

# Schelpdierwateronderzoek 2012

M. Poelman, M. Hoek-van Nieuwenhuizen &  
A.C.M van Gool

Rapport C065/13



# IMARES Wageningen UR

(IMARES - Institute for Marine Resources & Ecosystem Studies)

Opdrachtgever:

Rijkswaterstaat Waterdienst  
Dhr. M. van der Weijden  
Postbus 17  
8200 AA Lelystad

Publicatiedatum:

Maart 2013

**IMARES** is:

- een onafhankelijk, objectief en gezaghebbend instituut dat kennis levert die noodzakelijk is voor integrale duurzame bescherming, exploitatie en ruimtelijk gebruik van de zee en kustzones;
- een instituut dat de benodigde kennis levert voor een geïntegreerde duurzame bescherming, exploitatie en ruimtelijk gebruik van zee en kustzones;
- een belangrijke, proactieve speler in nationale en internationale mariene onderzoeksnetwerken (zoals ICES en EFARO).

P.O. Box 68

1970 AB IJmuiden

Phone: +31 (0)317 480900

Fax: +31 (0)317 48 73 26

E-Mail: imares@wur.nl

www.imares.wur.nl

P.O. Box 77

4400 AB Yerseke

Phone: +31 (0)317 48 09 00

Fax: +31 (0)317 48 73 59

E-Mail: imares@wur.nl

www.imares.wur.nl

P.O. Box 57

1780 AB Den Helder

Phone: +31 (0)317 48 09 00

Fax: +31 (0)223 63 06 87

E-Mail: imares@wur.nl

www.imares.wur.nl

P.O. Box 167

1790 AD Den Burg Texel

Phone: +31 (0)317 48 09 00

Fax: +31 (0)317 48 73 62

E-Mail: imares@wur.nl

www.imares.wur.nl

© 2013 IMARES Wageningen UR

IMARES, onderdeel van Stichting DLO.  
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 IMARES is niet aansprakelijk voor gevolgschade, noch voor schade welke voortvloeit uit toepassingen van de resultaten van werkzaamheden of andere gegevens verkregen van IMARES; opdrachtgever vrijwaart IMARES 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-V13

## Inhoudsopgave

Inhoudsopgave .....	3
Samenvatting .....	5
1. Inleiding .....	6
2. Kennisvraag .....	6
3. Activiteiten .....	7
3.1 Analyses	7
3.2 Bemonsteringslocaties.....	8
4. Methoden .....	10
4.1 Monsternamen .....	10
4.2 Veldmetingen en zintuiglijke waarnemingen .....	12
4.3 Microbiologische analyses .....	13
4.4 Chemische analyses.....	15
4.4.1 Monsternamen en monstervoorbereiding .....	15
4.4.2 Analysemethoden van stofgroepen .....	15
4.4.3 Kwaliteitsborging .....	16
5. Resultaten .....	18
5.1 Microbiologische analyses, zintuiglijke waarnemingen en veldmetingen.....	18
5.2 Chemische analyses.....	21
6. Discussie en Conclusies.....	25
7. Kwaliteitsborging .....	26
Referenties .....	27
Verantwoording .....	28
Bijlage 1. Monsterlocaties Zuidelijk Westelijke Delta .....	29
Bijlage 2. Monsterlocaties Waddenzee .....	30
Bijlage 3. Gehalten aan sporelementen in schelpdieren 2012 .....	1
Bijlage 4. PCB's en HCB gehalten in schelpdieren 2012 .....	2

Bijlage 5A Resultaten referentiematerialen.....	3
Bijlage 5B Resultaten Ringonderzoek Quasimeme in biota.....	4
Bijlage 5C Rapportagegrenzen en meetonzekerheid .....	5

## Samenvatting

Rijkswaterstaat heeft IMARES verzocht om de gehalten aan fecale coliformen, *E. coli* (aanvullend), zware metalen en gehalogeneerde organische stoffen vast te stellen in schelpdiervlees in de productiegebieden. Ook is verzocht zintuiglijke waarnemingen op het schelpdiervlees en veldmetingen voor de verschillende parameters in het oppervlaktewater uit te voeren. IMARES heeft op 12 locaties waar schelpdierproductie/visserij voorkomt, namelijk in de Westerschelde, Grevelingen, Oosterschelde, Voordelta en de Waddenzee deze bepalingen uitgevoerd. Toetsing aan de bestaande normen leert dat de normen niet worden overschreden.

Om de schelpdierwaterkwaliteit te toetsen aan de geldende regelgeving voor fecale coliformen (thermotolerante fecale colibacteriën) (2006/113/EC inzake de vereiste kwaliteit van schelpdierwater) is gebruik gemaakt van indicator micro-organismen: de fecale coliformen en *E. coli*. De aanwezigheid van fecale coliformen is beoordeeld in gebieden waar schelpdieren worden gekweekt, in het wild voorkomen en in gebieden waar mogelijk schelpdieren in de toekomst in cultuur kunnen worden gebracht.

Op alle onderzochte locaties zijn de geconstateerde mediaan- en individuele waarden voor fecale coliformgehalten lager dan 300 fecale coliformen per 100 ml schelpdiervlees en -vocht (richtlijn Schelpdierwaterkwaliteit).

Hetzelfde beeld wordt gezien voor *E. coli* gehalten, deze zijn allen onder de norm van 230 *E. coli* per 100 gram (afkomstig uit de Europese hygiëneverordening en de eisen microbiologische criteria levensmiddelen). Deze vallen buiten de scope van dit onderzoek. Met de resultaten wordt voldaan aan de Nederlandse regelgeving Kwaliteitsdoelstellingen en metingen oppervlaktewateren.

Gehalten aan zware metalen in schelpdieren zijn getoetst aan normen uit de Verordening maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen (629/2008/EC) (geldend t/m 2011). Geen van de normen wordt overschreden in schelpdieren die bemonsterd zijn op de 12 locaties langs de Nederlandse kust. Gehalten aan cadmium in schelpdieren uit de Westerschelde (locatie Hoedekenskerke) liggen dicht tegen de norm aan dan in andere gebieden. Gehalten aan kwik in schelpdieren overschrijden de milieukwaliteitsnorm (MKN) voor biota van de Kaderrichtlijn Water (2000/60/EG) (KRW) op de locaties Oort (Waddenzee), Burghsluis (Oosterschelde), Nunnenplaat (Oosterschelde) en Hoedekenskerke (Westerschelde). Voor de locaties Doove Balg (Waddenzee) en Domburg (Voordelta) geldt dat deze het normniveau voor kwik naderen.

Uit de resultaten van de zintuiglijke waarnemingen blijkt dat er geen zichtbare olie op of aan het oppervlakte water aanwezig is op de bemonsterde locaties en dat de subjectieve waarneming op geur en smaak van de gemonsterde schelpdieren geen afwijkingen vertonen.

Wat betreft de veldparameters zijn de volgende resultaten verkregen:

- De saliniteit varieert tussen 12.8 (Kop van Goeree nabij Slijkgat, Voordelta) en 31.1 (Burghsluis tussen Westbout en Burghsluis (Hammen 10) Oosterschelde).
- De gehalten aan gesuspendeerde stoffen fluctueren tussen 4.5 (Doove Balg midden, Waddenzee West) en 116.5 mg/l (Dantziggat, Waddenzee Oost). De kleurintensiteit varieerde tussen 0 (Yerseke, verwaterplaats (Bank 315 e.o.) Oosterschelde / Doove Balg, Waddenzee / Westkom, Waddenzee) en 30 op de Pt/Co- schaal (Oort, Waddenzee Oost).
- De zuurgraad van de 12 locaties varieert tussen 7.90 (Kop van Goeree nabij Slijkgat, Voordelta) en 8.26 (Domburg Badstrand, Voordelta).

## 1. Inleiding

In de Europese Unie zijn enkele richtlijnen geïmplementeerd, die eisen stellen aan schelpdieren en schelpdierproductiegebieden. De Waterdienst van Rijkswaterstaat geeft onder andere uitvoering aan één van deze richtlijnen, de schelpdierwater richtlijn (2006/113/EC, gecodificeerde versie van 79/923/EC). Deze taak bestaat uit het aanwijzen, beschermen en ondersteunen van verbeteringen van de kwaliteit van de schelpdierwateren. Ook moeten schelpdierwateren voldoen aan kwaliteitsnormen. De Europese lidstaten zijn verplicht regelmatig monsters te nemen om eventuele verontreinigingen vast te stellen en programma's tot vermindering van de verontreiniging op te stellen. Deze richtlijn zal in 2013 worden ingetrokken, aangezien deze kwaliteitseisen binnen de Kaderrichtlijn Water (2000/60/EG) (KRW) zullen worden opgenomen.

De richtlijn heeft als doel een goede kwaliteit van schelpdierwater in de EU te bereiken, waarbij tevens een goede kwaliteit van schelpdierproducten, geschikt voor menselijke consumptie, kan worden gegarandeerd. Naast deze richtlijn zijn nog enkele andere richtlijnen aanwezig, welke voorzien in specifieke hygiëne en productie-eisen voor tweekleppige weekdieren (General Food Law, 852/2004/EC, 853/2004/EC en 854/2004/EC). Deze vallen buiten het bestek van de Schelpdierwaterrichtlijn en daarmee buiten de scope van het uitgevoerde onderzoek.

