

Validatie van conserveringstermijnen in

Afvalwater

Houdbaarheid van OCB, PCB en CB (chloorbenzenen)

Ons kenmerk	Validatie rapport conserveringstermijnen OCB, PCB en CB in afvalwater
Datum	juli 2009
Uitvoerders	ing. J. Meijer, M. Jonker en diverse analisten OMEGAM Laboratoria BV
Auteurs	ing. L. Landwehr Johann Kwaliteitsmanager OMEGAM Laboratoria BV
Autorisatie	ing. J. Tukker Productiemanager OMEGAM Laboratoria BV

Inhoudsopgave

1. Samenvatting	3
2. Inleiding	4
3. Beschrijving proefopzet	4
4. Beschrijving monsters	5
5. Beschrijving methode	5
6. Resultaten	5
7. Conclusie	7
8. Bijlagen	8
Bijlage A	8
Bijlage B	20
Bijlage C.....	32

1. Samenvatting

Dit rapport bevat de resultaten van het validatieonderzoek aangaande de verlenging van de conserveringstermijnen van de OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB), PolyChloorbifenylen (PCB) en chloorbenzenen (CB) in afvalwater. De in dit onderzoek onderzochte verbindingen zijn:

OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB) :

o,p'-DDD, p,p'-DDD, o,p'-DDE, p,p'-DDE, o,p'-DDT, p,p'-DDT, α -HCH, β -HCH, γ -HCH, d-HCH, aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, telodrin, heptachloor, alfa-endosulfan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide, cis-chloordaan, trans-chloordaan en hexachloorbutadieen.

PCB's:

PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180.

Chloorbenzenen:

1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,3,5-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen.

De validatie is uitgevoerd volgens het SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003. Het validatie onderzoek is uitgevoerd op dagen 0, 1, 2, 4, 7, 10 en 14. De geanalyseerde matrices zijn afvalwater afkomstig van industrie en food.

Uit de resultaten kan worden geconcludeerd dat afvalwatermonsters voor de bepaling van OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB), PolyChloorbifenylen (PCB) en chloorbenzenen (CB) langer dan 1 dag kunnen worden bewaard, vooropgesteld dat dit gebeurt in het donker bij T 1-5 °C. Uit de resultaten blijkt dat de gehalten van OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB), PolyChloorbifenylen (PCB) en chloorbenzenen (CB) niet afnemen bij een conserveringstermijn van 14 dagen, met uitzondering van telodrin waarvan de conserveringstermijn in afvalwater food 7 dagen is.

2. Inleiding

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

Dit voorstel bevat de proefopzet met als doel de conserveringstermijnen van de OCB, PCB en chloorbenzenen te verlengen naar 14 dagen in de matrix afvalwater. De bevindingen worden gerapporteerd waarna de nieuwe conserveringstermijnen opgenomen kunnen worden in het SIKB-protocol 3001. De uitkomsten worden aan SIKB voorgelegd ten behoeve van de besluitvorming aangaande de lengte van de conserveringstermijn, zoals vastgelegd SIKB-protocol 3001 "conserveringsmethoden en conserveringstermijn van milieumonsters".

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

3. Beschrijving proefopzet

De onderzoeksopzet is vastgelegd in SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003. In het overleg van 4 april 2008 is deze onderzoeksopzet aangepast ten aanzien van het aantal dagen en de volgende dagen worden voorgesteld voor het validatie onderzoek 0, 1, 2, 4, 7, 10 en 14 dagen.

Voor het onderzoek wordt uitgegaan van een 'vers' monster waarbij 'vers' staat voor een zo'n kort mogelijke tijd tussen monsternamen en start van het onderzoek. In de praktijk is het lastig gebleken om over monsters met een geschikt concentratieniveau te beschikken. Voor het validatie-onderzoek van conserveringstermijnen is daarom uitgegaan van 2 verschillende monstertypen waaraan de te onderzoeken verbindingen worden geaddeerd. Om de homogeniteit van het monster vast te stellen is op dag 0 een homogeniteitsonderzoek uitgevoerd door het monster in 8-voud te onderzoeken onder herhaalbaarheidscondities. Per vervalddag zijn de analyses in triplo uitgevoerd. De termijnen die voor het bewaren aangehouden zijn : 1, 2, 4, 7, 10 en 14 dagen. De conserveringstechniek is zoals deze is beschreven in het SIKB protocol 3001 (T 1-5°C).

In de proefopzet is als richtlijn gekozen voor een laag concentratieniveau en voor een hoog concentratieniveau circa 2 maal hoger. Twee monstertypes zijn geaddeerd met de genoemde verbindingen op het lage concentratieniveau (afvalwater food) en op het hoge concentratieniveau (afvalwater industrie). De concentraties in de onderzochte monsters staan vermeld in de onderstaande tabel.

Tabel 1. Praktijk van analyt-concentraties.

	Afvalwater food (in µg/l)	Afvalwater industrie (in µg/l)
<u>OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB):</u> o,p'-DDD, p,p'-DDD, o,p'-DDE, p,p'-DDE, o,p'-DDT, p,p'-DDT, α-HCH, β-HCH, γ-HCH, δ-HCH, aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, telodrin, heptachloor, alfa-endosulfan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide, cis-chloordaan, trans-chloordaan en hexachloorbutadien.	± 0,1 – 0,35	± 0,1 – 0,6
<u>PCB's:</u> PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180.	± 0,4	± 0,8
<u>Chloorbenzenen:</u> 1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,3,5-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen.	± 0,1 – 0,2	± 0,1 – 0,3

4. Beschrijving monsters

Onderzocht zijn twee afvalwatermonsters van food en industrie. De bijbehorende monstergegevens staan vermeld in tabel 2.

Tabel 2. Monstergegevens.

Monstertype	Datum van bemonstering	Omschrijving	Additie (in µg/l)	Bijlage
Food	20 maart 2009	Afvalwater van voedingsindustrie	0,1 – 0,4	A
Chemische industrie	20 maart 2009	Afvalwater van chemische industrie	0,1 - 0,8	B

5. Beschrijving methode

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

Analysemethode OCB, PCB en CB

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

Het watermonster wordt geëxtraheerd met hexaan. De hexaan wordt gedroogd over natriumsulfaat. Een deel van het verkregen extract wordt omgezet naar iso-octaan, ingedampt en geïnjecteerd in een gaschromatograaf met een dubbele kolom en electron capture detector.

6. Resultaten

Voor de berekening van de Z-scores zijn de gegevens gebruikt van de controlemonsters, zie tabel 3.

Tabel 3. Gebruikte standaarddeviaties

	RSDR (in %)
<u>OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB) :</u> o,p'-DDD, p,p'-DDD, o,p'-DDE, p,p'-DDE, o,p'-DDT, p,p'-DDT α-HCH, β-HCH, γ-HCH, d-HCH, aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, telodrin, heptachloor, alfa-endosulfan, cis-heptachloorepoxide, trans-heptachloorepoxide, cis-chloordaan, trans-chloordaan en hexachloorbutadieen.	20.8 % 14.5 en 13.2 % 12.7 % 14.5 en 13 % 13 % 15 % 15 %
<u>PCB's:</u> PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180.	12.7 %
<u>Chloorbenzenen:</u> 1,2,3-trichloorbenzeen, 1,2,4-trichloorbenzeen, 1,3,5-trichloorbenzeen, 1,2,3,4-tetrachloorbenzeen, 1,2,3,5-tetrachloorbenzeen, 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen, pentachloorbenzeen en hexachloorbenzeen.	15.6 % 15.6 % 15 %

In bijlage A en B zijn de verwerkte resultaten van de 2 onderzochte afvalwatermonsters weergegeven. De analyseresultaten zijn geëvalueerd op basis van de standaarddeviatie, welke zijn vastgesteld in het validatie onderzoek van de OCB, PCB en CB analysemethode. De analyseresultaten van het validatieonderzoek van de conserveringstermijnen OCB, PCB en CB zijn ingevoerd in excel-sheets. Deze excel-sheets zijn afkomstig uit het SIKB document "Onderzoeksprogramma validatie van conserveringstermijnen van milieumonsters" project 55, versie 1, 29 april 2003. Als toetsing wordt de z-score gebruikt. Indien een verbinding op twee achtereenvolgende vervaldagen een z-score $\geq +2$ of ≤ -2 laat berekenen, wordt de verbinding als verlopen beschouwd. Dit leidt vervolgens tot de conclusie dat daarmee de houdbaarheid is verlopen.

De toegepaste analysemethode is een multicomponent methode. Hierbij moet rekening worden gehouden dat niet voor alle verbindingen, welke met dezelfde analysemethode worden geanalyseerd, dezelfde conserveringstermijn kunnen gelden. De verbindingen, welke zijn geanalyseerd en gerapporteerd, worden genoemd in de AS3000 Grondwater Protocol 3120 (versie 3, 1 oktober 2008) aangevuld met de verbindingen isodrin, telodrin en hexachloorbutadieen.

Tabel 4. Bespreking afwijkende resultaten

Parameter	Opmerking(en)	Conclusie
<i>Afvalwater Food</i>		
Telodrin	Op dag 10 en 14 Z-scores respectievelijk -2,0 en -2,4 Bijbehorende terugvindingen 74,2 % en 69, %	Conserveringstermijn is in ieder geval 7 dagen, mogelijk ligt de conserveringstermijn tussen de 7 en 10 dagen voor de betreffende afvalwatermatrix
<i>Afvalwater Industrie</i>		
Trichloorbenzenen en tetrachloorbenzenen	De tri- en tetrachloorbenzenen wijken af op een aantal dagen (Z-scores 2,0 – 3,1). Op deze dagen wordt een hogere terugvinding geconstateerd. Dit heeft mogelijk te maken met de matrix van het betreffende afvalwater en/of de chromatografische omstandigheden. Er wordt in ieder geval geen afbraak geconstateerd.	Conserveringstermijn is 14 dagen

Tabel met conserveringstermijnen (in dagen) van beide type afvalwater

De resultaten per monster zijn weergegeven in de bijlage A (afvalwater food) en B (afvalwater industrie). In de onderstaande tabel zijn de resultaten per monster samengevat. In de tabel wordt verwezen naar de bijlagen (bijlage A en B). In de tabel is de conserveringstermijn per verbinding weergegeven zoals in dit onderzoek is vastgesteld.

Bijlage →	A	B
Verbinding ↓		
OCB		
o,p'-DDD	14	14
p,p'-DDD	14	14
o,p'-DDE	14	14
p,p'-DDE	14	14
o,p'-DDT	14	14
p,p'-DDT	14	14
Alfa-HCH	14	14
Beta-HCH	14	14
Gamma-HCH	14	14
Delta-HCH	14	14
Aldrin	14	14
Dieldrin	14	14
Endrin	14	14
Isodrin	14	14
Telodrin	7	14
Heptachloor	14	14
Alfa-endosulfan	14	14
Cis-heptachloorepoxide	14	14
Trans-heptachloorepoxide	14	14
Cis-chloordaan	14	14
Trans-chloordaan	14	14
Hexachloorbutadieen	14	14
PCB		
PCB 28	14	14
PCB 52	14	14
PCB 101	14	14
PCB 118	14	14
PCB 138	14	14
PCB 153	14	14
PCB 180	14	14
Chloorbenzenen		
1,2,3-trichloorbenzeen	14	14
1,2,4-trichloorbenzeen	14	14
1,3,5-trichloorbenzeen	14	14
1,2,3,4-tetrachloorbenzeen	14	14
1,2,3,5-tetrachloorbenzeen	14	14
1,2,4,5-tetrachloorbenzeen	14	14

Pentachloorbenzeen	14	14
Hexachloorbenzeen	14	14

Als toetsing wordt de z-score gebruikt. Indien een verbinding op twee achtereenvolgende vervaldagen een z-score $\geq +2$ of ≤ -2 laat berekenen, wordt de verbinding als verlopen beschouwd. Dit leidt vervolgens tot de conclusie dat daarmee de houdbaarheid is verlopen. Als de verbindingen worden getoetst aan dit criterium kunnen wij concluderen dat de houdbaarheid voor alle verbindingen 14 dagen is, met uitzondering van telodrin waarvan de conserveringstermijn in afvalwater food 7 dagen is.

7. Conclusie

Uit de resultaten kan worden geconcludeerd dat afvalwatermonsters voor de bepaling van OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB), PolyChloorbifenylen (PCB) en chloorbenzenen (CB) langer dan 1 dag kan worden bewaard, vooropgesteld dat dit gebeurt in het donker bij T 1-5 °C. Uit de resultaten blijkt dat de gehalten van OrganoChloorBestrijdingsmiddelen (OCB), PolyChloorbifenylen (PCB) en chloorbenzenen (CB) niet afnemen bij een conserveringstermijn van 14 dagen, met uitzondering van telodrin waarvan de conserveringstermijn in afvalwater food 7 dagen is.

