
Validatierapport

Onderzoeksrapport: validatie van conserveringstermijn van chloorbenzenen, organochloor bestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen in slib/waterbodem, klei, veen en zand.

=.

Uitvoering onderzoek

Onderzoeksleider : W. Broer

datum:

paraaf:

Uitgevoerd door : Diverse analisten

Afdeling : Specials

Start : september 2003

Afronding : oktober 2003

Rapportage:

Opgesteld door : W. Broer

Aantal bladzijden : 10

Aantal Bijlagen : 1

Goedkeuring

Hoofd Laboratorium Specials

: W. Broer

datum:

paraaf:

BM Specials

: J. W. Hutter

datum:

paraaf:

INHOUDSOPGAVE

| | |
|---|----|
| SAMENVATTING | 3 |
| INLEIDING | 4 |
| BESCHRIJVING PROEFOPZET | 4 |
| BESCHRIJVING MONSTERS | 4 |
| BESCHRIJVING METHODE | 5 |
| SPECIALS | 5 |
| RESULTATEN | 5 |
| KLEI I..... | 6 |
| KLEI II | 6 |
| SLIB I..... | 6 |
| SLIB II..... | 7 |
| VEEN I..... | 7 |
| VEEN II | 8 |
| ZAND I | 8 |
| ZAND II | 8 |
| ZAND III..... | 9 |
| CONCLUSIE | 10 |
| POLYCHLOORBIFENYLEN (PCB'S) | 10 |
| DDX..... | 10 |
| CHLOORBENZENEN | 10 |
| DE DRINS..... | 10 |
| ENDOSULFAN | 10 |
| OVERIGE ORGANOCHLOOR BESTRIJDINGSMIDDELEN. | 10 |

Samenvatting

Dit rapport bevat de validatie van de verlenging van de conserveringstermijnen van chloorbenzenen (1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen), organochloor bestrijdingsmiddelen (o,p-DDT, p,p-DDT, o,p-DDD, p,p-DDD, o,p-DDE, p,p-DDE, aldrin, dieldrin, endrin, telodrin, isodrin, alfa-HCH, beta-HCH, gamma-HCH, delta-HCH, heptachloor, alfa-endosulfan, hexachloorbutadieen, beta-endosulfan, trans-chloordaan, cis-chloordaan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide en quintozeen) en Polychloorbifenylen (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180) in slib/waterbodem, klei, veen en zand. De validatie is uitgevoerd volgens het onderzoeksprogramma van validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters, SIKB project 55 april 2003.

Uit de verkregen resultaten van het onderzoek blijkt dat de gehalten in slib/waterbodem, klei, veen en zand niet afnemen bij een conserveringstermijn van niet meer dan:

- 21 dagen voor trichloorbenzenen
 - 28 dagen voor tetra-, penta- en hexachloorbenzenen
 - 28 dagen voor polychloorbifenylen
 - 28 dagen voor organochloor bestrijdingsmiddelen
-

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/matrix-combinaties 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, april 2003). De verwachting is dat voor een aantal analyse/matrix-combinaties langere conserveringstermijnen haalbaar zijn op basis van dit onderzoek.

Dit rapport bevat de resultaten van het onderzoek naar de lengte van de conserveringstermijn van chloorbenzenen (1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen), organochloor bestrijdingsmiddelen (o,p-DDT, p,p-DDT, o,p-DDD, p,p-DDD, o,p-DDE, p,p-DDE, aldrin, dieldrin, endrin, telodrin, isodrin, alfa-HCH, beta-HCH, gamma-HCH, delta-HCH, heptachloor, alfa-endosulfan, hexachloorbutadieen, beta-endosulfan, trans-chloordaan, cis-chloordaan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide en quintozeen) en Polychloorbifenylen (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180) in slib/waterbodem, klei, veen en zand. 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".

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 validatieonderzoek. Niet in alle gevallen kan hier aan voldaan worden. Volgens de afspraak gemaakt op de bijeenkomst van 29 augustus 2003 kunnen monsters met afwijkende gehalten meegenomen worden tijdens de evaluatie.

In tegenstelling tot het document, berekenen van de z-score op basis van het validatie-onderzoek van de analysemethode, en de afspraak op 29 augustus, berekenen van de z-score op basis van de homogeniteit van de eerste dag, is gekozen voor het berekenen van de z-score op basis van de gemiddelde herhaalbaarheidsstandaardafwijking van de verschillende meetdagen voor het betreffende monster. Deze standaardafwijking is berekend als wortel van het kwadratisch gemiddelde van de individuele waarden.

