

AP04 - SB

Accreditatieprogramma

Keuring van partijen grond, baggerspecie, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen

Onderdeel: Samenstelling Bouwstoffen en Afvalstoffen

Inhoudsopgave onderdeel Samenstelling bouwstoffen

SB 1	Introductie	4
SB 2	Overzicht van verrichtingen	5
SB 3	Begrippen/parameters	6
SB 4	Validatie van een verrichting	8
SB 4.1	Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken	9
SB 4.1.1	Aantoonbaarheidsgrens (AG)	9
SB 4.1.2	Bepalen van het meetbereik van de verrichting	9
SB 4.1.3	Toetsing van de modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse-instrument	9
SB 4.1.4	Bepalen van de intralaboratorium-bias / terugvinding (d, Tv)	9
SB 4.1.5	Bepalen van (intralaboratorium) reproduceerbaarheidsstandaardafwijking (s_{RW} , vc_{RW})	10
SB 4.2	Gelijkwaardigheidsonderzoek niet genormaliseerde verrichting	11
SB 4.3	Rapportage van werkzaamheden	11
SB 5	Kwaliteitsborging van een verrichting	12
SB 5.1	Eerstelijnscontrole	13
SB 5.1.1	Periodiek performance onderzoek	13
SB 5.1.2	Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een routinematige verrichting	14
SB 5.1.3	Kwaliteitsborging tijdens de uitvoering van een niet-routinematige verrichting	15
SB 5.1.4	Aanvullende dagelijkse kwaliteitsborgingspunten	16
SB 5.1.5	Aanvullende periodieke kwaliteitsborgingspunten	18
SB 5.2	Tweedelijnscontrole	19
SB 5.3	Derdelijnscontrole	19
SB 5.3.1	Toetsing van resultaten ringonderzoek	20
SB 6	Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen	23
Prestatieblad SB.I	Bepaling van het droge-stofgehalte in bouwstoffen en afvalstoffen	23
Prestatieblad SB.II	Bepaling van vluchtige aromatische koolwaterstoffen (BTEX) in bouwstoffen	25
Prestatieblad SB.III	Bepaling van Polycyclische Aromatische Koolwaterstoffen (PAK) in bouwstoffen m.u.v. bitumineuze materialen	28
Prestatieblad SB.IV	Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in bouwstoffen	31
Prestatieblad SB.V	Bepaling van minerale olie in bouwstoffen	33
Prestatieblad SB.VI	Bepaling van asbest in bouwstoffen	35
Prestatieblad SB.VII	Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in bitumineuze materialen	38
Prestatieblad SB.VIII	Onderzoeksprotocol voor overige parameters	40
Prestatieblad SB.IX	Bepaling van het gloeiverlies (LOI) in afvalstoffen	41
Prestatieblad SB.X	Bepaling van TOC in afvalstoffen	42
Prestatieblad SB.XI	Bepaling van pH in afvalstoffen	43
Prestatieblad SB.XII	Bepaling van Zuurbindend Vermogen (ZBV) in afvalstoffen	44
Prestatieblad SB.XIII	Bepaling van fenol in bouwstoffen	45
SB 7	Literatuur	47
SB7.1	Normatieve documenten	47
SB7.2	Informatieve documenten	48

Colofon

Status

Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB) heeft op [xx xxxx 20xx] ingestemd met dit document. Versie 11-c4 van dit document vervangt versie 10.0 en treedt in werking op [xx xxxx 20xx]. Versie 10.0 van dit document wordt ingetrokken op [inwerkingsdatum + 15 maanden], waarmee de overgangstermijn eindigt. Opgenomen beeldmateriaal is informatief en niet normatief.

Eigendomsrecht

Dit document is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert dit document inhoudelijk. De actuele versie van het document staat op de website van SIKB (www.sikb.nl) en is op elektronische wijze tegen ongewenste aanpassingen beschermd. Het is niet toegestaan om wijzigingen aan te brengen in de originele en door het AC Bodembeheer goedgekeurde en vastgestelde teksten met het doel hieraan rechten te (kunnen) 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 kunt u zich aanmelden voor automatische toezending van mutaties. U kunt daar ook verzoeken tot toezending per post van de gratis reguliere nieuwsbrief van SIKB: info@sikb.

Helpdesk/gebruiksaanwijzing

Voor vragen over inhoud en toepassing van 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.

SB 1 Introductie

Het Accreditatieprogramma "voor keuringen van partijen grond, baggerspecie, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffenonderdeel: bouwstoffen en afvalstoffen; samenstelling" (hierna te noemen (AP04-SB) beschrijft de verrichtingen en de prestatiekenmerken van de verrichtingen, welke in het kader van het Besluit bodemkwaliteit en de Regeling bodemkwaliteit 2022 en/of Bm/Bssa dienen te worden toegepast. 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-SB zijn de (inter)nationaal genormaliseerde verrichtingen, welke bij het onderzoek in het kader van het Besluit bodemkwaliteit en de Regeling bodemkwaliteit 2022 en/of Bm/Bssa worden gebruikt. Een aantal verrichtingen is conform de genormaliseerde voorschriften dwingend voorgeschreven. Voor de niet dwingend 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 verrichtingen welke onder het Accreditatieprogramma vallen in hoofdstuk SB2 vermeld. In hoofdstuk SB3 worden de gebruikte begrippen en parameters gedefinieerd en SB4 is de validatie van een verrichting weergegeven door algemeen geaccepteerde procedures. In hoofdstuk SB5 is de eerste, tweede en derdelijnscontrole omschreven welke minimaal moet worden toegepast tijdens de uitvoering van verrichtingen welke onder het Accreditatieprogramma voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen vallen. De technische gegevens van de verrichtingen en de daarbij horende prestatiekenmerken zijn in hoofdstuk SB6 vermeld.

SB 2 Overzicht van verrichtingen

In dit onderdeel van het Accreditatieprogramma zijn alle verrichtingen, welke in het kader van het Besluit bodemkwaliteit en de Regeling bodemkwaliteit en/of Bm/Bssa ten behoeve van samenstellingsonderzoek aan bouwstoffen (niet zijnde grond) en afvalstoffen kunnen worden gebruikt, opgenomen.

De op in dit onderdeel beschreven verrichtingen van toepassing zijnde normversies zijn vermeld in hoofdstuk SB7.

Voor de pakketindeling van de specificatie Samenstelling bouwstoffen (niet zijnde grond) en afvalstoffen wordt verwezen naar AP04A.

De volgende verrichtingen worden in AP04-SB beschreven:

Bouwstoffen

- Bepaling van het droge–stofgehalte in bouwstoffen;
- Bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen in bouwstoffen.
- Bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in bouwstoffen m.u.v. bitumineuze materialen.
- Bepaling van het gehalte aan PCB in bouwstoffen.
- Bepaling van het gehalte aan minerale olie in bouwstoffen.
- Bepaling van asbest in bouwstoffen.
- Bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in bitumineuze materialen.
- Bepaling van het gehalte aan fenol.
- Onderzoeksprotocol voor overige analyten.

Opmerking:

De normen voorgeschreven in de prestatiebladen van bovenstaande verrichtingen hebben grond als toepassingsgebied. Uit de resultaten van ANVM project 92 blijkt echter dat indien de aanwijzingen van NEN 7330 worden opgevolgd, de bovengenoemde normen voor opwerking en analyse ook geschikt zijn voor bouwstoffen. Uitzonderingen hierop vormen **bitumineuze materialen** en **asbesthoudende bouwstoffen**. Geschikte analysemethoden voor de bepaling van organische componenten in bitumenhoudende materialen staan vermeld in NEN 7331/A1. Voor PAK in bitumineuze materialen is een apart prestatieblad opgesteld, gebaseerd op NEN 7331/A1. De bepaling van asbest in bouwstoffen wordt uitgevoerd conform NEN 5898/C1.

Voor de voorbehandeling van bouwstoffen wordt verwezen naar het betreffende Accreditatieprogramma-onderdeel AP04-V.

Afvalstoffen

- Bepaling van het droge stofgehalte
- Bepaling van pH-CaCl₂
- Bepaling van de gloeirest (LOI)
- Bepaling van de TOC
- Bepaling van het Zuurbindend Vermogen (ZBV)

Voor de voorbehandeling van afvalstoffen wordt verwezen naar het betreffende Accreditatieprogramma-onderdeel AP04-V.

SB 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 samenstellingsklassen van het monster.

Opmerking: Het betreft over het algemeen de verschillende matrixsoorten (bijv. bouwstoffen: zeefzand, menggranulaat, zwarte mijnsteen en cementstabilisaties) en bekende interferenties.

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.

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

Hierbij is:

- x_i : meetwaarde;
- $\bar{x}$: toetswaarde zoals:
 - "assigned value" bij een interlaboratorium onderzoek;
 - 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^2 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^2 zijn vastgesteld met inachtneming van de risico's van toevallige overschrijding en de relevantie t.o.v. de totale meetfout.

SB 4 Validatie van een verrichting

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

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

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

In het onderzoek moet worden aangetoond dat de prestatiekenmerken gelijkwaardig zijn aan die van de aangegeven norm, welke als referentiepunt geldt binnen het Accreditatieprogramma, zie ook SB4.2.

Als basis voor het bepalen van 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 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 prestatieblad, inclusief monstervoorbewerkingen als extractie, ontsluiting, enz. Indien dit niet het geval is, staat expliciet in het prestatieblad of het validatie-onderzoek aangegeven voor welk deel van de verrichting de prestatiekenmerken gelden.

Indien van de norm wordt afgeweken dient te worden vastgesteld of de selectiviteit van de verrichting overeenkomt met de genormaliseerde verrichting.

Bij methodebepaalde parameters mag niet van het (meet)principe worden afgeweken en dient de methode conform de gedefinieerde verrichting te worden uitgevoerd.

De validatie dient te worden herhaald als de gelijkwaardige verrichting of de norm verandert. Dit moet conform NEN 7777/C1 "Ingebruikneming aangepaste methode" plaatsvinden.

De prestatiekenmerken worden, indien niet anders vermeld in het prestatieblad van de desbetreffende parameter, bepaald op een grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, eventueel na additie van het te onderzoeken analyt, het verwijderen van het oplosmiddel en het in acht nemen van een wachttime van ten minste 48 uur.

Concentratieniveaus voor validatie worden overeenkomstig NEN 7777/C1 gekozen.

