

Projectnr.: 71 313 01

Resultaten Ringtest 1999 zware metalen en arseen in grond en compost in het kader van de regeling "Bemonstering en analyse overige organische meststoffen"(BOOM)

Projectleider: A.H. Roos

Rapport 99. 010

juli 1999

**RESULTATEN RINGTEST 1999 ZWARE METALEN EN ARSEEN IN GROND EN
COMPOST IN HET KADER VAN DE REGELING "BEMONSTERING EN ANALYSE
OVERIGE ORGANISCHE MESTSTOFFEN" (BOOM)**

A. van Polanen, J.J. van Oostrom en A.H. Roos

Afdeling: Kwaliteitsbewaking

DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen
Postbus 230, 6700 AE Wageningen
Telefoon 0317-475400
Telefax 0317-417717

Copyright 1999, DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwproducten (RIKILT-DLO).
Overname van de inhoud is toegestaan mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

programmaleiders (4x)

projectleider

auteurs

ing. J.J.M. Driessen

in- en externe communicatie (2x)

EXTERN:

Dienst Landbouwkundig Onderzoek (ir. K.J. van Ast)

Directie Wetenschap en Kennisoverdracht (prof. dr. L. van Vloten-Doting)

Directie Landbouw (T. Kampstra, ir. P. Bonnier)

Directie Juridische Zaken (mr. R. Rothengatter)

Werkgroep BOOM

Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek, Oosterbeek (H. Hartemink)

SGS EcoCare B.V. 's-Gravenpolder (A. Hoogland)

Analytico Milieu B.V., Barneveld (G. Kreuning)

Milieulaboratorium de Punt, Glimmen (E.W. Flentge)

Alcontrol Biochem Laboratoria, Hoogvliet (A. Hoogendoorn)

IWACO B.V., Rotterdam (E. Korver)

Analytico Milieu B.V., Breda (H. Hendrikson)

CONEX B.V., EDE (F. Schonewille)

Grond, Gewas- en Milieulaboratorium "Zeeuws-Vlaanderen", Graauw (J. Heijens)

Laboratorium Wetterskip Fryslân, Leeuwarden (R. Herweyer)

Tauw Milieu B.V., Deventer (H. Roebersen)

Biochem Laboratorium B.V. Het Milieulab, Zoetermeer (J.W. Hutter)

C.C.L., Veghel (L. Verhoeven)

Envirolab Environmental Laboratories B.V., Moerdijk (R.J.B.M. Ubbink)

Zuiveringschap Drente, Assen (R. Dilling)

ACMAA B.V., Hengelo (J.T. Klein Elhorst)

Landbouwuniversiteit Wageningen (dr. V.J.G. Houba)

ABSTRACT

Resultaten ringtest 1999 zware metalen en arseen in grond en compost in het kader van de Regeling "Bemonstering en analyse overige organische meststoffen" (BOOM).

Results of an interlaboratory study in 1999 of heavy metals and arsenic in soil and compost according to Dutch regulation BOOM (in Dutch).

Report 99.010

July 1999

A.van Polanen, J.J. van Oostrom and A.H. Roos

DLO-State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT-DLO)
P.O. Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

10 tables, 3 annexes, 28 references

In The Netherlands a great quantity of organic substances are liberated by purification processes. These substances can be partially re-used as organic fertilisers on the condition that this does not lead to contamination of the environment. In the so-called Dutch regulation "Besluit kwaliteit en gebruik Overige Organische Meststoffen" (BOOM) sewage sludge, soil and compost are considered as organic fertilisers. Maximum residue limits for the heavy metals and arsenic in these materials are established. In BOOM, normalised methods (NEN) are prescribed for the determination of the heavy metals Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Ni, Zn and As.

RIKILT-DLO organised as supervisor of the regulation BOOM an interlaboratoria study to check the performance of the laboratoria involved in BOOM analysis. All Laboratories, with a so-called BOOM accreditation, take part in the study. Results are in general within accepted Cvs. The mean of the heavy metals content of the study shows a good similarity between the data obtained by the Department of Soil Science and Plant Nutrition of the Wageningen Agricultural University in the SETOC and MARSEP programs.

Keywords: RIKILT-DLO, heavy metals, compost, soil, interlaboratory study.

