

Sedimentundersøkelse ved Lutelandet i Fjaler Kommune



Hovedkontor

Gaustadalléen 21
0349 Oslo
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 22 18 52 00
Internett: www.niva.no

NIVA Region Sør

Jon Lilletuns vei 3
4879 Grimstad
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 37 04 45 13

NIVA Region Innlandet

Sandvikaveien 59
2312 Ottestad
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 62 57 66 53

NIVA Region Vest

Thormøhlensgate 53 D
5006 Bergen
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 55 31 22 14

Tittel	Løpnummer	Dato
Sedimentundersøkelse ved Lutelandet i Fjaler Kommune	7102-2016	19.12.16
Forfatter(e)	Fagområde	Distribusjon
	Geografisk område	Utgitt av
Jarle Håvardstun	Miljøgifter - marin	Åpen
	Sogn og Fjordane	NIVA

Oppdragsgiver(e)	Oppdragsreferanse
	Hefte nr.:
Lutelandet Offshore	O-16315

Sammendrag

I forbindelse med utbygging av industriområde og kaianlegg ved Lutelandet i Fjaler er det foretatt en undersøkelse av miljøgifter i sedimenter. Resipientundersøkelsen representerer miljøgiftforholdene i resipienten før industriområdet tas i bruk. Det er gjort analyser av metaller, organiske miljøgifter, olje og nyere miljøgifter som bromerte flammehemmere (BHF), ftalater og klorparafiner. Det er i tillegg gjort toksisitetstester på sedimentene. Det ble ikke funnet forhøyede verdier av miljøgifter med unntak av en enkelt PAH-forbindelse, og de fleste analysene av organiske miljøgifter og nyere miljøgifter lå under deteksjonsgrensene for analysemetodene benyttet.

Fire emneord	Four keywords
1. Miljøgifter	1. Contaminants
2. Sedimenter	2. Sediments
3. Resipientanalyse	3. Recipient analyzes
4. Lutelandet	4. Lutelandet



Jarle Håvardstun
Prosjektleder



Marianne Olsen
Forskningsleder

**Sedimentundersøkelse ved Lutelandet i Fjaler
Kommune**

Forord

NIVA har gjennomført en sedimentundersøkelse med analyser av miljøgifter i sedimenter ved Lutelandet i Fjaler Kommune i Sogn og Fjordane. Undersøkelsene er utført av Norsk institutt for vannforskning (NIVA) på oppdrag av Lutelandet Offshore AS (LLOF). Jarle Håvardstun har vært prosjektleder på NIVA og har hatt kontakt mot oppdragsgiver. Til prøvetakingen ble fartøyet «Dokken» benyttet med Svein Åge Hatlem som båtfører.

Grimstad, 19.12.2016

Jarle Håvardstun

Innholdsfortegnelse

1	Bakgrunnsinformasjon	7
2	Materiale og metoder.....	8
2.1	Sedimentprøvetaking.....	8
2.2	Sedimentanalyser.....	9
3	Resultater	9
3.1	Beskrivelse av sediment	9
3.2	Metaller	10
3.3	PAH og PCB-forbindelser.....	11
3.4	Olje, dvs totalt hydrokarboninnhold (TPH, total petroleum hydrocarbon).....	12
3.5	Ftalater	13
3.6	Klorerte parafiner (kortkjedete; SCCP og mellomkjedete; MCCP)	14
3.7	Polybromerte difenyletere (PBDE).....	15
3.8	Toksisitetstester	16
4	Oppsummering.....	17
5	Referanser	18

Sammendrag

Det er foretatt en undersøkelse av miljøgifter i sedimenter ved Lutelandet. Resipientundersøkelsen representerer miljøtilstanden i resipienten før industriområdet tas i bruk. Det er gjort analyser av metaller, organiske miljøgifter, olje og nyere miljøgifter som bromerte flammehemmere (BHF), ftalater og klorparafiner. Det er i tillegg gjort toksisitetstester på sedimentene. Det ble ikke funnet forhøyede verdier av miljøgifter, med unntak av en enkeltforbindelse av PAH. De fleste analysene av organiske miljøgifter og nyere miljøgifter lå under deteksjonsgrensene for analysemetodene benyttet.

Summary

Title: Sediment survey at Lutelandet in Fjaler municipality, Sogn og Fjordane County, Norway.

Year: 2016

Author: Jarle Håvardstun

Source: Norwegian Institute for Water Research, ISBN 978-82-577-6837-9

A survey of contaminants in sediments was carried out at Lutelandet. The impact assessment reflects contaminant conditions in the recipient outside a planned industrial area prior to development of the area. Sediments were analyzed for metals, organic pollutants, oil and newer pollutants, such as brominated flame retardants (BHF), phthalates and chlorinated paraffins. In addition, toxicity tests on sediments were conducted. No elevated levels of pollutants were found, with the exception of one single compound of PAH. Most analyzes of organic contaminants and newer pollutants showed concentrations below the detection limits of the analytical methods used.

1 Bakgrunnsinformasjon

Lutelandet Offshore AS (LLOF) har blitt pålagt å gjennomføre en resipientundersøkelse for å dokumentere før-tilstanden i sedimenter utenfor ett planlagt industriområde. Området ligger i Fjaler kommune og er vist på kart i **Figur 1**. Undersøkelsene har fulgt Multiconsult sitt forslag til program i notat av 29.06.2011. (Hovda 2011). LLOF er ett av fire norske anlegg som er godkjente for mottak og resirkulering av utrangerte offshore installasjoner. Anlegget ligger på Fløholmen helt vest i Fjaler kommune i Sogn og Fjordane. Industriområdet grenser til Vannforekomsten 0280030302-C Vilnesfjorden-ytre.

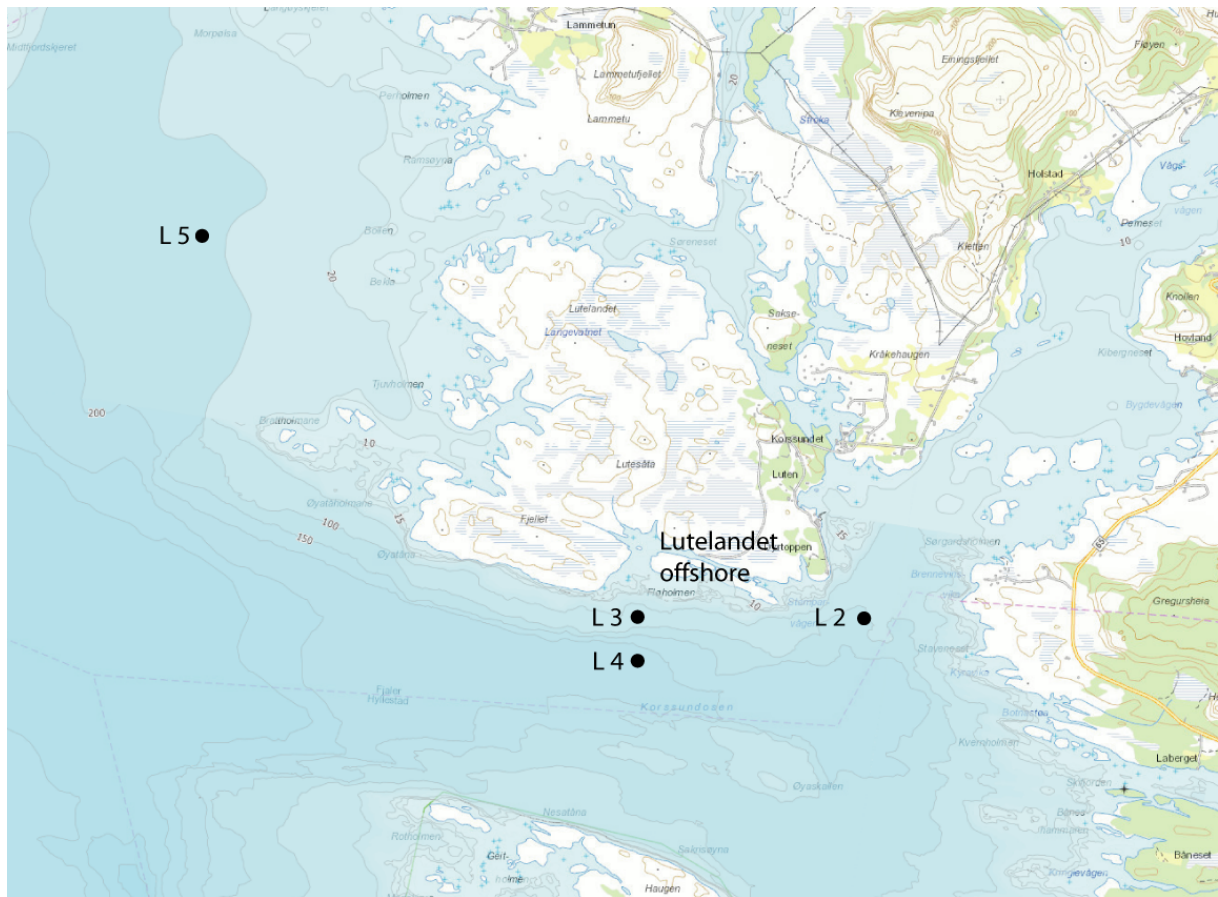


Figur 1. Kart som viser plasseringen av industriområdet ved Fløholmen helt syd på Lutelandet. Kartgrunnlag: Norgebilder.no.

2 Materiale og metoder

2.1 Sedimentprøvetaking

Det ble samlet inn sedimenter fra til sammen fire stasjoner som vist på kart i **Figur 2**. Innsamlingen ble foretatt etter retningslinjer gitt i norsk standard: «Vannundersøkelse. Prøvetaking. Del 19: Veiledning i sedimentprøvetaking i marine områder, ISO 5667-19:2004». Plasseringen av sedimentstasjonene avviker noe fra det foreslåtte stasjonsnettet til Multiconsult. Dette skyldes at flere av stasjonene var plassert der det var fjell, eller steinbunn. Stasjonene ble derfor flyttet til sjøbunnsarealer med sedimenter i nærheten av de foreslåtte prøvetakingsstasjonene. Prøvetakingen av sedimentene ble gjennomført 10.juli 2014 med fartøyet «Dokken» og Svein Åge Hatlem som båtfører. Sedimentprøvene ble tatt med en van Veen-grabb med ett prøvetakingsareal på 0,1 m². Det ble tatt tre parallelle prøver av overflatelaget (0-10 cm) fra hver av stasjonene. Hver grabbprøve ble inspisert gjennom grabbens toppluke for godkjenning av prøven, før materiale til sedimentanalyser ble tatt ut. Sedimentprøvene ble oppbevart i fryser frem til analyse.



Figur 2. Stasjonskart som viser prøvetakingspunktene og stasjonsnavn for sedimentprøvene.

Stasjonene L2, L3 og L4 ligger i nærområdet til industriområdet, mens stasjon L 5 som ligger lengre nord-vest ble opprettet som en referansestasjon. Informasjon om prøvetakingen (dyp, koordinater, stasjonsnavn) er gitt i **Tabell 1**.

Tabell 1. Posisjoner og prøvetakingsdyp for sedimentprøvene.

Stasjon	Posisjon nord	Posisjon øst	Dyp (m)
L2	61.246018	4.99947	94
L3	61.241715	4.97446	180
L4	61.240087	4.97453	212
L5	61.259943	4.917233	157

2.2 Sedimentanalyser

Alle kjemiske analyser ble utført av Eurofins' akkrediterte analyselaboratorium og ihht krav gitt i EU Direktiv 2009/90/EC, som beskriver tekniske spesifiseringer for kjemiske analyser og overvåking av tilstand i sedimenter. En fullstendig oversikt over analyserte parametere og metoder er vist i Vedlegg 1.

3 Resultater

3.1 Beskrivelse av sediment

En beskrivelse av sedimentene mht. dyp, kornstørrelse, TOC (totalt organisk karbon) og Ts (tørrstoff) er gitt i **Tabell 2**. Sedimentet på de to dypeste stasjonene, L 3 og L 4 var mer finkornet enn de øvrige stasjonene, og hadde også noe høyere innhold av organisk karbon. Dette indikerer at det er høyere sedimentering av organisk materiale på disse to stasjonene.

Tabell 2. Dyp, kornstørrelse og TOC (totalt organisk karbon) for stasjonene ved lutelandet, 2014. TOC analysene utgikk grunnet lite materiale på tre prøver.

Parameter	Enhet	L 2 I	L 2 II	L 2 III	L 3 I	L 3 II	L 3 III	L 4 I	L 4 II	L 4 III	L 5 I	L 5 II	L 5 III
Dyp	m	94	94	95	180	180	182	212	211	212	156	157	157
Korn (<63 µm)	%	35	36	40	78	86	79	84	84	82	50	50	50
TOC	% Ts	0,5	0,6	0,5	2,5	1,7	-	1,2	-	-	0,7	0,7	0,7
Ts	%	73,8	71,6	70,1	42,8	45,2	30,8	52,4	53,4	53,4	62,4	63,6	63,7

Alle resultatene er sammenlignet med gjeldende grenseverdier for miljøgifter i sediment, gitt i veileder «M-608, 2016, Grenseverdier for klassifisering av vann, sedimenter og biota». Denne veilederen erstatter Miljødirektoratets tidligere veiledere for grenseverdier og klassegrenser, TA-2229/2007 og TA-1467/1997 (Veiledere for klassifisering av miljøkvalitet i fjorder og kystfarvann).

Klassifiseringssystemet i Veileder M-608 gir klassegrenser for tilstandsklasse fra I til V, der grad av toksiske effekter med mulig skade på organismesamfunnet i sedimentene øker ved økende tilstandsklasse. Miljøgifter som klassifiseres til tilstandsklasse I, eller II forventes å ikke representere noen fare for toksiske effekter. Systemet med klassegrenser fra tilstandsklasse I-V og fargekode for hver tilstandsklasse er vist i **Figur 3**.

