

BIJLAGE 10 - TESTPROTOCOL

Testoplossingen en te meten componenten

Inleiding

Bij de inschrijving hoort het meten van een aantal testmonsters, dit is in de aanbesteding verwerkt als kwalitatief sub-gunningscriterium 3: "test kwaliteit monsteranalyse". In deze bijlage worden de richtlijnen voor de uit te voeren metingen gespecificeerd. Verder worden de meetprotocollen toegelicht en uitgelegd. De monsters en standaarden worden door AQUON geleverd.

De aard van de testmonsters is tweeledig, daarmee sluiten deze aan bij de huidige methoden van AQUON. In dit protocol worden twee methoden beschreven: 1 water en 2 waterbodem en zuiveringsslib. Voor beide meetseries zijn kalibratiestandaarden toegevoegd. In totaal worden er 30 monsters gemeten. Alle oplossingen worden in het donker bewaard.

De inschrijver kan zelf bepalen hoe de kalibratie wordt opgebouwd. Vanuit de 100% kalibratiestandaard worden extra kalibratie punten met auto dilution toegevoegd. Bij AQUON wordt gebruik gemaakt van 2punts kalibratie. Een blanco en een 100% standaard. Voor elk van de methode staan de details uitgewerkt.

Van het water zijn in totaal 19 watermonsters. Deze worden verdeeld over 2 meetdagen gemeten. Monsters met elementen die buiten de kalibratie lijn meten, worden verdund met behulp van de auto dilution. Bij de te meten monsters zullen ook hoog zout (TDS >10g/l) monsters aanwezig zijn. Deze monsters worden gemarkeerd. Deze monsters analyseren met de gas dilution modus.

Onder de watermonsters is één (1) herhaalbaarheidsmonsters die 10 keer herhaald gemeten wordt (monster 30). Het staat de inschrijver vrij om van monster 30 bij alle gevraagde elementen de isotoop te rapporteren met de laagste standaarddeviatie.

Van Waterbodem en slib zijn er in totaal 11 monsters. De waterbodem en slibmonsters worden op 1 dag gemeten. Waterbodem en slib bevatten meer onopgeloste bestanddelen. Deze monsters meten door middel van: gas-dilution.

Voor het invullen van de resultaten is Excel sheet: Bijlage 9. De resultaten van monsters 1 tot en met 29 worden ingevuld in het Blad: 1. *Invul blad*. De resultaten van herhaalbaarheid (monster 30) worden in Blad: 2. *Std. Vergelijking* ingevuld. *Het kan zijn dat in het document ppm met mg/l en ppb met µg/l door elkaar gebruikt worden. Deze betekenen hetzelfde.*

De richtlijnen voor de uit te voeren metingen staan hieronder verder puntsgewijs beschreven. Daaropvolgend staan details voor de te meten monsters verder uitgeschreven.

Meetcondities

Inschrijver hanteert tijdens de test de volgende experimentele meetcondities:

- Alle parameters in één (1) methode gemeten;
(voor waterbodem/zuiveringslib een andere methode aanmaken dan voor water)
- Het resultaat is het gemiddelde van een triplo-meting;
- Meting per monster is maximaal 5 minuten;
- Inschrijver is zelf verantwoordelijk voor de interne standaarden die gebruikt worden.

Te bepalen specificaties

Inschrijver dient onder de voorgeschreven meetcondities de volgende specificaties te bepalen:

1. Per component de laagste detectielimiet (LDL) (uitgedrukt in $\mu\text{g/l}$). De laagste detectielimieten dienen bepaald te worden in de gebruikte Multi-component methode voor OW. (monsters 30) 10 herhaalde metingen van waaruit de standaarddeviatie bepaald wordt.
2. Juistheid testen d.m.v. een gecertificeerde standaard.
3. Juistheid testen d.m.v. een gecertificeerd ringonderzoek.
4. Bepaling van interferenties. Tijdens de applicatietest zijn monsters gecontamineerd met storende elementen. Laat zien dat er geen bias op treedt door deze contaminatie.
5. Meesturen van de performance rapporten van de meting.

Rapportage

- De gemeten resultaten worden gerapporteerd in bijlage 9
- De bovengenoemde bepaalde specificaties worden door de inschrijver schriftelijk aan de Aanbestedende dienst gerapporteerd. De bepaalde laagste detectielimiet (3*standaard deviatie van 10 metingen) dient daarbij vermeld te worden in Bijlage 9 (Blad: 2. Std. Vergelijking).
- Eventuele resultaten welke buiten het bereik van de kalibratie liggen wel rapporteren. Vermelden dat voor dat resultaat autodilution gebruikt is.
- De ruwe data (gemiddelde, RSD, correlatiecoëfficiënt, counts) zullen bij het beoordelingsbezoek bekeken worden.

Maximale doorlooptijd

Het rapport applicatietest dient als onderdeel van de volledige inschrijving te worden ingediend. De deadline hiervoor is vrijdag 8 mei om 10:00.

