

5

## Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters

10

15

20

25

30

35

40

45

**SIKB project 55**

**28 april 03**

SIKB/stukken/03.151

50 PRJ55-S-03.002

## INHOUDSOPGAVE

5	0.	Inhoudsopgave	2
	1.	Doel van het protocol	3
	2.	Inleiding	3
	3.	Scope	4
	3.1	Alternatieven	5
10	4.	Verantwoordelijkheden	6
	5.	Werkwijze	7
	5.1	Testmonsters	8
	5.2	Monstertypen	8
	5.3	Concentratieniveau's	8
15	5.4	Bereiding	9
	5.5	Testduur	9
	5.6	Meetmethoden	9
	6.	Vastlegging gegevens	10
	7.	Referenties	10
20	8.	Bijlagen	

## 1. Doel van het protocol

De aandacht voor conservering en conserveringstermijnen van monsters is de afgelopen tijd terecht toegenomen. Dit blijkt ook uit de audits van de Raad voor Accreditatie en uit hetgeen in NEN-EN-ISO/IEC 17025 over conservering en conserveringstermijnen in algemene termen is opgenomen in relatie tot het aanleveren, de overdracht en bewaren van monsters.

Voor zowel conservering als conserveringstermijnen is er een cruciale rol voor de opdrachtgevers (of specifieker de monsternemers) die de monsters aan de laboratoria aanbieden. Vanuit het SIKB en FeNeLab zijn initiatieven ondernomen om met een groep direct betrokkenen (RIZA, BOG, VKB) en indirect betrokkenen (NVPG, SBNS, VROM, IPO) afspraken te maken ten aanzien van de relevante aspecten van conservering en conserveringstermijnen.

Uitgangspunt voor de benadering van de probleempunten rondom het nemen, aanleveren en transporteren van monsters is dat iedere betrokkene voor zijn deel verantwoordelijk is in het proces tussen monsterneming, conservering, transport, controle van geschiktheid bij ontvangst op het laboratorium, bewaren van de monsters, zekerstellen van de concentratie, meting en rapportage van de resultaten. Zo kan het laboratorium niet verantwoordelijk zijn voor hetgeen voorafgaand aan de overdracht van monsters en opdracht gebeurd is of had moeten gebeuren. Anderzijds kan een monsternemer niet verantwoordelijk zijn voor de metingen die op het laboratorium al dan niet binnen een vastgestelde conserveringstermijn plaats zullen vinden (mits de monsters op tijd zijn aangeleverd).

In dit proces zijn er momenten in de keten waarop een monster van "eigenaar" wisselt en bij elke stap kan er iets mis gaan. Elke stap in de keten dient geborgd te zijn en controleerbaar.

Deze benadering is in de geest van het Kwalibo document, waarin de partijen die verantwoordelijk zijn voor de processen welke voorafgaan aan de werkzaamheden van het laboratorium gecertificeerd worden, waardoor ook de kwaliteit van die processen geborgd is.

Doel van dit protocol is het vastleggen en beschrijven van de uitgangspunten en uitvoering van een validatie voor het vaststellen van conserveringstermijnen van componenten in milieu-monsters. Voor een aantal componenten is op dit moment nog geen conserveringstermijn door middel van meting vastgesteld. Daarnaast zijn er componenten die naar de huidige inzichten conserveringstermijnen hebben van minder dan 5-7 dagen waarbij onderzocht wordt of deze voor milieumonsters verlengd kunnen worden.

## 2. Inleiding

Voor een groot aantal componenten van de in bijlage 1 opgenomen lijst wordt een conserveringstermijn gehanteerd die korter is dan in de praktijk wenselijk en/of haalbaar is als gevolg van transport of andere logistieke knelpunten in het traject van monsterneming tot zekerstellen van het gehalte in het laboratorium. Op voorhand is duidelijk dat in een groot aantal gevallen door de monsternemer, planner of het laboratorium ingrijpende maatregelen genomen moeten worden om aan het gestelde criterium te voldoen waarbij het de vraag is of deze inspanningen (kosten) noodzakelijk zijn voor het beoogde doel (NEN-EN-ISO 17025 5.4.2). Hoewel bij voorkeur naar genormaliseerde documenten wordt verwezen, kunnen partijen afspraken maken over de gewenste kwaliteit of gewenste meetonzekerheid (let wel: geen onduidelijke of ongedefinieerde kwaliteit maar de vastgestelde gewenste kwaliteit), kortom: '**Kwaliteit op maat**'. Deze moet dan ook als zodanig gerapporteerd worden.

