

# PROTOCOL MILIEUKUNDIGE BEGELEIDING BODEMSANERING MET INZET VAN 'HANDHELD' RÖNTGEN FLUORESCENTIE SPECTROMETRIE

## Inhoudsopgave

1.	Inleiding .....	2
2.	Doel.....	2
3.	Afbakening .....	3
4.	Apparatuur en hulpmiddelen .....	3
5.	Werkwijze milieukundige processturing met HXRF .....	4
6.	Evaluatieverslag.....	9
7.	Referenties.....	9

# **MILIEUKUNDIGE BEGELEIDING MET INZET VAN 'HANDHELD' RÖNTGEN FLUORESCENTIE SPECTROMETRIE TIJDENS DE SANERING VAN BODEMVERONTREINIGING MET ZWARE METALEN ALS GEVOLG VAN DE VOORMALIGE ZINKERTS-VERWERKENDE INDUSTRIE IN DE KEMPEN.**

## **1. Inleiding**

Dit protocol is een aanvulling op het vigerende VKB-protocol 6001. In het vigerende VKB-protocol 6001 is opgenomen dat on-site (meet)apparatuur, onder bepaalde voorwaarden, mag worden ingezet bij de milieukundige processturing (tussenbemonstering en -analyse van grond in putbodems en putwanden) tijdens de uitvoering van bodemsaneringen (zie H5).

Uit onderzoek, uitgevoerd in opdracht van ABdK, blijkt dat 'handheld' röntgen fluorescentie (HXRF) spectrometers geschikt zijn om de milieukundige processturing tijdens de sanering van landbodems, die als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen zijn verontreinigd met zware metalen, uit te voeren [1,2]. Hierbij wordt opgemerkt dat de milieukundige verificatie (eindbemonstering van putbodem en -wanden) conform het vigerende VKB-protocol 6001 wordt uitgevoerd.

Dit protocol geeft richtlijnen voor de inzet van HXRF spectrometers bij de milieukundige processturing tijdens de sanering van landbodems die als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen zijn verontreinigd met zware metalen.

## **2. Doel**

Dit protocol beschrijft de milieukundige processturing, waarbij HXRF spectrometers worden ingezet, tijdens de sanering van landbodems die als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen zijn verontreinigd met zware metalen.

Het protocol is geschreven met als doel de kwaliteit van de werkzaamheden en metingen (hierna: analyseresultaten) uitgevoerd met HXRF spectrometers te waarborgen en vult het vigerende VKB-protocol 6001 op de volgende hoofdpunten aan:

1. Monsterneming grond (paragraaf 6.3): omdat de analyseresultaten direct beschikbaar zijn, kan het saneringsproces direct en continu worden bijgestuurd. Het saneringsproces wordt bepaald/aangepast op basis van de HXRF analyseresultaten van de tussentijdse controlemonsters van putbodem en -wanden.
2. Milieukundige verificatie (paragraaf 4.2): omdat de analyseresultaten direct beschikbaar zijn, is het niet noodzakelijk om de tussentijdse controlemonsters van putbodem en -wanden door een laboratorium te laten analyseren. Ten behoeve van de milieukundige verificatie worden de eindmonsters van putbodem en -wanden door een geaccrediteerd laboratorium geanalyseerd conform de geldende voorschriften (AS3000) en normen.

Met dit protocol beschikt een bevoegd gezag Wet bodembescherming (Wbb) over een kwaliteitsnorm ten aanzien van de aan te leveren informatie die is verkregen met HXRF spectrometers. Voor de bij de uitvoering en advisering betrokken partijen vormt dit protocol een instrument om invulling te geven aan de door het betreffende bevoegd gezag Wbb gewenste informatiekwiteit.

