

Validatie van conserveringstermijnen in Afvalwater

Houdbaarheid van ONB en OPB

Ons kenmerk	Validatie rapport verlenging conserveringstermijnen ONB OPB in afvalwater SIKB project 55
Datum	31 oktober 2003
Uitvoerders	R. Luijt, J. Meijer en diverse analisten
Auteurs	ing. L.J. Landwehr Johann / ing. J. Tukker OMEGAM Laboratorium
Autorisatie	ing. A. van Zon

Inhoudsopgave

1. Samenvatting.....	3
2. Inleiding	4
3. Beschrijving proefopzet	4
4. Beschrijving monsters	5
5. Beschrijving methode	5
6. Resultaten	5
7. Conclusie.....	7
8. Bijlagen.....	7
Bijlage A	7
Bijlage B	11
Bijlage C	15
Bijlage D	19
Bijlage E	23
Bijlage F	27
Bijlage G.....	31

1. Samenvatting

Dit rapport bevat de resultaten van het validatieonderzoek aangaande de verlenging van de conserveringstermijnen van de Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen (ONB) en Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen (OPB) in afvalwater. De in dit onderzoek onderzochte verbindingen zijn atrazine, propazine, simazine, terbutryn, Chloorpyrifos-ethyl, chloorpyrifos-methyl, diazinon, dichloorvos, dimethoaat, disulfoton, fenthion, malathion, mevinphos, parathion-ethyl en parathion-methyl. De validatie is uitgevoerd volgens het SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003.

Uit de resultaten kan worden geconcludeerd dat afvalwatermonsters voor de bepaling van Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen en Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen, langer dan 1 dag kan worden bewaard, vooropgesteld dat dit gebeurt in het donker bij T 1-5 °C. De resultaten geven aanleiding om voor te stellen de conserveringstermijn voor Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen te verlengen naar 28 dagen en voor Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen te verlengen naar 10 dagen.

2. Inleiding

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

Dit rapport bevat de resultaten van het onderzoek naar de lengte van de conserveringstermijn van de Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen (Atrazine, propazine, simazine en terbutryn) en Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen (Chloorpyrifos-ethyl, chloorpyrifos-methyl, diazinon, dichloorvos, dimethoat, disulfoton, fenthion, malathion, mevinphos, parathion-ethyl en parathion-methyl) in afvalwater. De uitkomsten worden door het Centraal College van Deskundigen Bodembeheer van SIKB voorgelegd ten behoeve van de besluitvorming aangaande de lengte van de conserveringstermijn, zoals vastgelegd (ontwerp-)SIKB-protocol 3001 "conserveringsmethoden en conserveringstermijn van milieumonsters".

In bijlage 1 van het "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" zijn de verbindingen van de Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen (ONB) en Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen (OPB) niet gedefinieerd. De verbindingen, welke zijn geanalyseerd en gerapporteerd, worden genoemd in de VPR C85-17 (ONB) en de VPR C85-18 (OPB; exclusief de verbindingen bromophos-ethyl en bromophos-methyl).

In dit rapport wordt de gevolgde proefopzet kort beschreven. De gegevens van de onderzochte afvalwatermonsters en de werkzaamheden op de dag van monsterontvangst – dag nul – samen met een beknopte beschrijving van de gevolgde analysemethoden staan vermeld in respectievelijk hoofdstuk 4 en 5. De resultaten staan door hun uitgebreide omvang vermeld in bijlage A t/m F. De beoordeling van deze resultaten, samen met begeleidend commentaar worden besproken in hoofdstuk 6. Het rapport sluit af met de conclusie in hoofdstuk 7.

3. Beschrijving proefopzet

De onderzoeksopzet is vastgelegd in SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003.

Voor het onderzoek wordt uitgegaan van een 'vers' monster waarbij 'vers' staat voor een zo'n kort mogelijke tijd tussen monsternamen en start van het onderzoek. In de praktijk is het lastig gebleken om over monsters met een geschikt concentratieniveau te beschikken. Voor het validatie-onderzoek van conserveringstermijnen is daarom uitgegaan van 3 verschillende monstertypen waaraan de te onderzoeken verbindingen worden geaardeerd.

Om de homogeniteit van het monster vast te stellen is op dag 0 een homogeniteitsonderzoek uitgevoerd door het monster in 5-voud te onderzoeken onder herhaalbaarheidscondities.

Per vervalddag zijn de analyses in triplo uitgevoerd. De termijnen die voor het bewaren aangehouden zijn : 1, 2, 4, 7, 14 en 28 dagen. De conserveringstechniek is zoals deze is beschreven in het ontwerp SIKB protocol 3001 (T 1-5°C).

In de proefopzet is als richtlijn gekozen voor een laag concentratieniveau circa 0,1 µg/l en voor een hoog concentratieniveau circa 10 maal hoger (0,8 µg/l). Voor de onderzochte verbindingen komt dit neer op de concentraties uit tabel 1 (zie document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003; 5.3).

De concentraties in de onderzochte monsters staan eveneens vermeld in de onderstaande tabel. Drie monstertypes zijn geadeerd met de genoemde verbindingen op het lage concentratieniveau (0,1 µg/l) en de overige drie monstertypes zijn geadeerd tot 0,8 µg/l.

Tabel 1. Praktijk van analyt-concentraties.

	Lage concentratie (in µg/l)	Hoge concentratie (in µg/l)
<i>Organo stikstof bestrijdingsmiddelen</i> Atrazine, propazine, simazine en terbutryn	± 0,1	± 0,8
<i>Organo fosfor bestrijdingsmiddelen</i> Chloorpyrifos-ethyl, chloorpyrifos-methyl, diazinon, dichloorvos, dimethoaat, disulfoton, fenthion, malathion, mevinphos, parathion-ethyl en parathion-methyl	± 0,1	± 0,8

4. Beschrijving monsters

Onderzocht zijn 2 afvalwatermonsters van een waterzuivering, 2 afvalwatermonsters uit de chemische industrie en 2 afvalwatermonsters uit de voedingsindustrie. De bijbehorende monstergegevens staan vermeld in tabel 2.

Tabel 2. Monstergegevens.

Monstertype	Datum van bemonstering	Omschrijving	Additie (in µg/l)	Bijlage
Zuivering	23 mei 2003	Afvalwater van zuiveringsinstallatie	0,1	A
Zuivering	13 juni 2003	Afvalwater van zuiveringsinstallatie	0,8	B
Voedingsindustrie	26 juni 2003	Afvalwater van voedingsindustrie	0,1	C
Voedingsindustrie	10 juli 2003	Afvalwater van voedingsindustrie	0,8	D
Chemische industrie	7 augustus 2003	Samengesteld afvalwater van chemische industrie	0,1	E
Chemische industrie	14 augustus 2003	Samengesteld afvalwater van chemische industrie	0,8	F

5. Beschrijving methode

Direct na de additie van de te onderzoeken verbindingen zijn op dag 0 alle deelmonsters afgevuld zodat voor elke analyse dag een nieuw analysemonster genomen kan worden. De analysemonsters zijn koel en donker bewaard voor aanvang van de opwerking (extractie). Voordat de opwerking wordt uitgevoerd is het analysemonster opnieuw gehomogeniseerd.

Analysemethode ONB en OPB

Bepaling in grond-, afval- en oppervlaktewater wordt uitgevoerd volgens een eigen methode. In bijlage G staat een overzicht gegeven van relevante verrichting waarvoor OMEGAM Laboratorium door de RvA is erkend.

Het watermonster wordt geëxtraheerd met dichloormethaan. De dichloormethaan wordt gedroogd over natriumsulfaat en daarna ingedampd. Een deel van het verkregen dichloormethaan extract wordt geïnjecteerd in een gaschromatograaf met capillaire kolom en massaselectieve detector.

6. Resultaten

In bijlage A t/m F zijn de verwerkte resultaten van de 6 onderzochte afvalwatermonsters weergegeven. De analyseresultaten zijn geëvalueerd op basis van de standaarddeviatie, welke zijn vastgesteld in het validatie onderzoek van de ONB en OPB analysemethode. De analyseresultaten van het validatieonderzoek van de conserveringstermijnen ONB en OPB zijn ingevoerd in excel-sheets. Deze excel-sheets zijn afkomstig uit het SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van

conserveringstermijnen van milieumonsters” project 55, versie 1, 29 april 2003. Als toetsing wordt de z-score gebruikt. Indien een verbinding op twee achtereenvolgende vervaldagen een z-score $\geq +2$ of ≤ -2 laat berekenen, wordt de verbinding als verlopen beschouwd. Dit leidt vervolgens tot de conclusie dat daarmee de houdbaarheid is verlopen.

De toegepaste analysemethode is een multicomponent methode. Hierbij moet rekening worden gehouden dat niet voor alle verbindingen, welke met dezelfde analysemethode worden geanalyseerd, dezelfde conserveringstermijn kunnen gelden. De verbindingen, welke zijn geanalyseerd en gerapporteerd, worden genoemd in de VPR C85-17 (ONB) en de VPR C85-18 (OPB; exclusief de verbindingen bromophos-ethyl en bromophos-methyl).

Tabel met conserveringstermijnen (in dagen) van alle type afvalwater

De resultaten per monster zijn weergegeven in de bijlage A t/m F. In de onderstaande tabel zijn de resultaten per monster samengevat. In de tabel wordt verwezen naar de bijlagen (bijlage A t/m F). In de tabel is de conserveringstermijn per verbinding weergegeven zoals in dit onderzoek is vastgesteld.

