

Validatie van conserveringstermijn van nitriet en nitraat+nitriet in oppervlaktewater en afvalwater

**Waterschap Groot Salland
Oktober 2003**

INHOUDSOPGAVE

	Pagina
1. Samenvatting	3
2. Inleiding	4
3. Beschrijving proefopzet	5
4. Beschrijving monsters	5
5. Beschrijving methode	6
6. Resultaten	7
7. Conclusie	7
8. Bijlagen	
• 8.1. Validatiegegevens.	
• 8.2. Herhaalbaarheids(homogeniteit)onderzoek, dag 0.	
• 8.3. Resultaten nitriet, september 2003.	
• 8.4. Verwerking nitriet, september 2003.	
• 8.5. Resultaten nitriet, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	
• 8.6. Verwerking nitriet, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	
• 8.7. Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003.	
• 8.8. Verwerking nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003.	
• 8.9. Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	
• 8.10. Verwerking nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	
• 8.11. Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003.	
• 8.12. Verwerking nitraat+nitriet; serie 2, september 2003.	
• 8.13. Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	
• 8.14. Verwerking nitraat+nitriet; serie 2, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.	

1. SAMENVATTING

Dit rapport bevat de validatie van de conserveringstermijnen van nitriet en nitraat+nitriet in oppervlakte- en afvalwater. De validatie is uitgevoerd volgens het "onderzoeksprogramma van validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters", SIKB project 55 april 2003.

Naast het reguliere onderzoek, zoals vastgelegd in bovenstaand protocol, is aanvullend onderzoek uitgevoerd. Dit onderzoek bestaat uit het meten van het op dag 0 gefiltreerde monster op alle dagen, zoals genoemd in het protocol (0, 1, 2, 4, 7, 14, 21 en 28 dagen), met als doel de conserveringstermijn mogelijk te verlengen op basis van de bij deze procedure verkregen resultaten.

Uit de verkregen resultaten volgens het protocol van het onderzoeksprogramma kan voor nitriet de conclusie worden getrokken, dat de conserveringstermijn niet kan worden verlengd. Voor nitraat+nitriet kan de conclusie worden getrokken, dat de conserveringstermijn afhankelijk is van het watertype. Voor oppervlaktewatermonsters is in de meeste gevallen een conserveringstermijn van 14 dagen haalbaar, voor bepaalde types afvalwater is dit korter.

Aanvullend onderzoek heeft de volgende (belangrijke) informatie opgeleverd:

- * de conserveringstermijn kan voor nitriet worden verlengd naar 4 en mogelijk 7 dagen.
- * voor nitraat+nitriet is in de meeste gevallen een nog langere termijn dan 14 dagen mogelijk.

2. INLEIDING

Een deel van de in normen beschreven conserveringstermijnen zijn niet op basis van onderzoek vastgesteld. Er is voor dit onderzoek een lijst opgesteld van analyses met een korte conserveringstermijn en analyses die onderdeel zijn van onderzoeken waarbij de gevolgen groot zijn als een nieuw monster moet worden genomen indien de conserveringstermijn wordt overschreden (bijvoorbeeld AP04 onderzoeken). Door FeNeLab-leden zijn onder projectleiding van SIKB aan een tiental analyse/matrixcombinaties onderzoek verricht naar de lengte van de conserveringstermijn. De opzet van het onderzoek is globaal vastgelegd in het onderzoeksprogramma "Validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" (SIKB project 55, april 2003). De verwachting is dat voor een aantal analyse/matrixcombinaties langere conserveringstermijnen haalbaar zijn op basis van dit onderzoek.

Dit rapport bevat de resultaten van het onderzoek naar de lengte van de conserveringstermijn van nitriet en nitraat+nitriet in oppervlakte- en afvalwater. De uitkomsten worden door het Centraal College van Deskundigen Bodembeheer van SIKB voorgelegd ten behoeve van de besluitvorming aangaande de lengte van de conserveringstermijn, zoals vastgelegd (ontwerp-)SIKB-protocol 3001 "[conserveringsmethoden en conserveringstermijn van milieumonsters](#)".

3. BESCHRIJVING PROEFOPZET

De beschrijving van de proefopzet is vastgelegd in het SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters", SIKB project 55 Versie 1, 02-05-2003. In het SIKB document zijn richtlijnen aangegeven ten aanzien van de concentratieniveaus voor de in behandeling te nemen monsters voor dit validatie onderzoek. In de praktijk is echter gebleken, dat hier niet altijd aan kan worden voldaan. In de bijeenkomst op 29 augustus 2003 is dit probleem door meerdere deelnemers naar voren gebracht. Tijdens dit overleg is afgesproken, dat (mede gezien de tijdsdruk) het onderzoek zou worden voortgezet ook al voldeden (enkele) monsters niet aan het concentratieniveau, zoals deze was voorgesteld in het onderzoeksprogramma.

Naast het uit te voeren onderzoek, zoals vastgelegd in het onderzoeksprogramma, is er voor deze parameters aanvullend onderzoek uitgevoerd. Het aanvullend onderzoek bestaat uit het meten van de op dag nul gefiltreerde monsters op alle andere meetdagen van het onderzoeksprotocol, met als doel de conserveringstermijn mogelijk te verlengen op basis van de bij deze procedure verkregen resultaten.

4. BESCHRIJVING MONSTERS

In de beschrijving van het onderzoeksprogramma is opgenomen, dat er 4 monstertypen water zijn te onderscheiden; het heeft de voorkeur, dat al deze verschillende watertypen in het onderzoek worden opgenomen. Tevens moeten er minimaal 6 verschillende monsters in het validatie-onderzoek worden geanalyseerd. De analyses voor nitriet en nitraat+nitriet zijn uitgevoerd in 3 van de 4 genoemde monstertypen. Onderzoek in grondwater/eluaat is niet uitgevoerd. De in bewerking genomen monsters staan voor de analyse van nitriet (september 2003) vermeld in **tabel 1** en voor nitraat+nitriet in **tabel 2** (mei 2003) en **tabel 3** (september 2003).

