

Accreditatieschema

Laboratoriumanalyses voor grond-, waterbodem- en grondwateronderzoek

Protocollen 3210 t/m 3290 (waterbodem)



Versie 6

Voorwoord

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

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

1) Keuze bepalingsmethode

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

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

2) Literatuur normen

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



Eigendomsrecht

Deze protocollen zijn opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert deze protocollen inhoudelijk. De actuele versie van de protocollen staat op de website van SIKB (www.sikb.nl) en is op elektronische wijze tegen ongewenste aanpassingen beschermd. Het is niet toegestaan om wijzigingen aan te brengen in de originele en door het AC Bodembeheer goedgekeurde en vastgestelde teksten met het doel hieraan rechten te (kunnen) ontnemen.

Vrijwaring

SIKB is behoudens in geval van opzet of grove schuld niet aansprakelijk voor schade die bij de Raad voor Accreditatie, het geaccrediteerde bedrijf of derden ontstaat door het toepassen van deze protocollen, het bijbehorende accreditatieschema en het gebruik van deze accreditatieregeling.

© Copyright SIKB

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

Bestelwijze

Deze protocollen en het bijbehorende accreditatieschema zijn in digitale vorm kosteloos te verkrijgen via de website van SIKB. Een ingebonden versie kunt u bestellen tegen kosten bij SIKB.

Updateservice

Door het AC Bodembeheer vastgestelde mutaties in deze protocollen zijn te verkrijgen bij SIKB. Via www.sikb.nl kunt u zich aanmelden voor automatische toezending van mutaties. U kunt daar ook verzoeken tot toezending per post van de gratis reguliere nieuwsbrief van SIKB: info@sikb.

Helpdesk/gebruiksaanwijzing

Voor vragen over inhoud en toepassing van deze protocollen kunt u terecht bij SIKB. Voor geschillen in het kader van beoordelingen zie de klachten- en geschillenregeling in de Beleidsregel Accreditatie, ook bekend onder de code RvA-BR002, te downloaden van www.rva.nl.



Inhoudsopgave

Conservering en monstervoorbehandeling	6
Protocol 3210	7
Waterbodem Standaardpakket	7
1 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan droge stof in waterbodem	8
2 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan organische stof in waterbodem	9
3 Prestatieblad Bepaling van het lutumgehalte in waterbodem	10
4 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem	11
5 Prestatieblad Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in waterbodem	13
6 Prestatieblad Bepaling van minerale olie in waterbodem	15
7 Prestatieblad Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in waterbodem	16
Protocol 3220	18
Waterbodem aanvullend I	18
1 Prestatieblad Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem	19
2 Prestatieblad Bepaling van overige organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem	21
Protocol 3230	22
Waterbodem aanvullend II	22
1 Prestatieblad Bepaling van monochloorbenzeen en dichloorbenzenen in waterbodem	23
Protocol 3240	26
Waterbodem aanvullend III	26
1 Prestatieblad Bepaling van cyanide in waterbodem	27
2 Prestatieblad Bepaling van chloride in waterbodem	28
3 Prestatieblad Bepaling van pH-H₂O in waterbodem	29
Protocol 3250	30
Waterbodem aanvullend IV	30
1 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem	31
Protocol 3260	33
Waterbodem aanvullend V	33
1 Prestatieblad Bepaling van pentachloorfenol in waterbodem	34
2 Prestatieblad Bepaling van organotinverbindingen in waterbodem	35
Protocol 3270	36
Waterbodem aanvullend VI	36
1 Prestatieblad Bepaling van asbest in waterbodem	37
Protocol 3275	39
Waterbodem aanvullend VII	39
1 Prestatieblad Extractie van sporenelementen met verdund salpeterzuur	40
Protocol 3280	42
Waterbodem aanvullend VIII	42



1 Prestatieblad Bepaling van per- en polyfluoralkylstoffen (PFAS) in waterbodem	43
2 Prestatieblad Bepaling van overige per- en polyfluoralkylstoffen (PFAS) in waterbodem	45
Protocol 3290	46
Waterbodem Onderzoeksprotocol	46
1 Prestatieblad Onderzoeksprotocol voor waterbodem	47



Conservering en monstervoorbehandeling

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

WERKWIJZE

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

Conservering	NEN-EN-ISO 5667-15	2009	Water – Monsterneming – Deel 15: Richtlijn voor conservering en behandeling van slib en sedimentmonsters.
	SIKB-protocol 3001	v5, 2014	Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor milieumonsters.
Voorbehandeling	NEN 5719	2013	Bodem – Voorbehandeling van waterbodemonsters.

