

Accreditatieprogramma

**Keuring van partijen grond,
bouwstoffen en korrelvormige
afvalstoffen**

Onderdeel: Analyse van eluaten

AP04 - E



Ontwerpversie 10/c2 – voor openbare reactieronde

Inhoudsopgave onderdeel Analyse van Eluaten (E)

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| E 1 INTRODUCTIE | 6 |
| E 2 OVERZICHT VAN VERRICHTINGEN | 7 |
| E 3 BEGRIPPEN/PARAMETERS | 8 |
| E 4 VALIDATIE VAN EEN VERRICHTING | 10 |
| E 4.1 TESTPROCEDURE EN KWANTIFICERING VAN PRESTATIEKENMERKEN | 11 |
| E 4.1.1 Aantoonbaarheidsgrens (AG) | 11 |
| E 4.1.2 Bepalen van het meetbereik van de verrichting | 11 |
| E 4.1.3 Toetsing van de modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument | 11 |
| E 4.1.4 Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding (d , T_v) | 11 |
| E 4.1.5 Bepalen van (intralaboratorium)reproduceerbaarheids-variatiecoëfficiënt (s_{Rw} , v_{CRw}) | 12 |
| E 4.2 GELIJKWAARDIGHEIDSONDERZOEK NIET GENORMALISEERDE VERRICHTING | 12 |
| E 4.3 RAPPORTAGE VAN WERKZAAMHEDEN | 12 |
| E 5 KWALITEITSBORGING VAN VERRICHTING | 13 |
| E 5.1 EERSTELIJNSCONTROLE | 13 |
| E 5.1.1 Periodiek performance onderzoek | 13 |
| E 5.1.2 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting | 16 |
| E 5.1.3 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een niet-routinematige verrichting | 16 |
| E 5.1.4 Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten | 17 |
| E 5.1.5 Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten | 17 |
| E 5.2 TWEDELIJNSCONTROLE | 19 |
| E 5.3 DERDELIJNSCONTROLE | 19 |
| E 5.3.1 Toetsing van resultaten ringonderzoek | 19 |
| E 6 TECHNISCHE BESCHRIJVING EN KWALITEITSBORGING VAN VERRICHTINGEN | 22 |
| PRESTATIEBLAD E.I BEPALING VAN LOOD IN ELUATEN | 23 |
| PRESTATIEBLAD E.II BEPALING VAN CADMIUM IN ELUATEN | 25 |
| PRESTATIEBLAD E.III BEPALING VAN ZINK IN ELUATEN | 27 |
| PRESTATIEBLAD E.IV BEPALING VAN NIKKEL IN ELUATEN | 29 |
| PRESTATIEBLAD E.V BEPALING VAN ARSEEN IN ELUATEN | 31 |
| PRESTATIEBLAD E.VI BEPALING VAN CHROOM IN ELUATEN | 33 |
| PRESTATIEBLAD E.VII BEPALING VAN KOPER IN ELUATEN | 35 |
| PRESTATIEBLAD E.VIII BEPALING VAN KWIK IN ELUATEN | 37 |
| PRESTATIEBLAD E.IX BEPALING VAN MOLYBDEEN IN ELUATEN | 39 |
| PRESTATIEBLAD E.X BEPALING VAN BARIUM IN ELUATEN | 41 |
| PRESTATIEBLAD E.XI BEPALING VAN TIN IN ELUATEN | 43 |
| PRESTATIEBLAD E.XII BEPALING VAN KOBALT IN ELUATEN | 45 |
| PRESTATIEBLAD E.XIII BEPALING VAN ANTIMOON IN ELUATEN | 47 |
| PRESTATIEBLAD E.XIV BEPALING VAN SELEEN IN ELUATEN | 49 |
| PRESTATIEBLAD E.XV BEPALING VAN VANADIUM IN ELUATEN | 51 |
| PRESTATIEBLAD E.XVI BEPALING VAN CYANIDEN (VRIJ EN COMPLEX) IN ELUATEN | 53 |
| PRESTATIEBLAD E.XVII BEPALING VAN BROMIDE, CHLORIDE EN SULFAAT IN ELUATEN | 55 |
| PRESTATIEBLAD E.XVIII BEPALING VAN FLUORIDE IN ELUATEN | 57 |
| PRESTATIEBLAD E.XIX BEPALING VAN CALCIUM IN ELUATEN | 58 |
| PRESTATIEBLAD E.XX BEPALING VAN DOC IN ELUATEN | 59 |
| PRESTATIEBLAD E.XXI BEPALING VAN TOTAL DISSOLVED SOLIDS (TDS) IN ELUATEN | 61 |
| E 7 VAN TOEPASSING ZIJNDE DOCUMENTEN | 62 |
| E7.1 NORMATIEVE DOCUMENTEN | 62 |



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

E7.2 INFORMATIEVE DOCUMENTEN 63

BIJLAGEN 64

BIJLAGE E1 UITGANGSPUNTEN VASTSTELLING MAXIMAAL AANVAARDE UITLOGCONCENTRATIES
(MAU) 64

ONTWERP



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Eigendomsrecht

Dit document is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert dit document inhoudelijk. De actuele versie van het document 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) ontfemen.

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 dit document met de bijbehorende documenten en het gebruik van deze accreditatieregeling.

© Copyright SIKB

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

Bestelwijze

Dit document en de bijbehorende documenten 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 dit document 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.nl.

Helpdesk/gebruiksaanwijzing

Voor vragen over inhoud en toepassing van dit document 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.



E 1 Introductie

Het Accreditatieprogramma "voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen onderdeel: analyse van eluaten" (hierna te noemen AP04-E) beschrijft de verrichtingen en de prestatiekenmerken van de verrichtingen, welke in het kader van het Besluit bodemkwaliteit en de Regeling bodemkwaliteit en / of Bm/Bssa dienen te worden toegepast. Het betreft analyses in eluaten afkomstig van uitloging van ofwel bouwstoffen ofwel (te storten) korrelvormige afvalstoffen. Verder zijn de testprocedures gedefinieerd voor het bepalen van de prestatiekenmerken met de daarbij horende criteria, waaraan een verrichting moet voldoen.

Referentiepunten van het Accreditatieprogramma AP04-E zijn de (inter)nationaal genormaliseerde verrichtingen, welke bij het onderzoek in het kader van het Besluit bodemkwaliteit en de Regeling bodemkwaliteit en / of Bm/Bssa worden gebruikt. Voor de voorgeschreven voorschriften wordt het referentiepunt met (inter)nationaal genormaliseerde voorschriften gedefinieerd. Indien een verrichting niet conform gedefinieerde (inter)nationale voorschriften wordt uitgevoerd, dient te worden aangetoond dat de meetmethode gelijkwaardig is.

In dit document zijn de op de analyse van eluaten betrekking hebbende verrichtingen welke onder het Accreditatieprogramma vallen, in hoofdstuk E2 vermeld. In hoofdstuk E3 worden de gebruikte begrippen en parameters gedefinieerd en in hoofdstuk E4 is de validatie van een verrichting weergegeven door algemeen geaccepteerde procedures. In hoofdstuk E5 is de eerste-, tweede- en derdelijnscontrole omschreven welke minimaal moet worden toegepast tijdens de uitvoering van verrichtingen welke vallen onder het Accreditatieprogramma voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. De technische gegevens van de verrichtingen en de daarbij horende prestatiekenmerken zijn in hoofdstuk E6 vermeld.



E 2 Overzicht van verrichtingen

In dit onderdeel van het Accreditatieprogramma zijn alle verrichtingen opgenomen, welke nodig zijn voor de analyse van eluaten uit het uitloogonderzoek in het kader van het "Besluit Bodemkwaliteit/Regeling Bodemkwaliteit" en / of Bm/Bssa .

De op in dit onderdeel beschreven verrichtingen van toepassing zijnde normversies zijn vermeld in hoofdstuk E7.

Al deze verrichtingen zijn opgenomen in de pakketindeling voor de specificatie Uitloogonderzoek (zie AP04-A).

De volgende verrichtingen worden in AP04-E beschreven:

- Bepaling van lood in eluaten.
- Bepaling van cadmium in eluaten.
- Bepaling van zink in eluaten.
- Bepaling van nikkel in eluaten.
- Bepaling van arseen in eluaten.
- Bepaling van chroom in eluaten.
- Bepaling van koper in eluaten.
- Bepaling van kwik in eluaten.
- Bepaling van molybdeen in eluaten.
- Bepaling van barium in eluaten.
- Bepaling van tin in eluaten.
- Bepaling van kobalt in eluaten.
- Bepaling van antimoon in eluaten.
- Bepaling van seleen in eluaten.
- Bepaling van vanadium in eluaten.
- Bepaling van cyaniden (vrij en complex) in eluaten.
- Bepaling van bromide in eluaten.
- Bepaling van chloride in eluaten.
- Bepaling van sulfaat in eluaten.
- Bepaling van fluoride in eluaten.
- Bepaling van calcium in eluaten.
- Bepaling van DOC in eluaten.
- Bepaling van droogrest (TDS) in eluaten.

Voor het uitloogonderzoek wordt verwezen naar het betreffende Accreditatieprogramma-onderdeel AP04-U. De eisen voor de eluaatanalyses zijn voor alle uitloogproeven gelijk, met uitzondering van de vereiste aantoonbaarheidsgrenzen (AG_{eis}). De in het prestatieblad vermelde AG_{eis} bij niet vormgegeven materialen geldt voor de kolomproef, de AG_{eis} voor de vormgegeven materialen is van toepassing voor de diffusie- en beschikbaarheidsproef.



E 3 Begrippen/parameters

Voor definities met betrekking tot kwaliteitssystemaspecten en prestatiekenmerken gelden definities zoals opgenomen in NEN 7777/C1 en NEN 7778/C1. Daarnaast worden de volgende definities uit andere bronnen of eigen definities gehanteerd.

Conforme (meet)methode

Voor de definitie van conforme (meet)methode wordt verwezen naar het toelichtend document RVA-T001 van de Raad voor Accreditatie.

Controlemonster

Homogeen materiaal dat qua samenstelling en vorm geaccepteerd wordt als zijnde representatief voor monsters en dat is bedoeld voor de controle op een of meer prestatiekenmerken van de meetmethode.

Matrixonderzoek

Onderzoek waarin de prestatie van de meetmethode wordt vastgesteld bij relevante samenstellingklassen van het monster.

Opmerking: Het betreft over het algemeen de verschillende matrixsoorten (bijv. eluaten van de kolomproef, beschikbaarheidsproef en diffusieproef) en bekende interferenties.

Maximaal Aanvaarde Uitlogconcentraties (MAU)

Deze concentratie is die concentratie in een eluaat waaruit de maximaal aanvaarde emissie kan worden berekend.

Opmerking: De vereiste aantoonbaarheidsgrens (AG_{eis}) is vastgesteld op 30% van de MAU. De berekening van de MAU staat in bijlage E1.