### 3. Afbakening

De milieukundige begeleiding (milieukundige processturing en verificatie) van de sanering van landbodems verontreinigd met zware metalen als gevolg van de voormalige zinkverwerkende industrie in de Kempen dient te voldoen aan de eisen zoals gesteld in het vigerende VKB-protocol 6001. Tenzij anders vermeld in dit protocol, zijn de eisen zoals gesteld in het vigerende VKB-protocol 6001 maatgevend. In onderhavig protocol worden alleen de aanpassingen aan en de toevoegingen op het vigerende VKB-protocol 6001 beschreven.

Zo blijven de 'Definities en Principe' (hoofdstuk 2), de 'Plaats van het Protocol in het Kwaliteits-systeem' (hoofdstuk 3) en de 'Verantwoordelijkheden' (hoofdstuk 4) uit het vigerende VKB-protocol 6001 ongewijzigd. De hoofdstukken 5, 6, 7 en 8 uit het vigerende VKB-protocol 6001 zijn echter gewijzigd en/of aangevuld.

### 4. Apparatuur en hulpmiddelen

In het vigerende VKB-protocol 6001 zijn algemene eisen opgenomen voor de kwaliteitsborging van materialen die niet in het vigerende VKB-protocol 6001 worden genoemd. Dit geldt met name voor de apparatuur ten behoeve van het uitvoeren van on-site metingen. Deze algemene eisen worden hieronder beschreven en aangevuld met relevante informatie ten aanzien van HXRF spectrometers.

#### Algemene eisen (meet)apparatuur

- De apparatuur moet adequaat zijn voor het beoogde doel. Hiermee wordt bedoeld dat de geschiktheid van de apparatuur ten aanzien van het doel moet kunnen worden aangetoond. Uit onderzoek dat ABdK heeft laten verrichten, blijkt dat HXRF spectrometers (die voldoen aan de gestelde prestatiekenmerken) geschikt zijn voor het bepalen van de voortgang en strategie van saneringen (milieukundige processturing) van landbodems verontreinigd met zware metalen als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen [1,2].
- De gebruiksmethode en het werkingsprincipe van de apparatuur moet bij de milieukundig begeleider bekend zijn. Algemene informatie over de gebruiksmethode en het werkingsprincipe is vermeld in de handleidingen van de fabrikanten die HXRF spectrometers produceren. Specifieke informatie over de gebruiksmethode en het werkingsprincipe voor de analyse van grondmonsters verontreinigd met zware metalen als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen, is beschreven in de praktijkrichtlijn 'Meten van Zn, Pb, Cu en As gehalten in bodems verontreinigd met zinkassen met behulp van 'handheld' röntgen fluorescentie spectrometrie', versie 4, d.d. maart 2008. Hierna te noemen: praktijkrichtlijn ABdK-HXRF;
- De meetgrenzen c.q. het -bereik van de apparatuur moeten bij de milieukundig begeleider bekend zijn. In de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF zijn eisen, waaronder de meetgrenzen en het -bereik, opgenomen waaraan HXRF spectrometers dienen te voldoen om ze toe te passen bij het analyseren van grondmonsters welke verontreinigd zijn met zware metalen (Zn-, Pb, Cu en As-gehalten) als gevolg van de (voormalige) aanwezigheid van zinkassen.

### Onderhoudseisen

- Er moet regelmatig onderhoud aan de meetapparatuur worden uitgevoerd, minimaal conform de eisen van de fabrikant. Van de apparatuur moet een logboek aanwezig zijn, waarin de frequentie van het onderhoud is vastgelegd, alsmede welk onderhoud op welk moment is uitgevoerd. Standaard hebben HXRF spectrometers geen service-onderhoud. Het enige onderhoud dat dient plaats te vinden is het vervangen van het venster. Indien wordt geconstateerd dat het venster beschadigd is, dient dit vervangen te worden. Dit onderhoud kan door de gebruiker worden uitgevoerd. HXRF meetapparatuur wordt bij de fabrikant ter controle en / of reparatie aangeboden op het moment dat er technische gebreken worden geconstateerd (bijvoorbeeld op basis van de resultaten van de kwaliteitscontrole zoals beschreven in de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF);
- Er moet zijn geadmistreerd hoe het onderhoud van apparatuur is geregeld en wie hiervoor verantwoordelijk is. Dit geldt ook voor het gebruik van HXRF spectrometers.