Opmerking

Voor de keuze van concentratieniveaus in het kader van validatie en kwaliteitsborging wordt als meetbereik van een verrichting in het kader van AP04 bedoeld het gebied tussen de in de prestatiebladen geëiste aantoonbaarheidsgrenzen en de hoogste waarde van de meetgrootte die volgens voorschrift kan worden gemeten waarbij de prestatiekenmerken aan gedefinieerde eisen voldoen.

SB 4.1 Testprocedure en kwantificering van prestatiekenmerken

SB 4.1.1 Aantoonbaarheidsgrens (AG)

Het bepalen van de aantoonbaarheidsgrens staat beschreven in NEN 7777/C1. De aantoonbaarheidsgrens moet, op basis van reproduceerbaarheidscondities, worden vastgesteld op een grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, tenzij anders is vermeld in het prestatieblad van de desbetreffende parameter.

Criterium

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

Opmerking1: Voor de bepaling van de aantoonbaarheidsgrens voor TOC in afvalstoffen geldt de eis voor het organische-stofgehalte niet omdat bij de validatie moet worden uitgegaan van een relevant niveau.

Opmerking2: Voor de bepaling van asbest is de aantoonbaarheidsgrens (AG_i) niet relevant. In afwijking van NEN 7777/C1 wordt in plaats van de aantoonbaarheidsgrens de bepalingsgrens vastgesteld conform NEN 5898. De bepalingsgrens wordt hierbij slechts eenmalig vastgesteld.

SB 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 de gedefinieerde eisen voldoen.

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. bias) voor waarden boven de aantoonbaarheidsgrens nog niet aan gedefinieerde eisen voldoet.

Opmerking: Bij de bepaling van asbest wordt het meetbereik niet vastgesteld. Het meetbereik van de analysemethode voor asbest is naar boven toe niet begrensd. Voor aanvullende informatie wordt verwezen naar NEN 5898.

SB 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.

Opmerking: In afwijking op NEN 7777/C1 wordt de lineariteit bij de bepaling van asbest niet getoetst. Vanaf de bepalingsgrens tot aan de maximale meetwaarde (100 % asbest) is de methode lineair. Voor aanvullende informatie wordt verwezen naar NEN 5898.

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

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

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

SB 4.1.4.1 Intralaboratorium-bias met behulp van gecertificeerd referentiemateriaal (of monster met een conventionele waarde)

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 voor de bias.

Toelichting: De eisen aan de terugvinding en bias gelden 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 fluctuaties rondom het gemiddelde binnen acceptabele grenzen blijft.

SB 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 additie aan het monstermateriaal vindt plaats na de voorbehandeling van het monster conform AP04-V.

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

Toelichting: *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. Dit is niet mogelijk voor de bepaling van vluchtige verbindingen (zie AP04-V voor de definitie van vluchtige verbindingen)*

Criterium

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

SB 4.1.5 Bepalen van (intralaboratorium) reproduceerbaarheidsstandaardafwijking (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 bepaling moet de gehele meetmethode worden doorlopen, dus inclusief monstervoorbehandeling.

Dit houdt in dat voordat een monster in duplo of in meervoud wordt geanalyseerd, het voorbehandeld moet zijn conform AP04-V. Wanneer voor het verkrijgen van een goed concentratieniveau, aan een monster analyt wordt geaddeerd, dan mag dit zowel voor als na de monstervoorbehandeling worden gebeuren.

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

In het prestatieblad wordt de intralaboratoriumreproduceerbaarheid (tenzij anders aangegeven) als variatiecoëfficiënt (VC_{RW}) uitgedrukt.

Criterium

- De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt dient lager te zijn dan de in het prestatieblad vermelde eis.

Opmerking: *Voor de bepaling van asbest is de (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsstandaardafwijking niet relevant. Bij de bepaling van asbest wordt de (pseudo)herhaalbaarheidsstandaard-afwijking bepaald conform NEN 5898, Bijlage B §1.3, door herhaalde analyse, door verschillende analisten, van een geaddeerd en voorbehandeld monster. Na een analyse worden de gevonden asbestdeeltjes aan de betreffende fractie teruggevoegd.*

SB 4.2 Gelijkwaardigheidsonderzoek niet genormaliseerde verrichting

Het gelijkwaardigheidsonderzoek is niet relevant voor methodebepaalde parameters maar moet worden uitgevoerd indien een verrichting niet conform de referentiemethode wordt uitgevoerd. Het gelijkwaardigheidsonderzoek dient conform NEN 7778/C1 te worden uitgevoerd.

SB 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.

SB 5 Kwaliteitsborging van een 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 en gecertificeerde materialen.

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 (SG5.1) 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 (SG5.2) en de derdelijnscontrole (SG5.3) de 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 verschillen 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.

SB 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 SB6).

Voor niet-routinematige verrichtingen gelden afwijkende frequenties.

De eerstelijnscontrole voor de bepaling van asbest vindt op afwijkende wijze plaats. Zie voor de werkwijze bij de bepaling van asbest het prestatieblad. Criterium hierbij is dat het resultaat van de controle moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

SB 5.1.1 Periodiek performance onderzoek

De uitgangsmaterialen waarop het onderzoek wordt uitgevoerd zijn:

Bouwstof : grondmonster met een organische-stofgehalte >10 %, tenzij anders aangegeven.

Opmerking 1: *het is toegestaan om een monster met consensuswaarde, bijv. SETOC 789/ISE 859 toe te passen voor het periodiek performance onderzoek, als hiermee op bias wordt getoetst in plaats van terugvinding.*

SB 5.1.1.1 Terugvinding (routinematig onderzoek)

Analyten : alle parameters.
 Concentratiebereik : geaddeerde monsters met concentratie binnen het meetbereik van de verrichting
 Werkwijze : zie SB4.1.4.
 Frequentie : 1 op de 100 monsters, met een minimum van 1 per maand en een maximum van 1 per week.
 Aantal : enkelvoud.
 Criteria : Zie het criterium, vermeld in de prestatiebladen.

Periodiek performance onderzoek op terugvinding is niet van toepassing voor een niet-routinematige verrichting (zie SB5.1.3).

Toelichting : *Bij multicomponentanalyses worden de, in de prestatiebladen aangegeven, kritische parameters in een controlekaart bijgehouden. Van de andere componenten dient per half jaar de terugvinding te worden bepaald.*

SB 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 SB5.1.4.1.
 : niet routinematig onderzoek:
 zie SB4.1.5.
 Frequentie : routinematig onderzoek:
 evaluatie per kwartaal.
 niet routinematig onderzoek:
 1 maal per jaar.
 Criteria: : Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder herhaalbaarheidscondities: de herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

Indien de duplo-analyses worden uitgevoerd onder reproduceerbaarheidscondities: de reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt moet voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eis.

SB 5.1.1.3 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt (vc_{RW})

De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt dient te worden bepaald als:

- geen controlekaart wordt gebruikt,

- een controlekaart wordt gehanteerd waaruit de intralaboratoriumreproduceerbaarheid niet voor alle parameters kan worden bepaald in het gewenste concentratiebereik.

Analyten	: parameters.
Concentratiebereik	: binnen het meetbereik van de verrichting.
Werkwijze	: zie SB4.1.6.
Frequentie	: 1 maal per jaar.
Aantal	: minimaal tien stuks.
Criteria	: In het prestatieblad vermelde eis.

SB 5.1.1.4 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie van het analyse instrument (routine-matig)

De geldigheid van de kalibratiefunctie moet worden getoetst indien:

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

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

Analyten	: alle parameters;
Concentratiebereik	: het meetbereik van het analyse-instrument;
Werkwijze	: zie SB4.1.3 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 SB4.1.3
Criteria	: zie SB4.1.3

SB 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 dient te worden vastgesteld indien:

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

Hierin: B_{gev}	: de gevonden gevoeligheid;
AG_{eis}	: de in het prestatieblad geëiste aantoonbaarheidsgrens;
AG_{vst}	: de aantoonbaarheidsgrens bepaald tijdens het laatste vaststellingsonderzoek;
B_{vst}	: de gevoeligheid bepaald tijdens het laatste vaststellingsonderzoek.

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

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 SB4.1.1.
Criteria	: De aantoonbaarheidsgrens dient overeen te komen met de in het prestatieblad gegeven eis.

SB 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

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

alle facetten van de verrichting (inclusief de voorbereidende handelingen t.b.v. analyse en analyse) de kwaliteit aantoonbaar wordt geborgd. Deze kwaliteitsborging dient te geschieden op een reële bouw- of afvalstof (tenzij anders aangegeven in de prestatieblad), waarbij de meetwaarde ligt binnen het meetbereik van de verrichting. Het gebruik van grond, niet zijnde zand, is toegestaan.

De resultaten dienen statistisch te worden gecontroleerd conform NEN 6603.

Toelichting: *Indien een gelijkwaardige 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 een praktijkmonster of mengmonster van praktijkmonsters, bij voorkeur een mengsel van bouwstoffen, genomen. Het gebruik van grond, niet zijnde zand, is toegestaan. Het praktijkmonster dient de te bepalen analyten (zie prestatieblad) in de gewenste concentratie te bevatten. Het monster dient dusdanig te worden gehomogeniseerd dat de inhomogeniteit van het monster geen significante invloed heeft op de intralaboratoriumreproduceerbaarheid. In sommige gevallen dient het controlemonster om praktische redenen (bijv. beperkte houdbaarheid) te worden vervangen door een terugvindingsexperiment, zoals bij de bepaling van vluchtige componenten in een bouwstof. Voor het controle monster mag ook een referentiemonster worden gebruikt, indien deze aan de gestelde criteria voldoet (zie SB4.1.4.1.).

Opmerking : *In de praktijk kan het samenstellen van een controlemonster tot moeilijkheden leiden. Indien een of twee analyten niet in het gestelde concentratiebereik ligt mag deze aan het monster worden toegevoegd (zie SB4.1.4).*

SB 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 validatieonderzoek dienen de volgende prestatiekenmerken minimaal te worden getoetst:

- terugvinding;
- modelafwijking / alineariteit indien de bepaling van de kalibratiefunctie niet is overgedimensioneerd (zie voetnoot SB5.1.1.4);
- reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt, evt. herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt;
- aantoonbaarheidsgrens.

