

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse in het kader van bodembescherming (BOC)

VERSIE 2.1

INHOUD

1	Wettelijk kader en toepassingsgebied	3
2	Monsterneming	5
2.1	<i>Staalnemers</i>	5
2.2	<i>Materiaal</i>	5
2.3	<i>Praktische uitvoering</i>	5
3	Analyse	11
3.1	<i>Monstervoorbehandeling</i>	11
3.2	<i>Bepaling van het organische koolstofgehalte in bodem</i>	11
3.3	<i>pH-bepaling</i>	13
3.4	<i>Bepaling van de bodemtextuur</i>	14
4	Rapportering	27
5	Kwaliteitscontroles	28
5.1	<i>Tweedelijnscontrole</i>	28
5.2	<i>Controle van de GPS-tracks</i>	28
5.3	<i>Duplo-analyses</i>	29
5.4	<i>Registratie van de kwaliteitscontroles</i>	29

1 WETTELIJK KADER EN TOEPASSINGSGBIED

De voorgestelde bemonsterings- en analysemethoden hebben betrekking op de volgende bodemanalyses, voorzien in het besluit van de Vlaamse Regering van 24 oktober 2014 tot vaststelling van de voorschriften voor de rechtstreekse betalingen aan landbouwers in het kader van de steunregelingen van het gemeenschappelijk landbouwbeleid:

- bepaling van de zuurtegraad;
- bepaling van het organische koolstofgehalte;
- bepaling van de bodemtextuur.

Binnen deze regelgeving moeten de analyses alleen uitgevoerd worden op akkerland.

Artikel 59, §1, van het voornoemde besluit bepaalt dat de erosiegevoeligheid van een perceel wordt bepaald door de afdeling Land en Bodembescherming, Ondergrond, Natuurlijke Rijkdommen van het Departement Leefmilieu, Natuur en Energie van de Vlaamse overheid. Er zijn zes erosiegevoeligheidsklassen: zeer hoog, hoog, medium, laag, zeer laag en verwaarloosbaar. De erosiegevoeligheid van een perceel wordt jaarlijks meegedeeld via de verzamelaanvraag.

Landbouwers die aan de hand van een analyse kunnen aantonen dat het organische koolstofgehalte van een perceel 1,7% of meer bedraagt en de pH zich in de optimale zone voor het bodemtype in kwestie bevindt, kunnen een aanvraag indienen om de erosiegevoeligheid van het desbetreffende perceel dat geen blijvend grasland is, met één klasse te laten dalen. De monsterneming en analyse van het bodemstaal worden uitgevoerd door een erkend laboratorium in de discipline bodem, deeldomein bodembescherming als vermeld in artikel 6, 5°, c), van het besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu (VLAREL). De bodemanalyse heeft een geldigheidsduur van vijf jaar vanaf de datum waarop de monsterneming heeft plaatsgevonden. De herklassering van een perceel loopt per kalenderjaar: ze vangt aan op 1 januari van het jaar waarin de aanvraag voor herklassering wordt goedgekeurd en eindigt op 31 december van het jaar dat voorafgaat aan de einddatum van de maximale geldigheidsduur van de bodemanalyse.

Als het perceel van vorm verandert, blijft de herklassering geldig voor zover het perceel voor minstens 80% overlapt met het oorspronkelijk perceel waarop de monsterneming die de basis voor de herklassering vormde, is uitgevoerd.

Artikel 60, §1, van het voornoemde besluit stelt dat een landbouwer de zuurtegraad en het koolstofgehalte van een aantal van zijn percelen die geen grasland zijn of die geen permanente bedekking hebben, moet laten bepalen en de bijbehorende analyseresultaten moet kunnen voorleggen. Elk analyseresultaat is vijf jaar geldig.

Bij een te laag organische koolstofgehalte moet de landbouwer op de betreffende percelen het op basis van de analyseresultaten gegeven advies volgen. Als uit de analyseresultaten blijkt dat bepaalde percelen een te lage zuurtegraad hebben, moeten die bekalkt worden.

Artikel 60, §2, bepaalt dat afhankelijk van zijn totaal areaal landbouwgrond exclusief grasland en teelten die voor een permanente bedekking zorgen, de landbouwer per begonnen schijf van vijf hectare minstens één geldig analyseresultaat moet kunnen voorleggen.

Artikel 60, §4, van het voornoemde besluit stelt dat de monsternemingen, analyses en het opstellen van een landbouwkundig advies moeten uitgevoerd worden door een erkend laboratorium in de discipline bodem, deeldomein bodembescherming.

Een erkend laboratorium in de discipline bodem, deeldomein bodembescherming, moet volgens artikel 45, §1, van het VLAREL het BOC toepassen.

Voor het opstellen van een advies voor het in goede landbouw- en milieuconditie houden van landbouwgrond met betrekking tot het organische koolstofgehalte en de zuurtegraad wordt verwezen naar de "Code van goede praktijk bodembescherming". Deze code legt eveneens per bodemtype de grenswaarden vast van de in het bovenvermeld besluit bedoelde 'optimale zone' voor de zuurtegraad.

Wanneer een perceel opgesplitst wordt in deelpercelen, tellen de analyseverslagen van deze deelpercelen elk afzonderlijk mee om te voldoen aan het aantal verplichte analyseverslagen.

Wanneer een perceel opgesplitst wordt in deelpercelen, moet elk deelperceel aan de gestelde voorwaarden voldoen opdat het volledige perceel in aanmerking zou kunnen komen voor een verlaging van de erosiegevoeligheidsklasse.

2 MONSTERNEMING

2.1 STAALNEMERS

De monsternemingen worden uitgevoerd door een staalnemer, opgeleid door een erkend laboratorium in de discipline bodem, deeldomein bodembescherming.

Indien de bemonstering wordt uitgevoerd door derden in opdracht van een erkend laboratorium blijft het erkende laboratorium verantwoordelijk voor de opleiding en de correcte uitvoering van de bemonstering.

Alleen de staalnemer die het deelperceel (zie 2.3.2) eigenhandig bemonstert heeft, wordt als staalnemer op het monsternemingsformulier en analyseverslag vermeld. Dit is een belangrijk aandachtspunt in het geval hoofdstaalnemers zich laten ondersteunen door hulpstaalnemers.

2.2 MATERIAAL

Het materiaal moet aangepast zijn aan de uit te voeren monsterneming en bestaat minimaal uit:

- een grondboor van het type guts met een binnendiameter gelegen tussen 13 en 20 mm en een nuttige lengte die minimaal overeenkomt met de gekozen bemonsteringsdiepte. De bemonsteringsdiepte moet aangegeven zijn op de boor;
- een aangepast instrument om de guts af te schrapen en de guts te ledigen;
- een aangepast recipiënt om de monsters in te verzamelen;
- een GPS-datalogger.

2.3 PRAKTISCHE UITVOERING

2.3.1 ALGEMEEN

De gehanteerde bemonsteringsstrategie moet de garantie inhouden dat de geanalyseerde bodemmonsters voldoende representatief zijn voor het te bemonsteren deelperceel. Hiertoe worden zowel het aantal deelpercelen, het bemonsteringspatroon als het aantal monsternemingspunten eenduidig vastgelegd.

Bij de bemonstering wordt enkel een homogeen gedeelte van het deelperceel bemonstert:

- graszones, zoals bijvoorbeeld grasgangen, grasbufferstroken of erosiepoelen, die op het perceel aangelegd zijn, mogen niet mee bemonstert worden;
- om randeffecten te vermijden, moeten de bodemstalen steeds op een afstand van minstens 5 meter van de randen van het deelperceel genomen worden;
- extremititeiten, zoals bijvoorbeeld de toegang tot het deelperceel, lokale schaduwrijke plaatsen, opslagplaatsen en wendakkers, moeten vermeden worden.

In geen enkel geval mag een deelperceel de eerste 4 weken na bemesting met vaste organische meststoffen (bijv. stalmest, compost, champost, schuimaarde, digestaat,...) bemonstert worden. Het erkende laboratorium vraagt deze informatie op bij de landbouwer en noteert dit op het monsternemingsformulier.

2.3.2 AANTAL DEELPERCELEN

Voor het vastleggen van het aantal deelpercelen moet in eerste instantie rekening worden gehouden met de voorgeschiedenis van het perceel. Indien een perceel, ongeacht zijn grootte, deels bestaat uit recent gescheurd meerjarig grasland, dan moet dit deel van het perceel tot vijf jaar na het scheuren verder als één of meerdere apart(e) deelperce(e)l(en) bemonsterd worden.

Naarmate percelen groter zijn, neemt ook de kans op heterogeniteit toe. Daarom moeten in het kader van artikel 59, §1, van het besluit van de Vlaamse Regering van 24 oktober tot vaststelling van de voorschriften voor de rechtstreekse betalingen aan landbouwers in het kader van de steunregelingen van het gemeenschappelijk landbouwbeleid percelen met een oppervlakte groter dan 5 ha opgedeeld worden in twee of meer deelpercelen kleiner dan 5 ha.

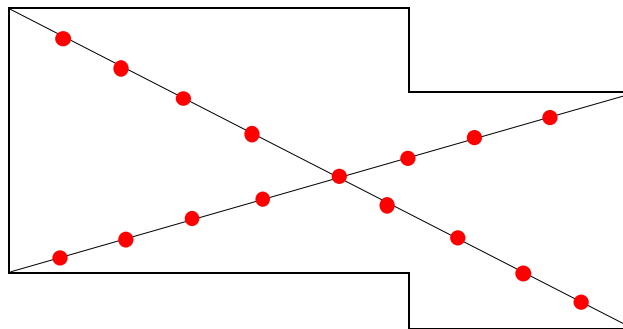
Bij de opdeling is het belangrijk dat deze zo gebeurt dat de vorm van de deelpercelen een evenredige verdeling van de steken over de volledige oppervlakte toelaat. Daarenboven wordt zoveel mogelijk gestreefd naar deelpercelen met een gelijke oppervlakte.

Een niet-opgesplitst perceel wordt in dit compendium beschouwd als één deelperceel.

2.3.3 BEMONSTERINGSPATROON

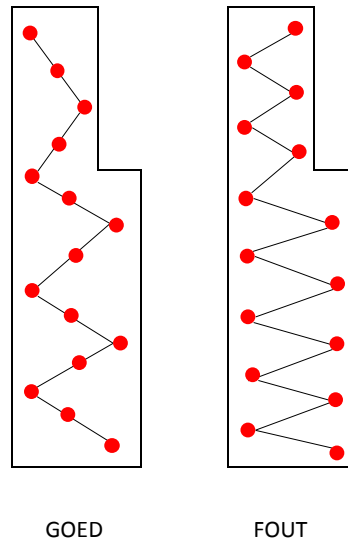
De keuze van het bemonsteringspatroon is afhankelijk van de vorm van het deelperceel:

- Als algemene regel geldt dat deelpercelen bemonsterd worden in kruisverband, namelijk volgens de diagonalen van het deelperceel (zie Figuur 1).



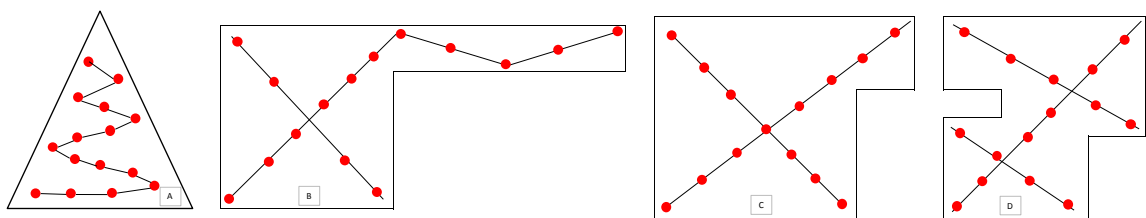
Figuur 1: Bemonstering volgens kruisverband

- Bij lange, smalle deelpercelen geeft een zigzagverband de beste verdeling van de bemonsteringspunten. Het gebruik van een zigzagverband is verplicht voor deelpercelen met een lengte groter dan viermaal de breedte en dit onafhankelijk van de breedte. Figuur 2 geeft een voorbeeld van een zigzagbemonstering op lange, smalle percelen. Bij bemonsteren via zigzagverband moet ook steeds een steek genomen worden in het midden van iedere lijn en niet enkel op de hoekpunten.



