

RIVM rapport 518001 006

**Grondwaterbemonstering vanuit een
analytisch-chemisch perspectief**

T. van der Velde-Koerts

maart 2000

Dit onderzoek werd verricht in opdracht en ten laste van de Directie van het RIVM, in het kader van project 518001, Analytische methodiekontwikkeling milieu.

Abstract

A national monitoring network was set up to inventory the quality of the upper ground water under farms. The aim was to investigate if the sampling procedure developed for nutrient analysis, would also be suitable for metal analysis. Leaching and sorption of metals during sampling was due mainly to the membrane filters. Of the five filters tested (mixed ester cellulose, cellulose acetate, cellulose nitrate, regenerated cellulose and polyvinylidene difluoride), leaching and sorption were lowest for cellulose nitrate and polyvinylidene difluoride. Lead leaching was mainly attributed to the poly(vinyl chloride) parts of the sampling equipment. Samples preserved with 0.7% (v/v) HNO₃ were stable for at least 1.5 to 2.5 years. Where filtration and preservation were not performed at the time of sampling, Ni, Ba, Cu, total P, Al, Cd, Zn, Pb, Cr, Fe were partly precipitated. Sorption for Al, Si, Cr, Fe and Pb was found in samples that developed brown flocks after preservation.

The sampling procedure as it is now, is only suitable for the determination of Na, Mg, K, Ca, Sr and As. The sampling procedure can be improved by rinsing the membrane filters, carefully choosing the sampling material, filtrating and preserving at the time of sampling, and digesting samples containing brown flocks.

Inhoud

Samenvatting 4

1. Inleiding 5

2. Materiaal en methoden 7

2.1 Chemicaliën 7

2.2 Analyse met ICP-MS 7

2.3 Elementafgifte en- sorptie van bemonsteringsmateriaal 8

2.3.1 Bemonsteringsflessen 8

2.3.2 Membraanfilters 8

2.3.3 Pomp- en filtratieapparatuur 10

2.3.4 Boorgat-materiaal 10

2.4 Stabiliteit van de monsters 12

2.4.1 Drainwater 12

2.4.2 Uitvlokking 12

3. Resultaten en discussie 14

3.1 Prestatiekenmerken van de ICP-MS-analysmethode 14

3.2 Elementafgifte en -sorptie van bemonsteringsmateriaal 14

3.2.1 Bemonsteringsflessen 14

3.2.2 Membraanfilters 14

3.2.3 Pomp- en filtratieapparatuur 18

3.2.4 Boorgat-materiaal 19

3.3 Stabiliteit van de monsters 20

3.3.1 Stabiliteit van niet aangezuurd grondwater 20

3.3.2 Conservering 21

3.3.3 Uitvlokking 22

3.4 Implicaties voor de analyseresultaten 25

4. Conclusies 28

5. Aanbevelingen 29

Dankwoord 31

Literatuur 32

Bijlage 1 Verzendlijst 33

Bijlage 2 Prestatiekenmerken 34

Bijlage 3 Elementafgifte van bemonsteringsflessen 35

Bijlage 4 Gemiddelde elementsorptie van bemonsteringsflessen 36

Bijlage 5 Elementafgifte van diverse filters aan demi-water (pH=6-7) 37

Bijlage 6 Elementdoorlaatbaarheid voor diverse filters voor gespiked demi-water (pH=6-7) 38

Bijlage 7 Elementafgifte en elementsorptie van de pomp- en filtratieapparatuur 39

Bijlage 8 Elementafgifte van het boorgat-materiaal 40

Bijlage 9 Invloed voorbehandelingsmethode bij monsters met bruine vlokken 41

Bijlage 10 Invloed van een destructie bij monsters met bruine vlokken 42

Bijlage 11 Elementafgifte en elementsorptie afgezet tegen streef- en interventiewaarden en gemeten waarden in grondwater 43

Samenvatting

In het kader van de milieukwaliteitsmonitoring is een Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid opgezet om de kwaliteit van het bovenste grondwater onder agrarische bedrijven te kunnen kwantificeren. Aanvankelijk werden in het bovenste grondwater alleen macro-nutriënten bepaald, maar recent werd het analysepakket uitgebreid met onder andere analyses van sporenelementen (“zware metalen”). Doel van dit onderzoek is om na te gaan of het bemonsteringsprotocol voor het bovenste grondwater, zoals dat voor macro-nutriënten werd opgezet, ook geschikt is voor analyses van macro-, micro- en sporenelementen.

Het bemonsteringsprotocol zoals dat voor macronutriënten werd opgezet, is alleen geschikt is voor de elementen Na, Mg, K, Ca, Sr en As. Voor de overige elementen ontstonden bij het bemonsteringsprotocol problemen door elementafgifte van en elementsorptie aan de bemonsteringsapparatuur en door niet-optimale monsterbehandeling.

Elementafgifte werd veroorzaakt door de membraanfilters en de PVC-onderdelen van de bemonsteringsapparatuur. Ten gevolge van de elementafgifte werd de aantoonbaarheids-grens voor de analyse inclusief bemonstering verhoogd naar 3 mg/l totaal-P; 2 mg/l Na, 2 mg/l K, 0.2 mg/l Mg, 80 µg/l Si; 60 µg/l Al, 40 µg/l Mn, 40 µg/l Fe, 40 µg/l Zn, 30 µg/l Pb, 10 µg/l Sr, 5 µg/l Ba, 4 µg/l Cu, 2 µg/l Ni, 1 µg/l Cr, 0.6 µg/l As, 0.5 µg/l Cd. Ondanks deze verontreinigingen kunnen As, Ba, Cu, Ni voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de streef- en interventiewaarden in grondwater; Cd, Cr, Pb en Zn kunnen voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de interventiewaarden, maar niet tegen de streefwaarden. De elementafgifte kan verminderd worden door de membraanfilters te spoelen; de Pb-afgifte kan worden verminderd door de PVC-onderdelen te vervangen door ander materiaal.

Elementsorptie werd veroorzaakt door de membraanfilters. Van de geteste filters (mixed-ester-cellulose, cellulose-acetaat, cellulose-nitrat, geregenereerd cellulose en polyvinylideendifluoride) was de elementsorptie het laagst voor cellulose-nitrat of polyvinylideendifluoride.

Monsters die geconserveerd werden met 0.7% (v/v) HNO₃, bleven tenminste 1.5-2.5 jaar stabiel. Echter als de filtratie en conservering niet meteen bij monsternamen werd uitgevoerd (drainwater), vond gedeeltelijke precipitatie plaats, waardoor de concentraties Ni, Ba, Cu, totaal-P, Al, Cd, Zn, Pb, Cr en Fe werden onderschat (14-100% te laag). Bij monsters waarin na conservering bruine vlokken ontstonden (waarschijnlijk humuszuur-complexen) vond sorptie plaats, waardoor de concentraties Al, Si, Cr, Fe en Pb werden onderschat (20-87% te laag). Dergelijke monsters kunnen beter gedestruëerd worden voorafgaand aan de analyse.

1. Inleiding

Het karakter van een ecosysteem wordt bepaald door de hoeveelheid voedingsstoffen die beschikbaar is voor de organismen in het systeem. Als de hoeveelheid plantenvoedingsstoffen zo hoog wordt dat de ecologische processen worden ontregeld, spreken we van vermisting van een systeem. In Nederland zijn de belangrijkste vermestende stoffen fosfor (P), stikstof (N) en in mindere mate kalium (K). Via het mestbeleid probeert de rijksoverheid de hoeveelheid vermestende stoffen terug te dringen. In het kader van de milieukwaliteitsmonitoring is een Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid (LMM) opgezet, om de effecten van dit mestbeleid op de kwaliteit van het bovenste grondwater onder agrarische bedrijven te kunnen kwantificeren.

Onder het bovenste grondwater wordt verstaan de bovenste 1 m grondwater, gerekend vanaf de diepte waarop het grondwaterniveau begint (meestal 0.5-2 m onder het maaiveld). Tot het bovenste grondwater rekent men water dat uit drainagebuizen loopt (drainwater) en water dat vanuit een boorgat wordt opgepompt.

Aanvankelijk werden in het bovenste grondwater alleen macro-nutriënten (fosforverbindingen (ortho-fosfaat, totaal-P), stikstofverbindingen (nitraat, ammonium), kalium en chloride) bepaald, maar recent werd het analysepakket uitgebreid tot macro-elementen (Ca, Na, K, Mg, Si, Fe), micro-elementen (Al, Zn, Mn, Sr, Ba), sporenelementen (As, Cu, Cr, Ni, Cd, Pb), DOC (dissolved organic carbon), stikstof-verbindingen (nitraat, ammonium, totaal-Kjeldahl-stikstof), fosforverbindingen (ortho-fosfaat, totaal-P) en macro-anionen (chloride en sulfaat). De gegevens uit het Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid kunnen daarom ook gebruikt worden om te toetsen aan streef- en interventiewaarden voor grondwater en om de bodembelasting van meststof gerelateerde metalen (Cd, Cu, Ni) vast te stellen.

De bemonstering van het bovenste grondwater wordt uitgevoerd door het Laboratorium voor Bodem en Grondwater-onderzoek (LBG) van het RIVM en is zodanig opgezet dat steeds van 12-16 locaties per bedrijf een mengmonster wordt gemaakt. Er zijn twee bemonsterings-schema's:

- Bij het eerste schema wordt drainwater op dag één in 16 flessen verzameld en vervoerd naar het laboratorium. Op dag twee wordt het water gemengd tot één monster, gefiltreerd en geconserveerd.
- Bij het tweede schema wordt het water vanuit 12-16 locaties opgepompt vanuit boorgaten van zand-, veen- of kleigrond, ter plekke gefiltreerd, opgevangen in flessen, dezelfde dag geconserveerd en vervoerd naar het laboratorium. Eén tot twee weken later wordt het water gemengd tot één monster.

Omdat bij het eerste schema circa 30 uur verloopt tussen monsternamen en filtratie, werd bij de afdeling Elementen van het Laboratorium voor Anorganisch-analytische Chemie (LACEL) van het RIVM de vraag gesteld of het gebruikte bemonsteringsprotocol wel geschikt is voor analyses van Ca, Na, K, Mg, Si, Fe, Al, Zn, Mn, Sr, Ba, As, Cu, Cr, Ni, Cd, Pb en totaal-P.

Doel van dit onderzoek is om na te gaan of het bemonsteringsprotocol zoals dat voor macro-nutriënten werd opgezet, ook geschikt is voor bovengenoemde elementen. Hierbij werd

afgifte en sorptie van macro-, micro- en sporenelementen onderzocht voor de bemonsteringsapparatuur. Verder werd de stabiliteit van de monsters onderzocht.

Bij LACEL worden de macro-, micro- en sporenelementen in grondwater routinematig geanalyseerd met vier verschillende technieken:

- As met hydride-AAS (atomic absorption spectrometry),
- Cd, Pb met ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)
- Cu, Cr, Ni en totaal-P met axiaal-ICP-AES (atomic emission spectrometry),
- Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Mn, Fe, Zn, Sr, Ba met radiaal-ICP-AES.

Ieder monster wordt dus vier keer gemeten. Om het onderzoek te versnellen, werd besloten om alle elementen met ICP-MS te bepalen, zodat ieder monster slechts één keer gemeten hoeft te worden. De ICP-MS-analysemethode werd beperkt gevalideerd op basis van aantoonbaarheidsgrenzen, reproduceerbaarheid, terugvinding, modelfout en juistheid. Het onderzoek werd uitgevoerd in het kader van projectnummer 518001 in de periode april t/m juli 1999 en gearhiveerd onder code 99/LAC/518001/GW_sampling.

2. Materiaal en methoden

2.1 Chemicaliën

- Gedemineraliseerd water; milli-Q kwaliteit;
- Salpeterzuur; 65% (w/w); Merck, suprapur;
- Commercieel verkrijgbare enkelvoudige standaardoplossingen:
 - MBH, VHG-labs (1.000 g/l) Rh;
 - MBH, VHG-labs (10.000 g/l) Mg, P;
 - Merck, AAS-standaard (1.000 g/l) Be;
 - Perkin Elmer, pure (1.000 g/l) Al, As, Ba, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, In, K, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, Zn;
 - Spex, ICP-standaard (1.000 g/l) Si.
- Hydroxylammoniumchloride; Merck; pro analyse
- Natronloog (NaOH); Merck; pro analyse

2.2 Analyse met ICP-MS

De analyse van de monsters werd uitgevoerd met ICP-MS. De ICP-MS-apparatuur (Perkin Elmer, Elan 6000) werd uitgerust met een "Gem Tip cross flow" verstuiver en een Rytton verstuiverkamer en de apparatuur werd ingesteld volgens tabel 1.

Tabel 1 Instellingen voor de ICP-MS-apparatuur

Instelling	Waarde	Instelling	Waarde
Vermogen:	1100 W	Sample wash	160 s (pompstand -40)
Verstuivergasjebiet:	0.78 l/min	Sample flush	80 s (pompstand -20)
Voltage analoog detector:	-2150 V	Sample time	57 s
Voltage pulse detector:	1150 V	Sweeps:	12
"Discriminator threshold":	70	Replicates:	3
"AC Rod Offset":	-6.0	Reading/replicate:	1
Detector	dual mode	Dwelltime/amu	20 ms
Scan mode:	peak hopping		

De analyse met ICP-MS werd uitgevoerd met een tweepuntskalibratie:

S1: 0 µg/l analyt in 2% (v/v) HNO₃;

S2: 20 µg/l Cd, 100 µg/l Ni, 200 µg/l Cr, Pb, 400 µg/l As, 1 mg/l Ba, Sr, 2 mg/l Cu, Zn, 5 mg/l Al, Mg, Mn, Na, Si, 6 mg/l P, 7.5 mg/l K, 10 mg/l Ca, Fe in 2% (v/v) HNO₃.

Aan standaarden en monsters werd on-line (1:1) een interne standaard toegevoegd (100 µg/l Be, 20 µg/l Rh, In in 2% (v/v) HNO₃) om te corrigeren voor matrixeffecten en variaties in de instrumentinstellingen. Tussentijds werd gespoeld met 2% (v/v) HNO₃.

De gebruikte isotopen zijn vermeld in bijlage 2. Voor een aantal isotopen werden correcties op spectrale storingen uitgevoerd (zie bijlage 2). De analysemethode werd beperkt gevalideerd onder reproduceerbaarheidscondities. De aantoonbaarheidsgrens (AG = 3s; n=4) werd vastgesteld met een rein drinkwatermonster met een concentratie nabij de

aantoonbaarheidsgrens. Voor Na, Mg, Si, K, Ca, Mn, Cu, As, Sr kon geen praktijkmonster met voldoende lage concentraties gevonden worden, voor deze elementen werd de aantoonbaarheidsgrens vastgesteld in een blanco (0.7% (v/v) HNO₃).

De reproduceerbaarheid (RSD_R; n=4) werd vastgesteld met een gespiked grondwatermonster. De relatieve modelfout ($(c_{\text{gemeten}} - c_{\text{verwacht}}) / c_{\text{verwacht}}$) werd vastgesteld met 2x verdunde S2. De relatieve juistheid ($(c_{\text{gemeten}} - c_{\text{verwacht}}) / c_{\text{verwacht}}$) werd vastgesteld met NIST SRM 1643d (water). De terugvinding ($(aA - a0) / c_{\text{additie}}$) van een spike werd vastgesteld door een additie uit te voeren op een rein drinkwatermonster. Hierbij is a0 een mengsel van 4.8 ml monster en 0.2 ml S1 (blanco) en is aA een mengsel van 4.8 ml monster en 0.2 ml additiestandaard (concentratie = 10*S2).

2.3 Elementafgifte en -sorptie van bemonsteringsmateriaal

2.3.1 Bemonsteringsflessen

Grondwatermonsters worden bewaard in polyetheenflessen van 100, 250 en 1500 ml.

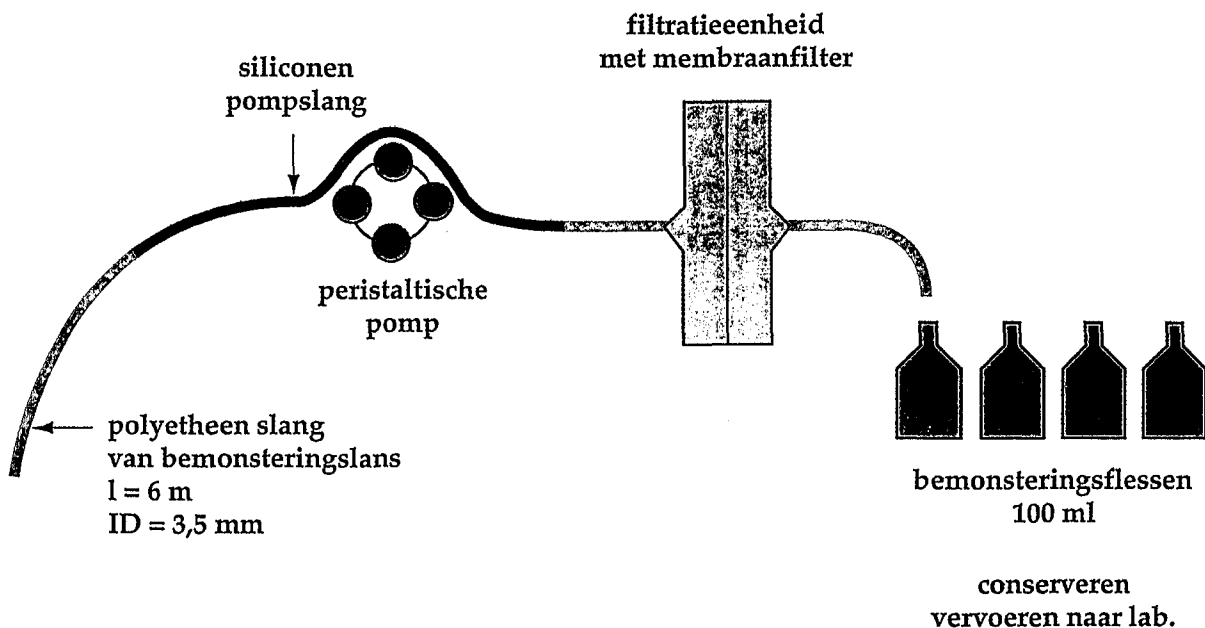
De elementafgifte werd bepaald door deze flessen gedurende 2 maanden weg te zetten met 0.7% (v/v) HNO₃ en de concentratie te bepalen.