Beschrijving monsters

Voor het onderzoek zijn negen monsters in behandeling genomen verdeeld over de matrices: Slib/waterbodem, klei, veen en zand. De globale fysische eigenschappen en herkomst staan in onderstaande tabel.

| Monster | Lokatie | Droge stof % | Organische stof % op droge stof | Lutum % op droge stof | Matrix |
|----------|-------------------------|--------------|---------------------------------|-----------------------|-----------------|
| Slib 1 | Ringvaart (N-H) | 30 | 14 | 30 | Slib/waterbodem |
| Klei I | Industrie terrein (Utr) | 55 | 7.5 | 17 | Klei |
| Klei II | Industrie terrein (N-B) | 75 | 7 | 30 | Klei |
| Veen I | Stadsgebied (Z-H) | 35 | 25 | 7 | Veen |
| Veen II | Stadsgebied (Z-H) | 40 | 35 | 15 | Veen |
| Slib II | Watergebied (N-H) | 25 | 15 | 13 | Slib/waterbodem |
| Zand I | Industrie terrein (Zld) | 85 | 2 | 2 | Zand |
| Zand II | Industrie terrein (Z-H) | 85 | 6 | 5 | Zand |
| Zand III | Industrie terrein (Z-H) | 86 | 7 | 8 | Zand |

Van elk van de monsters is circa 500 gram in behandeling genomen. Na homogeniseren zijn per monster in 28 extractie-flesjes 15 gram monster afgewogen. Van de 28 deelmonsters zijn op dag 0 willekeurig 4 monsters geëxtraheerd. De rest van de monsters zijn opgeslagen in een donkere ruimte bij een temperatuur tussen 0 en 5°C. Vervolgens is op dag 1, 2, 5, 8, 12, 16, 21 en 28 drie willekeurige monsters geselecteerd voor verdere analyse.

Beschrijving methode

De analyse van chloorbenzenen, organochloor bestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen zijn uitgevoerd volgens een intern werkvoorschrift van Alcontrol. Na extractie met aceton/pentaan en opzuivering over aluminiumoxide zij de monsters geanalyseerd met behulp van LC-LVI-GCMS. De methode heeft voor zanderige monsters een aantoonbaarheidsgrens van 1 µg/kg. Monsters met een lager vochtgehalte en hoge organische stofgehalten hebben hogere aantoonbaarheidsgrenzen. De analyse is geaccrediteerd door de RvA: Alcontrol is bij de RVA geregistreerd onder nummer L 028.

Bijlage bij NEN-EN-ISO/IEC 17025 accreditatie-certificaat

nummer: **L 028**

van **ALcontrol B.V.**
Hoogvliet

Geldig van: **02-06-2003** tot **22-02-2007** Vervangt bijlage d.d.: **02-07-2002**

| Nr. | Materiaal of product | Verrichting / Onderzoeksmethode | Intern referentienummer |
|-----------------|---------------------------|--|--------------------------|
| Specials | | | |
| 98 | Grond, slib en waterbodem | Bepalen van het gehalte aan polychloorbifenylen, organochloorpesticiden en chloorbenzenen m.b.v. LVI-LC-GC/MS pentachloorbenzeen, hexachloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, 1,2,3,5-tetrachloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, endrin, aldrin, chloordaan-cis, chloordaan-trans, dieldrin, isodrin, telodrin, endosulfan-a, endosulfan-b, endosulfansulfaat, HCH-a, HCH-b, HCH-d, HCH-y, heptachloor, heptachloorepoxide-cis, heptachloorepoxide-trans, hexachloorbutadieen, o,p-DDD, o,p-DDE, o,p-DDT, p,p-DDD, p,p-DDE, p,p-DDT, PCB28, PCB52, PCB101, PCB118, PCB138, PCB153 en PCB180 | AH1043W eigen methode |

Resultaten

In de bijlage staan per monster de resultaten weergegeven. In onderstaande tabellen zijn de resultaten per monster samengevat. In de tabel staan weergegeven het gemiddeld gehalte van de component over de gehele periode, de reproduceerbaarheidsstandaardafwijking berekend volgens ISO5725 en de relatief ten opzichte van het gemiddelde, De minimale en maximale opbrengst ten opzichte van het gemiddelde van dag 0, De homogeniteit per meetdag berekent als de herhaalbaarheidsstandaardafwijking, de minimale, maximale en het gemiddelde. De minimale en maximale z-score over de periode berekend met de gemiddelde herhaalbaarheidsstandaardafwijking ten opzichte van dag '0'. Tenslotte is aangegeven is in de laatste kolom aangegeven wat de uiteindelijke conserveringstermijn van de component in betreffende matrix is. Dit is het moment dat de z-score definitief ≤ 2 is.

Klei I

1,2,4-trichloorbenzeen kan niet beoordeeld worden daar het monster voor deze verbinding niet voldoende homogeen was. Als som zijn de PCB's 28 dagen houdbaar.