INHOUD	blz.
ABSTRACT	1
SAMENVATTING	5
1 INLEIDING	7
2 MATERIAAL EN METHODEN	7
2.1 Monstermateriaal	7
2.2 Analysemethoden	7
3 RESULTATEN EN DISCUSSIE	8
3.1 Resultaten BOOM ringtest zware metalen	8
3.1.1 Opzet van de ringtest	8
3.1.2 Resultaten en conclusies ringtest zware metalen.	8
3.1.2.1 Resultaten en conclusies ringtest arseen in grond en compost	9
3.1.2.2 Resultaten en conclusies ringtest cadmium in grond en compost	10
3.1.2.3 Resultaten en conclusies ringtest chroom in grond en compost	11
3.1.2.4 Resultaten en conclusies ringtest koper in grond en compost	11
3.1.2.5 Resultaten en conclusies ringtest lood in grond en compost	12
3.1.2.6 Resultaten en conclusies ringtest nikkel in grond en compost	12
3.1.2.7 Resultaten en conclusies ringtest zink in grond en compost	13
3.1.2.8 Resultaten en conclusies ringtest kwik in grond en compost	13
4 CONCLUSIE	14
5 LITERATUUR	15
BIJLAGEN	
A Resultaten BOOM ringtest 1999 zware metalen en arseen in grond (mg/kg d.s.).	
B Resultaten BOOM ringtest 1999 zware metalen en arseen in compost (mg/kg d.s.).	
C Vergelijking proficiency test voor BOOM-laboratoria voor grond in hetzelfde monster in 1998 en 1999, uitgedrukt in mg/kg droge stof.	

SAMENVATTING

In Nederland komt bij diverse (zuiverings)processen jaarlijks een grote hoeveelheid organische stof vrij die geheel of gedeeltelijk geschikt is om te worden gebruikt als meststof. In het *Besluit kwaliteit en gebruik overige organische meststoffen (BOOM)* worden zuiveringsslib, compost en zwarte grond als overige organische meststoffen aangemerkt. Deze meststoffen bevatten naast nutriënten en organische stof ook zware metalen en arseen. In het kader van de regeling BOOM worden normen en methoden van onderzoek voorgeschreven. Het voornaamste doel van de regeling is de belasting van de bodem met zware metalen en arseen afkomstig van deze meststoffen te verminderen.

Het RIKILT-DLO heeft als Rijkstoezichthouder een ringtest georganiseerd om de performance van de analyseresultaten verkregen met de door de geregistreerde BOOM-laboratoria toegepaste methode te toetsen.

De ringtest is uitgevoerd met behulp van een monster grond en compost.

In het kader van de ringtest is ieder laboratorium vrijgelaten om de analysemethoden te gebruiken welke voor het desbetreffende laboratorium gebruikelijk is.

De gemiddelden gevonden bij de ringtest komen overeen met de consensuswaarden. Er is een goede overéénstemming in gehalten gevonden bij de analyse van het monster grond in 1998 en 1999. De VC(r) en de VC(R_i) gevonden bij de ringtest voldoen aan de criteria van de in het concept accreditatie programma wet bodembescherming genoemde variatiecoëfficiënten, met uitzondering van arseen en cadmium. Bij kwik voldoet de VC(r) niet. Om deze afwijkingen te elimineren dienen deze elementen geanalyseerd te worden volgens een methode met een lagere bepaalbaarheidsgrens.

1 INLEIDING

In Nederland wordt jaarlijks een grote hoeveelheid organische stoffen geproduceerd die geheel of gedeeltelijk geschikt zijn om te worden hergebruikt als meststof. Dit zijn bijvoorbeeld dierlijke mest, vloeibaar en steekvast zuiveringsslib, compost en zwarte grond. Deze stoffen komen bij diverse processen vrij (landbouw, industrie of huishouden).

In het *Besluit kwaliteit en gebruik overige organische meststoffen* (1) worden als overige organische meststoffen aangemerkt, zuiveringsslib, compost en zwarte grond. De genoemde meststoffen kunnen naast nutriënten en organische stof ook zware metalen en arseen bevatten. In het kader van deze regeling worden in genoemd besluit normen en methoden van onderzoek voorgeschreven. De laboratoria moeten de analyses uitvoeren volgens in de Regeling vastgestelde methoden. Het voornaamste doel van de regeling is de belasting van de bodem met zware metalen en arseen afkomstig van deze meststoffen te verminderen.

Conform de regeling *Bemonstering en analyse overige organische meststoffen* (2) fungeert het RIKILT-DLO als Rijkstoezichthouder en moeten de laboratoria waar analyses op overige organische meststoffen worden uitgevoerd erkend zijn door de Raad voor Accreditatie. Tevens dienen de onderzoekslaboratoria zich te laten registreren bij de Rijkstoezichthouder. Voortvloeiend uit deze taak organiseerde RIKILT-DLO een ringtest om de performance van de analyseresultaten verkregen met de door de laboratoria toegepaste methoden te toetsen.

2 MATERIAAL EN METHODEN

2.1 Monstermateriaal

De ringtest is uitgevoerd met behulp van twee monsters. Zowel voor grond als compost is gebruik gemaakt van via de Landbouw Universiteit Wageningen verkregen materiaal. Het betreft een monster grond, sample 1 gecodeerd SETOC 720 en een monster compost, sample 2 gecodeerd MARSEP 221. Het grond monster is ook geanalyseerd bij de ringtest 1998 (28). De monsters zijn gehomogeniseerd, verpakt en geëtiketteerd door de Vakgroep Bodemkunde en Plantenvoeding van de Landbouw Universiteit Wageningen.