Figuur 2: Bemonstering volgens zigzagverband

- Bij deelpercelen met een onregelmatige vorm moet beoordeeld worden hoe de beste verdeling van de bemonsteringspunten bekomen wordt: via een zigzagverband, via een dubbel kruisverband of via een combinatie van kruis- en zigzagverband. Met onregelmatige deelpercelen worden die deelpercelen bedoeld waarvan de vorm het niet toelaat om met een enkelvoudig kruisverband een goede verdeling van de boorsteekingen over het volledige deelperceel te bekomen. Veelal zijn dit deelpercelen met meer dan vier hoeken én waarvan de vorm sterk afwijkt van een rechthoek. Zie ook de voorbeelden bij Figuur 3: deelpercelen A en B laten niet toe om met een kruisverband een goede dekking van het terrein te bekomen. Bij deelperceel B kan een combinatie van een kruis- en zigzagverband toegepast worden. Bij deelpercelen C en D die, ongeacht hun aantal hoekpunten, algemeen in vorm weinig afwijken van een rechthoek, kan een kruisverband toegepast worden. Niettegenstaande kan bij deelperceel D ook een dubbel kruisverband toegepast worden.



Figuur 3: Bemonstering van onregelmatige perceelsvormen

2.3.4 MONSTERNEMINGSPUNTEN

Per deelperceel moeten er minstens 15 monsternemingspunten zijn.

De afstand tussen 2 monsternemingspunten wordt zo bepaald dat de monsternemingspunten zo evenredig mogelijk verdeeld zijn over het vastgelegde bemonsteringspatroon van het deelperceel.

Per monsternemingspunt wordt één steekboring uitgevoerd. Deze steekboringen worden per deelperceel samengevoegd tot één monster.

2.3.5 BEMONSTERINGSDIEPTE

Voor de analyses vermeld in artikel 59, §1, en artikel 60, §1, van het voornoemde besluit is de bemonsteringsdiepte minstens 23 cm en maximaal 30 cm onder het maaiveld.

Enkel wanneer deelpercelen gedurende minstens 5 jaar niet-kerend zijn bewerkt (d.i. gedurende minstens 5 jaar niet meer geploegd zijn), is voor de analyses vermeld in artikel 59, §1, van het voornoemde besluit een ondiepere bemonstering toegestaan. Het erkende laboratorium vraagt deze informatie op bij de landbouwer en noteert dit op het monsternemingsformulier. De bemonsteringsdiepte moet in dit geval minstens 10 cm en maximaal 30 cm onder het maaiveld bedragen.

Binnen de gestelde grenzen kan ervoor geopteerd worden te bemonsteren tot op een specifieke diepte (bijv. de bewerkingsdiepte) (perceelspecifieke bemonsteringsdiepte) of tot op een vaste diepte (perceelonafhankelijke bemonsteringsdiepte). Per monster en voor alle deelpercelen van één perceel wordt echter maar één bemonsteringsdiepte gehanteerd.

2.3.6 REGISTRATIE MONSTERNEMINGTRAJECT

Op ieder deelperceel waar een monsterneming wordt uitgevoerd, moet het monsternemingstraject geregistreerd worden door middel van een GPS-datalogger. Het monsternemingstraject omvat minstens het traject met als begin het eerste monsternemingspunt van het bemonsterde deelperceel en als einde het laatste monsternemingspunt van het bemonsterde deelperceel. Het is toegestaan de monsternemingstrajecten op dagbasis te registreren op voorwaarde dat het monsternemingstraject per deelperceel hieruit eenduidig kan geëxtraheerd worden voor de rapportering.

De GPS-datalogger moet zo ingesteld worden dat het tijdsinterval tussen twee registraties maximaal 5 seconden bedraagt. Het traject wordt opgeslagen als een gpx-bestand en bevat minstens de datum, de tijd en de bijbehorende coördinaten (onder de vorm van wereldcoördinaten volgens het WGS84 referentiesysteem). Dit bestand maakt integraal deel uit van de registraties bij de monsterneming.

Daarbovenop worden de coördinaten van het middelpunt¹ van het bemonsterde deel van het deelperceel genoteerd (via aflezen op de GPS) of digitaal geregistreerd (via waypoints op de GPS). Als alternatief mag ook een punt, representatief voor het middelpunt van het bemonsterde deel van het deelperceel, naderhand afgelezen worden uit de GPS-track.

De GPS-track van het betreffende deelperceel en (in voorkomend geval) de geregistreerde coördinaten van het middelpunt van het deelperceel moeten in ieder geval eenduidig en onbetwistbaar met het genomen staal kunnen gelinkt worden.

¹ Bij onregelmatig gevormde percelen is de term "middelpunt" niet eenduidig te bepalen. Op basis van "expert judgement" wordt een punt gekozen dat zoveel mogelijk in het midden van het perceel gelegen is. Het perceel moet via deze coördinaten eenduidig geïdentificeerd kunnen worden.

De werking van de GPS-datalogger moet dagelijks gecontroleerd worden. Bij falen van de GPS-datalogger moet hiervan melding gemaakt worden aan de afdeling Land en Bodembescherming, Ondergrond, Natuurlijke Rijkdommen en op het analyseverslag.

Gpx-bestanden moeten door het erkende laboratorium minstens vijf jaar bijgehouden worden.

2.3.7 PRAKTISCHE UITVOERING MONSTERNEMING

De steekboringen worden uitgevoerd volgens het gekozen bemonsteringspatroon. Vooraleer de gutsboor in de grond wordt geduwd, wordt de oppervlakte vrijgemaakt van organische resten zoals plantenresten (vb. oogstresten of resten groenbedekker) en resten van organische bemesting (vb. compost, stalmest,...). De grond wordt, indien nodig, lichtjes vastgetrapt op en rond de plaats waar de boring zal plaatsvinden. Er mag nooit op een plant bemonsterd worden. Bij omgewoelde deelpercelen moeten de extreme hoogtes en dieptes worden vermeden. De grond wordt, indien mogelijk, geëgaliseerd en eveneens beperkt aangedrukt.

De boor wordt loodrecht t.o.v. het maaiveld in de grond geduwd tot de gewenste diepte. De gutsboor wordt minstens eenmaal volledig rondgedraaid om de boor los te maken en vervolgens langzaam omhooggetrokken. Hierbij is het belangrijk geen grondverlies te hebben. Dit risico is het grootst bij een droge bodemlaag. Indien het boorlichaam niet volledig gevuld is, wordt de boor leeggemaakt naast het recipiënt en wordt een nieuwe boring uitgevoerd.

Enkel de grond die zich in het boorlichaam bevindt, wordt in het recipiënt verzameld. Grond die zich buiten het boorlichaam bevindt, wordt afgeschraapt met de spatel. Hierbij dient, afhankelijk van de bodemtextuur en het bodemvochtgehalte, een geschikte afschraaptechniek gebruikt te worden, zodat geen grond uit het boorlichaam verloren gaat. Enkel bij zeer kleiige gronden (polderklei) mag het afschrapen achterwege gelaten worden.

De inhoud van de gutsboor wordt voor het ledigen van de guts gescreend op de aanwezigheid van organische resten. Indien organische resten aanwezig zijn, worden deze zoveel mogelijk uit het staal verwijderd. Dit bodemmonster, zoveel mogelijk ontdaan van zichtbare organische resten, wordt daarna bij voorkeur rechtstreeks in het daartoe voorziene recipiënt verzameld.

Tussen twee boringen door wordt de boor (steekstang, binnenzijde en buitenzijde van de guts) schoon geschaapt met de spatel om achterblijvende grondresten te verwijderen.

2.3.8 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De nummering van het recipiënt moet uniek zijn en vergezeld van een begeleidend monsternemingsformulier zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan m.b.t. de herkomst van de monsters.

De volgende informatie moet minimaal op het begeleidend monsternemingformulier aanwezig zijn:

- het uniek identificatienummer van het recipiënt;
- de naam en het adres van de opdrachtgever;
- voor zover het waypoint ontbreekt (bijvoorbeeld bij technisch falen van de gps): het nummer van het perceel (of bij samenvoegen van de percelen), zoals aangeduid in de verzamel aanvraag, overeenkomend met het bemonsterde deelperceel, met vermelding van het jaartal van de bijbehorende verzamel aanvraag, vb.:
 - bij een volledig perceel: 2016_22;

- bij een opgesplitst perceel: 2016_15 (deel);
- bij een samengevoegd perceel: 2016_9 & 2016_10;
- bij een combinatie van bovenstaande gevallen: 2016_13 & 2016_16 (deel).

Opmerking: in het uitzonderlijke geval dat de landbouwer het perceel nog niet eerder in gebruik had en het perceelnummer hem nog niet bekend is, is het toegestaan geen perceelnummer te vermelden.

- het tijdstip van de laatste keer ploegen (enkel van toepassing bij ondiepe bemonstering als vermeld in paragraaf 2.3.5);
- de naam van de staalnemer die de monsterneming heeft uitgevoerd. Ook bij opdrachten die aangestuurd worden door een hoofdstaalnemer, wordt steeds de effectieve uitvoerder van de monsterneming als staalnemer vermeld;
- de datum van de monsterneming;
- de aanduiding of het om 'bemonstering tot op bewerkingsdiepte' of 'perceelonafhankelijke bemonsteringsdiepte' gaat;
- de bemonsteringsdiepte (in cm);
- perceelspecifieke opmerkingen (bijv. een deel van het perceel kon niet bemonsterd worden omwille van een bietenhoop);
- de coördinaten van het middelpunt van het bemonsterde deel van het perceel in decimale graden (WGS84) zoals afgelezen op de GPS tijdens de monsterneming, tenzij deze achteraf afgelezen worden uit de digitale registratie (GPS-track of waypoint).

Het monsternemingsformulier kan in papieren of elektronische vorm bestaan en moet door het erkende laboratorium minstens vijf jaar bijgehouden worden.

Het monsterbeheersysteem van het erkende laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie met betrekking tot een individueel monster eenduidig te traceren.

3 ANALYSE

3.1 MONSTERVERORBEHANDELING

De monsterveroorbehandling is gebaseerd op de volgende normmethoden:

- NBN EN 16179:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Guidance for sample pretreatment.
- ISO 11464:2006 Soil Quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses.

De procedures zijn van toepassing mits de volgende aanpassingen:

3.1.1 BEWARING

De monsters moeten binnen de week na monsterneming in behandeling worden genomen (gedroogd). Het monster, gedroogd tot constant gewicht, mag vervolgens op kamertemperatuur bewaard worden tot het geanalyseerd wordt.

Opmerking: De eis 'gedroogd tot constant gewicht' mag gevalideerd worden en moet bijgevolg niet van elk individueel monster gecontroleerd worden.

3.1.2 VOORBEREIDING VOOR DE BEPALING VAN PH, ORGANISCHE KOOLSTOF EN DE GRANULOMETRISCHE TEXTUURBEPALING (PIPETMETHODE VAN ROBINSON-KÖHN)

- Het bodemmonster wordt gedroogd bij een temperatuur van maximaal 45°C in een geventileerde droogstoof tot constant gewicht.
- Het monster wordt gebroken en vervolgens gezeefd op 2 mm. Alleen de gezeefde bodem wordt gebruikt voor verdere analyse.

Voor specifieke monsterveroorbehandelingsstappen in functie van de te analyseren parameter wordt verwezen naar de beschrijving van de analysemethoden.

3.2 BEPALING VAN HET ORGANISCHE KOOLSTOFGEHALTE IN BODEM

De bepaling van het organische koolstofgehalte is gebaseerd op de volgende normmethoden:

- NBN EN 15936:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Determination of total organic carbon (TOC) by dry combustion.
- ISO 14235:1998 Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation. Deze methode kan vanaf 1 januari 2018 niet meer gebruikt worden.²

3.2.1 NBN EN 15936:2012 SLUDGE, TREATED BIOWASTE, SOIL AND WASTE – DETERMINATION OF TOTAL ORGANIC CARBON (TOC) BY DRY COMBUSTION

De procedure zoals beschreven in NBN EN 15936 is van toepassing mits volgende aanpassingen:

² Dit betreft een rechtzetting: door een vergissing werd bij de goedkeuring van het BOC via ministerieel besluit van 12 oktober 2017 deze zin onder punt 3.1 bij ISO 11464:2006 geplaatst in plaats van onder punt 3.2 bij ISO 14235:1998.

