

**Methode evaluerend ringonderzoek ten behoeve van
de zuiverings- en verontreinigingsheffing
(Rapport RWS RO710)**

Verslag begeleidingscommissie

Begeleidingscommissie

December 2022

Woord vooraf

Met de voorliggende rapportage brengt de begeleidingscommissie verslag uit van het methode evaluerend ringonderzoek RWS RO710 (hierna: “het ringonderzoek”). Het ringonderzoek vond in juni 2022 plaats in opdracht van het ministerie van Infrastructuur en Waterstaat en is uitgevoerd door Rijkswaterstaat. In het verslag wordt ingegaan op de aanloop naar, de uitvoering van en de belangrijkste conclusies en aanbevelingen die getrokken zijn uit het ringonderzoek.

Het ringonderzoek is van belang om te onderzoeken of de voorgestelde nieuwe heffingsparameters in de zuiverings- en verontreinigingsheffing op betrouwbare wijze kunnen worden vastgesteld. In dit verslag wordt dit belang en de directe aanleiding voor het onderzoek nader beschreven in hoofdstuk 1. In hoofdstuk 2 wordt het doel van het ringonderzoek beschreven.

In hoofdstuk 3 tot en met 5 worden een aantal keuzes voor de opzet van het ringonderzoek beschreven. Het gaat daarbij om de toegepaste methoden, de selectie van afvalwatermonsters en de deelnemende laboratoria.

In hoofdstuk 6 worden de resultaten van het onderzoek besproken. In hoofdstuk 7 worden de conclusies en aanbevelingen gedaan op basis van het ringonderzoek.

De begeleidingscommissie dankt het ministerie voor het in haar gestelde vertrouwen en biedt hierbij haar verslag aan.

De Begeleidingscommissie

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Ministerie van Infrastructuur en Waterstaat

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Unie van Waterschappen

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Advies Water

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Rijkswaterstaat

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Rijkswaterstaat

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Stichting Waterproef, ILOW, Bescherming persoonlijke levenssfeer

Bescherming persoonlijke levenssfeer – Eurofins Analytico BV, Bescherming persoonlijke levenssfeer

Inhoudsopgave

Woord vooraf.....	1
Inhoudsopgave.....	2
1. Aanleiding voor het ringonderzoek	3
2. Doel van de opdracht.....	5
3. Toegepaste methoden	6
3.1 Toegepaste analysemethoden.....	6
3.2 Toegepaste statistische methoden.....	7
4. Selectie afvalwatermonsters.....	8
5. Keuze laboratoria	9
6. Bespreking van de resultaten	10
6.1 Resultaten uit het ringonderzoek	10
6.2 Precisie van TOC, TN _b en TON analyse.....	11
6.3 Juistheid evaluerend onderzoek	11
6.4 Vergelijking tussen CZV en TOC	12
6.5 Vergelijking tussen N-Kj en TN _b -TON	12
6.6 Invloed van zwevende stof	12
6.7 Prestatie evaluatie laboratoria	12
6.8 Homogeniteitsonderzoek	13
7. Conclusies en aanbevelingen	14
7.1 Conclusies	14
7.2 Aanbevelingen	14
Bijlage A: Opdrachtomschrijving ringonderzoek TOC en TN _b ten behoeve van de zuiverings- en verontreinigingsheffing.....	15

1. Aanleiding voor het ringonderzoek

De hoogte van de zuiverings- en verontreinigingsheffing is gerelateerd aan de hoeveelheid en de hoedanigheid van de stoffen in het afvalwater dat wordt geloosd. Dit wordt de vervuilingswaarde genoemd. Voor de heffing wordt de vervuilingswaarde uitgedrukt in vervuilingseenheden. De vervuilingseenheden brengen het zuurstofverbruik en gewichten van zouten en metalen tot uitdrukking. Om het zuurstofverbruik in vervuilingseenheden uit te drukken, wordt de volgende formule gebruikt:

$$\text{Vervuilingswaarde (aantal v.e.)} = \frac{Q \times (\text{CZV} + 4,57 \times \text{N-Kj})}{150}$$

150

Hierin zijn:

v.e. : vervuilingseenheden

Q : afvalwaterhoeveelheid (m³/d)

CZV: chemisch zuurstofverbruik (mg/l)

N-Kj: stikstof-Kjeldahl (mg/l)

De CZV en N-Kj worden door middel van laboratoriumonderzoek bepaald. Hierbij worden stoffen gebruikt die belastend zijn voor mens en milieu. Om deze vervuiling terug te dringen ligt er druk op om het gebruik van deze stoffen te stoppen door andere parameters voor te schrijven.

De waterschappen hebben hiervoor, als onderdeel van een breder belastingtraject, een voorstel ontwikkeld. De Ledenvergadering van de Unie van Waterschappen heeft op 11 december 2020 een definitief voorstel voor de aanpassing van hun belastingstelsel vastgesteld. Dit voorstel ligt nu bij het ministerie van IenW om opgenomen te worden in wetgeving.