De Schelpdierwaterrichtlijn is geïmplementeerd in het Koninklijk Besluit Kwaliteitsdoelstellingen en Metingen Oppervlaktewateren (Staatsblad 1983, nr. 606, gewijzigd bij besluit van 22 januari 1991, Stb. 45 en besluit van 3 februari 1994, Stb 89). Rijkswaterstaat Waterdienst heeft IMARES verzocht de monitoring van de schelpdierwateren op 12 locaties in de Nederlandse kustwateren uit te voeren. De voorwaarden voor deze monitoring zijn opgenomen in het projectplan "Monitoring schelpdierwater; projectplan chemisch meetnet MWTL 2012" (16 oktober 2012).

## 2. Kennisvraag

Doel van de monitoring is het vaststellen van de gehalten aan fecale coliformen (thermotolerante fecale colibacteriën) en *E. coli* (volgens MPN ISO/TS 16649-3.), zware metalen en gehalogeneerde organische stoffen in schelpdiervlees. Daarnaast zijn zintuigelijke waarnemingen op het schelpdiervlees uitgevoerd. In aanvulling op de monitoring van schelpdiervlees zijn veldmetingen uitgevoerd voor de verschillende parameters in het oppervlaktewater (zuurgraad, temperatuur, zuurstof, saliniteit, gesuspendeerde stoffen, kleurintensiteit, windsnelheid, olie (op het water) en smaak (schelpdieren).

De monitoring vindt jaarlijks in november/december plaats op 12 locaties in gebieden waar schelpdierproductie/visserij voorkomt, namelijk de Westerschelde, Grevelingenmeer, Oosterschelde, Voordelta en de Waddenzee.

### 3. Activiteiten

#### 3.1 Analyses

Het schelpdierwateronderzoek 2012 bestaat uit bemonsteren van schelpdieren en het bepalen van microbiologische en chemische analyses in de Nederlandse schelpdierproductiewateren.

Voor wat betreft de microbiologische analyses zijn het schelpdiervlees en -vocht in de schelp van mosselen geanalyseerd op thermotolerante fecale colibacteriën (fecale coliformen) en op *E. coli*. Per locatie zijn vijf deelmonsters genomen, waarin de hoeveelheid thermotolerante coli bacteriën per 100 ml schelpdiervlees en -vocht en de *E. coli* per 100 gram zijn bepaald.

De individuele resultaten en de mediaanwaarde zijn gerapporteerd.

Voor de chemische analyses is van 5 deelmonsters per locatie een samengesteld monster (mengmonster) geanalyseerd. De analyse bestaat uit:

Zware metalen	DONAR-code	CAS-RN
Arseen	As	7440-38-2
Cadmium	Cd	7440-43-9
Chroom	Cr	7440-47-3
Koper	Cu	7440-50-8
Kwik	Hg	7439-97-6
Lood	Pb	7439-92-1
Nikkel	Ni	7440-02-0
Zink	Zn	7440-66-6

Gehalogeneerde organische stoffen	DONAR-code	CAS-RN
HCB	HCB	118-74-1
PCB138+163	PCB138+163	35065-28-2 74472-44-9
PCB153	PCB153	35065-27-1

#### Fysiologisch

As	%DS
Droge stof	
Vet, totaal (Bligh & Dyer)	VET

Op het moment van monsternamen vinden zintuigelijke waarnemingen plaats op aanwezigheid van olie op of aan het wateroppervlak en aan het schelpdiervlees. Deze laatste waarnemingen (geur en smaak) zijn op basis van een inschatting van de monsternemer uitgevoerd (expert beoordeling). In geval van onverwachte afwijkingen in de waarnemingen wordt contact opgenomen met de opdrachtgever.

Tijdens de monsternamen worden metingen verricht aan het oppervlaktewater. De veldmetingen bestaan uit:

<b>Parameter</b>	<b>DONAR-code</b>	<b>Eenheid</b>
Zuurgraad	pH	-
Temperatuur	T	°C
Zuurstof (absoluut)	O <sub>2</sub>	mg/l
Zuurstof (verzadigingswaarde)	%O <sub>2</sub>	%
Saliniteit	SALNTT	
Gesuspendeerde stoffen (kwantitatief)	ZS	mg/l
Kleurintensiteit (Pt/Co-schaal)	KLEURITSTT	mg/l
Windsnelheid	WINDSHD	m/s
Olie (op het water)	OLE	Aan- / afwezig
Geur (zintuigelijk)-schelpdieren	GEUR	Aan- / afwezig
Smaak (zintuigelijk)-schelpdieren	SMAAK	Normaal / afwijkend

### **3.2 Bemonsteringslocaties**

De locaties die bemonsterd zijn, zijn genoemd in Tabel 1. In bijlage 1 en 2 staan de locaties van de Zuidelijke Delta en de Waddenzee grafisch weergegeven.

De coördinatie van de bemonstering van deze locaties is verzorgd door de opdrachtnemer (IMARES).



Tabel 1. Bemonsteringslocaties en organismen met de daaraan toebehorende DONAR code zoals aangegeven in het Projectplan Monitoring schelpdierwater (16 oktober 2012).

<b>Gebied, locatie</b>	<b>DONAR code</b>	<b>Bemonsterd organisme</b>
Oosterschelde, Nunnenplaatje zuidwest (Hammen 55)	NUNNPJZWT	Mossel
Oosterschelde, Burghsluis tussen Westbout en Burghsluis (Hammen 10)	BURGHSWBSS	Mossel
Oosterschelde, Yerseke, verwaterplaats (Bank 316 e.o.)	YERSKVVWTPS	Mossel
Westerschelde, Hooge platen	HOOGPTN	Mossel
Westerschelde, Hoedekenskerke, boei 4	HOEDKKKBI4	Mossel
Voordelta, Kop van Goeree nabij Slijkgat, boei SG18	SLIJKGBISG18	Mossel
Voordelta, Domburg Badstrand	DOMBBSD	Mossel
Grevelingen, Stampersplaat noord	STAMPPND	Oester (chemisch) Mossel (microbiologie)*
Waddenzee West, Westkom/Scheurrak	WESTKSRK	Mossel
Waddenzee West, Doove Balg midden	DOOVBMDN	Mossel
Waddenzee Oost, Zoutkamperlaag, Oort	OORT	Mossel
Waddenzee Oost, Dantziggat	DANTZGT	Mossel

\*Analyses ten behoeve van microbiologisch onderzoek zijn verricht op mosselen. Deze dienen als indicatororganisme voor de temporele microbiële status van de kustwateren. Om geen trendbreuk te krijgen met voorgaande jaren zijn in 2012 de microbiologische analyses in mosselmatrix uitgevoerd ook in de Grevelingen, waar op de bemonsteringslocatie geen mosselen voorkomen.

## 4. Methoden

### 4.1 Monsternamen

De monsternamen zijn, waar mogelijk, uitgevoerd door een medewerker van IMARES met assistentie van de Rijksvaartuigen "Phoca", "Valk", "Regulus", "Schollevaar" en de "Krukel" van de Rijksrederij. Er is gebruik gemaakt van interne IMARES voorschriften voor het uitvoeren van de veldwerkzaamheden (2.16.2.27 Protocol voor het uitvoeren van veldwerkzaamheden t.b.v. de Schelpdierwaterkwaliteit in Nederlandse kustwatergebieden in 2012). De bemonsteringsfrequentie van het schelpdieronderzoek is eenmaal per jaar, namelijk in november/december.

De monsternamen bestemd voor de microbiologische analyses zijn gericht op het nemen van vijf deelmonsters schelpdieren per locatie, indien aanwezig. Wanneer onvoldoende schelpdieren voorradig waren op de monsterlocatie, is overgegaan op het uithangen van mosselen (*Mytilus edulis*). Deze mosselen zijn afkomstig uit een klasse A productiegebied (Yerseke Bank) (conform richtlijn 854/2004/EC), waarbij uit monitoring gegevens over het jaar geen normoverschrijding voor *E. coli* is geconstateerd. Van het uitgangsmateriaal is een referentiemonster geanalyseerd om de *E. coli* waarden te verifiëren. Op het meetpunt zijn dan voor een accumulatieperiode van minimaal 4 uur mosselen in korven uitgehangen (conform Hulsman, 1994).

Locaties waar in 2012 in mosselen zijn uitgehangen, betreffen Kustzone Slijkgat boei SG 18, Westerschelde nabij Hooge Platen, Westerschelde t.h.v. Hoedekenskerke en de Grevelingen. Alle deelmonsters voor microbiologische analyses zijn maximaal 48 uur bewaard bij 4-7°C tot verdere analyse (Anoniem, 2010).

Voor het bepalen van de gesuspendeerde stoffen is een 1 liter fles met oppervlaktewater tot aan de rand gevuld op betreffende locatie. De flessen zijn opgeslagen bij 4-7°C.

Voor de analyse op zware metalen en gehalogeneerde organische stoffen zijn mengmonsters van mosselen of oesters genomen die van nature aanwezig zijn op de locatie.