Tabel 1. In onderzoek genomen monsters voor analyse van nitriet, september 2003.

	Monsterscode	Monstertype	Herkomst
A	0004013	Oppervlaktewater	Kavelsloot H deVriesweg
B	11cas13o/brij0asa; 1:1	Opp.-/afvalwater	Mengsel Buitenvaart III/IBA
C	ddek0asa/SHAR Zwolle; 1:5	Afvalwater	Mengsel IBA/afvalwater zuivering
D	brij0asa/SHAR Zwolle; 1:4	Afvalwater	Mengsel IBA/afvalwater zuivering
E	56efrdkr	Effluent	Effluent zuivering Kampen
F	vijzwexa	Afvalwater	Afvalwater

Tabel 2. In onderzoek genomen monsters voor analyse van nitraat+nitriet, mei 2003.

	Monsterscode	Monstertype	Herkomst
A	10318xhr	Effluent	Effluent zuivering Apeldoorn
B	obr000go	Oppervlaktewater	Gemaal Buiten Reeve
C	ybk000go	Oppervlaktewater	Basiskanaal Deventer, Ankersmit
D	qbw990bo	Oppervlaktewater	Bisschopwetering, Lutterzijl
E	rho300go	Oppervlaktewater	Hondemotswetering, ov N48
F	qht990ho	Oppervlaktewater	Hoofdtocht Koekoekspad, Lutterzijl

Tabel 3. In onderzoek genomen monsters voor analyse van nitraat+nitriet, september 2003.

	Monsterscode	Monstertype	Herkomst
G	ddek0asa/SHAR Zwolle; 1:5	Afvalwater	Mengsel IBA/afvalwater zuivering
H	brij0asa/SHAR Zwolle; 1:4	Afvalwater	Mengsel IBA/afvalwater zuivering
I	56efrdkr	Effluent	Effluent zuivering Kampen
J	57efrdkr	Effluent	Effluent zuivering Zwolle

5. BESCHRIJVING METHODE

De analyses van nitraat+nitriet en nitriet zijn uitgevoerd volgens de WGS voorschriften A034 en A035. Deze voorschriften beschrijven de fotometrische analyse van nitriet en nitraat+nitriet m.b.v. een doorstroomanalysestelsel en zijn gelijkwaardig aan NEN-EN-ISO 13395, 1997. De analyses zijn geaccrediteerd door de RvA.; het laboratorium van het Waterschap Groot Salland is bij de RvA geregistreerd onder nummer L 230 (Tabel 4.).

Tabel 4. Bijlage bij NEN-EN-ISO/IEC 17025 accreditatie-certificaat

Nummer: **L 230**

Waterschap Groot Salland
Afdeling Laboratorium
Zwolle

Geldig van: **06-01-2003** tot **20-02-2005**

Met wijzigingen d.d. 29-09-2003

Nr.	Materiaal of product	Verrichting / Onderzoeksmethode	Intern referentienummer
Anorganisch: algemeen			
11	Oppervlakte- en afvalwater	Bepalen van de som van opgelost nitraat en nitriet m.b.v. doorstroomanalysestelsel, fotometrisch	A034 gelijkwaardig aan NEN-EN-ISO 13395:1997
12		Bepalen van opgelost nitriet m.b.v. doorstroomanalysestelsel, fotometrisch	A035 gelijkwaardig aan NEN-EN-ISO 13395:1997

6. RESULTATEN

In de bijgevoegde bijlagen 8.1. t/m 8.14. zijn de analyseresultaten verwerkt. De evaluatie van de resultaten is niet op basis van de RSD van het homogeniteitonderzoek uitgevoerd zoals afgesproken in de vergadering van 29-08-2003, maar op basis van de RSD van de controlekaarten (validatie); deze methode sluit beter aan op de praktijk.

Uitspraken van de resultaten zijn gebaseerd op het criterium $-2 \leq Z \leq 2$.

7. CONCLUSIE

Op basis van de verkregen resultaten, volgens het onderzoeksprogramma, kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

- de conserveringstermijn kan voor nitriet niet worden verlengd.
- de conserveringstermijn voor nitraat+nitriet kan voor oppervlaktewater langer (14 dagen), maar is voor afvalwater sterk afhankelijk van het type water.

Op basis van de verkregen resultaten, volgens het aanvullende onderzoek, kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

- de conserveringstermijn voor nitriet kan worden verlengd naar (minimaal) 4 dagen en mogelijk (nader onderzoek) naar 7 dagen.
- de conserveringstermijn voor nitraat+nitriet kan voor oppervlakte- en afvalwater worden verlengd naar 14 dagen.

8. BIJLAGEN

- **8.1.** Validatiegegevens.
- **8.2.** Herhaalbaarheids(homogeniteit)onderzoek, dag 0.
- **8.3.** Resultaten nitriet, september 2003.
- **8.4.** Verwerking nitriet, september 2003.
- **8.5.** Resultaten nitriet, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.
- **8.6.** Verwerking nitriet, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.
- **8.7.** Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003.
- **8.8.** Verwerking nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003.
- **8.9.** Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.
- **8.10.** Verwerking nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.
- **8.11.** Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003.
- **8.12.** Verwerking nitraat+nitriet; serie 2, september 2003.
- **8.13.** Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.
- **8.14.** Verwerking nitraat+nitriet; serie 2, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.