I Bakgrunn	II God	III Moderat	IV Dårlig	V Svært dårlig
Bakgrunnsnivå	Ingen toksiske effekter	Kroniske effekter ved langtids-eksponering	Akutt toksiske effekter ved kort-tidseksponering	Omfattende toksiske effekter
Øvre grense: bakgrunn	Øvre grense: AA-QS, PNEC	Øvre grense: MAC-QS, PNEC _{akutt}	Øvre grense: PNEC _{akutt} * AF ¹⁾	

Figur 3. Klassifiseringssystem for vann og sediment. Farge og romertall tilsvarer tilstandsklassene. Kilde Veileder M-608, 2016.

For toksisitetstestene av sediment er «Veileder M-409, Risikovurdering av forurenset sediment, 2016.» benyttet.

3.2 Metaller

Sedimentene ble analysert for metallene arsen (As), kadmium (Cd), bly (Pb), kvikksølv (Hg), nikkel (Ni), sink (Zn) og kobber (Cu). I **Tabell 3** er resultatene for metaller vist. Gjennomsnittsverdien av tre replikate prøver er klassifisert ihht Veileder M-608. Alle prøver ble klassifisert til tilstandsklasse II, God, eller lavere.

Tabell 3. Klassifisering av metallinnhold i sedimenter. Blå farge tilsvarer tilstandsklasse I, Bakgrunn, og grønn farge tilsvarer tilstandsklasse II, God. Alle enheter i mg/kg Ts.

Stasjon	replikant nr	Tørrestoff- (%)	Arsen (As)	Kadmium (Cd)	Krom (Cr)	Bly (Pb)	Kvikksølv (Hg)	Nikkel (Ni)	Sink (Zn)	Kobber (Cu)
L2	I	73,8	2,1	0,028	7,5	9,8	0,01	5,5	21	6,1
L2	II	71,6	2,1	0,027	8,9	9,7	0,011	6,4	23	6,1
L2	III	70,1	1,9	0,035	9	8,7	0,011	6,5	24	5,3
L2	snitt	71,8	2,0	0,03	8,5	9,4	0,01	6,1	23	6
L3	I	42,8	5,6	0,062	17	24	0,025	16	51	15
L3	II	45,2	4,6	0,068	17	26	0,025	14	46	16
L3	III	30,8	7,5	0,072	19	33	0,033	17	58	20
L3	snitt	39,6	5,9	0,07	18	27,7	0,028	15,7	52	17
L4	I	52,4		0,044	16	22	0,023	13	42	12
L4	II	53,4	2,8	0,042	15	21	0,021	13	43	12
L4	III	53,4	3	0,057	16	25	0,021	13	43	13
L4	snitt	53,1	2,9	0,05	16	22,7	0,022	13	43	12
L5	I	62,4	3,3	0,056	11	18	0,018	9,1	29	8,1
L5	II	63,6	2,9	0,037	12	15	0,018	9,3	30	6,8
L5	III	63,7	3	0,046	10	15	0,015	8,2	26	7
L5	snitt	63,2	3,1	0,05	11	16	0,017	8,9	28	7

3.3 PAH og PCB-forbindelser

Sedimentene ble analysert for 16 PAH-forbindelser (tjærestoffer) og sju PCB-forbindelser (polyklorete bifenyler). I **Tabell 4** er resultatene for klassifiseringen av PAH-forbindelser vist, og i **Tabell 5** klassifiseringen for PCB-forbindelser.

Tabell 4. Klassifisering av PAH-forbindelser i sedimenter. Gjennomsnittsverdien av tre replikate prøver er klassifisert. Farge tilsvarer tilstandsklasse ihht. Veileder M-608. **Figur 1.** Alle enheter er mg/kg Ts.

Forbindelse	Snitt L2 I-III	Snitt L3 I-III	Snitt L4 I-III	Snitt L5 I-III
Acenaphtene	< 0,010	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Acenaphthylene	< 0,010	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Anthracene	< 0,010	< 0,010	< 0,010	0,013
Benzo(a)anthracene	< 0,010	0,018	0,016	0,03
Benzo(a)pyrene	< 0,010	0,029	0,028	0,04
Benzo(b)fluoranthene	0,024	0,024	0,08	0,07
Benzo(ghi)perylene	0,018	0,059	0,07	0,044
Benzo(k)fluoranthene		0,023	0,021	0,019
Chrysene	< 0,010	0,019	0,015	0,036
Dibenzo(a,h)anthracene	< 0,010	0,01	0,07	0,008
Fluoranthene	< 0,010	0,031	0,027	0,067
Fluorene	< 0,010	< 0,010	< 0,010	0,009
Indeno(1,2,3-cd) pyrene	0,019	0,068*	0,083*	0,051
Naphtalene	< 0,010	< 0,010	< 0,010	0,007
Phenanthrene	< 0,010	0,016	0,012	0,049
Pyrene	< 0,010	0,024	0,02	0,055

*Det er ikke utarbeidet grenseverdier for tilstandsklasse III, forbindelsen blir derfor klassifisert til tilstandsklasse IV.

Det var to enkeltverdier av PAH-forbindelsen Indeno(1,2,3-cd-pyren) som overskred tilstandsklasse II, på stasjonene L3 og L4. Klassegrensen mellom klasse II og IV for denne forbindelsen er imidlertid på 0,063 mg/kg Ts (det er ikke utarbeidet verdier for tilstandsklasse III) og overskridelsen er derfor å anse som liten.

Tabell 5. Klassifisering av PCB₇ i sedimenter. Blå farge tilsvarer tilstandsklasse I. I.P. betyr ikke påvist, og resultatene er lavere enn deteksjonsgrensen for analysene (0,00050 mg/kg Ts). Alle enheter er mg/kg Ts.

Stasjon	replikant nr	sum PCB7
L2	I	I.P
L2	II	I.P
L2	III	I.P
L2	snitt	I.P
L3	I	I.P
L3	II	I.P
L3	III	I.P
L3	snitt	I.P
L4	I	I.P
L4	II	I.P
L4	III	I.P
L4	snitt	I.P
L5	I	I.P
L5	II	I.P
L5	III	I.P
L5	snitt	I.P

Det ble ikke påvist PCB-forbindelser på noen av stasjonene. Alle prøver ble klassifisert til tilstandsklasse I, God.

3.4 Olje, dvs totalt hydrokarboninnhold (TPH, total petroleum hydrocarbon)

Sedimentene ble analysert for følgende olje-forbindelser der C står for antall karbonatomer i kjeden: C5-C8, C8-C10, C10-C12, C12-C 16, og C16-C35. I **Tabell 6** er innholdet av oljeforbindelser i sedimenter vist som summen av de analyserte forbindelsene C5-C35. Det er ikke utarbeidet tilstandsklasser for oljeforbindelser.

Tabell 6. Konsentrasjon av oljeforbindelser i sediment. I.P. betyr ikke påvist, og resultatene er lavere enn deteksjonsgrensen for analysene (<5-20 mg/kg Ts).

Stasjon	replikant nr	SUM TPH (>C5-C35)
L2	I	I.P.
L2	II	I.P.
L2	III	I.P.
L2	snitt	I.P.
L3	I	I.P.
L3	II	I.P.
L3	III	I.P.
L3	snitt	I.P.
L4	I	I.P.
L4	II	I.P.
L4	III	I.P.
L4	snitt	I.P.
L5	I	I.P.
L5	II	I.P.
L5	III	I.P.
L5	snitt	I.P.

Det ble ikke påvist noen forekomst av olje-forbindelser over deteksjonsgrensen for analysemetodene benyttet, på noen av stasjonene.

3.5 Ftalater

Ftalater er en stoffgruppe som består av mange forskjellige stoffer. Mange ftalater har reproduksjonsskadelige og/eller miljøskadelige effekter. Ftalater brukes hovedsakelig som mykgjørere i plast, og finnes i mange produkter vi bruker daglig. Både mennesker og miljø kan derfor bli eksponert for ftalater. I **Tabell 7** er resultatene for innhold av ftalater i sedimentprøvene vist. Det er kun utarbeidet tilstandsklasse for forbindelsen DEHP.

Tabell 7. Innhold av ftalater i sedimentprøvene. I.P. betyr ikke påvist. Alle konsentrasjoner var under deteksjonsgrensene for analysemetoden benyttet. Det er kun utarbeidet tilstandsklasse for forbindelsen DEHP. Alle enheter er mg/kg Ts.

Stasjon	replikant nr	Dimetyl-ftalat	Dietyl-ftalat	Di-n-propyl-ftalat	Dibutyl-ftalat (DBP)	Di-cyklohexyl-ftalat	Di-n-oktyl-ftalat (DNOP)	Diisononyl-ftalat (DINP)	Diisodekyl-ftalat (DIDP)	Dietylheksyl-ftalat (DEHP)	Butylbenzyl-ftalat (BBP)
L2	I	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L2	II	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L2	III	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L2	Snitt	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.
L3	I	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L3	II	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L3	III	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L3	Snitt	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.
L4	I	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L4	II	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L4	III	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L4	Snitt	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.
L5	I	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L5	II	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L5	III	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<10	<10	<1,0	<1,0
L5	Snitt	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.	I.P.

Forbindelsen DEHP (Dietylheksylftalat) er den eneste ftalatforbindelsen som står på prioritetslisten til Miljødirektoratet. Det innebærer at det er en forbindelse hvor det er en nasjonal målsetting at utslipp og bruk hvor alle utslipp skal stanses innen 2020. Verken DEHP, eller andre ftalatforbindelser ble påvist i sedimentprøvene.

3.6 Klorerte parafiner (kortkjedete; SCCP og mellomkjedete; MCCP)

Klorparafiner er en gruppe forbindelser med egenskaper som gjør at de kan oppkonsentreres i organismer (bioakkumulerer) og de brytes sakte ned i naturen (er persistente). De er skadelige for dyr og mennesker og kan forårsake uønskede langtidsvirkninger i miljøet. Klorparafiner med kort kjedelengde har større tendens til å oppkonsentreres i dyr enn forbindelser med lengre kjedelengde. Mellomkjedete klorparafiner er også bioakkumulerende og tungt nedbrytbare, og kan forårsake uønskede langtidseffekter i miljøet. Både kortkjedete og mellomkjedete klorparafiner er klassifisert som miljøskadelige og meget giftige for vannlevende organismer. Det er ikke utarbeidet tilstandsklasser for klorparafiner.

Tabell 8. Innholdet av klorerte parafiner i sedimentprøvene (SCCP er kortkjedete og MCCP er mellomkjedete klorerte parafiner). Alle verdier var under deteksjonsgrensene for analysemetoden benyttet.

Stasjon	replikant nr	SCCP (C10-C13)	MCCP (C14-C17)
L2	I	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L2	II	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L2	III	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L2	snitt	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L3	I	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L3	II	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L3	III	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L3	snitt	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L4	I	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L4	II	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L4	III	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L4	snitt	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L5	I	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L5	II	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L5	III	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)
L5	snitt	I.P. (<0,0096 mg/kg Ts)	I.P. (<0,0936 mg/kg Ts)

Det ble ikke påvist konsentrasjoner av klorerte parafiner over deteksjonsgrensene for analysemetodene benyttet.

3.7 Polybromerte difenyletere (PBDE)

Polybromerte difenyletere er betegnelsen på en gruppe organiske stoffer der alle inneholder brom som bidrar til å hindre utvikling av branner. PBDE-forbindelser finnes bla. i elektriske og elektroniske artikler og kan også finnes i biler, i isolasjonsmaterialer av plast (polystyren) og i tekstiler til madrasser, sengetøy, møbler og arbeidstøy. Det ble ikke funnet forhøyede verdier av noen av disse forbindelsene i sedimentprøvene, siden alle forbindelser lå under deteksjonsgrensen for analysemetodene benyttet.

Tabell 9. Innhold av PBDE-forbindelser i sediment. I.P betyr ikke påvist. Alle konsentrasjoner i µg/kg t.v.

Forbindelse	L2 I-III	L3 I-III	L4 I-III	L5 I-III
(BDE-17)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)
BDE-28)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)	I.P. (<0,030)
(BDE-47)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)
(BDE-49)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)
(BDE-66)	I.P. (<0,064)	I.P. (<0,064)	I.P. (<0,064)	I.P. (<0,064)
(BDE-71)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)
(BDE-77)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)	I.P. (<0,061)
(BDE-85)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)
(BDE-99)	I.P. (<0,14)	I.P. (<0,14)	I.P. (<0,14)	I.P. (<0,14)
(BDE-100)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)
(BDE-119)	I.P. (<0,15)	I.P. (<0,15)	I.P. (<0,15)	I.P. (<0,15)
(BDE-126)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)	I.P. (<0,12)
(BDE-138)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)
(BDE-153)	I.P. (<0,19)	I.P. (<0,19)	I.P. (<0,19)	I.P. (<0,19)
(BDE-154)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)	I.P. (<0,18)
(BDE-156)	I.P. (<0,39)	I.P. (<0,39)	I.P. (<0,39)	I.P. (<0,39)
(BDE-183)	I.P. (<0,30)	I.P. (<0,30)	I.P. (<0,30)	I.P. (<0,30)
(BDE-196)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)
(BDE-197)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)	I.P. (<0,61)
(BDE-206)	I.P. (<1,5)	I.P. (<1,5)	I.P. (<1,5)	I.P. (<1,5)
(BDE-207)	I.P. (<1,2)	I.P. (<1,2)	I.P. (<1,2)	I.P. (<1,2)
(BDE-209)	I.P. (<3,0)	I.P. (<3,0)	I.P. (<3,0)	I.P. (<3,0)

3.8 Toksisitetstester

Toksisitetstester benyttes for å avdekke mulige effekter av stoffer som ikke inngår i det kjemiske analyseprogrammet, og eventuelt samvirkende effekter av flere stoffer. Det ble utført to tester; DR CALUX-test og veksthemming av *Crassostrea gigas* (østerslarver). DR CALUX-testen påviser eventuelle effekter av dioksiner og dioksinlignende PCB og erstatter kjemiske analyser av disse forbindelsene. Ingen av prøvene overskred grenseverdien for DR CALUX testene. Porevannets toksisitet ble undersøkt ved å benytte *Crassostera gigas* larver og eksponere dem for ulike doser av porevannsekstraktet. Verdiene for DR CALUX er lagt inn i regnearket fra veileder «M-409 risikovurdering av forurenset sediment». Resultatene er vist i

Tabell 10.