Dit document is het uitgangspunt voor de opzet van een validatie-onderzoek dat tot doel heeft de verandering van gehalten aan componenten in praktijkmonsters (grond en water) in de tijd vast te stellen zodanig dat op basis van deze uitkomsten conclusies getrokken kunnen worden over de conserveringstermijn in relatie tot de gewenste kwaliteit. De conserveringstermijn wordt vastgesteld aan de hand van de spreiding en terugvinding. De grenswaarde die aan de spreiding/terugvinding gesteld moet worden dient nog te worden vastgesteld.

De nieuwe vastgestelde conserveringstermijnen en/of alternatieven dienen overgenomen te worden in relevante documenten zoals BRL 's en AP04.

### 3. Scope

Als scope voor het onderzoek worden de componenten genomen die in de FeNeLab lijst (ref 1) een conserveringstermijn van minder dan 5 dagen hebben omdat het werkveld heeft aangegeven dat een termijn van 1 dag voor transport wordt aangenomen en daarbij gevoegd het weekeind, monsters met een houdbaarheid van minder dan 5 dagen veelal problemen zullen opleveren. Daarnaast worden de parameters die onderdeel uitmaken van het standaardbodem onderzoek in dit onderzoek betrokken omdat ze veelvuldig worden uitgevoerd, een verlenging van de conserveerduur de praktische uitvoering vereenvoudigd en de problemen met heranalyses beperkt. Daarnaast is voor deze componenten als wegingsfactor het aantal analyses dat na schatting door de Nederlandse lab's worden uitgevoerd.

Voor deze componenten kan onderzocht worden of er alternatieven zijn of een verlenging van de termijn mogelijk is zodanig dat aan de gewenste kwaliteit wordt voldaan. Een alternatief dat voldoet aan het uitgangspunt (door conservering een verandering de concentratie van een component tot een aanvaardbaar minimum te beperken) kan zonder meer worden toegepast; indien een verlenging van de termijn wordt overeengekomen dan dient deze gevalideerd te worden. De houdbaarheden van overeenkomstige componenten (bijv: EOX, chloorbenzenen, organochloorbestrijdingsmiddelen) moeten op elkaar afgestemd worden.

#### Selectieschema: waar de onderzoeksinspanning op richten

Categorie / omschrijving analyse	matrix	conserverings- termijn (dagen)
<b><u>korte termijn en/of grote aantallen en/of grote gevolgen</u></b>		
Carbonaatsysteem (CO <sub>2</sub> , CO <sub>3</sub> , pH, EC, redoxpotentiaal)	water	1 (<1)
Nitriet / nitraat (anionen)	water	1
Zwevende stof	water	2 (was 1)
EOX	grond	7
Minerale olie	grond	7
Monocyclische aromatische koolwaterstoffen en chloorkoolwaterstoffen	grond	4
PAK	grond	7
<b><u>medium termijn en/of medium aantallen en/of medium gevolgen</u></b>		
Alcoholen en polaire oplosmiddelen	water	2
Anion en kation detergenten	water	2
Bezinkselvolume	water	2 (zsm)
Cholinesteraseremmers	water	1

## Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters

Chroom(VI)	water	1
Monocyclische aromatische koolwaterstoffen en chloorkoolwaterstoffen	water	7
Organo fosfor bestrijdingsmiddelen	water	1
Organo stikstof bestrijdingsmiddelen	water	1
Cyaniden (vrij, totaal)	grond	3
<u>Orthofosfaat</u>	<u>waterbodem</u>	<u>2</u>
<b><u>langere termijn en/of kleine aantallen</u></b>		
Cyaniden (vrij, totaal)	water	7
EOX	water	7
Indamprest	water	3
PAK	water	7
Nitriet / nitraat (anionen)	waterbodem	zsm / 2
Organo fosfor bestrijdingsmiddelen	grond	7
Organo stikstof bestrijdingsmiddelen	grond	7
<u>Ammoniak / ammonium</u>	<u>waterbodem</u>	<u>zsm</u>
<u>Chroom(VI)</u>	<u>waterbodem</u>	<u>2</u>
<u>Geleidbaarheid</u>	<u>waterbodem</u>	<u>1</u>
<u>Sulfide</u>	<u>waterbodem</u>	<u>zsm</u>

### 3.1 Alternatieven.

De alternatieven kunnen op verschillende onderdelen aangrijpen en wel

- 5
- op een andere wijze van conserveren of
  - een andere methode, component of conserveringstermijn kiezen.

