



Actieve biologische Monitoring Zoete Rijkswateren: microverontreinigingen in zoetwatermosselen 2016

A.C. Sneekes, M. Tjon Atsoi

Wageningen University &
Research Rapport C030/17

Actieve biologische Monitoring Zoete Rijkswateren: microverontreinigingen in zoetwatermosselen 2016

Auteur(s): A.C. Sneekes, M. Tjon Atsoi

Publicatiedatum: 24 juli 2017

Wageningen Marine Research IJmuiden, juli 2017

VERTROUWELIJK, na 6 maanden openbaar

Wageningen Marine Research rapport C030/17

Sneekes A.C. & M. Tjon Atsoi (2017). Actieve biologische Monitoring Zoete Rijkswateren: microverontreinigingen in zoetwatermosselen 2016 . Wageningen Marine Research Wageningen UR (University & Research centre), Wageningen Marine Research rapport C030/17.

Opdrachtgever: Rijkswaterstaat Waterdienst
T.a.v.: M. Roos
Postbus 17
8200 AA Lelystad

Dit rapport is gratis te downloaden van <https://doi.org/10.18174/412008>
Wageningen Marine Research verstrekt *geen* gedrukte exemplaren van rapporten.

Wageningen Marine Research Wageningen UR is ISO 9001:2008 gecertificeerd.

© 2017 Wageningen Marine Research Wageningen UR

Wageningen Marine Research, onderdeel
van Stichting Wageningen Research
KvK nr. 09098104,
IMARES BTW nr. NL 8113.83.696.B16.
Code BIC/SWIFT address: RABONL2U
IBAN code: NL 73 RABO 0373599285

De Directie van Wageningen Marine Research is niet aansprakelijk voor
gevolgschade, noch voor schade welke voortvloeit uit toepassingen van de
resultaten van werkzaamheden of andere gegevens verkregen van Wageningen
Marine Research opdrachtgever vrijwaart Wageningen Marine Research van
aanspraken van derden in verband met deze toepassing.
Dit rapport is vervaardigd op verzoek van de opdrachtgever hierboven aangegeven
en is zijn eigendom. Niets uit dit rapport mag weergegeven en/of gepubliceerd
worden, gefotokopieerd of op enige andere manier gebruikt worden zonder
schriftelijke toestemming van de opdrachtgever.

A_4_3_1 V26

Inhoud

Samenvatting	4
1 Inleiding	5
2 Kennisvraag	6
3 Methoden	7
3.1 Bemonstering zoetwatermosselen	7
3.2 Uitvoering ABM onderzoek	8
3.3 Analysemethoden	10
3.3.1 Algemeen	10
3.3.2 Droge stof, as en asvrijdrooggewicht	11
3.3.3 Vet	11
3.3.4 Zware metalen	11
3.3.5 Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK)	12
3.3.6 PCB's; indicator PCB's (ortho's) en mono-ortho PCB's, en OCP's	12
3.3.7 Non-ortho PCB's	12
3.3.8 PBDE's	12
3.4 Dataopslag en –registratie	13
4 Resultaten	14
5 Aanbevelingen	16
6 Kwaliteitsborging	17
Literatuur	19
Verantwoording	20
Bijlage 1 t/m 9.3	21

Samenvatting

In het kader van de Monitoring chemische stoffen in Zoetwatermosselen is in 2016 de actieve biologische monitoring (ABM) uitgevoerd in zes zoete Rijkswateren. Dit project wordt in opdracht van Rijkswaterstaat van het Ministerie van Infrastructuur en Milieu uitgevoerd door Wageningen Marine Research te IJmuiden.

In dit monitoring programma werden oorspronkelijk driehoeksmosselen, *Dreissena polymorpha*, gebruikt, maar sinds een aantal jaren zijn deze verdrongen door de quaggamossel, *Dreissena rostriformis bugensis* (IJsselmeer surveys (RWS, 2009)). Op de locatie Zeughoek is daarom vanaf 2011 alleen nog maar quaggamossel verzameld, zo ook in 2016.

De mosselen van de Zeughoek zijn, na verwerking tot uithangmonsters, bewaard in het laboratorium van Wageningen Marine Research tot de datum van uithangen op de onderzoeklocaties. Na afloop van de blootstellingsperiode van 37 tot 42 dagen is het gehalte aan microverontreinigingen in het mosselweefsel bepaald.

In dit rapport worden de analyseresultaten van het monitoringprogramma 2016 gerapporteerd. De volgende watersystemen zijn in 2016 bemonsterd:

1. IJsselmeer, Zeughoek (referentie locatie)
2. Haringvliet, Haringvlietsluis
3. Hollands Diep, Bovensluis
4. Volkerak, Steenbergen
5. Bijlandsch Kanaal (Rijn), Lobith ponton
6. Nieuwe Waterweg, Maassluis

Er zijn dit jaar twee monsters verloren gegaan uit de watersystemen Hollands Diep en Nieuwe Waterweg. Bij Nieuwe Waterweg waren alle uitgehangen mosselen dood, waarschijnlijk door een te hoog zoutgehalte, dit is vaker een probleem op deze locatie. Bij het Hollands Diep waren de uitgehangen mosselen verdwenen. De verdere uitvoering van het project is succesvol verlopen; op de vier overige locaties is voldoende mossel vlees verzameld voor analyse. De analyses van contaminanten geven aan dat de mosselen tijdens de uithangperiode levend en actief zijn geweest.

De resultaten zijn in tabelvorm als bijlagen achter in dit rapport bijgevoegd.

1 Inleiding

Rijkswaterstaat van het Ministerie van Infrastructuur en Milieu is in 1992 gestart met de uitvoering van het monitoringprogramma "Monitoring Zoete Rijkswateren". Dit vormt een onderdeel van de "Monitoring van de Waterstaatkundige Toestand des Lands" (MWTL).

Doelstellingen van de metingen zijn:

- het signaleren van langjarige ontwikkelingen in de biologische toestand van watersystemen (trend).
- periodieke toetsing van de toestand aan criteria die voortvloeien uit de toegekende functies van wateren (controle).

De opdracht is gebaseerd op het werkdocument "Actieve monitoring chemische stoffen zoetwatermosselen, projectplan chemisch meetnet MWTL 2015", van datum 2 juli 2015, en is uitgevoerd door Wageningen Marine Research. In 2016 werd alleen de actieve biologische monitoring (ABM) uitgevoerd, er zijn geen passieve samplers uitgehangen.

De uit te voeren werkzaamheden betroffen het bemonsteren van zoetwatermosselen en het analyseren van microverontreinigingen daarin. Mosselbanken in het IJsselmeer-Zeughoek, waar het uitgangsmateriaal voor het onderzoek verzameld wordt, bleken in 2011 al sterk gedomineerd te zijn door de quaggamossel (*Dreissena rostriformis bugensis*). Ook dit jaar zijn geen volwassen driehoeksmosselen (*Dreissena polymorpha*) meer aangetroffen. Het onderzoek richt zich dan ook primair op de quaggamossel. Dit rapport bevat de analyseresultaten van quaggamosselen uit het onderzoek in 2016.

Vanuit RWS werd het programma geleid door mevr. A. Houben en vanuit Wageningen Marine Research fungeerde M. Kotterman als projectleider.

Bij Wageningen Marine Research te IJmuiden werden de organisch chemische analyses en de analyses van kwik, vocht en as uitgevoerd. De analyses van lood en cadmium zijn uitgevoerd door TNO Triskelion, Utrechtseweg 48, 3704 HE te Zeist.