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

- 1) één blanco-experiment,
- 2) twee terugvindingsexperimenten tussen 10 maal de aantoonbaarheidsgrens en 0,3 maal de samenstellingswaarde.
- 3) twee terugvindingsexperimenten tussen 1,0 en 1,5 maal de samenstellingswaarde.

SB 5.1.3.1 Terugvinding

Analyten	:	alle parameters;
Werkwijze/berekening	:	zie SB4.1.4. 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.

SB 5.1.3.2 Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt, evt. Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

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

SB 5.1.3.3 Modelafwijking / alineariteit van de kalibratiefunctie

Analyten	: alle parameters;
Frequentie	: per onderzoek;
Berekening	: zie SB4.1.3
Criteria	: zie SB4.1.3

SB 5.1.3.4 Aantoonbaarheidsgrens

Analyten	: alle parameters;
Frequentie	: per onderzoek;
Criteria	: zie SB5.1.1.5.

SB 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.

SB 5.1.4.1 Bepalen in meervoud (duplobepaling)

Die analyses waarvoor de deelmonsters worden genomen voordat monstervoorbewerking heeft plaatsgevonden, dienen in tweevoud te worden uitgevoerd. De duplobepaling wordt onder herhaalbaarheidscondities uitgevoerd. Dit geldt bijvoorbeeld wanneer een monster als asbestverdacht is gekenmerkt.

Een duplobepaling dient aan het volgende criterium te voldoen indien de meetwaarde hoger is dan 20 maal de aantoonbaarheidsgrens:

- De meetresultaten van de duplobepalingen mogen niet meer dan 4 maal de eis voor de herhaalbaarheidsstandaardafwijking van elkaar afwijken. Als deze eis relatief is dan wordt de procentuele onderlinge afwijking van de duploresultaten berekend uitgaande van het gemiddelde resultaat.

Opmerking: Bovenstaande heeft geen betrekking op verrichtingen waarbij de deelmonsters voorafgaand aan de meting separaat worden opgewerkt en daarna worden samengevoegd (vluchtige verbindingen, cyanide).

Van de bepaling in duplo wordt de gemiddelde waarde gerapporteerd. Als een van beide resultaten lager is dan de rapportagegrens dan wordt voor dit resultaat, voor de berekening van het gemiddelde, $0,7 \cdot$ de rapportagegrens genomen.

In het rapport wordt door middel van een opmerking vermeld dat voor de analyses is uitgegaan van het veldvochtige monster.

Wanneer een monster zichtbaar asbest bevat, maar niet als asbestverdacht is gekenmerkt, dan wordt dit gemeld aan de opdrachtgever. Vervolgens wordt overlegd hoe verder wordt gehandeld met het monster.

SB 5.1.4.2 Omgaan met duplomonsters

Als monsterneming plaatsvindt conform Protocol 1002 'Monsterneming voor partijkeuringen niet-vormgegeven bouwstoffen' of Protocol 1003 'Monsterneming voor partijkeuringen vormgegeven bouwstoffen', dan worden per partij te onderzoeken bouwstoffen minimaal twee mengmonsters samengesteld en aan het laboratorium geleverd voor onderzoek. Deze twee mengmonsters worden in het kader van de partijkeuring beschouwd als duplomonsters.

In BRL SIKB 1000 en AS SIKB 1000 is aangegeven dat analyseresultaten en toetsing van de analyseresultaten onderdeel kunnen zijn van een rapportage of milieuhygiënische verklaring. Indien dit het geval is en indien er een verschil van meer dan een factor 2,1 bestaat tussen analyseresultaten van de duplomonsters, dan kan door de opdrachtgever om een heranalyse worden verzocht.

Opmerking 1: *De procedure van de controle op de factor 2.1 is niet van toepassing voor de resultaten van de bepaling van asbest.*

In het geval van verzoek om heranalyse moet de volgende werkwijze worden toegepast.

Toelichting: *In het Bouwstoffenbesluit (o.m. Uitvoeringsregeling Bouwstoffenbesluit, bijlage F) was geregeld dat monsterneming in voorkomende gevallen dient te worden herhaald als tussen twee duplomonsters een verschil van meer dan een factor 2,1 wordt vastgesteld. In de Regeling Bodemkwaliteit 2022 is deze passage wederom opgenomen.*

Opmerking: *De hier gegeven werkwijze is gebaseerd op de Notitie Heranalyse van het Vakdeskundigenoverleg van Fenelab (d.d. 31 mei 2010).*

Werkwijze bij heranalyse van duplomonsters:

Controleer of beide originele monstermaterialen nog binnen de conserveringstermijn van de desbetreffende analyse vallen. Als dit zo is, voer dan de heranalyse uit vanuit elk van beide opgeslagen contramonsters.

De resultaten van de heranalyses kunnen in een nieuwe versie van het analyserapport worden gerapporteerd. Vallen de monstermaterialen buiten de conserveringstermijn dan moet dit middels een opmerking op het analyserapport worden vermeld.

Handel voor elk contramonster als volgt:

Wanneer het resultaat van de heranalyse afwijkt van het originele resultaat dan hoeft niet direct duidelijk te zijn welk resultaat juist is of dat er sprake van bijvoorbeeld zeer inhomogeen monstermateriaal. Duidelijkheid hieromtrent kan worden verkregen door de heranalyse direct in duplo uit te voeren.

Beoordeel of het resultaat van de heranalyse significant verschilt van het originele resultaat. Neem hiervoor als criterium 4 maal de eis voor de reproduceerbaarheids-standaarddeviatie. Als de reproduceerbaarheidsstandaarddeviatie een relatieve waarde heeft, ga dan voor de berekening van de significantiegrenswaarde uit van het originele resultaat.

Als het resultaat van de heranalyse significant verschilt van het originele resultaat:

- Indien een oorzaak voor het verschil is gevonden in de originele analyse: rapporteer het resultaat van de heranalyse.
- Indien geen oorzaak voor het verschil is gevonden, voer dan de heranalyse opnieuw uit als niet in eerste instantie al een duploanalyse is uitgevoerd.
 - Als de twee resultaten van de heranalyses met elkaar overeenkomen dan wordt ervan uitgegaan dat het originele resultaat onjuist is. Breng in dat geval een nieuw rapport op basis van het gemiddelde van de twee resultaten van de heranalyses.
 - Als de twee resultaten van de heranalyses niet met elkaar overeenkomen, dan is veelal sprake van inhomogeniteit van het oorspronkelijke monstermateriaal. Breng in dat geval een nieuw analyserapport uit waarin naast het originele resultaat ook de resultaten van beide heranalyses worden gerapporteerd en waarin middels een opmerking melding wordt gemaakt van de geconstateerde inhomogeniteit.

De beoordeling van de resultaten van de heranalyses moet door een daartoe bevoegde medewerker worden uitgevoerd.

SB 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.

SB 5.1.5.1 Het gebruik van (procedurele) interne standaarden

Indien in een gedefinieerde verrichting gebruik wordt gemaakt van een of meer (procedurele) interne standaarden, dan moet de instelling de standaard(en) toepassen. De (procedurele) interne standaard(en) moeten worden toegevoegd op het moment en worden toegepast op de wijze zoals beschreven in de gedefinieerde verrichting.

Opmerking: *Kenmerkende momenten voor het toevoegen van een interne standaard in een verrichting zijn: voorafgaande aan een extractie, derivatisering of injectie.*

Indien in een gedefinieerde verrichting geen gebruik wordt gemaakt van (procedurele) interne standaarden dan mag de instelling, indien mogelijk, gebruik maken van interne standaard(en) om grove fouten in de verrichting op te sporen.

Voorwaarde aan het gebruik van deze 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 congeneer van de te bepalen analyten.
- Een interne standaard wordt toegepast wanneer de verrichting dit toelaat.

Een meetwaarde mag alleen voor een (procedurele) 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.

SB 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. 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.

Toelichting: *Een voorbeeld van een specifieke detector is een massaselectieve detector (MS).*

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 destruaat/extract, het zekergestelde analysemonster voor de reeds uitgevoerde analyse, op het voorbereekte 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.

SB 5.1.5.3 Consistentie-analyse 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.

SB 5.2 Tweedelijscontrole

Het laboratorium dient de verrichtingen regelmatig te onderzoeken met een tweedelijscontrolemonster, waarvan de identiteit zo mogelijk niet bekend is. De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt, behoudens voor de bepaling van asbest. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste 1 een derdelijscontrole (ringonderzoek).

Voor de tweedelijscontrole 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 tweedelijscontrole kan gebruik worden gemaakt van:

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

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

Opmerking: *De tweedelijscontrole voor de bepaling van asbest vindt minimaal vier keer per jaar plaats, door middel van additie van hechtgebonden asbest aan niet asbesthoudende praktijkmonsters. Zie voor de werkwijze bij de tweedelijscontrole bij de bepaling van asbest het prestatieblad. Criterium hierbij is dat de terugvinding en de (pseudo)herhaalbaarheid moet voldoen aan de in het prestatieblad gestelde eis.*

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

SB 5.3 Derdelijscontrole

De instelling dient, indien mogelijk, regelmatig de geaccrediteerde verrichtingen aan derdelijscontrolemonsters te onderwerpen. Hierbij kan gebruik worden gemaakt van ringonderzoeken. De frequentie is zodanig dat de som van de tweede- en derdelijscontroles per jaar minimaal 4 bedraagt, behoudens voor de bepaling van asbest. Daar waar mogelijk is hiervan ten minste 1 een derdelijscontrole (ringonderzoek). Voor de derdelijscontrole dienen de procedurele aspecten in een apart document te zijn opgenomen.