Trennzahl of scheidingsgetal (NPR 6405)

Als maat voor het scheidend vermogen van het chromatografische systeem kan de Trennzahl of het scheidingsgetal T_z worden gebruikt. De Trennzahl is als volgt gedefinieerd:

$$T_z = \frac{(t_{R,j} - t_{R,i})}{w_{1/2,i} + w_{1/2,j}} - 1$$

Waarin:

$t_{R,i}$ en $t_{R,j}$: de retentietijden van verbindingen i respectievelijk j ;
 $w_{1/2,i}$ en $w_{1/2,j}$: de breedte op halve hoogte voor verbinding i respectievelijk j .

Toelichting 1: De Trennzahl is een maat voor de efficiëntie en selectiviteit van een chromatografisch systeem.

Toelichting 2: In zijn algemeenheid kan worden gesteld dat Trennzahl overeenkomt met het aantal analyten (pieken) dat nog tussen de analyten i en j kan worden gescheiden.

Verloop (Eigen definitie)

Systematische verandering met de tijd van de meetwaarde voor dezelfde waarde van de (meet)grootte.

Toelichting: Indien niet nader aangeduid wordt met "verloop" alleen de verandering van de kalibratiefunctie bedoeld.

z-score

Afwijking van de meetwaarde met de toetswaarde, in verhouding tot de standaardafwijking.

$$z_i = \frac{x_i - x}{s}$$

Hierbij is: x_i : meetwaarde
 x : toetswaarde zoals:



- "assigned value" bij een interlaboratoriumonderzoek;
- toegekende waarde bij een referentiemateriaal
- meetwaarde van een referentiemethode
s: standaardafwijking

Toelichting 1: *In principe wordt in dit document steeds getoetst aan de in het prestatieblad geëiste standaardafwijking.*

Toelichting 2: *De z-waarde wordt in dit document gebruikt voor het toetsen van systematische verschillen. Voor het evalueren van de afwijkingen van een serie meetwaarden wordt de gemiddelde z² uitgerekend:*

$$\overline{z^2} = \frac{z_1^2 + z_2^2 + \dots + z_n^2}{n}$$

De grenswaarden voor zowel z als de gemiddelde z² zijn vastgesteld met inachtneming van de risico's van toevallige overschrijding en de relevantie t.o.v. de totale meetfout.



E 4 Validatie van een verrichting

Bij de introductie of wijziging van een verrichting dient een intralaboratoriumvalidatie-onderzoek te worden uitgevoerd.

In dit validatie-onderzoek moeten de volgende prestatiekenmerken worden getoetst:

- aantoonbaarheidsgrens;
- meetbereik;
- modelafwijking/alineariteit;
- bias/terugvinding;
- intralaboratoriumreproduceerbaarheid.

In het onderzoek moet worden aangetoond dat de prestatiekenmerken gelijkwaardig zijn aan die van de aangegeven norm, welke als referentiepunt geldt binnen het Accreditatieprogramma, zie ook E4.2.

Als basis voor het bepalen van de prestatiekenmerken wordt gebruik gemaakt van NEN 7777/C1. Toetsing aan de criteria vindt plaats op de wijze vermeld in deze norm. De criteria voor de diverse prestatiekenmerken staan genoemd in de prestatiebladen. Deze waarden worden beschouwd als geschatte limietwaarden.

Indien een (nieuwe) verrichting conform een voorgeschreven norm wordt uitgevoerd dan dienen alleen de prestatiekenmerken te worden getoetst aan de eisen voor de prestatiekenmerken weergegeven in de prestatiebladen.

Opmerking

In de prestatiebladen zijn criteria opgenomen voor het prestatiekenmerk herhaalbaarheid. In de validatie van een (nieuwe) verrichting behoeft de herhaalbaarheid als prestatiekenmerk niet te worden vastgesteld. De criteria voor herhaalbaarheid dienen als toetsmiddel voor (periodieke) controlehandelingen die plaatsvinden onder condities van herhaalbaarheid.

In principe gelden de prestatiekenmerken voor de gehele verrichting, zoals beschreven in het voorschrift, inclusief monstervoorbehandeling. Voor de eluaatanalyse omvat dit **niet** de uitloogproef. Indien van de norm wordt afgeweken dient met reële praktijkmonsters te worden vastgesteld of de selectiviteit van de verrichting overeenkomt met de genormaliseerde verrichting.

De validatie dient te worden herhaald als de gelijkwaardige verrichting of de norm verandert. Dit moet conform NEN 7777/C1 "Ingebruikneming aangepaste methode" plaatsvinden. Validatie-onderzoek uitgevoerd volgens de procedures beschreven in eerdere versies van AP04 blijven geldig. Hernieuwde validatie volgens de vanaf deze versie (versie 6) vermelde procedure is niet noodzakelijk.

De prestatiekenmerken worden, indien niet anders vermeld, bepaald op synthetische eluaten (de validatiematrix) van 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (matrix I) en 20000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (matrix II) na additie van de te onderzoeken analyten op het juiste concentratieniveau.

Tabel 1 Samenstelling synthetische eluaten

| matrixchemicaliën (watervrij) in mg/l | Matrix I alle analyten * | matrix I calcium | matrix II alle analyten * | matrix II calcium | matrix II cyanide | matrix II chloride, fluoride, sulfaat, bromide |
|---------------------------------------|--------------------------|------------------|---------------------------|-------------------|-------------------|------------------------------------------------|
| calciumchloride | 117 | | 2230 | | 2230 | |
| natriumchloride | 382 | 382 | 4400 | 4400 | 4400 | |
| kaliomchloride | | | 5600 | 5600 | 5600 | |
| natriumnitraat | | | 136 | 136 | | 136 |
| natriumacetaat | | | 664 | 664 | 664 | 664 |

* m.u.v. de in de tabel genoemde analyten.



Concentratieniveaus voor validatie worden overeenkomstig NEN 7777/C1 gekozen.

E 4.1 Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken

E 4.1.1 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

Het bepalen van de aantoonbaarheidsgrens staat beschreven in NEN 7777/C1. De aantoonbaarheidsgrens moet op basis van intralabreproduceerbaarheidscondities worden vastgesteld.

Criterium:

- De aantoonbaarheidsgrens moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

E 4.1.2 Bepalen van het meetbereik van de verrichting

Geef als meetbereik op het gebied tussen aantoonbaarheidsgrens en de hoogste waarde van de meetgrootte die volgens voorschrift kan worden gemeten waarbij de prestatiekenmerken aan gedefinieerde eisen voldoet.

Toelichting 1: *Als verdunning van de monsters een onderdeel is van de vastgestelde meetmethode dan moet bij de kwantificering van het meetbereik de verdunning worden inbegrepen.*

Toelichting 2: *"Aantoonbaarheidsgrens" moet worden vervangen door "laagste waarde" indien door andere beperkingen (bijv. alineariteit) een prestatiekenmerk (bijv. lineariteit) voor waarden boven de aantoonbaarheidsgrens nog niet aan gedefinieerde eisen voldoet.*

E 4.1.3 Toetsing van de modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument

De toetsing van de bruikbaarheid van de gekozen kalibratiefunctie voor het gehele meetbereik staat beschreven in NEN 7777/C1. De toetsing moet plaatsvinden op basis van absolute limietwaarden.

E 4.1.4 Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding (d, Tv)

De intralaboratorium-bias / terugvinding van de verrichting kan op de volgende manieren, in afnemende preferentie, worden bepaald:

- gecertificeerd referentiemateriaal (of monster met een conventionele waarde);
- geaddeerde monsters.
-

E 4.1.4.1 Intralaboratorium-bias met behulp van gecertificeerd referentiemateriaal

De bepaling van de intralaboratorium-bias volgens deze manier staat beschreven in NEN 7777/C1.

Criterium:

- De intralaboratorium-bias moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

Toelichting: *De eis aan de terugvinding en bias geldt voor het gemiddelde van de gevonden gehalten in het onderzochte monstermateriaal, niet voor individuele meetresultaten. Bij deze interpretatie zorgt de eis aan reproduceerbaarheid dat de fluctuatie rondom het gemiddelde binnen acceptabele grenzen blijft.*

E 4.1.4.2 Terugvinding uit toevoeging

Terugvindingsonderzoeken worden uitgevoerd op geaddeerde monsters, indien voor de verrichting en voor een bepaalde matrix niet kan worden beschikt over een gecertificeerd referentiemonster.

De bepaling van de terugvinding uit toevoeging volgens deze manier staat beschreven in NEN 7777/C1.



Toelichting 1: Indien mogelijk worden de monsters onder de in het prestatieblad gegeven bewaarcondities 48 uur bewaard. Na 48 uur worden de monsters volgens de verrichting geanalyseerd.

Criterium:

- De terugvinding moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.
-

E 4.1.5 Bepalen van (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt (s_{Rw} , vc_{Rw})

De bepaling van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking staat beschreven in NEN 7777/C1. Deze kan op twee manieren worden uitgevoerd: duploanalyse van verschillende monsters of herhaalde analyse van hetzelfde laboratoriummonster. Beide methoden zijn toegestaan.

Voor de analyse moet de gehele meetmethode worden doorlopen, exclusief de uitlooproef.

Toelichting 1: Voor het bepalen van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking mag het controlemonster van de eerstelijnscontrole worden gebruikt.

In het prestatieblad wordt de intralaboratoriumreproduceerbaarheid (tenzij anders aangegeven) als variatiëcoëfficiënt (vc_{Rw}) uitgedrukt.

Criterium:

- De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

E 4.2 Gelijkwaardigheidsonderzoek niet genormaliseerde verrichting

Het gelijkwaardigheidsonderzoek moet worden uitgevoerd indien een verrichting niet conform de referentiemethode wordt uitgevoerd. Het gelijkwaardigheidsonderzoek dient conform NEN 7778/C1 te worden uitgevoerd.

E 4.3 Rapportage van werkzaamheden

Het validatie-onderzoek wordt afgesloten met een validatierapport/verslag. De conclusie van het onderzoek dient relevant te zijn in relatie met het AP04 en wordt weergegeven in een prestatieblad, waarin ook het validatieresultaat en de AP04 eis is opgenomen. Van ieder uitgevoerd validatie-onderzoek moet volledige documentatie bij het accreditatie-onderzoek beschikbaar zijn.



E 5 Kwaliteitsborging van verrichting

De kwaliteitsborging van een verrichting is als volgt onderverdeeld:

- Eerstelijnscontrole - Controle van de verrichting door de uitvoerenden zelf.
- Tweedelijnscontrole - Controle binnen de organisatie van de instelling en onafhankelijk van de uitvoerenden.
- Derdelijnscontrole - Onafhankelijke externe controle, ringonderzoeken.

De kwaliteitsborging van de instelling dient te zijn vastgelegd in eerste-, tweede-, en derdelijns documenten, waarin de volgende aspecten dienen te worden ondergebracht:

- statistische controle van de kwaliteitsborging;
- afhandeling bij situaties van onbeheerste kwaliteit;
- gebruik c.q. bereiding van de monsters;
- verantwoordelijkheden van functionarissen.

De gedefinieerde eerste-, tweede- en derdelijnscontrole vormen géén additionele kwaliteitsborging maar de minimale kwaliteitsborging die dient te worden toegepast. Een verrichting wordt in de meeste gevallen routinematig uitgevoerd, maar om verschillende redenen kan het zijn dat de uitvoering van een verrichting niet-routinematig is. Bijvoorbeeld als:

- de praktijk uitwijst dat voor een verrichting over langere perioden geen monsters worden aangeboden;
- gewerkt wordt onder een clusterregeling waarbij volgens schema een verrichting door een laboratorium over een langere periode niet wordt uitgevoerd, gevolgd door een periode waarbij deze wel regelmatig wordt uitgevoerd.