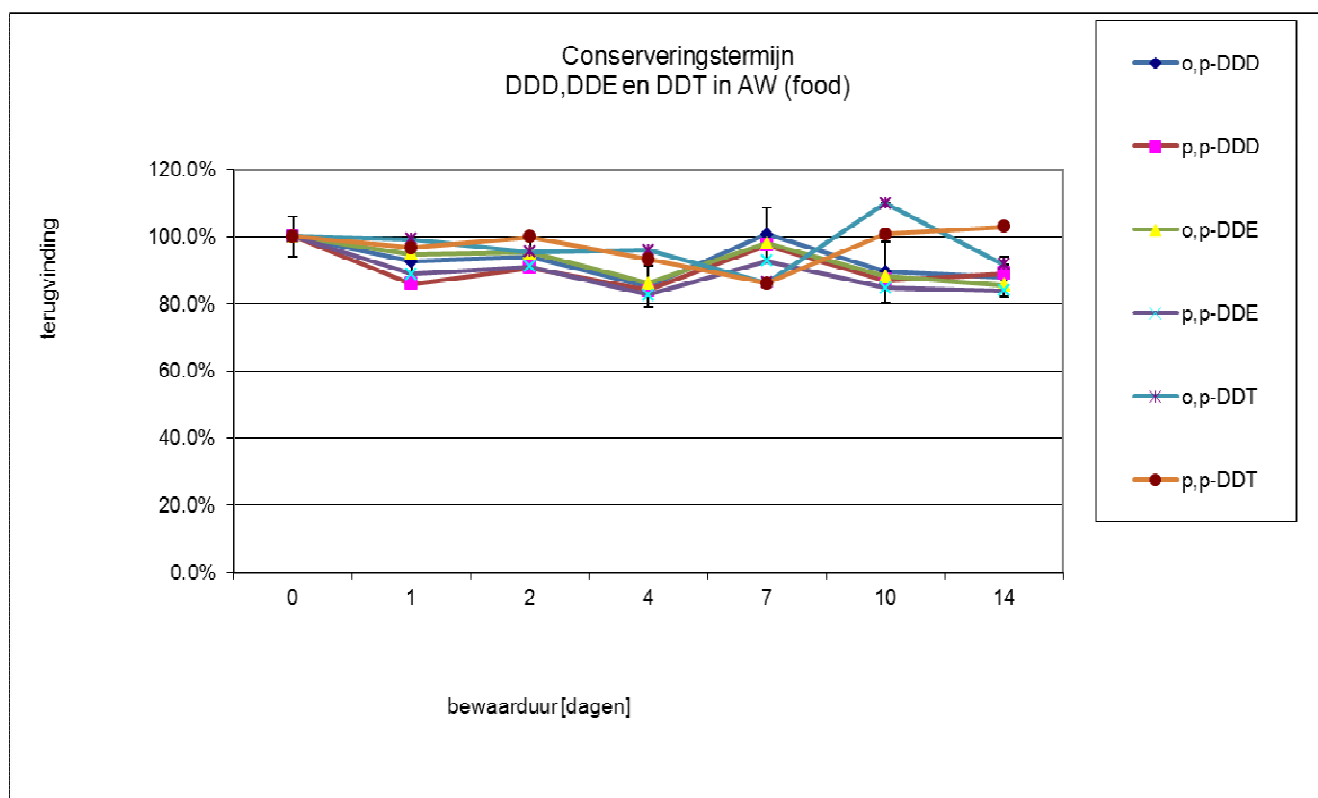
8. Bijlagen

Bijlage A

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | DDx in afvalwater (food)

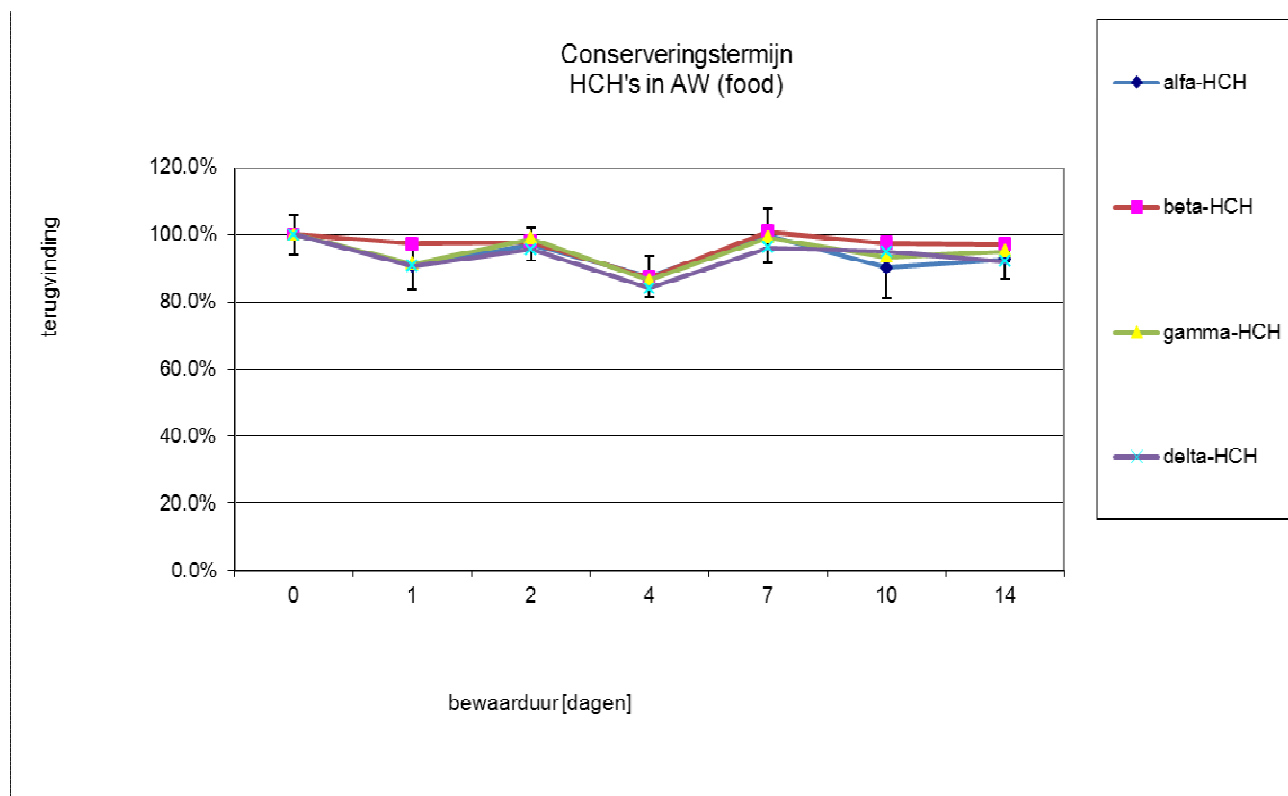
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
o,p-DDD	µg/L	100.0%	92.5%	94.1%	85.1%	100.7%	89.5%	87.9%
RSD	%	8.7%	5.3%	0.7%	8.6%	1.8%	2.9%	3.1%
z score		0.0	-0.4	-0.3	-0.7	0.0	-0.5	-0.6
p,p-DDD	µg/L	100.0%	85.9%	90.6%	84.1%	97.5%	87.0%	88.9%
RSD	%	7.9%	5.5%	3.2%	10.2%	2.9%	3.0%	4.7%
z score		0.0	-0.7	-0.5	-0.8	-0.1	-0.6	-0.5
o,p-DDE	µg/L	100.0%	94.7%	95.2%	86.2%	97.9%	88.1%	85.5%
RSD	%	8.7%	3.3%	1.5%	9.0%	2.4%	1.6%	2.5%
z score		0.0	-0.3	-0.2	-0.7	-0.1	-0.6	-0.7
p,p-DDE	µg/L	100.0%	88.8%	91.1%	82.8%	92.7%	84.7%	83.9%
RSD	%	8.4%	5.1%	2.6%	10.3%	3.4%	2.6%	3.8%
z score		0.0	-0.5	-0.4	-0.8	-0.4	-0.7	-0.8
o,p-DDT	µg/L	100.0%	99.2%	95.5%	96.0%	86.2%	109.9%	91.7%
RSD	%	6.3%	3.4%	4.7%	6.4%	3.8%	3.8%	13.1%
z score		0.0	0.0	-0.2	-0.2	-0.7	0.5	-0.4
p,p-DDT	µg/L	100.0%	96.7%	99.8%	93.3%	86.1%	100.6%	103.0%
RSD	%	6.4%	4.6%	3.2%	10.5%	5.1%	0.5%	12.0%
z score		0.0	-0.2	0.0	-0.3	-0.7	0.0	0.1



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | HCH's in afvalwater (food)

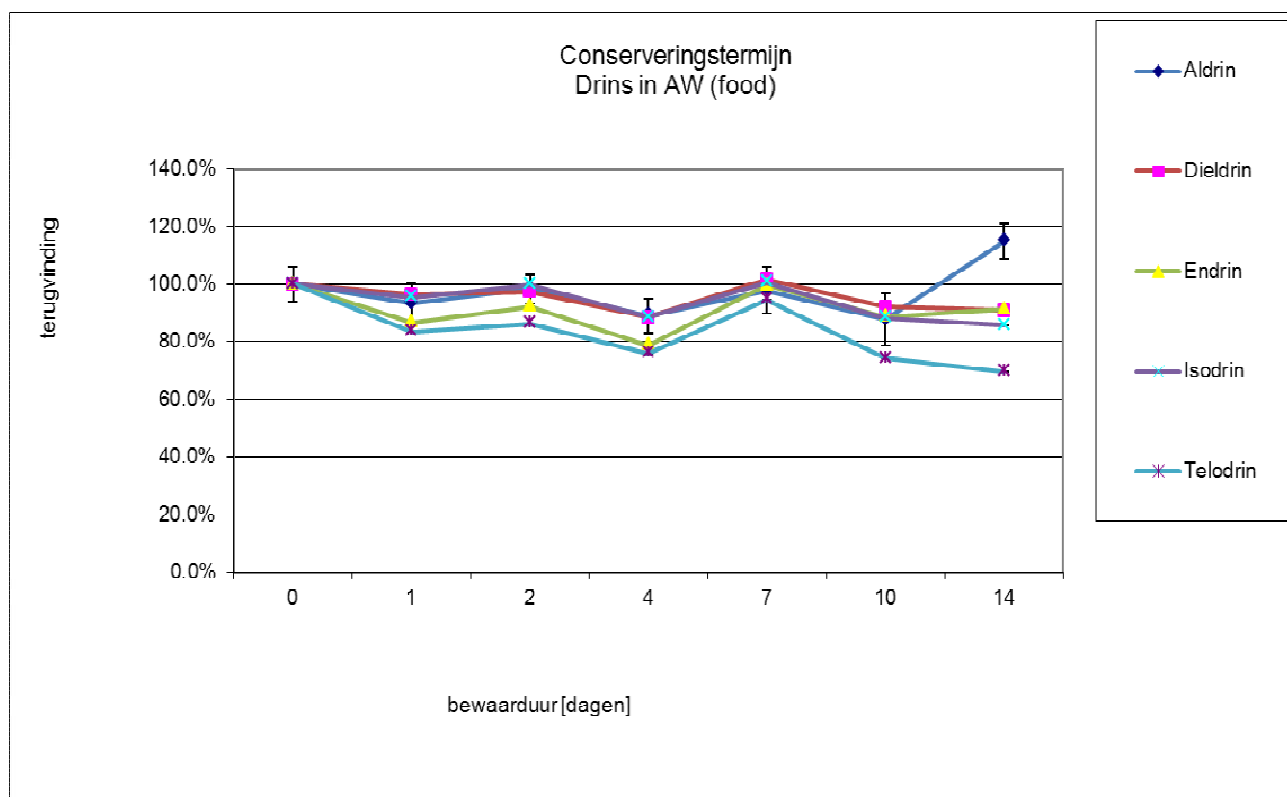
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
alfa-HCH	µg/L	100.0%	90.8%	97.1%	87.5%	99.8%	90.1%	92.8%
RSD	%	7.7%	3.8%	1.7%	6.2%	2.7%	5.2%	3.7%
z score		0.0	-0.6	-0.2	-0.9	0.0	-0.7	-0.5
beta-HCH	µg/L	100.0%	97.4%	97.8%	87.2%	101.0%	97.5%	97.1%
RSD	%	8.5%	2.6%	1.2%	7.7%	2.0%	1.5%	4.2%
z score		0.0	-0.2	-0.2	-1.0	0.1	-0.2	-0.2
gamma-HCH	µg/L	100.0%	91.5%	98.9%	86.5%	99.2%	93.4%	95.1%
RSD	%	8.3%	2.8%	1.7%	5.8%	2.1%	2.6%	4.3%
z score		0.0	-0.6	-0.1	-0.9	-0.1	-0.5	-0.3
delta-HCH	µg/L	100.0%	90.8%	95.6%	84.1%	96.2%	94.9%	92.0%
RSD	%	8.0%	2.7%	1.0%	9.2%	2.4%	2.1%	3.3%
z score		0.0	-0.6	-0.3	-1.1	-0.3	-0.3	-0.6



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | Drins-5 in afvalwater (food)