Bijlage →	A	B	C	D	E	F
Verbinding ↓						
ONB :						
Atrazine	- (1)	28	28	28	28	28
Propazine	- (1)	14-28	28	28	28	28
Simazine	- (1)	28	28	28	28	28
Terbutryn	- (1)	28	28	28	28	28
OPB :						
Chloorpyrifos-ethyl	28	14-28	- (1)	14-28	7-14	- (1)
Chloorpyrifos-methyl	11	14-28	- (1)	14-28	7-14	- (1)
Diazinon	- (1)	28	14-28	28	28	- (1)
Dichloorvos	28	14-28	7-14	28	28	14-28
Dimethoaat	28	28	28	28	28	28
Disulfoton	28	14-28	- (1)	28	14-28	14-28
Fenthion	- (1)	14-28	- (1)	28	28	14-28
Malathion	- (1)	28	- (1)	7-14	28	4-7
Mevinphos	28	14-28	7-14	28	28	28
Parathion-ethyl	7-11	28	28	28	28	28
Parathion-methyl	11-28	28	28	28	28	28

(1)

Ten gevolge van storing van de matrix is de identificatie en kwantificering beïnvloed, hierdoor zijn voor een aantal verbindingen verhoogde rapportagegrenzen gehanteerd. Hierbij is gehandeld volgens de richtlijnen en kwaliteitseisen welke in het analysevoorschrift genoemd staan. Deze verhoogde rapportagegrens is boven het onderzochte concentratieniveau en daardoor zijn, statistisch gezien, deze resultaten niet bruikbaar.

Opmerkingen :

Algemeen

Met behulp van de gevolgde analysemethode kunnen ook andere verbindingen worden geanalyseerd. De, in dit onderzoek vastgestelde conserveringstermijnen gelden slechts voor de hier onderzochte verbindingen. Andere ONB of OPB verbindingen kunnen andere conserveringstermijnen hebben.

De resultaten evaluerend kan worden opgemerkt dat voor een aantal monstertypen het geaddeerde concentratieniveau van 0,1 µg/l te laag was (matrix). Beter zou zijn geweest een hoger (bijvoorbeeld 0,3 µg/l) concentratieniveau te kiezen.

OMEGAM Laboratorium heeft in januari 1997 een eigen houdbaarheidsonderzoek in oppervlaktewater uitgevoerd. In dit houdbaarheidsonderzoek zijn diverse conserveringsmethoden onderzocht voor de ONB en OPB. De algemene conclusie uit dit houdbaarheidsonderzoek was, dat de monsters gekoeld en donker bewaard, de beste conserveringsmethode bleek. Deze methode is ook als

conserveringsmethode opgenomen in ontwerp SIKB protocol 3001. De conclusie voor de conserveringstermijn uit het OMEGAM onderzoek: 7 – 11 dagen.

7. Conclusie

Uit de resultaten kan worden geconcludeerd dat afvalwatermonsters voor de bepaling van Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen en Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen, langer dan 1 dag kan worden bewaard, vooropgesteld dat dit gebeurt in het donker bij T 1-5 °C. De resultaten geven aanleiding om voor te stellen de conserveringstermijn voor Organo Stikstof Bestrijdingsmiddelen te verlengen naar 28 dagen en voor Organo Fosfor Bestrijdingsmiddelen te verlengen naar 10 dagen.

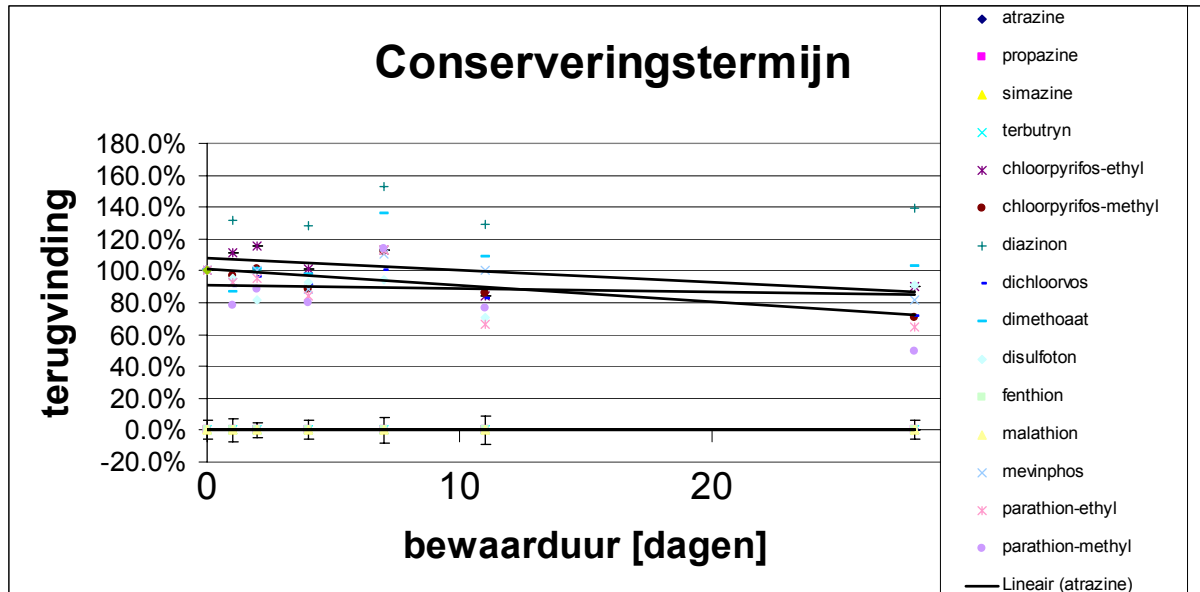
8. Bijlagen

Bijlage A

Pagina 8 - 10

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		26-mei-03						
Matrix		Afvalwater van zuiveringsinstallatie				Bijlage A		
dagen		0	1	2	4	7	11	28
kalenderdag		26-mei-03	27-mei-03	28-mei-03	30-mei-03	2-jun-03	6-jun-03	23-jun-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	10.0	10.1	11.2	1.4	14.6	3.7	3.1
SR validatie		7.9%						
propazine	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	10.0	17.8	2.8	11.7	20.2	1.0	4.8
SR validatie		7.6%						
simazine	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	10.0	11.0	4.0	5.0	3.7	8.8	4.8
SR validatie		8.1%						
terbutryn	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-eth	µg/L	0.094	0.105	0.109	0.095	0.106	0.079	0.085
RSD	%	11.1	6.2	8.0	4.2	4.0	16.8	5.9
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-me	µg/L	0.126	0.122	0.127	0.112	0.141	0.108	0.089
RSD	%	4.7	1.9	2.5	1.0	2.9	6.5	2.4
SR validatie		10.1%						
diazinon	µg/L	0.078	0.103	0.078	0.100	0.119	0.101	0.109
RSD	%	11.1	2.2	6.5	2.5	1.7	0.7	1.0
SR validatie		11.1%						
dichloorvos	µg/L	0.113	0.102	0.109	0.103	0.113	0.093	0.081
RSD	%	4.0	7.4	3.7	2.8	5.6	3.9	0.9
SR validatie		15.4%						
dimethoaat	µg/L	0.158	0.137	0.160	0.155	0.215	0.172	0.162
RSD	%	6.4	6.2	6.9	7.2	2.8	9.5	3.9
SR validatie		13.5%						
disulfoton	µg/L	0.143	0.136	0.117	0.133	0.135	0.101	0.130
RSD	%	3.9	0.7	4.8	5.7	7.6	6.9	3.8
SR validatie		14.2%						
fenthion	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	4.4	2.7	1.8	1.1	3.5	7.0	5.5
SR validatie		7.3%						
malathion	µg/L	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	8.4	2.0	14.8	3.6	4.1	6.9	10.3
SR validatie		11.3%						
mevinphos	µg/L	0.169	0.157	0.169	0.149	0.187	0.169	0.138
RSD	%	4.2	1.3	3.3	8.7	3.3	1.6	0.5
SR validatie		14.1%						
parathion-ethyl	µg/L	0.235	0.217	0.224	0.198	0.265	0.157	0.153
RSD	%	7.2	2.7	5.4	1.0	2.6	2.9	4.6
SR validatie		14.3%						
parathion-methyl	µg/L	0.191	0.150	0.169	0.153	0.218	0.146	0.094
RSD	%	7.3	2.1	2.8	4.5	4.1	8.7	6.8
SR validatie		15.4%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		26-mei-03						
Matrix		Afvalwater van zuiveringsinstallatie					Bijlage A	
dagen		0	1	2	4	7	11	28
kalenderdag		26-mei-03	27-mei-03	28-mei-03	30-mei-03	2-jun-03	6-jun-03	23-jun-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	10.0%	10.1%	11.2%	1.4%	14.6%	3.7%	3.1%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
propazine	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	10.0%	17.8%	2.8%	11.7%	20.2%	1.0%	4.8%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
simazine	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	10.0%	11.0%	4.0%	5.0%	3.7%	8.8%	4.8%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
terbutryn	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	10.0%	10.0%	10.0%	10.0%	10.0%	10.0%	10.0%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
chloorpyrifos-ethy	µg/L	100.0%	111.7%	116.0%	101.1%	112.8%	84.0%	90.4%
RSD	%	11.1%	6.2%	8.0%	4.2%	4.0%	16.8%	5.9%
Z score		0.0	1.4	1.9	0.1	1.5	-1.9	-1.1
chloorpyrifos-met	µg/L	100.0%	96.8%	100.8%	88.9%	111.9%	85.7%	70.6%
RSD	%	4.7%	1.9%	2.5%	1.0%	2.9%	6.5%	2.4%
Z score		0.0	-0.3	0.1	-1.1	1.2	-1.4	-2.9
diazinon	µg/L	100.0%	132.1%	100.0%	128.2%	152.6%	129.5%	139.7%
RSD	%	11.1%	2.2%	6.5%	2.5%	1.7%	0.7%	1.0%
Z score		0.0	2.9	0.0	2.5	4.7	2.7	3.6
dichloorvos	µg/L	100.0%	90.3%	96.5%	91.2%	100.0%	82.3%	71.7%
RSD	%	4.0%	7.4%	3.7%	2.8%	5.6%	3.9%	0.9%
Z score		0.0	-0.6	-0.2	-0.6	0.0	-1.1	-1.8
dimethoat	µg/L	100.0%	86.7%	101.3%	98.1%	136.1%	108.9%	102.5%
RSD	%	6.4%	6.2%	6.9%	7.2%	2.8%	9.5%	3.9%
Z score		0.0	-1.0	0.1	-0.1	2.7	0.7	0.2
disulfoton	µg/L	100.0%	95.1%	81.8%	93.0%	94.4%	70.6%	90.9%
RSD	%	3.9%	0.7%	4.8%	5.7%	7.6%	6.9%	3.8%
Z score		0.0	-0.3	-1.3	-0.5	-0.4	-2.1	-0.6
fenthion	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	4.4%	2.7%	1.8%	1.1%	3.5%	7.0%	5.5%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
malathion	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	8.4%	2.0%	14.8%	3.6%	4.1%	6.9%	10.3%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
mevinphos	µg/L	100.0%	92.9%	100.0%	88.2%	110.7%	100.0%	81.7%
RSD	%	4.2%	1.3%	3.3%	8.7%	3.3%	1.6%	0.5%
Z score		0.0	-0.5	0.0	-0.8	0.8	0.0	-1.3
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	92.3%	95.3%	84.3%	112.8%	66.8%	65.1%
RSD	%	7.2%	2.7%	5.4%	1.0%	2.6%	2.9%	4.6%
Z score		0.0	-0.5	-0.3	-1.1	0.9	-2.3	-2.4
parathion-methyl	µg/L	100.0%	78.5%	88.5%	80.1%	114.1%	76.4%	49.2%
RSD	%	7.3%	2.1%	2.8%	4.5%	4.1%	8.7%	6.8%
Z score		0.0	-1.4	-0.7	-1.3	0.9	-1.5	-3.3