2.2 Analysemethoden

In de regeling *Bemonstering en analyse overige organische meststoffen* (2) wordt als destructiemethode voorgeschreven NEN 6465 (3). Voor kwik wordt in het geval van grond NEN 6439 (5) toegepast en voor compost NEN 5764 (6). In tabel 1 wordt een overzicht gegeven van de voorgeschreven analysemethoden voor grond en compost.

Tabel 1. Overzicht van de in de "BOOM regeling " voorgeschreven methoden voor grond en compost.

Element	Methode grond	Methode compost	Techniek
Arseen	NVN 6432 (7)	NEN 5760 (15)	Hydride generatie
Cadmium	NEN 6452 (8)	NEN 5762 (16)	Vlam-AAS Cd > 2,5 mg/kg d.s.
Cadmium	RSV nr. A0705(9)	NEN 6458 (17)	Grafietoven-AAS Cd < 2,5 mg/kg d.s.
Chroom	NEN 6448 (10)	NEN 5767 (18)	Vlam-AAS : als Cr-gehalte > 15 % afwijkt grenswaarde
Chroom	-	NEN 5763 (19)	Vlam-AAS :als Cr-gehalte < 15 % afwijkt grenswaarde
Koper	NEN 6451 (11)	NEN 5758 (20)	Vlam-AAS
Kwik	NEN 6439 (5)	NEN 5764 (6)	Koudedamp-AAS
Nikkel	NEN 6456 (12)	NEN 5765 (21)	Vlam-AAS
Lood	NEN 6453 (13)	NEN 5761 (22)	Vlam-AAS
Zink	NEN 6443 (14)	NEN 5759 (23)	Vlam-AAS

In het kader van de ringtest is ieder laboratorium vrijgelaten om de analysemethoden te gebruiken welke voor het desbetreffende laboratorium gebruikelijk is, omdat in eerdere ringtesten (RIKILT-DLO rapport 98.005 en 98.011) is gebleken dat er geen of nauwelijks verschil is in de resultaten met de voorgeschreven NEN methoden. De statistische verwerking is uitgevoerd met behulp van ISO 5725.

3 RESULTATEN EN DISCUSSIE

3.1 Resultaten BOOM ringtest zware metalen.

3.1.1 Opzet van de ringtest

Het ringonderzoek bestond uit de bepaling van de metaalgehalten en arseen die in de besluiten (1,2) worden genoemd. Aan de ringtest is door alle geregistreerde BOOM laboratoria (n=17) geparticipeerd. De ringtest is uitgevoerd met behulp van twee monsters. De monsters zijn in duplo geanalyseerd. Het betreft een monster grond, sample 1 (SETOC 720) en een monster compost, sample 2 (Marsep 221). Het monster grond is ook bij de ringtest van 1998 geanalyseerd.

3.1.2 Resultaten en conclusies ringtest zware metalen.

Bij de rapportage van de gevonden gehalten is tevens vermeld van welke ontsluiting- en meettechniek gebruik gemaakt is. De gehalten van de monsters zijn uitgedrukt in mg/kg drogestof. De statistische verwerking is met behulp van ISO 5725 uitgevoerd. Opgemerkt moet worden dat slechts vier van de 17 laboratoria gebruik maken van de NEN-methoden, conform de regeling BOOM.

In bijlage A en B worden de resultaten gegeven van de ringtest. In bijlage C zijn de statistische parameters voor het monster grond vergeleken met de resultaten van hetzelfde grond monster uit de ringtest van 1998 (28). De variatiecoëfficiënten van de herhaalbaarheid ($VC(r)$) en de variatiecoëfficiënten van de binnen-laboratorium reproduceerbaarheid ($VC(R_i)$) van de metingen, zijn getoetst aan de waarden vermeld in het Accreditatieprogramma "Wet Bodembescherming", tabel 2. De variatiecoëfficiënt van de binnen-laboratorium reproduceerbaarheid kan indien onvoldoende informatie beschikbaar is op basis van duplobepalingen, geschat worden met de empirische formule (volgens Kragten), namelijk de variatiecoëfficiënt van de binnen-laboratorium reproduceerbaarheid ($VC(R_i)$) is 1.6 maal de variatiecoëfficiënt van de herhaalbaarheid (27).

Tabel 2 Variatiecoëfficiënten van de herhaalbaarheid ($VC(r)$) en de van de variatiecoëfficiënten binnen-laboratorium reproduceerbaarheid $VC(R_i)$ volgens het Accreditatieprogramma "Wet Bodembescherming".