8.1. Validatiegegevens.

NITRAAT + NITRIET vlg. NEN-EN-ISO 13395, 1997																					
MATRIX	Herhaalbaarheid laag niveau									Herhaalbaarheid hoog niveau					Reproduceerbaarheid						
	n	gem	sd	rsd (%)	r (2,8*sd)	aant.grens (3*sd)	bep.grens (10*sd)	rapportagegrens	n	gem	sd	rsd (%)	r (2,8*sd)	n	gem	sd	rsd (%)	R (2,8*sd)	terugvinding (%)	sd terugvinding	rsd (%) terugvinding
Oppervlaktewater	10	0,074	0,0031	4,19	0,01	0,009	0,03	0,05	10	6,61	0,044	0,67	0,12	10	6,54	0,087	1,33	0,24	101	2,62	2,59
Afvalwater	10	0,071	0,0040	5,63	0,01	0,012	0,04	0,05	10	9,00	0,069	0,77	0,19	10	6,65	0,089	1,34	0,25	103	3,70	3,60

NITRIET vlg. NEN-EN-ISO 13395, 1997																					
MATRIX	Herhaalbaarheid laag niveau									Herhaalbaarheid hoog niveau					Reproduceerbaarheid						
	n	gem	sd	rsd (%)	r (2,8*sd)	aant.grens (3*sd)	bep.grens (10*sd)	rapportagegrens	n	gem	sd	rsd (%)	r (2,8*sd)	n	gem	sd	rsd (%)	R (2,8*sd)	terugvinding (%)	sd terugvinding	rsd (%) terugvinding
Oppervlaktewater	10	0,020	0,0010	5,00	0,003	0,003	0,01	0,02						10	0,042	0,0032	7,62	0,01	99	1,01	1,02
Afvalwater	10	0,060	0,0020	3,33	0,006	0,006	0,02	0,02	10	0,814	0,002	0,25	0,006	10	0,403	0,0153	3,80	0,04	103	3,00	2,91

Statistiek controlekaarten

not = nitraat + nitriet

no2 = nitriet

Parameter	st. mg/l	n	gem	sd	rsd
not	1,50	150	1,4948	0,0264	1,766
not	5,00	150	4,9456	0,0770	1,557
no2	0,15	150	0,1495	0,0045	3,010
no2	0,50	150	0,4993	0,0102	2,043

8.2. Herhaalbaarheids onderzoek.

NITRAAT+NITRIET (1), mei 2003

monster	A	B	C	D	E	F
1	2,606	0,397	2,044	0,246	0,961	1,276
2	2,617	0,401	2,040	0,246	0,960	1,284
3	2,606	0,398	2,047	0,243	0,960	1,270
4	2,613	0,395	2,053	0,248	0,959	1,275
5	2,618	0,392	2,060	0,250	0,961	1,290
6	2,604	0,383	2,043	0,250	0,957	1,277
7	2,628	0,383	2,044	0,248	0,959	1,284
8	2,626	0,380	2,053	0,246	0,961	1,276
9	2,628	0,381	2,044	0,244	0,962	1,269
10	2,634	0,376	2,054	0,241	0,967	1,276
gem.	2,618	0,389	2,048	0,246	0,961	1,278
sd	0,011	0,009	0,006	0,003	0,003	0,007
relsd	0,409	2,299	0,312	1,193	0,273	0,510

A	10318xhr
B	obr000go
C	ybk000go
D	qbw9900bo
E	rho300go
F	qht990go

NITRAAT+NITRIET (2), september 2003

monster	G	H	I	J
1	7,159	6,738	8,940	5,912
2	7,225	6,839	9,035	5,956
3	7,279	6,821	9,050	5,985
4	7,254	6,831	9,068	5,992
5	7,256	6,888	9,097	6,005
6	7,223	6,808	9,037	6,000
7	7,221	6,831	9,060	6,009
8	7,273	6,820	9,048	5,996
9	7,264	6,806	9,072	5,989
10	7,279	6,843	9,100	5,986
gem.	7,243	6,823	9,051	5,983
std	0,037	0,038	0,045	0,029
relsd	0,514	0,552	0,496	0,483

G	ddek0asa/SHAR Zwolle
H	brij0asa/SHAR Zwolle
I	56efrdkr
J	vijzwexa

NITRIET, september 2003

monster	A	B	C	D	E	F
1	0,490	0,758	0,287	0,292	0,161	0,538
2	0,490	0,759	0,287	0,292	0,162	0,540
3	0,491	0,759	0,286	0,291	0,162	0,538
4	0,491	0,760	0,287	0,292	0,163	0,541
5	0,491	0,759	0,286	0,292	0,163	0,538
6	0,491	0,759	0,288	0,290	0,163	0,541
7	0,491	0,759	0,285	0,293	0,162	0,541
8	0,492	0,759	0,286	0,291	0,163	0,540
9	0,491	0,758	0,285	0,291	0,162	0,540
10	0,492	0,759	0,284	0,291	0,161	0,541
gem.	0,491	0,759	0,286	0,292	0,162	0,540
std	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
relsd	0,136	0,075	0,418	0,292	0,486	0,244

A	0004013o
B	11cas13o/brij0asa
C	ddek0asa/SHAR Zwolle
D	brij0asa/SHAR Zwolle
E	56efrdkr
F	vijzwexa