Opmerking: *Voor de bepaling van asbest geldt dat minimaal één keer per jaar moet worden deelgenomen aan een ringonderzoek dan (ondermeer) de typering van asbesttypen omvat. Zie voor de uitvoeringswijze het prestatieblad.*

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

SB 5.3.1 Toetsing van resultaten ringonderzoek

De resultaten van een ringonderzoek worden op onderstaande wijze geëvalueerd.
Per parameter worden de z-scores 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:

$$s_{Rw,eis} > s_{ring} \rightarrow s = s_{Rw,eis}$$

$$s_{Rw,eis} < s_{ring} \rightarrow s = s_{ring}$$

waarin :

$s_{Rw,eis}$ de eis ten aanzien van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid-standaardafwijking;
 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 voor 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: Criteria voor de beoordeling van ringonderzoeken¹

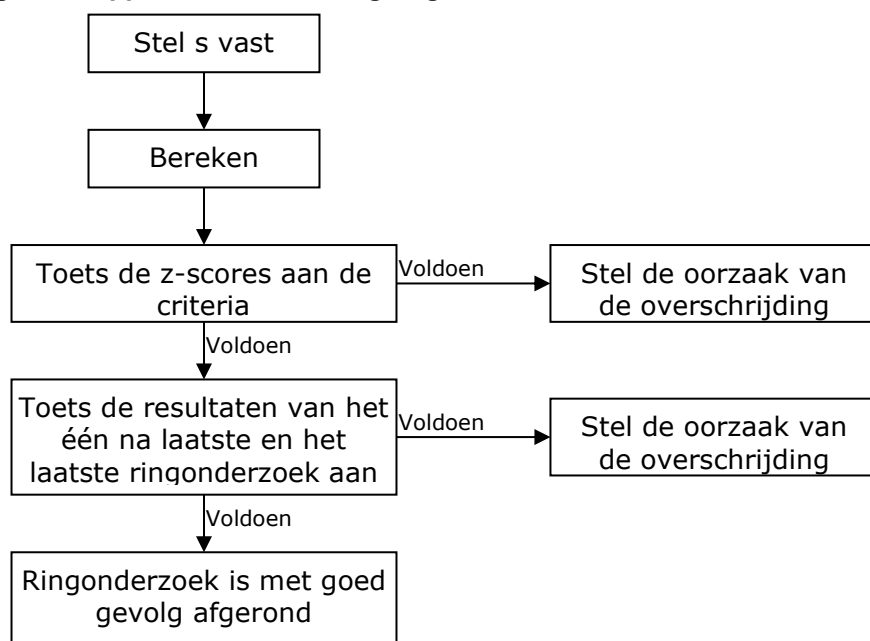
Aantal te beoordelen monsters	Toegestaan ²	Niet toegestaan ³
1	II	III
2	I, II	II, II I, III
3	I, II, II	II, II, II I, I, III
4	I, I, II, II	I, II, II, II I, I, I, III
5	I, I, I, II, II	I, I, II, II, II I, I, I, I, III
6	I, I, I, I, II, II	I, I, I, II, II, II I, I, I, I, I, III
7	I, I, I, I, I, II, II,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

¹) I = $|z| < 2$ sigma (gehalte ligt in het 95% betrouwbaarheidsgebied), II = $2 \text{ sigma} < |z| < 3$ sigma (gehalte ligt buiten het 95% betrouwbaarheidsgebied) en III = $|z| > 3$ sigma (een overschrijding stel oorzaak vast); ²) z-scores per parameter die binnen één ringonderzoek zijn toegestaan; ³) z-scores per parameter waar vanaf de oorzaak van de afwijking moet worden vastgesteld.

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

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

Figuur Stappenschema toetsing ringonderzoek resultaten



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

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

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

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

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

SB 6 Technische beschrijving en kwaliteitsborging van verrichtingen

Prestatieblad SB.I Bepaling van het droge-stofgehalte in bouwstoffen en afvalstoffen

Beginsel

luchtdroge bouwstof of afvalstof

Luchtdroge bouw- of afvalstof wordt bij 105 °C gedroogd tot constante massa. Het massaverschil tussen de hoeveelheid bouw- of afvalstof vóór en na het drogen is een maat voor het vochtgehalte en daarmee tevens voor het gehalte droge stof.

NB: indien bij een afvalstof bovenstaand water wordt afgeheveld tijdens de voorbehandeling dient de hoeveelheid afgeheveld te worden gerapporteerd en te worden verrekend met het droge-stofgehalte van het monster na afhevelen, opdat ook het droge-stofgehalte van het originele monster bekend is. Beide droge-stofgehalte dienen te worden gerapporteerd.

veldvochtig monster en vermalen monster

Veldvochtige bouw- of afvalstof wordt bij 105 °C gedroogd tot constante massa. Het massaverschil tussen de hoeveelheid bouw- of afvalstof vóór en na het drogen is een maat voor het vochtgehalte en daarmee tevens voor het gehalte aan droge stof.

NB: indien bij een afvalstof bovenstaand water wordt afgeheveld tijdens de voorbehandeling dient de hoeveelheid afgeheveld te worden gerapporteerd en te worden verrekend met het droge-stofgehalte van het monster na afhevelen, opdat ook het droge-stofgehalte van het originele monster bekend is. Beide droge-stofgehalte dienen te worden gerapporteerd.

Conformiteit met de norm

Het toepassingsgebied van de aangegeven normen is grond, slib en/of vaste milieumatrices. Derhalve kan voor bouwstoffen geen conformiteit met de normen worden geclaimd. Het toepassingsgebied van NEN-EN 15934 en NEN-EN-ISO 11465 omvat wel afvalstoffen.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities *)

Bewaartermijn *)

Monstervoorbehandeling

Bewaarcondities *)

Bewaartermijn *)

Verrichting

Monstergrootte

In meervoud

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

Blanco

Controlemonster (controle van de spreiding)

Terugvinding

Bias

20 - 50% (m/m)

50 - 100% (m/m)

Herhaalbaarheidsstandaardafwijking

20 - 50% (m/m)

50 - 80% (m/m)

80 - 100% (m/m)

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking

20 - 50% (m/m)

50 - 80% (m/m)

80 - 100% (m/m)

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

Confirmatie

Specifieke aandachtspunten

Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters

Droge stof

85 - 100 % (m/m)

70 - 85 % (m/m)

50 - 70 % (m/m)

20 - 55 % (m/m)

alle bovengenoemde combinaties dienen op minimaal 10 verschillende monsters conform paragraaf SB4.2.2 worden getoetst.

aanvullende vergelijkingsexperimenten

TWEDE- EN DERDELIJNSCONTROLE

*) Bewaarcondities en –termijnen: in geval van afvalstoffen geldt, omdat het monster kan zijn samengesteld uit deelmonsters die over langere periode zijn verzameld, dat de bewaartermijn ingaat op het moment van aanlevering bij het laboratorium.

Ter toelichting moet het laboratorium de volgende opmerking op het rapport plaatsen:

"Dit monster is onderzocht in het kader van de Regeling Bm/Bssa. Volgens deze Regeling is het acceptabel de bewaartermijn zoals gesteld in de betreffende analysenorm te overschrijden."

Veldvochtige bouw- of afvalstof

Bouwstof

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

Afvalstof

Regeling Bm/Bssa

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

NEN 6499

NEN-EN 15934

NEN-EN-ISO 11465

(35 ± 5 g); voor grove materialen mag

zonodig meer ingezet worden

in duplo

n.v.t.

n.v.t.

2 % in duplo of additie van H₂O (<20%) aan zand

90-110 % (relatief)

< 2,5 % (absoluut)

< 5 % (relatief)

< 5 %

< 2,5 %

< 2,5 %

< 5 %

< 2,5 %

< 2,5 %

n.v.t.

n.v.t.

n.v.t.

ja, verschillende bouwstoffen

Veldvochtige bouwstof

x

x

x

x

nee

n.v.t.

Luchtdroge bouw- of afvalstof

Bouwstof

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

Afvalstof

Regeling Bm/Bssa

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

NEN 6499

NEN-EN 15934

NEN-EN-ISO 11465

(12,5 ± 2,5 g); voor grove materialen mag

zonodig meer ingezet worden

in duplo (indien niet gehomogeniseerd)

n.v.t.

n.v.t.

2 % in duplo of additie van H₂O (<10%) aan zand

90-110 % (relatief)

n.v.t.

< 5 % (relatief)

< 2,5 %

< 2,5 %

< 2,5 %

< 2,5 %

n.v.t.

n.v.t.

n.v.t.

Luchtdroge bouwstof

x

x

Prestatieblad SB.II Bepaling van vluchtige aromatische koolwaterstoffen (BTX) in bouwstoffen

Beginsel

Het analysemonster wordt in viervoud geëxtraheerd met methanol. De extracten worden gemengd tot één mengextract. Een gedeelte van het extract wordt met water verdund. Voor de meting kunnen twee methoden worden toegepast:

- De vluchtige verbindingen worden uit deze oplossing gedreven met stikstofgas.
- De vluchtige verbindingen worden gemeten vanuit de luchtlaag boven het extract-oppervlak.

Het gehalte aan vluchtige verbindingen wordt gemeten met een gaschromatograaf met FID-detectie of met een massaspectrometer.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
Benzeen	71-43-2	0,3	1
Tolueen	108-88-3	0,3	1,25
Ethylbenzeen	100-41-4	0,3	1,25
o-Xyleen	95-47-6	0,1	–
m-Xyleen	108-38-3	Som 0,2 ¹⁾	–
p-Xyleen	106-42-5		–
Som van xylenen	–	–	1,25
Styreen	100-42-5	0,3	–
Som aromatische oplosmiddelen ¹⁾	–	–	–

¹⁾ Deze twee verbindingen vallen bij de gaschromatografische analyse samen. Het totaal van beide verbindingen wordt gerapporteerd.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Monstergrootte

In meervoud

Bouwstof

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

NEN 6499, NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)

n.v.t.

n.v.t.

NEN-EN-ISO 15009, NEN 6970, NEN-EN-ISO 22155

50 ± 2 g

extractie in viervoud

analyse in enkelvoud.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

< AG_{eis} (zie I.II.2)

Blanco

< AG

Controlemonster

Analyt(en)

benzeen en toluen

Terugvinding

Alle

70 - 115%

Bias

Alle

<20%

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle

< 20%

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle

< 25%

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard.

Ja (SB5.1.5.1.)

Confirmatie

Ja, bij toepassing van FID-detectie: 2 % van de monsters (zie SB5.1.5.2). Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie NEN-EN-ISO 15009, NEN 6970, NEN-EN-ISO 22155).

Specifieke aandachtspunten

- Chromatografische analyse

Selectiviteit:

zie NEN-EN-ISO 15009, NEN 6970, NEN-EN-ISO 22155 bij toepassing van GCMS alleen voor analyten met dezelfde m/z

Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters

ja, voor benzeen, toluen en xylenen

afwijkende bouwstoffen

n.v.t.

aanvullende

ja

vergelijkingsexperimenten

Voor de overige analyten worden met behulp van additie aan bouwstof (SB4.2) met extractiemiddel, de gelijkwaardigheid vastgesteld.