Bepaling van asbest, protocol 3270

Conservering	NEN 5898 incl. C1	2015 2016	Bepaling van het gehalte aan asbest in grond, waterbodem, bouw- en sloopafval en granulaat.
	Voorbehandeling	NEN 5898 incl. C1	2015 2016



Protocol 3210

Waterbodem Standaardpakket



1 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan droge stof in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN-EN 15934*)	2012	Slib, behandeld biologisch afval, bodem en afval – Berekening van het droge stofgehalte door de bepaling van de droogrest of het watergehalte.
	NEN 6499 (hoofdstuk 6)	2014	Milieu – Koepelnorm voor de bepaling van het gehalte aan opgeloste en onopgeloste stoffen en droge stof en de gloeiresten daarvan.

*) Onder toepassing van NEN 6499, hoofdstuk 6.

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

PRESTATIE-EISEN

Droge stof	RG_{geslim}	SRw_{geslim} of $VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
20 - 50 % m/m	n.v.t.	$S_W < 2$ % m/m	< 2,5 % m/m	90 - 110 %
50 - 100 % m/m		$VC_W < 2,5$ % (relatief)	< 5 % (relatief)	

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.



2 Prestatieblad Bepaling van het gehalte aan organische stof in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN 5754 2014 Bodem - Berekening van het gehalte aan organische stof volgens de gloeiverliesmethode.

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

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.



3 Prestatieblad Bepaling van het lutumgehalte in waterbodem

Te bepalen fractie: $< 2 \mu\text{m}$ (lutum)

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN 5753 2018 Bodem – Bepaling van het lutumgehalte en de korrelgrootteverdeling in grond en waterbodem met behulp van zeef en pipet.

Verplichte onderdelen

- meting op basis van sedimentatie
- verwijderen organische stof met waterstofperoxide
- verwijderen carbonaten (indien aanwezig) met zuur
- verwijderen zouten en controle van deze stap door toetsing van de geleidbaarheid van de bovenstaande (heldere) vloeistof in overeenstemming met NEN 5753
- toevoegen natriumpyrofosfaat
- stel dichtheid bodemdeeltjes op 2650 kg/m^3

PRESTATIE-EISEN

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.



4 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode			
NEN 6950	2005	Bodem – Koepelnorm voor de bepaling van geselecteerde elementen in bodem, waterbodem en (zuiverings)slib.	
NEN 6961	2014	Milieu – Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen in water, waterbodem, slib, slibhoudend water, luchtstof, grond en bouwstoffen.	
NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire absorptiespectrometrie (AAS) met vlamtechniek.	
NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).	
NEN-EN-ISO 15586	2003	Water - Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek.	
NEN-ISO 16772	2004	Bodem – Bepaling van het gehalte aan kwik in koningswater bodemextracten met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie met koude damp of atomaire fluorescentiespectrometrie met koude damp.	
NEN-EN-ISO 17294-2	2016	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma - Deel 2: Bepaling van geselecteerde elementen inclusief uraniumisotopen.	
ISO 22036	2008	Bodem – Bepaling van spoorelementen in bodemextracten met inductief gekoppeld plasma-atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES).	

