

Project 303.0010
Diverse dienstverlening

Rapport 90.46

November 1990

Analyse, bemonstering en certificering
Overige Organische Meststoffen

drs P.H.U. de Vries

1e druk november 1990

Goedgekeurd door: ir G.S. Roosje

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen
Postbus 230, 6700 AE Wageningen
Telefoon 08370-75400
Telex 75180 RIKIL
Telefax 08370-17717

Copyright 1990, Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten.

Overname van de inhoud is toegestaan mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

hoofden hoofdafdelingen

coördinator kwaliteitszorg en veiligheid

bureaumedewerker meststoffen

programmabeheer en informatieverzorging

EXTERN:

Ministerie van Landbouw, Natuurbeheer en Visserij,

directie Akker- en Tuinbouw

directie Wetenschap en Technologie

Ministerie van Volksgezondheid, Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer,

directie Drinkwater, Water en Bodem

INHOUD	<u>blz</u>
VOORWOORD	2
SAMENVATTING	3
1 INLEIDING	5
2 TOELICHTING	7
2.1 Certificatie	7
2.1.1 Onderzoekende laboratoria	7
2.1.2 Geldigheid certificatie	8
2.1.3 Toezicht op de onderzoekslaboratoria	9
2.1.4 Arbitrage	10
2.2 Bemonsterings- en analyseprotocollen	10
2.2.1 Bemonstering	10
2.2.1.1 Uitgangspunten	11
2.2.1.1.1 Bemonstering in bewegende stromen (anders dan zuiveringsslib)	11
2.2.1.1.2 Bemonstering in bewegende stromen (zuiveringsslib)	11
2.2.1.1.3 Statische bemonstering	11
2.2.1.2 Zuiveringsslib	12
2.2.1.3 Compost	13
2.2.1.4 Zwarte grond	13
2.2.1.5 Bodem	14
2.2.2 Analyseprotocollen	14
2.2.2.1 Monstervoorbehandeling	15
2.2.2.2 Monsterontsluiting	17
2.2.2.3 Monsteranalyse	18
2.3 Opdrachten tot en verwerking van resultaten van analyses	19
2.3.1 Contracten	19
2.3.2 Beoordeling en rapportage van analyseresultaten	19
2.3.2.1 Beoordeling van analyseresultaten	19
2.3.2.2 Rapportage van analyseresultaten	21
2.4 Verrekening van kosten	22
LITERATUUR	23

VOORWOORD

Per 1 januari 1991 wordt het Besluit Overige Organische Meststoffen van kracht. In dit Besluit worden regelen gesteld ten aanzien van de criteria waaraan zuiveringsslib, compost en zwarte grond moeten voldoen wanneer deze materialen worden aangewend als meststof. Tevens worden in het Besluit voorwaarde stellende normen geformuleerd voor de bodem, wanneer bedoelde materialen daaraan als meststof zouden worden toegevoegd.

De criteria die in het Besluit staan vermeld hebben betrekking op maximum gehalten aan een omschreven groep zware metalen.

In een schrijven dd. 20 juli 1990 heeft de directeur van de directie Akker- en Tuinbouw van het Ministerie van Landbouw, Natuurbeheer en Visserij het RIKILT formeel verzocht een opzet te maken voor een Regeling, waarin opgenomen aanwijzingen voor methoden voor bemonstering en analyse van zuiveringsslib, compost en zwarte grond.

Aansluitend en gebaseerd op deze aanwijzingen diende de op te zetten Regeling uitzicht te bieden op een systeem voor certificering van deze materialen als geschikte meststoffen. In dit rapport wordt de gevraagde opzet beschreven.

P.H.U. de Vries

SAMENVATTING

Dit rapport bevat de opzet voor de Regeling voor bemonstering, analyse en certificering voor Overige Organische Meststoffen. Aangezien er slechts een beperkte tijd beschikbaar stond tussen de opdracht voor de opzet van de Regeling en het tijdstip waarop het Besluit in werking treedt, is gekozen voor een meer uitvoerige uitwerking van de analytische aspecten van de Regeling. Het deel dat betrekking heeft op de voorwaarden en mechanisme van certificering behoeft nadere uitwerking in een later stadium.

De Regeling gaat uit van toekomstige certificatie van het produktiesysteem van de producenten. Daartoe zal een zogenaamd Certificerend Lichaam moeten worden opgericht, dat voorwaarden zal formuleren waaraan een produktiesysteem zal moeten voldoen. Onderdeel van de certificatie zal tevens de bemonstering van de produkten zijn, waardoor kan worden vastgesteld dat het produktiesysteem materialen oplevert die aan de criteria van het Besluit voldoen.