Er is geen exacte scheiding aan te geven wanneer een verrichting routinematig is en wanneer niet-routinematig. Ook kan het zijn dat een verrichting over langere perioden als niet-routinematig is te beschouwen, maar over een periode waarin wel een regelmatig aanbod van monsters voor de verrichting is, juist als routinematig benaderd moet worden (zoals in het voorbeeld van de clusterregeling).

Globale richtlijnen zijn:

- Volg voor de eerstelijnscontrole (E5.1) de werkwijze voor een niet-routinematige verrichting als over een periode van vier opeenvolgende kwartalen geen volle controlekaart kan worden verkregen.
- Volg voor de tweedelijnscontrole (E5.2) en de derdelijnscontrole (E5.3) werkwijze voor een niet-routinematige verrichting als over een tijdbestek van vier opeenvolgende kwartalen in drie van de vier kwartalen geen monsters worden aangeboden.

De eerstelijns, tweedelijns en derdelijnscontrole verschilt tussen een routinematige en een niet-routinematige verrichting. Voor ieder is hierna aangegeven welke kwaliteitsborging uitgevoerd moet worden voor een routinematige en voor een niet-routinematige verrichting.

De kwaliteitsborging kan pas op basis van een niet-routinematige verrichting uitgevoerd worden, nadat de accreditatie en definitieve aanwijzing zijn verkregen op basis van validatie-onderzoek en kwaliteitsborging van een routinematige verrichting.

E 5.1 Eerstelijnscontrole

De eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd conform NEN 6603.

In de periodieke evaluatie (het periodiek performance onderzoek) moet worden onderzocht of de verrichting voldoet aan de in het prestatieblad vermelde gegevens (hoofdstuk E6).

Voor niet-routinematige verrichtingen gelden afwijkende frequenties.

E 5.1.1 Periodiek performance onderzoek

De uitgangsmaterialen waarop het onderzoek wordt uitgevoerd zijn, indien niet anders



vermeld: synthetische eluaten met onderstaande samenstelling (de validatiematrix) van 1000 µS/cm (matrix I) en 20000 µS/cm (matrix II) na additie van de te onderzoeken stoffen op het juiste concentratieniveau.

Tabel 2: Samenstelling synthetische eluaten

| matrixchemicaliën (watervrij) in mg/l | Matrix I alle analyten * | matrix I calcium | matrix II alle analyten * | matrix II calcium | matrix II cyanide | matrix II chloride, fluoride, sulfaat, bromide |
|---------------------------------------|--------------------------|------------------|---------------------------|-------------------|-------------------|------------------------------------------------|
| calciumchloride | 117 | | 2230 | | 2230 | |
| natriumchloride | 382 | 382 | 4400 | 4400 | 4400 | |
| kaliumchloride | | | 5600 | 5600 | 5600 | |
| natriumnitraat | | | 136 | 136 | | 136 |
| natriumacetaat | | | 664 | 664 | 664 | 664 |

* m.u.v. de in de tabel genoemde analyten.

E 5.1.1.1 Terugvinding

Analyten : alle parameters
 Concentratiebereik : geadeerde monsters met concentratie binnen het meetbereik van de verrichting
 Werkwijze : zie E4.1.4
 Frequentie : 1 op de 100 monsters, maximaal 1 maal per week
 Aantal : enkelvoud
 Criterium : Zie het criterium, vermeld in de prestatiebladen.

Periodiek performance onderzoek op terugvinding is niet van toepassing voor een niet-routinematige verrichting (zie E5.1.3).

Toelichting : *Bij multicomponentanalyses worden de kritische parameters in een controlekaart bij gehouden. Van de andere componenten dient per half jaar de terugvinding te worden bepaald.*

E 5.1.1.2 Controle-duploanalyses

Analyten : alle parameters
 Concentratiebereik : binnen het meetbereik van de verrichting
 Werkwijze : routinematig onderzoek:
 1 op de 100 aangeboden praktijkmonsters, met als minimum 1 praktijkmonster per maand en als maximum 1 praktijkmonster per week, wordt in duplo geanalyseerd; voor bepalingen die standaard in meervoud worden uitgevoerd kan worden volstaan met de dagelijkse toetsing volgens E5.1.4.1.
 niet-routinematig onderzoek:
 zie E4.1.5
 Frequentie : routinematig onderzoek:
 evaluatie per kwartaal
 niet-routinematig onderzoek:
 1 maal per jaar, indien de verrichting wordt uitgevoerd
 Criteria: Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder herhaalbaarheidscondities:
 de herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt v_c wordt berekend volgens E4.1.5.1.
 Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder reproduceerbaarheidscondities:
 de reproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.



E 5.1.1.3 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt (vc_{Rw})

De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking dient te worden bepaald als:

- geen controlekaart wordt gebruikt,
- een controlekaart wordt gehanteerd waaruit de intralaboratoriumreproduceerbaarheid niet van alle parameters kan worden bepaald in het gewenste concentratiebereik.

| | | |
|--------------------|---|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Analyten | : | parameters |
| Concentratiebereik | : | binnen het meetbereik van de verrichting |
| Werkwijze | : | zie E4.1.6 |
| Frequentie | : | routinematig onderzoek: 1 maal per jaar niet-routinematig onderzoek: 1 maal per jaar, indien de verrichting wordt uitgevoerd. |
| Aantal | : | minimaal tien stuks |
| Criterium | : | in het prestatieblad vermelde eis. |

E 5.1.1.4 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse instrument

De geldigheid van de kalibratiefunctie moet worden getoetst indien:

- de routinematige bepaling van de functie volgens het meetvoorschrift niet is overgedimensioneerd¹ en
- de gevoeligheid (=helling kalibratiefunctie) met meer dan 20% veranderd is of het instrument weer in gebruik genomen wordt na een majeure ingreep of na langere tijd buiten gebruik.

Bij een multicomponentanalyse worden die analyten welke bepalend zijn voor het meetbereik getoetst. Over het algemeen zijn dit de ongevoelige en gevoelige analyten.

| | | |
|--------------------|---|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Analyten | : | alle parameters |
| Concentratiebereik | : | het meetbereik van het analyse-instrument |
| Werkwijze | : | zie E4.1.3 De controle op de modelafwijking als onderdeel van de kwaliteitsborging is indicatief. Aanbevolen wordt zowel de kalibratiestandaarden als de meetstandaard(en) in meervoud te meten. |
| Aantal | : | zie E4.1.3 |
| Criteria | : | zie E4.1.3 |

Periodiek performance onderzoek op modelafwijking is niet van toepassing voor een niet-routinematige verrichting.

E 5.1.1.5 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

De aantoonbaarheidsgrens van de verrichting moet worden getoetst als de gevoeligheid (meetsignaal/ hoeveelheid analyt) dusdanig afneemt dat aannemelijk is dat de geëiste aantoonbaarheidsgrens niet wordt gehaald.

Als criterium geldt dat de aantoonbaarheidsgrens vastgesteld dient te worden indien:

$$B_{gev} < \frac{AG_{yst,*}}{AG_{eis}} B_{yst}$$

Hierin: B_{gev} : de gevonden gevoeligheid;

¹ Overgedimensioneerd betekent dat bij een lineaire functie gekalibreerd wordt op meer dan twee niveaus, bij een tweedegraads polynoom op meer dan drie, enz.



- AG_{eis} : in het prestatieblad geëiste aantoonbaarheidsgrens;
AG_{vst} : de aantoonbaarheidsgrens bij laatste vaststellingsonderzoek;
B_{vst} : de gevoeligheid bij het laatste vaststellingsonderzoek van de
aantoonbaarheidsgrens.

Toelichting 1: Bij multicomponentanalyse worden die componenten gekozen waarbij de gevonden aantoonbaarheidsgrens het dichtst bij de in het prestatieblad vermelde eis ligt.

Toelichting 2: De aantoonbaarheidsgrens dient te worden getoetst wanneer het analyse-instrument, na opheffing van defect of optimalisatie van het analyse-instrument, niet aan de specificaties/eisen voldoet.

- Analyten : alle parameters of de kritische parameters
Werkwijze : zie E4.1.1
Criterium : De aantoonbaarheidsgrens dient overeen te komen met de in het prestatieblad gegeven eis.

E 5.1.2 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting

De instelling dient de kwaliteit van de verrichting tijdens de uitvoering te controleren, zodanig dat over alle facetten van de verrichting (voorbereidende handelingen t.b.v. analyse en analyse zelf) de kwaliteit aantoonbaar wordt geborgd. Deze kwaliteitsborging dient te geschieden op het synthetisch uitloogmonster matrix I, waarbij de meetwaarde ligt binnen het meetbereik van de verrichting.

De resultaten dienen statistisch te worden gecontroleerd conform NEN 6603.

Toelichting: Indien een afgeleide meetmethode wordt gehanteerd dient de instelling die parameters in een controlekaart bij te houden waarmee de meetmethode adequaat wordt geborgd.

Aanmaak van controlemonster

Voor het controlemonster wordt het synthetisch uitloogmonster matrix I genomen waaraan de analyten geaddeerd zijn in de gewenste concentratie. Het monster dient dusdanig te worden gehomogeniseerd dat de inhomogeniteit van het monster geen significante invloed heeft op de intralaboratoriumreproduceerbaarheid. Om praktische redenen (beperkte houdbaarheid) kan het monster worden vervangen door een terugvindingsexperiment, zoals de bepaling van vluchtige componenten. Voor het controlemonster mag ook een referentiemonster worden gebruikt, indien deze aan de gestelde criteria voldoet (zie E4.1.4.1.).

E 5.1.3 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een niet-routinematige verrichting

De kwaliteit van een niet-routinematige verrichting wordt geborgd met een beperkte validatie van de verrichting. Bij het beperkte validatie-onderzoek dienen de volgende prestatiekenmerken minimaal te worden getoetst:

- terugvinding;
- modelafwijking / alineariteit indien de bepaling van de kalibratiefunctie niet is overgedimensioneerd (zie voetnoot E5.1.1.4);
- reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt, evt. herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt;
- aantoonbaarheidsgrens.

Deze prestatiekenmerken dienen per onderzoek te worden getoetst. De prestatiekenmerken dienen minimaal bepaald te worden met het onderstaande experiment:

- 1) één blanco-experiment,
- 2) twee terugvindingsexperimenten tussen 20 en 80 * C_{ag},
- 3) twee terugvindingsexperimenten met een concentratie die tenminste 10 maal hoger ligt.