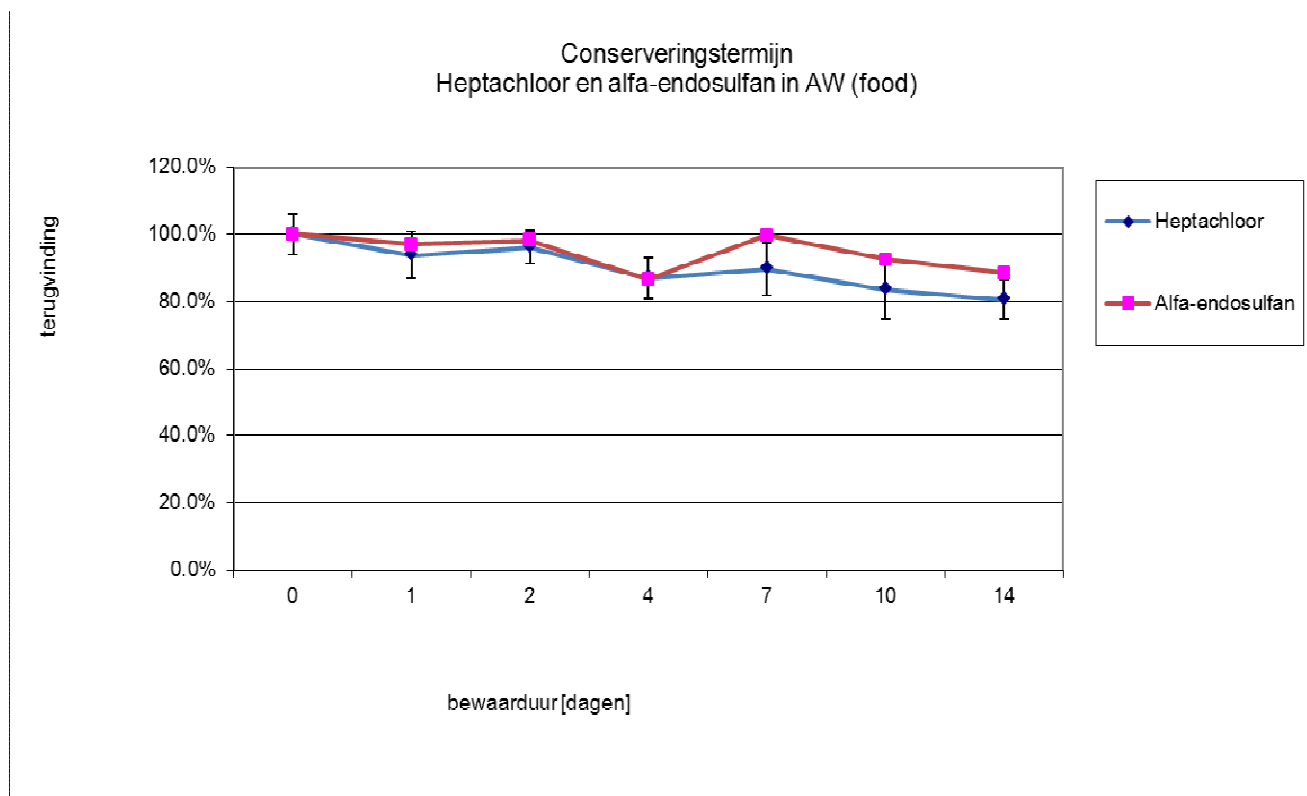
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Aldrin	µg/L	100.0%	93.2%	98.4%	89.1%	97.9%	87.9%	115.0%
RSD	%	8.5%	2.8%	1.6%	5.9%	3.1%	2.6%	24.1%
z score		0.0	-0.5	-0.1	-0.9	-0.2	-1.0	1.2
Dieldrin	µg/L	100.0%	96.5%	97.5%	88.6%	101.5%	92.2%	91.0%
RSD	%	8.6%	2.9%	1.8%	6.8%	1.4%	1.2%	3.0%
z score		0.0	-0.3	-0.2	-0.9	0.1	-0.6	-0.7
Endrin	µg/L	100.0%	86.8%	92.3%	78.8%	99.6%	88.8%	91.4%
RSD	%	7.8%	3.1%	1.1%	6.9%	2.5%	1.8%	4.9%
z score		0.0	-1.0	-0.6	-1.7	0.0	-0.9	-0.7
Isodrin	µg/L	100.0%	95.6%	99.9%	88.6%	100.7%	88.4%	85.8%
RSD	%	8.7%	3.1%	0.9%	6.9%	1.6%	0.6%	2.1%
z score		0.0	-0.3	0.0	-0.9	0.1	-0.9	-1.1
Telodrin	µg/L	100.0%	83.6%	86.4%	76.1%	94.6%	74.2%	69.7%
RSD	%	9.0%	2.7%	1.3%	5.6%	2.8%	0.9%	4.7%
z score		0.0	-1.3	-1.1	-1.9	-0.4	-2.0	-2.4



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix Heptachloor en alfa-endosulfan in afvalwater (food)

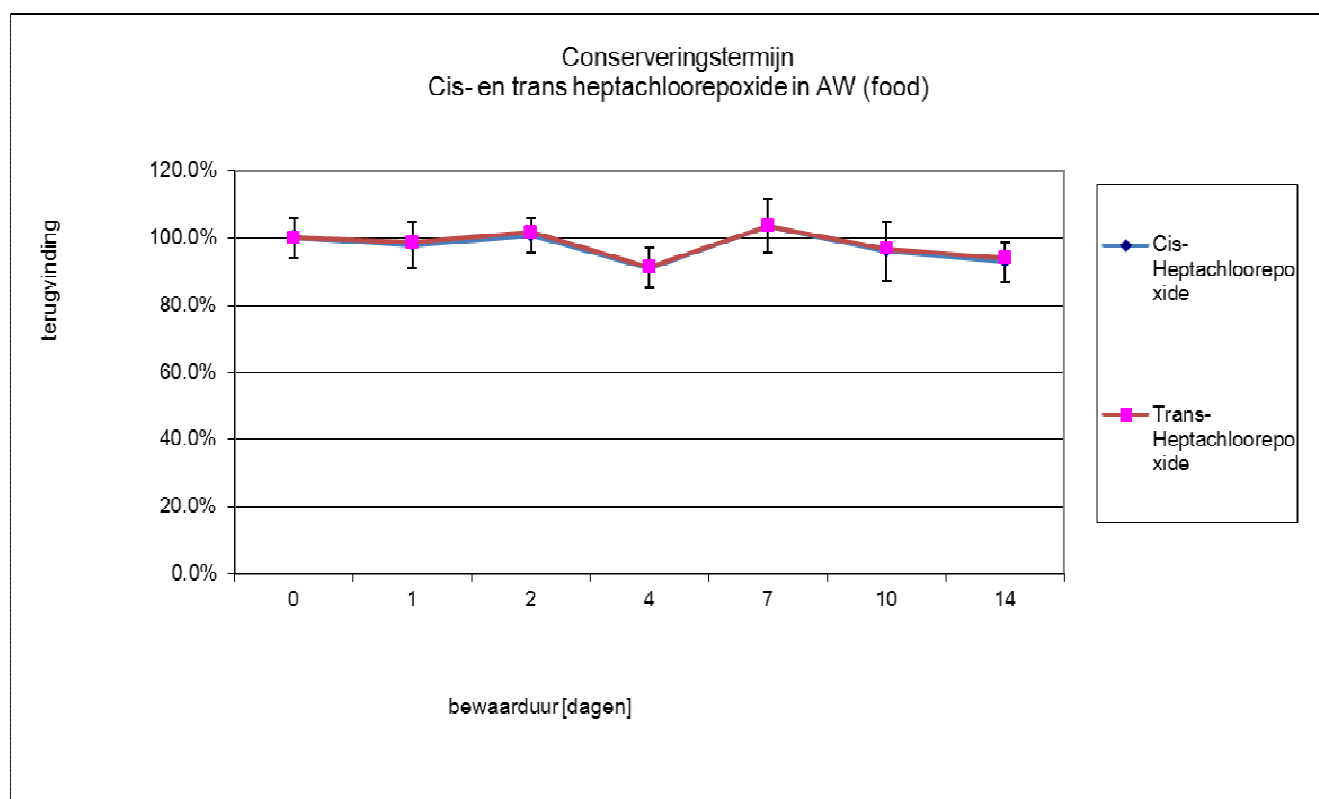
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Heptachloor	µg/L	100.0%	93.8%	96.2%	86.9%	89.7%	83.6%	80.6%
RSD	%	8.1%	3.6%	3.4%	6.5%	5.3%	3.2%	8.2%
z score		0.0	-0.4	-0.3	-0.9	-0.7	-1.1	-1.3
Alfa-endosulfan	µg/L	100.0%	97.0%	98.2%	86.6%	99.6%	92.5%	88.4%
RSD	%	8.3%	3.0%	1.2%	6.0%	1.4%	1.5%	4.8%
z score		0.0	-0.2	-0.1	-1.0	0.0	-0.6	-0.9



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 | Cis- en trans heptachloorepoxide in afvalwater (food)

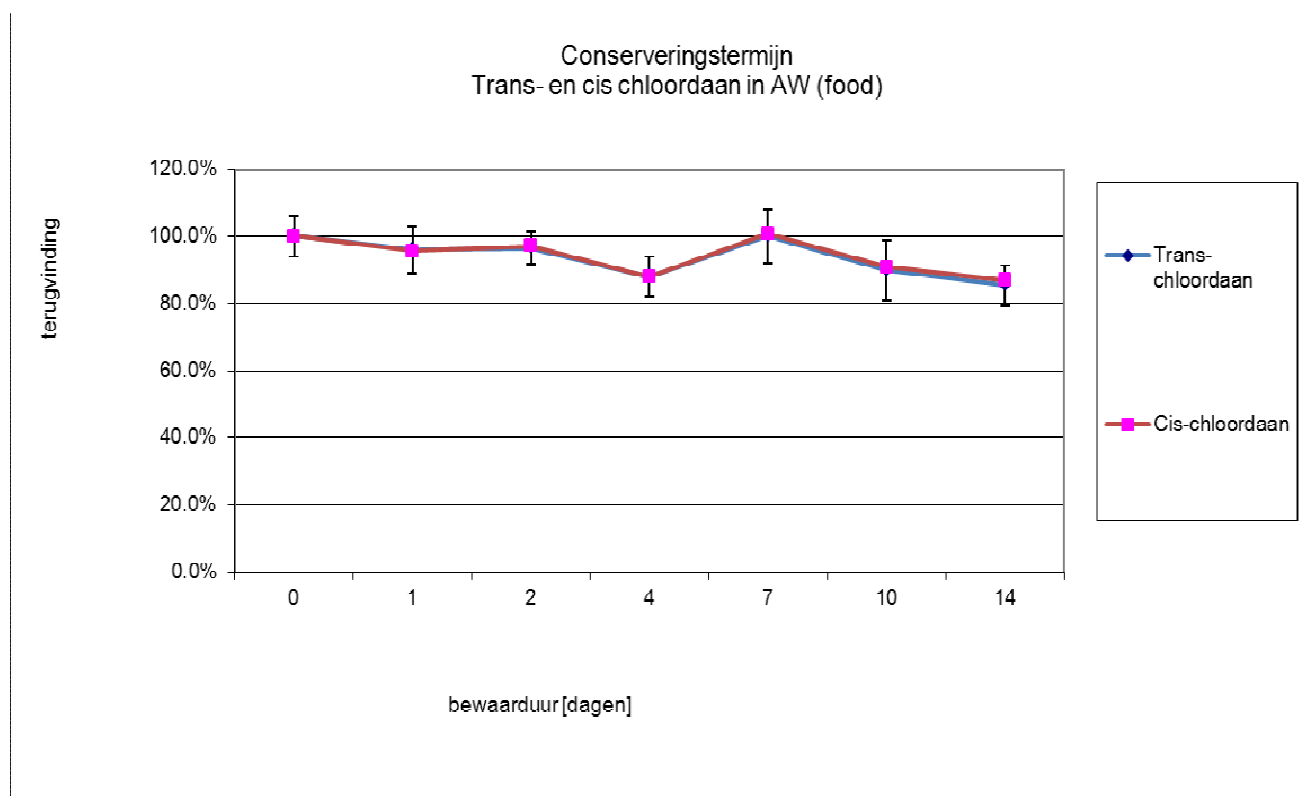
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
Cis-Heptachloorepoxide	µg/L	100.0%	97.9%	100.8%	91.1%	103.7%	96.0%	92.9%
RSD	%	8.8%	2.4%	1.5%	6.0%	1.5%	0.7%	3.4%
z score		0.0	-0.2	0.1	-0.7	0.3	-0.3	-0.5
Trans-Heptachloorepoxide	µg/L	100.0%	98.7%	101.7%	91.3%	103.7%	96.9%	94.0%
RSD	%	8.4%	2.4%	0.8%	5.9%	2.0%	0.7%	3.2%
z score		0.0	-0.1	0.1	-0.7	0.3	-0.2	-0.5



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix Cis- en trans chloordaan in afvalwater (food)