Bijvoorbeeld:

- 10
- NO<sub>2</sub> + NO<sub>3</sub>: De combinatie meting van deze componenten i.p.v. de afzonderlijke meting; deze methode is conform NEN-EN 13395 (CFA) en operationeel (te maken). Tevens is hier de mogelijkheid van een alternatief conserveermiddel (aanzuren, Chloroform, invriezen of IPA).
  - Veldmeting (O<sub>2</sub>, EC, pH)
  - BZV (2 + 5): Genormaliseerde methode die reeds door enkele laboratoria gebruikt wordt.

- 15
- In het kader van dit onderzoek wordt geen apart validatie-onderzoek gedaan naar de toepasbaarheid van deze alternatieve methoden voor de problematiek van de opdrachtgever van het laboratorium. Wel kan in dit onderzoek daar waar mogelijk deze componenten meegenomen worden in het onderzoek voor vaststelling van de conserveringstermijn.

20

## 4. Verantwoordelijkheden

- In het FeNeLab directieoverleg van 11 september 2002 is gesteld dat gestreefd en uitgegaan moet worden van een verdeling van het werk over de laboratoria. De deelnemende laboratoria dienen voor de verrichting waarmee zij deelnemen door de RvA geaccrediteerd te zijn.
- 5 Voor de uitvoering van de werkzaamheden dient dit protocol gebruikt te worden. Om binnen de beschikbare tijd een eindrapport te kunnen opstellen is het noodzakelijk dat het onderzoek binnen de daarvoor aangegeven tijd uitgevoerd wordt.
- 10 De deelresultaten worden gerapporteerd met gebruikmaking van het bijgevoegde rapportage schema en worden centraal verwerkt. De rapportage dient volgens een standaard formaat te geschieden (Excel) waarbij door ieder dezelfde statistische verwerking wordt gebruikt. De verkregen gegevens zullen worden verwerkt in een eindrapport. Het eindrapport zal na goedkeuring door het Centraal College van Deskundigen van het SIKB, openbaar worden gemaakt door het SIKB. De bevindingen worden tevens opgenomen in SIKB protocol 3001.
- 15 Voor het begeleiden van dit project zal een projectteam worden geformeerd dat naast de organisatorische aspecten de uitvoering van de onderzoeken begeleid en de definitieve proefopzet per laboratorium beoordeeld en goedkeurt. Door het grote aantal parameters, concentratieniveaus en overige variabelen kan het gewenst/noodzakelijk zijn van de aantallen in dit protocol af te wijken; afwijkingen dienen vooraf en onderbouwd aan het projectteam voorgelegd te worden. Het projectteam
- 20 bepaald de uiteindelijke uitvoering van de omvang van het onderzoek.

## 5. Werkwijze

De validatie wordt in principe in bodem op drie (3) verschillende monstertypen en in water op vier (4) verschillende monstertypen (zie 5.2) uitgevoerd. Per monstertype worden monsters van 3  
5 verschillende monsterpunten genomen. Aangezien het voor een aantal componenten niet relevant is om alle monstertypen te valideren kan met minder verschillende monstertypen worden volstaan. Daarnaast kan een concentratieniveau gekoppeld zijn aan bepaalde materiaalstromen (bijv. bouwmaterialen of reststoffen). In die gevallen kan een keuze gemaakt worden uit relevante materiaalstromen waarbij het concentratieniveau criterium van ondergeschikt belang is. Het minimaal  
10 in het validatie-onderzoek te betrekken verschillende monsters is 6.

De concentratieniveaus worden zodanig gekozen dat tenminste 3 op het lage en 3 op het hoge niveau liggen. Het lage concentratieniveau ligt rond de  $20 \cdot$  AantoonbaarheidsGrens (AG) en het hoge concentratieniveau tenminste 10 maal hoger ( $200 \cdot$  AG of  $0,6 \cdot I$ ) tot maximaal de hoogste relevante  
15 toetsings- of grenswaarde.

