

Vergelijking korrelgrootte analyses Noordzeezand



Vergelijking korrelgrootte analyses Noordzeezand

Auteur(s)

Marc Verheul

Tommer Vermaas

Vergelijking korrelgrootte analyses Noordzeezand


Opdrachtgever	Rijkswaterstaat Water, Verkeer en Leefomgeving
Contactpersoon	Eltjo Ebbens
Referenties	
Trefwoorden	Labvergelijkingsproef, korrelgrootte, Noordzee

Documentgegevens

Versie	2.0
Datum	15-01-2021
Projectnummer	11205236-002
Document ID	11205236-002-ZKS-0016
Pagina's	79
Classificatie	
Status	definitief

Auteur(s)

	Marc Verheul	
	Tommer Vermaas	

Doc. Versie	Auteur	Controle	Akkoord	Publicatie
2.0	Marc Verheul	 Maaïke Blauw	 Toon Segeren	
	 Tommer Vermaas			

Samenvatting

Rijkwaterstaat heeft jaarlijks een grote behoefte aan zand, zodat de basiskustlijn en het kustfundament door middel van zandsuppleties in stand gehouden kunnen worden. Dit zand dient aan bepaalde kwaliteitseisen, o.a. de korrelgrootte, te voldoen. De doelstelling van dit onderzoek is om vast te stellen of het wisselen van laboratorium voor korrelgrootteanalyses tot een trendbreuk en/of een grotere onnauwkeurigheid in de data leidt, en zo ja wat er aan maatregelen genomen kunnen worden om dit risico te verkleinen. Het onderzoek is uitgevoerd in het kader van het KPP programma Beheer en Onderhoud van de Nederlandse kust (project nr 11205236).

In deze studie zijn sedimentmonsters onderzocht door vier laboratoria volgens een vast protocol. De vier laboratoria zijn: Wiertsema & Partners, RPS, TCKI en PTA. Elk laboratorium heeft twee methodes gebruik, zeefanalyses en analyses met de sedigraaf. De monsters zijn per methode in duplo geanalyseerd. Er is gebruik gemaakt van 'reserve' monsters uit de MEP studie "Zandwinning Noordzee", uit 2016-2017 (project nr 1230624). De resultaten van deze studie zijn vergeleken met de 'historische data' van de analyses van de MEP studie, destijds uitgevoerd door Wiertsema & Partners.

De resultaten van deze studie laten zien dat de spreiding in de fouten (de 'bandbreedte' rondom de meetwaarde) tussen de duplo metingen bij Wiertsema & Partners groter of gelijk is aan die van de andere laboratoria. In vergelijking met de historische resultaten zijn de recente meetwaarden van alle vier de laboratoria structureel 5-10% fijner. Hoewel er een redelijke grote spreiding in de resultaten is tussen de laboratoria en de historische data, zijn de verschillen tussen de laboratoria niet statistisch significant te maken door de grote spreiding. De vergeleken resultaten van de totale fractie <63 μm en de individuele fracties beneden de 63 μm (inclusief sedigraaf resultaten) laten een grote spreiding (>100%) zien. Deze fracties blijken dus slecht te reproduceren.

De belangrijkste conclusie van dit rapport is dat de resultaten van de opnieuw uitgevoerde zeefanalyses een vergelijkbaar resultaat leveren voor alle laboratoria. Gebaseerd op deze data zal het wisselen van laboratorium niet leiden tot een trendbreuk en/of een grotere onnauwkeurigheid in de data.

Gezien de grote spreiding op de resultaten van de sedigraaf bij alle vier de laboratoria, heeft het uitvoeren van deze analyse op dit moment geen toegevoegde waarde, en is nader onderzoek naar het gebruik van deze meettechniek nodig.

Potentiële maatregelen om de kwaliteit van de korrelgrootteanalyse beter te kunnen monitoren en potentieel te verbeteren worden in dit rapport gegeven. Een maatregel zou kunnen zijn om een referentiemonster te introduceren, en dit ook met regelmaat te evalueren. Ook door het zorgvuldig inregelen van het analyseprotocol zou de spreiding op de analyseresultaten op de totale dataset teruggebracht kunnen worden.

Inhoud

	Samenvatting	4
1	Inleiding	7
1.1	Achtergrond	7
1.2	Aanleiding	8
1.3	Doel en onderzoeksvragen	8
2	Aanpak	9
2.1	Benaderen deelnemende laboratoria	9
2.2	Monster selectie	10
2.3	Analyse protocol	12
2.4	Statistische uitwerking gegevens	13
2.4.1	Berekening gehanteerde standaarddeviatie en d10, d50 en d90 percentielen	15
2.4.2	Vaststellen trendafwijking	17
2.5	Toetsen resultaten bij gebruikers	17
3	Resultaten	18
3.1	Opgeleverde data	18
3.2	Zeefanalyses	19
3.2.1	Duplo bepalingen	19
3.2.2	Resultaten vergeleken met de historische data van Wiertsema en Partners	22
3.3	Fractie 63µm	23
3.3.1	Duplo bepalingen	23
3.3.2	Vergeleken met de historische data	24
3.4	Sedigraaf data	25
4	Discussie	26
4.1	Afwegingen plan van aanpak	26
4.2	Overwegingen vergelijking resultaten	26
4.3	Opslag van monsters	27
4.4	Vergelijking zeefresultaten	28
4.4.1	Spreiding op de resultaten	28
4.4.2	Structurele trendafwijking	29
4.5	Fractie 63µm	29
4.6	Algemene afwegingen	29
5	Conclusies aanbevelingen	31
5.1	Conclusies	31
5.2	Aanbevelingen	32

A	Korrelgrootteverdeling d.m.v. zeefkrommebepaling	33
B.1	Inleiding	33
B.2	Lijst van benodigdheden	33
B.3	Vorbereiding	33
B.4	Uitvoering Natzeven:	33
B.5	Uitvoering Zeefkromme bepaling op gedroogd materiaal (2000 – 63 µm)	34
B.6	Fractie < 63 µm vrijgekomen tijdens het natzeven waarop een vervolganalyse moet gebeuren	34
B	Sedigraafbepaling	35
C.1	Doel	35
C.2	Omschrijving	35
C.3	Analyse	35
B.3.1	Benodigdheden	35
B.3.2	Vorbereiding	35
C.4	Uitvoering	35
C.5	Rapportage	36
C.6	Overige Rapportage	36
C.7	Controles	36
C	Resultaten per Laboratorium	38
C.1	Wiertsema en Partners	38
C.1.1	Duplo bepaling zeefanalyses	38
C.1.2	Vergelijking met historische data	42
C.2	TCKI & PTA (Duitsland)	49
C.2.1	Duplo bepalingen	49
C.2.2	Vergelijking met historische data	54
C.3	RPS, Velp Nederland	59
C.3.1	Duplo bepalingen	59
C.3.2	Vergelijking met historische data	64
C.4	PTA (Amerika)	69
C.4.1	Duplo bepalingen	69
C.4.2	Vergelijking met historische data	74

1 Inleiding

1.1 Achtergrond

Rijkswaterstaat PPO Zee en Delta (programma Kustlijnzorg) is verantwoordelijk voor het uitvoeren van de jaarlijkse suppleties voor onderhoud van de basiskustlijn en het laten meegroeien van het kustfundament met het stijgen van de zeespiegel. Voor het uitvoeren van suppleties wordt ieder jaar geologisch en chemisch onderzoek uitgevoerd op de Noordzee, waarmee:

- kennis wordt vergaard van de aanwezige zandkwaliteit en de geologische opbouw van de Noordzee, zowel in de zandwinvakken als in de nabije omgeving van de zandwinvakken. Het onderzoek ten behoeve van de kennisopbouw van de Noordzee wordt uitgevoerd in navolging van het Geologisch Onderzoek Noordzee (Deltares, 2017), uitgevoerd in het kader van het MEP zandwinning 2018-2027.
- een waterbodem rapportage per zandwinvak (milieu hygiënische verklaring) wordt opgeleverd die gebruikt kan worden voor het verrichten van meldingen inzake het Besluit bodem kwaliteit (Bbk) en voor het opstellen van het uitvoeringsplan conform de geldende ontgrondingsvergunning.

In het kader van efficiënt onderzoek en efficiënt gebruik van kostbare scheepscapaciteit worden de onderzoeken ten behoeve van het uitvoeringsplan en de onderzoeken ten behoeve van kennisopbouw gecombineerd. Op basis van geologische kennis en kennisbehoefte wordt de locatie van de boorpunten bepaald en gecombineerd met seismisch onderzoek. Op deze manier vindt er 'werkenderwijs' kennisopbouw van de Noordzee plaats, als alternatief voor kennisopbouw in één groot onderzoek, zoals uitgevoerd in het kader van het MEP zandwinning 2018-2027.

De gestelde kwaliteitseisen aan de korrelgroottebepalingen worden door zowel programma Kustlijnzorg als het DIS bepaald. Het programma Kustlijnzorg wil graag inzicht in hoeverre het zand geschikt is voor het uitvoeren van suppleties en heeft vanuit wet- en regelgeving de verplichting dat het gebruikte suppletiezand aansluit op de kenmerken van het aanwezige zand op het strand en de achterliggende duinen. Daarnaast worden alle resultaten opgenomen in het DINO-loket en gebruikt in het Delftstoffen Informatie Systeem (DIS). In het DIS zijn de lithologische klassen opgenomen deze worden bepaald op basis van de d50 en het schelpen- en silt percentages. Hierin wordt niet alleen de korrelgrootteklasse uit de boorbeschrijving gebruikt, maar ook korrelgrootteanalyses indien deze beschikbaar zijn. Met de d50 uit de analyse wordt, indien afwijkend, de korrelgrootteklasse aangepast voor gebruik in het DIS. Er wordt dus niet met de exacte waarde van de d50 gerekend, maar met 4 discrete klassen: 63-105 μm , 105-210 μm , 210-420 μm en groter dan 420 μm (inclusief grind, dus groter dan 2000 μm).

In 2018 is besloten om de reguliere veld- en laboratoriumwerkzaamheden voor 2018, 2019 en 2020 door dezelfde partijen uit te laten voeren die ook bij het MEP project 2016-2017 betrokken waren. Dit had tot doel het voorkomen van een trendbreuk in geologische gegevens. Daarom worden vanaf 2016 de korrelgrootteanalyses uitgevoerd in het laboratorium van Wiertsema & Partners.

1.2 Aanleiding

Momenteel bereidt Rijkswaterstaat programma Kustlijnzorg de aanbesteding van veldwerk voor de jaren 2021 en verder voor. Zij is voornemens om de uit te voeren korrelgrootteanalyses in concurrentie op de markt te zetten. Voordat dit gebeurd willen ze graag door middel van het uitvoeren van een vergelijkingsonderzoek tussen verschillende laboratoria inzicht verkrijgen in de mate waarin de bestaande dataset beïnvloed kan worden, doordat de analyses mogelijk door een andere partij uitgevoerd kan worden. Rijkswaterstaat kan op basis van deze informatie de juiste beheersmaatregelen nemen om gecontroleerd het uitvoeren van korrelanalyses in concurrentie op de markt uit te zetten.

1.3 Doel en onderzoeksvragen

Het risico bestaat dat door een openbare aanbesteding naar verschillende marktpartijen een “trendbreuk” ontstaat qua gegevens in vergelijking met de opgebouwde database in de jaren 2016 – 2020. Het uit te voeren onderzoek heeft dus als doel om inzicht te krijgen in de kans van optreden van een trendbreuk en om eventuele beheersmaatregelen vast te stellen.

Het onderzoek dient antwoord te geven op de volgende vragen:

- Wat is de te verwachten bandbreedte van korrelgroottes bij analyse van gelijke monsters en hetzelfde protocol door verschillende marktpartijen?
- Wanneer is er sprake van een trendbreuk? In hoeverre dat een probleem is bij het toepassen van gegevens, bijvoorbeeld bij het DIS maakt geen onderdeel uit van deze studie.
- Welke beheersmaatregelen in het kader van kwaliteitsborging kunnen bij toekomstig onderzoek worden ingezet om een trendbreuk te minimaliseren?
- Hoe ziet de markt voor sedigraaf analyses eruit? (hoeveel laboratoria kunnen deze analyses uitvoeren?)
- Wat is de bandbreedte bij het bepalen van de fijne fractie met verschillende sedigraven?

Het kunnen vaststellen of er een statistisch significante trendbreuk aanwezig is tussen de verschillende laboratoria is sterk afhankelijk van de geconstateerde analytische bandbreedte van de resultaten. Met andere woorden: zijn de verschillen tussen de laboratoria (duidelijk) groter dan de meetonzekerheid die bestaat bij dit type meting?

Het vergelijkingsonderzoek concentreert zich dus nadrukkelijk op het gebied van de fysische analyses van de boringen. Voor chemische analyses wordt dit probleem ondervangen door gebruik te maken van geaccrediteerde laboratoria. Voor de fysische analyses wordt gewerkt met een afwijkend protocol dat verder niet in de markt gebruikt wordt, waardoor er geen accreditatie voor bestaat. Dit protocol is speciaal ontwikkeld voor de MEP studie in 2016, met als doel om zo goed mogelijk de in-situ situatie op de Noordzee na te bootsen. In paragraaf 2.3 wordt hier dieper op ingegaan.

De resultaten van dit vergelijkingsonderzoek vormen geen onderdeel van de aanbesteding van de werkzaamheden en wordt derhalve niet gebruikt voor eventuele selectie van laboratoria. De resultaten worden primair gebruikt om inzicht te krijgen in de variabiliteit in de resultaten tussen laboratoria en mogelijke mitigerende maatregelen.

2 Aanpak

Om een goede vergelijking tussen meerdere laboratoria uit te kunnen voeren is het van belang om minimaal 3 laboratoria naast Wiertsema & Partners deel te laten nemen aan het onderzoek. Wiertsema & Partners heeft het huidige korrelgrootteprotocol, dat gebruikt is voor de analyses tussen 2016-2020, op schrift gesteld, zodat de vigerende werkwijze met de overige deelnemende laboratoria gedeeld kon worden. Hierin zijn geen afwijkingen ten opzichten van het oorspronkelijke analyseprotocol uit 2016 geconstateerd.

2.1 Benaderen deelnemende laboratoria

In totaal zijn 14 laboratoria benaderd voor deelname aan het onderzoek:

- Wiertsema & Partners
- RPS
- TCKI
- Aquon
- Omegam
- Eurofins
- Europalab
- Fugro
- Aqualyse
- AL-West
- SGS
- Particle testing Authority Amerika
- Rijkswaterstaat
- Deltares

Daarnaast is contact opgenomen met de leverancier van de sedigraaf, Micromeritics, om duidelijk te krijgen welke laboratoria in Nederland over het apparaat beschikken, of eventueel overwegen om er een aan te schaffen.

Uiteindelijk zijn drie verschillende laboratoria bereid gevonden om mee te doen. De reden waarom de overige laboratoria niet meededen aan het onderzoek was ruwweg in te delen in twee groepen:

- 1) de laboratoria beschikten niet over de benodigde apparatuur (veelal beschikte ze niet over een sedigraaf), of
- 2) waren niet bereid/ in staat om af te wijken van hun eigen protocollen.

De uitzonderingen hierop zijn de laboratoria van Rijkswaterstaat en Deltares. Deze laboratoria fungeerden als achtervang in het geval het niet lukte om minimaal 3 commerciële laboratoria deel te laten nemen. De bereidheid om af te wijken van het gehanteerde protocol bij deze laboratoria zal zeker zijn beïnvloed door het geringe aantal monsters, deze afweging kan bij grotere aantallen monsters anders uitvallen.

Uiteindelijk hebben naast Wiertsema & Partners de volgende laboratoria deelgenomen aan dit onderzoek:

- RPS, zowel de zeef- als de sedigraafanalyses zijn zelf uitgevoerd;
- TCKI, de zeefanalyses zijn zelf uitgevoerd, de sedigraafanalyses zijn uitbesteed aan Particle Testing Authority (PTA) Duitsland;

- Particle Testing Authority Amerika, beide analyses zijn door het laboratorium zelf uitgevoerd.

2.2 Monster selectie

Tijdens dit onderzoek zijn de “reserve” monsters gebruikt die genomen zijn tijdens de MEP 2016-2017 studie. De reserve monsters zijn verkregen uit dezelfde boring en exacte hetzelfde diepte-interval, maar uit de tweede helft van de boring. De monsters uit de eerste helft van de boring (“originele monsters”) zijn in 2016-2017 conform het voorgeschreven protocol door Wiertsema & Partners geanalyseerd. Voor deze studie wordt aangenomen dat de reserve monsters identiek zijn aan de originele monsters. Na bemonstering uit de kernen zijn de reserve monsters direct geconserveerd in glazen potten en daarna tot 2020 gekoeld in een donkere ruimte bewaard, daarna zijn de monsters ongekoeld bewaard. De reservemonsters zijn specifiek voor wetenschappelijke doeleinden bewaard zoals voor deze studie.

De bemonsterde diepte-intervallen zijn random gekozen en kunnen daarom over meerdere lithologische facies zijn genomen. Het representatief bemonsteren van het totale diepte-interval was wel een duidelijk aandachtspunt tijdens de bemonstering.

Uit deze monsters is een selectie gemaakt gebaseerd op de d50 waardes, zodat de tijdens dit onderzoek gebruikte monsters de volledige variatie in korrelgrootte zo goed mogelijk omvat.

De monsters zijn geselecteerd uit de bemonsteringscampagne van 2016-2017. De volgende selectiecriteria zijn gehanteerd:

1. In 2016-2017 is een sedigraaf analyse uitgevoerd op het monster;
2. De monsters zijn dieper genomen dan 1m;
3. De d50 ligt tussen de 100µm en de 500µm.

De originele monsters zijn in 2016-2017 door Wiertsema & Partners geanalyseerd (zeefkromme en sedigraaf), deze resultaten worden hierna geduid als ‘historische’ data. Voor het selecteren op de d50 zijn deze historische data van Wiertsema & Partners gebruikt. Per deelnemend laboratorium zijn 20 monsters geselecteerd. Dit aantal is gebaseerd op zowel de onderzoeksvragen als het beschikbare budget; voor een gedegen statistische analyse zou een groter aantal monsters resulteren in grotere zekerheid over de uitkomsten.

De monsters die verstuurd zijn naar de verschillende laboratoria varieerden van fijn zand tot matig grof zand (d50 = 110-450µm). Hiermee is een beeld verkregen over de meest voorkomende korrelgroottes in het zandwingebied in de Noordzee. Getracht is om bij de samenstelling per laboratorium rekening te houden met variatie in de d50, zodat alle laboratoria soortgelijke monsters ter analyse ontvingen.

De voor dit onderzoek gebruikte monsters staan weergegeven in Tabel 2.1, met de bijbehorende d50-waarde. In totaal zijn er 80 monsters tijdens dit onderzoek geanalyseerd (20 per laboratorium).

De 20 monsters die door Wiertsema & Partners zijn geanalyseerd zijn onherkenbaar gemaakt en voorzien van een codering 1-20.

De andere drie laboratoria hebben ook 20 monsters toegestuurd gekregen, maar hiervan zijn 10 unieke monsters en 5 duplo paren. Voor deze duplo paren zijn per paar twee verschillende reservemonsters met vrijwel identieke sedimentsamenstelling (gebaseerd op de gehele zeefcurve) samengevoegd tot één mengmonster. Dit mengmonster is weer gesplitst in twee monsters die zullen worden behandeld als identieke duplo monsters in de uitwerking van de resultaten. Hierdoor is het niet mogelijk om deze resultaten te vergelijken met de historische data van Wiertsema & Partners. Ook bij het samenstellen van de duplo's is getracht om een zo groot mogelijke range in de d50 te omvatten.

Daarnaast is in deze studie gebruik gemaakt van de resultaten van 14 duplo paren die in 2016 door Wiertsema & Partners zijn geanalyseerd. Deze duplo's zijn niet gehomogeniseerd voorafgaand aan de korrelgrootte analyses, maar er zijn gelijktijdig twee aparte monsters genomen in hetzelfde diepte-interval. Deze duplo's kunnen dus zijn beïnvloed door variatie tussen deze twee monsters. Alleen de zeefkrommes zijn in duplo uitgevoerd en niet de sedigraafmetingen. De monsters waren als herkenbare duplo monsters opgestuurd naar Wiertsema & Partners. Deze duplo paren zelf zijn wel gelijktijdig geanalyseerd, maar de duplo paren zijn over meerdere weken naar het laboratorium van Wiertsema & Partners gestuurd. Er zijn geen nieuwe duplo monsters naar Wiertsema & Partners gestuurd, omdat de verwachting was dat de meetfout groter zou zijn dan de variatie tussen de twee genomen duplo monsters uit 2016. De aanname bij het opzetten van deze studie is dat de analytische fout groter is dan de afwijking door heterogeniteit tussen de twee duplo monsters. De resultaten van deze studie hebben daar echter twijfels over doen ontstaan, zoals te lezen in de discussie en conclusies.

Tabel 2.1 Overzicht van alle monsters per laboratorium en de bijbehorende d50-waarde uit de historische dataset. De duplo monsters zijn met blauwe en grijze kleur aangegeven.

Wiertsema & Partners		Historische duplo's Wiertsema & Partners		TCKI+PTA Duitsland		PTA Amerika		RPS	
Code	d50 (µm)	code	d50 (µm)	Code	d50 (µm)	Code	d50 (µm)	Code	d50 (µm)
163G	126	99H	107.6	36H	126	35G	128	232E	126
59D	129	20B	208.7	287E	130	149E	132	206E	130
30H	143	20A	205.1	174E	143	80F	146	202E	143
224E	152	24A	154.1	49D	147	182C	188	299C	184
236D	160	27A	147.9	264F	197	340F	200	67D	194
103C	183	30A	145.2	158G	216	321D	219	153E	216
164D	184	30H	162.3	119E	228	255C	230	207F	227
251D	187	31A	164.9	192G	317	229G	324	156C	315
336D	190	56G	122.1	137D	350	320C	353	306D	348
95F	194	148A	349.5	231F	469	93E	355	333E	464
284D	202	171G	311.0	81G	136	21G	154	114F	134
246F	215	250A	254.2	102E	136	39C	155	155F	134
117D	227	252A	242.0	249E	191	240E	188	314D	181
309C	245	254A	294.1	131F	193	176E	189	279F	182
199G	250			146F	216	72F	202	304G	211
171G	292			65F	216	90D	205	185E	212
250E	311			253E	328	219F*	238	85C	289
265D	342			276H	342	123D	239	325E	290
120E	348			345F	354	188C	345	142D	309
150E	447			303D	354	213D	347	260G	310

*Het monster 219F van PTA Amerika is gevallen en hierbij verloren gegaan.

2.3 Analyse protocol

In de MEP studie in 2016-2017 is een nieuw protocol ontwikkeld voor het analyseren van de korrelgrootteverdeling. Het bestaande NEN protocol (NEN-5753:2018) bepaalt niet de in-situ korrelgrootte verdeling. In het NEN-protocol wordt het monster voorbehandeld door het organisch stof en kalk te verwijderen en een dispergeermiddel aan het monster toe te voegen dat ervoor zorgt dat kleien niet verklitten. De doelstelling tijdens de MEP studie was om de verspreiding, van vooral de fijne fractie, vast te stellen onder de omstandigheden die tijdens het baggeren heersen. In het nieuwe protocol zijn de verschillende stappen gericht op het zo goed mogelijk bepalen van de *in situ* samenstelling. Daarom is ervoor gekozen om het monster niet voor te behandelen (dit gebeurt in het veld immers ook niet) en met zeewater in plaats van gedemineraliseerd (demi) water te werken tijdens de analyses.

Het gehanteerde protocol is vastgesteld na een overleg met korrelgrootte experts in 2016 zowel binnen als buiten Deltares. Dit protocol is bij dit project dan ook als een gegeven beschouwd en verder niet ter discussie gesteld.

Daarnaast moet er een groter monster (150-250g) in behandeling genomen worden dan voorgeschreven door de NEN 5753:2018 (20gram). Deze afweging is gemaakt om een zo representatief mogelijk monster in behandeling te kunnen nemen, met als uitgangspunt dat de reproduceerbaarheid van de resultaten zo goed mogelijk is.

Het gebruikte analyseprotocol is toegevoegd als appendix A. In het kort bestaat het protocol uit:

- Aan de lucht drogen van het monster;
- Nat, met artificieel zeewater, afzeven van de <63µm fractie;
- Op 105°C drogen van de grovere fractie;
- Droog afzeven met Ø van: 2 mm, 1,4 mm, 1 mm, 710 µm, 500 µm, 355 µm, 250µm, 180 µm, 125 µm, 90 µm, 75 µm en 63 µm (restant niet toevoegen aan de eerder nat afgezeefde <63 µm fractie);
- Niet voorbehandelen maar direct analyseren van de <63µm fractie d.m.v. een sedigraaf, waarin artificieel zeewater als achtergrond gebruikt is.

De belangrijkste afwijkingen van dit protocol ten opzichte van NEN 5753:2018 zijn;

- het niet uitvoeren van een voorbehandeling (verwijderen van kalk organisch materiaal en het toevoegen van dispergeermiddel);
- het eerst nat afzeven van de <63µm fractie, met artificieel zeewater;
- het droog afzeven van de fractie <63µm;
- het afwijkend analyseren met een sedigraaf, in zeewater in plaats van demiwater.

De korrelgrootte resultaten worden gerapporteerd in massapercentages (percentage van de massa van het gehele monster) per korrelgroottefractie, voor in totaal 18 verschillende korrelgroottefracties. Dit zijn de hierboven genoemde 12 fracties van de zeefanalyse en 6 fracties 45µm, 38µm, 20µm, 16µm, 2µm en 0-2µm van de sedigraaf analyse. Hierbij is de fractie tussen de 0 en 2µm een restfractie die indirect door de sedigraaf wordt bepaald, waarbij de vastgestelde bijdrages worden afgetrokken van de in de sedigraaf ingegeven totale concentratie. Deze korrelgroottefracties zijn overeenkomstig met de korrelgroottefracties die vanaf 2016 door Wiertsema & Partners zijn gerapporteerd.

Complicatie voor de sedigraaf die volgt uit het gehanteerde analyseprotocol

De aanwezigheid van organisch stof, kalk, ijzeroxides of ijzersulfides in het monster zal vooral bij de sedigraaf analyses tot problemen kunnen leiden. Bij het omrekenen van de ruwe data van de sedigraaf naar korrelgrootte klasse wordt immers gebruik gemaakt van de wet van Stokes:

$$v = \frac{2}{9} r^2 g \frac{(\rho_s - \rho_l)}{\mu}$$

Hierin is:

- v de sedimentatiesnelheid van het bolvormige deeltje;
- r de straal van het deeltje;
- ρ_l de dichtheid van het fluïdum;
- ρ_s de dichtheid van het deeltje (als $\rho_s < \rho_l$ is de snelheid negatief, m.a.w. het deeltje zal opstijgen in plaats van dalen);
- μ de viscositeit van het fluïdum;
- g de [versnelling van de zwaartekracht](#).

Bron Wikipedia

De sedimentatiesnelheid uit de bovenstaande formule wordt bepaald door de sedigraaf, maar de dichtheid van het materiaal is een constante in deze berekening. Dit is een correcte aanname indien de kalk, ijzeroxide en ijzersulfides en het organisch stof is verwijderd en de klei niet verkleit is. Volgens het door kustlijn zorg gehanteerde protocol worden de monsters echter niet voorbehandeld, waardoor niet aan deze voorwaarden wordt voldaan. De sedigraaf geeft als resultaat de korrelgrootte, gebaseerd op een constante dichtheid. Bij niet constante dichtheid zal de korrelgrootte niet correct zijn, maar wel een representatie geven van de daadwerkelijke sedimentatiesnelheid van het sediment. Evenwel zou dit geen invloed moeten hebben op de betrouwbaarheid van de metingen, indien de instelling (deze zijn voorgeschreven in het protocol, Appendix A) correct worden opgevolgd. Bij het vergelijken van de sedigraafresultaten tussen de laboratoria is dit wel een extra punt van aandacht.

2.4 Statistische uitwerking gegevens

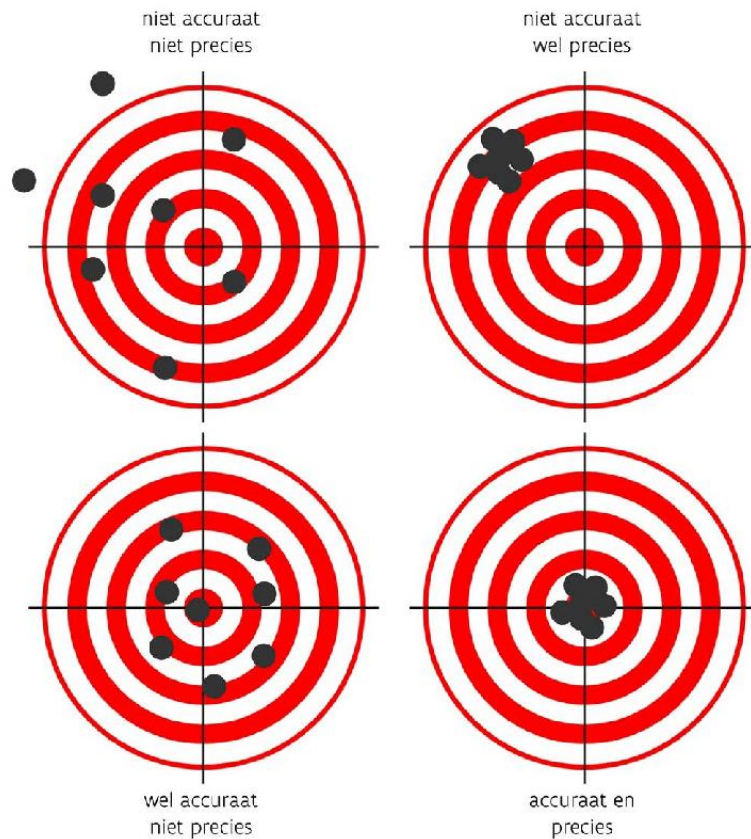
Bij de statistische uitwerking van de resultaten wordt er onderscheid gemaakt tussen de precisie en de accuraatheid van de analyses. Het onderscheid hiertussen is schematisch weergegeven in Figuur 2.1 waarbij het figuur rechtsonder de gewenste situatie en linksboven de minst gewenste situatie weergeeft.

In de huidige studie kan elke afzonderlijke zwarte stip worden gezien als een meetwaarde van één geanalyseerd monster (bijvoorbeeld de massa percentage van één zeef of de d_{50}). Voor elk monster is er slechts één ander monster waarmee de meetwaarde vergeleken kan worden: ofwel de duplo wederhelft of het historische monster. Er is vooraf echter niet aan te geven waar 'het midden' is omdat het een natuurlijk monster betreft, dus niet of een meetwaarde accuraat is.