- §6 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties kunnen worden gebruikt mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §9 Procedure – Methode A (indirecte methode):
 - §9.1.3 Bepaling van TIC laatste paragraaf:
Het behandelen van monsters met verwarmd zuur is niet van toepassing.
 - §9.2 Kalibratie:
Voor het uitvoeren van de dagdagelijkse analyses dient minimaal bij elke meetreeks de kalibratie gecontroleerd te worden (bijv. met de hoogste standaard) en dient deze te voldoen aan de door het laboratorium vastgelegd criterium. Het al dan niet toepassen van een correctie wordt vastgelegd door het laboratorium.
 - §9.3 Controlemetingen:
Het controlemonster wordt 1x per meetdag minstens in enkelvoud geanalyseerd. De terugvindingsgraad voor het TOC-gehalte van controlemonster A dient gelegen te zijn tussen 90 en 110% van de juiste waarde.
 - §9.4 Berekeningen:
Methode A is toepasbaar bij een TIC/TOC ratio < 10; indien niet voldaan, wordt dit als opmerking op het verslag vermeld.
- §10 Procedure – Methode B (directe methode)
 - §10.2 Kalibratie:
Voor het uitvoeren van de dagdagelijkse analyses dient minimaal bij elke meetreeks de kalibratie gecontroleerd te worden (bijv. met de hoogste standaard) en dient deze te voldoen aan het door het laboratorium vastgelegd criterium. Het al dan niet toepassen van een correctie wordt vastgelegd door het laboratorium.
 - §10.3 Controlemetingen:
Het controlemonster wordt 1x per meetdag minstens in enkelvoud geanalyseerd. De terugvindingsgraad voor het TOC-gehalte van controlemonster B dient gelegen te zijn tussen 90 en 110% van de juiste waarde.

Opmerking: Het laboratorium moet over de nodige gegevens beschikken die aantonen dat de zuurbehandeling effectief is ter verwijdering van de aanwezige carbonaten voor het type monsters dat door het laboratorium geanalyseerd worden. Dit dient minimaal op 1 monster aangetoond te worden per zuurbehandeling/monsterreeks.

3.2.2 ISO 14235:1998 SOIL QUALITY - DETERMINATION OF ORGANIC CARBON BY SULFOCHROMIC OXIDATION

De procedure zoals beschreven in ISO 14235 is van toepassing mits volgende aanpassingen :

- §1: titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode;
- §5.4: het niveau van de digestieoplossing in de digestiebuis moet zich volledig onder het oppervlak van de destructieblok bevinden;
- §6: het drogestofgehalte moet niet bepaald worden (zie § 2 van het compendium);
- §7.2: het monster moet 30 minuten bij 135°C worden gedestruerd;
- §7.2: in plaats van centrifugatie kan eveneens rechtstreeks een filtratie worden uitgevoerd;
- §7.4: titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode.

3.2.3 REFERENTIES

- NBN EN 15936:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Determination of total organic carbon (TOC) by dry combustion.
- ISO 14235:1998 Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation
- ISO 10694:1995 Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

3.3 PH-BEPALING

De bepaling van de pH is gebaseerd op de volgende normmethode:

- NBN EN 15933:2012 Sludge, treated biowaste and soil – Determination of pH

3.3.1 NBN EN 15933 2012 SLUDGE, TREATED BIOWASTE AND SOIL - DETERMINATION OF PH

De procedure zoals beschreven in NBN EN 15933 is van toepassing mits volgende aanpassingen :

- §1 Toepassingsgebied: extractievloeistof is 1M KCl;
- §3 Principe: extractievloeistof is 1M KCl
- §6.2 Apparatuur: gecombineerde glaselectrode: voor het nulpunt van de glaselectrode wordt een maximale afwijking van 0.25 pH eenheden of ± 15 mV vooropgesteld; de waarde van de helling moet gelegen zijn tussen 95% en 102% van de theoretische helling;
- §7 Monstervoorbehandeling: De analyse wordt uitgevoerd op het monster gedroogd bij max. 45°C en gezeefd over een zeef van 2 mm (zie monstervoorbehandeling op pagina 11);
- §8.1 Bereiding van de suspensie: extractievloeistof is 1M KCl
Naast het mechanisch schudden gedurende 60 minuten is eveneens het mechanisch schudden gedurende een kortere periode en het manueel schudden van de suspensie toegestaan met als doel de bodem grondig te suspenderen in de extractie oplossing. Een minimale contacttijd tussen bodem en KCl oplossing van 2 uur is noodzakelijk. (referentie: VITO rapport 2007/MIM/R/023);
- §8.2: de kalibratie van de pH-meter en de pH-meting zelf moet uitgevoerd worden conform ISO 10523:2008 *Water quality – Determination of pH*;
- §8.2: $20 \pm 5^\circ\text{C}$;
- §8.2: de kalibratie wordt gecontroleerd door een onafhankelijke kalibratiebuffer-oplossing te meten. In het gebied tussen 4 en 10 zal de gemeten pH-waarde niet meer dan 0.1 pH eenheden afwijken van de theoretische bufferwaarde;
- §8.3: $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

3.3.2 REFERENTIES

- NBN EN 15933 2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of pH.
- ISO 10390:2005 Soil quality - Determination of pH.
- ISO 10523: 2008 Water quality – Determination of pH.
- C. Vanhoof, B. Van Hasselt, K. Duyssens en K. Tirez, Bepaling van pH in bodem, VITO rapport 2007/MIM/R/023.
- C. Vanhoof, H. Van den Broeck, S. Hofman, Groep AN en K. Tirez, Vergelijkende metingen van pH in bodem, VITO rapport 2009/MANT/R/068.

3.4 BEPALING VAN DE BODEMTEXTUUR

3.4.1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

De granulometrische samenstelling (korrelverdeling) van een bodem is een belangrijk gegeven, gezien dit zowel de fysische als de chemische eigenschappen van een bodem in belangrijke mate beïnvloedt. Een bodem bestaat uit een mengeling van korrels van verschillende grootte. De korrelgrootte kan ingedeeld worden in diverse fracties:

- de fractie > 2 mm noemt men de grove fractie of grindfractie en wordt als dusdanig niet in een granulometrische analyse betrokken;
- de fractie < 2 mm wordt fijne aarde of fijngrond genoemd en deze fractie wordt dan in verdere deelfracties onderverdeeld:
 - zandfractie (50-2000 μm);
 - leemfractie (2-50 μm);
 - kleifractie (< 2 μm).

De textuur van een bodem wordt benoemd in functie van de korrelgroottesamenstelling, dit is het gehalte aan klei (0-2 μm), leem (2-50 μm) en zand (50-2000 μm). Voor de exacte bepaling van de textuur moet men berekenen hoeveel procent van elk van de fracties in het mengsel aanwezig is; vervolgens kan men via een driehoeksgrafiek de textuur afleiden.

Door het Centrum voor Bodemkartering (Rijksuniversiteit Gent) werd rond 1950 een textuurdriehoek voor alle Belgische bodems voorgesteld (Figuur 4 Belgische textuurdriehoek). De indeling in zones en hun benaming is een compromis tussen al de termen gebruikt door de verschillende karteringsleiders.

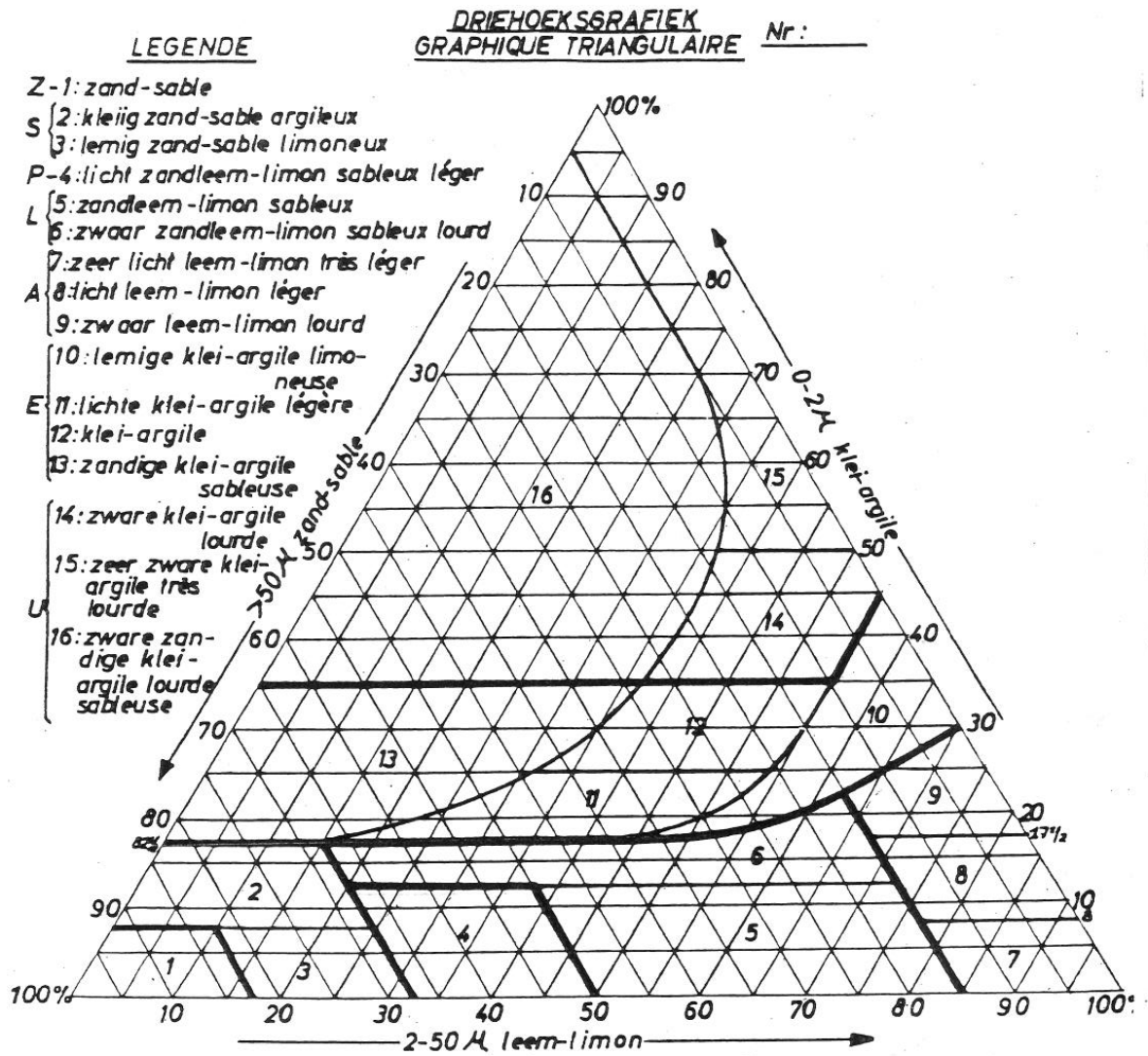
De verschillende zones zijn op de volgende wijze afgebakend:

- Zand
 1. zand
 2. kleilig zand
 3. lemig zand
- Zandleem
 4. licht zandleem
 5. zandleem
 6. zwaar zandleem
- Leem
 7. zeer licht leem
 8. licht leem
 9. zwaar leem
- Klei
 10. lemige klei
 11. lichte klei
 12. klei
 13. zandige klei
 14. zware klei
 15. zeer zware klei
 16. zware zandige klei

Een bodemkundige met veldervaring is in staat, door het kneden en verkrummen van de grond tussen de vingers, deze bodemtextuurklassen te onderscheiden. Het blijft echter aangewezen deze schattingen op het veld regelmatig te confronteren met de analysegegevens van het laboratorium.

Textuurbepalingen in het kader van bodembescherming vereisen enkel een onderscheid in de volgende 4 hoofdtexturen: zand, zandleem, leem en klei.
De indeling in de hoofdtexturen kan uitgevoerd worden volgens de manuele textuurbepaling of volgens de granulometrische textuurbepaling (pipetmethode van Robinson-Köhn).

In paragraaf 3.4.2 zijn richtlijnen beschreven voor de manuele textuurbepaling en in paragraaf 3.4.3 wordt de procedure beschreven voor de granulometrische textuurbepaling.



Figuur 4: Belgische textuurdriehoek

3.4.2 MANUELE TEXTUURBEPALING

De textuur van de bodem kan manueel geschat worden en een ervaren bodemkundige kan hierbij een grote nauwkeurigheid bereiken. De schatting gebeurt door kneden en verkrumelen van de bodem tussen de vingers. Een aantal richtlijnen, opgesteld door de Universiteit Gent, worden hieronder beschreven om deze manuele textuurschatting te kunnen uitvoeren. Enkele fysische eigenschappen worden beschreven en daarnaast worden, in zoverre dit mogelijk is, de verschillende texturen beschreven aan de hand van deze eigenschappen.

Iedere bodemkundige mag zijn eigen specifieke methode toepassen. Ervaring is veruit de belangrijkste eigenschap om tot een juiste schatting van de textuur te komen.

3.4.2.1 FYSISCHE EIGENSCHAPPEN

KLEVERIGHEID

Deze eigenschap wordt geschat door de bodem tussen duim en wijsvinger samen te drukken en dan de twee vingers terug van elkaar te verwijderen. Naargelang de hoeveelheid bodem die aan de vingers blijft kleven en naargelang de bodem uitrekt bij het verwijderen van de vingers, wordt de kleverigheid van het materiaal aangeduid. Gewoonlijk is zand niet kleverig, want bij het loslaten blijft bijna niets aan de vingers kleven. Leem is licht kleverig: het kleeft wel, maar het oefent weinig weerstand uit bij het lostrekken. Een zware klei is zeer kleverig, want het materiaal kleeft sterk aan de vingers en rekt uit wanneer deze van elkaar verwijderd worden.