Voor het onderzoek dient uitgegaan te worden van een 'vers' monster waarbij 'vers' staat voor een zo'n kort mogelijke tijd tussen monsternamen en start van het onderzoek. De oorsprong van het monster en het traject tussen monsternamen en start van het onderzoek dient beschreven en gerapporteerd te worden in het verslag. Indien een voorbehandeling (bijv. chemisch drogen) onderdeel uitmaakt van het analyseproces dient deze handeling pas plaats te vinden op de betreffende vervalddag.  
20

Om de homogeniteit van het monster vast te stellen wordt juist voor of op dag 0 een homogeniteitsonderzoek gedaan door het monster in 8-voud te onderzoeken onder herhaalbaarheidscondities. Ter beperking van het aantal analyses verdient het aanbeveling het homogeniteitsonderzoek te combineren met dag 0.  
25

Per vervalddag worden de analyses in triplo uitgevoerd. De termijnen die voor het bewaren aangehouden worden zijn: 0, 1, 2, 4, 7, 14, en 28 dagen. Indien voor een parameter meer dan een conserveringstechniek wordt aanbevolen wordt de hiërarchie van normen zoals opgenomen in SIKB protocol 3001 gevolgd te worden en zo mogelijk de verschillende technieken in het onderzoek te worden betrokken.  
30

Voor de meeste methoden wordt koelen voorgeschreven. Voor dit onderzoek wordt hier een temperatuur van  $0 - 5^{\circ}\text{C}$  onder verstaan.  
35

Bijvoorbeeld:

EOX (NEN 6402) in water:

40 relevante monstertypen:

- grond- en oppervlaktewater (immers voor afvalwater NEN 6676)

aantal monsterpunten:

- grondwater van 3 locaties/peilbuizen
- oppervlaktewater 3 locaties

45 (dus wordt voldaan aan de 6 verschillende monsterpunten)

concentratieniveaus:

- van die 6 monsterpunten 3 op 'laag' en 3 op 'hoog' concentratieniveau.

Meetdagen:

50 • excl dag 'nul' (zie homogeniteit): 6 meetdagen \* dagelijks 3 metingen per meetpunt =  $(3 \cdot 6) \cdot 6 = 108$  metingen.

Homogeniteit:

- er zijn 6 monsterpunten op dag 'nul':  $6 \cdot 8 = 48$  metingen!

Totaal dus 156 metingen.

5 EOX (NEN 6676) in afvalwater:

relevante monstertypen:

- afvalwater Food en Industrie

aantal monsterpunten:

- afvalwater Food van 3 locaties
- afvalwater Industrie van 3 locaties

10

(dus wordt voldaan aan de 6 verschillende monsterpunten)

concentratieniveaus:

van die 6 punten 3 op laag en 3 op hoog concentratieniveau.

Meetdagen:

15

- excl dag 'nul' (zie homogeniteit): 6 meetdagen \* dagelijks 3 metingen per meetpunt =  $6 \cdot 3 \cdot 6 = 108$  metingen.

Homogeniteit:

- er zijn 6 monsterpunten op dag 'nul':  $6 \cdot 8 = 48$  metingen!

Totaal dus 156 metingen.

20

### 5.1 Testmonsters.

Voor dit onderzoek wordt in principe uitgegaan van praktijkmonsters met een concentratieniveaus overeenkomend met de in bijlage 1 genoemde niveaus (in kolom  $20 \cdot AG$  en  $0,6 \cdot I$  of  $200 \cdot AG$ ) of indien de component niet in bijlage 1 voorkomt op  $20 \cdot AG$  en  $200 \cdot AG$ . De keuze voor

25

praktijkmonsters is voornamelijk gebaseerd op het feit dat de componenten in evenwicht zijn met de overige bestanddelen van het monster. De VKB heeft aangegeven dat zij mee zullen werken aan het verkrijgen van geschikt en voldoende monstermateriaal voor het uitvoeren van het onderzoek. Het kan echter voorkomen dat er binnen de gestelde termijn van dit onderzoek geen geschikt monster wordt gevonden. In dat geval wordt alleen voor water uitgegaan van de verschillende monstertypen (zie verder) waaraan componenten worden ge-afgeleid op het aangegeven concentratieniveau (zie bereiding).