2 Kennisvraag

In het kader van de hierboven genoemde opdracht werden door Wageningen Marine Research de volgende werkzaamheden uitgevoerd:

- Ophalen van uitgangsmateriaal mosselen op de referentielocatie
- Uithangen en ophalen van de mosselen op diverse onderzoeklocaties
- Karakteriseren mosselen en verzamelen schelpdiervlees
- Het uitvoeren van chemische analyses
- Het rapporteren van de verkregen resultaten
- Het genereren van DONAR-files

3 Methoden

3.1 Bemonstering zoetwatermosselen

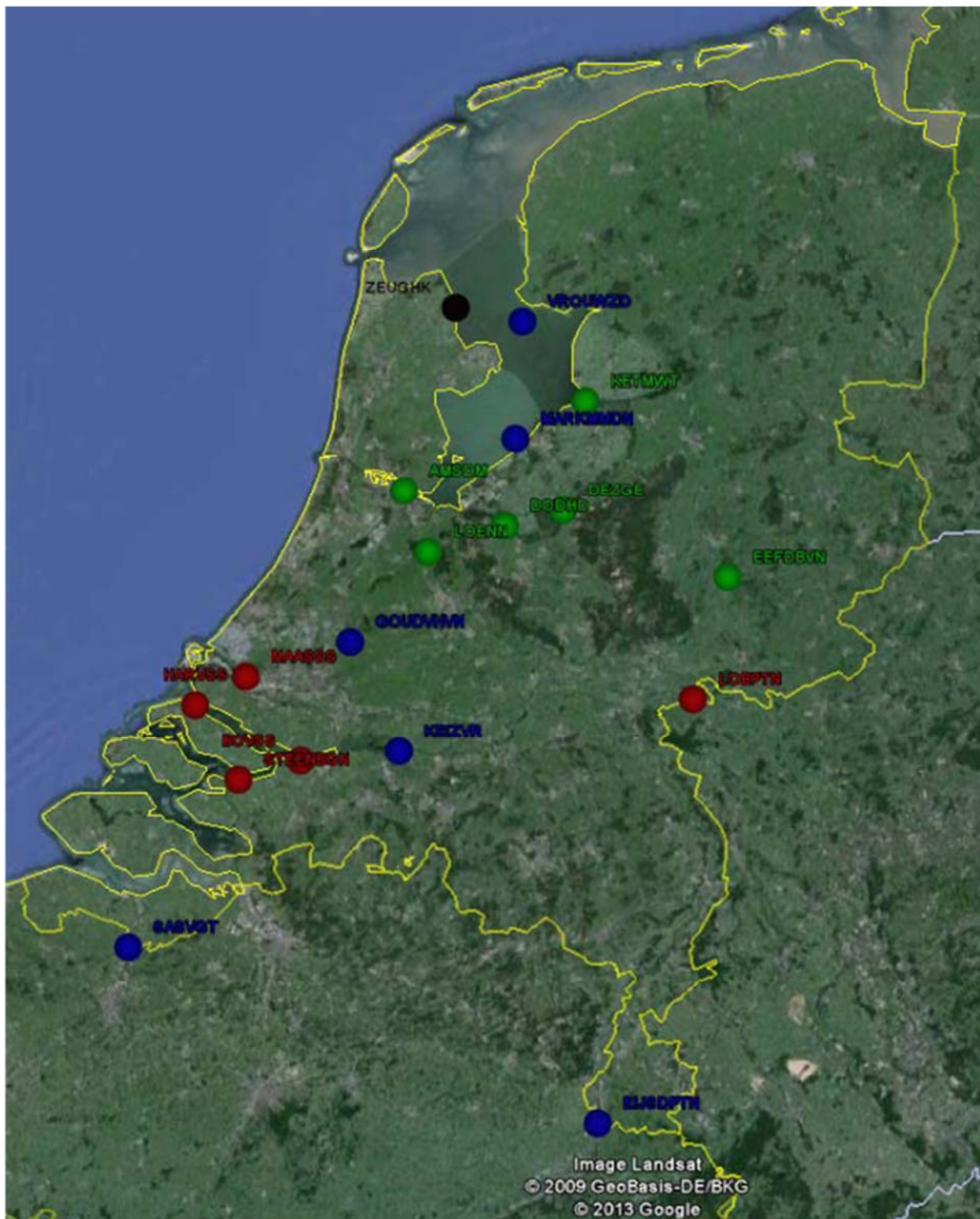
Guaggamosselen, verzameld bij IJsselmeer–Zeughoek, zijn gebruikt als uitgangsmateriaal. Op 29 september 2016 zijn door RWS met behulp van een kornet de mosselen opgevist. Doel was om voldoende mosselen te verzamelen voor het monitoren van alle onderzoeklocaties.

De verzamelde mosselen zijn dezelfde dag vervoerd naar Wageningen Marine Research in IJmuiden. De guaggamosselen zijn vervolgens gezeefd en gespoeld met water om stenen, zwanenmosselen, zand en ander ongewenst materiaal (bijvoorbeeld een enkele driehoeksmossel) te verwijderen. Vanaf de dag van verzamelen tot het tijdstip van uithangen op de diverse locaties zijn de mosselen bewaard in een aquarium van Wageningen Marine Research in stromend, kopervrij leidingwater (watertemperatuur circa 12 °C; zuurstofgehalte >9 g/m³).

De omschrijvingen van alle monsterlocaties in de Rijkswateren zijn vermeld in Tabel 1 en Figuur 1 geeft de ligging van de monsterlocaties aan van het monitoringonderzoek. De onderzoeklocaties worden niet elk jaar, maar in een cyclus van drie jaar bemonsterd. In Tabel 1 wordt het bemonsteringsschema 2012 t/m 2020 weergegeven. De locaties waar de mosselen zijn uitgehangen in het najaar van 2016 zijn **rood** gedrukt, de plaats van herkomst (referentiegebied IJsselmeer Zeughoek) is in **zwart** weergegeven.

Tabel 1 Locaties en omschrijving ten behoeve van een actief biologische monitoring met driehoeksmosselen in Nederlandse oppervlaktewateren tot en met het jaar 2020

Watersysteem	DONAR code	DONAR omschrijving	Jaar
IJsselmeer	ZEUGHK	Zeughoek	alle
Haringvliet	HARVSS	Haringvlietsluis	2013/2016/2019
Hollandsch Diep	BOVSS	Bovensluis	2013/2016/2019
Volkerak	STEENBGN	Steenbergen	2013/2016/2019
Bijlandsch Kanaal (Rijn)	LOBPTN	Lobith ponton	2013/2016/2019
Nieuwe Waterweg	MAASSS	Maassluis	2013/2016/2019
Hollandsche IJssel	GOUDVHVN	Gouda voorhaven	2014/2017/2020
Markermeer	MARKMMDN	Markermeer midden	2014/2017/2020
Kanaal Gent-Terneuzen	SASVGT	Sas van Gent	2014/2017/2020
Bergsche Maas	KEIZVR	Keizersveer	2014/2017/2020
Grensmaas	EIJSDPTN	Eijsden ponton	2014/2017/2020
IJsselmeer	VROUWZD	Vrouwezand	2014/2017/2020
Twenthekanaal	EEFDBVN	Eefde boven	2012/2015/2018
Amsterdam Rijnkanaal	LOENN	Loenen	2012/2015/2018
Noordzeekanaal	AMSDM	Amsterdam	2012/2015/2018
Ketelmeer	KETMWT	Ketelmeer west	2012/2015/2018
Randmeren oost	DEZGE	Randmeren-oost, Wolderwijd, De Zegge	2012/2015/2018
Randmeren zuid	DODHD	Randmeren-zuid, Eemmeer, De Dode Hond	2012/2015/2018



Figuur 1 Ligging locaties biologische monitoring zoete Rijkswateren. De locaties aangegeven met rode stip zijn in 2016 bemonsterd, de locatie aangegeven met zwarte stip is de referentielocatie. De groene en blauwe locaties worden bemonsterd in de andere jaren van de 3-jaars cyclus (Tabel 1).

