

## **Protocol monsterneming en analyse voor reststoffen van drinkwaterbedrijven**

**versie 1.2**

**9 Augustus 2016**

## **Protocol monsterneming en analyse voor reststoffen van drinkwaterbedrijven**

### **Inhoudsopgave**

Het protocol is als volgt opgezet:

1. Begrippen en definities
2. Uitgangspunten
3. Monsterneming voor verschillende reststoffen/in verschillende situaties
4. Frequentie van monsterneming
5. Omgang met monsters
6. Analyse

Bijlage: Monster- en bepalinggegevens van diverse algemene, anorganische en organische parameters

In dit protocol wordt op meerdere plaatsen verwezen naar andere (regelgevende) documenten. Die documenten kunnen via de opgenomen hyperlinks worden geopend.

## 1. Begrippen en definities

In dit onderdeel worden begrippen gedefinieerd volgens achtereenvolgens:

- de ‘Praktijkrichtlijn monsterneming; van de in KIWA-verband samenwerkende waterleiding laboratoria’;
- het document [Accreditatieprogramma Bouwstoffenbesluit; onderdeel Monsterneming AP04 – M](#);
- het [Besluit bodemkwaliteit](#).

Volgens of naar de ‘Praktijkrichtlijn monsterneming; van de in KIWA-verband samenwerkende waterleiding laboratoria’ (1994):

- Conserveermiddel: Een stof die al dan niet in opgeloste vorm aan een monster wordt toegevoegd om het te conserveren.
- Conserveren: De werkwijze die wordt toegepast om ervoor te zorgen dat de samenstelling van een monster (zoveel mogelijk) ongewijzigd blijft tussen het tijdstip van monsterneming en het tijdstip van onderzoek.
- Contaminatie: Een verontreiniging van een monster met stoffen die de in het betreffende monster uit te voeren bepalingen (kunnen) storen of de resultaten van die bepalingen op een andere wijze kunnen beïnvloeden.
- Monster: Een (in het ideale geval) representatieve hoeveelheid die wordt onttrokken aan een medium, hetzij discreet, hetzij continu, voor onderzoek van een of meer duidelijk omschreven eigenschappen.
- Monsterlocatie: Het omschreven gebied, terrein of gebouw waar het monsterpunt zich bevindt.
- Monsternemer: Degene die namens een drinkwaterbedrijf, -laboratorium of AquaMinerals de monsters neemt, de bijbehorende zaken vastlegt en er zorg voor draagt dat de monsters naar het laboratorium worden getransporteerd.
- Monsterneming: De werkwijze om aan een medium een zoveel mogelijk representatief deel te onttrekken, met het doel een of meer duidelijk omschreven eigenschappen te onderzoeken.
- Monsterpunt: De nauwkeurig omschreven plaats in/op een monsterlocatie waar een monster wordt genomen.
- Representatief monster: Een monster dat qua samenstelling en eigenschappen volledig overeenkomt met het oorspronkelijke medium waaruit het is genomen.
- Verliezen: Afname van het gehalte aan de te meten parameter(s) ten gevolge van de monsterneming en/of het transport van een monster naar het laboratorium.

Volgens het document ‘[Accreditatieprogramma Bouwstoffenbesluit; onderdeel: Monsterneming AP04 – M](#)<sup>1</sup> van SIKB (20 april 2006), waarbij soms aan andere documenten wordt gerefereerd (tussenhaakjes, direct achter een begrip):

- Partij (NEN 7360): De hoeveelheid materiaal die voor de monsterneming als eenheid wordt beschouwd.

---

<sup>1</sup> Het Bouwstoffenbesluit is inmiddels volledig vervangen door het [Besluit bodemkwaliteit](#). Dit is gefaseerd uitgevoerd. Per 1 januari 2008 is het gedeelte voor de toepassingen op waterbodem (soms ‘natte toepassing’ genoemd) van kracht geworden en per 1 juli 2008 is het overige gedeelte voor de toepassingen op landbodem (soms ‘droge toepassing’ genoemd) ingegaan.

- Statische partij ([NEN 7360](#)): Een partij die niet tijdens de monsterneming in beweging is of wordt getransporteerd door een transportband of ander transportsysteem.
- Materiaalstroom ([NEN 7360](#)): De via een transportsysteem bewegende materiaal massa.
- Monster ([NEN 7360](#)): De hoeveelheid materiaal die voor de monstervoorbehandeling als eenheid wordt beschouwd.
- Greep (naar [NEN 7360](#)): De hoeveelheid materiaal die in één handeling uit een partij is genomen, maar voor analyse wordt samengevoegd met andere grepen tot een mengmonster.
- Mengmonster (naar [NEN 7360](#)): De hoeveelheid materiaal die ontstaat doordat meerdere grepen worden samengevoegd, waarbij de identiteit van de oorspronkelijke grepen door menging verloren is gegaan.
- Minimale greep- en monstergrootte (naar [NEN 7360](#)): De greep-, respectievelijk monstergrootte van een korrelvormig materiaal waarvan tijdens de monsterneming minimaal moet worden uitgegaan uit het oogpunt van het behoud van de representativiteit.
- Effectieve greep- en monstergrootte (Handhavingsprotocol bouwstoffen): De grootte (kg) van de greep respectievelijk het monster zoals die in het uit te voeren onderzoek moet worden genomen, bepaald op basis van de relatie tussen de minimale greep- en monstergrootte en het aantal in een mengmonster samen te voegen grepen.
- Monsterneming ([NEN 7360](#)): Het proces dat wordt uitgevoerd om monsters uit een partij te nemen.