Om de precisie en accuraatheid te bepalen worden daarom de 'fouten' (errors) bepaald *ten opzichte van* de corresponderende meting (duplo dan wel historisch). Het *gemiddelde* van de errors van alle corresponderende metingen geeft vervolgens de accuraatheid ten opzichte van de andere meting. Uit de *standaarddeviatie* (de spreiding) van de errors blijkt de precisie.

Het gemiddelde en de standaarddeviatie van de duplo's geven de precisie en accuraatheid van één laboratorium. Bij vergelijking met de historische data worden de fouten veroorzaakt door de precisie en accuraatheid van *beide* laboratoria. Een gemiddelde afwijking en/of grote spreiding kunnen dan door één van beide laboratoria worden veroorzaakt of door beide.

Het (statistisch) vaststellen van een eventuele afwijking ten opzichte van historische data is afhankelijk van de precisie: bij een lage precisie (grote standaarddeviatie) is het lastiger om een afwijking vast te stellen (situatie linksboven vergelijken met situatie linksonder).



Figuur 2.1 Schematische weergaven van het verschil in juistheid (accuraat) en nauwkeurigheid (precies)

De vergelijking van de duplo metingen (14 historische duplo bepalingen van Wiertsema & Partners en 3 keer 5 duplo bepalingen van de overige labs) in deze studie geven de 'analytische reproduceerbaarheid' op hetzelfde tijdstip in hetzelfde laboratorium en door dezelfde persoon (eerstelijns kwaliteitscontrole). Door het geringe aantal metingen zullen eventuele verschillen minder snel 'statistisch significant' kunnen worden aangetoond.

De vergelijking tussen de huidige resultaten met de historische resultaten van Wiertsema & Partner geven informatie over de verschillen tussen de laboratoria (tweede- en derdelijns kwaliteitscontrole). Bij een tweedelijns kwaliteitscontrole worden de analyses door hetzelfde laboratorium uitgevoerd door een potentieel andere persoon en mogelijk op een ander tijdstip, bij een derdelijns kwaliteitscontrole is dit een ander laboratorium (ongeacht het tijdstip van uitvoering). De opzet van de verschillende kwaliteitscontroles is schematisch weergegeven in Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Schematische opzet van uitgevoerde kwaliteitscontroles tijdens deze studie.

Laboratorium	Eerstelijns kwaliteitscontrole	Tweedelijns kwaliteitscontrole	Derdelijns kwaliteitscontrole
Wiertsema & Partner	14 (historische duplo's)	20 (deze studie)	-
RPS	5 (deze studie)	-	10 (deze studie)
TCKI +PTA Duitsland	5 (deze studie)	-	10 (deze studie)
PTA Amerika	5 (deze studie)	-	10 (deze studie)

Bij het bespreken van de resultaten is er onderscheid gemaakt tussen de resultaten van de zeefanalyses en resultaten van de sedigraaf. Daarnaast is ervoor gekozen om de resultaten op twee manieren uit te werken, namelijk:

1. Door de d10, d50 en de d90 percentielen van de zeefkrommes te vergelijken
2. De korrelgrootte data per korrelgrootte fractie te vergelijken, waarbij in detail gekeken wordt naar de fractie <63µm.

Zowel de cumulatieve- als de korrelgrootte per fractie varieert tussen de 0-100, omdat beiden zijn uitgedrukt als percentage van het totale gewicht van het geanalyseerde monster. De onzekerheid bij het cumulatief verwerken van de data is vooral groter bij de grove fracties en zeer klein bij de fijne fracties, vandaar dat ervoor gekozen is om de d10, d50 en de d90 percentielen te hanteren. Dit zijn gangbare variabelen om de korrelgrootte te beschrijven, en worden bijvoorbeeld ook gebruikt bij het DIS en voor zandsuppleties. Door de resultaten ook per korrelgrootte fractie uit te werken zijn eventuele afwijking ook te herleiden naar individuele korrelgrootte fracties.

De gerapporteerde fracties <63µm in het totale monster wordt door twee analyses beïnvloed:

1. Het percentage dat nat afgezeefd is met de 63µm zeef
2. De korrelgrootteverdeling voor alle fracties <63µm die door de sedigraaf is bepaald op basis van het nat afgezeefde monster uit onderdeel 1. De sedigraaf geeft een spreiding tussen 0 en 100% als deel van het <63µm monster (paragraaf 2.3).

Bij het vergelijken van de resultaten van de sedigraaf is er alleen gekeken naar de spreiding in de resultaten van de sedigraaf zelf (onderdeel 2). Er is dus alleen gekeken naar de verhoudingen tussen de fracties <63µm, en niet naar de percentages van deze fracties ten opzichte van het totale monster. Onderdeel 1, het percentage <63µm ten opzichte van het totale monster, is in deze vergelijking niet meegenomen maar apart geanalyseerd. Voor de totale spreiding op de resultaten die verkregen zijn met de sedigraaf, de fracties <63µm, dienen deze twee spreidingen gecombineerd te worden. Voorbeeld: het percentage <63µm ligt tussen de 1 en 3 procent (2±1% van het totale monster), en de fractie 45-63µm tussen de 20 en 40 % (30±10% van de fracties <63µm). De fractie 45-63µm zal dan tussen de 0,2 en 1,2 procent van het totale monster liggen.

2.4.1 Berekening gehanteerde standaarddeviatie en d10, d50 en d90 percentielen

De standaarddeviatie per korrelgrootte fractie, de berekende percentielen worden als volgt berekend: eerst wordt de afwijking in alle korrelgrootteklassen per monster berekend met de volgende formule:

$$X_{\text{verschil}} = X_{\text{tweede}} - X_{\text{eerste}}$$

X =de (absolute) afwijking tussen de 1^e meting (historische data of duplo) en 2^{de} meting (recente data of duplo).

Naast de absolute afwijking wordt in het rapport ook de relatieve afwijking gebruikt; deze wordt met de volgende formule berekend:

$$X_{relatief} = \frac{X_{tweede} - X_{eerste}}{X_{eerste}}$$

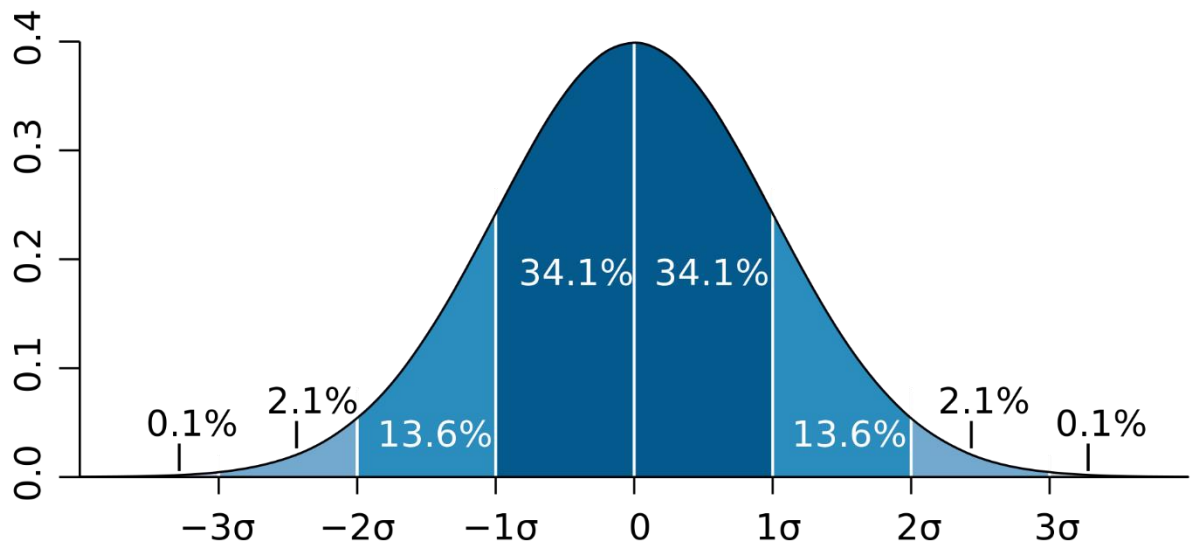
Per serie metingen (duplo's en vergeleken met de historische data per lab, dus 8 series in totaal) zijn het gemiddelde en de standaarddeviatie bepaald voor zowel het absolute als relatieve verschil. De standaarddeviatie voor n_x meetwaarden wordt als volgt berekend:

$$Stdev = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n_x - 1}}$$

- Stdev = standaarddeviatie van getallenreeks x
- X_i = de waarde van een getal in de reeks
- \bar{x} = het gemiddelde van alle getallen in de reeks
- N_x = het aantal getallen in de reeks

De d10, d50 en d90 percentielen worden bepaald door lineaire interpolatie op basis van de cumulatieve zeefcurve naar de kruising met desbetreffende grens van 10, 50 of 90%.

De standaarddeviatie (σ) is statistische maat die de spreiding van een variabele aangeeft. Bij een normale verdeling kan de standaarddeviatie gebruikt worden om de bandbreedte van de variabele te bepalen, waarbij 1 standaarddeviatie (1σ) overeenkomt met 68.2%, bij een spreiding van 2σ is de waarschijnlijkheid dat de gemeten waarde binnen deze range valt 95.4% (Figuur 2.2). In dit rapport wordt een bandbreedte van 2 maal de standaarddeviatie gehanteerd, wat dus overeenkomt met 95.4% betrouwbaarheid.



Figuur 2.2 Relatie tussen de standaarddeviatie (σ) en de procentuele waarschijnlijkheid dat een meetwaarde binnen deze bandbreedte valt. Bron: Wikipedia.

De (relatieve) standaarddeviatie zegt iets over de precisie (hoe ver liggen de metingen uit elkaar?), maar niks over de accuraatheid (liggen de metingen op de juiste plaats?) (Figuur 2.1).

2.4.2 Vaststellen trendafwijking

Door de waarden van de d10, d50 en de d90 percentiel van de historische data te vergelijken met de nieuw verkregen dataset kan een eventuele trendafwijking worden vastgesteld. Deze vastgestelde trendafwijking is alleen statistisch significant indien de vastgestelde trendafwijking tussen de twee datasets groter is dan 2 maal de standaarddeviatie. Op deze manier kan met een 95% betrouwbaarheid gesteld worden dat de twee datasets significant van elkaar afwijken.

2.5 Toetsen resultaten bij gebruikers

Na binnenkomst van de resultaten is door Deltares een analyse gemaakt en verwerkt in een concept rapportage. De concept resultaten zijn besproken op 3 september 2020 met een groep van experts, vertegenwoordigers vanuit het programma kustlijn zorg RWS PPO, de DIS-werkgroep (ZD, KLZ en WVL) en het laboratorium van Rijkswaterstaat (CIV). Tijdens het overleg zijn de resultaten, conclusies en aanbevelingen besproken.

3 Resultaten

In dit hoofdstuk staan de gecombineerde resultaten van de vier laboratoria weergegeven. De gedetailleerde uitwerking per laboratorium is terug te vinden in appendix B. Bij het uitwerken van de resultaten is er onderscheid gemaakt tussen de drie verschillende analyses waaruit het gehanteerde analyseprotocol bestaat:

1. De zeefanalyse voor de fracties 63-2000 μ m
2. De 63 μ m fractie welke nat is afgezeefd
3. De sedigraafanalyses voor de fracties <63 μ m

Deze drie analyses zijn zowel voor de duplo monsters binnen hetzelfde laboratorium, als voor de resultaten van alle vier de laboratoria met de historische resultaten van Wiertsema en Partners vergeleken.

3.1 Opgeleverde data

Niet alle door de betrokken laboratoria opgeleverde data waren direct bruikbaar voor deze studie, door onvolledigheid of het niet navolgen van gemaakte afspraken. Voorbeelden hiervan zijn:

- het niet rapporteren van de afgewogen massa per korrelgrootte fractie;
- het niet direct meeleveren van de omrekenfactor om de percentages bepaald met de sedigraaf terug te rekenen naar het oorspronkelijke monster;
- het rapporteren van meerdere <63 μ m fracties (nat afgezeefd, droog afgezeefd en met de sedigraaf)

Uiteindelijk is alle benodigde informatie verkregen en hebben bovenstaande punten geen invloed gehad op de bruikbaarheid van de data.

Verschillende laboratoria gaven aan dat ze met de sedigraaf problemen ondervonden om aan de gestelde kwaliteitseisen te voldoen:

- RPS, gaf aan dat het niet altijd mogelijk was om de minimale 100kCnts/s voor de baseline te verkrijgen;
- PTA Amerika gaf aan dat het gebruiken van zeewater als achtergrondlijn bij de sedigraaf analyses tot negatieve waarden voor bepaalde korrelgrootte fracties heeft geleid.

Het niet halen van de minimale 100kCnts/s heeft tot gevolg dat de nauwkeurigheid van de sedigraaf meting lager is dan in het geval deze minimale grens wel gehaald was. RPS gaf als reden voor het niet halen van de minimale eis dat ze zeewater in plaats van demiwater tijdens de sedigraaf analyse moesten gebruiken. PTA Amerika gaf aan dat het niet verwijderen van organisch materiaal en kalk tot negatieve waarden heeft geleid. Ook dit heeft een effect op de nauwkeurigheid van de metingen.

Met betrekking tot de data van de zeefkorrelanalyses zijn de hieronder beschreven aspecten van belang:

TCKI heeft vooraf aangegeven niet te beschikken over alle gewenste zeven; in plaats van de gevraagde 355µm is een alternatieve zeef met een maasgrote van 425µm gebruikt. Hierdoor zijn zowel de resultaten van de 425µm als de daaropvolgende 250µm zeef niet te vergelijken met de resultaten van de andere laboratoria, maar wel bruikbaar voor de eerstelijns kwaliteitscontrole (vergelijking van de interne duplo's). De resultaten voor deze afzonderlijke fracties zijn daarom niet gebruikt bij de vergelijking met de historische data van Wiertsema en Partners. Wel is de som van deze fracties vergeleken met de som van de 250µm en 355µm zeven bij Wiertsema en Partners.

RPS heeft de monsters bij binnenkomst gedroogd bij 105 °C, in plaats van aan de lucht overnacht. Dit heeft mogelijk invloed op de fractie <63µm, hoewel de exacte effecten niet duidelijk zijn. RPS gaf aan dat dit niet direct tot grote afwijkingen zal leiden, aangezien het immers overeenkomstig is met het standaard protocol. Volgens RPS zouden eventuele afwijkingen het gevolg kunnen zijn van het gedeeltelijk verbranden van organisch materiaal. De resultaten zijn wel gebruikt bij de vergelijking met de historische data.

3.2 Zeefanalyses

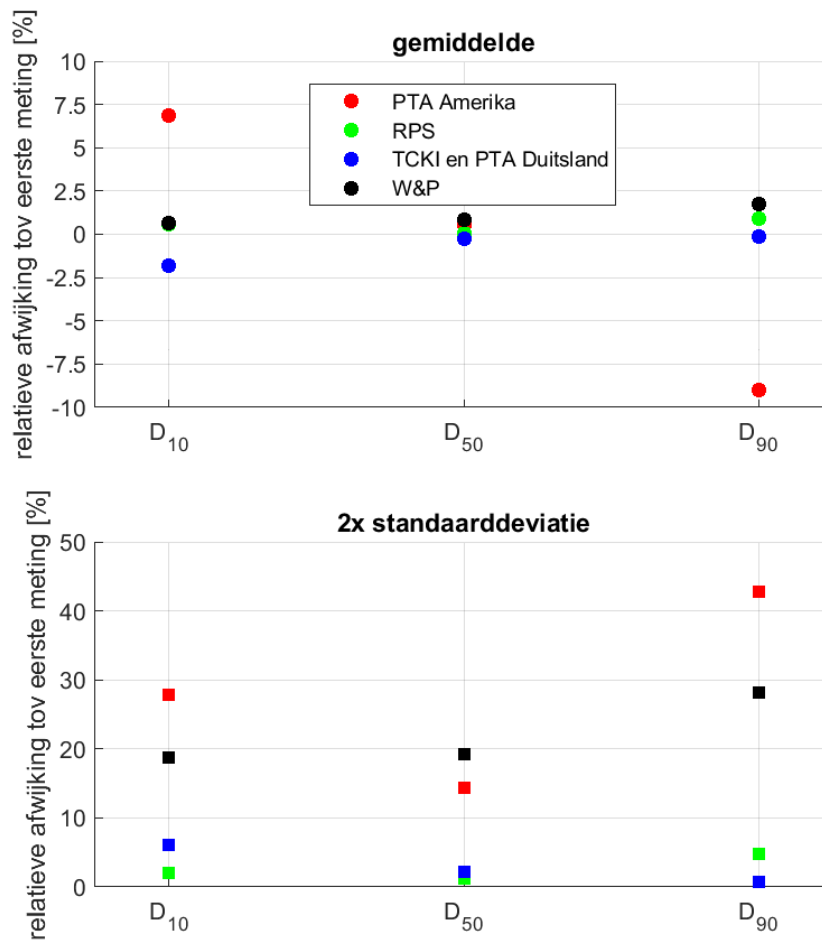
3.2.1 Duplo bepalingen

In figuur 3.1 staat de spreiding tussen de eerste en tweede meting van de twee duplo monsters, uitgedrukt in de d10, d50 en de 90 percentielen voor alle vier laboratoria weergegeven. De gemiddelde afwijking tussen de eerste en tweede meting is zowel bij RPS, TCKI en Wiertsema & Partners kleiner dan 5%. Zowel de d10 als de d90 wijken bij PTA Amerika meer dan 5% af.

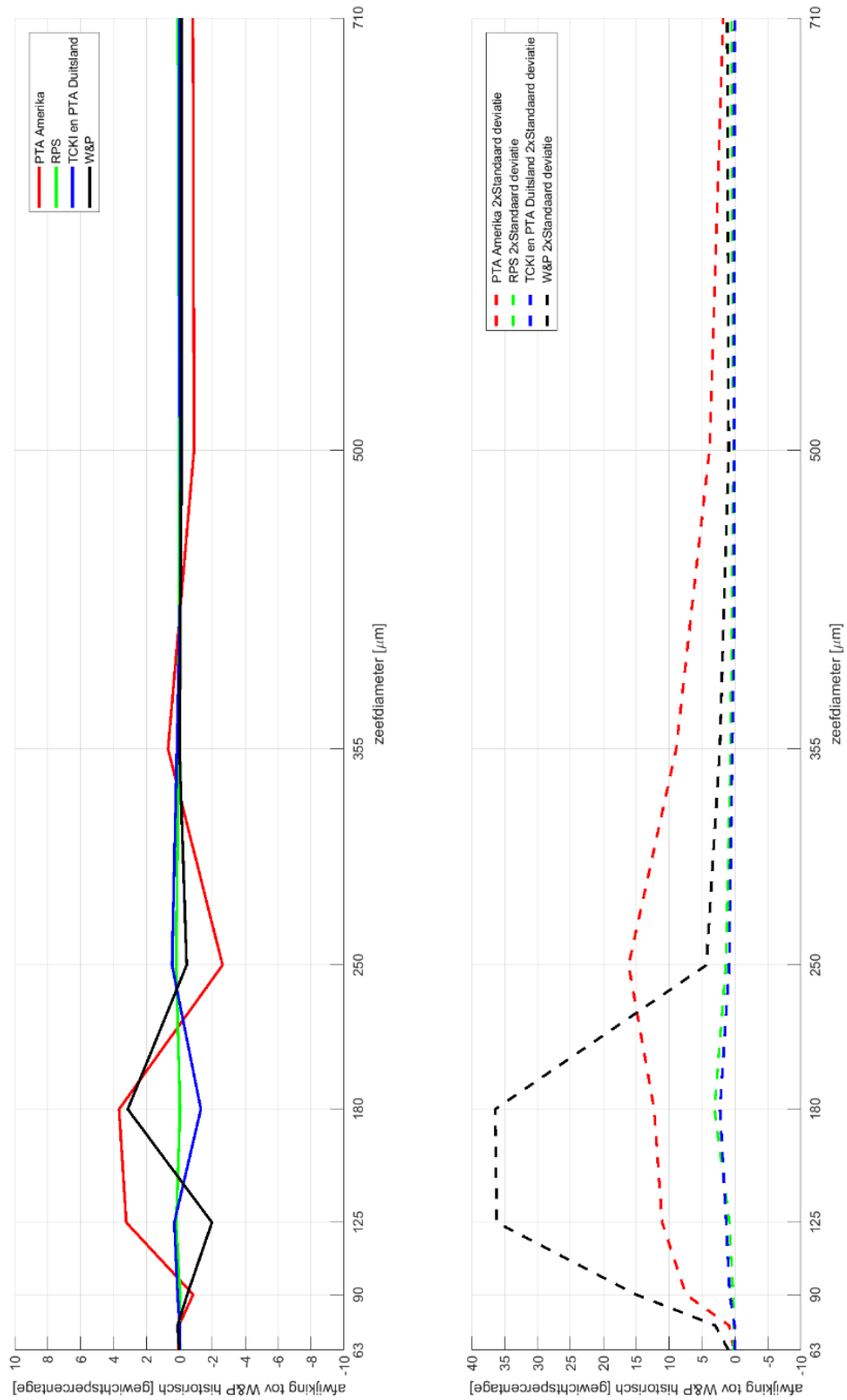
De spreiding, uitgedrukt als tweemaal de standaarddeviatie, tussen de eerste en tweede duplo bepaling zijn het grootst bij Wiertsema & Partners (d10 =19%, d50=19%, d90 = 28%) en bij PTA Amerika (d10 =28%, d50=14%, d90 = 43%). De spreiding bij TCKI (d10 =6%, d50=2%, d90 = 1%) en RPS (d10 =2%, d50=1%, d90 = 5%) is daarentegen veel kleiner.

Dit beeld wordt ook bevestigd in figuur 3.2 waarbij de spreiding (gestreepte lijnen) per korrelgrootte klasse voor RPS en TCKI geheel onder de 5% liggen. De spreiding bij PTA Amerika varieert tussen de 5 en 15%, met verhoogde waarden over de gehele weergegeven korrelgrootte range. De spreiding in de resultaten van Wiertsema & Partners is maximaal 35% op de zeefdiameters 125µm en 180µm.

De gemiddelde afwijking (doorgetrokken lijnen) tussen de twee duplo monsters is in alle korrelgrootteklassen bij alle laboratoria <5%.



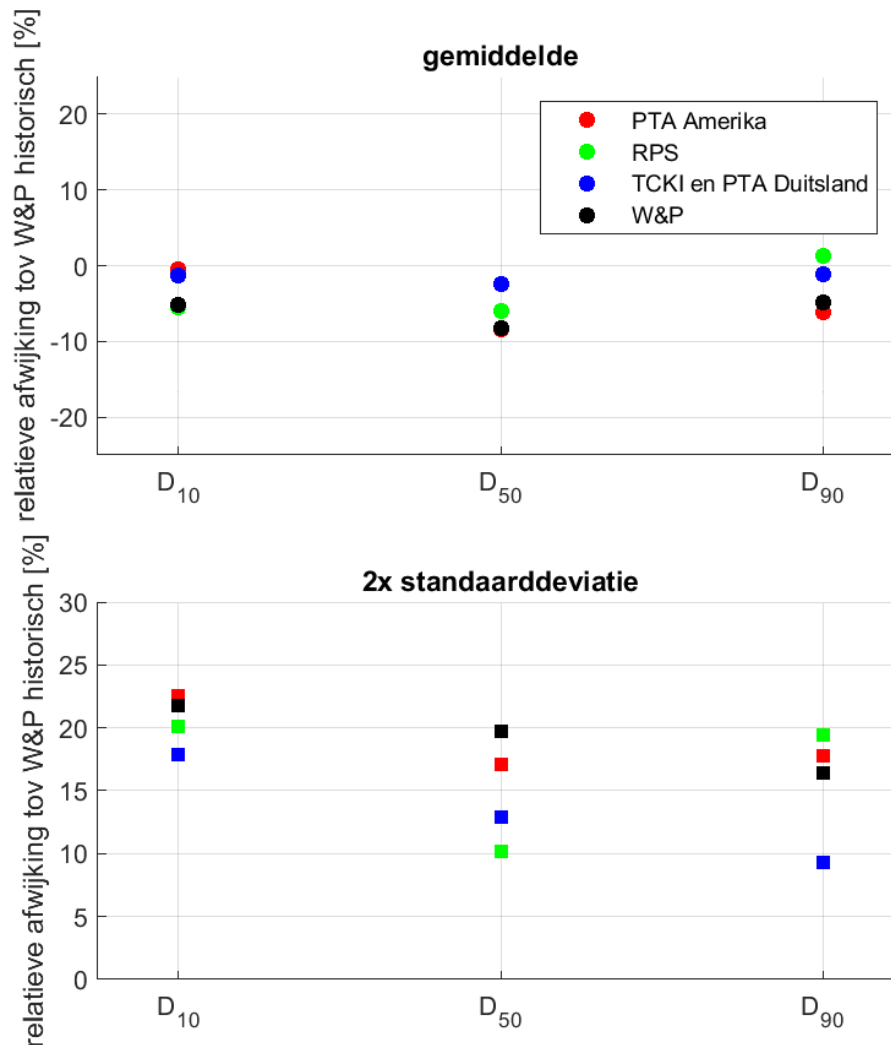
Figuur 3.1: De spreiding (tweemaal de standaarddeviatie) en de gemiddelde afwijking uitgezet tegen de relatieve afwijking tussen de eerste en tweede duplo meting in de d10, d50 en de d90 voor de vier laboratoria.



Figuur 3.2: Gemiddelde afwijking (boven) en spreiding (tweemaal standaarddeviatie, onder) tussen de eerste en tweede duplo meting in gewichtspersentase per zeefdiameter voor alle vier de laboratoria.

3.2.2 Resultaten vergeleken met de historische data van Wiertsema & Partners

In figuur 3.3 staat de relatieve spreiding (2 keer standaarddeviatie) en de gemiddelde afwijking ten opzichten van de historische data van Wiertsema & Partners in d10, d50 en de d90 percentielen van de vier laboratoria uitgezet.



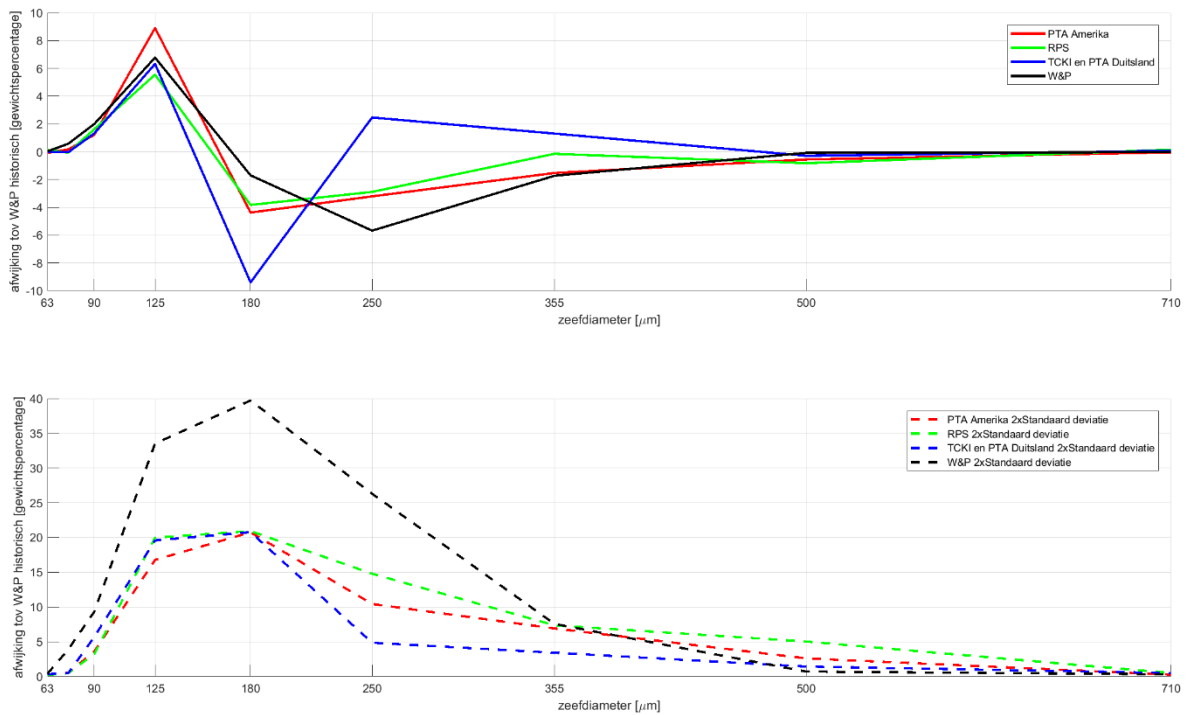
Figuur 3.3 Gemiddelde afwijking (cirkels) en spreiding (tweemaal standaarddeviatie, vierkanten) in de d10, d50 en d90 ten opzichte van de historische data, in relatieve afwijking in procenten.

De gemiddelde afwijking ten opzichte van de historische data laat bij alle laboratoria voor de d10, d50 en d90 een negatieve afwijking zien tussen de 0 en 8%. De huidige berekende d50 percentiel ligt dus gemiddeld 8% lager dan de d50 op basis van de historische korrelgrootte analyses.

De spreiding tussen de huidige en de historische resultaten van Wiertsema & Partners, uitgedrukt als tweemaal de standaarddeviatie, in de d10, d50 en d90 is voor Wiertsema & Partners (d10 =22%, d50=20%, d90 = 16%) vergelijkbaar met de overige drie laboratoria (RPS; d10 =20%, d50=10%, d90 = 19%, TCKI; d10 =18%, d50=13%, d90 = 9%, en PTA Amerika; d10 =23%, d50=17%, d90 = 18%).

De vergelijking per zeeffractie laat voor alle laboratoria grote spreiding in de afwijkingen zien. Absoluut zijn deze het grootste bij de zeefdiameters 125µm, 180µm en 250µm, relatief laten juist de grotere fracties een (zeer) grote spreiding in de fouten zien (tot meer dan 700%).

In figuur 3.4 staat de gemiddelde afwijking en de spreiding ten opzichten van de historische data van Wiertsema & Partners uitgezet per korrelgrootte klasse (max 710µm), voor de vier laboratoria.



Figuur 3.4 Gemiddelde afwijking en de spreiding, per zeefdiameter ten opzichten van de historische data voor alle vier de laboratoria, in gewichtspersentages.