3.2 Uitvoering ABM onderzoek

De quaggamosselen zijn op dezelfde manier op de onderzoeklocaties uitgehangen als in de voorgaande jaren. De mosselen zijn in twee in elkaar geschoven netjes (rekbaar kunststof garen) van 60 cm lengte, een diameter van omstreeks 10 à 15 cm en een maaswijdte van 9 mm uitgehangen. Elk netje bevatte circa 300 g mosselen. Onder- en bovenkant van de netjes zijn afgesloten door een knoop. In het midden van elk netje mosselen is vervolgens met behulp van stevig draad een

insnoering gemaakt, zodat een saucijsvormig pakketje mosselen is verkregen. De netjes zijn vastgemaakt aan een koord met een onderlinge afstand van 20–30 cm (3 tot 4 -netjes per koord). Onderaan het koord werd een gewicht gehangen opdat de mosselen verticaal zouden blijven hangen. Drie koorden zijn vervolgens opgehangen aan een meetpaal, meerpaal of ponton, afhankelijk van de situatie bij de te onderzoeken locatie (Figuur 2). De afstand van de waterbodem bedroeg afhankelijk van de locatie 0,5 tot 2 m. Bij locatie Maassluis echter worden de netjes zo hoog mogelijk in de waterkolom gehangen (rekening houdend met het getij), om de kans op blootstelling aan té zout water te minimaliseren.



Figuur 2 Voorbeelden van het uithangen van de mosselen. Bevestiging van de mosselen aan het koord (links) met schakels als gewichten, uithangen van een koord aan een meetpaal met een cementanker om het koord strak te houden (rechts).

Per locatie zijn ongeveer 15 netjes met quaggamosselen uitgehangen, wat neerkomt op 4,5 kg bruto mosselen. De netjes met quaggamosselen zijn in de periode van 6 oktober 2016 tot 17 oktober 2016 op de diverse locaties uitgehangen. Deze najaarsperiode is bewust gekozen, omdat de paaiperiode (productie en afzetten van ei- en zaadcellen: gametogenese) dan is afgelopen en de overlast (storm, ijsgang) van herfst en winter nog gering is. De netjes zijn in de periode van 17 november tot 24 november weer opgehaald. Op de locatie Hollands Diep werden geen netjes meer terug gevonden en bij de locatie Nieuwe Waterweg werd volledige sterfte van de mosselen geconstateerd. De accumulatie duur wisselde van 37 dagen voor de locatie Haringvliet tot 42 dagen voor Hollands Diep, Volkerak, Bijlandsch kanaal en Nieuwe Waterweg (Bijlage 1). Een aantal netjes met mosselen is niet uitgehangen, maar direct op 6 oktober in de vriezer opgeslagen om de uitgangssituatie (IJsselmeer-Zeughoek) vast te leggen.

Van elk opgehaald monster, waarbij geen volledige sterfte werd geconstateerd, is een submonster, overeenkomend met ongeveer 250 g bruto mosselen, genomen. Van dit submonster zijn de volgende parameters bepaald: aanwezige tarra (lege schelpen), het aantal levende en het aantal dode mosselen, het totale gewicht, het totale schelpgewicht en het totale vleesgewicht. Vervolgens zijn van elk monster nog meer mosselen gepeld tot er uiteindelijk voldoende vlees was verzameld voor de chemische analyses. Hiervoor zijn alleen de quaggamosselen >14 mm gebruikt. Ook dit jaar bestond het monster uit tamelijk kleine mosselen.

3.3 Analysemethoden

Voor de kwaliteitsborging van de bepalingen zie hoofdstuk 6, voor rapportagegrenzen en meetonzekerheden zie bijlage 9.3.

3.3.1 Algemeen

Per mosselmonster is een hoeveelheid mosselen gepeld tot een totaal van circa 200 - 250 g mosselweefsel (natgewicht) werd verkregen. Alleen het aanhangend mosselvocht is hierbij meegenomen. Het pellen is uitgevoerd in een speciale Contaminatie Arme Ruimte (CAR) met toevoer van gefilterde lucht. Dit om contaminatie van de monsters (in het bijzonder met metalen en PAK's) te voorkomen. Het ruwe mosselmateriaal is tot een homogenaat verwerkt met behulp van een Ultra Turrax met een plastic staaf voor eenmalig gebruik. Het homogenaat is vervolgens opgesplitst in deelmonsters. Een deelmonster voor analyse van de metalen is opgeslagen in een plastic pot, andere deelmonsters zijn opgeslagen in glazen potten voor analyse van organische microverontreinigingen. De potten zijn opgeslagen bij een temperatuur van -25°C tot verdere analyse. In Tabel 2 is een overzicht gegeven van de uitgevoerde analyses in het mosselweefsel.

Tabel 2 Lijst van uitgevoerde analyses in het mosselweefsel

Component	Rapport	Donar-code	CAS-nummer
Accumulatieduur (dagen na inhangdatum)	Accumulatieduur	ACCMLTDR	n.v.t.
Gemiddeld vleesgewicht bovenmaats	Gemiddeld vleesgewicht	GEM_WGT	n.v.t.
Gemiddelde lengte schelp bovenmaats	Gemiddelde lengte	GEM-LTE	n.v.t.
Percentage droge stof	Droge stof %	%DS	n.v.t.
Percentage gloeiverlies	AVDG	%GV	n.v.t.
Percentage gloeirest	As	%GR	n.v.t.
Vet: totaal B&D	Vet B&D	VET	n.v.t.
<u>Zware metalen</u>			
Kwik	Kwik	Hg	7439-97-6
Cadmium	Cadmium	Cd	7440-43-9
Lood	Lood	Pb	7439-92-1
<u>Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK)</u>			
Benzo(b)fluoranteen	Benzo(b)fluoranteen	BbF	205-99-2
Benzo(k)fluoranteen	Benzo(k)fluoranteen	BkF	207-08-9
Fluoranteen	Fluoranteen	Flu	206-44-0
Benzo(a)pyreen	Benzo(a)pyreen	BaP	50-32-8
Benzo(g,h,i)peryleen	Benzo(g,h,i)peryleen	BghiPe	191-24-2
Indeno(1,2,3-c,d)pyreen	Indeno(1,2,3-c,d)pyreen	InP	193-39-5
Fenanthreen	Fenanthreen	Fen	85-01-8
Anthraceen	Anthraceen	Ant	120-12-7
Benzo(a)anthraceen	Benzo(a)anthraceen	BaA	56-55-3
Chryseen	Chryseen	Chr	218-01-9
Pyreen	Pyreen	Pyr	129-00-0
Dibenzo(a,h)anthraceen	Dibenzo(a,h)anthraceen	DBahAnt	53-70-3
Acenafteen	Acenafteen	AcNe	83-32-9
Fluoreen	Fluoreen	Fle	86-73-7
<u>Organobestrijdingsmiddelen</u>			
Hexachloorbenzeen	HCB	HCB	118-74-1
Hexachloorbutadieen	HCBD	HxC1btDen	87-68-3
<u>Indicator PCB's</u>			
2,2,4'-trichloorbifenyyl	PCB28	PCB28	7012-37-5
2,2',5,5'-tetrachloorbifenyyl	PCB52	PCB52	35693-99-3
2,2',4,5,5'-pentachloorbifenyyl	PCB101	PCB101	37680-73-2

Component	Rapport	Donar-code	CAS-nummer
2,2',3,4,4',5'-hexachloorbifenyl	PCB138	PCB138	35065-28-2
2,2',4,4',5,5'-hexachloorbifenyl	PCB153	PCB153	35065-27-1
2,2',3,4,4',5,5'-heptachloorbifenyl	PCB180	PCB180	35065-29-3
<u>Mono-ortho PCB's</u>			
2,2',3,4,5,5'-hexachloorbifenyl	PCB105	PCB105	32598-14-4
2,3',4,4',5-pentachloorbifenyl	PCB118	PCB118	31508-00-6
2,3,3',4,4',5-hexachloorbifenyl	PCB156	PCB156	38380-08-4
Som PCB 156 en PCB 172	PCB156+172	s_PCB156172	n.v.t.
<u>Non-ortho PCB's</u>			
3,3',4,4'-tetrachloorbifenyl	PCB77	PCB77	32598-13-3
3,3',4,4',5-pentachloorbifenyl	PCB126	PCB126	57465-28-8
3,3',4,4',5,5'-hexachloorbifenyl	PCB169	PCB169	32774-16-6
<u>Polybroomdifenylethers (brandvertragers)</u>			
2,2',4,4'-tribroomdifenylether	BDE47	PBDE47	5436-43-1
2,2',4,4'-tetrabroomdifenylether	BDE99	PBDE99	60348-60-9
2,2',4,5'-tetrabroomdifenylether	BDE100	PBDE100	189084-64-8

3.3.2 Droge stof, as en asvrijdrooggewicht

Voor de bepaling van het droge stofgehalte werd het gewogen monster gemengd met een oppervlakte vergrotende stof, vervolgens gedurende 3 uur gedroogd in een stoof ($105 \pm 5^\circ\text{C}$) en na afkoelen in een exsiccator teruggewogen.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.011 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan vocht; gravimetrie*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 2).