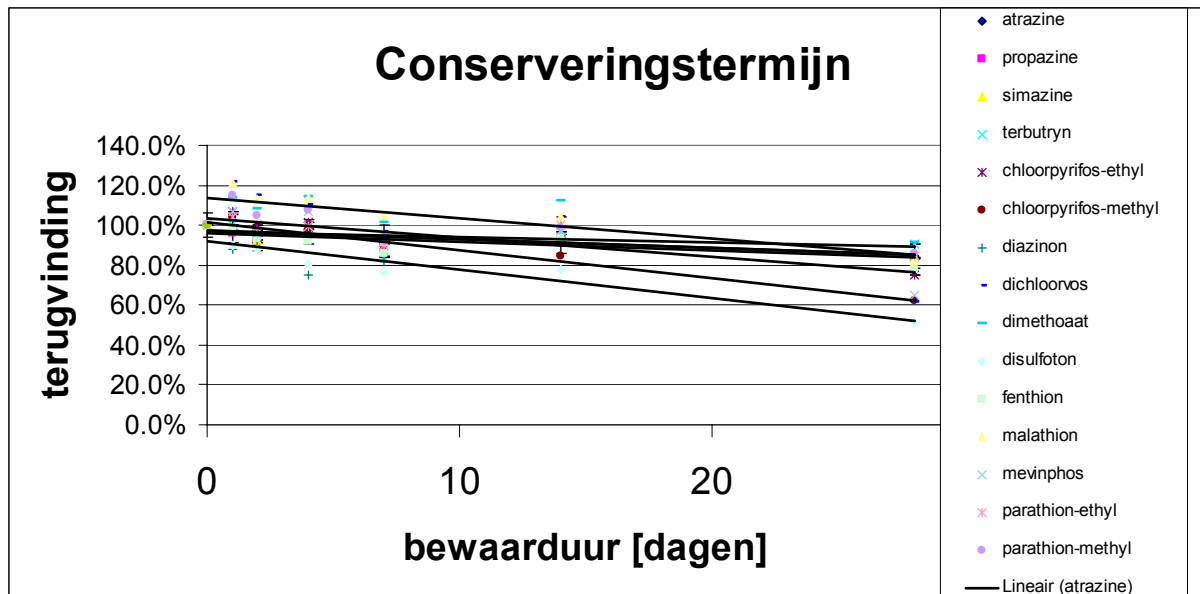


Bijlage B

Pagina 12 – 14.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		16-jun-03						
Matrix		Afvalwater van zuiveringsinstallatie				Bijlage B		
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		16-jun-03	17-jun-03	18-jun-03	20-jun-03	23-jun-03	30-jun-03	14-jul-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	0.766	0.753	0.707	0.740	0.707	0.727	0.647
RSD	%	13.5	12.3	0.8	1.9	5.4	13.5	8.5
SR validatie		7.9%						
propazine	µg/L	0.740	0.713	0.677	0.700	0.670	0.693	0.617
RSD	%	13.2	10.6	0.9	2.0	3.9	13.3	8.9
SR validatie		7.6%						
simazine	µg/L	0.690	0.670	0.640	0.675	0.633	0.657	0.577
RSD	%	14.1	10.4	1.0	3.1	4.0	12.3	7.8
SR validatie		8.1%						
terbutryn	µg/L	0.882	0.883	0.833	0.875	0.737	0.853	0.797
RSD	%	12.4	12.9	1.4	2.4	11.4	11.9	3.6
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-eth	µg/L	0.880	0.943	0.880	0.890	0.820	0.823	0.660
RSD	%	18.2	12.1	1.0	1.6	6.3	13.4	5.5
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-me	µg/L	0.958	1.000	0.927	0.930	0.833	0.810	0.593
RSD	%	16.8	11.8	0.6	1.5	5.9	13.9	8.5
SR validatie		10.1%						
diazinon	µg/L	0.768	0.677	0.707	0.575	0.627	0.717	0.640
RSD	%	17.6	12.7	0.8	1.2	11.5	13.8	5.6
SR validatie		11.1%						
dichloorvos	µg/L	0.648	0.790	0.743	0.715	0.627	0.677	0.397
RSD	%	21.9	9.6	2.1	1.0	12.0	18.4	13.9
SR validatie		15.4%						
dimethoaat	µg/L	0.878	1.000	0.953	1.005	0.893	0.983	0.803
RSD	%	21.1	12.5	0.6	3.5	3.6	12.1	5.6
SR validatie		13.5%						
disulfoton	µg/L	0.944	0.850	0.827	0.761	0.723	0.733	0.483
RSD	%	15.5	13.6	4.2	0.1	7.6	15.0	8.4
SR validatie		14.2%						
fenthion	µg/L	0.846	0.827	0.787	0.780	0.727	0.790	0.660
RSD	%	12.9	11.2	0.7	1.8	7.6	13.2	6.9
SR validatie		7.3%						
malathion	µg/L	0.908	1.100	1.023	1.030	0.950	0.947	0.750
RSD	%	28.0	12.9	0.6	1.4	10.0	12.2	6.7
SR validatie		11.3%						
mevinphos	µg/L	1.048	1.123	1.010	1.120	0.967	1.023	0.677
RSD	%	23.6	13.4	1.0	1.3	3.6	14.1	8.4
SR validatie		14.1%						
parathion-ethyl	µg/L	1.266	1.320	1.230	1.255	1.140	1.263	1.067
RSD	%	13.2	11.2	0.8	5.1	7.9	14.4	7.1
SR validatie		14.3%						
parathion-methyl	µg/L	0.948	1.093	0.993	1.020	0.890	0.933	0.817
RSD	%	15.8	11.3	0.6	1.4	4.9	9.9	7.5
SR validatie		15.4%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		16-jun-03						
Matrix		Afvalwater van zuiveringsinstallatie					Bijlage B	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		16-jun-03	17-jun-03	18-jun-03	20-jun-03	23-jun-03	30-jun-03	14-jul-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	100.0%	98.3%	92.3%	96.6%	92.3%	94.9%	84.5%
RSD	%	13.5%	12.3%	0.8%	1.9%	5.4%	13.5%	8.5%
Z score		0.0	-0.2	-1.0	-0.4	-1.0	-0.6	-2.0
propazine	µg/L	100.0%	96.4%	91.5%	94.6%	90.5%	93.6%	83.4%
RSD	%	13.2%	10.6%	0.9%	2.0%	3.9%	13.3%	8.9%
Z score		0.0	-0.5	-1.1	-0.7	-1.2	-0.8	-2.2
simazine	µg/L	100.0%	97.1%	92.8%	97.8%	91.7%	95.2%	83.6%
RSD	%	14.1%	10.4%	1.0%	3.1%	4.0%	12.3%	7.8%
Z score		0.0	-0.4	-0.9	-0.3	-1.0	-0.6	-2.0
terbutryn	µg/L	100.0%	100.1%	94.4%	99.2%	83.6%	96.7%	90.4%
RSD	%	12.4%	12.9%	1.4%	2.4%	11.4%	11.9%	3.6%
Z score		0.0	0.0	-0.7	-0.1	-2.0	-0.4	-1.1
chloorpyrifos-ethy	µg/L	100.0%	107.2%	100.0%	101.1%	93.2%	93.5%	75.0%
RSD	%	18.2%	12.1%	1.0%	1.6%	6.3%	13.4%	5.5%
Z score		0.0	0.9	0.0	0.1	-0.8	-0.8	-3.0
chloorpyrifos-met	µg/L	100.0%	104.4%	96.8%	97.1%	87.0%	84.6%	61.9%
RSD	%	16.8%	11.8%	0.6%	1.5%	5.9%	13.9%	8.5%
Z score		0.0	0.4	-0.3	-0.3	-1.3	-1.5	-3.8
diazinon	µg/L	100.0%	88.2%	92.1%	74.9%	81.6%	93.4%	83.3%
RSD	%	17.6%	12.7%	0.8%	1.2%	11.5%	13.8%	5.6%
Z score		0.0	-1.1	-0.7	-2.3	-1.7	-0.6	-1.5
dichloorvos	µg/L	100.0%	121.9%	114.7%	110.3%	96.8%	104.5%	61.3%
RSD	%	21.9%	9.6%	2.1%	1.0%	12.0%	18.4%	13.9%
Z score		0.0	1.4	1.0	0.7	-0.2	0.3	-2.5
dimethoat	µg/L	100.0%	113.9%	108.5%	114.5%	101.7%	112.0%	91.5%
RSD	%	21.1%	12.5%	0.6%	3.5%	3.6%	12.1%	5.6%
Z score		0.0	1.0	0.6	1.1	0.1	0.9	-0.6
disulfoton	µg/L	100.0%	90.0%	87.6%	80.6%	76.6%	77.6%	51.2%
RSD	%	15.5%	13.6%	4.2%	0.1%	7.6%	15.0%	8.4%
Z score		0.0	-0.7	-0.9	-1.4	-1.6	-1.6	-3.4
fenthion	µg/L	100.0%	97.8%	93.0%	92.2%	85.9%	93.4%	78.0%
RSD	%	12.9%	11.2%	0.7%	1.8%	7.6%	13.2%	6.9%
Z score		0.0	-0.3	-1.0	-1.1	-1.9	-0.9	-3.0
malathion	µg/L	100.0%	121.1%	112.7%	113.4%	104.6%	104.3%	82.6%
RSD	%	28.0%	12.9%	0.6%	1.4%	10.0%	12.2%	6.7%
Z score		0.0	1.9	1.1	1.2	0.4	0.4	-1.5
mevinphos	µg/L	100.0%	107.2%	96.4%	106.9%	92.3%	97.6%	64.6%
RSD	%	23.6%	13.4%	1.0%	1.3%	3.6%	14.1%	8.4%
Z score		0.0	0.5	-0.3	0.5	-0.5	-0.2	-2.5
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	104.3%	97.2%	99.1%	90.0%	99.8%	84.3%
RSD	%	13.2%	11.2%	0.8%	5.1%	7.9%	14.4%	7.1%
Z score		0.0	0.3	-0.2	-0.1	-0.7	0.0	-1.1
parathion-methyl	µg/L	100.0%	115.3%	104.7%	107.6%	93.9%	98.4%	86.2%
RSD	%	15.8%	11.3%	0.6%	1.4%	4.9%	9.9%	7.5%
Z score		0.0	1.0	0.3	0.5	-0.4	-0.1	-0.9

