

**Accreditatieprogramma**

**Keuring van partijen grond,  
bouwstoffen en korrelvormige  
afvalstoffen  
Onderdeel: Analyse van eluaten**

**AP04 - E**



**Versie 9, 23-06-2016**

## Inhoudsopgave onderdeel Analyse van Eluaten (E)

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



E7.2 INFORMATIEVE DOCUMENTEN 63

**BIJLAGEN** ..... 64

**BIJLAGEN** ..... 64

BIJLAGE E1                   UITGANGSPUNTEN VASTSTELLING MAXIMAAL AANVAARDE UITLOOGCONCENTRATIES  
(MAU)   64



### **Eigendomsrecht**

Dit document is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert dit document inhoudelijk. De actuele versie van het document staat op de website van SIKB ([www.sikb.nl](http://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) ontleen.

### **Vrijwaring**

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

### **© Copyright SIKB**

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

### **Bestelwijze**

Dit document en de bijbehorende documenten zijn in digitale vorm kosteloos te verkrijgen via de website van SIKB. Een ingebonden versie kunt u bestellen tegen kosten bij SIKB.

### **Updateservice**

Door het AC Bodembeheer vastgestelde mutaties in dit document zijn te verkrijgen bij SIKB. Via [www.sikb.nl](http://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](mailto:info@sikb).

### **Helpdesk/gebruiksaanwijzing**

Voor vragen over inhoud en toepassing van dit document kunt u terecht bij SIKB. Voor geschillen in het kader van beoordelingen zie de klachten- en geschillenregeling in de Beleidsregel Accreditatie, ook bekend onder de code RvA-BR002, te downloaden van [www.rva.nl](http://www.rva.nl).



## E 1 Introductie

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

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

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



## E 2 Overzicht van verrichtingen

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

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

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

De volgende verrichtingen worden in AP04-E beschreven:

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

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



## E 3 Begrippen/parameters

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

### Conforme (meet)methode

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

### Controlemonster

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

### Matrixonderzoek

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

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

### Maximaal Aanvaarde Uitloogconcentraties (MAU)

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

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

### Trennzahl of scheidingsgetal (NPR 6405)

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

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

Waarin:

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

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

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

### Verloop (Eigen definitie)

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

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

### z-score

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

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

Hierbij is:  $x_i$ : meetwaarde  
 $x$ : toetswaarde zoals:



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

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

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

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

De grenswaarden voor zowel z als de gemiddelde z<sup>2</sup> zijn vastgesteld met inachtneming van de risico's van toevallige overschrijding en de relevantie t.o.v. de totale meetfout.





## E 4 Validatie van een verrichting

Bij de introductie of wijziging van een verrichting dient een intralaboratoriumvalidatieonderzoek te worden uitgevoerd.

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

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

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

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

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

### Opmerking

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

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

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

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

**Tabel 1 Samenstelling synthetische eluaten**

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

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

Concentratieniveaus voor validatie worden overeenkomstig NEN 7777/C1 gekozen.

## E 4.1 Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken

### E 4.1.1 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

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

Criterium:

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

### E 4.1.2 Bepalen van het meetbereik van de verrichting

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

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

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

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

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

### E 4.1.4 Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding ( $d$ , $T_v$ )

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

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

#### E 4.1.4.1 Intralaboratorium-bias met behulp van gecertificeerd referentiemateriaal

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

Criterium:

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

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

#### E 4.1.4.2 Terugvinding uit toevoeging

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

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



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

Criterium:

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

#### **E 4.1.5 Bepalen van (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt ( $s_{RW}$ , $vc_{RW}$ )**

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

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

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

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

Criterium:

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

#### **E 4.2 Gelijkwaardigheidsonderzoek niet genormaliseerde verrichting**

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

#### **E 4.3 Rapportage van werkzaamheden**

Het validatie-onderzoek wordt afgesloten met een validatierapport/verslag. De conclusie van het onderzoek dient relevant te zijn in relatie met het AP04 en wordt weergegeven in een prestatieblad, waarin ook het validatieresultaat en de AP04 eis is opgenomen.

Van ieder uitgevoerd validatie-onderzoek moet volledige documentatie bij het accreditatie-onderzoek beschikbaar zijn.



## E 5 Kwaliteitsborging van verrichting

De kwaliteitsborging van een verrichting is als volgt onderverdeeld:

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

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

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

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

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

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

Globale richtlijnen zijn:

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

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

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

### E 5.1 Eerstelijnscontrole

De eerstelijnscontrole moet worden uitgevoerd conform NEN 6603.