PLASTICITEIT

De plasticiteit wordt geschat naar de mate waarin het materiaal tussen duim en wijsvinger tot een draad of staafje kan gerold worden en naar de mate waarin men het draadje of staafje kan bewerken. Gewoonlijk is zand niet plastisch (er kan geen draad gerold worden). Zandleem is weinig plastisch (er kan een kort rolletje gerold worden, maar het rolletje vertoont scheuren). Leem is licht plastisch (er kan een rolletje gerold worden, maar de rol breekt wanneer men ze tracht te plooiën in een hoefijzervorm). Klei is zeer plastisch (de rol buigt tot een hoefijzervorm en bij zware klei zelfs tot een cirkel).

KNEEDBAARHEID

De kneedbaarheid wordt bepaald door de druk die nodig is om een bodemmassa met een vochtgehalte tussen luchtdroog en veldcapaciteit in de hand te kneden. Zand is los tot zeer brokkelig, leem is brokkelig en zware klei is stijf tot uitermate stijf.

CONSISTENTIE

De consistentie wordt in droge toestand bepaald door een bodemmassa tussen duim en wijsvinger te breken. Hierover zijn geen algemene gedragingen van de verschillende texturen te vermelden. Zo kan zand zowel los als uitermate hard zijn in droge toestand.

3.4.2.2 BESCHRIJVING VAN DE VERSCHILLENDE TEXTUREN

ZAND

Zand bestaat uit losse korrels die individueel te voelen en doorgaans ook te zien zijn. Neemt men een handvol, min of meer samenhangend en vrij droog zand, dan valt dit reeds bij een zeer lichte druk in losse korrels uiteen. In vochtige toestand is het materiaal ietwat coherent, alhoewel het door zwakke mechanische inwerking (druk, schok, ...) uiteen zal vallen. Zand mist iedere plasticiteit en cohesie.

ZANDLEEM

Zandleem bevat reeds een zeer geringe tot geringe hoeveelheid klei, zodat de korrels iets meer samenhangend zijn. In droge toestand valt het materiaal daardoor minder gemakkelijk uiteen in losse korrels. Individuele zandkorrels kunnen echter nog gezien worden. In droge toestand zijn de kluiten gemakkelijk te breken, terwijl ze in vochtige toestand, wanneer men voorzichtig te werk gaat, reeds min of meer gemanipuleerd kunnen worden (bijv. gekneet tot een cilinder).

LEEM

Leem bevat een gering tot matig klei-zand gehalte. Vandaar dat dit materiaal in droge toestand kluiten of brokken vormt, die met de hand te breken en te verpulveren zijn. Het materiaal voelt des te zachter aan naarmate er minder zand in aanwezig is. De droge aggregaten zijn des te moeilijker te breken naarmate het kleigehalte groter wordt. Lemig materiaal voelt bloemachtig (meel-achtig) aan. Zowel droog als nat vormt het aggregaten of kluiten die gemakkelijk te behandelen zijn. In vochtige tot natte toestand kan nochtans door kneden tussen duim en wijsvinger slechts een korte draad gevormd worden, die snel afbreekt onder invloed van zijn eigen gewicht. Drukt men met de hand een vochtige kluit samen dan valt deze in fragmenten uiteen.

KLEI

Klei vormt in droge toestand aggregaten of kluiten die niet meer met de hand te breken zijn. Ze zijn zeer hard. Zijn de aggregaten vochtig tot nat, dan is het materiaal plastisch (denk aan boetseerleem), meestal stijf (het vraagt behoorlijke wat kracht om klei te kneden) en dikwijls iets kleverig. Door kneden tussen duim en wijsvinger kan een lange, buigzame draad gevormd worden. Het materiaal voelt vettig aan in nattere toestand.

Bovenstaande verschillen geven niet alle nuances weer die een specialist tussen de verschillende texturen aanvoelt. Het geheel wordt nog ingewikkelder, wanneer de bodem organisch materiaal en CaCO_3 bevat. Een vrij algemene regel hierbij is dat door een hoger gehalte aan goed verteerd organisch materiaal zandbodems kleirijker schijnen, terwijl zware kleibodems beter kneedbaar en minder stijf zullen zijn dan hun kleigehalte zou doen vermoeden. Grote hoeveelheden CaCO_3 voelen zacht aan wat een kenmerk is van leembodems. Daarnaast zal het zandgehalte hoger schijnen naarmate de korrels grover zijn. Ook door een licht aaneenklitten van zandkorrels, kan de zandige beoordeling van een bodem overdreven worden.

3.4.3 GRANULOMETRISCHE TEXTUURBEPALING (PIPETMETHODE VAN ROBINSON-KÖHN)

3.4.3.1 PRINCIPE

Het kleigehalte wordt bepaald door een gedeeltelijke textuuranalyse uit te voeren. De textuuranalyse betreft de scheiding van de minerale bodem in korrelgroottefracties, met name zand, leem en klei, alsook de bepaling van de proporties van de fracties. De analyse wordt uitgevoerd op de fijne aarde (< 2 mm), na afscheiding van de grove elementen. Om een goede dispersie van de kleifractie te bekomen, dienen alle cementerende materialen als organisch materiaal, CaCO₃, oxiden en aanwezige opgeloste zouten verwijderd te worden.

De fijne fracties (leem en klei) worden gescheiden van het zand door natte zeving op een zeef van 50 µm. De bepaling van het kleigehalte gebeurt met behulp van een pipet van Robinson-Köhn na dispersie van de colloïdale fractie met een dispergerende stof. De tijd en de diepte van de pipetopname worden afgeleid van de Wet van Stokes.

3.4.3.2 REAGENTIA

- zoutzuur (HCl 2N)
- zoutzuur (HCl 1 N)
- geconcentreerd waterstofperoxide H₂O₂ (30%)
- antischuimmiddel bijv. ethylalcohol (96%)
- dispergeermiddel: 33,0 g natriumhexametafosfaat (Grahamzout) en 7,0 g Na₂CO₃ oplossen in 1 l water. Deze oplossing is één maand houdbaar.

Opmerking: Andere dispergeermiddelen zijn ook toegelaten mits vergelijkbare resultaten worden verkregen.

- ultra puur water, dat voldoet aan de eisen van ISO 3696 grade 2 water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m⁻¹, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25 °C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een waterzuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm)

3.4.3.3 APPARATUUR

- porseleinen mortier, met stamper
- inox zeven van 2 mm en 50 µm en opvangschaal (20 cm diameter)
- weegschaal met een nauwkeurigheid van 0,1 mg
- gethermostatiseerd ultrasoonbad op 70°C of zandbad op 60°C
- centrifuge, met buizen van minimaal 300 ml
- geleidbaarheidsmeter
- schudtoestel
- roertoestel met magnetisch staafje
- sedimentatiecilinders van 1 l met afsluitdop (min. diameter 50 mm)
- Robinson-Köhn-pipet gemonteerd op een staander
- weegflesjes van ± 30 ml voor afweging fracties
- gethermostatiseerd waterbad of gethermostatiseerde ruimte (tussen 20°C en 30°C ± 0.5°C).
- exsiccator
- pH-indicator strips
- geventileerde droogstoof instelbaar op een temperatuur van (105 ± 5)°C en op 40°C

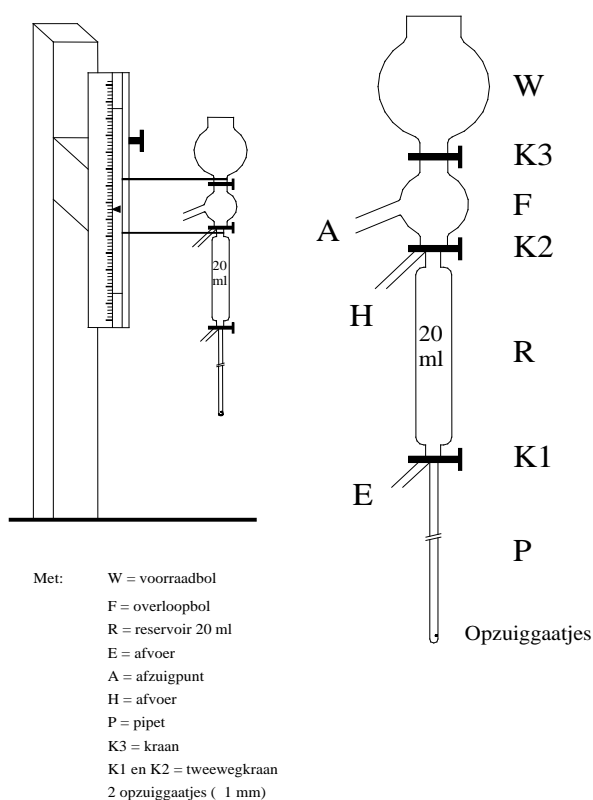
3.4.3.4 VOORBEREIDING

WEEGFLESJES

De weegflesjes worden vooraf gedroogd in een warme luchtoven op 105°C gedurende 12 uur en, na afkoelen in een exsiccator, gewogen.

ROBINSON-KÖHN-PIPET

Werking van de Robinson-Köhn-pipet



Figuur 5: Robinson-Köhn-pipet of Andreasen-pipet

In Figuur 5 is een voorbeeld van een Robinson-Köhn-pipet terug te vinden. Deze pipet wordt gebruikt om een exact volume (in dit geval 20 ml) op te zuigen uit een beker of sedimentatiecilinder vanop een bepaalde diepte.

Opmerking: Bij gebruik van een geautomatiseerde opstelling is een nauwkeurige instelling van de insteekdiepte en gepipetteerd volume een vereiste.

Het opgezogen monster dat in een weegflesje wordt gedeponereerd moet eenzelfde samenstelling hebben als het staal op die bepaalde diepte in de cilinder. Daarom werd de Robinson-Köhn-pipet voorzien van verschillende reservoirs en kranen. Onderaan de pipet bevinden zich aan weerszijden van de gesloten punt, twee gaatjes van ongeveer 1 mm doorsnede langs waar de suspensie opgezogen wordt. De afstand van de onderkant van de pipet tot aan de opzuiggaatjes is 3 mm. Pipetten met opening onderaan zijn niet toegestaan.

Bovenaan, in voorraadbol W, zit ultra puur water. Na elke monsterneming zal dit water het staal kwantitatief in een weegflesje spoelen en de pipet op een snelle en eenvoudige manier schoon spoelen.

De insteekdiepte van de pipet heeft een minimale diepte van 4 cm onder de vloeistofspiegel en een maximale diepte van 4 cm boven de bodem van de maatcilinder. In deze procedure wordt als voorbeeld een monster genomen op een diepte van 10 cm onder het oppervlak. Om dit op een gemakkelijke en reproduceerbare manier uit te voeren, is de Robinson-Köhn-pipet op een statief met zwenkarm en pipethouder gemonteerd. De pipet wordt boven het staal gehangen. Men laat de pipet zakken tot deze het vloeistofoppervlak raakt en men leest de stand van de lat op het statief af.

Vervolgens laat men de gesloten pipet rustig zakken tot de opzuiggaatjes op een diepte van 10 cm zitten. In praktijk betekent dit dat de pipet 10,3 cm naar beneden gedraaid wordt vanaf het raken van het wateroppervlak bij gebruik van de hierboven beschreven pipet.

Men zet kranen K1 en K2 in de juiste stand zodat er enkel een doorgang is vanaf de opzuiggaatjes tot aan het afzuigpunt. Men zuigt via een rubberen slang aan afzuigpunt A tot het peil net in de overloopbol F staat binnen een tijdspanne van 10 seconden. Op deze wijze komt de gemiddelde bemonsteringstijd overeen met de berekende sedimentatietijd.

Men draait nu snel kraan K2 een halve slag en kraan K1 een kwartslag. Doordat kraan K1 volledig dicht staat, kunnen de deeltjes niet wegzinken uit reservoir R. De overmaat in overloopbol F verdwijnt door afvoer H. Vervolgens spoelt men overloopbol F en afvoer H door kraan K3 eventjes open te draaien.

Men houdt een weegflesje onder afvoer E en draait K1 nog een kwartslag verder, het monster loopt nu in het weegflesje. Spoel het reservoir R nog even na zodat het monster zich volledig in het weegflesje bevindt.

De pipet wordt nu voorzichtig omhoog gedraaid en leeggespoeld in een opvangbekertje. Vervolgens wordt de pipet aan de buitenkant gereinigd en is ze weer klaar voor de volgende meting.

De opstelling moet op een trillingsvrij oppervlak geplaatst te worden.

IJking van de Robinson-Köhn-pipet:

De pipet van Robinson-Köhn moet vooraf geijkt worden door de inhoud te controleren.