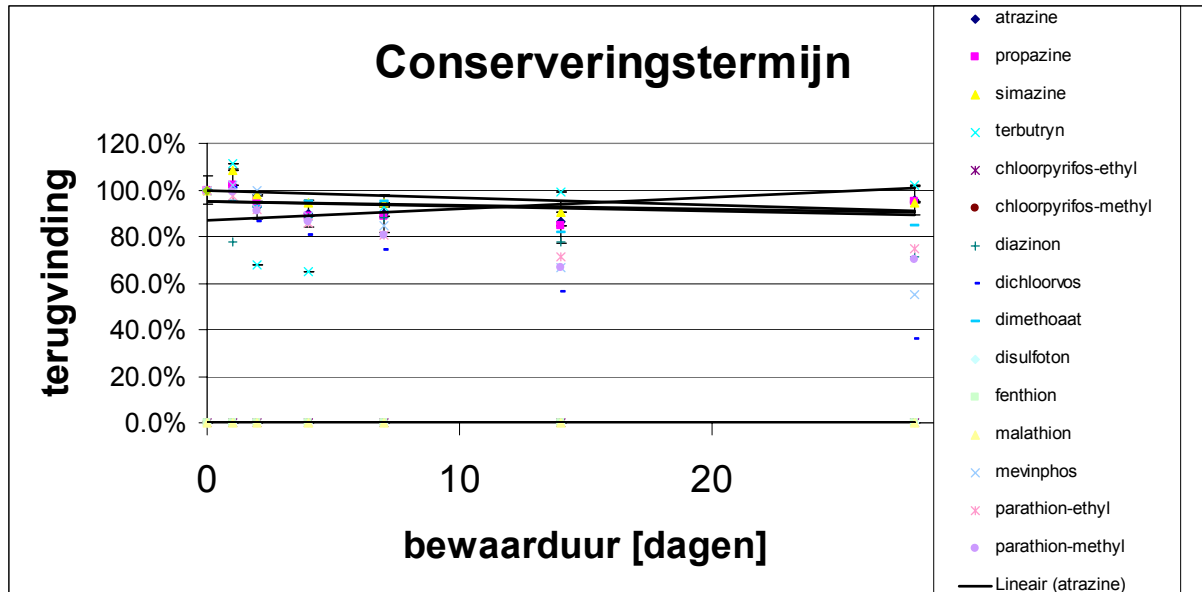


Bijlage C

Pagina 16 – 18.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		30-jun-03						
Matrix		Afvalwater van voedingsindustrie				Bijlage C		
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		30-jun-03	1-jul-03	2-jul-03	4-jul-03	7-jul-03	14-jul-03	28-jul-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	0.108	0.110	0.100	0.097	0.097	0.093	0.103
RSD	%	4.1	5.0	5.6	6.0	6.0	6.2	5.6
SR validatie		7.9%						
propazine	µg/L	0.098	0.100	0.093	0.087	0.087	0.083	0.093
RSD	%	4.6	5.0	6.2	6.7	6.7	6.9	6.2
SR validatie		7.6%						
simazine	µg/L	0.092	0.100	0.090	0.087	0.087	0.083	0.087
RSD	%	4.9	5.2	5.0	6.7	6.7	6.9	6.7
SR validatie		8.1%						
terbutryn	µg/L	0.108	0.120	0.073	0.070	0.100	0.107	0.110
RSD	%	10.1	5.0	7.9	24.7	5.9	5.4	9.1
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-eth	µg/L	<0.13	<0.13	<0.12	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	5.0	4.6	5.1	10.0	6.2	5.7	8.7
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-me	µg/L	<0.13	<0.13	<0.12	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	5.1	4.9	4.9	10.0	5.0	5.0	6.7
SR validatie		10.1%						
diazinon	µg/L	0.094	0.073	0.087	0.083	0.083	0.073	0.067
RSD	%	5.8	7.9	5.1	6.9	6.9	7.9	8.7
SR validatie		11.1%						
dichloorvos	µg/L	0.112	0.113	0.097	0.090	0.083	0.063	0.040
RSD	%	4.0	5.1	6.0	11.1	6.9	9.1	9.1
SR validatie		15.4%						
dimethoaat	µg/L	0.126	0.120	0.117	0.120	0.120	0.103	0.107
RSD	%	4.3	5.1	4.9	8.3	5.1	5.6	5.4
SR validatie		13.5%						
disulfoton	µg/L	<0.12	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	4.0	5.6	12.4	15.7	12.5	15.7	12.4
SR validatie		14.2%						
fenthion	µg/L	<0.12	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	4.7	5.1	5.6	6.0	6.2	6.9	6.7
SR validatie		7.3%						
malathion	µg/L	<0.12	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
RSD	%	4.0	4.6	4.9	5.6	5.0	6.9	7.5
SR validatie		11.3%						
mevinphos	µg/L	0.150	0.153	0.150	0.133	0.127	0.100	0.083
RSD	%	4.7	3.8	6.7	11.5	4.6	5.4	13.9
SR validatie		14.1%						
parathion-ethyl	µg/L	0.178	0.173	0.163	0.153	0.143	0.127	0.133
RSD	%	2.5	3.3	7.1	3.8	4.0	4.6	8.7
SR validatie		14.3%						
parathion-methyl	µg/L	0.124	0.123	0.113	0.107	0.100	0.083	0.087
RSD	%	4.4	4.7	5.1	5.4	5.0	6.9	6.7
SR validatie		15.4%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		30-jun-03						
Matrix		Afvalwater van voedingsindustrie					Bijlage C	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		30-jun-03	1-jul-03	2-jul-03	4-jul-03	7-jul-03	14-jul-03	28-jul-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	100.0%	101.9%	92.6%	89.8%	89.8%	86.1%	95.4%
RSD	%	4.1%	5.0%	5.6%	6.0%	6.0%	6.2%	5.6%
Z score		0.0	0.2	-0.9	-1.3	-1.3	-1.8	-0.6
propazine	µg/L	100.0%	102.0%	94.9%	88.8%	88.8%	84.7%	94.9%
RSD	%	4.6%	5.0%	6.2%	6.7%	6.7%	6.9%	6.2%
Z score		0.0	0.3	-0.7	-1.5	-1.5	-2.0	-0.7
simazine	µg/L	100.0%	108.7%	97.8%	94.6%	94.6%	90.2%	94.6%
RSD	%	4.9%	5.2%	5.0%	6.7%	6.7%	6.9%	6.7%
Z score		0.0	1.1	-0.3	-0.7	-0.7	-1.2	-0.7
terbutryn	µg/L	100.0%	111.1%	67.6%	64.8%	92.6%	99.1%	101.9%
RSD	%	10.1%	5.0%	7.9%	24.7%	5.9%	5.4%	9.1%
Z score		0.0	1.3	-3.9	-4.2	-0.9	-0.1	0.2
chloorpyrifos-ethy	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	5.0%	4.6%	5.1%	10.0%	6.2%	5.7%	8.7%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
chloorpyrifos-met	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	5.1%	4.9%	4.9%	10.0%	5.0%	5.0%	6.7%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
diazinon	µg/L	100.0%	77.7%	92.6%	88.3%	88.3%	77.7%	71.3%