E 5.1.3.1 Terugvinding

| | |
|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Analyten | alle parameters; |
| Werkwijze/ berekening | zie E4.1.4. eventueel onder herhaalbaarheidscondities |
| Frequentie | per onderzoek; |
| Criteria | de gemiddelde terugvinding (experiment 2 en 3) dient overeen te komen met de in het prestatieblad vermelde eis. |

E 5.1.3.2 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt, evt. Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

| | |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Analyten | alle parameters; |
| Frequentie | per onderzoek; |
| Criteria | van de terugvindingsexperimenten (experiment 2 en 3) wordt de variatiecoëfficiënt bepaald. Deze variatiecoëfficiënt dient lager te zijn dan de in het prestatieblad vermelde eis van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid resp. herhaalbaarheid. |

E 5.1.3.3 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie

| | |
|------------|------------------|
| Analyten | alle parameters; |
| Frequentie | per onderzoek; |
| Berekening | zie E4.1.3 |
| Criteria | zie E4.1.3 |

E 5.1.3.4 Aantoonbaarheidsgrens

| | |
|------------|------------------|
| Analyten | alle parameters; |
| Frequentie | per onderzoek; |
| Criteria | zie E5.1.1.5. |

E 5.1.4 Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten.

Indien in het genormaliseerde voorschrift additionele kwaliteitsborgingspunten staan vermeld, dienen deze te worden gecontroleerd. Verder is in het prestatieblad van de desbetreffende verrichting een aantal additionele kwaliteitsborgingspunten vermeld (specifieke aandachtspunten). Indien een kwaliteitsborgingspunt in beide staat vermeld, geldt het scherpste criterium.

Daarnaast behoort het tot de goede praktijk om standaard(en) en (procedure) blanco's aan de meetseries toe te voegen. De standaard(en) en (procedure)blanco's dienen aan de volgende richtlijnen te voldoen:

- Een 1-puntskalibratieoplossing dient bij voorkeur hoger te zijn dan 20 maal de aantoonbaarheidsgrens en lager dan 0,6 maal het lineair meetgebied van het meetsysteem of meetmethode, indien geen verdunningsstap wordt toegepast.
- Een procedureblanco moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis of, indien de door het laboratorium gehanteerde rapportagegrens lager is, kleiner zijn dan deze rapportagegrens.
- De instelling dient in een document te hebben opgenomen hoe de instelling omgaat met verhoogde blanco's, o.a. met betrekking tot:
 - verhoogde rapporteringswaarden;
 - correctie voor de blanco;
 - grenswaarde voor onbeheerste kwaliteit van de verrichting.

E 5.1.5 Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten.

De instelling dient per verrichting een aanvullend periodieke kwaliteitsborgingspunt te introduceren, ter voorkoming van grove fouten. Voor een aantal verrichtingen is dit aanvullend kwaliteitsborgingspunt in het prestatieblad voorgeschreven.

E 5.1.5.1 Het gebruik van (procedurele) interne standaarden.

Indien mogelijk mag de instelling gebruik maken van interne standaard(en) om grove



fouten in de verrichting op te sporen.

Voorwaarde aan het gebruik van interne standaard(en):

- De interne standaard dient in een vroeg stadium (aan het monster of extract van monster) te worden toegevoegd, zodat deze de hele verrichting doorloopt.
- De interne standaard dient representatief te zijn voor de te bepalen analyten. Hieronder wordt verstaan gelabelde, gedeutereerde verbindingen of een congener van de te bepalen analyten.
- Een interne standaard wordt toegepast wanneer de verrichting dit toelaat.

Een meetwaarde mag alleen voor een interne standaard worden gecorrigeerd, indien dit in de gedefinieerde verrichting is beschreven. De instelling dient in een validatie-onderzoek vast te stellen aan welke grenswaarde de interne standaard moet voldoen en dat deze in redelijke verhouding staat met de in het prestatieblad vermelde gegevens van de desbetreffende verrichting.

E 5.1.5.2 Aanvullende confirmatie

Indien bij een bepaling een niet-specifieke detector wordt toegepast dan dient, indien mogelijk, aanvullende confirmatie te worden uitgevoerd met behulp van bijvoorbeeld een andere detector, een andere instelling van de detector. Veelal zijn hiervoor in de norm, die is vermeld onder 'Werkwijze' in de prestatieblad, aanwijzingen opgenomen. Criteria met betrekking tot aanvullende confirmatie zijn vermeld in de prestatiebladen.

Het is bij aanvullende confirmatie niet de bedoeling resultaten in kwantitatieve zin te bevestigen. Veeleer gaat het om bevestiging dat de aangetroffen verbindingen terecht en juist zijn geïdentificeerd.

Aanvullende confirmatie dient, indien aangegeven in de prestatieblad, op 2 % van de monsters voor een bepaling te worden uitgevoerd. Voor de aanvullende confirmatie dient een analytbevattend monster te worden gekozen.

De aanvullende confirmatie kan worden uitgevoerd op het destryaat/extract, het zeker gestelde analysemonster voor de reeds uitgevoerde analyse, op het voorbereikte monstermateriaal of op het veldvochtige monstermateriaal.

De instelling dient nader onderzoek te plegen als de identificatie van verbindingen door de aanvullende confirmatie niet worden bevestigd.

E 5.1.5.3 Consistentieanalyse van kalibratie-oplossingen

De bewaking van de bias van een kalibratie-oplossing vindt plaats bij de aanmaak van nieuwe kalibratiestandaarden: dat geldt zowel voor stockoplossingen als voor kalibratie-oplossingen.

Als per meetserie nieuwe kalibratie-oplossingen worden bereid, dient de bias dagelijks te worden gecontroleerd. Veelal gebeurt dit al met een controlekaart (controlemonster).

Wordt een kalibratie-oplossing echter gedurende een langere periode gebruikt, dan wordt volstaan met een eenmalige controle van de bias van de kalibratie-oplossing na de bereiding.

Voor de controle op consistentie wordt de nieuw bereide kalibratie-oplossing vergeleken met de tot dan toe gebruikte ("oude") kalibratie-oplossing.

Criterium:

- Het relatieve verschil tussen de "oude" en de nieuw bereide kalibratieoplossing mag niet meer dan 7,5% bedragen. Voor multicomponent- of multi-elementkalibratieoplossingen mag voor ten hoogste éénvijfde van de componenten of elementen het relatieve verschil 7,5%-12,5% bedragen.



E 5.2 Tweedelijnscontrole

Het laboratorium dient de verrichtingen regelmatig te onderzoeken met een tweedelijnscontrolemonster, waarvan de identiteit zo mogelijk niet bekend is. De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijnscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste één een derdelijnscontrole (ringonderzoek).

Voor de tweedelijnscontrole dient de bereiding van de monsters en de statistische verwerking in een werkvoorschrift te zijn vastgelegd. Verder dienen de procedurele aspecten in een aparte procedure te zijn opgenomen.

Voor de tweedelijnscontrole kan gebruik worden gemaakt van:

- (intern) gecertificeerde referentiematerialen;
- geadeerde monsters;
- blanco materiaal.

Bij de tweedelijnscontrole dienen de herhaalbaarheid of reproduceerbaarheid en de bias of terugvinding te worden getoetst op de in het prestatieblad vermelde eisen. Indien de tweedelijnscontrole niet aan deze eisen voldoet dient de instelling correctieve acties te ondernemen.

Voor een niet-routinematige verrichting is tweedelijnscontrole nodig in de perioden dat de verrichting wordt uitgevoerd.

E 5.3 Derdelijnscontrole

De instelling dient, indien mogelijk, regelmatig zijn geaccrediteerde verrichtingen aan derdelijnscontrolemonsters te onderwerpen. Hierbij kan gebruik worden gemaakt van ringonderzoeken.

De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijnscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste 1 een derdelijnscontrole (ringonderzoek).

Voor de derdelijnscontrole dienen de procedurele aspecten in een apart document te zijn opgenomen.

Voor een niet-routinematige verrichting is derdelijnscontrole nodig in de perioden dat de verrichting wordt uitgevoerd.

E 5.3.1 Toetsing van resultaten ringonderzoek

De resultaten van een ringonderzoek worden op onderstaande wijze geëvalueerd.

Per parameter wordt de z-score berekend volgens:

$$z_i = \frac{x_i - x_{ref}}{s}$$

Waarin :

- x_i meetwaarde i
 x_{ref} de toegekende waarde (zie NEN-ISO 13528)

Indien het aantal deelnemers aan het ringonderzoek groter dan 6 is dan wordt standaardafwijking, s , vastgesteld volgens:

$$\begin{aligned} S_{Rw,eis} > S_{ring} &\rightarrow S = S_{Rw,eis} \\ S_{Rw,eis} < S_{ring} &\rightarrow S = S_{ring} \end{aligned}$$

waarin :

- $S_{Rw,eis}$ de eis ten aanzien van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidstandaardafwijking;
 S_{ring} de standaardafwijking van meetwaarden in het ringonderzoek.



Als het aantal deelnemers kleiner is dan zes, dan kan het ringonderzoek alleen worden benut voor toetsing van de bias of terugvinding, als de ware waarde van het monstermateriaal bekend is. Als de ware waarde niet bekend is, dan moet het ringonderzoek als niet zinvol worden geacht en kan het niet worden benut voor toetsing. Alleen voor de componenten met een niveau dat hoger is dan 5 maal de vastgestelde AG worden de z waarden berekend en beoordeeld. Het resultaat van een component of groepscomponent is significant afwijkend van de toegekende waarde indien:

- De absolute waarde van de z-score voor één van de waarnemingen groter dan 3 is ($|z| > 3$).
- Een ringonderzoek dat uit 1 of 2 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters in de laatste twee ringonderzoeken of voor 2 monsters binnen het laatste ringonderzoek, groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 3 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 4 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waarden van de z-scores van één specifieke component voor meer dan 3 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of meer dan 2 binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.

In onderstaande tabel zijn ter verduidelijking de grensgevallen ingevuld. Ten eerste wordt een toetsing uitgevoerd op het laatste ringonderzoek. Daarbij dient het maximum aantal overschrijdingen lager te zijn dan hetgeen is gegeven in kolom 2 en kolom 3. Indien binnen het laatste ringonderzoek of het één na laatste ringonderzoek geen significante afwijking is geconstateerd, dan worden vervolgens de laatste twee onderzoeken getoetst aan de eisen die gegeven zijn in kolom 2 en 3.

De in de tabel gegeven volgorde is willekeurig gekozen en is niet van belang bij de toetsing op een significante afwijking. Het gaat bij de beoordeling alleen om het aantal overschrijdingen en van welke type (II of III) deze zijn.

