OS 10 % lutum 25 %	IW OS 10 % lutum 25 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
barium	7440-39-3			625 ³⁾	20	<10%	<15 %	80-110%
cadmium	7440-43-9	0,35	0,60	14	0,2	<10%	<15 %	80-110%
kobalt	7789-43-7	4,3	15	240	3,0	<10%	<15 %	80-110%
koper	7440-50-8	19,3	40	190	5	<10%	<15 %	80-110%



Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	AW OS 10 % lutum 25 %	IW OS 10 % lutum 25 %	RG_{geslim} ¹⁾	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
kwik, niet vluchtig	7439-97-6	0,10 ²⁾	0,15 ¹⁾	10	0,05	<10%	<15 %	80-110%
lood	7439-92-1	32	50	580	10	<10%	<15 %	80-110%
molybdeen	7439-98-7	1,5	1,5	200	1,5	<10%	<15 %	80-110%
nikkel	7440-02-0	12	35	210	4	<10%	<15 %	80-110%
zink	7440-66-5	59	140	2000	20	<10%	<15 %	80-110%

¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

²⁾ De gegeven waarden gelden voor kwik, in wettelijk kader wordt geen onderscheid gemaakt tussen kwik totaal en kwik niet-vluchtig.

³⁾ In Bijlage B van de Regeling Bodemkwaliteit, update 08-09-2012, is voor barium geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is de Interventiewaarde, gebaseerd op baggerspecie met 10% organische stof, zoals deze geldig was voor de update en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

5

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

10

Elementen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: Alle.



5 Prestatieblad Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	incl. A1	2012	
	NEN 6971	2008	Bodem – Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6976	2008	Bodem – Zuivering met behulp van vaste-fase-extractie voor de bepaling van organische componenten.
	NEN 6977	2008	Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) met hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC).
incl. C1	2010		
NEN-ISO 18287	2006	Bodem – Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) – Gaschromatografische methode met massaspectrometrische detectie (GC-MS).	

5

Verplichte onderdelen

- extractie d.m.v. schudden
- bij HPLC: confirmatie bij één andere golflengte of met één andere detector

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW ¹⁾ OS 2 %	AW ¹⁾ OS 10 %	IW OS 10 %	RG _{geslim} ²⁾	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
naftaleen	91-20-3				0,05	<20%	<25 %	65-110%
fenantreen	85-01-8				0,05	<20%	<25 %	65-110%
antraceen	120-12-7				0,05	<20%	<20 %	75-110%
fluoranteen	206-44-0				0,05	<20%	<20 %	85-110%
benzo(a)antraceen	56-55-3				0,05	<20%	<20 %	85-110%
chryseen	218-01-9				0,05	<20%	<20 %	85-110%
benzo(k)fluoranteen	207-08-9				0,05	<20%	<20 %	85-110%
benzo(a)pyreen	50-32-8				0,05	<20%	<20 %	85-110%
benzo(ghi)peryleen	191-24-2				0,05	<20%	<20 %	85-110%
indeno(1,2,3-cd)pyreen	193-39-5				0,05	<20%	<20 %	85-110%
PAK (som 10)		1,5	1,5	40				

10

¹⁾ Voor PAK vindt bij bodems met organische-stofgehalten tot 10 % geen bodemtypecorrectie plaats.

²⁾ De rapportagegrenzen **RG_{geslim}** gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het



droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

5

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: naftaleen, fenantreen, benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3,cd)pyreen.



6 Prestatieblad Bepaling van minerale olie in waterbodem

5

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	incl. A1	2012	
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6975	2008	Bodem – Zuivering met florisil voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6978	2008	Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan minerale olie met gaschromatografie.
	incl. A1	2012	

- Verplichte onderdelen**
- extractie d.m.v. schudden
 - clean-up met florisil
 - verhouding florisil : volume extract in overeenstemming met NEN 6975
 - opbrengst van tetraline, decaan en 4-cholesten-3-on bij toetsoplossing in overeenstemming met NEN 6975
 - kalibratie met behulp van RIVM-NMi-standaard
 - toetsing indampverliezen en discriminatie van de gaschromatograaf in overeenstemming met NEN 6978
 - correctie gaschromatogram in overeenstemming met NEN 6978/A1
 - meting met behulp van FID

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG_{geslim} ¹⁾	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
Minerale olie		38	190	5000	35	<20%	<20 %	70-110%

10

¹⁾ De rapportagegrens RG_{geslim} geldt voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

15

Validatieonderzoek:

Verouderde van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



7 Prestatieblad Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
incl. A1	6970	2012	
incl. A1	6972	2012	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
incl. C1	6974	2010	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
incl. C1	6980	2010	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
incl. C2		2011	
ISO 10382		2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.