### [Preview NEN 7360](#)

Volgens het ‘[Besluit bodemkwaliteit](#)’ (vigerende wet- en regelgeving):

- Bouwstof: Materiaal waarin de totaalgehalten aan silicium, calcium of aluminium tezamen meer dan 10 gewichtsprocent van dat materiaal bedragen, uitgezonderd vlakglas, metallisch aluminium, grond of baggerspecie, dat is bestemd om te worden toegepast.
- Vormgegeven bouwstof: Bouwstof met een volume per kleinste eenheid van ten minste 50 cm<sup>3</sup>, die onder normale omstandigheden een duurzame vormvastheid heeft
- Niet-vormgegeven bouwstof: Bouwstoffen waarvan de kleinste eenheid een volume heeft van minder dan 50 cm<sup>3</sup> of bouwstoffen die onder normale omstandigheden niet duurzaam vormvast zijn.
- IBC-bouwstof: Bouwstof die vanwege de mate van emissie alleen met isolatie-, beheers-, en controlemaatregelen mag worden toegepast.

## 2. **Uitgangspunten**

- Dit protocol heeft betrekking op de monsterneming en analyse in het kader van afspraken tussen de aanbieder en de afnemer van reststoffen (met het oog het voldoen aan wet- en regelgeving/ eisen van ontvangende partij/afnemer).

- Dit protocol heeft betrekking op de volgende reststoffen van drinkwaterbedrijven (benamingen overeenkomstig de veiligheidsinformatiebladen van AquaMinerals voor zover beschikbaar):
  - Waterijzer, steekvast of waterige suspensie;
  - Kalkkorrels;
  - Kalkslib;
  - Filtergrind;
  - Aluminiumslib;
  - Slib met poederkool;
  - Granulaire actieve kool;
  - Membraanconcentraat;
  - Regeneraat van ionenwisselaar.

In alle gevallen gaat het om reststoffen die niet als ‘gevaarlijk’ in de zin van bijlage III van [de Kaderrichtlijn afvalstoffen](#) d.d. 19 november 2008 van het Europees Parlement en van de Raad van Europa worden gekwalificeerd. Dit protocol heeft geen betrekking op reststoffen, die als ‘gevaarlijk afval’ dienen te worden gekenschetst, aangezien voor de monsterneming daarvan speciale voorzorgsmaatregelen zijn voorgeschreven (bijvoorbeeld asbestcement leidingen).

- Korrelvormige reststoffen die worden aangeboden aan een stortplaats voor definitieve stort, vallen onder het [Besluit melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen](#). Voor bepaalde afvalstoffen (met name gevaarlijke) geldt dat de monsterneming dient te gebeuren door een daarvoor door de Minister erkende persoon of organisatie.
- Op grond van de voorkeur van monsterneming bij het laden van een tankauto of vrachtwagen<sup>2</sup>, is monsterneming op dat moment als uitgangspunt genomen.
- Reststoffen die als bouwstof worden afgezet, vallen onder het Besluit bodemkwaliteit, waarvoor het ‘AccreditatieProgramma 04’ (‘AP04’) van toepassing is, met het document ‘Accreditatieprogramma Bouwstoffenbesluit; onderdeel: Monsterneming AP04 – M’ d.d. 20 april 2006 van SIKB. AP04 betekent monsterneming door een daarvoor RvA-erkend(e) bedrijf of instelling. Voor de Nederlandse drinkwatersector gaat het concreet om filtergrind en slib met poederkool. Deze reststoffen worden als bouwstof afgezet, zodat de monsterneming daarvan door een daarvoor geaccrediteerde derde partij dient te gebeuren. Ook de analysepakketten in het kader van AP04 zijn vastgelegd in de regelgeving.
- Er wordt uitgegaan van een enkelvoudige monsterneming<sup>3</sup>. Het monster dient van een zodanige grootte te zijn dat het laboratorium (dat een monster analyseert) in staat is de analyse(s) te herhalen indien noodzakelijk of gewenst, overeenkomstig procedures binnen het RvA-geaccrediteerde kwaliteitssysteem van dat laboratorium.
- Er dient gebruik te worden gemaakt van inerte ‘monsternemingsmaterialen’. (Onderdelen van) hulpmiddelen en/of gereedschappen die bij de monsterneming in contact komen met het te bemonsteren medium (bijvoorbeeld een emmer) mogen uitsluitend zijn uitgevoerd in een of meer van de materialen glas, RVS en/of Teflon. Zo nodig wordt over monsternemingsmaterialen overlegd met het

---

<sup>2</sup> Voor de insiders: deze voorkeur is aangegeven tijdens de AquaMinerals-workshop van 10 juni 2009.

