

Waterschap Limburg

t.a.v. het Dagelijks Bestuur
Postbus 2207
6040 CC Roermond

Datum	01.12.2022	Behandeld door	5.1.2e
Kenmerk	2022-WTW-IAZI0128	E-mailadres	5.1.2e @sitech.nl
Onderwerp	Aanvulling voortgangsrapportage melding voorschrift 29; onbekende stoffen	Telefoonnummer	+31 (0)6 5.1.2e

Geachte heer/mevrouw,

Met uw schrijven, kenmerk 2020-D125315 van 18 december 2020., hebben wij de vergunning in het kader van de Waterwet ontvangen voor het verrichten van handelingen in een watersysteem. Het besluit is gedateerd 15 december 2020 onder nummer 2019-Z4532.

Volgens voorschrift 29, lid 3 a en lid 3b, van de Watervergunning hebben wij totaal 179 onbekende componenten gemeld waarvan meer dan 4 maal een relatieve concentratie > 2,2 µg/l is vastgesteld waarbij ook het Plan van aanpak was toegevoegd.

Bijgevoegd de voortgangsrapportage volgens voorschrift 29 lid 6 a.
De voortgangsrapportage is een aanvulling op de rapportage 2022-WTW-IAZI0100, dd. 20-09-2022.

Hopende u voldoende te hebben geïnformeerd,

In afwachting van uw reactie.

Sitech Services,

5.1.2e

Sitech BU Water Management

Voortgangsrapportage identificatie 179 onbekende pieken in screenings.

1. Inleiding:

In de periode van 2 februari 2021 tot 20 september 2022 zijn totaal 179 onbekende componenten gemeld welke in de verschillende screeningsmethoden 4 keer of meer met een relatieve concentratie > 2,2 µg/l zijn gemeten. Op het moment dat de exacte gegevens van LCAqua-447 bekend werd, bleek dat deze ook al als QTOF_20_0013 uit de UPLC-Qtof screening van AQZ was gemeld.

In deze rapportage wordt daarom de voortgang van deze 178 onbekende componenten beschreven.

Reden voor het combineren van de voortgangsrapportage is dat de identificatie op dit moment ook gecombineerd wordt uitgevoerd.

De voortgangsrapportages van de meldingen staan in onderstaand overzicht; deze voortgangsrapportage betreft de groen gearceerde rapportages.

Rapportage	voorschrift	onderwerp	Aantal	Datum	voortgangsrapportage							
					6 weken		18 weken		30 weken		42 weken	
					plandatum	Datum opgestuurd	plandatum	Datum opgestuurd	plandatum	Datum opgestuurd	plandatum	Datum opgestuurd
29	2021-WTW-IAZ0013	Melding en Plan van aanpak identificatie 8 LCAqua componenten	8	2-feb-21	16-mrt-21	22-mrt-2021	6-jun-21	31-mei-21	11-aug-21	20-aug-21	23-nov-21	17-nov-21
29	2021-WTW-IAZ0047	Melding en plan van aanpak identificatie LCAqua-196	1	16-apr-21	29-mei-21	31-mei-21	29-aug-21	20-8-2021	12-nov-21	17-nov-21	4-dec-21	30-jan-22
29	2021-WTW-IAZ0048	Melding identificatie 6 componenten uit UPLC-Qtof screening polaire stoffen	6	26-apr-21	11-mei-21	31-mei-21	22-aug-21	20-8-2021	10-nov-21	17-nov-21	8-feb-22	30-jan-22
29	2021-WTW-IAZ0081	Melding identificatie 11 componenten uit UPLC-Qtof screening zeer polaire stoffen	11	22-apr-21	11-mei-21	31-mei-21	22-aug-21	20-8-2021	10-nov-21	17-nov-21	15-feb-22	30-jan-22
29	2021-WTW-IAZ0055	Melding 9 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (3) en UPLC-Qtof KWR (6)	9	7-mei-21	11-mei-21	31-mei-21	22-aug-21	20-8-2021	10-nov-21	17-nov-21	15-feb-22	30-jan-22
29	2021-WTW-IAZ0063	Melding 5 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (4) en LC-UV AQZ (1)	5	8-jun-21	29-mei-21	4-aug-21	12-aug-21	20-8-2021	10-nov-21	30-dec-21	28-feb-22	8-apr-22
29	2021-WTW-IAZ0072	Melding 9 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (2) en KWR (7)	9	7-jul-21	6-aug-21	4-aug-21	12-aug-21	20-8-2021	10-nov-21	30-jan-22	27-apr-22	5-mei-22
29	2021 WTW-IAZ0085	Melding 2 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (1) en KWR (1)	2	26-aug-21	7-sep-21	7-oki-21	6-nov-21	30-dec-21	10-feb-22	6-apr-22	15-mei-22	12-jul-22
29	2021 WTW-IAZ0105	Melding 7 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (4) en KWR (3)	7	30-sep-21	11-nov-21	17-nov-21	9-nov-21	30-jan-22	18-apr-22	5-mei-22	21-jun-22	12-jul-22
29	2021 WTW-IAZ0171	Melding 4 onbekende pieken in screening polaire stoffen LC-UV AQZ (1), UPLC-Qtof AQZ (2) en KWR (1)	4	16-nov-21	29-nov-21	30-dec-21	22-mrt-22	6-apr-22	12-jul-22	12-jul-22	18-sep-22	20-sep-22
29	2021 WTW-IAZ0134	Melding 14 onbekende pieken in screening zeer polaire stoffen UPLC-Qtof KWR	14	8-dec-21	18-jan-22	30-dec-21	13-feb-22	6-apr-22	12-jul-22	12-jul-22	18-sep-22	20-sep-22
29	2021 WTW-IAZ0139	Melding 11 onbekende pieken in screening zeer polaire stoffen UPLC-Qtof KWR	11	28-dec-21	8-feb-22	30-jan-22	9-mei-22	5-mei-22	12-jul-22	12-jul-22	18-sep-22	20-sep-22
29	2022 WTW-IAZ0018	Melding 28 onbekende pieken in screening polair AQZ (6) en zeer polair KWR (22)	28	7-mrt-22	19-feb-22	6-apr-22	11-apr-22	12-jul-22	12-apr-22	20-sep-22	26-dec-22	
29	2022 WTW-IAZ0040	Melding 9 onbekende pieken in screening polair AQZ (5) en zeer polair KWR (4)	9	5-mei-22	16-jun-22	12-jul-22	8-sep-22	20-sep-22	1-dec-22	17-apr-23	23-feb-23	
29	2022 WTW-IAZ0070	Melding 27 onbekende pieken in screening polair AQZ (1) en zeer polair KWR (26)	27	7-jul-22	19-aug-22	20-sep-22	10-nov-22	23-jan-23	17-apr-23	27-apr-23		
29	2022 WTW-IAZ0099	Melding 7 onbekende pieken in screening polair AQZ (3) en zeer polair KWR (4)	7	19-sep-22	31-okt-22					10-jul-23		
29	2022 WTW-IAZ0121	Melding 11 componenten bij de screening op polaire stoffen en zeer polaire stoffen	11	3-nov-22	15-dec-22			9-mrt-23	1-jun-23	24-aug-23		