Verplichte onderdelen

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



PRESTATIE-EISEN

Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	AW OS 10 % lutum 25 %	IW OS 10 % lutum 25 %	$RG_{geslim}^{1)}$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
barium	7440-39-3			625 ³⁾	20	< 10 %	< 15 %	80 - 110 %
cadmium	7440-43-9	0,35	0,60	14	0,2	< 10 %	< 15 %	80 - 110 %
kobalt	7789-43-7	4,3	15	240	3,0	< 10 %	< 15 %	80 - 110 %
koper	7440-50-8	19,3	40	190	5	< 10 %	< 15 %	80 - 110 %
kwik, niet vluchtig	7439-97-6	0,10 ²⁾	0,15 ¹⁾	10	0,05	< 10 %	< 15 %	80 - 110 %

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

- ¹⁾ De rapportagegrenzen RG_{geslim} gelden voor monsters met een droge-stofgehalte van 40 %. Bij lagere droge-stofgehalten kunnen naar verhouding van het droge-stofpercentage hogere rapportagegrenzen worden gehanteerd.
- ²⁾ De gegeven waarden gelden voor kwik, in wettelijk kader wordt geen onderscheid gemaakt tussen kwik totaal en kwik niet-vluchtig.
- ³⁾ In Bijlage IIA bij het Besluit activiteiten leefomgeving (interventiewaarde bodemkwaliteit) is voor barium geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is een indicatieve waarde, gebaseerd op baggerspecie met 10 % organische stof en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Elementen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle



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

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	NEN 6971	2008	Bodem – Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6976	2008	Bodem – Zuivering met behulp van vaste-fase-extractie voor de bepaling van organische componenten.
	NEN 6977	2008	Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) met hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC).
	incl. C1	2010	
NEN-ISO 18287	2006	Bodem – Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) – Gaschromatografische methode met massaspectrometrische detectie (GC-MS).	

Verplichte onderdelen

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

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



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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

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



6 Prestatieblad Bepaling van minerale olie in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6975	2016	Bodem – Zuivering met florisil voor de bepaling van organische componenten.
	NEN 6978	2016	Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan minerale olie met gaschromatografie.

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

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	<i>RG</i> _{geslim} ¹⁾	<i>VC</i> _{Rw,geslim}	<i>d</i> _{geslim}	<i>TV</i> _{geslim}
minerale olie		38	190	5000	35	< 20 %	< 20 %	70 - 110 %

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



7 Prestatieblad Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode			
NEN 6970	2016	Coepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).	
NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.	
incl. A1	2012		
NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.	
incl. C1	2010		
NEN 6980	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.	
incl. C1	2010		
incl. C2	2011		
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.	

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

²⁾ PCB 138 valt bij de gaschromatografische analyse mogelijk samen met PCB 163. Dit wordt geaccepteerd, mits hiervan melding wordt gemaakt in het analyserapport.



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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

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



Protocol 3220

Waterbodem aanvullend I



1 Prestatieblad Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6980	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
	incl. C1	2010	
	incl. C2	2011	
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invandetectie.	

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

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS- nummer	AW OS 2 %	AW OS 10 %	IW OS 10 %	$RG_{geslim}^1)$	$VC_{Rw,geslim}$	d_{geslim}	TV_{geslim}
hexachloorbutadien	87-68-3	0,0006	0,003		0,001	< 25 %	< 25 %	60 - 110 %
pentachloorbenzeen	608-93-5	0,0005	0,0025		0,001	< 20 %	< 25 %	60 - 110 %
hexachloorbenzeen	188-74-1	0,0017	0,0085		0,001	< 20 %	< 25 %	60 - 110 %
chloorbenzenen (som) ²⁾		0,40	2,0	30				
α -HCH	319-84-6	0,0002	0,0010		0,001	< 25 %	< 25 %	60 - 110 %
β -HCH	319-85-7	0,0004	0,0020		0,001	< 25 %	< 25 %	60 - 110 %
γ -HCH	58-89-9	0,0006	0,0030		0,001	< 25 %	< 25 %	60 - 110 %
HCH-verbindingen (som) ³⁾		0,002	0,010	2				
aldrin	390-00-2	0,00016	0,00080		0,001	< 25 %	< 25 %	60 - 110 %
dieldrin	60-57-1	0,0016	0,0080		0,001	< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
endrin	72-20-8	0,0007	0,0035		0,001	< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
drins (som) ⁴⁾		0,003	0,015	4				
isodrin	465-73-6	0,0002	0,0010		0,001	< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
telodrin	297-78-6	0,0001	0,00050		0,001	< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
o,p' -DDD	53-19-0				0,001	< 25 %	< 20 %	75 - 110 %
p,p' -DDD	72-54-8				0,001	< 25 %	< 20 %	75 - 110 %



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

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

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

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

⁴⁾ De som drins bestaat uit aldrin, dieldrin en endrin (Regeling Bodemkwaliteit).