5

Verplichte onderdelen - extractie d.m.v. schudden
 - confirmatie bij gebruik van ECD

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG_{geslim}^1	$VC_{Rw, gesl}$ <i>im</i>	d_{geslim}	TV_{geslim}
PCB 28 (2,4,4'-trichloorbifenylyl)	7012-37-5	0,0003	0,0015		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 52 (2,5,2',5'-tetrachloorbifenylyl)	35693-99-3	0,0004	0,0020		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 101 (2,4,5,2',5'-pentachloorbifenylyl)	37680-37-2	0,0003	0,0015		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 118 (2,4,5,3',4'-pentachloorbifenylyl)	31508-00-6	0,0009	0,0045		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 138 (2,3,4,2',4',5'-hexachloorbifenylyl)	35065-28-2	0,0008	0,0040		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 153 (2,4,5,2',4',5'-hexachloorbifenylyl)	35065-27-1	0,0007	0,0035		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB 180 (2,3,4,5,2',4',5'- heptachloorbifenylyl)	35065-29-3	0,0005	0,0025		0,001	<25%	<20 %	70-110%
PCB (som van 7)		0,004	0,020	1				

10

¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten



kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

5

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: PCB 52, PCB 153. Indien de analyse van PCB's wordt uitgevoerd in combinatie met organochloorbestrijdingsmiddelen (zie protocol 3220) dan volstaat PCB 52.



Protocol 3220

Waterbodem aanvullend I

5



1 Prestatieblad Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	incl. A1	2012	
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6980	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
	incl. C1	2010	
incl. C2	2011		
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.	

5

Verplichte onderdelen - extractie d.m.v. schudden
 - confirmatie bij gebruik van ECD

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
hexachloorbutadieen	87-68-3	0,0006	0,003		0,001	<25%	<25 %	60-110%
pentachloorbenzeen	608-93-5	0,0005	0,0025		0,001	<20%	<25 %	60-110%
hexachloorbenzeen	188-74-1	0,0017	0,0085		0,001	<20%	<25 %	60-110%
chloorbenzenen (som) ²⁾		0,40	2,0	30				
α -HCH	319-84-6	0,0002	0,0010		0,001	<25%	<25 %	60-110%
β -HCH	319-85-7	0,0004	0,0020		0,001	<25%	<25 %	60-110%
γ -HCH	58-89-9	0,0006	0,0030		0,001	<25%	<25 %	60-110%
HCH-verbindingen (som) ³⁾		0,002	0,010	2				
aldrin	390-00-2	0,00016	0,00080		0,001	<25%	<25 %	60-110%
dieldrin	60-57-1	0,0016	0,0080		0,001	<25%	<20 %	70-110%
endrin	72-20-8	0,0007	0,0035		0,001	<25%	<20 %	70-110%
drins (som)		0,003	0,015	4				
isodrin	465-73-6	0,0002	0,0010		0,001	<25%	<20 %	70-110%
telodrin	297-78-6	0,0001	0,00050		0,001	<25%	<20 %	70-110%



Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG_{geslim} ¹⁾	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	Tv_{geslim}
o,p'-DDD	53-19-0				0,001	<25%	<20 %	75-110%
p,p'-DDD	72-54-8				0,001	<25%	<20 %	75-110%
DDD (som)		0,004	0,020					
o,p'-DDE	3424-82-6				0,001	<25%	<20 %	75-110%
p,p'-DDE	72-54-9				0,001	<25%	<20 %	75-110%
DDE (som)		0,02	0,10					
o,p'-DDT	784-02-6				0,001	<25%	<20 %	75-110%
p,p'-DDT	50-29-3				0,001	<25%	<20 %	75-110%
DDT (som)		0,04	0,20					
DDT/DDE/DDD (som)		0,06	0,30	4				
heptachloor	76-44-8	0,00014	0,00070	4	0,001	<25%	<20 %	70-110%
α -endosulfan	959-98-7	0,00018	0,00090	4	0,001	<25%	<25 %	60-110%
cis-heptachloorepoxide	1024-57-3				0,001	<25%	<20 %	70-110%
trans-heptachloorepoxide	28044-83-9				0,001	<25%	<20 %	70-110%
heptachloorepoxide (som)		0,0004	0,0020	4				
cis-chloordaan	5103-71-9				0,001	<25%	<20 %	70-110%
trans-chloordaan	5103-74-2				0,001	<25%	<20 %	70-110%
chloordaan (som)		0,0004	0,0020	4				

¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

²⁾ De som chloorbenzenen omvat: monochloorbenzenen, dichloorbenzenen, trichloorbenzenen, tetrachloorbenzenen, pentachloorbenzenen en hexachloorbenzenen. Zie voor de niet in dit protocol genoemde chloorbenzenen protocol 3230.

³⁾ De som HCH-verbindingen omvat: α -HCH, β -HCH, γ -HCH en δ -HCH. Zie voor de niet in dit protocol genoemde HCH-verbindingen prestatieblad 2 van dit protocol.

5

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

10

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: α -endosulfan, α -HCH, β -HCH, hexachloorbenzenen.



2 Prestatieblad Bepaling van overige organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en
	incl. A1	2012	bouwstof(grond).
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6980	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB),
	incl. C1	2010	polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
incl. C2	2011		
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invandetectie.	

5

Verplichte onderdelen - extractie d.m.v. schudden
 - confirmatie bij gebruik van ECD

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
δ-HCH	319-86-8				0,001	<25%	<25 %	60-110%
HCH-verbindingen (som) ²⁾		0,002	0,010	2				
endosulfansulfaat	1031-07-8				0,002	<25%	<25 %	60-110%

10 ¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

²⁾ De som HCH-verbindingen omvat: α-HCH, β-HCH, γ-HCH en δ-HCH. Zie voor de niet in dit protocol genoemde HCH-verbindingen prestatieblad 1 van dit protocol.

15 Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle.



Protocol 3230

5 Waterbodem aanvullend II



1 Prestatieblad Bepaling van monochloorbenzeen en dichloorbenzenen in waterbodem

5

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970 incl. A1 NEN 6971 incl. C1 NEN 6973 NEN 6981	2008 2012 2008 2010 2008 2008	<p>Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).</p> <p>Bodem - Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.</p> <p>Bodem - Methanolextractie voor de bepaling van organische componenten.</p> <p>Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van vluchtige aromatische koolwaterstoffen (VAK) en vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen (HKW) met behulp van gaschromatografie.</p> <p>Bodem en water - Bepaling van vluchtige organische verbindingen met GC-MS.</p> <p>Bodem - Gaschromatografische bepaling van vluchtige aromatische en gehalogeneerde koolwaterstoffen en geselecteerde ethers - Statische 'headspace' methode.</p> <p>Bodem - Gaschromatografische bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen, naftaleen en vluchtige halogeneerde koolwaterstoffen;"Purge-and-trap"-methode met thermische desorptie.</p>
	NVN 6983	2008 2013	
	NEN-EN-ISO 22155		
	ISO 15009	2002	

Verplichte onderdelen - confirmatie bij gebruik van FID/ECD

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG _{geslim} ¹⁾	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
monochloorbenzeen	108-90-7	0,04	0,20		0,04	<15%	<20 %	85-110%
1,2-dichloorbenzeen	95-50-1				0,10	<15%	<20 %	85-110%
1,3-dichloorbenzeen	541-73-1				0,10	<15%	<20 %	85-110%
1,4-dichloorbenzeen	106-46-7				0,10	<15%	<20 %	85-110%
dichloorbenzenen (som)		0,4	2,0					
chloorbenzenen (som) ²⁾		0,40	2,0	30				

10

¹⁾ De rapportagegrenzen **RG_{geslim}** gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere of hogere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere of lagere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

²⁾ De som chloorbenzenen omvat: monochloorbenzeen, dichloorbenzenen, trichloorbenzenen, tetrachloorbenzenen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzenen. Zie voor de niet in dit protocol genoemde chloorbenzenen protocol 3220.

15

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.



5

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: monochloorbenzeen, een van de trichloorbenzenen (mits deze volgens dit prestatieblad worden geanalyseerd).