Voor de asbepaling werd het monster langzaam verwarmd en gedroogd in een kroes op een kookplaat. Daarna werd het monster gedurende 22 uur verast in een moffeloven bij een temperatuur van $550 \pm 15^\circ\text{C}$ en na afkoelen in een exsiccator teruggewogen.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.018 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan as; gravimetrie*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 4).

Het percentage asvrijdrooggewicht werd berekend uit het gehalte droge stof en as.

3.3.3 Vet

De totaal vet bepaling geschiedde volgens een aangepaste versie van de Bligh en Dyer methode, gebaseerd op een koude chloroform-methanol extractie.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.002 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan vet volgens Bligh en Dyer; gravimetrie*" en is geaccrediteerd door de Raad van Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 1).

3.3.4 Zware metalen

3.3.4.1 Kwik

Voor de bepaling van kwik in biota werd het monster gedroogd en verast in een oven om het kwik vrij te maken uit het monster. De vrijgekomen verbindingen werden door middel van zuurstof naar een catalyst tube geleid, waar oxidatie plaatsvindt en halogenen en stikstof- en zwaveloxiden worden verwijderd. De overige ontledingsproducten werden door middel van zuurstof naar een amalgamator geleid, waar de kwikverbindingen werden omgezet in metallisch kwik. Het gehalte aan kwik werd vervolgens door middel van vlamloze atoomabsorptie spectrometrie bepaald. De monsters werden gemeten tegen een kalibratiecurve, die gemaakt was door het meten van verschillende hoeveelheden van een gecertificeerd referentiemateriaal.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.025 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan kwik m.b.v. SMS100 mercury analyser; vlamloze AAS*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 6).

3.3.4.2 Cadmium en lood (uitbested)

De analyse van de metalen cadmium en lood werd uitbesteed aan TNO Triskelion, Utrechtseweg 48, 3704 HE te Zeist.

Een deel van het monster werd in duplo ontsloten met salpeterzuur en waterstofperoxide, volgens TNO Triskelion voorschrift TRIS/LSP/108. In de verkregen oplossing werd het gehalte aan cadmium en lood bepaald met behulp van ICP-MS, volgens voorschrift LSP/055. De kwantificering vond plaats aan de hand van externe kalibratiestandaarden en om te corrigeren voor fluctuaties in de apparatuur werd gebruik gemaakt van een interne standaard (rhodium).

TNO Triskelion is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie voor genoemde metalen (testlaboratoriumnummer L546, verrichting nummer 34).

3.3.5 Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK)

De PAK's werden vrijgemaakt uit het monster door dit te schudden met warme ethanolische kaliumhydroxide. Na extraheren met hexaan werd het verkregen extract gezuiverd over een silicagel-aluminiumoxide-kolom. Van het gezuiverde extract werd hexaan afgedampt onder toevoeging van acetonitril. De PAK's, in acetonitril, werden in een hogedrukvlloeistofchromatograaf gescheiden en gedetecteerd door een fluorescentiemeter.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.005 "*Schaal- en Schelpdieren. Bepalen van het gehalte aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK) na extractie: HPLC met fluorescentiedetectie*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 15).

3.3.6 PCB's; indicator PCB's (ortho's) en mono-ortho PCB's, en OCP's

De monsters werden opgewerkt door middel van een Soxhlet-extractie die simultaan is voor de verschillende halogeenvverbindingen. De halogeenvverbindingen werden uit de vetfractie geïsoleerd door een tweevoudige kolomchromatografische scheiding, waarna analyse plaatsvindt met behulp van gaschromatografie. De monsters werden gemeten tegen een kalibratiecurve en gedetecteerd met GC-ECD.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.001 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan polychloorbifenylen (PCB) na extractie; (GC-ECD)*" en "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan organochloorbestrijdingsmiddelen (OCP) na extractie; GC-ECD*" en geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 10 voor de PCB en 12 voor de OCP). Wageningen Marine Research is geregistreerd als referentielaboratorium bij de Europese Commissie-Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM) voor de bepaling van PCB's.

3.3.7 Non-ortho PCB's

Voor bepaling van de non-ortho PCB's (77, 126, 169), werden de monsters op dezelfde wijze als de PCB's en OCP's geëxtraheerd. Een deel van het vet werd hierna gedestruëerd met zwavelzuur. De isolatie geschiedde identiek aan de overige PCB's, waarna nog een verdere fractionering over een HPLC/PGC (porous graphitic carbon) kolom plaatsvond. De analyse werd uitgevoerd met behulp van GC/MS-NCI (negatieve chemische ionisatie) met als interne standaard PCB101.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.004 "*Dierlijk weefsel. Bepalen van het gehalte aan non-ortho polychloor-bifenylen (NO-PCB) na extractie; GC-NCI-MS*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 14).

3.3.8 PBDE's

Het analysemonster wordt gehomogeniseerd en het vocht wordt met natriumsulfaat verwijderd. De gebromeerde vlamvertragers worden met behulp van een Soxhlet extractie met pentaan/dichloormethaan opgelost. Het extract wordt met zwavelzuur behandeld om eventuele

verontreinigingen en vet te verwijderen. Zeer vuile monsters kunnen verder worden gezuiverd met behulp van gel permeatie chromatografie (GPC). Hierna wordt het extract verder gezuiverd met behulp van silicagelkolommen. De uiteindelijke bepaling wordt uitgevoerd met capillaire gaschromatografie en massa selectieve detectie.

De methode is vastgelegd in WMR ISW 2.10.3.017 "*Dierlijk weefsel. Bepaling van het gehalte aan gebromeerde vlamvertragers na extractie*" en is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 8).

3.4 Dataopslag en –registratie

De gegenereerde data worden opgeslagen in LIMS. Een DONAR-script is beschikbaar dat ervoor zorgt dat de gegevens uit LIMS op de juiste manier in een DONAR-file terecht komen. De analyseresultaten uit het meetrapport die in LIMS worden geïmporteerd, worden gecontroleerd door een andere analist die bevoegd is voor de uitvoering van betreffende bepaling dan de uitvoerend analist. De Exceltabellen die uit LIMS worden gegenereerd en in het rapport worden opgenomen, worden door de uitvoerende analisten gecontroleerd op eventuele fouten en geparafeerd voor vrijgave. Van elk analyseresultaat wordt beoordeeld of het voldoet aan de kwaliteitscriteria die worden genoemd in het betreffende ISW, indien dit niet het geval is wordt de reden daarvan in het rapport vermeld.

4 Resultaten

De resultaten vermeld in dit rapport zijn alleen van toepassing op de geanalyseerde monsters. De chemische analyses hebben plaatsgevonden in de periode van november 2016 t/m maart 2017 in het laboratorium van Wageningen Marine Research locatie IJmuiden, in januari 2017 in het laboratorium van TNO-Triskelion.

De verzamelde gegevens en analyse-uitkomsten zijn in tabelvorm weergegeven in de bijlagen van dit rapport en zullen volgens opdracht tevens als Excel spreadsheet elektronisch worden verzonden. De chemische analyse-uitkomsten en bijbehorende biologische gegevens van de mosselen worden ook als DIF file voor opslag in DONAR geleverd.

De tabellen worden gepresenteerd op aparte, volgens onderwerp gescheiden, bijlagen.