Tabel 3: Criteria voor de beoordeling van ringonderzoeken¹

| Aantal te beoordelen monsters | Toegestaan ² | Niet toegestaan ³ |
|-------------------------------|---------------------------|-----------------------------------------------------|
| 1 | II | III |
| 2 | I, II | II, II I, III |
| 3 | I, II, II | II, II, II I, I, III |
| 4 | I, I, II, II | I, II, II, II I, I, I, III |
| 5 | I, I, I, II, II | I, I, II, II, II I, I, I, I, III |
| 6 | I, I, I, I, II, II | I, I, I, II, II, II I, I, I, I, I, III |
| 7 | I, I, I, I, I, II, II, II | I, I, I, I, II, II, II, II I, I, I, I, I, I, III |
| 8 | I, I, I, I, I, II, II, II | I, I, I, I, II, II, II, II I, I, I, I, I, I, III |

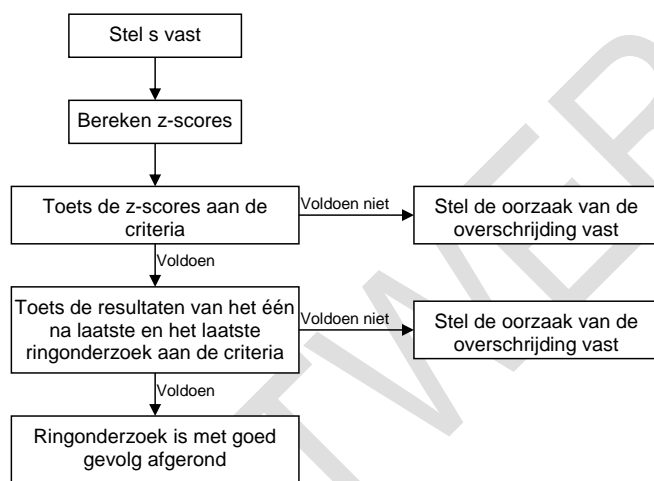
¹) **I** = $|z| < 2$ sigma (gehalte ligt in het 95% betrouwbaarheidsgebied), **II** = 2 sigma $< |z| < 3$ sigma (gehalte ligt buiten het 95% betrouwbaarheidsgebied) en **III** = $|z| > 3$ sigma (een overschrijding stel oorzaak vast); ²)



z-scores per parameter die binnen één ringonderzoek zijn toegestaan; ³) z-scores per parameter waar vanaf de oorzaak van de afwijking moet worden vastgesteld.

Bij het beoordelen van de tabel en het vaststellen of het laboratorium tijdig actie heeft ondernomen moet rekening worden gehouden met de rapportagetijd van de ringonderzoeken. Het kan voorkomen dat ringonderzoek n pas wordt gerapporteerd als de resultaten van ringonderzoek n+1 al zijn ingestuurd. Pas na het insturen van ringonderzoek n+2 kan dan worden vastgesteld of de resultaten voor een bepaalde component in zowel ringonderzoek n als in ringonderzoek n+1 afwijkingen gaven. Het is daarbij mogelijk dat ook in ringonderzoek n+2 (dat al is ingestuurd) zich dezelfde afwijking voordoet zonder dat het laboratorium kan worden verweten dat het niet tijdig actie heeft ondernomen.

In het volgende processchema is het een en ander ter verduidelijking grafisch weergegeven.



Figuur 1 Stappenschema toetsing ringonderzoek resultaten

Wanneer een resultaat significant afwijkt, dient het laboratorium de mogelijke oorzaak te onderzoeken.

Tijdens dit onderzoek dienen de volgende punten aan de orde te komen:

- analyseer het kwaliteitsprobleem, gebaseerd op de resultaten van vorige succesvolle ringonderzoeken, interne data van de kwaliteitsborging en de relevante metingen;
- maak een plan voor correctieve acties;
- leg uitvoering van de correctieve actie(s) vast;
- controleer of de correctieve actie succesvol is / was.

Indien geen oorzaak geconstateerd is bij het onderzoek naar de afwijking(en) dient één van de volgende acties te worden ondernomen:

- uitvoeren van een tweedelijnscontrole;
- indien het zelf opgewerkte destruaat/extract nog aanwezig is, het gehalte laten vaststellen door een ander, voor AP04 geaccrediteerd, laboratorium.



E 6 Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen

Onder het prestatieblad staan alle eisen ten aanzien van de te valideren verrichting weergegeven. Er wordt onderscheid gemaakt tussen de vereiste AG voor respectievelijk vormgegeven en Niet-vormgegeven materialen.

De methode dient gevalideerd te worden voor beide validatiematrices, zie ook E4. Onder elk van de matrices staan de eisen waaraan de verrichting dient te voldoen.

Opmerking: In de meeste gevallen zal de aantoonbaarheidsgrens van de methode voor een zwaardere matrix hoger liggen dan bij een relatief schone matrix. In die gevallen waar het niet zeker is dat de wettelijk vereiste aantoonbaarheidsgrens (AG_{eis}) voor de zwaardere matrix gehaald kan worden is dit aangegeven met een voetnoot.



Prestatieblad E.I Bepaling van lood in eluaten

Beginsel

Lood in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog Bouwstof Niet- vormgegeven | Afvastof Bm/Bssa *) | AG _{eis} | | Afvastof Bm/Bssa *) |
|------|------------|-------------------------------------------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|------------------------|
| | | | | Bouwstof vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Lood | 7439-92-1 | 230 | 1000 | 30 | 10 | 300 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa .

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities [NEN-EN-ISO 5667-3](#)

Bewaartermijn [NEN-EN-ISO 5667-3](#)

Verrichting

Norm

Techneek

NEN-EN-ISO 15586

AAS-grafietoven

NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885)

ICP-AES

*)

NEN 6965/C1

AAS-vlam

NEN-EN-ISO 17294-2

ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaaif eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

< AG

Controlemonster

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Lood

80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Lood

< 7,5 %

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Lood

< 10 %

< 13 %

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

resultaat tweede golflengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

n.v.t.

aandachtspunten



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: lood

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

lood

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

ONTWERP



Prestatieblad E.II Bepaling van cadmium in eluaten

Beginsel

Cadmium in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|---------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Cadmium | 7440-43-9 | 4 | 100 | 0,7 | 0,1 | 30 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

Techniek

NEN-EN-ISO 15586
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)

AAS-grafietoven
 ICP-AES

NEN 6965/C1
 NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-vlam
 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaaif eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

(20000 µS/cm)

Aantoonbaarheidsgrens < AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

< AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco < AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Cadmium 80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Cadmium < 7,5 %

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Cadmium < 10 %

< 13 %



INSTRUMENTEN
 VOOR EENVOUDIGER
 EN BIETER
 BODEMBEHEER

Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: cadmium

**Aanvullende
kwaliteitsborgingpunten**

| | | |
|---------------------|------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Proc.interne stand. | n.v.t. | |
| Confirmatie | Bij ICP- AES: | resultaat tweede golfengte voldoet aan duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld). |

**Specifieke
aandachtspunten**

n.v.t.

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

| | |
|----------------------------------------------------|---------------------------------------------|
| Concentratie bereik van analyten in het monster | binnen het meetbereik van de verrichting |
|----------------------------------------------------|---------------------------------------------|

| | |
|--------------------------------------------|---------|
| Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: | cadmium |
|--------------------------------------------|---------|

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

| | |
|-------------------------------|----|
| Rapportagegrens ringonderzoek | AG |
|-------------------------------|----|



Prestatieblad E.III Bepaling van zink in eluaten

Beginsel

Zink in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog Bouwstof Niet- vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | AG _{eis} | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
|------|------------|-------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | | | | Bouwstof Niet- vormgegeven | | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Zink | 7440-66-5 | 450 | 5000 | 70 | 20 | 1500 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities NEN-EN-ISO 5667-3
 Bewaartermijn NEN-EN-ISO 5667-3

Verrichting

Norm Techniek
 NEN-EN-ISO 15586 AAS-grafietoven
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) ICP-AES
 *)
 NEN 6965/C1 AAS-vlam
 NEN-EN-ISO 17294-2 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaaif eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.
 In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I Matrix II

(1000 µS/cm) (20000 µS/cm)
 <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco < AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Zink 80 - 110 % 65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Zink < 7,5 % < 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Zink < 10 % < 13 %

Aanvullende

kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: zink

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: zink

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

ONTWERP



Prestatieblad E.IV Bepaling van nikkel in eluaten

Beginsel

Nikkel in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|--------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Nikkel | 7440-02-0 | 44 | 1000 | 20 | 5 | 300 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~
 Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm ~~Techniek~~
 NEN-EN-ISO 15586 AAS-grafietoven
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) ICP-AES
 *)
 NEN 6965/C1 AAS-vlam
 NEN-EN-ISO 17294-2 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.
 In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I Matrix II

(1000 µS/cm) (20000 µS/cm)
 <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Nikkel 80 - 110 % 65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Nikkel < 7,5 % < 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Nikkel < 10 % < 13 %

Aanvullende

kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: nikkel

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het
monster

binnen het meetbereik
van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

Nikkel

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

ONTWERP



Prestatieblad E.V Bepaling van arseen in eluaten

Beginsel

Arseen in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam, grafietoven of hydridetechniek), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afvastof Bm/Bssa *) |
|--------|------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Arseen | 7440-38-2 | 90 | 200 | 20 | 5 | 60 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

n.v.t.

~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Norm

~~NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11969) *~~

~~ISO 20280~~

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) **)

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

Techniek

AAS-hydride

AAS-grafietoven

ICP-AES

AAS-Vlam

ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is.

In het laagste gebied mogen concentraties tussen 4 µg/l en 40 µg/l genomen worden.

Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden

volstaan.

Samenhangende verrichting

n.v.t.

In meervoud

n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

<AG

Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Arseen

80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Arseen

< 7,5 %

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking

Arseen

< 10 %

< 13 %

Aanvullende

kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-AES:

resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Verwijderd: NVN 7323,

Verwijderd:

Verwijderd:

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: arseen

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

| | |
|-------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Concentratie bereik van analyten in het monster | binnen het meetbereik van de verrichting |
| Analyten eens per kwartaal onderzoeken op | arsen |

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels AAS-hydride verwezen naar NEN-EN-ISO 11969.

***) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

ONTWERP



Prestatieblad E.VI Bepaling van chroom in eluaten

Beginssel

Chroom in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|--------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Chroom | 7440-47-3 | 63 | 1000 | 10 | 10 | 300 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~
 Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

Techniek

NEN-EN-ISO 15586 AAS-grafietoven
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *) ICP-AES
 NEN 6965/C1 AAS-vlam
 NEN-EN-ISO 17294-2 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaaif eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is.
 Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.
 In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
 (20000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

<AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Chroom 80 - 110 % 65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Chroom < 7,5 % < 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Chroom < 10 % < 13 %

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfingte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: chroom

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

chroom

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.VII Bepaling van koper in eluaten

Beginsel

Koper in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afvastof Bm/Bssa *) |
|-------|------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Koper | 7440-50-8 | 90 | 5000 | 10 | 5 | 1500 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities [NEN-EN-ISO 5667-3](#)

Bewaartermijn [NEN-EN-ISO 5667-3](#)

Verrichting

Norm

Techniek

NEN-EN-ISO 15586
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)
 NEN 6965/C1
 NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven
 ICP-AES
 AAS-vlam
 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

(20000 µS/cm)

Aantoonbaarheidsgrens <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco <AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Koper 80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Koper < 7,5 %

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Koper < 10 %

< 13 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfingte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: koper

TWEDELIJNSCONTROLE
Eluaten

| | |
|-------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Concentratie bereik van analyten in het monster | binnen het meetbereik van de verrichting |
| Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: | koper |

DERDELIJNSCONTROLE
Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

ONTWERP



Prestatieblad E.VIII Bepaling van kwik in eluaten

Beginsel

Kwik in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur en eventueel 0,2 g/l kaliumdichromaat. Vervolgens worden de monsters gemeten met AAS (koude damp), AFS (koude damp) of ICP/MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afvalstof Bm/Bssa *) |
|------|------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Kwik | 7439-97-6 | 2 | 20 | 0,5 | 0,04 | 7 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

| Eluaten | |
|---------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| WERKWIJZE | |
| Monsterneming | |
| Bewaarcondities | n.v.t. |
| Bewaartermijn | n.v.t. |
| Monstervoorbehandeling | |
| Monstergrootte | n.v.t. |
| Bewaarcondities | NEN-EN-ISO 5667-3 |
| Bewaartermijn | NEN-EN-ISO 5667-3 |
| Verrichting | |
| | Norm |
| | NEN 7324, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 12846) *) |
| | NEN-EN-ISO 17852 |
| | NEN-EN-ISO 17294-2 |
| | Techniek |
| | AAS-koude damp |
| | AFS-koude damp |
| | ICP/MS |
| Aantonen gelijkwaardigheid | twalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan. |
| Samenhangende verrichting | n.v.t. |
| In meervoud | n.v.t. |
| VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE | Matrix I |
| | Matrix II |
| Aantoonbaarheidsgrens | (1000 µS/cm) |
| | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| Blanco Controlemonster) | <AG |
| Analyt(en) | alle (E5.1.2.) |
| Terugvinding | |
| Kwik | 80 - 110 % |
| Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt | 65 - 110 % |
| Kwik | < 7,5 % |
| Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt | < 10 % |
| Kwik | < 10 % |
| Aanvullende kwaliteitsborgingspunten | |
| Proc.interne stand. | n.v.t. |
| Confirmatie | n.v.t. |
| Specifieke aandachtspunten | n.v.t. |

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels AAS-koude damp verwezen naar NEN-EN 1483. Deze norm is na publicatie van NEN-EN 16192 echter teruggetrokken en vervangen door NEN-EN-ISO 12846.