Daarvoor laat men ultra puur water in een sedimentatiecilinder thermostatiseren in het waterbad op een welbepaalde temperatuur bijv. 30°C of in een gethermostatiseerde ruimte.

Men zuigt het reservoir R vol en men laat het vervolgens leeglopen in een op voorhand gewogen weegflesje. Het weegflesje met het water wordt gewogen, en het volume van het reservoir R wordt bepaald (= V_p). Dit doet men drie maal met drie aparte weegflesjes.

De dichtheid van water is gelegen tussen 0.9982 g/ml en 0.9956 g/ml bij 20°C en 30°C, respectievelijk. Voor de berekening van het volume V_p mag een densiteit van water van 1.0000 g/ml weerhouden worden.

3.4.3.5 WERKWIJZE

MONSTER DROGEN

Het staal wordt gedroogd bij 40°C in de droogstoof tot constant gewicht. Om te vermijden dat de droge stalen te harde klumpen vormen, wordt het staal in een dunne laag gedroogd. Tussendoor kan er eventueel gemengd worden.

AFSCHEIDEN VAN DE GROVE FRACTIE

De grove fractie (> 2 mm) wordt verwijderd door het droge staal te zeven op een zeef van 2 mm maaswijdte. Indien het staal toch aan elkaar gekoekt is, wordt het voor het zeven in een mortier voorzichtig verkruid.

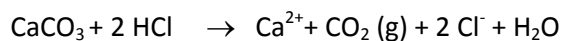
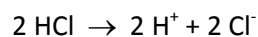
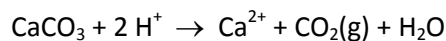
Indien gevraagd, kan het droge staal voor en na het zeven worden gewogen en de massafractie groter dan 2 mm worden gerapporteerd.

Met dit gezeefde monster (< 2 mm) werkt men verder. Men neemt van het gezeefde materiaal ongeveer 20 g voor zanderige bodems en ongeveer 10 g voor kleiige bodems.

Dit wordt in een centrifugebuis gebracht en vervolgens in het gethermostatiseerde ultrasoonbad bij 70°C geplaatst. Alternatief kan de monstervoorbehandeling ook uitgevoerd worden op een zandbad bij 60°C. Er moet dan voldoende geroerd worden.

VERNIETIGING VAN DE CARBONATEN

De vernietiging van de carbonaten verloopt volgens volgende reactie:



De fijne fractie (< 2 mm) wordt getest op de aanwezigheid van carbonaten door enkele druppels HCl toe te voegen aan een kleine hoeveelheid van het gezeefde monster.

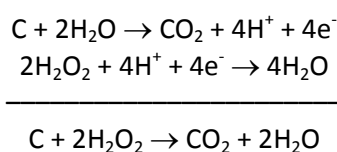
- Indien een bruisende reactie optreedt, moeten de carbonaten vernietigd worden in de trekkast.
- Dit gebeurt als volgt:
voeg 50 ml 1 N HCl toe, behandel 1 minuut ultrasoon bij minimale frequentie bij 70°C en laat 2 uur reageren. Af en toe even omroeren of ultrasoon behandelen (1 minuut) bij 70°C.
- De toegevoegde hoeveelheid 1 N HCl voor het verwijderen van carbonaten komt stoichiometrisch overeen met een gehalte van 1,5% (totaal) anorganische koolstof in de bodem. Wanneer een bodem met een hoger gehalte wordt voorbehandeld, is de toegevoegde hoeveelheid HCl onvoldoende en is bijgevolg de pH van de oplossing niet zuur genoeg voor het bekomen van een goede bezinking van de kleideeltjes.
- Controleer na 30 minuten de pH van de bovenstaande oplossing in de centrifugebuis met behulp van een pH-indicator strip. Als de pH van de oplossing groter is dan pH 3 was er onvoldoende zuur toegevoegd. Er wordt dan extra 5 ml 1 N HCl aan de centrifugebuis

toegevoegd, waarna er opnieuw geroerd of ultrasoon behandeld (1 minuut) bij 70°C wordt. Na 10 minuten wordt de pH van de bovenstaande oplossing nogmaals gecontroleerd. Indien de pH nog steeds groter is dan pH 3 wordt er opnieuw 5 ml 1 N HCl toegevoegd. Dit wordt herhaald totdat de pH van de bovenstaande oplossing kleiner is dan pH 3.

- Indien er geen bruisende reactie plaatsvindt na toevoegen van 2 N HCl, dan zijn er geen carbonaten aanwezig. In dit geval moet het monster met een weinig water worden bevochtigd. Vervolgens wordt het monster aangezuurd door 5 ml 1 N HCl toe te voegen. De pH van de bovenstaande oplossing wordt gecontroleerd. Net zoals bij monsters waar wel carbonaten aanwezig zijn, dient de pH kleiner te zijn dan 3. Er moet eventueel nog zuur worden toegevoegd.

VERNIETIGING VAN ORGANISCH MATERIAAL

De vernietiging van het organisch materiaal verloopt volgens volgende redoxreactie:



Aan de centrifugebuizen die in het ultrasoonbad bij 70°C staan, wordt gespreid over 3 uur, 75 ml waterstofperoxide toegevoegd. Voeg het waterstofperoxide voorzichtig toe zodat de reactie niet te hevig verloopt (zorg ervoor dat er geen monster uit de buis spat). Hevig schuimen kan bedwongen worden door een weinig ethanol toe te voegen. Na toevoegen van het waterstofperoxide wordt het monster in de centrifugebuis telkens 1 minuut ultrasoon bij 70°C behandeld bij minimale frequentie.

Laat na de laatste toevoeging het peroxide wegreageren (af en toe omroeren of ultrasoon bij 70°C behandelen (minimaal 1 minuut)) en leng vervolgens aan met ultra puur water tot een volume van ongeveer 200 ml. Centrifugeer om een heldere bovenstaande vloeistof te verkrijgen.

Opmerking: De overmaat waterstofperoxide kan men ook verwijderen door verwarming in een kokend waterbad of op een verwarmingsplaat gedurende ca. 5 minuten of zoveel langer als nodig is.

Opmerking: Centrifugeren gedurende 15 minuten bij een relatieve centrifugaalkracht van minimaal 400 g.

De centrifugaalkracht F_c , uitgedrukt in g, wordt berekend uit:

$$F_c = \frac{R * T^2 * 4 * \pi^2}{9.81} \text{ [g]}$$

Waarbij:

R = de straal van het middelpunt van de centrifuge tot het middelpunt van de centrifugebuis, uitgedrukt in meter (m)

T = het toerental van de centrifuge, uitgedrukt in toeren per seconde (t/s)

VERWIJDEREN VAN AANWEZIGE OPLOSBARE ZOUTEN EN GIPSEN

De oplosbare zouten en gipsen worden verwijderd door te wassen.

Decanteer de bovenstaande vloeistof af. Was met ultra puur water en centrifugeer om een heldere bovenstaande vloeistof te verkrijgen. Meet de geleidbaarheid van het supernatant. Is de geleidbaarheid $< 0,4$ mS/cm dan is er voldoende gewassen, zo niet wordt de bovenstaande procedure herhaald.

DISPERSIE

Voeg 25 ml dispergeermiddel toe en leng aan tot een eindvolume van ongeveer 150 ml ultra puur water. Volgende methodes voor dispersie kunnen toegepast worden:

1. Plaats het recipiënt op het schudtoestel en schud minstens 18 uur, of
2. Breng het monster aan de kook en laat het monster gedurende 5 minuten doorkoken. Koel het monster af tot op omgevingstemperatuur, of
3. Ultrasonische behandeling van het monster bij 70°C gedurende 10 minuten.

Hierna is het monster volledig gedispergeerd en kunnen de zand-, leem- en kleifracties bepaald worden.

BEPALING VAN DE FRACTIES GROTER DAN $50\ \mu\text{M}$

AFSCHEIDING VAN DE ZANDFRACTIE (NAT ZEVEN)

Neem het recipiënt met het gedispergeerde monster en breng de inhoud kwantitatief over op een zeef met een maaswijdte van $50\ \mu\text{m}$.

Zeef de leem- en kleifractie af onder een waterstraal waarbij licht met de vingertoppen over de zeef gewreven wordt.

Vang het filtraat op in de opvangschaal.

Het zeven wordt beëindigd zodra het doorstromende water helder is. Het volume filtraat dient < 1 liter te zijn; indien dit niet het geval is, moet er ingedampt worden.

Breng het filtraat kwantitatief over in de sedimentatiecilinder.

De zandfractie die op de zeef ligt, wordt kwantitatief overgebracht in een op voorhand gewogen weegflesje.

Droog het weegflesje in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Opmerking: Indien het monster overnacht (minstens 14 uur) wordt gedroogd op 105°C , mag aangenomen worden dat het drogen volledig is. Voor deze monsters is de controle van het drogen tot constant gewicht niet nodig.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator en bepaal de massa van het zand ($= m_z$).

BEPALING VAN DE LEEM- EN KLEIFRACTIE

Breng de inhoud van de sedimentatiecilinder op precies 1000 ml en breng er een magnetische roerder in.

Maak eveneens een getuigecilinder klaar met enkel 25 ml dispergeermiddel en ultra puur water.

De sedimentatiecilinders worden vervolgens afgesloten met rubberen stoppen en in het gethermostatiseerde bad geplaatst. De monsters worden overnacht op temperatuur gebracht.

Alternatief kan gewerkt worden in een gethermostatiseerde ruimte.

- eerste monsterneming: opname van klei en leem (+ dispergeermiddel)

Na temperatuurstabilisatie wordt de suspensie gehomogeniseerd bijv. door de sedimentatiecilinder uit het warmwaterbad te halen en op een roerplaat te plaatsen. Terwijl er geroerd wordt, wordt er 20 ml opgezogen met behulp van een pipet.

De suspensie in de pipet wordt opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje; pipet naspoelen.

Het weegflesje laten drogen in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Opmerking: Indien het monster overnacht (minstens 14 uur) wordt gedroogd op 105°C, mag aangenomen worden dat het drogen volledig is. Voor deze monsters is de controle van het drogen tot constant gewicht niet nodig.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator en weeg, bepaal de massa van de inhoud ($= m_{k+l+d}$).

- tweede monsterneming: opname van klei (+ dispergeermiddel)

Na roeren/opschudden en het plaatsen van de sedimentatiecilinder op de geschikte temperatuur (ev. in warmwaterbad), start het tijdstip voor de tweede opname.

De opname van klei is gebaseerd op de relatie tussen de sedimentatiesnelheid en de korrelgrootte van de partikels en kan gebeuren op een variërende diepte op een vooraf bepaald tijdstip ofwel op een gefixeerde diepte na een bepaalde tijdsperiode (zie tabel 1).

30 seconden voor het einde van de sedimentatietijd wordt voorzichtig de Robinson-Köhn-pipet (met gesloten opening) in de suspensie gedompeld op de vooraf bepaalde diepte.

Bijvoorbeeld: bij een temperatuur van 30°C moet men, indien er gekozen is voor een vaste insteekdiepte van 10 cm, na 6 uur 09' een monsterneming uitvoeren.

De suspensie wordt langzaam opgezogen, zodanig dat het midden van de opnameduur precies samenvalt met het einde van de sedimentatietijd.

De suspensie in de pipet wordt weer opgevangen in een op voorhand gewogen weegflesje.

Laat het weegflesje drogen in de droogstoof bij 105°C tot constant gewicht.

Opmerking: Indien het monster overnacht (minstens 14 uur) wordt gedroogd op 105°C, mag aangenomen worden dat het drogen volledig is. Voor deze monsters is de controle van het drogen tot constant gewicht niet nodig.

Laat het weegflesje afkoelen in de exsiccator, weeg en bepaal de massa van de inhoud ($= m_{k+d}$).

- de getuigecilinder

Pipetteer zowel bij de eerste als bij de tweede monsterneming uit de getuigecilinder (blanco), zoals hierboven beschreven, de inhoud van de pipet in vooraf gewogen weegflesjes. De weegflesjes worden gedroogd bij 105°C en de massa van het residu wordt bepaald.

Het gemiddelde van de 2 metingen wordt berekend ($= m_r$).

BEREKENINGEN

m_z = massa zand in het weegflesje

m_{k+l+d} = massa klei, leem en dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

m_{k+d} = massa klei en dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

m_r = massa dispergeermiddel in één volume-eenheid van de pipet (± 20 ml).

V_c = volume van de suspensie in de sedimentatiecilinder (= 1000 ml).