30

### 5.2 Monstertypen

Het onderzoek dient tenminste uitgevoerd te worden in relevante monstertypen; dit zijn:

35

Water: er worden 4 monstertypen onderscheiden:

- a) grondwater of eluaat;
- b) oppervlaktewater of gestabiliseerd effluent;
- c) (mengsel van) afvalwater van de Foodindustrie/bedrijf en
- d) (mengsel van) afvalwater van een chemische industrie/bedrijf;

40

Bodem: er worden 3 bodemtypen onderscheiden:

- $<15$  % lutum,  $<8$  % organisch stof;
- $<15$  % lutum,  $\geq 8$  % organisch stof;
- $\geq 15$  % lutum.

45

Voor deze onderverdeling is uitgegaan van de classificatie van bodemmonsters (NEN 5104), de analytische relevantie en het monsteraanbod in de praktijk.

Een aantal componenten die in het validatie-onderzoek betrokken worden zijn niet in alle monstertypen relevant. In het geval dat maar een of enkele monstertypen in het onderzoek betrokken



worden, wordt het criterium: tenminste 6 verschillende monsters waarvan 3 in hoge- en 3 in het lage concentratieniveau vallen.

### 5.3 Concentratieniveau's

- 5 Om de meetfout een niet al te grote invloed te laten hebben op de uitkomst en de conserverings-  
termijn aan te laten sluiten bij relevante niveaus worden de concentraties van de testmonsters  
gebaseerd op de aantoonbaarheidsgrens. Gekozen is voor het lage concentratieniveau  $20 \cdot AG$  en  
10 het hoge concentratieniveau tenminste 10 maal hoger ( $200 \cdot AG$ ) tot maximaal de hoogste relevante  
toetsings- of grenswaarde. Voor bodem en grondwater zijn dit S & I waarden en voor afval- &  
oppervlaktewater een ander kader (drinkwaterrichtlijn, andere documenten of relevante  
praktijkwaarden). Als aantoonbaarheidsgrens dient de feitelijk door het laboratorium tijdens de  
validatie vastgestelde waarde gebruikt te worden.  
15 De verdunning van het monster door toevoeging mag maximaal 0.1% bedragen. Mocht het gewenste  
additieniveau toch zodanig zijn dat de 0.1% limiterend is op basis van een beschikbare commerciële  
standaard dan wordt deze 0.1% als limiet genomen.

*Opmerking: bijv. er is een commerciële standaard met een concentratie van 10 g/L beschikbaar en er moet aan 10 L water 200 mg geaddeerd worden dan komt dit overeen met 20 ml standaard; dit is echter meer dan 0,1% dus mag er maximaal 10 ml standaard geaddeerd worden. Deze beperking is opgenomen vanwege het mogelijk conserverende effect van een oplosmiddel.*

- 20 *Opmerking: voor aantoonbaarheidsgrens mag ook rapportagegrens gelezen worden.*

### 5.4 Bereiding

#### 5.4.1 Water

- 25 Voor de bereiding van watermonsters wordt uitgegaan van 5 liter of meer (200% van benodigde  
volume of gewicht). Bij deelmonsternamen of direct na eventuele toevoeging worden op dag 0 alle  
deelmonsters afgevuld zodat voor elke analyse dag een nieuw analysemonster genomen kan worden.  
Tijdens het verdelen van het monster dient geroerd te worden met een mixer zodat een  
representatieve deelmonsternamen verkregen wordt.

30

#### 5.4.2 Grond

- Aan grond mag niet worden ge-addeerd. Voor de bereiding van grondmonsters wordt uitgegaan van  
tenminste 200% van benodigde gewicht. Elk deelmonster heeft een zodanig omvang dat het geheel  
voor de analyse gebruikt wordt. Bij bepaling van vluchtige stoffen dient het deelmonster volledig  
35 afgevuld te worden waarbij op de vervaldag uit dit monster een deelmonster wordt genomen. Voor  
matig vluchtige stoffen kan een homogenisering m.b.v. de Samplemate worden toegepast.