8.3. Resultaten nitriet; september 2003.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

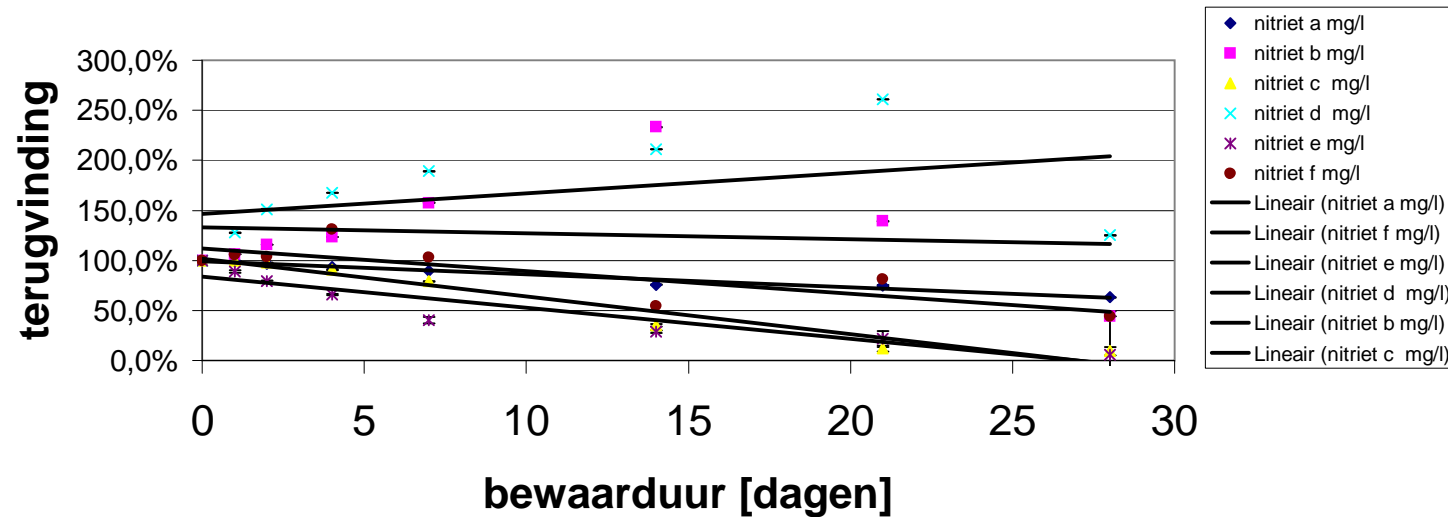
dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitriet a	mg/l	0,49	0,49	0,47	0,46	0,44	0,37	0,37	0,31
RSD	%	0,12	0,24	0,21	0,67	0,35	0,41	0,82	0,32
RSD validatie		2,0%							
nitriet b	mg/l	0,76	0,81	0,88	0,94	1,20	1,77	1,06	0,34
RSD	%	0,08	0,14	0,11	0,06	0,15	0,17	0,20	0,00
RSD validatie		2,0%							
nitriet c	mg/l	0,29	0,29	0,28	0,26	0,23	0,10	0,03	0,03
RSD	%	0,20	0,20	0,21	0,22	0,25	0,99	2,94	4,33
RSD validatie		2,0%							
nitriet d	mg/l	0,29	0,37	0,44	0,49	0,55	0,62	0,76	0,37
RSD	%	0,20	0,27	0,35	0,12	0,21	0,09	0,13	0,32
RSD validatie		2,0%							
nitriet e	mg/l	0,16	0,14	0,13	0,11	0,07	0,05	0,04	0,01
RSD	%	0,36	1,06	0,90	0,54	3,19	1,21	8,02	43,48
RSD validatie		2,0%							
nitriet f	mg/l	0,59	0,62	0,61	0,77	0,61	0,32	0,48	0,26
RSD	%	0,20	0,16	0,28	0,22	0,17	0,62	1,03	0,45
RSD validatie		2,0%							

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitriet a	mg/l	100,0%	99,2%	96,3%	93,5%	89,6%	75,7%	74,9%	63,3%
RSD	%	0,1%	0,2%	0,2%	0,7%	0,3%	0,4%	0,8%	0,3%
Z score		0,0	-0,4	-1,8	-3,3	-5,2	-12,1	-12,6	-18,4
nitriet b	mg/l	100,0%	106,3%	115,9%	123,3%	157,6%	233,2%	139,1%	44,4%
RSD	%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,2%	0,2%	0,0%
Z score		0,0	3,2	8,0	11,7	28,8	66,6	19,6	-27,8
nitriet c	mg/l	100,0%	99,7%	97,6%	90,6%	79,1%	35,2%	11,8%	9,4%
RSD	%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,3%	1,0%	2,9%	4,3%
Z score		0,0	-0,2	-1,2	-4,7	-10,5	-32,4	-44,1	-45,3
nitriet d	mg/l	100,0%	127,7%	151,0%	167,5%	189,0%	211,0%	261,0%	125,3%
RSD	%	0,2%	0,3%	0,3%	0,1%	0,2%	0,1%	0,1%	0,3%
Z score		0,0	13,9	25,5	33,7	44,5	55,5	80,5	12,7
nitriet e	mg/l	100,0%	88,9%	79,0%	66,0%	40,1%	29,0%	21,6%	5,6%
RSD	%	0,4%	1,1%	0,9%	0,5%	3,2%	1,2%	8,0%	43,5%
Z score		0,0	-5,6	-10,5	-17,0	-29,9	-35,5	-39,2	-47,2
nitriet f	mg/l	100,0%	105,8%	103,6%	131,1%	102,9%	54,5%	81,0%	44,0%
RSD	%	0,2%	0,2%	0,3%	0,2%	0,2%	0,6%	1,0%	0,4%
Z score		0,0	2,9	1,8	15,5	1,4	-22,8	-9,5	-28,0

Conserveringstermijn



8.5. Resultaten nitriet; september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitriet a	mg/l	0,49	0,50	0,49	0,49	0,49	0,49	0,50	0,49
RSD	%	0,12	0,58	0,12	0,24	0,31	0,24	0,14	0,29
RSD validatie		2,0%							
nitriet b	mg/l	0,76	0,77	0,77	0,76	0,77	0,76	0,73	0,63
RSD	%	0,08	0,20	0,20	0,13	0,08	1,31	3,37	4,61
RSD validatie		2,0%							
nitriet c	mg/l	0,29	0,29	0,29	0,35	0,34	0,29	0,23	0,12
RSD	%	0,20	0,20	0,40	2,78	2,78	0,20	4,06	13,23
RSD validatie		2,0%							
nitriet d	mg/l	0,29	0,29	0,30	0,31	0,31	0,33	0,36	0,48
RSD	%	0,20	0,34	0,00	0,56	1,15	0,65	2,53	4,96
RSD validatie		2,0%							
nitriet e	mg/l	0,16	0,16	0,16	0,15	0,15	0,10	0,08	0,02
RSD	%	0,36	0,00	0,36	0,00	1,04	1,49	10,23	4,88
RSD validatie		2,0%							
nitriet f	mg/l	0,59	0,60	0,58	0,59	0,33	0,25	0,24	0,23
RSD	%	0,20	0,60	0,26	0,35	0,46	1,21	0,00	1,56
RSD validatie		2,0%							