V_p = werkelijk volume van de pipet (zie kalibratie Robinson-Kohn-pipet).

mf_1 = massa leem, klei en dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

mf_2 = massa klei en dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

m_d = massa dispergeermiddel in 1 liter suspensie.

$$mf_1 = m_{k+d} * (V_c/V_p)$$

$$mf_2 = m_{k+d} * (V_c/V_p)$$

$$m_d = m_r * (V_c/V_p)$$

m_l = massa leem in 1 liter suspensie.

m_k = massa klei in 1 liter suspensie.

$$m_l = mf_1 - mf_2$$

$$m_k = mf_2 - m_d$$

m_t = totaal van de gevonden massa zand, klei en leem.

$$m_t = m_z + m_l + m_k$$

% zand (50 μ m – 2 mm): % zand = $(m_z / m_t) * 100\%$

% leem (2 μ m – 50 μ m): % leem = $(m_l / m_t) * 100\%$

% klei (< 2 μ m): % klei = $(m_k / m_t) * 100\%$

Tabel 1: Sedimentatietijd voor de bepaling van het kleigehalte in functie van temperatuur en opnamediepte (in cm)

Temperatuur (°C)	Sedimentatietijd (t) (opnamediepte = 5 cm)	Sedimentatietijd (t) (opnamediepte = 10 cm)
20	3u52'	7u44'
21	3u47'	7u34'
22	3u42'	7u24'
23	3u37'	7u13'
24	3u32'	7u03'
25	3u27'	6u53'
26	3u22'	6u44'
27	3u18'	6u35'
28	3u13'	6u26'
29	3u09'	6u18'
30	3u05'	6u09'

De sedimentatietijd t i.f.v. de temperatuur en de insteekdiepte wordt bepaald vanuit de Wet van Stokes:

$$t = \frac{18 \eta h}{[(\rho_s - \rho_w) g d_p^2]}$$

Waarbij:

t sedimentatietijd, in seconden, van een deeltje met diameter d_p

η viscositeit van water (zie tabel 2), in mPa/sec

h opnamediepte, in cm

ρ_s dichtheid van de vaste stof, in g/ml (i.e. 2.65 g/ml, zie opmerking)

ρ_w dichtheid van de vloeistof, in g/ml (i.e. 1.0000 g/ml, zie opmerking)

g versnelling van de zwaartekracht, in cm/s^2 (i.e. 981 cm/s^2)

d_p diameter van het deeltje, in mm (i.e. 0.002 mm)

Opmerking: De dichtheid van bodemdeeltjes kan sterk verschillen, maar voor deze analyses wordt een gemiddelde dichtheid van kwarts gehanteerd i.e. 2.65 g/ml. De dichtheid van water is gelegen tussen 0.9982 g/ml en 0.9956 g/ml bij respectievelijk 20°C en 30°C. Voor de berekening van de sedimentatietijd in deze procedure mag een densiteit van water van 1.0000 g/ml weerhouden worden.

Tabel 2: Viscositeit van water in functie van de temperatuur

Temperatuur (°C)	η (mPa/s)
20	1.002
21	0.9779
22	0.9548
23	0.9325
24	0.9111
25	0.8904
26	0.8705
27	0.8513
28	0.8327
29	0.8148
30	0.7975

3.4.3.6 REFERENTIES

- ISO 11277:2009 Soil quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation.
- Methode voor manuele textuurbepaling - Universiteit Gent (Fac. Bio-ingenieurswetenschappen - Vakgroep Bodembeheer).

4 RAPPORTERING

De algemene rapporteringsvoorwaarden staan beschreven in BIJLAGE A.

Naast de algemene rapporteringsvoorwaarden gelden een aantal specifieke voorwaarden.

Per deelperceel wordt een analyseverslag opgesteld dat minstens de volgende elementen moet bevatten:

- het unieke identificatienummer van het analyseverslag;
- de datum van het analyseverslag;
- het unieke identificatienummer van het staal;
- de naam en het adres van de opdrachtgever;
- de naam van de staalnemer die de monsterneming heeft uitgevoerd. Ook bij opdrachten die aangestuurd worden door een hoofdstaalnemer, wordt steeds de effectieve uitvoerder van de monsterneming als staalnemer vermeld;
- de datum van de monsterneming;
- het perceelnummer met vermelding van het jaartal van de bijbehorende verzamelaanvraag (vb. 2016_22, 2016_15 (deel), 2016_9 & 2016_10, 2016_13 & 2016_16 (deel), zie uitleg onder 2.3.8);
- de coördinaten van het middelpunt van het bemonsterde deel van het perceel in decimale graden (WGS84), afgelezen op de GPS tijdens de monsterneming of achteraf afgelezen van de digitale registratie (GPS-tracks of waypoints) (zie paragraaf 2.3.6);
- werd de laatste organische bemesting toegediend minder dan vier weken voor monsterneming? Ja/nee;
- het tijdstip van de laatste keer ploegen (alleen van toepassing bij ondiepe bemonstering als vermeld in paragraaf 2.3.5);
- perceelspecifieke opmerkingen (bijv. een deel van het perceel kon niet bemonsterd worden omwille van een bietenhoop);
- de bemonsteringsdiepte (in cm);
- de vermelding of het om 'vaste bemonsteringsdiepte' (perceelsonafhankelijk) of 'bouwvoordiepte' (perceelsspecifiek) gaat;
- het organische koolstofgehalte (% OC);
- de zuurtegraad (pH);
- de bodemtextuur (zand, zandleem, leem of klei).

Het analyseverslag kan in papieren of elektronische vorm bestaan en moet door het erkende laboratorium minstens vijf jaar bijgehouden worden.

Aan deze elementen worden een beoordeling van het organische koolstofgehalte en de zuurtegraad en de bijbehorende richtlijn toegevoegd, opgesteld volgens de richtlijnen van de 'Code van Goede Praktijk Bodembescherming'. Opgelet: voor stalen die ondieper genomen zijn dan 23 cm, kunnen het organische koolstofgehalte en de zuurtegraad enkel beoordeeld worden in het kader van artikel 59, §1, van het eerder vermeld besluit van de Vlaamse Regering van 24 oktober 2014 en mag er geen advies aan het analyseverslag toegevoegd worden.

5 KWALITEITSCONTROLES

5.1 TWEEDELIJNSCONTROLE

Het erkende laboratorium moet een systeem van tweedelijnscontrole uitvoeren.

Volgende frequenties voor de tweedelijnscontrole worden vooropgesteld:

- voor type monsternemingen die wekelijks worden uitgevoerd: 4x per jaar;
- voor type monsternemingen die maandelijks worden uitgevoerd: 2x per jaar;
- als er minder dan 10 monsternemingen per jaar worden uitgevoerd: 1x per jaar.

Deze tweedelijnscontrole houdt in dat hetzelfde perceel wordt herbemonsterd door een andere staalnemer. De tweede monsterneming mag niet simultaan uitgevoerd worden met de eerste en gebeurt zoveel mogelijk zonder medeweten van de eerste staalnemer (blinde controle).

De analyseresultaten van beide stalen worden vergeleken volgens onderstaande criteria:

- voor de parameter pH mag het verschil tussen de twee meetwaarden niet groter zijn dan 0,6;
- voor de parameter organische koolstof mag het verschil tussen de twee meetwaarden niet groter zijn dan:
 - 30% van de gemiddelde meetwaarde voor een gemiddelde meetwaarde groter dan of gelijk aan 1% OC;
 - 0,3 % OC voor een gemiddelde meetwaarde kleiner dan 1% OC.

Wanneer grotere verschillen worden waargenomen, moet een oorzakelijke analyse worden uitgevoerd. Indien hieruit blijkt dat herbemonstering noodzakelijk is, moet het perceel een derde maal bemonsterd worden door een derde staalnemer.

Op basis van de analyseresultaten van de drie stalen worden de nodige maatregelen door het laboratorium genomen conform ISO 17025 (corrigerende actie). Wanneer blijkt dat het oorspronkelijke analyseresultaat verkeerd was, moet een nieuw of aangepast analyseverslag aan de opdrachtgever bezorgd worden met de vermelding dat het vorige analyseverslag niet langer geldig is.

Indien de opdrachtgever de herbemonstering weigert, moet het laboratorium dit registreren en kunnen aantonen. Zowel het oorspronkelijke staal als de controlestalen moeten bewaard worden tot het einde van de controle.

5.2 CONTROLE VAN DE GPS-TRACKS

Het laboratorium moet voor elke monsterneming controleren of de GPS-track door de staalnemer werd aangeleverd. Per staalnemer mag voor maximaal 5% van de monsternemingen de GPS-track ontbreken. Steekproefsgewijs moet het laboratorium ook het afgelegde traject, de duur van de monsterneming, de monsternemingsnelheid en de traceerbaarheid van de steken controleren.

Indien tekortkomingen vastgesteld worden, neemt het erkende laboratorium de gepaste maatregelen conform ISO 17025 (corrigerende actie).

5.3 DUPLO-ANALYSES

Het laboratorium is verplicht om ofwel elke meetdag een willekeurig staal in duplo te analyseren (hier toe wordt een staal na de monstervoorbehandeling opgesplitst in twee deelstalen die afzonderlijk geanalyseerd worden (% OC, pH en textuur)), ofwel om elke meetdag een controlestaal van de matrix grond te analyseren en in controlekaart uit te zetten.

Indien tekortkomingen vastgesteld worden, neemt het erkende laboratorium de gepaste maatregelen conform ISO 17025 (corrigerende actie).

5.4 REGISTRATIE VAN DE KWALITEITSCONTROLES

De resultaten van deze kwaliteitscontroles worden geregistreerd en minstens vijf jaar ter beschikking gehouden van de afdeling Milieuvergunningen en de VITO.

Wanneer een analyseverslag na het versturen naar de opdrachtgever ongeldig wordt verklaard, moet dit gemeld worden aan de afdeling Land en Bodembescherming, Ondergrond, Natuurlijke Rijkdommen. Hierbij worden zowel het analyseverslagnummer en de datum van het ongeldig verklaarde analyseverslag als het analyseverslagnummer en de datum van het nieuwe of aangepaste analyseverslag vermeld.

BIJLAGE A : ALGEMENE VOORWAARDEN VOOR RAPPORTERING VAN MONSTERNEMINGGEGEVENS EN ANALYSERESULTATEN

A.1 Doel en toepassingsgebied

Deze procedure schrijft voor hoe laboratoria, die erkend zijn in het Vlaamse Gewest volgens het VLAREL of over een nog geldende erkenning beschikken volgens eerdere regelgeving, monsterneminggegevens en analyseresultaten dienen te rapporteren, van opdrachten uitgevoerd in de hoedanigheid van erkend laboratorium.

Het doel van deze procedure is het vastleggen van uniforme vereisten voor de rapportering. De voorwaarden in deze procedure zijn te beschouwen als minimale vereisten, die voorrang hebben op eventuele bilaterale afspraken tussen het erkende laboratorium en zijn opdrachtgever, tenzij de bevoegde overheid anders bepaalt.

Het toepassingsgebied van deze procedure omvat alle laboratoria die erkend zijn in het Vlaamse Gewest voor één of meer van de volgende disciplines: water; lucht; mest; diervoeder; bodem; afvalstoffen en andere materialen. Inhoudelijk heeft deze procedure zowel betrekking op monsternemingen als analyses, voor zover hiervoor de erkenning van laboratoria voorzien is.

De ISO/IEC 17025 norm, die algemene eisen bevat voor de bekwaamheid van laboratoria en door de erkende laboratoria dient toegepast te worden, bevat reeds eisen m.b.t. de rapportering maar deze zijn eerder algemeen geformuleerd en onvoldoende toegespitst op de typische problematiek van milieuanalyses (bijv. beperkte houdbaarheid van monsters, ...). Eisen in de ISO/IEC 17025 norm in verband met rapportering, die niet expliciet in deze procedure zijn opgenomen, blijven voor de erkende laboratoria onverminderd van toepassing. Dit geldt ook voor instructies m.b.t. rapportering die van toepassing zijn voor een specifieke discipline (evt. deeldomein), bijv.:

- Code van Goede Praktijk Bodembescherming (zie <http://www.emis.vito.be/Ine-erkenningen-bodem> - meest recente versie);
- Methodes BAM/deel n/20 m.b.t. rapportering (zie <http://www.emis.vito.be/referentielabo-vlm>);
- Ministerieel besluit van 19 maart 2004 houdende vaststelling van de lijst van ammoniakemissiearme stalsystemen (zie <http://navigator.emis.vito.be>).

Deze procedure geldt zowel voor rapportering via papier als via een elektronisch bestand. Bij gebruik van een elektronisch bestand dient dit aan alle vereisten van deze procedure te voldoen, zo niet moet steeds een klassiek analyseverslag op papier, dat aan alle vereisten van deze procedure voldoet, nagestuurd worden.

Bepalingen die weergegeven worden tussen vierkante haken [] behoren niet strikt tot deze procedure maar worden ter verduidelijking toegevoegd.