### 5.5 Testduur

- De termijn aanhouden voor bewaren 0, 1, 2, 4, 7, 14, 28 dagen. Als naar de kalender gekeken wordt  
40 blijkt dat het onderzoek moet starten op een maandag (dit is dus dag 'nul'). Dit betekent dat op  
dinsdag, woensdag, vrijdag en nog 3 keer op een maandag zekergesteld moeten worden. Op deze  
dagen moet elke keer op een vast tijdstip begonnen worden met analyse en/of zekergesteld worden.  
De monsters dienen in drievoud (triplo) onderzocht te worden onder herhaalbaarheidscondities.  
Tijdens de analyse dient een controlemonster op basis van een standaardoplossing gelijktijdig mee  
45 geanalyseerd te worden. De terugvinding van het controlemonster t.o.v. de ware waarde of de het  
gemiddelde van de Shewhartkaart moet in de rapportage opgenomen worden.

### 5.6 Meetmethoden

- De gebruikte methode is niet direct relevant voor het onderzoek maar bij voorkeur dient gebruik  
50 gemaakt te worden van genormaliseerde methoden volgens NEN, ISO of andere standaardmethoden.

*Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters*

Het deelnemende laboratorium is voor de betreffende verrichting geaccrediteerd. Tevens dienen de eigen validatie gegevens (Sr, SR en terugvinding) gerapporteerd te worden omdat het lab moet aantonen dat het de methode beheerst en regelmatig uitvoert.

5

## 6 Vastlegging gegevens

De rapportage bestaat het invullen van de resultaten in een Excel-sheet. en een grafische weergave van de gemiddelden per dag voor beide concentratieniveaus als percentage van de meting op dag 0.

- 5 Een voorbeeld rapportage in Excel is bijgevoegd (Bijlage 3). Tevens dienen de eigen validatiegegevens te worden toegevoegd. Voor de beoordeling van de resultaten wordt gebruik gemaakt van de z-scores waarbij de  $S_R$  van de validatie gebruikt wordt.

- 10 De resultaten dienen 2 weken na de laatste meting te worden gerapporteerd. Op grond van nog nader vast te stellen criteria voor kan dan voor elke component een afweging gemaakt worden van de acceptabele onzekerheid in het kader van milieu onderzoek.

## 7. Referenties.

- 15 - SIKB protocol 300; april 2003.  
- ISO Guide 34:2000

## Bijlagen

Bijlage 1: Voorkeur concentratieniveaus  
Bodem

	S (mg/kg)	l (mg/kg)	C <sub>ag</sub> (mg/kg)	20°C <sub>ag</sub> (mg/kg)	0,6*l <sup>1</sup> (mg/kg)		Indicatie gewenst niveau (mg/kg)
Lutumgehalte*			1				7-15
Organische stof*			1				5-15
<b>Klassiek chemisch</b>							
bromide*	20	600	0,2	4	360		4-24
fluoride*	175	2000	0,02	0,4	1200		2-35
chloride*	200	2000	0,2	4	1200		4-16
cyanide (vrij)*	1	20	1	20	200		5-20
cyanide (complex)*	5	50	1	20	30		5-20
<b>Metalen</b>							
arseen*	15,8	55	4	80	800		25-60
cadmium*	0,54	12	0,4	8	80		2-12
chromium*	50	380	15	300	3000		50-380
koper*	16,2	190	5	100	114		50-200
lood*	52	530	10	200	318		100-500
nikkel*	10	210	3	60	126		30-300
zink*	53	720	20	400	432		100-1000
barium*	38,7	625	40	800	8000		200-700
kobalt	4,44	240	2	40	144		20-240
molybdeen*	10	200	1,5	30	120		20-200
kwik*	0,2	10	0,05	1	6		1-10
<b>PAK</b>							
naftaleen*			0,01	0,2			
fenanthreen*			0,01	0,2			
anthraceen			0,01	0,2			
fluoranteen			0,01	0,2			
benzo(a)anthraceen			0,01	0,2			
chryseen			0,01	0,2			
benzo(a)pyreen			0,01	0,2			
benzo(k)fluoranteen*			0,01	0,2			
benzo(ghi)peryleen			0,01	0,2			
indeno(123cd)pyreen*			0,01	0,2			
som 10 PAK	0,2	40			24		15-50
acenaftteen			0,01	0,2			
acenaftyleen			0,01	0,2			
fluoreen			0,01	0,2			
pyreen			0,01	0,2			
benzo(b)fluoranteen			0,01	0,2			
dibenzo(ah)antraceneen			0,01	0,2			
<b>EOX*</b>	0,02	6	0,1	2	3,6		3-10

Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters

	S (mg/kg)	I (mg/kg)	C <sub>ag</sub> (mg/kg)	20*C <sub>ag</sub> (mg/kg)	0,6*I <sup>1</sup> (mg/kg)		Indicatie gewenst niveau (mg/kg)
<b>Minerale olie*</b>	10	5000	20	400	3000		600-2000
<b>PCBs</b>							
PCB 28	0,0002	0,3	0,002	0,04	0,18		0,04-0,2
PCB 52*	0,0002	0,3	0,002	0,04	0,18		0,04-0,2
PCB 101	0,0008	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
PCB 138	0,0008	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
PCB 153	0,0008	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
PCB 180	0,0008	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
PCB (som 6)	0,004	1			0,6		
PCB (som 7)							
PCB 118	0,0008	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
<b>OCBs</b>							
HCB*	0,0005	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
aHCH*	0,0005	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
bHCH*	0,0002	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
cHCH	0,00001	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
dHCH		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
HCH (som)		2			1,2		
aldrin	0,0005	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
dieldrin	0,0001	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
endrin	0,0002	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
drins (som)		4			2,4		
ppDDE		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
opDDD		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
opDDT		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
ppDDD		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
opDDE		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
ppDDT*		0,3	0,003	0,06	0,18		0,04-0,2
DD* (som)	0,0005	4			2,4		0,04-0,2
heptachloor	0,0005	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
a-endosulfan*	0,0005	0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
cis-heptachloorepoxide		0,3			0,18		0,04-0,2
trans-heptachloorepoxide		0,3	0,001	0,02	0,18		0,04-0,2
heptachloorepoxide (som)	0,0005						0,04-0,2
telodrin							0,04-0,2
isodrin							0,04-0,2
chloordaan (som)	0,0005		0,001	0,02			0,04-0,2
<b>Chloorbenzenen</b>							
Monochloorbenzeen		6	0,5	10	3,6		0,01-0,05
1,2-Dichloorbenzeen		6	0,3	6	3,6		0,01-0,05
1,3-Dichloorbenzeen		6	0,3	6	3,6		0,01-0,05
1,4-Dichloorbenzeen		6	0,3	6	3,6		0,01-0,05

Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters

	S (mg/kg)	I (mg/kg)	C <sub>ag</sub> (mg/kg)	20*C <sub>ag</sub> (mg/kg)	0,6*I <sup>1</sup> (mg/kg)		Indicatie gewenst niveau (mg/kg)
Som dichloorbenzenen	0,002						
1,2,3-Trichloorbenzeen		0,6	0,003	0,06	0,36		0,01-0,05
1,2,4-Trichloorbenzeen		0,6	0,003	0,06	0,36		0,01-0,05
1,3,5-Trichloorbenzeen		0,6	0,003	0,06	0,36		0,01-0,05
Som trichloorbenzenen	0,002						
1,2,3,4-Tetrachloorbenzeen		0,6	0,001	0,02	0,36		0,02-0,1
1,2,3,5-Tetrachloorbenzeen		0,6	0,001	0,02	0,36		0,02-0,1
1,2,4,5-Tetrachloorbenzeen		0,6	0,001	0,02	0,36		0,02-0,1
Som tetrachloorbenzenen	0,002						
Pentachloorbenzeen	0,0005	0,6	0,0004	0,008	0,36		0,02-0,1
Hexachloorbenzeen	0,0005	0,6	0,0004	0,008	0,36		0,02-0,1
Som chloorbenzenen		30			18		
<b>Organo-N- bestrijdingsmiddelen</b>							
Atrazine*	0,00001	6	0,002	0,04	3,6		0,05-0,5
Propazine							0,05-0,5
Simazine							0,05-0,5
Terbutryn							0,05-0,5