Tabell 10. Målt økotoksisitet sammenlignet med grenseverdier, gitt i regneark fra Veileder M-409. Ved eventuell overskridelse ville størrelsen av overskridelsen framkommet i gul kolonne.

Parameter	Målt økotoks		Grenseverdi for økotoksisitet	Målt økotoksisitet i forhold til grenseverdi (antall ganger):	
	Maks	Middel		Maks	Middel
Porevann, Skeletonema (TU)	ikke målt	ikke målt	1,0		
Porevann, Tisbe battagliai (TU)	ikke målt	ikke målt	1,0		
Porevann, Crassostrea gigas (TU)	ikke målt	ikke målt	1,0		
Organisk ekstrakt, DRCalux/EROD (TEQ i ng/kg)	42	26,025	TEQ < 50 ng/kg		
Helsedimenttest, Arenicola marina (% dødelighet)	ikke målt	ikke målt	20 %		
Helsedimenttest, Corophium volutator (% dødelighet)	ikke målt	ikke målt	20 %		

Verdiene for *Crassostera gigas* er ikke lagt inn i regnearket siden testen har blitt utført noe avvikende fra oppsettet i Risikoveilederen, der dødelighet av larver i en periode på 48 timer inngår. I denne testen har det blitt målt på veksthemming (utvikling) av larver over ett tidsintervall på 24 timer. I følge veileder M-409 skal endepunktet også være LC50 (dødelighet), og ikke EC50 (veksthemming) for utvikling. Resultatene er imidlertid lagt ved i vedlegg 1, men kan ikke benyttes til videre tolkning iht. Risikoveilederen.

4 Oppsummering

Sedimentanalysene viste ett naturlig bakgrunnsnivå for miljøgifter i sedimenter, forholdsvis upåvirket av industriutslipp. Det var kun en enkelt PAH-forbindelse (Indeno 1,2,3,-cd pyren) som overskred bakgrunnsnivået noe. Grunnen til at denne forbindelsen ble klassifisert til tilstandsklasse IV, er at det ikke er utarbeidet grenseverdier for tilstandsklasse III, for denne forbindelsen. Analysene gjennomført i denne undersøkelsen gir ett bilde av forurensningssituasjonen i sedimentene ved Lutelandet før ett nytt industrianlegg tas i bruk. Verdiene vil danne utgangspunkt for før-tilstanden og kan brukes som sammenligningsgrunnlag for eventuelt oppfølgende undersøkelser i resipienten.

5 Referanser

Direktiv 2009/90 EC, Technical specifications for chemical analysis and monitoring of water status, Pursuant to Directive 2000/60/EC of the European Parliament and of the Council.

Hovda, Joar. 2011. Forslag til programforslag for resipientundersøking. Multiconsult, Notat 613079-RIM-NOT-001. 2011

M-409/2016. Breedveld, G., Ruus, A., Bakke, T., Kibsgaard, A., Arp, H, P. 2015. Risikovurdering av forurenset sediment. Miljødirektoratet 2015.

M-608/2016. Pettersen, R. Grenseverdier for klassifisering av vann, sediment og biota. Miljødirektoratet. 24 s.

NS-EN ISO 5667-19 2004. Vannundersøkelse. Prøvetaking. Del 19: Veiledning i sedimentprøvetaking i marine områder (ISO 5667-19:2004).

Vedlegg A. Analyseresultater kjemi



Ganstadalleen 21
0349 Oslo
Tel: 02348 / (+47) 22 18 51 00
E-post: niva@niva.no

ANALYSERAPPORT



RapportID: 4176

Kunde: Jarle Håvardstun
Prosjektnummer: O 16315 - Luteland Sedimenter

Analyseoppdrag: 460-3339
Versjon: 1
Dato: 16.11.2016

10/11/2016 ALR: TOC utgikk på prøve NR-2016-07309, NR-2016-07311 og NR-2016-07312 grunnet for lite prøvemengde. Dette iht. prioriteringsliste mottatt fra prosjektleder.

N.D. = not detected

Prøvenr.: NR-2016-07304 **Prøvemerkning:** L2 - Replikat I
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dibutylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Diosodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Diisononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dimetylitalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-tykloheksylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	35	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,010	mg/kg TS		0,001	Eurofins e)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	2,1	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Bly	NS EN ISO 17294-2	9,8	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,028	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofins e)
Kobber	NS EN ISO 11885	6,1	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Krom	NS EN ISO 11885	7,5	mg/kg TS		0,3	Eurofins e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	5,5	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Sink	NS EN ISO 11885	21	mg/kg TS		2	Eurofins e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	0,46	% TS	30%	0,1	Eurofins a)
Aceaften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Aceaftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,027	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fenantren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 1 av 23

Provenr.: NR-2016-07304 Provermerking: L2 - Replikat I
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Krysen+Triphenylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fyren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,067	mg/kg TS			Eurofins e)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,60	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,60	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	88,1	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	9,98	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

a) Eurofins Environment Testing Norway AS, NS/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003

b) Eurofins - GEA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-FL-14629-01-00

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Prøvent.: NR-2016-07305 **Prøvemerkning:** L2 - Replikat II
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
BDE197	Internal Method 1	< 0,55	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,1	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,1	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,8	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,028	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	74,0	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	8,64	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins c)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

a) Eurofins Environment Testing Norway AS, N5/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003

b) Eurofins - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-FL-14629-01-00

c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Prøvent.: NR-2016-07306 **Prøvemerkning:** L2 - Replikat III
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dibutylfitalat (DBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylalal (DEF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dioodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dioctononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereportoren må kun gjengi i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 4 av 23

Provenr.: NR-2016-07306 **Prøvemerkning: L2 - Replikat III**
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Dimetylfталт (DMP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-n-oktylfталт (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-n-propylfталт	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-sykløheksylfталт	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	40	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,011	mg/kg TS		0,001	Eurofin: c)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	1,9	mg/kg TS		0,5	Eurofin: c)
Bly	NS EN ISO 17294-2	8,7	mg/kg TS		0,5	Eurofin: c)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,035	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofin: c)
Kobber	NS EN ISO 11885	5,3	mg/kg TS		0,5	Eurofin: c)
Krom	NS EN ISO 11885	9,0	mg/kg TS		0,3	Eurofin: c)
Nikkel	NS EN ISO 11885	6,5	mg/kg TS		0,5	Eurofin: c)
Sink	NS EN ISO 11885	24	mg/kg TS		2	Eurofin: c)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	0,53	% TS	30%	0,1	Eurofin: a)
Ace-naften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Ace-naftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,017	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Benzo[g,h,i]perylen	ISO 18287, mod.	0,018	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Fenanten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,018	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Krysen+Trifenylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Pyren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: c)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,053	mg/kg TS			Eurofin: c)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,29	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,9	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofin: b)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

Side 5 av 23

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Målesikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analyserapporten må kun gjengi i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Prøvenr.: NR-2016-07306 **Prøvemerkning:** L2 - Replikat III
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
BDE71	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg T5		0	Eurofin b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg T5		0	Eurofin b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg T5		0	Eurofin b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg T5	20%		Eurofin
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg T5			Eurofin b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	92,9	µg/kg T5			Eurofin b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg T5			Eurofin b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	11,5	µg/kg T5			Eurofin b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin c)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin c)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg T5		20	Eurofin c)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg T5		5	Eurofin c)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin c)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg T5			Eurofin

- a) Eurofin: Environment Testing Norway AS, NS/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003
 b) Eurofin: - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00
 c) Eurofin: Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Prøvenr.: NR-2016-07307 **Prøvemerkning:** L3 - Replikat I
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Burylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Diburylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Dietylfitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Dietylhekylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Diisodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg T5		10	Eurofin
Diisononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg T5		10	Eurofin
Dimetylfitalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
Di-syklodekylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	78	% T5	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,025	mg/kg T5		0,001	Eurofin c)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	5,6	mg/kg T5		0,5	Eurofin c)
Bly	NS EN ISO 17294-2	24	mg/kg T5		0,5	Eurofin c)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 6 av 23

Provenr.: NR-2016-07307 Provermerking: L3 - Replikat I
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,062	mg/kg TS	25%	0,01	Eurofin: c)
Kobber	NS EN ISO 11885	15	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Krom	NS EN ISO 11885	17	mg/kg TS		0,3	Eurofin: e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	16	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Sink	NS EN ISO 11885	51	mg/kg TS		2	Eurofin: e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	2,5	% TS	20%	0,1	Eurofin: a)
Ace-naften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Ace-naftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Antraцен	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Benzo[a]antraцен	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,026	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,052	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,035	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Dibenzo[a,h]antraцен	ISO 18287, mod.	0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,028	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,043	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Kyseen+Trifenylene	ISO 18287, mod.	0,016	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,26	mg/kg TS			Eurofin: e)
EDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE17	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE196	Internal Method 1	< 0,60	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE197	Internal Method 1	< 0,60	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE28	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE47	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE49	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE66	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE71	Internal Method 1	< 0,060	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
EDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofin: b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analyserapporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Provenr.: NR-2016-07307 Provermerking: L3 - Replikat I
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underler.
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofin: e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofin:
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofin: b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	105	µg/kg TS			Eurofin: b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofin: b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	11,3	µg/kg TS			Eurofin: b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofin: e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofin: e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofin: e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofin: e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofin: e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofin:

a) Eurofin: Environment Testing Norway AS, NS/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003

b) Eurofin: - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

c) Eurofin: Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07308 Provermerking: L3 - Replikat II
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underler.
Butylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Dibutylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Dietylalfat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Diisodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofin:
Diisononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofin:
Dimetylalfat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
Di-nykloheksylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofin:
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	86	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,025	mg/kg TS		0,001	Eurofin: e)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	4,6	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Bly	NS EN ISO 17294-2	26	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,068	mg/kg TS	25%	0,01	Eurofin: e)
Kobber	NS EN ISO 11885	16	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Krom	NS EN ISO 11885	17	mg/kg TS		0,3	Eurofin: e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	14	mg/kg TS		0,5	Eurofin: e)
Sink	NS EN ISO 11885	46	mg/kg TS		2	Eurofin: e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	1,7	% TS	20%	0,1	Eurofin: a)
Aceaften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)
Aceaftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofin: e)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 8 av 23

Provenr.: NR-2016-07308 Provermerking: L3 - Replikat II
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakingsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,030	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,11	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[g,h,i]perylen	ISO 18287, mod.	0,064	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,023	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Dibenz[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,017	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,034	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,077	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Krysen+Trifenylen	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,027	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,42	mg/kg TS			Eurofins e)
EDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE17	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE196	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE197	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE28	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE47	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE49	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE66	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE71	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP ekvl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	127	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP ekvl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	14,5	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analyserapporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 9 av 23

Provenr.: NR-2016-07309 Provermerking: L3 - Replikat III
 Provetype: SEDIMENT
 Provetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,084	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Krysen+Trifenylene	ISO 18287, mod.	0,021	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fyren	ISO 18287, mod.	0,026	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,45	mg/kg TS			Eurofins e)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,61	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,61	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	139	µg/kg TS			Eurofins b)
SOCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SOCP inkl. LOQ	Internal Method 1	15,8	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

b) Eurofins - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

Side 11 av 23

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Provenr.: NR-2016-07310 Provermerking: L4 - Replikat I
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Burylbenzylfitalat (BBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Diburylfitalat (DBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Diosodekylfitalat (DIDF)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Diisononylfitalat (DINF)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dimetylitalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-syklodekylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	84	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,023	mg/kg TS		0,001	Eurofins e)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	2,8	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Bly	NS EN ISO 17294-2	22	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,044	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofins e)
Kobber	NS EN ISO 11885	12	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Krom	NS EN ISO 11885	16	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	13	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Sink	NS EN ISO 11885	42	mg/kg TS		2	Eurofins e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	1,2	% TS	20%	0,1	Eurofins a)
Acenafiten	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Acenafylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,016	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,028	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,073	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,069	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,018	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	0,019	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fenanten	ISO 18287, mod.	0,012	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,027	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,080	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Krysen+Triphenylen	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,021	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,38	mg/kg TS			Eurofins e)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,29	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analyserapporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Provenr.: NR-2016-07310 **Prøvemerking:** L4 - Replikat I
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,9	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofinas
MCCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofinas b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	109	µg/kg TS			Eurofinas b)
SCCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofinas b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	12,2	µg/kg TS			Eurofinas b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofinas c)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofinas

a) Eurofinas: Environment Testing Norway AS, N5/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003

b) Eurofinas - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

c) Eurofinas: Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07311 **Prøvemerking:** L4 - Replikat II
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfталat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Dibutylfталat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Dietylфталat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Dietylheksylfталat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Dioodekylfталat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofinas
Diononylfталat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofinas
Dimetylфталat (DMP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Di-n-oktylfталat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas

Tegaforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 13 av 23

Provenr.: NR-2016-07311 Provermerking: L4 - Replikat II
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-sykloheksylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	84	% TS	20%		
Kvikksølv	N5-EN ISO 12846	0,021	mg/kg TS		0,001	Eurofins e)
Arsen	N5 EN ISO 17294-2	3,0	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Bly	N5 EN ISO 17294-2	21	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Kadmium	N5 EN ISO 17294-2	0,042	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofins e)
Kobber	N5 EN ISO 11885	12	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Krom	N5 EN ISO 11885	15	mg/kg TS		0,3	Eurofins e)
Nikkel	N5 EN ISO 11885	13	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Sink	N5 EN ISO 11885	43	mg/kg TS		2	Eurofins e)
Ace-naften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Ace-naftilen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,017	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,026	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,096	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,065	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,023	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Dibenz[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,012	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,026	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,074	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Krysen+Triphenylen	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,37	mg/kg TS			Eurofins e)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,154	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,125	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE136	Internal Method 1	< 0,226	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,191	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,398	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,0481	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,61	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,61	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,47	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,0443	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,061	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,0643	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,0611	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,181	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,140	µg/kg TS		0	Eurofins b)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