A.2 Definities

Voor de toepassing van deze procedure wordt verstaan onder:

- 1° VLAREL: besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu;
- 2° 'fit for purpose': geschikt voor gebruik binnen de context die door de opdrachtgever is vooropgesteld (bijv. specifieke behoeften) of die geacht mag worden gekend te zijn door een erkend laboratorium (bijv. geldende regelgeving);

3° erkend laboratorium: laboratorium, erkend door het Vlaamse Gewest, dat in overeenstemming met de bepalingen in het VLAREL monsternemingen, metingen, analyses of beproevingen uitvoert;

4° opdrachtnemer: erkend laboratorium waarmee de opdrachtgever een contractuele relatie heeft;

5° eindverslag: het analyseverslag dat de opdrachtgever ontvangt vanwege de opdrachtnemer;

6° rapportagegrens: de waarde beneden welke een component als niet kwantificeerbaar ('<') wordt gerapporteerd; deze bedraagt minimaal de bepalingsgrens, tenzij anders is vastgelegd in de van toepassing zijnde regelgeving.

A.3 Principes

Bij het vastleggen van de voorwaarden voor rapportering werd uitgegaan van volgende basisprincipes:

- de door een erkend laboratorium gerapporteerde monsternemingsgegevens en analyseresultaten moeten 'fit for purpose' zijn, m.a.w. geschikt voor gebruik binnen een vooropgestelde context;
- het erkende laboratorium moet deze 'fit for purpose' monsternemingsgegevens en analyseresultaten op een zo efficiënt mogelijke wijze kunnen bekomen.

Om dit waar te kunnen maken is het van essentieel belang dat doorheen het volledige analyseproces in zijn breedste betekenis - van het definiëren van de behoefte aan analyses door de opdrachtgever tot en met de rapportering van de resultaten door de opdrachtnemer, d.i. het erkende laboratorium aan wie de opdracht werd toevertrouwd - voldoende overleg gebeurt en duidelijke afspraken gemaakt worden.

Zowel de opdrachtgevers als de erkende laboratoria dragen een deel van de verantwoordelijkheid om op een efficiënte wijze 'fit for purpose' analyseresultaten te kunnen bekomen.

Een erkend laboratorium mag van de opdrachtgever verwachten - en zal de opdrachtgever zo nodig vragen - dat deze:

- de context van de analyseopdracht (aard van het monster, doel) in een zo vroeg mogelijk stadium communiceert naar het laboratorium;
- de analyseopdracht tijdig bevestigt, d.i. uiterlijk bij de monsterneming (indien deze uitgevoerd wordt door het laboratorium) of bij de aflevering van het monster aan het laboratorium;
- specifieke eisen zoveel mogelijk afstemt op de eisen m.b.t. het gebruik van de erkenning waaraan de laboratoria onderworpen zijn via het VLAREL (bijv. het verplicht toepassen van de compendiummethode indien beschikbaar, ...).

Cruciaal is hierbij dat de opdrachtgever de aard van het monster correct aangeeft, evenals de doelstellingen in het kader waarvan de analyse gebeurt.

Van de opdrachtnemer en desgevallend de overige erkende laboratoria die bij de uitvoering van de opdracht betrokken zijn, wordt verwacht dat deze:

- de opdrachtgever zo nodig ondersteunen bij het definiëren van een monsterneming- en/of analyseopdracht die overeenstemt met de van toepassing zijnde regelgeving;
- over de nodige organisatie/voorzieningen beschikken om de houdbaarheid van monsters te respecteren;
- het nodige analytisch werk uitvoeren tot een 'fit for purpose' resultaat beschikbaar is, ook als dit een bijkomende meting/analyse vergt;

- de eigen organisatie/methodes optimaliseren met het oog op een minimaal gebruik van opmerkingen op monsterneming- en analyseverslagen.

De eindverantwoordelijkheid voor het juist formuleren van het uit te voeren onderzoek en het aangeven van de van toepassing zijnde regelgeving ligt bij de opdrachtgever.

De eindverantwoordelijkheid voor de volledige en correcte rapportering conform deze procedure wordt toegewezen aan het erkende laboratorium dat als opdrachtnemer fungeert. Dit kan ofwel het laboratorium zijn dat de monsterneming uitvoert ofwel het laboratorium dat de metingen/analyses (of tenminste een deel ervan) uitvoert, afhankelijk van met wie de opdrachtgever een contractuele relatie heeft. Indien de opdrachtgever voor een bepaalde opdracht met twee of meer verschillende opdrachtnemers een contractuele relatie aangaat, is elk van deze erkende laboratoria verantwoordelijk voor het eigen deel van de opdracht.

De eindverantwoordelijkheid voor de rapportering houdt de verantwoordelijkheid in voor de nodige afstemming tussen alle betrokken erkende laboratoria: het zorgen voor de nodige afspraken i.v.m. de kritische termijnen in het analyseproces, de beschikbaarheid van een monsternemingsverslag,

Wanneer de monsterneming door een andere hiervoor bevoegde instantie (bijv. inspectiedienst; boorbedrijf onder toezicht van een erkend bodemsaneringsdeskundige; exploitant indien voorzien in de regelgeving; ...) of door de opdrachtgever zelf wordt uitgevoerd, blijft de eindverantwoordelijkheid van het erkende laboratorium beperkt tot het sensibiliseren m.b.t. het naleven van de voorwaarden in deze procedure. In dergelijk geval zal het erkende laboratorium bij de analyseresultaten naar de erkenningsstatus verwijzen, maar niet bij de monsternemingsgegevens.

A.4 Rapportering van de gegevens van de opdracht

A.4.1 Omschrijving monster

De omschrijving van het monster op het analyseverslag moet coherent zijn met de context van de analyseopdracht en met de karakteristieken van het monster (alleszins de visueel waarneembare karakteristieken). Het erkende laboratorium mag van de opdrachtgever verwachten dat deze de aard van het monster correct omschrijft, evenals de doelstellingen in het kader waarvan de analyse gebeurt. Bij ontvangst van het monster dient het erkende laboratorium wel te verifiëren of de verstrekte gegevens overeenkomen met de aard en het uitzicht van het monster. Bij twijfel of het monster overeenkomt met de omschrijving, of indien vastgesteld wordt dat een monster niet zonder meer kan geanalyseerd worden zoals een normaal monster van het type in de omschrijving (bijv. monster bevat meer fasen, ...), dient het erkende laboratorium de opdrachtgever te contacteren om de inconsistenties uit te klaren. De hierbij gemaakte afspraken dienen te worden geregistreerd.

A.4.2 Toetsingskader

Als dienstverlening naar de opdrachtgever of op expliciet verzoek kan een erkend laboratorium toetsingswaarden opnemen in het analyseverslag. In dat geval dient ook eenduidig aangegeven te worden uit welke regelgeving of ander document deze toetsingswaarden afkomstig zijn.

A.5 Rapportering van de monsternemingsgegevens

Opmerking: onderstaande voorwaarden zijn alleen van toepassing indien de monsterneming door een erkend laboratorium uitgevoerd is; dit kan het erkende laboratorium zijn dat ook instaat voor de analyses of een ander erkend laboratorium.

A.5.1 Minimale gegevens m.b.t. de monsterneming

In het analyseverslag, of in een monsternemingsverslag dat bij het analyseverslag gevoegd is, moeten minimaal volgende gegevens in verband met de monsterneming opgenomen worden:

- datum van monsterneming;
- uur van monsterneming in geval het afvalwater, oppervlaktewater, grondwater, lucht of afvalstoffen en andere materialen betreft;
- naam van de monsterner;
- identificatie (bij voorkeur via GPS-coördinaten) of een gedetailleerde beschrijving van de plaats waar het monster genomen werd, zo nodig met schets en/of foto's als bijlage;
- registratie van de karakteristieken van de meetplaats en, indien van toepassing, aftoetsing ervan naar conformiteit met het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL;
- in geval van bemonstering van een partij: beschrijving van de bemonsterde partij, inclusief partijafbakening of gemengde partij indien van toepassing; hierbij dienen ook de gemaakte keuzes gemotiveerd te worden;
- verwijzing naar de monsternemingsmethode, bestaande uit ten minste de code van de van toepassing zijnde compendium- of normmethode en de specificatie van de toegepaste monsternemingstechniek;
- bijkomende informatie indien de monsternemingsmethode of de regelgeving dit vereist; bijv. voor afvalstoffen en andere materialen: aantal genomen grepen, greepgrootte, aantal en grootte (in liter) van laboratoriummonsters, cf. CMA/1/A.14;
- indien voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen voorzien zijn: het deeldomein waarop de monsterneming betrekking heeft.

Indien voor de rapportering van hoger vermelde gegevens gebruik gemaakt wordt van een monsternemingsverslag, waarvan de gegevens niet overgenomen worden in het analyseverslag, moet in het analyseverslag eenduidig naar dit monsternemingsverslag worden verwezen; analyse- en monsternemingsverslag worden dan beide aan de opdrachtgever bezorgd, gearchiveerd,... In de praktijk kunnen het monsternemingsverslag en het analyseverslag ook deel uitmaken van een geïntegreerd onderzoeksrapport, dat bijv. ook een bespreking van de resultaten en/of technologisch advies bevat.

Indien de monsterneming is uitgevoerd op vraag van een ander erkend laboratorium dat als opdrachtnemer optreedt, staat het laboratorium dat de monsterneming uitvoert in voor het ter beschikking stellen van een monsternemingsverslag dat ten minste de eerder vermelde gegevens bevat, aan het andere laboratorium, en dit uiterlijk bij het aanleveren van de monsters.

De opdrachtnemer die zelf de monsterneming uitvoert maar voor de analyses, of een deel ervan, beroep doet op een ander erkend laboratorium, hoeft geen volledig monsternemingsverslag aan dit laboratorium te bezorgen want de opdrachtnemer staat in voor de eindrapportering. In dergelijk geval volstaat het doorgeven van de datum van monsterneming en desgevallend het deeldomein waarop de monsterneming betrekking heeft.

Wanneer bij de monsterneming een bevoegde instantie aanwezig is die bepaalde van de minimale gegevens zelf vastlegt, moet de monsternermer door de vertegenwoordiger van deze bevoegde instantie laten verifiëren of de genoteerde gegevens overeenstemmen.

De naam en het adres van het erkende laboratorium dat de monsterneming heeft uitgevoerd moeten eenduidig kunnen worden afgeleid uit het analyseverslag, of een monsternemingsverslag dat bij het analyseverslag gevoegd is, en overeen komen met deze waarop de erkenning is afgeleverd.

A.6 Erkenningslogo VLAREL en verwijzing naar de erkenningsstatus voor monsternemingen

Conform art. 49 van het VLAREL moet een erkend laboratorium op het analyseverslag of monsternemingsverslag het erkenningslogo VLAREL aanbrengen:



Het laboratorium moet bovendien duidelijk vermelden voor welke monsternemingen het erkend is en voor welke niet. Hiervoor gelden volgende regels:

- bij elke monsternemingsmethode in een analyse- of monsternemingsverslag moet duidelijk, via een code/symbool naar keuze, aangegeven worden of deze al dan niet tot het toepassingsgebied van de erkenning van het laboratorium behoort;
- de gebruikte code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijv. in een voetnoot van het analyse- of monsternemingsverslag.

Indien voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen voorzien zijn, dient hiermee rekening gehouden te worden bij de verwijzing naar de erkenningsstatus.

Voor de verwijzing naar de erkenningsstatus voor metingen, beproevingen en analyses wordt verwezen naar punt A.9.

A.6.1 Gebruik van opmerkingen m.b.t. de monsterneming

In de volgende gevallen is een opmerking op het monsternemings- of analyseverslag noodzakelijk:

- a) *indien, op vraag van de opdrachtgever, de monsterneming niet volledig conform het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL werd uitgevoerd.*

In dit geval moet duidelijk aangegeven worden dat het een afwijking op vraag van de opdrachtgever betreft; verder moet gespecificeerd worden op welke punten werd afgeweken van het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL. Indien de opdrachtgever heeft meegedeeld waarom hij de aanpassing noodzakelijk achtte, kan dit eveneens worden vermeld.

- b) *indien, omwille van de plaatselijke omstandigheden, de monsterneming niet volledig conform het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL kon worden uitgevoerd.*

In dit geval moet gespecificeerd worden op welke punten werd afgeweken van het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL en omwille van welke plaatselijke omstandigheden dit noodzakelijk was.

Van een erkend laboratorium wordt verwacht dat het eventuele gebreken aan een installatie van de opdrachtgever, die een conforme monsterneming onmogelijk maken, duidelijk aangeeft. Het remediëren hiervan is de verantwoordelijkheid van de opdrachtgever.