<sup>3</sup> In tegenstelling tot bijvoorbeeld een monsterneming in duplo of triplo.

laboratorium. Monsternemingen van vaste reststoffen vinden doorgaans plaats met behulp van een ‘gutsboor’. Voor vloeibare reststoffen gebeurt dat met behulp van een ‘zuigboor’ of gaat het om een ‘proportionele monsterneming’ tijdens het vullen van een tankauto.

- Monsters mogen geen soortvreemde bestanddelen (bijvoorbeeld stenen en takken in slib) bevatten, te beoordelen bij de monsterneming via visuele inspectie. Bij afwijkingen wordt AquaMinerals gecontacteerd.
- Dit protocol is uitsluitend bedoeld voor de beschrijving van de wijze van monsterneming en analyse van reststoffen. Er wordt niet ingegaan op de kwaliteitsborging van de reststoffen in de tijdspanne tussen monsterneming en analyse, en afvoer.
- Monsternemingen zijn locatieafhankelijk, omdat iedere locatie haar mogelijkheden en beperkingen heeft. Een en ander wordt op termijn inzichtelijk gemaakt door middel van een door AquaMinerals samen te stellen overzicht voor alle productielocaties.
- Bij monsternemingen geldt te allen tijde ‘safety first!’.
- Er worden ‘periodieke’ en ‘reguliere’ monsternemingen onderscheiden. Dit protocol heeft betrekking op de periodieke monsterneming dat wil zeggen met een frequentie van 2 jaar (zie onder). In de gevallen er facturatie plaatsheeft op basis van het gehalte aan vaste stof, betreft het een reguliere monsterneming overeenkomstig het contract tussen AquaMinerals en afnemer die betrekking heeft op een vracht.
- De Europese normen NEN-EN 1482-1:2007 ‘Meststoffen en kalkmeststoffen – Monsterneming en monstervoorbehandeling – Deel 1: Monsterneming’ en NEN-EN 1482-2:2007 ‘Meststoffen en kalkmeststoffen – Monsterneming en monstervoorbehandeling – Deel 2: Monstervoorbehandeling’ vervangen binnenkort de voorschriften in de Europese Meststoffenverordening.

### 3. Monsterneming voor verschillende stoffen/in verschillende situaties

Aanbeveling: De wijze van monsterneming is situatieafhankelijk en zou daarom moeten worden vastgelegd in een werkinstructie als onderdeel van het kwaliteitsmanagementsysteem van een bedrijf.

- Kalkkorrels
  - Situatie 1: De korrels uit meerdere reactoren worden verzameld in een centrale silo of bunker op een drinkwaterproductielocatie, waarvan de inhoud op bepaalde momenten via een ‘stortstroom’ of via een transportband wordt overgebracht in de laadbak van een vrachtauto voor vervoer naar een afnemer. Het overtollige water moet voldoende gelegenheid krijgen om weg te lekken. Daarom moet de toevoer van water met kalkkorrels vanuit de korrelreactoren naar de silo ten minste 1 uur voor het laden van een vrachtauto worden gestaakt. Er wordt bij voorkeur een mengmonster samengesteld op basis van drie grepen van 500 ml uit de stortstroom of van de transportband op het moment dat de vrachtauto voor circa 20%, 50% en 80% is gevuld. Voor een greep en het mengmonster dient gebruik te worden gemaakt van bijvoorbeeld een maatbeker.

- Situatie 2: Het alternatief is om met behulp van een gutsboor in enkele grepen uit de centrale silo of bunker een mengmonster samen te stellen. Hierbij dient er acht op te worden geslagen dat de coating niet wordt beschadigd.
  - Situatie 3: De korrels uit één reactor worden direct verzameld in een container. Per vrachtauto worden twee containers gelijktijdig afgevoerd. Met behulp van een gutsboor worden uit elke container drie grepen genomen. Van de in totaal zes grepen wordt een mengmonster samengesteld.
  - Situatie 4: Met behulp van een gutsboor wordt in enkele grepen uit een tankauto een mengmonster samengesteld.
- De grootte van een representatief monster bedraagt 1 liter.
- Vloeibaar slib (waterijzer (waterige suspensie), kalkslib en aluminiumslib) in een bassin voorzien van een roerwerk, dat wordt afgevoerd met een daarvoor bestemde tankauto  
 Voorafgaand aan en tijdens het laden van de tankauto/de monsterneming dient het bassin mechanisch te worden gemengd (bijvoorbeeld met behulp van een ‘dompelmixer’ of door middel van rondpompen), zodat er sprake is van een homogene partij. Als de tankauto voor circa 50% is gevuld, wordt de monsterneming van één greep uitgevoerd bij de tankauto of direct vanuit het bassin. Sommige tankauto’s beschikken over een speciale voorziening voor monsterneming, waarvan gebruik kan worden gemaakt. De monsterneming direct uit het bassin of direct uit de tankauto wordt uitgevoerd met behulp van een ‘zuigboor’, een ‘vloeistoflagenmonsternemer met stang’ of ‘steekhevel’.  
 De grootte van een representatief monster bedraagt 7 tot 10 liter.
  - Waterijzer, steekvast
    - Situatie 1: De verwerking van een batch (partij) waterige suspensie waterijzer via een mechanische ontwateringsstap zoals een decanter of (kamer- of zeefband)pers  
 De monsterneming wordt uitgevoerd van de ‘slibkoek’, dat wil zeggen uit de materiaalstroom vanaf de ontwateringsapparatuur. Er wordt een mengmonster samengesteld uit drie grepen van 500 ml met bijvoorbeeld een maatbeker op het moment dat de batch voor circa 20%, 50% en 80% is verwerkt.
    - Situatie 2: De continue verwerking van een waterige suspensie waterijzer  
 Uit een container waarmee ontwaterd slib wordt afgevoerd, wordt met behulp van een grondboor een monster van één greep genomen.
    - Situatie 3: Steekvast waterijzer van een droogbed  
 Met een kraan wordt het ingedroogde materiaal overgebracht in een container of vrachtwagen. Zodra die volledig is gevuld, worden met behulp van een grondboor op verschillende plaatsen drie grepen genomen, waaruit een mengmonster wordt samengesteld. Daarbij dient de monsternemer zich goed bewust te zijn van het feit dat een zo veel mogelijk representatief monster moet worden verkregen. Als er twijfel zou bestaan met betrekking tot de homogeniteit van een droogbed kan het zinvol zijn vooraf de historie daarvan na te gaan en het visueel te inspecteren.
    - Situatie 4: Steekvast waterijzer uit een droogbed  
 Door middel van verschillende steken verdeeld over het droogbed met behulp van een grondboor wordt een mengmonster samengesteld.