Bijlage	Titel
1	Coördinaten, accumulatieuur en uithang- en ophaaldatum quaggamosselen
2	Biologische parameters mosselen
3	Gehalten biochemische parameters in mosselen
4	Gehalten PCB's en vlakke PCB's in mosselen
5	Gehalten metalen mosselen
6	Gehalten PAK's in mosselen
7	Gehalten OCP's en PBDE's in mosselen
8	Gehalten Organotin in mosselen
9.1	Validatiegegevens analysemethoden, resultaten referentiematerialen
9.2	Validatiegegevens analysemethoden, resultaten ringonderzoek Quasimeme in biota
9.3	Validatiegegevens analysemethoden, rapportagegrenzen en meetonzekerheid

T.a.v. de resultaten van Wageningen Marine Research kan opgemerkt worden dat ze voldoen aan de kwaliteitseisen, zoals genoemd in hoofdstuk 6 Kwaliteitsborging.

Er zijn geen afwijkingen van de kwaliteitscriteria geconstateerd, zoals gesteld in de geaccrediteerde werkvoorschriften, behalve voor de geaccrediteerde componenten, dibenzo(ah)antracene en indeno(1,2,3-cd)pyreen. Deze geaccrediteerde componenten mogen daarom niet met het kwaliteitskenmerk Q worden gerapporteerd en zijn als indicatieve waarden (kwaliteitswaardecode 4) opgegeven om de volgende reden;

Voor de componenten dibenzo(ah)antracene en indeno(1,2,3-cd)pyreen worden regelmatig z-scores $> |3|$ behaald in ringonderzoeken, zodat de resultaten niet als volledig betrouwbaar gerapporteerd kunnen worden (onbeheerste kwaliteit).

De resultaten van de Interne Referentie Materialen (IRM's), gemeten door Wageningen Marine Research, zijn gecontroleerd met betrekking tot overschrijdingen van de 2s- en 3s-grenzen van de door Wageningen Marine Research intern gehanteerde kwaliteitscontrolekaarten voor de betreffende elementen. Indien de 3s-grens wordt overschreden wordt daarop, vastgelegd in ons kwaliteitssysteem, adequaat actie ondernomen. In 2016 zijn geen afwijkingen in de metingen in de IRM's geconstateerd.

In bijlage 9.2 zijn de resultaten van deelname aan Quasimeme ringonderzoeken weergegeven. Indien een z-score de kwalificatie 'unsatisfactory' heeft gekregen wordt daarop, vastgelegd in ons kwaliteitssysteem, adequaat actie ondernomen. Hierop vindt jaarlijks controle plaats door de Raad voor Accreditatie.

De betekenissen van de kwalificaties, zoals door Quasimeme toegekend, zijn als volgt:

Satisfactory: $|Z| < 2$, resultaat voldoet

Unsatisfactory: $|Z| > 3$, resultaat voldoet niet (adequate actie vereist)

Questionable: $|Z| < 3$, resultaat is twijfelachtig (geen actie vereist)

Consistent:	er is een waarde (x) < rapportagegrens door het deelnemend lab gerapporteerd, deze waarde was in overeenstemming met de assigned value (consensus waarde), bv. < 0.03 gerapporteerd, terwijl assigned value 0.02 is
Inconsistent:	er is een waarde (x) < rapportagegrens door het deelnemend lab gerapporteerd, deze waarde was niet in overeenstemming met de assigned value (consensus waarde), bv. < 0.03 gerapporteerd, terwijl assigned value 0.06 is
Blanc:	geen z-score bepaald door Quasimeme (mogelijke oorzaken: te weinig laboratoria hebben resultaten gerapporteerd of de spreiding van de resultaten tussen de laboratoria onderling was te groot)

In 2016 is aan twee ringonderzoekrondes van Quasimeme deelgenomen (de laboratoriumcode van Wageningen Marine Research is Q127).

Bijlage 9.2 toont dat 3 keer de kwalificatie unsatisfactory is toegekend in het jaar 2016, betreffende de componenten , benzo(a)pyreen, dibenz(ah)antracene en indeno(123)peryleen.

De ringonderzoeken zijn binnen ons kwaliteitssysteem geëvalueerd en waar nodig zijn passende maatregelen genomen. Van genoemde componenten zijn alleen diegene die daar aanleiding toe gaven gerapporteerd met kwaliteitswaardecode 4.

T.a.v. de toetsingscriteria op de resultaten van TNO Triskelion kan het volgende gezegd worden:

Wageningen Marine Research hanteert een maximum toelaatbare rsd van 15 % voor metalen tussen de duplowaarden van een monster, geanalyseerd door TNO Triskelion. De resultaten van het oude IRM van WMR, gemeten door TNO Triskelion, voldoen niet aan de gestelde eisen. De duplo verschillen zijn te hoog voor lood. Ook bij heranalyse van het IRM werden te hoge duplowaarden vastgesteld. Dit criterium voor duploverschillen werd dit jaar voor geen enkel mosselmonster overschreden.

Ook voldoen de analyses aan de gestelde eisen van het Triskelion kwaliteitssysteem, TNO Triskelion heeft alle resultaten van de metaanalyses onder Q (ISO 17025 accreditatie) gerapporteerd.

TNO Triskelion neemt niet deel aan de ringonderzoeken van Quasimeme, de kwaliteit van hun analyses wordt echter wel geborgd door deelname aan andere ringonderzoeken, nl. die van FAPAS en IRMM.

In bijlage 9.2 zijn de rapportagegrenzen en meetonzekerheden weergegeven.

De rapportagegrenzen voor de anorganische componenten en voor de metalen zijn vaste rapportagegrenzen die zijn vastgesteld uit de historie van de blancobepalingen.

De rapportagegrenzen voor de organische componenten worden vastgesteld aan de hand van de laagst gemeten standaard.

De rapportagegrens is afhankelijk van de hoeveelheid ingewogen monster en is dus eigenlijk voor ieder monster verschillend, de gemiddelde rapportagegrenzen, gebaseerd op de gebruikte inwegen, zijn in bijlage 9.3 weergegeven.

De RMS (root mean square) wordt berekend volgens NEN 7779 als basis voor de gecombineerde meetonzekerheid (standard uncertainty) uit de resultaten van verschillende ringonderzoeken (verschillende matrices) van meerdere rondes (n>8). De relatieve uitgebreide meetonzekerheid (expanded uncertainty) is gedefinieerd als twee maal de relatieve standard uncertainty. De relative standard uncertainty is weergegeven in bijlage 8.3. Hierin zijn de reproduceerbaarheid, de tussenmonster-spreiding en de methode juistheid verwerkt. Eventuele inhomogeniteit van het monster is hier niet in verwerkt, maar is bij ringonderzoekmonsters niet van toepassing.

Voor componenten waarvoor geen deelname plaatsvindt aan ringonderzoeken is, indien mogelijk, de meetonzekerheid vastgesteld op basis van juistheidsbepaling. Voor componenten waarvoor zowel geen ringonderzoeken als geen referentiematerialen voorhanden zijn, kan de meetonzekerheid niet worden vastgesteld. Voor componenten waarvoor het aantal deelgenomen rondes aan ringonderzoeken minder bedraagt dan 8, kan nog geen meetonzekerheid worden vastgesteld volgens NEN 7779.

De componenten die met Q aangegeven zijn voldoen aan de kwaliteitskenmerken volgens ISO 17025.

5 Aanbevelingen

Aanbevolen wordt om te onderzoeken of de mosselen voor de locatie Maassluis meer stroomopwaarts uitgehangen kunnen worden binnen het MWTL meetprogramma. Dit om de kans op té zout water te verminderen. Daarnaast zou ook het uithangen aan een boei, wat een zekere minimale diepte onder het wateroppervlak garandeert, de kans op schade door te zout water kunnen verminderen.

6 Kwaliteitsborging

Wageningen Marine Research beschikt over een ISO 9001:2008 gecertificeerd kwaliteitsmanagementsysteem (certificaatnummer: 187378-2015-AQ-NLD-RvA). Dit certificaat is geldig tot 15 september 2018. De organisatie is gecertificeerd sinds 27 februari 2001. De certificering is uitgevoerd door DNV Certification B.V.