Het is niet mogelijk om het gebruik van de mens- en milieubelastende stoffen te vermijden bij het vaststellen van CZV en N-Kj. Daarom is gezocht naar een alternatief voor deze parameters om toch de vervuilingswaarde van afvalwater vast te kunnen stellen. Daarbij is gekeken naar de meest logische alternatieven voor CZV en N-Kj. Er wordt voorgesteld om de (standaard)parameters ter bepaling van het zuurstofverbruik te wijzigen in de volgende parameters:

- CZV (Chemisch Zuurstof Verbruik) wordt TOC (Totaal Organisch Koolstof (C));¹ en
- N-Kj (Stikstof Kjeldahl) wordt TN_b (Totaal gebonden stikstof) met een correctie voor TON (Totaal geOxideerde stikstof(N)): som van nitriet en nitraat uitgedrukt als stikstof(N))

De aangepaste formule voor de bepaling van de zuurstofvraag wordt daarmee:

$$\text{Vervuilingswaarde (aantal v.e.)} = \frac{Q \times (3 \times \text{TOC} + 4,57 \times (\text{TN}_b - \text{TON}))}{150}$$

150

¹ Waarbij een verhouding (omrekenfactor) tussen CZV en TOC van 3 wordt aangehouden en in een afwijkmogelijkheid wordt voorzien.

Hierin zijn:

- v.e. : vervuilingseenheden
- Q : afvalwaterhoeveelheid (m³/d)
- TOC : totaal organische koolstof (mg/l)
- TN_b: totaalgebonden stikstof (mg/l)
- TON: NO₂: nitriet-stikstof (mg/l) + NO₃: nitraat-stikstof (mg/l)

Met de genoemde (nieuwe) parameters wordt een deel van de grondslag voor de zuiverings- en verontreinigingsheffing bepaald. Bij belastingen is het vanwege de financiële consequenties, zowel voor belastingplichtigen als voor het waterschap van belang dat de grondslag op voorspelbare en betrouwbare wijze tot stand komt. Alleen dan zal er voldoende draagvlak voor een heffing zijn. Het is daarom essentieel dat deze parameters uniform en gestandaardiseerd worden bepaald en dat deze bepaling in de verschillende laboratoria tot vergelijkbare resultaten leidt, die een betrouwbare weergave geeft van de concentraties in het afvalwater.

2. Doel van de opdracht

Het uitvoeren van een methode en prestatie evaluerend ringonderzoek voor de parameters (TOC, TN_b en TON) bij commerciële-, waterschaps- en WVL-laboratoria om na te gaan of:

- de analyse bij laboratoria leidt tot gelijkwaardige uitkomsten van TOC, TN_b en TON (reproduceerbaarheid) ;
- indien er sprake is van afwijkingen in de metingen, bepalen of deze aanvaardbaar zijn (betrouwbaarheid);

Indien de verschillen onaanvaardbaar zijn aanbevelingen te doen om voor elk van de voorgestelde parameters te komen tot een methode die tot een betrouwbare weergave van de concentraties in het afvalwater leidt.

Daarnaast dient inzichtelijk gemaakt te worden hoe de uitkomsten van de analyse van de parameters TOC, TN_b en TON zich verhouden ten opzichte van de parameters CZV, N-Kj, en zwevende stof.

Een nadere uitwerking is opgenomen in de opdrachtomschrijving (**bijlage A**)

3. Toegepaste methoden

3.1 Toegepaste analysemethoden

De voorgeschreven analysemethoden voor dit ringonderzoek zijn beschreven in tabel 1. Dit zijn tevens de methoden die in de zuiverings- en verontreinigingsheffing gaan gelden voor het bepalen van de zuurstofvraag.

Tabel 1: voorgeschreven analysemethoden

Parameter/stof	Ontsluiting volgens normblad	Meting volgens normblad	Aantoonbaarheidsgrens
Totaal organisch koolstof (TOC) ¹	NEN-EN-ISO 20236 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN-ISO 20236 ⁴	1 mg/l
Totaal gebonden stikstof (TN _b) ²	NEN-EN-ISO 20236 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN-ISO 20236 ⁴	1 mg/l
	NEN-EN 12260:2003 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN 12260:2003 ⁴	1 mg/l
Nitriet- en nitraatstikstof (TON)		NEN-EN-ISO 13395; of NEN-ISO 15923-1	0,1 mg/l
(TN _b – TON) van formule: Totaal gebonden stikstof (TN _b) ² minus nitriet- en nitraatstikstof (TON) .	NEN 6645 ⁵	NEN-ISO 15923-1 NEN 6646+C1:2015	1 mg/l

¹ Over het algemeen omvat TOC organische verbindingen in water of gesuspendeerd materiaal die niet kunnen worden uitgeblazen (purgeerbaar) onder de omstandigheden van deze norm, ook wel bekend als niet-purgeerbare organische koolstof (NPOC).

² Hiermee wordt bedoeld Totaal gebonden Stikstof (TN_b) in de vorm organische- en anorganische stikstofverbindingen die onder de beschreven omstandigheden van de norm bepaald kunnen worden.

³ Vóór dat de analyse voor TOC en TN_b uitgevoerd kan worden, dient het geconserveerde monster zodanig voorbereid te worden dat de deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm.

⁴ Bij de analyse van TOC en TN_b is de inwendige diameter van de naald en slangen voor de doorvoer van het monster in het analyseapparaat minimaal 0,8 mm.