2 Prestatieblad Bepaling van tri- en tetrachloorbenzenen in waterbodem

De bepaling van trichloorbenzenen volgens dit prestatieblad is optioneel. Deze bepaling kan ook worden uitgevoerd volgens prestatieblad 1 van dit protocol, mits de prestatiekenmerken voldoen aan de eisen zoals gesteld in dit prestatieblad.

5

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN	Jaar	Beschrijving
NEN 6970 incl. A1	2008 2012	2008	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
NEN 6972 incl. A1	2008 2012	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6974 incl. C1	2008 2010	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6980 incl. C1 incl. C2	2008 2010 2011	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
ISO 10382	2002	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.

Verplichte onderdelen

- extractie d.m.v. schudden
- confirmatie bij gebruik van ECD

10

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG _{geslim} ¹⁾	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
1,2,3-trichloorbenzeen	87-61-6				0,001	<20%	<25 %	60-110%
1,2,4-trichloorbenzeen	120-82-1				0,001	<20%	<25 %	60-110%
1,3,5-trichloorbenzeen	108-70-3				0,001	<20%	<25 %	60-110%
trichloorbenzenen (som)		0,003	0,015					
1,2,3,4-tetrachloorbenzeen	634-66-2				0,001	<20%	<25 %	60-110%
1,2,3,5-tetrachloorbenzeen	634-90-2				som	<20%	<25 %	60-110%
1,2,4,5-tetrachloorbenzeen	95-94-3				0,002 ²⁾	<20%	<25 %	60-110%
tetrachloorbenzenen (som)		0,0018	0,0090					
chlorbenzenen (som) ³⁾		0,40	2,0	30				

¹⁾ De rapportagegrenzen **RG_{geslim}** gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere of hogere droge-stofgehalten



- kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere of lagere rapportagegrenzen worden gehanteerd.
- 2) Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse mogelijk samen. In dat geval wordt het totaal van beide verbindingen gerapporteerd.
- 3) De som chloorbenzenen omvat: monochloorbenzeen, dichloorbenzenen, trichloorbenzenen, tetrachloorbenzenen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzenen. Zie voor de niet in dit protocol genoemde chloorbenzenen protocol 3220.

5

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

10

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: een van de trichloorbenzenen (mits deze volgens dit prestatieblad worden geanalyseerd), een van de tetrachloorbenzenen.



Protocol 3240

5 Waterbodem aanvullend III



1 Prestatieblad Bepaling van cyanide in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN-EN-ISO 2013 Bodem - Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan eenvoudig vrij te maken cyanide - Continue doorstroomanalyse.

5

Verplichte onderdelen

- extractie conform NEN-EN-ISO 17380*)
- extractieduur
- UV-B lamp en de ontsluitingsspiraal (borosilicaatglas)

*) Waterbodem behoort niet tot het toepassingsgebied van de referentiemethode. Om praktische redenen geldt, in aanvulling op de methodebepaaldheid van de extractiemethode, dat de extractie zoals beschreven in de referentiemethode wordt uitgevoerd met ca. 40 g monster op basis van het veldvochtige materiaal.

10

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	AW	IW	RG_{geslim} ¹⁾	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
Cyanide (vrij)	3,0	20	2	< 15 %	<15 % ²⁾	<ul style="list-style-type: none"> • van $K_3Fe(CN)_6$: <5 % • van thiocynaat: <2 µg/l uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN • van KCN: 80-110% in matrix met <2 % organische stof >30 % in matrix met >10 % organische stof
Cyanide (totaal)			3	< 15 %	<15 % ³⁾	<ul style="list-style-type: none"> • van $K_3Fe(CN)_6$: 80-110% • van thiocynaat: <10 µg/l uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN
Cyanide (complex)	5,5	50				



15

¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 80 % of hoger. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

²⁾ In combinatie met TV_{geslim} voor $K_3Fe(CN)_6$ en voor thiocynaat.

³⁾ In combinatie met TV_{geslim} voor thiocynaat.

20

Validatieonderzoek:

Cyanide (totaal): veroudering van geadderde monsters moet worden toegepast.

Cyanide (vrij): veroudering van geadderde monsters is niet van toepassing.