| Monster | Klei I | | | | | | | | | | |
|--------------------------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| 1,2,4-trichloorbenzeen | 15,8 | 6,3 | 40% | 67,3% | 205,1% | 2,4% | 24,4% | 14,3% | -2,3 | 7,4 | Niet-homogeen |
| 1245+1235 tetracl. benz. | 3,2 | 0,6 | 18% | 100,0% | 150,6% | 1,5% | 21,6% | 10,5% | 0,0 | 4,8 | 28 |
| PCB 28 | 222,6 | 49,1 | 22% | 64,4% | 128,9% | 4,9% | 24,4% | 12,4% | -2,9 | 2,3 | 21 |
| PCB 52 | 223,1 | 34,2 | 15% | 79,5% | 121,2% | 7,8% | 32,3% | 16,2% | -1,3 | 1,3 | 28 |
| PCB 101 | 64,6 | 11,0 | 17% | 79,5% | 131,7% | 1,7% | 48,0% | 18,4% | -1,1 | 1,7 | 28 |
| PCB 118 | 82,7 | 14,5 | 17% | 76,1% | 126,6% | 1,8% | 24,4% | 14,1% | -1,7 | 1,9 | 28 |
| PCB 138 | 27,6 | 6,3 | 23% | 55,4% | 119,6% | 7,4% | 40,8% | 21,1% | -2,1 | 0,9 | 21 |
| PCB 153 | 25,6 | 4,7 | 18% | 59,7% | 100,0% | 3,8% | 21,9% | 13,8% | -2,9 | 0,0 | 12 |
| PCB 180 | 9,0 | 2,0 | 23% | 54,1% | 102,1% | 1,8% | 55,6% | 29,5% | -1,6 | 0,1 | 28 |
| tot. PCB (7) | 651,4 | 108,8 | 17% | 74,2% | 118,1% | 5,3% | 20,6% | 12,7% | -2,0 | 1,4 | 28 |

Klei II

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

| Monster | Klei II | | | | | | | | | | |
|-----------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| o,p-DDT | 27,3 | 5,7 | 21% | 81,2% | 124,8% | 9,6% | 28,3% | 18,7% | -1,0 | 1,3 | 28 |
| p,p-DDT | 191,2 | 33,5 | 18% | 69,1% | 106,0% | 3,3% | 27,3% | 17,4% | -1,8 | 0,3 | 28 |
| o,p-DDD | 8,5 | 1,6 | 19% | 80,6% | 136,5% | 7,0% | 42,5% | 15,0% | -1,3 | 2,4 | 28 |
| p,p-DDD | 8,7 | 1,9 | 22% | 68,8% | 129,1% | 0,8% | 36,7% | 15,1% | -2,1 | 1,9 | 28 |
| p,p-DDE | 667,9 | 70,8 | 11% | 87,9% | 110,4% | 3,4% | 13,8% | 8,9% | -1,4 | 1,2 | 28 |
| o,p-DDE | 3,1 | 0,9 | 29% | 70,9% | 149,2% | 5,3% | 44,6% | 26,6% | -1,1 | 1,9 | 28 |

Slib I

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

| Monster | Slib I | | | | | | | | | | |
|--------------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| PCB 28 | 29,5 | 4,4 | 15% | 87,3% | 128,6% | 6,2% | 21,7% | 13,0% | -1,0 | 2,2 | 28 |
| PCB 52 | 17,8 | 4,6 | 26% | 83,7% | 130,2% | 5,9% | 51,7% | 29,7% | -0,5 | 1,0 | 28 |
| PCB 101 | 31,5 | 5,7 | 18% | 81,6% | 127,6% | 3,2% | 21,4% | 15,3% | -1,2 | 1,8 | 28 |
| PCB 118 | 21,9 | 3,9 | 18% | 88,1% | 141,7% | 3,1% | 19,4% | 14,4% | -0,8 | 2,9 | 28 |
| PCB 138 | 54,1 | 11,7 | 22% | 83,8% | 135,8% | 6,4% | 32,0% | 17,6% | -0,9 | 2,0 | 28 |
| PCB 153 | 76,2 | 13,9 | 18% | 63,6% | 121,3% | 2,0% | 18,5% | 12,8% | -2,9 | 1,7 | 28 |
| PCB 180 | 64,9 | 16,9 | 26% | 60,6% | 123,3% | 0,7% | 21,7% | 13,1% | -3,0 | 1,8 | 28 |
| tot. PCB (7) | 286,1 | 42,6 | 15% | 78,8% | 117,4% | 2,7% | 19,2% | 11,6% | -1,8 | 1,5 | 28 |
| p,p-DDE | 22,0 | 4,2 | 19% | 76,7% | 130,0% | 0,0% | 25,2% | 16,0% | -1,5 | 1,9 | 28 |

Slib II

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen. Met name op meetdag '5' zijn er relatief hoge waarden gevonden. De oorzaak hiervan is onbekend.

| Monster | Slib II | | | | | | | | | | |
|--------------|------------------------------|--------------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|------|--------------------------------|
| Component | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| | Gemiddeld $\mu\text{g/kgds}$ | Stdev $\mu\text{g/kgds}$ | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| PCB 28 | 31,3 | 6,0 | 19% | 87,8% | 147,4% | 1,6% | 26,1% | 11,0% | -1,1 | 4,3 | 28 |
| PCB 52 | 16,3 | 2,9 | 18% | 85,4% | 127,1% | 0,0% | 24,0% | 12,8% | -1,1 | 2,1 | 28 |
| PCB 101 | 18,4 | 4,1 | 22% | 75,9% | 133,3% | 3,3% | 35,3% | 18,2% | -1,3 | 1,8 | 28 |
| PCB 138 | 24,7 | 6,3 | 25% | 82,5% | 130,6% | 10,1% | 44,7% | 27,7% | -0,6 | 1,1 | 28 |
| PCB 153 | 31,3 | 5,3 | 17% | 73,7% | 116,2% | 4,7% | 37,7% | 16,7% | -1,6 | 1,0 | 28 |
| PCB 180 | 18,7 | 6,1 | 32% | 100,0% | 252,0% | 3,0% | 20,3% | 11,1% | 0,0 | 13,7 | 28 |
| tot. PCB (7) | 141,6 | 23,0 | 16% | 100,0% | 135,9% | 4,2% | 38,4% | 18,0% | 0,0 | 2,0 | 28 |
| p,p-DDE | 28,1 | 2,7 | 10% | 79,6% | 100,0% | 3,2% | 15,3% | 9,0% | -2,3 | 0,0 | 28 |