Side 14 av 23

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Provenr.: NR-2016-07311 **Proveverking:** L4 - Replikat II
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg T5		0,0005	Eurofin: e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg T5	20%		Eurofin:
MCCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg T5			Eurofin: b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	93,6	µg/kg T5			Eurofin: b)
SCCP ekskl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg T5			Eurofin: b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	9,61	µg/kg T5			Eurofin: b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin: e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin: e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg T5		20	Eurofin: e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg T5		5	Eurofin: e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg T5		5	Eurofin: e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg T5			Eurofin:

b) Eurofin: - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

e) Eurofin: Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07312 **Proveverking:** L4 - Replikat III
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Dibutylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Dietylitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Diosodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg T5		10	Eurofin:
Diosononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg T5		10	Eurofin:
Dimetylitalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
Di-syklodekylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg T5		1	Eurofin:
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	82	% T5	20%		
Kvikksølv	N5-EN ISO 12846	0,021	mg/kg T5		0,001	Eurofin: e)
Arsen	N5 EN ISO 17294-2	3,1	mg/kg T5		0,5	Eurofin: e)
Bly	N5 EN ISO 17294-2	25	mg/kg T5		0,5	Eurofin: e)
Kadmium	N5 EN ISO 17294-2	0,057	mg/kg T5	25%	0,01	Eurofin: e)
Kobber	N5 EN ISO 11885	13	mg/kg T5		0,5	Eurofin: e)
Krom	N5 EN ISO 11885	16	mg/kg T5		0,3	Eurofin: e)
Nikkel	N5 EN ISO 11885	13	mg/kg T5		0,5	Eurofin: e)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 15 av 23

Provenr.: NR-2016-07312 Provermerking: L4 - Replikant III
 Provetype: SEDIMENT
 Provetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Sink	NS EN ISO 11885	43	mg/kg TS		2	Eurofinas c)
Ace-naften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Ace-naftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,029	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,078	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,080	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,021	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	0,016	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,012	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,027	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,094	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Krysen+Triphenylene	ISO 18287, mod.	0,016	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,41	mg/kg TS			Eurofinas c)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,29	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,58	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,58	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,9	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofinas
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofinas b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	96,8	µg/kg TS			Eurofinas b)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

Side 16 av 23

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Prøvenr.: NR-2016-07312 **Prøvemerkning:** L4 - Replikat III
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
SCCP ekkl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	8,72	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

b) Eurofins - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Prøvenr.: NR-2016-07313 **Prøvemerkning:** L5 - Replikat I
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dibutylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Diisodekylfitalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Diisononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dimetylitalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-sykløheksylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	50	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,018	mg/kg TS		0,001	Eurofins e)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	3,3	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Bly	NS EN ISO 17294-2	18	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,056	mg/kg TS	25%	0,01	Eurofins e)
Kobber	NS EN ISO 11885	8,1	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Krom	NS EN ISO 11885	11	mg/kg TS		0,3	Eurofins e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	9,1	mg/kg TS		0,5	Eurofins e)
Sink	NS EN ISO 11885	29	mg/kg TS		2	Eurofins e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	0,73	% TS	30%	0,1	Eurofins a)
Acenaften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Acenaftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,011	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,019	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,066	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[g,h,i]perylene	ISO 18287, mod.	0,044	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,017	mg/kg TS		0,01	Eurofins e)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 17 av 23

Provenr.: NR-2016-07313 Provermerking: L5 - Replikat I
 Provetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fenantren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,017	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,050	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Krysen+Trifenylene	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,015	mg/kg TS		0,01	Eurofinas c)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,24	mg/kg TS			Eurofinas c)
BDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE138	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE153	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE154	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE156	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE17	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,29	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,58	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,58	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,9	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,029	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,058	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofinas c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofinas
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofinas b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	102	µg/kg TS			Eurofinas b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofinas b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	9,99	µg/kg TS			Eurofinas b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofinas c)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofinas c)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofinas

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

- a) Eurofins Environment Testing Norway AS, NS/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003
 b) Eurofins - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00
 c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07314 Prøvemerking: L5 - Replikat II
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dibutylfitalat (DBP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylitalat (DEP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylheksylfitalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dioodekylfitalat (DDFP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dionononylfitalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofins
Dimetylitalat (DMP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-oktylfitalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-n-propylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Di-nyklodekylfitalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	50	% TS	20%		
Kvikksolv	NS-EN ISO 12846	0,018	mg/kg TS		0,001	Eurofins c)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	2,9	mg/kg TS		0,5	Eurofins c)
Bly	NS EN ISO 17294-2	15	mg/kg TS		0,5	Eurofins c)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,037	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofins c)
Kobber	NS EN ISO 11885	6,8	mg/kg TS		0,5	Eurofins c)
Krom	NS EN ISO 11885	12	mg/kg TS		0,3	Eurofins c)
Nikkel	NS EN ISO 11885	9,3	mg/kg TS		0,5	Eurofins c)
Sink	NS EN ISO 11885	30	mg/kg TS		2	Eurofins c)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	0,72	% TS	30%	0,1	Eurofins a)
Ace-naften	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Ace-naftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,012	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,020	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,040	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Benzo[g,h,i]perylen	ISO 18287, mod.	0,037	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,014	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,012	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,022	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Fluoren	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,044	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Krysen+Trifenylen	ISO 18287, mod.	0,011	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Naftalen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Pyren	ISO 18287, mod.	0,019	mg/kg TS		0,01	Eurofins c)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,23	mg/kg TS			Eurofins c)
EDE100	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE119	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE126	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE138	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE153	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE154	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE156	Internal Method 1	< 0,17	µg/kg TS		0	Eurofins b)

Teguforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analyserapporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 19 av 23

Provenr.: NR-2016-07314 Provemerkning: L5 - Replikat II
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
BDE17	Internal Method 1	< 0,028	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE183	Internal Method 1	< 0,28	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE196	Internal Method 1	< 0,55	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE197	Internal Method 1	< 0,55	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE206	Internal Method 1	< 1,1	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE207	Internal Method 1	< 1,1	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE209	Internal Method 1	< 2,8	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE28	Internal Method 1	< 0,028	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE47	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE49	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE66	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE71	Internal Method 1	< 0,055	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE85	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
BDE99	Internal Method 1	< 0,11	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins e)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP ekkl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	99,1	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP ekkl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	10,3	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins e)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins e)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

a) Eurofins Environment Testing Norway AS, NS/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003

b) Eurofins - GfA Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00

c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07315 Provemerkning: L5 - Replikat III
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Butylbenzylfitalat (BBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dibutylfitalat (DBF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins
Dietylfitalat (DEF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofins

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengi i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Prøvenr.: NR-2016-07315
 Prøvetype: SEDIMENT
 Prøvetakningsdato: 09.07.2014
 Prøve mottatt dato: 23.09.2016
 Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Prøvemerkning: L5 - Replikat III

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Dietylheksylftalat (DEHP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Diosodekylftalat (DIDP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofinas
Diiisononylftalat (DINP)	CEN/TS 16183	<10	mg/kg TS		10	Eurofinas
Dimetylftalat (DMF)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Di-n-oktylftalat (DNOP)	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Di-n-propylftalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
Di-syklodekylftalat	CEN/TS 16183	<1,0	mg/kg TS		1	Eurofinas
<63 µm*	Intern metode (INTERN_NIVA)	50	% TS	20%		
Kvikksølv	NS-EN ISO 12846	0,015	mg/kg TS		0,001	Eurofinas e)
Arsen	NS EN ISO 17294-2	3,0	mg/kg TS		0,5	Eurofinas e)
Bly	NS EN ISO 17294-2	15	mg/kg TS		0,5	Eurofinas e)
Kadmium	NS EN ISO 17294-2	0,046	mg/kg TS	40%	0,01	Eurofinas e)
Kobber	NS EN ISO 11885	7,0	mg/kg TS		0,5	Eurofinas e)
Krom	NS EN ISO 11885	10	mg/kg TS		0,3	Eurofinas e)
Nikkel	NS EN ISO 11885	8,2	mg/kg TS		0,5	Eurofinas e)
Sink	NS EN ISO 11885	26	mg/kg TS		2	Eurofinas e)
Totalt organisk karbon	Internal Method 1	0,73	% TS	30%	0,1	Eurofinas a)
Aceaften	ISO 18287, mod.	0,025	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Aceaftylen	ISO 18287, mod.	< 0,010	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Antracen	ISO 18287, mod.	0,030	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Benzo[a]antracen	ISO 18287, mod.	0,071	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Benzo[a]pyren	ISO 18287, mod.	0,077	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Benzo[b]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,089	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Benzo[ghi]perylen	ISO 18287, mod.	0,050	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Benzo[k]fluoranten	ISO 18287, mod.	0,027	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Dibenzo[a,h]antracen	ISO 18287, mod.	0,014	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Fenantren	ISO 18287, mod.	0,13	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Fluoranten	ISO 18287, mod.	0,16	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Fluoren	ISO 18287, mod.	0,018	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Indeno[1,2,3-cd]pyren	ISO 18287, mod.	0,060	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Kyseten+Tiafenylen	ISO 18287, mod.	0,066	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Naftalen	ISO 18287, mod.	0,011	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Fyren	ISO 18287, mod.	0,13	mg/kg TS		0,01	Eurofinas e)
Sum PAH 16	ISO 18287, mod.	0,96	mg/kg TS			Eurofinas e)
EDE100	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE119	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE126	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE136	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE153	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE154	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE156	Internal Method 1	< 0,18	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE17	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE183	Internal Method 1	< 0,30	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE196	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE197	Internal Method 1	< 0,59	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE206	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE207	Internal Method 1	< 1,2	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE209	Internal Method 1	< 3,0	µg/kg TS		0	Eurofinas b)
EDE28	Internal Method 1	< 0,030	µg/kg TS		0	Eurofinas b)

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 21 av 23

Provenr.: NR-2016-07315 **Prøvemerkning:** L5 - Replikant III
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: 30.09.2016 - 14.11.2016

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
EDE47	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE49	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE66	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE71	Internal Method 1	< 0,059	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE85	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
EDE99	Internal Method 1	< 0,12	µg/kg TS		0	Eurofins b)
PCB 101	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 118	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 138	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 153	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 180	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 28	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
PCB 52	EN 16167	< 0,00050	mg/kg TS		0,0005	Eurofins c)
Sum PCB 7	Intern metode (EKSTERN_EF)	N.D.	µg/kg TS	20%		Eurofins
MCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
MCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	139	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP eksl. LOQ	Internal Method 1	ND	µg/kg TS			Eurofins b)
SCCP inkl. LOQ	Internal Method 1	13,3	µg/kg TS			Eurofins b)
>C10-C12	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C12-C16	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C16-C35	ISO 16703 mod	<20	mg/kg TS		20	Eurofins c)
>C5-C8	EPA 5021	< 5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
>C8-C10	ISO 16703 mod	<5,0	mg/kg TS		5	Eurofins c)
Sum THC (>C5-C35)	ISO/DIS 16703-Mod	N.D.	mg/kg TS			Eurofins

- a) Eurofins Environment Testing Norway AS, N5/EN ISO/IEC 17025:2005 NA TEST 003
 b) Eurofins - G&A Lab Service GmbH, DIN EN ISO/IEC 17025:2005 D-PL-14629-01-00
 c) Eurofins Environment Testing Sweden AB, ISO/IEC 17025 SWEDAC 1125

Provenr.: NR-2016-07316 **Prøvemerkning:** L2 - Tox. test
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: -

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Andre analyser*	Intern metode (EKSTERN_EF)	Egen rapport	-			Eurofins

Provenr.: NR-2016-07317 **Prøvemerkning:** L3 - Tox. test
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: -

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

<: Mindre enn, >: Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysrapporten må kun giengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Side 22 av 23

Prøvenr.: NR-2016-07317 **Prøvermerking:** L3 - Tox. test
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: -

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Andre analyser*	Intern metode (EKSTERN_EF)	Egen rapport	-			Eurofins

Prøvenr.: NR-2016-07318 **Prøvermerking:** L4 - Tox. test
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: -

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Andre analyser*	Intern metode (EKSTERN_EF)	Egen rapport	-			Eurofins

Prøvenr.: NR-2016-07319 **Prøvermerking:** L5 - Tox. test
Prøvetype: SEDIMENT
Prøvetakningsdato: 09.07.2014
Prøve mottatt dato: 23.09.2016
Analyseperiode: -

Kommentar:

Analysevariabel	Standard (NIVA metodekode)	Resultat	Enhet	MU	LOQ	Underlev.
Andre analyser*	Intern metode (EKSTERN_EF)	Egen rapport	-			Eurofins

NIVA

Norsk institutt for vannforskning

Trine Olsen

Kvalitetsleder

Rapporten er elektronisk signert

Tegnforklaring:

* : Ikke omfattet av akkrediteringen

Side 23 av 23

< : Mindre enn, > : Større enn, MU: Måleusikkerhet, LOQ: Kvantifiseringsgrense

Mod: Intern metode basert på angitt standard

Analysereporten må kun gjengis i sin helhet og uten noen form for endringer. Analyseresultatet gjelder kun for den prøven som er testet.

Rapport 13



A l'attention de :

**EUROFINS ENVIRONMENT
TESTING NORWAY AS (Moss)**

**IY005 :
EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:**

439-2016-09260013

**Rapport d'analyses n°16G009008-001 Bivalves
version 1 du 21/10/2016**

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 16 pages.

Eurofins Expertises Environnementales
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521
MAXEVILLE cedex –
T 03 83 50 36 47 F 03 83 50 23 70

SOMMAIRE

I	SUMMARY	3
II	RESUME	4
III	OBJET DU RAPPORT	5
IV	PRESENTATION DE L'ECHANTILLON	5
V	PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	5
VI	DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	5
VI.1	DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	5
VI.1	TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<i>CRASSOSTREA</i> <i>GIGAS</i> , NF ISO 17244 - 2015).....	6
VI.1.1	Préparation des solutions.....	6
VI.1.2	Obtention des gamètes.....	6
VI.1.3	Réalisation des fécondations.....	7
VI.1.4	Inoculation, incubation et arrêt du test.....	7
VI.1.5	Obtention des résultats.....	7
VII	RESULTATS	8
VIII	CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	9

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. SUMMARY

Sample reference: 439-2016-09260013

Sampling date: Unknown

NB: In the absence of sampling date, we cannot guarantee that the analyses were performed within the time recommended by our quality requirements. The results are issued with reserve.