De elementsorptie werd bepaald door een drainwatermonster gedurende 24 uur (250 ml fles) en 5 uur (1500 ml fles) weg te zetten bij kamertemperatuur. Het drainwatermonster bestond uit een gefiltreerd mengmonster gespiked met ca. 2000 µg/l Na, P, 1000 µg/l Mg, Si, K, 200 µg/l Al, Ca, K, Mn, Fe, Zn, Sr, Ba, 20 µg/l Cr, Ni, Cu, 10 µg/l Cd, Pb en daarna op pH = 6-7 gebracht met 6 M NaOH. Na de wachttijd werd de fles geheel leeggegoten en werd de fleswand drie maal geëxtraheerd (gespoeld) met 10% (v/v) HNO₃ (3*10 ml voor een 250 ml fles en 3*30 ml voor een 1500 ml fles). De drie extracten werden bij elkaar gevoegd en de concentratie werd bepaald. Als controle werd dezelfde procedure gevolgd voor niet-gespiked milli-Q-water (pH = 6-7) in 250 ml flessen. De elementsorptie aan de fleswand werd berekend door de concentratie in het extract terug te rekenen naar een volle 250 ml of 1500 ml fles. De relatieve sorptie werd berekend door de sorptie te delen door de concentratie in het monster op t = 0 uur.

2.3.2 Membraanfilters

Grondwatermonsters worden gefiltreerd met membraanfilters met een poriëgrootte van 0.45µm; voor de filtratieapparatuur is een doorsnee van 10 cm vereist. Tabel 2 geeft een overzicht van filters die werden getest op elementafgifte en elementdoorlaatbaarheid.

De elementafgifte werd bepaald door demiwater (pH=6-7) te filtreren. De filtratie werd uitgevoerd door het demi-water met een polyetheenslang (lengte 6 m; ID=3.5 mm) op te zuigen vanuit een 10 l voorraadvat (zie figuur 1). Eerst werden de aanvoerslangen doorgespoeld met 1 l demi-water, daarna werd een filter geplaatst en werden 5 fracties van 10 ml opgevangen in polystyreen meetbuizen en werden 5 fracties van 100 ml opgevangen in polyetheen flesjes. Na afloop van de filtratie werd een monster genomen van het ingaande demiwater. Alle monsters werden geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO₃. Vervolgens werd voor elke filtraatfractie de elementafgifte berekend uit het verschil van concentratie in het filtraat en de concentratie van de ingaande oplossing. Uitgaande van de elementafgifte in de



Figuur 1 Schematische weergave van de filtratieapparatuur voor grondwater

Tabel 2 Overzicht van membraanfilters met poriegrootte 0.45 μ m van drie fabrikanten

Materiaal	Fabrikant	Bestelnr.	Prijs per 50	Getest?	Code	Opm.
Mixed Ester Cellulose	Schleicher & Schüll	ME 25/401621	fl 406.80	Ja	MEC	**
	Millipore	HATF 100 50	fl 387.00	Nee	-	
Cellulose nitraat	Schleicher & Schüll	NC 45/401121	fl 460.00	Ja	CN_SS	
	Sartorius	11306 100G	fl 450.00	Ja	CN_S	***
Cellulose acetaat	Schleicher & Schüll	OE 67/404021	fl 460.00	Ja	CA_SS	
	Sartorius	11106 100G	fl 454.00	Ja	CA_S	
Geregenereerd cellulose	Schleicher & Schüll	RC 55/410219	fl 409.20	Ja	C	
	Sartorius	18406 100G	fl 904.00	Nee	-	
Polyamide	Schleicher & Schüll	*		Nee	-	
	Sartorius	*		Nee	-	
Polycarbonaat	Schleicher & Schüll	*		Nee	-	
Polyvinylideendifluoride (Durapore)	Millipore	HVLP 100 50	fl 510.00	Ja	PVDF	
Hydrofoob PTFE	Schleicher & Schüll	*		Nee	-	
	Sartorius	11806 100G	fl 1220.00	Nee	-	

* niet leverbaar in doorsnee 10 cm, wel in andere maten

** in het bemonsteringsprotocol gebruikt voor filtratie van drainwater

*** in het bemonsteringsprotocol gebruikt voor filtratie van water vanuit boorgaten

verschillende fracties werd de elementafgifte in 100 ml monster berekend voor vier verschillende praktijksituaties:

- Bij de filtratie worden 4 filters per 100 ml gebruikt, de filters worden niet voorgespoeld;
- Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt, het filter wordt niet voorgespoeld;
- Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt, het filter wordt met 50 ml voorgespoeld;
- Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt; het filter wordt met 450 ml voorgespoeld.

De elementdoorlaatbaarheid van de filters werd getest door gespiked demi-water (pH=6-7) te filtreren over schone filters (voorgespoeld met 550 ml niet-gespiked demi-water). Demi-water werd gespiked met ca. 2000 µg/l Na, P, 1000 µg/l Mg, Si, K, 200 µg/l Al, Ca, K, Mn, Fe, Zn, Sr, Ba, 20 µg/l Cr, Ni, Cu, 10 µg/l Cd, Pb en daarna op pH = 6-7 gebracht met 6 M NaOH. Eerst werden 5 fracties van 10 ml opgevangen in polystyreen meetbuizen en daarna werden 5 fracties van 100 ml opgevangen in polyetheen flesjes. Na afloop van de filtratie werd een monster genomen van het ingaande gespikete demiwater. Alle monsters werden aangezuurd met 0.7% (v/v) HNO₃. Vervolgens werd voor elke filtraatfractie de elementdoorlaatbaarheid berekend (concentratie in filtraat / concentratie ingaande oplossing). Uitgaande van de elementdoorlaatbaarheid in de verschillende fracties werd de elementdoorlaatbaarheid voor 100 ml monster berekend voor vier verschillende praktijksituaties (zie hierboven bij elementafgifte).

2.3.3 Pomp- en filtratieapparatuur

Bij de bemonstering van het bovenste grondwater van veengrond, kleigrond of zandgrond wordt eerst een boorgat gemaakt en daarin wordt vervolgens een bemonsteringslans gestoken om het grondwater op te pompen. De bemonstering voor de verschillende grondtypes is schematisch weergegeven in figuur 2. De polyetheen slang van de bemonsteringslans wordt verbonden met de filtratie-apparatuur (zie figuur 1). De bemonsteringslans en de pompslang worden voorgespoeld met grondwater (minimaal 1 l) totdat het water helder is. Pas daarna wordt het water gefiltreerd door de pompslang te verbinden met de filtratie-eenheid.

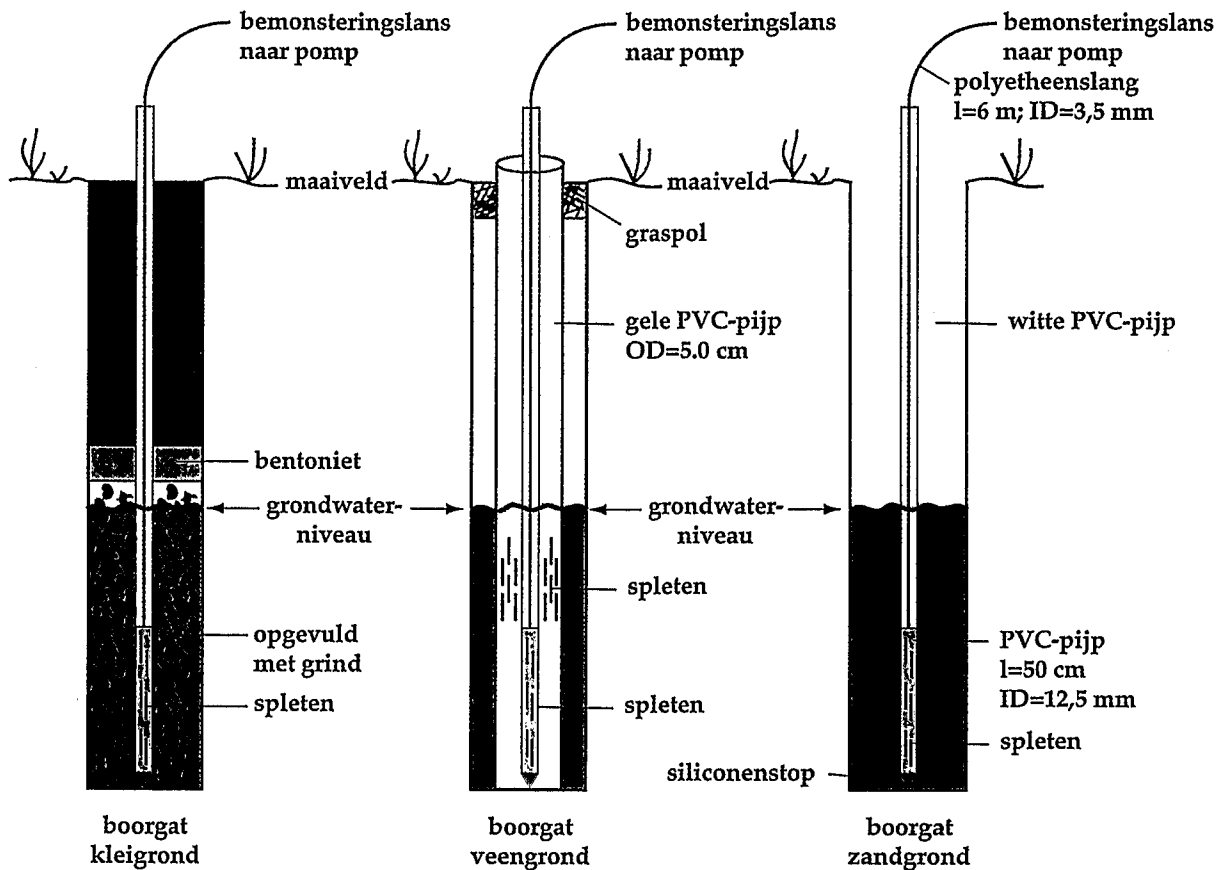
De elementafgifte van een nieuwe bemonsteringslans (zonder witte PVC-pijp), de slangen van de peristaltische pomp en de filtratie-eenheid (zonder filter) werd als geheel vastgesteld door demi-water (pH=6-7) via de bemonsteringslans op te pompen vanuit een 10 l voorraadvat en dan via de filtratie-eenheid 10 fracties van 250 ml op te vangen in zuurgespoelde polyetheen flessen. Als uitgangssituatie werd de concentratie in het voorraadvat genomen na afloop van de bemonstering. Alle monsters werden aangezuurd tot 0.7% (v/v) HNO₃. Vervolgens werd voor elke fractie de elementafgifte berekend uit het verschil van de concentratie in opgevangen fractie en de concentratie van de ingaande oplossing.

De elementsorptie aan een nieuwe bemonsteringslans, de slangen van de peristaltische pomp en de filtratie-eenheid (zonder filter) werd vastgesteld door gespiked demi-water (pH=6-7; zie 2.4.2) op te pompen vanuit een 10 l voorraadvat en dan via de filtratie-eenheid 10 fracties van 250 ml op te vangen in zuurgespoelde polyetheen flessen. Als uitgangssituatie werd de concentratie in het voorraadvat genomen na afloop van de bemonstering. Alle monsters werden aangezuurd tot 0.7% (v/v) HNO₃. Vervolgens werd voor elke fractie de terugvinding berekend (concentratie in de opgevangen fractie / concentratie in de ingaande oplossing).

2.3.4 Boorgat-materiaal

Bij de bemonstering van het bovenste grondwater van veengrond, kleigrond of zandgrond wordt eerst een boorgat gemaakt en daarin wordt vervolgens een bemonsteringslans gestoken om het grondwater op te pompen (zie figuur 2).

Bij kleigrond wordt de ruimte rond de bemonsteringslans opgevuld met filtergrind (tot 50 cm boven het groffe filter, de grijze PVC-pijp). Het gat wordt verder opgevuld met bentoniet-



Figuur 2 Schematische weergave van de bemonstering van het bovenste grondwater van kleigrond, veengrond en zandgrond

zwekcleikorrels (30 cm) en grondkluiten om instromen van regenwater te voorkomen (zie figuur 2). Monsters worden na minimaal een week uit deze boorgaten opgepompt. Hoewel filtergrind wel een bijdrage kan leveren aan de elementsamenstelling van een monster, werd de elementafgifte niet bepaald.

Bij veengrond wordt het boorgat ondersteund met een gele PVC-pijp met spleten (zie figuur 2). Het gat aan de buitenkant van de pijp wordt aan de bovenkant afgedicht met een graszode en de pijp zelf wordt afgedicht met een plastic dop om inregenen te voorkomen. De inhoud van de pijp wordt aan het eind van de dag eenmaal ververs (=afgepompt). De volgende dag (16-24 uur later) wordt in deze buizen een bemonsteringslang geplaatst voor de monsternam. Bij zandgrond wordt geen extra ondersteunend materiaal gebruikt, omdat het grondwater meteen na boren wordt opgepompt.

De elementafgifte van de gele PVC-pijp (veengrond; zie figuur 2) werd bepaald door een stukje gebruikte pijp (lengte 9 cm; ID=4.4 cm; OD=5.0 cm) gedurende 24 uur in een zuurgespoeld 250 ml bekersglas (ID=6.5 cm) met 250 ml milli-Q-water (pH=6-7) te plaatsen. Daarna werd de pijp verwijderd en werd het water aangezuurd tot 0.7% (v/v) HNO₃. Na 1 uur werd het water uitgeschonken in een zuurgespoelde polyetheen fles en werd de concentratie vastgesteld. Als controle werd een bekersglas met alleen milli-Q-water aan dezelfde handelingen onderworpen. De elementafgifte van de PVC-pijp werd berekend uit het verschil tussen de concentratie in het water met pijp en het water zonder pijp.

2.4 Stabiliteit van de monsters

2.4.1 Drainwater

Drainwater wordt onder aërobe omstandigheden bemonsterd. Drainwater wordt bemonsterd door het water dat uit de buizen loopt op te vangen in een 250 ml polyetheen fles. Deze monsters worden als zodanig vervoerd en de volgende dag wordt van deze monsters een mengmonster gemaakt. Pas daarna wordt dit water gefiltreerd en aangezuurd. Om na te gaan wat er onder deze omstandigheden gebeurt met de analyten, werd de gehele monsterrouting nagebootst met een gefiltreerd gespiked mengmonster (zie 2.3.1). Op $t = 0$ uur (monstername), $t = 24$ uur (mengmonster) en $t = 29$ uur (filtratie) werden monsters van 100 ml genomen, die werden geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO_3 .

- Op $t=0$ uur werd een monster genomen uit het drainwatermengmonster; dit is de uitgangssituatie. Daarna werden 16 flessen van 250 ml totaal gevuld met dit drainwatermonster. De 250 ml flesjes werden 1 uur in een koele kamer bij $8\text{ }^\circ\text{C}$ gezet zodat de temperatuur daalde van $22\text{ }^\circ\text{C}$ naar $8\text{ }^\circ\text{C}$; dit is de temperatuur zoals het water uit de grond komt. Om de transportcondities na te bootsen werden de 250 ml flesjes weggezet in een koelbox (zonder koelelementen) en gedurende 7 uur op een schudapparaat gezet (Landgraf; stand 30). Daarna werden de flesjes overnacht in de koelbox bewaard (zonder schudden). De volgende ochtend was de temperatuur in de koelbox opgelopen tot $21.5\text{ }^\circ\text{C}$.
- Op $t=24$ uur werd een mengmonster gemaakt door uit ieder 250 ml flesje 150 ml te decanteren in een bekersglas; dit werd vervolgens overgeschonken in een 5 l schone glazen fles. Het monster in de glazen fles werd geschud en een deel werd overgebracht in een 1500 ml polyetheenfles. In de praktijk wordt deze 1500 ml polyetheenfles gedurende maximaal 5 uur weggezet bij kamertemperatuur ($22\text{ }^\circ\text{C}$).
Op $t=24$ uur werd een monster genomen uit het restant van de 250 ml flesjes ($n=3$) en uit het mengmonster.
- Op $t = 29$ uur werd het mengmonster opgezogen met een peristaltische pomp met siliconenslang en vervolgens gefiltreerd met een mixed-ester-cellulose filter (Schleicher and Schüll; porie $0.45\text{ }\mu\text{m}$; doorsnee 10 cm). De eerste 200 ml van het monster werd gebruikt om de pompslang, de filtreereenheid en het filter schoon te spoelen en sorptieplaatsen te bezetten. Daarna werden 6 fracties van elk 100 ml opgevangen (slechts 1 filter gebruikt) en aangezuurd tot 0.7% (v/v) HNO_3 . Elke fractie werd geanalyseerd.

2.4.2 Uitvlokking

Van de verschillende bodemtypes werden een aantal monsters geselecteerd met bruine vlokken (aangezuurd met 0.7% (v/v) HNO_3). Uit ieder monster werd voorzichtig 10 ml gepipetteerd van de bovenstaande vloeistof (geen vlokken); de concentratie in dit monster dient als referentiepunt. Daarna werd het monster op drie manieren behandeld:

- Schudden voorafgaand aan de analyse;
- Additie van hydroxylammoniumchloride (0.1% (w/w)) en extra HNO_3 (1.0% (v/v));
- Additie van extra HNO_3 (5.0% (v/v));
- Destructie met verdund salpeterzuur.

De gevonden concentraties werden gecorrigeerd voor de verdunningsfactor door te vermenigvuldigen met 1.007 (onbehandeld); 1.007 (schudden); 1.02 (additie hydroxylammoniumchloride) en 1.05 (5% HNO₃).