Op de volgende locaties zijn mosselen (*Mytilus edulis*) bemonsterd (zie Tabel 1): Hooge Platen t.h.v. een calibratiepaal en Hoedekenskerke t.h.v. een golfbreker op het vaste wal (beide Westerschelde), Burghsluis tussen Westbout en Burgsluis, Nunnenplaatje zuidwest en Yerseke verwaterplaats (alle drie in het gebied Oosterschelde); Kustzone Slijkgat boei SG 18 en Kustzone Domburg badstrand in de Voordelta; Westkom/Scheurak en Doove Balg midden (alle twee in het gebied Waddenzee West); Oort (zuidrand Brakzand) en Dantziggat (beiden in het gebied Waddenzee Oost).

Japanse oesters (*Crassostrea gigas*) zijn bemonsterd op locatie Stampersplaat Noord in het gebied Grevelingen. Op deze bemonsteringslocatie (of in de nabijheid hiervan) zijn onvoldoende mosselen te vinden. Daarom is besloten om oesters als matrix voor de chemische analyses te nemen. Hiermee kunnen gegevens worden verzameld voor een schelpdier dat naast een ecologische functie, tevens doelsoort voor de schelpdierwaterrichtlijn is. Oesters en mosselen hebben verschillende accumulatiekarakteristieken voor o.a. zware metalen. De resultaten tussen oesters en mosselen kunnen hierdoor niet zondermeer vergeleken worden. Zo is in 2010-2011 een monitoring verricht in het kader van Interreg Safeguard, waarbij op verschillende locaties in de Waddenzee mosselen en oesters zijn bemonsterd en geanalyseerd om de verschillen in kaart te brengen (Glorius, 2013 in prep.). Hieruit blijkt dat chroom, nikkel, lood en kwik concentraties hoger in mosselen dan in oesters (factor tussen 1.6 tot 3.1). Koper en zink concentraties zijn hoger in oesters dan in mosselen (factor 20.3 en 28.9).

De mengmonsters voor analyse op zware metalen en gehalogeneerde organische stoffen zijn ingevroren en opgeslagen bij ca. -20°C. Deze monsters zijn bevroren (ca. -20°C) getransporteerd via Koerier Schotpoort Traffic Centre en deels in koelboxen (voorzien van bevroren elementen) overgebracht naar het laboratorium van IMARES voor analyse.

## 4.2 Veldmetingen en zintuiglijke waarnemingen

Tijdens de monsternamen zijn de zuurgraad (pH), zuurstof (absoluut in mg/l en verzadigingswaarde in %), temperatuur (°C), en saliniteit (dimensieloos) gemeten conform 'Standard methods for examination of water & wastewater van APHA (APHA, 2005)'.

Hierbij is gebruik gemaakt van gekalibreerde draagbare meters en Intellical elektroden in roestvrij staal van HACH LANGE (Tabel 2);

Tabel 2. Apparatuur en karakteristieken voor veldmeldingen

	<b>HACH LANGE Portable meter</b>	<b>Electrode (type)</b>	<b>Nauwkeurigheid</b>	<b>Resolutie</b>
Zuurgraad	HQ 40d	pHc101 SN072422560-0001	0.001	0.01
Zuurstof	HQ 40d	LDO (Luminescent Dissolved Oxygen)	± 1%	0.01 mg/l of 0.1% verzadiging
Saliniteit	HQ14d Conductivity	CDC 401 SN080282580009	± 0,1	0.01
Temperatuur	HQ 40d	Geïntegreerd	± 0.3°C	0.1°C.

De kleurintensiteit van het oppervlaktewater is bepaald met een HACH Color testkit, model C0-1 (Cat. no. 2234-00), waarbij een buis gevuld met 15 ml leidingwater wordt vergeleken met een oppervlaktewater-monster tegen de achtergrond van een PT/Co kleurenschaal. Hierna wordt de uitlezing uitgevoerd op een schaal tussen 0 en 100 eenheden (IMARES 2.16.2.22).

Aan boord van het schip zijn 5 tot 10 schelpdieren (mosselen of oesters die van nature aanwezig zijn op de locatie) geopend en er op geur en smaak beoordeeld.

Er is visueel geïnspecteerd op aanwezigheid van zichtbare olie op of aan de wateroppervlakte van het te bemonsteren gebied.

Om de hoeveelheid gesuspendeerde stoffen te bepalen is een liter water bemonsterd en direct in de koelkast geplaatst voor latere analyse. Een liter water is m.b.v. een filtreeropstelling over een reeds gewogen filter (Whatman GF/C poriegrootte 2 µm) gebracht waarna het 24 uur is gedroogd in een droogstoof bij 70°C. De hoeveelheid gesuspendeerde stof is uitgedrukt in het aantal mg per liter oppervlakte water. Er is gewerkt volgens een intern IMARES werkprotocol (IMARES 2.16.2.04).

### 4.3 Microbiologische analyses

Voor de bepaling van het aantal fecale coliformen in het schelpdiervlees en -vocht is gebruik gemaakt van de MacConkey telplaatmethode (NF V08-060 aangepast). Deze analyses zijn uitbesteed aan het geaccrediteerde laboratorium SGS Belgium NV.

Van de mosselen is 20 gram schelpdiervlees en -vocht (gezamenlijk) gebruikt voor de telplaatmethode, waarbij een decimale verdunning van het monster heeft plaatsgevonden en waarna deze in vijfvoud op vaste selectieve voedingsbodems (MacConkey-agar) is gebracht. Hierna is een afdeklaag aangebracht met vloeibaar MacConkey-agar.

Na incubatie (20 - 24 uur 44°C) heeft directe telling van de specifieke kolonies plaatsgevonden (donkerrode kolonies omgeven door een precipitatie van neergeslagen galzouten).

Wanneer aanwezigheid van specifieke kolonies is vastgesteld is een bevestigingsreactie met briljantgroen-gal-lactose-bouillon uitgevoerd om kwalitatief aan te tonen of fecale coliformen aanwezig zijn.

Volgens de Europese verordening, betreffende de vereiste kwaliteit van schelpdierwater (2006/113/EC) is een gehalte minder dan 300 fecale coliformen per 100 ml schelpdiervlees en -vocht toelaatbaar.

De MacConkey telplaatmethode is gevalideerd aan de methode ISO 17521 (MPN) voor *E. coli*. Deze studie heeft uitgewezen dat beide methoden niet significant verschillend zijn (Mooijman, 2007). De validatiestudie heeft ook uitgewezen dat deze methoden voor fecale coliformen niet significant verschillend zijn (niet gerapporteerd). De methode die momenteel voor de bepaling van *E. coli* in schelpdierproductiegebieden wordt voorgeschreven (ISO 16649-3) (anoniem, 2005) is significant verschillend aan de MacConkey methode voor *E. coli*, er is geen vergelijking gemaakt voor fecale coliformen. Voor ISO 17521 en ISO 16649-3 geldt dat deze significant niet verschillend zijn.

Er is tot dusverre geen validatie studie uitgevoerd tussen de huidig toegepaste MacConkey telplaat methode en de voorgeschreven NEN6572 (ingetrokken standaard) methode (en/of Richtlijn 2006/113, bijlage 1). De MacConkey methode wordt sinds de implementatie van het programma (voor 1994) gebruikt voor de bepaling van de aantallen fecale coliformen per 100ml schelpdiervlees. De gerapporteerde waarden conform de telplaatmethoden zijn weergegeven in f.c. /100ml.

Aanvullend is voor de *E. coli* bepaling een geaccrediteerde methode gehanteerd volgens ISO/TS 16649-3. Deze waarden worden eveneens gerapporteerd. De waarden worden gerapporteerd in "Most Probable Number" (MPN) / 100 gram.

Deze analyse-instructie verschaft algemene richtlijnen voor het tellen van  $\beta$ -glucuronidase-positieve *Escherichia coli* in producten bestemd voor menselijke consumptie of dierenvoeding door berekening van het "Most Probable Number" (MPN) na incubatie bij 37°C en vervolgens bij 44°C. Ze is conform aan de ISO methode (International Standardisation Organisation – ISO/TS 16649-3) voor de bepaling van vermoedelijke *E. coli* – MPN techniek.

Principe:

Enting van drie of vijf buizen met daarin het dubbel geconcentreerd vloeibaar selectief aanrijkmiddel met een specifieke hoeveelheid van het te onderzoeken monster.

Daaropvolgend enting van het enkel geconcentreerd medium met decimale verdunningen van het te onderzoeken monster of van de initiële suspensie.

Incubatie van alle geënte buizen bij 37°C gedurende 24 uur. Nadien worden de buizen onderzocht op de zuurproductie (geelverkleuring van het medium).

Overenten van de buizen met zuurproductie op een TBX-plaat en incuberen bij 44°C ± 20 tot 24 uur ter bevestiging op de aanwezigheid van β-gluconidase-positieve *Escherichia coli*.

Het bepalen van de "Most Probable Number" van β-gluconidase-positieve *Escherichia coli*, gebruik makend van de MPN tabel, uit het aantal geïncubeerde buizen welke zuurproductie vertonen en typische kolonies geven op de TBX-agar.

## 4.4 Chemische analyses

### 4.4.1 Monsternamen en monstervoorbereiding

Schelpdiermonsters van de 12 verschillende locaties zijn op 30 november en op 21 december 2012 door IMARES Yerseke ingevroren afgeleverd bij IMARES in IJmuiden ten behoeve van chemische analyses in het schelpdiervlees.