Het chemisch laboratorium te IJmuiden beschikt over een NEN-EN-ISO/IEC 17025:2005 accreditatie voor testlaboratoria met nummer L097. Deze accreditatie is geldig tot 1 april 2021 en is voor het eerst verleend op 27 maart 1997; deze accreditatie is verleend door de Raad voor Accreditatie. Het chemisch laboratorium heeft hierdoor aangetoond in staat te zijn op technisch bekwaame wijze valide resultaten te leveren en te werken volgens de ISO17025 norm. De scope (L097) met de geaccrediteerde analysemethoden is te vinden op de website van de Raad voor Accreditatie (www.rva.nl).

Op grond van deze accreditatie is het kwaliteitskenmerk Q toegekend aan de resultaten van die componenten die op de scope staan vermeld, mits aan alle kwaliteitseisen is voldaan. Het kwaliteitskenmerk Q staat vermeld in de tabellen met de onderzoeksresultaten. Indien het kwaliteitskenmerk Q niet staat vermeld is de reden hiervan vermeld.

De kwaliteit van de analysemethoden wordt op verschillende manieren gewaarborgd. De juistheid van de analysemethoden wordt regelmatig getoetst door deelname aan ringonderzoeken waaronder die georganiseerd door QUASIMEME. Indien geen ringonderzoek voorhanden is, wordt een tweede lijnscontrole uitgevoerd. Tevens wordt bij iedere meetserie een eerstelijnscontrole uitgevoerd. Naast de lijnscontroles wordende volgende algemene kwaliteitscontroles uitgevoerd:

- Blanco onderzoek.
- Terugvinding (recovery).
- Interne standaard voor borging opwerkmethode.
- Injectie standard.
- Gevoeligheid.

Bovenstaande controles staan beschreven in Wageningen Marine Research werkvoorschrift *ISW 2.10.2.105*.

Indien gewenst kunnen gegevens met betrekking tot de prestatiekenmerken van de analysemethoden bij het chemisch laboratorium worden opgevraagd.

Indien sprake is van onbeheerste kwaliteit worden passende maatregelen genomen.

TNO Triskelion te Zeist

Het TNO laboratorium beschikt over een geldig ISO/IEC 17025 certificaat voor testlaboratoria met nummer L546 en is geaccrediteerd voor de bepaling van de te analyseren metalen arseen, cadmium, chroom, koper, lood en zink in vismatrix. De scoop is te vinden op de website van de Raad voor Accreditatie www.rva.nl en is geldig tot 1 november 2020.

Om de kwaliteit van de analyses te waarborgen en eventuele trendbreuk met metingen van voorgaande jaren inzichtelijk te maken is door Wageningen Marine Research een intern referentiemateriaal (IRM) meegestuurd.

Literatuur

RWS (2009). 'Tweekleppigen in IJsselmeer en Markermeer, 2006 – 2008'. RWS rapport, pp. 119.

EU (2013): Directive 2013/39/EU of the European Parliament and of the Council of 12 August 2013 amending Directive 2000/60/EC and Directive 2008/105/EC as regards priority substances in the field of water policy.

EU (2014): Common implementation strategy for the water framework directive (2000/60/ec). Guidance document no. 32 on biota monitoring (the implementation of EQSbiota) under the water framework directive. Technical Report - 2014 - 083

Verantwoording

Rapport C030/17

Projectnummer: 4316100052

Dit rapport is met grote zorgvuldigheid tot stand gekomen. De wetenschappelijke kwaliteit is intern getoetst door een collega-onderzoeker en het verantwoordelijk lid van het managementteam van Wageningen Marine Research

Akkoord: M Kotterman
Onderzoeker

Handtekening:



Datum: 21 juli 2017

Akkoord: Dr. ir. T.P. Bult
Director

Handtekening:



Datum: 24 juli 2017

Bijlage 1 t/m 9.3

Bijlage 1. Coördinaten, accumulatieuur en uithang- en ophaaldatum quaggamosselen onderzoek najaar 2016

	2016/3109 IJsselmeer Zeughoek	2016/3111 Haringvlietsluis	2016/3113 Bovensluis	2016/3115 Steenbergen	2016/3117 Lobith ponton	2016/3119 Maassluis
Accumulatieuur	0	37	nb	42	42	nb
RDxy Rijksdriehoekmeting (X), format DIA	13660000	6340000	7565000	9320000	20350000	7770000
RDxy Rijksdriehoekmeting (Y), format DIA	54000000	42760000	40644000	41190000	42975000	43572000

Bijlage 2. Biologische parameters quaggamosselen onderzoek najaar 2016

	2016/3108 IJsselmeer Zeughoek	2016/3110 Haringvliet	2016/3112 Hollands Diep	2016/3114 Volkerak	2016/3116 Rijn Lobith	2016/3118 Rijn Maassluis
Gem. Vleesgewicht (gram)	0.06	0.07	nb	0.07	0.04	nb
Gem lengte schelp (mm)	13.8	14.6	nb	15.7	14.0	nb

Bijlage 3. Gehalten biochemische parameters quaggamosselen onderzoek najaar 2016

			2016/3108	2016/3110	2016/3112	2016/3114	2016/3116	2016/3118
			IJsselmeer Zeughoek	Haringvliet	Hollands Diep	Volkerak	Rijn Lobith	Rijn Maassluis
Droge stof	%	Q	6.6	7.2	nb	7.1	9.1	nb
Asvrijdrooggewicht	%		6.1	6.4	nb	6.4	8.1	nb
As	%	Q	0.5	0.8	nb	0.7	1.0	nb
Vet(BD)	g/kg	Q	6.0	6.0	nb	7.0	10.0	nb

Q = ISO17025

nb = niet bepaald

Bijlage 4. PCB gehalten in monsters quaggamosselen in 2016 op produktbasis ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

		2016/3108	2016/3110	2016/3112	2016/3114	2016/3116	2016/3118
		IJsselmeer Zeughoek	Haringvliet	Hollands Diep	Volkerak	Rijn Lobith	Rijn Maassluis
CB-28	Q	0.04	0.1	nb	0.07	0.2	nb
CB-52	Q	<0.03	0.3	nb	0.1	0.7	nb
CB-101	Q	0.09	1.0	nb	0.4	1.6	nb
CB-105	Q	<0.03	0.1	nb	0.08	0.3	nb
CB-118	Q	<0.08	0.6	nb	0.3	0.9	nb
CB-138	Q	0.2	1.8	nb	0.7	2.2	nb
CB-153	Q	0.3	3.7	nb	1.5	3.8	nb
CB-180	Q	0.1	1.7	nb	0.6	1.5	nb
CB-156+172		<0.04	0.3	nb	0.1	0.3	nb

Bijlage 4B. Vlakke PCB gehalten in monsters quaggamosselen in 2016 op produktbasis (ng/kg)

		2016/3108	2016/3110	2016/3112	2016/3114	2016/3116	2016/3118
		IJsselmeer Zeughoek	Haringvliet	Hollands Diep	Volkerak	Rijn Lobith	Rijn Maassluis
CB-126	Q	<0.3	1.5	nb	1.0	4.4	nb
CB-169	Q	1.0	1.1	nb	<0.6	1.7	nb
CB-77	Q	8.2	12	nb	11	36	nb

Q = ISO17025

nb = niet bepaald

Bijlage 5. Gehalten metalen in quaggamosselen mg/kg (onderzoek najaar 2016).

		2016/3108 IJsselmeer Zeughoek	2016/3110 Haringvliet	2016/3112 Hollands Diep	2016/3114 Volkerak	2016/3116 Rijn Lobith	2016/3118 Rijn Maassluis
Kwik	Q	0.0037	0.0050	nb	0.0054	0.0093	nb
Lood	Q	0.048	0.17	nb	0.15	0.51	nb
Cadmium	Q	0.048	0.067	nb	0.056	0.16	nb

Q = ISO17025

nb = niet bepaald

Bijlage 6. Gehalten PAK's in quaggamosselen in µg/kg (onderzoek najaar 2016).