⁵ Bij de bepaling volgens NEN 6645/NEN 6646+C1 of NEN-ISO 15923-1 wordt TON niet meebepaald. De correctie voor TON komt daardoor te vervallen.

Ter toelichting op tabel 1 het volgende:

Het principe van de methode voor TOC en TN_b is als volgt omschreven: bepaling van totale organische koolstof (TOC) en totaal gebonden stikstof (TN_b) na katalytische oxidatieve verbranding bij hoge temperatuur uitgevoerd in aangezuurde monsters. De huidige methoden voor CZV en N-Kj gaan ook uit van een aangezuurd laboratorium monster.

De aangegeven methoden zijn voor de TOC en TN_b bepaling volgens NEN-EN-ISO 20236 die zowel TOC als TN_b beschrijft. Daarnaast kon specifiek voor TN_b verwezen worden naar de NEN-EN 12260:2003 die dezelfde methode beschrijft als in NEN-EN-ISO 20236. De NEN-EN 12260:2003 is inmiddels ingetrokken en vervangen door NEN-EN-ISO 20236.

Naast de voorgeschreven methode voor TOC wordt in de rapportage ook de NEN-EN 1484 uit 1997 als toegepaste methode genoemd. Deze norm beschrijft verschillende wijzen van uitvoering van de TOC methode waaronder de beoogde katalytische oxidatieve verbranding bij hoge temperatuur. Ondanks dat de normverwijzing verschilt wordt eenzelfde methode beschreven en worden dezelfde instrumenten gebruikt. Hiermee wordt voldaan aan de eisen voor deelname.

Voor aanvang van de analyse dient het monster op een zodanige wijze te worden voorbehandeld dat de deeltjes kleiner dan 0,5 mm zijn. Deze deeltjesgrootte is noodzakelijk om de doorstroming door het meetsysteem te garanderen zonder discriminatie van de onopgeloste deeltjes.

Voor de bepaling van de TON zijn de normen NEN-EN-ISO 13395 of NEN-ISO 15923-1 voorgeschreven.

3.2 Toegepaste statistische methoden

Verwerking van de resultaten heeft plaats gevonden op basis van zgn. robuuste statistiek toegepast op geaccepteerde data volgens ISO 13528:2015. Resultaten onder de bepalingsgrens zijn niet meegenomen. Bij de robuuste statistiek wordt de invloed van uitbijters door het toepassen van statistische regels geminimaliseerd zonder volledige verwerping van datapunten. Er is getracht een zo groot mogelijke dataset te verkrijgen om een zo betrouwbaar mogelijke uitkomst te verkrijgen. De toegepaste verwerkingssoftware gaat uit van minimaal vijf en bij voorkeur negen datapunten. Dit is een algemeen toegepaste methode voor verwerking van ringonderzoek data. Zie rapport R0710 voor verdere toelichting over de statistiek. In dit rapport worden de statistische kenmerken gemiddelde (\bar{x}), standaarddeviatie (s) en variatiecoëfficiënt ($VC_R\%$) gebruikt.

Voor de beoordeling van de geschiktheid van de analysemethoden wordt gekeken naar de prestatiekenmerken (relatieve) spreiding en juistheid waarbij de nieuwe parameters met de huidige parameters worden vergeleken.

4. Selectie afvalwatermonsters

Bij de selectie van de afvalwatermonsters is gekozen om het onderzoek te richten op soorten afvalwater die binnen de zuiverings- en verontreinigingsheffing veelvuldig worden geanalyseerd en een goede afspiegeling vormen van het geloosde afvalwater:

- Influent en effluent van een rioolwaterzuiveringsinrichting (rwzi)
- bedrijfsafvalwater
- Onafhankelijk bereid controlemonster

De wijze van selectie van de monsters is door RWS i.o.m. de begeleidingscommissie uitgevoerd waarbij in samenwerking met de branchevertegenwoordigers gericht is gezocht naar bedrijven uit de aangegeven categorieën drankenindustrie, zuivelindustrie en slachterijen. Daarbij is vooral gezocht naar onbehandeld afvalwater (influent).

Om een inschatting van de (on)juistheid te verkrijgen is een kunstmatig monster bereid m.b.v. standaardstoffen (o.a. glycine en nitraat).

Om effecten van houdbaarheid en/of verliezen dan wel veranderingen in het monstermateriaal te minimaliseren is aan de laboratoria een vaste dag voor inzetten van de analyses voorgeschreven gekoppeld aan een rapportage tijd van vijf werkdagen.

Het rapport Project RO710 bevat een bredere beschrijving van de selectie, opwerking en handelingen van de monsters die rondgestuurd zijn naar de laboratoria.

Gelijktijdig met het onderzoek is een homogeniteitsonderzoek uitgevoerd ter bevestiging van de gekozen wijze van opwerking, verpakking en bewaarcondities.

5. Keuze laboratoria

Medio 2021 zijn zowel commerciële als waterschapslaboratoria benaderd. Twaalf laboratoria hebben laten weten dat zij beide voorgeschreven methoden voor TOC en TN_b operationeel hebben op afvalwatermonsters- of bezig zijn met validatie-. Deze twaalf laboratoria is vervolgens een vragenlijst over de door hun toegepaste methode en apparatuur toegestuurd om te kunnen beoordelen of deze in overeenstemming is met de voorkeursmethode en eisen aan de apparatuur (voornamelijk t.a.v. de toepassing van de hoge temperatuur verbranding en de minimale diameter van de onderdelen van de apparatuur).