Na ontdooien en uitlekken van de monsters is het schelpdiervlees verzameld m.b.v. titaanmessen en gehomogeniseerd met behulp van een Ultra Turrax met een titanium staaf. Genoemde werkzaamheden zijn uitgevoerd in een contaminatie arme ruimte. Voor elke locatie is een mengmonster gemaakt van tenminste 75 exemplaren. Voor de monsters kleine mosselen (3-5 cm), afkomstig van de DONAR-locaties HOOGPTN, HOEDKKKB14 en DOMBBSD, is tenminste 100 gram mosselvlees verzameld.

In de 12 mengmonsters zijn chemische analyses uitgevoerd.

### 4.4.2 Analysemethoden van stofgroepen

De te bepalen stofgroepen zijn volgens de volgende methoden geanalyseerd.

#### OCP's en PCB's:

De methode volgens ISW 2.10.3.001 Vis en visserijproducten: Bepaling van het gehalte aan PCB's en andere gehalogeneerde microverontreinigingen met behulp van capillaire gaschromatografie is toegepast. De monsters worden opgewerkt door middel van een Soxhlet-extractie die simultaan is voor de verschillende halogeenverbindingen. De halogeenverbindingen worden uit de vetfractie geïsoleerd door een tweevoudige kolomchromatografische scheiding, waarna analyse plaatsvindt met behulp van gaschromatografie. De monsters worden gemeten tegen een kalibratiecurve en gedetecteerd met GC-ECD.

De gevraagde componenten, HCB en de PCB's 138 en 153, vallen onder flexibele scoop (Qflex) en betreffende verrichting is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 9). Aangezien PCB 138 een overlap heeft met PCB 163, wordt de som van beide componenten gerapporteerd.

IMARES is geregistreerd als referentielab bij de Europese Commissie-Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM) voor de bepaling van PCB's.

#### Metalen:

De analyse van arseen, cadmium, koper, lood, zink, chroom en nikkel is uitbesteed aan TNO Triskelion, Utrechtseweg 48, 3704 HE te Zeist.

Een deel van het monster wordt in duplo ontsloten met salpeterzuur, volgens TNO voorschrift LSP/108. In de verkregen oplossing wordt het gehalte aan arseen, cadmium, chroom, koper, lood, nikkel en zink bepaald m.b.v. ICP-MS, volgens TNO voorschrift LSP/055. De kwantificering vindt plaats aan de hand van externe kalibratiestandaarden en om te corrigeren voor fluctuaties in de apparatuur wordt gebruik gemaakt van een interne standaard (rhodium).

TNO Zeist is geaccrediteerd voor genoemde metalen (testlaboratoriumnummer L027, verrichting nummer 30).

#### Kwik:

De methode volgens ISW 2.10.3.025 De bepaling van kwik in milieumatrices met behulp van de SMS100 mercury analyzer is toegepast.

Voor de bepaling wordt het monster gedroogd en verast in een oven om kwik vrij te maken uit het monster. De vrijgekomen verbindingen worden d.m.v. zuurstof naar een catalyst tube geleid, waar oxidatie plaatsvindt en halogenen en stikstof- en zwaveloxiden worden verwijderd. De overige ontledingsproducten worden d.m.v. zuurstof naar een amalgamator geleid, waar de kwikverbindingen worden omgezet in metallisch kwik. Het gehalte aan kwik wordt vervolgens d.m.v. vlamloze atoomabsorptie spectrometrie bepaald. De monsters worden gemeten tegen een kalibratiecurve, die gemaakt is door het meten van verschillende hoeveelheden van een gecertificeerd referentiemateriaal. De component kwik valt onder flexibele scoop (Qflex) en betreffende verrichting is geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 5).

#### Vet:

De methode volgens ISW 2.10.3.002 Vis en visserijproducten: Bepaling van het totaal vetgehalte volgens Bligh en Dyer is toegepast.

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

Vet Bligh en Dyer valt onder vaste scoop (Q) en betreffende verrichting is geaccrediteerd door de Raad van Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummer 1).

De bepaling van vrij extraheerbaar vet wordt uitgevoerd als onderdeel van de PCB analyse. Na de Soxhlet extractie wordt een deel van het extract droog gedampt en het residu gewogen.

#### Droge stof en as:

De methode volgens ISW 2.10.3.011 Visserijproducten: Bepaling van het gehalte aan vocht (droogstoofmethode) is toegepast.

Voor de bepaling van het droge stofgehalte wordt het gewogen monster gemengd met een oppervlakte vergrotende stof, vervolgens gedroogd in een stoof (105°C, 3 uur) en na afkoelen in een exsiccator terug gewogen.

De methode volgens ISW 2.10.3.018 Vis en visserijproducten: Bepaling van het gehalte aan as is toegepast.

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

Zowel droge stof als as vallen onder vaste scoop (Q) en beide verrichtingen zijn geaccrediteerd door de Raad voor Accreditatie (testlaboratoriumnummer L097, verrichting nummers 2 en 3).

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

### *4.4.3 Kwaliteitsborging*

#### *IMARES*

IMARES beschikt over een ISO 9001:2008 gecertificeerd kwaliteitsmanagementsysteem (certificaatnummer: 124296-2012-AQ-NLD-RvA). Dit certificaat is geldig tot 15 december 2015. De organisatie is gecertificeerd sinds 27 februari 2001. De certificering is uitgevoerd door DNV Certification B.V. Daarnaast beschikt het chemisch laboratorium van de afdeling Vis over een NEN-EN-ISO/IEC 17025:2005 accreditatie voor testlaboratoria met nummer L097. Deze accreditatie is geldig tot 27 maart 2013 en is voor het eerst verleend op 27 maart 1997; deze accreditatie is verleend door de Raad voor Accreditatie.



Het kwaliteitskenmerk Q mag alleen dan worden toegekend aan een resultaat, indien de geanalyseerde component in de onderzochte matrix onder accreditatie valt en aan alle kwaliteitseisen wordt voldaan, zoals vernoemd in het toegepaste Interne Standaard Werkvoorschrift (ISW) voor de betreffende geaccrediteerde verrichting.

De kwaliteit van de analysemethoden van de afdeling Vis wordt op verschillende manieren gewaarborgd. De methoden zijn uitvoerig gevalideerd. De juistheid van de analysemethoden wordt regelmatig getoetst door deelname aan ringonderzoeken waaronder aan het QUASIMEME-project. Daarnaast worden de resultaten van elke (serie van) meting(en) gecontroleerd door het gebruik van gecertificeerd en/of intern referentiemateriaal. Deze gegevens worden in kwaliteitscontrolekaarten bijgehouden conform NPR 6603.

#### *TNO Triskelion*

Het TNO laboratorium beschikt over een geldig ISO/IEC 17025 certificaat voor testlaboratoria met nummer L027 en is geaccrediteerd voor de bepaling van de te analyseren metalen arseen, cadmium, chroom, koper, lood, nikkel en zink in vismatrix.

Om de kwaliteit van de analyses te waarborgen is door IMARES een intern referentiemateriaal (IRM) meegestuurd.

Het IRM (gevroesdroogde schol) is bij iedere meetserie monsters geanalyseerd.

Ten aanzien van de resultaten zal IMARES de volgende toetsingscriteria toepassen:

- De gehalten in het IRM zullen gecontroleerd worden met betrekking tot overschrijdingen van de 2s- en 3s-grenzen van de door IMARES intern gehanteerde kwaliteitscontrolekaarten voor de betreffende elementen. Wat betreft deze kwaliteitscontrolekaarten is een grote historie opgebouwd en hierop heeft jaarlijks een controle plaatsgevonden door de Raad van Accreditatie.

Indien er in een serie een overschrijding blijkt te zijn van boven gestelde eisen, zal TNO overgaan tot opnieuw analyseren van de betreffende serie monsters voor het metaal waarvoor de overschrijding heeft plaatsgevonden.

TNO Triskelion hanteert het volgende werkvoorschrift:

Het gehalte aan As, Cd, Cr, Cu, Pb, Ni en Zn wordt bepaald met behulp van ICP-MS volgens TNO voorschrift LSP/055.

## 5. Resultaten

### 5.1 Microbiologische analyses, zintuiglijke waarnemingen en veldmetingen.

De resultaten van het onderzoek zijn per locatie weergegeven in Tabel 3a, Tabel 3b en Tabel 4. Naast de microbiologische resultaten in tabel 3a en 3b zijn tevens de data, tijdstippen, watertemperatuur en windsnelheden tijdens de monsternamen weergegeven. In tabel 4 zijn zintuiglijke waarnemingen (zichtbare olie op of aan het oppervlaktewater en geur/smaak van het schelpdier vlees) en veldmetingen weergegeven.

Tabel 3a. Fecale coliformen in mosselen; Schelpdierwateronderzoek 2012 (November/December). De fecale coliform (f.c.) gehalten zijn uitgedrukt in het totaal aantal fecale coliformen per 100 ml schelpdier vlees en -vocht.