2 Prestatieblad Bepaling van chloride in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode			
NEN-EN-ISO 10304-1 (meting)	2009	Water - Bepaling van opgeloste anionen met vloeistofionchromatografie – Deel 1: Bepaling van bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, fosfaat en sulfaat.	
NEN-EN-ISO 15682 (meting)	2001	Water – Bepaling van het gehalte aan chloride met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en fotometrische of potentiometrische detectie.	
NEN 6604	2007	Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie.	

5

- Verplichte onderdelen**
- extractie met water, werkwijze: ca. 10 gram monster wordt gesuspenseerd in 100 ml demiwater. De suspensie wordt gedurende 1 uur geschud en vervolgens gefiltreerd over een vouwfilter. Het filtraat wordt geanalyseerd.
 - Bij toepassing van fotometrische of potentiometrische methode:
 - controle op interferentie

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	AW	IW	RG _{geslim} ¹⁾	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
Chloride	200 ²⁾	-	150	< 7,5 %	<10 %	90 – 110 %

- 10
- ¹⁾ De rapportagegrens **RG_{geslim}** geldt voor monsters met een droge-stofgehalte van 80 % of hoger. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.
- ²⁾ Deze achtergrondwaarde geldt alleen voor de toepassing van zeezand in zoete oppervlaktewaterlichamen.

Validatieonderzoek:

- 15 Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



3 Prestatieblad Bepaling van pH-H₂O in waterbodem

WERKWIJZE

5

Referentiemethode NEN-ISO 10390 2005 Bodem – Bepaling van de pH-waarde.

Verplichte onderdelen

- drogen monster bij 40 °C
- verhouding monster : extractiemiddel
- geleidbaarheid extractiemiddel water <0,2 mS/m
- extractieduur en wachttijd
- pH-meting m.b.v. potentiometrie

PRESTATIE-EISEN

pH-H ₂ O	<i>RG_{geslim}</i>	<i>SRw,geslim</i>	<i>d_{geslim}</i>
pH < 7,00	n.v.t.	< 0,15	<0,4
7,00 < pH < 7,50		< 0,20	
7,50 < pH < 8,00		< 0,30	
pH > 8,00		< 0,40	

10



Protocol 3250

5 Waterbodem aanvullend IV



1 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode

NEN 6950	2005	Bodem – Koepelnorm voor de bepaling van geselecteerde elementen in bodem, waterbodem en (zuiverings)slib.
NEN 6961	2005	Milieu – Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen in water, waterbodem, slib, slibhoudend water, luchtstof, grond en bouwstoffen.
NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire absorptiespectrometrie (AAS) met vlamtechniek.
NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
NEN-EN-ISO 11969	1997	Water - Bepaling van het arseengehalte – Methode met atomaire absorptiespectrometrie (hydridetechniek).
NEN-EN-ISO 15586	2003	Water - Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek.
NEN-EN-ISO 17294-2	2004	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma (ICP-MS) - Deel 2: Bepaling van 62 elementen.
ISO 22036	2008	Bodem – Bepaling van spoorelementen in bodemextracten met inductief gekoppeld plasma-atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES).

5

Verplichte onderdelen

- ontsluiting met koningswater.
- relatie temperatuur en tijdsduur van de ontsluiting in overeenstemming met NEN 6961
- verhouding zuur en absolute hoeveelheid organische stof in overeenstemming met NEN 6961
- controle spectrale interferenties bij ICP-AES
- controle massa-interferenties bij ICP-MS



PRESTATIE-EISEN

Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	AW OS 10 % lutum 25 %	IW OS 10 % lutum 25 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
antimoon	7440-36-0	4	4	15	1,5	<10%	<15 %	80-110%
arseen	7440-38-2	11,4	20	85	4	<10%	<15 %	80-110%
chrom	7440-47-3	30	55	380	10	<10%	<15 %	80-110%
tin	7440-31-5	1,8	6,5	900 ²⁾	1,5	<10%	<15 %	80-110%
vanadium	7440-62-2	27	80	250 ²⁾	10	<10%	<15 %	80-110%

- 1) De rapportagegrenzen **RG_{geslim}** gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.
- 2) In Bijlage B van de Regeling Bodemkwaliteit, update 08-09-2012, is voor dit element als zodanig geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is de Maximale waarde bodemfunctieklassse Industrie, gebaseerd op baggerspecie met 10% organische stof en 25% lutum (zie Bijlage B Regeling Bodemkwaliteit) en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

5

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

10

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle.