Element	$VC(r)$ (%)	$VC(R_i)$ (%)
Zn	< 6	< 11
Pb	< 7	< 11
Cd	< 6	< 11
Ni	< 6	< 11
As	< 6	< 11
Cr	< 6	< 11
Cu	< 6	< 11
Hg	< 8	< 16

3.1.2.1 Resultaten en conclusies ringtest arseen in grond en compost.

In tabel 3 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de $VC(r)$ en de $VC(R_i)$ aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster.

Voor compost voldoen de $VC(r)$ en de $VC(R_i)$ niet aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten. Laboratorium 1 is als "cochran-outlier" verwijderd. De laboratoria 3, 5, 7 en 15 zijn bij de vergelijking niet betrokken i.v.m. de mededeling "kleiner dan". De laboratoria zullen i.v.m. de norm voor zeer schone compost van 5.0 mg/kg d.s. en slib/compost van 15 mg/kg d.s. de metingen met een grotere gevoeligheid moeten uitvoeren.

Tabel 3. Statistische parameters voor grond en compost.

Arseen	Soil	Compost
N	17	12
gemiddelde (mg/kg d.s.)	23.9	5.36
consensus waarde (mg/kg d.s.)	22.9	4.43
r (mg/kg d.s.)	2.2	1.2
R (mg/kg d.s.)	7.6	3.7
VC(r) (%)	3.3	7.9
VC(R _i) (%)	5.3	12.6
VC(R) (%)	11.4	24.6
Outliers	-	1

3.1.2.2 Resultaten en conclusies ringtest cadmium in grond en compost.

In tabel 4 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost. Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Laboratorium 8 is als "cochran- en single grubbstest-outlier" verwijderd. Laboratorium 14 is als "cochran-outlier" verwijderd. In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) niet aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten. Laboratorium 8 is als "cochran- en single grubbstest-outlier" verwijderd. De laboratoria 7, 10, 12, 15 zijn bij de vergelijking niet betrokken i.v.m. de mededeling "kleiner dan". De laboratoria zullen i.v.m. de norm voor zeer schone compost van 0.7 mg/kg d.s. de metingen met een grotere gevoeligheid moeten uitvoeren.

Tabel 4. Statistische parameters voor grond en compost.

Cadmium	Soil	Compost
N	15	12
Gemiddelde (mg/kg d.s.)	11.4	0.52
Consensus waarde (mg/kg d.s.)	11.0	0.51
r (mg/kg d.s.)	0.27	0.13
R (mg/kg d.s.)	2.0	0.32
VC(r) (%)	0.83	8.9
VC(R _i) (%)	1.3	14.2
VC(R) (%)	6.3	21.6
Outliers	2	1

3.1.2.3 Resultaten en conclusies ringtest chroom in grond en compost.

In tabel 5 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost. Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten. In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Tabel 5. Statistische parameters voor grond en compost.

Chroom	Soil	Compost
N	17	17
gemiddelde (mg/kg d.s.)	168	32.1
consensus waarde (mg/kg d.s.)	163	29.4
r (mg/kg d.s.)	11.8	4.1
R (mg/kg d.s.)	43.5	16.7
VC(r) (%)	2.5	4.6
VC(R _i) (%)	4.0	7.4
VC(R) (%)	9.3	18.6
Outliers	-	-

3.1.2.4 Resultaten en conclusies ringtest koper in grond en compost.

In tabel 6 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Tabel 6. Statistische parameters voor grond en compost.

Koper	Soil	Compost
N	17	17
gemiddelde (mg/kg d.s.)	127	54.3
consensus waarde (mg/kg d.s.)	120	51.1
r (mg/kg d.s.)	7.8	6.2
R (mg/kg d.s.)	20.0	14.7
VC(r) (%)	2.2	4.1
VC(R _i) (%)	3.5	6.6
VC(R) (%)	5.6	9.7
Outliers	-	-

3.1.2.5 Resultaten en conclusies ringtest lood in grond en compost.

In tabel 7 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Tabel 7. Statistische parameters voor grond en compost.

Lood	Soil	Compost
n	17	17
gemiddelde (mg/kg d.s.)	196	46.3
consensus waarde (mg/kg d.s.)	201	47.6
r (mg/kg d.s.)	13.2	6.7
R (mg/kg d.s.)	44.3	15.3
VC(r) (%)	2.4	5.2
VC(R _i) (%)	3.8	8.3
VC(R) (%)	8.1	11.8
Outliers	-	-

3.1.2.6 Resultaten en conclusies ringtest nikkel in grond en compost.

In tabel 8 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Laboratorium 9 is als "cochran-outlier" verwijderd.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten. Laboratorium 7 en 9 zijn als "cochran-outlier" verwijderd.