Date of arrival at the laboratory: 30th September 2016

Matrix: sediment ; the test is performed on eluate from sediment

Eurofins Expertises Environnementales sample reference : 16G009008-001

Assay performed:

- IY005: Marine bivalve (test species: *Crassostrea gigas*), embryo-larval development test after 24 hours (XP T90-382, September 2009)

Results:

Toxicological descriptors:

- NOEC: "No Observed Effect Concentration"; the highest concentration causing no significant effects on test organisms.
- LOEC: "Lowest Observed Effect Concentration"; the lowest concentration of the performed test range which induces an effect on the test organisms.
- EC_x-T: Effective concentration causing an effect on X % of the population after a time T.

Tests	Method	Effect	Toxicological descriptor	439-2016-09260013
Oyster	NF ISO 17244	Larval toxicity	EC ₅₀ -24h	>10 g/L
			NOEC	5 g/L
			LOEC	10 g/L

Results in g/L of dried sediment « 439-2016-09260013 »
In brackets: 95% confidence limits of EC_x (if estimable)

II. RESUME

Référence de l'échantillon: 439-2016-09260013.

Date de prélèvement : NC

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Date de réception : 30/09/2016

Matrice : sédiment ; le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-001

Essai réalisé :

- Bivalves (espèce d'essai : *Crassostrea gigas*), test de développement embryo-larvaire (XP T90-382, septembre 2009)

Résultats :

Descripteurs toxicologiques :

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260013 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	5 g/L
			CMEO	10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec « 439-2016-09260013 »
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CE_x (si calculable)

III. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :
Nom : Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss)
Adresse : Møllebakken 50 – NO – 1538 Moss

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 30 septembre 2016, suivant commande n° EUNOMO-00032413 de Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss) pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé : 439-2016-09260013 de siccité égale à 70,1%.
Date de prélèvement : NC
Date de réception : 30/09/16
Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.
Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-001.

V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 06-07/10/16

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (2002) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm,
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VI.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration).

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

VI.1 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guemsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

VI.1.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 11/10/16

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 g/L et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 g/L qui est remplacée par 5,0 g/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif ;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

VI.1.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.



Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

VI.1.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL. Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de fomol rose à 8 %.

VI.1.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non. Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE_{50} : modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CMEO : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

VII.RESULTATS

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 12/10/16

	Méthode	Témoïn	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.3	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	32.9	1.5	31.4	32.7
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	90.4	82.7	87.3	89.6

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 13/10/16

	Méthode	Témoïn	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	33.6	30.5	32.8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	94.1	90.0	96.0

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260013 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSE0	5 g/L
			CME0	10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «439-2016-09260013»
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CL_x (si calculable)

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 1,0 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est compris entre 4 et 16 µg/L exprimée en Cu⁺⁺ : CE50 Cu⁺⁺ = 14,0 µg/L (intervalle de confiance compris entre 13,3 et 14,7 µg/L ; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 21/10/2016
Eloïse Renouf, Ingénieur projet US Ecotoxicologie



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ .6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaC ₂ O ₄ .2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ .6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ .H ₂ O	0,2
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 :
Résultats bruts – Echantillon



Expertises
Environnementales

Echantillon : 439-2016-09260013

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 g/L	75	25	25.0%	12.6%
	79	21	21.0%	8.0%
	64	36	36.0%	25.4%
<i>Moyenne</i>	<i>72.7</i>	<i>27.3</i>	<i>27.3%</i>	<i>15.3%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 g/L	88	12	12.0%	-2.5%
	84	16	16.0%	2.1%
	83	17	17.0%	3.3%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 g/L	89	11	11.0%	-3.7%
	84	16	16.0%	2.1%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>85.7</i>	<i>14.3</i>	<i>14.3%</i>	<i>0.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 g/L	86	14	14.0%	-0.2%
	87	13	13.0%	-1.4%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	82	18	18.0%	4.5%
	89	11	11.0%	-3.7%
<i>Moyenne</i>	<i>84.7</i>	<i>15.3</i>	<i>15.3%</i>	<i>1.4%</i>

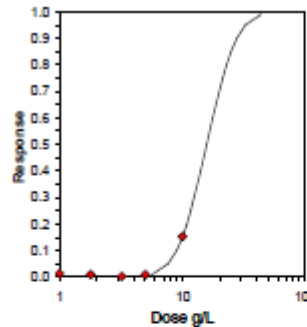
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal			
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	9008-001
End Date:	13/10/2016	Lab ID:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015
Comments:		Sample ID:	439-2016-09260013
		Sample Type:	
		Test Species:	CG-Crassostrea gigas

Conc-g/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1	0.8300	0.8200	0.8900			
1.8	0.8600	0.8700	0.8200			
3.2	0.8900	0.8400	0.8400			
5	0.8800	0.8400	0.8300			
10	0.7500	0.7900	0.6400			

Conc-g/L	Transform: Arcsin Square Root						N	t-stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%						
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6				85	600
1	0.8467	0.9864	1.1704	1.1326	1.2327	4.647	3	0.448	2.602	0.0905	46	300
1.8	0.8500	0.9903	1.1740	1.1326	1.2019	3.111	3	0.346	2.602	0.0905	45	300
3.2	0.8567	0.9981	1.1838	1.1593	1.2327	3.582	3	0.064	2.602	0.0905	43	300
5	0.8500	0.9903	1.1740	1.1458	1.2171	3.224	3	0.343	2.602	0.0905	45	300
*10	0.7267	0.8466	1.0231	0.9273	1.0948	8.435	3	4.685	2.602	0.0905	82	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt
Shapiro-Wilk's Test Indicates normal distribution (p > 0.01)	0.9688	0.873	-0.1799	-0.2963
Bartlett's Test Indicates equal variances (p = 0.72)	2.90218	15.0863		
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU
Bonferroni t Test	5	10	7.07107	
	MSDu	MSDp	MSB	MSE
	0.06849	0.07972	0.01265	0.00242
	F-Prob	df		
	0.0056	5, 15		

Maximum Likelihood-Probit											
Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter
Slope	5.23677	6.77157	-8.0355	18.509	0.14167	0.18607	7.81473	0.98	1.19866	0.19096	7
Intercept	-1.2771	6.763	-14.533	11.9784							
TSCR	0.14601	0.00924	0.1279	0.16413							
Point	Probits	g/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	5.68097									
EC05	3.355	7.66583									
EC10	3.718	8.99362									
EC15	3.964	10.0171									
EC20	4.158	10.913									
EC25	4.326	11.7451									
EC40	4.747	14.1344									
EC50	5.000	15.8									
EC60	5.253	17.6618									
EC75	5.674	21.2547									
EC80	5.842	22.8755									
EC85	6.036	24.9213									
EC90	6.282	27.7574									
EC95	6.645	32.5652									
EC99	7.326	43.943									



ANNEXE 3 :
Résultats bruts – Substance de référence



Expertises
Environnementales

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
Moyenne	85.8	14.2	14.2%

Témoins positifs (CuSO4)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
0	100	0	100.0%	100.0%
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
Moyenne	0.0	100.0	100.0%	100.0%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
16	84	16	84.0%	81.4%
19	81	19	81.0%	77.9%
18µg/L	18	82	82.0%	79.0%
Moyenne	17.7	82.3	82.3%	79.4%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
75	25	75	25.0%	12.6%
65	35	65	35.0%	24.3%
10µg/L	80	20	20.0%	6.8%
Moyenne	73.3	26.7	26.7%	14.6%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
75	25	75	25.0%	12.6%
83	17	83	17.0%	3.3%
5.6µg/L	81	19	19.0%	5.6%
Moyenne	79.7	20.3	20.3%	7.2%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
88	12	88	12.0%	-2.5%
82	18	82	18.0%	4.5%
3.2µg/L	89	11	11.0%	-3.7%
Moyenne	86.3	13.7	13.7%	-0.6%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
86	14	86	14.0%	-0.2%
86	14	86	14.0%	-0.2%
1.8µg/L	85	15	15.0%	1.0%
Moyenne	83.7	14.3	14.3%	0.2%

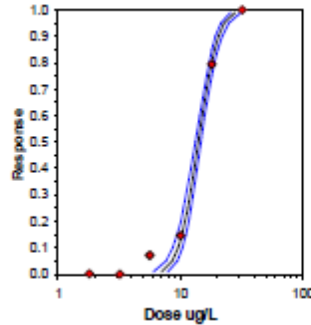
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal						
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	CuSO4	Sample ID:		
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:		
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea glgas	
Comments:						

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1.8	0.8600	0.8600	0.8500			
3.2	0.8800	0.8200	0.8900			
5.6	0.7500	0.8300	0.8100			
10	0.7500	0.6500	0.8000			
18	0.1600	0.1900	0.1800			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-stat	I-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.0000	6				65	600
1.8	0.8567	0.9981	1.1826	1.1731	1.1873	0.693	3	0.103	2.602	0.0864	43	300
3.2	0.8633	1.0058	1.1941	1.1326	1.2327	4.508	3	-0.246	2.602	0.0864	41	300
5.6	0.7967	0.9282	1.1043	1.0472	1.1458	4.628	3	2.462	2.602	0.0864	61	300
*10	0.7333	0.8544	1.0307	0.9377	1.1071	8.334	3	4.679	2.602	0.0864	60	300
*18	0.1767	0.2058	0.4336	0.4115	0.4510	4.648	3	22.669	2.602	0.0864	247	300
32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3				300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt
Shapiro-Wilk's Test Indicates normal distribution (p > 0.01)	0.96313	0.873	-0.5389	0.28801
Bartlett's Test Indicates equal variances (p = 0.14)	8.36065	15.0863		
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU
Bonferroni t Test	5.6	10	7.48331	
	MSDu	MSDp	MSB	MSE
	0.08516	0.07584	0.2751	0.0022
	F-Prob	df		
	1.1E-11	5, 15		

Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Maximum Likelihood-Probit						
			Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter		
Slope	7.76127	0.60159	6.58216	8.94038	0.14167	7.26582	9.48773	0.12	1.14667	0.12884	7
Intercept	-3.8996	0.72233	-5.3154	-2.4839							
TSCR	0.15351	0.00933	0.13522	0.1718							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	7.0297	6.02678	7.88992							
EC05	3.355	8.60486	7.63087	9.42642							
EC10	3.718	9.58414	8.64818	10.3712							
EC15	3.964	10.3071	9.40608	11.0662							
EC20	4.158	10.9203	10.052	11.6558							
EC25	4.326	11.4755	10.6379	12.1906							
EC40	4.747	13.0027	12.2453	13.6773							
EC50	5.000	14.0176	13.299	14.6885							
EC60	5.253	15.1118	14.4099	15.8112							
EC75	5.674	17.123	16.3618	17.9838							
EC80	5.842	17.9934	17.171	18.9672							
EC85	6.036	19.064	18.1419	20.207							
EC90	6.282	20.502	19.4126	21.9158							
EC95	6.645	22.8352	21.4162	24.7702							
EC99	7.326	27.952	25.6534	31.2818							



Rapport 14



A l'attention de :

**EUROFINS ENVIRONMENT
TESTING NORWAY AS (Moss)**

**IY005 :
EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:**

439-2016-09260014

**Rapport d'analyses n°16G009008-002 Bivalves
version 1 du 21/10/2016**

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 16 pages.

Eurofins Expertises Environnementales
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521
MAXEVILLE cedex--
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

SOMMAIRE

I. <u>SUMMARY</u>	3
II. <u>RESUME</u>	4
III. <u>OBJET DU RAPPORT</u>	5
IV. <u>PRESENTATION DE L'ECHANTILLON</u>	5
V. <u>PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT</u>	5
VI. <u>DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</u>	5
VI.1 <u>DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES</u>	5
VI.1 <u>TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u></u>	
<u>G/GAS, NF ISO 17244 - 2015)</u>	6
VI.1.1 <u>Préparation des solutions</u>	6
VI.1.2 <u>Obtention des gamètes</u>	6
VI.1.3 <u>Réalisation des fécondations</u>	7
VI.1.4 <u>Inoculation, incubation et arrêt du test</u>	7
VI.1.5 <u>Obtention des résultats</u>	7
VII. <u>RESULTATS</u>	8
VIII. <u>CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE</u>	9

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. SUMMARY

Sample reference: 439-2016-09260014

Sampling date: Unknown

NB: In the absence of sampling date, we cannot guarantee that the analyses were performed within the time recommended by our quality requirements. The results are issued with reserve.

Date of arrival at the laboratory: 30th September 2016

Matrix: sediment ; the test is performed on eluate from sediment

Eurofins Expertises Environnementales sample reference : 16G009008-002

Assay performed:

- IY005: Marine bivalve (test species: *Crassostrea gigas*), embryo-larval development test after 24 hours (XP T90-382, September 2009)

Results:

Toxicological descriptors:

- NOEC: "No Observed Effect Concentration"; the highest concentration causing no significant effects on test organisms.
- LOEC: "Lowest Observed Effect Concentration"; the lowest concentration of the performed test range which induces an effect on the test organisms.
- EC_x-T: Effective concentration causing an effect on X % of the population after a time T.

Tests	Method	Effect	Toxicological descriptor	439-2016-09260014
Oyster	NF ISO 17244	Larval toxicity	EC ₆₀ -24h	>10 g/L
			NOEC	10 g/L
			LOEC	>10 g/L

Results in g/L of dried sediment « 439-2016-09260014 »
In brackets: 95% confidence limits of EC_x (if estimable)

II. RESUME

Référence de l'échantillon: 439-2016-09260014.

Date de prélèvement : NC

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Date de réception : 30/09/2016

Matrice : sédiment ; le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-002

Essai réalisé :

- Bivalves (espèce d'essai : *Crassostrea gigas*), test de développement embryo-larvaire (XP T90-382, septembre 2009)

Résultats :

Descripteurs toxicologiques :

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260014 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CMEO	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec « 439-2016-09260014 »
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CEx (si calculable)

III. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :
Nom : Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss)
Adresse : Møllebakken 50 – NO – 1538 Moss

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 30 septembre 2016, suivant commande n° EUNOMO-00032413 de Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss) pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé : 439-2016-09260014 de siccité égale à 53,2%.
Date de prélèvement : NC
Date de réception : 30/09/16
Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.
Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-002.