De grootte van een representatief monster bedraagt 3 liter.



- Vloeibaar slib (waterijzer (waterige suspensie), kalkslib en aluminiumslib) in een bassin zonder roerwerk, dat wordt afgevoerd met een daarvoor bestemde 'tankauto met verdringerpomp'
  - Situatie 1: Tankauto met een voorziening  
Als een tankauto beschikt over een voorziening voor proportionele monsterneming tijdens het vullen, wordt daarvan gebruik gemaakt.
  - Situatie 2: Tankauto zonder een voorziening  
Als een tankauto niet beschikt over een voorziening voor proportionele monsterneming worden grepen genomen op basis van een voor 20, 50 en 80% gevulde tankauto, waaruit een mengmonster wordt samengesteld.  
De grootte van een representatief monster bedraagt 7 tot 10 liter.
  
- Granulair actieve kool (GAC)  
GAC wordt normaliter gereactiveerd door/bij de producent/leverancier als het reactieerbare kool betreft. Bij het reactivatieproces treedt een verlies van circa 10% op, dat door de producent wordt aangevuld. AquaMinerals heeft projectmatig met reactieerbare kool van doen, maar niet regelmatig.
  
- Vloeibare reststoffen zoals membraanconcentraat van UF, NF en RO, en regeneraat van ionenwisselaars (die worden aangeboden aan AquaMinerals en dus niet worden geloosd op het riool).  
Het concept-rapport BTO 2012.014 'Geconcentreerde zoute reststromen' van KWR d.d. mei 2012 gaat op deze reststoffen in. De 'Samenvatting' van het rapport vermeldt onder meer: *'Algemeen geldt dat de oplossing voor het NF/RO concentraatvraagstuk locatieafhankelijk is. Vaak is echter een simpele behandeling (zandfiltratie) voldoende, waarna het concentraat kan worden geloosd in oppervlaktewater.'* Het regeneraat van anionenwisseling kan niet worden geloosd, zodat naar mogelijkheden van hergebruik moet worden gezocht. Daarbij wordt de mogelijkheid van NF genoemd, dat resulteert in splitsing van humuszuren en zouten. Een aantal mogelijke strategieën voor zoute stromen van reststoffen zou zich nog in de onderzoeksfase bevinden. Voor die reststromen zouden uitgebreidere behandelingen nodig zijn. Voor brak grondwaterconcentraat is geen behandeling nodig.  
Voor membraanfiltratie is er ook nog een 'reinigingsstroom' (een reststof die ontstaat na de periodieke reiniging van de membranen), die wordt geloosd op het riool en derhalve onderdeel moet zijn van de milieuvergunning. In dit kader blijft die reststof dus buiten beschouwing.

#### 4. Frequentie van monsterneming

Afhankelijk van de toepassing van een reststof wordt de frequentie van monsterneming mede bepaald door wet- en regelgeving of door (contractuele) randvoorwaarden of wensen van afnemers:



- Er zijn meetverplichtingen in het kader van het [Besluit bodemkwaliteit](#) c.q. [Landelijk afvalbeheer plan \(LAP\)](#) voor bouwstoffen<sup>4</sup>;
- Vanuit de afnemers kunnen eisen worden gesteld ten aanzien van de frequentie van het verstrekken van gegevens over de samenstelling.

