

RAPPORTAGE VAN MONSTERNAMES EN ANALYSERESULTATEN

1. INLEIDING-DOEL

Deze procedure schrijft voor hoe monsternames uitgevoerd door of in opdracht van de milieupolitie van het Brussels gewest moeten gerapporteerd worden en welke eisen gesteld worden aan de laboratoria die verantwoordelijk zijn voor de genomen watermonsters.

Een rapport met analyseresultaten en details betreffende de bemonstering is geen doel op zich maar eerder een gereedschap dat de ontvanger ervan in staat moet stellen de analyseresultaten te interpreteren in functie van de geldende regelgeving. Naast het zuiver vermelden van analyseresultaten moet het rapport dan ook een zo accuraat mogelijke weergave zijn van de omstandigheden bij de monstername en analyse, dit om i) de gebruiker ervan toe te laten de correcte conclusies te trekken uit de aangeboden informatie en ii) de wettelijke geldigheid van de resultaten te borgen.

Bij het vastleggen van de voorwaarden voor rapportering en in uitbreiding dan ook voor het plannen en uitvoeren van monsternames moet uitgegaan worden van het “fit for purpose” principe. De volledige keten die leidt tot een uiteindelijk monstername en analyserapport moet er op gericht zijn om i) de gegevens te vergaren die initieel tot de vraag voor monstername hebben geleid en ii) de kwaliteit van deze gegevens te borgen doorheen de volledige keten. Buiten de eisen rond rapportage opgenomen in deze procedure moet tijdens het proces ook rekening gehouden worden met volgende:

- Een aantal parameters hebben een beperkte bewaartermijn, vergen een specifieke voorbehandeling in het laboratorium of kunnen niet routinematig bemonsterd en/of geanalyseerd worden. Om te kunnen garanderen dat de bepaling van deze parameters correct kan worden uitgevoerd, moeten dan de nodige afspraken gemaakt worden met het uitvoerend laboratorium. In specifieke gevallen kan een bevestiging van de analyseopdracht door het laboratorium noodzakelijk zijn.
- Een vergelijkbare situatie doet zich voor bij de bewaring van genomen stalen, ook hiervoor dienen de nodige afspraken gemaakt te worden met het laboratorium.
- De ruimere context van de analyseopdracht kan van belang zijn bij de analyse; het wordt dan ook aangeraden bijvoorbeeld details m.b.t. de matrix, eventueel aanwezige historische gegevens of andere randvoorwaarden te communiceren naar het laboratorium.

De eisen die hieronder gesteld worden garanderen conformiteit met i) de algemene eisen met betrekking tot naspeurbaarheid van activiteiten en behandeling van proefobjecten conform ISO 17025, ii) de specifieke eisen m.b.t. rapportage zoals opgenomen in ISO 17025 en iii) de eisen gesteld door de ordonnantie van het Brussels Hoofdstedelijk gewest d.d. 25 maart 1999 m.b.t. de opsporing, de vaststelling, de vervolging en de bestraffing van misdrijven inzake leefmilieu (“de ordonnantie”).

2. RAPPORTAGE VAN MONSTERNAMES

2.1. RAPPORTAGE

Op het monsternameverslag moeten minstens volgende gegevens opgenomen worden:

- Een unieke identificatiecode van het monsternameverslag.
- De opdrachtgever van de monstername.
- De uitvoerder van de monstername.
- In geval van een monstername bij een bedrijf eventueel de vertegenwoordiger(s) van de exploitant wanneer deze aanwezig waren bij de monstername.
- Datum en uur van monstername.
- Een identificatie van de plaats van monstername. Deze dient zo gedetailleerd als mogelijk te worden omschreven door bijvoorbeeld het gebruik van adresgegevens, GPS-coördinaten, foto's of schetsen, identificatie van de bemonsterde installatie, ...
- Indien van toepassing een omschrijving van de bemonsterde partij.
- Een verwijzing naar de gebruikte monsternamemethode.
- Een beschrijving van eventuele afwijkingen t.o.v. de gebruikte methode inclusief een verantwoording hiervoor.
- Eventueel bijkomende gegevens indien deze zouden geëist worden door de gebruikte monsternameprocedure.
- Het aantal, volume en de aard van de genomen monsters, inclusief de gebruikte deelrecipiënten en een unieke identificatiecode per monster.
- Indien van toepassing de vermelding of er een tweede monster werd genomen en overgedragen aan de exploitant. Indien deze monsters niet werden overgedragen dienen ze gedurende vijf dagen ter beschikking gehouden te worden van de uitbater van de installatie door het uitvoerend labo. Een eventuele overdracht op latere datum moet dan alsnog genoteerd worden op het monsternameverslag.
- De identificatie van het laboratorium dat belast zal worden met de analyse van de genomen monsters. Wanneer duplo monsters worden overgedragen aan de exploitant dient ook de identificatie van het labo belast met de analyse te worden medegedeeld aangezien, conform de ordonnantie, eventuele analyse van deze stalen niet door hetzelfde laboratorium mogen worden uitgevoerd.
- De resultaten van in situ metingen.
- Detail betreffende de overdracht van de genomen monsters aan een laboratorium.

2.2. DOORSTROMING VAN MONSTERNAME GEGEVENS NAAR HET LABORATORIUM

Volgende gegevens moeten samen met de stalen worden overgemaakt aan het laboratorium:

- Een opdracht tot analyse van de aangeboden monsters.
- Een verwijzing naar het monsternameverslag zoals opgenomen in §2.1
- De matrix van de stalen en in uitbreiding bij afvalwater de sector van het bedrijf waar de stalen genomen worden.
- De te analyseren parameters.
- De vermelding dat alle analyses conform de code van goede praktijk voor bemonstering en analyse van afvalwater van het BHG dienen uitgevoerd te worden.
- Het aantal en de aard van de aangeboden recipiënten.
- Specifieke voorbehandelingen die moeten uitgevoerd worden op de stalen, indien deze niet tot de standaard werkwijze behoren. (bijv. aanmaken van mengstalen)
- Datum en uur van monstername.
- Datum en uur van overdracht van de stalen aan het laboratorium.
- De contactgegevens van de opdrachtgever of zijn vertegenwoordiger die gecontacteerd kan worden met specifieke vragen betreffende de analyseopdracht.

- Specifieke eisen aan de opdracht en/of randgegevens die van belang kunnen zijn bij het uitvoeren van de analyseopdracht of invloed kunnen hebben op de kwaliteit van de monstername of er op volgende analyses.

3. EISEN AAN RAPPORTAGE VAN ANALYSERESULTATEN

Volgende gegevens dienen minimaal aanwezig te zijn op het analyseverslag

- Een unieke identificatie van het analyseverslag
- Naam en adres van het uitvoerend laboratorium
- Een unieke identificatie van de geanalyseerde monsters
- Een verwijzing naar het monsternameverslag en/of de unieke identificatiecode gegeven aan de genomen monsters
- De datum van monstername.
- De datum waarop de stalen werden overgedragen aan het labo en de toestand waarin ze zich bevonden (gekoeld, verzegeld,...)
- De resultaten van de aangevraagde analyses, inclusief de toegepaste analysemethoden.
- De datum van aanvang van analyse en een parameter-specifieke opmerking wanneer de bewaaromstandigheden en/of termijnen niet konden gerespecteerd worden..
- De accreditatiestatus voor iedere parameter
- Een goedkeuring van de analyseresultaten inclusief de identificatie van de verantwoordelijke die hiervoor bevoegd is.
- Opmerkingen m.b.t alle eventualiteiten die een invloed gehad of kunnen gehad hebben op de kwaliteit van de metingen. Bijvoorbeeld het niet respecteren van de houdbaarheidstermijn, specifieke matrixeffecten die een invloed gehad hebben op de meetonzekerheid of rapportagegrens,....
- In geval één of meerdere parameters werden uitbesteed, moet voor iedere uitbestede parameter het originele beproevingsverslag van het uitvoerend laboratorium worden toegevoegd aan het beproevingsrapport.
- Rapportagegrenzen moeten voldoen aan tabel 5.1 (rapportagegrenzen van afvalwater) en 5.2 (rapportagegrenzen van zwembadwater)

4. COMBINEREN VAN RAPPORTEN

De resultaten van monstername en analyse moeten leiden tot een enkel eenduidig verslag, onafhankelijk van de uitvoerders ervan. Wanneer monsters worden genomen in opdracht van de exploitant, en afhankelijk van wie welke activiteiten uitvoert, kunnen volgende situaties zich voordoen.