Veen I

De PCB's, Hexachloorbenzeen en p,p-DDE hebben allen een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen. Van de drins varieert deze van 8 tot 28 dagen. De trichloorbenzenen hebben een conserveringstermijn van 21 dagen. P,p-DDD heeft een conserveringstermijn van circa 8 dagen in dit monster.

| Monster | Veen I | | | | | | | | | | |
|------------------------|------------------------------|--------------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| Component | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| | Gemiddeld $\mu\text{g/kgds}$ | Stdev $\mu\text{g/kgds}$ | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| 1,2,4-trichloorbenzeen | 10,5 | 2,5 | 23% | 73,6% | 151,4% | 0,0% | 23,5% | 14,5% | -1,8 | 3,5 | 21 |
| 1,3,5-trichloorbenzeen | 6,6 | 3,5 | 53% | 50,8% | 193,5% | 5,8% | 36,8% | 23,6% | -2,1 | 4,0 | 21 |
| hexachloorbenzeen | 3,2 | 0,8 | 24% | 69,7% | 126,9% | 5,0% | 32,2% | 17,3% | -1,8 | 1,5 | 28 |
| p,p-DDD | 15,9 | 6,5 | 41% | 82,5% | 257,7% | 1,5% | 62,2% | 23,8% | -0,7 | 6,6 | 5-8 |
| p,p-DDE | 4,4 | 1,1 | 25% | 83,5% | 148,1% | 1,8% | 47,1% | 20,6% | -0,8 | 2,3 | 28 |
| aldrin | 147,6 | 47,1 | 32% | 49,3% | 118,4% | 4,0% | 30,2% | 14,6% | -3,5 | 1,3 | 8-12 |
| dieldrin | 171,5 | 43,1 | 25% | 61,4% | 123,7% | 3,0% | 24,2% | 14,4% | -2,7 | 1,6 | 16 |
| endrin | 10,8 | 3,0 | 28% | 70,4% | 108,3% | 4,1% | 59,8% | 28,9% | -1,0 | 0,3 | 28 |
| telodrin | 28,3 | 7,9 | 28% | 59,4% | 127,7% | 0,0% | 33,3% | 15,8% | -2,6 | 1,8 | 16 |
| isodrin | 17,6 | 5,7 | 32% | 45,4% | 100,0% | 3,0% | 55,0% | 29,7% | -1,8 | 0,0 | 28 |
| PCB 28 | 100,3 | 18,7 | 19% | 95,4% | 170,8% | 0,0% | 17,4% | 8,9% | -0,5 | 8,0 | 28 |
| PCB 52 | 25,2 | 4,2 | 17% | 100,0% | 167,6% | 2,5% | 32,5% | 14,5% | 0,0 | 4,7 | 28 |
| PCB 101 | 7,9 | 1,4 | 18% | 71,1% | 123,5% | 1,9% | 26,7% | 14,6% | -2,0 | 1,6 | 28 |
| PCB 118 | 5,1 | 2,4 | 46% | 68,2% | 125,6% | 0,0% | 30,9% | 18,7% | -1,7 | 1,4 | 28 |
| PCB 138 | 11,8 | 3,0 | 25% | 57,7% | 118,8% | 11,1% | 34,1% | 24,6% | -1,7 | 0,8 | 28 |
| PCB 153 | 13,7 | 17,2 | 126% | 77,2% | 117,0% | 0,0% | 32,2% | 16,4% | -1,4 | 1,0 | 28 |
| PCB 180 | 8,0 | 18,7 | 233% | 76,2% | 118,6% | 2,3% | 34,4% | 15,4% | -1,5 | 1,2 | 28 |
| tot. PCB (7) | 169,1 | 20,6 | 12% | 93,3% | 135,6% | 0,0% | 15,7% | 8,7% | -0,8 | 4,1 | 28 |