In het voorjaar van 2022 bleken niet alle geselecteerde laboratoria in staat deel te nemen en is daarom ook aan leveranciers van apparatuur gevraagd om indien mogelijk deel te nemen aan dit onderzoek met de voorgeschreven apparatuur en methoden. Uiteindelijk hebben voor TOC en TN_b drie leveranciers en negen laboratoria deelgenomen, waarbij één laboratorium twee onafhankelijke datasets heeft aangeleverd.

6. Bespreking van de resultaten

6.1 Resultaten uit het ringonderzoek

Tabel 2 Resultaten ringonderzoek

Job	Parameter	n	Gemiddelde (mg/l)	st. dev. (mg/l)	VC _R % (%)
1	CZV	9	1143	67,8	5,9
2	TOC	13	445	21,6	4,9
3	N-Kj	8	137	2,6	1,9
4	TN _b	12	132	10,9	8,3
5	TON	3	-	-	-
6	TN _b - TON	7	121	21	17,4
7	ZS	8	70,6	8,3	11,8
8	CZV	9	1107	48,7	4,4
9	TOC	13	400	49,2	12,3
10	N-Kj	8	17,5	1,1	6,3
11	TN _b	12	17,6	1,4	7,9
12	TON	6	0,3	0,3	108,7
13	TN _b - TON	7	17,1	4,6	26,9
14	ZS	8	21,6	2,8	13,1
15	CZV	9	967	53,5	5,5
16	TOC	13	353	20,6	5,9
17	N-Kj	8	88,4	3,2	3,6
18	TN _b	12	84,5	6,8	8
19	TON	4	-	-	-
20	TN _b - TON	7	76,6	16,4	21,5
21	ZS	8	492	61,9	12,6

Job	Parameter	n	Gemiddelde (mg/l)	st. dev. (mg/l)	VC _R % (%)
22	CZV	9	607	44,9	7,4
23	TOC	13	198	13	6,6
24	N-Kj	8	78,3	2,9	3,7
25	TN _b	12	75,1	6,4	8,5
26	TON	6	0,2	0,2	115
27	TN _b - TON	7	70,3	10,2	14,5
28	ZS	8	184	15,5	8,4
29	CZV	9	28,3	3,9	13,8
30	TOC	13	10,2	1,2	12
31	N-Kj	8	1,4	0,1	10,4
32	TN _b	12	1,9	0,2	10,4
33	TON	8	0,5	0,1	18,4
34	TN _b - TON	7	1,3	0,2	19,4
35	ZS	8	4,9	0,9	18,7
36	CZV	9	137	23,7	17,3
37	TOC	13	78,1	3	3,8
38	N-Kj	8	46	5,9	12,9
39	TN _b	12	53,2	6,3	11,8
40	TON	9	12,4	0,4	3,1
41	TN _b - TON	7	40,7	5,2	12,8

In tabel 2 zijn de gemiddelde analyseresultaten uit het ringonderzoek weergegeven. De gegevens zijn per parameter en monster verwerkt in zogenoemde 'jobs'. De jobs zijn op de volgende manier te herleiden tot de onderzochte afvalwatermonsters:

- Afvalwater slachterij: jobs 1-7
- Afvalwater drankenindustrie: jobs 8-14
- Afvalwater zuivelindustrie: jobs 15-21
- Influent rwzi: jobs 22-28
- Effluent rwzi: jobs 29-35
- Controlemonster: jobs 36-41

Niet alle jobs bevatten dertien datapunten, omdat niet alle deelnemende laboratoria de verrichtingen CZV, N-Kj en TON operationeel hadden ten tijde van het onderzoek. Daarnaast zijn waarden beneden de bepalingsgrens buiten beschouwing gelaten. Dit laatste betrof met namen TON.

6.2 Precisie van TOC, TN_b en TON analyse

De precisie van de analysemethoden wordt afgeleid uit de spreiding rond de gemiddelde waarde van de resultaten. In tabel 3 wordt de spreiding vergeleken met de spreiding van de tot nu toe gebruikelijke parameters CZV en N-Kj.

Tabel 3. Beoordeling spreiding in de onderzochte afvalwatermonsters²

	laagste gemiddelde waarde (mg/l)	hoogste gemiddelde waarde [mg/L]	VC _R % (hoogste waarde) (%)
CZV	28	1143	14
TOC	10	445	12
Kj-N	1,4	137	10
TN _b	1,9	132	10

VC: variatiecoëfficiënt in % = standaarddeviatie/gemiddelde * 100%

Uit tabel 3 blijkt dat de variatiecoëfficiënten van TOC en TN_b in dezelfde orde van grootte liggen als de variatiecoëfficiënten van respectievelijk CZV en N-Kj. Hieruit kan worden geconcludeerd dat TOC en TN_b een vergelijkbare precisie geven als CZV en N-Kj.