Voor de destructie werd 9 ml van de bodem van het flesje gepipetteerd en gemengd met 1 ml 65 % (w/w) HNO₃. Als controle werd 9 ml milli-Q-water gedeutereerd. De monsters werden gedeutereerd in een destructiecarrousel met 12 ACV-100 vaten in een gesloten magnetron-systeem (CEM MDS 2000). Het destructieprogramma bestond uit 10 min 330 W; 8 min 510 W; 52 min 390 W. Het destructieprogramma werd niet druk gestuurd (ingesteld 120 psi; bereikt 80 psi). De destructaten werden na afloop meteen geanalyseerd zonder verdere voorbehandeling. De gevonden concentraties werden gecorrigeerd voor de concentratie in de blanco-destructie en daarna werden de netto-concentraties gecorrigeerd voor de verdunningsfactor door vermenigvuldiging met 1.11. Dit is de concentratie in het 9 ml monster dat afkomstig is van de bodem van het flesje (= "bodemlaag"). De eindconcentratie in het oorspronkelijke 100 ml monster (= "totale monster") werd berekend met de formule: $(9 * \text{Conc}_{\text{bodemlaag (9ml)}} + 91 * \text{Conc}_{\text{bovenlaag}}) / 100$.

Vervolgens werd de invloed van de voorbehandelingsmethode berekend door alle gemeten concentraties te delen door de concentratie die gevonden werd in het onbehandelde monster (bovenlaag).

3. Resultaten en discussie

3.1 Prestatiekenmerken van de ICP-MS-analysemethode

De prestatiekenmerken van de hier gebruikte ICP-MS-analysemethode werd vastgesteld onder reproduceerbaarheidscondities. De resultaten worden weergegeven in bijlage 2. In bijlage 2 worden tevens de prestatiekenmerken van de bestaande analysemethoden vermeld, deze kenmerken werden recent opnieuw vastgesteld (oktober 1999). Prestatiekenmerken werden voorheen onder herhaalbaarheidscondities vastgesteld, hierdoor zijn met name de aantoonbaarheidsgrenzen hoger geworden. In vergelijking tot de bestaande analysemethoden is de aantoonbaarheidsgrens van de ICP-MS-methode voldoende laag (behalve voor Fe, Ni en Cd). Gebaseerd op de reproduceerbaarheid en de juistheid is de ICP-MS-methode over het algemeen onnauwkeuriger dan de bestaande analysemethoden (zie bijlage 2). Gemeten concentraties wijken bij de ICP-MS-methode maximaal 30% af van hun werkelijke concentratie (bij niveaus boven 10 AG). Een dergelijke afwijking is acceptabel voor het onderzoek naar de grondwater-bemonstering.

3.2 Elementafgifte en -sorptie van bemonsteringsmateriaal

3.2.1 Bemonsteringsflessen

De elementafgifte van 100, 250 en 1500 ml polyetheenflessen werd vastgesteld door de flessen gedurende 2 maanden weg te zetten met 0.7% (v/v) HNO₃. De maximum elementafgifte is kleiner dan de vereiste aantoonbaarheidsgrens (bijlage 3). Dit betekent dat deze batch bemonsteringsflessen zonder voorbehandeling gebruikt kan worden.

De elementsorptie werd bepaald door een gespiked drainwatermonster (pH=6-7) gedurende 24 uur (250 ml fles) en 5 uur (1500 ml fles) weg te zetten bij kamertemperatuur en daarna de fleswand te extraheren (spoelen) met 10% (v/v) HNO₃. In het extract van een 250 ml fles weggezet met milli-Q-water werd Si en P aangetoond tot 2AG (bijlage 4); deze elementen zijn waarschijnlijk afkomstig uit het zuur. In de extracten van de 250 ml en 1500 ml flessen die werden weggezet met drainwater, werden diverse elementen aangetroffen, maar als de sorptie wordt teruggerekend naar de concentratie in een volle fles, dan is de elementsorptie in de 250-ml flessen alleen significant (tot 4AG) voor Na, Mg, Si, Ca en Sr (bijlage 4).

Gerelateerd aan de concentratie die op t = 0 uur in drainwater werd gemeten, is de sorptie aan de fleswand voor deze elementen minder dan 0.5% (bijlage 4). Vanwege deze geringe afname van de concentratie, betekent dit dat de elementsorptie aan de fleswand bij niet aangezuurde monsters (drainwater) te verwaarlozen is.

3.2.2 Membraanfilters

De elementafgifte van diverse membraanfilters werd bepaald door demiwater (pH=6-7) te filtreren en op te vangen in fracties. De elementafgifte in 100 ml monster werd berekend voor vier verschillende praktijksituaties:

- Bij de filtratie worden 4 filters per 100 ml gebruikt, de filters worden niet voorgespoeld;
- Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt, het filter wordt niet voorgespoeld;

- c) Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt, het filter wordt met 50 ml voorgespoeld;
- d) Bij de filtratie wordt 1 filter gebruikt; het filter wordt met 450 ml voorgespoeld.

Als de filters niet worden voorgespoeld (situatie a en b) worden aanzienlijke hoeveelheden elementen afgegeven (tot 150AG), afhankelijk van het type filter en de filterbatch (bijlage 5 en figuur 3). Bij de bemonstering van grondwater vanuit boorgaten worden de filters niet voorgespoeld en worden de analysesresultaten dus beïnvloed door de bijdrage van de filters. De mixed-ester-filters zijn sterker verontreinigd dan de overige filters, met name voor de elementen Na, Mg, Si, Ca, Mn, Sr en Cd (bijlage 5 en figuur 3). Gebruik van mixed-ester-filters moet daarom worden afgeraden. De PVDF-filters zijn de filters met de minste elementafgifte.

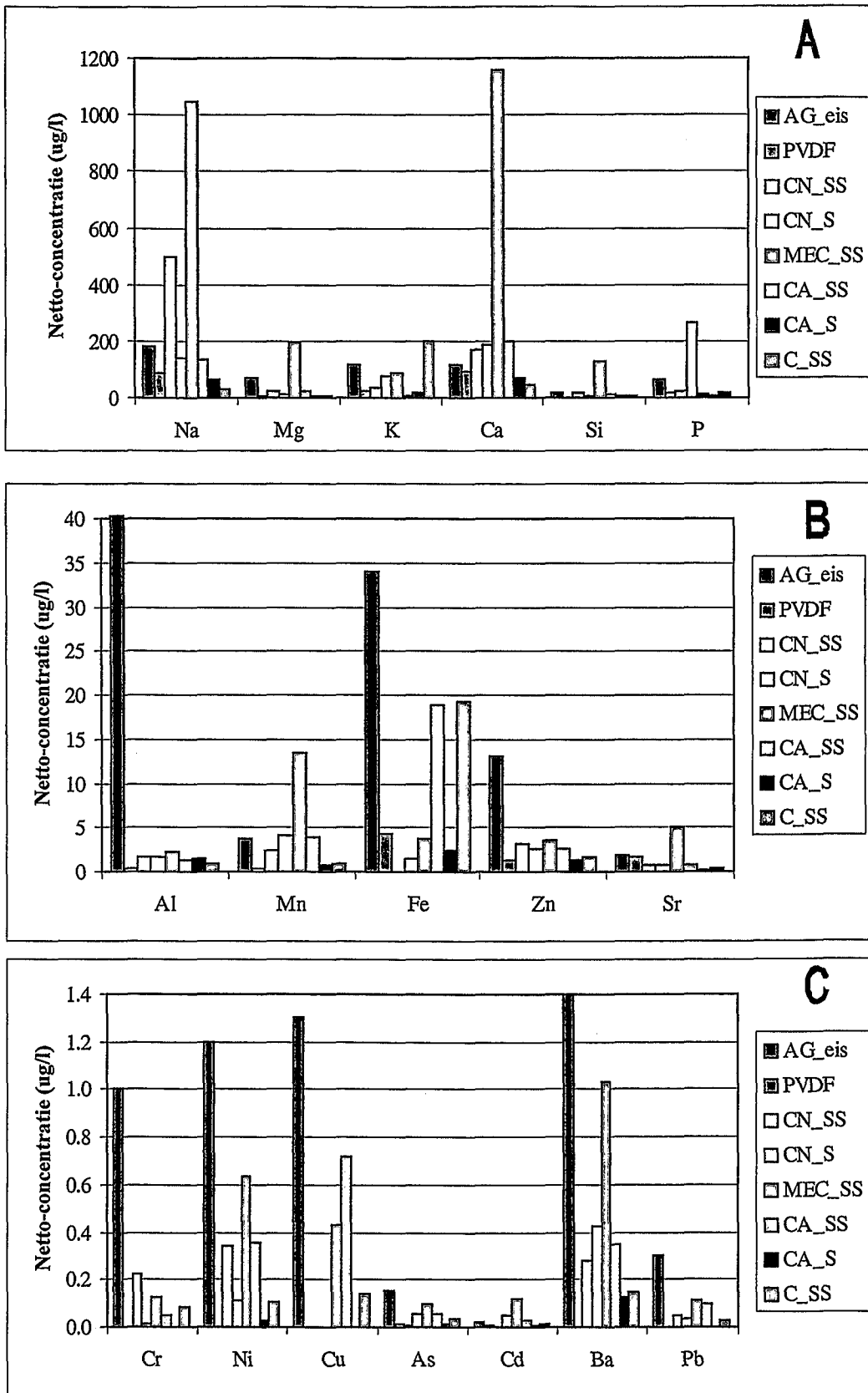
De elementafgifte van alle filters ligt onder de vereiste aantoonbaarheidsgrens indien de eerste 50 ml van het filtraat wordt weggegooid en pas daarna het filtraat wordt opgevangen (situatie c; bijlage 5). Voorspoelen met nog meer monster vermindert de filterbijdrage nog verder (situatie d; bijlage 5).

Echter in de praktijk komt het vaak voor dat de filters verstopt raken en dat al na 25 ml monster een nieuw filter wordt genomen. Voorspoelen met monster is in zo'n geval niet mogelijk, maar het betekent wel dat de bijdrage van de filters niet verwaarloosd kan worden (situatie a; bijlage 5). Als alternatief kunnen de filters op het laboratorium gespoeld worden met demi-water en als vochtige filters vervoerd worden naar de bemonsteringslocatie.

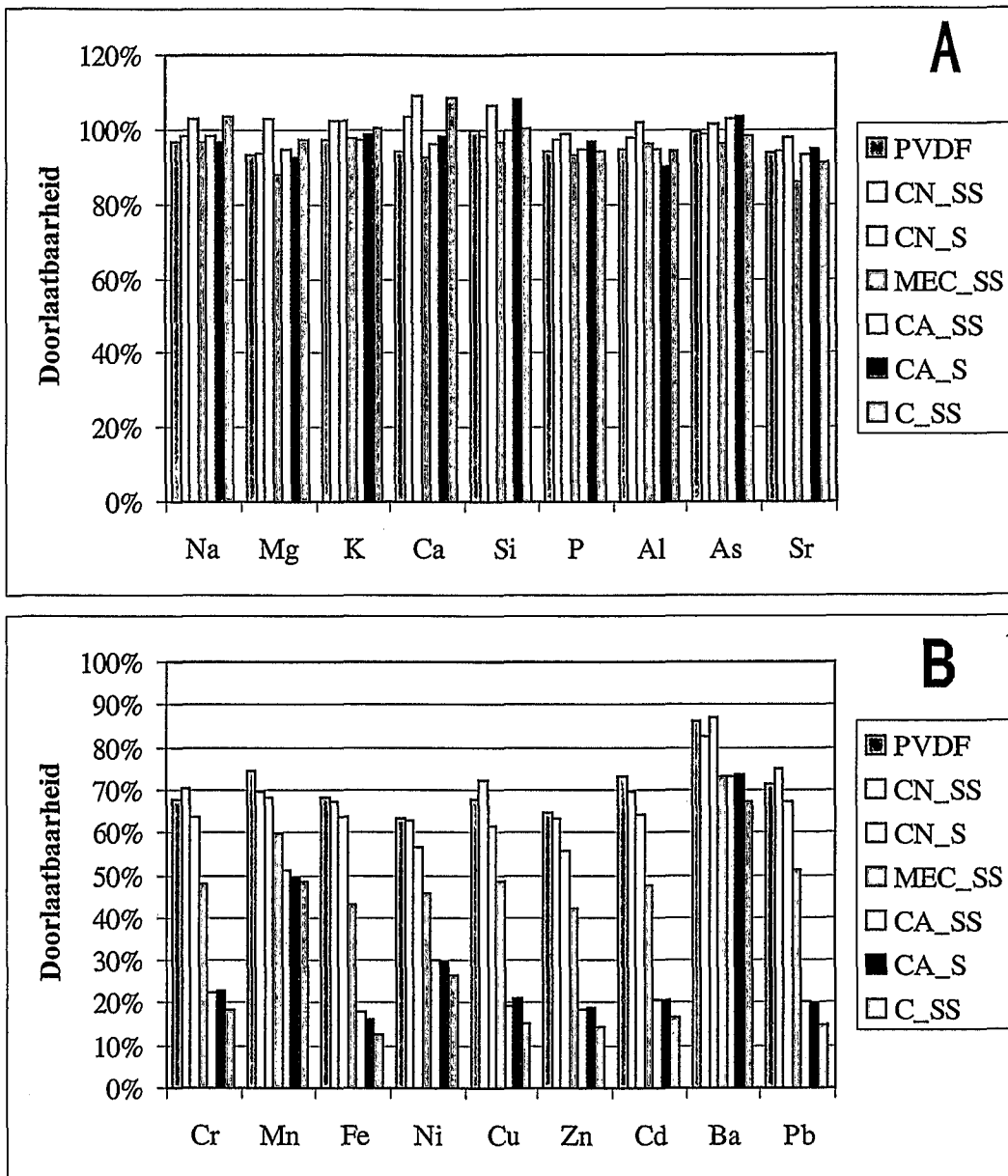
De elementdoorlaatbaarheid van de filters werd bepaald door gespiked demi-water (pH=6-7) te filtreren over schone filters en op te vangen in fracties. De elementdoorlaatbaarheid voor 100 ml monster werd berekend voor vier verschillende praktijksituaties (zie hierboven bij elementafgifte). De resultaten zijn weergegeven in bijlage 6 en figuur 4A en 4B.

In de filtraten wordt de maximale concentratie analyt pas in de derde 10 ml fractie gevonden. Waarschijnlijk treedt in de eerste twee fracties sorptie op en is in de derde fractie het evenwicht bereikt. Monsters, waarbij de filters met 50 ml monster werden voorgespoeld, bevatten de hoogste concentratie analyt (situatie c; bijlage 6). Monsters, waarbij de filters niet werden voorgespoeld, zijn enigszins verdund vanwege sorptie aan de diverse filters. Deze verdunding is verwaarloosbaar indien 1 filter per 100 ml wordt gebruikt: het verschil met de hoogste concentratie analyt is 2%-8% afhankelijk van het element. De verdunding is echter niet meer verwaarloosbaar indien 4 filters per 100 ml worden gebruikt: het verschil met de hoogste concentratie analyt is 14%-28% afhankelijk van het element. Dus de concentratie in de monsters wordt behoorlijk onderschat indien meerdere niet-voorgespoelde filters per monster worden gebruikt.

Indien de filters met 50 ml monster worden voorgespoeld, worden de elementen Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, As, Sr bij alle filters volledig doorgelaten (83%-98% van de ingaande oplossing; zie bijlage 6); de elementen Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Ba en Pb worden gedeeltelijk doorgelaten (53%-77% van de ingaande oplossing; situatie c; bijlage 6). Als de filters met meer monster worden voorgespoeld (450 ml; situatie d; bijlage 6) dan blijft de doorlaatbaarheid voor de elementen Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, As, Sr gelijk (86%-98% van de



Figuur 3 Elementafgifte in 100 ml demi-water (pH=6-7) bij gebruik van één niet voorgespoeld filter per 100 m (Filtercodes zie tabel 2; AG_eis is de vereiste aantoonbaarheidsgrens)



Figuur 4 Elementdoorlaatbaarheid voor gespiked demi-water (pH=6-7) voor diverse filters, waarbij het filter werd voorgespoeld met 450 ml monster (filtercodes zie tabel 2)

ingaaende oplossing; figuur 4), maar voor de elementen Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Ba en Pb verslechtert de doorlaatbaarheid (12%-68% van de ingaaende oplossing; figuur 4).

De doorlaatbaarheid voor Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Ba en Pb is het hoogst voor de cellulose-nitraat en polyvinylideendifluoride filters (minimaal 56% na 450 ml voorspoelen; figuur 4), is intermediair voor de mixed-ester-filters (minimaal 42% na 450 ml voorspoelen) en is het laagst voor de celluloseacetaat en geregenereerde cellulosefilters (minimaal 12% na 450 ml voorspoelen). Waarschijnlijk zijn de elementen Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Ba en Pb niet stabiel bij pH=6-7 waardoor oxide- en hydroxide-neerslagen gevormd worden. Deze neerslagen worden bij filtratie tegengehouden. Maar omdat de elementdoorlaatbaarheid niet voor alle filters hetzelfde is, moet ook nog sprake zijn van een filterspecifiek proces.

Tabel 3 Chemische structuur van de geteste filters

Materiaal	Polymeer	Functionele groepen	Code
Geregenereerd cellulose	Cellulose	-OH -CH ₂ -OH	C
Cellulose nitraat	Cellulose	-O-NO ₂ -CH ₂ -O-NO ₂ -OH	CN
Cellulose acetaat	Cellulose	-O-CO-CH ₃ -CH ₂ -OH -CH ₂ -O-CO-CH ₃ -OH	CA
Mixed ester cellulose	Cellulose	-O-CO-CH ₃ -CH ₂ -OH -CH ₂ -O-CO-CH ₃ -OH -O-NO ₂ -CH ₂ -O-NO ₂	MEC
Polyvinylideendifluoride (Durapore)	Polyetheen	-F -alkyl	PVDF

Tabel 3 geeft een overzicht van de chemische structuur van de diverse filters. Het is denkbaar dat de functionele groepen (OH, acetaat, F) bij deze pH een neerslagreactie aangaan met de te filtreren elementen. In cellulose en cellulose-acetaat is de neerslagreactie sterk, waardoor de elementdoorlaatbaarheid erg laag is. De mixed-ester filters bestaan deels uit celluloseacetaat en deels uit cellulose-nitraat; de elementdoorlaatbaarheid ligt tussen die van cellulose-acetaat (laag) en cellulose-nitraat (hoog) in. De cellulose-nitraat en polyvinylideen-difluoride-filters hebben voor een deel groepen die geen neerslagen vormen (NO₂, alkyl), waardoor de elementdoorlaatbaarheid hier duidelijk hoger is.