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

Voor niet-routinematige verrichtingen gelden afwijkende frequenties.

#### E 5.1.1 Periodiek performance onderzoek

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



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

**Tabel 2: Samenstelling synthetische eluaten**

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

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

### E 5.1.1.1 Terugvinding

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

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

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

### E 5.1.1.2 Controle-duploanalyses

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



### E 5.1.1.3 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt ( $vc_{Rw}$ )

De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking dient te worden bepaald als:

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

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

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

De geldigheid van de kalibratiefunctie moet worden getoetst indien:

- de routinematige bepaling van de functie volgens het meetvoorschrift niet is overgedimensioneerd<sup>1</sup> en
- de gevoeligheid (=helling kalibratiefunctie) met meer dan 20% veranderd is of het instrument weer in gebruik genomen wordt na een majeure ingreep of na langere tijd buiten gebruik.

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

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

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

### E 5.1.1.5 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

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

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

$$B_{gev} < \frac{AG_{vst}}{AG_{eis}} * B_{vst}$$

Hierin:  $B_{gev}$  : de gevonden gevoeligheid;

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



- AG<sub>eis</sub> : in het prestatieblad geëiste aantoonbaarheidsgrens;  
AG<sub>vst</sub> : de aantoonbaarheidsgrens bij laatste vaststellingsonderzoek;  
B<sub>vst</sub> : de gevoeligheid bij het laatste vaststellingsonderzoek van de  
aantoonbaarheidsgrens.

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

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

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

### **E 5.1.2 Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting**

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

De resultaten dienen statistisch te worden gecontroleerd conform NEN 6603.

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

#### **Aanmaak van controlemonster**

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

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

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

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

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

- 1) één blanco-experiment,
- 2) twee terugvindingsexperimenten tussen 20 en 80 \* C<sub>ag</sub>.
- 3) twee terugvindingsexperimenten met een concentratie die tenminste 10 maal hoger ligt.



#### **E 5.1.3.1 Terugvinding**

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

#### **E 5.1.3.2 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt, evt. Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt**

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

#### **E 5.1.3.3 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie**

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

#### **E 5.1.3.4 Aantoonbaarheidsgrens**

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

#### **E 5.1.4 Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten.**

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

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

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

#### **E 5.1.5 Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten.**

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

#### **E 5.1.5.1 Het gebruik van (procedurele) interne standaarden.**

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





fouten in de verrichting op te sporen.

Voorwaarde aan het gebruik van interne standaard(en):

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

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

#### **E 5.1.5.2 Aanvullende confirmatie**

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

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

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

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

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

#### **E 5.1.5.3 Consistentieanalyse van kalibratie-oplossingen**

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

Als per meetserie nieuwe kalibratie-oplossingen worden bereid, dient de bias dagelijks te worden gecontroleerd. Veelal gebeurt dit al met een controlekaart (controlemonster). Wordt een kalibratie-oplossing echter gedurende een langere periode gebruikt, dan wordt volstaan met een eenmalige controle van de bias van de kalibratie-oplossing na de bereiding.

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

Criterium:

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



## E 5.2 Tweedelijnscontrole

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

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

Voor de tweedelijnscontrole kan gebruik worden gemaakt van:

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

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

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

## E 5.3 Derdelijnscontrole

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

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

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

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

### E 5.3.1 Toetsing van resultaten ringonderzoek

De resultaten van een ringonderzoek worden op onderstaande wijze geëvalueerd.

Per parameter wordt de z-score berekend volgens:

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

Waarin :

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

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

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

waarin :

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



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

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

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

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

**Tabel 3: Criteria voor de beoordeling van ringonderzoeken<sup>1</sup>**

Aantal te beoordelen monsters	Toegestaan <sup>2</sup>	Niet toegestaan <sup>3</sup>
1	II	III
2	I, II	II, II I, III
3	I, II, II	II, II, II I, I, III
4	I, I, II, II	I, II, II, II I, I, I, III
5	I, I, I, II, II	I, I, II, II, II I, I, I, I, III
6	I, I, I, I, II, II	I, I, I, II, II, II I, I, I, I, I, III
7	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II I, I, I, I, I, I, III
8	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II I, I, I, I, I, I, III