Beoordeling

De resultaten van de applicatietest worden door de analisten van de Aanbestedende dienst beoordeeld. De volgende aspecten worden in de beoordeling meegenomen:

- Voldoen van de bepaalde detectielimieten aan de gestelde eis.
- Voor Monster 30 geldt dat de inschrijver met de laagste detectielimiet per element de meeste punten ontvangt. De beoordeling vindt per afzonderlijk element plaats.

De overige monsters worden beoordeeld op:

- Juistheid van de gecertificeerde standaarden;
- Juistheid van de gecertificeerde ringonderzoeken;
- Het minimaliseren van bias door aanwezige interferenties;
- Voldoen van de rapportage binnen de gestelde maximale doorlooptijd.

Aan de voorlopig gegunde inschrijver, zal een bezoek worden gebracht om de metingen te bekijken en te beoordelen. Ook zal de opdrachtgever een aantal monsters meebrengen voor demonstratie van het systeem ter plaatse.

Tabel 1 – Eisen rapportage grenzen

Element	Omschrijving	EIS
		LOQ NEN-EN-ISO 17294-2 (µg/l of ppb)
Ag	zilver	0,5
Al	aluminium	1
As	arseen	0,1
B	boor	1
Ba	barium	0,5
Be	beryllium	0,1
Bi	bismuth	0,5
Ca	calcium	0,1
Cd	cadmium	0,1
Co	kobalt	0,2
Cr	chroom	0,1
Cu	koper	0,1
Fe	ijzer	5
Hg	kwik	0,1
La	lanthaan	0,1
Li	lithium	1
Mn	mangaan	0,1
Mo	molybdeen	0,3
Na	natrium	10
Ni	nikkel	0,1
Pb	lood	0,1
Sb	antimoon	0,2
Se	selenium	0,1
Sn	tin	1
Sr	strontium	0,3
Te	telluur	2
Th	thorium	0,1
Tl	thallium	0,1
U	uranium	0,1
V	vanadium	0,1
Zn	zink	1

Water:

Voor de kalibratie wordt 1 Kalibratie blanco (zonder yttrium), 1 Kalibratiestandaard (100%), 2 Controlestandaarden (100% en 20%) en 1 Controle blanco aangeleverd. Met uitzondering van de kalibratie blanco, bevatten alle oplossingen Y. Alle oplossingen hebben een zuurconcentratie van 6 ml HCl en 2 ml HNO₃ per 50 ml.

De concentraties van de kalibratiestandaard staan in tabel 2. Uit deze kalibratiestandaard (standaard 1, 100%) maakt de inschrijver een kalibratielijne naar eigen inzicht. Hierbij maakt de inschrijver gebruik van Auto Dilution. De kalibratie wordt gecontroleerd met een 50% Kalibratieoplossing.

De elementen Ag, Tl, Pb, Th en U worden op 20% (20µg/l) van de kalibratiestandaard gemeten. De inschrijver maakt naar eigen inzicht een kalibratielijne en gebruikt hiervoor de Auto Dilution. De kalibratie van Ag, Tl, Pb, Th en U wordt gecontroleerd met een 10% Kalibratieoplossing. Meet direct na de Kalibratielijne en aan het einde van de monsterserie de Controlestandaard 1, 2 en de Controle blanco.

20 verschillende watermonsters worden aangeleverd (monsters in het donker bewaren en de conserveringstermijn van de monsters is 2 weken). De aard van deze monsters is verschillend. Dit zijn oppervlaktewaters en afvalwaters. Ook wordt een monster met een hoog zout gehalte meegestuurd en gemarkeerd. Dit monster wordt gemeten met gas dilution meten.

Tabel 2 kalibratie standaarden Water.

Element	Eenheid	Blanco-1 (2 buisjes)	Standaard 1	Controle standaard 1	Controle standaard 2
Li	µg/l	0	100	100	20
Be	µg/l	0	100	100	20
B	µg/l	0	250	250	50
Na	mg/l	0	100	100	20
Mg	mg/l	0	25	25	5
Al	µg/l	0	2000	2000	400
K	mg/l	0	50	50	10
Ca	mg/l	0	100	100	20
V	µg/l	0	100	100	20
Cr	µg/l	0	100	100	20
Fe	mg/l	0	25	25	5
Mn	µg/l	0	1000	1000	200
Co	µg/l	0	100	100	20
Ni	µg/l	0	100	100	20
Cu	µg/l	0	100	100	20
Zn	µg/l	0	500	500	100
As	µg/l	0	100	100	20
Se	µg/l	0	100	100	20
Sr	µg/l	0	500	500	100
Y	µg/l	50	50	50	10
Mo	µg/l	0	100	100	20
Ag	µg/l	0	100	100	20
Cd	µg/l	0	100	100	20
Sn	µg/l	0	100	100	20
Sb	µg/l	0	100	100	20
Te	µg/l	0	100	100	20
Ba	µg/l	0	100	100	20
Hg	µg/l	0	1	1	0,2
Tl	µg/l	0	100	100	20
Pb	µg/l	0	100	100	20
Bi	µg/l	0	100	100	20