De analyses van verkregen monsters dienen bij laboratoria te worden uitgevoerd waarvan is vastgesteld dat zij ter zake competent zijn. Deze vaststelling geschiedt doordat bedoelde laboratoria een relevante erkenning van de Stichting Erkenning Laboratoria bezitten, gecompleteerd met een borgingsprogramma onder leiding van de Rijkstoezicht-houder krachtens het Besluit.

()

()

Besluit houdende regelen met betrekking tot de kwaliteit van het op of in de bodem brengen van voor bemesting bruikbare overige organische meststoffen ("Besluit kwaliteit en gebruik overige organische meststoffen").

Ontwerpregeling tot certificatie van zuiveringsslib, compost en zwarte grond (hierna te noemen: Regeling).

1 INLEIDING

Ten aanzien van zuiveringsslib geldt sinds 1985 een richtlijn van de Unie van Waterschappen voor de afzet van dit materiaal ten behoeve van gebruik op bouw- en grasland. Deze richtlijn houdt een toetsing in van zuiveringsslib op het gehalte aan een omschreven groep zware metalen, indien de producent dit slib wil (doen) verspreiden over bouw- of grasland. Deze toetsing is niet gebaseerd op een wettelijk voorschrift.

De steeds grotere schaal waarop de gescheiden inzameling van (huishoudelijk) groente-, fruit- en tuinafval wordt gerealiseerd leidt tot een sterke toename in de mate waarin deze zogenaamde GFT-compost ter beschikking zal komen. Met het oog op de afzet van dit produkt wordt gestreefd naar certificatie van dit produkt, waarna het kan worden afgezet via het zogenaamde Landelijk Verkoopkantoor.

Krachtens artikel acht van het "Besluit kwaliteit en gebruik overige organische meststoffen" kan de minister regelen stellen omtrent bemesting, analyse en certificatie van zuiveringsslib, compost en zwarte grond.

Voornoemd Besluit stelt dwingende eisen vast waaraan naast zuiveringsslib ook de produkten compost en zwarte grond moeten voldoen. Deze eisen zijn in het Besluit gebaseerd op maximaal aanvaardbare niveaus aan omschreven zware metalen. Het Besluit opent tevens de mogelijkheid van certificatie.

Indien na monsternamen een chemische analyse uitwijst dat de gehalten aan zware metalen in zuiveringsslib, compost of zwarte grond beneden de in het Besluit gepubliceerde normwaarden blijven, kan tot certificatie van deze produkten worden overgegaan.

In het Besluit wordt naast de mogelijkheid tot certificatie van zuiveringsslib, compost en zwarte grond tevens beschreven dat de bodem, waarop voornoemde produkten als meststof kunnen worden toegepast, vooraf moet worden bemonsterd en onderzocht op het gehalte aan dezelfde analyten als waarvoor het Besluit voor de zogenaamde overige meststoffen criteria stelt.

Deze (ontwerp)Regeling bevat tevens richtlijnen voor bemonstering en analyse van grond.

In deze Regeling voor certificatie krachtens het Besluit wordt onder meer uitgegaan de systematiek voor bemonstering en analyse zoals deze wordt aangetroffen bij de richtlijn voor zuiveringsslib van de Unie van Waterschappen. Tevens wordt gebruik gemaakt van uitgangspunten, die ontwikkeld zijn ten behoeve van de voorgenomen certificatieregeling voor GFT-compost.

Tenslotte wordt gebruik gemaakt van het normenprogramma van het NNI voor het bodemonderzoek, normcommissie 390.09 "Bodemkwaliteit".

In de Regeling wordt certificatie van de produkten zuiveringsslib, compost en zwarte grond gebaseerd op certificatie van het produktieproces, gekoppeld aan periodieke inspectie van de produktstromen. Indien na inspectie door het certificerende lichaam blijkt dat een producent in principe produkten kan afleveren die voldoen aan de criteria, genoemd in het Besluit, kan tot certificatie van de producent worden overgegaan.

Aansluitend hierop mogen genoemde produkten alleen in de landbouw als meststof worden benut, als de bemester kan aantonen de produkten van een gecertificeerde producent te hebben betrokken.

De Regeling kent vier onderdelen:

- het systeem voor certificatie
- bemonsterings- en analyseprotocollen
- opdrachten tot en verwerking van resultaten van analyses
- verrekening kosten

2 TOELICHTING

2.1 Certificatie

Certificatie van zuiveringsslib, compost en zwarte grond krachtens het Besluit vindt plaats door inspectie van het produktieproces dat een producent van deze materialen hanteert. Deze inspectie vindt periodiek plaats door het zogenaamde Certificerend Lichaam, dat daartoe omschreven beoordelingsmethoden hanteert.