V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 06-07/10/16

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (2002) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm,
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VI.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

VI.1 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, éclosérie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

VI.1.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 11/10/16

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 g/L et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 g/L qui est remplacée par 5,0 g/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif ;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

VI.1.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

VI.1.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

VI.1.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE_{50} : modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

VII. RESULTATS

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 12/10/16

	Méthode	Témoïn	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.3	8.1	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	32.9	2.3	31.2	33.1
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	90.4	87.5	87.8	90.0

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 13/10/16

	Méthode	Témoïn	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	33.6	30.5	32.8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	94.1	92.9	95.6

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260014 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CME0	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «439-2016-09260014»
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CLx (si calculable)

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 0 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est compris entre 4 et 16 µg/L exprimée en Cu⁺⁺ : CE50 Cu⁺⁺ = 14,0 µg/L (intervalle de confiance compris entre 13,3 et 14,7 µg/L ; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 21/10/2016
Eloïse Renouf, Ingénieur projet US Ecotoxicologie



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ .6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ . 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ . 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ .H ₂ O	0,2
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon



Expertises
Environnementales

Echantillon : 439-2016-09280014

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 g/L	84	16	16.0%	2.1%
	87	13	13.0%	-1.4%
	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>84.0</i>	<i>16.0</i>	<i>16.0%</i>	<i>2.1%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 g/L	89	11	11.0%	-3.7%
	85	15	15.0%	1.0%
	88	12	12.0%	-2.5%
<i>Moyenne</i>	<i>87.3</i>	<i>12.7</i>	<i>12.7%</i>	<i>-1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 g/L	85	15	15.0%	1.0%
	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 g/L	89	11	11.0%	-3.7%
	81	19	19.0%	5.6%
	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 g/L	85	15	15.0%	1.0%
	85	15	15.0%	1.0%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>84.0</i>	<i>16.0</i>	<i>16.0%</i>	<i>2.1%</i>

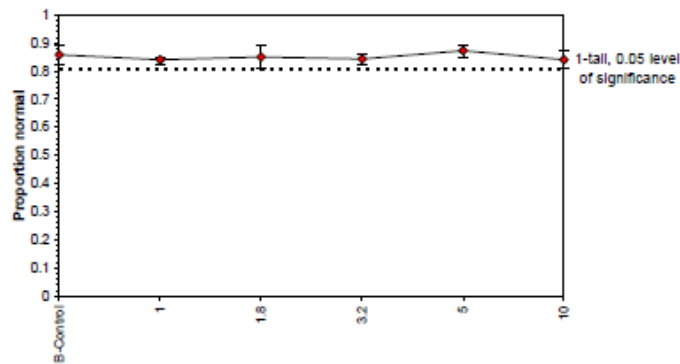
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal					
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	9008-002	Sample ID:	439-2016-09260014
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas

Conc-g/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1	0.8500	0.8500	0.8200			
1.8	0.8900	0.8100	0.8500			
3.2	0.8500	0.8200	0.8600			
5	0.8900	0.8500	0.8800			
10	0.8400	0.8700	0.8100			

Conc-g/L	Transform: Arcsin Square Root						1-Tailed			
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6			
1	0.8400	0.9786	1.1596	1.1326	1.1731	2.014	3	1.004	2.602	0.0684
1.8	0.8500	0.9903	1.1752	1.1198	1.2327	4.809	3	0.411	2.602	0.0684
3.2	0.8433	0.9825	1.1643	1.1326	1.1873	2.435	3	0.824	2.602	0.0684
5	0.8733	1.0175	1.2076	1.1731	1.2327	2.560	3	-0.824	2.602	0.0684
10	0.8400	0.9786	1.1603	1.1198	1.2019	3.541	3	0.977	2.602	0.0684

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.97559	0.873	-0.0943	-0.7563						
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.89)	1.72202	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test		10	>10		0.05078	0.05911	0.00111	0.00138	0.56591	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence



Expertises
Environnementales

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>83.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Témoins positifs (CuSO4)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
0	100	0	100.0%	100.0%
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
16	84	16	84.0%	81.4%
19	81	19	81.0%	77.9%
18µg/L	18	82	82.0%	79.0%
<i>Moyenne</i>	<i>17.7</i>	<i>82.3</i>	<i>82.3%</i>	<i>79.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
75	25	75	25.0%	12.6%
65	35	65	35.0%	24.3%
10µg/L	80	20	20.0%	6.8%
<i>Moyenne</i>	<i>73.3</i>	<i>26.7</i>	<i>26.7%</i>	<i>14.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
75	25	75	25.0%	12.6%
83	17	83	17.0%	3.3%
5.6µg/L	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>79.7</i>	<i>20.3</i>	<i>20.3%</i>	<i>7.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
88	12	88	12.0%	-2.5%
82	18	82	18.0%	4.5%
3.2µg/L	89	11	11.0%	-3.7%
<i>Moyenne</i>	<i>86.3</i>	<i>13.7</i>	<i>13.7%</i>	<i>-0.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
86	14	86	14.0%	-0.2%
86	14	86	14.0%	-0.2%
1.8µg/L	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>83.7</i>	<i>14.3</i>	<i>14.3%</i>	<i>0.2%</i>

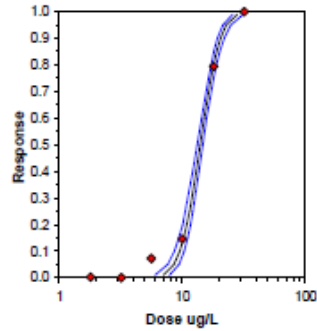
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal						
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	CuSO4	Sample ID:		
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:		
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas	
Comments:						

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.6500
1.8	0.8600	0.8600	0.8500			
3.2	0.8800	0.8200	0.8900			
5.6	0.7500	0.8300	0.8100			
10	0.7500	0.6500	0.8000			
18	0.1600	0.1900	0.1600			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root				N	t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
			Mean	Min	Max	CV%						
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6				85	600
1.8	0.8567	0.9981	1.1826	1.1731	1.1873	0.693	3	0.103	2.602	0.0864	43	300
3.2	0.8633	1.0058	1.1941	1.1326	1.2327	4.508	3	-0.246	2.602	0.0864	41	300
5.6	0.7967	0.9282	1.1043	1.0472	1.1458	4.628	3	2.462	2.602	0.0864	61	300
*10	0.7333	0.8544	1.0307	0.9377	1.1071	8.334	3	4.679	2.602	0.0864	80	300
*18	0.1767	0.2058	0.4336	0.4115	0.4510	4.648	3	22.669	2.602	0.0864	247	300
32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3				300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.96313	0.873	-0.5389	0.28801						
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.14)	8.36065	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test	5.6	10	7.48331		0.06516	0.07584	0.2751	0.0022	1.1E-11	5, 15

Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Maximum Likelihood-Probit						
			Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter		
Slope	7.76127	0.60159	6.58216	8.94038	0.14167	7.26582	9.48773	0.12	1.14667	0.12884	7
Intercept	-3.8996	0.72233	-5.3154	-2.4839							
TSCR	0.15351	0.00933	0.13522	0.1718							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	7.0297	6.02678	7.88992							
EC05	3.355	8.60486	7.63087	9.42642							
EC10	3.718	9.58414	8.64818	10.3712							
EC15	3.964	10.3071	9.40608	11.0662							
EC20	4.158	10.9203	10.052	11.6558							
EC25	4.326	11.4755	10.6379	12.1906							
EC40	4.747	13.0027	12.2453	13.6773							
EC50	5.000	14.0176	13.299	14.6885							
EC60	5.253	15.1118	14.4099	15.8112							
EC75	5.674	17.123	16.3618	17.9838							
EC80	5.842	17.9934	17.171	18.9672							
EC85	6.036	19.064	18.1419	20.207							
EC90	6.282	20.502	19.4126	21.9158							
EC95	6.645	22.8352	21.4162	24.7702							
EC99	7.326	27.952	25.6534	31.2818							



Rapport 15



A l'attention de :

**EUROFINS ENVIRONMENT
TESTING NORWAY AS (Moss)**

IY005 :
***EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:***

439-2016-09260015

**Rapport d'analyses n°16G009008-003 Bivalves
version 1 du 21/10/2016**

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 16 pages.

Eurofins Expertises Environnementales
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521
MAXEVILLE cedex --
T 03 83 50 36 17 F 03 83 50 23 70

SOMMAIRE

I. <u>SUMMARY</u>	3
II. RESUME.....	4
III. OBJET DU RAPPORT	5
IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON.....	5
V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	5
VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	5
VI.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	5
VI.1 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	6
VI.1.1 Préparation des solutions	6
VI.1.2 Obtention des gamètes	6
VI.1.3 Réalisation des fécondations.....	7
VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test	7
VI.1.5 Obtention des résultats	7
VII. RESULTATS.....	8
VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	9

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. SUMMARY

Sample reference: 439-2016-09260015

Sampling date: Unknown

NB: In the absence of sampling date, we cannot guarantee that the analyses were performed within the time recommended by our quality requirements. The results are issued with reserve.

Date of arrival at the laboratory: 30th September 2016

Matrix: sediment ; the test is performed on eluate from sediment

Eurofins Expertises Environnementales sample reference : 16G009008-003

Assay performed:

- IY005: Marine bivalve (test species: *Crassostrea gigas*), embryo-larval development test after 24 hours (XP T90-382, September 2009)

Results:

Toxicological descriptors:

- NOEC: "No Observed Effect Concentration"; the highest concentration causing no significant effects on test organisms.
- LOEC: "Lowest Observed Effect Concentration"; the lowest concentration of the performed test range which induces an effect on the test organisms.
- EC_x-T: Effective concentration causing an effect on X % of the population after a time T.

Tests	Method	Effect	Toxicological descriptor	439-2016-09260015
Oyster	NF ISO 17244	Larval toxicity	EC ₅₀ -24h	>10 g/L
			NOEC	10 g/L
			LOEC	>10 g/L

Results in g/L of dried sediment « 439-2016-09260015 »
In brackets: 95% confidence limits of EC_x (if estimable)

II. RESUME

Référence de l'échantillon: 439-2016-09260015.

Date de prélèvement : NC

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Date de réception : 30/09/2016

Matrice : sédiment ; le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-003

Essai réalisé :

- Bivalves (espèce d'essai : *Crassostrea gigas*), test de développement embryo-larvaire (XP T90-382, septembre 2009)

Résultats :

Descripteurs toxicologiques :

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260015 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CMEO	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec « 439-2016-09260015 »
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CEx (si calculable)

III. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss)

Adresse : Møllebakken 50 – NO – 1538 Moss

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 30 septembre 2016, suivant commande n° EUNOMO-00032413 de Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss) pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé : 439-2016-09260015 de siccité égale à 56,2%.

Date de prélèvement : NC

Date de réception : 30/09/16

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-003.

V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 06-07/10/16

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (2002) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm,
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VI.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

VI.1 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guemsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

VI.1.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 11/10/16

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 g/L et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 g/L qui est remplacée par 5,0 g/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif ;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

VI.1.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.



Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

VI.1.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL. Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

VI.1.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non. Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE_{50} : modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

VII. RESULTATS

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 12/10/16

	Méthode	Témoïn	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.2	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	32.9	2.6	31.1	32.3
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	90.4	89.3	87.3	89.9

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 13/10/16

	Méthode	Témoïn	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	33.6	29.7	32.8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	94.1	93.8	94.8

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260015 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CME0	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «439-2016-09260015»
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CLx (si calculable)

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 0 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est compris entre 4 et 16 µg/L exprimée en Cu²⁺ : CE50 Cu²⁺ = 14,0 µg/L (intervalle de confiance compris entre 13,3 et 14,7 µg/L ; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 21/10/2016
Eloïse Renouf, Ingénieur projet US Ecotoxicologie



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ .6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaC ₂ . 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ . 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ .H ₂ O	0,2
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.
Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon



Expertises
Environnementales

Echantillon : 439-2016-09280015

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	86	14	14.0%	-0.2%
10 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	83	17	17.0%	3.3%
<i>Moyenne</i>	<i>84.0</i>	<i>16.0</i>	<i>16.0%</i>	<i>2.1%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	91	9	9.0%	-6.0%
5 g/L	86	14	14.0%	-0.2%
	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>87.3</i>	<i>12.7</i>	<i>12.7%</i>	<i>-1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	87	13	13.0%	-1.4%
3.2 g/L	82	18	18.0%	4.5%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	85	15	15.0%	1.0%
1.8 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	87	13	13.0%	-1.4%
1 g/L	82	18	18.0%	4.5%
	83	17	17.0%	3.3%
<i>Moyenne</i>	<i>84.0</i>	<i>16.0</i>	<i>16.0%</i>	<i>2.1%</i>

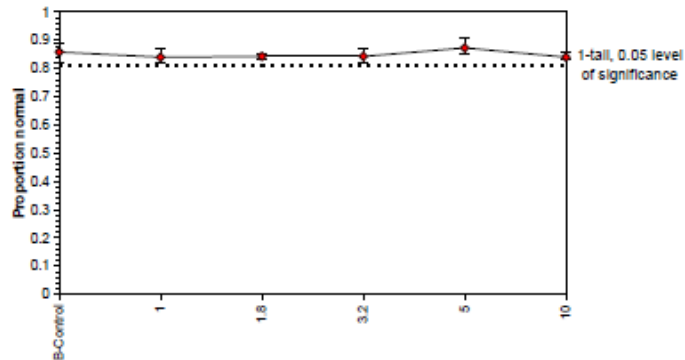
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal					
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	9008-003	Sample ID:	439-2016-09260015
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-g/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1	0.8700	0.8200	0.8300			
1.8	0.8500	0.8300	0.8500			
3.2	0.8700	0.8200	0.8400			
5	0.9100	0.8600	0.8500			
10	0.8600	0.8300	0.8300			