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

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



2 Prestatieblad Bepaling van overige organochloorbestrijdingsmiddelen (OCB) in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	NEN 6972 incl. A1	2008 2012	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	NEN 6974 incl. C1	2008 2010	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	NEN 6980 incl. C1	2008 2010	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
	incl. C2 ISO 10382	2011 2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

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

Validatieonderzoek:

Verouderde van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle



Protocol 3230

Waterbodem aanvullend II



1 Prestatieblad Bepaling van monochloorbenzeen en dichloorbenzenen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode			
NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).	
NEN 6971 incl. C1	2008 2010	Bodem – Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.	
NEN-EN-ISO 22155	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van vluchtige aromatische en gehalogeneerde koolwaterstoffen en geselecteerde ethers - Statische 'headspace' methode.	
NEN-EN-ISO 15009	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen, naftaleen en vluchtige halogeneerde koolwaterstoffen;"Purge-and-trap"-methode met thermische desorptie.	

Verplichte onderdelen - confirmatie bij gebruik van FID/ECD

PRESTATIE-EISEN

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

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

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters is niet van toepassing.

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



2 Prestatieblad Bepaling van tri- en tetrachloorbenzenen in waterbodem

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

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6970	2016	Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond).
	NEN 6972	2008	Bodem – Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
	incl. A1	2012	
	NEN 6974	2008	Bodem – Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
	incl. C1	2010	
	NEN 6980	2008	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte van Organochloor Bestrijdingsmiddelen (OCB), polychloorbifenylen (PCB) en matig-vluchtige chloorbenzenen met gaschromatografie.
	incl. C1	2010	
	incl. C2	2011	
ISO 10382	2002	Bodem - Bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen en polychloorbifenylen - Gaschromatografische bepaling met elektronen-invangdetectie.	

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

PRESTATIE-EISEN

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

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



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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

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



Protocol 3240

Waterbodem aanvullend III



1 Prestatieblad Bepaling van cyanide in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN-EN-ISO 2013 Bodem - Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan eenvoudig vrij te maken cyanide - Continue doorstroomanalyse.
 17380

Verplichte onderdelen

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

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

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

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

Validatieonderzoek:

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

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



2 Prestatieblad Bepaling van chloride in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	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.
	NEN-EN-ISO 15682	2001	Water – Bepaling van het gehalte aan chloride met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en fotometrische of potentiometrische detectie.
	NEN-ISO 15923-1	2013	Waterkwaliteit - Bepaling van de ionen met een discreet analysesysteem en spectrometrische detectie – Deel 1: Ammonium, chloride, nitraat, nitriet, ortho-fosfaat, silicaat en sulfaat.

Verplichte onderdelen - extractie met water, werkwijze: ca. 10 gram monster wordt gesuspenseerd in 100 ml demiwater. De suspensie wordt gedurende 1 uur geschud en vervolgens gefiltreerd over een vouwfilter. Het filtraat wordt geanalyseerd.

Bij toepassing van fotometrische of potentiometrische methode:
 - controle op interferentie

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	AW	IW	<i>RG_{geslim}</i> ¹⁾	<i>VC_{Rw,geslim}</i>	<i>d_{geslim}</i>	<i>TV_{geslim}</i>
chloride	200 ²⁾	-	150	< 7,5 %	< 10 %	90 - 110 %

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

²⁾ Deze waarde behorende bij de kwaliteitsklasse landbouw/natuur, bedoeld in artikel 29 van het Besluit bodemkwaliteit geldt alleen voor de toepassing van zeezand in zoete oppervlaktewaterlichamen.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