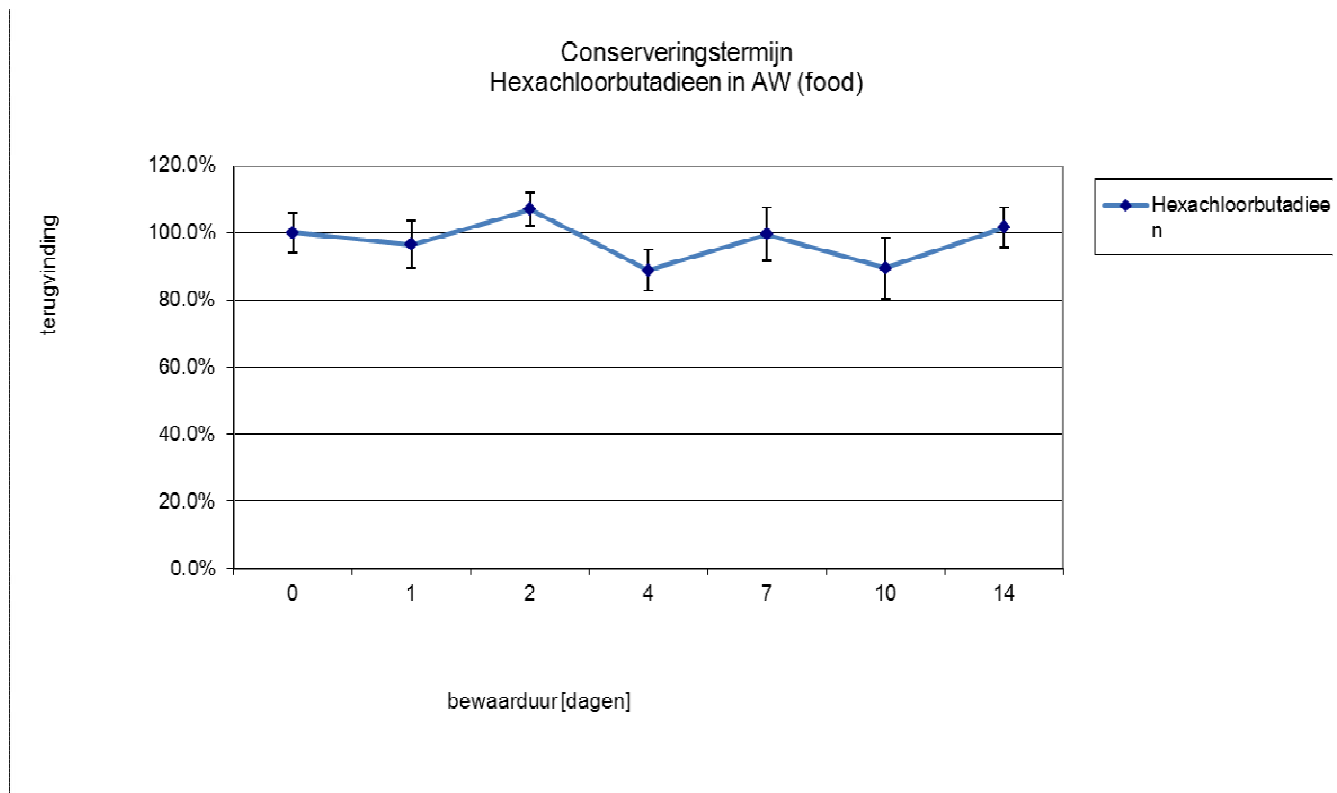
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Trans-chloordaan	µg/L	100.0%	95.9%	96.5%	88.0%	100.1%	89.8%	85.4%
RSD	%	8.7%	2.4%	1.6%	6.7%	1.8%	1.4%	2.2%
z score		0.0	-0.3	-0.2	-0.8	0.0	-0.7	-1.0
Cis-chloordaan	µg/L	100.0%	95.5%	97.2%	88.0%	100.7%	90.9%	86.9%
RSD	%	8.6%	2.7%	1.6%	6.7%	2.0%	2.1%	2.4%
z score		0.0	-0.3	-0.2	-0.8	0.0	-0.6	-0.9



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 Hexachloorbutadieen in afvalwater (food)

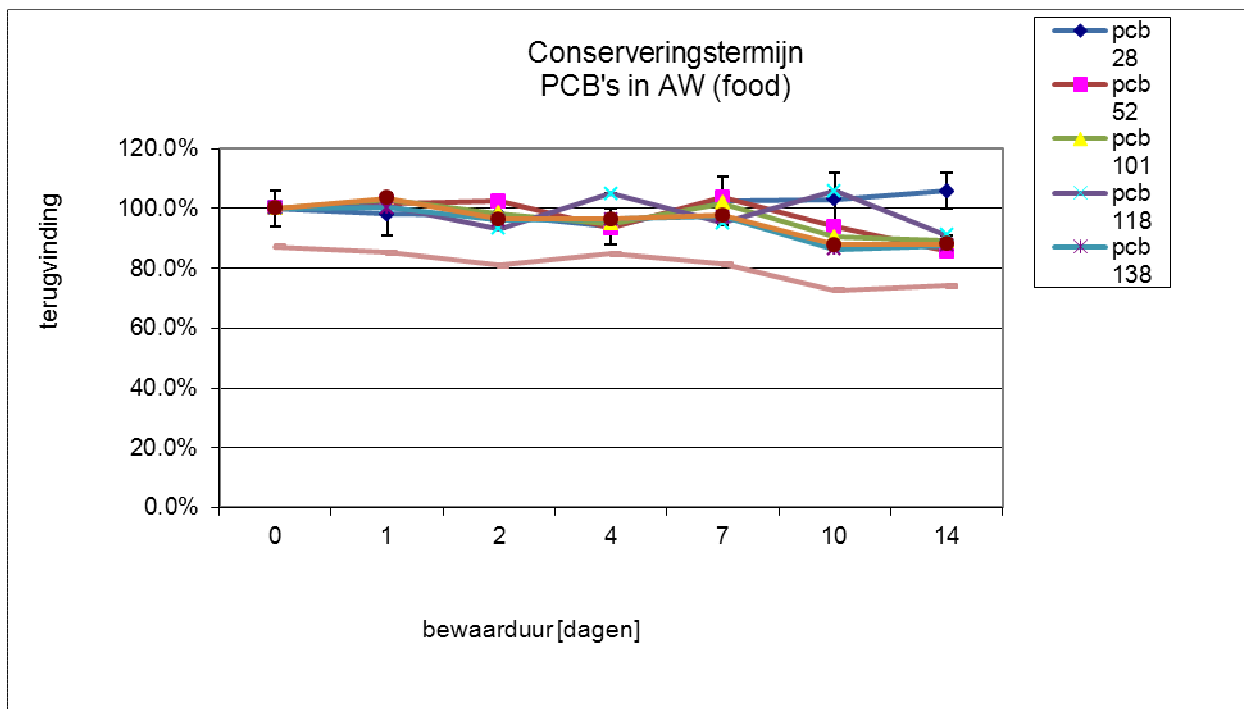
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Hexachloorbutadieen	µg/L	100.0%	96.4%	107.1%	88.9%	99.5%	89.6%	101.6%
RSD	%	8.0%	2.5%	5.1%	2.9%	3.3%	29.3%	4.8%
z score		0.0	-0.2	0.5	-0.7	0.0	-0.7	0.1



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | PCB's in afvalwater (food)

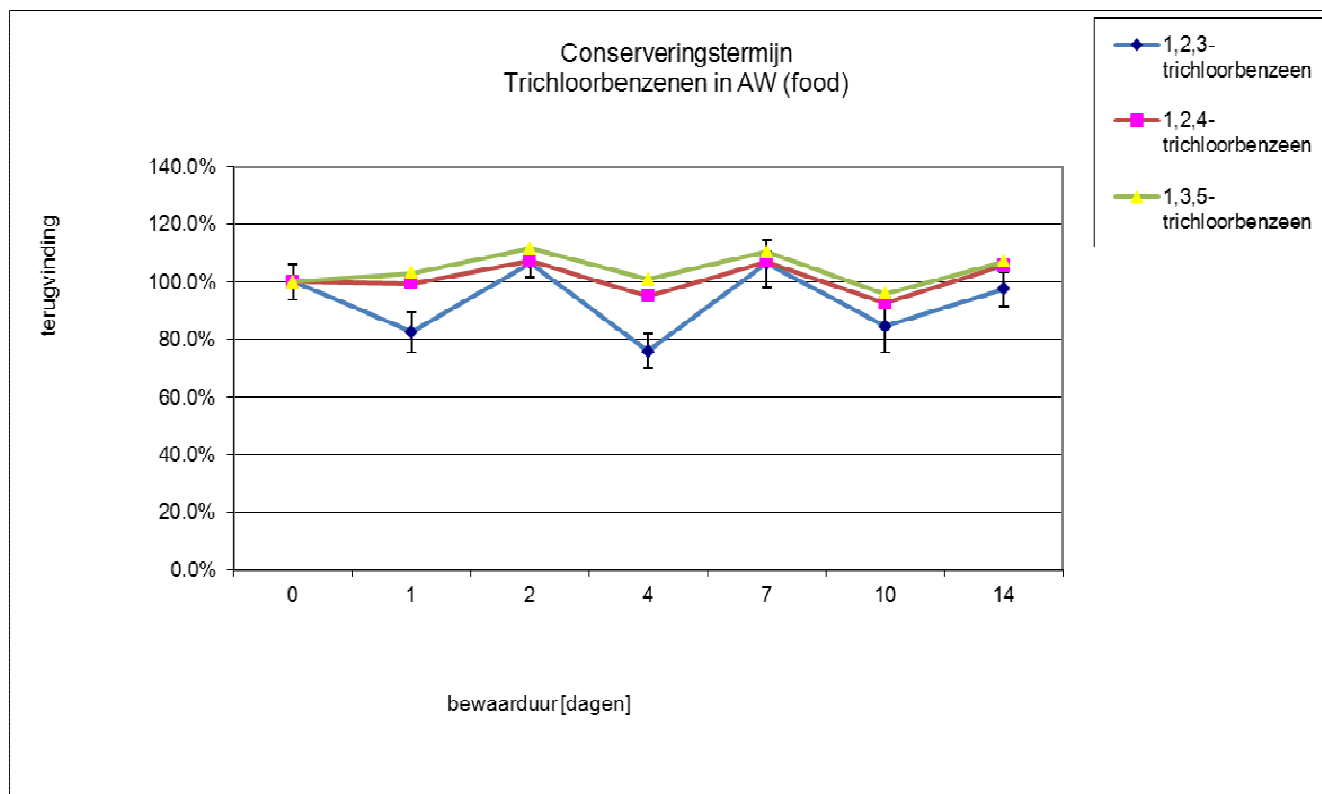
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
pcb 28	µg/L	100.0%	98.1%	98.0%	94.1%	102.6%	103.0%	105.8%
RSD	%	7.7%	3.7%	2.6%	9.0%	2.5%	0.4%	4.1%
z score		0.0	-0.2	-0.2	-0.5	0.2	0.2	0.5
pcb 52	µg/L	100.0%	101.9%	102.5%	93.4%	103.7%	93.9%	85.6%
RSD	%	8.8%	3.3%	1.2%	7.2%	2.3%	1.0%	1.6%
z score		0.0	0.1	0.2	-0.5	0.3	-0.5	-1.1
pcb 101	µg/L	100.0%	102.8%	98.3%	94.9%	101.7%	90.4%	89.0%
RSD	%	8.8%	5.3%	1.1%	8.3%	1.8%	1.7%	3.2%
z score		0.0	0.2	-0.1	-0.4	0.1	-0.8	-0.9
pcb 118	µg/L	100.0%	100.7%	93.3%	104.9%	95.0%	105.9%	91.0%
RSD	%	7.2%	3.0%	4.8%	7.0%	5.1%	3.8%	10.1%
z score		0.0	0.1	-0.5	0.4	-0.4	0.5	-0.7
pcb 138	µg/L	100.0%	100.2%	96.0%	96.5%	97.2%	86.3%	87.6%
RSD	%	8.0%	7.6%	1.5%	8.7%	3.1%	2.4%	5.1%
z score		0.0	0.0	-0.3	-0.3	-0.2	-1.1	-1.0
pcb 153	µg/L	100.0%	103.4%	96.4%	96.3%	97.6%	87.9%	88.1%
RSD	%	8.4%	6.4%	1.4%	6.9%	2.5%	0.4%	4.4%
z score		0.0	0.3	-0.3	-0.3	-0.2	-0.9	-0.9
pcb 180	µg/L	87.3%	85.4%	81.1%	84.8%	81.4%	72.6%	74.1%
RSD	%	7.9%	6.9%	1.8%	10.2%	3.0%	0.3%	6.4%
z score		0.0	-0.2	-0.6	-0.2	-0.5	-1.3	-1.2



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
 BV
 Matrix Trichloorbenzenen in afvalwater (food)

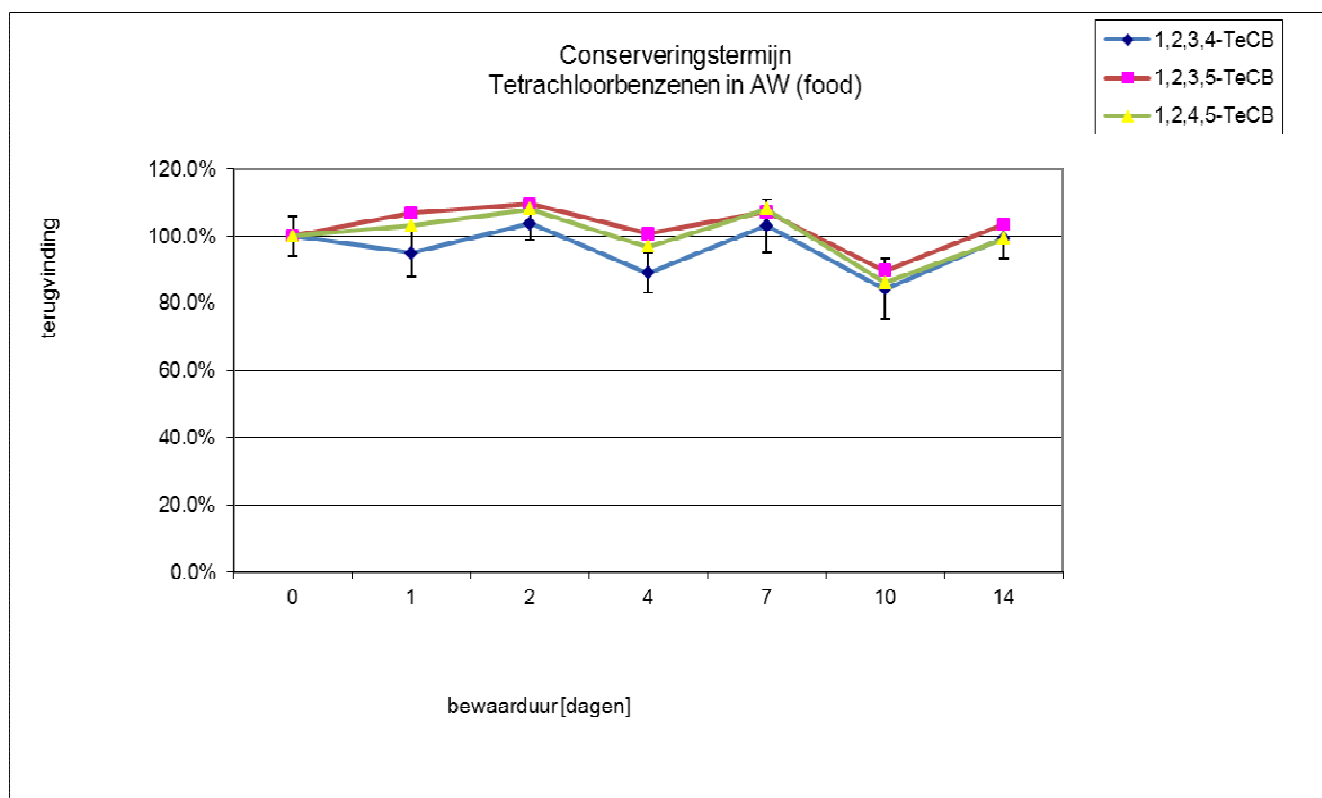
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
1,2,3-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	82.6%	106.7%	75.9%	106.4%	84.6%	97.5%
RSD	%	8.7%	2.3%	1.8%	6.0%	4.1%	28.3%	4.2%
z score		0.0	-1.1	0.4	-1.5	0.4	-1.0	-0.2
1,2,4-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	99.5%	107.1%	95.2%	106.9%	92.5%	105.5%
RSD	%	8.2%	3.1%	4.3%	4.7%	2.3%	26.9%	3.2%
z score		0.0	0.0	0.5	-0.3	0.4	-0.5	0.4
1,3,5-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	103.0%	111.6%	100.8%	110.4%	96.0%	107.1%
RSD	%	8.2%	2.4%	4.6%	7.7%	2.2%	26.3%	3.3%
z score		0.0	0.2	0.7	0.1	0.7	-0.3	0.5



