

# **CONSERVERING VAN TIN IN WATER MET SALPETERZUUR**

FeNeLab vakdeskundigenoverleg  
Juni 2008

## INHOUDSOPGAVE

Pagina

SAMENVATTING .....	3
1. INLEIDING .....	4
2. BESCHRIJVING PROEFOPZET .....	4
3. BESCHRIJVING MONSTERS .....	5
4. BESCHRIJVING METHODEN .....	5
4.1. Monstervoorbehandeling .....	5
4.2. Analyse .....	5
5. RESULTATEN.....	5
6. DISCUSSIE .....	6
6.1. Invloed van het spiken .....	6
6.2. Meetresultaten .....	6
7. CONCLUSIE .....	7

BIJLAGE A INFORMATIE OVER DE MONSTERS

BIJLAGE B MEETRESULTATEN

BIJLAGE C CONSERVERING EN SPIKE

## **SAMENVATTING**

Vanwege de veronderstelde vorming van metatanzuur is er geen consensus over de geschiktheid van salpeterzuur voor de conservering van tin in water. In FeNeLab-kader is daarom door 5 laboratoria gezamenlijk onderzoek gedaan om de in de praktijk gebleken geschiktheid van salpeterzuur te bevestigen.

De gemiddelde terugvinding van de spike op dag 0 was 96% met als standaarddeviatie 12%, na 28 dagen was deze 96% met als standaarddeviatie 15%. Het gemiddelde rekenkundige verschil tussen dag 0 en dag 28 bedroeg -1% met als standaarddeviatie 10%.

De gemeten rekenkundige verschillen zijn nagenoeg normaal verdeeld en toe te schrijven aan spreiding in de meting. Voor het merendeel van de monsters voldoet de terugvinding aan de vereisten van AS3000, protocol 3110.

In bijna alle onderzochte monsters is het gehalte van het toegevoegde tin stabiel over een periode van 28 dagen.

De praktijkervaring van milieulaboratoria dat conservering van tin in water met salpeterzuur voldoet, wordt bevestigd door dit onderzoek.

In SIKB protocol 3001 kan de conservering van tin met salpeterzuur gehandhaafd blijven met de gehanteerde conserveringstermijn van 28 dagen.

## 1. INLEIDING

Na het verschijnen van het SIKB protocol 3001 "Conserveringsmethoden en conserveringstermijnen voor milieumonsters" versie 1, bleek dat er geen volledige consensus is over de geschiktheid van salpeterzuur als conserveringsmiddel voor Tin in water. Dit vanwege de veronderstelde vorming van metatanzuur ( $H_2SnO_3$ ). Sommige bronnen geven aan te conserveren met zoutzuur. Nederlandse milieulaboratoria menen op basis van ervaring dat conservering met salpeterzuur voor het element Tin in de praktijk tot betrouwbare resultaten leidt.

In FeNeLab-kader is door 5 laboratoria gezamenlijk onderzoek gedaan om de geschiktheid van salpeterzuur te bevestigen. Uitgegaan is van de overtuiging dat op basis van het vele jaren zonder problemen toepassen van salpeterzuur als conserveringsmiddel. Daarom is de onderzoeksopzet praktisch gehouden, zodat de werkzaamheden in combinatie met reguliere analyses konden worden uitgevoerd. Dit rapport doet verslag van het onderzoek.

## 2. BESCHRIJVING PROEFOPZET

De laboratoria kregen de volgende instructies:

- Neem een met salpeterzuur geconserveerd monster en destrueer of meet rechtstreeks op tin, op de voor die matrix gebruikelijke wijze. Voeg aan dat met salpeterzuur geconserveerd monster een hoeveelheid tin-oplossing toe (geen chloride-zout of met zoutzuur aangezuurde oplossing). Voeg tin toe op een niveau van 20 ug/l (gebaseerd op grondwater: streefwaarde 2,2 ug/l, interventiewaarde 50 ug/l). Destruereer of meet het met tin gespikete monster (op dezelfde wijze als uitgevoerd op het originele monster).  
28 dagen na het spiken: destrueer of meet rechtstreeks het met tin gespikete monster (op dezelfde wijze als uitgevoerd op het originele monster).  
Vergelijk het tingehalte in het originele monster en het gehalte in het gespikete monster direct na additie en na 28 dagen en zet dat af tegen de gespikete hoeveelheid.
- Ieder laboratorium onderzoekt circa 20 monsters. Te verdelen over grondwater, afvalwater en oppervlakte water.  
Toe te voegen tin: bijvoorbeeld Ammonium hexafluorostannate solution in 2% nitric acid, 10.000 ug tin/l (Baker Instra Analyzed ICP standard art. 5751), in ieder geval Sn(IV).
- Rapporteer de volgende gegevens in de aangeleverde excelsheet:
  - o Per monster de in het originele monster gemeten concentratie tin en de datum van de destructie (bij directe meting de datum van meting)
  - o Ditzelfde voor de nulmeting in het gespikte monster en de meting na 28 dagen
  - o De spike concentratie en waarmee gespiket is
  - o Per monster de matrix en de datum van monsterneming
  - o Informatie over het conserveringsmiddel.

De deelnemende laboratoria waren:

- Omegam Laboratoria bv
- Laboratorium Waterschap Groot Salland
- Eurofins Analytico bv
- AL-West bv
- ALcontrol bv

### **3. BESCHRIJVING MONSTERS**

Door de 5 laboratoria zijn 110 willekeurige praktijkmonsters grondwater, oppervlaktewater, afvalwater en eluaat gemeten voor en na spiken met een tin(IV)oplossing in het bereik van 5 tot 125 ug/l. Na (circa) 28 dagen zijn de gespikte monsters opnieuw op het gehalte tin onderzocht.

Het laboratorium, de typen monsters en de datum van monsterneming, zijn vermeld in bijlage A. In bijlage B is de spike concentratie weergegeven. In Bijlage C wordt informatie gegeven over de conservering, met welke chemicaliën de spike is gerealiseerd en welke anionen bij het spiken naast de tin zijn geïntroduceerd.

### **4. BESCHRIJVING METHODEN**

#### **4.1. Monstervoorbehandeling**

De monsters hebben, afgezien van het spiken, geen andere voorbehandeling ondergaan dan voor het betreffende monstertype in ieder van de laboratoria gebruikelijk was.

#### **4.2. Analyse**

De laboratoria hebben op de voor hen gebruikelijke en zomogelijk geaccrediteerde wijze de analyse uitgevoerd. Afhankelijk van het monstertype en het laboratorium zijn verschillende destructiemethoden of directe metingen uitgevoerd. De metingen zijn uitgevoerd met ICP-AES of ICP-MS.

De ontsluitingsmethode of directe meting, de meettechniek en de data waarop de metingen zijn uitgevoerd, zijn vermeld in bijlage A.

### **5. RESULTATEN**

De meetresultaten zijn vermeld in bijlage B.

De tin concentraties in de oorspronkelijke (niet gespikte) monsters zijn laag, veelal lager dan de rapportagegrens. In de meeste gevallen was de gespikte hoeveelheid tin veel groter dan de oorspronkelijke concentratie.

De gemiddelde terugvinding van de spike op dag 0 was 96% met als standaarddeviatie 12%, na 28 dagen was deze 96% met als standaarddeviatie 15%.

Het gemiddelde rekenkundige verschil tussen dag 0 en dag 28 bedroeg -1% met als standaarddeviatie 10%. De rekenkundige verschillen zijn nagenoeg normaal verdeeld.

Per matrix of per laboratorium beschouwd, zijn de rekenkundige verschillen tussen dag 0 en dag 28 niet belangrijk afwijkend van het hierboven genoemde gemiddelde rekenkundige verschil. In de rest van dit stuk wordt daarom niet nader ingegaan op de afzonderlijke matrices en slechts op enkele punten op verschillen tussen laboratoria.