3 Prestatieblad Bepaling van pH-H₂O in waterbodem

WERKWIJZE

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

Verplichte onderdelen

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

PRESTATIE-EISEN

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



Protocol 3250

Waterbodem aanvullend IV



1 Prestatieblad Bepaling van elementen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode	NEN 6950	2005	Bodem – Koepelnorm voor de bepaling van geselecteerde elementen in bodem, waterbodem en (zuiverings)slib.
	NEN 6961	2014	Milieu – Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen.
	NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire absorptiespectrometrie (AAS) met vlamtechniek.
	NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
	NEN-EN-ISO 11969	1997	Water - Bepaling van het arseengehalte – Methode met atomaire absorptiespectrometrie (hydridetechniek).
	NEN-EN-ISO 15586	2003	Water - Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek.
	NEN-EN-ISO 17294-2	2016	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma - Deel 2: Bepaling van geselecteerde elementen inclusief uraniumisotopen.
	ISO 22036	2008	Bodem – Bepaling van sporenelementen in bodemextracten met inductief gekoppeld plasma-atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES).

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



PRESTATIE-EISEN

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

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

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

- 2) In Bijlage IIA bij het Besluit activiteiten leefomgeving (interventiewaarde bodemkwaliteit) is voor dit element geen interventiewaarde opgenomen. De hier vermelde waarde is de waarde kwaliteitsklasse industrie, bedoeld in artikel 29 van het Besluit bodemkwaliteit, gebaseerd op baggerspecie met 10% organische stof en 25% lutum en is informatief t.b.v. validatie-onderzoek.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle



Protocol 3260

Waterbodem aanvullend V



1 Prestatieblad Bepaling van pentachloorfenol in waterbodem

WERKWIJZE

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

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



2 Prestatieblad Bepaling van organotinverbindingen in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN-EN-ISO 2018 Bodem – Bepaling van geselecteerde organotinverbindingen – Gaschromatografische methode.

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

PRESTATIE-EISEN

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

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

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

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle



Protocol 3270

Waterbodem aanvullend VI



1 Prestatieblad Bepaling van asbest in waterbodem

WERKWIJZE

Referentiemethode NEN 5898 2015 Bepaling van het gehalte aan asbest in grond, waterbodem, bouw- en sloopafval en
 incl. C1 2016 granulaat.

NEN 5896 2003 Kwalitatieve analyse van asbest in materialen met polarisatiemicroscopie.*)

*) Alleen voor identificatie van asbestdelen.

Verplichte onderdelen

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

PRESTATIE-EISEN

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

*) RSD: de (pseudo) herhaalbaarheid, conform NEN 5898, Bijlage B, § 1.3, vastgesteld d.m.v. herhaalde analyse, door verschillende analisten, van de zeeffracties van een voorbehandeld monster. Hierbij wordt na elke analyse de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd.

Opmerkingen:

- 1) Voor asbest is geen waarde behorende bij de kwaliteitsklasse landbouw/natuur, bedoeld in artikel 29 van het Besluit bodemkwaliteit geformuleerd.
- 2) De interventiewaarde is een gewogen norm, waarbij de concentratie aan amfibool asbest (crocidoliet, amosiet, anthophylliet, actinoliet, tremoliet) met een factor 10 wordt vermenigvuldigd en wordt opgeteld bij de concentratie aan serpentijn asbest (chrysotiel). Deze waarde is tevens de waarde voor de kwaliteitsklasse wonen en industrie, bedoeld in artikel 29 van het Besluit bodemkwaliteit.
- 3) De bepalingsgrens is gebaseerd op een monstergrootte van 10 kg, waarbij de zeeffracties > 4mm in zijn geheel worden geïnspecteerd en 5 %, 20 % en 50 % van de zeeffracties 0,5-1, 1-2 en 2-4 mm wordt onderzocht.
- 4) De geschatte limietwaarden voor de terugvinding gelden voor hechtgebonden asbest.