Vervolg prestatieblad: vluchtige aromatische koolwaterstoffen (BTEX)

TWEEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster
Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op
per halfjaar onderzoeken op

binnen het meetbereik van de verrichting
benzeen en toluen
alle

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek
Concentratiebereik van de monsters
Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

AG_{eis}

binnen het meetbereik van de verrichting
voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters
Matrix

binnen het meetbereik van de verrichting
grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte
mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze
bouwstoffen

Bouwstoffen van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
Nationaal Metrologisch Instituut Van Swinden Laboratorium
VSL (VSL), National Institute of Standards and Technology
(NIST),

Monsters met een conventionele waarde,
Gecertificeerde materialen, welke met de in het
prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

Prestatieblad SB.III Bepaling van Polycyclische Aromatische Koolwaterstoffen (PAK) in bouwstoffen m.u.v. bitumineuze materialen

Beginsel

Voor de bepaling van PAK-verbindingen in bouwstoffen m.u.v. bitumineuze materialen zijn twee methoden mogelijk.

NEN 6972/A1 (andere normmethoden mogelijk)

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt, als storende verbindingen worden verwacht, opgezuiverd over een kolom met aluminiumoxide.

NEN 6971/C1

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton. Het acetoneextract wordt over en vastefasekolom gezuiverd.

Het gehalte aan PAK-verbindingen wordt gemeten met een HPLC met UV- en/of fluorescentiedetectie, of met massaspectrometrie.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
naftaleen	91-20-3	1,5 ¹⁾	5 ²⁾
fenantreen	85-01-8	1,5	20 ²⁾
antraceen	120-12-7	1,5	10 ²⁾
fluoranteen	206-44-0	1,5	35 ²⁾
benzo(a)antraceen	56-55-3	1,5	40 ²⁾
chryseen	218-01-9	1,5	10 ²⁾
benzo(k)fluoranteen	207-08-9	1,5	40 ²⁾
benzo(a)pyreen	50-32-8	1,5	10 ²⁾
benzo(ghi)peryleen	191-24-2	1,5	40 ²⁾
indeno(1,2,3-cd)pyreen	193-39-5	1,5	40 ²⁾
PAK (som 10)	91-20-3	15	50 ³⁾

¹⁾ De aantoonbaarheidsgrens-eis is gebaseerd op de eis van 50 mg/kg.ds voor PAK totaal (som 10).

²⁾ Deze maximale samenstellingswaarden gelden niet voor bitumenproducten, asfaltproducten en granulaten.

³⁾ Bitumenproducten en asfaltproducten hebben samenstellingswaarde van 75 mg/kgds (som), onder voorwaarden zoals aangegeven in de Regeling Bodemkwaliteit 2022.

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Bouwstof
WERKWIJZE	
Monsterneming	van toepassing zijnde SIKB-protocollen
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Samenhangende verrichting	NEN 6499, NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)
Monstergrootte	250 ± 13 g
Bewaarcondities	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn	SIKB-protocol 3001
Verrichting	NEN 6970, NEN 6971/C1, NEN 6972/A1, NEN 6974/C1, NEN 6976, NEN 6977/C1 (meting), NEN-EN 17503, NEN-ISO 18287
Monstergrootte	> 20 g (inclusief toeslagmaterialen)
In meervoud	n.v.t.
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE	
Aantoonbaarheidsgrens	< AG _{eis}
Blanco	< AG _{eis}
Controlemonster	
Analyt(en)	naftaleen, fenantreen, benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3-cd)pyreen
Terugvinding	
Naftaleen	60 - 110%
Fenantreen	60 - 110%
Andere	85 - 110%
Bias	
Naftaleen	<25 %
Fenantreen	<25 %
Andere	<20 %
Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt	
Naftaleen	< 15%
Fenantreen	< 15%
Andere	< 15%
Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt	
Naftaleen	< 20%
Fenantreen	< 20%
Andere	< 20%
Aanvullende kwaliteitsborgingspunten	
Proc.interne stand	Ja (SB5.1.5.1.)
Confirmatie	Ja, 2 % van de monsters bij gebruik UV of fluorescentiedetectie (zie SB5.1.5.2.). Confirmatie met MS- of fluorescentiedetectie bij gebruik van UV-detectie. Confirmatie met MS- of UV-detectie bij gebruik van fluorescentiedetectie (NEN 6977/C1, NEN-EN 17503).
Specifieke aandachtspunten	
- Chromatografische analyse	
Selectiviteit:	Zie NEN 6977/C1, NEN-EN 17503 of NEN-ISO 18287
Vergelijkingsonderzoek	
<i>analytbevattende monsters</i>	ja (alle)
<i>afwijkende bouwstoffen</i>	n.v.t.
<i>aanvullende</i>	n.v.t.
<i>vergelijkingsexperimenten</i>	

Vervolg prestatieblad: Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in bouwstoffen m.u.v. bitumineuze materialen

TWEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster
Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op
per halfjaar onderzoeken op

binnen het meetbereik van de verrichting
naftaleen, fenantheen, benzo(k)fluoranteen
en indeno(1,2,3-cd)-pyreen
alle

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek
Concentratiebereik van de monsters
Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

AG_{eis}
binnen het meetbereik van de verrichting
voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters
Matrix

binnen het meetbereik van de verrichting
grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte
mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze
bouwstoffen
Bureau Communautaire de Reference (BCR),
Nationaal Metrologisch Instituut Van Swinden Laboratorium
VSL (VSL), National Institute of Standards and Technology
(NIST),
Monsters met een conventionele waarde,
Gecertificeerde materialen, welke met de in het
prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

Bouwstoffen van

Prestatieblad SB.IV Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) in bouwstoffen

Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt opgezuiverd over een aluminiumoxide- en eventueel een silicagelkolom. Het gehalte aan PCB wordt gemeten met behulp van gaschromatografie met dubbele analytische kolom en ECD-detectie of massaspectrometrie.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
PCB 28 (2,4,4'-trichloorbifenyyl)	7012-37-5	20	–
PCB 52 (2,5,2',5'-tetrachloorbifenyyl)	35693-99-3	20	–
PCB 101 (2,4,5,2',5'-pentaCB)	37680-37-2	20	–
PCB 118 (2,4,5,3',4'-pentaCB)	31508-00-6	20	–
PCB 138 (2,3,4,2',4',5'-hexaCB) ¹⁾	35065-28-2	20	–
PCB 153 (2,4,5,2',4',5'-hexaCB)	35065-27-1	20	–
PCB 180 (2,3,4,5,2',4',5'-heptaCB)	35065-29-3	20	–
som polychloorbifenylen	–	140	500

¹⁾ PCB 138 valt bij de gaschromatografische analyse mogelijk samen met PCB 163. Dit wordt geaccepteerd, mits hiervan melding wordt gemaakt in het analyserapport.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting

Monstergrootte

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Bouwstof

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

NEN 6499, NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)

250 ± 13 g

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

NEN 6970, NEN 6972/A1, NEN 6974/C1, NEN 6980/C1/C2 (meting), NEN-EN-ISO 18475

De clean-up werkt niet voor alle bouwstoffen, voor deze bouwstoffen is de clean-up optioneel.

Monstergrootte

In meervoud

> 20 g (inclusief toeslagmaterialen)

n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

Blanco

Controlemonster

Analyt(en)

Terugvinding

Alle

Bias

Alle

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard.

Confirmatie

< AG_{eis}

< AG

PCB 52, PCB 153

75 - 110%

<20 %

< 20%

< 25%

Ja (SB5.1.5.1.)

Ja, 2 % van de monsters bij toepassing van ECD-detectie (zie SB5.1.5.2.). Confirmatie m.b.v. GCMS of kolom met andere polariteit (zie NEN 6980/C1/C2, ISO 10382).

Specifieke aandachtspunten

Chromatografische analyse

Selectiviteit:

Zie NEN 6980/C1/C2, NEN-EN-ISO 18475, bij toepassing van GCMS alleen voor analyten met dezelfde m/z.

Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters

afwijkende bouwstoffen

aanvullende

vergelijkingsexperimenten

ja, voor PCB 138, PCB 153

n.v.t.

ja, overige analyten door additie aan bouwstoffen van paragraaf SB4.2 (zie SB4.1.4.2)

TWEEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster
Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op
per halfjaar onderzoeken op

binnen het meetbereik van de verrichting
PCB 52, PCB 153
alle

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

Concentratiebereik van de monsters

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters

Matrix

AG_{eis}

binnen het meetbereik van de verrichting
voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

binnen het meetbereik van de verrichting
grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte
mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze
bouwstoffen

Bouwstoffen van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
Nationaal Metrologisch Instituut Van Swinden Laboratorium
VSL (VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde,
Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad
beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

Prestatieblad SB.V Bepaling van minerale olie in bouwstoffen

Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 40 °C en 98 °C. Het extract wordt opgezuiverd met behulp van florisil en eventueel ingedampt. Het gehalte aan minerale olie wordt gemeten met een gaschromatograaf met FID-detectie.

Toelichting:

Definitie minerale olie: verbindingen die onder de omstandigheden van deze norm isoleerbaar zijn en die zijn te chromatograferen met retentietijden die liggen tussen de retentietijden van n-decaan en n-tetracontaan.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
Minerale olie	7012-37-5	150	500

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting

Monstergrootte

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Monstergrootte

In meervoud

Verrichting is methodebepaald

Bouwstof

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

NEN 6499, NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)

250 ± 13 g

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

NEN 6970, NEN-EN-ISO 16703

> 20 g (inclusief toeslagmaterialen)

n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

< AG_{eis}

gebaseerd op gas- en motorolie mengsel

Blanco

Controlemonster

Analyt(en)

gas- en motorolie-bevattende bouwstof

Terugvinding

70 – 110 %

Bias

< 20 %

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

< 10 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

gas- en motorolie mengsel

< 15%

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

n.v.t.