Protocol 3260

5 Waterbodem aanvullend V



1 Prestatieblad Bepaling van pentachloorfenol in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN-ISO 14154 2005 Bodem - Bepaling van geselecteerde chloorfenolen - Gaschromatografische methode.

5

Verplichte onderdelen - bij toepassing gaschromatografie: gebruik van geëxtraheerde en gederivatiseerde kalibratiemonsters

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	Tv_{geslim}
pentachloorfenol	87-86-5	0,0006	0,0030	5	0,003	<20%	<20 %	70-110%

10

¹⁾ De rapportagegrens RG_{geslim} geldt voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

15



2 Prestatieblad Bepaling van organotinverbindingen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode

NEN-EN-ISO 2011 Bodem – Bepaling van geselecteerde organotinverbindingen –
 23161 Gaschromatografische methode.

5

Verplichte onderdelen

- bij toepassing derivatisering: opzuivering van het extract
- bij toepassing derivatisering: toepassing van kalibratiestandaarden die het gehele analyseproces doorlopen

PRESTATIE-EISEN

Component (mgSn/kg.ds) ¹⁾	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	RG _{geslim} ²⁾	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	Tv _{geslim}
tributyltinverbindingen (TBT)	36643-28-4	0,013	0,065	-	0,004	<25%	<30 %	50-120%
trifenylninverbindingen (TFT)			-	-	0,004	<25%	<30 %	50-120%
organotinverbindingen (som)		0,03	0,15	2,5 ³⁾				

¹⁾ Toetsingswaarden voor organotinverbindingen zijn uitgedrukt in mgSn/kgds, tenzij anders aangegeven.

²⁾ De rapportagegrenzen **RG_{geslim}** gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.

³⁾ Voor deze toetsingswaarde is de eenheid: mg/kgds aan organotinverbindingen (som). Het gehalte in mg/kgds aan organotinverbindingen (som) kan uit de individuele gehalten (in mgSn/kgds) worden berekend volgens:
 Gehalte organotinverbindingen (som) (in mg/kgds) = 2,44 x gehalte TBT (in mgSn/kgds) + 2,95 x gehalte TFT (in mgSn/kgds)

10

15

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle.

20



Protocol 3270

Waterbodem aanvullend VI

5



1 Prestatieblad Bepaling van asbest in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 5707	2003	Bodem – Inspectie, monsterneming en analyse van asbest in bodem en partijen grond.
	incl. C1	2006	
	NTA 5727	2004	Bodem – Monsterneming en analyse van asbest in waterbodem en baggerspecie.
	NEN 5896	2003	Kwalitatieve analyse van asbest in materialen met polarisatiemicroscopie.*)

5 *) Alleen voor identificatie van asbestdelen.

- Verplichte onderdelen**
- nat zeven klei-, kleiachtige en veenmonsters
 - minimaal te onderzoeken deelfracties (% m/m) van zeeffracties
 - verassen van de zeeffractie <500 µm, indien deze wordt geanalyseerd
 - constante temperatuur in het microscopielaboratorium, die ligt tussen 19 °C en 25 °C

PRESTATIE-EISEN

Asbesttype (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW OS 2 % lutum 2 %	BG _{geslim}	IW OS 10 % lutum 25 %	RSD _{geslim} *)	Tv _{geslim}
Chrysotiel	12001-29-5	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	70 – 110 % ⁴⁾
Crocidoliet	12001-28-4	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	70 – 110 % ⁴⁾
Amosiet	12172-73-5	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	70 – 110 % ⁴⁾
Vezelvormig anthophylliet	77536-67-5	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	
Vezelvormig actinoliet	77536-66-4	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	
Vezelvormig tremoliet	77536-68-6	- ¹⁾	3 ³⁾	100 ²⁾	<7,5 %	

10 *) RSD: de (pseudo) herhaalbaarheid, conform NEN 5707, Bijlage D, § 1.2, vastgesteld d.m.v. herhaalde analyse, door verschillende analisten, van de zeeffracties van een voorbehandeld monster. Hierbij wordt na elke analyse de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd.