Aangezien het nitriet- en nitraatgehalte in ruw afvalwater verwaarloosbaar is waren veel resultaten van TON zeer laag en vaak lager dan de bepalingsgrens. Dit verklaart de relatief grote spreiding van TON. In de standaardoplossing met een referentiewaarde van TON van 12 mg/l werd een lage variatiecoëfficiënt van 3,1 % gemeten. Hiermee is ook de precisie van de toegepaste TON-analyse aangetoond.

6.3 Juistheid evaluerend onderzoek

Om een indruk te krijgen van de juistheid is een standaardoplossing als testmonster meegezonden. De resultaten staan vermeld in tabel 1 bij de jobs 37-40. In tabel 4 worden deze resultaten vergeleken met de referentiewaarden van het standaardmonster.

Tabel 4. Terugvinding standaardoplossing

Job	Parameter	n	Gemiddelde (mg/l)	st. dev. (mg/l)	VC _R % (%)	Referentie (mg/l)	Terugvinding (%)
37	TOC	13	78,1	3,0	3,8	77,2	101
38	N-Kj	8	46,0	5,9	12,9	45,0	102
39	TN _b	12	53,2	6,3	11,8	57,0	93
40	TON	9	12,4	0,4	3,1	12,0	103

De toegevoegde gehalten worden over het algemeen goed teruggevonden.

Uit de tabel blijkt dat de terugvinding voor de onderzochte parameters ligt in de range van 93-103% hetgeen aanvaardbaar is. Nota bene: deze analysemethoden zijn in het kader van de zuiverings- en verontreinigingsheffing al geruime tijd toegelaten om de som van ammoniumstikstof en organisch gebonden stikstof te bepalen.

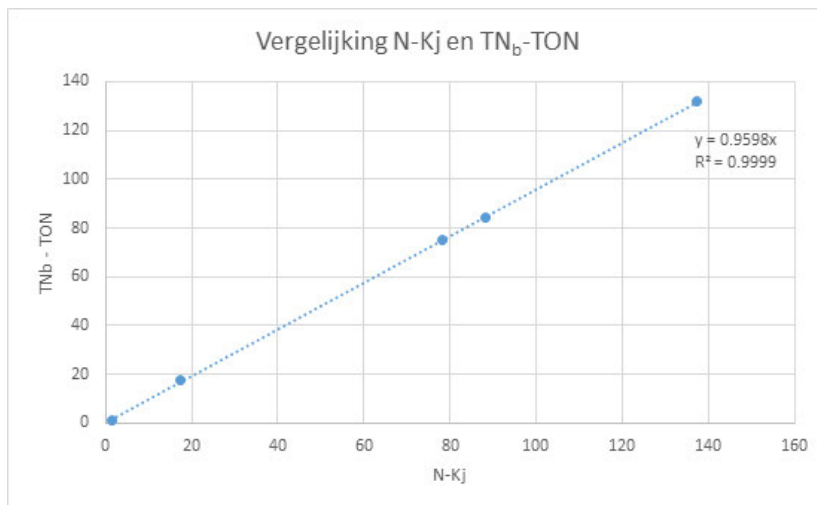
² Het controlemonster is hierin buiten beschouwing gelaten.

6.4 Vergelijking tussen CZV en TOC

Bij de voorgestelde aanpassing van de formule voor de berekening van de vervuilingswaarde is uitgegaan van een CZV/TOC-verhouding in huishoudelijk afvalwater = 3. De gemeten CZV/TOC-verhouding in het monster stedelijk afvalwater = 3,1 komt goed overeen met het eerder gekozen uitgangspunt. De gemeten CZV/TOC-verhoudingen in de onderzochte monsters bedrijfsafvalwater liggen in de eerder gehanteerde bandbreedte van 2,5-3,5.

6.5 Vergelijking tussen N-Kj en TN_b-TON

In de ruw afvalwatermonster werd geen aantoonbare hoeveelheid TON aangetoond. De waarde van de N-Kj is daarmee direct te vergelijken met de TN_b. Alleen bij het effluent RWZI wordt TON aangetoond. De meetresultaten zijn weergegeven in grafiek 1. Hieruit blijkt dat de resultaten van N-Kj en TN_b-TON vergelijkbaar zijn.



Grafiek 1. vergelijking N-Kj en TN_b-TON.

6.6 Invloed van zwevende stof

Voor aanvang van de analyse zijn de monsters op een zodanige wijze voorbehandeld dat de zwevende stof deeltjes kleiner dan 0,5 mm zijn. Deze deeltjesgrootte is noodzakelijk om de doorstroming door het meetsysteem te garanderen zonder discriminatie van de onopgeloste deeltjes.

Het monster met de hoogste waarde voor zwevende stof van 492 mg/l kent voor de parameters TOC en TN_b variatiecoëfficiënten in de range 5,9-8,0 %. Het monster met de laagste waarde voor zwevende stof van 5 mg/l heeft voor de parameters TOC en TN_b variatiecoëfficiënten in de range 10,4-12,0 %. Hieruit valt op te maken dat de zwevende stof niet leidt tot grotere onnauwkeurigheden in de analyses van TOC en TN_b. De gekozen voorbehandeling is derhalve afdoende gebleken.