Water

	S (µg/l)	I (µg/l)	C <sub>ag</sub> (µg/l)	20*C <sub>ag</sub> (µg/l)	0,6*I <sup>1</sup> (µg/l)		Indicatie gewenst niveau (µg/l)
<b>Metalen</b>							
arsen	7,2	60	0,5	10	36		10-50
cadmium	0,06	6	0,1	2	3,6		2-4
chrom	2,5	30	1	20	200		10-50
koper	1,3	75	2	40	45		100-200
lood	1,7	75	5	100	1000		100-1000
nikkel	2,1	75	1	20	45		20-50
zink	24	800	2	40	480		50-500
kwik	0,01	0,3	0,03	0,6	6		0,3-2
<b>Minerale olie</b>	50	600	50	1000	10000		500-1000
<b>Aromaten</b>							
benzeen	0,2	30	0,1	2	18		5-50
tolueen	7	1000	0,1	2	600		5-50
ethylbenzeen	4	150	0,1	2	90		5-50
xylenen (som)	0,2	70	0,1	2	42		5-50
naftaleen	0,01	70	0,1	2	42		5-50
<b>Chloorhoudende</b>							

Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters

	S (µg/l)	I (µg/l)	C <sub>ag</sub> (µg/l)	20*C <sub>ag</sub> (µg/l)	0,6*I <sup>1</sup> (µg/l)	Indikatie gewenst niveau (µg/l)
<b>oplosm.</b>						
trichloormethaan	6	400	0,1	2	240	5-50
tetrachloormethaan	0,01	10	0,1	2	60	5-50
1,2-dichloorethaan	7	400	0,1	2	240	5-50
1,1,1-trichloorethaan	0,01	300	0,1	2	180	5-50
1,2-dichlooretheen	0,01	20	0,1	2	12	5-50
dichloorpropanen	0,8	80	0,5	10	48	5-50
trichlooretheen	24	500	0,1	2	300	5-50
tetrachlooretheen	0,01	40	0,1	2	24	5-50
monochloorbenzeen	7	180	0,1	2	108	5-50
dichloorbenzenen	3	50	0,1	2	30	5-50
<b>Aanvullende verbindingen</b>						
EOX						5-15
PAK totaal 16 EPA						2-10
Barium, strontium						100-500
Kobalt, tin, seleen, antimoon						10-50
Molybdeen						5-25
Vanadium, wolfraam						10-100
Monochloorbenzenen						5-50
Dichloorbenzenen						5-50
Alle overige parameters uit NEN 6407						5-50

\* Verplicht in controlemonster volgens AP04-SG versie4

<sup>1</sup> Wanneer  $0,6 \cdot I < 20 \cdot C_{ag,eis}$  wordt in deze kolom  $200 \cdot C_{ag,eis}$  vermeld.

<b>Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.</b>										
<b>Naam lab</b>										
<b>datum</b>										
aanvang 01/sep/02										
<b>Matrix</b>										
<b>dagen</b>		0	1	2	4	7	11	14	21	28
<b>kalenderdag</b>		01/sep/02	02/sep/02	03/sep/02	05/sep/02	08/sep/02	12/sep/02	15/sep/02	22/sep/02	29/sep/02
<b>Component</b>	<b>eenheid</b>									
<b>nitriet</b>	µg/L	15,0	15,0	14,0	13,0	12,0	11,0	10,0	8,0	7,0
RSD	%	6,0	7,0	5,0	6,0	8,0	9,0	6,0	8,0	11,0
SR validatie		5,3%								
<b>b</b>	µg/L									
RSD	%									
SR validatie										
<b>c</b>	µg/L									
RSD	%									
SR validatie										
<b>d</b>	µg/L									
RSD	%									
SR validatie										
<b>e</b>	µg/L									
RSD	%									
SR validatie										
<b>f</b>	µg/L									
RSD	%									
SR validatie										



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.										
Naam lab										
datum		01/sep/02								
aanvang										
Matrix										
dagen		0	1	2	4	7	11	14	21	28
kalenderdag		01/sep/02	02/sep/02	03/sep/02	05/sep/02	08/sep/02	12/sep/02	15/sep/02	22/sep/02	29/sep/02
Component	eenheid									
nitriet	µg/L	100,0%	100,0%	93,3%	86,7%	80,0%	73,3%	66,7%	53,3%	46,7%
RSD	%	6,0%	7,0%	5,0%	6,0%	8,0%	9,0%	6,0%	8,0%	11,0%
z score		0,0	0,0	-1,3	-2,5	-3,8	-5,0	-6,3	-8,8	-10,1
b	µg/L	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
RSD	%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
z score		#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
c	µg/L	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
RSD	%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
z score		#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
d	µg/L	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
RSD	%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
z score		#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
e	µg/L	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
RSD	%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
z score		#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
f	µg/L	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!
RSD	%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
z score		#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!	#DEEL/0!