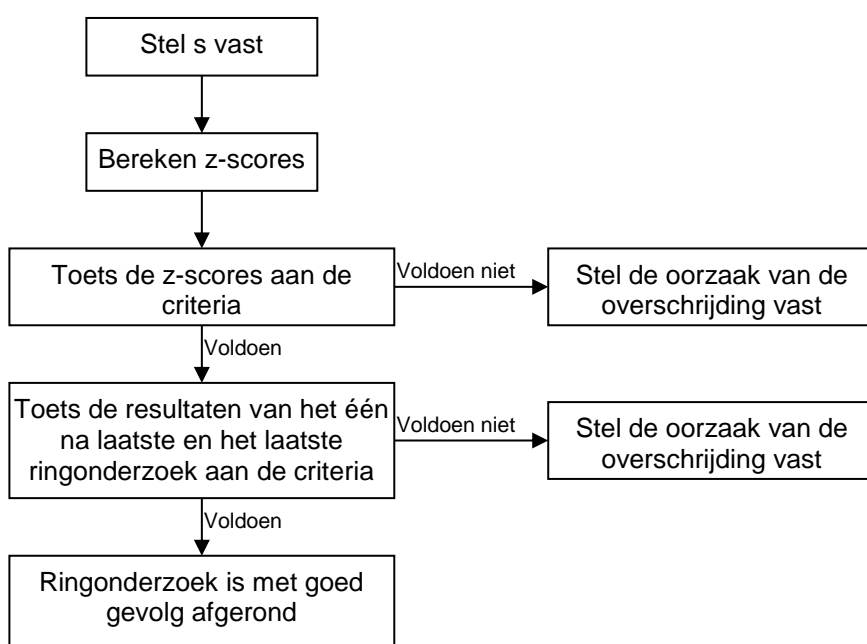
<sup>1</sup> ) **I** =  $|z| < 2$  sigma (gehalte ligt in het 95% betrouwbaarheidsgebied), **II** =  $2$  sigma  $< |z| < 3$  sigma (gehalte ligt buiten het 95% betrouwbaarheidsgebied) en **III** =  $|z| > 3$  sigma (een overschrijding stel oorzaak vast); <sup>2</sup> )



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

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

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



**Figuur 1** Stappenschema toetsing ringonderzoek resultaten

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

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

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

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

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

## E 6 Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen

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

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

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



## Prestatieblad E.I Bepaling van lood in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

Naam	CAS-nummer	maximaal aanvaarde uitloog		AG <sub>eis</sub>		
		Bouwstof Niet-vormgegeven	Afvalstof Bm/Bssa *)	Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Vormgegeven	Afvalstof Bm/Bssa *)
		µg/l in eluaat (L/S = 10)	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat
Lood	7439-92-1	230	1000	30	10	300

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm
	techniek
	NEN-EN-ISO 15586
	NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885)
	*)
	NEN 6965/C1
	NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewent is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
	Matrix II
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm)
	<AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco</b>	(20000 µS/cm)
<b>Controlemonster</b>	<AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Lood	80 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	65 - 110 %
Lood	< 7,5 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	< 10 %
Lood	< 13 %
*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.	
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	Bij ICP-AES: resultaat tweede golf lengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.



Vervolg prestatieblad: lood

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

lood

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.II Bepaling van cadmium in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

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

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven  
ICP-AES

AAS-vlam  
ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

< AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

< AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

< AG

##### Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Cadmium 80 - 110 %

65 - 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Cadmium < 7,5 %

< 10 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Cadmium < 10 %

< 13 %





Vervolg prestatieblad: cadmium

**Aanvullende  
kwaliteitsborgingpunten**

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

**Specifieke  
aandachtspunten**

n.v.t.

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

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

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

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

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

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



## Prestatieblad E.III Bepaling van zink in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

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

\*)

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

ICP-AES

AAS-vlam

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

##### Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Zink 80 - 110 %

65 - 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Zink < 7,5 %

< 10 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Zink < 10 %

< 13 %

##### Aanvullende

##### kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

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

##### Specifieke

##### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: zink

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

zink

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG

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



## Prestatieblad E.IV Bepaling van nikkel in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

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

\*)

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

ICP-AES

AAS-vlam

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

<AG

##### Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Nikkel 80 - 110 %

65 - 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Nikkel < 7,5 %

< 10 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Nikkel < 10 %

< 13 %

##### Aanvullende

##### kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

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

##### Specifieke

##### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: nikkel

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

Nikkel

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG

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



## Prestatieblad E.V Bepaling van arseen in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

#### Monsterneming

Bewaarcondities

n.v.t.

Bewaartermijn

n.v.t.

#### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

n.v.t.