6.7 Prestatie evaluatie laboratoria

Om een indruk te krijgen van de prestaties van de laboratoria onderling is een prestatie evaluatie uitgevoerd. In het ringonderzoek (rapport Project RO710, RWS) zijn de waarnemingen van de laboratoria per job geklasseerd op grond van hun ligging ten opzichte van het gemiddelde. Hierbij wordt

de standaarddeviatie (s) als maat voor de afstand vanaf het gemiddelde genomen. In de praktijk van de ringonderzoeken wordt een norm gehanteerd van een range van het gemiddelde $\pm 2 \times$ standaarddeviatie. In dit verband zijn we vooral geïnteresseerd in de prestatie voor de TOC- en TN_b -bepaling.

Uit het rapport Project RO710 kan worden afgeleid dat:

- voor TOC: 96% van de waarnemingen liggen in de range van het gemiddelde $\pm 2 \times sd$
- voor TN_b : 92% van de waarnemingen liggen in de range van het gemiddelde $\pm 2 \times sd$

Hieruit blijkt dat de spreiding van de prestaties van de deelnemende laboratoria voor de TOC en TN_b in vrijwel alle gevallen voldoet aan de normen.

6.8 Homogeniteitsonderzoek

De conclusies van het homogeniteitsonderzoek (rapport Project RO710, RWS) zijn in genoemd rapport verwoord. De toetsing van de resultaten geeft aan dat er geen sprake is van afwijkingen van de homogeniteit en er sprake is van homogene verdeling van de monsters over de emballage.

7. Conclusies en aanbevelingen

7.1 Conclusies

Het uitgevoerde methode en prestatie evaluerend ringonderzoek voor de parameters (TOC, TN_b en TON) bij commerciële-, waterschaps- en WVL-laboratoria leidt tot de volgende **conclusies**:

- De precisie van de onderzochte TOC- en TN_b-analyses is vergelijkbaar met de precisie van de CZV en N-Kj analyses. Ook de precisie van de toegepaste TON-analyse is aangetoond. De aanwezigheid van zwevende stof heeft niet geleid tot grotere onnauwkeurigheden in de analyses van TOC en TN_b. De gekozen voorbehandeling is derhalve afdoende gebleken.
- Uit het juistheidsonderzoek is gebleken dat de terugvinding voor de onderzochte parameters ligt in de range van 93-103% hetgeen aanvaardbaar is.
- De nauwkeurigheid van de analysemethoden van de vervangende parameters is met de precisie en de juistheid aangetoond. Hiermee is vastgesteld dat de analysemethoden in het kader van de zuiverings- en verontreinigingsheffing tot betrouwbare resultaten leiden.
- De prestaties van de deelnemende laboratoria voor de TOC en TN_b lagen in vrijwel alle gevallen (>92 %) binnen de normrange van het gemiddelde ± 2 x standaarddeviatie.
- De gemeten CZV/TOC-verhouding in het monster stedelijk afvalwater = 3,1 kwam goed overeen met het eerder gekozen uitgangspunt van 3. De gemeten CZV/TOC-verhoudingen in de onderzochte monsters bedrijfsafvalwater liggen binnen de eerder gehanteerde bandbreedte van 2,5-3,5.

7.2 Aanbevelingen

Op basis van de uitkomsten van TON in afvalwater komt de vraag naar boven of de verplichting tot het meten van TON zinvol is voor alle soorten afvalwater.

Aanbevolen wordt:

Ter voorkoming van onnodige meetkosten kan overwogen worden om het meten van TON niet verplicht te stellen.

Bijlage A: Opdrachtomschrijving ringonderzoek TOC en TN_b ten behoeve van de zuiverings- en verontreinigingsheffing

Datum: 24 november 2021

1. Inleiding van opdracht

De hoogte van zuiverings- en verontreinigingsheffing is gebaseerd op de vervuilingswaarde van het water dat wordt geloosd. Om te bepalen wat de vervuilingswaarde is, wordt een formule gebruikt. In deze formule zijn het chemisch zuurstofverbruik (CZV) en stikstof-Kjeldahl (N-Kj) de parameters. De grootte van CZV en N-Kj in het afvalwater wordt bepaald door middel van laboratoriumonderzoek. Hierbij worden stoffen gebruikt die belastend zijn voor mens en milieu. Om deze vervuiling terug te dringen ligt er druk op om het gebruik van deze stoffen te stoppen door een andere methodiek voor te schrijven.

De waterschappen hebben hiervoor, als onderdeel van een breder belastingtraject, een voorstel ontwikkeld. De Ledenvergadering van de Unie van Waterschappen heeft op 11 december 2020 een definitief voorstel voor de aanpassing van hun belastingstelsel vastgesteld. Dit voorstel ligt nu bij ministerie van IenW om opgenomen te worden in wetgeving.

Het is niet mogelijk om het gebruik van de mens- en milieubelastende stoffen te vermijden bij het vaststellen van CZV en N-Kj. Daarom is gezocht naar een alternatief voor deze parameters om toch de vervuilingswaarde van afvalwater vast te kunnen stellen. Daarbij is gekeken naar de meest logische alternatieven voor CZV en N-Kj. Er wordt voorgesteld om de (standaard)parameters ter bepaling van het zuurstofverbruik te wijzigen in de volgende parameters:

- CZV (Chemisch Zuurstof Verbruik) wordt TOC (Total Organic Carbon); en
- N-Kj (Stikstof Kjeldahl) wordt TN_b (Totaal gebonden stikstof) met een correctie voor TON (nitriet en nitraat)

De laboratoria die de afvalwatermonsters bemonsteren en analyseren zullen deze nieuwe parameters moeten gaan toepassen voor het bepalen van de vervuilingswaarde. Door de uitvoering van ringonderzoeken wordt gewerkt aan een gelijke toepassing van de nieuwe parameters.