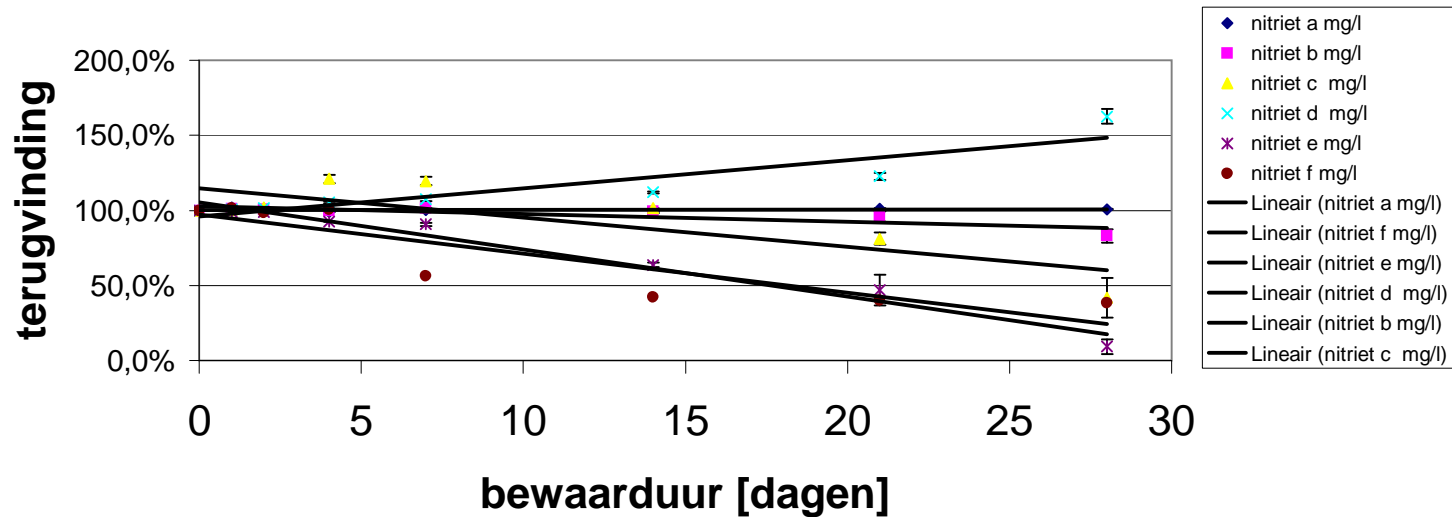
8.6. Resultaten nitriet; september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitriet a	mg/l	100,0%	102,0%	100,8%	99,0%	100,2%	99,2%	101,2%	100,8%
RSD	%	0,1%	0,6%	0,1%	0,2%	0,3%	0,2%	0,1%	0,3%
Z score		0,0	1,0	0,4	-0,5	0,1	-0,4	0,6	0,4
nitriet b	mg/l	100,0%	101,2%	100,8%	99,9%	101,3%	99,5%	95,9%	83,0%
RSD	%	0,1%	0,2%	0,2%	0,1%	0,1%	1,3%	3,4%	4,6%
Z score		0,0	0,6	0,4	-0,1	0,7	-0,3	-2,0	-8,5
nitriet c	mg/l	100,0%	100,3%	101,7%	120,9%	119,5%	101,4%	81,2%	41,8%
RSD	%	0,2%	0,2%	0,4%	2,8%	2,8%	0,2%	4,1%	13,2%
Z score		0,0	0,2	0,9	10,5	9,8	0,7	-9,4	-29,1
nitriet d	mg/l	100,0%	100,7%	101,4%	105,1%	107,5%	112,0%	122,6%	162,7%
RSD	%	0,2%	0,3%	0,0%	0,6%	1,1%	0,7%	2,5%	5,0%
Z score		0,0	0,3	0,7	2,6	3,8	6,0	11,3	31,3
nitriet e	mg/l	100,0%	98,8%	98,8%	92,6%	90,7%	63,6%	46,9%	9,3%
RSD	%	0,4%	0,0%	0,4%	0,0%	1,0%	1,5%	10,2%	4,9%
Z score		0,0	-0,6	-0,6	-3,7	-4,6	-18,2	-26,5	-45,4
nitriet f	mg/l	100,0%	101,7%	98,3%	100,8%	56,2%	42,1%	40,2%	38,2%
RSD	%	0,2%	0,6%	0,3%	0,4%	0,5%	1,2%	0,0%	1,6%
Z score		0,0	0,8	-0,8	0,4	-21,9	-28,9	-29,9	-30,9

Conserveringstermijn



8.7. Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
datum aanvang 19-mei-03
Matrix Water