Bewaarcondities

SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn

SIKB-protocol 3001

#### Verrichting

Norm

NVN 7323, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11969) \*)

NEN-EN-ISO 15586

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

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

techniek

AAS-hydride

AAS-grafietoven

ICP-AES

AAS-Vlam

ICP-MS

#### Aantonen

#### gelijkwaardigheid

twalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. In het laagste gebied mogen concentraties tussen 4 µg/l en 40 µg/l genomen worden. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting

n.v.t.

In meervoud

n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

#### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

#### Blanco

#### Controlemonster)

<AG

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

#### Terugvinding

Arseen

80 - 110 %

65 - 110 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Arseen

< 7,5 %

< 10 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking

Arseen

< 10 %

< 13 %

#### Aanvullende

#### kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-AES:

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

#### Specifieke

#### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: arseen

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op

arseen

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG

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

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



## Prestatieblad E.VI Bepaling van chroom in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

Naam	CAS-nummer	maximaal aanvaarde uitloog		AG <sub>eis</sub>		Afvastof Bm/Bssa *)
		Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Vormgegeven	
		µg/l in eluaat (L/S = 10)	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat
Chroom	7440-47-3	63	1000	10	10	300

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm
	NEN-EN-ISO 15586
	NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)
	NEN 6965/C1
	NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
	Matrix II
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven) (20000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco Controlemonster)</b>	<AG
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Chroom	80 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Chroom	< 7,5 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Chroom	< 10 %
	< 13 %
*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.	
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	Bij ICP-AES: resultaat tweede golf lengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.





Vervolg prestatieblad: chroom

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

chroom

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.VII Bepaling van koper in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities

n.v.t.

Bewaartermijn

n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

n.v.t.

Bewaarcondities

SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn

SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

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

NEN 6965/C1

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

ICP-AES

AAS-vlam

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

Samenhangende verrichting

n.v.t.

In meervoud

n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

<AG

##### Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Koper

80 - 110 %

65 - 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Koper

< 7,5 %

< 10 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Koper

< 10 %

< 13 %

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-AES:

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

##### Specifieke

##### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: koper

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

koper

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG

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



## Prestatieblad E.VIII Bepaling van kwik in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm NEN 7324, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 12846) *)NEN-EN-ISO 17852 NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewent is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven) <AG
<b>Blanco</b>	(20000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Controlemonster)</b>	
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Kwik	80 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Kwik	< 7,5 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Kwik	< 10 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.

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

### TWEEDELIJNSCONTROLE

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



Vervolg prestatieblad: kwik

**DERDELIJNSCONTROLE**  
**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.IX Bepaling van molybdeen in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6965/C1

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

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

<AG

##### Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvindig

Molybdeen 80 – 110 %

65 – 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Molybdeen < 10 %

< 13 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Molybdeen < 13 %

< 17 %

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

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

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

### Specifieke

### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: molybdeen

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

molybdeen

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.X Bepaling van barium in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6965/C1

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

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

(1000 µS/cm)

(20000 µS/cm)

**Aantoonbaarheidsgrens** <AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

#### Blanco

<AG

#### Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

#### Terugvinding

Barium 80 – 110 %

65 – 110 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Barium < 7,5 %

< 10 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Barium < 10 %

< 13 %

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

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

#### Specifieke aandachtspunten n.v.t.

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





Vervolg prestatieblad: barium

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

barium

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XI Bepaling van tin in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN 6965/C1

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

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

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

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

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

##### Controlemonster)

<AG

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Tin 80 – 110 %

65 – 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Tin < 10 %

< 13 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Tin < 13 %

< 17 %

##### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

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

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

##### Specifieke aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: tin

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

tin

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XII Bepaling van kobalt in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm

techniek

NEN-EN-ISO 15586

NEN 6965/C1

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

NEN-EN-ISO 17294-2

AAS-grafietoven

AAS-vlam

ICP-AES

ICP-MS

##### Aantonen

##### gelijkwaardigheid

twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewent is. In het laagste gebied mogen concentraties tussen 3 µg/l en 30 µg/l genomen worden. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

##### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

##### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

##### Blanco

##### Controlemonster)

Analyt(en)

alle (E5.1.2.)

##### Terugvinding

Kobalt 80 – 110 %

65 – 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Kobalt < 10 %

< 13 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Kobalt < 13 %

< 17 %

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

### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

Bij ICP-

AES:

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

### Specifieke

### aandachtspunten

n.v.t.