Tabel 8. Statistische parameters voor grond en compost.

Nikkel	Soil	Compost
N	16	15
gemiddelde (mg/kg d.s.)	52.4	19.7
consensus waarde (mg/kg d.s.)	52.6	20.2
r (mg/kg d.s.)	2.3	1.4
R (mg/kg d.s.)	12.7	6.0
VC(r) (%)	1.6	2.5
VC(R _i) (%)	2.6	4.0
VC(R) (%)	8.6	10.8
Outliers	1	2

3.1.2.7 Resultaten en conclusies ringtest zink in grond en compost.

In tabel 9 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

Tabel 9. Statistische parameters voor grond en compost.

Zink	Soil	Compost
n	17	17
gemiddelde (mg/kg d.s.)	995	159
consensus waarde (mg/kg d.s.)	1020	164
r (mg/kg d.s.)	73	17.2
R (mg/kg d.s.)	283	45.5
VC(r) (%)	2.6	3.9
VC(R _i) (%)	4.2	6.2
VC(R) (%)	10.1	10.2
outliers	-	-

3.1.2.8 Resultaten en conclusies ringtest kwik in grond en compost.

In tabel 10 worden de statistische parameters vermeld voor grond en compost.

Voor grond voldoen de VC(r) en de VC(R_i) aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten.

In bijlage C worden de statistische parameters vermeld gevonden na analyse in 1998 en 1999 van hetzelfde grondmonster. Voor compost voldoet de VC(r) niet aan de criteria van de in tabel 2 genoemde variatiecoëfficiënten. Laboratorium 11 is als "single grubbstest-outlier" verwijderd. De laboratoria 2, 3, 6, en 16 zijn bij de vergelijking niet betrokken i.v.m. de mededeling "kleiner dan". De laboratoria zullen i.v.m. de norm voor zeer schone compost/compost van 0.2 -0.3 mg/kg de metingen met een grotere gevoeligheid moeten uitvoeren. De reden voor het hogere kwikgehalte bij laboratorium 11 is waarschijnlijk veroorzaakt in de onder 3.1.2 van RIKILT-DLO rapport 98.011 (28) vermelde redenen. Namelijk bij de kwikmeting met behulp van de FIMS moet rekening gehouden worden met een verschil in zuurconcentratie tussen standaarden en monsters. Bij de analyse van het grondmonster treedt dit effect niet op vanwege het hoge gehalte, waardoor verdund moet worden.

Tabel 10. Statistische parameters voor grond en compost.

Kwik	Soil	Compost
N	17	12
gemiddelde (mg/kg d.s.)	2.25	0.11
consensus waarde (mg/kg d.s.)	2.16	0.088
r (mg/kg d.s.)	0.28	0.029
R (mg/kg d.s.)	0.60	0.056
VC(r) (%)	4.4	9.4
VC(R _i) (%)	7.0	15.0
VC(R) (%)	9.5	18.4
Outliers	-	1

CONCLUSIE

De gemiddelden gemeten bij de ringtest komen overeen met de consensuswaarden, vastgesteld in het MARSEP en SETOC programma van de Landbouw Universiteit Wageningen. Er is een goede overeenstemming in gehalten gevonden bij de analyse van het monster grond in 1998 en 1999. De VC(r) en de VC(R_i) gevonden bij de ringtest voldoen aan de criteria van de in het accreditatie programma wet bodembescherming genoemde variatiecoëfficiënten, met uitzondering van arseen en cadmium. Bij kwik voldoet de VC(r) niet. Tevens werd geconstateerd dat sommige laboratoria gehalten opgeven van "kleiner dan". Een algemeen gehanteerd uitgangspunt is dat de analysemethode 1/10 van de norm moet kunnen meten. Om deze afwijkingen te elimineren dienen deze elementen geanalyseerd te worden volgens een methode met een lagere bepaalbaarheidsgrens.

Het hoge gehalte aan kwik ontstaat doordat de monsters zuur verbruiken bij de ontsluiting zuur en de standaarden niet. Het onderdrukkend effect van het koningswater vindt daarom niet in gelijke mate plaats. Verdunnen met water of standaardadditie lost dit probleem van hogere kwikgehalten bij monsters welke niet verdund hoeven te worden op.