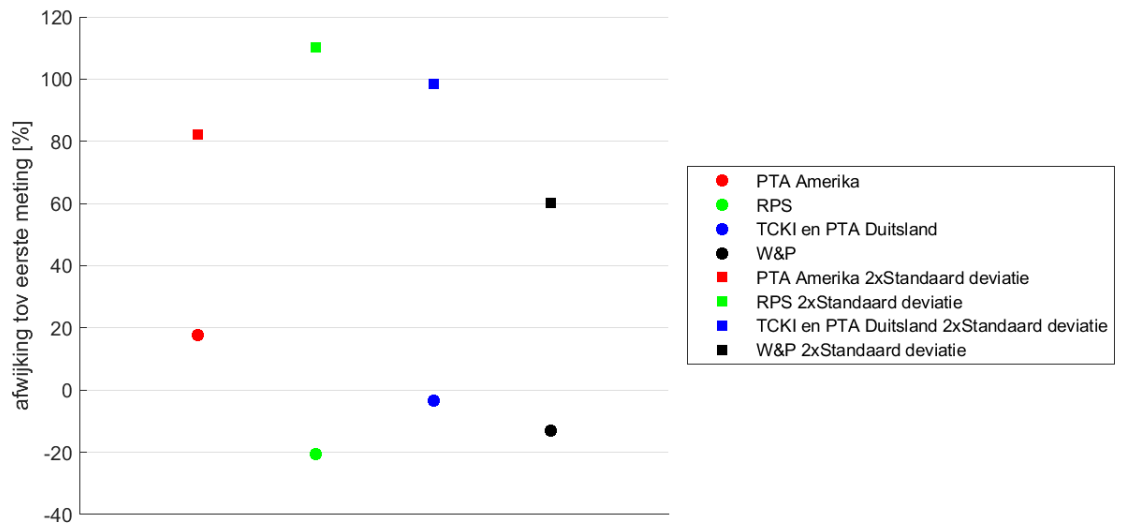
De gemiddelde afwijking in de zeven met de diameters van 180µm, 250µm en 355µm (met als uitzondering TCKI+PTA Duitsland, omdat ze deze zeef niet hebben gebruikt) zijn structureel 0-10% lager dan bij de historische data. De zeef met een diameter van 125µm heeft een structureel hogere (maximaal 9%) opbrengst bij alle vier de deelnemende laboratoria ten opzichten van de historische data.

Uit figuur 3.4. kan verder worden opgemaakt dat de spreiding bij Wiertsema & Partners per zeefdiameter groter is dan bij de overige drie laboratoria. De absolute spreiding (zoals weergegeven in figuur 3.4) is het grootst tussen de 90µm en de 355µm, en is maximaal ±40 gewichtsprocent bij Wiertsema & Partner en maximaal 20 gewichtsprocent bij de overige laboratoria. De spreiding bij de overige laboratoria is overeenkomstig met de spreiding die gevonden is in de historische duplo monsters van Wiertsema & Partners.

3.3 Fractie 63µm

3.3.1 Duplo bepalingen

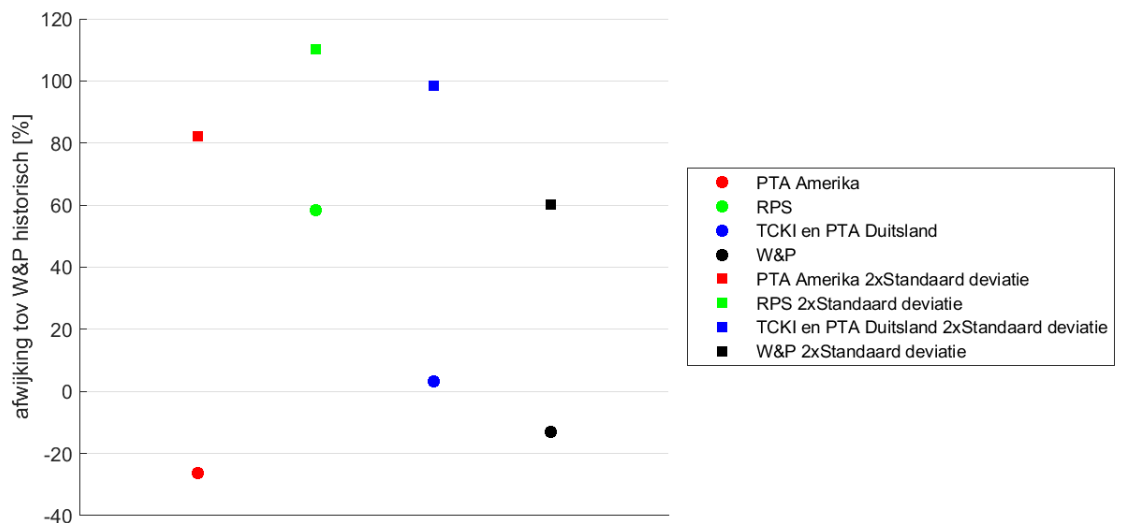
De gemiddelde relatieve afwijking in de fractie <63µm tussen de twee duplo monsters voor alle vier de laboratoria ligt tussen de -20 en +20% (Figuur 3.5). De relatieve spreiding (tweemaal de standaarddeviaties) op de fractie <63µm zijn bij alle laboratoria erg hoog (Wiertsema & Partners (±60%), PTA Amerika (±80%), TCKI +PTA Duitsland (±100%) en RPS (±110%)). Hierbij dient wel te worden opgemerkt dat het percentage <63µm altijd kleiner was dan 1% van het totale monster gewicht, op twee duplo monsters van Wiertsema & Partners na (max. 4%).



Figuur 3.5 Gemiddelde afwijking (rondjes) en 2x standaarddeviatie (vierkantjes) in relatieve afwijking tussen het eerste en tweede duplo monster voor de fractie $<63\mu\text{m}$ voor de vier laboratoria.

3.3.2 Vergeleken met de historische data

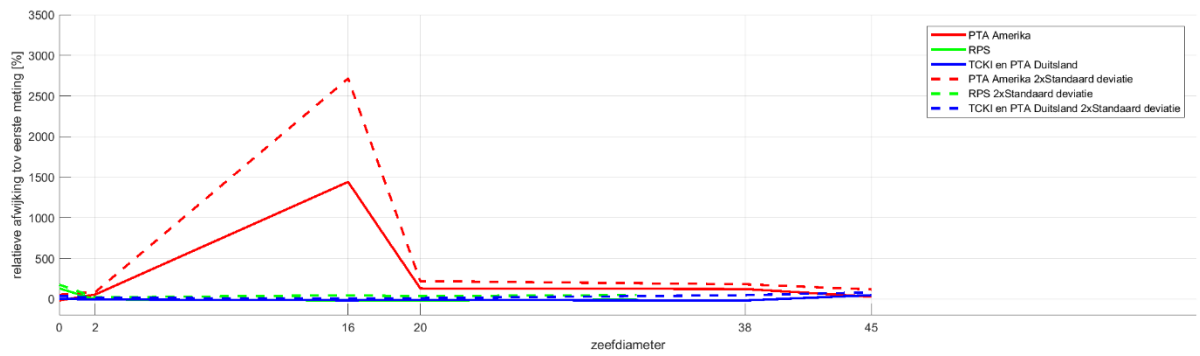
De gemiddelde relatieve afwijking in de fractie $<63\mu\text{m}$ tussen de historische data en de vier laboratoria ligt tussen de -30 en +60% (figuur 3.6). De relatieve spreiding (tweemaal de standaarddeviatie) op de fractie $<63\mu\text{m}$ zijn bij Wiertsema & Partners ($\pm 60\%$), PTA Amerika ($\pm 80\%$), TCKI +PTA Duitsland ($\pm 100\%$) en RPS ($\pm 110\%$) erg hoog. Alle geanalyseerde monsters bij deze vergelijking hadden een $<63\mu\text{m}$ fractie kleiner dan 2%.



Figuur 3.6 Gemiddelde afwijking (rondjes) en 2x standaarddeviatie (vierkantjes) relatief tussen historische data en de resultaten van deze studie in de fractie $<63\mu\text{m}$ voor de vier laboratoria.

3.4 Sedigraaf data

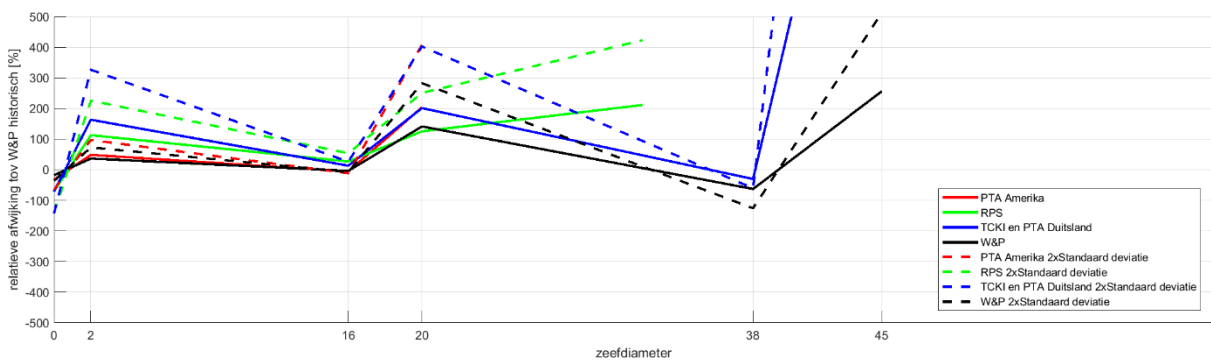
De duplo's van de sedigraaf (alleen uitgevoerd door TCKI, PTA en RPS, niet door W&P) geven aan dat de relatieve spreiding voor de individuele korrelgrootteklasse ca. 50% is voor RPS en TCKI (Figuur 3.7) en significant hoger voor PTA (spreiding tot ruim 2500% bij $16\mu\text{m}$). De gemiddelde afwijking ligt rondom de 0% voor RPS en TCKI, en significant hoger voor PTA.



Figuur 3.7 Gemiddelde afwijking en 2x standaarddeviatie relatief tot de eerste duplo meting voor de sedigraaf resultaten

In vergelijking met de historische data is de spreiding bij RPS en TCKI juist groter dan bij PTA, ook Wiertsema & Partners laat een lagere spreiding zien (Figuur 3.8). Over het algemeen is de afwijking vrij groot voor alle laboratoria, en wijkt ook de gemiddelde fout veel af (ca. 20 tot 200%).

Wiertsema & Partners laat over het geheel gezien een kleinere afwijking (gemiddelde en spreiding) zien. Alle overige laboratoria hebben een zeer zwakke correlatie met de historische data. Omdat de oorzaak hiervan niet geheel begrepen wordt en dit consequenties kan hebben voor het wel of niet uitbesteden van de sedigraaf analyses, moet dit eerst in meer detail worden onderzocht. Dit valt buiten de scope van deze studie.



Figuur 3.8 Gemiddelde afwijking (doorlopende lijn) en 2x standaarddeviatie (gestippelde lijn) relatief tot de historische data voor de sedigraaf resultaten

4 Discussie

4.1 Afwegingen plan van aanpak

De doelstelling van dit onderzoek is om vast te stellen of het wisselen van laboratorium voor de korrelgrootteanalyses impact heeft op de kwaliteit van de korrelgrootte data. Hierbij gaat het specifiek voor monsters afkomstig uit de Nederlandse Noordzee, en geanalyseerd volgens het in 2016 opgestelde analyse protocol (appendix A), met specifieke eigenschappen:

- zand >90%, <63µm fractie vaak <3%;
- bestaande uit silicaten;
- inert organisch materiaal;
- afkomstig uit een geoxideerd milieu.

De reproduceerbaarheid van monsters met specifiek deze eigenschappen is een belangrijk onderdeel van de onderzoeksvragen in deze studie, wat de reden is dat er geen artificiële- of referentiemonsters zijn gebruikt.

Door de beperkte monstergrote (80-150 gram) in het historische Noordzeezand archief was het niet mogelijk om dezelfde monsters naar alle deelnemende laboratoria te sturen, aangezien deze gesplitst hadden moeten worden, waardoor de representativiteit in twijfel getrokken kan worden. Er is ook niet voor gekozen om grootschalige mengmonsters te maken, omdat de fijnere fracties hierbij mogelijk niet homogeen verdeelt zouden worden. Daarnaast zouden alle monsters dan ook door Wiertsema & Partners geanalyseerd moeten worden, wat niet binnen het beschikbare budget mogelijk was.

Uiteindelijk is ervoor gekozen om gebruik te maken van in totaal 80 monsters uit het historisch Noordzeezand archief. Deze monsters zijn oorspronkelijk in 2016-2017 door Wiertsema & Partners geanalyseerd. De gebruikte reservemonsters zijn in massa kleiner dan de oorspronkelijke monsters, 80-150 gram ten opzichten van 150-250 gram. Dit kan potentieel tot een grotere onnauwkeurigheid in de huidige korrelgrootte analyses leiden. Een eventuele impact hiervan zou vooral merkbaar moeten zijn bij de fracties met een beperkte relatieve bijdrage aan de totale korrelgrootte samenstelling. Aangezien de representativiteit van specifiek deze fracties potentieel beperkter is. Deze potentiële afwijking zou normaal verdeeld moeten zijn en niet tot structurele afwijkingen moeten leiden.

4.2 Overwegingen vergelijking resultaten

Het aantal van 80 monsters verdeelt over vier verschillende laboratoria, is een compromis tussen het beschikbare budget, het verkrijgen van een representatief beeld van de markt door meerdere laboratoria te laten anticiperen én het aantal monsters per deelnemend lab. Het gebruikte aantal monsters is voldoende om een indruk te krijgen van de analytische variatie in het deelnemende laboratorium en hoe deze resultaten zich verhouden ten opzichten van de historische data van Wiertsema & Partners.

De resultaten van de uitgevoerde analyses geven goede inzichten in de kans op het ontstaan van een trendbreuk indien niet altijd hetzelfde laboratorium de analyses uitvoert. Om verdergaande conclusies te trekken over de verschillen tussen de laboratoria, maken een aantal punten het lastig:

- Verschillen tussen de duplobehandelingen: de historische duplo's zijn in het uitgevoerde onderzoek in 2016/2017 niet gehomogeniseerd, waardoor de samenstelling mogelijk niet identiek is, wat een (deel van) de hogere spreiding in de duplo's van W&P kan verklaren;

- Verschil in workflow: de historische metingen zijn uitgevoerd over meerdere weken/ maanden, onder een zeer hoge tijdsdruk. Tijdens de werkzaamheden zijn meerdere zeeftores gebruikt en waren bij de uitvoering van de werkzaamheden verschillende analisten betrokken. Dit vergroot de kans op afwijkingen, ten opzichte van de recent uitgevoerde metingen. Waarbij wel moet worden opgemerkt dat de duplo monsters ook bij Wiertsema & Partners gelijktijdig zijn geanalyseerd. Wiertsema & Partners heeft geen nieuwe duplo metingen uitgevoerd in dit onderzoek.
- Verschillen tussen de toegestuurde datasets, zoals de vorm van de zeefkromme – een steilere zeefkromme zorgt voor een minder gevoelige d10, d50 en d90 bepaling. Bij de selectie van monsters is hier geen rekening mee gehouden, het is dus mogelijk dat één lab meer of minder steile zeefkrommes heeft dan de andere.

4.3 Opslag van monsters

Een belangrijke aanname in dit onderzoek is dat het (langdurig) opslaan van monsters geen (significante) invloed heeft op de korrelgrootteverdeling. Processen die potentieel van invloed kunnen zijn op de korrelgrootteverdeling en die in het monster plaats hebben kunnen vinden bij langdurig opslag, zijn:

- Het oxideren van anaerobe monsters, wat een neerslag-/ oplossingsreactie tot gevolg kan hebben.
- Verdroging doordat de potten niet goed afgesloten waren, waardoor klei potentieel verklit en het organisch materiaal indroogt
- Microbiële activiteit in het monster die potentieel het monster verklit, of verzuring geeft waardoor de kalken gedeeltelijk opgelost zijn.

Alle hierboven beschreven processen hebben als gevolg dat korrels potentieel samen kunnen gaan klitten, of het verklittende materiaal juist oplost. Deze processen worden gelimiteerd door de aanwezigheid van de reactieve elementen (ijzer/ mangaan) in het monster of in het porievocht; nutriënten (nitraat/fosfaat), en/of de aanwezigheid van (reactief) organisch materiaal. De voor deze studie geselecteerde monsters zijn zandige, niet organisch rijke monsters, mede hierdoor zal indien deze processen optreden de totale massa die hierdoor beïnvloed wordt beperkt zijn. Deze reacties zullen vooral plaatsvinden in interactie met de fijnere, reactievere fracties in het monster.

Het gehanteerde analyseprotocol schrijft voor dat het monster gedroogd wordt op 40°C en daarna nat afgezeefd over een 63µm zeef. Tijdens deze handeling is het monster continu in contact met de zeef in water, de verwachting is dat recent gevormde neerslagen in dit geval zullen oplossen of breken in kleine fragmenten. Deze kleine fragmenten worden vervolgens meegenomen in de sedigraafanalyse, en beïnvloeden potentieel deze resultaten. De fracties groter dan >63µm worden vervolgens nogmaals gedroogd, bij 105°C, en droog gezeefd, terwijl de zeefkolom geschud wordt. Ook dit proces zal er waarschijnlijk voor zorgen dat de verklitte korrels door de recent gevormde neerslagen, of microbiële activiteit, teniet gedaan zal worden.

De verwachting is dus dat de beïnvloeding van het bewaren van de monsters voor meerdere jaren minimaal zal zijn en indien dit voordoet het proces om de korrelgroottes te analyseren ervoor zorgt dat het effect waarschijnlijk teniet gedaan zal worden.

Dit is ook de reden waarom de Nederlandse Geologische Dienst al tientallen jaren bodem en kernmonsters opslaat in het TNO kernhuis in Zeist. Vaak worden bepaalde analyses, waaronder zelfs chemische analyses jaren later uitgevoerd.

Daarnaast laat de spreiding per korrelgrootte klasse (figuren 4.1.2 en 4.2.2.) zowel bij de historische duplo monsters als bij de vergelijking met de huidige resultaten laten een consistent beeld zien.

4.4 Vergelijking zeefresultaten

4.4.1 Spreiding op de resultaten

Bij het vergelijken van de spreiding tussen de historische data en de resultaten verkregen tijdens deze studie moet worden opgemerkt dat deze resultaten zijn beïnvloed door:

1. De spreiding in de historische data;
2. De analytische spreiding in de analyses van het individuele laboratorium;
3. Heterogeniteit tussen de twee duplo monsters.

Doordat de daadwerkelijke waarden niet bekend zijn, kan een afwijking door elk van bovenstaande drie oorzaken komen. Een afwijking tussen twee metingen kan dus komen door 1) een afwijking van de 'werkelijke waarde' in de historische data, 2) een afwijking van de 'werkelijke waarde' in de recente meting of 3) een verschil in samenstelling tussen het oude en nieuwe monster, of een combinatie van deze oorzaken.

De hypothese voorafgaand aan dit onderzoek was dat de verschillen tussen de duplomonsters (oorzaak 3) kleiner is dan de analytische spreiding van de korrelgrootteanalyse (oorzaak 2). Op basis van de duplo vergelijkingen (paragraaf 4.1) is de analytische spreiding (oorzaak 2) in de laboratoria van TCKI, RPS en PTA Amerika vastgesteld. De spreiding in de historische duplo's van Wiertsema & Partners is eveneens in paragraaf 4.1 vastgesteld, maar deze duplo vergelijking is mogelijk ook beïnvloed door heterogeniteit tussen de twee verschillende duplo monsters (oorzaak 3).

Indien de huidige analytische spreiding bij Wiertsema & Partners vergelijkbaar is met RPS en TCKI, zal de spreiding op de historische duplo's vergelijkbaar zijn met de spreiding tussen de huidige en historische data. In dat geval is de spreiding in de historische data dominant ten opzichten van de huidige analytische spreiding.

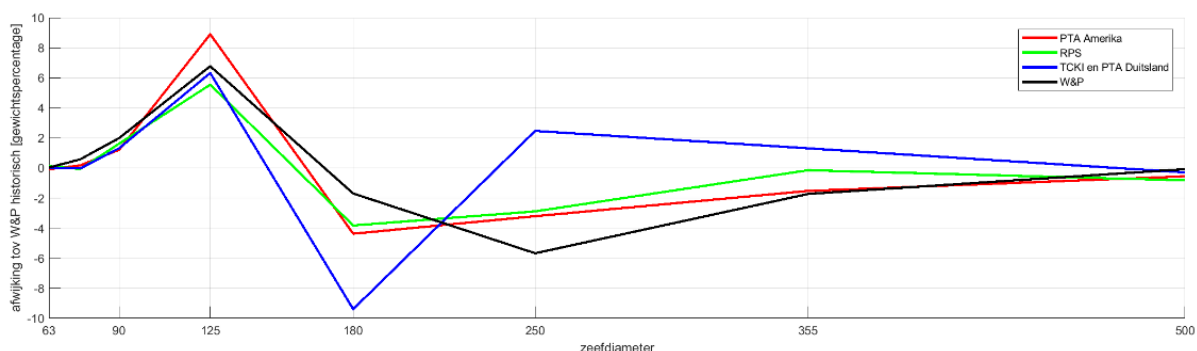
In Tabel 4.1 staat de spreiding op de d10, d50 en de d90 percentielen per laboratorium weergegeven in vergelijking met de historische data, ter vergelijking is ook de spreiding van de duplo bepalingen in de tabel opgenomen. De spreiding bij de vier laboratoria in vergelijking met de historische resultaten ligt grofweg in dezelfde orde grootte als de spreiding van de historische duplo's. Dit wijst er dus op dat de spreiding op de historische data dominant is in de vastgestelde spreiding tussen de huidige en historische resultaten. Hoewel Wiertsema & Partners en PTA Amerika een hogere spreiding laten zien bij de d50, is het verschil niet groot genoeg om met zekerheid vast te stellen dat deze laboratoria minder goed in staat zijn de resultaten te reproduceren.

Tabel 4.1 Relatieve spreiding in resultaten voor de duplo bepalingen (bovenste deel) en de vergelijking met de historische data (onderste deel)

Relatieve spreiding in resultaten	d10	d50	d90
Duplo metingen			
Wiertsema & Partners (historische duplo's)	19	19	28
RPS	2	1	5
PTA Amerika	28	14	43
TCKI+ PTA Duitsland	6	2	1
In vergelijking met de historische resultaten			
Wiertsema & Partners	22	20	16
RPS	20	10	19
PTA Amerika	23	17	18
TCKI+ PTA Duitsland	18	13	9

4.4.2 Structurele trendafwijking

Voor de geconstateerde structurele afwijking van de d10, d50 en d90 ten opzichte van de historische data bij alle vier de laboratoria is op dit moment geen duidelijke verklaring te geven. Deze afwijking is ook te zien in de gemiddelde afwijking ten opzichte van de historische data van Wiertsema & Partners per korrelgrootte klasse (Figuur 4.1, zie ook hoofdstuk 3). Deze structurele afwijking valt binnen de geconstateerde spreiding ($2 \times \sigma$), waardoor deze trendafwijking niet significant vast te stellen is. Maar deze afwijking wordt in de vergelijking met alle vier de laboratoria geconstateerd, en lijkt dus laboratorium onafhankelijk.



Figuur 4.1: De gemiddelde afwijking tussen de resultaten van de vier deelnemende laboratoria en de historische data van Wiertsema & Partners uitgezet per korrelgrootte fractie.

Om dit fenomeen te verklaren zouden korrels die voorheen op de zeefdiameter 250 μ m en 180 μ m bleven liggen nu doervallen naar de zeefdiameter van 125 μ m. Het is niet de verwachting dat deze korrelgrootte klassen worden beïnvloed door het langdurig bewaren van het monster. Het fenomeen is ook zichtbaar in twee zeefdiameters, waardoor het ook niet verklaart kan worden door het gebruiken van een versleten zeef in 2016-2017.

Nader onderzoek is daarom noodzakelijk om de oorzaak van deze structurele afwijking duidelijk te krijgen.

4.5 Fractie 63 μ m

De tijdens deze studie gebruikte monsters zijn geselecteerd op het d50-percentiel. Bij de selectie is geen rekening gehouden met de fractie kleiner dan 63 μ m. In bijna alle monsters (op twee na) was de silt/klei fractie <1% (m/m). Zowel de spreiding (\pm 60%) op de resultaten als de structurele afwijking (\pm 20%) tussen de twee verschillende datasets, geeft aan dat de betrouwbaarheid voor deze lage silt/klei percentages zeer laag is. Naar verwachting zal een monster met een hoger percentage <63 μ m of een groter monster beter reproduceerbaar zijn. In deze studie zijn de kleinere reserve monsters gebruikt (ongeveer de helft van de normale monsters), dit heeft ook consequenties voor de nauwkeurigheid van de fracties met een laag percentage.

4.6 Algemene afwegingen

Een groot aantal commerciële laboratoria bleek niet bereid te zijn om te anticiperen in deze studie op basis van een aantal redenen: 1) het niet beschikbaar hebben van een sedigraaf, 2) de bereidheid om af te wijken van standaard protocollen voor slechts 20 monsters en 3) de complexiteit van de werkzaamheden. Het vooruitzicht van jaarlijks analyseren van 400 tot 600 monsters bracht hier geen verandering in.

Het vasthouden aan sedigraafanalyses heeft dus mogelijk een beperkend effect op het aantal laboratoria dat deze analyses zoals beschreven in het protocol zou kunnen uitvoeren. In die optiek, en de tijdens deze studie geconstateerde vragen bij de reproduceerbaarheid van de sedigraaf analyses (zie paragraaf 4.4), zou het ook een afweging kunnen zijn om het protocol aan te gaan passen voor de fracties <63 μ m.

5 Conclusies aanbevelingen

5.1 Conclusies

Hieronder worden de conclusies weergegeven aan de hand van de oorspronkelijke onderzoeksvragen:

Wat is de te verwachten bandbreedte van korrelgroottes bij analyse van gelijke monsters en hetzelfde protocol door verschillende marktpartijen?

- Voor de d10, d50 en d90 is de gemiddelde fout van de duplo bepalingen ongeveer 0. Dit betekent dat er geen systematische afwijkingen te zien zijn.
- De spreiding van de fouten (tweemaal de standaarddeviatie, 95% betrouwbaarheid bij een normale verdeling) in de duplo bepalingen ligt voor RPS en TCKI rond de 1-5%, en voor W&P en PTA rond de 20%. Het verschil in spreiding is naar verwachting niet statistisch significant door het lage aantal metingen. De hogere spreiding bij W&P en PTA kan dus niet worden uitgelegd als minder juiste/precieze resultaten. Hier speelt ook bij mee dat de metingen door W&P in 2016 onder andere omstandigheden zijn uitgevoerd en de monsters anders zijn samengesteld (niet gehomogeniseerd).
- De individuele zee fracties laten grote relatieve fouten zien bij lage hoeveelheden sediment op de zeef (minder dan een paar gram/100gram). Ook zorgt een steilere zeefkromme voor een minder gevoelige d10, d50 en d90 bepaling. Dit is ook te zien in de grotere spreiding van de d10 en d90, de curves lopen rondom deze percentielen minder steil dan bij de d50.
- De relatieve spreiding in de <63µm fractie is tussen de 60% en de 100%, de hoge relatieve spreiding wordt waarschijnlijk beïnvloed door het lage gewichtspercentage <63µm in de onderzochte monsters.

Wanneer is er sprake van een trendbreuk? In hoeverre dat een probleem is bij het toepassen van gegevens, bijvoorbeeld bij het DIS maakt geen onderdeel uit van deze studie.

- Tussen de huidige resultaten en de historische data is een trendbreuk zichtbaar. De resultaten van de historische data in de berekende percentielen (d10, d50, d90) liggen gemiddeld genomen ca. 5% hoger is dan de huidige data.
- Door de grote spreiding in de resultaten is het niet mogelijk om de geconstateerde trendafwijking statistisch significant vast te stellen. De geobserveerde trend kan op toeval berusten.
- Bovenstaande trendbreuk is te zien bij alle deelnemende laboratoria, er is dus geen trendbreuk tussen de verschillende laboratoria te zien. De tijdens deze studie verkregen resultaten geven dus geen aanleiding om vast te houden aan W&P als laboratorium voor de korrelgrootte analyses om een eventuele trendbreuk te voorkomen.

Welke beheersmaatregelen in het kader van kwaliteitsborging kunnen bij toekomstig onderzoek worden ingezet om een trendbreuk te minimaliseren?

- Zorg ervoor dat iemand van Rijkswaterstaat/ Deltares fysiek aanwezig is bij het inregelen van het korrelgrootte protocol. Herhaal dit bezoek meerdere keren gedurende het project.
- Introduceer een referentiemonster om structurele afwijkingen te kunnen constateren. Mogelijk kan hierbij gebruik gemaakt worden van bestaande kwaliteitssystemen, dat is in deze studie niet verder onderzocht.
- Vereis het opzetten van een kwaliteitssysteem, waarbij in elke batch een intern referentie monster meegenomen wordt en dat op basis daarvan batches goedgekeurd dan wel afgekeurd kunnen worden.

Hoe ziet de markt voor sedigraaf analyses eruit?

- Het niet beschikbaar hebben van een sedigraaf is een grote beperking gebleken bij het laten deelnemen van verschillende laboratoria.
- Het is onduidelijk of deze beperking ook opgaat indien er 400-600 monsters op jaarbasis geanalyseerd moeten gaan worden.

Wat is de bandbreedte bij het bepalen van de fijne fractie met verschillende sedigraven?

- De interne duplo's van de sedigraaf (alleen uitgevoerd door, TCKI, PTA en RPS, niet door W&P) geven aan dat de relatieve spreiding voor de individuele korrelgrootte klasse ca. 50% is voor RPS en TCKI, en significant hoger voor PTA (spreiding tot ruim 2500% bij 16 μ m).
- De gemiddelde afwijking ligt rondom de 0% voor RPS en TCKI, en significant hoger voor PTA.
- In vergelijking met de historische data is de spreiding bij RPS en TCKI juist groter dan bij PTA, ook W&P laat een lagere spreiding zien. Over het algemeen is de afwijking vrij groot voor alle laboratoria, en wijkt ook de gemiddelde fout veel af (ca. 20 tot 200%).
- De resultaten van de sedigraaf zijn niet reproduceerbaar en daarmee onbetrouwbaar.
- De slechte reproduceerbaarheid van de sedigraafresultaten wordt vermoedelijk veroorzaakt doordat de monsters niet zijn voorbehandeld.

Algemene conclusies

- De aangeleverde protocollen zijn niet altijd goed nageleefd, in hoeverre dit invloed heeft gehad op de verkregen resultaten is onduidelijk. In de resultaten zijn geen afwijkingen gezien die op effect hiervan wijzen.
- Het jaren opslaan van de monsters zou, indien het invloed heeft, vooral in de fijne fractie tot afwijkingen kunnen leiden

5.2 Aanbevelingen

Hieronder volgen de aanbevelingen uit dit rapport die niet direct betrekking hebben op de beheersmaatregelen om de kwaliteit bij een toekomstige uitbesteding zo goed mogelijk te borgen:

- De geconstateerde afwijkingen in de resultaten van de sedigraaf tussen de verschillende laboratoria en de historische data van Wiertsema & Partner moeten in meer detail onderzocht worden voordat deze analyses aanbesteed kunnen worden.
- Onderzoek of de geconstateerde trendafwijking tussen de historische data van Wiertsema & Partner en de huidige resultaten:
 - door de tijd varieert,
 - gebiedsafhankelijk is,
 - of deze ook aanwezig is bij de monsters van 2017-2019,
 - toets deze afwijkingen aan de opgehaalde kwaliteitseisen bij de gebruikers.
- Analyseer de verschillende duplo metingen en controles die in 2016 zijn uitgevoerd voor meer informatie over verschillen tussen zeefkrommes.
- Stel kwaliteitseisen op waaraan de korrelgrootte analyses moeten voldoen, toegespitst op het beoogde doel van de data, waaronder het DIS.
- Toets de huidige data aan deze kwaliteitseisen, om de bruikbaarheid vast te stellen.
- Stel ook (realistische) kwaliteitseisen op specifiek voor de fractie <63 μ m, onderzoek welke methode - als deze bestaat - hieraan kan voldoen. Resultaten van de MEP studie bieden hier mogelijk nuttige inzichten voor.
- Toets de huidige resultaten aan de opgestelde kwaliteitseisen voor de fractie <63 μ m. Indien nodig kan er gekeken worden naar verbeteren van de nauwkeurigheid waarmee deze fractie wordt gemeten, zoals het analyseren van een groter monster of andere meettechnieken.