- c) *indien **abnormaliteiten m.b.t. de bedrijfsvoering van de te bemonsteren installatie** gemeld werden door de opdrachtgever of vastgesteld werden.*

In dit geval moet gespecificeerd worden over welke abnormaliteiten m.b.t. de bedrijfsvoering het gaat en of ze door de opdrachtgever gemeld werden dan wel zelf vastgesteld/bevestigd werden door het erkende laboratorium.

Een erkend laboratorium moet geen uitspraak doen over het al dan niet gegrond zijn van gemelde abnormaliteiten of over de impact die de abnormaliteiten kunnen gehad hebben op de representativiteit van de monsterneming.

In het volgende geval is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- d) *indien bij ontvangst in het analyselaboratorium een monster **niet conform** het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL blijkt **qua conservering, recipiënt of hoeveelheid**.*

In dit geval moet gespecificeerd worden op welke punten niet voldaan was aan de voorschriften van het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL.

Het vermelden van opmerkingen m.b.t. de monsterneming mag niet leiden tot het weglaten van de verwijzing naar de erkenning en ontslaat het erkende laboratorium dus niet van de overige vereisten in deze procedure.

A.7 Rapportering over kritische termijnen in het analyseproces

A.7.1 Minimale gegevens

In het analyseverslag moet minimaal de datum van ontvangst van het monster door het laboratorium opgenomen worden.

A.7.2 Omgang met de voorgeschreven houdbaarheidstermijnen van monsters

Bij de interpretatie van houdbaarheidstermijnen wordt de datum van monsterneming als dag 0 beschouwd. Indien door het erkende laboratorium een mengmonster moet bereid worden uit verschillende aangeleverde monsters, is dag 0 de datum van monsterneming van het oudste monster. Bij 24 uur-mengmonsters die via een geautomatiseerd systeem gegenereerd worden, is er pas sprake van een monster wanneer het volledig samengestelde monster uit het geautomatiseerd systeem wordt genomen.

Daarnaast is, in het kader van de interpretatie van houdbaarheidstermijnen, de datum van de start van de analyse van belang. Bij analyses die een ontsluiting, extractie of andere voorbereidende handeling vereisen, is dit normaal de datum waarop voormelde handeling uitgevoerd werd. In de andere gevallen is het de datum waarop het gehalte werd gemeten.

De opdrachtnemer is verantwoordelijk voor het respecteren van de voorgeschreven houdbaarheidstermijn van de monsters voor elke te bepalen parameter. Ingeval de opdrachtgever voor een bepaalde opdracht met twee of meer verschillende opdrachtnemers een contractuele relatie aangaat, is elk van deze erkende laboratoria verantwoordelijk voor het eigen deel van de opdracht.

[Van een erkend laboratorium dat eindverantwoordelijke is voor de rapportering wordt verwacht dat het per parameter(groep) monitort hoe vaak de houdbaarheidstermijn wordt overschreden en dat het gebruik maakt van de resultaten van deze monitoring bij de continue verbetering van zijn processen of organisatie in het kader van het ISO/IEC 17025 kwaliteitssysteem.]

A.7.3 Gebruik van opmerkingen m.b.t. de kritische termijnen

In de volgende gevallen is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- a) indien de **houdbaarheidstermijn van het monster** voor een bepaalde parameter(groep) werd **overschreden**

In dit geval moet duidelijk aangegeven worden welke parameter(groep) het betreft.

Het laboratorium moet op verzoek aan de opdrachtgever meedelen of de overschrijding te wijten is aan het laboratorium zelf, het voorafgaand traject (= het laattijdig bezorgen van het monster of de analyseopdracht) of een combinatie van beide.

- b) indien de **datum van monsterneming niet gekend** is door het laboratorium dat het analyseverslag opstelt.

In dit geval dient duidelijk aangegeven te worden dat de monsternemingsdatum niet werd doorgegeven aan het laboratorium en dat hierdoor de uitvoering van de analyses binnen de voorgeschreven houdbaarheidstermijnen niet kon gegarandeerd worden.

A.8 Rapportering van de analyseresultaten en informatie m.b.t. de toegepaste methode

A.8.1 Minimale gegevens

In het analyseverslag moeten minimaal volgende gegevens in verband met de analytische resultaten en methoden opgenomen worden:

- het analyseresultaat en de eenheid waarin dit uitgedrukt is;
- een verwijzing naar de toegepaste ontsluitings-, uitlogings- en analysemethode;
- bijkomende informatie indien de analysemethode of de regelgeving dit vereist;
- relevante afwijkingen of toelichting bij de analyse.

De eenheid waarin het - finale - analyseresultaat uitgedrukt wordt, moet in overeenstemming zijn met het toetsingskader. Ook de naamgeving van de parameters moet zoveel mogelijk afgestemd worden op de regelgeving.

De verwijzing naar de ontsluitings-, uitlogings- en analysemethode, zoals opgenomen in het analyseverslag, moet tenminste de code van de van toepassing zijnde compendiummethode of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL bevatten.

Onder relevante afwijkingen of toelichting bij de analyse wordt alle bijkomende informatie verstaan die noodzakelijk is voor een correcte interpretatie van de analyseresultaten door de

opdrachtgever en een eventuele eindgebruiker. Zie ook verder punt A.9.2. Gebruik van opmerkingen op analyseverslagen.

De naam en het adres van het erkende laboratorium dat de analyse heeft uitgevoerd, moeten eenduidig kunnen worden afgeleid uit het analyseverslag en overeen komen met deze waarop de erkenning is afgeleverd.

A.9 Erkenningslogo VLAREL en verwijzing naar de erkenningsstatus per parameter

Conform art. 49 van het VLAREL moet een erkend laboratorium op het analyseverslag het erkenningslogo VLAREL aanbrengen:



Het laboratorium moet bovendien duidelijk vermelden voor welke metingen, beproevingen en analyses het erkend is en voor welke niet. Hiervoor gelden volgende regels:

- bij elk gerapporteerd analyseresultaat moet duidelijk, via een code/symbool naar keuze, aangegeven worden of het al dan niet tot het toepassingsgebied van de erkenning van het laboratorium behoort;
- de gebruikte code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijv. in een voetnoot van het analyseverslag.

Indien voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen voorzien zijn, moet hiermee rekening gehouden worden bij de verwijzing naar de erkenningsstatus.

Voor de verwijzing naar de erkenningsstatus voor monsternemingen wordt verwezen naar punt A.6.

A.9.1 Berekening van somgehalten of verschilgehalten

Indien voor de berekening van somgehalten of verschilgehalten een werkwijze is vastgelegd in de betreffende regelgeving, het betreffende compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL, moet deze werkwijze toegepast worden.

A.9.2 Gebruik van opmerkingen op analyseverslagen

In de volgende gevallen is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- a) *indien **geen resultaat** bekomen kon worden **of** indien het een component betreft die volgens het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL **alleen indicatief of semikwantitatief** bepaald kon worden.*

In dit geval wordt, respectievelijk ter vervanging of ter verduidelijking van het resultaat, een symbool naar keuze gebruikt. Dit symbool moet toegelicht worden via een voetnoot of opmerking op het analyseverslag.

Een rapportagegrens in het resultaatveld wordt beschouwd als een resultaat; een opmerking is dan enkel noodzakelijk indien een te hoge (d.i. een hogere dan volgens de regelgeving vereiste) rapportagegrens wordt doorgegeven (zie punt c)). Ook '>' waarden worden beschouwd als een

resultaat, doch het gebruik hiervan is alleen toegelaten indien dit expliciet vermeld wordt in het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL (bijv. bij bepaling BZV in water).

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, bijv. waarom geen resultaat kon bekomen worden, ter beschikking stellen aan de opdrachtgever.

- b) *indien een **afwijking bij de kalibratie of kwaliteitscontrole** de ‘fitness for purpose’ van het resultaat mogelijk in het gedrang brengt en deze afwijking **niet kon weggewerkt worden** via een hermeting/heranalyse met bijkomende voorzorgen cfr. het compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL.*

In dit geval moet de afwijking duidelijk omschreven worden: op welke parameter(s) heeft ze betrekking, wat wijkt af en in welke richting.

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, zoals de te verwachten impact op het gerapporteerde analyseresultaat (vermoedelijke onderschatting of overschatting, ...) of wat ondernomen is om deze afwijking weg te werken, ter beschikking stellen aan de opdrachtgever.

[M.b.t. het wegwerken van dergelijke afwijking wordt vooropgesteld dat een ‘redelijke’ extra inspanning vanwege het erkende laboratorium (= 1 heranalyse) volstaat, mits hierbij voldoende bijkomende technische voorzorgen werden getroffen (bijv. toepassing van een bijkomende zuiveringstechniek, gebruik van een aangepaste hoeveelheid monster,...).

Indien, op het ogenblik dat de afwijking wordt vastgesteld, de houdbaarheidstermijn van het monster reeds verstreken is hoeft geen heranalyse met bijkomende voorzorgen meer opgestart te worden.]

- c) *indien een **hogere dan de volgens de regelgeving of door de klant vereiste rapportagegrens als resultaat wordt doorgegeven.***

In dit geval moet gespecificeerd worden dat de rapportagegrens werd verhoogd.

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, zoals de reden (verdunding omwille van niet te elimineren matrixeffecten, te hoge blancowaarde,...) of wat ondernomen is om deze afwijking weg te werken (zie punt b)), ter beschikking stellen aan de opdrachtgever.

[Het verdund inzetten van monsters met het oog op minder matrixeffecten is alleen aanvaardbaar indien dit de ‘fitness for purpose’ van het analyseresultaat niet in het gedrang brengt. Dit mag bijgevolg geen aanleiding geven tot een te hoge rapportagegrens als resultaat, tenzij wanneer andere technische mogelijkheden om de matrixeffecten te beperken (cf. compendium of andere vereiste methode) onvoldoende zijn gebleken voor het betreffende monster.

Indien van één of meerdere van de via een specifieke analysemethode te bepalen reeks componenten extreem hoge gehalten in het monster aanwezig zijn, mogen de rapportagegrenzen voor de overige componenten in de regel niet hoger liggen dan de richt- of grenswaarde voor het gehalte van deze componenten volgens de van toepassing zijnde regelgeving.]

- d) indien bij de uitvoering van de monstervoorbehandeling, analyse of bij de berekening van het gehalte **afgeweken** moest worden **van het compendium** of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL.

In dit geval moet de afwijking duidelijk omschreven worden, evenals de reden van de afwijking.

- e) indien **somgehalten of verschilgehalten** worden gerapporteerd waarbij minstens één van de componenten een meetwaarde kleiner dan de rapportagegrens (<RG) heeft **en** de toe te passen **werkwijze niet vastgelegd** is in de betreffende regelgeving, het betreffende compendium of de andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL.

In dit geval moet duidelijk toegelicht worden op welke wijze is omgegaan met de <RG-meetwaarden.

- f) indien **meer dan één resultaat voor een te bepalen parameter** gerapporteerd wordt en deze resultaten significant verschillen, rekening houdend met de context van de analyse.

In dit geval moet het verschil tussen de resultaten nader toegelicht worden en moet aangegeven worden welk resultaat het laboratorium het meest betrouwbaar acht.

Het vermelden van opmerkingen m.b.t. houdbaarheidstermijnen (cf. Punt A.7.3) of analyses (cf. Punt A.9.2) mag niet leiden tot het weglaten van de verwijzing naar de erkenning en ontslaat het erkende laboratorium dus niet van de overige vereisten in deze procedure.

A.10 Rapportering in geval van (gedeeltelijke) uitbesteding

Indien monsternemingen of analyses die volgens het VLAREL uitgevoerd moeten worden door een erkend laboratorium, uitbesteed worden aan een ander erkend laboratorium, gelden volgende richtlijnen voor de rapportering (voor de definitie van de term eindverslag wordt verwezen naar punt A.2):

- het monsternemings- of analyseverslag van het uitvoerend laboratorium wordt integraal als bijlage opgenomen bij het eindverslag, d.w.z. eindverslag en bijhorende bijlagen vormen steeds één geheel;
- bij de erkenningsstatus voor de uitbestede monsternemingen of analyses wordt via een code/symbool naar keuze aangegeven dat het uitbestede verrichtingen betreft; de gebruikte code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijv. in een voetnoot van het eindverslag;
- de methodeverwijzing voor de uitbestede monsternemingen of analyses in het eindverslag wordt vervangen door de term 'uitbesteed' of door de methodeverwijzing van het uitvoerend laboratorium.

Een opdrachtnemer die een deel van de opdracht uitbesteedt, draagt de eindverantwoordelijkheid voor het geheel, conform de bepalingen van de ISO/IEC 17025 norm, en is dus aansprakelijk voor zowel de correcte overdracht van de monsters naar/vanuit het ander uitvoerend laboratorium als voor de door dit laboratorium verstrekte resultaten/gegevens.