Veen II

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

| Monster | Veen II | | | | | | | | | | |
|--------------------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| pentachloorbenzeen | 3,4 | 1,1 | 32% | 76,8% | 181,0% | 2,0% | 30,6% | 20,0% | -1,2 | 4,1 | 28 |
| hexachloorbenzeen | 4,6 | 1,4 | 30% | 90,8% | 195,4% | 3,0% | 28,1% | 16,1% | -0,6 | 5,9 | 28 |
| o,p-DDT | 5,5 | 2,3 | 41% | 69,2% | 163,0% | 9,5% | 58,0% | 39,4% | -0,8 | 1,6 | 28 |
| p,p-DDT | 21,7 | 8,2 | 38% | 80,0% | 171,4% | 12,4% | 90,1% | 38,6% | -0,5 | 1,8 | 28 |
| o,p-DDD | 5,2 | 1,0 | 19% | 81,9% | 134,0% | 1,0% | 25,6% | 14,5% | -1,2 | 2,3 | 28 |
| p,p-DDD | 13,3 | 2,1 | 16% | 87,1% | 133,3% | 0,0% | 24,1% | 13,6% | -0,9 | 2,4 | 28 |
| p,p-DDE | 32,1 | 6,5 | 20% | 83,2% | 149,3% | 6,6% | 32,0% | 17,0% | -1,0 | 2,9 | 28 |
| dieldrin | 8,7 | 2,1 | 24% | 83,9% | 165,1% | 0,0% | 26,6% | 16,6% | -1,0 | 3,9 | 28 |

Zand I

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

| Monster | Zand I | | | | | | | | | | |
|-----------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| o,p-DDT | 16,4 | 4,1 | 25% | 83,2% | 118,6% | 12,4% | 58,5% | 30,7% | -0,5 | 0,6 | 28 |
| p,p-DDT | 215,0 | 44,5 | 21% | 100,0% | 140,4% | 0,0% | 39,3% | 23,5% | 0,0 | 1,7 | 28 |
| o,p-DDD | 6,2 | 1,0 | 16% | 96,7% | 126,5% | 6,7% | 28,1% | 18,8% | -0,2 | 1,4 | 28 |
| p,p-DDD | 38,3 | 7,2 | 19% | 91,7% | 141,8% | 2,7% | 48,1% | 15,0% | -0,6 | 2,8 | 28 |
| o,p-DDE | 1,7 | 0,3 | 19% | 74,1% | 100,4% | 3,7% | 32,8% | 20,1% | -1,3 | 0,0 | 28 |
| p,p-DDE | 114,6 | 21,0 | 18% | 100,0% | 137,9% | 4,9% | 55,3% | 22,5% | 0,0 | 1,7 | 28 |
| dieldrin | 8,0 | 1,4 | 17% | 95,5% | 132,3% | 4,7% | 31,7% | 18,4% | -0,2 | 1,8 | 28 |

Zand II

Alle onderzochte componenten hebben een conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

| Monster | Zand II | | | | | | | | | | |
|--------------------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| o,p-DDT | 3,5 | 1,4 | 39% | 69,2% | 174,7% | 0,0% | 60,6% | 28,6% | -1,1 | 2,6 | 28 |
| p,p-DDT | 25,4 | 8,9 | 35% | 54,1% | 155,6% | 3,4% | 81,2% | 15,0% | -3,1 | 3,7 | 28 |
| o,p-DDD | 3,3 | 1,2 | 36% | 59,5% | 146,8% | 3,0% | 52,9% | 25,3% | -1,6 | 1,8 | 28 |
| p,p-DDD | 9,6 | 3,6 | 38% | 31,9% | 113,6% | 6,8% | 53,0% | 30,7% | -2,2 | 0,4 | 28 |
| o,p-DDE | 3,5 | 0,7 | 21% | 70,2% | 123,7% | 7,8% | 27,9% | 16,9% | -1,8 | 1,4 | 28 |
| p,p-DDE | 15,7 | 4,3 | 28% | 52,1% | 105,7% | 3,1% | 73,8% | 27,0% | -1,8 | 0,2 | 28 |
| Aldrin | 1,9 | 0,5 | 25% | 73,7% | 143,9% | 0,0% | 37,0% | 15,0% | -1,8 | 2,9 | 28 |
| Dieldrin | 174,8 | 46,9 | 27% | 60,9% | 117,2% | 0,0% | 50,9% | 22,2% | -1,8 | 0,8 | 28 |
| alfa-endosulfan | 4,6 | 1,0 | 22% | 70,3% | 125,3% | 0,0% | 27,3% | 15,6% | -1,9 | 1,6 | 28 |
| beta-endosulfan | 56,2 | 11,9 | 21% | 63,4% | 104,7% | 3,8% | 40,0% | 16,9% | -2,2 | 0,3 | 28 |
| Quintozeen | 11,7 | 2,0 | 17% | 79,4% | 133,3% | 4,9% | 40,7% | 17,8% | -1,2 | 1,9 | 28 |
| Pentachloorbenzeen | 5,0 | 3,8 | 76% | 66,7% | 132,1% | 6,5% | 31,6% | 20,3% | -1,6 | 1,6 | 28 |
| Hexachloorbenzeen | 5,4 | 1,0 | 19% | 67,8% | 109,4% | 5,9% | 31,2% | 18,8% | -1,7 | 0,5 | 28 |

Zand III

Aldrin en dieldrin hebben beide een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen. Van de DDx's varieert deze tussen de 12 en 28 dagen. Opgemerkt dient echter te worden dat de concentraties van deze componenten maximaal zesmaal de aantoonbaarheidsgrens zijn.