Opmerkingen:

- 15
- 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). Deze waarde is tevens de Maximale waarde voor functieklasse wonen en functieklasse industrie (zie Bijlage B Regeling Bodemkwaliteit).
 - 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 2-4 mm wordt onderzocht.
 - 20 4) De geschatte limietwaarden voor de terugvinding gelden voor hechtgebonden asbest.



Eerstelijnscontrole:

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:

5

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 moegen er niet toe mogen 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.

10

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

De eerstelijnscontrole mag, als ook grondmonsters worden geanalyseerd, als één controle worden uitgevoerd met de eerstelijnscontrole voor grond (zie protocol 3070).

15

Tweedelijnscontrole:

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.

20

De tweedelijnscontrole wordt uitgevoerd voor de asbesttypen chrysotiel, amosiet en crocidoliet. De additie moet worden uitgevoerd door een derde persoon (niet zijnde één van de uitvoerenden van de analyse). De asbesttypen chrysotiel, crocidoliet en amosiet moeten elk minimaal één keer per jaar in de tweedelijnscontrole zijn betrokken. De tweedelijnscontrole mag, als ook grondmonsters worden geanalyseerd, als één controle worden uitgevoerd met de tweedelijnscontrole voor grond (zie protocol 3070).

25

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



Protocol 3290

Waterbodem Onderzoeksprotocol

5



1 Prestatieblad Onderzoeksprotocol voor waterbodem

5 Het onderzoeksprotocol geldt voor alle parameters die niet in het Accreditatieprogramma AS SIKB 3000 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 AS SIKB 3000 te geschieden.

Keuze van een verrichting

10

Een verrichting die onder het Onderzoeksprotocol wordt uitgevoerd dient aan de onderstaande criteria te voldoen.

PRESTATIE-EISEN

Component	RG_{geslim} OS 2 % lutum 2 %	RG_{geslim} OS 10 % lutum 25 %	$VC_{Rw,geslim}$	Tv_{geslim}	d_{geslim}	Meetbereik
Organische verbinding	Achtergrondwaarde bij OS 2 % en lutum 2 %	Achtergrondwaarde bij OS 10 %	<25%	50-110%	<30%	Tot interventiewaarde
Anorganische verbinding	Achtergrondwaarde OS 2 % en lutum 2 %	Achtergrondwaarde OS 10 % en lutum 25 %	<20%	70-110%	<20%	Tot interventiewaarde



15

Juistheid:

Indien juistheid wordt vastgesteld in plaats van terugvinding: zie de prestatie-eis in AS SIKB 3000, paragraaf 3.2.2.

Keuze bepalingmethode

20

De keuze van de bepalingmethode heeft de volgende in afnemende zin weergegeven voorkeur:

- 25
- conform een NEN, NEN-EN, NEN-ISO of NEN-EN-ISO norm²⁾;
 - conform een ISO norm;
 - conform een NEN-norm, bedoeld voor een andere matrix dan waterbodem, bijvoorbeeld grond of (zuiverings)slib;
 - conform een DIN, ASTM- of EPA-norm;
 - conform een gevalideerde methode van een vooraanstaand instituut (bijvoorbeeld RWS Waterdienst, RIVM, RIKILT)
 - volgens een gelijkwaardige methode (zie hoofdstuk 3, figuur 3.1 van AS SIKB 3000) aan een hierboven genoemde methode.
 - conform een EPA-norm; indien deze de gewenste prestatiekenmerken bezit.
- 30
- een "eigen" meetmethode (literatuuronderzoek) die aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen.

Indien er geen verrichting aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen mag een verrichting met mindere prestatiekenmerken t.a.v. reproduceerbaarheid ($\max v_{CW,geslim}$) worden toegepast. Bij een reproduceerbaarheid $> v_{CW,geslim}$ dient de verrichting in duplo te worden uitgevoerd.

5 **Validatie van de niet-voorgeschreven verrichting**

De verrichting wordt gevalideerd volgens de in hoofdstuk 3 van AS SIKB 3000 gegeven procedures. In het validatie-onderzoek dient het meetbereik, de aantoonbaarheidsgrens, de terugvinding en de reproduceerbaarheid te worden vastgesteld.

10 Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast, behoudens wanneer als het kookpunt van de te valideren verbindingen <300 °C is.

Kwaliteitsborging van de niet-voorgeschreven verrichting

De verrichting wordt de kwaliteitsborging conform paragraaf 3.3 (AS SIKB 3000) uitgevoerd.

15