A Korrelgrootteverdeling d.m.v. zeefkrommebepaling

B.1 Inleiding

De zeefkromme zal uit een combinatie van nat en droog zeven bestaan. Hiervoor is gekozen omdat de fractie < 63 µm zo onverstoord mogelijk bemonsterd moet worden, terwijl voor de zandfracties een droge zeeftechniek sneller en gebruikelijker is.

Het gehele aangeleverde monster moet in behandeling genomen worden!

B.2 Lijst van benodigdheden

- Fles of beker glas van 1 liter
- Kraanwater
- natriumchloride (keukenzout)
- magnesiumsulfaat
- Balans, gevoeligheid 0.01 g
- Droogstoof 105 ± 5 °C
- Maatbeker 1000 ml
- Zeven met de Ø van: 2 mm, 1,4 mm, 1 mm, 710 µm, 500 µm, 355 µm, 250µm, 180 µm, 125 µm, 90 µm, 75 µm en 63 µm.

B.3 Voorbereiding

Aanmaken kunstmatig zeewater

1. Voeg 26 gram natriumchloride en 4 gram magnesiumsulfaat toe aan 1 liter kraanwater in een bekeerglas of fles.
2. Schud of roer het water en wacht tot het zout helemaal is opgelost.

B.4 Uitvoering Natzeven:

1. Neem het gehele aangeleverde veldvochtige monster in behandeling:
2. Noteer de volgende zaken in het zeefboek
 - boornummer
 - monsternummer
 - bemonsteringsdiepte
 - natgewicht (NG_D)
3. Droog het monster minimaal overnacht aan de lucht en verkruimel zo de aan elkaar geklonterde deeltjes met de hand.
4. Weeg het drooggewicht af van het monster op 0.01g nauwkeurig
5. Breng het gehele monster in een bekeerglas met 100 ml zoutwater en laat enige tijd (16 uur) staan zodat eventueel ontstane brokjes uit elkaar kunnen vallen.
6. Schudt het monster los en verdeel het monster over de gehele zeef van 63 µm, schudt minimaal 2 minuten en spoel daarna zeef na **met kunstmatig zeewater** totdat het water schoon is. Vang dit water met de fractie < 63 µm op. Zorg bij silt-arme monsters, waarop ook een sedigraaf-analyse wordt gedaan dat het monstervolume zo klein mogelijk blijft (max. 200 ml) om een zo geconcentreerd mogelijk monster over te houden. Indien bij meer silt-rijke monsters meer water nodig is om de zeef van 63 µm volledig uit te spoelen dan kan dat maar probeer dit zo beperkt mogelijk te houden voor de monsters die op de sedigraaf gemeten worden. Vang al het water op
7. Verwijder het bekeerglas onder de 63 µm zeef
8. Spoel de 63 µm zeef na met kraanwater zodanig dat al het zout eraf gespoeld is. Laat dit water weglopen.
9. Breng het monster op de 63 µm zeef over in een apart bakje, dit wordt gebruikt voor de zeefkromme bepaling.

10. Droog het monster overnacht bij 105 °C.
11. Weeg het gewicht na drogen met een nauwkeurigheid van 0,01g, van de 63 µm zeef inclusief het monster en noteer dit.

B.5 Uitvoering Zeefkromme bepaling op gedroogd materiaal (2000 – 63 µm)

Voor de zeefkromme worden de volgende zeven gebruikt: 2 mm, 1,4 mm, 1 mm, 710 µm, 500 µm, 355 µm, 250µm, 180 µm, 125 µm, 90 µm, 75 µm en 63 µm.

12. Breng het gedroogde monster geheel op de zeven.
 - a. Hanteer de bovengenoemde zeefdiameters
 - b. Hanteer de standaard schudtijden (20 minuten met een amplitude van 0,6).
13. Weeg de lege 63 µm zeef en noteer dit.
14. Weeg alle afzonderlijke fracties, dus ook de fractie µm met een nauwkeurigheid van 0.01g en noteer dit. (inclusief de fractie > 2mm en <63 µm).
 - Wanneer er grotere fracties bestaan in het monster (>2mm) worden deze afzonderlijk gezeefd, gewogen en ook genoteerd.
15. Weeg het gewicht van de fractie <63 µm die overblijft na het zeven tot op 0,01g nauwkeurig, en noteer ook deze op het formulier.
16. Scheid na het zeven alles wat groter is dan 2 mm van de kleinere fracties en stop dit grind/ schelpen/ houtrestjes terug in het zakje waarin het monster oorspronkelijk binnen kwam. Dit wordt nader bestudeerd door TNO.
17. De overige gezeefde fracties kunnen weg.

B.6 Fractie < 63 µm vrijgekomen tijdens het natzeven waarop een vervolganalyse moet gebeuren

In het bekerglas is aanwezig min. 200ml suspensie met:

- kunstmatig zeewater
- sediment fractie <63 µm (alleen de fractie die is vrijgekomen bij het natzeven, de fractie < 63 µm die af is gezeefd tijdens het droogzeven wordt hier **NIET** aan toegevoegd)

B Sedigraafbepaling

C.1 Doel

Bepalen van de korrelverdeling van deeltjes kleiner dan $< 63 \mu\text{m}$ met de sedigraaf (Micromeritics MM 5120, of soortgelijk)

C.2 Omschrijving

De proef behelst de analyse van de korrelgrootte van de fractie $<63 \mu\text{m}$ van een grondmonster door het monster in suspensie te brengen en te laten bezinken in een meetcuvet. Het verloop van het bezinkproces (sedimentatie) wordt gevolgd door in het meetcuvet continu in de tijd op een continu variërende hoogte de absorptie van röntgenstraling te bepalen. De gemeten absorptie is een maat voor de hoeveelheid materiaal-in-suspensie op de meethoogte, de meethoogte en het meetmoment bepalen de deeltjesgrootte waar de absorptie betrekking op heeft.

C.3 Analyse

B.3.1 Benodigdheden

- Micromeritics MM 5120 met een carrousel met monstercontainers
- kunstmatig zeewater, aangemaakt zoals beschreven in het protocol van de zeefkromme.

B.3.2 Voorbereiding

Maak een blanco monster aan (artificieel zeewater)

Voorafgaand aan de meting worden achtergrondwaarden bepaald, dat wil zeggen de intensiteit die gemeten wordt na transmissie door het cuvet met een 'blanco', zeewater. Dit geeft de '0%-lijn' (geen gronddeeltjes in de suspensie). Deze bepaling wordt eenmaal per dag uitgevoerd. De telsnelheid ligt hier bij rond de 105.000 counts/sec. Bepaal deze blanco met zeewater minimaal 1x daags.

C.4 Uitvoering

1. Laat de bekerglazen met +/- 200 ml en de fractie $<63 \mu\text{m}$ die overgebleven na het uitspoelen een tijd bezinken.
2. Monsters met weinig silt/klei geeft een zeer lage concentratie in suspensie. De monsters worden gedecanteerd. Haal met een pipet een deel van het (heldere) zeewater uit het bekeerglas, zodat er een geconcentreerde monster overblijft voor de analyse in de sedigraaf.
3. Zet dit bekeerglas met geconcentreerde monster op een magneetroerder en laat de inhoud roeren tot er een representatief monster is ontstaan.
4. Breng vervolgens een deel van dit monster over, met een pipet, in een bekertje voor de sedigraaf en zet in de carrousel.
5. Controleer de instellingen van de sedigraaf
Voer de monstergegevens in, let op de volgorde van de monsters!
6. Voer de instelling in voor zoutwater bij $36 \text{ }^\circ\text{C}$,
 - dichtheid zoutwater; 1018.504 kg/m^3 ,
 - dynamic viscosity zoutwater; $0.762 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m s}$,
 - Kinetische viscositeit; $0.748 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$,in de sedigraaf.

C.5 Rapportage

De resultaten van de sedigraaf komen beschikbaar

- Digitaal rapporteren:
 - Berekende korrelgrootte verdeling fijne fractie.
 - Gemeten valsnelheidsmetingen.
 - De ruwe datafile van de sedigraaf-meting, de RPT-file.

C.6 Overige Rapportage

- Pdf van de korrelgrootte verdelingen grafiek
- Databestand van de zeping en sedigraaf in excel
- De ruwe data van zeping, de ZFD-file
- De extra tussentijdse controle wegingen;
 - Gewicht monster incl. zakje
 - Leeg zakje
 - Netto gewicht
 - Gewicht monster wat is ingezet
 - Gewicht <63 μm na afzeven
 - Gewicht 63 μm zeef incl monster uit oven
 - Gewicht lege 63 μm zeef

C.7 Controles

Standaard controles die gewenst zijn. Deze kwaliteitscontroles zijn niet heilig, maar noteer als ervan afgeweken wordt:

- op papieruitdraai

Controleer op de papieruitdraai

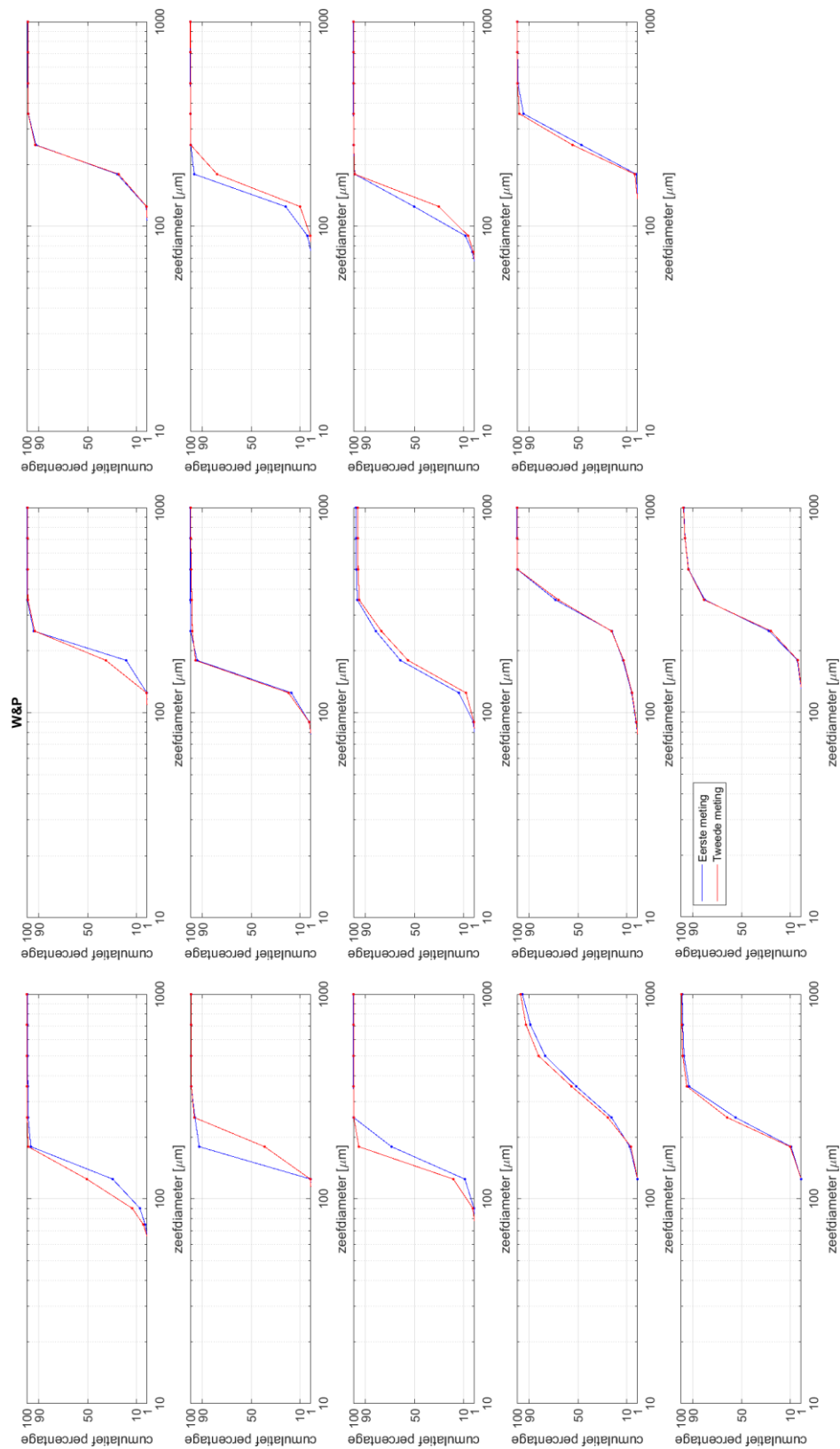
- de identificatie van het monster (Sample ID)
- de analysetemperatuur (36,0 °C)
- baseline moet tussen 100 en 105 kcts/sec liggen; zo niet dan dient de MM gecontroleerd door onderhoudsmonteur
- full scale dient bij voorkeur rond de 80 kcts/sec te zijn; Indien dit niet het geval is wordt bekeken of het een silt-arm monster betreft waardoor de counts niet gehaald worden of dat er iets anders aan de hand is, zoals het niet goed functioneren van de roerder. Mocht het monster niet geconcentreerd genoeg zijn dan kan de meting overgedaan worden met een geconcentreerder monster door het monster 2 x 24 uur te laten sedimenteren, voorzichtig af te hevelen tot ca. 50% volume, en opnieuw beginnen bij punt 1. De hoeveelheid monster dient minimaal 80 ml te zijn, als er niet voldoende materiaal is om dit volume in de gewenste concentratie aan te maken kan de sedigraaf bepaling niet worden uitgevoerd
- als er 'hobbels' optreden in de grafische weergave is het monster in de regel onvoldoende geconcentreerd; hiervoor geldt de zelfde handelwijze als in het voorgaande.
- de waarde bij < 63 μm mag niet lager zijn dan ca. 98%; indien dit het geval is dient het apparaat schoongemaakt te worden (met name de slangen), en de proef overgedaan. Een mogelijke oorzaak is ook dat de natte scheidingszeef grof materiaal 'lekt', ook dit dient nagegaan. Indien het probleem zich blijft voordien dient de MM gecontroleerd door een onderhoudsmonteur

C Resultaten per Laboratorium

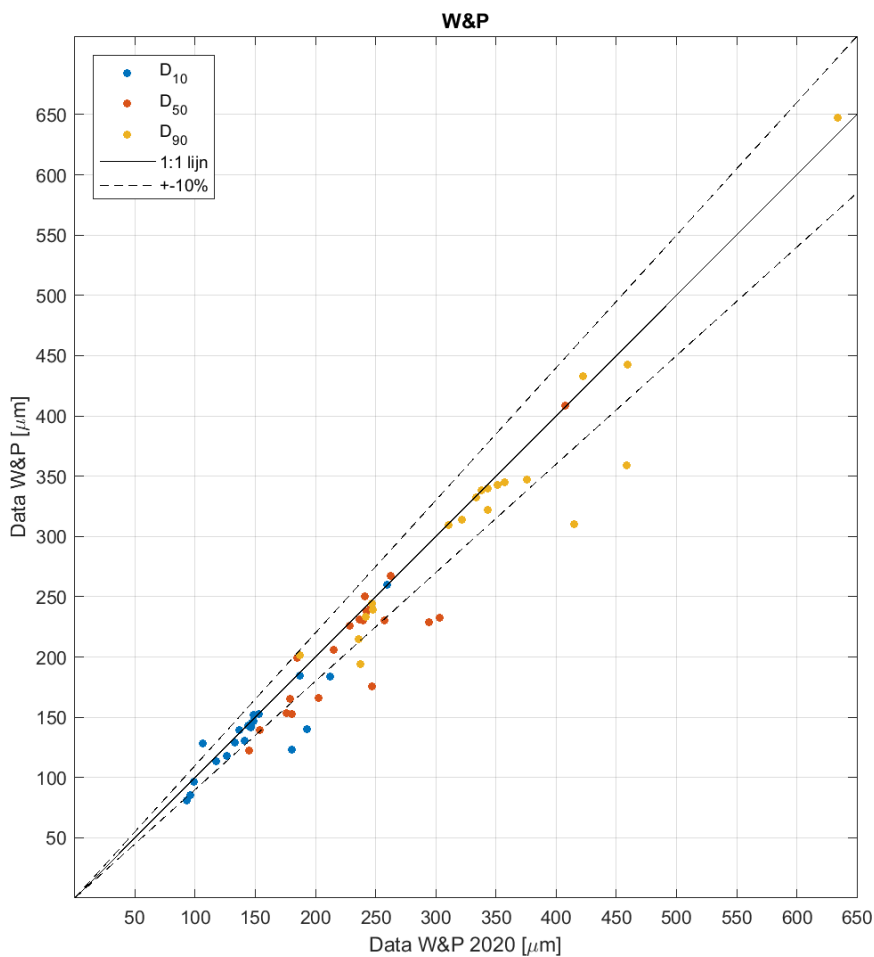
In deze appendix worden aanvullende figuren per laboratorium gepresenteerd voor de duplobepalingen (zeefanalyses en sedigraaf) en de vergelijking met de historische data (zeefanalyses en sedigraaf).

C.1 Wiertsema & Partners

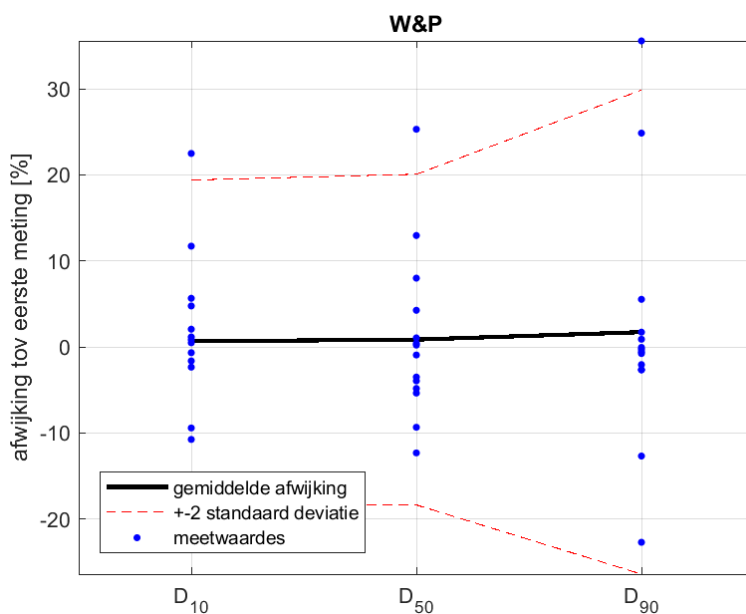
C.1.1 Duplo bepaling zeefanalyses



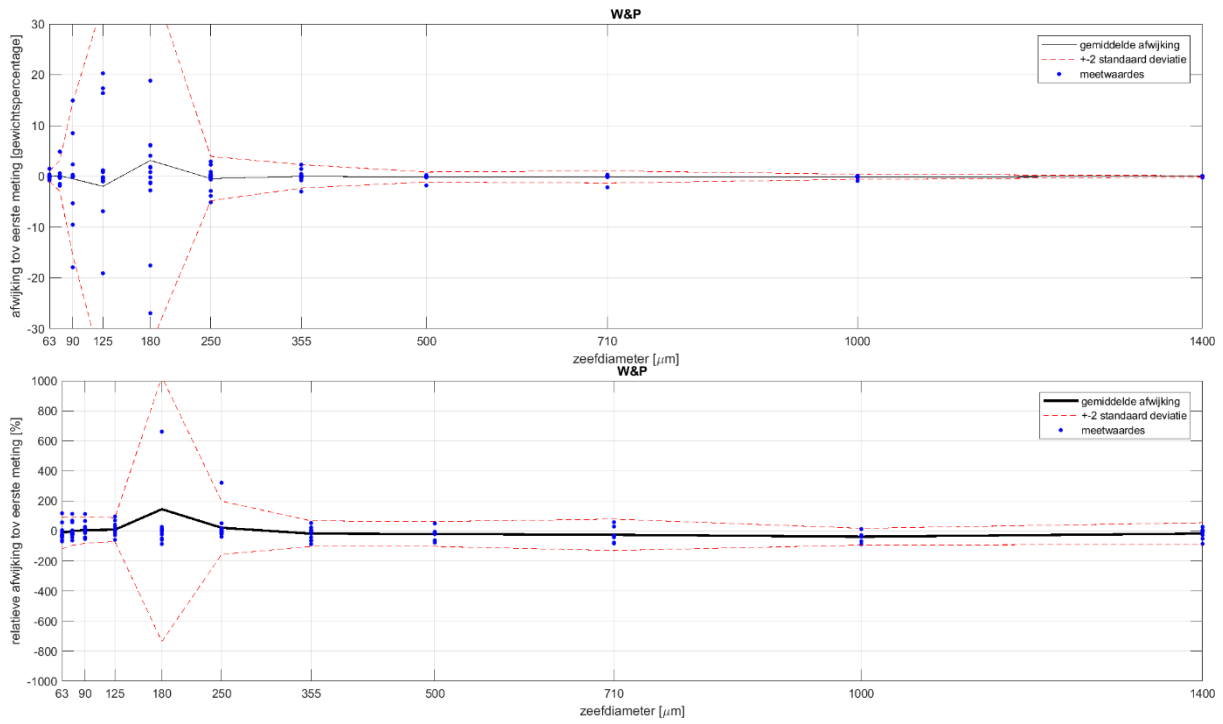
Figuur C.1 De cumulatieve zeefkrommes van alle 14 historische duplo's van Wietsema & Partners. Waarbij de blauwe lijn de eerste bepaling is en de rode lijn de tweede bepaling weergeeft.



Figuur C.2 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de eerste en tweede meting in de historische dataset van Wiertsema & Partners.

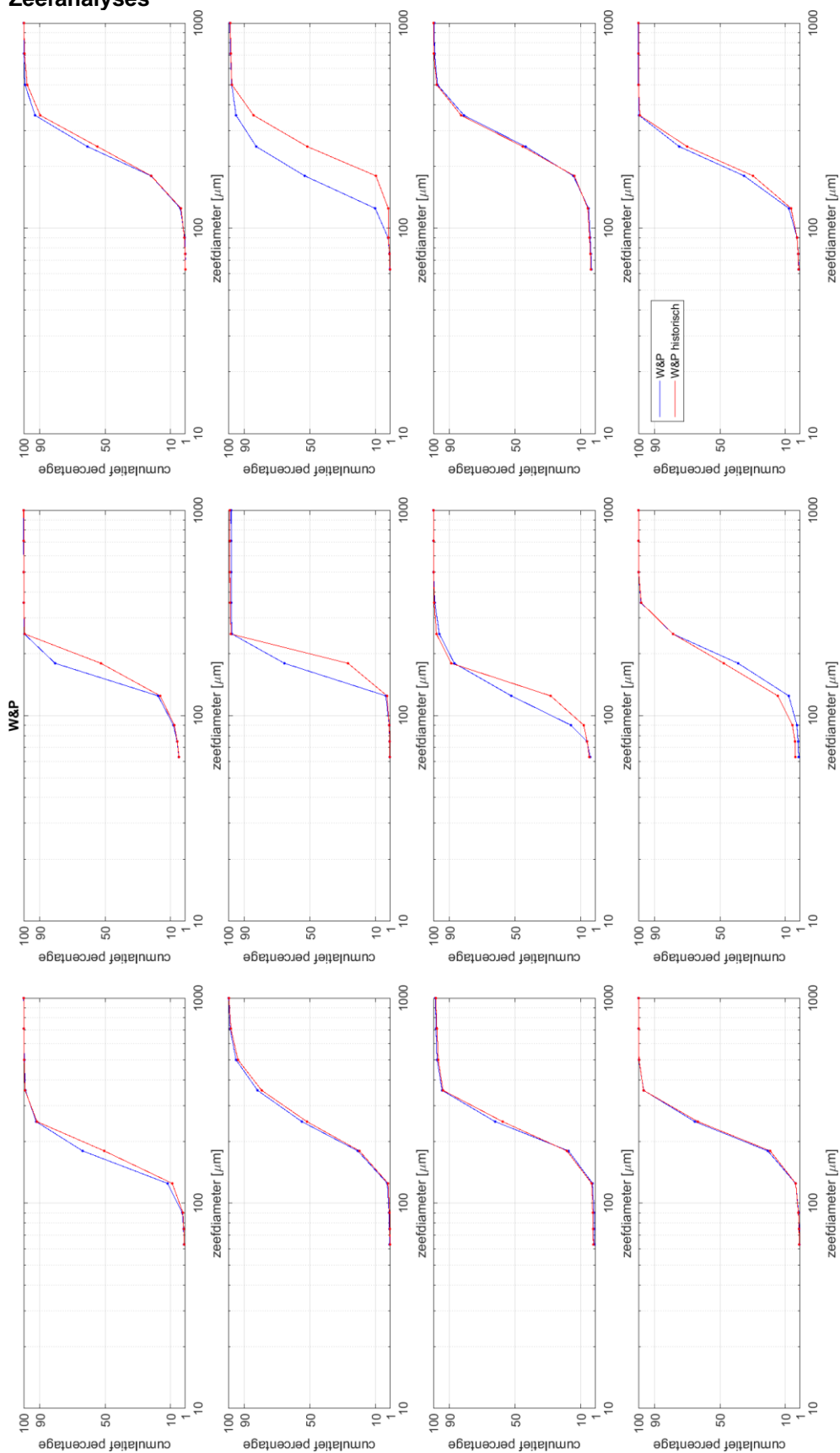


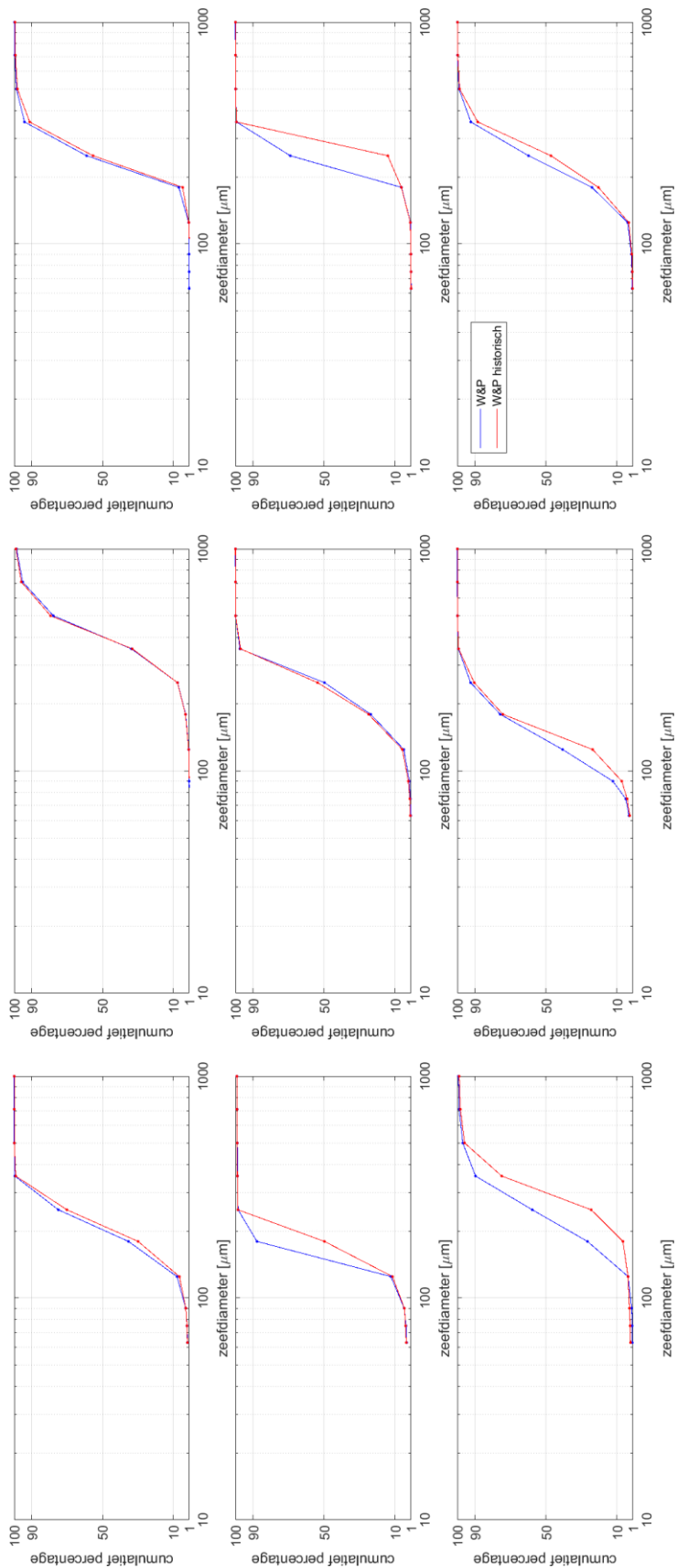
Figuur C.3 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de tweede meting ten opzichten van de eerste meting.