Vervolg prestatieblad: kobalt

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

kobalt

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek

AG



## Prestatieblad E.XIII Bepaling van antimoon in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm
	NVN 7323, NEN-EN-ISO 15586 NEN 6965/C1 NEN 6966/C1, NEN-EN-ISO 11885 NEN-EN-ISO 17294-2
	techniek
	AAS-hydride AAS-grafietoven AAS-vlam ICP-AES ICP-MS
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
	Matrix II
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
	(20000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco Controlemonster)</b>	<AG
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Antimoon	80 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Antimoon	65 - 110 %
	< 10 %
	< 13 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>	
Antimoon	< 13 %
	< 17 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	Bij ICP-AES: resultaat tweede golf lengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.



Vervolg prestatieblad: antimoon

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

antimoon

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XIV Bepaling van seleen in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm
	NVN 7323
	NEN-EN-ISO 15586
	NEN 6965/C1
	NEN 6966/C1, NEN-EN-ISO 11885
	NEN-EN-ISO 17294-2
	techniek
	AAS-hydride
	AAS-grafietoven
	AAS-vlam
	ICP-AES
	ICP-MS
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twaalf eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
	Matrix II
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
	(20000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco Controlemonster)</b>	<AG
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Seleen	80 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt</b>	
Seleen	< 10 %
	< 13 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt</b>	
Seleen	< 13 %
	< 17 %
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	Bij ICP-AES: resultaat tweede golf lengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.





Vervolg prestatieblad: seleen

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

seleen

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XV Bepaling van vanadium in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaten	
<b>WERKWIJZE</b>	
<b>Monsterneming</b>	
Bewaarcondities	n.v.t.
Bewaartermijn	n.v.t.
<b>Monstervoorbehandeling</b>	
Monstergrootte	n.v.t.
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
<b>Verrichting</b>	Norm
	techniek
	NEN-EN-ISO 15586
	NEN 6965/C1
	NEN 6966/C1, NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 11885) *)
	NEN-EN-ISO 17294-2
	AAS-grafietoven
	AAS-vlam
	ICP-AES
	ICP-MS
<b>Aantonen gelijkwaardigheid</b>	twaafl eluaten met een concentratie in het gebied waarin gelijkwaardigheid gewenst is. Aan de overige eisen ten aanzien van het matrixonderzoek (E4) dient te worden voldaan.
Samenhangende verrichting	n.v.t.
In meervoud	n.v.t.
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I
	Matrix II
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	(1000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
	(20000 µS/cm) <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)
<b>Blanco Controlemonster)</b>	<AG
Analyt(en)	alle (E5.1.2.)
<b>Terugvinding</b>	
Vanadium	80 - 110 %
Vanadium	65 - 110 %
<b>Herhaalbaarheidsvariatioecoëfficiënt</b>	
Vanadium	< 7,5 %
Vanadium	< 10 %
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioecoëfficiënt</b>	
Vanadium	< 10 %
Vanadium	< 13 %
*) De hoofdverwijzing is NEN-EN 16192. In deze norm wordt voor de meting middels ICP-AES verwezen naar NEN-EN-ISO 11885.	
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	Bij ICP-AES: resultaat tweede golflengte voldoet aan het duplo-criterium onder herhaalbaarheidscondities (E5.1.4.1) (resultaten worden niet gemiddeld).
<b>Specifieke aandachtspunten</b>	n.v.t.



Vervolg prestatieblad: vanadium

#### **TWEDELIJNSCONTROLE**

##### **Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

vanadium

#### **DERDELIJNSCONTROLE**

##### **Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



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

### Beginsel

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

### Bepaling van het totaal gehalte aan cyanide

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

### Bepaling van het gehalte aan vrij cyanide

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

### Te bepalen analyten

naam	CAS-nummer	maximaal aanvaarde uitloog Niet-vormgegeven	AG <sub>eis</sub> Niet-vormgegeven	Vormgegeven
		µg/l in eluaat (L/S = 10)	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat
Cyaniden (vrij)			5	5
Cyaniden (totaal)			5	5