Eerstelijnscontrole:

De eerstelijnscontrole moet minimaal een maal per week worden uitgevoerd op alle uitvoerenden van de analyse. De eerstelijnscontrole vindt plaats door controle van een willekeurig gekozen voorbehandeld monster. Het monster moet asbesthoudend zijn (gehalte > BG). De oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes worden hierbij niet aan de betreffende fractie teruggevoegd, het gaat hierbij om controle van de reeds geanalyseerde fracties. Hierbij geldt dan het volgende:

Er moet minimaal één willekeurige fractie >4 mm en één willekeurige fractie <4 mm worden gecontroleerd.

- Voor de geanalyseerde fractie >4 mm geldt dat er bij de controle geen asbestdeeltjes meer mogen worden gevonden.
- Voor de willekeurige fractie <4 mm geldt dat als bij de controle alsnog asbestdeeltjes worden gevonden, alle fracties <4 mm moeten worden gecontroleerd. De hierbij gevonden asbestdeeltjes mogen er niet toe leiden dat het nieuwe resultaat (bij de controle gevonden asbestdeeltjes plus de oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes) valt buiten het 95 %-betrouwbaarheidsinterval (Poisson-verdeling) van het oorspronkelijke resultaat.

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

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

Tweedelijnscontrole:

De tweedelijnscontrole moet vier keer per jaar worden uitgevoerd en bestaat uit additie van een bekende hoeveelheid van twee typen hechtgebonden asbest aan schone grond (monsterhoeveelheid minimaal 9 kg) en herhaalde analyse, door alle uitvoerenden van de analyse, van het voorbehandelde monster. Na een analyse worden de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd.

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

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.



Protocol 3275

Waterbodem aanvullend VII



1 Prestatieblad Extractie van sporenelementen met verdund salpeterzuur

WERKWIJZE

Referentiemethode			
NEN-ISO 17586	2016	Bodem – Extractie van sporenelementen met verdund salpeterzuur	
NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu – Analyses van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens – Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).	
NEN-EN-ISO 11969	1997	Water – Bepaling van het arseengehalte – Methode met atomaire absorptiespectrometrie (hydridetechniek).	
NEN-EN 16170	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van elementen met inductief gekoppeld plasma en optische emissiespectrometrie (ICP-OES).	
NEN-EN 16171	2016	Slib, behandeld biologisch afval en bodem - Bepaling van elementen met inductief gekoppeld plasma en massaspectrometrie (ICP-MS).	
NEN-EN-ISO 17294-2	2016	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma (ICP-MS) - Deel 2: Bepaling van geselecteerde elementen inclusief uraniumisotopen.	
ISO 22036	2008	Bodem – Bepaling van spoorelementen in bodemextracten met inductief gekoppeld plasma-atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES).	

- Verplichte onderdelen**
- verkleinen tot $D_{95} < 2$ mm
 - drogen monster bij maximaal 40° C
 - extractie van 10,0 ($\pm 0,1$) gram gedroogd materiaal m.b.v. 100 (± 1) ml van 0,43 mol/l HNO₃
 - schudtijd en temperatuur van laboratorium conform NEN-ISO 17586
 - pH na extractie kleiner dan 1,0
 - controle spectrale interferenties bij ICP-AES
 - controle massa-interferenties bij ICP-MS

Opmerking: gebruik van rollend schudden is toegestaan (10 ± 2 , omwentelingen per minuut). Deze verrichting wordt gebruikt voor het bepalen van (bio)beschikbare concentratie aan elementen.

PRESTATIE-EISEN

Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	<i>RG_{geslim}</i> (in extract in ug/l)	IW OS 10 % lutum 25 %	<i>VC_{Rw,geslim}</i>
aluminium	7429-90-5		100		15 %
antimoon	7440-36-0		0,9		15 %
arseen	7440-38-2		20		20 %
barium	7440-39-3		60		10 %
cadmium	7440-43-9		0,7		25 %
chroom	7440-47-3		10		25 %
fosfor			120		12 %



Element (mg/kg.ds)	CAS-nr.	AW OS 2 % lutum 2 %	RG_{geslim} (in extract in ug/l)	IW OS 10 % lutum 25 %	$VC_{Rw,geslim}$
ijzer	7439-89-6		100		20 %
kobalt	7789-43-7		7		20 %
koper	7440-50-8		10		20 %
lood	7439-92-1		30		20 %
molybdeen	7439-98-7		5		25 %
nikkel	7440-02-0		20		20 %
seleen	7782-49-2		0,9		25 %
tin	7440-31-5		2		25 %
vanadium	7440-62-2		30		20 %
zink	7440-66-5		70		15 %

Validatieonderzoek:

Validatieonderzoek vindt plaats d.m.v. additie aan extracten van representatieve praktijkmonsters. Veroudering is niet van toepassing.