De toetsing van de eigenschappen van de eigen produkten door de producent maakt deel uit van het systeem waardoor certificatie mogelijk wordt gemaakt. Deze toetsing dient plaats te vinden door middel van chemische analyses, uit te voeren door laboratoria die door de overheid voor deze taak geschikt geacht worden.

Complementair aan het certificatiesysteem voor de producenten van zuiveringsslib, compost en zwarte grond is er toezicht van de Rijksoverheid op de analytische laboratoria die de eigenschappen van genoemde materialen vaststellen. Dit toezicht wordt uitgeoefend door de Rijks-toezichthouder.

2.1.1 Onderzoekende laboratoria

Het onderzoek ten behoeve van de beoordeling of produkten aan de criteria onder het Besluit voldoen, wordt verricht door laboratoria die door de producenten van de te toetsen materialen worden benaderd. Dit onderzoek omvat alleen de chemische analyses van de genomen monsters op de in het Besluit genoemde zware metalen (bijlagen I, II en IV). De bijbehorende bemonstering is een taak van de producent zelf, die mede wordt beoordeeld indien een producent certificatie aanvraagt.

De laboratoria rapporteren analyseresultaten aan de producenten van de analysemonsters, aan het Certificerend Lichaam en aan de Rijkstoezichthouder.

Om in aanmerking te komen voor de bevoegdheid analyses uit te voeren waarvan de uitslagen in het kader van de hier bedoelde certificatie worden benut, dient een laboratorium te voldoen aan onderstaande voorwaarden:

- Laboratoria die willen deelnemen aan de Regeling dienen zich bij de Rijkstoezichthouder te laten registreren (zie deze Regeling par. 2.1.4).
- Laboratoria dienen in het bezit te zijn van erkenning door de Stichting Erkenning Laboratoria (STERLAB) voor de in deze Regeling genoemde analysemethoden (zie deze Regeling par. 2).

Voor laboratoria, die hun diensten willen aanbieden in het kader van de Regeling, maar nog niet in het bezit zijn van de vereiste erkenning door STERLAB, geldt een overgangperiode welke eindigt op 31 december 1992. Gedurende deze overgangperiode geldt alleen de registratieplicht bij de Rijkstoezichthouder; tijdens deze periode wordt het betrokken laboratorium de gelegenheid geboden erkenning door STERLAB te verwerven. Aan registratie bij de Rijkstoezichthouder gaat in dat geval een voorlopige toetsing door de Rijkstoezichthouder van de kwaliteiten van het laboratorium vooraf. De Rijkstoezichthouder kan besluiten registratie te weigeren indien die toetsing onbevredigend blijft.

2.1.2 Geldigheid certificatie

De certificatie dient in principe betrekking te hebben op het vermogen van een producent om materialen te produceren die aan de criteria in het Besluit voldoen (zie het Besluit art. 9.1b).

Ten gevolge van de vigerende produktie- en distributiesystematiek van zuiveringsslib, compost en zwarte grond is een discrete partijkeuring en daaraan verbonden discrete partijcertificering niet onvoorwaardelijk mogelijk.

Opdat de certificatie door het Certificerend Lichaam op redelijke gronden aan de werkelijke produktie zal zijn gerelateerd zal de frequentie van het daar aan verbonden onderzoek afgestemd worden op de door de producent opgegeven jaarproduktie (zie het Besluit art. 9a) en de door de onderzoekslaboratoria vastgestelde eigenschappen.

De geldigheidsduur van een certificaat wordt door het Certificerend Lichaam bepaald.

Gedurende de geldigheidstermijn van een verleend certificaat is een producent gerechtigd het produkt, waarop het certificaat betrekking heeft, onder het certificaat in de landbouw af te zetten.

2.1.3 Toezicht op de onderzoekslaboratoria

Er wordt toezicht uitgeoefend op het op juiste gronden afgeven van analyse-uitslagen door de bij de Rijkstoezichthouder geregistreerde laboratoria. Dit toezicht geschiedt langs twee lijnen:

- De Rijkstoezichthouder stelt vast dat de laboratoria capabel zijn om de vereiste monsternamen en het chemisch onderzoek betrouwbaar uit te voeren. Hij baseert deze vaststelling op de aanwezigheid van de erkenning van STERLAB van het betrokken laboratorium voor de in deze Regeling beschreven procedures voor bemonstering en analyse en de daaraan verbonden periodieke herbeoordelingen.

Deze eerste lijn van toezicht heeft een prospectief karakter.

- De overheid heeft tevens de verplichting periodiek vast te stellen dat verrichte analyses juist zijn uitgevoerd en ook dat zij op ieder geigend moment juist uitgevoerd worden.