RSD	%	5.8%	7.9%	5.1%	6.9%	6.9%	7.9%	8.7%
Z score		0.0	-2.0	-0.7	-1.1	-1.1	-2.0	-2.6
dichloorvos	µg/L	100.0%	100.9%	86.6%	80.4%	74.1%	56.3%	35.7%
RSD	%	4.0%	5.1%	6.0%	11.1%	6.9%	9.1%	9.1%
Z score		0.0	0.1	-0.9	-1.3	-1.7	-2.8	-4.2
dimethoat	µg/L	100.0%	95.2%	92.9%	95.2%	95.2%	81.7%	84.9%
RSD	%	4.3%	5.1%	4.9%	8.3%	5.1%	5.6%	5.4%
Z score		0.0	-0.4	-0.5	-0.4	-0.4	-1.4	-1.1
disulfoton	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	4.0%	5.6%	12.4%	15.7%	12.5%	15.7%	12.4%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
fenthion	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	4.7%	5.1%	5.6%	6.0%	6.2%	6.9%	6.7%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
malathion	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	4.0%	4.6%	4.9%	5.6%	5.0%	6.9%	7.5%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
mevinphos	µg/L	100.0%	102.0%	100.0%	88.7%	84.7%	66.7%	55.3%
RSD	%	4.7%	3.8%	6.7%	11.5%	4.6%	5.4%	13.9%
Z score		0.0	0.1	0.0	-0.8	-1.1	-2.4	-3.2
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	97.2%	91.6%	86.0%	80.3%	71.3%	74.7%
RSD	%	2.5%	3.3%	7.1%	3.8%	4.0%	4.6%	8.7%
Z score		0.0	-0.2	-0.6	-1.0	-1.4	-2.0	-1.8
parathion-methyl	µg/L	100.0%	99.2%	91.1%	86.3%	80.6%	66.9%	70.2%
RSD	%	4.4%	4.7%	5.1%	5.4%	5.0%	6.9%	6.7%
Z score		0.0	-0.1	-0.6	-0.9	-1.3	-2.1	-1.9

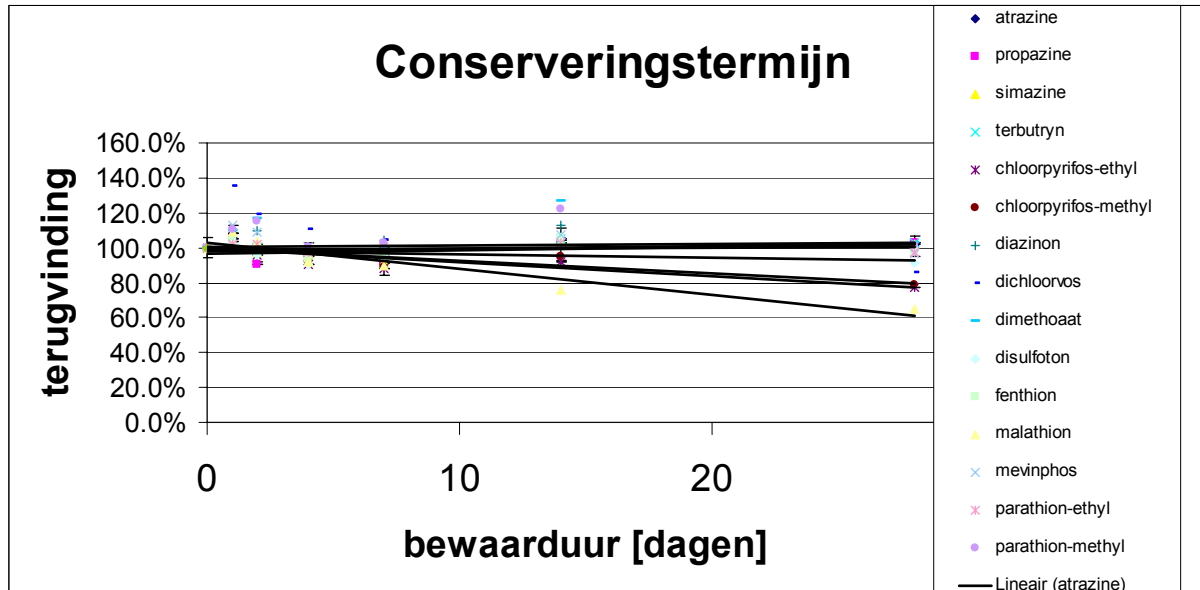


Bijlage D

Pagina 20 -22.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		14-jul-03						
Matrix		Afvalwater van voedingsindustrie					Bijlage D	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		14-jul-03	15-jul-03	16-jul-03	18-jul-03	21-jul-03	28-jul-03	11-aug-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	0.676	0.713	0.657	0.653	0.623	0.690	0.683
RSD	%	4.3	0.8	1.8	2.3	2.5	6.1	3.0
SR validatie		7.9%						
propazine	µg/L	0.650	0.683	0.590	0.623	0.595	0.670	0.667
RSD	%	4.5	0.8	6.1	2.5	3.6	4.2	2.3
SR validatie		7.6%						
simazine	µg/L	0.614	0.637	0.600	0.590	0.563	0.640	0.627
RSD	%	4.1	0.9	4.4	1.7	2.1	6.6	2.4
SR validatie		8.1%						
terbutryn	µg/L	0.804	0.867	0.810	0.767	0.763	0.845	0.827
RSD	%	4.8	1.8	3.7	1.5	5.5	2.5	1.8
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-eth	µg/L	0.862	0.930	0.827	0.777	0.760	0.795	0.667
RSD	%	3.7	2.2	3.0	2.0	4.7	0.9	1.7
SR validatie		8.4%						
chloorpyrifos-me	µg/L	0.860	0.897	0.843	0.790	0.767	0.815	0.677
RSD	%	4.7	1.7	4.6	1.3	4.6	0.9	2.3
SR validatie		10.1%						
diazinon	µg/L	0.652	0.723	0.717	0.633	0.680	0.735	0.650
RSD	%	3.7	1.6	3.5	0.9	3.9	4.8	1.5
SR validatie		11.1%						
dichloorvos	µg/L	0.656	0.887	0.783	0.723	0.687	0.690	0.563
RSD	%	10.7	2.8	9.1	5.6	5.5	4.1	4.5
SR validatie		15.4%						
dimethoaat	µg/L	0.802	0.883	0.937	0.777	0.807	1.015	0.827
RSD	%	6.4	8.6	3.7	2.7	9.5	3.5	1.8
SR validatie		13.5%						
disulfoton	µg/L	0.764	0.780	0.730	0.693	0.730	0.775	0.697
RSD	%	5.2	2.6	9.0	7.3	3.6	2.7	3.0
SR validatie		14.2%						
fenthion	µg/L	0.772	0.807	0.757	0.720	0.733	0.815	0.757
RSD	%	5.2	1.4	6.7	3.7	4.8	0.9	2.8
SR validatie		7.3%						
malathion	µg/L	0.914	0.997	0.947	0.843	0.823	0.695	0.590
RSD	%	6.3	4.5	2.2	1.8	5.7	7.1	2.4
SR validatie		11.3%						
mevinphos	µg/L	0.912	1.030	0.993	0.913	0.900	0.981	0.880
RSD	%	6.6	2.6	7.6	1.7	5.1	0.1	4.1
SR validatie		14.1%						
parathion-ethyl	µg/L	1.088	1.107	1.113	1.057	1.093	1.115	1.063
RSD	%	7.8	4.5	4.9	3.0	4.6	1.9	4.4
SR validatie		14.3%						
parathion-methyl	µg/L	0.774	0.853	0.890	0.777	0.793	0.945	0.783
RSD	%	10.2	3.6	4.5	0.7	7.7	3.7	3.9
SR validatie		15.4%						