Conc-g/L	Transform: Arcsin Square Root							1-Tailed		
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N	t-Stat	Critical	MSD
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6			
1	0.8400	0.9786	1.1601	1.1326	1.2019	3.172	3	1.051	2.602	0.0640
1.8	0.8433	0.9825	1.1640	1.1458	1.1731	1.354	3	0.894	2.602	0.0640
3.2	0.8433	0.9825	1.1646	1.1326	1.2019	3.001	3	0.869	2.602	0.0640
5	0.8733	1.0175	1.2088	1.1731	1.2661	4.145	3	-0.929	2.602	0.0640
10	0.8400	0.9786	1.1596	1.1458	1.1873	2.066	3	1.071	2.602	0.0640

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt						
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.95045	0.873	0.38043	-0.7277						
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.80)	2.3197	15.0863								
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU	MSDu	MSDp	MSB	MSE	F-Prob	df
Bonferroni t Test		10	->10		0.04735	0.05512	0.00124	0.00121	0.43709	5, 15

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Témoins positifs (CuSO₄)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
<i>Moyenne</i>	<i>0.0</i>	<i>100.0</i>	<i>100.0%</i>	<i>100.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	16	84	84.0%	81.4%
	19	81	81.0%	77.9%
18µg/L	18	82	82.0%	79.0%
<i>Moyenne</i>	<i>17.7</i>	<i>82.3</i>	<i>82.3%</i>	<i>79.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	75	25	25.0%	12.6%
	65	35	35.0%	24.3%
10µg/L	80	20	20.0%	6.8%
<i>Moyenne</i>	<i>73.3</i>	<i>26.7</i>	<i>26.7%</i>	<i>14.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	75	25	25.0%	12.6%
	83	17	17.0%	3.3%
5.6µg/L	81	19	19.0%	5.6%
<i>Moyenne</i>	<i>79.7</i>	<i>20.3</i>	<i>20.3%</i>	<i>7.2%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	88	12	12.0%	-2.5%
	82	18	18.0%	4.5%
3.2µg/L	89	11	11.0%	-3.7%
<i>Moyenne</i>	<i>86.3</i>	<i>13.7</i>	<i>13.7%</i>	<i>-0.6%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	86	14	14.0%	-0.2%
	86	14	14.0%	-0.2%
1.8µg/L	85	15	15.0%	1.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.7</i>	<i>14.3</i>	<i>14.3%</i>	<i>0.2%</i>

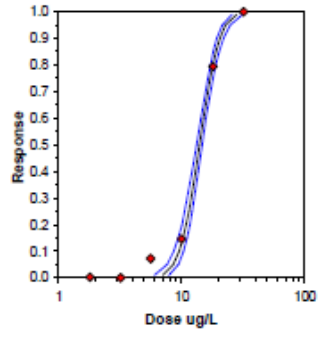
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal					
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	CuSO4	Sample ID:	
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas
Comments:					

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1.8	0.8600	0.8600	0.8500			
3.2	0.8800	0.8200	0.8900			
5.6	0.7500	0.8300	0.8100			
10	0.7500	0.6500	0.8000			
18	0.1600	0.1900	0.1800			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Transform: Arcsin Square Root							t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
	Mean	N-Mean	Mean	Min	Max	CV%	N					
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6				85	600
1.8	0.8567	0.9981	1.1826	1.1731	1.1873	0.693	3	0.103	2.602	0.0864	43	300
3.2	0.8633	1.0058	1.1941	1.1326	1.2327	4.508	3	-0.246	2.602	0.0864	41	300
5.6	0.7967	0.9282	1.1043	1.0472	1.1458	4.628	3	2.462	2.602	0.0864	61	300
*10	0.7333	0.8544	1.0307	0.9377	1.1071	8.334	3	4.679	2.602	0.0864	80	300
*18	0.1767	0.2058	0.4336	0.4115	0.4510	4.648	3	22.669	2.602	0.0864	247	300
32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3				300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.96313	0.873	-0.5389	0.28801
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.14)	8.36065	15.0863		
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	Chv	TU
Bonferroni t Test	5.6	10	7.48331	

Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Maximum Likelihood-Probit				Mu	Sigma	Iter
			Control	Chi-Sq	Critical	P-value					
Slope	7.76127	0.60159	6.58216	8.94038	0.14167	7.26582	9.48773	0.12	1.14667	0.12884	7
Intercept	-3.8996	0.72233	-5.3154	-2.4839							
TSCR	0.15351	0.00933	0.13522	0.1718							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	7.0297	6.02678	7.88992							
EC05	3.355	8.60486	7.63087	9.42642							
EC10	3.718	9.58414	8.64818	10.3712							
EC15	3.964	10.3071	9.40608	11.0662							
EC20	4.158	10.9203	10.052	11.6558							
EC25	4.326	11.4755	10.6379	12.1906							
EC40	4.747	13.0027	12.2453	13.6773							
EC50	5.000	14.0176	13.299	14.6885							
EC60	5.253	15.1118	14.4099	15.8112							
EC75	5.674	17.123	16.3618	17.9838							
EC80	5.842	17.9934	17.171	18.9672							
EC85	6.036	19.064	18.1419	20.207							
EC90	6.282	20.502	19.4126	21.9158							
EC95	6.645	22.8352	21.4162	24.7702							
EC99	7.326	27.952	25.6534	31.2818							



Rapport 16



A l'attention de :

**EUROFINS ENVIRONMENT
TESTING NORWAY AS (Moss)**

**IY005 :
EVALUATION DE L'ECOTOXICITE SUR
LARVES D'HUITRE D'UN ECHANTILLON REFERENCE:**

439-2016-09260016

**Rapport d'analyses n°16G009008-004 Bivalves
version 1 du 21/10/2016**

Les résultats ne se rapportent qu'à l'échantillon soumis à l'essai. La reproduction de ce document n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Ce rapport comporte 16 pages.

Eurofins Expertises Environnementales
SAS au capital de 71676 € RCS Nancy 751 056 102 TVA FR 35 751 056 102
Siège social : Rue Lucien Cuenot site Saint Jacques II BP 51005 54521
MAXEVILLE cedex -
T 03 83 50 36 47 F 03 83 50 23 70

SOMMAIRE

I. SUMMARY.....	3
II. RESUME.....	4
III. OBJET DU RAPPORT	5
IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON.....	5
V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT	5
VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE.....	5
VI.1 DESCRIPTEURS TOXICOLOGIQUES.....	5
VI.1 TEST DE TOXICITE SUR LE DEVELOPPEMENT EMBRYO-LARVAIRE DE L'HUITRE CREUSE (<u>CRASSOSTREA</u> <u>GIGAS</u> , NF ISO 17244 - 2015).....	6
VI.1.1 Préparation des solutions.....	6
VI.1.2 Obtention des gamètes	6
VI.1.3 Réalisation des fécondations.....	7
VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.....	7
VI.1.5 Obtention des résultats	7
VII. RESULTATS.....	8
VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE	9

ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

ANNEXE 2 : Résultats bruts - Echantillon

ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence

I. SUMMARY

Sample reference: 439-2016-09260016

Sampling date: Unknown

NB: In the absence of sampling date, we cannot guarantee that the analyses were performed within the time recommended by our quality requirements. The results are issued with reserve.

Date of arrival at the laboratory: 30th September 2016

Matrix: sediment ; the test is performed on eluate from sediment

Eurofins Expertises Environnementales sample reference : 16G009008-004

Assay performed:

- IY005: Marine bivalve (test species: *Crassostrea gigas*), embryo-larval development test after 24 hours (XP T90-382, September 2009)

Results:

Toxicological descriptors:

- NOEC: "No Observed Effect Concentration"; the highest concentration causing no significant effects on test organisms.
- LOEC: "Lowest Observed Effect Concentration"; the lowest concentration of the performed test range which induces an effect on the test organisms.
- EC_x-T: Effective concentration causing an effect on X % of the population after a time T.

Tests	Method	Effect	Toxicological descriptor	439-2016-09260016
Oyster	NF ISO 17244	Larval toxicity	EC ₅₀ -24h	>10 g/L
			NOEC	10 g/L
			LOEC	>10 g/L

Results in g/L of dried sediment « 439-2016-09260016 »
In brackets: 95% confidence limits of EC_x (if estimable)

II. RESUME

Référence de l'échantillon: 439-2016-09260016.

Date de prélèvement : NC

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Date de réception : 30/09/2016

Matrice : sédiment ; le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-004

Essai réalisé :

- Bivalves (espèce d'essai : *Crassostrea gigas*), test de développement embryo-larvaire (XP T90-382, septembre 2009)

Résultats :

Descripteurs toxicologiques :

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CME0 : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260016 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CME0	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec « 439-2016-09260016 »
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CEx (si calculable)

III. OBJET DU RAPPORT

Coordonnées client :

Nom : Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss)

Adresse : Møllebakken 50 – NO – 1538 Moss

Ce rapport rend compte des résultats obtenus sur un échantillon réceptionné le 30 septembre 2016, suivant commande n° EUNOMO-00032413 de Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss) pour la réalisation d'essais biologiques de toxicité.

IV. PRESENTATION DE L'ECHANTILLON

Echantillon référencé : 439-2016-09260016 de siccité égale à 63,2%.

Date de prélèvement : NC

Date de réception : 30/09/16

Matrice : le test est réalisé sur extrait aqueux de sédiment.

Référence Eurofins Expertises Environnementales : 16G009008-004.

V. PREPARATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DE SEDIMENT

Date de préparation de l'extrait aqueux : 06-07/10/16

L'extrait aqueux a été obtenu par application du protocole suivant, adapté de la norme de lixiviation EN 12457-2 (2002) indice de classement X 30 402-2 :

1. Tamisage de l'échantillon à 4 mm,
2. Rapport massique Liquide/Solide = 10 calculé en équivalent de matière sèche,
3. Agitation 24 heures +/- 1 heure par retournement (5 à 10 tours/min).
4. Récupération du surnageant après 4 heures de décantation.

VI. DESCRIPTION SIMPLIFIEE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

VI.1 Descripteurs toxicologiques

- CSEO : " concentration sans effet observé " ; concentration la plus élevée de la gamme d'essai réalisée ne provoquant pas d'effets significatifs sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à celui de NOEC en Anglais (No Observed Effect Concentration).

- CMEO : " concentration minimale avec effet observé " ; concentration la plus basse de la gamme d'essai réalisée qui induit un effet sur les organismes d'essai. Ce terme est équivalent à la LOEC en Anglais (Lowest Observed Effect Concentration)

- CE X %-T : Concentration efficace provoquant un effet sur X % de la population après un temps T.

En concentration plus la valeur obtenue est faible, plus la toxicité est importante.

VI.1 Test de toxicité sur le développement embryo-larvaire de l'huître creuse (*Crassostrea gigas*, NF ISO 17244 - 2015)

Ce test repose sur l'évaluation de la concentration qui, en 24 heures à 24°C et à l'obscurité, induit 50 % d'anomalies de développement des larves D. Les anomalies peuvent se caractériser par un blocage au stade embryon, ou bien par des anomalies morphologiques des larves (anomalies de coquille et/ou de charnière, hypertrophie du manteau).

Organisme d'essai : huître creuse

Espèce : *Crassostrea gigas*

Origine : « Guernsey Sea Farms », Grande-Bretagne, écloserie spécialisée dans la production d'organismes marins en conditions contrôlées. Les huîtres y ont subi un cycle de conditionnement (température élevée et nourriture abondante) afin qu'elles soient prêtes à pondre dès la réception au laboratoire.

VI.1.1 Préparation des solutions

Date de préparation des solutions : 11/10/16

Toutes les solutions sont préparées dans des flacons à raison de 50 mL pour chaque condition d'essai, avec une eau de mer de synthèse obtenue conformément au tableau figurant en Annexe 1.

La concentration maximale testée est de 10 g/L et l'intervalle entre deux dilutions est de 0,25 unités logarithmiques, soit :

10 – 5,6 – 3,2 – 1,8 – 1,0 ...etc.

La seule exception concerne, pour les sédiments, la concentration 5,6 g/L qui est remplacée par 5,0 g/L pour pouvoir répondre à la grille d'appréciation de qualité des sédiments du groupe GEODE.

Une série d'essai comprend :

- 6 répliques témoin négatif ;
- 3 répliques par concentration d'essai.

Le sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) est utilisé comme substance de référence testée à chaque série d'essai afin de vérifier la sensibilité des larves (témoin positif).

VI.1.2 Obtention des gamètes

Les animaux sont brossés pour éliminer les épibiontes, puis sont soumis à une stimulation thermique pour induire la ponte. Cela consiste à induire des chocs thermiques en plaçant durant 30 minutes, et de manière répétée, les individus dans des bains d'eau, l'un ayant une température de 14°C et l'autre de 29°C.

Après l'émission, les mâles sont isolés au sec et maintenus fermés par un élastique afin de préserver le pouvoir fécondant des spermatozoïdes, tandis que les femelles sont remises dans de l'eau propre. Cette eau est ensuite changée à plusieurs reprises au cours de la ponte afin d'éliminer les ovocytes de mauvaise qualité.

La suspension d'ovocytes est diluée en eau de mer de manière à obtenir une densité de 50 000 ovocytes/mL. La densité d'ovocytes est vérifiée en diluant 1mL de solution d'ovocytes dans 100 mL d'eau de mer. La cible de comptage est de 125 ovocytes dans 0,25 mL de cette dilution.

Les mâles sont replacés dans un cristalliseur contenant de l'EDM afin de provoquer la reprise de l'émission et obtenir une suspension de sperme dense. Les spermatozoïdes sont activés en eau de mer en 20 à 30 minutes, et la viabilité du sperme activé est de l'ordre d'une heure.

VI.1.3 Réalisation des fécondations

Pour la réalisation de la fécondation, il importe de choisir les « meilleurs » géniteurs : le « meilleur » mâle doit émettre un sperme concentré avec des spermatozoïdes très mobiles ; la « meilleure » femelle doit présenter des ovocytes légèrement pyriformes. La fécondation est réalisée par ajout de quelques millilitres de solution de sperme dans la solution d'ovocytes, de manière à obtenir entre 6 et 10 spermatozoïdes autour de chaque ovocyte (en plaque équatoriale).

VI.1.4 Inoculation, incubation et arrêt du test.

Après une vingtaine de minutes, la fécondation est observable par l'apparition du globule polaire et les premières divisions sont visibles. Les œufs fécondés sont alors inoculés dans les milieux d'incubation à raison de 50 µL pour chaque pot de 50 mL.