LITERATUUR

1. Staatsblad van het Koninkrijk der Nederlanden, 1991, 613, Besluit kwaliteit en gebruik overige organische meststoffen.
2. Staatscourant van het Koninkrijk der Nederlanden, 1992, 122, Regeling bemonstering en analyse overige organische meststoffen.
3. NEN 6465, Monstervoorbehandeling van slib, slibhoudend water, luchtstof en grond voor de bepaling van elementen met atomaire-absorptiespectrometrie. Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 2^e druk, november 1992, Nederlands Normalisatie Instituut.
4. NVN 5770, Monstervoorbehandeling van grond en slib voor de bepaling van elementen met tomaire-absorptiespectrometrie. Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur in een microgolf-oven, 1^e druk, februari 1993, Nederlands Normalisatie Instituut.
5. NEN 6439, Bepaling van het totaal gehalte aan kwik in slib met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie. Ontsluiting met salpeterzuur in een PTFE-destructievat bij 140 °C onder druk, 1^e druk, september 1986, Nederlands Normalisatie Instituut.
6. NEN 5764, Bepaling van het gehalte aan kwik in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie na ontsluiting met salpeterzuur in een PTFE-destructievat bij 140 °C onder druk, februari 1990, Nederlands Normalisatie Instituut.
7. NEN 6432, Bepaling van het gehalte aan arseen in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (hydride-generatietechniek). Ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 2^e druk, september 1993, Nederlands Normalisatie Instituut.
8. NEN 6452, Bepaling van het gehalte aan cadmium in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk, september 1980, Nederlands Normalisatie Instituut.
9. RIKILT analysevoorschrift, A0705, september 1994, Grond, Slib en Compost. Bepaling van het gehalte aan cadmium na destructie met koningswater, grafietoven atomaire absorptiespectrometrie met Zeeman achtergrond correctie.
10. NEN 6448, Bepaling van het gehalte aan chroom in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk, november 1981, Nederlands Normalisatie Instituut.
11. NEN 6451, Bepaling van het gehalte aan koper in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk, september 1980, Nederlands Normalisatie Instituut.
12. NEN 6456, Bepaling van het gehalte aan nikkel in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk, november 1981, Nederlands Normalisatie Instituut.
13. NEN 6453, Bepaling van het gehalte aan lood in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk, november 1981, Nederlands Normalisatie Instituut.

14. NEN 6443, Bepaling van het gehalte aan zink in water met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (vlamtechniek), 1^e druk , februari 1977, Nederlands Normalisatie Instituut.
15. NEN 5760, Bepaling van het gehalte aan arseen in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (hydride-generatietechniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, mei 1991, Nederlands Normalisatie Instituut.
16. NEN 5762, Bepaling van het gehalte aan cadmium in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, augustus 1990, Nederlands Normalisatie Instituut.
17. NEN 6458, Bepaling van het gehalte aan cadmium in water met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (grafietoven-techniek), 1^e druk , oktober 1983, Nederlands Normalisatie Instituut.
18. NEN 5767, Bepaling van het gehalte aan chroom in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, oktober 1991, Nederlands Normalisatie Instituut.
19. NEN 5763, Bepaling van het gehalte aan chroom in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zwavelzuur, 1^e druk, november 1991, Nederlands Normalisatie Instituut.
20. NEN 5758, Bepaling van het gehalte aan koper in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, augustus 1990, Nederlands Normalisatie Instituut.
21. NEN 5765, Bepaling van het gehalte aan nikkel in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, mei 1991, Nederlands Normalisatie Instituut.
22. NEN 5761, Bepaling van het gehalte aan lood in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk, augustus 1990, Nederlands Normalisatie Instituut.
23. NEN 5759, Bepaling van het gehalte aan zink in grond met behulp van atomaire-absorptiespectrometrie (vlam-techniek) na ontsluiting met salpeterzuur en zoutzuur, 1^e druk , augustus 1990, Nederlands Normalisatie Instituut.
24. International Sediment Exchange for Tests on Organic Contaminants (SETOC), report 1996, 720, Department of soil Science and Plant Nutrition, Wageningen Agricultural University, The Netherlands.
25. International Manure and Refuse Sample Exchange Programme (MARSEP), report 1995, 221, Department of Soil Science and Plant Nutrition, Wageningen Agricultural University, The Netherlands.

26. Certification of Total Contents (Mass Fractions) of Cd, Co, Cu, Pb, Mn, Hg, Ni and Zn and the Aqua Regia Soluble Contents (Mass Fractions) of Cd, Cr, Pb, Mn, Ni and Zn in a Sewage Sludge Amended Soil, CRM 143R, Report EUR 15284 EN, Commission of the European Communities, Community Bureau of Reference. BCR Information.
27. Initiële validatie van chemische en fysische onderzoeksmethoden, F0048, 1997, RIKILT-DLO.
28. A. van Polanen, J.J. van Oostrom en A.H. Roos - Resultaten ringtest 1998 zware metalen en arseen in grond en compost in het kader van de regeling "Bemonstering en analyse overige organische meststoffen" (BOOM), RIKILT-DLO rapport 98.011.

Bijlage A Resultaten BOOM ringtest 1999 zware metalen en arseen in grond (mg/kg d.s.).