### In geval van te ijken apparatuur

- Er moet een ijkprogramma zijn; HXRF spectrometers worden door de fabrikant éénmalig geijkt (lees: gekalibreerd). De gebruiker dient vervolgens conform de richtlijnen van de fabrikant periodiek een energiekalibratie uit te voeren;
- Duidelijk moet zijn onder welke omstandigheden ijking van de apparatuur noodzakelijk is (m.a.w. wanneer de apparatuur onbetrouwbare resultaten geeft). In de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF zijn richtlijnen voor de kwaliteitscontrole opgenomen. Als uit de metingen tijdens kwaliteitscontrole blijkt dat het HXRF meetinstrument niet naar behoren functioneert (onbetrouwbare resultaten geeft), dan is het noodzakelijk om het meetinstrument opnieuw te ijken (lees: kalibreren). Dit dient uitgevoerd te worden door de fabrikant;
- De tijdens de uitvoering van de metingen te verrichten ijkingen, moeten bij de meetgegevens worden geadmistreerd (analoog dan wel digitaal aanwezig in het veld). Tijdens de praktijkmetingen worden behalve de energiekalibratie, geen ijkingen verricht. Er worden echter wel kwaliteitscontroles verricht. Het is verplicht te administreren of een energiekalibratie is uitgevoerd en om de resultaten ervan te administreren. Daarnaast is het verplicht de resultaten van de kwaliteitscontroles te rapporteren conform de richtlijnen in praktijkrichtlijn ABdK-HXRF.

## 5. Werkwijze milieukundige processturing met HXRF

De werkwijze van milieukundige processturing dient uitgevoerd te worden conform het vigerende VKB-protocol 6001. De onderstaande aanvullingen hierop zijn van toepassing indien (tussen)metingen worden verricht met een HXRF spectrometer.

### Monsterneming grond

De monsterneming dient uitgevoerd te worden volgens het vigerende VKB-protocol 2001 en de beschrijving moet voldoen aan de registratie-eisen in hoofdstuk 8 van het vigerende VKB-protocol 6001. Voor HXRF metingen is het van groot belang dat er gebruik wordt gemaakt van een homogeen grondmonster. Het grondmonster dient daarom voorbehandeld te worden conform de richtlijnen zoals vermeld in de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF.

De te analyseren parameters met de HXRF spectrometer zijn Zn, Pb, Cu en As. De aantoonbaarheids grenzen van HXRF spectrometers voor Cd zijn te hoog voor toetsingsdoeleinden in het kader van de Wet Bodembescherming en / of het Besluit bodemkwaliteit. De set parameters kan eventueel uitgebreid worden met andere parameters.

## Tussenbemonstering en HXRF analyse van tussenmonsters putbodem en –wanden

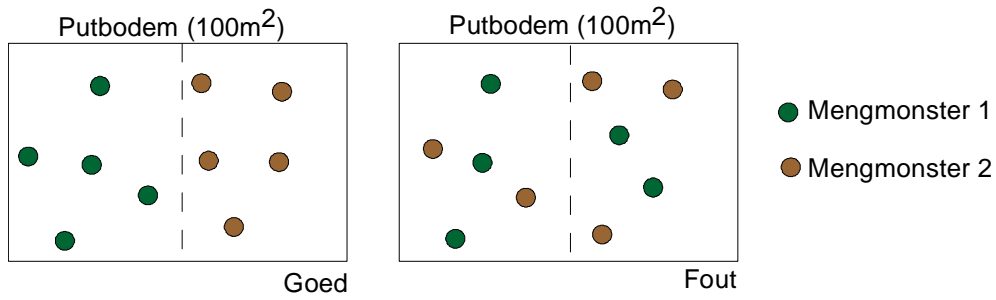
In het vigerende VKB-protocol 6001 worden geen methodieken voorgeschreven voor tussenbemonsteringen van grondverontreinigingen. Het wordt aan de milieukundige begeleider en / of directievoerder vrijgelaten om een praktische werkwijze te kiezen. Deze werkwijze moet wel in het evaluatieverslag worden beschreven. Als toelichting hierop wordt gesteld dat 'Indien wordt gekozen voor monsterneming analoog aan het eindbemonsteringsprotocol, paragraaf 7.1.1 (VKB-protocol 6001), dan is de kans op afwijkingen tussen het resultaat van tussen- en de eindbemonstering het kleinst.