Les flacons sont alors mis à incuber à l'obscurité durant 24 heures et à 24°C +/- 2 °C. A l'issue de ce temps, le développement des larves D est à vérifier dans les témoins ; le cas échéant, l'incubation peut être prolongée de quelques heures. Les larves sont alors fixées par ajout dans les milieux de 1 ml de formol rose à 8 %.

VI.1.5 Obtention des résultats

Pour chaque flacon, il s'agit de compter environ 100 larves, et de déterminer si elles sont normales ou non.

Il est alors possible d'établir le pourcentage de larves normales et anormales pour chaque condition du test (cf. Annexe 2).

Méthodes de calcul :

- pour la détermination de la CE₅₀ : modèle statistique Log-Probit (logiciel Toxcalc).
- pour la détermination des CSEO et CME0 : test de Bonferroni t (logiciel Toxcalc).

VII. RESULTATS

NB : En l'absence de date de prélèvement, nous ne pouvons garantir que les analyses aient été effectuées dans le délai préconisé par nos exigences de qualité. Les résultats sont émis avec réserve.

Paramètres physico-chimiques en début d'essai le : 12/10/16

	Méthode	Témoin	Echantillon brut	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.4	8.1	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	32.9	1.9	31.2	33.8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	90.4	92.0	88.2	89.6

Paramètres physico-chimiques en fin d'essai le : 13/10/16

	Méthode	Témoin	Concentration la plus forte 10 g/L	Concentration la plus faible 1 g/L
pH	NF EN ISO 10523	7.9	8.0	8.0
Salinité ‰	Méthode interne	33.6	30.7	32.8
O2 % saturation	NF EN ISO 5814	94.1	94.8	96.6

Tests	Méthode	Effet	Descripteur toxicologique	439-2016-09260016 Extrait de sédiment brut
Huitre	NF ISO 17244	Toxicité larvaire	CE ₅₀	>10 g/L
			CSEO	10 g/L
			CME0	>10 g/L

Résultats en g/L de sédiment sec de «439-2016-09260016»
Entre parenthèses : intervalle de confiance à 95% des CLx (si calculable)

A titre informatif :

Pourcentage net de larves anormales à 5 g/L sédiment sec : 1 %

Pourcentage net de larves ayant atteint le stade D à 5 g/L sédiment sec : 100 %.

Ainsi, selon la grille de note établie par GEODRISK, la note de risque est égale à 0, indiquant une toxicité négligeable.

VIII. CRITERES DE VALIDITE DES TESTS BIOLOGIQUES DE TOXICITE

Le pourcentage de larves D normales dans les lots témoins négatifs est supérieur ou égal à 80 % : 85,8 %.

La valeur de la CE50 du sulfate de cuivre est comprise entre 4 et 16 µg/L exprimée en Cu²⁺ : CE50 Cu²⁺ = 14,0 µg/L (intervalle de confiance compris entre 13,3 et 14,7 µg/L ; cf. Annexe 3).

Le test est donc valide.

A Maxéville, le 21/10/2016
Eloïse Renouf, Ingénieur projet US Ecotoxicologie



ANNEXE 1 : Composition de l'eau de mer de synthèse pour 1L d'eau extra pure

Sel	Pesée (g)
NaF	0,003
SrCl ₂ .6H ₂ O	0,02
H ₃ BO ₃	0,03
KBr	0,1
KCl	0,7
CaCl ₂ . 2H ₂ O	1,47
Na ₂ SO ₄	4
NaCl	10,78
MgCl ₂ . 6H ₂ O	23,5
Na ₂ SiO ₃ .H ₂ O	0,2
NaHCO ₃	0,2

Les sels sont ajoutés à l'eau ultra pure dans l'ordre du tableau, en attendant une dissolution complète entre chaque sel.

Une fois préparée, l'eau est filtrée sur une membrane de 1µm.

Après 2 semaines de maturation, cette eau est analysée (pH, salinité). Elle doit avoir les caractéristiques suivantes :

- pH 8,0 +/- 0,4
- Salinité comprise entre 25 et 35‰

L'eau de mer synthétique peut être conservée jusqu'à un an dans un endroit sec, tempéré et à l'abri de la lumière.

ANNEXE 2 : Résultats bruts – Echantillon



Expertises
Environnementales
Echantillon : 439-2016-09260018

Témoins négatifs:

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
<i>Moyenne</i>	<i>85.8</i>	<i>14.2</i>	<i>14.2%</i>

Echantillon:

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
10 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	89	11	11.0%	-3.7%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>84.7</i>	<i>15.3</i>	<i>15.3%</i>	<i>1.4%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
5 g/L	87	13	13.0%	-1.4%
	82	18	18.0%	4.5%
	86	14	14.0%	-0.2%
<i>Moyenne</i>	<i>85.0</i>	<i>15.0</i>	<i>15.0%</i>	<i>1.0%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
3.2 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	83	17	17.0%	3.3%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>83.3</i>	<i>16.7</i>	<i>16.7%</i>	<i>2.9%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1.8 g/L	86	14	14.0%	-0.2%
	85	15	15.0%	1.0%
	82	18	18.0%	4.5%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
1 g/L	83	17	17.0%	3.3%
	86	14	14.0%	-0.2%
	84	16	16.0%	2.1%
<i>Moyenne</i>	<i>84.3</i>	<i>15.7</i>	<i>15.7%</i>	<i>1.7%</i>

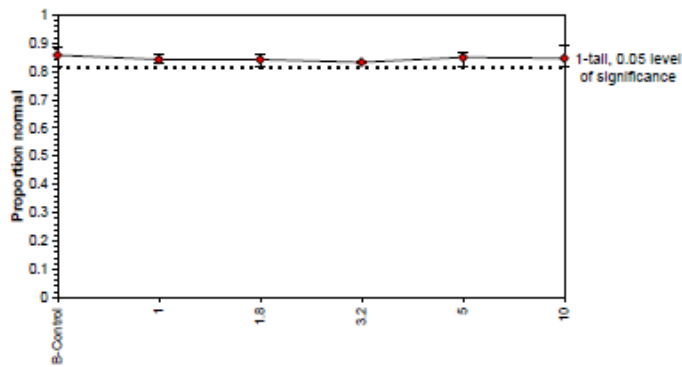
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal			
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	9008-004
End Date:	13/10/2016	Lab ID:	
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015
Comments:		Sample ID:	439-2016-09260016
		Sample Type:	
		Test Species:	CG-Crassostrea gigas

Conc-g/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1	0.8300	0.8600	0.8400			
1.8	0.8600	0.8500	0.8200			
3.2	0.8300	0.8300	0.8400			
5	0.8700	0.8200	0.8600			
10	0.8300	0.8900	0.8200			

Conc-g/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root				CV%	N	1-Tailed		
			Mean	Min	Max	t-Stat			Critical	MSD	
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6				
1	0.8433	0.9825	1.1641	1.1458	1.1873	1.818	3	0.904	2.602	0.0629	
1.8	0.8433	0.9825	1.1643	1.1326	1.1873	2.435	3	0.895	2.602	0.0629	
3.2	0.8333	0.9709	1.1503	1.1458	1.1593	0.676	3	1.476	2.602	0.0629	
5	0.8500	0.9903	1.1740	1.1326	1.2019	3.111	3	0.497	2.602	0.0629	
10	0.8467	0.9864	1.1704	1.1326	1.2327	4.647	3	0.645	2.602	0.0629	

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt
Shapiro-Wilk's Test Indicates normal distribution (p > 0.01)	0.98905	0.873	0.19371	-0.2927
Bartlett's Test Indicates equal variances (p = 0.40)	5.16588	15.0863		
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	ChV	TU
Bonferroni t Test	10	>10		
	0.04651	0.05414	0.00059	0.00117
	0.7703	5, 15		

Dose-Response Plot



ANNEXE 3 : Résultats bruts – Substance de référence



Expertises
Environnementales

Témoins négatifs

	Normales	Anormales	Pourcentage net de larves anormales
1	82	18	18.0%
2	86	14	14.0%
3	89	11	11.0%
4	85	15	15.0%
5	88	12	12.0%
6	85	15	15.0%
Moyenne	85.8	14.2	14.2%

Témoins positifs (CuSO₄)

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	0	100	100.0%	100.0%
	0	100	100.0%	100.0%
32µg/L	0	100	100.0%	100.0%
Moyenne	0.0	100.0	100.0%	100.0%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	16	84	84.0%	81.4%
	19	81	81.0%	77.9%
18µg/L	18	82	82.0%	79.0%
Moyenne	17.7	82.3	82.3%	79.4%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	75	25	25.0%	12.6%
	65	35	35.0%	24.3%
10µg/L	80	20	20.0%	6.8%
Moyenne	73.3	26.7	26.7%	14.6%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	75	25	25.0%	12.6%
	83	17	17.0%	3.3%
5.6µg/L	81	19	19.0%	5.6%
Moyenne	79.7	20.3	20.3%	7.2%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	88	12	12.0%	-2.5%
	82	18	18.0%	4.5%
3.2µg/L	89	11	11.0%	-3.7%
Moyenne	86.3	13.7	13.7%	-0.6%

Concentration	Normales	Anormales	Pourcentage brut de larves anormales	Pourcentage net de larves anormales
	86	14	14.0%	-0.2%
	86	14	14.0%	-0.2%
1.8µg/L	85	15	15.0%	1.0%
Moyenne	85.7	14.3	14.3%	0.2%

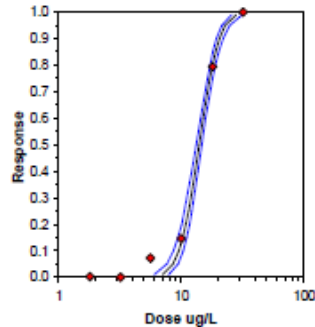
Bivalve Larval Survival and Development Test-Proportion normal						
Start Date:	12/10/2016	Test ID:	CuSO4	Sample ID:		
End Date:	13/10/2016	Lab ID:		Sample Type:		
Sample Date:		Protocol:	-NF ISO 17244-2015	Test Species:	CG-Crassostrea gigas	
Comments:						

Conc-ug/L	1	2	3	4	5	6
B-Control	0.8200	0.8600	0.8900	0.8500	0.8800	0.8500
1.8	0.8600	0.8600	0.8500			
3.2	0.8800	0.8200	0.8900			
5.6	0.7500	0.8300	0.8100			
10	0.7500	0.6500	0.8000			
18	0.1600	0.1900	0.1800			
32	0.0000	0.0000	0.0000			

Conc-ug/L	Mean	N-Mean	Transform: Arcsin Square Root				N	t-Stat	1-Tailed Critical	MSD	Number Resp	Total Number
			Mean	Min	Max	CV%						
B-Control	0.8583	1.0000	1.1860	1.1326	1.2327	3.000	6				85	600
1.8	0.8567	0.9981	1.1826	1.1731	1.1873	0.693	3	0.103	2.602	0.0864	43	300
3.2	0.8633	1.0058	1.1941	1.1326	1.2327	4.508	3	-0.246	2.602	0.0864	41	300
5.6	0.7967	0.9282	1.1043	1.0472	1.1458	4.628	3	2.462	2.602	0.0864	61	300
*10	0.7333	0.8544	1.0307	0.9377	1.1071	8.334	3	4.679	2.602	0.0864	80	300
*18	0.1767	0.2058	0.4336	0.4115	0.4510	4.648	3	22.669	2.602	0.0864	247	300
32	0.0000	0.0000	0.0500	0.0500	0.0500	0.000	3				300	300

Auxiliary Tests	Statistic	Critical	Skew	Kurt
Shapiro-Wilk's Test indicates normal distribution (p > 0.01)	0.96313	0.873	-0.5389	0.28801
Bartlett's Test indicates equal variances (p = 0.14)	8.36065	15.0863		
Hypothesis Test (1-tail, 0.05)	NOEC	LOEC	Chv	TU
Bonferroni t Test	5.6	10	7.48331	
	MSDu	MSDp	MSB	MSE
	0.06516	0.07584	0.2751	0.0022
	F-Prob	df		
	1.1E-11	5, 15		

Parameter	Value	SE	95% Fiducial Limits		Maximum Likelihood-Probit						
			Control	Chi-Sq	Critical	P-value	Mu	Sigma	Iter		
Slope	7.76127	0.60159	6.58216	8.94038	0.14167	7.26582	9.48773	0.12	1.14667	0.12884	7
Intercept	-3.8996	0.72233	-5.3154	-2.4839							
TSCR	0.15351	0.00933	0.13522	0.1718							
Point	Probits	ug/L	95% Fiducial Limits								
EC01	2.674	7.0297	6.02678	7.88992							
EC05	3.355	8.60486	7.63087	9.42642							
EC10	3.718	9.58414	8.64818	10.3712							
EC15	3.964	10.3071	9.40608	11.0662							
EC20	4.158	10.9203	10.052	11.6558							
EC25	4.326	11.4755	10.6379	12.1906							
EC40	4.747	13.0027	12.2453	13.6773							
EC50	5.000	14.0176	13.299	14.6885							
EC60	5.253	15.1118	14.4099	15.8112							
EC75	5.674	17.123	16.3618	17.9838							
EC80	5.842	17.9934	17.171	18.9672							
EC85	6.036	19.064	18.1419	20.207							
EC90	6.282	20.502	19.4126	21.9158							
EC95	6.645	22.8352	21.4162	24.7702							
EC99	7.326	27.952	25.6534	31.2818							



NIVA: Norges ledende kompetansesenter på vannmiljø

NIVA gir offentlig vannforvaltning, næringsliv og allmennheten grunnlag for god vannforvaltning gjennom oppdragsbasert forsknings-, utrednings- og utviklingsarbeid. NIVA kjennetegnes ved stor faglig bredde og godt kontaktnett til fagmiljøer i inn- og utland. Faglig tyngde, tverrfaglig arbeidsform og en helhetlig tilnæringsmåte er vårt grunnlag for å være en god rådgiver for forvaltning og samfunnsniv.



Norsk institutt for vannforskning

Gaustadalléen 21 • 0349 Oslo
Telefon: 02348 • Faks: 22 18 52 00
www.niva.no • post@niva.no