Deze tweede lijn van toezicht heeft een voornamelijk retrospectief karakter en wordt geëffectueerd binnen het kader van Rijkstoezicht.

De Rijkstoezichthouder formuleert daartoe zelf eisen en stelt een beoordelingsplan op voor periodiek onderzoek.

De bevoegdheid tot het afgeven van onder het certificatiesysteem vallende analyse-uitslagen door een bij de Rijkstoezichthouder geregistreerd laboratorium wordt in ieder geval ingetrokken, indien de door STERLAB verleende erkenning voor het onderzoek, verbonden aan het Besluit, wordt beëindigd.

Intrekking vindt ook plaats, indien uit de resultaten van het Rijkstoezicht op een laboratorium blijkt dat het betreffende laboratorium niet kan voldoen aan de eisen van het beoordelingsplan.

2.1.4 Arbitrage

Indien een producent van mening is dat na beoordeling van zijn produkt daaraan ten onrechte een overschrijding van de in het Besluit genoemde criteria wordt verbonden, kan hij arbitrage aanvragen bij een door de Rijkstoezichthouder aangewezen laboratorium. De alsdan verkregen resultaten zijn bindend.

2.2 Bemonsterings- en analyseprotocollen

2.2.1 Bemonstering

Bemonstering van te certificeren materialen wordt uitgevoerd door de producent zelf.

De bemonsteringsfrequentie is afhankelijk van de omvang van de jaarproduktie van de producent van het betreffende materiaal en van de in het produkt vastgestelde gehalten aan zware metalen, genoemd in het Besluit. Over deze frequentie en de daaraan verbonden tijdstippen maken de producent en het laboratorium in een af te sluiten contract op basis van deze Regeling afspraken (zie par. 2.3.1).

Daarenboven wordt ^{één}maals per halfjaar op een door het contractlaboratorium te bepalen tijdstip door dit contractlaboratorium een tussentijdse bemonstering verricht.

Genomen monsters worden op de verpakking ge^{ge}identificeerd met:

- naam producent
- aard materiaal
- periode waarop bemonstering betrekking heeft
- (eventueel) aantal samenstellende deelmonsters

De producent doet aan de Rijkstoezichthouder opgave van:

- aard te certificeren materiaal
- omvang jaarproduktie
- eventuele seizoensinvloeden op de jaarproduktie

De bemonstering vindt voor de matrices zuiveringsslib, compost en zwarte grond zoveel mogelijk plaats in bewegende stromen. Waar dit niet mogelijk is vindt statische bemonstering plaats.

Voor bemonstering worden uitsluitend opvangvaten of -zakken van polyethyleen gebruikt volgens (o)NEN5742.

De minimale omvang van een inzendmonster bedraagt 1500 ml of 1500 gram.

2.2.1.1 Uitgangspunten

2.2.1.1.1 Bemonstering in bewegende stromen (anders dan zuiveringsslib)

Bemonstering vindt plaats door op een stortpunt (bij voorbeeld aan het einde van een transportband) een opvangvat door de gehele stroom te bewegen. Monsternamen dient systematisch in de stroom plaats te vinden door gelijke tijdsintervallen toe te passen. De procedure heet "het nemen van een greep".

2.2.1.1.2 Bemonstering in bewegende stromen (zuiveringsslib)

Bemonstering van een partij vindt plaats nadat deze door rondpompen is gehomogeniseerd. Door middel van koppeling van een opvangvat aan een aftappunt wordt een laboratoriummonster verkregen. Monsternamen dient systematisch in de stroom plaats te vinden door gelijke tijdsintervallen toe te passen.

2.2.1.1.3 Statische bemonstering

De te volgen monsternamenstrategie voor statische bemonstering is gebaseerd op (o)NPR5740.

De te gebruiken materialen zijn voor compost en zwarte grond:

- monsterboor (Edelmanboor, combinatietype ϕ 18 cm)

- monsterboor (wortelboor, vol + 750 ml)

Het booroppervlak mag niet behandeld ("veredeld") zijn met metalen, voorkomend in de bijlage IV van het Besluit of met verf, lak of olie.

Voor bodem:

- gutsboor, vervaardigd uit koolstofstaal of andere ongelegeerde staalsoort.

Het booroppervlak mag niet behandeld ("veredeld") zijn met metalen, voorkomend in de bijlage IV van het Besluit of met verf, lak of olie. De diameter moet zodanig zijn dat per greep een monster wordt verkregen van ca. 1 liter.

2.2.1.2 Zuiveringsslib

Bemonstering door de producent vindt in principe iedere 13 weken (kwartaal) plaats.