Laboratorium	Arseen		Cadmium		Chroom		Koper		Kwik		Lood		Nikkel		Zink		Methode
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
1	21	23	11.55	11.51	171.9	173.7	121.9	122.0	2.25	2.20	223.8	218.0	56.06	56.92	1130	1154	a,f,g,h,i
2	27.1	27.5	12.0	12.3	200	204	129	131	1.90	1.87	209	212	59.1	58.9	1003	1012	b,f,g
3	26	27	10.3	10.0	170	180	120	115	2.2	2.5	200	195	51	53	980	1000	f,g
4	23	25	12	12	180	190	120	130	2.5	2.5	200	200	56	58	1000	1000	b,f,g
5	19	19.2	11.1	11.0	164	166	133	134	2.07	2.12	192	188	48.5	48.0	920	899	a,f,g
6	24.2	24.4	10.9	10.8	157.8	155.3	128.4	126.0	1.98	1.95	184.3	181.1	49.2	48.4	802	789	b,f,g
7	25	26	11	11	170	170	140	140	2.3	2.3	170	180	51	51	940	1000	a,f,g
8	26	26	67 ^{out}	62 ^{out}	147	153	134	135	2.5	2.5	207	210	44	45	1030	1010	b,f,g,i,j
9	22.8	23.2	11.2	11.4	178	183	124	126	1.94	1.92	198	214	48.2 ^{out}	56.3 ^{out}	1087	1104	a,g,h,i,j
10	23	23	11	11	160	160	120	120	2.3	2.3	200	200	53	53	960	940	a,f,g,i
11	29.4	30.4	12.6	12.5	165.0	156.1	129.2	121.8	2.391	2.444	182.0	181.1	49.0	48.5	830	792	a,f,g,i
12	21	21	11	11	150	150	130	130	2.4	2.7	170	180	47	47	1000	1000	b,f,j
13	24.1	21.6	11.2	11.2	172	179	130	137	2.25	1.98	208	212	58	58	1123	1106	c,d,e,g,h,j
14	25.19	24.50	11.62 ^{out}	10.99 ^{out}	150.4	141.2	113.7	109.4	2.45	2.24	176.1	167.1	49.94	49.69	941.9	893.5	b,f,g
15	23	24	11	11	160	170	130	130	2.2	2.3	180	190	50	53	950	1000	b,f,g
16	23.4	22.2	11.6	11.7	184	186	127	127	2.18	2.14	212	213	58.6	59.4	1063	1063	b,f
17	20	20.8	12.8	12.9	150.5	151.8	129	130	2.33	2.45	211	210	54.9	54	1118	1101	a,g,h,i,j

N	17	15	17	17	17	17	17	17	17	17	16	17
Gem.	23.9	11.4	168	127	2.25	196	52.4	995				
f	2.2	0.27	11.8	7.8	0.28	13.2	2.3	73				
VC(r)	3.3	0.83	2.5	2.2	4.4	2.4	1.6	2.6				
R	7.6	2.0	43.5	20.0	0.60	44.3	12.7	283				
VC(R)	11.4	6.3	9.3	5.6	9.5	8.1	8.6	10.1				

Statistische parameters na eliminatie van outliers volgens Cochran en Grubbs. Laboratoria met de vermelding "kleiner dan" werden buiten de statistische berekening gehouden.

- a = Ontsluiting volgens NEN 6465.
- b = Ontsluiting volgens NVN 5770.
- c = Verassing voor cadmium, chroom, lood en nikkel.
- d = Ontsluiting met HNO₃ en HClO₄ en H₂SO₄ voor koper.
- e = Ontsluiting met HNO₃.
- f = Detectie met behulp van ICP.
- g = Detectie met behulp van koude damp techniek voor kwik.
- h = Detectie met behulp van FAAS.
- i = Detectie met behulp van Grafietoven AAS voor arseen en/of cadmium.
- j = Detectie met behulp van Hydride generatietechniek.

Bijlage B Resultaten BOOM ringtest 1999 zware metalen en arseen in compost (mg/kg d.s.).