Op basis van elementdoorlaatbaarheid en -afgifte is de beste filterkeuze cellulose-nitraat of polyvinylideendifluoride, waarbij de laatste de voorkeur heeft.

3.2.3 Pomp- en filtratieapparatuur

De elementafgifte van een nieuwe bemonsteringslans, de slangen van de peristaltische pomp en de filtratie-eenheid (zonder filter) werd vastgesteld door het geheel te spoelen met demi-water (pH=6-7) en in fracties op te vangen. De elementafgifte is vermeld in bijlage 7A.

In de eerste drie fracties van 250 ml werden een aantal elementen gemeten in concentraties boven de vereiste aantoonbaarheidsgrens. In de vierde fractie van 250 ml (= spoelen met 1000 ml) is de elementafgifte verwaarloosbaar, alleen Pb werd nog waargenomen in aanzienlijke concentraties. De Pb-afgifte neemt af van 32 µg/l in de eerste fractie naar 0.6 µg/l in de tiende fractie (= spoelen met 2500 ml), maar deze concentratie is nog steeds hoger dan de vereiste aantoonbaarheidsgrens (0.3 µg/l). Na het uitvoeren van nog drie van dergelijke experimenten (met dezelfde bemonsteringslans) stabiliseerde de Pb-bijdrage in de vierde fractie van 250 ml (= spoelen met 1000 ml) naar een niveau van ca. 2 µg/l.

De elementsorptie van een nieuwe bemonsteringslans, de slangen van de peristaltische pomp en de filtratie-eenheid (zonder filter) werd vastgesteld door het geheel te spoelen met

gespiked demi-water (pH=6-7) en in fracties op te vangen. De elementsorptie is weergegeven in bijlage 7B.

In de eerste fractie van 250 ml werd minder dan 90% teruggevonden van de ingaande oplossing. Bij alle volgende fracties (behalve Ni en Sr) werd meer dan 90% teruggevonden van de ingaande monsters. Voor Sr werd meer dan 90% teruggevonden in de vierde fractie van 250 ml; voor Ni bleef de terugvinding laag (maximaal 85%). Voor Ca en Pb werd in de eerste twee fracties van 250 ml meer dan 110% teruggevonden, deze elementen kunnen in aanzienlijke hoeveelheden vrijkomen uit de bemonsteringslans.

Uit deze experimenten blijkt dat een gebruikte bemonsteringslans en pompslang met tenminste 1 l monster moet worden voorgespoeld om elementafgifte te verminderen en sorptie-evenwicht te bereiken. In de praktijk wordt hiervoor 1-10 l water gebruikt. Deze hoeveelheid is derhalve voldoende.

Hoewel de Pb afgifte is afgenomen van ca. 32 µg/l voor een nieuwe bemonsteringslans naar ca. 2 µg/l voor een gebruikte bemonsteringslans; is deze laatste hoeveelheid nog steeds hoger dan de gewenste aantoonbaarheidsgrens. Omdat het niveau stabiel is, kan met een veldblanco de bijdrage van de bemonsteringslans goed bepaald worden. Echter praktisch gezien is het nemen van een veldblanco niet goed mogelijk, omdat de starre bemonsteringslans niet goed hanteerbaar is. Omdat Pb niet werd aangetroffen in demi-water dat alleen door het polyetheen gedeelte van de bemonsteringslans is gegaan (zie bijlage 5), moet het PVC-gedeelte verantwoordelijk zijn voor de Pb-bijdrage. PVC kan vaak 1% loodstabilisator bevatten. Omdat wordt aangenomen dat Pb hoofdzakelijk aanwezig is op de buitenlaag van een PVC-pijp, kan Pb door een voorbehandeling verwijderd worden. Packham [1] verwijdert deze loodrijke buitenlaag door een PVC-pijp gedurende 3-5 uur (afhankelijk van het PVC-fabriekaat) te schudden met een mengsel van 0.5% salpeterzuur en 0.85% perchloorzuur in water. Maar als een pijp enige weken niet gebruikt wordt, zal de buitenlaag opnieuw verrijkt zijn met Pb (door diffusie van Pb vanuit de bulklaag naar de buitenlaag), waardoor opnieuw kleine hoeveelheden Pb vrijkomen [1]. Als alternatief kan het zwarte PVC-gedeelte vervangen worden door kunststof zonder metaaladditieven zoals MDPE (medium density polyethylene; PE80), HDPE (high density polyethylene; PE100) of het duurdere FEP (fluorinated ethylene propylene) of PTFE (polytetrafluoroethylene) [2].

3.2.4 Boorgat-materiaal

Bij veengrond wordt een gele PVC-pijp gebruikt om het boorgat te ondersteunen. De elementafgifte van deze gele PVC-pijp werd onderzocht door deze pijp gedurende 24 uur in milli-Q-water (pH=6-7) te plaatsen.

De elementafgifte wordt weergegeven in bijlage 8. De elementsorptie werd niet onderzocht. Voor de meeste elementen is de elementafgifte van de gele PVC-pijp verwaarloosbaar (kleiner dan de vereiste aantoonbaarheidsgrens). Voor K, Ca, Cu, Cd en Pb is de elementafgifte niet verwaarloosbaar. Vooral de afgifte van Pb is erg hoog: 21 µg/l. PVC lijkt dus niet zo'n geschikt materiaal voor de bemonstering van grondwater t.b.v. elementanalyses. Toch wordt PVC (zonder weekmaker) veel gebruikt bij de bemonstering van grondwater en bij het transport van drinkwater vanwege de goede mechanische

eigenschappen en de chemische inertie [3]. Andere kunststoffen die geschikt zijn voor het ondersteunen van (ondiepe) boorgaten zijn MDPE (PE80) en HDPE (PE100) [3].

De samenstelling van een kunststof is per fabrikant en per batch verschillend, aangezien ieder kunststof verschillende types additieven kan bevatten zoals smeermiddelen, weekmakers, stabilisatoren, anti-oxidanten, vulmiddelen, kleurstoffen en soms ook brandvertragers en rookonderdrukkers [4]. Hoewel een groot aantal additieven van organische oorsprong is, kunnen met name stabilisatoren, kleurstoffen, brandvertragers en rookonderdrukkers metalen bevatten [5].

In MDPE- en HDPE-pijpen worden vulmiddelen, anti-oxidanten en soms kleurstoffen toegepast. In PVC-pijpen worden smeermiddelen, vulmiddelen, stabilisatoren en soms kleurstoffen toegepast. Aan PVC-pijpen worden altijd stabilisatoren toegevoegd om de mechanische eigenschappen te verkrijgen, dit zijn voornamelijk lood-, organotin-, barium/cadmium- of calcium/zink-verbindingen. Binnenkort komen PVC-pijpsystemen op de markt, waarbij de metaal-stabilisatoren vervangen zijn door organische stabilisatoren in combinatie met costabilisatoren op basis van calcium-verbindingen [6].

Vanwege de afwezigheid van metaaladditieven is MDPE en HDPE een betere keuze dan PVC. Wordt toch gekozen voor PVC, dan is het aan te raden om vooraf informatie in te winnen over de additieven. Omdat PVC ook gebruikt wordt bij het transport van drinkwater, kan mogelijk worden afgegaan op PVC-materiaal met een KIWA-keurmerk (ATA-certificaat). Als alternatief is het mogelijk om een PVC-batch vooraf te screenen met bijvoorbeeld röntgenfluorescentiespectrometrie (XRF) of met ICP-MS [7].

3.3 Stabiliteit van de monsters

3.3.1 Stabiliteit van niet aangezuurd grondwater

Drainwater wordt onder aërobe omstandigheden bemonsterd en pas na 24-30 uur gefiltreerd en aangezuurd. Om na te gaan wat er onder deze omstandigheden gebeurt met de analyten, werd de gehele monsterrouting nagebootst met een gefiltreerd gespiked mengmonster (pH = 6-7). Op $t = 0$ uur (bemonstering); $t = 24$ uur (aanmaken mengmonster) en $t = 29$ uur (filtratie) werden monsters genomen en geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO_3 .

De resultaten zijn weergegeven in tabel 4. Natrium kon met ICP-MS niet gemeten worden vanwege saturatie van de detector; de concentratie Mg, Si, K, Ca werd berekend via extrapolatie, omdat de bovengrens van de kalibratielijn werd overschreden. Voor As kon de concentratie niet betrouwbaar gemeten worden vanwege een Cl-storing.

Uit tabel 4 wordt duidelijk dat de bemonstering voor Mg, Si, K, Ca, Sr goed verloopt: concentratieveranderingen liggen binnen de meetfout van 10%. Voor Ca en Mg moet de toevallige fout van -11.2% (Mg) en +11.2% (Ca) worden toegeschreven aan de analyse, aangezien beide elementen werden geëxtrapoleerd.

Uit tabel 4 blijkt dat bij Ni, Ba, Cu, P, Al, Cd, Zn, Pb, Cr, Fe verliezen optreden bij het mengen van de monsters en dat deze verliezen bij filtratie nog verergeren. Bij het aanmaken van een mengmonster wordt steeds 150 ml gedecanteerd uit een 250 ml flesje. Opvallend is dat in het restant van de 250 ml flesjes meer element werd teruggevonden dan oorspronkelijk aanwezig was. Deze waarnemingen kunnen verklaard worden door aan te nemen dat deze

Tabel 4 Concentratieveranderingen bij drainwaterbemonstering t.o.v. t = 0 uur

Elem.	t = 0 uur;	t= 24 uur; 250 ml restant (n=3)	t= 24 uur; mengmonster (n=1)	t=29 uur; filtraat (n=6)
Na	Saturatie	Nb	Nb	Nb
As	Cl-storing	Nb	Nb	Nb
Mg	36 mg/l	+2.7% tot +5.9%	+2.2%	-11.2% tot + 5.0%
Si	14 mg/l	+1.6% tot +3.4%	+1.7%	-1.9% tot +4.1%
K	7.9 mg/l	+0.5% tot +3.4%	+0.5%	-1.1% tot +4.1%
Ca	149 mg/l	+4.6% tot +8.7%	+4.8%	-0.6% tot +11.2%
Sr	1 mg/l	-0.5% tot +4.1%	+1.1%	-0.8% tot +1.6%
Ni	23 µg/l	-1.5% tot +3.8%	-4.0%	-1.2% tot -13.9%
Ba	214 µg/l	+4.9% tot +8.7%	-1.2%	-4.9% tot -13.4%
Mn	336 µg/l	+2.2% tot +9.8%	-2.8%	-6.9% tot -18.6%
Cu	24 µg/l	+5.9% tot +13.2%	-4.5%	-16.1% tot -19.5%
P	2.2 mg/l	+3.8% tot +17.4%	-7.6%	-18.9% tot -24.6%
Al	193 µg/l	+4.2% tot +19.6%	-9.0%	-26.3% tot -33.0%
Cd	10 µg/l	+6.5% tot +20.9%	-11.9%	-42.3% tot -50.2%
Zn	201 µg/l	+16.4% tot +58.8%	-26.2%	-81.3% tot -85.4%
Pb	10 µg/l	+21.1% tot +63.1%	-31.3%	-93.2% tot -94.3%
Cr	21 µg/l	+19.6% tot +71.9%	-32.8%	-98.9% tot -99.8%
Fe	151 µg/l	+84.9% tot +166%	-62.8%	-100%

Nb = niet bepaald

elementen neerslagen hebben gevormd en dat deze neerslagen gedurende de nacht zijn uitgezakt. Omdat het restant van de 250 ml flesjes de neerslagen bevat, zullen deze na aanzuren weer in oplossing gaan, zodat de concentratie in het restant monster hoger is dan bij de uitgangssituatie.

De hypothese van de neerslagvorming werd bevestigd door een extra experiment waarbij gedurende 24 uur ieder uur een monster werd getrokken uit het bovenste gedeelte van een 250 ml flesje. Na 5 uur werd de concentratie in de bovenstaande vloeistof lager dan bij de uitgangssituatie. Dus na 5 uur zijn de neerslagen zodanig groot geworden dat laagvorming in de flessen optreedt.

Omdat het mengmonster bestaat uit een verzameling bovenlagen, zal de concentratie in het mengmonster lager zijn dan de concentratie van het uitgangsmateriaal. Aangenomen wordt dat de concentratie in het mengmonster gelijk gemaakt kan worden aan de concentratie van de afzonderlijke monsters door de 250 ml flesjes te schudden in plaats van te decanteren.

Omdat het mengmonster ook neerslagen bevat, zullen deze worden tegengehouden bij filtratie, waardoor na filtratie de concentratie nog lager is geworden. Schudden zal in dit geval dus niet helpen. Uit de resultaten blijkt dat neerslagvorming toeneemt in de volgorde Ni, Ba, Cu, P, Al, Cd, Zn, Pb, Cr, Fe. De elementen Pb, Cr, Fe zijn volledig neergeslagen.

3.3.2 Conservering

Grondwatermonsters worden na filtratie geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO₃ voor de analyse van spoorelementen met ICP-MS, axiaal-ICP-AES of hydride-AAS en met 1% (v/v) HNO₃ + 0.1% (w/w) hydroxylammoniumchloride voor de analyse van macro- en micro-elementen met radiaal-ICP-AES. De effectiviteit van de conservering kan afgeleid worden uit de

analyseresultaten van een controlemonster dat bij iedere analyse wordt meegenomen (figuur 5 A, B, C). Dit controlemonster bestaat uit een mengsel van diverse grondwatermonsters, waarbij bepaalde elementen gespiked werden tot een goed meetbare concentratie. Uit figuur 5 blijkt dat de analyseresultaten over een periode van 1.5-2.5 jaar geen dalende of stijgende trend vertonen. De conservering is derhalve geen probleem.

3.3.3 Uitvlokking

Na aanzuren ontstaan lichtbruine tot donkerbruine vlokken in naar schatting 10% van de grondwatermonsters. Deze vlokken komen voor in alle typen monsters, dus in drainwater en opgepompt water uit kleigrond, veengrond en zandgrond. De vlokvorming begint meteen al op de eerste dag na aanzuren en de vlokken worden in de loop van de tijd langzaam groter, waarbij de grootste vorm waarschijnlijk na een maand bereikt is.

Waarschijnlijk bestaan de bruine vlokken uit humuszuren. Omdat humuszuren in staat zijn elementen te binden, werd onderzocht of deze vlokken elementen kunnen wegvangen uit de oplossing.

Van de verschillende bodemtypes werd een aantal monsters geselecteerd met uitgevlokte humuszuren. Daarna werd het monster op vier manieren behandeld:

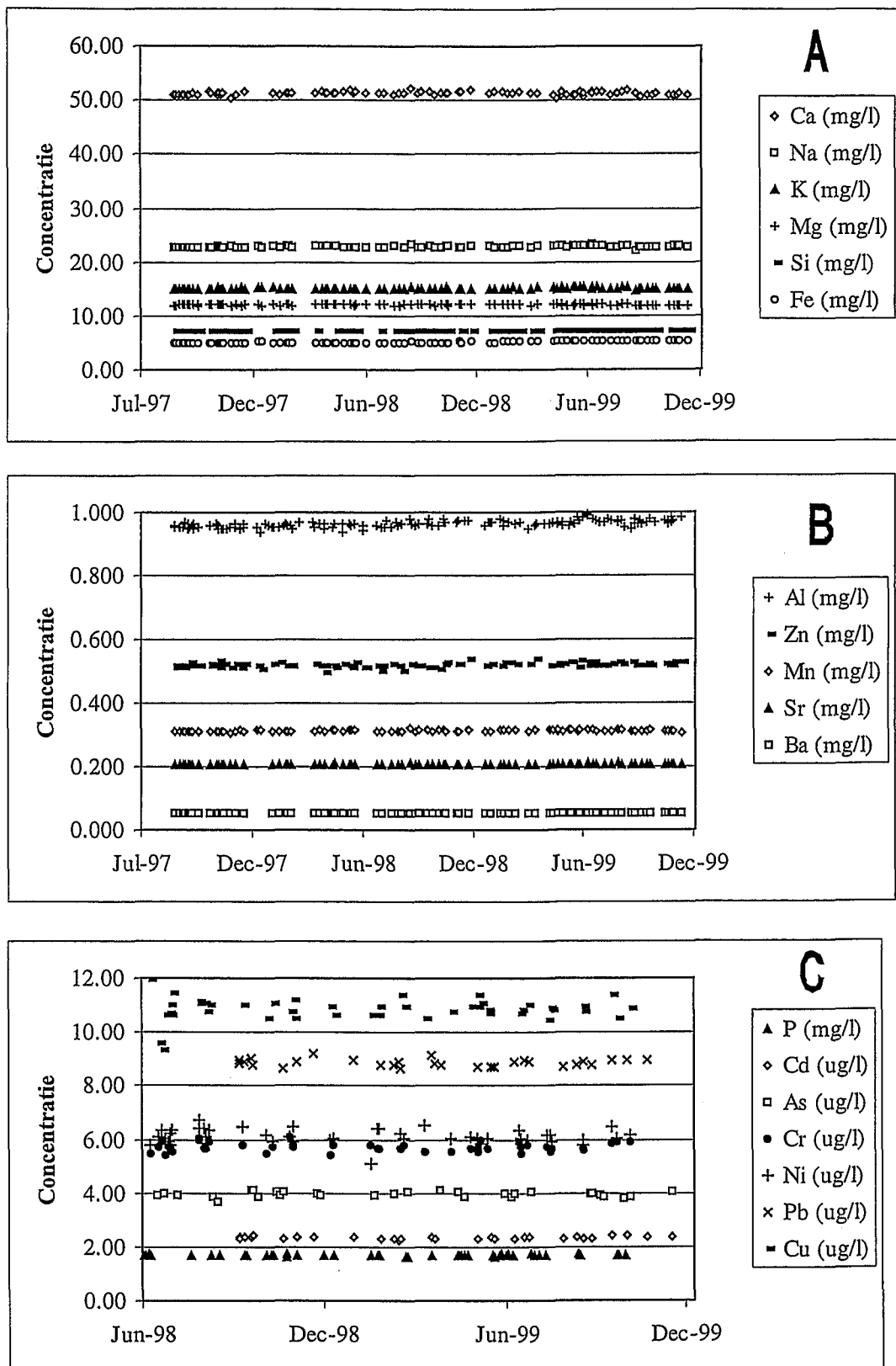
- Schudden voorafgaand aan de analyse;
- Additie van hydroxylammoniumchloride (0.1% (w/w)) en extra HNO₃ (1.0% (v/v));
- Additie van extra HNO₃ (5.0 % (v/v));
- Destructie met verdund salpeterzuur van de bodemlaag met vlokken

Vervolgens werd de invloed van de voorbehandelingsmethode berekend door alle gemeten concentraties te delen door de concentratie die gevonden werd in het onbehandelde monster (geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO₃).