DONAR locatie	Monster- datum	Tijd	Wind- snelheid (m/s)	Temperatuur (°C)	Fecale coliformen (f.c./ 100 ml)					
					1	2	3	4	5	Mediaan
Toetsingsnorm Fecale coliformen*										<300
STAMPPND	13/11/2012	08:30	6.7	8.7	<20	<20	<20	<20	<20	<20
BURGHSWBSS	14/11/2012	10:15	2.4	10.3	<20	<20	<20	<20	<20	<20
NUNNPJZWT	14/11/2012	09:15	2.4	9.8	<20	<20	<20	<20	<20	<20
YERSKVVTPS	7/11/2012	09:30	6.7	9.1	<20	<20	<20	<20	<20	<20
DOMBBSD	6/11/2012	11:30	6.7	10.1	<20	<20	<20	<20	<20	<20
SLIJKGBISG18	21/11/2012	09:00	9.4	8.5	<20	<20	<20	<20	<20	<20
DANTZGT	26/11/2012	12:00	6.7	7.2	<20	<20	<20	<20	<20	<20
OORT	27/11/2012	13:00	4.4	7.1	<20	<20	<20	<20	<20	<20
DOOVBMND	14/11/2012	09:00	4.4	10.6	<20	<20	<20	<20	<20	<20
WESTKSRK	14/11/2012	10:15	4.4	9.8	<20	<20	<20	<20	<20	<20
HOEDKKKBI4	13/12/2012	14:00	4.4	3.8	<20	<20	<20	80	<20	<20
HOOGPTN	13/12/2012	13:00	6.7	4.2	<20	<20	<20	<20	40	<20

\* Richtlijn 2006/113/EG van het Europees Parlement en de raad van 12 december 2006 inzake de vereiste kwaliteit van schelpdierwater.

Tabel 3b. *E. coli* in mosselen; Schelpdierwateronderzoek 2012 (November/December). De *E. coli* gehalten zijn uitgedrukt in het totaal aantal *E. coli* per 100 gram schelpdier vlees en -vocht.

DONAR locatie	Monster- datum	Tijd	Wind- snelheid (m/s)	Temperatuur (°C)	<i>E. coli</i> (MPN / 100 gram)					
					1	2	3	4	5	Mediaan
Toetsingsnorm <i>E. coli</i> *										<230
STAMPPND	13/11/2012	08:30	6.7	8.7	<20	<20	<20	<20	<20	<20
BURGHSWBBSS	14/11/2012	10:15	2.4	10.3	<20	<20	<20	<20	<20	<20
NUNNPJZWT	14/11/2012	09:15	2.4	9.8	<20	<20	<20	<20	<20	<20
YERSKVVWTPS	7/11/2012	09:30	6.7	9.1	40	<20	40	<20	<20	<20
DOMBBSD	6/11/2012	11:30	6.7	10.1	<20	<20	<20	<20	<20	<20
SLIJKGBISG18	21/11/2012	09:00	9.4	8.5	<20	<20	<20	<20	<20	<20
DANTZGT	26/11/2012	12:00	6.7	7.2	<20	<20	<20	<20	<20	<20
OORT	27/11/2012	13:00	4.4	7.1	<20	<20	<20	<20	<20	<20
DOOVBMDN	14/11/2012	09:00	4.4	10.6	<20	<20	<20	<20	<20	<20
WESTKSRK	14/11/2012	10:15	4.4	9.8	<20	<20	<20	<20	<20	<20
HOEDKKKBI4	13/12/2012	14:00	4.4	3.8	20	20	20	20	20	20
HOOGPTN	13/12/2012	13:00	6.7	4.2	<20	20	<20	20	20	20

\* Richtlijn 854/2004/EG van het Europees Parlement en de raad van 12 december 2006 inzake de vereiste kwaliteit van schelpdierwater.

Tabel 4. Veldmetingen en zintuiglijke waarnemingen (olie en geur/smaak van het schelpdiervlees)  
Schelpdierwateronderzoek 2012

DONAR locatie	pH	Zuurstof (mg/l)	%O <sub>2</sub>	Saliniteit	Kleurintensiteit (Pt/Co-schaal)	Gesuspendeerde Stoffen (mg/l)	Geur en smaak van het schelpdiervlees	Olie aanwezig op of aan het water
Toetsingsnorm*	7-9	-	≥80	12 - 38	Normering alleen bij lozing	Normering alleen bij lozing	normaal	afwezig
STAMPPND	8.12	9.22	99.0	29.2	10.0	4.7	normaal	afwezig
BURGHSWBBSS	8.15	8.55	98.6	31.1	15.0	14.2	normaal	afwezig
NUNNPJZWT	8.13	8.90	97.8	30.8	10.0	7.5	normaal	afwezig
YERSK/VWTPS	8.18	8.82	91.1	30.0	0.0	5.3	normaal	afwezig
DOMBBSD	8.26	9.35	101.8	30.7	27.5	58.7	normaal	afwezig
SLIJKGBISG18	7.9	9.55	89.6	12.8	5.0	12.8	normaal	afwezig
DANTZGT	8.22	10.99	94.1	29.4	5.0	116.5	normaal	afwezig
OORT	8.13	10.93	93.0	24.7	30.0	55.9	normaal	afwezig
DOOVBMDN	8.07	10.42	92.1	18.5	0.0	4.5	normaal	afwezig
WESTKSRK	8.09	10.71	92.6	21.6	0.0	11.8	normaal	afwezig
HOEDKKKB14	8.12	9.37	97.2	22.0	9.0	70.2	normaal	afwezig
HOOGPTN	8.12	9.39	97.7	28.0	15.0	69.2	normaal	afwezig

\* Richtlijn 2006/113/EG van het Europees Parlement en de raad van 12 december 2006 inzake de vereiste kwaliteit van schelpdierwater.

## 5.2 Chemische analyses

De resultaten vermeld in dit rapport zijn alleen van toepassing op de geanalyseerde monsters.  
De monsters zijn in januari 2013 geanalyseerd.

De resultaten van de analyses van de 12 monsters op productbasis en hun toetsing aan normen zijn in de tabellen 5, 6 en 7 weergegeven.

In de bijlagen 3 en 4 van dit rapport zijn omrekeningen weergegeven op respectievelijk droge stof, asvrijdrooggewicht basis en vet basis .

Tabel 5. Gehalten aan sporelementen in mg/kg product (Kwik, Cadmium, Lood, Koper en Zink)

LIMSnr.	DONAR code	Monstersoort	Kwik	Cadmium	Lood	Koper	Zink
	Consumptienorm*		0.5	1.0	1.5	-	-
	Milieunorm **		0.04	-	-	-	-
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	0.017	0.046	0.21	1.5	13
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	0.020	0.069	0.24	1.4	16
2012/1248	YERSKVVWTPS	mosselen	0.020	0.067	0.24	1.4	15
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	0.018	0.24	0.30	1.6	14
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	0.021	0.70	0.40	1.3	21
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	0.014	0.063	0.24	1.0	11
2012/1260	DOMBBSD	mosselen	0.020	0.076	0.19	1.6	14
2012/1263	STAMPPND	oesters	0.011	0.037	0.050	4.9	105
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	0.019	0.061	0.20	1.2	14
2012/1269	DOOVBMND	mosselen	0.022	0.066	0.22	1.4	15
2012/1272	OORT	mosselen	0.023	0.085	0.28	1.1	14
2012/1275	DANTZGT	mosselen	0.035	0.085	0.33	1.1	15

\*Verordening (EG) Nr. 629/2008 van de commissie van 2 juli 2008 tot wijziging van Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

\*\*Eind januari 2012 is een Voorstel voor een Richtlijn van het Europeesparlement en de raad tot wijziging van Richtlijnen 2000/60/EG en 2008/105/EG betreffende prioritaire stoffen op het gebied van het waterbeleid verschenen (EG, 2012).

De MilieuKwaliteitsnorm (MKN) in biota van de KRW voor (Methyl-)kwik bedraagt 20 µg/kg natgewicht en heeft een wettelijk geldige status. Procentueel bedraagt methyl-kwik ongeveer 50% van het totaal kwik in schelpdieren (Roex en van den Heuvel-Greve, 2010). Hierdoor wordt de norm voor totaal kwik doorberekend naar 40 µg /kg.

Tabel 6. Gehalten aan spoorelementen in mg/kg product (Chroom, Arseen en Nikkel), as, droge stof en asvrijdrooggewicht (AVDG) in %

LIMSnr.	DONAR code	Matrix	Chroom	Arseen	Nikkel	Droge stof (%)	As (%)	AVDG (%)
	Consumptienorm*		-	-	-	-	-	-
	Milieunorm**		-	-	-	-	-	-
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	0.21	1.3	0.24	18.5	2.8	15.7
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	0.20	1.6	0.24	16.7	2.8	13.9
2012/1248	YERSKVVTPS	mosselen	0.12	1.7	0.18	17.3	2.5	14.8
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	0.21	1.9	0.35	16.8	2.0	14.8
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	0.28	1.2	0.44	11.4	2.2	9.2
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	0.15	0.90	0.19	15.6	2.5	13.1
2012/1260	DOMBBSD	mosselen	0.17	1.9	0.25	20.3	2.3	18.0
2012/1263	STAMPPND	oesters	0.020	0.97	0.040	10.9	2.3	8.6
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	0.15	1.2	0.28	14.9	2.0	12.9
2012/1269	DOOVBMDN	mosselen	0.15	1.2	0.27	15.0	2.1	12.9
2012/1272	OORT	mosselen	0.20	1.7	0.36	13.7	2.1	11.6
2012/1275	DANTZGT	mosselen	0.19	1.9	0.37	11.9	2.0	9.9

\* Verordening (EG) Nr. 629/2008 van de commissie van 2 juli 2008 tot wijziging van Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

\*\*MKN in biota van de KRW.