- Wanneer de monstername wordt uitgevoerd door de opdrachtgever moet het beproevingsverslag met de analyseresultaten integraal als bijlage worden opgenomen in het verslag van monstername.
- Wanneer zowel monstername als analyse worden uitgevoerd door eenzelfde uitvoerder dienen beide rapporten gecombineerd te worden tot een geheel of moet een van beide rapporten integraal als bijlage bij het andere gevoegd te worden.
- Wanneer de monstername niet wordt uitgevoerd door de opdrachtgever en in het geval dat monstername en analyse door twee verschillende entiteiten worden uitgevoerd moet aan een van beide rapporten het andere integraal als bijlage worden toegevoegd.

5. RAPPORTAGEGRENSEN (RG) VAN ANALYSES

De rapportagegrens, ook wel bepalingsgrens genoemd, wordt gedefinieerd als de kleinste concentratie die nog met een gekende (en redelijke) precisie en juistheid gekwantificeerd kan worden met de gebruikte analysemethode. De rapportagegrens is dus een kwantitatief criterium in tegenstelling tot de aantoonbaarheidsgrens (detectielimiet) die de laagste concentratie is die met een bepaalde analysemethode nog onderscheiden kan worden van de nul-concentratie.

Beide grootheden worden over het algemeen bepaald uit de ofwel standaardafwijking op het signaal bij nul-concentratie of uit de spreiding bepaald uit herhaalde analyse van lage concentraties:

- de aantoonbaarheidsgrens (AG) of detectielimiet (DL), berekend als het drievoud van deze standaardafwijking, is dan die concentratie die met een zekerheid van 95% onderscheiden kan worden van de nul-concentratie;
- de bepalingsgrens (BG) wordt berekend als het dubbele van de aantoonbaarheidsgrens (6 x standaardafwijking bij nul- of lage concentraties).
- de rapportagegrens (RG) is een afgeleide (soms veralgemeende) waarde van de in praktijk bepaalde bepalingsgrens (BG). Deze rapportagegrens laat toe om de rapportering van analyseresultaten eenduidiger weer te geven (bijv. een in praktijk bepaalde BG van 8 µg/l, zal voor de rapportagegrens (RG) vaak verhoogd worden naar 10 µg/l). Veel hangt echter ook af van de gevoeligheid van de opgelegde methode ten opzichte van de normwaarden in de wetgeving. In een aantal gevallen, wanneer de techniek veel gevoeliger is dan de normwaarde, wordt de rapportagegrens vastgelegd op tien percent van de normwaarde alhoewel technisch lager gemeten kan worden. Bij sommige parameters is het omgekeerde waar en is het met de huidige techniek niet mogelijk om de vooropgestelde definities van bepaling- en rapportagegrens te handhaven onder routine omstandigheden. In die gevallen werd de rapportagegrens gelijkgesteld aan de aantoonbaarheidsgrens.