Specifieke aandachtspunten

Kalibratie apparatuur

Respons verhouding C40/C20 moet hoger zijn dan 0,80

Kwantificering op referentiestandaard (verkrijgbaar bij VSL)

TWEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op

gasolie geaddeerd aan bouwstof

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG_{eis}

Concentratiebereik van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratie van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix

grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze bouwstoffen

Bouwstoffen van

Bureau Communautaire de Reference (BCR), Nationaal Metrologisch Instituut Van Swinden Laboratorium VSL (VSL), National Institute of Standards and Technology (NIST), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

Prestatieblad SB.VI Bepaling van asbest in bouwstoffen

Beginsel

Voor de bepaling van asbest in bouwstoffen is NEN 5898/C1 opgesteld. Het monster wordt in zijn geheel in behandeling genomen en wordt door middel van zeven in verschillende zeeffracties opgesplitst. Iedere zeeffractie wordt visueel geïnspecteerd op asbestverdachte materialen, waarna de asbestverdachte stukjes worden geanalyseerd volgens NEN 5896.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	I ¹⁾	BG _{eis} ²⁾
Chrysotiel	12001-29-5	-	3
Crocidoliet	12001-28-4	-	3
Amosiet	12172-73-5	-	3
Vezelvormig anthophylliet	77536-67-5	-	3
Vezelvormig actinoliet	77536-66-4	-	3
Vezelvormig tremoliet	77536-68-6	-	3

¹⁾ Voor de bepaling van asbest in bouwstoffen hoeft het meetbereik niet te worden vastgesteld. ²⁾ De bepalingsgrens is gebaseerd op een monstergrootte van 10 kg, waarbij de zeeffracties >4 mm in zijn geheel worden geïnspecteerd en 5 %, 20 % en 50 % van de zeeffracties 0,5-1, 1-2 en 2-4 mm wordt onderzocht.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

*: Bij een volumepercentage van minder dan 50 % bodemvreemd materiaal (waaronder bouw- en sloopafval en recyclinggranulaat) moet NEN 5707 worden gebruikt.

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Samenhangende verrichting

Monstergrootte

In meervoud

Bouwstof

NEN 5897/C1/C2 (of NEN 5707/C1/C2*), Protocol 1002 (AS SIKB 1000)

NEN 5897/C1/C2 (of NEN 5707/C1/C2*), SIKB-protocol 3001

NEN 5897/C1/C2 (of NEN 5707/C1/C2*), SIKB-protocol 3001

NEN 5898/C1, AP04-V

NEN 5898/C1, AP04-V

> 25 kg ¹⁾

NEN 5898/c1, SIKB-protocol 3001

NEN 5898/C1, SIKB-protocol 3001

NEN 5898/C1

NEN 5896

> 25 kg ¹⁾

n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Bepalingsgrens

< BG_{eis}

Blanco

n.v.t.

Controlemonster

- De eerstelijnscontrole moet minimaal een maal per week worden uitgevoerd op alle uitvoerenden van de analyse. De eerstelijnscontrole vindt plaats door controle van een willekeurig gekozen voorbehandeld monster. Het monster moet asbesthoudend zijn (gehalte > BG). De oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes worden hierbij niet aan de betreffende fractie teruggevoegd, het gaat hierbij om controle van de reeds geanalyseerde fracties. Hierbij geldt dan het volgende:
- Er moet minimaal één willekeurige fractie >4 mm en één willekeurige fractie <4 mm worden gecontroleerd.
- Voor de geanalyseerde fractie >4 mm geldt dat er bij de controle geen asbestdeeltjes meer mogen worden gevonden.
- Voor de willekeurige fractie <4 mm geldt dat als bij de controle alsnog asbestdeeltjes worden gevonden, alle fracties <4 mm moeten worden gecontroleerd. De hierbij gevonden asbestdeeltjes mogen er niet toe leiden dat het nieuwe resultaat (bij de controle gevonden asbestdeeltjes plus de oorspronkelijk gevonden asbestdeeltjes) valt buiten het 95 %-betrouwbaarheidsinterval (Poisson-verdeling) van het oorspronkelijke resultaat.
- De matrices die in de eerstelijnscontroles worden toegepast moeten een weerspiegeling zijn van de eigen populatie monsters.

Terugvinding

70-110 % ²⁾

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt (pseudo)

< 7,5 % ³⁾

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

n.v.t.

Aanvullende kwaliteitsborging

Proc.interne stand.

n.v.t.

Confirmatie

n.v.t.

Specifieke aandachtspunten

Schatting percentage asbest in materialen op basis van gewicht procenten door vergelijking met referentiematerialen conform NEN 5896

Vergelijkingsonderzoek

Analytbevattende monsters

ja (chrysotiel, amosiet en crocidoliet)

Afwijkende bodemkenmerken

n.v.t.

Aanvullende

vergelijkingsexperimenten

n.v.t.

TWEDELIJNSCONTROLE

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

De additie moet worden uitgevoerd door een derde persoon (niet zijnde één van de uitvoerenden van de analyse).

Concentratiebereik van de analyten in het monster

binnen 10x interventiewaarde

Analyten:

(minimaal) vier keer per jaar onderzoeken op

chrysotiel en/of amosiet en/of crocidoliet (elk minimaal één keer per jaar).

Terugvinding

Alle

70 – 110 % ²⁾

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Minimaal één keer per jaar moet worden deelgenomen aan een ringonderzoek dat (ondermeer) de typering van asbesttypen omvat. De analyse moet door iedere analist worden uitgevoerd. De toetsing van de resultaten betreft alleen de juistheid van de typering.

Toelichting: het is toegestaan om de resultaten van één uitvoerende in te sturen en de resultaten van de andere uitvoerenden na ontvangst van de ringonderzoeksrapportage zelf te toetsen, zoals uitgevoerd door iedere analist.

Criterium: de typering is door alle uitvoerenden juist uitgevoerd.

Rapportagegrens ringonderzoek

n.v.t.

Concentratiebereik van de monsters

n.v.t.

Bouwstof

n.v.t.

Typering asbestdeeltjes

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters

binnen 10x interventiewaarde

Matrix

menggranulaat

Bouwstoffen van

Nederlands Metrologisch Instituut, Van Swinden Laboratorium (VSL),
Monsters met een conventionele waarde,
Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad beschreven
verrichting zijn geanalyseerd.

- 1) Monstergrootte is afhankelijk van de grootte van de asbesthoudende materialen (zie NEN 5897 of NEN 5707).
- 2) De terugvindingseisen gelden voor hechtgebonden asbest in niet-kleiachtige grond.
- 3) (Pseudo) herhaalbaarheid: conform NEN 5898/C1, Bijlage B, § 1.3, vastgesteld d.m.v. herhaalde analyse, door verschillende analisten, van de zeeffracties van een voorbehandeld monster. Hierbij worden de gevonden asbestdeeltjes na elke analyse aan de betreffende fractie teruggevoegd.

Prestatieblad SB.VII Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) in bitumineuze materialen

Beginsel

Voor de bepaling van PAK-verbindingen in bitumenhoudende materialen zijn twee methoden mogelijk:

NEN 7331

Het analysemonster wordt met petroleumether geëxtraheerd volgens Soxhlett. Een deel van het extract wordt door vloeistof-vloeistofextractie volgens één van de twee in de norm beschreven methoden gezuiverd. Het gehalte aan PAK-verbindingen wordt vervolgens gemeten met GCMS.

NEN-EN 15527

Het analysemonster wordt volgens een van de beschreven methoden geëxtraheerd met aceton en een niet-polair oplosmiddel met een kookpunt tussen 30 °C en 68 °C. Het extract wordt indien noodzakelijk volgens een van de beschreven methoden opgezuiverd. Het gehalte aan PAK-verbindingen wordt vervolgens gemeten met GCMS.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
naftaleen	91-20-3	1,5 ¹⁾	5
fenantreen	85-01-8	1,5	20
antraceen	120-12-7	1,5	10
fluoranteen	206-44-0	1,5	35
Benzo(a)antraceen	56-55-3	1,5	50
chryseen	218-01-9	1,5	10
Benzo(k)fluoranteen	207-08-9	1,5	50
Benzo(a)pyreen	50-32-8	1,5	10
Benzo(ghi)peryleen	191-24-2	1,5	50
indeno(1,2,3-cd)pyreen	193-39-5	1,5	50
PAK (som 10)		15	75 (50) ¹⁾

¹⁾ De aantoonbaarheidsgrens-eis is gebaseerd op de eis van 50 mg/kg.ds voor PAK totaal (som 10). Voor bouw- en slooppafval geldt een samenstellingswaarde voor de PAK (som 10) van 50 mg/kg.ds en geen samenstellingswaarde voor de individuele PAK.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Bouwstof

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting

Monstergrootte

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Monstergrootte

In meervoud

van toepassing zijnde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001, NEN 7331/A1

SIKB-protocol 3001

AP04-V, NEN 7331/A1

NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)

250 ± 13 g

SIKB-protocol 3001, NEN 7331/A1

SIKB-protocol 3001

NEN 7331/A1, NEN-EN 15527

10 g of 20 g (zie NEN 7331/A1 of NEN-EN 15527)

n.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

< AG_{eis}

Blanco

< AG_{eis}

Controlemonster

Analyt(en)

naftaleen, fenantreen, benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3-cd)pyreen

Terugvinding

Naftaleen

> 50 %

Andere

> 70 %

Bias

Naftaleen

< 50 %

Andere

< 30 %

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle verbindingen

< 20 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand

Ja (SB5.1.5.1.)

Confirmatie

n.v.t.

Specifieke aandachtspunten

- Chromatografische analyse

Selectiviteit:

Zie NEN 7331/A1 of NEN-EN 15527.

Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters

ja (alle)

afwijkende bouwstoffen

n.v.t.

aanvullende

n.v.t.

vergelijkingsexperimenten

TWEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster

Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op

per halfjaar onderzoeken op

binnen het meetbereik van de verrichting

naftaleen, fenanthreen, benzo(k)fluoranteen en indeno(1,2,3-cd)-pyreen

alle

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

AG_{eis}

Concentratiebereik van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix

grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze bouwstoffen

Bouwstoffen van

Bureau Communautaire de Reference (BCR), Nationaal Metrologisch Instituut/Van Swinden Laboratorium (VSL), National Institute of Standards and Technology (NIST), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

Prestatieblad SB.VIII Onderzoeksprotocol voor overige parameters

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

1 Keuze van een verrichting

Een verrichting welke onder het Onderzoeksprotocol wordt uitgevoerd dient de in tabel vermelde prestatiekenmerken te bezitten.