2. Belang van uniforme, gestandaardiseerde bepaling van parameters

De genoemde (nieuwe) parameters bepalen de grondslag voor de zuiverings- en verontreinigingsheffing. Bij belastingen is het vanwege de financiële consequenties, zowel voor belastingplichtigen als voor het waterschap van belang dat de grondslag op voorspelbare en betrouwbare wijze tot stand komt. Alleen dan zal er voldoende draagvlak voor een heffing zijn. Het is daarom essentieel dat deze parameters uniform en gestandaardiseerd worden bepaald en dat deze bepaling in de verschillende laboratoria tot vergelijkbare resultaten leidt, die een betrouwbare weergave geeft van de concentraties in het afvalwater.

Voor de laboratoria is een afgestemde implementatie en validatie van deze analyses van groot belang met name vanwege de inhomogeniteit van afvalwater en de genoemde financiële consequenties. Er is inmiddels voor de voorgestelde parameters een voorkeursmethode geselecteerd. Met ringonderzoeken kunnen deze methoden en de door de laboratoria gebruikte apparatuur worden geverifieerd.

3. Doelstelling van opdracht

Het uitvoeren van een ringonderzoek voor de parameters (TOC, TN_b en TON) bij commerciële-, waterschaps- en WVL-laboratoria om na te gaan of:

- de analyse bij laboratoria leidt tot dezelfde uitkomsten in de hoogte van TOC, TN_b en TON (reproduceerbaarheid);

- indien er sprake is van afwijkingen in de metingen, bepalen of deze aanvaardbaar zijn (betrouwbaarheid);

Indien de verschillen onaanvaardbaar zijn aanbevelingen te doen om voor elk van de voorgestelde parameters te komen tot een methode die tot een betrouwbare weergave van de concentraties in het afvalwater leidt.

4. Beoogd resultaat

Er worden ringonderzoeken uitgevoerd die inzicht geven in de praktische uitvoerbaarheid van de methoden (bijlage 1) en in de reproduceerbaarheid en juistheid bij de deelnemende laboratoria. Wij verwachten dat het resultaat van het ringonderzoek representatief is voor de commerciële-, ILOW- en RWS WVL-laboratoria.

Er wordt na uitvoering van het ringonderzoek een rapportage opgeleverd waarin:

- De bruikbaarheid wordt aangetoond van parameters TOC, TN_b en TON ten behoeve van toepassing binnen de zuiverings- en verontreinigingsheffing.
- De instellingen van de gebruikte apparatuur voor TOC en TN_b en eventuele afwijkingen inzichtelijk zijn gemaakt en geregistreerd (volgens een nader op te stellen vragenlijst)
- De verschillen in de uitkomsten bij de nieuwe parameters worden gelegd naast de verschillen in de huidige uitvoeringspraktijk en (mede) op basis hiervan een analyse wordt gemaakt van de aanvaardbaarheid van de verschillen.
- Om een inschatting te maken van de reproduceerbaarheid: inzichtelijk is wat de uitkomsten van de analyse van de parameters TOC, TN_b en TON zijn.
- Om een inschatting te maken van de vergelijkbaarheid en juistheid: inzichtelijk is hoe de uitkomsten van de analyse van de parameters TOC, TN_b en TON zich verhouden ten opzichte van de parameters CZV, N-Kj, en zwevende stof.
 - o Is de nieuwe methode net zo reproduceerbaar;
 - o Is de nieuwe methode net zo betrouwbaar;
 - o Is er op enigerlei wijze een significante en/of structurele afwijking van de nieuwe meetmethode t.o.v. de nu gebruikte methode.
- In overleg met de begeleidingscommissie worden eventuele aanbevelingen opgenomen met betrekking tot de te gebruiken methoden.

5. Activiteiten

De deelnemende laboratoria passen de voorgeschreven (zie bijlage 1) methodieken toe bij monsters die representatief zijn voor huishoudelijk en industrieel afvalwater.

Daarbij denken we, niet uitsluitend, aan de volgende kenmerken:

- Influent en effluent van RWZI's
- Representatief (huishoudelijk en industrieel) afvalwater
- Zelf bereid(e) controlemonster(s)

Hierbij is de inhomogeniteit van afvalwater een nadrukkelijk aandachtspunt.

6. Planning

Het beoogd resultaat wordt opgeleverd voor eind 2021.

7. Betrokkenen, organisatie en aansturing

Opdrachtgeverschap ligt in handen van het ministerie van IenW en de Unie van Waterschappen. Het onderzoek vindt plaats in afstemming met een begeleidingscommissie die wordt samengesteld in overleg met de opdrachtgever.