De samenstelling van de reststof moet steeds als resultante worden opgevat van de kwaliteit van het ruwe water (samenstelling en stabiliteit van de bron), de toegepaste zuiveringstechnologie en de handling van de (rest)stoffen op de drinkwaterproductielocatie. Daarover kan het volgende worden opgemerkt:

- **Ruwwaterkwaliteit**  
Grondwater is qua samenstelling constanter dan oppervlaktewater. Het slib van een grondwaterzuivering zal dienovereenkomstig ook constanter zijn in de tijd. Op grond van dat gegeven zal bij oppervlaktezuiveringen het slib verhoudingsgewijs vaker worden geanalyseerd. De aanbeveling wordt gedaan om de samenstelling van slib afkomstig van oppervlaktewaterlocaties (in het geval dat slib gelijkmatig over het jaar wordt aangeboden), ten minste tweemaal per jaar te bepalen. Aanbevolen wordt een bepaling in de winter en in de zomer uit te voeren. Als er geen sprake is van gelijkmatige aanbieding over het jaar, wordt een evenredig hogere analyse aanbevolen. In het geval van grondwater wordt met een jaarlijkse monsterneming en analyse volstaan.
- **Zuiveringstechnologie**  
Het ruwwater wordt gezuiverd tot drinkwater. Als het zuiveringsproces wijzigt (bijvoorbeeld andere winbronnen) en daardoor ook de kwaliteit van de reststof(fen) wijzigt, moet opnieuw een bemonstering plaatsvinden. De voorgaande analyses zijn dan niet meer representatief voor de reststof(fen) die vrijkomt of –komen.  
Als de condities van het zuiveringsproces door het jaar heen variaties (bijvoorbeeld in de aard en dosis van de toegepaste hulpstoffen en chemicaliën) vertonen, heeft het de voorkeur meer dan eenmaal per jaar te bemonsteren en analyseren. Dat geldt in ieder geval in de situatie dat van chemicaliën wordt gewisseld of er sterke variaties in doseringen aan de orde zijn. Bekend is dat in sommige gevallen tijdelijk poederkool wordt gedoseerd, omdat er een verontreiniging is gedetecteerd.
- **Handling**  
Zolang de handling van een reststof geïsoleerd van de omgeving plaatsvindt (bijvoorbeeld in betonnen bezinkers, indickers en silo's), zal de samenstelling van de reststof op moment van afvoeren onveranderd zijn ten opzichte van het moment van ontstaan. Bijmenging van filtergrind, andere ongerechtigheden en groei van planten resulteert in een afwijking van de initiële samenstelling. De af te voeren reststof zal (in de loop van de tijd) kwalitatief minder worden. Deze 'laagwaardige' reststof zal moeten worden geanalyseerd, aangezien dit is wat de klant krijgt.

---

<sup>4</sup> Voor de meetfrequentie bij de toepassing als bouwstof en het samenvoegen van partijen wordt verwezen naar het gestelde in LAP-2 en de verwijzing daarin naar de vigerende versie van het (openbare) [SIKB-protocol 9335-1](#) 'Milieuhygiënische keuring van individuele partijen grond in het kader van het Besluit bodemkwaliteit' van de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer.

## 5 Omgang met monsters<sup>5</sup>

Het genomen monster wordt op basis van de daarin te bepalen parameters aan de hand van de derde kolom van de tabel in de bijlage bij dit protocol (**'Materiaal'**) opgedeeld in meerdere deelmonsters. Dat wil zeggen dat het monster wordt verdeeld over meerdere monsterflessen en/of –potten uit een materiaal overeenkomstig de omschrijving in genoemde kolom. Bij gebruik van een glazen monsterfles of –pot met een dop met PTFE liner kan volgens de bijlage worden volstaan met 1 monster, waarmee alle bepalingen worden verricht (N.B. bij andere parameters). Desondanks kan er vanwege de kans op breuk worden gekozen voor plastic, waarbij dan wel rekening moet worden gehouden met mogelijke 'verliezen'.

Als er een keuzemogelijkheid tussen plastic en glas is, wordt plastic aanbevolen in verband met de breekbaarheid van glas.

Voor wat betreft de aard van een monsterfles of –pot is het van belang rekening te houden met de reiniging daarvan. Om praktische redenen in verband met het vullen wordt aanbevolen zo veel mogelijk wijdhalsflessen en –potten toe te passen, vooral voor steekvast waterijzer.

Als een (deel)monster moet worden ingevroren, wordt plastic (PE of PTFE) als monstermateriaal aanbevolen als de te analyseren parameter(s) dat toelaat/toelaten.

Indien dat is voorgeschreven, wordt per deelmonster een conserveringsmiddel toegevoegd overeenkomstig de vijfde kolom **'Conservering'** van de tabel in de bijlage.

Tijdens vervoer van de monsterflessen en/of –potten van de monsterlocatie naar het laboratorium moeten monsters worden gekoeld tussen 2 en 8 °C.

De tijdsduur tussen monsterneming en analyse dient de **'Bewaartermijn'** volgens de zesde kolom van de tabel in de bijlage niet te overschrijden, onder de condities zoals die zijn beschreven in de vijfde kolom **'Conservering'**. Laatstgenoemde kolom laat zien dat de monsters luchtdicht in het donker bewaard dienen te worden bij een temperatuur van 1 – 5 °C.