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 Tetrachloorbenzenen in afvalwater (food)

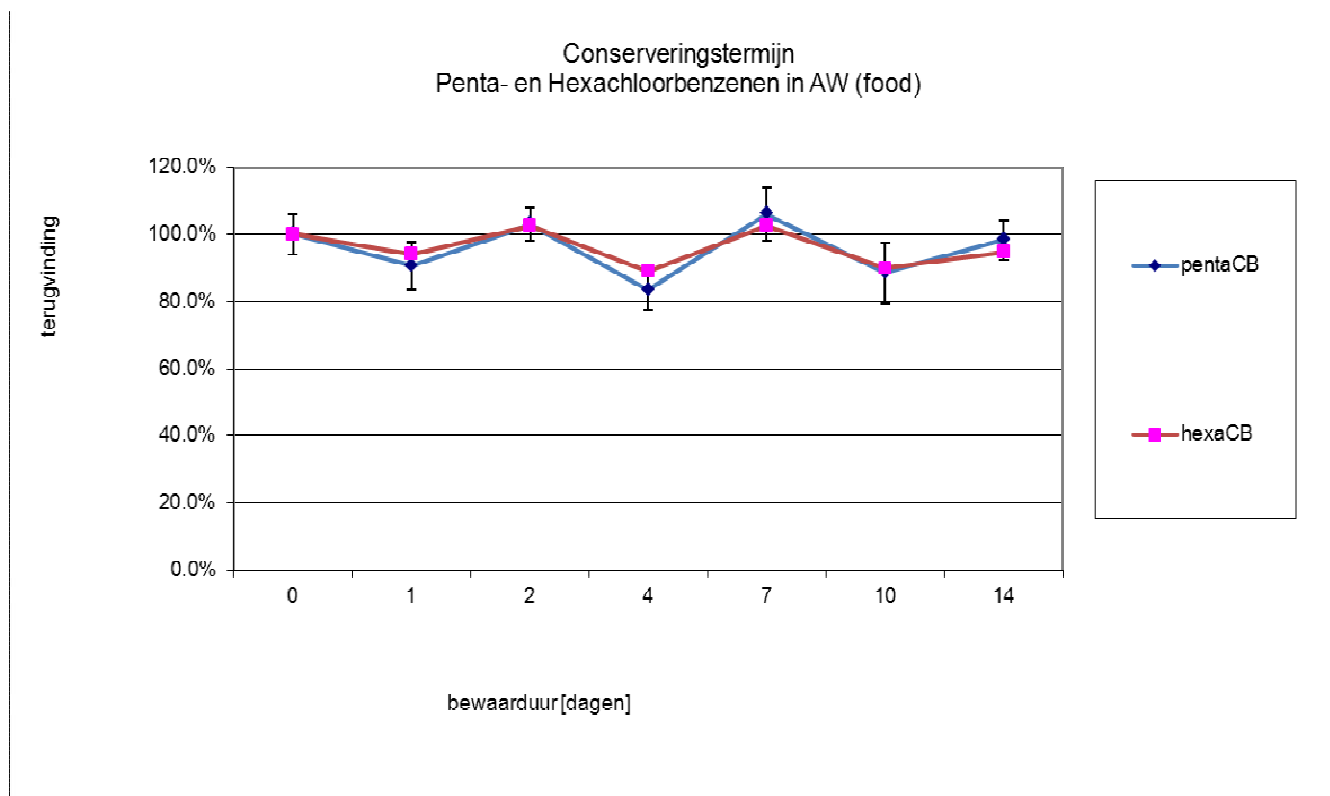
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
1,2,3,4-TeCB	µg/L	100.0%	94.9%	103.8%	89.1%	103.0%	84.3%	99.4%
RSD	%	7.9%	3.4%	2.6%	5.4%	3.7%	27.8%	4.5%
z score		0.0	-0.3	0.2	-0.7	0.2	-1.0	0.0
1,2,3,5-TeCB	µg/L	100.0%	106.8%	109.6%	100.6%	107.2%	89.6%	103.5%
RSD	%	7.9%	4.6%	1.5%	4.3%	2.6%	27.8%	3.4%
z score		0.0	0.4	0.6	0.0	0.5	-0.7	0.2
1,2,4,5-TeCB	µg/L	100.0%	103.2%	107.9%	96.8%	107.9%	86.1%	99.2%
RSD	%	8.2%	3.4%	1.9%	3.3%	3.2%	26.7%	3.7%
z score		0.0	0.2	0.5	-0.2	0.5	-0.9	-0.1



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix Penta- en Hexachloorbenzenen in afvalwater (food)

<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
pentaCB	µg/L	100.0%	90.6%	103.0%	83.3%	106.0%	88.5%	98.3%
RSD	%	7.9%	2.9%	2.6%	5.5%	3.9%	14.3%	4.9%
z score		0.0	-0.6	0.2	-1.1	0.4	-0.8	-0.1
hexaCB	µg/L	100.0%	94.0%	102.6%	89.0%	102.6%	89.9%	94.8%
RSD	%	8.0%	2.9%	3.0%	2.6%	3.0%	9.0%	4.9%
z score		0.0	-0.4	0.2	-0.7	0.2	-0.7	-0.3

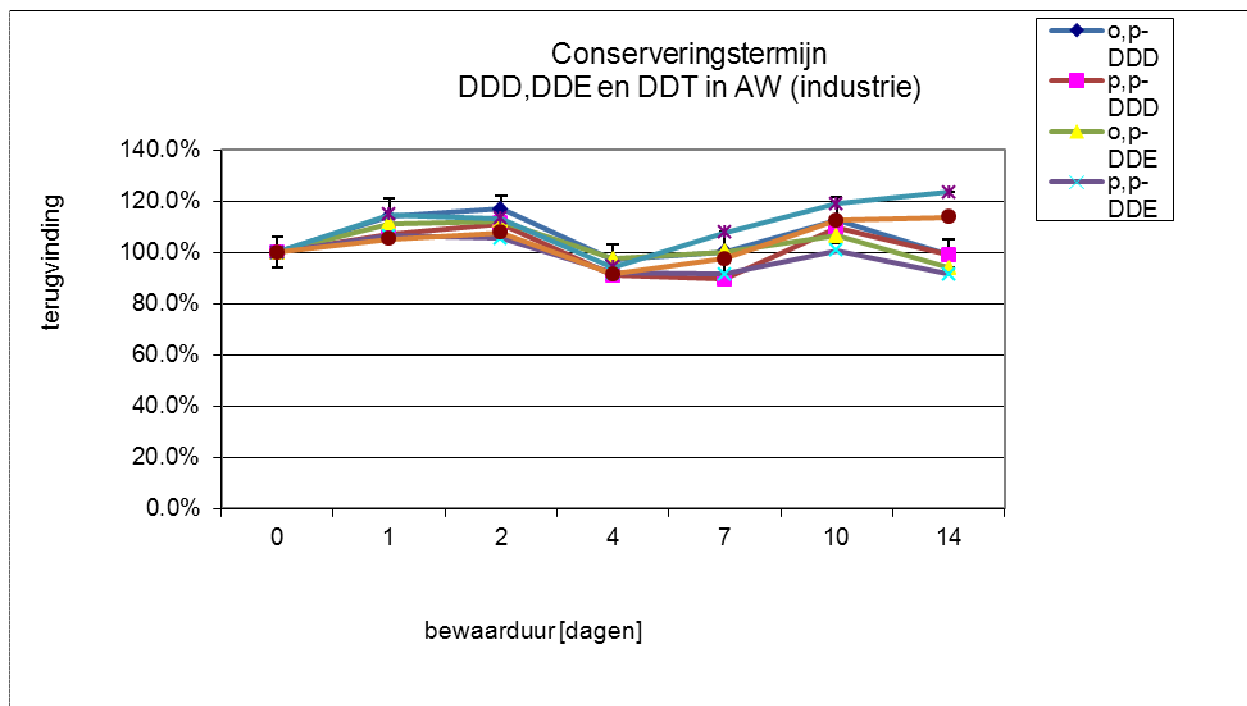


Bijlage B

Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | DDx in afvalwater (industrie)

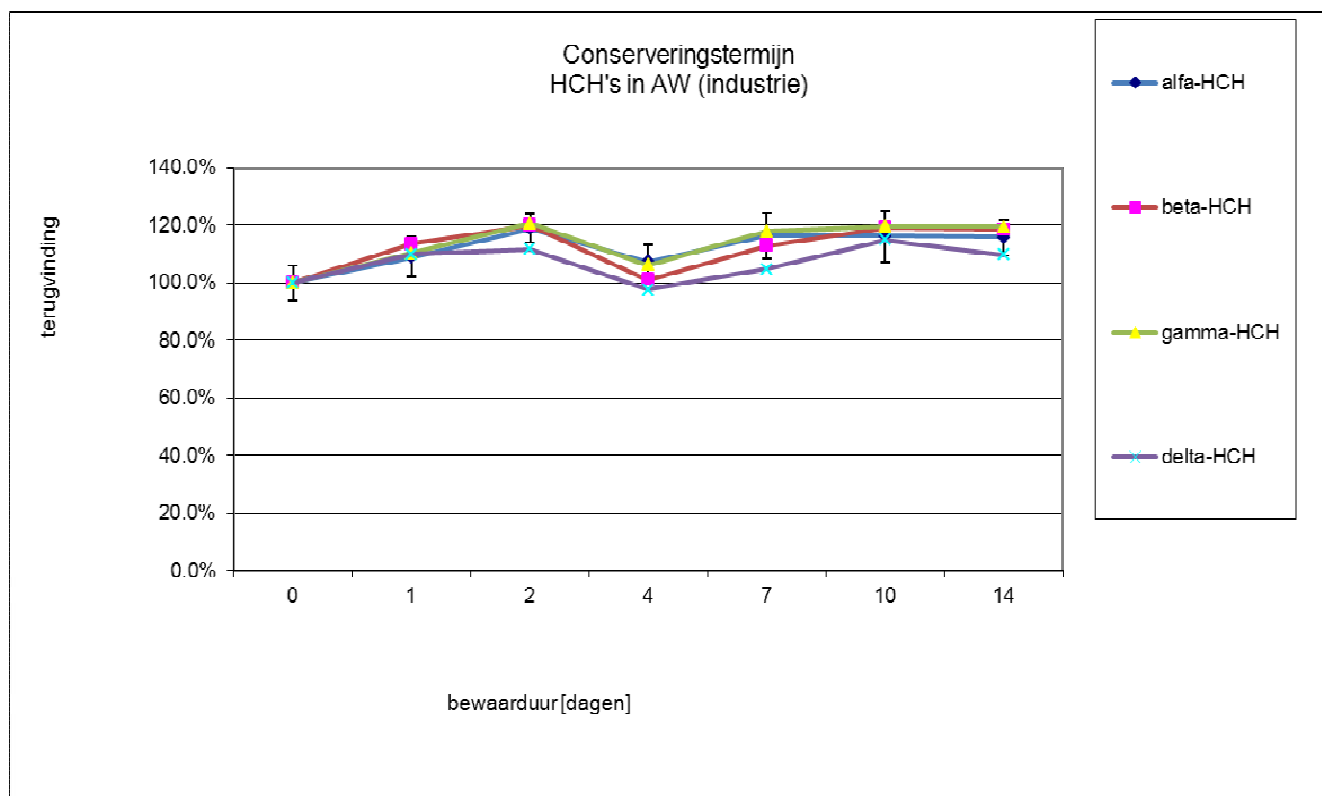
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
o,p-DDD	µg/L	100.0%	114.0%	117.1%	97.1%	100.3%	112.5%	99.1%
RSD	%	15.2%	5.7%	2.1%	7.2%	4.1%	1.9%	12.0%
z score		0.0	0.7	0.8	-0.1	0.0	0.6	0.0
p,p-DDD	µg/L	100.0%	107.2%	111.2%	90.9%	89.4%	109.5%	98.9%
RSD	%	15.2%	2.2%	1.6%	7.3%	4.8%	5.3%	11.7%
z score		0.0	0.3	0.5	-0.4	-0.5	0.5	-0.1
o,p-DDE	µg/L	100.0%	111.3%	112.2%	97.6%	100.1%	106.4%	93.9%
RSD	%	15.2%	8.2%	1.8%	7.8%	4.2%	1.6%	13.5%
z score		0.0	0.5	0.6	-0.1	0.0	0.3	-0.3
p,p-DDE	µg/L	100.0%	106.5%	105.6%	92.1%	91.6%	100.7%	91.5%
RSD	%	15.8%	6.2%	1.1%	9.1%	4.2%	2.5%	14.8%
z score		0.0	0.3	0.3	-0.4	-0.4	0.0	-0.4
o,p-DDT	µg/L	100.0%	114.7%	113.2%	94.4%	107.7%	119.1%	123.4%
RSD	%	14.3%	5.7%	3.8%	6.7%	3.1%	7.7%	21.0%
z score		0.0	0.7	0.6	-0.3	0.4	0.9	1.1
p,p-DDT	µg/L	100.0%	105.2%	107.7%	91.5%	97.6%	112.4%	113.7%
RSD	%	15.8%	4.2%	5.6%	8.1%	4.6%	5.9%	19.6%
z score		0.0	0.3	0.4	-0.4	-0.1	0.6	0.7