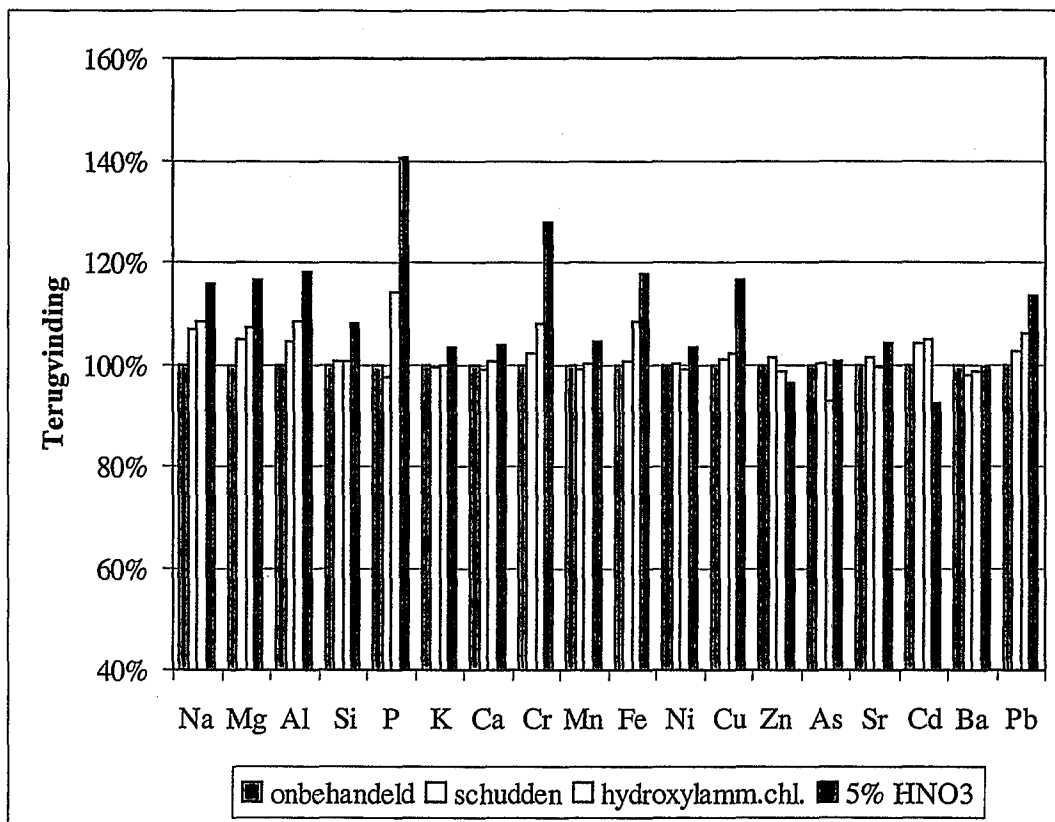
Uit bijlage 9 en figuur 6 blijkt dat schudden of additie van hydroxylammoniumchloride geen of weinig invloed heeft op de analytconcentratie: de gemeten concentraties liggen binnen 90-110% van de waarde die in het onbehandelde monster werd gevonden. Hoewel voor radiaal-ICP-AES een apart conserveringsprotocol met 0.1% (w/w) hydroxylammoniumchloride en 1% (v/v) HNO₃ wordt gebruikt, is daar geen aanleiding toe. Alle monsters kunnen in de toekomst daarom met 0.7% HNO₃ worden geconserveerd.

Uit bijlage 9 en figuur 6 blijkt dat additie van 5% HNO₃ in sommige monsters een toename geeft van de Na, Mg, Al, P, Cr, Fe, Cu concentratie (>110%) en een afname van de Zn-concentratie (<90%). Voor P kan de toename in de 5% HNO₃ oplossing verklaard worden door contaminatie van het gebruikte salpeterzuur; de overige elementen zijn niet aantoonbaar in een 5% HNO₃-oplossing. Maar aangezien verhoging van de zuurconcentratie bij een ICP-MS meting ook verhoging van de Na, Mg, Al, Cr, Fe, Cu concentratie en verlaging van de Zn-concentratie tot gevolg heeft, kan de gevonden verhoging niet met zekerheid worden toegeschreven aan het vrijkomen van de elementen uit de bruine vlokken.

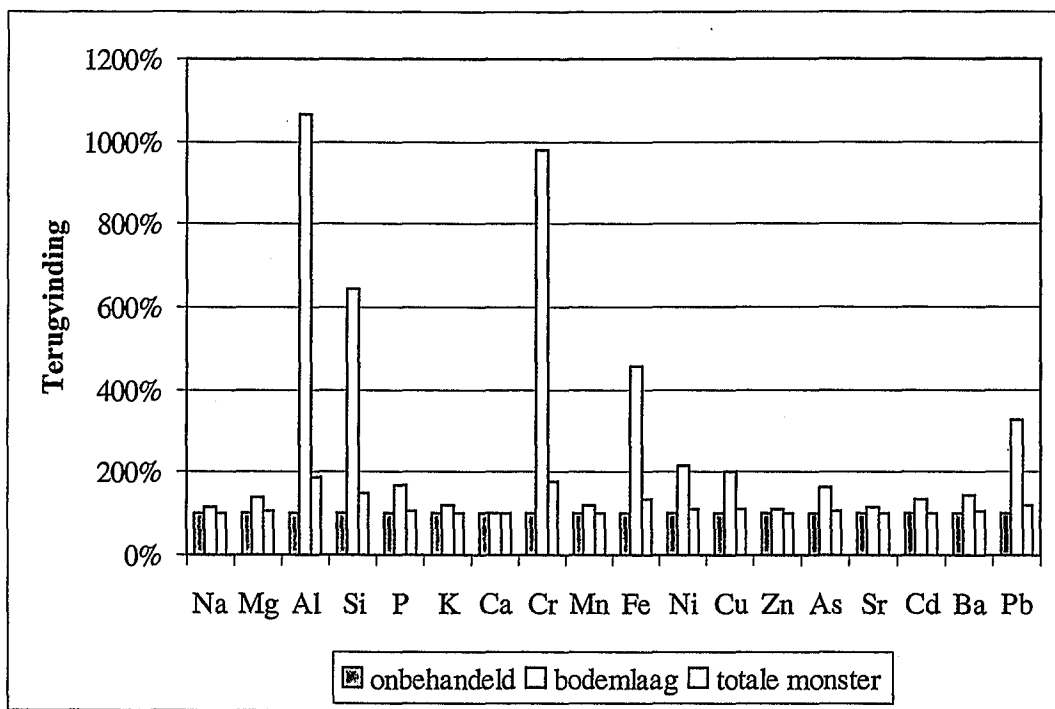
De resultaten van de destructie zijn weergegeven in bijlage 10 en in figuur 7. Bij een destructie met verdund salpeterzuur is de Na, Mg, Al, Si, P, K, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, As, Sr, Cd, Ba, Pb concentratie in de gedestructureerde bodemlaag met vlokken aanzienlijk hoger (>110%) dan de concentratie in de onbehandelde bovenlaag. Een klein gedeelte van deze verhoging (+20%) kan worden toegeschreven aan de analyse, aangezien verhoging van de



Figuur 5 Stabiliteit van grondwatermonsters geconserveerd met 1% (v/v) HNO₃ + 0.1% (w/w) hydroxylammoniumchloride en gemeten met radiaal-ICP-AES (A,B) of geconserveerd met 0.7% (v/v) HNO₃ en gemeten met ICP-MS, axiaal-ICP-AES of hydride-AAS (C)



Figuur 6 Invloed van diverse voorbehandelingsmethoden op de elementconcentraties van een monster met bruine vlokken (81391, afkomstig van een boorgat van zandgrond); onbehandeld monster is gesteld op 100%.



Figuur 7 Invloed van een destructie op de elementconcentraties in de bodemlaag en in het totale monster van een monster met bruine vlokken (82165, afkomstig uit een boorgat van zandgrond); onbehandeld monster is gesteld op 100%

zuurconcentratie ook verhoging van de analytconcentratie tot gevolg heeft. Echter de toename van Al, Si, Cr, Fe en Pb is zodanig hoog dat deze elementen afkomstig moeten zijn van de bruine vlokken. Als de bijdrage van de elementen in de bodemlaag wordt teruggerekend naar het oorspronkelijke 100 ml monster, dan is de concentratie in het ergste geval een factor 2 te laag ingeschat (Al in monster 82165E, zandgrond boorgat).

Uit bovenstaande resultaten blijkt dat de bruine vlokken bij $\text{pH} < 2$ nog diverse elementen kunnen binden en dat deze elementen pas volledig vrij komen na destructie.

3.4 Implicaties voor de analyseresultaten

Om de meetwaarden te toetsen aan de streef- of interventiewaarden in grondwater (bijlage 11), dient de aantoonbaarheidsgrens tenminste $1/3$ van de streef- of interventiewaarde te bedragen. Meetwaarden op streef- of interventiewaarde-niveau kunnen dan theoretisch met een RSD_R van 11% ($=s/(3 \cdot \text{AG}) = s/(3 \cdot 3s)$) gemeten worden. De RSD_R van meetwaarden op de streef- of interventiewaarde-niveau wordt lager naarmate de aantoonbaarheidsgrens lager wordt, maar nooit lager dan de RSD_R zoals opgegeven bij de prestatiekenmerken (zie bijlage 2). De aantoonbaarheidsgrenzen voor de gangbare analysemethoden (bijlage 11) zijn voldoende laag om streef- en interventiewaarden te toetsen. Alleen Cr kan niet aan de streefwaarde getoetst worden; Cr zou op een andere manier geanalyseerd moeten worden.

De aantoonbaarheidsgrens wordt echter niet alleen bepaald door de analyse, maar ook door de bemonstering. Om de aantoonbaarheidsgrens van de analyse te kunnen waarborgen, moet de elementbijdrage van de bemonsteringsapparatuur te verwaarlozen zijn. Een overzicht van de elementafgifte bij de bemonstering wordt weergegeven in tabel 5. Bij een "worst-case" situatie (bijlage 11), waarbij de elementbijdrage van de bemonsteringsfles, het cellulose-nitrat-filter (4 filters/100ml), de aanvoerslangen (voorgespoeld met 1 l monster) en de gele PVC-pijp wordt gesommeerd, blijkt dat de elementafgifte voor de meeste elementen groter is dan de aantoonbaarheidsgrens van de analyse. Als geen wijziging wordt aangebracht in het bemonsteringsprotocol, betekent dit dat de aantoonbaarheidsgrenzen die in de database voor het Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid worden gehanteerd, verhoogd moeten worden naar 3 mg/l totaal-P; 2 mg/l Na, 2 mg/l K, 0.2 mg/l Mg, 80 µg/l Si; 60 µg/l Al, 40 µg/l Mn, 40 µg/l Fe, 40 µg/l Zn, 30 µg/l Pb, 10 µg/l Sr, 5 µg/l Ba, 4 µg/l Cu, 2 µg/l Ni, 1 µg/l Cr, 0.6 µg/l As, 0.5 µg/l Cd. Analyseresultaten beneden deze concentraties kunnen niet met zekerheid worden toegeschreven aan het monster.

Ondanks deze verontreinigingen kunnen As, Ba, Cu, Ni voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de streef- en interventiewaarden in grondwater; Cd, Cr, Pb en Zn kunnen voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de interventiewaarden, maar niet tegen de streefwaarden (bijlage 11).

Voor Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Mn, Fe en Sr zijn geen streef- en interventiewaarden bekend. Gerelateerd aan de minimale concentraties die in de monsters gevonden werden (bijlage 11), is de elementbijdrage van de bemonsteringsapparatuur voor Na, Mg en Fe geen probleem; de elementbijdrage voor totaal-P, K en Ca is niet verwaarloosbaar. Voor Al, Si, Mn en Sr zijn geen monstergegevens aanwezig.

De aantoonbaarheidsgrens voor de analyse inclusief bemonstering voor Pb kan verbeterd worden door een juiste keuze van het kunststofbemonsteringsmateriaal (zie 3.2.3 en 3.2.4); de aantoonbaarheidsgrens voor Na, Mg, Si, totaal-P, K, Ca, Mn, Cu, Zn, As, Sr, Cd, Ba kan verbeterd worden door de filters voor te spoelen met 50 ml monster (zie 3.2.2).

Tabel 5 Overzicht van de elementafgifte bij de bemonstering

Onderdeel	Al	As	Ba	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	P	Pb	Si	Sr	Zn
Zuur@	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	-	+	-	-
Meetbuis	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fles	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
CN_S *	-	-	-	+	+	-	-	-	-	-	+	-	-	++	-	-	-	-
MEC_SS#	-	-	-	++	++	-	-	-	-	+	++	+	-	-	-	++	+	-
Lans en slangen **	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	-	-	-
Boorgat-materiaal	-	-	-	+	+	-	+	-	+	-	-	-	-	-	+	-	-	-

- elementafgifte niet aangetoond (<AG uit bijlage 2)

+ elementafgifte aangetoond (> AG uit bijlage 2)

@ bij experimenten met verhoogde salpeterzuurconcentratie (5-10% (v/v)) aangetoond

* CN_S = membraanfilter cellulose-nitrat (Sartorius); 1 filter per 100 ml; niet voorgespoeld

MEC_SS = membraanfilter mixed-ester-cellulose (Schleicher and Schull); 1 filter per 100 ml; niet voorgespoeld

** voorgespoeld met 1 l monster

Een ander probleem dat zich bij de bemonstering voordoet is elementsorptie en instabiliteit van de monsters. Een overzicht van de elementsorptie bij de bemonstering is weergegeven in tabel 6.

Tabel 6 Overzicht van de elementsorptie bij de bemonstering

Onderdeel	Al	As	Ba	Ca	Cd	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	P	Pb	Si	Sr	Zn
Fles	-	-	-	+	-	-	-	-	-	+	-	+	-	-	-	+	+	-
CN_S*	-	-	-	-	+	+	+	+	-	-	+	-	+	-	+	-	-	+
MEC_SS#	-	-	+	-	+	+	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-	+	+
lans en slangen **	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

- elementsorptie niet aangetoond (terugvinding 80-110% van originele oplossing)

+ elementsorptie aangetoond (terugvinding < 80% van originele oplossing)

* CN_S = membraanfilter cellulose-nitrat (Sartorius); 1 filter per 100 ml; niet voorgespoeld

MEC_SS = membraanfilter mixed-ester-cellulose (Schleicher and Schull); 1 filter per 100 ml; niet voorgespoeld

** voorgespoeld met 1 l monster

Bij een "worst-case" situatie (bijlage 11), waarbij de elementsorptie van het cellulose-nitrat-filter (4 filters per 100 ml), de bruine vlokken (humuszuren) en een niet tijdige aanzuring (neerslagvorming) worden gesommeerd, blijkt dat alleen de elementen Na, Mg, K, Ca, As en Sr betrouwbaar gemeten kunnen worden.

Indien de monsters niet tijdig worden aangezuurd (drainwater) worden de concentraties Ni (23 µg/l), Ba (214 µg/l), Cu (24 µg/l), totaal-P (2.2 mg/l), Al (193 µg/l), Cd (10 µg/l), Zn (201 µg/l), Pb (10 µg/l), Cr (21 µg/l) en Fe (151 µg/l) onderschat vanwege neerslagvorming bij pH > 2 (14-100% te laag; tabel 4).

Bij de filtratie worden de concentraties Cr (20 µg/l), Mn (200 µg/l), Fe (200 µg/l), Ni (20 µg/l), Cu (20 µg/l), Zn (230 µg/l), Cd (10 µg/l), Ba (220 µg/l) en Pb (10 µg/l) nog verder

onderschat door sorptie aan een membraanfilter (bijlage 6; 28-46% te laag voor vier cellulose-nitraat filters per 100 ml).

In monsters waarin na conservering met 0.7% (v/v) HNO₃ bruine vlokken ontstaan, kunnen elementen gedeeltelijk worden weggevangen door humuszuurcomplexen, waardoor de concentratie Al (4.7 mg/l), Si (11 mg/l), Cr (4 µg/l), Fe (4.6 mg/l) en Pb (4.4 µg/l) wordt onderschat (concentratie 20-87% te laag; zie bijlage 10).

De juistheid van de analyseresultaten kan verbeterd worden door monsters met bruine vlokken te destrueren met salpeterzuur en door de drainwatermonsters meteen bij monsternamen te filtreren en aan te zuren. Voor de elementsorptie van de membraanfilters is (nog) geen oplossing voorhanden. Van alle geteste filters hadden cellulose-nitraat en PVDF de laagste sorptie.

Uit bovenstaande resultaten blijkt dat de bemonstering zoals die voor macro-nutriënten werd opgezet, alleen geschikt is voor de elementen Na, Mg, K, Ca, Sr en As. Voor de overige elementen ontstaan bij het bemonsteringsprotocol problemen door elementafgifte van en elementsorptie aan de bemonsteringsapparatuur.