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		14-jul-03						
Matrix		Afvalwater van voedingsindustrie					Bijlage D	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		14-jul-03	15-jul-03	16-jul-03	18-jul-03	21-jul-03	28-jul-03	11-aug-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	100.0%	105.5%	97.2%	96.6%	92.2%	102.1%	101.0%
RSD	%	4.3%	0.8%	1.8%	2.3%	2.5%	6.1%	3.0%
Z score		0.0	0.7	-0.4	-0.4	-1.0	0.3	0.1
propazine	µg/L	100.0%	105.1%	90.8%	95.8%	91.5%	103.1%	102.6%
RSD	%	4.5%	0.8%	6.1%	2.5%	3.6%	4.2%	2.3%
Z score		0.0	0.7	-1.2	-0.5	-1.1	0.4	0.3
simazine	µg/L	100.0%	103.7%	97.7%	96.1%	91.7%	104.2%	102.1%
RSD	%	4.1%	0.9%	4.4%	1.7%	2.1%	6.6%	2.4%
Z score		0.0	0.5	-0.3	-0.5	-1.0	0.5	0.3
terbutryn	µg/L	100.0%	107.8%	100.7%	95.4%	94.9%	105.1%	102.9%
RSD	%	4.8%	1.8%	3.7%	1.5%	5.5%	2.5%	1.8%
Z score		0.0	0.9	0.1	-0.5	-0.6	0.6	0.3
chloorpyrifos-ethy	µg/L	100.0%	107.9%	95.9%	90.1%	88.2%	92.2%	77.4%
RSD	%	3.7%	2.2%	3.0%	2.0%	4.7%	0.9%	1.7%
Z score		0.0	0.9	-0.5	-1.2	-1.4	-0.9	-2.7
chloorpyrifos-met	µg/L	100.0%	104.3%	98.0%	91.9%	89.2%	94.8%	78.7%
RSD	%	4.7%	1.7%	4.6%	1.3%	4.6%	0.9%	2.3%
Z score		0.0	0.4	-0.2	-0.8	-1.1	-0.5	-2.1
diazinon	µg/L	100.0%	110.9%	110.0%	97.1%	104.3%	112.7%	99.7%
RSD	%	3.7%	1.6%	3.5%	0.9%	3.9%	4.8%	1.5%
Z score		0.0	1.0	0.9	-0.3	0.4	1.1	0.0
dichloorvos	µg/L	100.0%	135.2%	119.4%	110.2%	104.7%	105.2%	85.8%
RSD	%	10.7%	2.8%	9.1%	5.6%	5.5%	4.1%	4.5%
Z score		0.0	2.3	1.3	0.7	0.3	0.3	-0.9
dimethoat	µg/L	100.0%	110.1%	116.8%	96.9%	100.6%	126.6%	103.1%
RSD	%	6.4%	8.6%	3.7%	2.7%	9.5%	3.5%	1.8%
Z score		0.0	0.7	1.2	-0.2	0.0	2.0	0.2
disulfoton	µg/L	100.0%	102.1%	95.5%	90.7%	95.5%	101.4%	91.2%
RSD	%	5.2%	2.6%	9.0%	7.3%	3.6%	2.7%	3.0%
Z score		0.0	0.1	-0.3	-0.7	-0.3	0.1	-0.6
fenthion	µg/L	100.0%	104.5%	98.1%	93.3%	94.9%	105.6%	98.1%
RSD	%	5.2%	1.4%	6.7%	3.7%	4.8%	0.9%	2.8%
Z score		0.0	0.6	-0.3	-0.9	-0.7	0.8	-0.3
malathion	µg/L	100.0%	109.1%	103.6%	92.2%	90.0%	76.0%	64.6%
RSD	%	6.3%	4.5%	2.2%	1.8%	5.7%	7.1%	2.4%
Z score		0.0	0.8	0.3	-0.7	-0.9	-2.1	-3.1
mevinphos	µg/L	100.0%	112.9%	108.9%	100.1%	98.7%	107.6%	96.5%
RSD	%	6.6%	2.6%	7.6%	1.7%	5.1%	0.1%	4.1%
Z score		0.0	0.9	0.6	0.0	-0.1	0.5	-0.2
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	101.7%	102.3%	97.2%	100.5%	102.5%	97.7%
RSD	%	7.8%	4.5%	4.9%	3.0%	4.6%	1.9%	4.4%
Z score		0.0	0.1	0.2	-0.2	0.0	0.2	-0.2
parathion-methyl	µg/L	100.0%	110.2%	115.0%	100.4%	102.5%	122.1%	101.2%
RSD	%	10.2%	3.6%	4.5%	0.7%	7.7%	3.7%	3.9%
Z score		0.0	0.7	1.0	0.0	0.2	1.4	0.1

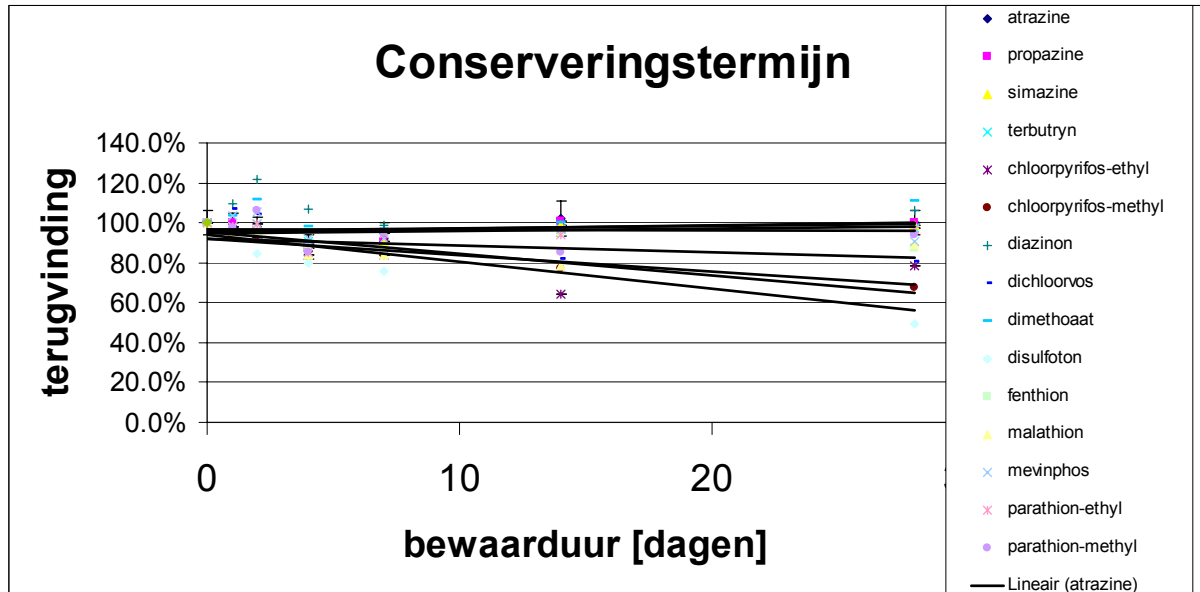


Bijlage E

Pagina 24 – 26.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.									
Naam lab		OMEGAM Laboratorium							
datum aanvang		11-aug-03							
Matrix		Afvalwater van chemische industrie				Bijlage E			
dagen		0	1	2	4	7	14	28	
kalenderdag		11-aug-03	12-aug-03	13-aug-03	15-aug-03	18-aug-03	25-aug-03	8-sep-03	
Component	eenheid								
atrazine	µg/L	0.099	0.097	0.097	0.087	0.091	0.101	0.099	
RSD	%	3.4	1.6	6.2	2.7	1.7	1.5	3.6	
SR validatie		7.9%							
propazine	µg/L	0.093	0.093	0.090	0.083	0.084	0.094	0.093	
RSD	%	2.8	0.6	6.1	2.3	2.1	1.8	3.1	
SR validatie		7.6%							
simazine	µg/L	0.087	0.085	0.084	0.076	0.079	0.086	0.086	
RSD	%	2.7	1.2	6.7	2.6	1.9	2.4	2.3	
SR validatie		8.1%							
terbutryn	µg/L	0.116	0.114	0.115	0.105	0.110	0.112	0.113	
RSD	%	3.2	3.1	8.3	6.2	3.3	4.0	3.7	
SR validatie		8.4%							
chloorpyrifos-eth	µg/L	0.125	0.119	0.116	0.105	0.105	0.080	0.098	
RSD	%	2.1	0.6	6.1	3.8	2.4	19.8	2.6	
SR validatie		8.4%							
chloorpyrifos-me	µg/L	0.128	0.124	0.122	0.110	0.107	0.099	0.087	
RSD	%	2.2	1.0	7.8	3.1	3.0	7.2	1.8	
SR validatie		10.1%							
diazinon	µg/L	0.084	0.092	0.102	0.090	0.083	0.080	0.089	
RSD	%	2.1	1.3	7.3	5.4	5.6	12.3	6.8	
SR validatie		11.1%							
dichloorvos	µg/L	0.103	0.110	0.107	0.098	0.099	0.084	0.083	
RSD	%	4.1	0.9	9.6	12.4	2.3	2.8	2.4	
SR validatie		15.4%							
dimethoaat	µg/L	0.112	0.116	0.125	0.110	0.108	0.112	0.124	
RSD	%	3.9	2.1	8.3	8.9	3.0	2.7	6.9	
SR validatie		13.5%							
disulfoton	µg/L	0.110	0.105	0.093	0.088	0.083	0.106	0.054	
RSD	%	1.8	0.5	10.1	4.3	2.8	8.8	8.5	
SR validatie		14.2%							
fenthion	µg/L	0.112	0.108	0.108	0.098	0.096	0.106	0.098	
RSD	%	2.9	1.4	9.8	6.4	2.3	2.4	1.6	
SR validatie		7.3%							
malathion	µg/L	0.136	0.129	0.130	0.114	0.114	0.107	0.121	
RSD	%	3.1	0.9	8.5	6.2	3.1	4.7	2.2	
SR validatie		11.3%							
mevinphos	µg/L	0.143	0.148	0.151	0.132	0.132	0.138	0.130	
RSD	%	3.0	2.9	8.5	6.1	2.3	0.8	3.5	
SR validatie		14.1%							
parathion-ethyl	µg/L	0.166	0.163	0.165	0.141	0.157	0.156	0.160	
RSD	%	5.8	1.2	8.7	6.4	2.9	4.9	7.5	
SR validatie		14.3%							
parathion-methyl	µg/L	0.116	0.113	0.123	0.099	0.110	0.099	0.109	
RSD	%	5.5	1.4	7.9	5.9	3.8	7.2	6.4	
SR validatie		15.4%							