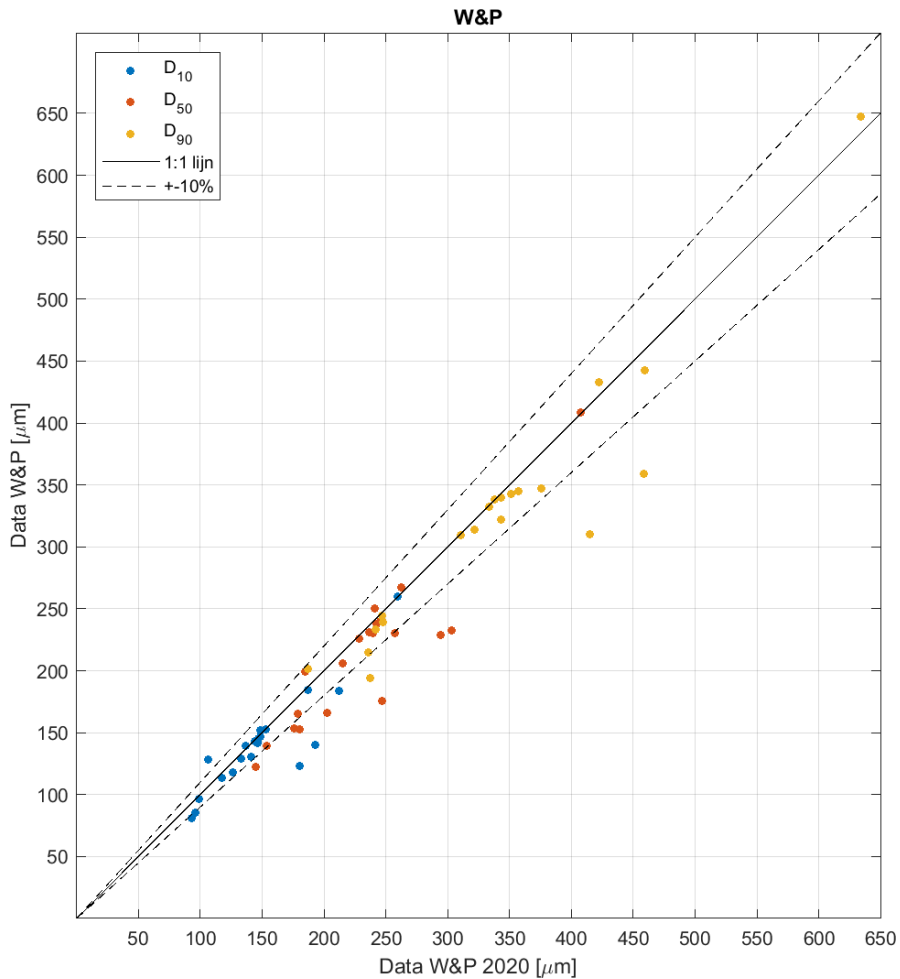
Figuur C.4 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede meting in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

C.1.2 Vergelijking met historische data Zeefanalyses

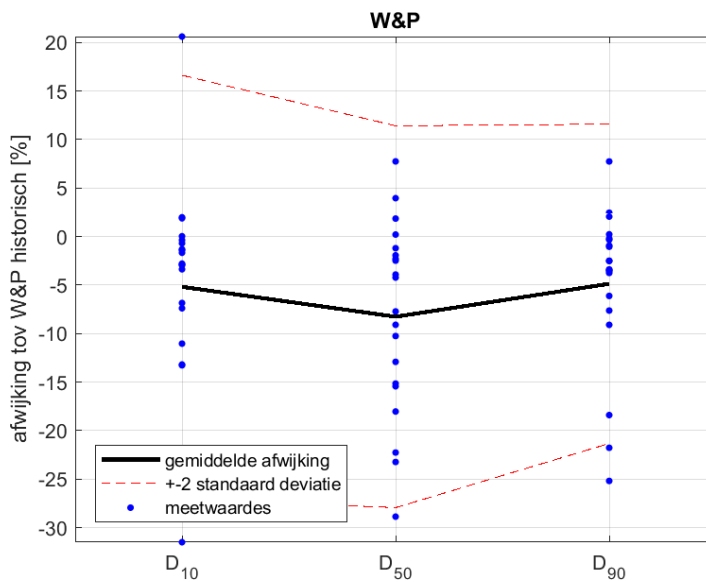




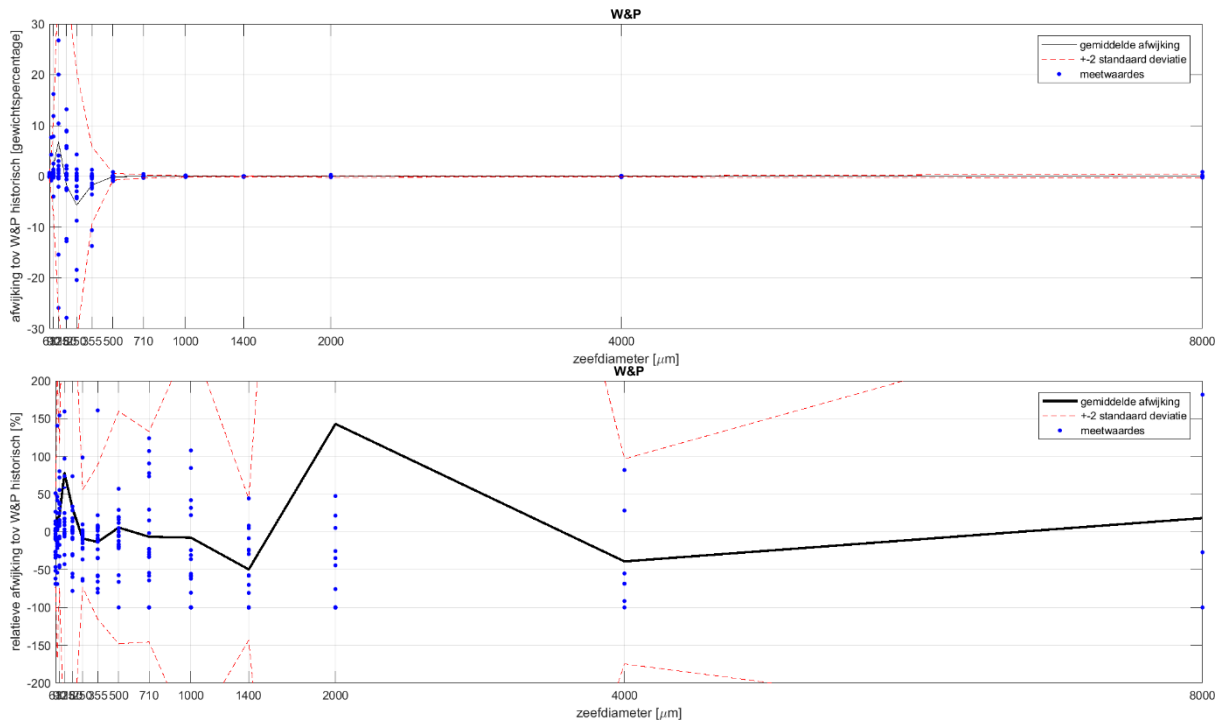
Figuur C.5 De cumulatieve zeefkrommes van alle 20 monsters van Wietsema & Partners. Waarbij de blauwe lijn de huidige bepaling is en de rode lijn de historische bepaling weergeeft.



Figuur C.6 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de historische en huidige meting van Wiertsema & Partners

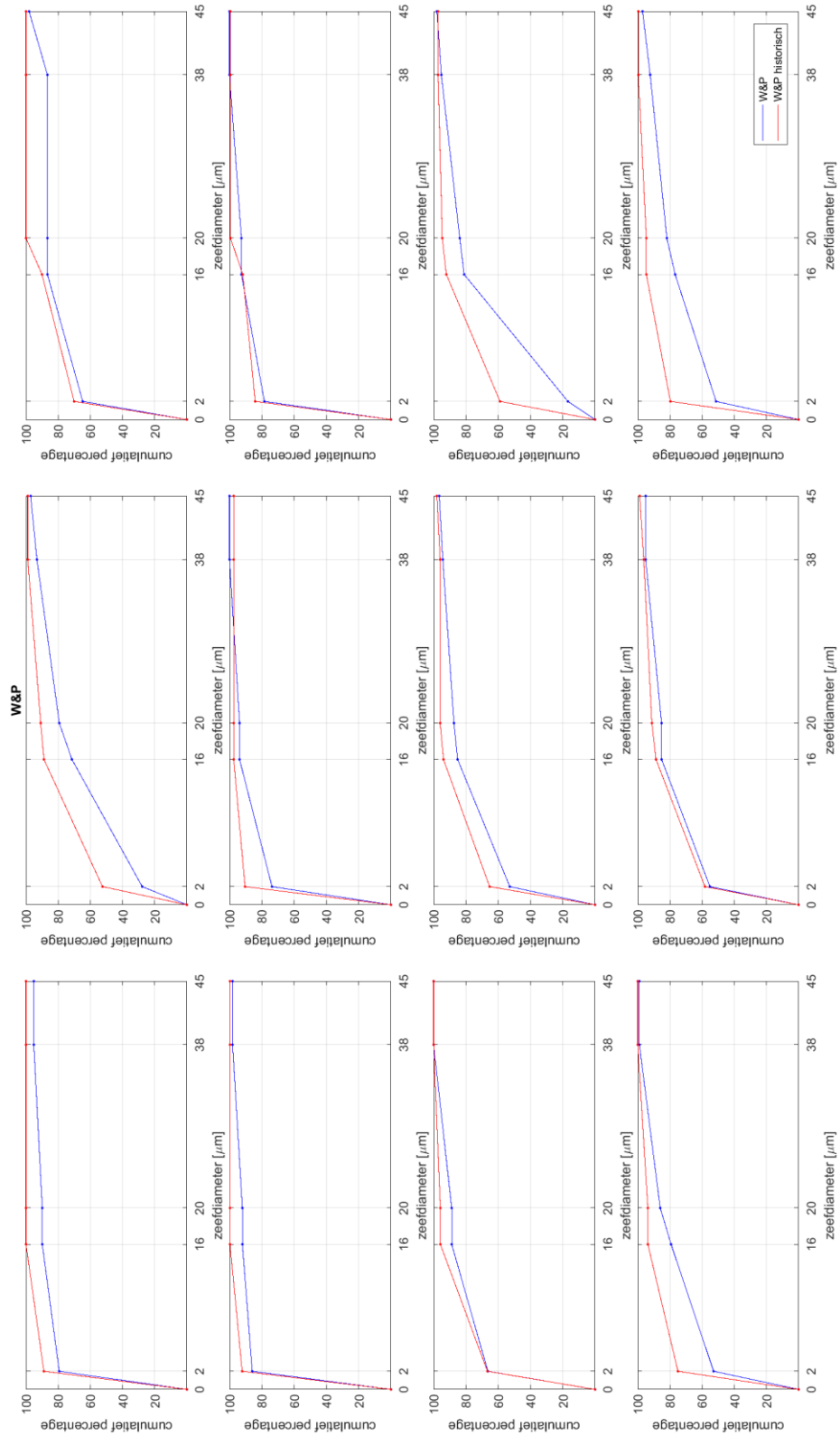


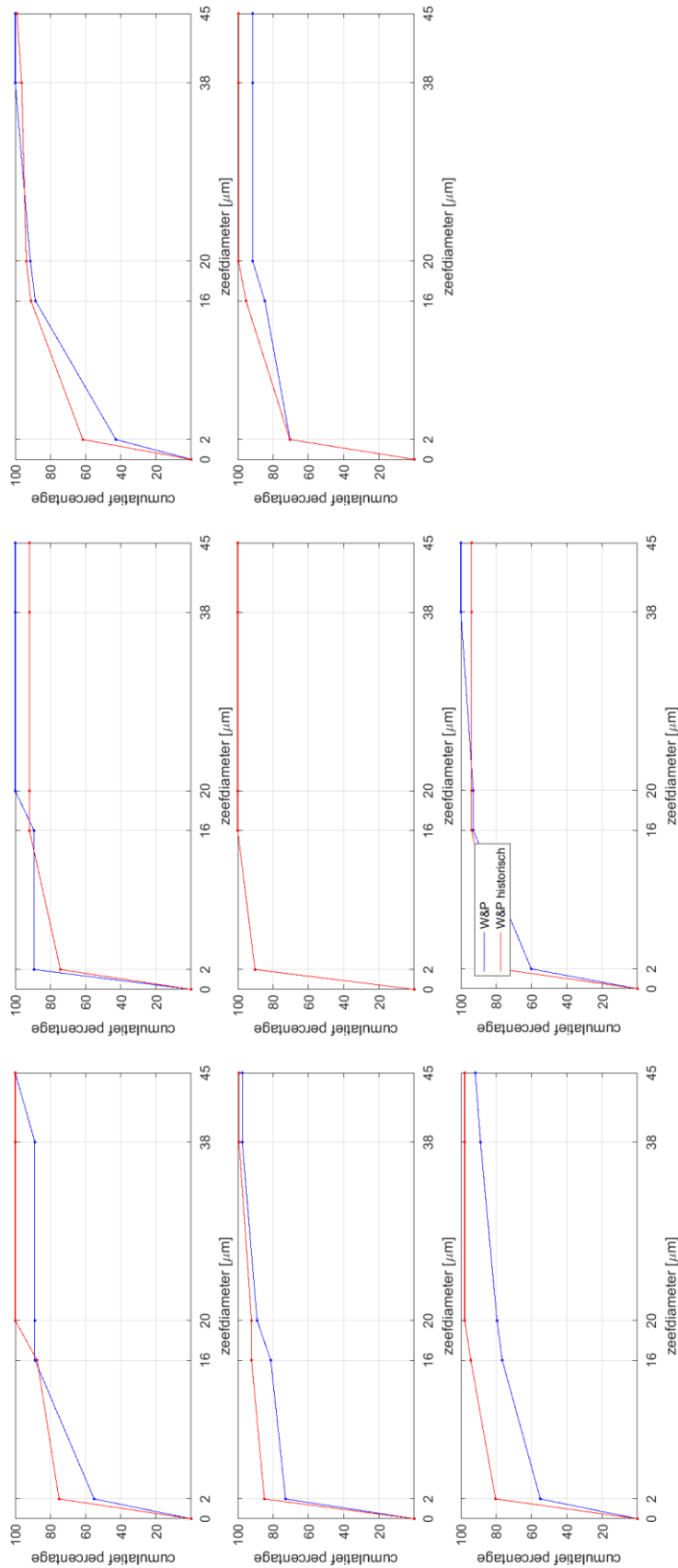
Figuur C.7 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de huidige meting ten opzichten van de historische meting.



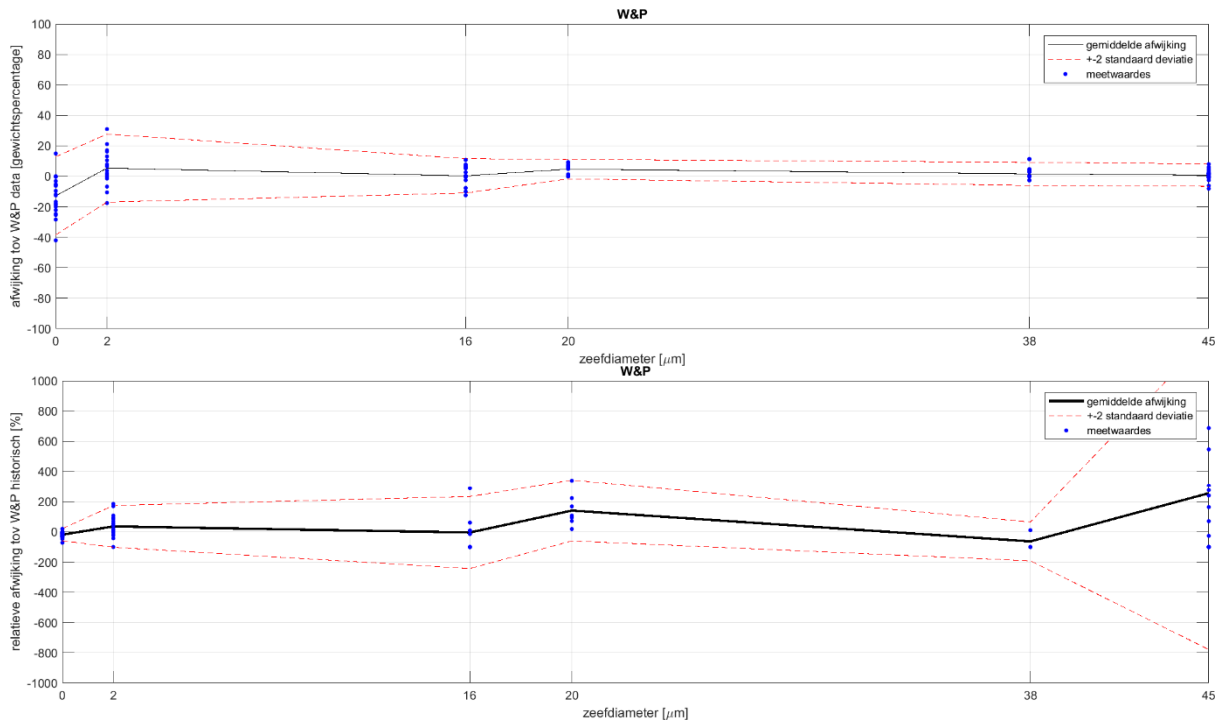
Figuur C.8 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses





Figuur C.9 De analyse resultaten van de sedиграaf van de historische (rood) en huidige (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.

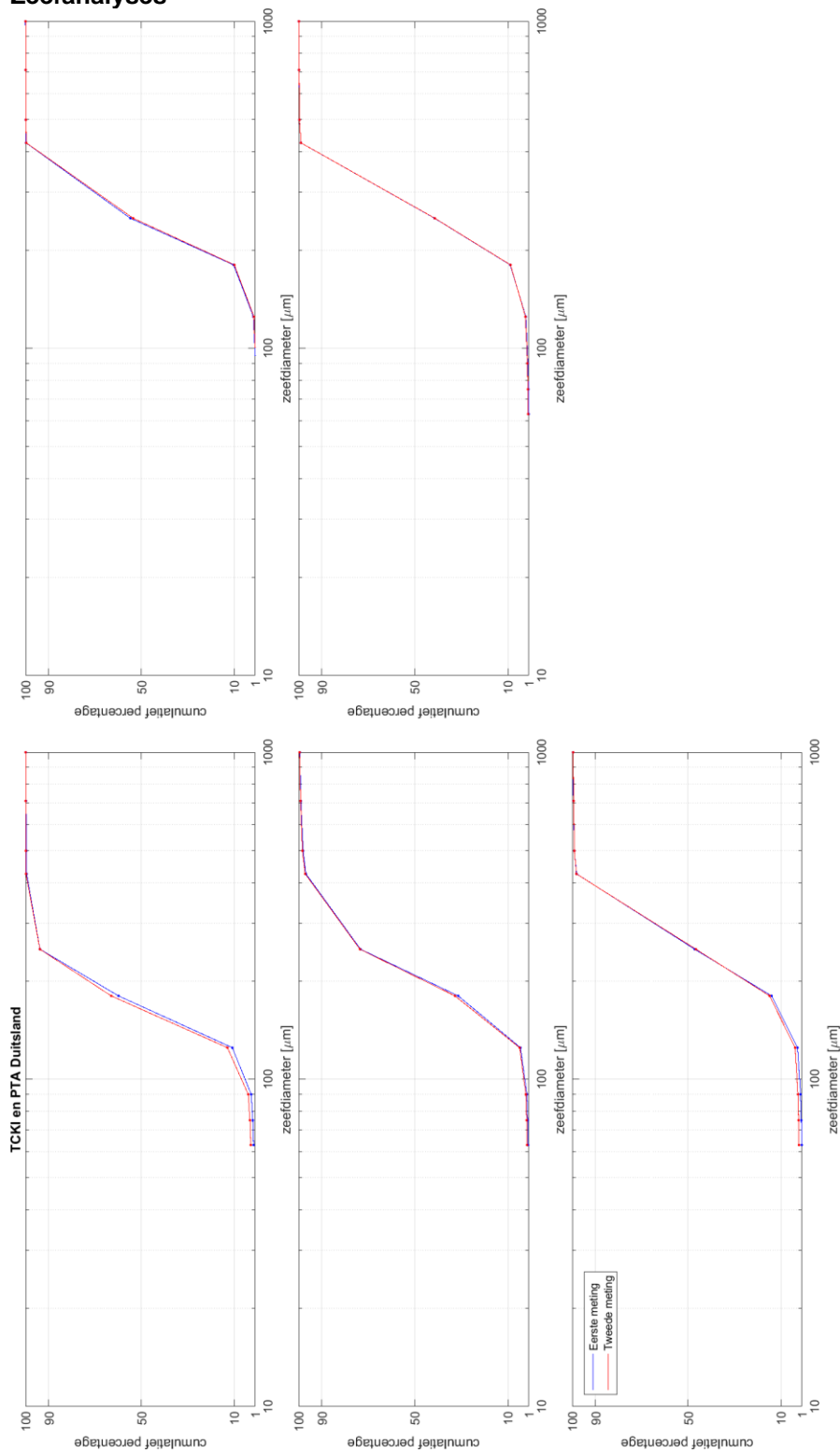


Figuur C.10 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige sedigraaf resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

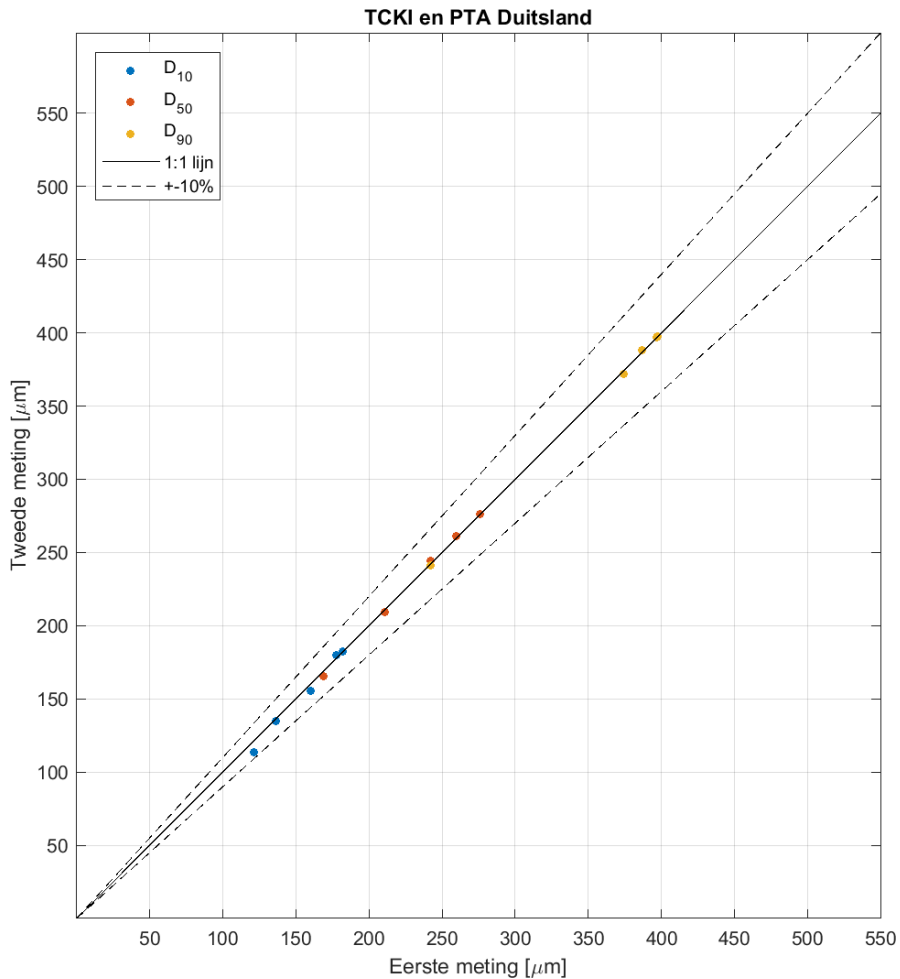
C.2 TCKI & PTA (Duitsland)

C.2.1 Duplo bepalingen

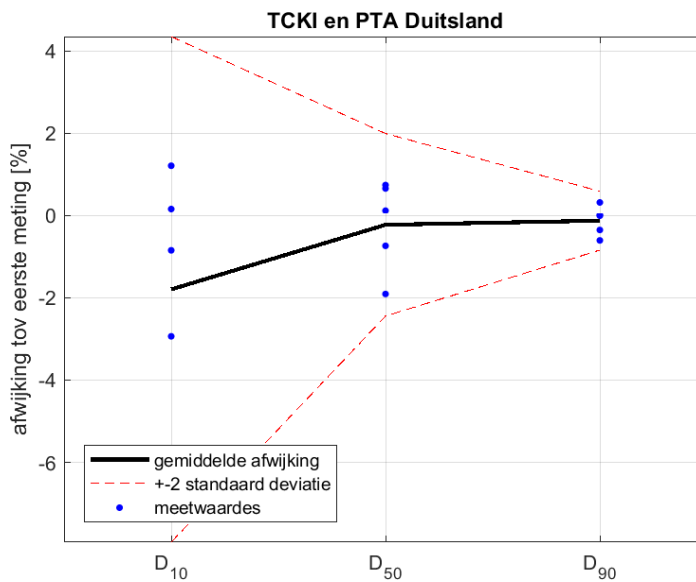
Zeefanalyses



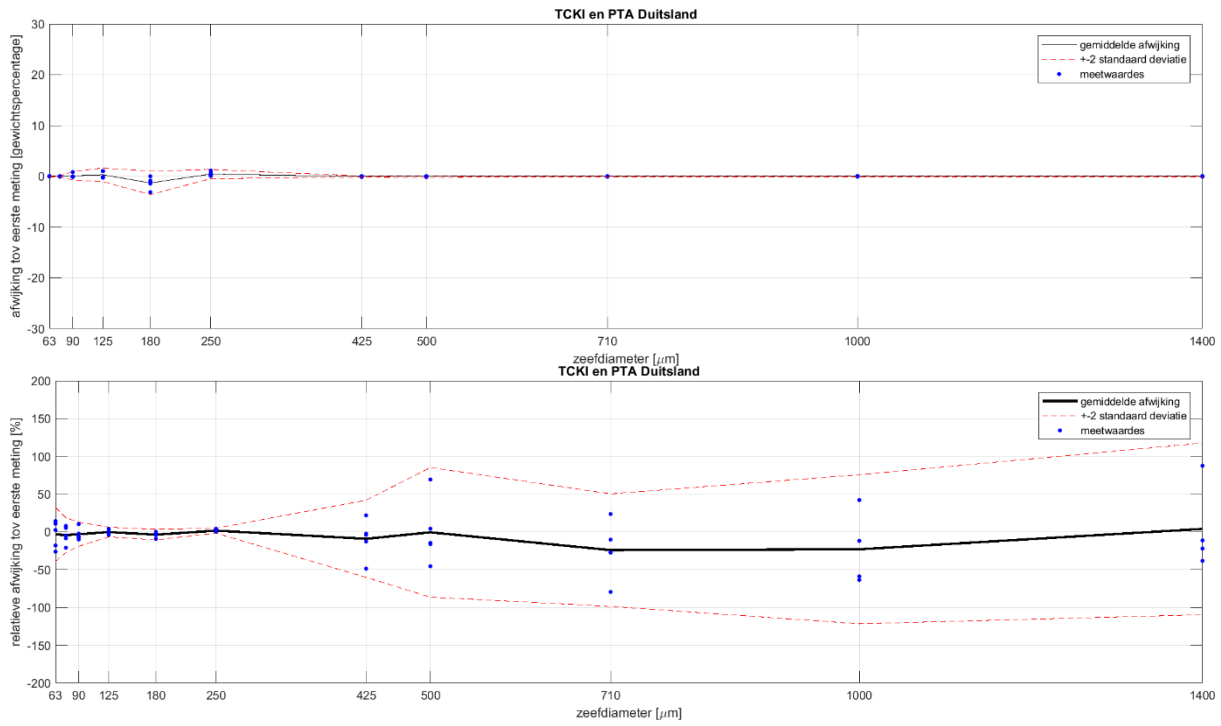
Figuur C.11 De cumulatieve zeefkrommes van alle 5 duplo's van TCKI & PTA. Waarbij de blauwe lijn de eerste bepaling is en de rode lijn de tweede bepaling weergeeft



Figuur C.12 Variatie in de d₁₀, d₅₀ en d₉₀ percentiel tussen de eerste en tweede meting van TCKI & PTA.

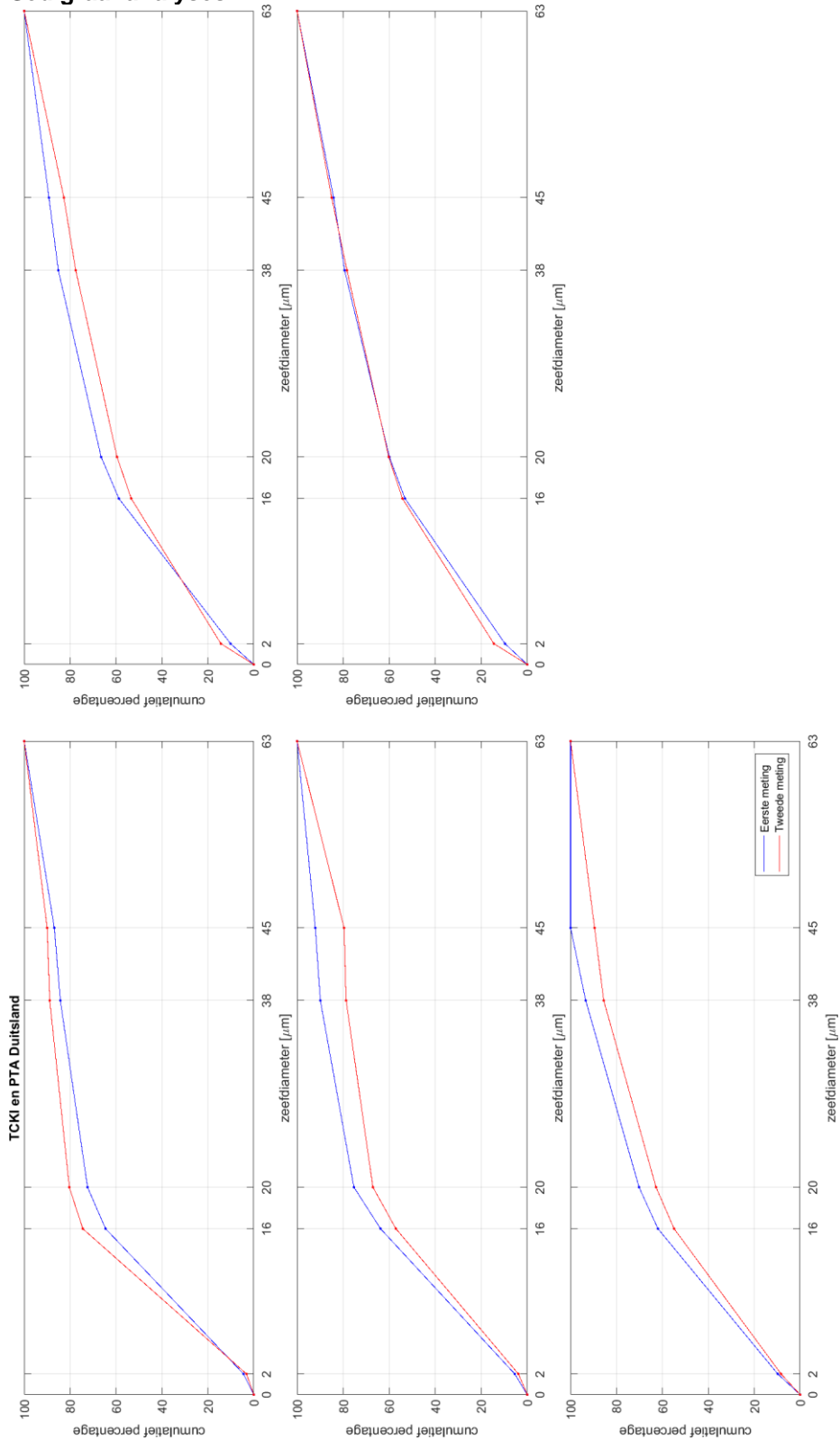


Figuur C.13 Procentuele afwijking in de d₁₀, d₅₀ en de d₉₀ van de tweede meting ten opzichten van de eerste meting.