| Monster | Zand III | | | | | | | | | | |
|-----------|-------------------------|------------------|------|------------------------|--------|----------------------|-------|-------|---------|-----|--------------------------------|
| | Gegevens gehele periode | | | Resultaat t.o.v. dag 0 | | Homogeniteit per dag | | | Z-score | | Conserverings-Termijn in dagen |
| Component | Gemiddeld µg/kgds | Stdev µg/kgds | RSDR | min | max | min | max | Gem | min | max | |
| o,p-DDT | 1,9 | 1,0 | 55% | 65,2% | 189,1% | 15,0% | 81,5% | 47,8% | -0,7 | 1,9 | 21 |
| p,p-DDT | 2,8 | 1,5 | 53% | 67,9% | 206,0% | 15,0% | 93,9% | 40,3% | -0,8 | 2,6 | 28 |
| o,p-DDD | 1,9 | 0,7 | 38% | 42,6% | 100,0% | 15,0% | 18,4% | 16,1% | -3,6 | 0,0 | 16 |
| p,p-DDD | 3,5 | 1,8 | 51% | 100,0% | 317,5% | 3,3% | 62,9% | 34,1% | 0,0 | 6,4 | 12 |
| p,p-DDE | 5,9 | 0,7 | 12% | 97,6% | 115,4% | 8,7% | 23,6% | 15,0% | -0,2 | 1,0 | 28 |
| aldrin | 2,0 | 1,0 | 50% | 100,0% | 282,8% | 4,9% | 69,0% | 31,7% | 0,0 | 5,8 | 28 |
| dieldrin | 333,1 | 51,5 | 15% | 91,0% | 120,6% | 1,7% | 35,6% | 16,7% | -0,5 | 1,2 | 28 |

Conclusie

Over het algemeen is de maximale conserveringstermijn van de chloorbenzenen (1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen), organochloor bestrijdingsmiddelen (o,p-DDT, p,p-DDT, o,p-DDD, p,p-DDD, o,p-DDE, p,p-DDE, aldrin, dieldrin, endrin, telodrin, isodrin, alfa-HCH, beta-HCH, gamma-HCH, delta-HCH, heptachloor, alfa-endosulfan, hexachloorbutadieen, beta-endosulfan, trans-chloordaan, cis-chloordaan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide en quintozeen) en Polychloorbifenylen (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180) in slib/waterbodem, klei, veen en zand langer dan de in AP04-SG, AP04-SB en ontwerp-SIKB protocol 3001 genoemde termijn van 7 dagen. Voor gesteld wordt de maximale conserveringstermijn te verlengen tot 28 dagen. Voor de trichloorbenzenen is dit 21 dagen. Dit voorstel is gebaseerd op de volgende deelconclusies per groep van verbindingen:

Polychloorbifenylen (PCB's)

Onafhankelijk van de matrix is de conserveringstermijn van deze groep verbindingen ten minste 28 dagen.

DDx

Deze groep verbindingen hebben een van de matrix onafhankelijke conserveringstermijn van ten minste 28 dagen.

Chloorbenzenen

De trichloorbenzenen hebben een maximale conserveringstermijn van 21 dagen. De Tetra-, Penta- en Hexachloorbenzenen hebben een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen.

De drins

De drins (aldrin, endrin, dieldrin, telodrin en isodrin) vertonen een wisselend beeld. In vier van de vijf monsters waarin één of meer van deze componenten aangetroffen werden is een minimale conserveringstermijn van 28 dagen aangetoond. In het monster Veen I zijn voor met name voor aldrin en dieldrin met goed kwantificeerbare gehalten conserveringstermijnen van respectievelijk 12 en 16 dagen gevonden. Indien voor beide componenten een herhaalbaarheidsstandaardafwijking van 20% geaccepteerd wordt en het grillige verloop van de concentraties over de periode in aanmerking wordt genomen komen de conserveringstermijnen voor beide componenten uit op respectievelijk 16 en 28 dagen voor aldrin en dieldrin.

endosulfan

Zowel alfa-endosulfan als beta-endosulfan aangetroffen in een zandmonster hebben een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen.

Overige Organochloor bestrijdingsmiddelen.

Quintozeen aangetroffen in een zandmonster heeft een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen. De overige onderzochte bestrijdingsmiddelen alfa-HCH, beta-HCH, gamma-HCH, delta-HCH, heptachloor, hexachloorbutadieen, trans-chloordaan, cis-chloordaan, cis-heptachloorepoxide en trans-heptachloorepoxide zijn niet aangetroffen in de monsters.

Voor deze componenten geldt echter dat de vluchtigheid minder is dan penta- en hexachloorbenzeen waarvan een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen is vastgesteld. Verder kan aangenomen worden dat afbraak van deze stoffen niet meer zal zijn dan de overige in dit onderzoek betrokken componenten zoals Quintozeen en de Drins.

In het Compendium "Afvalstoffenanalyse" van OVAM wordt voor deze groep van verbindingen een conserveringstermijn in bodem aangehouden van 30 dagen gezien het persistente karakter. Een conserveringstermijn van tenminste 28 dagen is wordt voorgesteld.