Bijlage 1: voorgeschreven methodiek

Aanleiding

De waterschappen hebben op 11 december 2020 een definitief voorstel voor de aanpassing van hun belastingstelsel vastgesteld. Als onderdeel van dit voorstel wordt voorgesteld om de (standaard)parameters ter bepaling van het zuurstofverbruik te wijzigen, namelijk:

- **CZV** (Chemisch Zuurstof Verbruik) wordt **TOC** (Total Organic Carbon); en
- **N-Kj** (Stikstof Kjeldahl) wordt **TN_b** (Totaal gebonden stikstof) met een correctie voor **TON** (nitriet en nitraat)

NB. In eerdere voorstellen is TN_b benoemd als 'N-totaal'. Hiermee wordt hetzelfde bedoeld.

Doel notitie

Verduidelijken hoe de parameters TOC, TN_b en TON vastgesteld moeten gaan worden en wordt verduidelijkt welke voorschriften (gaan) gelden om de parameters TOC, TN_b en TON vast te stellen. Daarnaast wordt met de notitie verduidelijkt hoe de voorschriften in de wet- en regelgeving en ook in de model belastingverordeningen opgenomen kunnen worden.

Opbouw notitie

Om te benadrukken wat de relatie is met de voorschriften voor de huidige parameters, wordt in deze notitie de (wettelijke) volgorde van meten, bemonsteren en analyse aangehouden. Dezelfde volgorde wordt ook in de bijlagen van de huidige model belastingverordeningen aangehouden.

Metten

De meetvoorschriften voor het vaststellen van de hoeveelheid afvalwater per etmaal (het debiet) hoeven niet te worden gewijzigd als gevolg van de wijziging van de parameters.

Bemonsteren

De algemene voorschriften kunnen worden gevolgd.³ Ten aanzien van de conservering en maximale bewaartermijn wordt het volgende voorgesteld:

Voor analyse op	omgevingstemperatuur tijdens transport	omgevingstemperatuur tot eind bewaartermijn	Methode conservering	Maximale bewaartijd
Totaal organisch koolstof (TOC) ¹	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren tot pH < 2	1 maand
		< -18 °C	Invriezen binnen 12 uur	1 maand
Totaal gebonden stikstof (TN _b) ²	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Koelen en aanzuren tot pH < 2	1 maand

³ NEN 6600-1 (Water-Monsterneming Deel 1: Afvalwater 2019). Conform paragraaf 9 van NEN 6600-1 (2019) worden de monsters direct na bemonstering geconserveerd, verpakt en getransporteerd volgens NEN-EN-ISO 5667-3 (2018).

		< -18 °C	Invriezen binnen 12 uur	1 maand
Nitraat- en nitriet stikstof (TON)	tussen 2 en 8 °C	tussen 1 en 5 °C	Filtreren binnen 12 uur	4 dagen

¹ Over het algemeen omvat TOC organische verbindingen in water of gesuspendeerd materiaal die niet kunnen worden uitgeblazen (purgbaar) onder de omstandigheden van deze norm, ook wel bekend als niet-purgeerbare organische koolstof (NPOC).

² Hiermee wordt bedoeld Totaal gebonden stikstof (TN_b) in de vorm organische- en anorganische stikstofverbindingen die onder de beschreven omstandigheden van de norm bepaald kunnen worden.

Analyseren

De analyse van het monster geschiedt op de wijze zoals hieronder aangegeven:

Parameter/stof	Ontsluiting volgens normblad	Meting volgens normblad	Aantoonbaarheidsgrens
Totaal organisch koolstof (TOC) ¹	NEN-EN-ISO 20236 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN-ISO 20236 ⁴	1 mg/l
Totaal gebonden stikstof (TN _b) ²	NEN-EN-ISO 20236 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN-ISO 20236 ⁴	1 mg/l
	NEN-EN 12260:2003 Deeltjes zodanig verkleinen dat deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm. ³	NEN-EN 12260:2003 ⁴	1 mg/l
Nitriet- en nitraatstikstof (TON)		NEN-EN-ISO 13395; of NEN-ISO 15923-1	0,1 mg/l
(TN _b - TON) van formule: Totaal gebonden stikstof (TN _b) ² minus nitriet- en nitraatstikstof (TON) .	NEN 6645 ⁵	NEN-ISO 15923-1 NEN 6646+C1:2015	1 mg/l

¹ Over het algemeen omvat TOC organische verbindingen in water of gesuspendeerd materiaal die niet kunnen worden uitgeblazen (purgbaar) onder de omstandigheden van deze norm, ook wel bekend als niet-purgeerbare organische koolstof (NPOC).

² Hiermee wordt bedoeld Totaal gebonden Stikstof (TN_b) in de vorm organische- en anorganische stikstofverbindingen die onder de beschreven omstandigheden van de norm bepaald kunnen worden.

³ Vóór dat de analyse voor TOC en TN_b uitgevoerd kan worden, dient het geconserveerde monster zodanig voorbereid te worden dat de deeltjes kleiner zijn dan 0,5 mm.

⁴ Bij de analyse van TOC en TN_b is de inwendige diameter van de naald en slangen voor de doorvoer van het monster in het analyseapparaat minimaal 0,8 mm.

⁵ Bij de bepaling volgens NEN 6645/NEN 6646+C1 of NEN-ISO 15923-1 wordt TON niet meebepaald. De correctie voor TON komt daardoor te vervallen.