TWEDELIJNSCONTROLE

| Eluaten | Concentratie bereik van analyten in het monster | binnen het meetbereik van de verrichting |
|---------|-------------------------------------------------|------------------------------------------|
| | Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: | kwik |



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: kwik

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

ONTWERP



Prestatieblad E.IX Bepaling van molybdeen in eluaten

Beginsel

Molybdeen in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afalstof Bm/Bssa *) |
|-----------|------------|----------------------------|---------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Molybdeen | 7439-98-7 | 100 | 1000 | 5 | 1 | 300 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~
 Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm Techniek

NEN-EN-ISO 15586 AAS-grafietoven
 NEN 6965/C1 AAS-vlam
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *) ICP-AES
 NEN-EN-ISO 17294-2 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. In het laagste gebied mogen concentraties tussen 1 µg/l en 10 µg/l genomen worden. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.
 In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I Matrix II

(1000 µS/cm) (20000 µS/cm)
 <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco <AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Molybdeen 80 - 110 % 65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Molybdeen < 10 % < 13 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Molybdeen < 13 % < 17 %

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: molybdeen

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

molybdeen

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.X Bepaling van barium in eluaten

Beginsel

Barium in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog Bouwstof Niet- vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa (*) | AG _{eis} Bouwstof Niet- vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa (*) |
|--------|------------|-------------------------------------------------------------|-----------------------------|----------------------------------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Barium | 7440-39-3 | 2200 | 10000 | 60 | 60 | 3000 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

Techniek

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6965/C1

NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Matrix II

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Aantoonbaarheidsgrens

<AG

Blanco

Controlemonster)

alle (E5.1.2.)

Analyt(en)

Terugvinding

Barium

80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Barium

< 7,5 %

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Barium

< 10 %

< 13 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

resultaat tweede golfengete voldoet aan het duplo-criterium onder

herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet

gemiddeld).

Specifieke aandachtspunten

n.v.t.

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar

NEN-EN-ISO 11885.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: SIKB-protocol 3001
 Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: barium

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

barium

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XI Bepaling van tin in eluaten

Beginssel

Tin in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur of zoutzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Tin | 7440-31-5 | 40 | n.v.t. | 2 | 3 | n.v.t. |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa .

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

Techniek

NEN 6965/C1

NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is.

Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Bianco

<AG

Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Tin

80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatioecoëfficiënt

Tin

< 10 %

< 13 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioecoëfficiënt

Tin

< 13 %

< 17 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

resultaat tweede golfingte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: tin

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het
monster

binnen het meetbereik
van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

tin

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XII Bepaling van kobalt in eluaten

Beginssel

Kobalt in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|--------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Kobalt | 7489-43-7 | 54 | n.v.t. | 7 | 3 | n.v.t. |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

↓techniek

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6965/C1

NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is.

In het laagste gebied mogen concentraties tussen 3 µg/l en 30 µg/l genomen worden.

Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden

voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Kobalt

80 - 110 %

65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Kobalt

< 10 %

< 13 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Kobalt

< 13 %

< 17 %

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: kobalt

TWEDELIJNSCONTROLE
Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: kobalt

DERDELIJNSCONTROLE
Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XIII Bepaling van antimoon in eluaten

Beginsel

Antimoon in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (hydride, vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | AG _{eis} | | | Afvastof Bm/Bssa *) |
|----------|------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|
| | | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Antimoon | 7440-36-0 | 16 | 70 | 0,9 | 0,4 | 30 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

| Eluaten | |
|-----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| WERKWIJZE | |
| Monsterneming | |
| Bewaarcondities | n.v.t. |
| Bewaartermijn | n.v.t. |
| Monstervoorbehandeling | |
| Monstergrootte | n.v.t. |
| Bewaarcondities | <u>NEN-EN-ISO 5667-3</u> |
| Bewaartermijn | <u>NEN-EN-ISO 5667-3</u> |
| Verrichting | Norm |
| | <u>ISO 20280</u> |
| | NEN-EN-ISO 15586 |
| | NEN 6965/C1 |
| | NEN 6966/C1, NEN-EN-ISO 11885 |
| | NEN-EN-ISO 17294-2 |
| Aantonen gelijkwaardigheid | twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan. |
| Samenhangende verrichting | n.v.t. |
| In meervoud | n.v.t. |
| VALIDATIEONDERZOEK EERSTELIJNSCONTROLE | Matrix I |
| | (1000 µS/cm) |
| Aantoonbaarheidsgrens | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| | (20000 µS/cm) |
| | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| Blanco | <AG |
| Controlemonster) | |
| Analyt(en) | alle (E5.1.2.) |
| Terugvinding | |
| Antimoon | 80 - 110 % |
| Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt | |
| Antimoon | < 10 % |
| Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt | |
| Antimoon | < 13 % |
| Aanvullende kwaliteitsborgingspunten | |
| Proc.interne stand. | n.v.t. |
| Confirmatie | Bij ICP-AES: resultaat tweede golflengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld). |
| Specifieke aandachtspunten | n.v.t. |



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Verwijderd: NVN 7323,

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: antimoon

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het
monster

binnen het meetbereik
van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

antimoon

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XIV Bepaling van seleen in eluaten

Beginsel

Seleen in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (hydride, vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afalstof Bm/Bssa *) |
|--------|------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Seleen | 7782-49-2 | 15 | 50 | 0,9 | 0,7 | 15 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

| Eluaten | |
|-----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| WERKWIJZE | |
| Monsterneming | |
| Bewaarcondities | n.v.t. |
| Bewaartermijn | n.v.t. |
| Monstervoorbehandeling | |
| Monstergrootte | n.v.t. |
| Bewaarcondities | <u>NEN-EN-ISO 5667-3</u> |
| Bewaartermijn | <u>NEN-EN-ISO 5667-3</u> |
| Verrichting | Norm |
| | <u>ISO 20280</u> |
| | NEN-EN-ISO 15586 |
| | NEN 6965/C1 |
| | NEN 6966/C1, NEN-EN-ISO 11885 |
| | NEN-EN-ISO 17294-2 |
| Aantonen gelijkwaardigheid | twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan. |
| Samenhangende verrichting | n.v.t. |
| In meervoud | n.v.t. |
| VALIDATIEONDERZOEK EERSTELIJNSCONTROLE | Matrix I |
| | (1000 µS/cm) |
| Aantoonbaarheidsgrens | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| Blanco | <AG |
| Controlemonster) | |
| Analyt(en) | alle (E5.1.2.) |
| Terugvinding | |
| Seleen | 80 - 110 % |
| Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt | |
| Seleen | < 10 % |
| Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt | |
| Seleen | < 13 % |
| Aanvullende kwaliteitsborgingspunten | |
| Proc.interne stand. | n.v.t. |
| Confirmatie | Bij ICP-AES: resultaat tweede golfengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidsvariatie (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld). |
| Specifieke aandachtspunten | n.v.t. |



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Verwijderd: NVN 7323

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: seleen

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

seleen

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XV Bepaling van vanadium in eluaten

Beginsel

Vanadium in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeter-zuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS (vlam of grafietoven), ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | Afwalstof Bm/Bssa *) |
|----------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afwalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Vanadium | 7440-62-2 | 180 | n.v.t. | 30 | 20 | n.v.t. |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities NEN-EN-ISO 5667-3
 Bewaartermijn NEN-EN-ISO 5667-3

Verrichting

Norm Techniek

NEN-EN-ISO 15586 AAS-grafietoven
 NEN 6965/C1 AAS-vlam
 NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *) ICP-AES
 NEN-EN-ISO 17294-2 ICP-MS

Aantonen

gelijkwaardigheid

twaaif eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I Matrix II

Aantoonbaarheidsgrens
 (1000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
 (20000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Bianco <AG

Controlemonster

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Vanadium 80 - 110 % 65 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Vanadium < 7,5 % < 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Vanadium < 10 % < 13 %

*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfengete voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: vanadium

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

vanadium

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XVI Bepaling van cyaniden (vrij en complex) in eluaten

Beginsel

Cyaniden (vrij en complex) in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te logen tot een pH > 12 met 10 M NaOH.

Bepaling van het totaal gehalte aan cyanide

Complexgebonden cyanide wordt bij een pH van 3,8 door de inwerking van UV-licht ontsloten. Hierbij wordt gebruik gemaakt van een UV-B-lamp en een ontsluitingsspiraal van borosilicaatglas. UV-licht met een golflengte kleiner dan 290 nm wordt weggefilterd. Vervolgens wordt cyaanwaterstof vanuit een bufferoplossing met een initiële pH van 3,8 en een temperatuur van 125 °C overgedestilleerd en fotometrisch bepaald.

Bepaling van het gehalte aan vrij cyanide

Voorafgaande aan de destillatie wordt aan de monsterstroom een zinksulfaatoplossing toegevoegd, waar-door aanwezige ijzercyanide neerslaan als zinkcyanoferraatcomplex. Vervolgens wordt het cyaan-waterstof vanuit een bufferoplossing met een initiële pH van 3,8 en een temperatuur van 125 °C overgedestilleerd en fotometrisch bepaald.