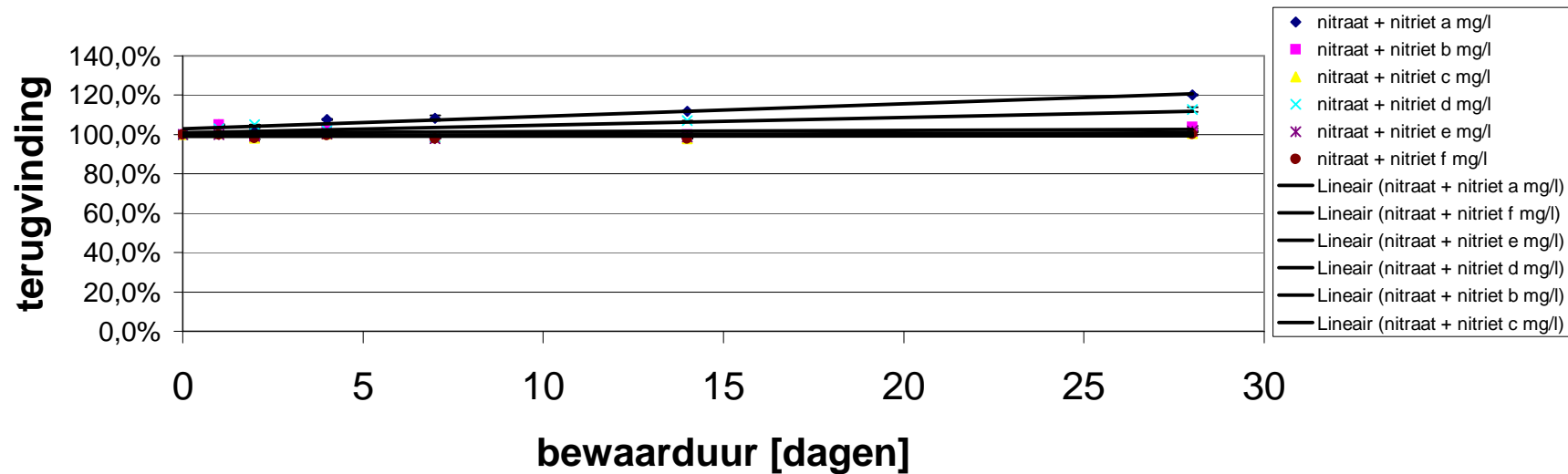
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		19-mei-03	20-mei-03	21-mei-03	23-mei-03	26-mei-03	2-jun-03	16-jun-03
Component	eenheid							
nitraat + nitriet a	mg/l	2,61	2,74	2,69	2,81	2,83	2,92	3,14
RSD	%	0,24	0,16	0,57	0,34	1,22	0,18	0,34
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet b	mg/l	0,40	0,42	0,40	0,41	0,39	0,40	0,41
RSD	%	0,47	0,22	0,32	0,34	0,34	0,69	0,59
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet c	mg/l	2,04	2,06	2,01	2,05	2,02	2,00	2,06
RSD	%	0,52	0,60	0,67	0,38	0,64	0,15	0,56
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet d	mg/l	0,25	0,25	0,26	0,25	0,24	0,26	0,28
RSD	%	0,71	1,73	0,00	0,23	0,24	0,22	1,16
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet e	mg/l	0,96	0,96	0,95	0,96	0,94	0,95	0,98
RSD	%	0,06	0,42	0,39	0,45	0,16	0,44	0,31
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet f	mg/l	1,28	1,28	1,25	1,27	1,25	1,25	1,28
RSD	%	0,55	0,28	0,24	0,28	0,20	0,47	0,28
SR validatie		1,8%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 19-mei-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		19-mei-03	20-mei-03	21-mei-03	23-mei-03	26-mei-03	2-jun-03	16-jun-03
Component	eenheid							
nitraat + nitriet a	mg/l	100,0%	104,9%	102,9%	107,7%	108,4%	111,8%	120,2%
RSD	%	0,2%	0,2%	0,6%	0,3%	1,2%	0,2%	0,3%
Z score		0,0	2,7	1,6	4,3	4,7	6,6	11,2
nitraat + nitriet b	mg/l	100,0%	105,0%	99,2%	102,0%	98,7%	100,0%	103,8%
RSD	%	0,5%	0,2%	0,3%	0,3%	0,3%	0,7%	0,6%
Z score		0,0	2,8	-0,4	1,1	-0,7	0,0	2,1
nitraat + nitriet c	mg/l	100,0%	100,6%	98,2%	100,2%	98,7%	98,0%	100,6%
RSD	%	0,5%	0,6%	0,7%	0,4%	0,6%	0,1%	0,6%
Z score		0,0	0,3	-1,0	0,1	-0,7	-1,1	0,4
nitraat + nitriet d	mg/l	100,0%	102,9%	104,9%	102,0%	98,8%	106,9%	112,7%
RSD	%	0,7%	1,7%	0,0%	0,2%	0,2%	0,2%	1,2%
Z score		0,0	1,6	2,7	1,1	-0,7	3,9	7,0
nitraat + nitriet e	mg/l	100,0%	100,1%	99,2%	100,2%	98,0%	98,8%	101,8%
RSD	%	0,1%	0,4%	0,4%	0,5%	0,2%	0,4%	0,3%
Z score		0,0	0,1	-0,5	0,1	-1,1	-0,7	1,0
nitraat + nitriet f	mg/l	100,0%	100,1%	98,1%	99,7%	97,9%	97,9%	100,2%
RSD	%	0,6%	0,3%	0,2%	0,3%	0,2%	0,5%	0,3%
Z score		0,0	0,0	-1,0	-0,2	-1,2	-1,2	0,1