De geschatte limietwaarden voor de variatiecoëfficiënt ($VC_{Rw,geslim}$) gelden voor een deelmeetbereik, ruim boven de aantoonbaarheidsgrens (zie NEN 7777/C1).

Het extractierendement van elementen is afhankelijk van hun hoedanigheid in het te onderzoeken materiaal. Om deze reden gelden voor het validatieonderzoek geen geschatte limietwaarden voor bias en terugvinding.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle



Protocol 3280

Waterbodem aanvullend VIII



1 Prestatieblad Bepaling van per- en polyfluoralkylstoffen (PFAS) in waterbodem

T.b.v. monstervoorbehandeling worden de parameters op dit prestatieblad geclassificeerd als matig vluchtige verbindingen.

WERKWIJZE

Referentiemethode DIN 38414-14 2011 Teil 14: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Schlamm, Kompost und Boden – Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (S 14)

Verplichte onderdelen

- extractie d.m.v. schudden of ultrasonificatie
- interne standaard moet worden toegevoegd voorafgaande aan de extractiestap
- interne-standaardcorrectie verplicht
- kwantificering en identificering van vertakte PFOS en PFOA is methodebepaald. De lineaire en vertakte componenten moeten apart van elkaar worden geïntegreerd. De kwantificering van de vertakte verbindingen moet op basis van de responsfactor van de lineaire verbindingen.

Opmerking: In aanvulling op de referentiemethode moeten resultaten, lager dan 1 µg/kgds, worden afgerond op één significant cijfer.

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW OS 2 % ¹⁾	RG _{geslim}	IW OS 10 %	VC _{Rw,geslim} m	d _{geslim}	TV _{geslim}
PFBA (perfluorbutaanzuur)	375-22-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFPeA (perfluorpentaanzuur)	2706-90-3		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFHxA (perfluorhexaanzuur)	307-24-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFHpA (perfluorheptaanzuur)	375-85-9		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFOA lineair (perfluoroctaanzuur)	335-67-1		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFOA vertakt (perfluoroctaanzuur)			0,0001		< 25 %		70 - 110 %
som van PFOA ²⁾							
PFNA (perfluornonaanzuur)	375-95-1		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFDA (perfluordecaanzuur)	335-76-2		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFUnDA (perfluorundecaanzuur) ³⁾	2058-94-8		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFDoDA (perfluordodecaanzuur) ³⁾	307-55-1		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFTTrDA (perfluortridecaanzuur) ³⁾	72629-94-8		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFTeDA (perfluortetradecaanzuur) ³⁾	376-06-7		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFHxDA (perfluorhexadecaanzuur) ³⁾	67905-19-5		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFODA (perfluoroctadecaanzuur) ³⁾	16517-11-6		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFBS (perfluorbutaansulfonzuur)	375-73-5		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFPeS (perfluorpentaansulfonzuur) ³⁾	2706-91-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %



Component (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW OS 2 % ¹⁾	RG _{geslim}	IW OS 10 %	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
PFHxS (perfluorhexaansulfonzuur)	355-46-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFHpS (perfluorheptaansulfonzuur) ³⁾	375-92-8		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFOS lineair (perfluoroctaansulfonzuur)	1763-23-1		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFOS vertakt (perfluoroctaansulfonzuur)			0,0001		< 25 %		70 - 110 %
som van PFOS ²⁾							
PFDS (perfluordecaansulfonzuur)	335-77-3		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
4:2 FTS (4:2 fluortelomeer sulfonzuur) ³⁾	757124-72-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
6:2 FTS (6:2 fluortelomeer sulfonzuur) ³⁾	27619-97-2		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
8:2 FTS (8:2 fluortelomeer sulfonzuur) ³⁾	39108-34-4		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
10:2 FTS (10:2 fluortelomeer sulfonzuur) ³⁾	120226-60-0		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
PFOSA (perfluoroctaansulfonamide) ³⁾	754-91-6		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
MeFOSA (n-methylperfluoroctaansulfonamide) ³⁾	31506-32-8		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
MeFOSAA (n-methylperfluoroctaansulfonamide acetaat) ³⁾	2355-31-9		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
EtFOSAA (n-ethylperfluoroctaansulfonamide acetaat) ³⁾	2991-50-6		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %
8:2 DiPAP (8:2 fluortelomeer fosfaat diester) ³⁾	678-41-1		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %

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

²⁾ Voor de samenstelling van somparameters wordt verwezen naar de Regeling Bodemkwaliteit.

³⁾ De component is niet in de scope van de referentiemethode genoemd. De methode kan desondanks worden toegepast mits de prestatiekenmerken voldoen aan de in dit prestatieblad vermelde eisen.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: PFBA, PFOA lineair, PFHxDA, PFBS, PFOS lineair, 6:2 FTS, EtFOSAA.



2 Prestatieblad Bepaling van overige per- en polyfluoralkylstoffen (PFAS) in waterbodem

T.b.v. monstervoorbehandeling worden de parameters op dit prestatieblad geclassificeerd als matig vluchtige verbindingen.

WERKWIJZE

Referentiemethode DIN 38414-14 2011 Teil 14: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Schlamm, Kompost und Boden – Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (S 14)

Verplichte onderdelen

- extractie d.m.v. schudden of ultrasonicatie
- interne standaard moet worden toegevoegd voor de extractiestap
- interne-standaardcorrectie verplicht

Opmerking: In aanvulling op de referentiemethode moeten resultaten, lager dan 1 µg/kgds, worden afgerond op één significant cijfer.

PRESTATIE-EISEN

Component (mg/kg.ds)	CAS-nummer	AW OS 2 % ¹⁾	RG _{geslim}	IW OS 10 %	VC _{Rw,geslim}	d _{geslim}	TV _{geslim}
HFPO-DA (2,3,3,3-tetrafluor-2-(heptafluorpropoxy)propaanzuur) ²⁾	13252-13-6		0,0001		< 25 %	< 20 %	70 - 110 %

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

²⁾ De component is niet in de scope van de referentiemethode genoemd. De methode kan desondanks worden toegepast mits de prestatiekenmerken voldoen aan de in dit prestatieblad vermelde eisen.

Validatieonderzoek:

Veroudering van geaddeerde monsters moet worden toegepast.

Verbindingen waaraan eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd: alle.



Protocol 3290

Waterbodem Onderzoeksprotocol



1 Prestatieblad Onderzoeksprotocol voor waterbodem

Het onderzoeksprotocol geldt voor alle parameters die niet in het Accreditatieprogramma AS SIKB 3000 zijn genoemd en voor die parameters waarvoor in het Accreditatieprogramma geen verrichting is gedefinieerd. De validatie en kwaliteitsborging van een verrichting dient volgens het Accreditatieprogramma AS SIKB 3000 te geschieden.

Keuze van een verrichting

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

PRESTATIE-EISEN

Component	RG_{geslim} OS 2 % lutum 2 %	RG_{geslim} OS 10 % lutum 25 %	$VC_{Rw,geslim}$	TV_{geslim}	d_{geslim}	Meetbereik
organische verbinding	achtergrondwaarde bij OS 2 % en lutum 2 %	achtergrondwaarde bij OS 10 %	< 25 %	50 - 110 %	< 30 %	tot interventiewaarde
anorganische verbinding	achtergrondwaarde OS 2 % en lutum 2 %	achtergrondwaarde OS 10 % en lutum 25 %	< 20 %	70 - 110 %	< 20 %	tot interventiewaarde

Juistheid:

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

Keuze bepalingmethode

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

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

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



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

Validatie van de niet-voorgeschreven verrichting

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

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

Kwaliteitsborging van de niet-voorgeschreven verrichting

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