Tabel: Kwaliteitseisen voor kwalitatieve verrichting

VALIDATIEONDERZOEK	Bouwstof: Organische componenten
Aantoonbaarheidsgrens	AG _{eis}
Meetbereik	
alle	tot 5 maal de samenstellingswaarde
Terugvinding	
alle	50 - 110 %
Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt	
alle	< 20 %

De keuze van verrichting heeft de volgende preferente volgorde:

- Conform een NEN-norm (samenstellingsbepaling); indien de norm aan de gewenste prestatie-kenmerken voldoet, wordt de parameter conform deze norm bepaald.
- Conform een CEN- of ISO-norm; Indien voor de betreffende parameter een NEN-norm is dient deze conform te worden bepaald.
- Gebaseerd op een NEN-norm voor een andere matrix dan grond (waterbodem of bouw materiaal; samenstellingsbepaling); indien de norm aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen, wordt de parameter conform deze norm bepaald.

Organische parameters:

-
- Is er een gevalideerde RWS-, IVM-, RIVM- of WFSR-metmethode welke aan de gewenste prestatiekenmerken voldoet?
- Conform ASTM- of EPA-norm; welke aan de gewenste prestatiekenmerken voldoet.
- Een "eigen" meetmethode (literatuuronderzoek) die aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen.

Indien er geen verrichting aan de gewenste prestatiekenmerken kan voldoen mag een verrichting met mindere prestatiekenmerken t.a.v. reproduceerbaarheid (max. 25%) worden toegepast. Bij een reproduceerbaarheid van >20% dient de verrichting in veelvoud, eventueel onder herhaalbaarheidscondities, te worden uitgevoerd.

2 Validatie van de niet voorgeschreven verrichting

De verrichting wordt gevalideerd volgens de in hoofdstuk SB4 gegeven testprocedures. In het validatie-onderzoek dient het meetbereik, de aantoonbaarheidsgrens, de terugvinding en de reproduceerbaarheid te worden vastgesteld.

3 Kwaliteitsborging van de niet voorgeschreven verrichting

De kwaliteitsborging van de verrichting wordt conform hoofdstuk SB5 uitgevoerd.

Prestatieblad SB.IX Bepaling van het gloeiverlies (LOI) in afvalstoffen

Beginsel

Het analysemonster wordt, na drogen bij 105 °C, gegloeid bij 550 °C. Het massaverlies bij 550 °C is het gloeiverlies (LOI).

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Afvalstof
WERKWIJZE	
Monsterneming	Regeling Bm/Bssa
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Verrichting	NEN 6499
Monstergrootte	(10 ± 2 g); voor grove materialen mag zo nodig meer ingezet worden
In meervoud	in duplo
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE	
Aantoonbaarheidsgrens	n.v.t.
Blanco	n.v.t.
Controlemonster (controle van de spreiding)	2 % in duplo of praktijkmonster met gloeiverlies van 5-15% **)
Terugvinding	90-110 %
Bias	
0 - 5 % m/m	< 1 % m/m
5 - 15 % m/m	< 10 % (relatief)
> 15 % m/m	< 8 % (relatief)
Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking	
0 - 5% (m/m)	< 1 % (absoluut)
> 5% (m/m)	< 10 %
Aanvullende kwaliteitsborgingspunten	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
Specifieke aandachtspunten	Methodebepaalde parameter
TWEDELIJNSCONTROLE	Concentratie 2-15 %
DERDELIJNSCONTROLE	Concentratie 2-15 %

- *) Bewaarcondities en –termijnen: in geval van afvalstoffen geldt, omdat het monster kan zijn samengesteld uit deelmonsters die over langere periode zijn verzameld, dat de bewaartermijn ingaat op het moment van aanlevering bij het laboratorium. Ter toelichting moet het laboratorium de volgende opmerking op het rapport plaatsen:
"Dit monster is onderzocht in het kader van de Regeling Bm/Bssa. Volgens deze Regeling is het acceptabel de bewaartermijn zoals gesteld in de betreffende analysenorm te overschrijden."
- **) Het controlemonster mag ook een grondmonster zijn.

Beginsel

De referentiemethode kent 2 procedures.

Bij de indirecte methode wordt zowel het totaal koolstof (TC) gehalte bepaald, als het totaal anorganisch koolstofgehalte (TIC). Het totaal organisch koolstof (TOC) gehalte is gelijk aan het verschil tussen beiden. TC wordt bepaald door het analysemonster na drogen bij 105 °C te gloeien bij hoge temperatuur (900-1500 °C). Alle koolstof wordt omgezet in CO₂ dat met een geschikte detector (bijvoorbeeld een Infrarood detector) wordt gemeten en wordt omgerekend naar het TC-gehalte. De bepaling wordt herhaald in een separaat deelmonster na behandeling met een sterk zuur. De hierbij vrijkomende CO₂ wordt omgerekend naar het TIC gehalte.

Bij de directe meting wordt het veldnatte monster voorafgaande aan het gloeien bij hoge temperatuur sterk aangezuurd, waarbij alle vrijkomende CO₂ (afkomstig van anorganisch koolstof) wordt afgeblazen. Vervolgens wordt direct het TOC-gehalte gemeten.

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Afvalstof
WERKWIJZE	
Monsterneming	Regeling Bm/Bssa
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Verrichting	NEN-EN 15936
Monstergrootte	Afhankelijk van deeltjesgrootte
In meervoud	n.v.t.
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE	
Aantoonbaarheidsgrens	2% (m/m)
Blanco	n.v.t.
Controlemonster (controle van de spreiding)	Indirecte methode: mengsel van natriumcarbonaat en natrium salicylaat
Terugvinding	Directe methode: mengsel van EDTA en aluminiumoxide.
	90-110 %
Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking	< 10 %

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
Specifieke aandachtspunten	Methodebepaalde parameter

TWEDELIJNSCONTROLE Concentratie 2-15 %

DERDELIJNSCONTROLE Concentratie 2-15 %

- *) Bewaarcondities en –termijnen: in geval van afvalstoffen geldt, omdat het monster kan zijn samengesteld uit deelmonsters die over langere periode zijn verzameld, dat de bewaartermijn ingaat op het moment van aanlevering bij het laboratorium. Ter toelichting moet het laboratorium de volgende opmerking op het rapport plaatsen:
"Dit monster is onderzocht in het kader van de Regeling Bm/Bssa. Volgens deze Regeling is het acceptabel de bewaartermijn zoals gesteld in de betreffende analysenorm te overschrijden."

Prestatieblad SB.XI Bepaling van pH in afvalstoffen

Beginsel

Het analysemonster wordt geëxtraheerd met een CaCl_2 -oplossing in een verhouding van 1:5 (v/v). De pH-waarde wordt gemeten met behulp van een pH-meter. Als referentie-elektrode wordt een gecombineerde elektrode (zilver/zilverchloride) toegepast.

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Afvalstof
WERKWIJZE	
Monsterneming	Regeling Bm/Bssa
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Verrichting	NEN-ISO 10390 (pH- CaCl_2) zonder voordrogen
Monstergrootte	≥ 5 ml
In meervoud	n.v.t.
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE	
Aantoonbaarheidsgrens	n.v.t.
Blanco	n.v.t.
Controlemonster (controle van de spreiding)	Praktijkmonster met pH tussen 6 en 8 **)
Terugvinding	n.v.t.
Bias	$< 0,4$
Intralaboratoriumreproduceerbaarheid	standaardafwijking (absoluut)
	pH $< 7,00$ $< 0,15$
	$7,00 < \text{pH} < 7,50$ $< 0,20$
	$7,50 < \text{pH} < 8,00$ $< 0,30$
	pH $> 8,00$ $< 0,40$

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
Specifieke aandachtspunten	○ Methodebepaalde parameter ○ Monster wordt niet voorgedroogd bij 40 °C

TWEDELIJNSCONTROLE	pH- CaCl_2 2-12
DERDELIJNSCONTROLE	pH- CaCl_2 2-12

*) Bewaarcondities en –termijnen: in geval van afvalstoffen geldt, omdat het monster kan zijn samengesteld uit deelmonsters die over langere periode zijn verzameld, dat de bewaartermijn ingaat op het moment van aanlevering bij het laboratorium. Ter toelichting moet het laboratorium de volgende opmerking op het rapport plaatsen:
"Dit monster is onderzocht in het kader van de Regeling Bm/Bssa. Volgens deze Regeling is het acceptabel de bewaartermijn zoals gesteld in de betreffende analysenorm te overschrijden."

**) Het controlemonster mag ook een grondmonster zijn.

Prestatieblad SB.XII Bepaling van Zuurbindend Vermogen (ZBV) in afvalstoffen

Beginsel

Voor het bepalen van het Zuurbindend Vermogen, of Zuurneutraliserend Vermogen, is gekozen voor een eenvoudige indicatieve parameter. Uitsluitend de hoeveelheid zuur of base om een pH van 7 te bereiken van een waterige suspensie van het monster wordt vastgesteld.

Werkwijze:

Het monster wordt in contact gebracht met water (L/S 10) en gedurende 2 h getitreerd (bijv. met behulp van een automatische titrator met continue pH-registratie) met HNO₃ of NaOH tot de doel-pH 7. Als het mengsel na 2 h (t₀+2h) op de doel-ph=7 is, dan wordt de titratie gestopt. Als de doel-pH 7 nog niet is bereikt, dan wordt de titratie met 1 of 2 h verlengd totdat de doel-pH=7 bereikt is. Laat het mengsel nog 4 h (t₀+6h) staan (evenwichtsperiode) en meet de pH opnieuw (of blijf continue registreren).

De uitvoering op basis van dit prestatieblad is gebaseerd op NPR-CEN/TS 15364.

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Afvalstof
WERKWIJZE	
Monsterneming	Regeling Bm/Bssa
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Bewaarcondities *)	SIKB-protocol 3001
Bewaartermijn *)	SIKB-protocol 3001
Verrichting	Zie hierboven beschreven werkwijze.
Monstergrootte	Ca. 15 gram (op basis droog gewicht).
In meervoud	n.v.t.
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE	
Aantoonbaarheidsgrens	n.v.t.
Blanco	n.v.t.
Controlemonster (controle van de spreiding)	Praktijkmonster
Terugvinding	n.v.t.
Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking	< 20%
Aanvullende kwaliteitsborgingspunten	
Proc.interne stand.	n.v.t.
Confirmatie	n.v.t.
Specifieke aandachtspunten	- Methodebepaalde parameter - Laboratorium ruimte: 18 – 22 °C
TWEDELIJNSCONTROLE	Praktijkmonster
DERDELIJNSCONTROLE	n.v.t.