Te bepalen analyten

| naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog Niet-vormgegeven µg/l in eluaat (L/S = 10) | AG _{eis} Niet-vormgegeven µg/l in eluaat | Vormgegeven µg/l in eluaat |
|-------------------|------------|--------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|-------------------------------|
| Cyaniden (vrij) | | | 5 | 5 |
| Cyaniden (totaal) | | | 5 | 5 |



Vervolg prestatieblad: cyaniden

Werkwijze en kwaliteitsborging

| | Eluaten | |
|---------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| WERKWIJZE | | |
| Monsterneming | | |
| Bewaarcondities | n.v.t. | |
| Bewaartermijn | n.v.t. | |
| Monstervoorbehandeling | | |
| Monstergrootte | n.v.t. | |
| Bewaarcondities | NEN-EN-ISO 5667-3 | |
| Bewaartermijn | NEN-EN-ISO 5667-3 | |
| Verrichting | | |
| Samenhangende verrichting | NEN-EN-ISO 14403-1 | |
| In meervoud | NEN-EN-ISO 14403-2 | |
| VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE | Matrix I | Matrix II |
| Aantoonbaarheidsgrens | (1000 µS/cm) <AG _{elis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) | (20000 µS/cm) <AG _{elis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| Blanco | <AG | |
| Controlemonster) | K ₃ Fe(CN) ₆ , Thiocynaat, KCN | |
| Terugvinding | | |
| Cyaniden (vrij) | | |
| K ₃ Fe(CN) ₆ | < 5 % | < 5 % |
| Thiocynaat | < 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN) | < 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN) |
| KCN | 80 - 110 % | 65 - 110 % |
| Cyaniden (totaal) | | |
| K ₃ Fe(CN) ₆ | 80 - 110 % | 65 - 110 % |
| Thiocynaat | < 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN) | < 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN) |
| KCN | 80 - 110 % | 65 - 110 % |
| Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt | | |
| Cyaniden (vrij) | < 7,5 % | < 10 % |
| Cyaniden (totaal) | < 7,5 % | < 10 % |
| Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt | | |
| Cyaniden (vrij) | < 10 % | < 13 % |
| Cyaniden (totaal) | < 10 % | < 13 % |
| Aanvullende kwaliteitsborgingspunten | | |
| Proc.interne stand. | n.v.t. | |
| Confirmatie | n.v.t. | |
| Specifieke aandachtspunten | n.v.t. | |
| TWEDELIJNSCONTROLE | | |
| Eluaten | Concentratie bereik van analyten in het monster | binnen het meetbereik van de verrichting |
| | Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: | K ₃ Fe(CN) ₆ , thiocynaat en cyanide |
| DERDELIJNSCONTROLE | | |
| Ringonderzoeken | | |
| Rapportagegrens ringonderzoek | AG | |

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001



Prestatieblad E.XVII Bepaling van bromide, chloride en sulfaat in eluaten

Beginsel

De eluaten worden niet-geconserveerd aangeleverd. De verschillende anionen (bromide, chloride en sulfaat) worden gescheiden op basis van hun relatieve affiniteit voor een sterk basische anionen-wisselingskolom. De gescheiden anionen worden conductometrisch gedetecteerd en gekwantificeerd.

Te bepalen analyten

| naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog Bouwstof Niet- vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | AG _{eis} Bouwstof Niet- vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
|------------------------|------------|-------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Chloride ¹⁾ | 7782-50-5 | 61600 | 1 500 000 | 10000 | 1000 | 500 000 |
| Bromide ¹⁾ | 7726-95-6 | 2000 | n.v.t. | 80 ²⁾ | 3 ²⁾ | n.v.t. |
| Sulfaat ¹⁾ | 7704-34-9 | 173000 | 2 000 000 | 30000 | 2000 | 600 000 |

¹⁾ Voor de ionchromatografische analysemethode geldt dat de onderste waarde van het lineair bereik ten minste gelijk is aan de laagste maximaal aanvaarde uitloog. (Chloride 6200 µg/l, Bromide 10 µg/l en Sulfaat 9300 µg/l)

²⁾ Ten aanzien van validatiematrix II geldt door interferentie van nitraat een interim AG_{eis} van 500 µg/l.

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities NEN-EN-ISO 5667-3

Bewaartermijn NEN-EN-ISO 5667-3

Verrichting

NEN-EN-ISO 10304-1, NEN-EN

16192 *)

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN Matrix I

Matrix II

EERSTELIJNSCONTROLE

gedestilleerd water

(136 mg NaNO₃/l en 664 mg Na-acetaat/l)

Aantoonbaarheidsgrens

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

<AG

Controlemonster)

Analyt(en) allen

Terugvinding

Chloride 80 - 110 %

80 - 110 %

Bromide 80 - 110 %

65 - 110 %³⁾

Sulfaat 80 - 110 %

80 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt

Chloride < 6 %

< 6 %

Bromide < 7,5 %

< 10 %

Sulfaat < 6 %

< 6 %

*) De Landfill Directive, Annex II, verwijst naar NEN-EN 16192. Voor Chloride en Sulfaat wordt hierin o.m. doorverwezen naar NEN-EN-ISO 10304-1



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Vervolg prestatieblad: bromide, chloride en sulfaat

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

| | | |
|----------|--------|--------|
| Chloride | < 8 % | < 8 % |
| Bromide | < 10 % | < 13 % |
| Sulfaat | < 8 % | < 8 % |

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

Specifieke aandachtspunten n.v.t.

aandachtspunten

- Fluoride, chloride, sulfaat en bromide hebben een andere validatiematrix dan de zware metalen en cyaniden.
- Ionchromatografische analysemethode hebben een onderste en bovenste lineaire begrenzing. De validatiematrices zijn afwijkend van de overige parameters.
- Trennzahl tussen alle analyten moet minimaal 0,5 bedragen

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster binnen het meetbereik
Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: van de verrichting alle

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG



Prestatieblad E.XVIII Bepaling van fluoride in eluaten

Beginssel

De eluaten worden niet-geconserveerd aangeleverd. Fluoride in het eluaat wordt potentiometrisch bepaald met een fluoride-selectieve elektrode, al of niet in een doorstroomsysteem, of met ionchromatografie.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|----------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| Fluoride | 7782-41-4 | 5500 | 15000 | 100 | 100 | 5000 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

| Eluaten | |
|---------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| WERKWIJZE | |
| Monsterneming | |
| Bewaarcondities | n.v.t. |
| Bewaartermijn | n.v.t. |
| Monstervoorbehandeling | |
| Monstergrootte | n.v.t. |
| Bewaarcondities | NEN-EN-ISO 5667-3 |
| Bewaartermijn | NEN-EN-ISO 5667-3 |
| Verrichting | NEN 6589/C1 en NEN 6578 NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 10304-1 (eluaten met lichte organische verontreiniging), ISO 10359-1) |
| Samenhangende verrichting | n.v.t. |
| In meervoud | n.v.t. |
| VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE | Matrix I |
| | gedestilleerd water |
| | (136 mg NaNO ₃ /l en 664 mg Na-acetaat/l) |
| Aantoonbaarheidsgrens | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| | <AG _{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) |
| Blanco | <AG |
| Controlemonster) | |
| Analyt(en) | alle (E5.1.2.) |
| Terugvinding | |
| Fluoride | 80 - 110 % |
| | 80 - 110 % |
| Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt | |
| Fluoride | < 7,5 % |
| | < 7,5 % |
| Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt | |
| Fluoride | < 10 % |
| | < 10 % |
| Aanvullende kwaliteitsborgingspunten | |
| Proc.interne stand. | n.v.t. |
| Confirmatie | n.v.t. |
| Specifieke aandachtspunten | |
| - | Fluoride, chloride, sulfaat en bromide hebben een andere validatiematrix dan de zware metalen en cyaniden. |
| - | De kalibratiecurve van CF-Fluoride (NEN 6589) is <u>niet</u> -lineair. |
| TWEDELIJNSCONTROLE | |
| Eluaten | Concentratie bereik van analyten in het monster |
| | binnen het meetbereik van de verrichting |
| | Analyten eens per kwartaal onderzoeken op fluoride |
| DERDELIJNSCONTROLE | |
| Ringonderzoeken | |
| Rapportagegrens ringonderzoek | AG |



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Prestatieblad E.XIX Bepaling van calcium in eluaten

Beginsel

Calcium in het eluaat wordt in oplossing gehouden door deze aan te zuren tot een pH 1-2 met salpeterzuur. Vervolgens worden de monsters gemeten met een AAS- of AES-vlam, AAS-grafietoven, ICP-AES of ICP-MS.

Te bepalen analyten

| naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | AG _{eis} | |
|---------|------------|----------------------------|-------------------|-------------|
| | | Niet-vormgegeven | Niet-vormgegeven | Vormgegeven |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l | µg/l |
| Calcium | 7440-70-2 | | 1000 | 1000 |

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.
 Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.
 Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~
 Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm
 NEN 6966/C1
 NNEN 6965/C1
 NEN-EN-ISO 7980
 NEN-EN-ISO 11885
 NEN-EN-ISO 17294-2

Techniek
 ICP-AES
 AAS-vlam
 vlamfotometrisch
 ICP-AES
 ICP-MS

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I
 382 mg/l NaCl

Matrix II
~~4400 mg/l NaCl, 5600 mg/l KCl,~~
 136 mg/l NaNO₃, 664 mg/l Na-acetaat
 <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Aantoonbaarheidsgrens

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
 <AG

Blanco

Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

Terugvinding

Calcium 80 - 110 % 80 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt

Calcium < 7,5 % < 7,5 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt

Calcium < 10 % < 10 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.
 Confirmatie Bij ICP-AES: resultaat tweede golfingte voldoet aan criteria onder herhaalbaarheids-condities van E5.1.4.1 (resultaten worden niet gemiddeld).

Specifieke

aandachtspunten

- Calcium heeft een afwijkende validatiematrix.

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op: calcium

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

Tabel met opmaak

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Verwijderd:

Prestatieblad E.XX Bepaling van DOC in eluaten

Beginsel

Organisch koolstof in water wordt geoxideerd door ofwel verbranding ofwel toevoeging van een geschikte oxidant, UV-straling of een andere straling met hoge energie. Anorganisch koolstof wordt verwijderd door aanzuren en uitblazen of wordt afzonderlijk bepaald. Bij de oxidatie wordt CO₂ gevormd dat ofwel direct ofwel indirect wordt bepaald, bijvoorbeeld na omzetting tot methaan.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| DOC | | n.v.t. | 80 000 | n.v.t. | n.v.t. | 25 000 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm NEN-EN 16192 (NEN-EN 1484) *) **Techniek** Oxidatie gevolgd door meting CO₂-gehalte

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens
 (1000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven) (20000 µS/cm) <AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

Controlemonster <AG

Analyt(en) Koperfalconcyanine oplossing

Terugvinding

DOC 90 - 110 % 90 - 110 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

DOC < 7,5 % < 7,5 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

DOC < 10 % < 10 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

Specifieke

aandachtspunten

n.v.t.

*) De Landfill Directive, Annex II, verwijst naar NEN-EN 16192. Voor DOC wordt hierin doorverwezen naar NEN-EN 1484



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: DOC

TWEEDLIJNSCONTROLE

Eluaten

Geen specifieke eisen

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG

ONTWERP



Prestatieblad E.XXI Bepaling van Total Dissolved Solids (TDS) in eluaten

Beginsel

Het eluaat wordt, na filtratie over 0.45 µm, gedroogd bij 105 °C.