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		11-aug-03						
Matrix		Afvalwater van chemische industrie					Bijlage E	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		11-aug-03	12-aug-03	13-aug-03	15-aug-03	18-aug-03	25-aug-03	8-sep-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	100.0%	98.0%	98.0%	87.9%	91.9%	102.0%	100.0%
RSD	%	3.4%	1.6%	6.2%	2.7%	1.7%	1.5%	3.6%
Z score		0.0	-0.3	-0.3	-1.5	-1.0	0.3	0.0
propazine	µg/L	100.0%	100.0%	96.8%	89.2%	90.3%	101.1%	100.0%
RSD	%	2.8%	0.6%	6.1%	2.3%	2.1%	1.8%	3.1%
Z score		0.0	0.0	-0.4	-1.4	-1.3	0.1	0.0
simazine	µg/L	100.0%	97.7%	96.6%	87.4%	90.8%	98.9%	98.9%
RSD	%	2.7%	1.2%	6.7%	2.6%	1.9%	2.4%	2.3%
Z score		0.0	-0.3	-0.4	-1.6	-1.1	-0.1	-0.1
terbutryn	µg/L	100.0%	98.3%	99.1%	90.5%	94.8%	96.6%	97.4%
RSD	%	3.2%	3.1%	8.3%	6.2%	3.3%	4.0%	3.7%
Z score		0.0	-0.2	-0.1	-1.1	-0.6	-0.4	-0.3
chloorpyrifos-ethy	µg/L	100.0%	95.2%	92.8%	84.0%	84.0%	64.0%	78.4%
RSD	%	2.1%	0.6%	6.1%	3.8%	2.4%	19.8%	2.6%
Z score		0.0	-0.6	-0.9	-1.9	-1.9	-4.3	-2.6
chloorpyrifos-met	µg/L	100.0%	96.9%	95.3%	85.9%	83.6%	77.3%	68.0%
RSD	%	2.2%	1.0%	7.8%	3.1%	3.0%	7.2%	1.8%
Z score		0.0	-0.3	-0.5	-1.4	-1.6	-2.2	-3.2
diazinon	µg/L	100.0%	109.5%	121.4%	107.1%	98.8%	95.2%	106.0%
RSD	%	2.1%	1.3%	7.3%	5.4%	5.6%	12.3%	6.8%
Z score		0.0	0.9	1.9	0.6	-0.1	-0.4	0.5
dichloorvos	µg/L	100.0%	106.8%	103.9%	95.1%	96.1%	81.6%	80.6%
RSD	%	4.1%	0.9%	9.6%	12.4%	2.3%	2.8%	2.4%
Z score		0.0	0.4	0.3	-0.3	-0.3	-1.2	-1.3
dimethoat	µg/L	100.0%	103.6%	111.6%	98.2%	96.4%	100.0%	110.7%
RSD	%	3.9%	2.1%	8.3%	8.9%	3.0%	2.7%	6.9%
Z score		0.0	0.3	0.9	-0.1	-0.3	0.0	0.8
disulfoton	µg/L	100.0%	95.5%	84.5%	80.0%	75.5%	96.4%	49.1%
RSD	%	1.8%	0.5%	10.1%	4.3%	2.8%	8.8%	8.5%
Z score		0.0	-0.3	-1.1	-1.4	-1.7	-0.3	-3.6
fenthion	µg/L	100.0%	96.4%	96.4%	87.5%	85.7%	94.6%	87.5%
RSD	%	2.9%	1.4%	9.8%	6.4%	2.3%	2.4%	1.6%
Z score		0.0	-0.5	-0.5	-1.7	-2.0	-0.7	-1.7
malathion	µg/L	100.0%	94.9%	95.6%	83.8%	83.8%	78.7%	89.0%
RSD	%	3.1%	0.9%	8.5%	6.2%	3.1%	4.7%	2.2%
Z score		0.0	-0.5	-0.4	-1.4	-1.4	-1.9	-1.0
mevinphos	µg/L	100.0%	103.5%	105.6%	92.3%	92.3%	96.5%	90.9%
RSD	%	3.0%	2.9%	8.5%	6.1%	2.3%	0.8%	3.5%
Z score		0.0	0.2	0.4	-0.5	-0.5	-0.2	-0.6
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	98.2%	99.4%	84.9%	94.6%	94.0%	96.4%
RSD	%	5.8%	1.2%	8.7%	6.4%	2.9%	4.9%	7.5%
Z score		0.0	-0.1	0.0	-1.1	-0.4	-0.4	-0.3
parathion-methyl	µg/L	100.0%	97.4%	106.0%	85.3%	94.8%	85.3%	94.0%
RSD	%	5.5%	1.4%	7.9%	5.9%	3.8%	7.2%	6.4%
Z score		0.0	-0.2	0.4	-1.0	-0.3	-1.0	-0.4

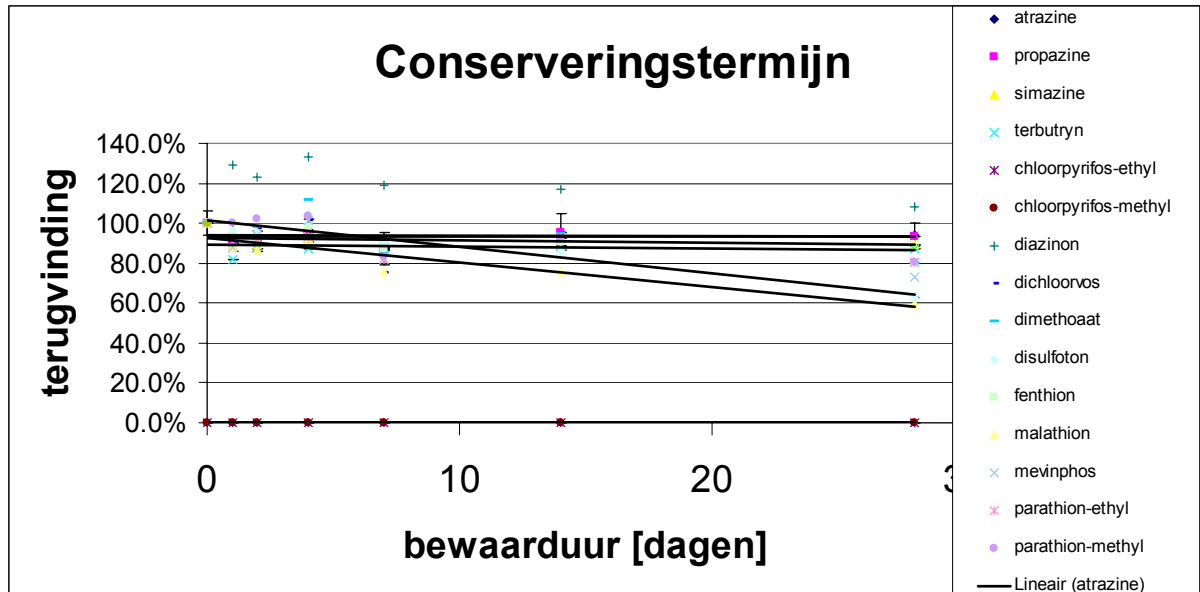


Bijlage F

Pagina 28 -30.