Deze frequentie wordt opgevoerd naar maximaal tweemaal per week overeenkomstig de volgende tabel:

frequentietype	niveau zwaar metaal in % van grenswaarde	bemonsteringsfrequentie
I	95% - 105%	2 steekmonsters/week
II	90% - 95% en 105% - 110%	1 steekmonster/4 weken
III	80% - 90% en 110% - 120%	1 steekmonster/6 weken
IV	< 80% en > 120%	1 steekmonster/13 weken

Aan de hand van het voortschrijdend gemiddelde van het vastgestelde gehalte aan ieder zwaar metaal, genoemd in het Besluit, wordt het niveau in procenten van de geldende grenswaarde vastgesteld. De bijbehorende bemonsteringsfrequentie wordt uit de tabel afgelezen. De hoogst vastgestelde frequentie wordt voor het produkt aangehouden.

Het voortschrijdende gemiddelde wordt bepaald uit resultaten, verkregen gedurende een periode van minimaal 6 en maximaal 12 maanden. Daarbij moeten opeenvolgende bemonsteringen in beschouwing worden genomen.

Indien besloten wordt tot frequentietype I mogen de wekelijks getrokken steekmonsters gedurende maximaal vier weken tot een verzamelmonster worden gecombineerd.

Verzamelmonsters moeten gedurende de periode van samenstellen gekoeld ($<10^{\circ}\text{C}$) te worden bewaard.

De producent van zuiveringsslib stelt in overleg met het Certificerend Lichaam een plan op van de installatie met daarin aangegeven de positie van het te benutten aftappunt.

Bemonstering vindt plaats door op geregelde tijden een monster vanaf het aftappunt te nemen. Deze tapmonsters worden gecombineerd tot het steekmonster.

Nadat een inzendmonster is verkregen, wordt het door de producent ter analyse aan het door hem gecontracteerde laboratorium gezonden.

Zogenaamde steekvaste slib wordt behandeld als compost.

2.2.1.3 Compost

De producent van compost stelt het Certificerend Lichaam op de hoogte van de omvang van de jaarproductie en van de frequentie waarmee afzonderlijke partijen materiaal gereedkomen.

Bemonstering van compost wordt uitgevoerd door de producent en vindt plaats door aselekt verdeeld over de oppervlakte van iedere afzonderlijke partij, grepen te nemen loodrecht op het vlak, op ongeveer één meter diepte. Eerst wordt een boorgat gemaakt met een edelmanboor, daarna vindt ongestoorde monsterneming plaats met een wortelboor. Uit iedere partij worden negen grepen van ca 0,750 kg (1 maal inhoud wortelboor) genomen en gecombineerd.

2.2.1.4 Zwarte grond

De procedures, die gevolgd worden voor zwarte grond, zijn gelijk aan de procedures voor compost.

2.2.1.5 Bodem

Bemonstering heeft plaats op percelen. Een perceel dient één vorm van bodemgebruik als landbouwgrond te bezitten.

Van een perceel met een oppervlakte van 1 hectare wordt één grondmonster genomen, bij grotere oppervlakte wordt per hectare één grondmonster genomen. Het perceel wordt hiertoe onderverdeeld in stukken van 1 hectare. De ligging van de bemonsterde grondgedeelten moet zorgvuldig worden beschreven en vastgelegd zodat bij herhaling van de bemonstering hetzelfde perceel of perceelgedeelte wordt onderzocht. Een grondmonster bestaat uit 40 steken. Deze worden genomen in een aantal gangen, zig-zag over het perceel waarbij elk gedeelte van het perceel een gelijke kans heeft om in de monsterset te worden opgenomen. De kanten van de percelen en grove onregelmatigheden in het perceel (slootwallen, diepere greppels, melkplaatsen) dienen van de bemonstering te worden uitgesloten.

De bemonsteringsdiepte voor bouwland en snijmaisland is 20 cm, ongeacht de bewerkingsdiepte. De bemonsteringsdiepte voor grasland is 10 cm.

2.2.2 Analyseprotocollen

De analyseprotocollen omvatten:

- monstervoorbehandeling

De monsters die door de producenten uit tapmonsters of grepen worden vervaardigd en aan het onderzoekslaboratorium worden ingezonden, heten inzendmonsters.

De monsters die door het onderzoekslaboratorium vanuit de inzendmonsters worden verkregen na homogenisatie en portionering heten laboratoriummonsters. De laboratoriummonsters worden in de voorbehandelingsstap op gestandaardiseerde wijze geschikt gemaakt voor analyse. De monsters heten na deze stap analysemonsters.