5.1. RAPPORTAGEGRENZEN VAN AFVALWATER

Parameter	RG	Referentiemethode
METALEN, TOTAAL EN OPGELOST		
Arseen (As)	15 µg/l	Opgelost: filtratie 0,45 µm ter plaatse Ontsluiting: NBN EN ISO 15587-1 NBN EN ISO 15587-2 Analyse: – ICP-OES: NBN EN ISO 11885:2009 – ICP-MS: NBN EN ISO 17294-1 NBN EN ISO 17294-2 – AAS, grafietoven NBN EN ISO 15586 – Hg NBN EN ISO 17852 NBN EN ISO 12846 – As: AAS hydride NBN EN ISO 11969
Aluminium (Al)	100 µg/l	
Barium (Ba)	10 µg/l	
Boor (B)	150 µg/l	
Cadmium (Cd)	2 µg/l	
Chroom (Cr)	10 µg/l	
Ijzer (Fe)	50 µg/l	
Kobalt (Co)	10 µg/l	
Koper (Cu)	25 µg/l	
Lood (Pb)	25 µg/l	
Nikkel (Ni)	10 µg/l	
Tin (Sn)	40 µg/l	
Zilver (Ag)	10 µg/l	
Zink (Zn)	25 µg/l	
Kwik (Hg)	0.25 µg/l	
Chroom VI (CrVI)	0.01 mg/l	ISO 11083 NBN EN ISO 10304-3
ANORGANISCHE STOFFEN		
Bezinkbare stoffen	0,1 ml/l	NBN T91-101
Biochemische zuurstofvraag (BOD5)	3 mg O ₂ /l	ISO 5815-1 ISO 5815-2
Chemische zuurstofvraag (COD)	7 mg O ₂ /l	ISO 6060 ISO 15705
Cyanide, niet- chlooroxideerbare		verschilbepaling
Cyanide, totale	0,01 mg/l	NBN EN ISO 14403-2
Cyanide, vrije	0,01 mg/l	NBN EN ISO 14403-2
Fluoride, opgelost	0,2 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 10359-1
Fluoride, totaal	150 µg/l	WAC/III/C/020 WAC/III/C/022
Fosfaat, als totaal orthofosfaat	150 µg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 15681-1 NBN EN ISO 15681-2 NBN EN ISO 6878 ISO/DIS 15923-1
Fosfaat, als totaal fosfor (P)	150 µg/l	NBN EN ISO 15681-1 NBN EN ISO 15681-2 NBN EN ISO 11885 NBN EN ISO 17294-1 NBN EN ISO 17294-2
Geleidbaarheid (T _{ref} 25°C)		NBN EN 27888
Stikstof, totaal (N)	2 mg/l	NBN EN ISO 11905-1 ISO 29441 NBN EN 12260 ISO/TR 11905-2
Sulfaat, opgelost	25 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 ISO 222743 ISO/FDIS 15923-1

Parameter	RG	Referentiemethode
Sulfide, opgelost	0,2 mg/l	ASTM D4658-92 ISO 13358 ISO 10530
Temperatuur		
Zuurstof, opgelost	0,5 mg O ₂ /l	NBN EN 25814 EPA 360.3 ISO/DIS 17289
Zuurtegraad (pH)		NBN EN ISO 10523
Zwevende stoffen	2 mg/l	NBN EN 872 ISO 11923
ORGANISCHE STOFFEN		
AOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	20 µg/l	NBN EN ISO 9562
EOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	5 µg Cl/l	WAC/IV/B/010
VOX (gehalogeneerde organische verbindingen)	10 µg/l	WAC/IV/B/012
Stoffen extraheerbaar met petroleumether	20 mg/l	WAC/IV/B/005
Stoffen extraheerbaar met CCl ₄	0,4 mg/l	WAC/IV/B/026
Minerale olie (GC-FID)	100 µg/l	ISO/DIS 9377-2
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK), 16 EPA		
naftaleen	100 ng/l	NBN EN ISO 17993 ISO 28540
acenaftyleen	100 ng/l	
acenafteen	50 ng/l	
fluoreen	100 ng/l	
fenanthreen	50 ng/l	
anthraceen	50 ng/l	
fluoranteen	50 ng/l	
pyreen	50 ng/l	
benzo(a)anthraceen	100 ng/l	
chryseen	100 ng/l	
benzo(b)fluoranteen	50 ng/l	
benzo(k)fluoranteen	50 ng/l	
benzo(a)pyreen	50 ng/l	
indeno(1,2,3-cd)pyreen	50 ng/l	
dibenzo(a,h)antraceen	100 ng/l	
benzo(g,h,i)peryleen	50 ng/l	
Vluchtige organische stoffen (VOC)		
benzeen	1 µg/l	NBN EN ISO 15680 ISO 11423
tolueen	1 µg/l	
xylenen (som van o-,p- en m-xyleen)	1 µg/l per component	
ethylbenzeen	1 µg/l	
styreen	1 µg/l	
MTBE	4 µg/l	
1,2-dichloorethaan	10 µg/l	
dichloormethaan	10 µg/l	
tetrachloorethyleen,	10 µg/l	
tetrachloormethaan	10 µg/l	
trichloorbenzenen: 1,2,4 trichloorbenzeen 1,2,3-trichloorbenzeen 1,3,5-trichloorbenzeen	100 ng/l per component	
trichloorethyleen,		
trichloormethaan	1 µg/l	
vinylchloride	10 µg/l	
Matig vluchtige gehalogeneerde organische verbindingen (MVOC)		