		2016/3108 IJsselmeer Zeughoek	2016/3110 Haringvliet	2016/3112 Hollands Diep	2016/3114 Volkerak	2016/3116 Rijn Lobith	2016/3118 Rijn Maassluis
Acenafteen	Q	<0.1	<0.1	nb	0.7	0.7	nb
Fluoreen	Q	<0.5	0.6	nb	1.5	1.3	nb
Fenantreen	Q	<8.3	<8.2	nb	<11	8.7	nb
Anthraceen	Q	<0.3	0.4	nb	0.5	1.4	nb
Fluoranteen	Q	<5.4	10	nb	20	25	nb
Pyreen	Q	<2.6	8.0	nb	16	26	nb
Benzo(a)anthraceen	Q	<0.4	4.5	nb	4.6	20	nb
Chryseen	Q	<0.4	5.9	nb	4.5	16	nb
Benzo(b)fluoranteen	Q	0.4	6.9	nb	3.4	15	nb
Benzo(k)fluoranteen	Q	0.2	4.0	nb	2.0	6.2	nb
Benzo(a)pyreen	Q	<0.1	<0.1	nb	1.9	<0.1	nb
Dibenz(a,h)anthraceen		<0.1	0.2	nb	<0.1	<0.1	nb
Benzo(g,h,i)peryleen	Q	0.2	2.5	nb	1.4	13	nb
Indeno(1,2,3-cd)pyreen		0.2	3.0	nb	1.8	13	nb

Q = ISO17025

Indicatief kwaliteitscode 4

nb = niet bepaald

Bijlage 7. Gehalten OCP's en BDE's in quaggamosselen in µg/kg (onderzoek najaar 2016).

		2016/3108 IJsselmeer Zeughoek	2016/3110 Haringvliet	2016/3112 Hollands Diep	2016/3114 Volkerak	2016/3116 Rijn Lobith	2016/3118 Rijn Maassluis
HCB	Q	0.06	0.07	nb	0.07	0.5	nb
HCBD	Q	<0.01	<0.01	nb	<0.01	nb	nb
BDE99	Q	<0.05	<0.07	nb	<0.07	<0.04	nb
BDE100	Q	<0.01	<0.01	nb	<0.01	<0.06	nb
BDE47	Q	<0.05	<0.07	nb	<0.07	<0.04	nb

Q = ISO17025

nb = niet bepaald

Bijlage 8. Gehalten organotin in quaggamosselen in µg/kg (onderzoek najaar 2016)

		2016/3108 IJsselmeer Zeughoek	2016/3110 Haringvliet	2016/3118 Rijn Maassluis
Dibutyltin kation	Q	<1.0	<1.6	nb
Diphenyltin kation		<1.0	<1.7	nb
Monobutyltin kation		<0.8	<1.3	nb
Monophenyltin kation		<0.8	<1.4	nb
Tributyltin kation	Q	<1.1	5.0	nb
Triphenyltin kation		<1.1	<1.8	nb

Q = ISO17025

nb = niet bepaald

Bijlage 9.1. Validatiegegevens analysemethoden

Resultaten referentiematerialen

Component	Referentiemateriaal	IMARES-waarde in 2016	n in 2016	IMARES-waarde QC-kaart	n totaal	ng/dg	gecertificeerde waarde	eenheid	kwalificatie
PBDE47	IRM 2014/004 aal	22.0 ± 2.1	3	21.9 ± 1.8	13	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
PBDE99	IRM 2014/004 aal	1.10 ± 0.026	3	1.10 ± 0.07	14	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
PBDE100	IRM 2014/004 aal	8.0 ± 0.35	3	8.6 ± 0.86	14	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
DBT kation	CRM Mossel CE-477	1381 ± 67.7	2	1406 ± 155	36	ng	1540 ± 120	µg/kg	goed
MBT kation	CRM Mossel CE-477	1553 ± 141	2	1540 ± 192	36	ng	1500 ± 280	µg/kg	goed
TBT kation	CRM Mossel CE-477	2297 ± 146	2	2195 ± 202	36	ng	2200 ± 190	µg/kg	goed
PCB77	IRM36715	23.7	1	21.5 ± 5.8	31	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
PCB126	IRM36715	122.1	1	107 ± 16.9	34	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
PCB169	IRM36715	18.8	1	19.0 ± 2.18	35	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Kwik	IRM Schol 2004/2069	0.0575 ± 0.0029	6	0.0585 ± 0.0030	40	ng	n.v.t.	mg/kg	goed
Kwik	Oyster Tissue NIST1566b	0.0386 ± 0.0011	6	0.0377 ± 0.0017	57	dg	0.0371 ± 0.0013	mg/kg	goed
Dry-weight	IRM 2005/0775 Haring/makreel	70.08 ± 0.18	9	70.00 ± 0.252	245	ng	n.v.t.	%	goed
Ash-Weight	IRM 2002/0757 Mosselen	1.57 ± 0.02	3	1.58 ± 0.04	83	ng	n.v.t.	%	goed
Total-Lipid	IRM 2005/0775 Haring/makreel	11.49 ± 0.12	16	11.54 ± 0.14	183	ng	n.v.t.	%	goed
CB28	IRM 2014/004 aal	6.16 ± 0.57	10	6.01 ± 0.63	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB52	IRM 2014/004 aal	47.0 ± 1.9	10	47.0 ± 1.9	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB101	IRM 2014/004 aal	74.4 ± 3.2	10	75.2 ± 3.4	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB118	IRM 2014/004 aal	76.1 ± 1.8	9	76.7 ± 2.1	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB153	IRM 2014/004 aal	313 ± 22	10	317 ± 21	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB105	IRM 2014/004 aal	13.9 ± 0.6	10	14.0 ± 0.7	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB138	IRM 2014/004 aal	150.7 ± 8.6	10	152.1 ± 8.5	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB156	IRM 2014/004 aal	10.1 ± 1.1	11	10.2 ± 1.0	13	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
CB180	IRM 2014/004 aal	88.8 ± 6.2	10	88.5 ± 5.7	12	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
HCBD	IRM 2014/004 aal	6.52 ± 0.57	11	6.61 ± 0.56	13	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
HCB	IRM 2014/004 aal	15.6 ± 1.7	12	15.5 ± 1.5	15	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Pyreen	IRM 682	28	1	26.4 ± 2.74	16	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Fluoranteen	IRM 682	35	1	36.3 ± 2.59	15	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Benzo(b)fluoranteen	IRM 682	12	1	13.5 ± 2.06	16	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Benzo(ghi)peryleen	IRM 682	7.5	1	6.1 ± 0.99	16	ng	n.v.t.	µg/kg	goed
Indeno(1,2,3-cd)pyreen	IRM 682	7.3	1	6.9 ± 0.85	15	ng	n.v.t.	µg/kg	goed