- monsterontsluiting

In deze stap worden de analysemonsters zodanig bewerkt, dat chemische analyses ter bepaling van de gehalten aan zware metalen mogelijk zijn. De ontsluiting is gebaseerd op een chemische destructie en levert een destruaat op.

- monsteranalyse

In deze stap wordt in een destruaat het gehalte aan zware metalen (analyten) bepaald volgens een op iedere analyt toegesneden analyse-methode.

Het gehalte van een analyt in een aangeboden inzendmonster wordt berekend in mg/kg op basis van het in dit (deze) monster(s) bepaalde gehalte aan droge stof (zie par. 2.2.2.1).

De in deze Regeling genoemde methoden voor bemonstering, monstervoorbehandeling en analyse zijn gebaseerd op NEN-normen, waarvan sommige de status van "ontwerpnorm" hebben. Daar waar normen worden gewijzigd of specifiek voor de genoemde gebieden worden ontwikkeld, zullen de wijzigingen of nieuwe normen beoordeeld en desgewenst in deze Regeling worden opgenomen.

2.2.2.1 monstervoorbehandeling

Van natte slibmonsters wordt een homogeen deel afgescheiden ten behoeve van de ontsluiting.

Ieder overig inzendmonster wordt (indien het groter is) door middel van uitkruisen teruggebracht tot een laboratoriummonster van ca. 1 kg. Van ieder monster wordt het resulterende gewicht geregistreerd. De nu volgende voorbehandeling volgt NEN5751.

De resulterende laboratoriummonsters worden in porties van ca. 125 gram verdeeld.

Vervolgens wordt ieder deelmonster ten behoeve van de monsterontsluiting gedroogd tot constant gewicht bij 70°C.

(Deel)laboratoriummonsters kunnen na deze droging gedurende enige tijd bewaard worden.

Hoewel droging bij verhoogde temperatuur tot verlies van bepaalde vluchtige kwikverbindingen kan leiden, worden vanwege de zeer geringe gehalten van dergelijke verbindingen in de te onderzoeken materialen daartegen geen speciale voorzorgsmaatregelen genomen.

Bij elkaar behorende deelmonsters worden gecombineerd en gehomogeniseerd.

Van alle ingezonden monsters wordt het droge stofgehalte bepaald in een deel van het laboratoriummonster. De daarbij toe te passen methode is NEN 5748.

Van de gecombineerde, gedroogde deelmonsters wordt ca. 300 gram verkleind tot <0,25 mm door middel van malen met een molen (planeet kogelmolen, agaat-kwarts bekens 250 ml, kogels 30 mm) tot geen meetbare toename in doorval door de zeef meer optreedt (> 90% eff.).

De gemalen fracties worden gecombineerd met de eventueel achtergebleven maalrest tot het analysemonster en gehomogeniseerd.

Uit ieder verkregen maalsel wordt een deel afgescheiden ten behoeve van de chemische analyse.

2.2.2.2 monsterontsluiting

De monsterontsluiting wordt uitgevoerd op een deel van het verkregen analysemonster.

element	methode			
	slib	compost	zw. grond	bodem
Cd	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
Cr 1)	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
	(o)NEN5768	(o)NEN5768	(o)NEN5768	(o)NEN5768
Cu	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
Hg	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
Ni	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
Pb	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
Zn	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465
As	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465	(o)NEN6465

(o)NEN6465 - ontsluiting met koningswater; 2e druk

(o)NEN5768 - ontsluiting met Fleischmannzuur; verschijnt le kwartaal 1991

- 1) De ontsluiting wordt standaard uitgevoerd met gebruikmaking van (o)NEN6465. Indien na chemische analyse blijkt dat in het onderzochte monster het gehalte aan Chroom ligt binnen $\pm 15\%$ van de in de bij het Besluit genoemde grenswaarden, dan wordt de analyse voor Chroom herhaald na ontsluiting met gebruikmaking van (o)NEN5768.

In plaats van (o)NEN5768 kan, zolang deze norm nog niet beschikbaar is, NEN6464 worden gebruikt. Deze norm is met name ontworpen voor toepassing bij de destructie van natte slib.