### Analyse

De analyse van een monster start met een visuele beoordeling daarvan door de analist, die daarbij de aanwezigheid van soortvreemde bestanddelen kan constateren. Het monster dient in ieder geval geen grove bestanddelen te bevatten. Eventuele bijzonderheden worden zo nodig teruggekoppeld met de opdrachtgever, in geval van in behandeling nemen geregistreerd en later vermeld in het analyserapport.

---

<sup>5</sup> In dit onderdeel wordt de omgang met monsters in de ideale situatie beschreven, mede op basis van [NEN-EN-ISO 5667-15](#) 'Water – Monsterneming – Deel 15: Richtlijn voor conservering en behandeling van slib en sedimentmonsters'. ([preview NEN-EN-ISO 5667-15](#)). De praktijk is echter regelmatig anders als gevolg van onder meer de kosten. Zo levert een laboratorium bijvoorbeeld kunststof monstervaten aan ten behoeve van monsters waarin ook organische parameters worden bepaald.

Om uiteenlopende redenen (onder meer historisch, de productspecificatie en regelgeving) en mede afhankelijk van de toepassing van een reststof worden in de monsters van verschillende reststoffen de volgende parameters bepaald:

Parameter	Reststof				
	Waterijzer (l en s) <sup>6</sup>	Kalkkorrels	Kalkslib	Aluminium-slib	Slib met poederkool
Gehalte aan vaste of droge stof	+	+	+		
Inerte bestanddelen	+	+	+		
Kleur	-	+	-		
Vochtgehalte	-	+	+		
Deeltjesgrootteverdeling	-	+	-		
Neutraliserende waarde (nw) <sup>7</sup>	-	+	+		
<i>Metalen:</i>					
IJzer	+	+	+		
Aluminium	+	+	+		
Arseen	+	+	+		
Barium	+	-	-		
Calcium	+	+	+		
Cadmium	+	+	+		
Cobalt	+	-	-		
Koper	+	+	+		
Chroom	+	+	+		
Kwik	+	+	+		
Magnesium	+	+	+		
Mangaan	+	-	-		
Molybdeen	+	-	-		
Nikkel	+	+	+		
Lood	+	+	+		
Thallium <sup>8</sup>	-	-	-		
Zink	+	+	+		
Fosfor	+	-	-		
CZV	+	-	-		
Gehalte aan organische stof <sup>9</sup>	+	-	-		
EOX	+	-	-		
Minerale olie (C <sub>10</sub> -C <sub>40</sub> )	+	-	-		
PAK's <sup>10</sup>	+	-	-		

<sup>6</sup> Zie 'Uitgangspunten': 'l' = waterige suspensie en 's' = steekvast.

<sup>7</sup> De parameter neutraliserende waarde (eerder aangeduid als 'zuurbindende waarde') wordt niet bepaald, maar berekend op basis van het calcium- en magnesiumgehalte (die dus wel worden bepaald) volgens de formule (CaCO<sub>3</sub>-gehalte \* 0,56) + (MgCO<sub>3</sub>-gehalte \* 0,67)

<sup>8</sup> Het al dan niet analyseren van een monster op deze parameter is afhankelijk van de afzetmarkt (in Duitsland is het vereist).

<sup>9</sup> Deze parameter wordt niet bepaald, maar berekend op basis van het CZV.

In de tabel in de bijlage bij dit protocol is per parameter de voor de bepaling benodigde analysemethode weergegeven (laatste kolom), inclusief de eventuele monstervoorbewerking (voorlaatste kolom). Een en ander is gedaan door middel van de zogeheten ICS codes (International Classification for Standards). De titels van de genoemde normen zijn alfabetische en numerieke volgorde na de tabel weergegeven.

De tabel in de bijlage laat zien dat er in het algemeen een uitgebreid pakket aan voorschriften voor bepalingen (monstervoorbewerking en eigenlijke analyse) beschikbaar is. Veelal zijn die echter van toepassing voor water, waterbodembodem, slib, afvalstoffen en/of bouwstoffen. De voorschriften zouden per specifieke reststof ten minste moeten zijn gevalideerd en in het ideale geval moeten zijn geaccrediteerd ('Q'). In dat verband wordt te tekst van lid 2 van artikel 17 uit hoofdstuk 2 'Verhandelen van meststoffen' in de ['Uitvoeringsregeling Meststoffenwet'](#) integraal gegeven: *'De analyse van het monster geschiedt overeenkomstig het protocol, dat voor de te onderscheiden categorieën meststoffen is opgenomen in bijlage Ac, onderdeel I, of door middel van een methode die tenminste dezelfde waarborgen omvat, door een laboratorium dat blijkens accreditatie door de Raad aantoonbaar voldoet aan de norm NEN-EN-ISO/IEC 17025.'* Met 'de Raad' wordt bedoeld de Raad voor Accreditatie (RvA).