## 6. DISCUSSIE

### 6.1. Invloed van het spiken

Als gevolg van het spiken met tin zijn tevens nitraat (als salpeterzuur) en eventueel chloride of fluoride aan het monster toegevoegd (zie bijlage C). De hoeveelheid nitraat is verwaarloosbaar t.o.v. de hoeveelheid nitraat die als gevolg van de conservering met salpeterzuur reeds in het monster aanwezig was. De hoeveelheid chloride is steeds klein t.o.v. wat er veelal in de monsters van nature voorkomt. Volgens o-NVN 6914 bevat standaard oppervlaktewater 150 mg chloride per liter en standaard grondwater 43 mg chloride per liter. Ook de hoeveelheid toegevoegd fluoride is gering. Aangenomen kan worden dat de bij het spiken toegevoegde anionen geen effect zullen hebben op de in dit onderzoek bestudeerde conservering van tin met salpeterzuur.

### 6.2. Meetresultaten

Aangenomen wordt dat de rekenkundige verschillen tussen dag 0 en dag 28 het gevolg zijn van spreiding in de meting en dat deze normaal verdeeld zijn. Met dit uitgangspunt moeten de verkregen rekenkundige verschillen vallen binnen een normaalverdeling met als berekend rekenkundige gemiddelde -1%. De standaarddeviatie over de terugvinding van de gespikte tin bij de metingen op dag 0, geeft een indicatie van de spreiding die de betrokken laboratoria gezamenlijk realiseren op de betreffende set van monsters. Deze standaarddeviatie bedraagt 12%.

Het 95% zekerheidsinterval om het gemiddelde bij een standaarddeviatie van 12% loopt dan van -25% tot +23%. Van de rekenkundige verschillen zijn er 2 lager dan de ondergrens van het 95% zekerheidsinterval (beide -37%) en 4 hoger dan de bovengrens van het 95% zekerheidsinterval (27, 28, 35 en 37%). Gegeven het aantal van 110 waarnemingen mag een dergelijk aantal waarnemingen buiten het 95% zekerheidsinterval verwacht worden bij een normaalverdeling. De aanname dat de rekenkundige verschillen het gevolg zijn van spreiding in de meting is gerechtvaardigd.

In bovenstaande benadering is het van belang of de gehanteerde standaarddeviatie van 12% juist gekozen is. Per laboratorium verschilt de standaarddeviatie over de terugvinding enigszins, namelijk 3%, 7%, 9%, 9% en 13%. Zou op basis hiervan uitgegaan worden van een standaarddeviatie van 9%,

dan vallen dezelfde 6 waarnemingen buiten het dan geldende 95% zekerheidsinterval van -19% tot +17% en wordt dezelfde conclusie als hiervoor getrokken.

Een andere aanpak is het vergelijken van de terugvinding na 28 dagen met de criteria zoals deze voor tin in grondwater zijn opgenomen in AS3000, protocol 3110. Protocol 3110 vermeldt als eis voor de terugvinding een bereik van 80 tot 110%. Het volgende valt daarbij op te merken:

- Van de 110 monsters voldoen er 85 aan de eis.
- In 14 gevallen wordt een terugvinding boven de 110% berekend, met als hoogste 133%. Voor 6 van deze monsters is de berekende terugvinding voor de meting op dag 0 eveneens hoger dan 110%. Van de waarnemingen zijn er 10 afkomstig van één laboratorium.
- In 11 gevallen wordt een terugvinding onder de 80% berekend, met als laagste 48%. Voor 6 van deze monsters is de berekende terugvinding voor de meting op dag 0 eveneens lager dan 80%. Van de waarnemingen zijn er 9 afkomstig van één laboratorium. De opgegeven concentraties tin van de metingen van de ongespikte monsters liggen voor dit laboratorium onder de rapportagegrens en lijken een overschatting te zijn van de werkelijke concentratie. Hierdoor wordt een te lage terugvinding verkregen.

## **7. CONCLUSIE**

De gemiddelde terugvinding van de spike op dag 0 was 96% met als standaarddeviatie 12%, na 28 dagen was deze 96% met als standaarddeviatie 15%. Het gemiddelde rekenkundige verschil tussen dag 0 en dag 28 bedroeg -1% met als standaarddeviatie 10%.