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.									
Naam lab		OMEGAM Laboratorium							
datum aanvang		18-aug-03							
Matrix		Afvalwater van chemische industrie				Bijlage F			
dagen		0	1	2	4	7	14	28	
kalenderdag		18-aug-03	19-aug-03	20-aug-03	22-aug-03	25-aug-03	1-sep-03	15-sep-03	
Component	eenheid								
atrazine	µg/L	0.788	0.733	0.717	0.760	0.687	0.753	0.743	
RSD	%	1.1	2.8	0.8	0.7	2.2	3.3	2.8	
SR validatie		7.9%							
propazine	µg/L	0.746	0.673	0.673	0.713	0.653	0.713	0.697	
RSD	%	1.5	0.9	0.9	0.8	3.2	2.1	1.7	
SR validatie		7.6%							
simazine	µg/L	0.718	0.640	0.643	0.667	0.620	0.667	0.643	
RSD	%	1.2	1.6	0.9	0.9	2.8	3.1	3.2	
SR validatie		8.1%							
terbutryn	µg/L	0.894	0.730	0.783	0.777	0.787	0.793	0.780	
RSD	%	2.2	4.9	0.7	7.3	3.2	5.1	12.6	
SR validatie		8.4%							
chloorpyrifos-eth	µg/L	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	
RSD	%	2.2	0.7	0.7	1.3	2.2	1.9	13.1	
SR validatie		8.4%							
chloorpyrifos-me	µg/L	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	
RSD	%	1.9	0.6	0.7	1.3	2.0	2.7	17.6	
SR validatie		10.1%							
diazinon	µg/L	0.584	0.753	0.720	0.777	0.697	0.683	0.633	
RSD	%	3.1	0.8	0.7	1.5	2.2	2.2	6.4	
SR validatie		11.1%							
dichloorvos	µg/L	0.786	0.713	0.767	0.797	0.590	0.713	0.487	
RSD	%	5.5	0.8	2.0	0.7	13.2	4.5	19.0	
SR validatie		15.4%							
dimethoaat	µg/L	1.002	0.923	0.980	1.120	0.857	0.947	0.803	
RSD	%	2.2	1.7	7.1	1.8	1.8	3.0	16.6	
SR validatie		13.5%							
disulfoton	µg/L	0.744	0.717	0.707	0.780	0.670	0.637	0.463	
RSD	%	4.3	4.0	2.2	4.4	9.0	9.5	15.6	
SR validatie		14.2%							
fenthion	µg/L	0.838	0.780	0.770	0.823	0.730	0.760	0.667	
RSD	%	1.8	1.3	0.1	1.9	2.4	2.3	6.1	
SR validatie		7.3%							
malathion	µg/L	1.202	1.053	1.040	1.117	0.913	0.913	0.717	
RSD	%	2.5	0.5	0.1	1.9	2.8	1.7	21.9	
SR validatie		11.3%							
mevinphos	µg/L	1.110	0.973	1.043	1.123	0.913	1.030	0.813	
RSD	%	3.3	1.6	1.5	0.5	0.6	4.2	14.3	
SR validatie		14.1%							
parathion-ethyl	µg/L	1.290	1.167	1.190	1.200	1.053	1.197	1.040	
RSD	%	2.6	6.2	5.1	3.3	3.8	3.9	4.8	
SR validatie		14.3%							
parathion-methyl	µg/L	1.044	1.043	1.067	1.080	0.870	0.963	0.837	
RSD	%	2.9	2.9	2.0	1.9	2.0	3.3	2.5	
SR validatie		15.4%							

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab		OMEGAM Laboratorium						
datum aanvang		18-aug-03						
Matrix		Afvalwater van chemische industrie					Bijlage F	
dagen		0	1	2	4	7	14	28
kalenderdag		18-aug-03	19-aug-03	20-aug-03	22-aug-03	25-aug-03	1-sep-03	15-sep-03
Component	eenheid							
atrazine	µg/L	100.0%	93.0%	91.0%	96.4%	87.2%	95.6%	94.3%
RSD	%	1.1%	2.8%	0.8%	0.7%	2.2%	3.3%	2.8%
Z score		0.0	-0.9	-1.1	-0.4	-1.6	-0.6	-0.7
propazine	µg/L	100.0%	90.2%	90.2%	95.6%	87.5%	95.6%	93.4%
RSD	%	1.5%	0.9%	0.9%	0.8%	3.2%	2.1%	1.7%
Z score		0.0	-1.3	-1.3	-0.6	-1.6	-0.6	-0.9
simazine	µg/L	100.0%	89.1%	89.6%	92.9%	86.4%	92.9%	89.6%
RSD	%	1.2%	1.6%	0.9%	0.9%	2.8%	3.1%	3.2%
Z score		0.0	-1.3	-1.3	-0.9	-1.7	-0.9	-1.3
terbutryn	µg/L	100.0%	81.7%	87.6%	86.9%	88.0%	88.7%	87.2%
RSD	%	2.2%	4.9%	0.7%	7.3%	3.2%	5.1%	12.6%
Z score		0.0	-2.2	-1.5	-1.6	-1.4	-1.3	-1.5
chloorpyrifos-ethy	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	2.2%	0.7%	0.7%	1.3%	2.2%	1.9%	13.1%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
chloorpyrifos-met	µg/L	#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
RSD	%	1.9%	0.6%	0.7%	1.3%	2.0%	2.7%	17.6%
Z score		#####	#####	#####	#####	#####	#####	#####
diazinon	µg/L	100.0%	128.9%	123.3%	133.0%	119.3%	117.0%	108.4%
RSD	%	3.1%	0.8%	0.7%	1.5%	2.2%	2.2%	6.4%
Z score		0.0	2.6	2.1	3.0	1.7	1.5	0.8
dichloorvos	µg/L	100.0%	90.7%	97.6%	101.4%	75.1%	90.7%	62.0%
RSD	%	5.5%	0.8%	2.0%	0.7%	13.2%	4.5%	19.0%
Z score		0.0	-0.6	-0.2	0.1	-1.6	-0.6	-2.5
dimethoat	µg/L	100.0%	92.1%	97.8%	111.8%	85.5%	94.5%	80.1%
RSD	%	2.2%	1.7%	7.1%	1.8%	1.8%	3.0%	16.6%
Z score		0.0	-0.6	-0.2	0.9	-1.1	-0.4	-1.5
disulfoton	µg/L	100.0%	96.4%	95.0%	104.8%	90.1%	85.6%	62.2%
RSD	%	4.3%	4.0%	2.2%	4.4%	9.0%	9.5%	15.6%
Z score		0.0	-0.3	-0.4	0.3	-0.7	-1.0	-2.7
fenthion	µg/L	100.0%	93.1%	91.9%	98.2%	87.1%	90.7%	79.6%
RSD	%	1.8%	1.3%	0.1%	1.9%	2.4%	2.3%	6.1%
Z score		0.0	-0.9	-1.1	-0.2	-1.8	-1.3	-2.8
malathion	µg/L	100.0%	87.6%	86.5%	92.9%	76.0%	76.0%	59.7%
RSD	%	2.5%	0.5%	0.1%	1.9%	2.8%	1.7%	21.9%
Z score		0.0	-1.1	-1.2	-0.6	-2.1	-2.1	-3.6
mevinphos	µg/L	100.0%	87.7%	94.0%	101.2%	82.3%	92.8%	73.2%
RSD	%	3.3%	1.6%	1.5%	0.5%	0.6%	4.2%	14.3%
Z score		0.0	-0.9	-0.4	0.1	-1.3	-0.5	-1.9
parathion-ethyl	µg/L	100.0%	90.5%	92.2%	93.0%	81.6%	92.8%	80.6%
RSD	%	2.6%	6.2%	5.1%	3.3%	3.8%	3.9%	4.8%
Z score		0.0	-0.7	-0.5	-0.5	-1.3	-0.5	-1.4
parathion-methyl	µg/L	100.0%	99.9%	102.2%	103.4%	83.3%	92.2%	80.2%
RSD	%	2.9%	2.9%	2.0%	1.9%	2.0%	3.3%	2.5%
Z score		0.0	0.0	0.1	0.2	-1.1	-0.5	-1.3



Bijlage G

Gedeelte uit accreditatie certificaat van OMEGAM Laboratorium:

Bijlage bij NEN-EN-ISO/IEC 17025 accreditatie-certificaat
nummer: L 086

van **OMEGAM**
Laboratorium
Amsterdam

Geldig van: 16-06-2003 tot 07-05-2005

Vervangt bijlage d.d.: 15-05-2002

53	Grond,- oppervlakte-en afvalwater	Bepalen van het gehalte aan organofosfor- en organostikstof- pesticiden m.b.v. GC-MS atrazine, propazine, simazine, mevinfos, dimethoaat, diazinon, parathion- methyl, malathion, parathion-ethyl, chloorpyrifos, bromofos-methyl, bromofos- ethyl, chloorfenvinfos, ethoprofos, tolclofos-methyl, fenitrothion, pyrazofos, azinfos-ethyl, coumafos, dichlobenil, profam, propachlor, disulfoton, pentachloorbenzeen, demeton-S-methyl, chloorprofam, hexachloorbenzeen, gamma-HCH, terbutylazine, fonofos, propyzamide, pyrimethanil, tri-allaat, chloorpyrifos-methyl, vinclozolin, alachlor, metalaxyl, prosulfocarb, pirimifos-methyl, metolachlor, triadimefon, metazachlor, furalaxyl, procimidon, tetrachloorvinfos, fluazifop-P-butylester, bifenthrin, tetrametrin, broompropylaate, fenpropathrin, permethrin, fenvaleraat en propiconazool dichloorvos, fenthion, methidathion en terbutryn	MS03SIM eigen methode
----	---	--	--------------------------