#### *Opmerking*

In de laatste twee kolommen van de tabel in de bijlage worden op verschillende plaatsen methoden genoemd volgens (inter)nationale normen, al dan niet volgens wetgeving of zoals die door Eurofins Omegam B.V. (het laboratorium waar de bepalingen in opdracht van AquaMinerals doorgaans worden uitgevoerd) worden gehanteerd.

Uit een evaluatie van de verschillende bepalingmethoden is gebleken dat de methoden die door Eurofins Omegam B.V. worden toegepast en de methoden die zijn vereist volgens de [Meststoffenwet](#) voor de betreffende parameters vergelijkbare resultaten zullen opleveren. Zie het rapport 'Vergelijkend onderzoek normen Meststoffenwet versus Eurofins Omegam B.V. analysemethoden; Overzicht Meststoffenwet, NEN-normen en Eurofins Omegam B.V. analysemethoden' van KWR Watercycle Research Institute (KWR 2013.010) van maart 2013.

---

<sup>10</sup> Het betreft de volgende '10 PAK's van VROM': antracene, benz(a)antracene, benzo(a)pyreen, benzo(g,h,i)peryleen, benzo(k)fluoranteen, chryseen, fenantreen, fluoranteen, indeno(1,2,3-c,d)pyreen en naftaleen.

**Bijlage: Monster- en analysegegevens van diverse algemene, anorganische en organische parameters**

Parameter		Monster				Bepaling <sup>11</sup>	
		Materiaal <sup>12</sup>	Hoeveelheid (g)	Conservering	Bewaart ermijn	Vorbewerking (incl. voorbe-handeling, ontsluiting of extractie)	Analyse
Algemeen	Gehalte aan vaste of droge stof	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	7 dagen	geen	Indampen volgens NEN-EN 12880:2001  Meststoffenwet: ‘ISO 12049’ → NEN-EN 12049:1996 ‘EN 13466-1’ → NEN-EN 13466-1:2001 CSS99022  Eurofins Omegam B.V.: Eigen methode gebaseerd op NEN-ISO 11465:2005 (grond/bouwstoffen) en NEN-EN 12880:2001 (slib)
	Inerte bestanddelen	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een	4 weken	Eurofins Omegam B.V.: Restant na destructie met	Geen standaard

<sup>11</sup> Zie ‘Opmerking’ op de vorige pagina.

<sup>12</sup> P = Plastic (bijvoorbeeld PE (PolyEtheen), PTFE (PolyTetraFluorEthyleen), PVC (PolyVinylChloride) of PET (PolyEtheenTereftalaat) en G = Glas.

				temperatuur van 1 – 5 °C		verdund koningswater, verhoogde temperatuur, verhoogde druk en microgolven	
	Kleur	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	7 dagen	geen	spectrofotometrisch
	Vochtgehalte	P of G	50	luchtdicht bij een temperatuur van 1 – 5 °C	7 dagen	geen	NEN-EN 12880:2001 NEN-EN 12049:1996 NEN-EN 13466-1:2001 CSS99022
	Deeltjesgrootte verdeling	P of G	50	luchtdicht bij een temperatuur van 1 – 5 °C	7 dagen	geen	NEN-EN 933-1:2012
	Neutraliserende waarde (nw)	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	Het betreft de bepaling van calcium en magnesium, en daarom de ontsluiting voor metalen (zie onder)	Meststoffenwet: NEN-EN 12945:2008 /C1:2009 en 2012 Ontw.
Anorganisch	Metalen excl. Kwik en incl. fosfor	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	Ontsluiting volgens NEN-EN 13346:2000  Meststoffenwet: NEN 6961:2005 CSS 99025B  Eurofins Omegam B.V.:	NEN-EN-ISO 11885:2009 (DVGW)  Meststoffenwet: CSS99026 CSS99027 CSS99028 CSS99029

						destructie met verdund koningswater, verhoogde temperatuur, verhoogde druk en microgolven	NEN 6964:2005 NEN 6965:2005 NEN 6966:2005  Eurofins Omegam B.V.: ICP-AES volgens NEN 6966:2005/C1:2006
	Kwik	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	Ontsluiting volgens ISO 11464:2006 en ISO 11466:1995  Meststoffenwet: CSS 99030  Eurofins Omegam B.V.: destructie met verdund koningswater, verhoogde temperatuur, verhoogde druk en microgolven	Meststoffenwet: CSS99030  Eurofins Omegam B.V.: AAS-hydridetechniek volgens NEN-ISO 16772:2004
Organisch	EOX	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	7 dagen	Extractie met aceton en petroleumether  Niet in Meststoffenwet  Eurofins Omegam B.V.:	Niet in Meststoffenwet



						NEN 6970:2008/A1:2012	Eurofins Omegam B.V.: eigen methode met microcoulometrie gebaseerd op NEN 6979
Minerale olie (C <sub>10</sub> -C <sub>40</sub> )	G	100	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	Extractie met aceton en petroleumether  Meststoffenwet: NEN 6970:2008/A1:2012  Eurofins Omegam B.V.: eigen methode gebaseerd op NEN 6970:2008/A1:2012, NEN 6972:2008/A1:2012 en NEN 6975:2008/A1:2012	NEN-EN-ISO 16703:2011  Meststoffenwet: NEN 6978:2006  Eurofins Omegam B.V.: eigen methode met GC-FID gebaseerd op NEN 6978:2008	
PAK's	G met dop met PTFE liner	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	Extractie met aceton en petroleumether  Meststoffenwet: CSS 99015	NEN 6977:2008/C1:2010  Meststoffenwet: CSS99015  Eurofins Omegam B.V.: Eigen methode met GC-MS gebaseerd op NEN 6977: 2008/C1:2010	