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 HCH's in afvalwater (industrie)

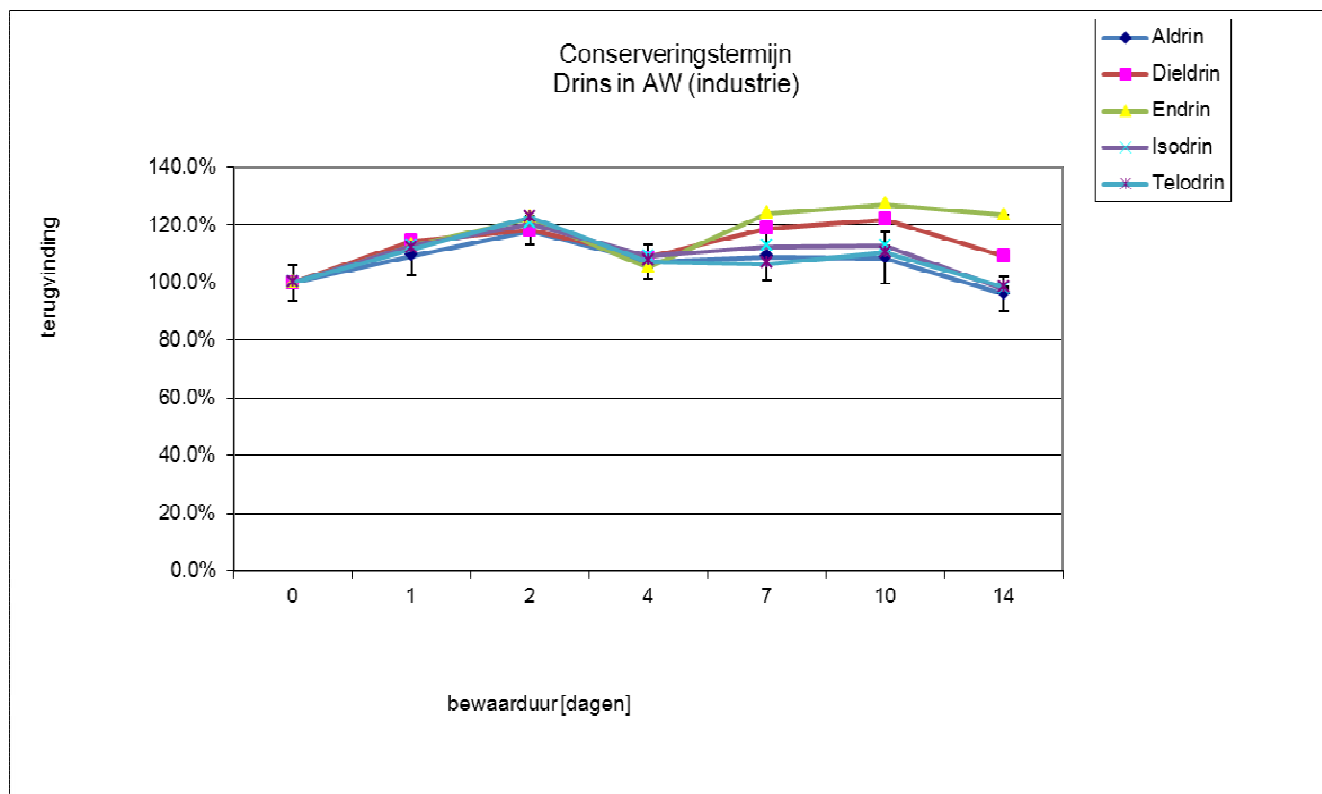
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
alfa-HCH	µg/L	100.0%	109.1%	118.9%	107.3%	116.4%	116.2%	115.8%
RSD	%	14.1%	9.4%	3.1%	5.9%	4.5%	2.1%	6.9%
z score		0.0	0.6	1.3	0.5	1.1	1.1	1.1
beta-HCH	µg/L	100.0%	113.6%	120.1%	101.0%	113.0%	119.3%	118.7%
RSD	%	15.1%	8.9%	2.0%	8.6%	4.6%	1.1%	6.0%
z score		0.0	1.0	1.5	0.1	1.0	1.5	1.4
gamma-HCH	µg/L	100.0%	110.3%	120.7%	106.1%	117.9%	119.6%	119.5%
RSD	%	14.7%	10.0%	3.3%	6.4%	2.4%	1.7%	7.1%
z score		0.0	0.7	1.4	0.4	1.2	1.4	1.3
delta-HCH	µg/L	100.0%	110.0%	111.7%	97.8%	104.7%	114.8%	109.9%
RSD	%	15.4%	10.0%	3.0%	8.2%	3.9%	1.8%	10.2%
z score		0.0	0.7	0.8	-0.2	0.3	1.0	0.7



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
 BV
 Matrix Drins-5 in afvalwater (industrie)

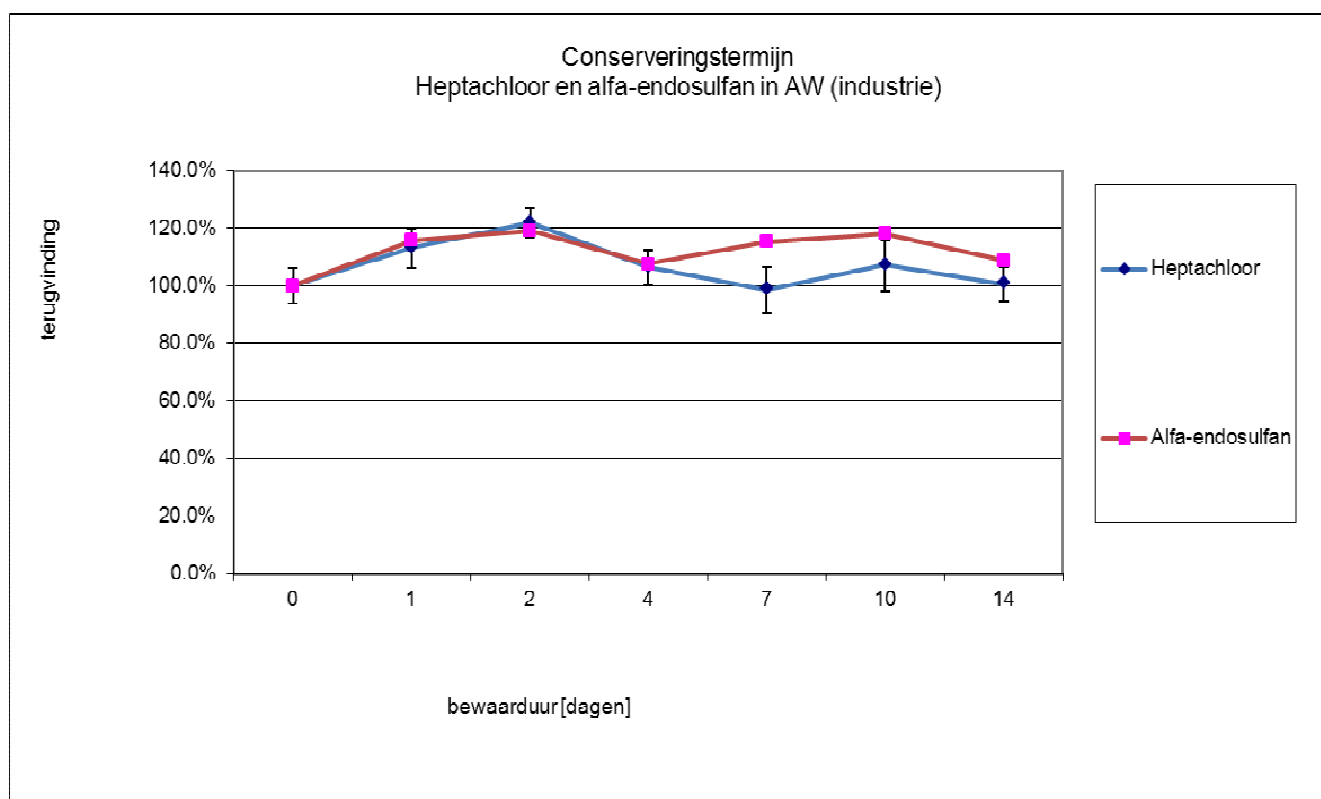
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
Aldrin	µg/L	100.0%	109.4%	118.1%	107.3%	109.0%	108.6%	96.2%
RSD	%	14.2%	8.8%	2.0%	6.6%	4.8%	2.8%	14.4%
z score		0.0	0.7	1.4	0.6	0.7	0.7	-0.3
Dieldrin	µg/L	100.0%	114.5%	118.3%	108.7%	119.0%	122.0%	109.3%
RSD	%	14.4%	9.2%	3.2%	7.1%	6.0%	1.1%	8.0%
z score		0.0	1.1	1.4	0.7	1.5	1.7	0.7
Endrin	µg/L	100.0%	112.9%	122.4%	105.3%	124.0%	127.2%	123.5%
RSD	%	15.0%	9.3%	3.3%	8.0%	1.2%	1.4%	7.4%
z score		0.0	1.0	1.8	0.4	1.9	2.1	1.8
Isodrin	µg/L	100.0%	112.8%	120.4%	109.2%	112.6%	112.8%	98.0%
RSD	%	13.6%	7.9%	1.5%	7.7%	3.9%	2.4%	12.3%
z score		0.0	1.0	1.6	0.7	1.0	1.0	-0.2
Telodrin	µg/L	100.0%	111.8%	122.6%	107.4%	106.5%	110.3%	98.4%
RSD	%	14.7%	9.6%	1.3%	6.1%	4.9%	0.3%	7.0%
z score		0.0	0.9	1.8	0.6	0.5	0.8	-0.1



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 Heptachloor en alfa-endosulfan in afvalwater (industrie)

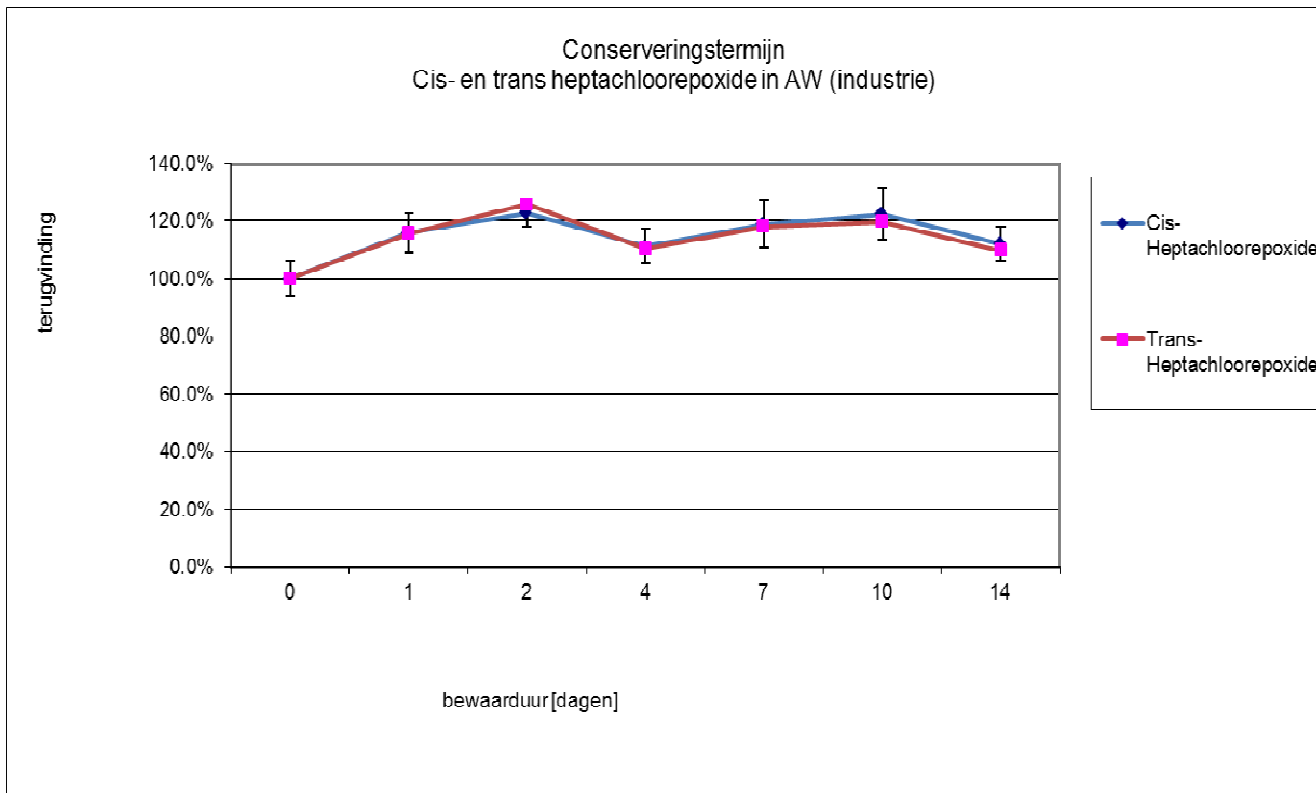
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Heptachloor	µg/L	100.0%	113.1%	121.9%	106.4%	98.6%	107.2%	100.6%
RSD	%	14.3%	8.8%	2.5%	6.6%	3.3%	1.8%	13.1%
z score		0.0	0.9	1.5	0.4	-0.1	0.5	0.0
Alfa-endosulfan	µg/L	100.0%	115.8%	119.1%	107.5%	115.4%	118.0%	108.7%
RSD	%	14.3%	9.5%	3.3%	6.7%	3.3%	1.4%	6.6%
z score		0.0	1.2	1.5	0.6	1.2	1.4	0.7