4. Conclusies

Het bemonsteringsprotocol zoals dat voor macronutriënten werd opgezet, is alleen geschikt is voor de elementen Na, Mg, K, Ca, Sr en As. Voor de overige elementen ontstaan bij het bemonsteringsprotocol problemen door elementafgifte van en elementsorptie aan de bemonsteringsapparatuur en door niet-optimale monsterbehandeling.

- Elementafgifte

Elementafgifte wordt veroorzaakt door de membraanfilters en de PVC-onderdelen van de bemonsteringsapparatuur. Ten gevolge van de elementafgifte moet de aantoonbaarheids-grens voor de analyse inclusief bemonstering in de meest ongunstige situatie verhoogd worden naar 3 mg/l totaal-P; 2 mg/l Na, 2 mg/l K, 0.2 mg/l Mg, 80 µg/l Si; 60 µg/l Al, 40 µg/l Mn, 40 µg/l Fe, 40 µg/l Zn, 30 µg/l Pb, 10 µg/l Sr, 5 µg/l Ba, 4 µg/l Cu, 2 µg/l Ni, 1 µg/l Cr, 0.6 µg/l As, 0.5 µg/l Cd.

Ondanks deze verontreinigingen kunnen As, Ba, Cu, Ni voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de streef- en interventiewaarden in grondwater; Cd, Cr, Pb en Zn kunnen voldoende nauwkeurig getoetst worden tegen de interventiewaarden van grondwater, maar niet tegen de streefwaarden van grondwater.

- Elementsorptie

Elementsorptie wordt veroorzaakt door de membraanfilters. Van de geteste filters (mixed-ester-cellulose, cellulose-acetaat, cellulose-nitraat, geregenereerd cellulose en polyvinylideendifluoride) is cellulose-nitraat of polyvinylideendifluoride de beste keuze. Vanwege sorptie, maar mogelijk ook door neerslagvorming vóór filtratie, worden de concentraties Cr (20 µg/l), Mn (200 µg/l), Fe (200 µg/l), Ni (20 µg/l), Cu (20 µg/l), Zn (230 µg/l), Cd (10 µg/l), Ba (220 µg/l) en Pb (10 µg/l) onderschat (28%-46% te laag voor vier cellulose-nitraat filters per 100 ml).

- Monsterbehandeling

In monsters die niet direct bij monstername gefiltreerd en geconserveerd worden (zoals drainwater), kunnen micro- en sporenelementen precipiteren waardoor de concentratie Ni (23 µg/l), Ba (214 µg/l), Cu (24 µg/l), totaal-P (2.2 mg/l), Al (193 µg/l), Cd (10 µg/l), Zn (201 µg/l), Pb (10 µg/l), Cr (21 µg/l) en Fe (151 µg/l) wordt onderschat vanwege neerslagvorming bij pH > 2 (14-100% te laag).

In monsters waarin na conservering met 0.7% (v/v) HNO₃ bruine vlokken ontstaan, kunnen elementen gedeeltelijk worden weggevangen door humuszuurcomplexen, waardoor de concentratie Al (4.7 mg/l), Si (11 mg/l), Cr (4 µg/l), Fe (4.6 mg/l) en Pb (4.4 µg/l) wordt onderschat (concentratie 20-87% te laag).

Monsters waarin na conservering geen bruine vlokken ontstaan, blijven tenminste 1.5-2.5 jaar stabiel in 0.7% (v/v) HNO₃.

5. Aanbevelingen

- A. Er zit geen verschil tussen een conservering met 0.7% (v/v) HNO_3 en 1.0% (v/v) HNO_3 + 0.1% (w/w) hydroxylammoniumchloride. Het is daarom aan te bevelen alle monsters uitsluitend met 0.7% (v/v) HNO_3 aan te zuren, waardoor voor de elementanalyse met één monster van 100 ml kan worden volstaan.
- B. Het PVC-materiaal dat nu voor de bemonstering wordt gebruikt (PVC-gedeelte van de bemonsteringslans en PVC-pijp voor ondersteuning van boorgaten), geeft veel Pb af. Het is aan te raden om dit materiaal te vervangen door kunststof zonder metaaladditieven.
- C. Omdat de polystyreen meetbuizen forse hoeveelheden Ca afgeven (ca. 300 $\mu\text{g/l}$ na 2 weken), dienen monsters niet langer dan een dag in deze buizen te staan.
- D. De elementafgifte van de membraanfilters kan worden verminderd door de filters te spoelen met tenminste 50 ml monster. Omdat in het grondwater niet alleen elementen bepaald worden, maar ook andere componenten, wordt aangeraden onderstaande (vaste) bemonsteringsvolgorde aan te houden, waardoor het monster voor de elementanalyse wordt voorgespoeld met 170 ml monster (uitgaande van 1 filter voor alle fracties):
fractie 1 = 100 ml t.b.v. chloride, sulfaat;
fractie 2 = 170 ml t.b.v. orthofosfaat, nitraat, ammonium, totaal-Kjeldahl-stikstof;
fractie 3 = 100 ml t.b.v. totaal-P, macro-, micro-, sporenelementen
fractie 4 = 100 ml t.b.v. DOC.
- E. Afgifte en sorptie voor stikstofverbindingen, macro-anionen (chloride, sulfaat) en DOC werd niet onderzocht. Een aanwijzing dat er uit de filters ook organische componenten vrijkomen (bijdrage bij DOC), blijkt uit de schuimvorming die in de eerste 10-20 ml filtraat werd waargenomen. Aanbevolen wordt om in een vervolgonderzoek tenminste ook DOC mee te nemen.
- F. Om de elementafgifte van de membraanfilters in kaart te brengen is het aan te raden om bij de bemonstering te noteren:
de gebruikte filterbatch;
met hoeveel ml monster de filters werden voorgespoeld;
het aantal filters per bemonsteringsflesje;
de volgorde van de filtraten indien meerdere flesjes per filter werden gevuld.
Verder is het aan te raden om per filterbatch de elementafgifte vast te stellen; dit kan eenvoudig in het laboratorium gebeuren door demi-water te filtreren.
- G. Een aantal monsters gaat na filtreren en aanzuren bruine vlokken ontwikkelen die elementen (Al, Si, Cr, Fe, Pb) kunnen wegvangen. Als in het LAC-LIMS een opmerking wordt gemaakt of monsters ten tijde van de analyse wel of niet bruine vlokken bevatten, kan een beter inzicht worden verkregen in het percentage monsters waarbij vlokvorming optreedt. Het is aan te raden om dergelijke monsters te destrueren voorafgaand aan de analyse.
- H. Hoewel de hier geteste batch bemonsteringsflessen geen elementen afgeeft, kan dat bij een volgende batch wel het geval zijn. Daarom wordt aangeraden om voorafgaand aan een bestelling een aantal verschillende batches te testen op elementafgifte.

- I. De drainwatermonsters worden vervoerd in een koelbox zonder koelelementen. In de koelbox loopt de temperatuur vrij snel op naar omgevingstemperatuur (zie 2.4.1). Vanwege microbiële afbraakprocessen is het van belang dat monsters waarin ammonium, nitraat en DOC bepaald moeten worden, zo koel mogelijk vervoerd worden en zo snel mogelijk bepaald worden. Aanbevolen wordt om de invloed van de transportcondities ook voor deze ionogene species vast te stellen.
- J. De sorptie-experimenten in dit rapport werden uitgevoerd met een spike op één niveau. Om na te gaan of de sorptie afhankelijk is van de concentratie, kunnen spikes op verschillende niveaus worden toegevoegd. Nog beter is het om uit te gaan van monsters met verschillende concentratieniveaus.
- K. Drainwater is van origine al aëroob; neerslagvorming heeft hier waarschijnlijk al plaatsgevonden voordat het water in de drainbuizen komt. Of de neerslagvorming van drainwater nog verergert na de bemonstering wordt uit de experimenten in dit rapport niet duidelijk. Hiervoor is het nodig dat het experiment uit 3.3.1 herhaald wordt, maar dan zodanig dat op verschillende tijdstippen tussen $t = 0$ uur en $t = 29$ uur zowel gefiltreerde als niet-gefiltreerde monsters genomen worden. In plaats van een gespiked drainwatermonster kunnen beter originele drainwatermonsters genomen worden met verschillende concentratieniveaus.

Dankwoord

Graag wil ik Dico Fraters, Lou Gast, Hans van Maaren en Niels Masselink bedanken voor hun hulp bij het doorgronden van het bemonsteringsprotocol van het LBG en voor het beschikbaar stellen van de verschillende onderdelen van de bemonsteringsapparatuur. Graag wil ik Frans van den Berg van de Studio bedanken voor de mooie tekeningen van de grondwaterbemonstering (figuur 1 en 2).

Literatuur

- 1 Packham RF. The leaching of toxic stabilizers from unplasticized PVC water pipe. Part III The measurement of extractable lead in uPVC pipes. *Water Treatment and Examination* 1971;20(2):152-164.
- 2 Ranney TA, Parker LV. Comparison of fiberglass and other polymeric well casings, Part III. Sorption and leaching of trace-level metals. *Ground Water Monitoring and Remediation* 1998;18(3):127-133.
- 3 Marshall GP, Brogden S, Shepherd MA. Evaluation of surge and fatigue resistance of poly(vinyl chloride) and polyethylene pipeline materials for use in the UK water industry. *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*. 1998;27(10):483-488.
- 4 Kirk-Othmer Encyclopedia of chemical technology. 3rd ed. 1982. Wiley. New York
- 5 Green J. Mechanisms for flame retardancy and smoke suppression. A review. *J. of Fire Sciences*. 1996;14(6):426-442.
- 6 Hopfmann T, Wehner W, Ryningen A, Stoffelsma JU, Clucas P, Pfaendner R. Organic based stabiliser systems for poly(vinyl chloride) pipes. New stabiliser generation. *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications* 1998;27(10):442-446.
- 7 Van de Beek ACW, Van de Wiel HJ. Onderzoek naar de toepasbaarheid van draagbare XRF-apparatuur voor de screening van kunststoffen op hoge cadmiumgehalten. RIVM rapportnr. 692210003. Bilthoven. 1994.

Bijlage 1 Verzendlijst

- 1 Directie van het Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieu
- 2 Depot Nederlandse Publicaties en Nederlandse Bibliografie
- 3 Dr. Ir. G. de Mik
- 4 Dr. P. van Zoonen
- 5 Ir. B. Fraters
- 6 Ir. L.J.M. Boumans
- 7 Dr. Ir. J.J.B. Bronswijk
- 8 Ir. J.F.M. Versteegh
- 9 Ir. H.J. van de Wiel
- 10 Dr. R. Ritsema
- 11 Dr. J.L.M. de Boer
- 12 Dr. Ir. R.F.M.J. Cleven
- 13 Ing. P.M. Wolfs
- 14 Mw. E. Smit
- 15 Mw. M.E. Boshuis-Hilverdink
- 16-17 Auteur
- 18 SBD/Voorlichting & Public Relations
- 19 Bureau Rapportenregistratie
- 20 Bibliotheek RIVM
- 21-30 Bureau Rapportenbeheer
- 31-50 Reserve exemplaren

Bijlage 2 Prestatiekenmerken

Prestatiekenmerken voor de bestaande analysemethoden (n=8)

Analyt	SOPnr	Analyse techniek	AG _{max} (µg/l)	RSD _R ≥50 AG _{max}	BG (µg/l)	Model- fout	Juistheid NIST 1643d	Terugvinding
Na	M258	Rad-ICP-AES	180	2.3%	200000	4.6%	5.4%	93.1%-106.9%
Mg	M258	Rad-ICP-AES	73	2.3%	50000	4.6%	4.6%	93.1%-106.9%
Al	M258	Rad-ICP-AES	54	2.3%	5000	5.4%	28.7%	92.5%-107.5%
Si	M258	Rad-ICP-AES	20	2.3%	20000	4.6%	4.6%	93.1%-106.9%
Tot-P	M367	Axi-ICP-AES	62	4.5%	60	9.0%	-	86.3%-113.7%
K	M258	Rad-ICP-AES	120	2.3%	50000	4.6%	5.9%	93.1%-106.9%
Ca	M258	Rad-ICP-AES	120	2.3%	100000	4.6%	4.9%	93.1%-106.9%
Cr	M366	Axi-ICP-AES	1.0	4.5%	100	9.1%	9.8%	85.8%-114.2%
Mn	M258	Rad-ICP-AES	3.8	2.3%	5000	4.6%	8.5%	93.1%-106.9%
Fe	M258	Rad-ICP-AES	34	2.3%	20000	4.6%	25.3%	93.1%-106.9%
Ni	M366	Axi-ICP-AES	1.2	4.5%	100	9.1%	10.2%	85.6%-114.4%
Cu	M366	Axi-ICP-AES	1.3	4.5%	100	9.2%	21.0%	85.5%-114.5%
Zn	M258	Rad-ICP-AES	13	2.3%	1000	5.8%	12.9%	92.3%-107.7%
As	M108	Hydride-AAS	0.15	3.0%	7.5	-	-	85.0%-115.0%
Sr	M258	Rad-ICP-AES	1.8	2.3%	2000	4.6%	4.7%	93.1%-106.9%
Cd	M364	ICP-MS	0.020	7.5%	20	15.0%	16.1%	77.5%-122.5%
Ba	M258	Rad-ICP-AES	1.4	2.3%	1000	4.6%	4.9%	93.1%-106.9%
Pb	M364	ICP-MS	0.30	7.5%	20	15.1%	15.4%	77.5%-122.8%

Prestatiekenmerken voor de ICP-MS-analysemethode (n=4)

Analyt/intstd	Correctie	AG (µg/l)	RSD _R	Niveau (RSD _R)	BG (µg/l)	Model- fout	Juistheid NIST 1643d	Terugvinding
23Na/9Be	-	5	3.0%	>50AG	5000	+0.4%	-7.0%	91.8%-116.7%
25Mg/9Be	-	0.6	5.6%	>50AG	5000	+2.5%	-5.7%	96.2%-111.8%
27Al/103Rh	C,Si	8	4.6%	>50AG	5000	+2.8%	+7.2%	101.1%-107.3%
28Si/103Rh	C,Al	20	7.4%	>50AG	5000	+3.4%	+14.8%	84.9%-98.0%
31P/103Rh	-	40	5.7%	>50AG	6000	+3.1%	-	105.9%-115.4%
39K/103Rh	-	10	14.6%	>50AG	7500	+3.9%	-3.4%	94.9%-103.8%
43Ca/103Rh	Sr,C,Al,Mg	20	3.6%	>50AG	10000	+3.3%	+7.4%	-
52Cr/103Rh	C,Mg,Cl	0.5	5.5%	14AG	200	+4.5%	+18.8%	103.2%-113.6%
55Mn/103Rh	Cl	0.3	5.8%	>50AG	5000	+3.8%	+15.9%	99.4%-111.9%
57Fe/103Rh	Ca	100	2.7%	>50AG	10000	+4.2%	+0.9%	104.6%-110.1%
60Ni/103Rh	Ca	2	4.3%	5AG	100	+2.1%	+2.7%	102.9%-105.4%
65Cu/103Rh	Ti,S,Ca,Ba,Mg	0.3	5.5%	46AG	2000	+2.4%	+13.8%	91.2%-107.1%
66Zn/103Rh	Ba,Ti,Cl,S,P	2	5.7%	34AG	2000	+2.4%	+26.0%	107.8%-111.4%
75As/103Rh	Cl,Nd,Sm,Ca	0.05	11.1%	>50AG	400	-0.2%	-0.1%	89.3%-108.1%
88Sr/103Rh	Fe	0.07	4.0%	>50AG	1000	+2.0%	+12.4%	97.6%-106.6%
111Cd/115In	Mo	0.03	4.8%	>50AG	20	-0.2%	-0.3%	102.4%-107.9%
135Ba/115In	-	0.4	4.4%	>50AG	1000	+4.4%	+11.8%	106.7%-110.7%
207Pb/115In	-	0.2	3.9%	>50AG	200	+2.6%	+8.3%	99.2%-107.2%

SOP = standard operating procedure van het LAC

AG = aantoonbaarheidsgrens zonder rekening te houden met selectiviteit en memory (= 3s)

AG_{max} = aantoonbaarheidsgrens (=1.5*maximum (3s, selectiviteit, memory))

BG = bovengrens van het meetbereik

RSD_R = relatieve reproduceerbaarheidsstandaarddeviatie

Modelfout = afwijking bij 0.5*BG (mengstandaard)

Juistheid = afwijking in het aangegeven gecertificeerde referentiemateriaal

Terugvinding = terugvinding voor een geaddede standaard (spike)

Correctie = schijnbare analytconcentratie in matrixoplossingen met 1 g/l C, 1 g/l Cl, 200 mg/l Ca, 150 mg/l Mg, 150 mg/l S, 150 mg/l P, 30 mg/l Si, 10 mg/l Fe, 5 mg/l Ti, 1 mg/l Sr, 1 mg/l Ba, 200 µg/l Nd, 100 µg/l Mo of 50 µg/l Sm bij iedere analyse gecontroleerd en zonodig teruggecorrigeerd tot de absolute analytconcentratie kleiner was dan 0.5 AG.