Th	µg/l	0	100	100	20
U	µg/l	0	100	100	20

Opbouw van de meetserie op dag A:

Kalibratie blanco (zonder yttrium)
 Kalibratielijijn (standaard 1)
 Kalibratielijijn (standaard 1, 20%, Ag, Tl, Pb, Th en U)
 Kalibratie controle (standaard 1, 50%)
 Kalibratie controle (standaard 1, 10%, Ag, Tl, Pb, Th en U)
 Controlestandaard 1
 Controlestandaard 2 (Ag, Tl, Pb, Th en U)
 Controle blanco

Monster 30: Rapportagegrens-BI-A (10 x als monster meten verdeeld uit de buizen BI-A)

Controlestandaard 1
 Controlestandaard 2
 Controleblanco

Monster 1: RO-01
 Monster 2: RO-02
 Monster 3: MO-01
 Monster 4: MO-02
 Monster 5: MO-03
 Monster 6: MO-04
 Monster 7: MO-05
 Monster 8: MO-06
 Monster 9: MO-07

Controlestandaard 1
 Controlestandaard 2
 Controleblanco

Opbouw van de meetserie op dag B:

Kalibratieblanco (zonder yttrium)
 Kalibratielijijn (standaard 1)
 Kalibratielijijn (standaard 1, 20%, Ag, Tl, Pb, Th en U)
 Kalibratie controle (standaard 1, 50%)
 Kalibratie controle (standaard 1, 10%)
 Controlestandaard 1
 Controlestandaard 2
 Controleblanco

Monster 10: RO-03
 Monster 11: RO -04
 Monster 12: MO-08
 Monster 13: MO-09
 Monster 14: MO-10
 Monster 15: MO-11
 Monster 16: MO-12
 Monster 17: MO-13
 Monster 18: MO-14

Controlestandaard 1
 Controlestandaard 2
 Controleblanco

Waterbodem en zuiveringsslib:

3 Kalibratiestandaarden (100%) , 3 Controlestandaarden (100%) en 1 Kalibratieblanco/Controleblanco worden aangeleverd. Alle blanco's, standaarden en monsters hebben een zuurconcentratie van 0.6 ml HCl en 0.2 ml HNO₃ per 50 ml. 11 monsters worden aangeleverd (monsters in het donker bewaren en de conserveringstermijn van de monsters is 2 weken):

Let op: de monsters bevatten 6ml HCl en 2ml HNO₃ in 50ml. Monsters worden standaard 10x verdund met ultra puur water en daarna gemeten. . Deze monsters met gas dilution meten om zo de 10-voudige verdunding te realiseren.

Na verdunding (10x) bevatten alle monsters 20 µg/l Au en Pt. De standaarden 50 µg/l. In de kalibratiestandaarden zitten de onderstaande concentraties (tabel 3). Meet direct na de Kalibratie en aan het einde van de monsterserie de Controlestandaarden (100%) en de kalibratie/controleblanco

Tabel 3: kalibratie standaarden Waterbodem en zuiveringsslib.

Element	Eenheid	Blanco 2	Standaard 2	Controle standaard 3
V	µg/l	0	100	100
Cr	µg/l	0	250	250
Mn	µg/l	0	2500	2500
Co	µg/l	0	25	25
Ni	µg/l	0	100	100
Cu	µg/l	0	500	500
Zn	µg/l	0	1000	1000
As	µg/l	0	50	50
Se	µg/l	0	25	25
Ag	µg/l	0	25	25
Cd	µg/l	0	25	25
Sn	µg/l	0	25	25
Sb	µg/l	0	20	20
Ba	µg/l	0	1000	1000
Tl	µg/l	0	25	25
Pb	µg/l	0	250	250
Mo	µg/l	0	25	25
Hg	µg/l	0	5	5

Element	Eenheid	Blanco 2	Standaard 3	Controle standaard 4
P	mg/l	0	50	50
Fe	mg/l	0	100	100
S	mg/l	0	100	100

Element	Eenheid	Blanco 2	Standaard 4	Controle standaard 5
Na	mg/l	0	5	5
Mg	mg/l	0	10	10
Al	mg/l	0	50	50

K	mg/l	0	10	10
Ca	mg/l	0	100	100

Opbouw van de meetserie:

Kalibratieblanco/Controleblanco

Standaard 2

Standaard 3

Standaard 4

Controlestandaard 3

Controlestandaard 4

Controlestandaard 5

Kalibratieblanco/Controleblanco

Monster 19: BS-01

Monster 20: BS-02

Monster 21: BS-BL

Monster 22: BS-03

Monster 23: BS-04

Monster 24: BS-05

Monster 25: BS-06

Monster 26: BS-07

Monster 27: BS-08

Monster 28: BS-09

Monster 29: BS-10

Controlestandaard 3

Controlestandaard 4

Controlestandaard 5

Kalibratieblanco/Controleblanco