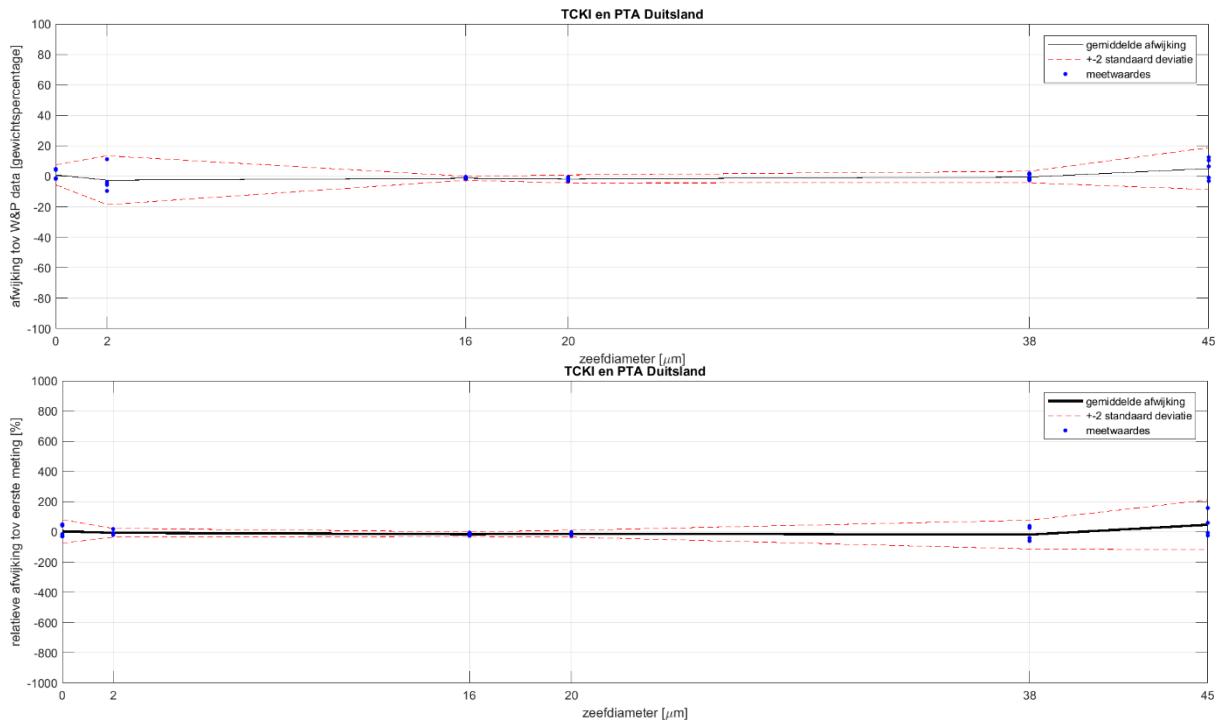


Figuur C.14 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede meting in gewichtspersentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses



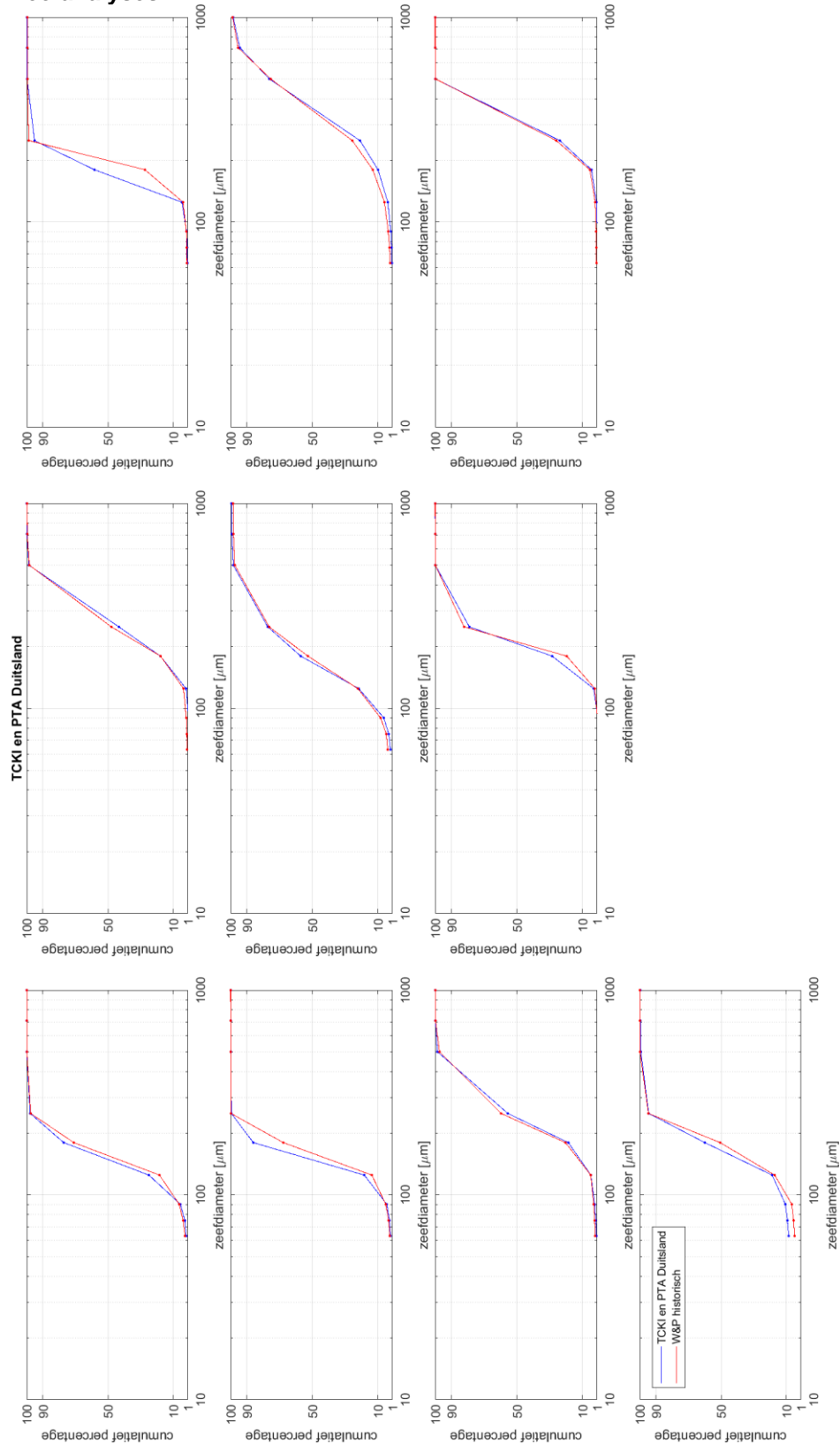
Figuur C.15 De analysesresultaten van de sedigraaf van de eerste (rood) en tweede (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.



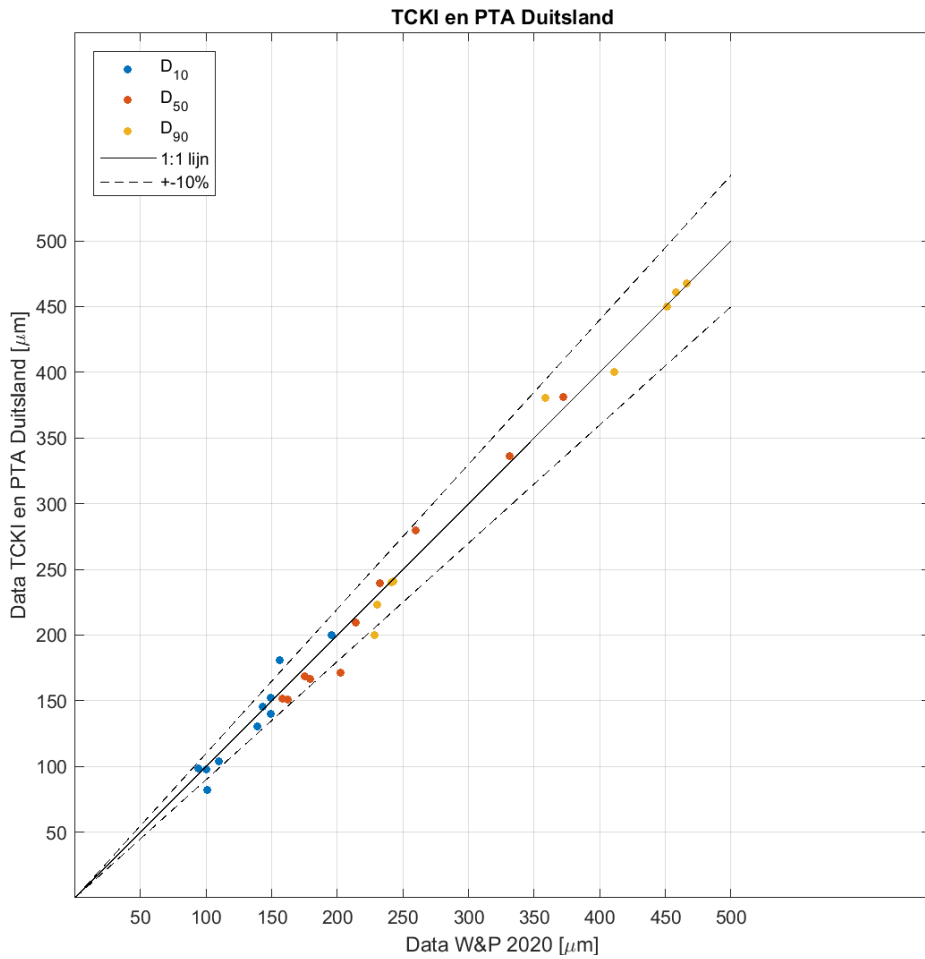
Figuur C.16 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede sedigraaf resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

C.2.2 Vergelijking met historische data

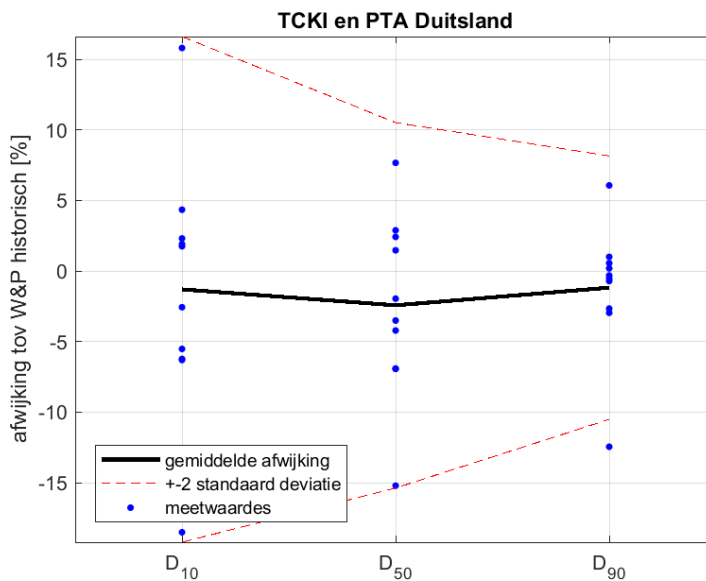
Zeeffanalyses



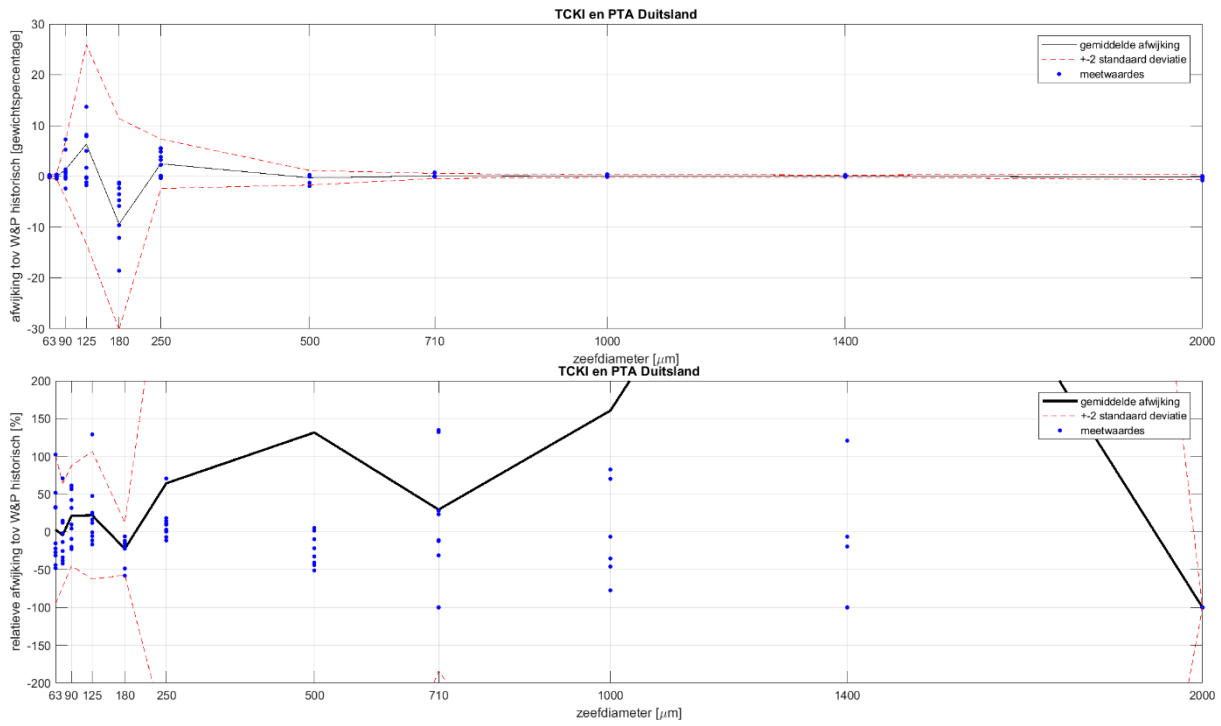
Figuur C.17 De cumulatieve zeeffrommes van alle 10 monsters van TCKI & PTA. Waarbij de blauwe lijn de huidige bepaling is en de rode lijn de historische bepaling weergeeft.



Figuur C.18 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de historische en huidige meting

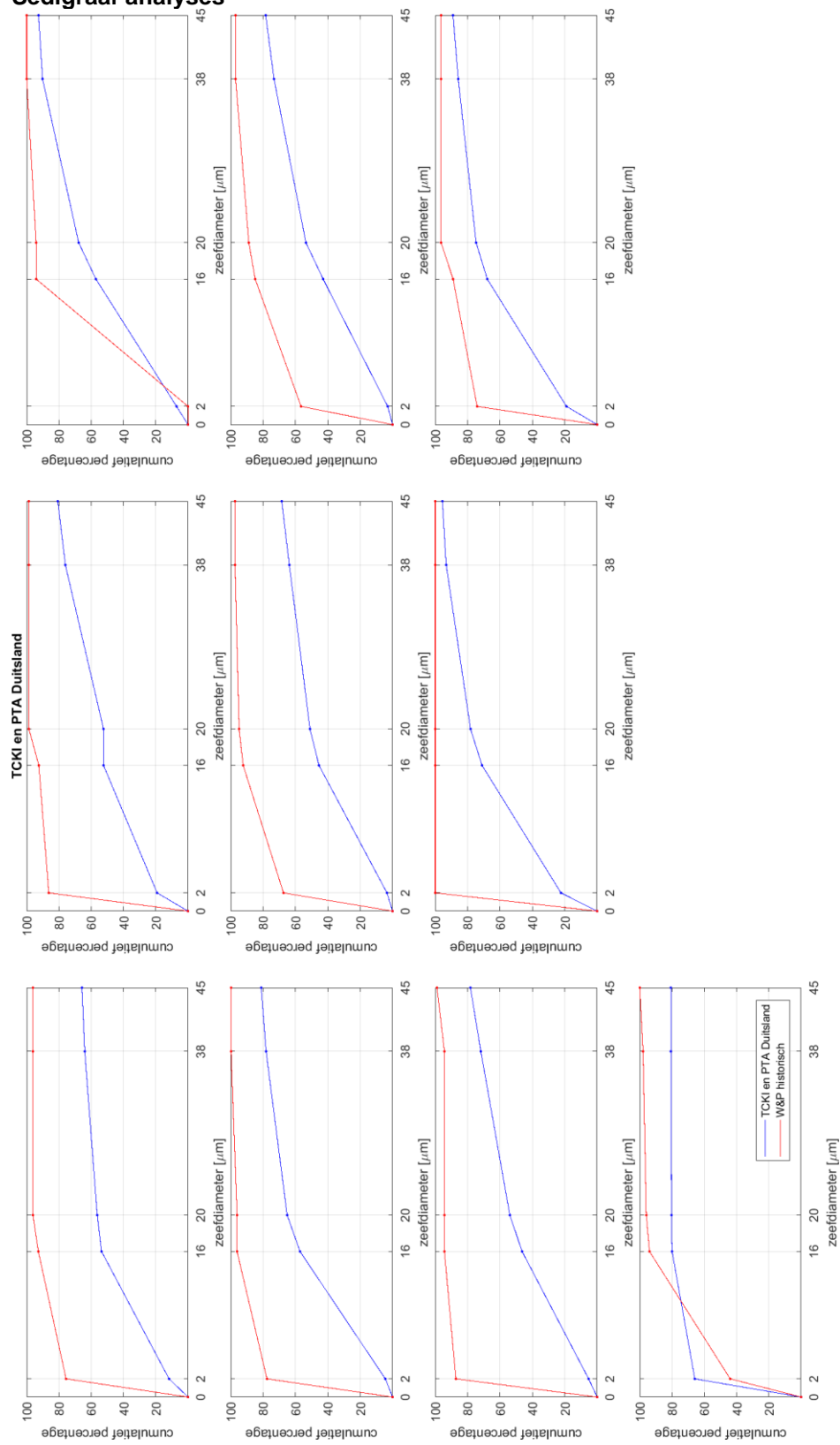


Figuur C.19 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de huidige meting ten opzichten van de historische meting.

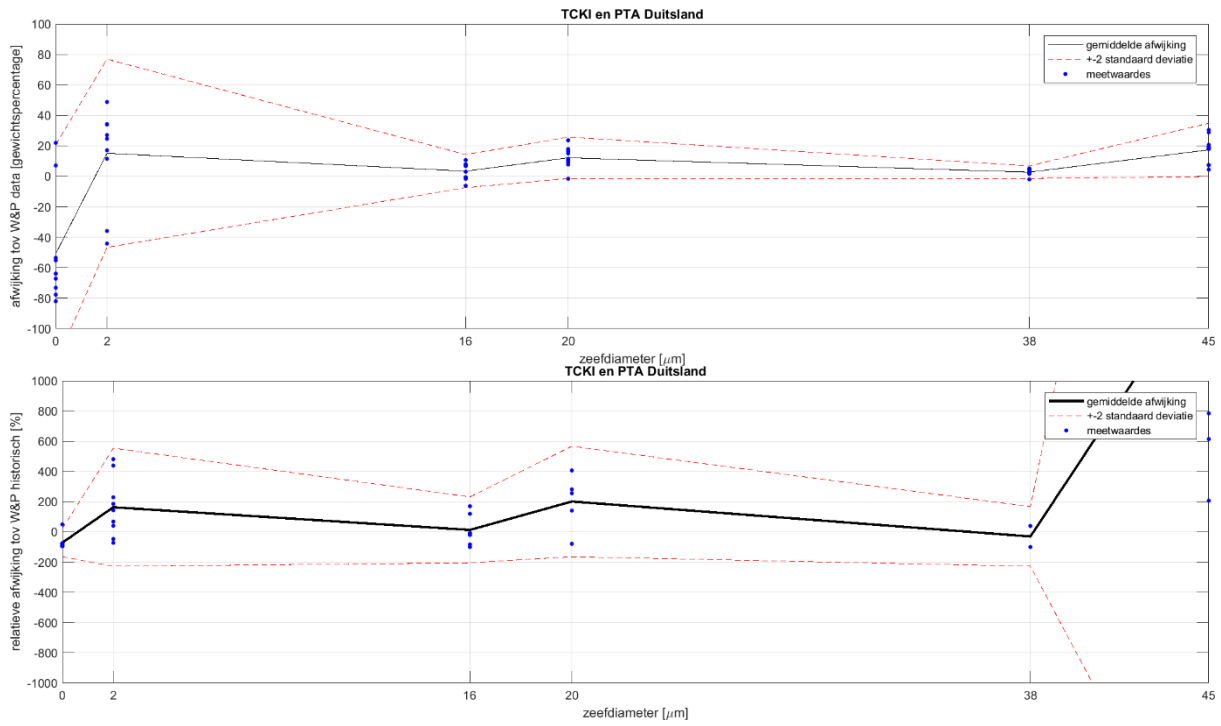


Figuur C.20 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses



Figuur C.21 De analysesresultaten van de sedigraaf van de historische (rood) en huidige (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.

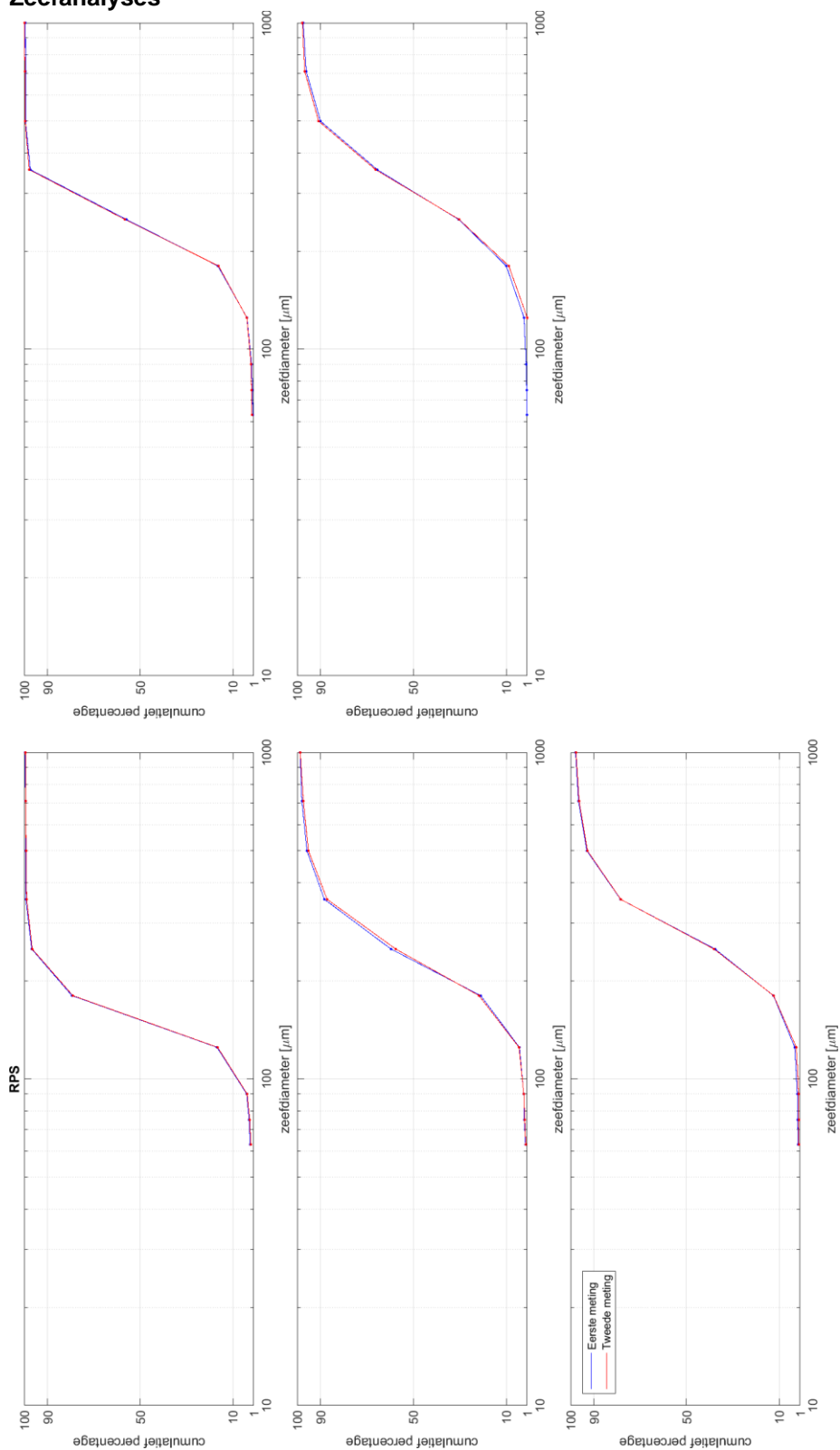


Figuur C.22 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige sedigraaf resultaten in gewichtspercentage (boven) en relatief (onder).

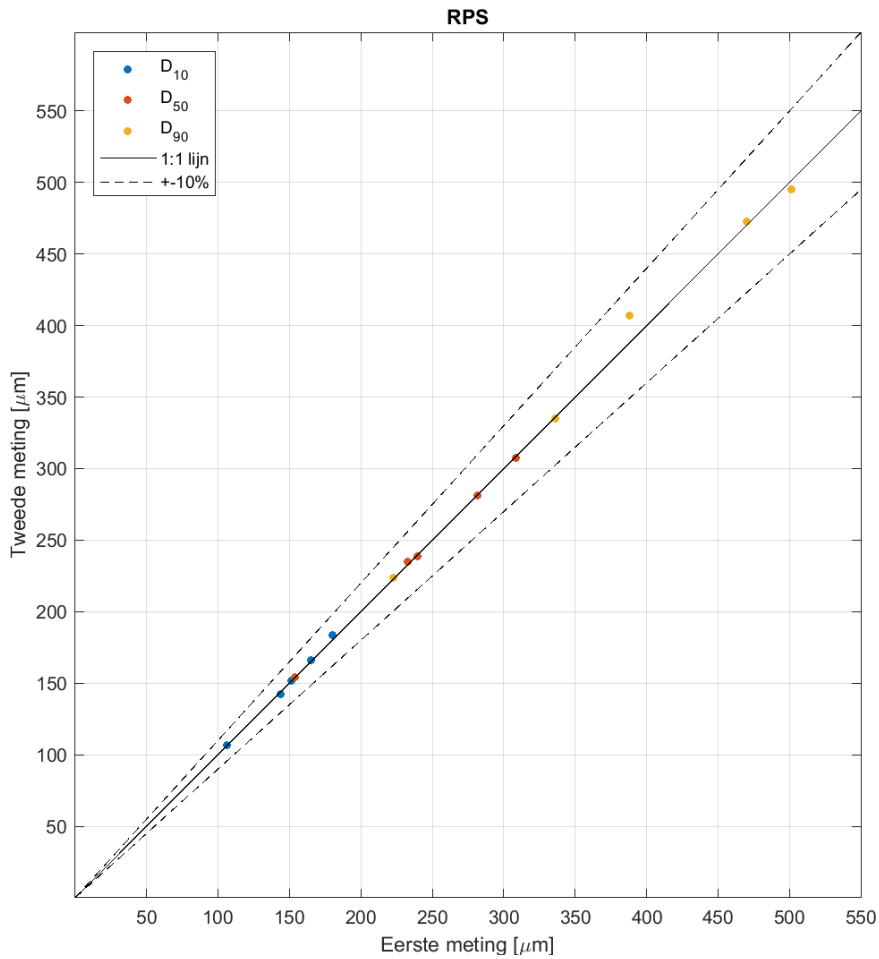
C.3 RPS, Velp Nederland

C.3.1 Duplo bepalingen

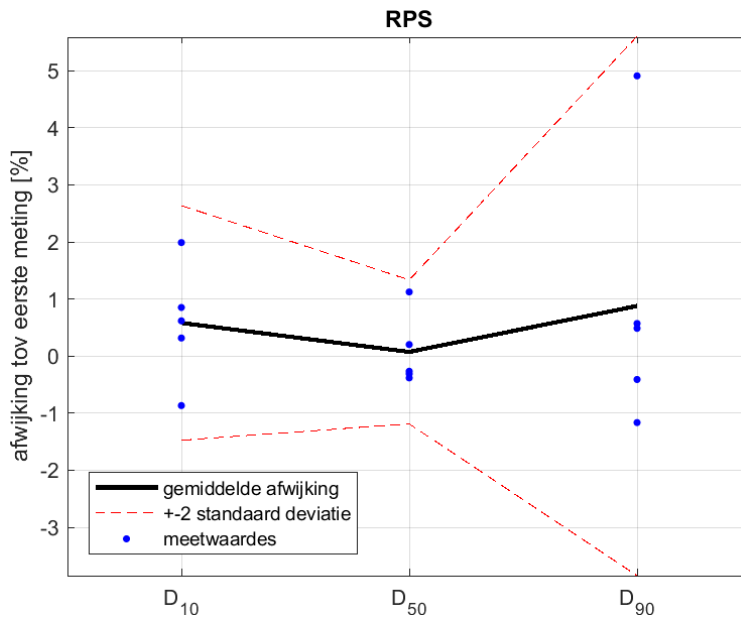
Zeefanalyses



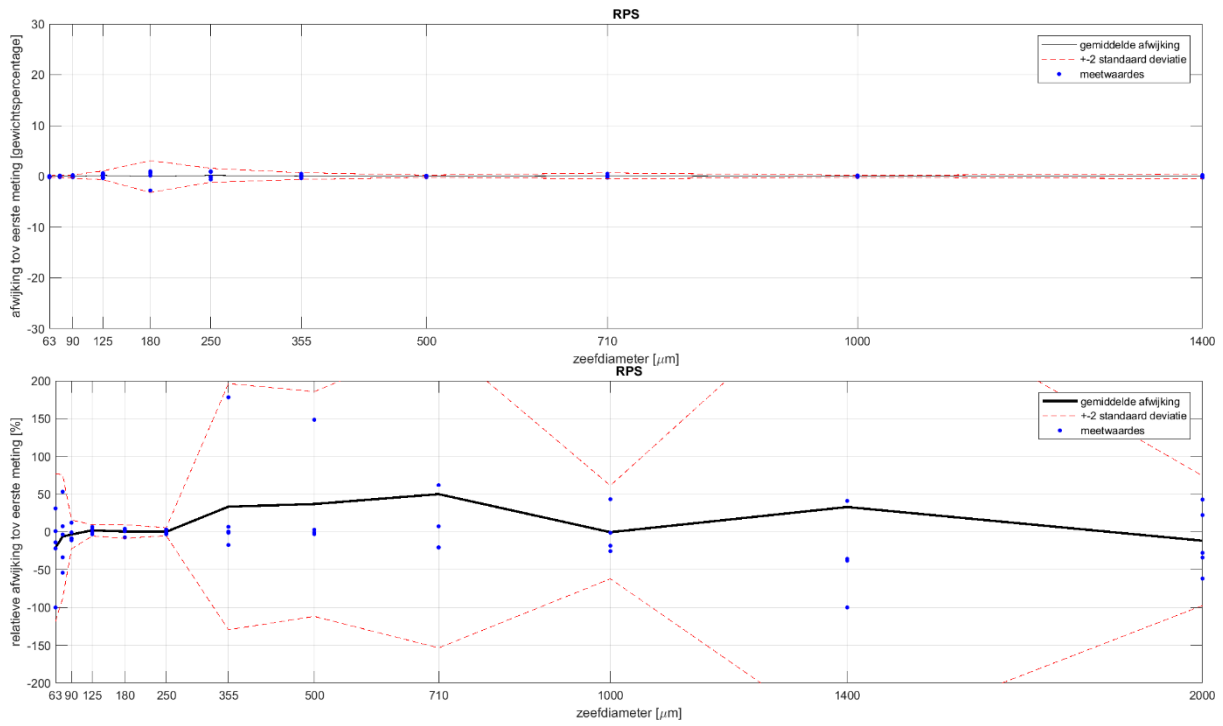
Figuur C.23 De cumulatieve zeeffrommes van alle 5 duplo's van RPS. Waarbij de blauwe lijn de eerste bepaling is en de rode lijn de tweede bepaling weergeeft



Figuur C.24 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de eerste en tweede meting van RPS.