- *) Bewaarcondities en –termijnen: in geval van afvalstoffen geldt, omdat het monster kan zijn samengesteld uit deelmonsters die over langere periode zijn verzameld, dat de bewaartermijn ingaat op het moment van aanlevering bij het laboratorium. Ter toelichting moet het laboratorium de volgende opmerking op het rapport plaatsen:
"Dit monster is onderzocht in het kader van de Regeling Bm/Bssa. Volgens deze Regeling is het acceptabel de bewaartermijn zoals gesteld in de betreffende analysenorm te overschrijden."

Prestatieblad SB.XIII Bepaling van fenol in bouwstoffen

De bepaling van fenol in bouwstoffen valt onder het onderzoeksprotocol (zie SB.VIII). Voor de bepaling van fenol is geen referentiemethode voorhanden.

De hier gegeven methode is een methode die in de praktijk werkzaam is gebleken.

Opmerking: de hieronder beschreven methode is informatief en is beschreven in CMA/3/K, beschikbaar op <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>

Beginsel

Aan het analysemonster wordt een interne standaardoplossing toegevoegd. Het analysemonster wordt geëxtraheerd met methanol.

Het methanolextract wordt overgebracht in een 1N natronloogoplossing.

De loogoplossing wordt gewassen met dichloormethaan en op pH 7 gebracht met zwavelzuur.

Vervolgens wordt het volume van de oplossing verdubbeld met een 0,1M kaliumcarbonaatoplossing en wordt fenol gederivatiseerd door azijnzuuranhydride.

Het fenolderivaat wordt geëxtraheerd met hexaan.

Het hexaanextract wordt enkele malen gewassen met water en gedroogd met natriumsulfaat.

Eventueel wordt het extract ingedampt.

Analyse van het fenolderivaat vindt plaats met gaschromatografie met massaspectrometrische detectie.

Te bepalen analyten

Component (mg/kg.ds)	CAS-nr	AG _{eis}	bouwstof samenstellingswaarde
fenol	108-95-2	0,3	1,25

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Monstervoorbehandeling

Samenhangende verrichting

Bewaarcondities

Bewaartermijn

Verrichting

Monstergrootte

In meervoud

Bouwstof

van toepassing zijde SIKB-protocollen

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

AP04-V

NEN 6499, NEN-EN 15934, NEN-EN-ISO 11465 (droge stof)

SIKB-protocol 3001

SIKB-protocol 3001

De bepaling van fenol in bouwstoffen valt onder het onderzoeksprotocol (zie SB.VIII).

Voor de bepaling van fenol is geen referentiemethode voorhanden.

> 45 g

N.v.t.

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Aantoonbaarheidsgrens

 $< AG_{eis}$

Blanco

 $< AG$

Controlemonster

Analyt(en)

Fenol

Terugvinding

Alle

60 – 110 %

Bias

Alle

 $< 25\%$

Herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt

Alle

 $< 20\%$

Intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

alle

 $< 25\%$

Aanvullende kwaliteitsborgingspunten

Interne standaard.

Ja (SB5.1.5.1), ^{13}C -fenolverbinding of een gedeutereerde fenolverbinding

Confirmatie

N.v.t.

Specifieke aandachtspunten

De analysemethode moet specifiek zijn voor fenol.

Vergelijkingsonderzoek

analytbevattende monsters

N.v.t.

afwijkende bouwstoffen

N.v.t.

aanvullende

N.v.t.

vergelijkingsexperimenten

TWEDELIJNSCONTROLE

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

Concentratiebereik van analyten in het monster

binnen het meetbereik van de verrichting

Analyten (minimaal) per kwartaal onderzoeken op

Fenol

per halfjaar onderzoeken op

Fenol

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Rapportagegrens ringonderzoek

 AG_{eis}

Concentratiebereik van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Bouwstof of grond (niet zijnde zand)

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Concentratiebereik van de monsters

binnen het meetbereik van de verrichting

Matrix

grond (niet zijnde zand), zeefzand, menggranulaat, zwarte mijnsteen, cementstabilisatie of mengsel van deze bouwstoffen

Bouwstoffen van

Bureau Communautaire de Reference (BCR), Nationaal Metrologisch Instituut Van Swinden Laboratorium VSL (VSL), National Institute of Standards and Technology (NIST), Monsters met een conventionele waarde, Gecertificeerde materialen, welke met de in het prestatieblad beschreven verrichting zijn geanalyseerd.

SB7.1 Normatieve documenten

NEN 5707 incl. C1 incl. C2	2015 2016 2017	Bodem - Inspectie en monsterneming van asbest in bodem en partijen grond
NEN 5896	2003	Kwalitatieve analyse van asbest in materialen met polarisatiemicroscopie.
NEN 5897 incl. C1 incl. C2	2015 2016 2017	Inspectie en monsterneming van asbest in bouw- en sloopafval en recyclinggranulaat.
NEN 5898 incl. C1	2015 2016	Bepaling van het gehalte aan asbest in grond, waterbodern, bouw- en sloopafval en granulaat.
NEN 6499	2025	Milieu - Koepelnorm voor de bepaling van het gehalte aan onopgeloste stoffen en droge stof en de gloeiresten daarvan.
NEN 6603	2024	Milieu en voedingsmiddelen – Eerstelijnscontrole met controlekaarten voor chemische en microbiologische analyses.
NEN 6970	2016	Koepelnorm voor de bepaling van organische componenten in grond, waterbodern en bouwstof (grond).
NEN 6971 incl. C1	2008 2010	Bodem - Acetonextractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6972 incl. A1	2008 2012	Bodem - Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6974 incl. C1	2008 2010	Bodem - Zuivering met aluminiumoxide voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6976	2008	Bodem - Zuivering met vastefase-extractie voor de bepaling van organische componenten.
NEN 6977 incl. C1	2008 2010	Bodem - Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) met hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC).
NEN 7331 incl. A1	2007 2013	Bitumen en bitumenhoudende materialen - Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) en aan benzeen, toluen, ethylbenzeen en xyleen (BTEX) - Gaschromatografische methode met massaspectrometrische detectie.
NEN 7371	2004	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de beschikbaarheid voor uitloging van anorganische componenten - Vaste grond- en steenachtige materialen.
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 10390	2022	Bodem - Bepaling van de pH waarde.
NEN-EN-ISO 11465	2025	Slib en vaste milieumatrices - Bepaling van het droog residu of watergehalte en berekening van het droge-stofgehalte op massabasis
NEN-EN-ISO 15009	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen, naftaleen en vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen - "Purge-and-trap"-methode met thermische desorptie.
NEN-EN 15527	2008	Karakterisering van afval – Bepaling van polycyclische koolwaterstoffen (PAK) in afval met gaschromatografie en massaspectrometrie (GC/MS).
NEN-EN 15934	2012	Slib, behandeld biologisch afval, bodern en afval - Berekening van het droge stofgehalte door de bepaling van de droogrest of het watergehalte
NEN-EN 15936	2022	Slib, behandeld biologisch afval, bodern en afval – Bepaling van de totale organische koolstof (TOC) door droge verbranding.
NEN-EN-ISO 16703	2011	Bodem – Bepaling van het gehalte aan minerale olie van C ₁₀ tot C ₄₀ door gaschromatografie.
NEN-EN 17503	2022	Milieu vaste matrices - Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) door middel van gaschromatografie (GC) en

NEN-ISO 18287	2006	hoogwaardige vloeistofchromatografie (HPLC) Bodem - Bepaling van polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) - Gaschromatografische methode met massaspectrometrische detectie (GC-MS).
NEN-EN-ISO 18475	2025	Vaste matrices - Bepaling van polychloorbifenylen (PCB) door gaschromatografie (GC) – met massaspectrometrische detectie (GC-MS) of elektronen invangdetectie (GC-ECD)
NEN-EN-ISO 22155	2016	Bodem - Gaschromatografische bepaling van vluchtige aromatische en gehalogeneerde koolwaterstoffen en geselecteerde ethers - Statische 'headspace' methode.
SIKB-Protocol 3001	{2014}	Conserveringsmethoden en -termijnen voor milieumonsters.
AP04 – A	{2020}	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Algemeen
AP04 – V	{2020}	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Monstervoorbehandeling

SB7.2 Informatieve documenten

NEN 7330 incl. C1	2001 2007	Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen - Bepaling van het gehalte van organische componenten - Algemene aanwijzingen.
ISO 3534-1	2006	Statistiek - Woordenlijst en symbolen - Deel 1: Algemene statistische termen en termen voor waarschijnlijkheidsrekening.
ISO 8466-1	2021	Water quality - calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function.
ISO 8466-2	2001	Water - Kalibratie en evaluatie van analytische methoden en bepaling van de prestatiekenmerken - Deel 2: Kalibratiestrategie voor niet-lineaire tweede-orde kalibratiefuncties.
NEN-ISO 13528	2022	Statistische methoden voor gebruik bij laboratorium-evaluerend interlaboratoriumonderzoek.
NPR-CEN/TS 15364	2006	Karakterisering van afval - Uitloogproef ter karakterisering - Proef op basis van de zuur- en basebuffercapaciteit.
Ministeriële Regeling Bm/Bssa	2009	Regeling van de Minister van VROM van 9 juli 2009, nr. BJZ2009044654, houdende wijziging van de Regeling melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen in verband met de implementatie van beschikking nr. 2003/33/EG tot vaststelling van criteria en procedures voor het aanvaarden van afvalstoffen op stortplaatsen (PbEG L 11) (implementatie Beschikking aanvaarding afvalstoffen op stortplaatsen).
Regeling Melden	2004	Regeling van de Minister van VROM van 13 oktober 2004, nr. 2004098785, houdende regels met betrekking tot de afgifte, de ontvangst en het vervoer van bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen (Regeling melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen).
BRL SIKB 1000	2018	Monsterneming voor partijkeuringen
SIKB protocol 1002	2021	'Monsterneming voor partijkeuringen niet-vormgegeven bouwstoffen
SIKB protocol 1003	2021	'Monsterneming voor partijkeuringen vormgegeven bouwstoffen