2.2.2.3 monsteranalyse

De analyse t.b.v. de hieronder genoemde zware metalen geschiedt in de destruataten, verkregen na de destructie beschreven in par. 2.2.2.2. De aangehaalde methoden bevatten tevens werkmethode ten behoeve van opwerking van grond. De eigenlijke analyse start met de beschrijving van de analyse van destruataten. De analyse in bodem t.b.v. de bepaling van luteum en organische stof vindt plaats in het gedroogde uitgangsmateriaal.

element	methode			
	slib	compost	zw. grond	bodem
Cd 1)	(o)NEN5762 NEN6458	(o)NEN5762 NEN6458	(o)NEN5762 NEN6458	(o)NEN5762 NEN6458
Cr 2)	NEN5767 NEN5763	NEN5767 NEN5763	NEN5767 NEN5763	NEN5767 NEN5763
Cu	NEN5758	NEN5758	NEN5758	NEN5758
Hg	(o)NEN5764	(o)NEN5764	(o)NEN5764	(o)NEN5764
Ni	(o)NEN5765	(o)NEN5765	(o)NEN5765	(o)NEN5765
Pb	NEN5761	NEN5761	NEN5761	NEN5761
Zn	NEN5759	NEN5759	NEN5759	NEN5759
As	(o)NVN5760	(o)NVN5760	(o)NVN5760	(o)NVN5760
luteum/ organische stof -	-	-	-	(o)NEN5754

1) (o)NEN5762 voor gehalten > 2,5 mg/kg (droge stof)
NEN6458 voor gehalten < 2,5 mg/kg (droge stof)

2) (o)NEN5767 voor gehalten > in het Besluit genoemde grenswaarden +15%
(o)NEN5763 voor gehalten < in het Besluit genoemde grenswaarden +15%

2.3 Opdrachten tot en verwerking van resultaten van analyses

2.3.1 Contracten

Een producent van zuiveringsslib, compost of zwarte grond die zijn produkten wil laten certificeren krachtens het Besluit, sluit daartoe een contract af met een bij de Rijkstoezichthouder geregistreerd laboratorium. Het contract moet een geldigheidsduur hebben die minimaal gelijk is aan de geldigheidsduur van een eventueel door het Certificerend Lichaam af te geven certificaat. In het contract wordt ondermeer opgenomen:

- aard van het te onderzoeken materiaal
- frequentie waarmee het onderzoek ten behoeve van de certificering van het betrokken materiaal wordt verricht
- contractduur

Een bij de Rijkstoezichthouder geregistreerd laboratorium dat contracten afsluit ten behoeve van onderzoek krachtens het Besluit, doet daarvan mededeling aan de Rijkstoezichthouder.

2.3.2 Beoordeling en rapportage van analyseresultaten

2.3.2.1 Beoordeling van analyseresultaten

Bij de beoordeling van de analyseresultaten dient met de bij iedere methode behorende reproduceerbaarheid rekening gehouden te worden. Indien deze grootte niet bekend is, dan wordt de herhaalbaarheid gebruikt, vermenigvuldigd met de factor 1,2.

Beoordeling van analyseresultaten vindt plaats door het gecontracteerde laboratorium. Zuiveringsslib, compost of zwarte grond dienen, opdat de producenten voor certificatie in aanmerking te komen, per produkt te voldoen aan alle in de daarop betrekking hebbende bijlagen I, II en IV bij het Besluit genoemde maximale grenswaarden van gehalten aan zware metalen. Voor de beoordeling of zulks het geval is wordt het geregistreeerde niveau van het voortschrijdend gemiddelde gebruikt.

Bij de beoordeling of overschrijding van deze grenswaarden heeft plaats gevonden, wordt rekening gehouden met de reproduceerbaarheid van de gehanteerde analysemethode, en met de onzekerheid ten gevolge van de monsternamen.

Hierbij wordt de formule: $Y + 0,1 * Y < \text{normwaarde} + \text{reproduceerbaarheid (methode)}$ aangehouden.

Indien voor de eerste maal certificatie wordt gevraagd, dient het voortschrijdend gemiddelde van de gehalten aan zware metalen, gemeten over een periode van minimaal 6 maanden aan de criteria te voldoen, wil certificatie mogelijk zijn.

Deze regeling geldt eveneens indien een eerder verleend certificaat door het Certificerend Lichaam werd ingetrokken.

Bij overschrijding door het voortschrijdend gemiddelde van een of meer van de genoemde maximale grenswaarden zal het Certificerend Lichaam concluderen dat de producent in principe niet in staat is een produkt voort te brengen dat aan de daaraan krachtens het Besluit gestelde eisen voldoet. Dit betekent in principe dat een certificatie van deze producent niet kan worden gecontinueerd.

De desbetreffende producent wordt daarvan door het Certificerend Lichaam op de hoogte gebracht.

Ten aanzien van de gevolgen bij niet voldoen aan de in de bijlagen I, II en IV van het Besluit genoemde grenswaarden, wordt voor de drie matrices zuiveringsslib, compost en zwarte grond de volgende gedragslijn gevolgd:

- zuiveringsslib

De geldigheidsduur van een eerder verleend certificaat wordt éénmaal tijdelijk verlengd. De duur hiervan is 6 maanden.