Tabel 7. Gehalten aan PCB's en HCB in µg/kg product, vet in g/kg

LIMSnr.	DONAR code	Matrix	HCB	PCB138+163	PCB153	Vet B&D (g/kg)
	Consumptienorm*		50	-	-	-
	Milieunorm**		10	-	-	-
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	0.07	2.5	4.6	18
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	0.05	2.8	5.6	18
2012/1248	YERSKVVTPS	mosselen	0.04	2.3	4.6	20
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	<0.03	5.9	12	17
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	<0.04	6.1	12	12
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	0.07	3.4	7.3	16
2012/1260	DOMBBSD	mosselen	<0.02	3.9	7.7	25
2012/1263	STAMPPND	oesters	<0.01	0.4	1.7	12
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	0.04	1.4	2.7	13
2012/1269	DOOVBMDN	mosselen	0.08	1.8	3.5	12
2012/1272	OORT	mosselen	0.05	2.1	3.7	12
2012/1275	DANTZGT	mosselen	0.03	1.4	2.5	13

\* Warenwetregeling Verontreinigingen in levensmiddelen en de Nederlandse regeling residuen van bestrijdingsmiddelen.

\*\* Eind januari 2012 is een Voorstel voor een RICHTLIJN VAN HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD tot wijziging van Richtlijnen 2000/60/EG en 2008/105/EG betreffende prioritair stoffen op het gebied van het waterbeleid verschenen (EG, 2012). De MilieuKwaliteitsnorm (MKN) in biota van de KRW voor HCB bedraagt 10 µg/kg natgewicht en heeft een wettelijk geldige status.

T.a.v. de resultaten van IMARES kan opgemerkt worden dat ze voldoen aan de kwaliteitseisen, zoals genoemd in 4.4.2 methoden en 4.4.3 kwaliteitsborging IMARES. Er zijn geen afwijkingen van de kwaliteitscriteria, zoals gesteld in de geaccrediteerde werkvoorschriften, geconstateerd.

Aan de gerapporteerde gehalten van de componenten die door IMARES zijn bepaald kan de kwaliteitswaarde code 0 (normale waarde) worden toegekend.

De resultaten van de IRM's, gemeten door IMARES, zijn gecontroleerd met betrekking tot overschrijdingen van de 2s- en 3s-grenzen van de door IMARES intern gehanteerde kwaliteitscontrolekaarten voor de betreffende elementen. Dit is weergegeven in bijlage 5A. Indien de 3s-grens wordt overschreden wordt daarop, vastgelegd in ons kwaliteitssysteem, adequaat actie ondernomen. Bijlage 5A toont echter dat aan de metingen, in 2012 uitgevoerd door IMARES in de IRM's, de kwalificatie goed kan worden toegekend.

De resultaten van Quasimeme ringonderzoeken zijn weergegeven in bijlage 5B.

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)

Bijlage 5B toont echter dat geen enkele z-score 'unsatisfactory' bleek te zijn.

T.a.v. de toetsingscriteria op de resultaten van TNO, zoals genoemd in 4.4.3 kwaliteitsborging TNO Triskelion, kan het volgende gezegd worden:

De resultaten van het IRM, gemeten door TNO, zijn gecontroleerd met betrekking tot overschrijdingen van de 2s- en 3s-grenzen van de door IMARES intern gehanteerde kwaliteitscontrolekaarten voor de betreffende elementen en vergeleken met de gecertificeerde waarden. Dit is weergegeven in bijlage 5C.

De gehalten in het IRM, gemeten door TNO vertonen geen overschrijdingen van de 2s-grenzen van de IMARES waarden en van de gecertificeerde waarden voor de componenten Cd, Cu, Pb en Ni. De 2s-grenzen worden wel overschreden voor de componenten Zn en As, de 3s-grenzen echter niet. Derhalve is aan de gehalten voor de componenten Zn en As in het IRM de kwalificatie twijfelachtig toegekend. De resultaten van TNO voldoen echter aan het gestelde toetsingscriterium.

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

TNO Triskelion hanteert een maximum toelaatbare rsd van 15% voor metalen tussen de duplowaarden van een monster. Alle gerapporteerde resultaten voldoen aan dit criterium. Derhalve kan aan de

gerapporteerde gehalten door TNO Triskelion de kwaliteitswaardecode 0 (normale waarde) worden toegekend.

In bijlage 5C zijn de rapportagegrenzen en meetonzekerheden weergegeven t.b.v. ICES rapportage. 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 ruis van de laagst gemeten standaard. De rapportagegrens is afhankelijk van de hoeveelheid ingewogen monster en is dus eigenlijk voor ieder monster verschillend, de compromis rapportagegrenzen zijn in bijlage 5C 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 relatieve standard uncertainty is weergegeven in bijlage 5C. 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 de rapportage aan OSPAR dient bij iedere meetwaarde de expanded uncertainty (95% betrouwbaarheidsinterval) berekend te worden. De expanded uncertainty is gedefinieerd als tweemaal de standaard deviatie. Voor OSPAR dient dus een absolute meetonzekerheid gerapporteerd te worden. De berekening van de absolute expanded uncertainty is gebaseerd op onderstaande formules uit de OSPAR guideline voor de bepaling van de meetonzekerheid. De relative standard uncertainty (uitgedrukt in %) wordt door IMARES als maat voor de  $v_c$  gehanteerd. In bijlage 5C zijn zowel de relative standard uncertainty ( $=v_c$ ) als de constant error ( $=d_c$ ) opgenomen. Beide dienen als input in de formules voor de berekening van de absolute expanded uncertainty.

Formules uit de OSPAR guideline:

$$s_c = \sqrt{d_c^2 + \left(\frac{v_c}{100}\right)^2 C^2}$$

waarin:

$s_c$  = standard deviation (eenheid = eenheid van concentratie component)

$d_c$  = "combined constant error" (eenheid = eenheid van concentratie component)

$v_c$  = variatie coëfficiënt (eenheid= percentage)

$C$  = concentratie van de component in het monster (meetwaarde)

$$U_c = 2s_c$$

waarin:

$U_c$  = (absolute) expanded uncertainty (eenheid = eenheid van concentratie component)

Voor componenten waarvoor geen deelname plaatsvindt aan ringonderzoeken is, indien mogelijk, de meetonzekerheid vastgesteld op basis van juistheidsbepaling en monsterinhomogeniteit. 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.



## 6. Discussie en Conclusies

Het onderzoek op fecale coliformen in de op 12 geselecteerde locaties aanwezige of uitgehangen mosselen leverde geen normoverschrijding van de mediaanwaarde op. Dit betekent dat er een gehalte van minder dan 300 fecale coliformen per 100 ml schelpdiervlees en -vocht is aangetroffen in de monsters. Op enkele locaties is een enkele waarde voor fecale coliformen verhoogd (nog steeds onder de norm), namelijk locatie Hooge Platen (40-fecale coliformen /100ml) en locatie Hoedekenskerke (80 f.c. /100ml).

Het aanvullend onderzoek op *E. coli* leverde eveneens geen normoverschrijdingen op van de mediaanwaarde. In het merendeel van de monsters zijn de waarden voor *E. coli* onder het detectielimiet (<20), met uitzondering van locatie Hoedekenskerke (20-20-20-20-20 MPN /100 gram), locatie Hooge Platen (20-20-20 MPN /100gram) en Yerseke verwaterplaats (40-40 MPN /100g).

Gezien de eerdere discussie en aanbeveling in de monitoring rapportage 2011 (Schelpdierwateronderzoek 2012 IMARES rapport CO47/12) heeft het onderzoek op *E. coli* (volgens de MPN ISO/TS 16649-3 methode) aansluiting bij Richtlijn 2006/113/EG. Echter, door het mogelijk ontstaan van een wijziging in de dataset (overschakeling van fecale coliformen naar *E. coli*) dient afgewogen te worden welke richting voor toekomstige monitoring gekozen wordt.

Uit de resultaten van het zintuiglijk waarnemingenonderzoek blijkt dat er geen zichtbare olie op of aan het oppervlakte water aanwezig is van het bemonsterde locaties en dat de subjectieve waarneming op geur en smaak van de gemonsterde schelpdieren geen afwijkingen vertonen.

De zuurgraad van de 12 locaties varieert tussen 7.9 en 8.3 (resp. Slijkgat en Domburg) en de temperatuur tussen 3.8 en 10.6°C (resp. Hoedekenskerke en Doove Balg).

Dit verschil is te verklaren door het monstereen op verschillende data (met een maand spreiding) en de verschillende waterdiepten ter plaatse. Het patroon is een beeld dat overeenkomstig is met de verwachtingen op basis van overige monitoringdata ([www. waterbase.nl](http://www.waterbase.nl)).