In dit protocol wordt wel een minimaal vereiste methodiek voorgeschreven. Met HXRF spectrometers is het namelijk mogelijk om on-site snel (binnen enkele minuten) grondmonsters te analyseren. Hierdoor kunnen (resterende) verontreinigingen in de putbodem en /of -wanden nauwkeuriger wordt gelokaliseerd, waardoor het mogelijk is om de verontreinigen middels ontgraving te verwijderen terwijl sprake is van minder grondverzet.

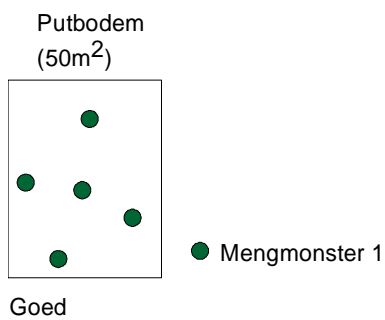
De genoemde stappen in tabel 1 (putbodem) en 2 (putwand) dienen doorlopen te worden.

**Tabel 1: Stappenplan voor tussenbemonstering en HXRF analyse putbodem**

Stappen	Vragen	Antwoorden en vervolgstappen
Stap 0 Visuele inspectie	Zijn zinkassen visueel waarneembaar?	<ul style="list-style-type: none"><li>• Nee, ga naar stap 2;</li><li>• Ja, ga naar stap 1.</li></ul>
Stap 1	Visueel zinkassen aanwezig/ grondverontreiniging bekend	Verwijderen visueel waar te nemen zinkassen(houdende grond), vervolgens stap 2.
<b>Geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig</b>		
Stap 2 Monstername (minimale eis)	Hoeveel monsters moeten worden genomen?	<ul style="list-style-type: none"><li>• Per 100 m<sup>2</sup> ontgravingsoppervlak, minimaal 10 gutschteken;</li><li>• Indien het oppervlak kleiner is dan 100 m<sup>2</sup> dan is het aantal steken proportioneel kleiner met het oppervlak, met een minimum van 5 gutschteken.</li></ul>
Stap 3 Mengmonsters maken	Hoeveel mengmonsters moeten worden gemaakt?	<ul style="list-style-type: none"><li>• Bij 6 of meer gutschteken, afhankelijk van het ontgravingsoppervlak (stap 2), dienen minimaal twee mengmonsters van aangrenzende gutschteken te worden gemaakt (zie figuur 1A);</li><li>• Indien het aantal gutschteken op basis van het oppervlak kleiner is dan 6, kan worden volstaan met het samenstellen van 1 mengmonster (zie figuur 1B).</li></ul>
Stap 4 HXRF analyse	Welke monsters moeten worden geanalyseerd?	<ul style="list-style-type: none"><li>• Alle mengmonsters analyseren volgens de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF;</li><li>• Het is toegestaan om grondmonsters uit individuele gutschteken te analyseren en te gebruiken voor de processturing van de sanering (volgens praktijkrichtlijn ABdK-HXRF).</li></ul>
Stap 5 Interpretatie	Hoe worden de meetresultaten geïnterpreteerd?	<ul style="list-style-type: none"><li>• Als alle metaalgehalten in een mengmonster kleiner zijn dan de terugsaneerwaarden, dan hoeft de bodem van het putbodem oppervlak waar het mengmonster betrekking op heeft niet verder ontgraven te worden en volgt de eindbemonstering;</li><li>• Als één of meer metaalgehalten in een mengmonster groter zijn dan de terugsaneerwaarden, dan wordt het putbodem oppervlak waar het mengmonster betrekking op heeft verder ontgraven en opnieuw het stappenplan in deze tabel doorlopen.</li></ul>