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
 BV
 Matrix | Cis- en trans heptachloorepoxide in afvalwater (industrie)

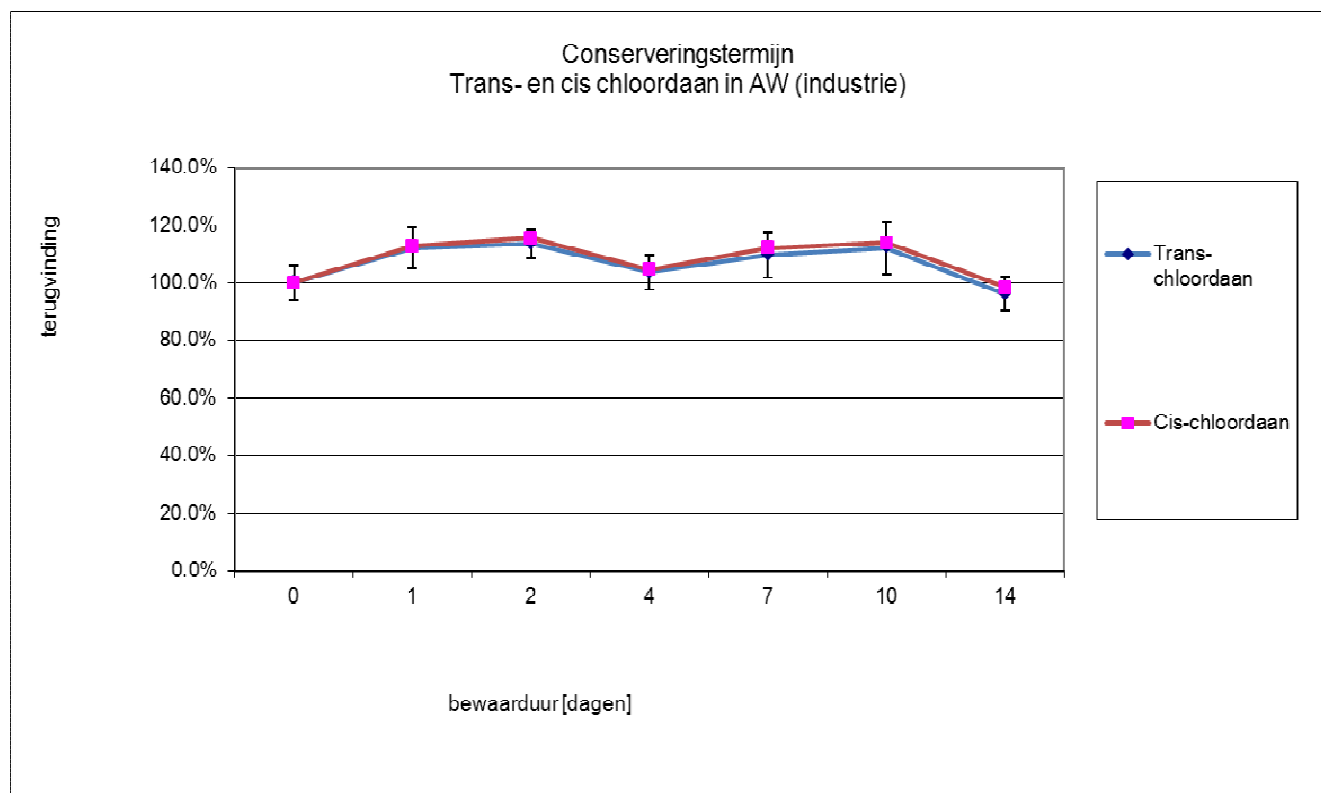
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
Cis-Heptachloorepoxide	µg/L	100.0%	115.9%	122.9%	111.2%	118.9%	122.4%	112.1%
RSD	%	14.0%	2.8%	0.7%	6.3%	4.0%	0.9%	6.9%
z score		0.0	1.2	1.8	0.9	1.5	1.7	0.9
Trans-Heptachloorepoxide	µg/L	100.0%	115.8%	125.9%	110.3%	118.2%	119.7%	109.7%
RSD	%	14.2%	9.9%	1.2%	6.1%	3.1%	0.7%	7.8%
z score		0.0	1.2	2.0	0.8	1.4	1.5	0.7



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 | Cis- en trans chloordaan in afvalwater (industrie)

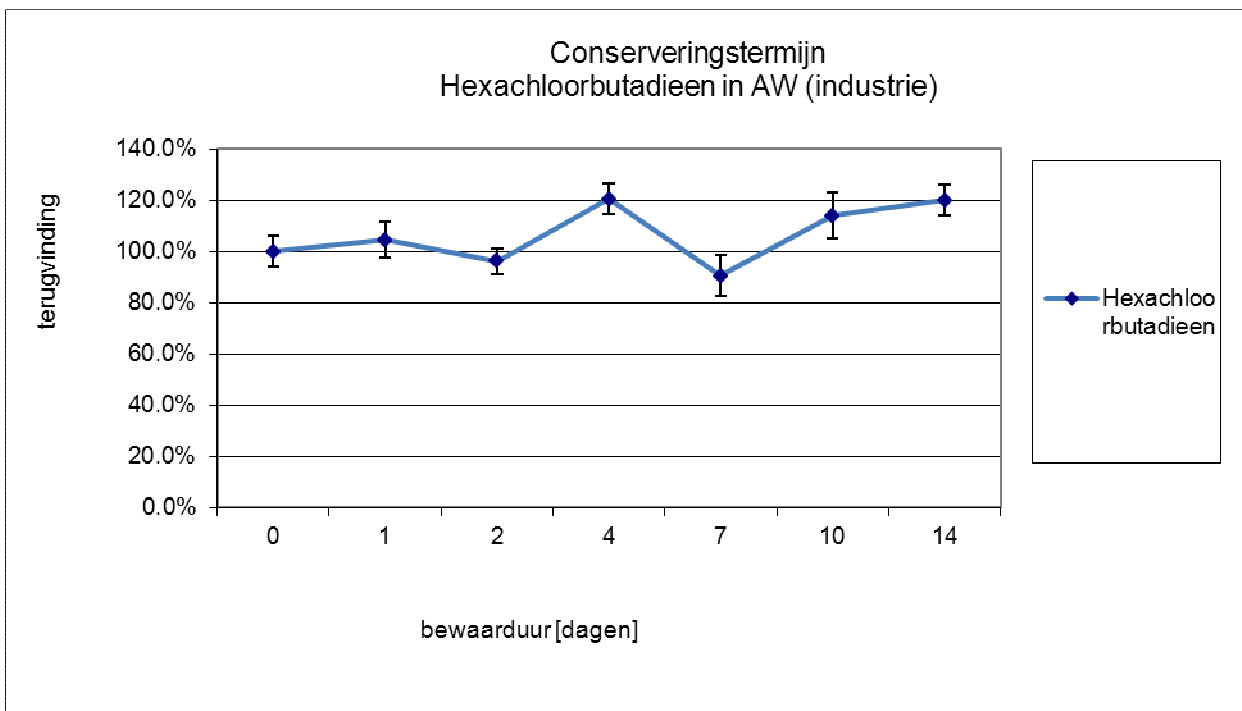
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Trans-chloordaan	µg/L	100.0%	112.1%	113.5%	103.6%	109.6%	112.1%	96.1%
RSD	%	15.2%	10.4%	3.0%	7.4%	5.5%	1.1%	15.6%
z score		0.0	0.8	0.9	0.2	0.6	0.8	-0.3
Cis-chloordaan	µg/L	100.0%	112.8%	115.5%	104.7%	112.1%	113.9%	98.4%
RSD	%	14.7%	10.1%	2.2%	8.1%	5.4%	0.9%	14.1%
z score		0.0	0.9	1.0	0.3	0.8	0.9	-0.1



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 Hexachloorbutadien in afvalwater (industrie)

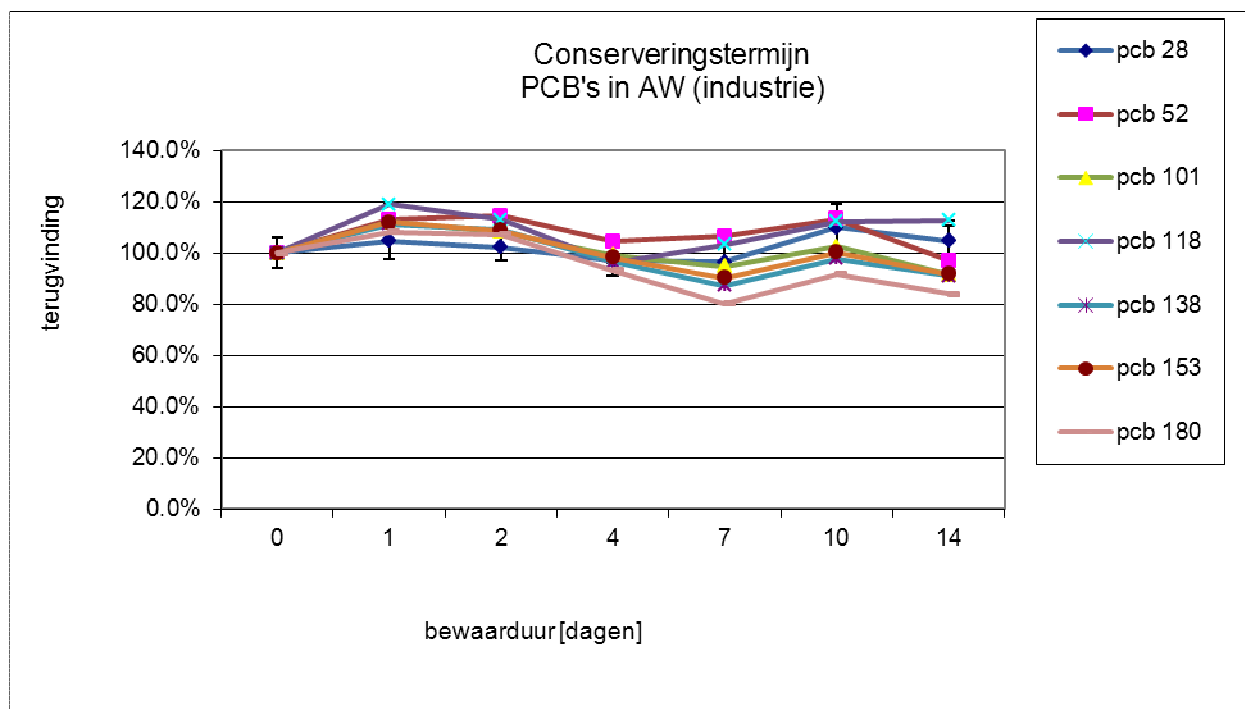
<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
Hexachloorbutadien	µg/L	100.0%	104.5%	96.2%	120.5%	90.6%	114.0%	119.9%
RSD	%	15.5%	11.5%	12.8%	8.7%	6.2%	10.2%	3.4%
z score		0.0	0.3	-0.3	1.4	-0.6	0.9	1.3



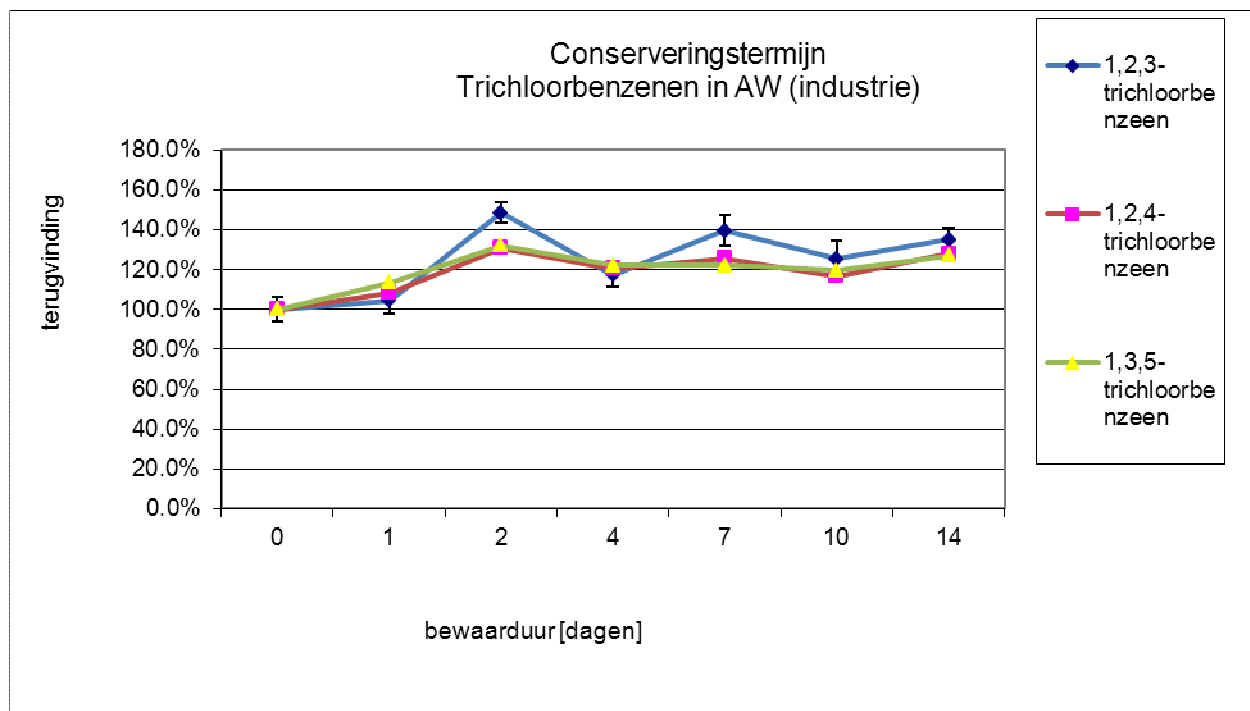
Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix PCB's in afvalwater (industrie)