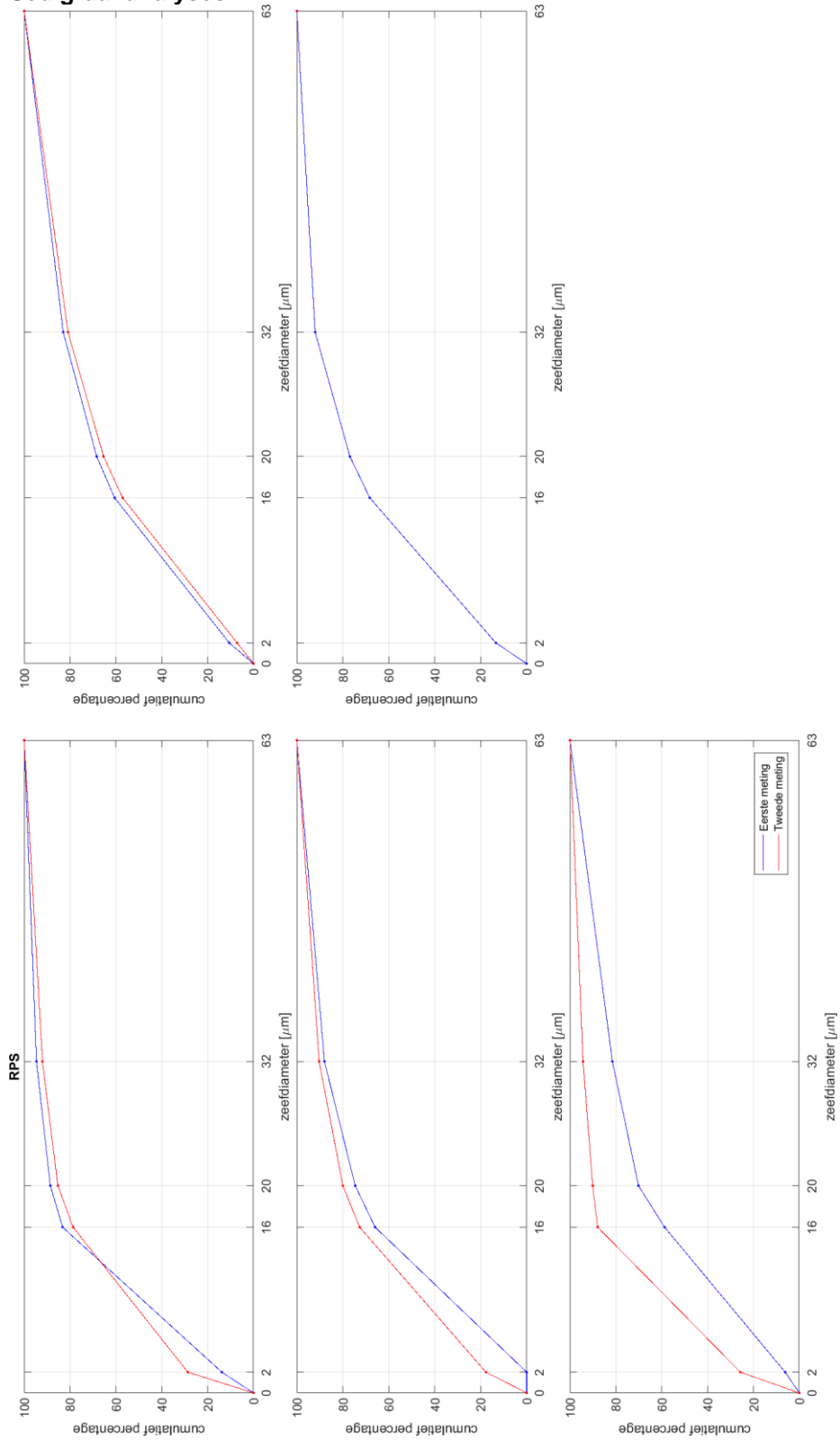


Figuur C.25 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de tweede meting ten opzichten van de eerste meting.

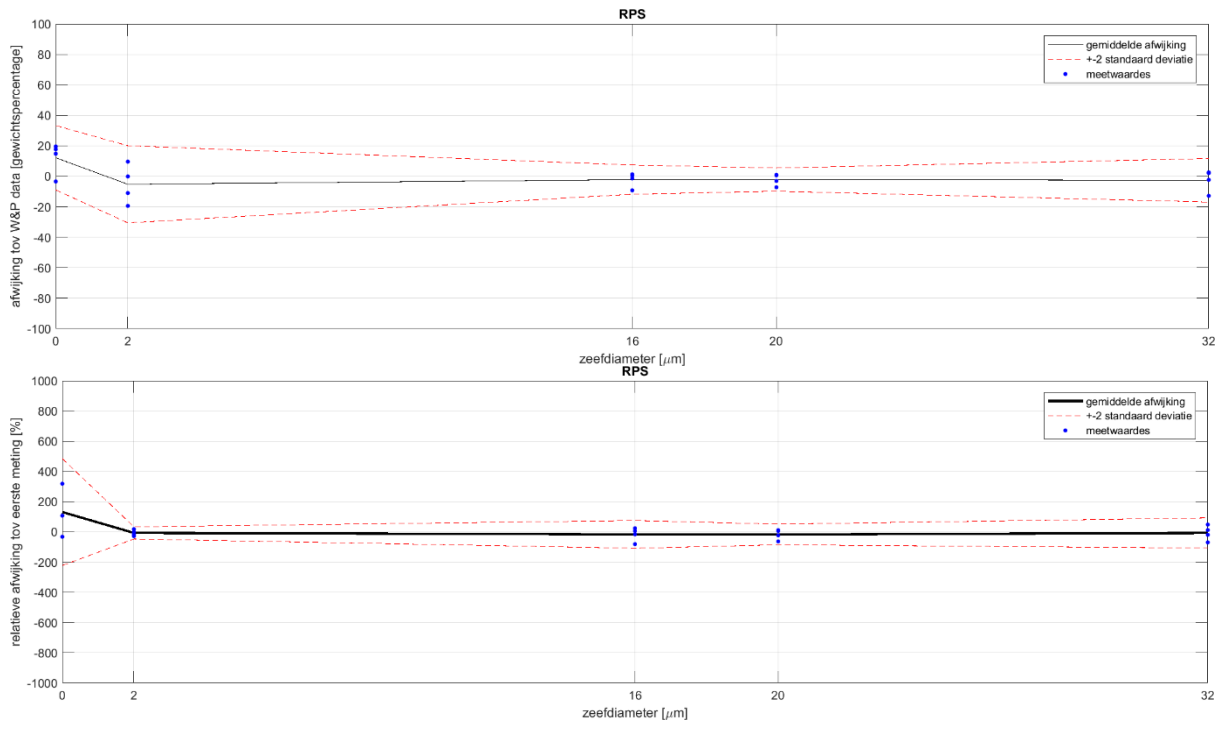


Figuur C.26 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede meting in gewichtspersentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses

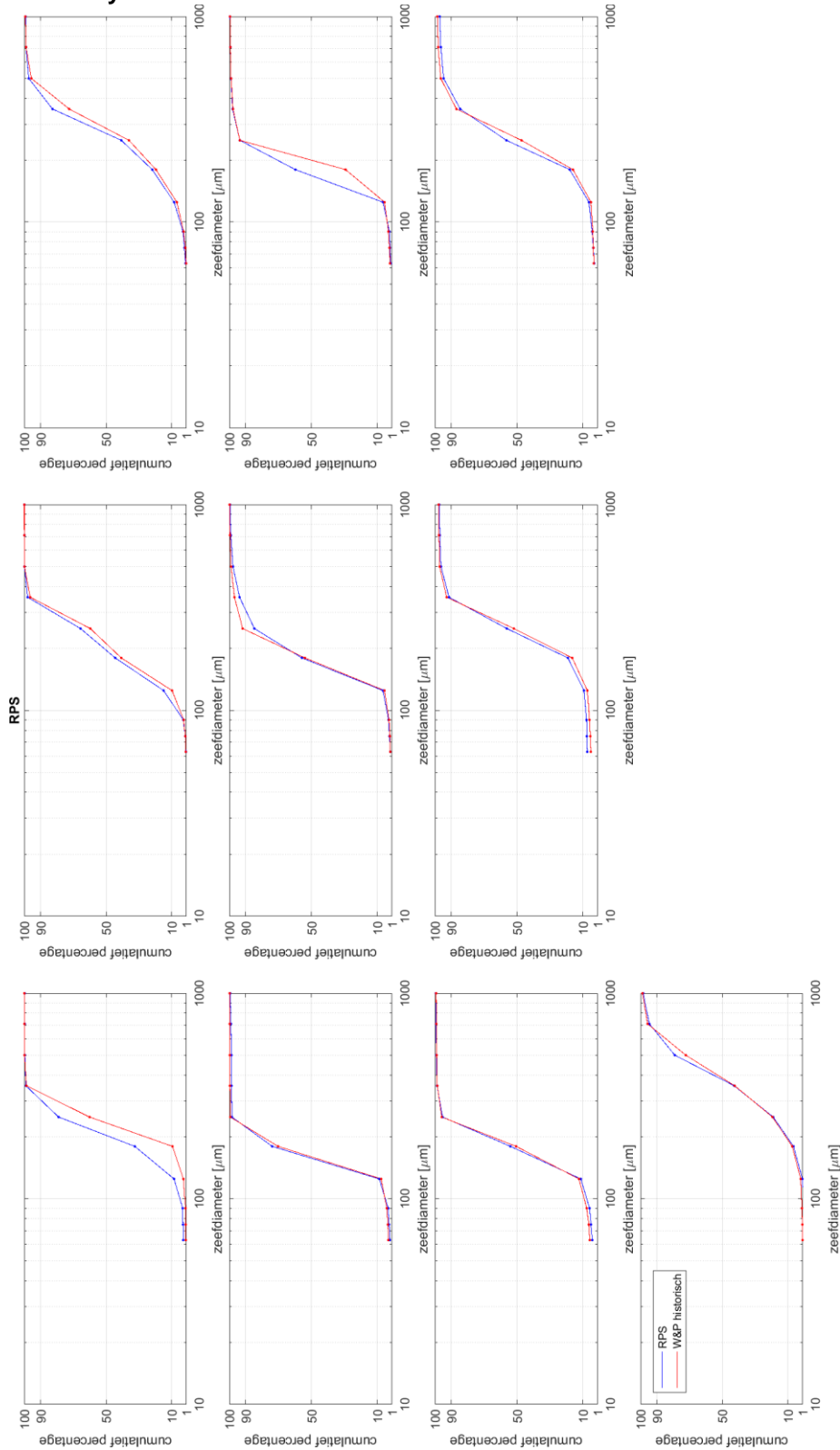


Figuur C.27 De analyse resultaten van de sedigraaf van de eerste (rood) en tweede (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.

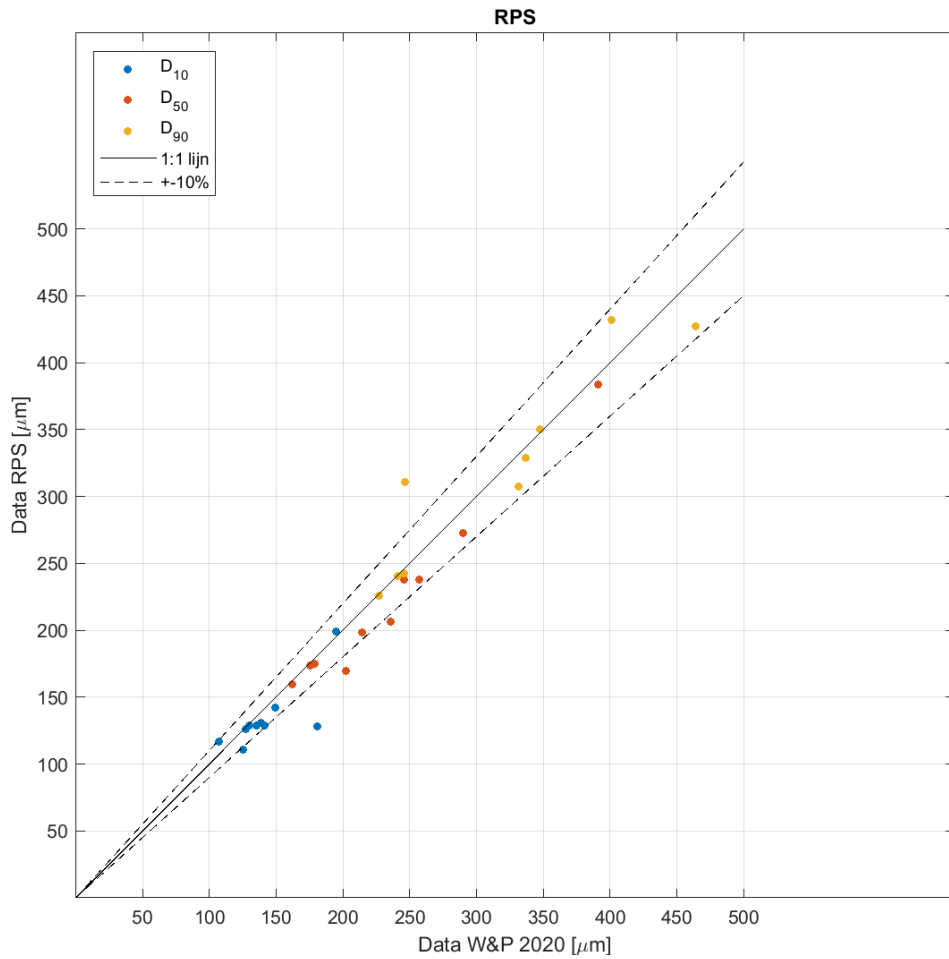


Figuur C.28 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede sedigraaf resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

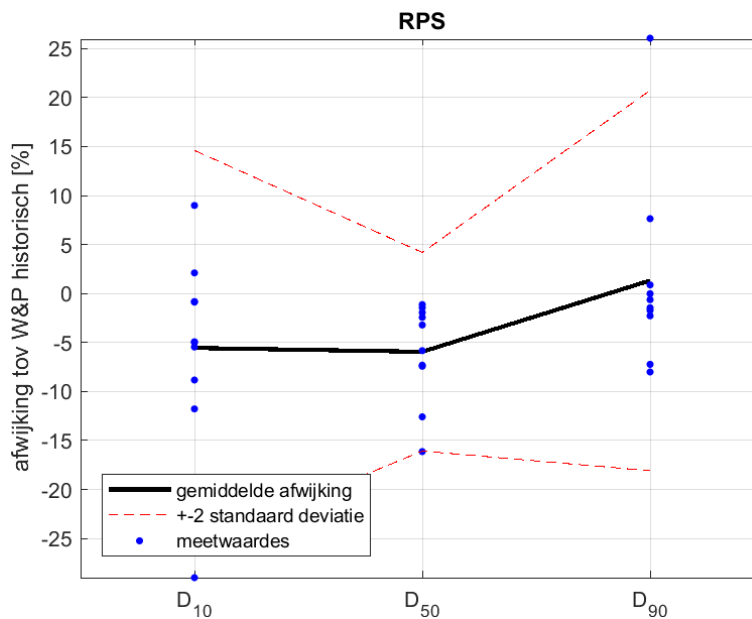
Zeefanalyses



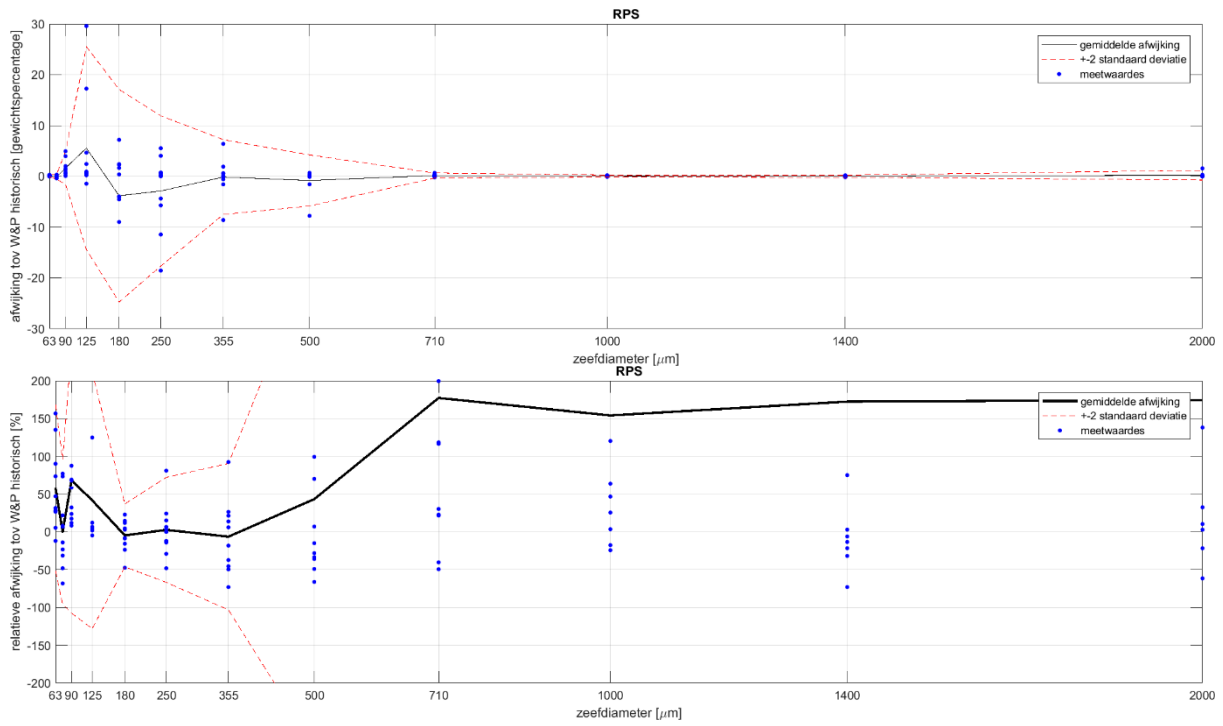
Figuur C.29 De cumulatieve zeefkrommes van alle 10 monsters van RPS. Waarbij de blauwe lijn de huidige bepaling is en de rode lijn de historische bepaling weergeeft.



Figuur C.30 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de historische en huidige meting

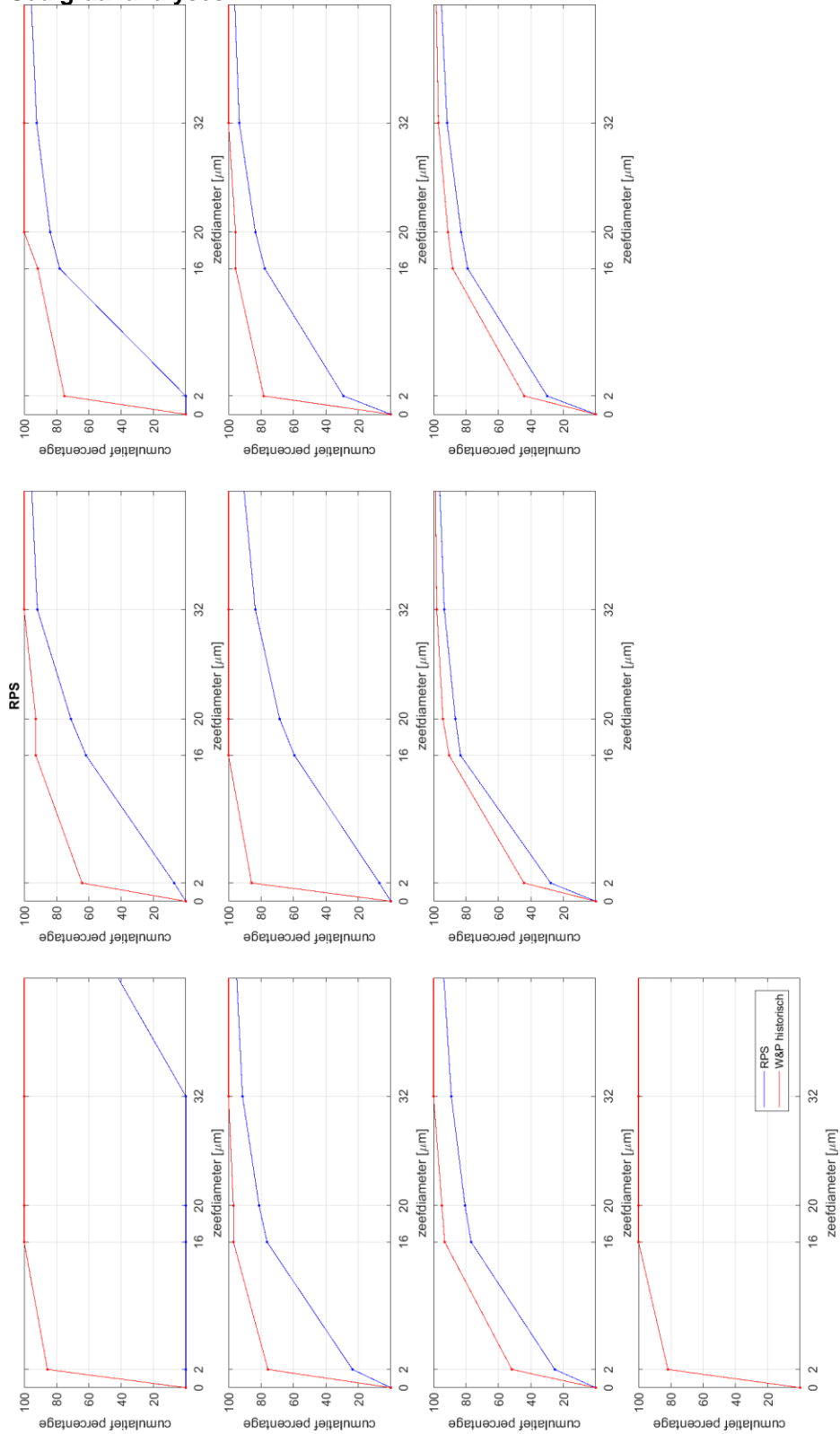


Figuur C.31 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de huidige meting ten opzichten van de historische meting.

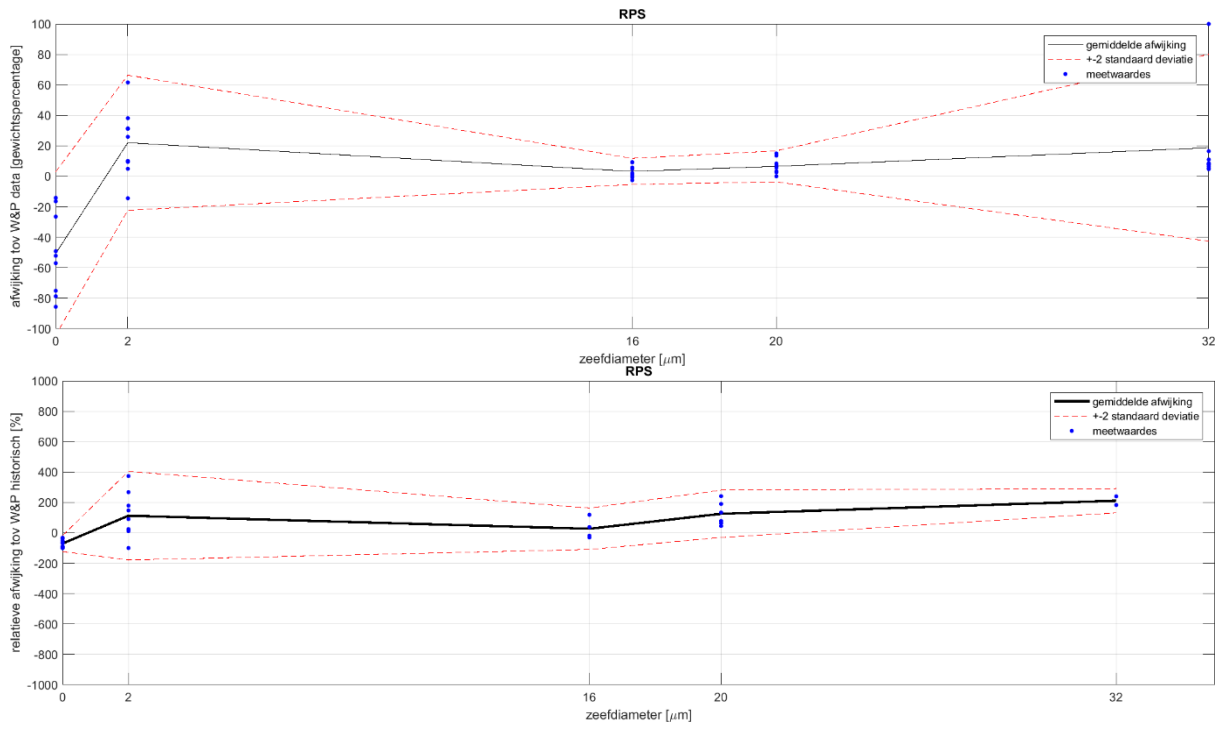


Figuur C.32 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses



Figuur C.33 De analyse resultaten van de sedigraaf van de historische (rood) en huidige (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.

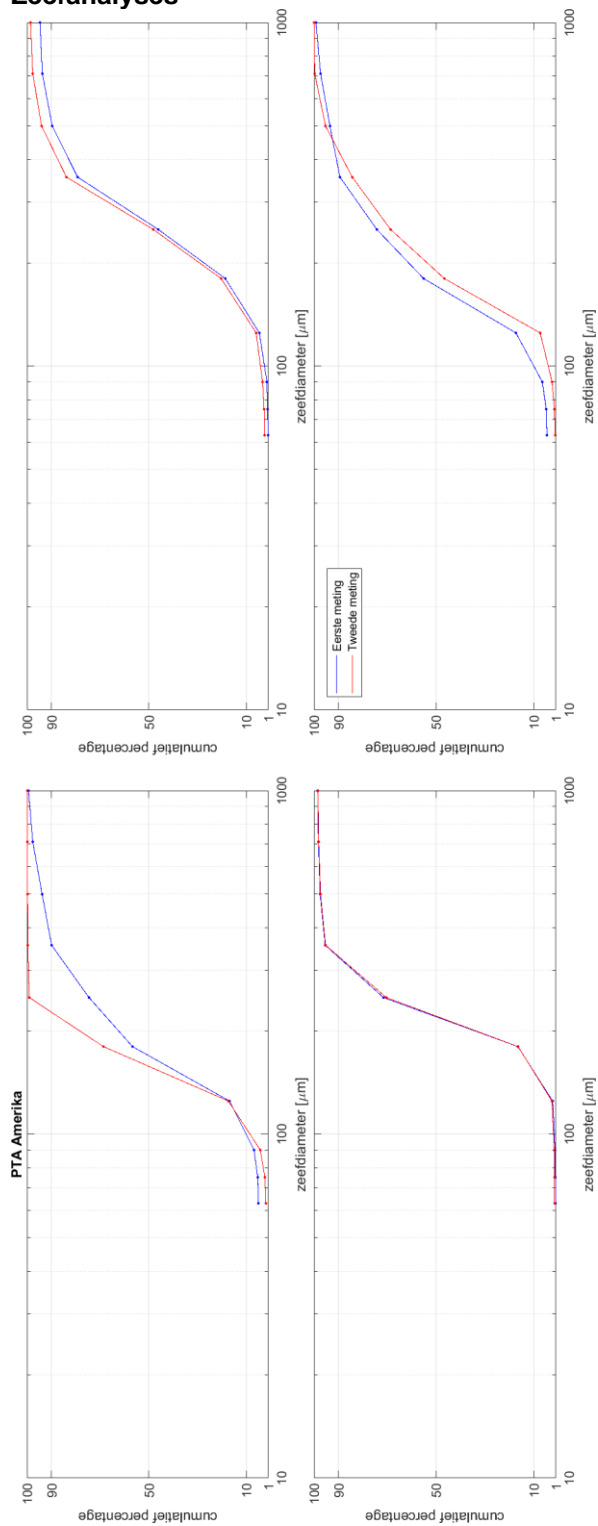


Figuur C.34 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige sedigraaf resultaten in gewichtspercentage (boven) en relatief (onder).