De saliniteit varieert tussen 12.8 (Kop van Goeree nabij Slijkgat, Voordelta) en 31.1 (Burghsluis tussen Westbout en Burghsluis, Oosterschelde). Bij het Slijkgat is een lage saliniteit gemeten, zeer waarschijnlijk is dit veroorzaakt door de hoge zoetwaterlast als gevolg van spuien. Het oppervlaktewater van de Westerschelde heeft nabij locatie Hoedekenskerke een saliniteit van 22.0 en bij Hooge Platen 28.0. Dit is te verklaren door het saliniteitsgradiënt van de Westerschelde.

De gehalten aan gesuspendeerde stoffen fluctueert tussen 4.5 (Doove balg midden, Waddenzee West) en 116.5 mg/l (Dantziggat, Waddenzee oost). De kleurintensiteit varieerde tussen 0.0 (Westkom, Waddenzee / Doove Balg Waddenzee / Yerseke verwaterplaats, Oosterschelde) en 30 op de Pt/Co- schaal (Oort, Waddenzee Oost)

Voor kwik, cadmium, lood, HCB en PCB-153 zijn levensmiddelennormen of Warenwetnormen vastgesteld. Toetsing aan deze normen leert dat gehalten aan kwik, lood, HCB en PCB-153 in de onderzochte schelpdieren onder deze normen liggen. De norm voor cadmium bedraagt 1,0 mg/kg op productbasis, conform Verordening (EG) Nr. 629/2008 van de commissie van 2 juli 2008 tot wijziging van Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen. De cadmium gehalten in de onderzochte schelpdieren vallen weliswaar binnen deze norm, maar liggen in de Westerschelde (locatie Hoedekenskerke) dichterbij (met een gehalte van 0.7 mg Cd /kg product) tegen deze norm aan dan in de overige gebieden. Trends in mosselen laten zien dat gehalten aan cadmium in de Westerschelde de afgelopen tien jaar stabiel of wellicht licht stijgend zijn

(Roex en van den Heuvel-Greve, 2010). Cadmium in de Westerschelde is een aandachtspunt voor schelpdierkwaliteit indien er visserij plaatsvindt.

Daarnaast zijn er onder de KRW milieukwaliteitsnormen (MKN) in biota vastgesteld voor o.a. de twee stoffen: (methyl)kwik en HCB. Toetsing van de aangetroffen gehalten in schelpdieren aan deze normen leert dat voor kwik de MKN voor biota (0.02 mg/kg; voor schelpdieren geldt dat 50% van totaal kwik in schelpdier methylkwik is, wat de norm voor schelpdieren op 0.04 mg/kg brengt) op de locaties Oort (Waddenzee), Burghsluis en Nunnenplaat (Oosterschelde), Hoedekenskerke en Hooge Platen (Westerschelde) is overschreden. De locaties Doove Balg (Waddenzee) en Domburg (Voordelta) laten gehalten zien die het normniveau naderen (resp. 0.034 en 0.036 mg Hg/kg product). Gehalten aan HCB in schelpdieren liggen onder de MKN voor biota.

## **7. Kwaliteitsborging**

IMARES beschikt over een ISO 9001:2008 gecertificeerd kwaliteitsmanagementsysteem (certificaatnummer: 57846-2009-AQ-NLD-RvA). Dit certificaat is geldig tot 15 december 2012. De organisatie is gecertificeerd sinds 27 februari 2001. De certificering is uitgevoerd door DNV Certification B.V. Daarnaast beschikt het chemisch laboratorium van de afdeling Milieu over een NEN-EN-ISO/IEC 17025:2005 accreditatie voor testlaboratoria met nummer L097. Deze accreditatie is geldig tot 27 maart 2013 en is voor het eerst verleend op 27 maart 1997; deze accreditatie is verleend door de Raad voor Accreditatie.

## Referenties

Anoniem (1983) Besluit kwaliteitsdoelstellingen en metingen oppervlaktewateren. Staatsblad van het Koninkrijk der Nederlanden, jaargang 1983. Stb. nr. 3-11-'83. gewijzigd bij besluit van 22 januari 1991, Staatsblad 45 en besluit van 3 februari 1994, Stb 89.

Anoniem (2010) EU Working Group on Microbiological monitoring of Bivalve Mollusc (2006) Good Practice Guide on Microbiological Monitoring of Bivalve Mollusc Harvesting Areas Guide to Good Practice: Technical Application, Issue 4, CEFAS Augustus 2010.

Anoniem (2006) Verordening (EG) Nr. 1881/2006 van de commissie van 19 december 2006 tot vaststelling van de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen

Anoniem (2008) Verordening (EG) Nr. 629/2008 van de commissie van 2 juli 2008 tot wijziging van Verordening (EG) nr. 1881/2006 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

Anoniem (2005) Verordening (EG) Nr. 2073/2005 van de commissie van 15 november 2005 inzake microbiologische criteria voor levensmiddelen.

APHA (2005) Standard methods for examination of water & wastewater APHA, AWWA, WEF; 21 Edition 2005 page 2-48 salinity.

Glorius S., A. van Gool, C. van Zweeden, Poelman, M. (2013) Interreg Safeguard - Food safety mapping of mussels and oysters (*Crassostrea gigas*) in the Dutch Wadden Sea. IMARES Report In prep.

Mooijman K.A. Poelman M., Stegeman H., Warmerdam C., Teunis P.F.M. en A.M. de Roda Husman (2007) Validation and comparison of methods for enumeration of faecal coliforms and *Escherichia coli* in bivalve molluscs. RIVM report 330310001/2006

Roex, E., M. van den Heuvel-Greve (2010) Monitoring van bioaccumulerende prioritaire KRW stoffen; in water of in biota? Deltares rapport 1001-0154, 21 januari 2010.

## Verantwoording

Rapportnummer: C065/13  
Projectnummer: 4304102101

Dit rapport is met grote zorgvuldigheid tot stand gekomen. De wetenschappelijke kwaliteit is intern getoetst door een collega-onderzoeker en het betreffende afdelingshoofd van IMARES.

De lab coördinator heeft de analyse resultaten gecontroleerd en vrijgegeven:

Akkoord: M. Hoek-van Nieuwenhuizen  
Lab coördinator



Handtekening:

Datum: 10 april 2013

Akkoord: Tim Schellekens  
Kwantitatief ecooloog afdeling Delta



Handtekening:

Datum: 10 april 2013

Akkoord: Ir. H. van der Mheen  
Afdelingshoofd Aquacultuur



Handtekening:

Datum: 10 april 2013

## Bijlage 1. Monsterlocaties Zuidelijk Westelijke Delta



Bron: Projectplan Monitoring schelpdierwater (16 oktober 2012)

DONARCODE	Gebied	Locatie
HOEDKKKB14	Westerschelde	nabij Hoedekenskerke
HOOGPTN	Westerschelde	Hooge Platen (nabij Vlissingen)
DOMBBSO	Kustwater voor Domburg	Domburg (aan stenig strand nabij Kinkerduin)
YERSKVVTPS	Oosterschelde	Yerseke Bank 316 (verwaterplaats)
NUNNPJZWT	Oosterschelde	Hammen 55 (Nunnenplaatje zuidwest)
BURGHSWBBSS)	Oosterschelde	Hammen 10 Burghsluis tussen Westbout en Burghsluis)
STAMPPND	Grevelingen	Stampersplaat noord
SLIJKGBISG18	Kustwater voor Kop van Goeree	Slijkgat

## Bijlage 2. Monsterlocaties Waddenzee



Bron: Projectplan Monitoring schelpdierwater (16 oktober 2012)

DONARCODE	Gebied	Locatie
WESTKSRK	Waddenzee, West	Westkom/Scheurak
DOOVBMDN	Waddenzee, West	Doove Balg midden
DANTZGT	Waddenzee, Oost	Dantziggat
OORT	Waddenzee, Oost	Zoutkamperlaag, Oort

### Bijlage 3. Gehalten aan sporelementen in schelpdieren 2012

#### 3A Gehalten aan sporelementen in mg/kg op droge stofbasis

LIMSnr.	DONAR code	monstersoort	analysedatum	Kwik	Cadmium	Lood	Koper	Zink	Chroom	Arseen	Nikkel
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	januari 2013	0.092	0.25	1.1	8.1	70	1.1	7.0	1.3
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	januari 2013	0.12	0.41	1.4	8.4	96	1.2	9.6	1.4
2012/1248	YERSKVWTPS	mosselen	januari 2013	0.12	0.39	1.4	8.1	87	0.69	9.8	1.0
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	januari 2013	0.11	1.4	1.8	9.5	83	1.3	11	2.1
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	januari 2013	0.18	6.1	3.5	11	184	2.5	11	3.9
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	januari 2013	0.090	0.40	1.5	6.4	71	0.96	5.8	1.2
2012/1260	DOMBBS	mosselen	januari 2013	0.10	0.37	0.94	7.9	69	0.84	9.4	1.2
2012/1263	STAMPPND	oesters	januari 2013	0.10	0.34	0.46	45	963	0.18	8.9	0.37
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	januari 2013	0.13	0.41	1.3	8.1	94	1.0	8.1	1.9
2012/1269	DOOVBMDN	mosselen	januari 2013	0.15	0.44	1.5	9.3	100	1.0	8.0	1.8
2012/1272	OORT	mosselen	januari 2013	0.17	0.62	2.0	8.0	102	1.5	12	2.6
2012/1275	DANTZGT	mosselen	januari 2013	0.29	0.71	2.8	9.2	126	1.6	16	3.1