Parameter	RG	Referentiemethode	
heptachloor	500 ng/l	NBN EN ISO 6468	
hexachloorbenzeen	100 ng/l		
hexachloorbutadieen	100 ng/l		
hexachloorcyclo-hexaan (alfa, beta, gamma, delta)	100 ng/l		
trichloorbenzenen: 1,2,4 trichloorbenzeen 1,2,3 trichloorbenzeen 1,3,5 trichloorbenzeen	100 ng/l per component		
Fenolen, als totaal C			
fenol	500 ng/l		ISO 8165
2-methylfenol	100 ng/l		
3-methylfenol	100 ng/l		
4-methylfenol	100 ng/l		
2,4-dimethylfenol	100 ng/l		
4-ethylfenol	100 ng/l		
2,6-bis(1,1-dimethyl-ethyl)-4-methylfenol	100 ng/l		
2-phenylfenol	100 ng/l		
2-benzylfenol	100 ng/l		
2-benzyl-4-methylfenol	100 ng/l		
2-chloorfenol	100 ng/l		
3-chloorfenol	100 ng/l		
4-chloorfenol	100 ng/l		
4-chloro-2-methylfenol	100 ng/l		
4-chloro-3-methylfenol	100 ng/l		
6-chloro-3-methylfenol	100 ng/l		
2,4-dichloor-3,5-dimethylfenol	100 ng/l		
2-chloro-4-t-butylfenol	100 ng/l		
2-cyclopentyl-4-chloorfenol	100 ng/l		
4-chloro-2-benzylfenol	100 ng/l		
6-chloro-5-methyl-2-(1-methylethyl)fenol	100 ng/l		
2,3-dichloorfenol	100 ng/l		
2,4-dichloorfenol	100 ng/l		
2,5-dichloorfenol	100 ng/l		
2,6-dichloorfenol	100 ng/l		
2,4,6-trichloorfenol	100 ng/l		
2,3,5-trichloorfenol	100 ng/l		
2,4,5-trichloorfenol	100 ng/l		
2,3,6-trichloorfenol	100 ng/l		
2,3,4,5-tetrachloorfenol	100 ng/l		
2,3,4,6-tetrachloorfenol	100 ng/l		
2,3,5,6-tetrachloorfenol	100 ng/l		
Pentachloorfenol	100 ng/l		

5.2. RAPPORTAGEGRENZEN VAN ZWEMBADWATER

Parameter	RG	Referentiemethode
ANORGANISCHE STOFFEN		
Chloor, vrij	0,1 mg/l	NBN EN ISO 7393-2
Chloor, totaal	0,1 mg/l	NBN EN ISO 7393-2
Chloor gebonden		verschilbepaling totaal-vrij
Chloride	25 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 10304-4 NBN EN EN ISO 15682 ISO/DIS 15923-1
Chloroform	1 µg/l	NBN EN ISO 15680 ISO 11423-1
Ureum	0,1 mg/l	Enzymatische omzetting ureum naar ammonium: NEN 6494 Analyse ammonium: ISO 7150-1 ISO 11732 ISO 5664 ISO 14911 ISO/DIS 15923-1
Oxideerbaarheid	0,5 mg/l	NBN EN ISO 8467