Labora- Torium	Arseen		Cadmium		Chroom		Koper		Kwik		Lood		Nikkel		Zink		Methode
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
1	10 ^{outl}	4 ^{outl}	0.61	0.61	21.22	20.03	57.73	54.65	0.130	0.116	54.48	59.89	22.90	22.34	176.5	178.5	a,f,g,h,i
2	6.40	5.77	0.591	0.541	41.7	41.4	52.7	52.4	<0.1	<0.1	47.2	47.3	21.4	21.3	156	163	b,f,g
3	<5.0	<5.0	0.30	0.27	31	31	49	45	<0.1	<0.1	43	39	18.0	17.5	160	150	f,g
4	4.7	5.1	0.60	0.45	40	45	45	52	0.094	0.11	53	47	22	23	170	170	b,f,g
5	<5	<5	0.49	0.38	30.9	32.3	67.7	64.6	0.15	0.12	48.3	44.9	18.7	19.4	151	152	a,f,g
6	5.53	6.00	0.61	0.69	32.1	33.7	50.2	53.6	<0.2	<0.2	52.9	49.7	19.0	19.7	128.8	128.2	b,f,g
7	<15	<15	<0.4	0.41	35	38	55	61	0.09	0.11	40	43	20 ^{outl}	24 ^{outl}	160	180	a,f,g
8	7.3	7.3	52 ^{outl}	56 ^{outl}	22	21	58	63	0.10	0.12	51	46	13.9	14.6	154	165	b,f,g,i,j
9	4.07	4.06	0.59	0.62	32.5	32.3	53.9	52.9	0.10	0.09	45.9	50.0	12.5 ^{outl}	19.9 ^{outl}	193	179	a,g,h,i,j
10	7.3	6.1	<1.0	<1.0	29	33	52	51	0.12	0.12	40	40	21	21	150	150	a,f,g,i
11	6.741	6.831	0.55	0.52	26.2	26.6	48.7	50.7	0.240 ^{outl}	0.241 ^{outl}	44.40	41.70	18.04	18.27	124.1	129.2	a,f,g,i
12	3.9	3.6	<0.3	<0.3	30	31	59	59	0.1	0.1	42	38	18	19	150	150	b,f,j
13	4.5	4.2	0.41	0.40	39	38	56	56	0.13	0.13	46	47	22	22	171	180	c,d,e,g,h,j
14	6.32	6.58	0.52	0.56	29.79	31.17	48.37	49.96	0.112	0.120	44.16	44.58	19.41	19.90	172.6	158.5	b,f,g
15	5	<3	<0.3	0.8	32	32	55	56	0.07	0.06	40	42	20	20	160	170	b,f,g
16	3.64	4.89	0.46	0.52	33.9	36.1	51.4	49.8	<0.1	<0.1	45.4	45.0	20.4	20.1	153	152	b,f
17	4.2	3.7	0.64	0.67	32.1	29.5	57.9	57.9	0.11	0.12	54.2	57.7	19.2	17.8	163.5	161.3	a,g,h,i,j

N	12	12	17	17	12	12	15	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17
Gem.	5.36	0.52	32.1	54.3	0.11	46.3	19.7	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159
r	1.2	0.13	4.1	6.2	0.029	6.7	1.4	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2	17.2
VC(r)	7.9	8.9	4.6	4.1	9.4	5.2	2.5	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9
R	3.7	0.32	16.7	14.7	0.056	15.3	6.0	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5	45.5
VC(R)	24.6	21.6	18.6	9.7	18.4	11.8	10.8	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2

Statistische parameters na eliminatie van outliers volgens Cochran en Grubbs. Laboratoria met de vermelding "kleiner dan" werden buiten de statistische berekening gehouden.

- a = Ontsluiting volgens NEN 6465.
- b = Ontsluiting volgens NVN 5770.
- c = Verassing voor cadmium, chroom, lood en nikkel.
- d = Ontsluiting met HNO₃ en HClO₄ en H₂SO₄ voor koper.
- e = Ontsluiting met HNO₃.
- f = Detectie met behulp van ICP.
- g = Detectie met behulp van koude damp techniek voor kwik.
- h = Detectie met behulp van FAAS.
- i = Detectie met behulp van Grafietoven AAS voor arseen en/of cadmium.
- j = Detectie met behulp van Hydride generatietechniek.

Bijlage C. Vergelijking proficiency test voor BOOM-laboratoria in grond in het zelfde monster in 1998 en 1999, uitgedrukt in mg/kg droge stof.

	Arseen		Cadmium		Chroom		Koper		Kwik		Lood		Nikkel		Zink	
	1998	1999	1998	1999	1998	1999	1998	1999	1998	1999	1998	1999	1998	1999	1998	1999
N	22	17	22	15	21	17	21	17	20	17	21	17	22	16	22	17
Gem.	23.9	23.9	10.8	11.4	168	168	121	127	2.26	2.25	193	196	54.4	52.4	1002	995
r	3.9	2.2	1.1	0.27	13.1	11.8	5.8	7.8	0.15	0.28	11.8	13.2	4.1	2.3	40	73
CV(r) %	5.9	3.3	3.5	0.83	2.8	2.5	1.7	2.2	2.4	4.4	2.2	2.4	2.9	1.6	1.4	2.6
R	9.8	7.6	3.1	2.0	42.6	43.5	19.5	20.0	0.53	0.60	52.4	44.3	14.2	12.7	223	283
CV(R) %	14.6	11.4	10.1	6.3	9.1	9.3	5.7	5.6	8.4	9.5	9.7	8.1	9.9	8.6	8.0	10.1