De gemeten rekenkundige verschillen zijn nagenoeg normaal verdeeld en toe te schrijven aan spreiding in de meting. Voor het merendeel van de monsters voldoet de terugvinding aan de vereisten van AS3000, protocol 3110.

In bijna alle onderzochte monsters is het gehalte van het toegevoegde tin stabiel over een periode van 28 dagen.

De praktijkervaring van milieulaboratoria dat conservering van tin in water met salpeterzuur voldoet, wordt bevestigd door dit onderzoek.

In SIKB protocol 3001 kan de conservering van tin met salpeterzuur gehandhaafd blijven met de gehanteerde conserveringstermijn van 28 dagen.

**Bijlage A INFORMATIE OVER DE MONSTERS**

volgnr	laboratorium	matrix	datum monster-neming	ontsluiting of directe meting	meet-techniek	datum van koningswater ontsluiting of meting		
						originele monster	gespikte monster	
							nulmeting	28 dagen
1	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
2	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
3	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
4	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
5	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
6	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
7	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	29-03-07
8	Omegam	grondwater	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	01-03-07	03-04-07
9	Omegam	eluaat	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	29-03-07
10	Omegam	eluaat	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	29-03-07
11	Omegam	eluaat	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	29-03-07
12	Omegam	eluaat	22-02-07	directe meting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	29-03-07
13	Omegam	afvalwater	22-02-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	04-04-07
14	Omegam	afvalwater	22-02-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	04-04-07
15	Omegam	afvalwater	22-02-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	04-04-07
16	Omegam	afvalwater	22-02-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	22-02-07	02-03-07	04-04-07
17	Omegam	oppervlaktewater	01-03-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	01-03-07	06-03-07	04-04-07
18	Omegam	oppervlaktewater	01-03-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	01-03-07	06-03-07	04-04-07
19	Omegam	oppervlaktewater	01-03-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	01-03-07	06-03-07	04-04-07
20	Omegam	oppervlaktewater	01-03-07	salpeterzuur ontsluiting	ICP-AES	01-03-07	06-03-07	04-04-07
21	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
22	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
23	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
24	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
25	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
26	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
27	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
28	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
29	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
30	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07



Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	datum monster- neming	ontsluiting of directe meting	meet- techniek	datum van koningswater ontsluiting of meting		
						originele monster	gespikte monster	
							nulmeting	28 dagen
31	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
32	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
33	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
34	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
35	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
36	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
37	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
38	Alcontrol	grondwater	07-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
39	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
40	Alcontrol	grondwater	06-02-07	directe meting	ICP-AES	01-03-07	01-03-07	28-03-07
41	WGS	oppervlaktewater	14-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
42	WGS	oppervlaktewater	14-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
43	WGS	oppervlaktewater	15-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
44	WGS	oppervlaktewater	15-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
45	WGS	oppervlaktewater	21-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
46	WGS	oppervlaktewater	21-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
47	WGS	oppervlaktewater	22-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
48	WGS	oppervlaktewater	22-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
49	WGS	oppervlaktewater	26-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
50	WGS	oppervlaktewater	26-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
51	WGS	afvalwater	15-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
52	WGS	afvalwater	15-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
53	WGS	afvalwater	16-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
54	WGS	afvalwater	16-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
55	WGS	afvalwater	15-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
56	WGS	afvalwater	16-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
57	WGS	afvalwater	16-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
58	WGS	afvalwater	16-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
59	WGS	afvalwater	21-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
60	WGS	afvalwater	21-03-07	koningswater ontsluiting	ICP-MS	04-04-07	04-04-07	02-05-07
61	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
62	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
63	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07

Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	datum monster-neming	ontsluiting of directe meting	meet-techniek	datum van koningswater ontsluiting of meting		
						originele monster	gespikte monster	
							nulmeting	28 dagen
64	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
65	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
66	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
67	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
68	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
69	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
70	Analytico	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
71	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
72	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
73	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
74	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
75	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
76	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
77	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
78	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
79	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
80	Analytico	eluaat	onbekend	directe meting	ICP-MS	08-03-07	08-03-07	05-04-07
81	AL-West	grondwater	15-05-07	directe meting	ICP-AES	16-05-07	07-06-07	05-07-07
82	AL-West	grondwater	11-05-07	directe meting	ICP-AES	16-05-07	07-06-07	05-07-07
83	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	16-05-07	07-06-07	05-07-07
84	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	16-05-07	07-06-07	05-07-07
85	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	16-05-07	07-06-07	05-07-07
86	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
87	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
88	AL-West	grondwater	07-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
89	AL-West	grondwater	07-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
90	AL-West	grondwater	09-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
91	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
92	AL-West	grondwater	04-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
93	AL-West	grondwater	08-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
94	AL-West	grondwater	07-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
95	AL-West	grondwater	07-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
96	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07

Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	datum monster-neming	ontsluiting of directe meting	meet-techniek	datum van koningswater ontsluiting of meting		
						originele monster	gespikte monster	
							nulmeting	28 dagen
97	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
98	AL-West	grondwater	03-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
99	AL-West	grondwater	03-05-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
100	AL-West	grondwater	26-04-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
101	AL-West	grondwater	26-04-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
102	AL-West	grondwater	26-04-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
103	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
104	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	11-05-07	07-06-07	05-07-07
105	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
106	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
107	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
108	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
109	AL-West	grondwater	onbekend	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
110	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
111	AL-West	grondwater	25-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07
112	AL-West	grondwater	23-04-07	directe meting	ICP-AES	14-05-07	07-06-07	05-07-07

## Bijlage B MEETRESULTATEN

volgnr	laboratorium	matrix	gemeten concentratie tin (ug/l)			spike (ug/l) concentratie in monster	terugvinding spike (%)		verschil (%) nulmeting 28 dagen	verschil aantal dagen
			originele monster	gespikte monster			nulmeting	28 dagen		
				nulmeting	28 dagen					
1	Omegam	grondwater	0,06328	20,71	19,18	20	103%	96%	-7%	28
2	Omegam	grondwater	0,04535	20,04	18,77	20	100%	94%	-6%	28
3	Omegam	grondwater	0,07654	20,06	17,67	20	100%	88%	-12%	28
4	Omegam	grondwater	0,05968	20,10	20,59	20	100%	103%	2%	28
5	Omegam	grondwater	0,3436	20,93	19,68	20	103%	97%	-6%	28
6	Omegam	grondwater	0,07212	20,87	20,58	20	104%	103%	-1%	28
7	Omegam	grondwater	0,1014	21,11	20,67	20	105%	103%	-2%	28
8	Omegam	grondwater	0,1565	21,38	20,95	20	106%	104%	-2%	33
9	Omegam	eluaat	0,04352	49,35	50,25	50	99%	100%	2%	27
10	Omegam	eluaat	0,1719	50,43	39,66	50	101%	79%	-21%	27
11	Omegam	eluaat	0,1746	51,65	51,24	50	103%	102%	-1%	27
12	Omegam	eluaat	0,05138	50,30	51,26	50	100%	102%	2%	27
13	Omegam	afvalwater	0,8591	123,60	122,80	125	98%	98%	-1%	33
14	Omegam	afvalwater	3,828	129,60	122,90	125	101%	95%	-5%	33
15	Omegam	afvalwater	5,764	130,50	128,50	125	100%	98%	-2%	33
16	Omegam	afvalwater	8,831	133,80	129,60	125	100%	97%	-3%	33
17	Omegam	oppervlaktewater	0,1307	27,00	27,84	25	107%	111%	3%	29
18	Omegam	oppervlaktewater	0,04049	26,68	27,36	25	107%	109%	3%	29
19	Omegam	oppervlaktewater	0,09351	26,16	26,51	25	104%	106%	1%	29
20	Omegam	oppervlaktewater	0,1331	25,22	24,30	25	100%	97%	-4%	29
21	Alcontrol	grondwater	1,25	20,72	21,06	20	97%	99%	2%	27
22	Alcontrol	grondwater	-1,84	22,82	22,78	20	114%	114%	0%	27
23	Alcontrol	grondwater	0	23,06	21,02	20	115%	105%	-9%	27
24	Alcontrol	grondwater	-2,06	22,30	21,07	20	112%	105%	-6%	27
25	Alcontrol	grondwater	-1,92	21,45	21,91	20	107%	110%	2%	27
26	Alcontrol	grondwater	-0,41	20,87	20,28	20	104%	101%	-3%	27
27	Alcontrol	grondwater	-1,88	21,04	9,56	20	Vervalt <sup>1)</sup>	Vervalt <sup>1)</sup>	Vervalt <sup>1)</sup>	Vervalt <sup>1)</sup>
28	Alcontrol	grondwater	-2,64	22,88	21,87	20	114%	109%	-4%	27
29	Alcontrol	grondwater	-1,99	22,95	23,11	20	115%	116%	1%	27
30	Alcontrol	grondwater	-2,32	21,24	22,17	20	106%	111%	4%	27

Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	gemeten concentratie tin (ug/l)			spike (ug/l) concentratie in monster	terugvinding spike (%)		verschil (%) nulmeting 28 dagen	verschil aantal dagen
			originele monster	gespike monster			nulmeting	28 dagen		
				nulmeting	28 dagen					
31	Alcontrol	grondwater	-1,79	22,01	22,23	20	110%	111%	1%	27
32	Alcontrol	grondwater	-1	19,31	26,04	20	97%	130%	35%	27
33	Alcontrol	grondwater	-1,63	21,61	22,73	20	108%	114%	5%	27
34	Alcontrol	grondwater	-2,2	20,30	25,68	20	102%	128%	27%	27
35	Alcontrol	grondwater	-0,26	19,89	20,16	20	99%	101%	1%	27
36	Alcontrol	grondwater	-0,9	21,71	23,04	20	109%	115%	6%	27
37	Alcontrol	grondwater	-1,21	22,63	23,04	20	113%	115%	2%	27
38	Alcontrol	grondwater	-1,32	23,35	23,79	20	117%	119%	2%	27
39	Alcontrol	grondwater	-1,06	19,81	19,44	20	99%	97%	-2%	27
40	Alcontrol	grondwater	-0,3	19,86	19,54	20	99%	98%	-2%	27
41	WGS	oppervlaktewater	0,03537	4,51	5,03	5	89%	100%	12%	28
42	WGS	oppervlaktewater	0,1027	5,25	5,16	5	103%	101%	-2%	28
43	WGS	oppervlaktewater	0,01241	3,93	5,02	5	78%	100%	28%	28
44	WGS	oppervlaktewater	0,007889	4,78	5,02	5	96%	100%	5%	28
45	WGS	oppervlaktewater	0,01001	4,88	5,13	5	97%	102%	5%	28
46	WGS	oppervlaktewater	-0,0007832	5,09	5,08	5	102%	102%	0%	28
47	WGS	oppervlaktewater	-0,05851	5,11	4,90	5	102%	98%	-4%	28
48	WGS	oppervlaktewater	-0,01946	4,80	4,96	5	96%	99%	3%	28
49	WGS	oppervlaktewater	-0,08645	5,26	4,94	5	105%	99%	-6%	28
50	WGS	oppervlaktewater	0,06474	4,95	4,88	5	98%	96%	-1%	28
51	WGS	afvalwater	2,835	8,41	8,01	5	111%	103%	-5%	28
52	WGS	afvalwater	0,03784	5,19	5,11	5	103%	101%	-2%	28
53	WGS	afvalwater	8,188	10,86	14,83	5	53%	133%	37%	28
54	WGS	afvalwater	0,2526	5,13	5,41	5	97%	103%	5%	28
55	WGS	afvalwater	2,061	7,32	7,09	5	105%	101%	-3%	28
56	WGS	afvalwater	0,1876	5,35	5,31	5	103%	102%	-1%	28
57	WGS	afvalwater	3,119	8,45	8,64	5	107%	110%	2%	28
58	WGS	afvalwater	5,479	11,46	11,99	5	120%	130%	5%	28
59	WGS	afvalwater	2,281	7,41	7,53	5	102%	105%	2%	28
60	WGS	afvalwater	-0,06753	5,08	5,01	5	102%	100%	-1%	28
61	Analytico	grondwater	-0,0863	18,83	19,37	20	94%	97%	3%	28
62	Analytico	grondwater	-0,091	19,17	19,43	20	96%	97%	1%	28
63	Analytico	grondwater	-0,0978	19,67	19,48	20	98%	97%	-1%	28

Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	gemeten concentratie tin (ug/l)			spike (ug/l) concentratie in monster	terugvinding spike (%)		verschil (%) nulmeting 28 dagen	verschil aantal dagen
			originele monster	gespike monster			nulmeting	28 dagen		
				nulmeting	28 dagen					
64	Analytico	grondwater	0,3212	19,50	19,42	20	96%	96%	0%	28
65	Analytico	grondwater	0,0514	19,77	19,75	20	99%	98%	0%	28
66	Analytico	grondwater	-0,0124	20,27	19,36	20	101%	97%	-4%	28
67	Analytico	grondwater	0,021	20,96	20,54	20	105%	103%	-2%	28
68	Analytico	grondwater	-0,0577	19,40	19,06	20	97%	95%	-2%	28
69	Analytico	grondwater	-0,0933	19,81	19,91	20	99%	100%	1%	28
70	Analytico	grondwater	0,8351	21,73	21,95	20	104%	106%	1%	28
71	Analytico	eluaat	0,1605	20,38	18,59	20	101%	92%	-9%	28
72	Analytico	eluaat	0,1091	21,41	21,31	20	107%	106%	0%	28
73	Analytico	eluaat	-0,0573	19,73	19,27	20	99%	96%	-2%	28
74	Analytico	eluaat	0,3553	19,13	19,27	20	94%	95%	1%	28
75	Analytico	eluaat	0,1615	20,82	19,46	20	103%	96%	-7%	28
76	Analytico	eluaat	0,1466	18,67	11,73	20	93%	58%	-37%	28
77	Analytico	eluaat	0,0853	19,97	18,32	20	99%	91%	-8%	28
78	Analytico	eluaat	0,239	19,17	16,90	20	95%	83%	-12%	28
79	Analytico	eluaat	0,1449	20,89	19,89	20	104%	99%	-5%	28
80	Analytico	eluaat	-0,0131	20,35	19,63	20	102%	98%	-4%	28
81	AL-West	grondwater	5,2	49,10	44,20	50	88%	78%	-10%	28
82	AL-West	grondwater	0,5	49,60	41,60	50	98%	82%	-16%	28
83	AL-West	grondwater	2,8	50,20	44,00	50	95%	82%	-12%	28
84	AL-West	grondwater	4,5	43,60	42,60	50	78%	76%	-2%	28
85	AL-West	grondwater	1,7	41,30	34,20	50	79%	65%	-17%	28
86	AL-West	grondwater	6,5	47,90	40,80	50	83%	69%	-15%	28
87	AL-West	grondwater	6,9	48,80	45,10	50	84%	76%	-8%	28
88	AL-West	grondwater	3,7	47,30	44,50	50	87%	82%	-6%	28
89	AL-West	grondwater	2,9	47,00	47,60	50	88%	89%	1%	28
90	AL-West	grondwater	7,7	47,90	50,60	50	80%	86%	6%	28
91	AL-West	grondwater	3,3	43,20	27,30	50	80%	48%	-37%	28
92	AL-West	grondwater	2,7	44,30	44,90	50	83%	84%	1%	28
93	AL-West	grondwater	3,8	44,00	47,70	50	80%	88%	8%	28
94	AL-West	grondwater	1,5	48,60	47,80	50	94%	93%	-2%	28
95	AL-West	grondwater	3,1	44,80	46,50	50	83%	87%	4%	28
96	AL-West	grondwater	3,4	44,30	47,10	50	82%	87%	6%	28