**Figuur 1A.** Voorbeeld bemonsteringsstrategie putbodem (100 m<sup>2</sup>) waarin geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig zijn. Links: goede monsternamen. Rechts: foute monsternamen.



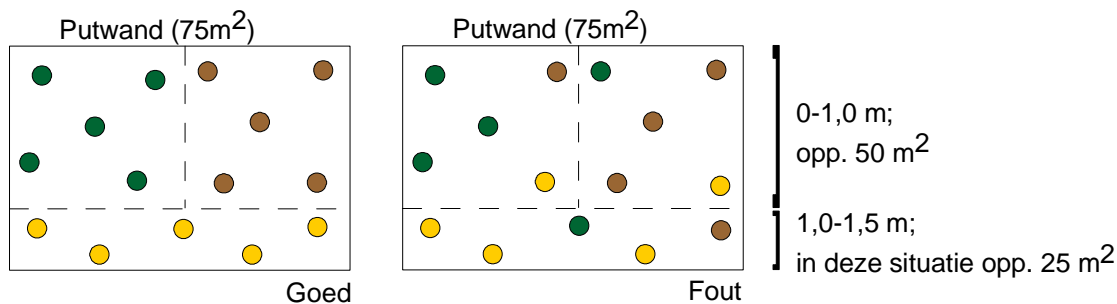
**Figuur 1B.** Voorbeeld bemonsteringsstrategie putbodem (50 m<sup>2</sup>) waarin geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig zijn.

**Tabel 2: Stappenplan voor tussenbemonstering en HXRF analyse putwand**

Stappen	Vragen	Antwoorden en vervolgstappen
Stap 0 Visuele inspectie	Zijn zinkassen visueel waarneembaar?	<ul style="list-style-type: none"> <li>Nee, ga naar stap 2;</li> <li>Ja, ga naar stap 1.</li> </ul>
Stap 1	Visueel zinkassen aanwezig/ grondverontreiniging bekend	Verwijderen visueel waar te nemen zinkassen(houdende grond), vervolgens stap 2.
<b>Geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig</b>		
Stap 2 Monstername (minimale eis)	Hoeveel monsters moeten worden genomen?	<ul style="list-style-type: none"> <li>Per 50 m<sup>2</sup> ontgravingsoppervlak met maximale verticale laagdikte 1 m, minimaal 10 gutssteken;</li> <li>Indien het oppervlak kleiner is dan 50 m<sup>2</sup> dan is het aantal steken proportioneel kleiner met het oppervlak, met een minimum van 5 gutssteken;</li> <li>Bemonstering per te onderscheiden bodemtextuur.</li> </ul>
Stap 3 Mengmonsters maken	Hoeveel mengmonsters moeten worden gemaakt?	<ul style="list-style-type: none"> <li>Bij 6 of meer gutssteken, afhankelijk van het ontgravingsoppervlak (stap 2), dienen minimaal twee mengmonsters van aangrenzende gutssteken te worden gemaakt (zie figuur 2A);</li> <li>Indien het aantal gutssteken op basis van het oppervlak kleiner is dan 6, kan worden volstaan met het samenstellen van 1 mengmonster (zie figuur 2b).</li> </ul>
Stap 4 HXRF analyse	Welke monsters moeten worden geanalyseerd?	<ul style="list-style-type: none"> <li>Alle mengmonsters analyseren volgens de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF;</li> <li>Het is toegestaan om grondmonsters uit individuele gutssteken te analyseren en te gebruiken voor de processturing van de sanering (volgens praktijkrichtlijn ABdK-HXRF).</li> </ul>
Stap 5 Interpretatie	Hoe worden de meetresultaten geïnterpreteerd?	<ul style="list-style-type: none"> <li>Als alle metaalgehalten in een mengmonster kleiner zijn dan de terugsaneerwaarden, dan hoeft de bodem van het putwand oppervlak waar het mengmonster betrekking op heeft niet verder ontgraven te worden en volgt de eindbemonstering;</li> <li>Als één of meer metaalgehalten in een mengmonster groter zijn dan de terugsaneerwaarden, dan wordt het putwand oppervlak waar het mengmonster betrekking op heeft verder ontgraven en opnieuw het stappenplan in deze tabel doorlopen.</li> </ul>