Conserveringstermijn



8.9. Resultaten nitraat+nitriet; serie 1, mei 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen..

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

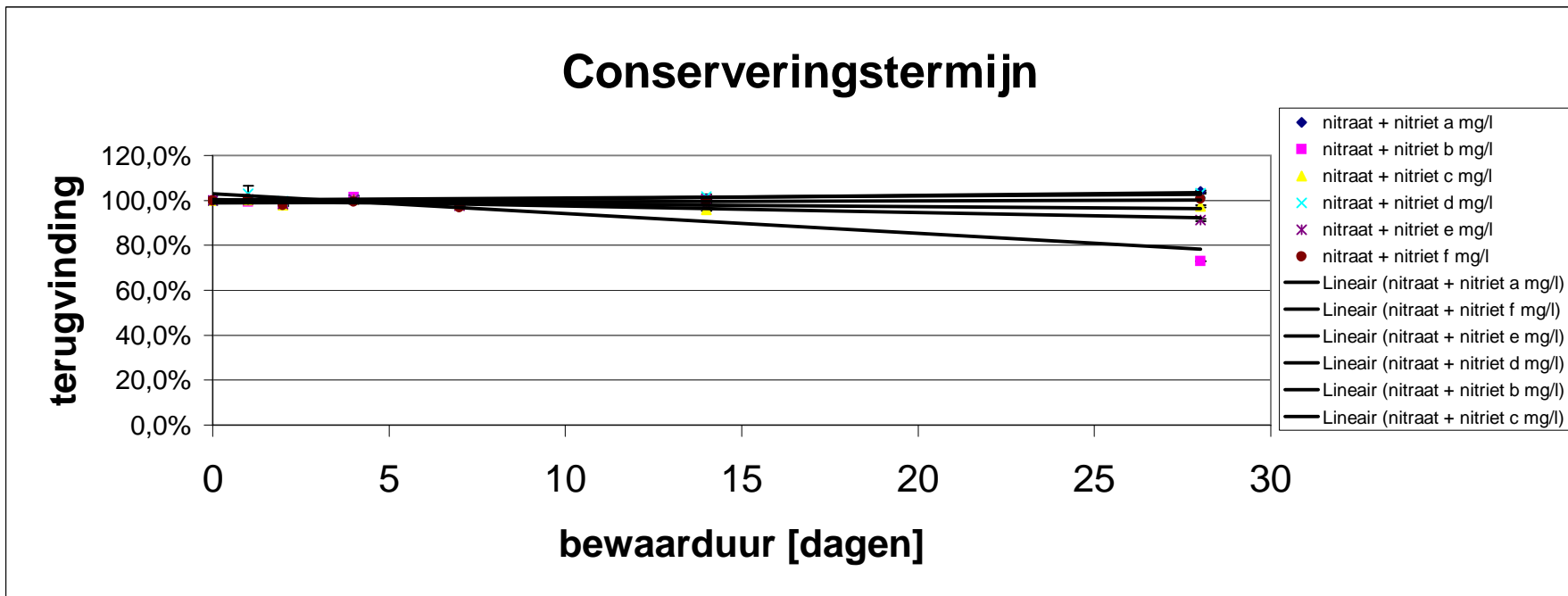
Naam lab Waterschap Groot Salland
datum aanvang 19-mei-03
Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		19-mei-03	20-mei-03	21-mei-03	23-mei-03	26-mei-03	2-jun-03	16-jun-03
Component	eenheid							
nitraat + nitriet a	mg/l	2,61	2,63	2,56	2,62	2,58	2,63	2,72
RSD	%	0,30	0,13	0,47	0,35	0,03	0,46	0,42
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet b	mg/l	0,40	0,40	0,39	0,41	0,39	0,40	0,29
RSD	%	0,71	0,00	0,54	0,52	0,36	0,35	0,00
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet c	mg/l	2,04	2,05	2,00	2,05	2,00	1,96	1,99
RSD	%	0,14	0,14	0,57	0,21	0,35	0,47	0,43
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet d	mg/l	0,25	0,25	0,24	0,25	0,24	0,25	0,25
RSD	%	0,71	3,66	0,29	0,00	0,58	1,14	0,28
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet e	mg/l	0,96	0,96	0,94	0,97	0,94	0,95	0,88
RSD	%	0,06	0,22	0,68	0,37	0,38	0,37	0,57
SR validatie		1,8%						
nitraat + nitriet f	mg/l	1,28	1,29	1,25	1,27	1,24	1,27	1,29
RSD	%	0,55	0,56	0,57	0,45	0,29	0,17	0,55
SR validatie		1,8%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 19-mei-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		19-mei-03	20-mei-03	21-mei-03	23-mei-03	26-mei-03	2-jun-03	16-jun-03
Component	eenheid							
nitraat + nitriet a	mg/l	100,0%	100,8%	98,0%	100,3%	98,8%	100,7%	104,1%
RSD	%	0,3%	0,1%	0,5%	0,4%	0,0%	0,5%	0,4%
Z score		0,0	0,4	-1,1	0,2	-0,7	0,4	2,3
nitraat + nitriet b	mg/l	100,0%	99,5%	98,5%	101,5%	98,5%	100,3%	72,9%
RSD	%	0,7%	0,0%	0,5%	0,5%	0,4%	0,4%	0,0%
Z score		0,0	-0,3	-0,8	0,8	-0,8	0,1	-15,0
nitraat + nitriet c	mg/l	100,0%	100,3%	97,9%	100,5%	98,0%	95,9%	97,4%
RSD	%	0,1%	0,1%	0,6%	0,2%	0,4%	0,5%	0,4%
Z score		0,0	0,2	-1,1	0,3	-1,1	-2,3	-1,4
nitraat + nitriet d	mg/l	100,0%	102,9%	99,6%	100,4%	98,8%	101,6%	103,3%
RSD	%	0,7%	3,7%	0,3%	0,0%	0,6%	1,1%	0,3%
Z score		0,0	1,6	-0,2	0,2	-0,7	0,9	1,8
nitraat + nitriet e	mg/l	100,0%	100,4%	98,3%	100,5%	97,7%	98,4%	91,3%
RSD	%	0,1%	0,2%	0,7%	0,4%	0,4%	0,4%	0,6%
Z score		0,0	0,2	-0,9	0,3	-1,3	-0,9	-4,9
nitraat + nitriet f	mg/l	100,0%	100,6%	97,8%	99,5%	96,9%	99,7%	100,7%
RSD	%	0,6%	0,6%	0,6%	0,4%	0,3%	0,2%	0,6%
Z score		0,0	0,3	-1,2	-0,3	-1,7	-0,2	0,4