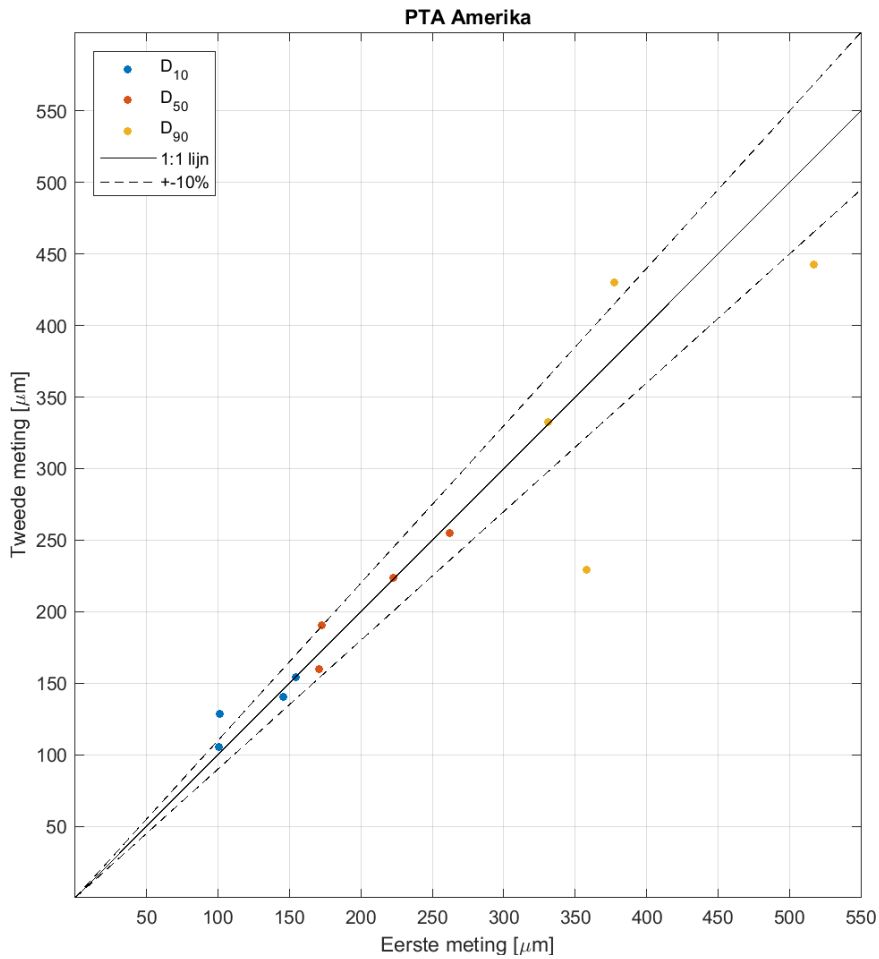
C.4 PTA (Amerika)

C.4.1 Duplo bepalingen

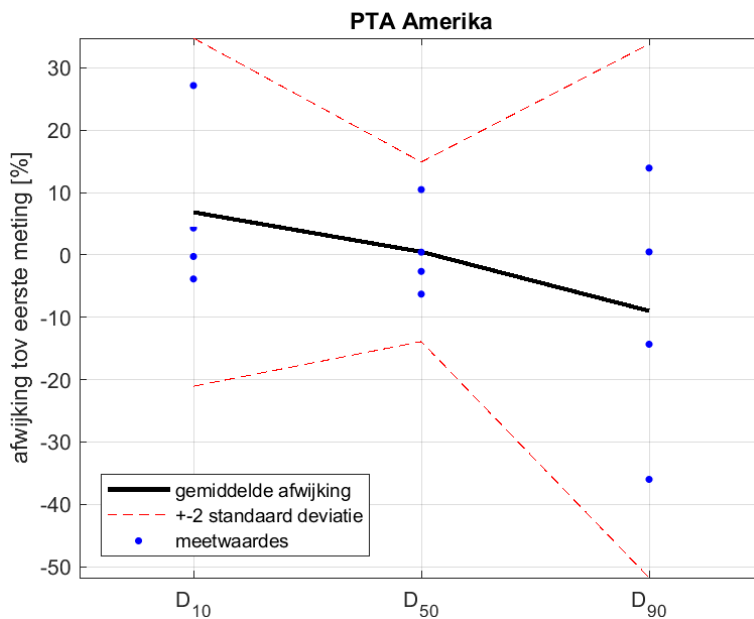
Zeefanalyses



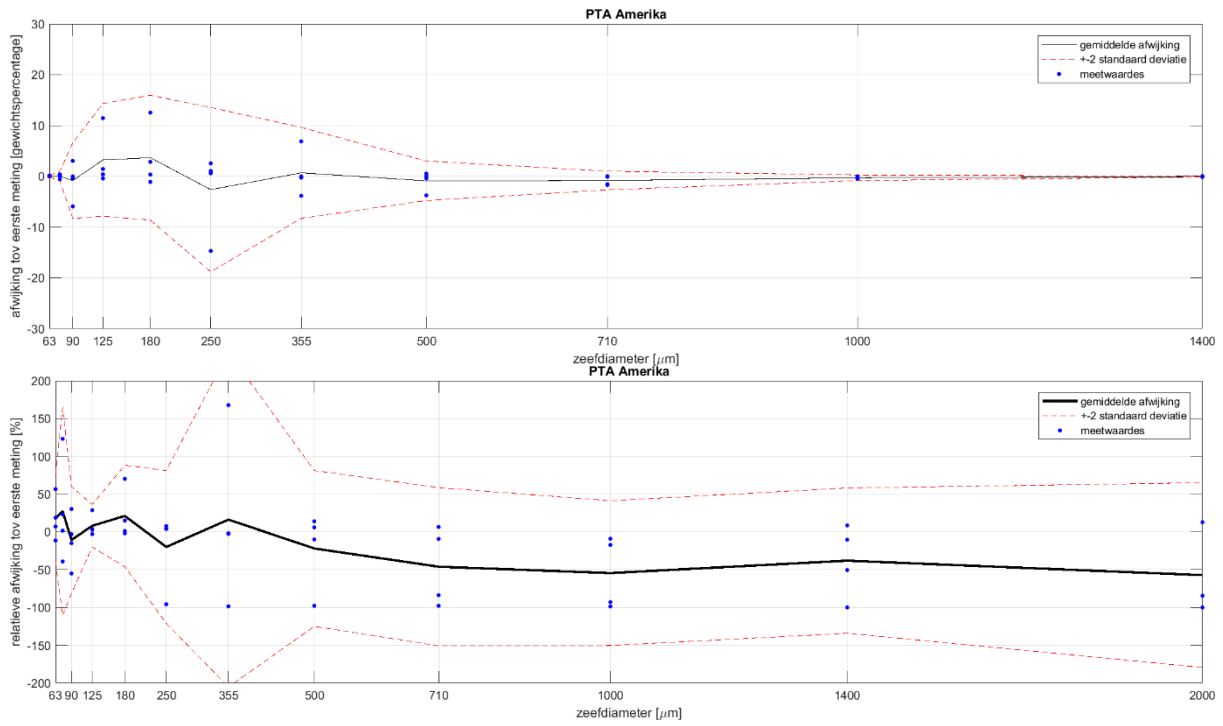
Figuur C.35 De cumulatieve zeefkrommes van alle 5 duplo's van RPS. Waarbij de blauwe lijn de eerste bepaling is en de rode lijn de tweede bepaling weergeeft



Figuur C.36 Variatie in de d_{10} , d_{50} en d_{90} percentiel tussen de eerste en tweede meting van RPS.

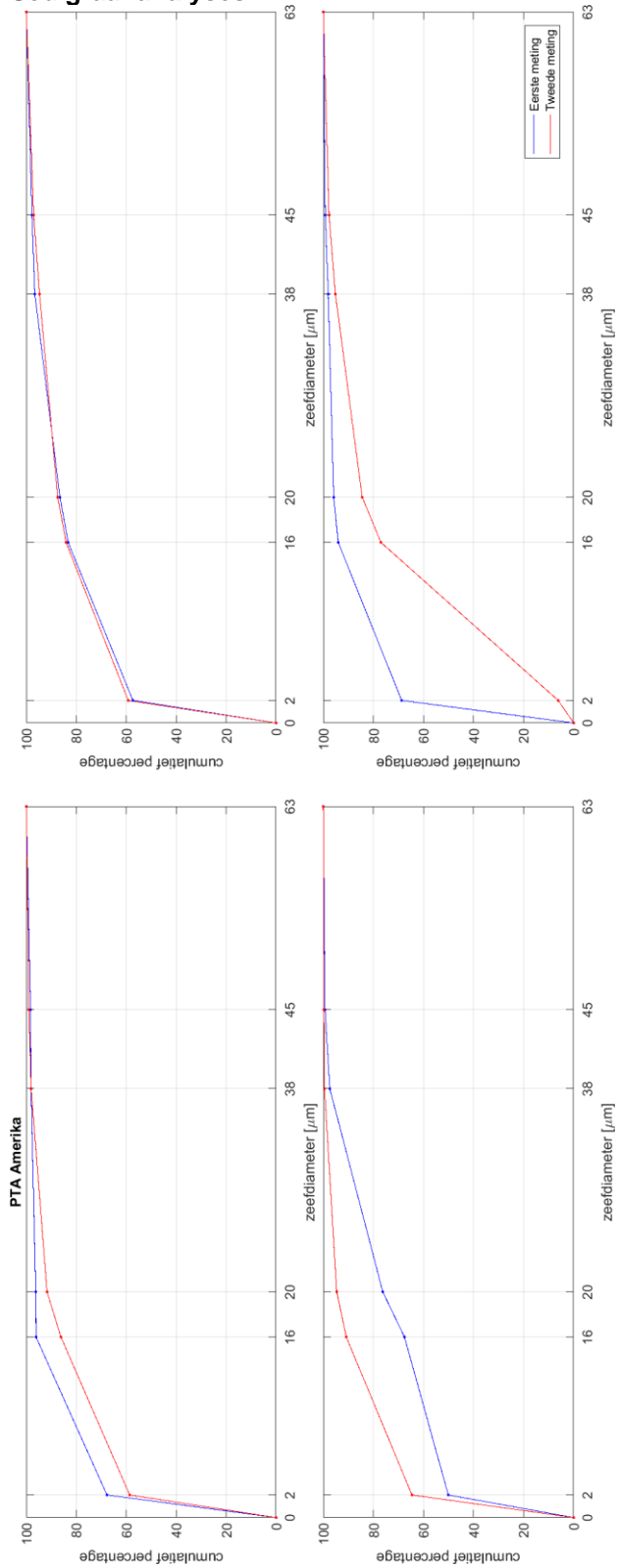


Figuur C.37 Procentuele afwijking in de d_{10} , d_{50} en de d_{90} van de tweede meting ten opzichten van de eerste meting.

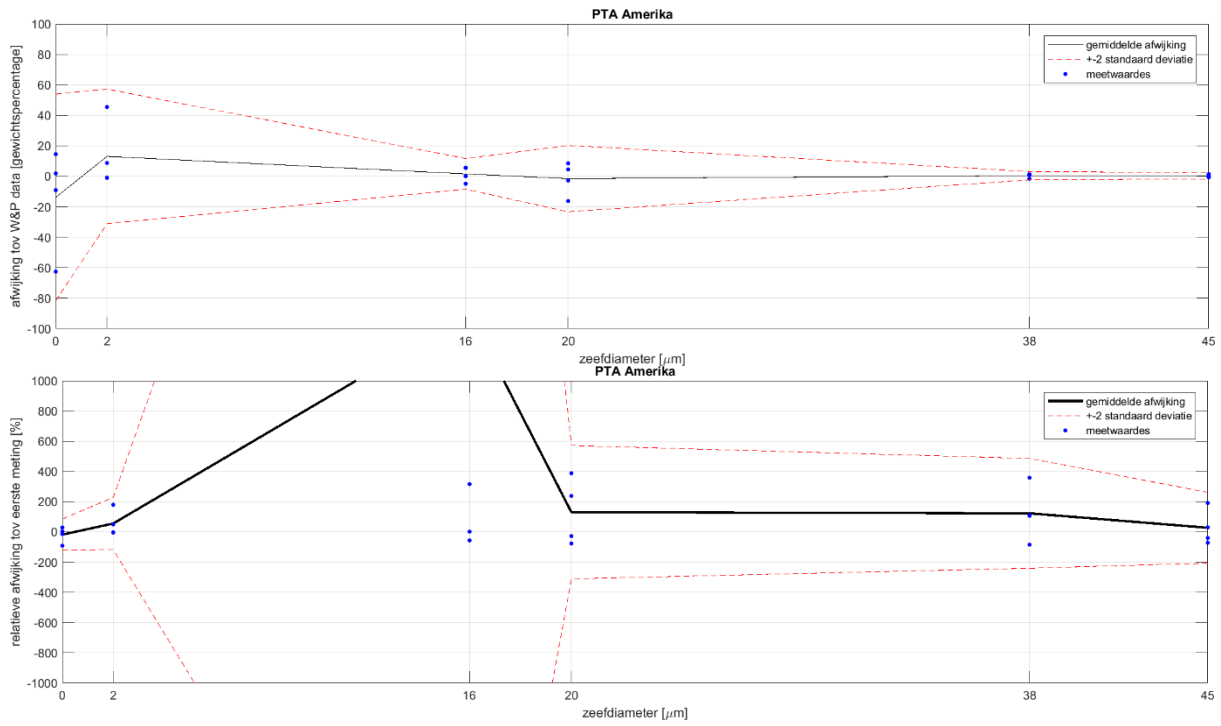


Figuur C.38 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede meting in gewichtspersentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses

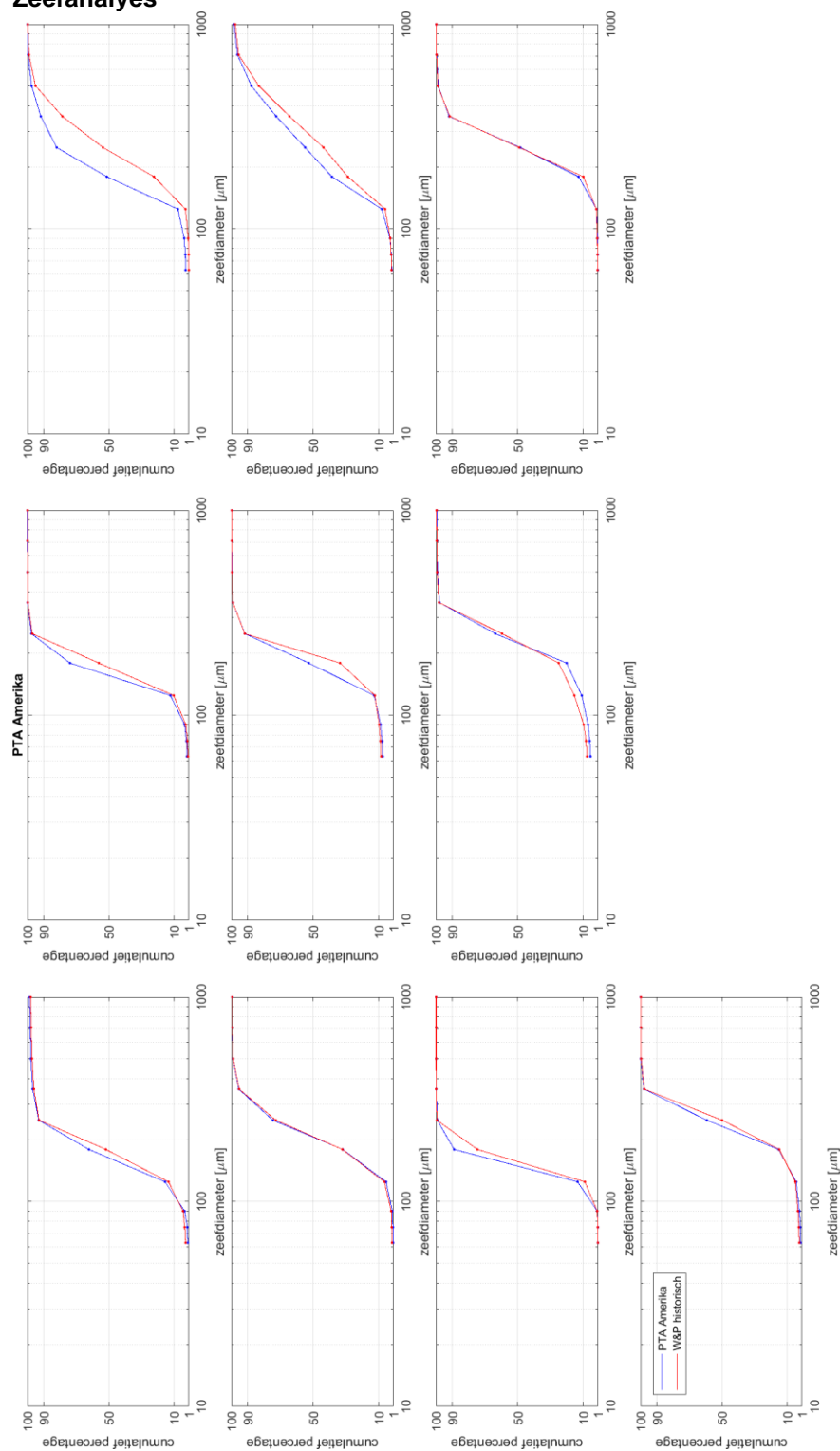


Figuur C.39 De analyse resultaten van de sedigraaf van de eerste (rood) en tweede (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.

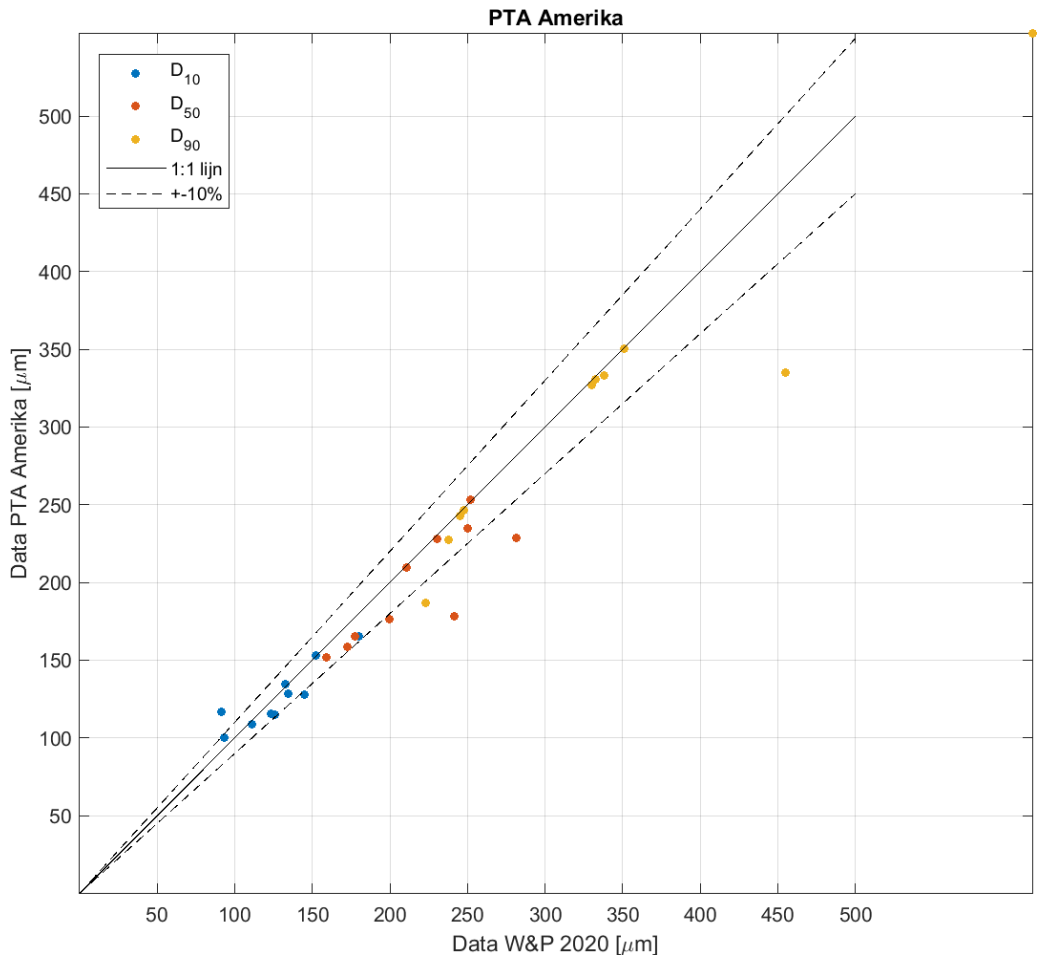


Figuur C.40 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de eerste en tweede sedigraaf resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

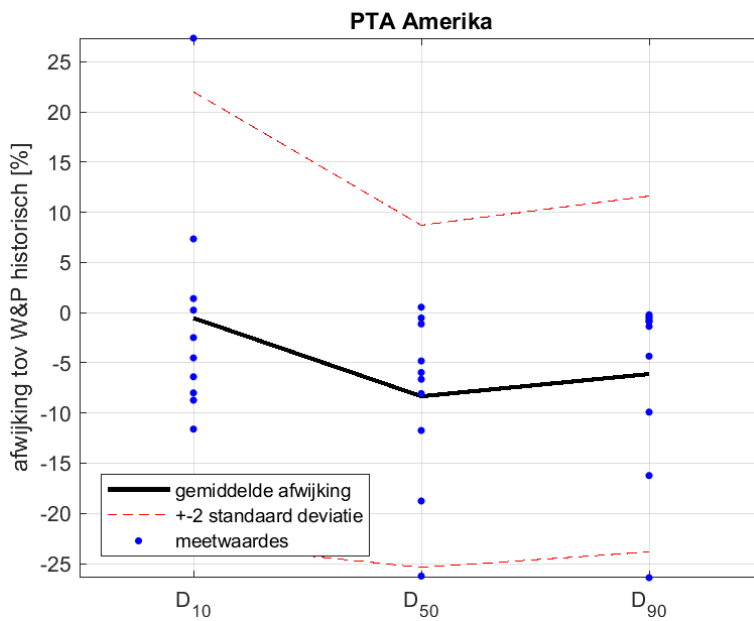
C.4.2 Vergelijking met historische data
Zeefanalyses



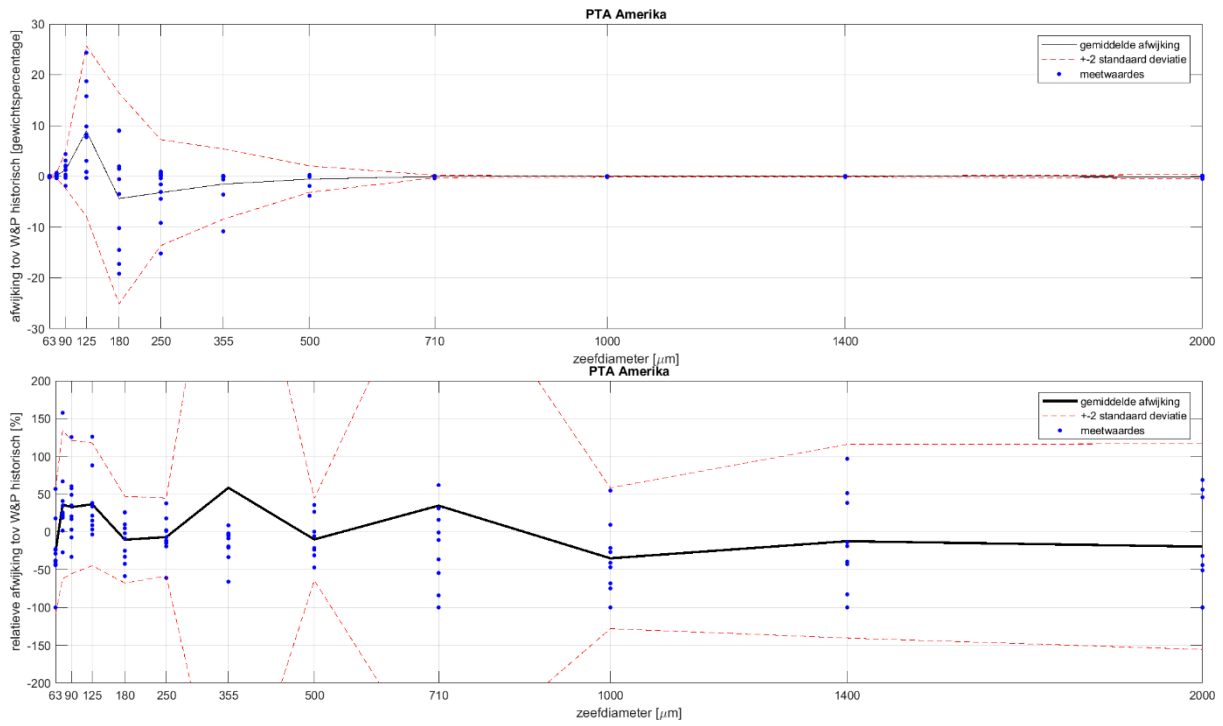
Figuur C.41 De cumulatieve zeefkrommes van alle 10 monsters van PTA. Waarbij de blauwe lijn de huidige bepaling is en de rode lijn de historische bepaling weergeeft.



Figuur C.42 Variatie in de d10, d50 en d90 percentiel tussen de historische en huidige meting

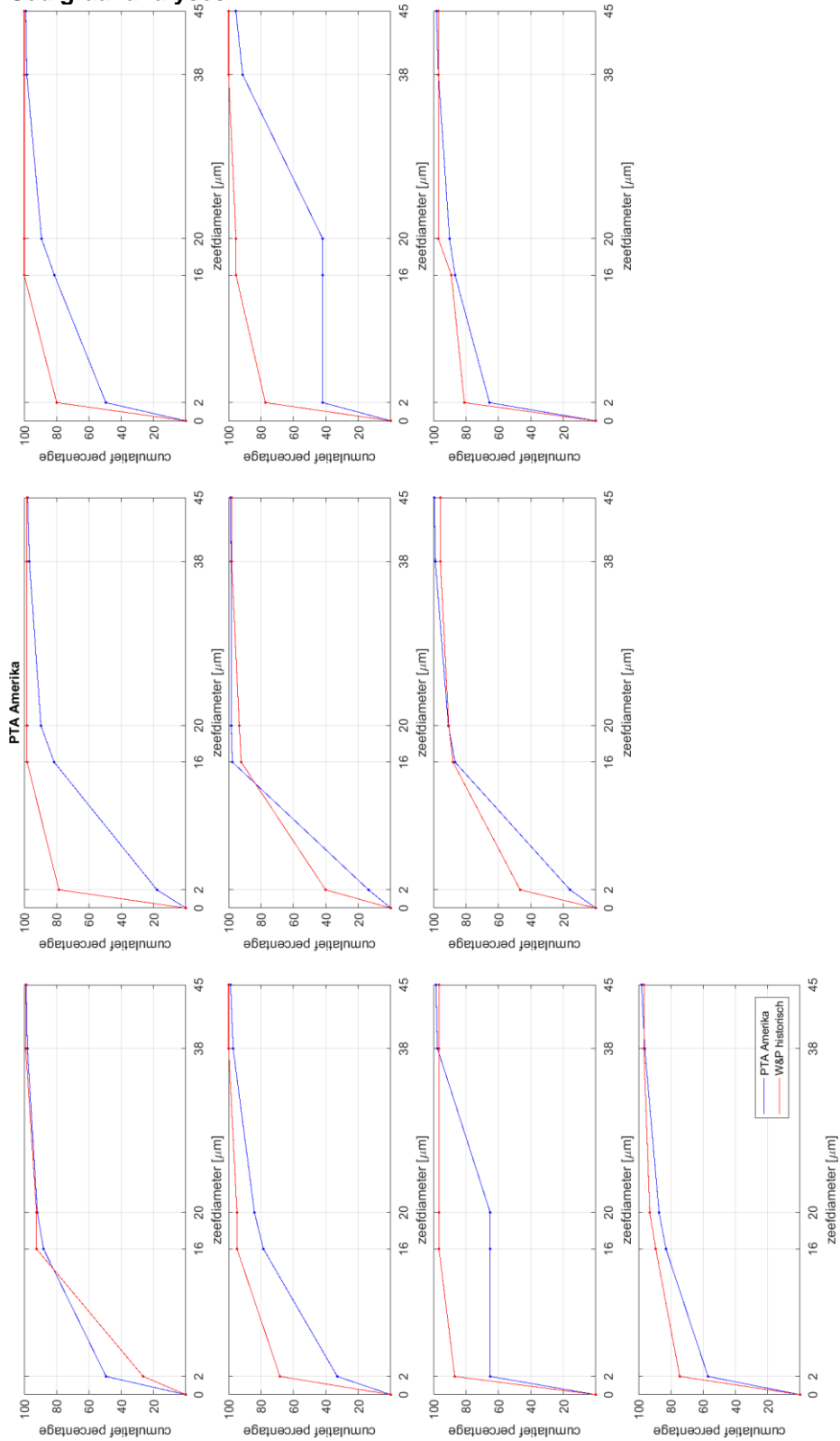


Figuur C.43 Procentuele afwijking in de d10, d50 en de d90 van de huidige meting ten opzichten van de historische meting.

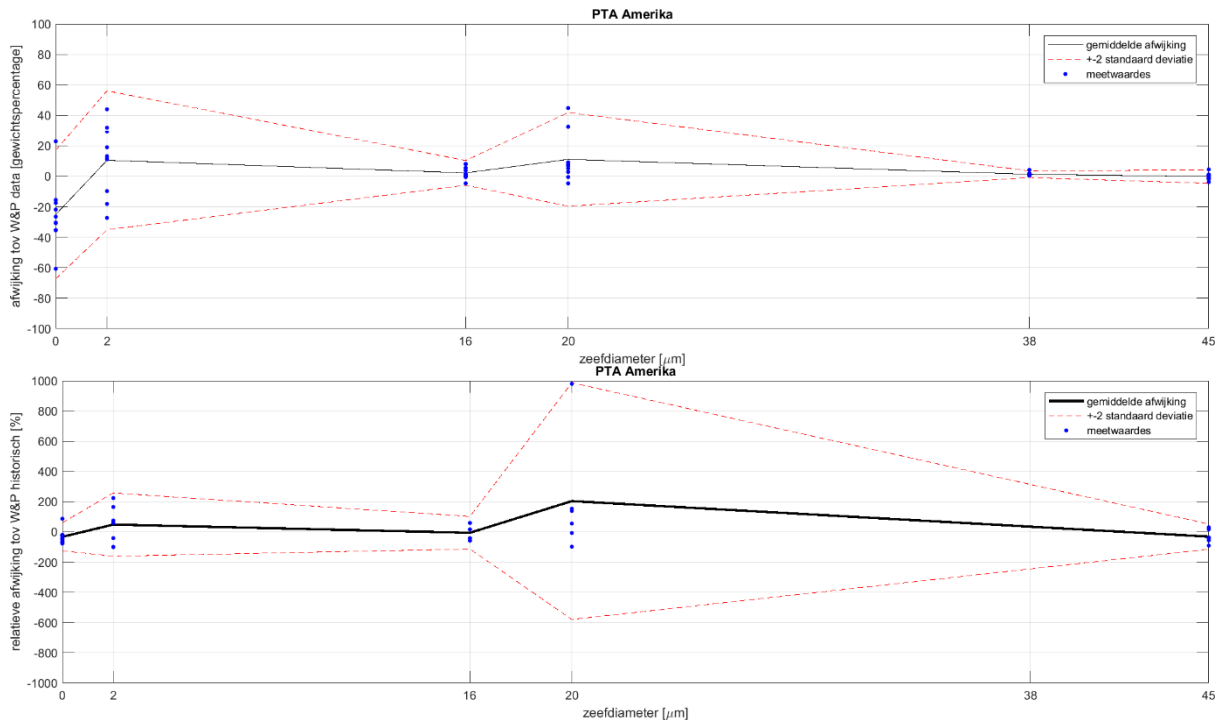


Figuur C.44 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

Sedigraaf analyses



Figuur C.45 De analyse resultaten van de sedigraaf van de historische (rood) en huidige (blauw) meting. Waarbij op de x-as de korrelgrootte klasse wordt gegeven en op de y-as de cumulatieve percentages.



Figuur C.46 Afwijking per korrelgrootte klasse tussen de historische en huidige sedigraaf resultaten in gewichtsperscentage (boven) en relatief (onder).

Deltares is een onafhankelijk kennisinstituut voor toegepast onderzoek op het gebied van water en ondergrond. Wereldwijd werken we aan slimme oplossingen voor mens, milieu en maatschappij.

Deltares

www.deltares.nl