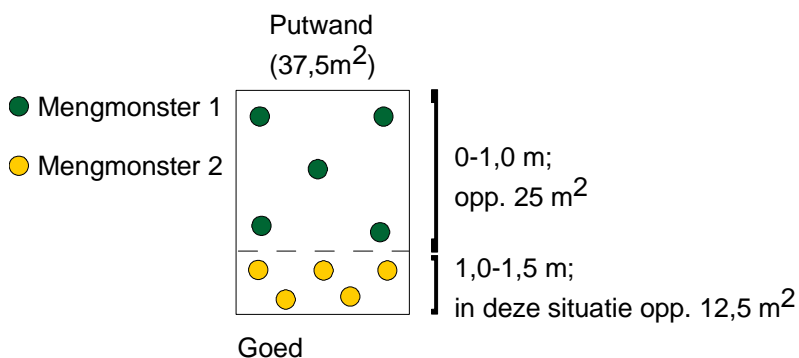
Toelichting bij tabel 1 en 2:

- Metaalgehalten: gehalten zink, lood, koper en arseen;
- Een gutssteek staat voor een hoeveelheid grond die op één plaats verzameld wordt met een geschikte boortechniek, en die afkomstig is uit de laag van 0,1-0,3 meter onder / achter het ontgraven oppervlak;
- Grondmonster staat voor een hoeveelheid grond, al dan niet samengesteld uit meerdere steken, die wordt geanalyseerd.
- De in tabel 1 en 2 genoemde aantallen betreffen minimumwaarden. Het is toegestaan om meer gutssteken per putbodemen / of putwand oppervlak uit te voeren. Daarnaast is het toegestaan om alle grondmonsters uit de individuele steken separaat te analyseren met een HXRF spectrometer. De in tabel 1 en 2 genoemde oppervlakten van putbodems en -wanden betreffen maximum waarden. Uit oogpunt van nauwkeurigheid van de bodemsanering is het aan te bevelen kleinere eenheden te hanteren. Voor heterogene verontreinigingen in de toplaag, die zintuiglijk niet goed waarneembaar zijn, wordt met laagdikten van maximaal 0,3 meter gewerkt. Hiermee wordt voorkomen dat bij analysesresultaten die de saneringsdoelstelling overschrijden te grote hoeveelheden grond ontgraven worden, terwijl de daadwerkelijke verontreiniging aanwezig is in een beperkt deel van de putbodemen en / of -wand;
- Bij de bemonstering van putbodemen en / of -wanden mogen grondmonsters met een afwijkende bodemtextuur of verontreinigingsgraad niet met elkaar worden gemengd. In dat geval moeten extra monsternemingsvakken worden gedefinieerd. Bij bodemtextuur hoeft alleen onderscheid te worden gemaakt op basis van hoofdgroepen (zand, klei, leem en veen). Bij de verontreinigingsgraad hoeft alleen onderscheid te worden gemaakt op basis van de aanwezigheid van visueel waarneembare zinkassen, de mate van bijmenging is daarbij niet essentieel.