Bijlage 3 Elementafgifte van bemonsteringsflessen*

	100 ml PE-fles; n=10			250 ml PE-fles; n=10			1500 ml PE-fles; n=10			
	AGeis (ug/l)	Gemidd. (ug/l)	3s (ug/l)	Max. (ug/l)	Gemidd. (ug/l)	3s (ug/l)	Max. (ug/l)	Gemidd. (ug/l)	3s (ug/l)	Max. (ug/l)
Na	180	16.0	27.1	33.5	6.9	48.8	45.7	12.6	46.2	37.6
Mg	73	-0.3	0.9	0.5	-0.3	0.3	-0.2	-0.4	0.2	-0.3
Al	54	0.3	0.6	0.7	-0.2	0.3	0.0	-0.3	0.3	0.0
Si	20	-0.6	3.8	1.5	-2.9	3.7	-0.9	-2.4	4.0	-0.8
P	62	-27.9	8.1	-23.0	-26.2	9.5	-20.5	-25.8	12.4	-19.2
K	120	0.1	5.3	2.2	-3.6	4.7	-0.5	-3.6	4.9	-0.6
Ca	120	-2.7	13.8	5.2	-0.5	9.7	5.9	2.2	7.3	8.0
Cr	1.0	0.04	0.24	0.17	0.28	0.37	0.62	0.13	0.11	0.18
Mn	3.8	-0.04	0.06	0.00	-0.02	0.05	0.01	-0.03	0.04	0.00
Fe	34	-4.0	6.0	-0.3	-0.7	3.3	0.6	0.1	3.3	2.3
Ni	1.2	-0.04	0.06	-0.01	-0.04	0.06	0.00	-0.04	0.06	0.00
Cu	1.3	0.03	0.46	0.47	0.01	0.09	0.06	0.00	0.11	0.08
Zn	13	1.6	2.8	2.3	2.4	3.4	4.2	2.3	3.8	4.6
As	0.15	0.000	0.044	0.022	-0.005	0.028	0.010	-0.006	0.037	0.018
Sr	1.8	-0.05	0.03	-0.03	-0.04	0.03	-0.01	-0.04	0.02	-0.02
Cd	0.020	0.0030	0.0058	0.0065	0.0017	0.0140	0.0123	0.0021	0.0092	0.0055
Ba	1.4	-0.19	0.08	-0.17	-0.25	0.09	-0.19	-0.25	0.05	-0.22
Pb	0.30	0.018	0.070	0.054	0.017	0.048	0.041	0.035	0.067	0.066

* flessen werden gedurende 2 maanden weggezet met 0.7% (v/v) HNO₃

Bijlage 4 Gemiddelde elementsorptie van bemonsteringsflessen*

	250 ml PE-fles; n=3 milli-Q; 24 u		250 ml PE-fles; n=3 drainwater; 24 u		1500 ml PE-fles; n=1 drainwater; 5 u		
	Extract 30 ml (ug/l)	Sorptie 250 ml (ug/l)	t=0u (ug/l)	Extract 30 ml (ug/l)	t=0u (ug/l)	Extract 90 ml (ug/l)	Relatieve sorptie 1500 ml
Na	42.9	5.1	saturatie	4446.4	533.6	1686.4	101.2
Mg	1.3	0.2	35250.2	870.2	104.4	339.3	20.4
Al	4.5	0.5	193.0	14.2	1.7	11.6	0.7
Si	26.0	3.1	13522.8	311.1	37.3	150.7	9.0
P	122.4	14.7	2197.7	191.2	22.9	168.8	10.1
K	-7.9	-1.0	7869.5	167.8	20.1	58.5	3.5
Ca	9.1	1.1	149250.0	3674.2	440.9	1508.7	90.5
Cr	0.40	0.05	20.82	2.64	0.32	3.44	0.21
Mn	0.25	0.03	335.84	11.66	1.40	8.27	0.50
Fe	15.4	1.8	151.3	42.1	5.0	50.3	3.0
Ni	1.19	0.14	22.62	1.41	0.17	1.06	0.06
Cu	0.54	0.06	23.51	3.05	0.37	1.94	0.12
Zn	1.4	0.2	201.0	17.9	2.1	22.9	1.4
As	-0.012	-0.001	4.452	0.080	0.010	0.054	0.003
Sr	0.00	0.00	1024.33	24.05	2.89	10.22	0.61
Cd	0.0093	0.0011	9.5158	0.4835	0.0580	0.5088	0.0305
Ba	0.03	0.00	213.98	6.96	0.84	5.01	0.30
Pb	0.212	0.025	10.143	1.618	0.194	1.439	0.086

* flessen werden weggezet met een monster en daarna werd de fleswand geëxtraheerd met 10% (v/v) HNO₃ saturatie; detector van de ICP-MS verzadigd, waardoor het element niet gemeten kan worden

Bijlage 5 Elementafgifte van diverse filters aan demi-water (pH=6-7)

Elementafgifte in 100 ml monster		Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Sr	Cd	Ba	Pb
Filtercode	Voorbehandeling	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
AG_eis	Aantal	180.0	73.0	54.0	20.0	62.0	120.0	120.0	1.0	3.8	34.0	1.2	1.3	13.0	0.15	1.8	0.020	1.4	0.30
	Gemidd conc voorraad (n=7)	-7.0	-0.1	-0.4	-0.4	-17.0	-16.0	-1.2	-0.1	0.0	-2.8	-0.2	0.2	2.2	-0.01	0.0	0.003	0.0	-0.01
CN_SS	a. niet voorspoelen	3698.3	158.0	13.9	134.3	54.2	191.5	1517.0	1.9	19.5	-23.6	3.4	1.6	20.8	0.34	6.8	0.070	3.8	0.57
	b. niet voorspoelen	497.8	21.9	1.6	19.0	20.9	35.3	168.8	0.2	2.4	-9.0	0.3	0.0	3.1	0.00	0.7	0.003	0.3	0.05
	c. 50 ml voorspoelen	138.8	10.4	0.5	12.7	35.7	35.9	42.7	0.0	0.5	-10.5	0.0	-0.2	1.7	-0.04	0.2	-0.007	0.0	0.01
	d. 450 ml voorspoelen	34.0	1.7	0.2	5.6	-2.5	1.5	20.3	0.1	0.1	-1.9	0.0	-0.1	-0.5	-0.03	0.1	0.001	0.0	-0.02
CN_S	a. niet voorspoelen	1376.9	129.2	16.9	57.0	2380.1	840.5	1630.5	0.4	35.7	0.9	1.3	1.1	21.9	0.51	7.7	0.432	3.8	0.62
	b. niet voorspoelen	140.0	14.5	1.6	8.5	263.5	78.7	185.5	0.0	4.1	1.4	0.1	-0.1	2.7	0.06	0.8	0.050	0.4	0.04
	c. 50 ml voorspoelen	14.2	2.1	0.4	4.9	37.6	13.5	31.0	-0.1	0.5	2.0	0.0	-0.4	0.1	0.02	0.1	0.009	0.0	-0.03
	d. 450 ml voorspoelen	-0.1	0.6	0.3	4.1	8.6	3.3	8.9	-0.1	0.1	1.2	0.0	-0.3	0.1	0.01	0.0	-0.009	0.2	-0.03
CA_SS	a. niet voorspoelen	1245.8	124.1	5.1	77.8	51.8	69.8	1315.4	0.6	22.0	41.5	2.0	3.4	20.6	0.36	5.4	0.206	2.2	0.71
	b. niet voorspoelen	132.8	21.0	1.3	11.4	8.5	3.6	196.5	0.0	4.0	18.9	0.4	0.7	2.6	0.06	0.8	0.030	0.3	0.10
	c. 50 ml voorspoelen	37.0	9.2	0.9	4.8	4.8	-5.5	68.9	0.0	1.4	13.7	0.1	0.2	0.4	0.05	0.3	-0.002	0.1	0.02
	d. 450 ml voorspoelen	4.7	1.9	0.1	0.2	-0.9	-2.8	14.5	-0.1	0.2	0.8	0.0	-0.2	-0.5	-0.02	0.1	-0.007	0.0	-0.01
CA_S	a. niet voorspoelen	483.5	32.8	18.0	69.7	233.3	82.3	587.7	-0.4	7.3	28.9	0.3	-0.7	11.1	0.30	1.6	0.082	1.1	-0.03
	b. niet voorspoelen	64.6	3.7	1.6	8.3	15.7	15.3	72.4	-0.1	0.8	2.4	0.0	-0.2	1.2	0.01	0.2	0.009	0.1	-0.03
	c. 50 ml voorspoelen	13.4	1.1	0.0	4.3	-3.6	12.8	25.8	0.0	0.2	0.5	0.0	-0.2	-0.5	-0.01	0.0	0.004	0.0	-0.05
	d. 450 ml voorspoelen	2.4	0.7	0.3	7.3	1.7	2.8	19.1	0.0	0.1	0.1	0.0	-0.1	-0.5	0.00	0.0	0.003	0.2	-0.04
MEC_SS	a. niet voorspoelen	13155.1	2782.8	19.0	1802.0	49.7	1019.2	17084.0	1.2	191.0	30.7	7.1	7.7	38.6	0.85	73.5	1.610	13.6	1.47
	b. niet voorspoelen	1049.0	191.3	2.3	126.3	9.8	87.4	1157.1	0.1	13.5	3.7	0.6	0.4	3.6	0.10	5.0	0.116	1.0	0.11
	c. 50 ml voorspoelen	148.9	17.2	1.2	14.6	11.7	34.8	65.8	0.0	1.0	3.6	0.1	-0.1	0.6	0.06	0.4	0.012	0.1	0.03
	d. 450 ml voorspoelen	69.4	11.6	0.2	3.7	9.9	33.7	30.3	0.0	0.1	-1.2	0.0	-0.2	1.0	-0.01	0.1	0.014	0.0	0.00
C_SS	a. niet voorspoelen	242.6	54.4	8.6	54.6	37.5	1812.2	527.9	0.8	11.1	84.2	1.2	3.5	16.9	0.26	3.6	0.144	1.2	0.32
	b. niet voorspoelen	30.3	4.5	1.0	7.0	-0.2	197.8	44.8	0.1	1.0	19.3	0.1	0.1	1.7	0.04	0.3	0.014	0.1	0.03
	c. 50 ml voorspoelen	11.7	0.2	0.4	3.7	-5.5	52.1	-2.5	0.0	0.2	26.2	0.0	-0.2	-0.6	0.03	0.0	0.007	0.1	0.00
	d. 450 ml voorspoelen	2.6	0.6	0.2	2.3	-7.5	15.3	0.6	0.1	0.1	-1.9	0.0	-0.2	0.2	0.00	0.0	0.002	0.0	-0.03
PVDF	a. niet voorspoelen	783.7	39.1	2.4	16.9	91.7	85.7	1188.3	-0.1	3.5	20.0	-0.2	-0.2	14.0	0.12	26.4	0.059	0.4	-0.01
	b. niet voorspoelen	85.8	3.0	0.4	2.1	19.5	21.2	91.9	0.0	0.3	4.4	0.0	-0.2	1.3	0.01	1.7	0.009	0.0	-0.02
	c. 50 ml voorspoelen	24.6	0.2	0.0	0.1	16.8	18.7	13.2	-0.1	0.1	2.6	0.0	-0.2	-0.7	-0.01	0.0	0.004	-0.1	-0.04
	d. 450 ml voorspoelen	5.2	0.6	0.1	-4.2	11.9	-1.6	21.5	0.1	0.1	-2.4	0.0	-0.2	-0.4	-0.02	0.0	0.014	0.0	-0.05

Filtercodes zie tabel 2

Bijlage 6 Elementdoorlaatbaarheid voor diverse filters voor gespiked demi-water (pH=6-7)

Terugvinding in 100 ml monster	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Sr	Cd	Ba	Pb	
Filtercode	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	
Gemidd conc voorraad (n=7)	33605	938	197	968	2115	1012	202	22	203	194	20	20	232	9,27	212	10,23	222	10,3	
CN_SS																			
a. niet voorspoelen	98.1%	82.5%	98.9%	96.2%	90.3%	96.8%	181.7%	70.2%	57.4%	70.6%	57.4%	78.7%	66.8%	98.7%	74.7%	63.8%	55.4%	84.6%	
b. niet voorspoelen	97.7%	89.1%	98.6%	95.1%	92.0%	101.0%	138.8%	73.0%	68.9%	70.5%	63.8%	78.3%	69.2%	94.8%	88.5%	71.1%	70.8%	82.0%	
c. 50 ml voorspoelen	97.0%	91.1%	98.4%	94.1%	92.9%	104.7%	120.7%	71.4%	72.7%	68.1%	64.5%	74.7%	66.9%	91.0%	94.5%	71.0%	76.9%	78.8%	
d. 450 ml voorspoelen	98.1%	93.8%	98.0%	98.5%	97.5%	102.7%	103.5%	70.2%	69.6%	67.2%	62.9%	72.1%	63.1%	98.9%	94.0%	69.4%	82.5%	74.9%	
CN_S																			
a. niet voorspoelen	99.7%	102.3%	96.7%	105.2%	106.1%	101.9%	174.1%	61.1%	60.9%	59.8%	53.9%	63.3%	57.8%	97.7%	96.2%	62.3%	72.3%	66.7%	
b. niet voorspoelen	97.9%	97.7%	98.7%	104.2%	102.0%	115.6%	187.4%	72.8%	71.8%	75.0%	65.0%	76.6%	69.9%	96.2%	98.2%	77.1%	83.3%	79.0%	
c. 50 ml voorspoelen	96.7%	93.8%	100.8%	103.6%	99.9%	129.5%	213.0%	75.1%	74.8%	76.5%	68.5%	80.0%	72.1%	94.2%	98.4%	81.0%	86.3%	80.8%	
d. 450 ml voorspoelen	102.9%	102.9%	102.1%	106.7%	98.8%	102.2%	109.4%	63.9%	68.3%	63.5%	56.3%	61.5%	55.6%	101.3%	97.9%	64.3%	86.8%	67.1%	
CA_SS																			
a. niet voorspoelen	100.6%	104.4%	100.1%	100.9%	100.1%	98.7%	176.2%	85.8%	67.6%	99.8%	74.0%	93.9%	80.9%	102.2%	83.8%	82.6%	68.8%	97.9%	
b. niet voorspoelen	102.1%	104.1%	100.6%	101.9%	100.4%	99.9%	131.9%	77.1%	70.9%	85.6%	67.2%	80.7%	71.8%	100.3%	91.2%	77.2%	80.0%	85.9%	
c. 50 ml voorspoelen	102.2%	102.7%	100.6%	102.5%	100.2%	100.9%	110.9%	70.1%	70.9%	75.4%	61.5%	71.0%	64.4%	98.2%	94.2%	71.3%	84.5%	75.7%	
d. 450 ml voorspoelen	98.3%	94.6%	94.7%	99.9%	94.7%	97.1%	96.5%	22.6%	51.3%	17.8%	29.9%	19.2%	18.5%	102.9%	93.3%	20.6%	73.0%	20.2%	
CA_S																			
a. niet voorspoelen	95.2%	96.6%	92.1%	101.3%	97.4%	96.7%	153.0%	74.2%	62.9%	77.2%	61.6%	76.5%	68.1%	100.1%	96.5%	71.3%	78.6%	84.3%	
b. niet voorspoelen	97.9%	95.9%	94.5%	104.9%	99.1%	97.0%	118.7%	75.8%	70.3%	80.1%	66.6%	78.0%	71.0%	101.4%	96.4%	75.8%	85.3%	84.5%	
c. 50 ml voorspoelen	99.4%	95.0%	95.2%	107.1%	99.2%	96.6%	103.9%	74.3%	72.5%	79.1%	66.9%	76.1%	68.8%	102.3%	95.4%	75.0%	87.1%	81.0%	
d. 450 ml voorspoelen	96.9%	92.5%	89.9%	108.2%	97.1%	99.0%	98.3%	22.8%	49.3%	16.3%	29.7%	21.0%	18.7%	103.4%	94.6%	20.8%	73.6%	19.8%	
MEC_SS																			
a. niet voorspoelen	70.2%	58.5%	73.0%	73.1%	73.1%	70.1%	165.6%	58.6%	52.1%	62.3%	48.6%	62.5%	54.7%	76.7%	56.8%	54.0%	50.0%	66.0%	
b. niet voorspoelen	88.8%	76.3%	89.4%	92.5%	91.4%	91.4%	129.5%	67.7%	64.9%	70.6%	58.0%	72.6%	63.2%	95.8%	76.1%	67.3%	69.5%	76.4%	
c. 50 ml voorspoelen	95.1%	83.6%	95.2%	99.5%	98.2%	100.7%	102.4%	68.2%	68.3%	69.7%	59.7%	73.8%	63.3%	102.8%	84.3%	69.4%	77.1%	76.2%	
d. 450 ml voorspoelen	96.8%	88.1%	96.3%	96.6%	93.2%	97.7%	92.9%	48.1%	59.6%	42.9%	45.9%	48.4%	42.2%	96.6%	85.9%	47.6%	73.0%	51.3%	
C_SS																			
a. niet voorspoelen	93.3%	89.4%	94.4%	100.2%	99.0%	113.5%	200.6%	71.5%	57.2%	86.6%	56.3%	82.9%	67.6%	104.1%	77.5%	67.3%	58.0%	81.8%	
b. niet voorspoelen	98.2%	92.8%	95.3%	98.5%	96.8%	102.6%	137.6%	67.0%	64.4%	70.6%	55.9%	73.1%	61.8%	101.0%	84.7%	68.5%	71.4%	74.2%	
c. 50 ml voorspoelen	100.6%	94.0%	95.3%	97.7%	95.8%	95.7%	106.4%	62.2%	65.8%	60.2%	53.3%	66.3%	56.3%	99.5%	87.2%	66.6%	76.7%	68.2%	
d. 450 ml voorspoelen	103.5%	97.5%	94.2%	100.3%	94.3%	100.3%	108.3%	18.3%	48.5%	12.4%	26.2%	15.1%	14.5%	98.6%	91.1%	16.7%	67.2%	14.8%	
PVDF																			
a. niet voorspoelen	93.0%	84.8%	95.3%	98.1%	94.9%	98.3%	116.6%	67.2%	60.8%	65.1%	53.9%	70.7%	61.9%	98.8%	84.5%	57.9%	66.6%	70.9%	
b. niet voorspoelen	93.9%	92.1%	96.5%	97.8%	96.3%	98.1%	104.9%	78.0%	76.5%	74.7%	67.9%	80.9%	73.6%	98.6%	91.7%	74.4%	80.3%	80.5%	
c. 50 ml voorspoelen	93.6%	93.5%	96.3%	97.0%	96.1%	97.1%	97.1%	79.1%	80.9%	74.1%	70.7%	81.1%	74.3%	97.3%	92.9%	78.8%	84.7%	81.5%	
d. 450 ml voorspoelen	96.7%	93.0%	94.6%	100.1%	94.4%	97.3%	94.4%	67.9%	74.6%	68.3%	63.0%	67.6%	64.4%	99.3%	94.0%	73.1%	86.3%	71.4%	