Conservering van tin in water met salpeterzuur

volgnr	laboratorium	matrix	gemeten concentratie tin (ug/l)			spike (ug/l) concentratie in monster	terugvinding spike (%)		verschil (%) nulmeting 28 dagen	verschil aantal dagen
			originele monster	gespikte monster			nulmeting	28 dagen		
				nulmeting	28 dagen					
97	AL-West	grondwater	1	24,10	25,60	50	46%	49%	6%	28
98	AL-West	grondwater	5,6	49,70	49,00	50	88%	87%	-1%	28
99	AL-West	grondwater	2,2	43,70	44,80	50	83%	85%	3%	28
100	AL-West	grondwater	2	44,40	43,40	50	85%	83%	-2%	28
101	AL-West	grondwater	2,4	44,90	45,80	50	85%	87%	2%	28
102	AL-West	grondwater	1	43,00	44,80	50	84%	88%	4%	28
103	AL-West	grondwater	5,5	36,40	36,50	50	62%	62%	0%	28
104	AL-West	grondwater	6,4	46,30	43,50	50	80%	74%	-6%	28
105	AL-West	grondwater	0,7	44,00	46,70	50	87%	92%	6%	28
106	AL-West	grondwater	0	47,70	42,30	50	95%	85%	-11%	28
107	AL-West	grondwater	3,8	46,20	43,90	50	85%	80%	-5%	28
108	AL-West	grondwater	3,3	47,70	47,00	50	89%	87%	-1%	28
109	AL-West	grondwater	4,1	30,90	10,80	50	Vervalt <sup>2)</sup>	Vervalt <sup>2)</sup>	Vervalt <sup>2)</sup>	Vervalt <sup>2)</sup>
110	AL-West	grondwater	3,4	44,40	47,80	50	82%	89%	8%	28
111	AL-West	grondwater	5	44,70	46,60	50	79%	83%	4%	28
112	AL-West	grondwater	2,7	44,90	46,50	50	84%	88%	4%	28

1) de meting was door te weinig restant gespiked monster onbetrouwbaar

2) het monster is ongeconserveerd ontvangen

### Bijlage C CONSERVERING EN SPIKE

Naam laboratorium:	Omegam Laboratoria bv	Waterschap Groot Salland	Eurofins Analytico bv	AL-West bv	Alcontrol bv
Conserveringsmiddel:	HNO3	HNO3	HNO3	HNO3	HNO3
Concentratie conserveringsmiddel:	4 m	35%	32,5%	35%	35%
Volume conserveringsmiddel:	1 ml	2,5 ml	1 ml	1,0 ml	1
Volume monsterfles:	100 ml	250 ml	100 ml	100 ml	100
Spike:	1.000 mg/l Sn in 2% HNO3 + 0.5% HF	10.000 mg Sn/l ammoniumhexafluorostannate in 2% HNO3, art. Nr. 5751 Baker Instra Analysed	1.000 mg/l Sn ammoniumhexafluorostannate in 2% HNO3 trace HF Baker Instra Analyzed	10.000 mg Sn/l ammoniumhexafluorostannate in 2% HNO3, art. Nr. 5751 Baker Instra Analysed	1.000 mg/l SnCl4 in HCl 2mol/l Merck 1.0242.0500
<b>Sn in ug/l</b>					
spike 5 ug/l		5			
spike 20 ug/l	20		20		20
spike 25 ug/l	25				
spike 50 ug/l	50			50	
spike 125 ug/l	125				
<b>HNO3 in mol/l</b>					
geconserveerd, ongespiked	0,040	0,070	0,065	0,070	0,070
spike 5 ug/l		0,0700002			
spike 20 ug/l	0,040008		0,065008		0,070
spike 25 ug/l	0,04001				
spike 50 ug/l	0,04002			0,070002	
spike 125 ug/l	0,04005				
<b>Chloride in mg/l</b>					
geconserveerd, ongespiked	0	0	0	0	0
spike 5 ug/l		0			
spike 20 ug/l	0		0		1,4
spike 25 ug/l	0				
spike 50 ug/l	0			0	
spike 125 ug/l	0				
<b>Fluoride in mg/l</b>					
spike 5 ug/l		0,005			
spike 20 ug/l	0,10		trace		
spike 25 ug/l	0,12				
spike 50 ug/l	0,24			0,05	
spike 125 ug/l	0,59				