- Mengmonster 1
- Mengmonster 2
- Mengmonster 3

**Figuur 2A.** Voorbeeld bemonsteringsstrategie putwand (75 m<sup>2</sup>) waarin geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig zijn. Links: goede monsternamen. Rechts: foute monsternamen.



**Figuur 2B.** Voorbeeld bemonsteringsstrategie putwand (37,5 m<sup>2</sup>) waarin geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig zijn.

### Eindbemonstering putbodem en -wanden

Een tussenbemonstering kan alleen gebruikt worden als eindbemonstering indien deze voldoet aan alle eisen voor eindbemonstering in hoofdstuk 7 van het vigerende VKB-protocol 6001 en verricht is door een partij die voldoet aan de eisen in BRL SIKB 6000 ten aanzien van milieukundige verificatie. De eindmonsters dienen ter chemische analyse op tenminste Zn, Pb, Cu, As en Cd aan een daartoe geaccrediteerd laboratorium aangeboden te worden.

Een voorbeeld: Bij de tussenbemonstering van een putbodem (100 m<sup>2</sup>), waarin geen visueel waarneembare zinkassen aanwezig zijn, zijn 10 gutsstekes uitgevoerd. Van de hierbij verzamelde grond zijn 2 mengmonsters samengesteld. De Zn-, Pb-, Cu- en As-gehalten van de betreffende grondmengmonsters zijn bepaald met een HXRF spectrometer conform praktijkrichtlijn ABdK-HXRF.

Als uit de HXRF analyse blijkt dat de saneringsdoelstelling niet overschreden wordt, dan mogen deze grondmengmonsters gebruikt worden ten behoeve van de eindbemonstering. Om aan het vigerende VKB-protocol 6001 te voldoen moeten de grondmengmonsters worden samengevoegd en als 1



grondmengmonster aan een geaccrediteerd laboratorium worden aangeboden ter chemische analyse op tenminste Zn, Pb, Cu, As en Cd.

De monsters die ter analyse naar het geaccrediteerde laboratorium worden gestuurd dienen conform het vigerende VKB-protocol 6001 gecodeerd (identificatie), opgeslagen en overgedragen te worden aan het geaccrediteerde laboratorium.

## 6. Evaluatieverslag

Het evaluatieverslag dient te voldoen aan de eisen zoals gesteld in het vigerende VKB-protocol 6001, aangevuld met de onderstaande informatie.

De volgende gegevens dienen toegevoegd te worden aan het evaluatieverslag:

- Rapportage van de HXRF analyseresultaten van de tussen- en eindbemonsteringen van putbodem en -wanden. De rapportage dient te voldoen aan de eisen zoals gesteld in de praktijkrichtlijn ABdK-HXRF;
- De prestatiekenmerken van de gebruikte HXRF spectrometers (zie praktijkrichtlijn ABdK-HXRF) hoeven niet gerapporteerd te worden, maar dienen op aanvraag te allen tijden aan ABdK overlegd te kunnen worden;
- Tabel met toetsing HXRF analyseresultaten aan de achtergrond- en interventiewaarden en de lokale maximale waarden voor de gebruiksfuncties Wonen met (sier)tuin (ST-waarden) en Wonen met moestuin (MT-waarden) binnen het projectgebied De Kempen [3];
- Interpretatie van de HXRF analyseresultaten.

## 7. Referenties

[1] GeoConnect (2007). Proefproject: Onderzoek naar de mogelijkheid om Zn gehalten te meten met behulp van Röntgen Fluorescentie in met Zn verontreinigde bodems in De Kempen. GeoConnect rapport GC 02-2006, 72 pp;

[2] GeoConnect (2007). De inzet van Röntgen Fluorescentie om on-site Zn, Pb, Cu en As gehalten te meten in bodemmonsters verontreinigd met zinkassen. Een vergelijkingsonderzoek. GeoConnect rapport GC 09-2007, 92 pp.

[3] Wijziging Regeling uniforme saneringen (2008). Staatscourant 29 augustus 2008, nr.167/pag.28.