Filtercodes zie tabel 2

Ca percentages >110% worden veroorzaakt doordat Ca vrijkomt uit de meetbuizen; de eerste 5 fracties (van elk 10 ml) werden gedurende 2 weken bewaard in deze meetbuizen

Bijlage 7 Elementafgifte en elementsorptie van de pomp- en filtratieapparatuur

A Elementafgifte aan demi-water (pH = 6-7)

Fractie	Na µg/l	Mg µg/l	Al µg/l	Si µg/l	P µg/l	K µg/l	Ca µg/l	Cr µg/l	Mn µg/l	Fe µg/l	Ni µg/l	Cu µg/l	Zn µg/l	As µg/l	Sr µg/l	Cd µg/l	Ba µg/l	Pb µg/l
AG-eis	180.0	73.0	54.0	20.0	62.0	120.0	120.0	1.0	3.8	34.0	1.2	1.3	13.0	0.15	1.8	0.020	1.4	0.30
00-voorraad	-4.1	1.0	0.1	5.8	-2.2	4.9	41.3	-0.1	0.1	4.2	0.5	0.3	3.5	-0.01	0.1	0.025	0.1	3.82
01-250ml	579.1	197.8	28.2	262.1	7.8	84.8	2373.5	0.8	1.8	41.3	-0.3	1.9	4.6	0.18	8.5	-0.002	5.1	31.98
02-250ml	103.0	26.4	0.2	40.8	-14.5	10.8	264.8	0.0	0.2	-5.0	-0.5	0.6	0.7	0.03	1.1	-0.011	0.0	19.78
03-250ml	82.1	40.7	0.5	34.4	-9.2	13.1	427.1	0.0	0.1	-3.8	-0.5	0.0	-0.2	0.02	1.7	-0.023	0.0	17.38
04-250ml	6.5	3.5	-0.1	6.3	-13.6	2.6	56.9	0.0	0.0	-8.0	-0.6	-0.1	-0.7	0.00	0.2	-0.003	0.0	8.61
05-250ml	4.9	4.0	-0.3	2.3	-12.6	-0.2	38.8	0.0	0.0	-12.0	-0.5	0.0	-0.7	-0.02	0.2	-0.019	-0.1	4.15
06-250ml	0.3	1.2	-0.2	7.1	-16.5	0.4	4.0	0.1	-0.1	-10.8	-0.6	-0.2	-1.4	-0.01	0.0	-0.011	-0.1	2.93
07-250ml	13.4	4.4	-0.4	2.0	-16.3	5.3	13.2	0.0	0.0	-8.9	-0.6	-0.1	-1.4	0.01	0.1	-0.009	-0.1	1.80
08-250ml	3.1	3.3	-0.3	4.2	-11.8	1.0	45.0	0.0	0.0	-9.9	-0.6	-0.1	-0.7	0.00	0.2	-0.002	-0.1	1.03
09-250ml	2.0	2.0	-0.4	2.3	-12.5	2.2	24.0	0.0	0.0	-10.0	-0.6	-0.1	-0.5	0.02	0.1	-0.015	-0.1	0.45
10-250ml	0.3	0.5	-0.3	0.7	-15.1	0.1	7.2	0.0	-0.1	-12.0	-0.6	-0.2	-1.0	0.01	0.0	-0.007	-0.1	0.62

B Elementsorptie van gespiked demi-water (pH=6-7); weergegeven als terugvinding t.o.v. de voorraadoplossing

Fractie	Na µg/l	Mg µg/l	Al µg/l	Si µg/l	P µg/l	K µg/l	Ca µg/l	Cr µg/l	Mn µg/l	Fe µg/l	Ni µg/l	Cu µg/l	Zn µg/l	As µg/l	Sr µg/l	Cd µg/l	Ba µg/l	Pb µg/l
00-voorraad	32510	945	198	844	2131	805	213	22	166	205	22	18	228	-	213	9.75	209	11.2
01-250ml	88.9%	82.8%	84.3%	97.6%	86.4%	92.5%	245.9%	86.2%	89.2%	90.6%	76.2%	89.7%	85.6%	-	78.8%	90.4%	81.7%	133.0%
02-250ml	101.8%	94.7%	92.8%	102.0%	93.8%	93.7%	115.1%	97.1%	98.8%	94.3%	85.0%	96.5%	91.9%	-	87.5%	102.3%	91.0%	114.3%
03-250ml	105.3%	98.7%	94.1%	102.4%	97.1%	95.8%	102.8%	97.0%	98.8%	92.2%	83.8%	99.6%	94.1%	-	89.3%	102.2%	93.5%	110.0%
04-250ml	101.5%	95.0%	91.7%	106.8%	95.0%	94.6%	109.8%	95.6%	98.0%	88.3%	83.0%	93.5%	91.9%	-	92.1%	97.4%	91.6%	102.2%
05-250ml	103.1%	97.7%	92.5%	108.1%	95.5%	96.3%	107.9%	95.0%	99.2%	90.5%	85.4%	97.4%	92.7%	-	91.9%	96.2%	92.6%	100.8%
06-250ml	96.6%	92.8%	91.6%	100.9%	94.7%	95.2%	98.7%	95.9%	96.4%	90.1%	80.1%	92.8%	93.3%	-	91.6%	96.2%	92.8%	105.0%
07-250ml	99.2%	95.2%	91.6%	99.2%	94.7%	95.4%	100.6%	95.4%	97.7%	91.2%	82.9%	93.5%	93.8%	-	93.1%	98.6%	94.8%	105.2%
08-250ml	96.5%	92.1%	93.8%	108.4%	96.0%	97.1%	101.5%	97.5%	98.8%	90.7%	82.7%	94.4%	94.3%	-	93.9%	98.2%	94.5%	106.7%
09-250ml	98.1%	94.9%	93.5%	118.4%	97.8%	94.7%	106.3%	96.5%	97.8%	92.0%	82.9%	94.3%	94.1%	-	92.2%	94.3%	91.1%	100.9%
10-250ml	97.2%	93.1%	92.8%	123.1%	95.9%	94.3%	110.1%	94.9%	98.1%	92.5%	82.7%	97.4%	94.7%	-	93.3%	92.1%	91.6%	100.8%

Bijlage 8 Elementafgifte van het boorgat-materiaal

Omschrijving	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Sr	Cd	Ba	Pb
	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
AG_eis	180.0	73.0	54.0	20.0	62.0	120.0	120.0	1.0	3.8	34.0	1.2	1.3	13.0	0.15	1.8	0.020	1.4	0.30
water	-8.4	-0.4	-0.3	-3.0	-25.4	-27.0	-8.3	0.0	0.0	-1.9	-0.2	-0.1	1.1	-0.03	0.0	-0.002	0.0	-0.04
water + pijp	152.2	24.5	8.1	11.9	-13.1	204.2	382.3	0.1	1.5	9.7	0.3	1.5	11.9	0.03	1.3	0.036	1.1	20.58
elementafgifte	160.7	24.9	8.4	14.9	12.3	231.1	390.6	0.1	1.5	11.6	0.5	1.6	10.8	0.06	1.3	0.038	1.0	20.62

De elementafgifte werd bepaald door een gele PVC-pijp gedurende 24 u in een bekersglas met milli-Q-water (pH=6-7) te plaatsen

Bijlage 9 Invloed voorbehandelingsmethode bij monsters met bruine vlokken*

Monster	Onschrijving	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Sr	Cd	Ba	Pb
82166E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	31753	7194	2071	7345	628	26738	11969	3.7	153.7	4000	6.4	14.5	70	1.66	68.6	0.104	79.7	3.71
	schudden	99%	100%	104%	101%	97%	96%	96%	<5AG	96%	98%	96%	100%	100%	95%	101%	<5AG	101%	100%
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	102%	101%	101%	97%	101%	96%	98%	<5AG	95%	103%	95%	100%	99%	80%	98%	<5AG	99%	109%
82168E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	34573	8490	2026	9138	476	19154	7303	3.0	94.6	3759	4.7	1.5	33	0.97	68.1	0.027	71.1	1.44
	schudden	99%	99%	103%	102%	100%	103%	101%	<5AG	100%	101%	<5AG	<5AG	<5AG	109%	104%	<5AG	98%	<5AG
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	98%	97%	102%	100%	108%	102%	103%	<5AG	99%	112%	<5AG	<5AG	<5AG	<5AG	101%	<5AG	98%	106%
81391E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	14482	9560	804	3727	253	25665	63493	7.3	1316.0	4859	38.6	27.8	64	7.53	189.1	0.355	133.8	6.02
	schudden	107%	105%	105%	100%	<5AG	99%	99%	102%	99%	100%	100%	101%	<5AG	100%	101%	104%	98%	103%
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	108%	107%	108%	100%	<5AG	100%	101%	108%	100%	108%	99%	102%	<5AG	93%	99%	<5AG	99%	106%
78821E (kleidrain)	onbehandeld (ug/l)	15011	13190	235	4893	91	822	92147	2.2	456.2	353	9.0	8.0	6	1.44	370.7	0.086	58.4	0.39
	schudden	100%	101%	128%	101%	<5AG	102%	99%	<5AG	101%	115%	97%	100%	<5AG	93%	101%	<5AG	103%	<5AG
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	99%	101%	<5AG	95%	<5AG	101%	101%	<5AG	101%	95%	95%	107%	<5AG	<5AG	100%	<5AG	109%	<5AG
79154E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	22606	14923	212	4974	533	2921	152092	2.0	1406.1	9503	12.0	2.9	11	7.83	825.5	0.036	134.6	2.74
	schudden	99%	99%	<5AG	100%	105%	101%	99%	<5AG	101%	104%	98%	<5AG	<5AG	101%	101%	<5AG	97%	91%
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	101%	101%	<5AG	99%	105%	101%	98%	<5AG	100%	110%	97%	<5AG	<5AG	90%	100%	<5AG	97%	99%
79618E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	S	18242	235	5116	838	14992	67758	2.0	354.1	1084	8.0	21.7	34	7.92	251.3	0.058	36.1	8.78
	schudden	nb	101%	<5AG	99%	102%	98%	95%	<5AG	99%	107%	104%	98%	<5AG	99%	98%	<5AG	98%	100%
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	nb	105%	<5AG	100%	103%	98%	98%	<5AG	99%	111%	110%	105%	<5AG	87%	100%	<5AG	98%	106%
80212E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	34415	22293	441	10470	301	2376	191650	2.5	2429.5	28786	20.5	5.8	75	6.76	978.2	0.032	90.5	42.91
	schudden	101%	102%	99%	102%	107%	104%	103%	<5AG	102%	100%	99%	<5AG	100%	102%	101%	<5AG	99%	99%
	hydroxylamm.chl. 5% HNO3	103%	104%	94%	101%	113%	102%	102%	<5AG	100%	104%	100%	<5AG	99%	88%	100%	<5AG	101%	101%
		109%	110%	106%	104%	136%	105%	106%	<5AG	102%	108%	99%	<5AG	93%	99%	103%	<5AG	101%	102%

* invloed is uitgedrukt als de terugvinding ten opzichte van het onbehandelde monster
 S = saturatie van de detector; nb=niet bepaald; AG = aantoonbaarheids grens van bijlage 2

Bijlage 10 Invloed van een destructie bij monsters met bruine vlokken*

Monster	Omschrijving	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	As	Sr	Cd	Ba	Pb
79127E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	40178	13305	216	4862	334	18689	118284	2.3	2456.4	25908	6.2	2.7	32	6.74	418.2	0.085	100.2	5.60
	conc in bodemlaag #	110%	110%	135%	98%	147%	101%	99%	<SAG	101%	108%	<SAG	<SAG	<SAG	91%	103%	<SAG	102%	112%
	conc in totale monster @	101%	101%	103%	100%	104%	100%	100%	100%	100%	101%	99%	101%	99%	99%	100%	97%	100%	101%
80210E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	17818	11531	473	8026	661	5382	86233	3.1	1173.3	11134	22.6	7.5	52	7.13	476.6	0.089	73.1	64.97
	conc in bodemlaag #	118%	117%	144%	103%	194%	106%	103%	<SAG	103%	135%	103%	172%	<SAG	93%	102%	<SAG	104%	112%
	conc in totale monster @	102%	102%	104%	100%	108%	101%	100%	105%	100%	103%	100%	106%	99%	99%	100%	97%	100%	101%
80211E (veengrond)	onbehandeld (ug/l)	26360	14615	773	6226	246	13227	110461	3.7	1937.0	13593	47.9	10.2	92	8.29	656.8	0.127	83.2	66.07
	conc in bodemlaag #	115%	115%	120%	105%	298%	109%	106%	<SAG	103%	121%	102%	125%	87%	96%	103%	88%	106%	112%
	conc in totale monster @	101%	101%	102%	100%	118%	101%	101%	103%	100%	102%	100%	102%	99%	100%	100%	99%	101%	101%
78704E (kleidrain)	onbehandeld (ug/l)	S	23379	179	11744	790	4188	73460	1.6	1203.8	2556	4.3	1.6	10	5.92	502.6	0.037	20.0	0.52
	conc in bodemlaag #	nb	119%	318%	114%	109%	104%	104%	<SAG	107%	129%	<SAG	<SAG	<SAG	100%	102%	<SAG	106%	<SAG
	conc in totale monster @	nb	102%	120%	101%	101%	100%	100%	105%	101%	103%	103%	102%	97%	100%	100%	98%	101%	102%
81392E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	14563	8250	890	3189	248	26701	48006	7.6	378.3	1760	34.4	22.1	62	4.26	132.6	0.204	105.7	3.59
	conc in bodemlaag #	118%	121%	358%	223%	217%	110%	106%	213%	111%	188%	109%	147%	<SAG	99%	102%	88%	111%	159%
	conc in totale monster @	102%	102%	123%	111%	111%	101%	101%	110%	101%	108%	101%	104%	98%	100%	100%	99%	101%	105%
82165E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	32624	8368	2510	7592	357	22252	13541	3.9	128.8	3481	8.8	17.6	54	2.03	85.6	0.078	86.3	3.69
	conc in bodemlaag #	116%	140%	1065%	645%	169%	121%	103%	97%	120%	457%	217%	201%	<SAG	165%	114%	135%	142%	326%
	conc in totale monster @	101%	104%	187%	149%	106%	102%	100%	179%	102%	132%	111%	109%	101%	106%	101%	103%	104%	120%
81394E (zandgrond)	onbehandeld (ug/l)	13950	9817	1190	4179	873	S	55393	11.2	1719.6	2668	48.9	42.7	106	6.98	171.0	0.521	98.2	8.07
	conc in bodemlaag #	119%	123%	526%	296%	152%	nb	104%	316%	104%	211%	114%	179%	87%	114%	107%	95%	114%	169%
	conc in totale monster @	102%	102%	138%	118%	105%	nb	100%	119%	100%	110%	101%	107%	99%	101%	101%	100%	101%	106%
	max	102%	104%	187%	149%	118%	102%	101%	179%	102%	132%	111%	109%	101%	106%	101%	103%	104%	120%

* invloed uitgedrukt als terugvinding ten opzichte van het onbehandelde monster

concentratie in de apart gepipetteerde bodemlaag na destructie

@ concentratie in het totale monster als de bijdrage van de gedestrueerde bodemlaag wordt meegeteld

S = saturatie van de detector; nb=niets bepaald; AG = aantoonbaarheidsgrens van bijlage 2

Bijlage 11 Elementafgifte en elementsorptie (#) afgezet tegen streef- en interventiewaarden en gemeten waarden in grondwater

AG analyse ug/l	Streef- waarde grondwater ug/l	Interventie- waarde grondwater ug/l	Elementafgifte bemonstering "worst case" ug/l	Uitgangs- concentratie sorptietest ug/l	Elementsorptie bemonstering "worst case" %	Bemonsteringsperiode januari 1999 t/m juni 1999					
						Minimum veengrond veengrond ug/l	Maximum veengrond veengrond ug/l	Minimum zandgrond zandgrond ug/l	Maximum zandgrond zandgrond ug/l	Minimum kleidrain kleidrain ug/l	Maximum kleidrain kleidrain ug/l
Na	180	-	1576	33605	2%	7288	1156755	6874	81246	12897	2217550
Mg	73	-	159	938	6%	1580	154989	2990	42376	11913	284621
Al	54	-	26	197	92%	-	-	-	-	-	-
Si	20	-	76	968	50%	-	-	-	-	-	-
P	62	-	2357	2115	41%	56	6402	19	777	34	1341
K	120	-	1074	1012	7%	978	38437	313	113357	587	61116
Ca	120	-	2065	202	1%	2317	277999	7311	182657	43427	559926
Cr	1.0	30.0	0.7	22	100%	0.2	6.3	-0.2	9.0	-0.4	2.0
Min	3.8	-	37.2	203	52%	-	-	-	-	-	-
Fe	34	-	0.2	194	100%	83.8	113246.5	-5.6	83792.8	0.0	5612.6
Ni	1.2	75	1.2	20	65%	0.3	30.1	0.8	159.3	1.0	19.6
Cu	1.3	75	3.2	20	55%	0.1	12.8	0.4	62.0	0.0	13.0
Zn	13	800	34	232	92%	-13	124	7	307	-20	72
As	0.15	10	0.57	9	8%	-	-	-0.07	10.26	0.15	24.87
Sr	1.8	-	9.2	212	13%	-	-	-	-	-	-
Cd	0.020	6.000	0.458	10	71%	0.000	2.327	0.011	3.709	0.000	0.551
Ba	1.4	50	4.5	222	44%	-	-	-	-	-	-
Pb	0.30	15.00	25.45	10	97%	0.23	44.57	0.04	8.02	-0.04	2.47

* worst case elementafgifte= elementafgifte bemonsteringsfles + 4 filters/100 ml + aanvoerslangen (voorgespoeld met 1 l) + gele PVC-buis

* worst case elementsorptie = elementsorptie 4 filters/100 ml + aanvoerslangen (voorgespoeld met 1 l) + bruine vlokken + 30 u niet aangezuurd

elementsorptie uitgedrukt als verlies t.o.v. de uitgangssituatie (dus niet als terugvinding !!!)