#### 3B Gehalten aan sporelementen in mg/kg op asvriidrooggewichtbasis

LIMSnr.	DONAR code	monstersoort	analysedatum	Kwik	Cadmium	Lood	Koper	Zink	Chroom	Arseen	Nikkel
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	januari 2013	0.11	0.29	1.3	9.6	83	1.3	8.3	1.5
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	januari 2013	0.14	0.50	1.7	10	115	1.4	12	1.7
2012/1248	YERSKVWTPS	mosselen	januari 2013	0.14	0.45	1.6	9.5	101	0.81	11	1.2
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	januari 2013	0.12	1.6	2.0	11	95	1.4	13	2.4
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	januari 2013	0.23	7.6	4.3	14	228	3.0	13	4.8
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	januari 2013	0.11	0.48	1.8	7.6	84	1.1	6.9	1.5
2012/1260	DOMBBS	mosselen	januari 2013	0.11	0.42	1.1	8.9	78	0.94	11	1.4
2012/1263	STAMPPND	oesters	januari 2013	0.13	0.43	0.58	57	1221	0.23	11	0.47
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	januari 2013	0.15	0.47	1.6	9.3	109	1.2	9.3	2.2
2012/1269	DOOVBMDN	mosselen	januari 2013	0.17	0.51	1.7	11	116	1.2	9.3	2.1
2012/1272	OORT	mosselen	januari 2013	0.20	0.73	2.4	9.5	121	1.7	15	3.1
2012/1275	DANTZGT	mosselen	januari 2013	0.35	0.86	3.3	11	152	1.9	19	3.7

#### Bijlage 4. PCB's en HCB gehalten in schelpdieren 2012

Gehalten aan PCB's en HCB in µg/kg op vetbasis

LIMSnr.	DONAR code	monstersoort	analysedatum	HCB	PCB138+163	PCB153
2012/1242	BURGHSWBBSS	mosselen	januari 2013	3.9	139	256
2012/1245	NUNNPJZWT	mosselen	januari 2013	2.8	156	311
2012/1248	YERSKVVWTPS	mosselen	januari 2013	2.0	115	230
2012/1251	HOOGPTN	mosselen	januari 2013	<17	347	706
2012/1254	HOEDKKKBI4	mosselen	januari 2013	<33	508	1000
2012/1257	SLIJKGBISG18	mosselen	januari 2013	4.4	213	456
2012/1260	DOMBBSD	mosselen	januari 2013	<8.0	156	308
2012/1263	STAMPPND	oesters	januari 2013	<8.3	33	142
2012/1266	WESTKSRK	mosselen	januari 2013	3.1	108	208
2012/1269	DOOVBMDN	mosselen	januari 2013	6.7	150	292
2012/1272	OORT	mosselen	januari 2013	4.2	175	308
2012/1275	DANTZGT	mosselen	januari 2013	2.3	108	192



## Bijlage 5A Resultaten referentiematerialen

Component	Referentiemateriaal	IMARES-waarde in 2012	n in 2012	IMARES-waarde QC-kaart	n totaal	ng/dg	gecertificeerde waarde	eenheid	kwalificatie
PCB153	kabeljauwlever IRM (nr. 406)	nieuwe kaart	5	1150 ± 140	10	ng	n.v.t.	µg/kg	geen
PCB138+163	kabeljauwlever IRM (nr. 406)	nieuwe kaart	5	830 ± 120	10	ng	n.v.t.	µg/kg	geen
HCB	kabeljauwlever IRM (nr. 406)	nieuwe kaart	5	53 ± 8	9	ng	n.v.t.	µg/kg	geen
Kwik	schol IRM 2004/2069	0.0530 ± 0.0026	7	0.0512 ± 0.0076	40	ng	n.v.t.	mg/kg	goed
Vocht	haring/makreel IRM 2005/0775	70.11 ± 0.45	31	70.00 ± 0.52	161	ng	n.v.t.	%	goed
Vet (B&D)	haring/makreel IRM 2005/0775	115.14 ± 1.95	16	115.50 ± 2.80	107	ng	n.v.t.	%	goed
As (gloeirest)	mosselen IRM 2002/0757	1.58 ± 0.03	6	1.60 ± 0.08	61	ng	n.v.t.	%	goed

Component	Referentiemateriaal	TNO-waarde	n in 2011	IMARES-waarde QC-kaart	n totaal	ng/dg	gecertificeerde waarde	eenheid	kwalificatie
Cadmium	IRM LAC schol geen nr.	0.022	1	0.020 ± 0.009	147	dg	0.020 ± 0.005	mg/kg	goed
Zink	IRM LAC schol geen nr.	29	1	26.6 ± 2.1	104	dg	26.6 ± 1.7	mg/kg	twijfelachtig
Koper	IRM LAC schol geen nr.	1.1	1	1.04 ± 0.11	95	dg	1.11 ± 0.25	mg/kg	goed
Lood	IRM LAC schol geen nr.	1.45	1	1.56 ± 0.30	107	dg	1.55 ± 0.05	mg/kg	goed
Chroom	IRM LAC schol geen nr.	0.080	1	niet bepaald	0	dg	onbekend	mg/kg	n.v.t.
Nikkel	IRM LAC schol geen nr.	0.31	1	niet bepaald	0	dg	0.29 ± 0.10	mg/kg	goed
Arseen	IRM LAC schol geen nr.	79	1	67.23 ± 8.30	150	dg	62.1 ± 3.7	mg/kg	twijfelachtig

## Bijlage 5B Resultaten Ringonderzoek Quasimeme in biota

labcode: Q127A Wageningen IMARES

Exercise	Round	Period	Matrix	Determinand	Mean	Units	Z-score	Qualification
961	68	jan-mei 2012	QOR110BT	PCB138+163	4.490	µg/kg	0.0	Satisfactory
961	68	jan-mei 2012	QOR110BT	PCB153	8.300	µg/kg	0.4	Satisfactory
961	68	jan-mei 2012	QOR110BT	HCB	0.070	µg/kg	-0.2	Satisfactory
960	68	jan-mei 2012	QTM093BT	Vet (totaal, B&D)	1.600	%	0.4	Satisfactory
960	68	jan-mei 2012	QTM093BT	As (gloeirest)	1.000	%	0.1	Satisfactory
960	68	jan-mei 2012	QTM093BT	Droge stof	19.40	%	0.0	Satisfactory

Exercise	Round	Period	Matrix	Determinand	Mean	Units	Z-score	Qualification
961	68	jan-mei 2012	QOR111BT	PCB138+163	56.00	µg/kg	-0.3	Satisfactory
961	68	jan-mei 2012	QOR111BT	HCB	5.900	µg/kg	2.8	Questionable
960	68	jan-mei 2012	QTM094BT	Vet (totaal, B&D)	21.40	%	0.8	Satisfactory
960	68	jan-mei 2012	QTM094BT	As (gloeirest)	1.100	%	-1.0	Satisfactory
960	68	jan-mei 2012	QTM094BT	Droge stof	40.40	%	0.0	Satisfactory

## Bijlage 5C Rapportagegrenzen en meetonzekerheid

Component	rapportagegrens	detectie- limiet	eenheid	ng/dg	$v_c$ rel. standard uncertainty (%)	n	$d_c$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Accreditatie
PCB153	0.1		$\mu\text{g}/\text{kg}$	ng	9.9	45	0	Q
PCB138+163	0.1		$\mu\text{g}/\text{kg}$	ng	16.7	45	0	Q
HCB	0.01		$\mu\text{g}/\text{kg}$	ng	26.5	36	0	Q
Kwik	0.0054	0.0027	mg/kg	ng	4.8	6	0	Q
Vocht	1	0.5	%	ng	3.9	41	0	Q
Vet (B&D)	10	5	g/kg	ng	17.9	55	0	Q
As (gloeirest)	1	0.5	%	ng	9.2	20	0	Q

Component	rapportage- grens TNO	detectie- limiet	unit	ng/dg	meetonzekerheid (%) TNO Zeist	$d_c$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Accreditatie
Cadmium	0.010	0.0033	mg/kg	ng	14 % op niveau van 0.02 mg/kg	0	Q
Zink	0.5	0.17	mg/kg	ng	15 % op niveau van 60 mg/kg	0	Q
Koper	0.1	0.033	mg/kg	ng	16 % op niveau van 6 mg/kg	0	Q
Lood	0.02	0.007	mg/kg	ng	19 % op niveau van 1 mg/kg	0	Q
Chroom	0.030	0.010	mg/kg	ng	12 % op niveau van 0.3 mg/kg	0	Q
Nikkel	0.02	0.007	mg/kg	ng	10 % op niveau van 1 mg/kg	0	Q
Arseen	0.01	0.0033	mg/kg	ng	13 % op niveau van 0.1 mg/kg	0	Q

op basis van juistheidsbepaling en monsterinhomogeniteit

verwaarloosbaar klein

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

$d_c$  is de combined constant error in de eenheid van de concentratie van de component

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