8.11. Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

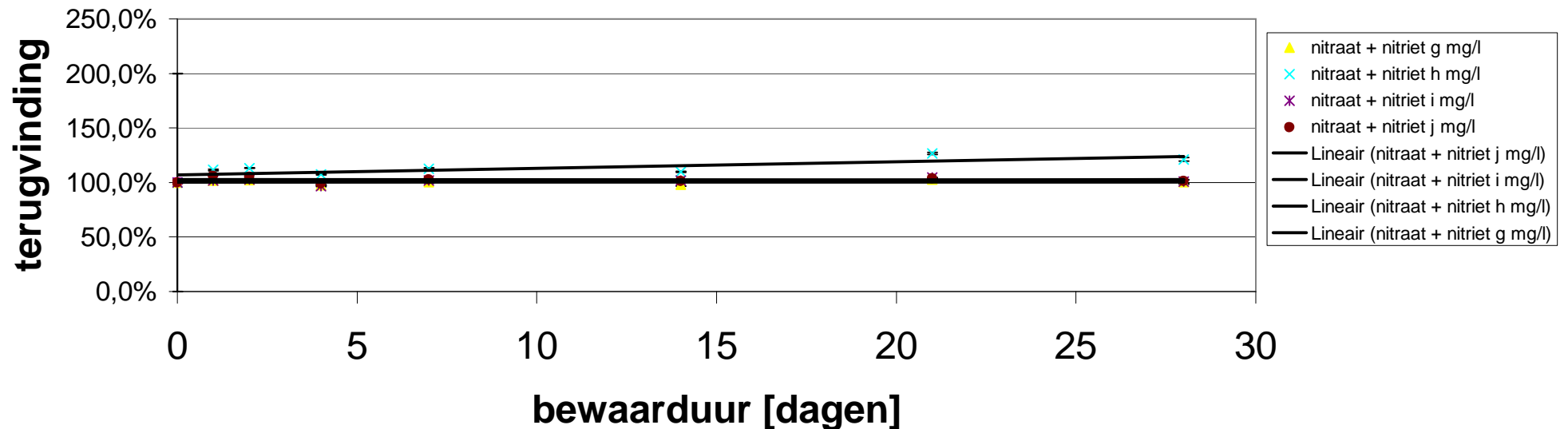
dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitraat + nitriet g	mg/l	7,22	7,37	7,37	7,04	7,24	7,09	7,41	7,24
RSD	%	0,83	0,41	0,38	0,56	0,83	1,58	0,58	1,74
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet h	mg/l	6,80	7,58	7,70	7,31	7,66	7,46	8,62	8,24
RSD	%	0,79	0,82	0,19	0,40	0,79	0,34	1,08	1,62
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet i	mg/l	9,01	9,16	9,26	8,72	9,16	9,15	9,42	9,10
RSD	%	0,66	0,88	0,30	0,58	0,33	0,67	0,28	1,71
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet j	mg/l	5,95	6,32	6,24	5,89	6,10	6,04	6,18	6,04
RSD	%	0,62	0,15	0,11	0,24	0,48	0,70	0,45	1,46
RSD homogeniteit	%	1,5%							

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitraat + nitriet g	mg/l	100,0%	102,0%	102,0%	97,4%	100,3%	98,2%	102,6%	100,3%
RSD	%	0,8%	0,4%	0,4%	0,6%	0,8%	1,6%	0,6%	1,7%
Z score		0,0	1,3	1,4	-1,7	0,2	-1,2	1,7	0,2
nitraat + nitriet h	mg/l	100,0%	111,5%	113,3%	107,5%	112,6%	109,8%	126,7%	121,1%
RSD	%	0,8%	0,8%	0,2%	0,4%	0,8%	0,3%	1,1%	1,6%
Z score		0,0	7,7	8,8	5,0	8,4	6,5	17,8	14,1
nitraat + nitriet i	mg/l	100,0%	101,7%	102,8%	96,8%	101,7%	101,6%	104,5%	101,0%
RSD	%	0,7%	0,9%	0,3%	0,6%	0,3%	0,7%	0,3%	1,7%
Z score		0,0	1,1	1,9	-2,1	1,1	1,0	3,0	0,7
nitraat + nitriet j	mg/l	100,0%	106,2%	104,9%	99,0%	102,6%	101,4%	103,9%	101,5%
RSD	%	0,6%	0,1%	0,1%	0,2%	0,5%	0,7%	0,4%	1,5%
Z score		0,0	4,1	3,2	-0,7	1,7	1,0	2,6	1,0

Conserveringstermijn



8.13. Resultaten nitraat+nitriet; serie 2, september 2003, gefiltreerd op dag 0; gehele protocol doorlopen.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitraat + nitriet g	mg/l	7,22	7,51	7,65	7,30	7,49	7,60	7,80	7,71
RSD	%	0,83	0,29	0,04	0,29	0,23	0,02	0,17	0,24
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet h	mg/l	6,80	7,02	7,14	6,79	7,02	7,05	7,33	7,32
RSD	%	0,79	0,24	0,06	0,36	0,29	0,29	0,32	0,55
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet i	mg/l	9,01	9,38	9,64	9,16	9,47	9,56	10,26	9,97
RSD	%	0,66	0,11	0,26	0,13	0,09	0,08	3,30	0,33
SR validatie		1,5%							
nitraat + nitriet j	mg/l	5,95	6,03	6,31	5,88	6,08	6,15	6,34	6,29
RSD	%	0,62	0,27	0,09	0,13	0,20	0,18	0,11	0,30
SR validatie		1,5%							

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Waterschap Groot Salland
 datum aanvang 1-sep-03
 Matrix Water

dagen		0	1	2	4	7	14	21	28
kalenderdag		1-sep-03	2-sep-03	3-sep-03	5-sep-03	8-sep-03	15-sep-03	22-sep-03	29-sep-03
Component	eenheid								
nitraat + nitriet g	mg/l	100,0%	104,1%	106,0%	101,1%	103,7%	105,2%	108,0%	106,8%
RSD	%	0,8%	0,3%	0,0%	0,3%	0,2%	0,0%	0,2%	0,2%
Z score		0,0	2,7	4,0	0,8	2,4	3,5	5,3	4,6
nitraat + nitriet h	mg/l	100,0%	103,3%	105,0%	99,9%	103,2%	103,6%	107,8%	107,7%
RSD	%	0,8%	0,2%	0,1%	0,4%	0,3%	0,3%	0,3%	0,6%
Z score		0,0	2,2	3,3	-0,1	2,1	2,4	5,2	5,1
nitraat + nitriet i	mg/l	100,0%	104,1%	107,0%	101,7%	105,1%	106,1%	113,9%	110,7%
RSD	%	0,7%	0,1%	0,3%	0,1%	0,1%	0,1%	3,3%	0,3%
Z score		0,0	2,7	4,7	1,1	3,4	4,0	9,3	7,1
nitraat + nitriet j	mg/l	100,0%	101,4%	106,0%	98,7%	102,1%	103,3%	106,5%	105,6%
RSD	%	0,6%	0,3%	0,1%	0,1%	0,2%	0,2%	0,1%	0,3%
Z score		0,0	0,9	4,0	-0,8	1,4	2,2	4,3	3,7

Conserveringstermijn