Vervolg prestatieblad: cyaniden

## Werkwijze en kwaliteitsborging

		<b>Eluaten</b>	
<b>WERKWIJZE</b>			
<b>Monsterneming</b>			
Bewaarcondities	n.v.t.		
Bewaartermijn	n.v.t.		
<b>Monstervoorbehandeling</b>			
Monstergrootte	n.v.t.		
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001		
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001		
<b>Verrichting</b>			
Samenhangende verrichting	NEN-EN-ISO 14403-1		
In meervoud	NEN-EN-ISO 14403-2		
	n.v.t.		
	n.v.t.		
<b>VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE</b>	Matrix I	Matrix II	
	(1000 µS/cm)	(20000 µS/cm)	
<b>Aantoonbaarheidsgrens</b>	<AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)	<AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)	
<b>Blanco</b>	<AG		
<b>Controlemonster</b>			
Analyt(en)	K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> , Thiocynaat, KCN		
<b>Terugvinding</b>			
<u>Cyaniden (vrij)</u>			
K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	< 5 %	< 5 %	
Thiocynaat	< 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN)	< 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN)	
KCN	80 - 110%	65 - 110 %	
<u>Cyaniden (totaal)</u>			
K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	80 - 110 %	65 - 110 %	
Thiocynaat	< 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN)	< 1 % (uitgaande van een thiocynaatoplossing overeenkomend met 1000 µg/l aan CN)	
KCN	80 - 110 %	65 - 110 %	
<b>Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>			
Cyaniden (vrij)	< 7,5 %	< 10 %	
Cyaniden (totaal)	< 7,5 %	< 10 %	
<b>Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt</b>			
Cyaniden (vrij)	< 10 %	< 13 %	
Cyaniden (totaal)	< 10 %	< 13 %	
<b>Aanvullende kwaliteitsborgingspunten</b>			
Proc.interne stand.	n.v.t.		
Confirmatie	n.v.t.		
<b>Specifieke aandachtspunten</b>			
<b>TWEDELIJNSCONTROLE</b>			
<b>Eluaten</b>	Concentratie bereik van analyten in het monster	binnen het meetbereik van de verrichting	
	Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:	K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> , thiocynaat en cyanide	
<b>DERDELIJNSCONTROLE</b>			
<b>Ringonderzoeken</b>			
Rapportagegrens ringonderzoek	AG		



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

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

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

<sup>2)</sup> Ten aanzien van validatiematrix II geldt door interferentie van nitraat een interim AG<sub>eis</sub> van 500 µg/l.

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

NEN-EN-ISO 10304-1, NEN-EN 16192 \*)

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN

#### EERSTELIJNSCONTROLE

gedestilleerd water

Matrix II

(136 mg NaNO<sub>3</sub>/l en 664 mg Na-acetaat/l)

#### Aantoonbaarheidsgrens

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten"

hierboven)

#### Blanco

#### Controlemonster)

Analyt(en) allen

#### Terugvinding

Chloride 80 - 110 %

Bromide 80 - 110 %

Sulfaat 80 - 110 %

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten"

hierboven)

80 - 110 %

65 - 110 %<sup>3</sup>

80 - 110 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiëcoëfficiënt

Chloride < 6 %

Bromide < 7,5 %

Sulfaat < 6 %

< 6 %

< 10 %

< 6 %

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



Vervolg prestatieblad: bromide, chloride en sulfaat

**Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt**

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

**Aanvullende kwaliteitsborgingspunten**

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

**Specifieke aandachtspunten** n.v.t.

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

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Concentratie bereik van analyten in het monster  
Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

binnen het meetbereik van de verrichting alle

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XVIII Bepaling van fluoride in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

Naam	CAS-nummer	maximaal aanvaarde uitloog		AG <sub>eis</sub>		Afstof Bm/Bssa *)
		Bouwstof Niet-vormgegeven	Afstof Bm/Bssa *)	Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Vormgegeven	
		µg/l in eluaat (L/S = 10)	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat
Fluoride	7782-41-4	5500	15000	100	100	5000

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

NEN 6589/C1 en NEN 6578

NEN-EN 16192 (NEN-EN-ISO 10304-1 (eluaten met lichte organische verontreiniging), ISO 10359-1)

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

#### Aantoonbaarheidsgrens

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten"

hierboven)

<AG

(136 mg NaNO<sub>3</sub>/l en 664 mg Na-acetaat/l)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten"

hierboven)

#### Blanco Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

#### Terugvinding

Fluoride 80 - 110 %

80 - 110 %

#### Herhaalbaarheidsvariatioëfficiënt

Fluoride < 7,5 %

< 7,5 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatioëfficiënt

Fluoride < 10 %

< 10 %

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

#### Specifieke

##### aandachtspunten

- Fluoride, chloride, sulfaat en bromide hebben een andere validatiematrix dan de zware metalen en cyaniden.
- De kalibratiecurve van CF-Fluoride (NEN 6589) is niet-lineair.

#### TWEDELIJNSCONTROLE

##### Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op

fluoride

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG





## Prestatieblad E.XIX Bepaling van calcium in eluaten

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

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

techniek  
 ICP-AES  
 AAS-vlam  
 vlamfotometrisch  
 ICP-AES  
 ICP-MS

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I  
 382 mg/l NaCl

Matrix II

4400 mg/l NaCl, 5600 mg/l KCl,  
 136 mg/l NaNO<sub>3</sub>, 664 mg/l Na-  
 acetaat  
 <AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten"  
 hierboven)

**Aantoonbaarheidsgrens** <AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

**Blanco** <AG

#### Controlemonster)

Analyt(en) alle (E5.1.2.)