BIJLAGEN

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Alcontrol
datum aanvang 22-sep-03
Matrix Klei I

| dagen | | 0 | 1 | 2 | 5 | 8 | 12 | 16 | 21 | 28 |
|---------------------------------|---------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|-----------|
| kalenderdag | | 22-sep-03 | 23-sep-03 | 24-sep-03 | 27-sep-03 | 30-sep-03 | 4-okt-03 | 8-okt-03 | 13-okt-03 | 20-okt-03 |
| Component | eenheid | | | | | | | | | |
| 1,2,4-trichloorbenzeen | ug/kgds | 100,0% | 117,9% | 76,2% | 146,2% | 205,1% | 67,3% | 138,5% | | |
| RSD | % | 7,7% | 13,6% | 10,5% | 15,0% | 24,4% | 2,4% | 15,7% | | |
| z score | | 0,0 | 1,3 | -1,7 | 3,2 | 7,4 | -2,3 | 2,7 | | |
| 1245+1235 tetracl. benz. | ug/kgds | 100,0% | 150,6% | 111,1% | 143,2% | 138,3% | 105,6% | 109,3% | 101,2% | 103,7% |
| RSD | % | 3,7% | 7,5% | 8,8% | 8,3% | 1,5% | 7,4% | 21,6% | 5,6% | 15,0% |
| z score | | 0,0 | 4,8 | 1,1 | 4,1 | 3,6 | 0,5 | 0,9 | 0,1 | 0,4 |
| PCB 28 | ug/kgds | 100,0% | 105,2% | 121,5% | 128,9% | 106,7% | 106,7% | 68,1% | 88,9% | 64,4% |
| RSD | % | 11,2% | 4,9% | 10,6% | 12,4% | 8,3% | 11,0% | 10,0% | 8,7% | 24,4% |
| z score | | 0,0 | 0,4 | 1,7 | 2,3 | 0,5 | 0,5 | -2,6 | -0,9 | -2,9 |
| PCB 52 | ug/kgds | 100,0% | 103,0% | 115,2% | 121,2% | 121,2% | 100,0% | 83,3% | 89,4% | 79,5% |
| RSD | % | 7,9% | 9,2% | 12,1% | 32,3% | 10,8% | 20,8% | 16,7% | 7,8% | 12,1% |
| z score | | 0,0 | 0,2 | 0,9 | 1,3 | 1,3 | 0,0 | -1,0 | -0,7 | -1,3 |
| PCB 101 | ug/kgds | 100,0% | 108,3% | 131,7% | 120,3% | 124,1% | 108,3% | 79,5% | 83,3% | 93,9% |
| RSD | % | 8,4% | 1,7% | 19,2% | 4,4% | 6,0% | 6,8% | 12,0% | 7,1% | 48,0% |
| z score | | 0,0 | 0,5 | 1,7 | 1,1 | 1,3 | 0,5 | -1,1 | -0,9 | -0,3 |
| PCB 118 | ug/kgds | 100,0% | 108,3% | 126,6% | 121,6% | 124,6% | 100,3% | 76,1% | 91,5% | 84,0% |
| RSD | % | 13,7% | 1,8% | 15,4% | 4,4% | 9,3% | 24,4% | 10,1% | 23,8% | 2,1% |
| z score | | 0,0 | 0,6 | 1,9 | 1,5 | 1,7 | 0,0 | -1,7 | -0,6 | -1,1 |
| PCB 138 | ug/kgds | 100,0% | 102,2% | 119,6% | 104,3% | 103,3% | 78,3% | 70,7% | 77,2% | 55,4% |
| RSD | % | 40,8% | 7,4% | 11,0% | 9,4% | 14,6% | 29,2% | 14,8% | 12,9% | 25,0% |
| z score | | 0,0 | 0,1 | 0,9 | 0,2 | 0,2 | -1,0 | -1,4 | -1,1 | -2,1 |
| PCB 153 | ug/kgds | 100,0% | 83,9% | 95,7% | 90,3% | 96,8% | 84,9% | 64,5% | 67,7% | 59,7% |
| RSD | % | 19,6% | 3,8% | 12,8% | 5,1% | 13,3% | 21,9% | 18,0% | 4,8% | 11,5% |
| z score | | 0,0 | -1,2 | -0,3 | -0,7 | -0,2 | -1,1 | -2,6 | -2,3 | -2,9 |
| PCB 180 | ug/kgds | 100,0% | 71,4% | 63,0% | 77,4% | 79,5% | 75,6% | 54,1% | 56,3% | 102,1% |
| RSD | % | 43,2% | 1,8% | 2,8% | 42,0% | 19,0% | 20,2% | 11,0% | 14,3% | 55,6% |
| z score | | 0,0 | -1,0 | -1,3 | -0,8 | -0,7 | -0,8 | -1,6 | -1,5 | 0,1 |
| tot. PCB (7) | ug/kgds | 100,0% | 102,5% | 118,1% | 113,6% | 113,6% | 100,5% | 74,9% | 86,4% | 74,2% |
| RSD | % | 5,3% | 5,3% | 11,6% | 20,6% | 8,8% | 15,8% | 11,6% | 8,6% | 17,5% |
| z score | | 0,0 | 0,2 | 1,4 | 1,1 | 1,1 | 0,0 | -2,0 | -1,1 | -2,0 |