<i>dagen</i>	<i>eenheid</i>	0	1	2	4	7	10	14
pcb 28	µg/L	100.0%	104.7%	102.2%	97.0%	96.5%	109.9%	104.8%
RSD	%	15.0%	5.2%	2.4%	9.3%	1.7%	4.0%	8.7%
z score		0.0	0.4	0.2	-0.2	-0.3	0.8	0.4
pcb 52	µg/L	100.0%	113.1%	114.6%	104.6%	106.4%	113.3%	96.9%
RSD	%	14.4%	7.5%	1.5%	8.0%	4.6%	1.9%	14.9%
z score		0.0	1.0	1.1	0.4	0.5	1.0	-0.2
pcb 101	µg/L	100.0%	112.0%	108.3%	99.2%	94.6%	102.5%	91.6%
RSD	%	14.5%	5.4%	1.4%	7.5%	5.4%	2.3%	13.5%
z score		0.0	0.9	0.7	-0.1	-0.4	0.2	-0.7
pcb 118	µg/L	100.0%	119.0%	113.0%	96.2%	103.3%	112.2%	112.7%
RSD	%	13.1%	1.2%	2.7%	7.1%	4.5%	8.1%	18.1%
z score		0.0	1.5	1.0	-0.3	0.3	1.0	1.0
pcb 138	µg/L	100.0%	111.3%	109.1%	96.4%	87.3%	97.8%	91.0%
RSD	%	14.9%	1.7%	1.1%	7.2%	4.5%	4.9%	15.1%
z score		0.0	0.9	0.7	-0.3	-1.0	-0.2	-0.7
pcb 153	µg/L	100.0%	112.1%	108.8%	98.4%	90.2%	100.3%	91.7%
RSD	%	14.3%	2.9%	1.5%	6.2%	4.8%	3.7%	14.2%
z score		0.0	1.0	0.7	-0.1	-0.8	0.0	-0.7
pcb 180	µg/L	100.0%	108.3%	107.3%	93.2%	80.3%	91.8%	84.1%
RSD	%	14.5%	1.7%	3.0%	7.7%	4.9%	5.3%	18.4%
z score		0.0	0.7	0.6	-0.5	-1.5	-0.6	-1.3



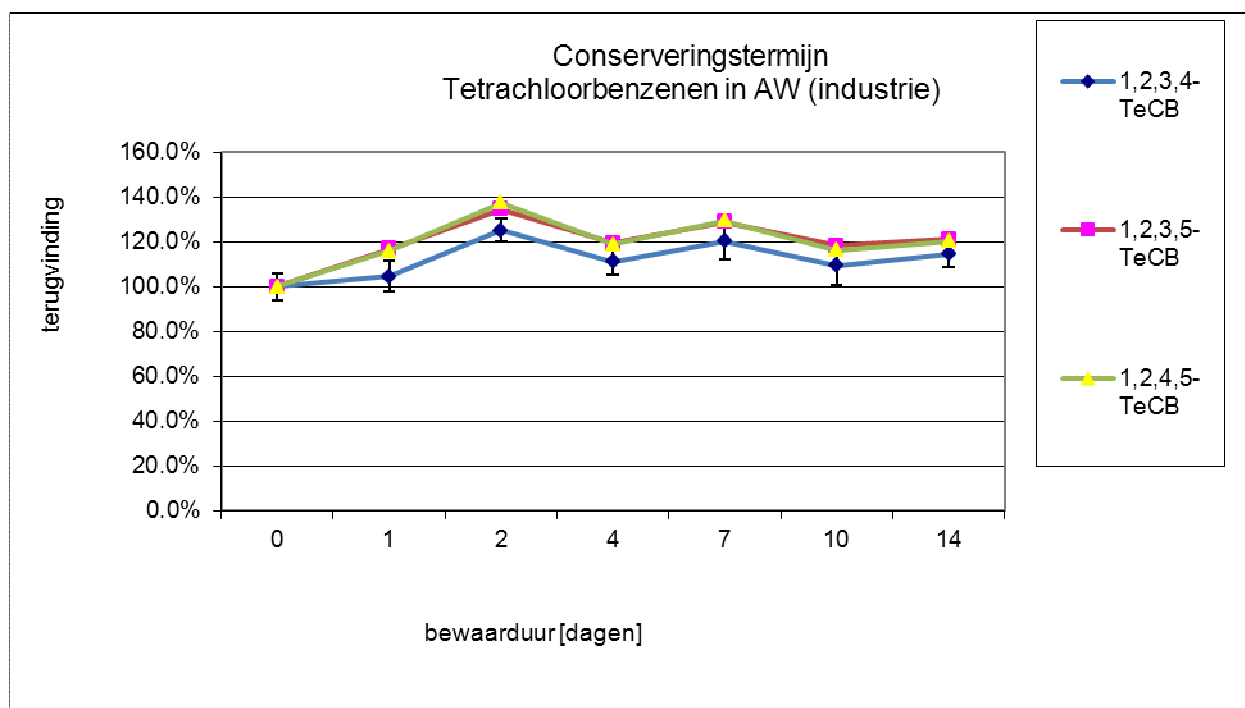
Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.								
Naam lab	OMEGAM Laboratoria							
Matrix	BV Trichloorbenzenen in afvalwater (industrie)							
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
1,2,3-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	104.6%	148.6%	117.2%	139.6%	125.5%	134.9%
RSD	%	10.8%	11.5%	7.1%	9.2%	4.6%	9.8%	10.2%
z score		0.0	0.3	3.1	1.1	2.5	1.6	2.2
1,2,4-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	108.4%	131.0%	120.7%	125.8%	116.7%	127.9%
RSD	%	9.4%	10.3%	8.3%	4.7%	5.3%	10.9%	10.7%
z score		0.0	0.5	2.0	1.3	1.7	1.1	1.8
1,3,5-trichloorbenzeen	µg/L	100.0%	113.4%	132.0%	122.3%	122.1%	119.5%	126.9%
RSD	%	9.4%	9.2%	9.6%	7.1%	5.4%	9.1%	12.5%
z score		0.0	0.9	2.1	1.4	1.4	1.3	1.7



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria BV
Matrix | Tetrachloorbenzenen in afvalwater (industrie)

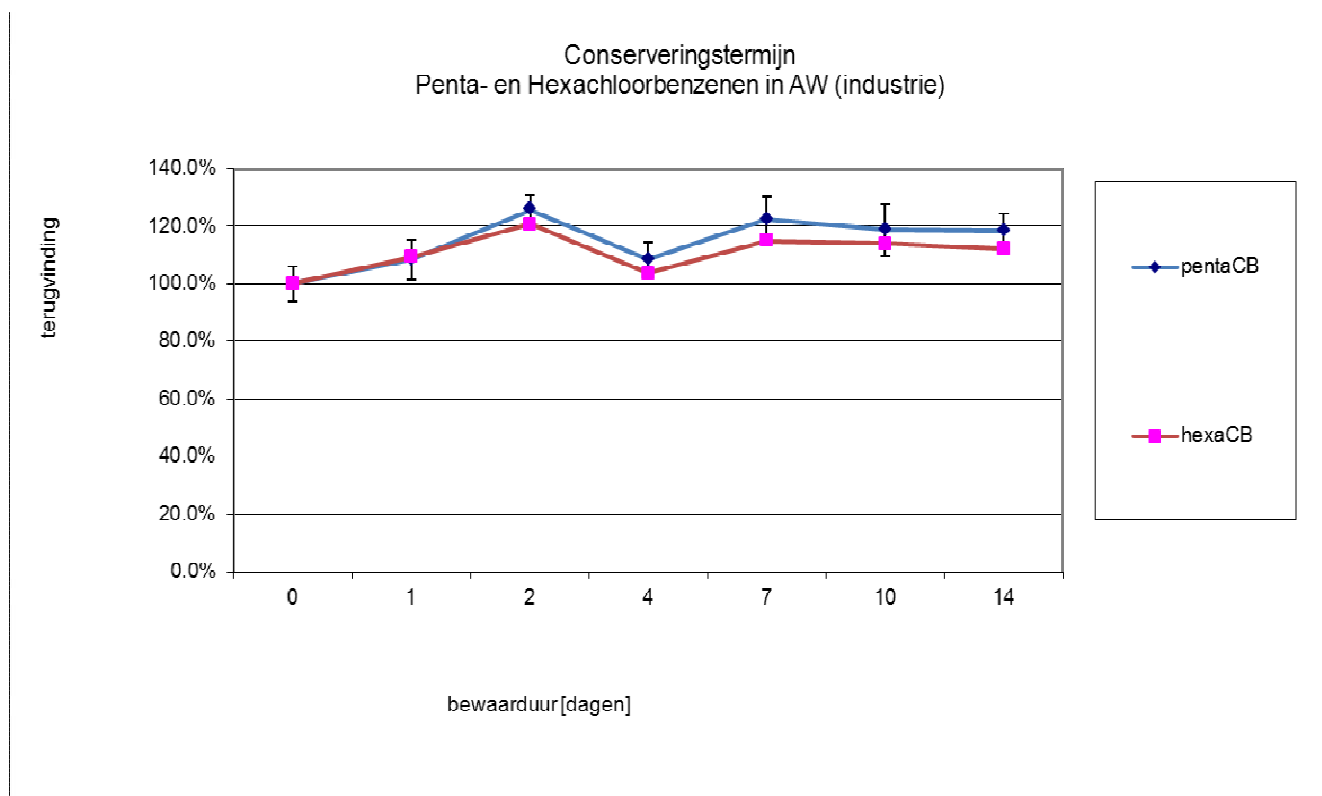
dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
1,2,3,4-TeCB	µg/L	100.0%	104.7%	125.1%	111.0%	120.3%	109.5%	114.5%
RSD	%	13.7%	8.1%	4.8%	7.1%	5.1%	9.0%	3.8%
z score		0.0	0.3	1.6	0.7	1.3	0.6	0.9
1,2,3,5-TeCB	µg/L	100.0%	116.9%	134.4%	119.3%	128.9%	118.4%	121.2%
RSD	%	11.0%	5.9%	3.5%	4.3%	4.6%	8.6%	4.2%
z score		0.0	1.1	2.2	1.2	1.9	1.2	1.4
1,2,4,5-TeCB	µg/L	100.0%	116.0%	137.5%	118.8%	129.3%	116.2%	120.4%
RSD	%	10.8%	6.0%	3.5%	4.6%	4.3%	8.9%	5.1%
z score		0.0	1.0	2.4	1.2	1.9	1.0	1.3



Rapportageformulier Validatie bewaarduur SIKB project 55.

Naam lab OMEGAM Laboratoria
Matrix BV
 Penta- en Hexachloorbenzenen in afvalwater (industrie)

dagen	eenheid	0	1	2	4	7	10	14
pentaCB	µg/L	100.0%	108.4%	125.6%	108.4%	122.2%	118.6%	118.4%
RSD	%	13.9%	7.6%	2.9%	7.1%	3.5%	6.5%	3.5%
z score		0.0	0.6	1.7	0.6	1.5	1.2	1.2
hexaCB	µg/L	100.0%	109.3%	120.7%	103.7%	114.9%	114.0%	112.1%
RSD	%	14.5%	7.7%	2.6%	7.5%	3.0%	3.6%	4.6%
z score		0.0	0.6	1.4	0.2	1.0	0.9	0.8



Bijlage C

Gedeelte uit accreditatie certificaat van OMEGAM Laboratoria BV

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

van **OMEGAM Laboratoria B.V.**

Amsterdam

Geldig van: **29-04-2009** tot **07-05-2014**

Vervangt bijlage d.d.: **05-05-2008**

45	Grond-, oppervlakte- en afvalwater	Het bepalen van het gehalte aan pesticiden en polychloorbifenyleen (PCB's); GC-ECD pentachloorbenzeen, hexachloorbenzeen, α -HCH, β -HCH, γ -HCH, isodrin, telodrin, heptachloor- <i>cis</i> -heptachloorocyclohexide, <i>trans</i> -heptachloorocyclohexide, aldrin, dieldrin, endrin, o,p' -DDT, o,p' -DDE, o,p' -DDD, o,p' -DDE, o,p' -DDE, α -endosulfan, heptachloorsubstituten, heptachloorheptaan, PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 en PCB 180	HK3-5GW eigen methode
----	------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------