#### Terugvinding

Calcium 80 - 110 %

80 - 110 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Calcium < 7,5 %

< 7,5 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Calcium < 10 %

< 10 %

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie Bij ICP- resultaat tweede golf lengte voldoet aan criteria onder herhaalbaarheids-  
 AES: condities van E5.1.4.1 (resultaten worden niet gemiddeld).

#### Specifieke

#### aandachtspunten

- Calcium heeft een afwijkende validatiematrix.

#### TWEDELIJNSCONTROLE

##### Eluaten

Concentratie bereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik  
 van de verrichting

Analyten eens per kwartaal onderzoeken op:

calcium

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## Prestatieblad E.XX Bepaling van DOC in eluaten

### Beginsel

Organisch koolstof in water wordt geoxideerd door ofwel verbranding ofwel toevoeging van een geschikte oxidant, UV-straling of een andere straling met hoge energie. Anorganisch koolstof wordt verwijderd door aanzuren en uitblazen of wordt afzonderlijk bepaald. Bij de oxidatie wordt CO<sub>2</sub> gevormd dat ofwel direct ofwel indirect wordt bepaald, bijvoorbeeld na omzetting tot methaan.

### Te bepalen analyten

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

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm NEN-EN 16192 (NEN-EN 1484) \*) techniek Oxidatie gevolgd door meting CO<sub>2</sub>gehalte

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN

#### EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I	Matrix II
(1000 µS/cm)	(20000 µS/cm)
Aantoonbaarheidsgrens <AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)	<AG <sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

Blanco <AG

##### Controlemonster)

Analyt(en) Koperftalocyanine oplossing

##### Terugvinding

DOC 90 - 110 % 90 - 110 %

##### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

DOC < 7,5 % < 7,5 %

##### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

DOC < 10 % < 10 %

##### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

Confirmatie n.v.t.

##### Specifieke

##### aandachtspunten

n.v.t.

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



Vervolg prestatieblad: DOC

**TWEDELIJNSCONTROLE**

**Eluaten**

Geen specifieke eisen

**DERDELIJNSCONTROLE**

**Ringonderzoeken**

Rapportagegrens ringonderzoek AG



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

### Beginsel

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

### Te bepalen analyten

Naam	CAS-nummer	maximaal aanvaarde uitloog		AG <sub>eis</sub>		Afvastof Bm/Bssa *)
		Bouwstof Niet-vormgegeven	Afvastof Bm/Bssa *)	Bouwstof Niet-vormgegeven	Bouwstof Vormgegeven	
		µg/l in eluaat (L/S = 10)	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat	µg/l in eluaat
TDS		n.v.t.	6 000 000	n.v.t.	n.v.t.	2 000 000

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

### Werkwijze en kwaliteitsborging

#### Eluaten

#### WERKWIJZE

##### Monsterneming

Bewaarcondities n.v.t.

Bewaartermijn n.v.t.

##### Monstervoorbehandeling

Monstergrootte n.v.t.

Bewaarcondities SIKB-protocol 3001

Bewaartermijn SIKB-protocol 3001

##### Verrichting

Norm NEN-EN 15216

techniek  
Drogen bij 105 °C

Samenhangende verrichting n.v.t.

In meervoud n.v.t.

#### VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Matrix I

Matrix II

#### Aantoonbaarheidsgrens

(1000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

(20000 µS/cm)

<AG<sub>eis</sub> (zie "Te bepalen analyten" hierboven)

#### Blanco

<AG (in blanco water)

Matrix I of Matrix II, zie boven

Analyt(en) n.v.t.

#### Terugvinding

TDS 80 - 120%

80 - 120 %

#### Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

TDS < 7,5 %

< 7,5 %

#### Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

TDS < 10 %

< 10 %

#### Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand. n.v.t.

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

#### Specifieke aandachtspunten

- N.v.t.