Te bepalen analyten

| Naam | CAS-nummer | maximaal aanvaarde uitloog | | AG _{eis} | | |
|------|------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|
| | | Bouwstof Niet-vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) | Bouwstof Niet-vormgegeven | Bouwstof Vormgegeven | Afvalstof Bm/Bssa *) |
| | | µg/l in eluaat (L/S = 10) | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat | µg/l in eluaat |
| TDS | | n.v.t. | 6 000 000 | n.v.t. | n.v.t. | 2 000 000 |

*) Grenswaarde voor de categorie niet-gevaarlijk afval, de categorie met de strengste eisen in de Regeling Bm/Bssa.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Bewaartermijn ~~NEN-EN-ISO 5667-3~~

Verrichting

Norm

NEN-EN 15216

Techniek

Drogen bij 105 °C

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG_{eis} (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco

<AG (in blanco water)

Controlemonster)

Matrix I of Matrix II, zie boven

Analyt(en)

n.v.t.

Terugvinding

TDS 80 - 120%

80 - 120 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

TDS < 7,5 %

< 7,5 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

TDS < 10 %

< 10 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t. n.v.t.

Specifieke

aandachtspunten

- N.v.t.

TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten

Geen specifieke aandachtspunten

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG



Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: SIKB-protocol 3001

Verwijderd: t

E 7 Van toepassing zijnde documenten

E7.1 Normatieve documenten

| | | |
|------------------------------|--------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| NEN-EN 1484 | 1997 | Water - Leidraad voor de bepaling van het gehalte aan totaal organische koolstof (TOC) en opgelost organisch koolstof (DOC). |
| <u>NEN-EN-ISO 5667-3</u> | <u>2018</u> | <u>Water – Monsterneming – Deel 3: Conservering en behandeling van monsters.</u> |
| NEN 6578 | 2011 | Water – Potentiometrische bepaling van het totale gehalte aan totaal fluoride. |
| NEN 6589 incl. C1 | 2005 2010 | Water - Potentiometrische bepaling van het gehalte aan totaal anorganisch fluoride met doorstroomsystemen (FIA en CFA) |
| NEN 6603 | 2010 | Milieu en voedingsmiddelen – Eerstelijnscontrole met controlekaarten voor chemische en microbiologische analyses. |
| NEN 6965 incl. C1 | 2005 2006 | Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire absorptiespectrometrie met vlamtechniek |
| NEN 6966 incl. C1 | 2005 2006 | Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire-emissie-spectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES). |
| NEN 7324 | 2001 | Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen - Bepaling van het gehalte van anorganische componenten - Bepaling van het gehalte van kwik met atomaire-absorptiespectrometrie (koude-damptechniek). |
| NEN 7777 incl. C1 | 2011 2012 | Milieu en voedingsmiddelen – Prestatiekenmerken van meetmethoden. |
| NEN 7778 incl. C1 | 2003 2014 | Milieu – Gelijkwaardigheid van meetmethoden. |
| NEN-EN-ISO 7980 | 2000 | Water – Bepaling van calcium en magnesium – Atomaire absorptie spectrometrische methode. |
| NEN-EN-ISO 10304-1 | 2009 | Water - Bepaling van opgeloste anionen met vloeistofionchromatografie – Deel 1: Bepaling van bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, fosfaat en sulfaat. |
| ISO 10359-1 | 1992 | Water quality - Determination of fluoride - Part 1: Electrochemical probe method for potable and lightly polluted water. |
| NEN-EN-ISO 11885 | 2009 | Water - Bepaling van geselecteerde elementen met 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 12846 | 2012 | Water – Bepaling van kwik – Methode met atomaire-absorptiespectrometrie met en zonder concentratie. |
| NEN-EN-ISO 17852 | 2008 | Water - Bepaling van kwik - Methode met atomaire fluorescentiespectrometrie. |
| NEN-EN-ISO 14403-1 | 2012 | Water – Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan vrij cyanide met gebruik van doorstroomanalyse – Deel 1: Methode met een doorstroominjectiesysteem analyse (FIA). |
| NEN-EN-ISO 14403-2 | 2012 | Water – Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan vrij cyanide met gebruik van doorstroomanalyse (FIA en CFA) – Deel 2: Methode met doorstroomanalysesysteem |

INSTRUMENTEN
VOOR EENVOUDIGER
EN BETER
BODEMBEHEER

| | | |
|----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| SI | Verwijderd: | Pagina-einde..... |
| | NVN 7323 | Pagina-einde..... |
| SI | Verwijderd: 1997 | |
| | Verwijderd: Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen. Bepaling van het gehalte van anorganische componenten. Bepaling van het gehalte van arseen, antimoon en seleen met atomaire-absorptiespectrometrie (hydridegeneratietechniek). | |

| | | |
|---------------------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| NEN-EN 15216 | 2007 | (CFA). Karakterisering van afval - Bepaling van het gehalte aan totaal opgeloste stof (TDS) in water en eluaten. |
| NEN-EN-ISO 15586 | 2003 | Water – Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek. |
| NEN-EN 16192 | 2011 | Karakterisering van afval – Analyse van eluaten. |
| NEN-EN-ISO 17294-2 | 2016 | Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma, - Deel 2: Bepaling van <u>geselcteerde</u> elementen <u>inclusief uraniumisotopen</u> . |
| <u>ISO 20280</u> | <u>2007</u> | <u>Bodem – Bepaling van arseen, antimoon en seleen in koningswater bodemextracten met elektrothermische of hydridegeneratie atomaire absorptiespectrometrie.</u> |
| SIKB- Protocol 3001 | 2014 | Conservingsmethoden en -termijnen voor milieumonsters. |
| AP04 - A | 2020 | Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel : Algemeen |
| AP04 - U | 2020 | Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel : Uitloogonderzoek |

Verwijderd: 04

Verwijderd: (ICP-MS)

Verwijderd: 62

Verwijderd: 16

Verwijderd: 16

E7.2 Informatieve documenten

| | | |
|---------------------------------------------------------|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ISO 3534-1 | 2006 | Statistiek - Woordenlijst en symbolen - Deel 1: Algemene statistische termen en termen voor waarschijnlijkheidsrekening. |
| NPR 6425 | 1995 | Atomaire-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma - Algemene richtlijnen. |
| ISO 8466-1 | 1990 | Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function. |
| NEN-EN-ISO 9169 | 2006 | Luchtkwaliteit - Definitie en bepaling van de prestatiekenmerken van een automatisch meetsysteem. |
| NEN-ISO 13528 <u>incl. Cor.</u> <u>2016-10</u> | 2015 | Statistische methoden voor gebruik bij laboratorium-evaluerend interlaboratoriumonderzoek. |



Bijlagen

Bijlage E1 Uitgangspunten vaststelling maximaal aanvaarde uitloogconcentraties (MAU)

1 Niet vormgegeven materialen (kolomproef)

In het kader van het Accreditatieprogramma worden alle fracties van de kolomproef tot L/S 10 gemengd alvorens deze geanalyseerd worden. De aantoonbaarheidsgrenzen van de individuele verbindingen zijn hiermee niet afhankelijk van het voorkomen in de laatste fractie L/S 10. Voor de berekening van de maximaal aanvaarde uitloging (MAU) is uitgegaan van een toepassingshoogte van vijf meter in de verzamelde extracten tot en met L/S 10.

2 Vormgegeven materialen (diffusieproef)

In het algemeen geldt dat de vereiste bepalingsgrenzen toenemen bij proefstukken waarbij verhoudingsgewijs het volume sterker toeneemt dan het oppervlak. Bij de berekeningen is uitgegaan van een standaard proctor van 15 cm hoogte, diameter van 15 cm en een massa van 3500 gram. Het concentratieverloop op basis van diffusie geeft in de eerste vier stappen van de diffusieproef de laagste concentratie. In de stappen 5 en 6 is de concentratie 2x zo hoog en in de laatste twee stappen 4x hoger. Met deze gegevens is de concentratie bepaald waarbij met de berekende diffusiecoëfficiënt aan de immissie norm wordt voldaan. Met formule [3] wordt de immissienorm vertaald naar de berekende emissie (E_{64}) op basis van diffusie. De berekening is uitgevoerd conform NEN 7375, § 9.4. Het gemiddelde van de 8 gemeten concentraties zou daarbij volgens NEN 7375 groter moeten zijn dan 1,5 maal de bepalingsgrens. Voor het berekenen van de laagste concentratie is hierom nog gedeeld door 1,5.

$$I = E_{64} * f_{temp} * f_v [3]$$

$$f_{temp} = \text{temperatuursfactor (0.7)}$$

$$f_v = \text{extrapolatiefactor (max 15)}$$



3 Resultaten

| stof | AG -norm ² | Niet-vormgegeven bouwmaterialen toepassingshoogte 5,0 m | | Vormgegeven bouwmaterialen laagdikte 0,3 m | |
|---------------------------|-----------------------|------------------------------------------------------------------|---------------------|--------------------------------------------------|---------------------|
| | | MAU | AG-eis ¹ | MAU | AG-eis ¹ |
| lood | 0,5 | 100 | 30 | 41 | 10 |
| cadmium | 0,02 | 2,3 | 0,7 | 0,38 | 0,1 |
| zink | 0,05 | 240 | 70 | 69 | 20 |
| nikkel | 1 | 72 | 20 | 17 | 5 |
| arsen | 0,2 | 83 | 20 | 14 | 5 |
| chromium | 1 | 41 | 10 | 48 | 10 |
| koper | 0,3 | 35 | 10 | 17 | 5 |
| kwik | 0,03 | 1,7 | 0,5 | 0,15 | 0,04 |
| cyanide (totaal-vrij) | 1 ³ | 0,25 | 5 | 0,48 | 5 |
| cyaniden (totaal-complex) | 1 ³ | 1,3 | 5 | 2,4 | 5 |
| chloride | 90 ⁴ | 56400 | 10000 | 6200 | 1000 |
| bromide | 50 ⁴ | 270 | 80 | 10 | 3 |
| fluoride | 2 ⁵ | 430 | 100 | 450 | 100 |
| sulfaat | 100 ⁴ | 109700 | 30000 | 9300 | 2000 |
| molybdeen | 1 | 18 | 5 | 4,8 | 1 |
| barium | 2 | 230 | 60 | 206 | 60 |
| tin | 0,3 | 9,3 | 2 | 10 | 3 |
| kobalt | 1 | 24 | 7 | 10 | 3 |
| antimoon | 0,1 | 3 | 0,9 | 1,3 | 0,4 |
| seleen | 0,2 | 3,2 | 0,9 | 0,48 | 0,7 |
| vanadium | 4 | 110 | 30 | 80 | 20 |

MAU is de maximale aanvaarde uitloogconcentraties voor categorie I;

AG-eis is de hoogste aantoonbaarheidsgrens waarbij de MAU gekwantificeerd kan worden met een precisie beter dan 10%;

¹laagste aantoonbaarheidsgrens, AG, voor uitloging van alle categorieën. In de prestatiebladen is deze naar een praktisch haalbare waarde afgerond;

²laagste aantoonbaarheidsgrens, AG, volgens één van de normen NEN 6966, NEN 7324 of ISO 20280 in een relatief lichte matrix;

³aantoonbaarheidsgrens NEN-EN-ISO 14403-1 of NEN-EN-ISO 14403-2;

⁴bepalingsgrens NEN-EN-ISO 10304-1;

⁵aantoonbaarheidsgrens NEN 6589/C1.