	CZV en gehalte aan organische stof	P of G	50	luchtdicht in het donker bij een temperatuur van 1 – 5 °C	4 weken	pH = 1 – 2 met behulp van zwavelzuur	NEN 6633:2006/A1:2007  Meststoffenwet: CSS99023  Eurofins Omegam B.V.: eigen methode gebaseerd op ‘humus titrimetrisch 1979’ van Instituut voor Bodemvruchtbaar- heid
--	---	--------	----	--	---------	---	---

**Titels van in de tabel genoemde normen en voorschriften:**

CSS99015: 'Soils, sludges and treated bio-waste – Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) – Method by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)'

CSS99022: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of dry matter – Gravimetric method'

CSS99023: 'Sludge, treated biowaste and soil – Determination of loss on ignition'

CSS99025B: 'Soil, sludge and treated biowaste – Digestion for the extraction of aqua regia soluble fraction of trace elements'

CSS99026: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests – Inductively coupled plasma – optical emissions spectrometry (ICP OES) method'

CSS99027: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests – Inductively coupled plasma – mass spectrometry (ICP MS) method'

CSS99028: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests – Flame atomic absorption spectrometry method'

CSS99029: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests – Graphite furnace atomic absorption spectrometry method'

CSS99030: 'Soil, sludge and treated biowaste – Determination of mercury in aqua regia and nitric acid digests – Cold vapour atomic absorption spectrometry and cold vapour atomic fluorescence spectrometry methods'

EN 13466-1: zie NEN-EN 13466-1

ISO 11464: 'Bodem - Voorbehandeling van monsters voor fysisch-chemische analyses'

ISO 11466: 'Soil quality - Extraction of trace elements soluble in aqua regia'

ISO 12049: zie NEN-EN 12049

NEN 6633: 'Water en (zuiverings)slib - Bepaling van het chemisch zuurstofverbruik (CZV)'

NEN 6961: 'Milieu – Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur (koningswater) voor de bepaling van geselecteerde elementen in water, waterbodem, slib, slibhoudend water, luchtstof, grond en bouwstoffen'

- NEN 6964: ‘Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens - Atomaire absorptiespectrometrie met grafietoventechniek’
- NEN 6965: ‘Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens - Atomaire absorptiespectrometrie met vlamtechniek’
- NEN 6966: ‘Milieu - Analyse van geselecteerde elementen in water, eluaten en destruatens - Atomaire emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma’
- NEN 6970: ‘Koepelnorm voor bepaling van organische componenten in grond, waterbodem en bouwstof(grond)’
- NEN 6972: ‘Bodem - Aceton/petroleumetherextractie voor de bepaling van organische componenten’
- NEN 6975: ‘Bodem - Zuivering met Florisil voor de bepaling van organische componenten’
- NEN 6977: ‘Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) met hogedrukvlloeistofchromatografie (HPLC)’
- NEN 6978: ‘Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan minerale olie met gaschromatografie’
- NEN 6979: ‘Bodem – Kwantitatieve bepaling van het gehalte aan extraheerbare organohalogeenvverbindingen (EOX)’
- NEN-EN 933-1: Beproevingmethoden voor geometrische eigenschappen van toeslagmaterialen – Deel 1: Bepaling van de korrelgrootteverdeling – Zeefmethode
- NEN-EN 12049: ‘Vaste meststoffen - Bepaling van het vochtgehalte – Gravimetrische methode door middel van drogen onder verlaagde druk’
- NEN-EN 12880: ‘Karakterisering van slib – Bepaling van het droge-stofgehalte en het watergehalte’
- NEN-EN 12945: ‘Liming materials – Determination of neutralizing value – Titrimetric methods’
- NEN-EN 13346: ‘Karakterisering van slib - Bepaling van spoorelementen en fosfor – Koningswaterextractiemethoden’
- NEN-EN 13466-1: ‘Fertilizers – Determination of water content – (Karl Fisher methods) – Part 1: Methanol as extracting medium’

NEN-EN-ISO 11885: 'Water - Bepaling van geselecteerde elementen met atomaire-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-AES)'

NEN-EN-ISO 16703: 'Bodem - Bepaling van het gehalte aan minerale olie van C10 tot C40 door gaschromatografie'

NEN-ISO 11465: 'Bodem - Bepaling van het gehalte aan droge stof en het vochtgehalte op massabasis - Gravimetrische methode'

**Opmerking:** de norm is per 19 september 2012 ingetrokken

NEN-ISO 16772: 'Bodem - Bepaling van het gehalte aan kwik in koningswater bodemextracten met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie met koude damp of atomaire fluorescentiespectrometrie met koude damp'