Is het voortschrijdend gemiddelde (met inachtnaam van de bovengemelde marges) in deze periode niet beneden de geldende grenswaarde gedaald, dan wordt de certificatie beëindigd.

- compost en zwarte grond

Het voortschrijdend gemiddelde van het vastgestelde gehalte aan ieder zwaar metaal, genoemd in het Besluit, wordt berekend over een periode van minimaal 6 en maximaal 12 maanden, genormaliseerd per ton produkt.

Op het moment dat het voortschrijdend gemiddelde van het gehalte van enig zwaar metaal boven de daarvoor gestelde criteria komt, wordt certificatie beëindigd. Alvorens opnieuw een certificaat kan worden uitgereikt dient de waarde van het voortschrijdend gemiddelde te hebben uitgewezen dat het geproduceerde materiaal aan de criteria voldoet. Daarbij wordt de in de tabel in par. 2.2.1 vermelde monsterfrequentie aangehouden.

De resultaten van op initiatief van het uitvoerend laboratorium genomen kwartaalmonsters zijn voor het Certificerend Lichaam bij niet voldoen aan de criteria voor de betreffende matrices, in principe aanleiding om een eventueel verleend certificaat in te trekken. Indien daartoe wordt besloten, treedt de boven beschreven regeling voor "niet voldoen" in werking.

- bodem

Bij de beoordeling of overschrijding van de grenswaarden voor deze matrix heeft plaats gevonden, wordt rekening gehouden met de reproduceerbaarheid van de gehanteerde analysemethode, en met de onzekerheid ten gevolge van de monsternamen.

Hierbij wordt de formule: $Y + 0,16 * Y < \text{normwaarde} + \text{reproduceerbaarheid (methode)}$ aangehouden.

2.3.2.2 Rapportage van analyseresultaten

Indien op grond van verkregen analyseresultaten daartoe kan worden overgegaan, geeft het Certificerend Lichaam een certificaat af.

In dit certificaat wordt opgenomen:

- naam producent
- aard van het onderzochte materiaal
- geldigheidsduur van het certificaat
- naam van het gecontracteerd onderzoekslaboratorium

Laboratoria die zijn ingeschakeld door producenten van stoffen die onder het Besluit vallen, rapporteren maandelijks aan de Rijkstoezichthouder en het Certificerend Lichaam. In alle rapportage wordt uitdrukkelijk vermeld welke ontsluitings- en analysemethoden zijn gevolgd.

In de rapportage wordt op basis van de voor iedere producent in deze periode uitgevoerde onderzoeken opgenomen:

- naam producent
- tijdvak waarop rapportage betrekking heeft
- aard onderzocht materiaal
- vastgestelde gehalten mbt de metalen, genoemd in het Besluit

Tevens rapporteert het laboratorium aan de Rijkstoezichthouder en het Certificerend Lichaam over de resultaten van de tussentijds door dit laboratorium genomen halfjaarmonsters:

- naam producent
- tijdstip monstername
- aard onderzocht materiaal
- vastgestelde gehalten mbt de metalen, genoemd in het Besluit

2.4 Verrekening van kosten

De kosten, verbonden aan de certificatie krachtens het Besluit, worden in principe gedragen door de producenten van de meststoffen die onder het Besluit vallen.

Tot het deel van de de kosten waarvoor dit geldt worden gerekend:

- de kosten verbonden aan monstername en analyse
- de kosten verbonden aan de administratie van de te verlenen en de verleende certificaten
- de kosten verbonden aan periodieke controle door de contractlaboratoria

De kosten van het verkrijgen van de erkenning door STERLAB en de periodieke controle van STERLAB van de contractlaboratoria zijn voor rekening van de betrokken laboratoria.

De kosten van het Rijkstoezicht op de contractlaboratoria zijn voor het Rijk.

LITERATUUR

Besluit 1991.

Besluit houdende regelen met betrekking tot de kwaliteit en het op of in de bodem brengen van voor bemesting bruikbare overige meststoffen.

Nederlands Normalisatie-instituut.

Programma van normen voor onderzoek van bodem.

Normcommissie 390 09 "Bodemkwaliteit".

Oktober 1990.

Technische commissie bodembescherming.

Advies protocol bodembemonstering overige organische meststoffen.

TCB A89/11 maart 1990.

Unie van Waterschappen.

Richtlijn voor de afzet van zuiveringsslib ten behoeve van gebruik op bouw- en grasland.

Augustus 1985.

Unie van Waterschappen.

Wijzigingsbesluit Richtlijn voor de afzet van zuiveringsslib ten behoeve van gebruik op bouw- en grasland.

Maart 1987.