Bijlage 9.2. Validatiegegevens analysemethoden

Resultaten Ringonderzoek Quasimeme in biota

labcode: Q127 IMARES

Group	Round	Period	Matrix	Determinand	Unit	Z-score	Qualification	Comment	accreditatie
BT1	2016.01	april 2016	QTM109BT	Dry-weight	%	-0.3	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.01	april 2016	QTM110BT	Dry-weight	%	0.0	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.02	nov 2016	QTM112BT	Dry-weight	%	0.0	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.02	nov 2016	QTM113BT	Dry-weight	%	-0.2	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.01	april 2016	QTM110BT	Ash-Weight	%	-0.3	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.01	april 2016	QTM110BT	Total-Lipid	%	-0.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.02	nov 2016	QTM112BT	Total-Lipid	%	0.0	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC046BT	BDE100	µg/kg	0.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC047BT	BDE100	µg/kg	-1.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC046BT	BDE47	µg/kg	-0.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC047BT	BDE47	µg/kg	-1.0	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC046BT	BDE99	µg/kg	1.6	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT9	2016.01	april 2016	QBC047BT	BDE99	µg/kg	-0.7	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT8	2016.02	nov 2016	QSP058BT	DBT	µg Sn/kg	0.4	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT8	2016.02	nov 2016	QSP059BT	DBT	µg Sn/kg	1.0	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT8	2016.02	nov 2016	QSP058BT	MBT	µg Sn/kg	-1.1	Satisfactory	Quasimeme	nee
BT8	2016.02	nov 2016	QSP059BT	MBT	µg Sn/kg	-0.6	Satisfactory	Quasimeme	nee
BT1	2016.02	nov 2016	QTM112BT	Kwik	µg/kg	1.9	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT1	2016.02	nov 2016	QTM113BT	Kwik	µg/kg	1.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB28	µg/kg	0.25	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB52	µg/kg	0.23	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB52	µg/kg	0.81	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB101	µg/kg	-0.3	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB101	µg/kg	-0.11	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB118	µg/kg	-0.58	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB118	µg/kg	-0.27	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB153	µg/kg	-0.17	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB153	µg/kg	0.01	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB105	µg/kg	-0.29	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB105	µg/kg	0.15	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB138	µg/kg	-0.96	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB138	µg/kg	-0.73	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB156	µg/kg	-1.13	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB156	µg/kg	-1.76	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	CB180	µg/kg	-0.85	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	CB180	µg/kg	-0.6	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR125BT	HCB	µg/kg	0.48	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT2	2015.02	nov 2015	QOR124BT	HCB	µg/kg	0.61	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Acenafteen	µg/kg	1.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Fluoreen	µg/kg	0.6	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Fluoreen	µg/kg	0.8	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Fenantreen	µg/kg	2.2	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Fenantreen	µg/kg	2.2	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Antraceen	µg/kg	1.4	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Antraceen	µg/kg	2	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Fluoranteen	µg/kg	1.1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Fluoranteen	µg/kg	0.9	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Pyreen	µg/kg	2.1	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Pyreen	µg/kg	1.6	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Benzo(a)antraceen	µg/kg	1.7	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Benzo(a)antraceen	µg/kg	2	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Chryseen	µg/kg	1	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Chryseen	µg/kg	1.7	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Benzo(b)fluoranteen	µg/kg	2.4	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Benzo(b)fluoranteen	µg/kg	2.4	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Benzo(k)fluoranteen	µg/kg	1.6	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Benzo(k)fluoranteen	µg/kg	1.9	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Benzo(a)pyreen	µg/kg	1.8	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Benzo(a)pyreen	µg/kg	3.2	Unsatisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Dibenz(ah)antraceen	µg/kg	2.5	Questionable	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Dibenz(ah)antraceen	µg/kg	3.5	Unsatisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	benzo(ghi)peryleen	µg/kg	1.9	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	benzo(ghi)peryleen	µg/kg	1.9	Satisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH083BT	Indeno(123)peryleen	µg/kg	3.2	Unsatisfactory	Quasimeme	ja
BT4	2016.02	nov 2016	QPH084BT	Indeno(123)peryleen	µg/kg	2.5	Questionable	Quasimeme	ja

Bijlage 9.3. Validatiegegevens analysemethoden

Rapportagegrenzen en meetonzekerheid

Component	rapportagegrens	detectielimiet	unit	ng/dg	Vc rel. standard uncertainty (%)	n	dc
PBDE47	0.002	0.001	µg/kg	ng	11.8	22	0
PBDE99	0.002	0.001	µg/kg	ng	17.2	10	0
PBDE100	0.003	0.0015	µg/kg	ng	17.9	18	0
TBT als kation	1.8	0.90	µg/kg	ng	24.6	9	0
DBT als kation	1.6	0.80	µg/kg	ng	14.7	19	0
MBT als kation	1.3	0.65	µg/kg	ng	25.4	9	0
TPhT als kation	1.8	0.90	µg/kg	ng	25.0		0
DPhT als kation	1.7	0.85	µg/kg	ng	25.0		0
MPhT als kation	1.4	0.70	µg/kg	ng	25.0		0
PCB77	0.77	0.39	ng/kg	ng	18.5	19	0
PCB126	0.30	0.15	ng/kg	ng	24.7	12	0
PCB169	0.30	0.15	ng/kg	ng	14.6	9	0
PCB28	0.04	0.02	µg/kg	ng	10.4	8	0
PCB52	0.04	0.02	µg/kg	ng	9.3	8	0
PCB101	0.07	0.04	µg/kg	ng	6.3	8	0
PCB118	0.10	0.05	µg/kg	ng	6.5	8	0
PCB153	0.07	0.04	µg/kg	ng	12.5	8	0
PCB105	0.04	0.02	µg/kg	ng	7.2	8	0
PCB138	0.07	0.04	µg/kg	ng	13.0	8	0
PCB156	0.05	0.03	µg/kg	ng	7.6	8	0
PCB180	0.04	0.02	µg/kg	ng	11.4	8	0
HCBD	0.01	0.004	µg/kg	ng	7.5	8	0
HCB	0.01	0.004	µg/kg	ng	10.6	8	0
Kwik	0.0008	0.0004	mg/kg	ng	16.8	16	0
Dry-weight	0.00037	0.00019	mg	ng	3.5	50	0
Ash-Weight	0.12	0.06	%	ng	9.0	31	0
Total-Lipid	0.003	0.0015	%	ng	16.6	39	0
Acenafteen	0.30	0.10	µg/kg	ng	23.4	20	0
Fluoreen	0.90	0.36	µg/kg	ng	19.6	31	0
Fenantreen	15.90	6.36	µg/kg	ng	17.8	20	0
Antraceen	0.70	0.28	µg/kg	ng	30.7	28	0
Fluoranteen	10.20	4.08	µg/kg	ng	13.6	39	0
Pyreen	5.10	2.04	µg/kg	ng	13.0	42	0
Benzo(a)antraceen	0.70	0.28	µg/kg	ng	21.2	35	0
Chryseen	0.40	0.16	µg/kg	ng	19.9	37	0
Benzo(b)fluoranteen	0.20	0.10	µg/kg	ng	21.4	42	0
Benzo(k)fluoranteen	0.20	0.10	µg/kg	ng	23.0	32	0
Benzo(a)pyreen	0.20	0.10	µg/kg	ng	16.8	34	0
Dibenz(ah)antraceen	0.20	0.10	µg/kg	ng	30.6	9	0
benzo(ghi)peryleen	0.20	0.10	µg/kg	ng	22.0	36	0
Indeno(123)peryleen	0.20	0.10	µg/kg	ng	28.3	26	0

Component	rapportagegrens Triskelion	unit	ng/dg	Vc (%) Triskelion	
Cadmium	0.0003	mg/kg	ng	8.7 % op niveau van 1.3 mg/kg	0
Lood	0.007	mg/kg	ng	10 % op niveau van 1.4 mg/kg	0

op basis van juistheidsbepaling en monsterinhomogeniteit
verwaarloosbaar klein

n = aantal ringonderzoeken aan de hand waarvan een Z-score bepaald kon worden

De meetonzekerheid opgegeven door Triskelion is opgebouwd uit de variatie in de lab-reproduceerbaarheid en uit de scores in ringonderzoeken

*Meetonzekerheid gebaseerd op de RMS van juistheidsbepaling en de inhomogeniteitsbijdrage van de praktijkmonsters

dc is de combined constant error in de eenheid van de concentratie van de component

Wageningen Marine Research
T: +31 (0)317 48 09 00
E: marine-research@wur.nl
www.wur.nl/marine-research

Visitors address

- Ankerpark 27 1781 AG Den Helder
- Korringaweg 7, 4401 NT Yerseke
- Haringkade 1, 1976 CP IJmuiden



Wageningen Marine Research is the Netherlands research institute established to provide the scientific support that is essential for developing policies and innovation in respect of the marine environment, fishery activities, aquaculture and the maritime sector.

Wageningen University & Research is specialised in the domain of healthy food and living environment.

The Wageningen Marine Research vision:

‘To explore the potential of marine nature to improve the quality of life.’

The Wageningen Marine Research mission

- To conduct research with the aim of acquiring knowledge and offering advice on the sustainable management and use of marine and coastal areas.
- Wageningen Marine Research is an independent, leading scientific research institute.

Wageningen Marine Research is part of the international knowledge organisation Wageningen UR (University & Research centre). Within Wageningen UR, nine specialised research institutes of Stichting Wageningen Research (a Foundation) have joined forces with Wageningen University to help answer the most important questions in the domain of healthy food and living environment.