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab Alcontrol
datum aanvang 22-sep-03
Matrix Veen I-b

| dagen | | 0 | 1 | 2 | 5 | 8 | 12 | 16 | 21 | 28 |
|-------------------------------|---------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|-----------|
| kalenderdag | | 22-sep-03 | 23-sep-03 | 24-sep-03 | 27-sep-03 | 30-sep-03 | 4-okt-03 | 8-okt-03 | 13-okt-03 | 20-okt-03 |
| Component | eenheid | | | | | | | | | |
| 1,2,4-trichloorbenzeen | ug/kgds | 100,0% | 101,3% | 114,9% | 116,4% | 151,4% | 94,3% | 125,3% | 73,6% | |
| RSD | % | 8,9% | 19,0% | 0,0% | 23,5% | 4,9% | 21,1% | 15,0% | 1,0% | |
| z score | | 0,0 | 0,1 | 1,0 | 1,1 | 3,5 | -0,4 | 1,7 | -1,8 | |
| 1,3,5-trichloorbenzeen | ug/kgds | 100,0% | 50,8% | 89,5% | 84,7% | 182,8% | 55,9% | 193,5% | 92,7% | |
| RSD | % | 5,8% | 6,7% | 6,4% | 36,4% | 33,4% | 36,8% | 15,0% | 18,4% | |
| z score | | 0,0 | -2,1 | -0,4 | -0,6 | 3,5 | -1,9 | 4,0 | -0,3 | |
| hexachloorbenzeen | ug/kgds | 100,0% | 89,6% | 126,9% | 120,9% | 110,4% | 96,5% | 77,6% | 75,6% | 69,7% |
| RSD | % | 32,2% | 10,0% | 5,0% | 12,2% | 30,5% | 12,5% | 7,7% | 9,9% | 12,4% |
| z score | | 0,0 | -0,6 | 1,5 | 1,2 | 0,6 | -0,2 | -1,3 | -1,4 | -1,8 |
| p,p-DDD | ug/kgds | 100,0% | 82,5% | 121,1% | 126,3% | 257,7% | 158,1% | 192,4% | 202,7% | 232,0% |
| RSD | % | 1,5% | 10,8% | 15,0% | 20,2% | 62,2% | 3,8% | 18,8% | 10,6% | 3,1% |
| z score | | 0,0 | -0,7 | 0,9 | 1,1 | 6,6 | 2,4 | 3,9 | 4,3 | 5,5 |
| p,p-DDE | ug/kgds | 100,0% | 83,5% | 84,4% | 133,8% | 148,1% | 89,5% | 126,6% | 116,5% | 119,0% |
| RSD | % | 1,8% | 17,1% | 6,2% | 10,3% | 47,1% | 4,3% | 29,5% | 7,5% | 15,0% |
| z score | | 0,0 | -0,8 | -0,8 | 1,6 | 2,3 | -0,5 | 1,3 | 0,8 | 0,9 |
| aldrin | ug/kgds | 100,0% | 71,1% | 118,4% | 96,5% | 82,5% | 64,9% | 64,9% | 49,3% | 51,4% |
| RSD | % | 14,9% | 5,2% | 15,7% | 11,4% | 30,2% | 12,4% | 4,7% | 4,0% | 14,0% |
| z score | | 0,0 | -2,0 | 1,3 | -0,2 | -1,2 | -2,4 | -2,4 | -3,5 | -3,3 |
| dieldrin | ug/kgds | 100,0% | 76,3% | 123,7% | 114,0% | 94,7% | 82,5% | 93,0% | 61,4% | 66,7% |
| RSD | % | 10,5% | 4,9% | 3,0% | 11,6% | 24,2% | 16,1% | 11,8% | 4,9% | 24,1% |
| z score | | 0,0 | -1,6 | 1,6 | 1,0 | -0,4 | -1,2 | -0,5 | -2,7 | -2,3 |
| endrin | ug/kgds | 100,0% | 72,1% | 108,3% | 75,3% | 96,7% | 70,4% | | | 105,4% |
| RSD | % | 11,8% | 4,1% | 15,4% | 10,5% | 41,5% | 7,5% | | | 59,8% |
| z score | | 0,0 | -1,0 | 0,3 | -0,9 | -0,1 | -1,0 | | | 0,2 |
| telodrin | ug/kgds | 100,0% | 76,2% | 127,7% | 94,1% | 90,1% | 77,2% | 72,3% | 59,4% | 60,4% |
| RSD | % | 18,1% | 8,1% | 22,9% | 1,8% | 33,3% | 10,2% | 8,6% | 0,0% | 5,7% |
| z score | | 0,0 | -1,5 | 1,8 | -0,4 | -0,6 | -1,4 | -1,8 | -2,6 | -2,5 |
| isodrin | ug/kgds | 100,0% | 76,6% | 69,5% | 89,4% | 63,8% | 45,4% | 96,5% | 55,3% | 78,0% |
| RSD | % | 3,0% | 55,0% | 9,4% | 19,0% | 34,6% | 30,1% | 43,5% | 7,7% | 19,2% |
| z score | | 0,0 | -0,8 | -1,0 | -0,4 | -1,2 | -1,8 | -0,1 | -1,5 | -0,7 |