#### TWEDELIJNSCONTROLE

Eluaten Geen specifieke aandachtspunten

#### DERDELIJNSCONTROLE

##### Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek AG



## E 7 Van toepassing zijnde documenten

### E7.1 Normatieve documenten

NEN-EN 1484	1997	Water - Leidraad voor de bepaling van het gehalte aan totaal organische koolstof (TOC) en opgelost organisch koolstof (DOC).
NEN 6578	2011	Water – Potentiometrische bepaling van het totale gehalte aan totaal fluoride.
NEN 6589 incl C1	2005 2010	Water - Potentiometrische bepaling van het gehalte aan totaal anorganisch fluoride met doorstroomsystemen (FIA en CFA)
NEN 6603	2010	Milieu en voedingsmiddelen – Eerstelijnscontrole met controlekaarten voor chemische en microbiologische analyses.
NEN 6965 incl. C1	2005 2006	Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire absorptiespectrometrie met vlamtechniek
NEN 6966 incl. C1	2005 2006	Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruat - Atomaire-emissie-spectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
NVN 7323	1997	Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen. Bepaling van het gehalte van anorganische componenten. Bepaling van het gehalte van arseen, antimoon en seleen met atomaire-absorptiespectrometrie (hydridegeneratietechniek).
NEN 7324	2001	Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen - Bepaling van het gehalte van anorganische componenten - Bepaling van het gehalte van kwik met atomaire-absorptiespectrometrie (koude-dampstechniek).
NEN 7777 incl. C1	2011 2012	Milieu en voedingsmiddelen – Prestatiekenmerken van meetmethoden.
NEN 7778 incl. C1	2003 2014	Milieu – Gelijkwaardigheid van meetmethoden.
NEN-EN-ISO 7980	2000	Water – Bepaling van calcium en magnesium – Atomaire absorptie spectrometrische methode.
NEN-EN-ISO 10304-1	2009	Water - Bepaling van opgeloste anionen met vloeistofionchromatografie – Deel 1: Bepaling van bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, fosfaat en sulfaat.
ISO 10359-1	1992	Water quality - Determination of fluoride - Part 1: Electrochemical probe method for potable and lightly polluted water.
NEN-EN-ISO 11885	2009	Water - Bepaling van geselecteerde elementen met atomaire-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES).
NEN-EN-ISO 11969	1997	Water - Bepaling van het arseengehalte - Methode met atomaire-absorptiespectrometrie (hydridetechniek).
NEN-EN-ISO 12846	2012	Water – Bepaling van kwik – Methode met atomaire-absorptiespectrometrie met en zonder concentratie.
NEN-EN-ISO 17852	2008	Water - Bepaling van kwik - Methode met atomaire fluorescentiespectrometrie.
NEN-EN-ISO 14403-1	2012	Water – Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het gehalte aan vrij cyanide met gebruik van doorstroomanalyse – Deel 1: Methode met een doorstroominjectiesysteem analyse (FIA).
NEN-EN-ISO	2012	Water – Bepaling van het totale gehalte aan cyanide en het



14403-2		gehalte aan vrij cyanide met gebruik van doorstroomanalyse (FIA en CFA) – Deel 2: Methode met doorstroomanalyzesysteem (CFA).
NEN-EN 15216	2007	Karakterisering van afval - Bepaling van het gehalte aan totaal opgeloste stof (TDS) in water en eluaten.
NEN-EN-ISO 15586	2003	Water – Bepaling van sporenelementen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek.
NEN-EN 16192	2011	Karakterisering van afval – Analyse van eluaten.
NEN-EN-ISO 17294-2	2004	Water - Toepassing van massaspectrometrie met inductief gekoppelde plasma (ICP-MS) - Deel 2: Bepaling van 62 elementen.
SIKB-Protocol 3001	2014	Conserveringsmethoden en -termijnen voor milieumonsters.
AP04 - A	2016	Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel : Algemeen
AP04 - U	2016	Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel : Uitlogonderzoek

## E7.2 Informatieve documenten

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



## Bijlagen

### Bijlage E1 Uitgangspunten vaststelling maximaal aanvaarde uitloogconcentraties (MAU)

#### 1 Niet vormgegeven materialen (kolomproef)

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

#### 2 Vormgegeven materialen (diffusieproef)

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

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

$f_{temp}$  = temperatuursfactor (0.7)  
 $f_v$  = extrapolatiefactor (max 15)



### 3 Resultaten

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

MAU is de maximale aanvaarde uitloogconcentraties voor categorie I;

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

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

<sup>2</sup>laagste aantoonbaarheidsgrens, AG, volgens één van de normen 6966, 7323 of 7324 in een relatief lichte matrix;

<sup>3</sup>aantoonbaarheidsgrens NEN-EN-ISO 14403-1 of NEN-EN-ISO 14403-2;

<sup>4</sup>bepalingsgrens NEN-EN-ISO 10304-1;

<sup>5</sup>aantoonbaarheidsgrens NEN 6589/C1.