2. Identificatie

Op basis van de gegevens uit de LC-UV screening van AQZ is de toetsing aan de bekende componenten uit de stoffenlijst niet mogelijk. Om het vergelijk uit te kunnen voeren zijn de exacte massa en de bruto formule van de onbekende piek nodig.

AQZ heeft in januari 2021 opdracht ontvangen voor de vaststelling van de exacte massa en bruto formule van de 8 LCAqua componenten, deze opdracht is intussen uitgebreid naar 12.

Bij de aanbidding zijn door AQZ onderstaande opmerkingen gemaakt:

- AQZ heeft tenminste vijf effluent samples nodig waarin de concentraties van de genoemde LCAqua's sterk verschillen (AQZ houdt dit zelf in de gaten in de wekelijkse samples voor de HPLC-UV screening).
- In dit voorstel is ook het berekenen van de bruto formule opgenomen, het gaat dus om een identificatie tot Schymanski niveau 4.
- Voor het betrouwbaar berekenen van de bruto formule worden fragmentatiespectra (MSMS) opgenomen. Met behulp van onze software is het dan in de meeste gevallen mogelijk om tot een eenduidige en betrouwbare bruto formule te komen.
- De startdatum van het project zou 1 februari 2021 kunnen zijn. De verwachting is dat er minimaal drie maanden nodig zijn om goede samples te verzamelen waarin de concentratie voldoende verschilt om trendanalyses te doen.

- **Disclaimer:**

Het zou kunnen zijn dat er meerdere massa's gevonden worden in de verschillende fracties, waarbij het niet mogelijk is om tot 1 m/z en bruto formule te komen voor een LCAqua-code. In dat geval zullen meerdere opties worden opgenomen in de rapportage, met eventuele informatie over de waarschijnlijkheid welke bruto formule bij de code hoort. Uiteraard is het ook mogelijk dat de HPLC-UV piek bestaat uit een mengsel van pieken die per definitie meerdere massa's geven.

Status punten per 1 december 2022:

Door AQZ zijn de exacte massa en bruto formule van 9 van de 12 onbekende LCAqua componenten gerapporteerd, zie tabel 1 en bijlage A.

In de rapportage is aangegeven waarom er 3 deelcomponenten zijn gegeven voor de LCAqua-447. Daarnaast is beschreven wat de reden is dat voor de onbekende componenten LCAqua 560 en 471 nog geen exacte massa en bruto formule bekend is. Het onderzoek naar deze 2 onbekende componenten wordt continu voortgezet totdat de gegevens voldoende onderbouwt gerapporteerd kunnen worden. Hoe lang dit gaat duren is afhankelijk van de aanwezigheid van deze componenten in het effluent van de IAZI.

AQZ reactie op vraag naar de voortgang van het bepalen van de exacte massa en brutoformule van de onbekende componenten LCAqua-560 en -471:

Beste **5.1.2e**

mbt je additionele vraag over de identificaties.
De onbekenden LCAqua-471 en LCAqua-560 zijn de afgelopen maanden niet of slechts in lage concentraties aangetoond in de routinematig gemeten monsters. Vanaf die kant zijn er geen extra acties ingezet.

Met vriendelijke groet,

5.1.2e

De component LCAqua-510 is zo weinig massa gevoelig dat er geen signaal verkregen wordt bij de analyse m.b.v. de Q-tof massa spectrofotometer.

Van de component LCAqua-191 is definitief vastgesteld dat het de stof 2-phenylbenzimidazole sulfonzuur betreft.

Tabel 1 : Exacte massa en bruto formule LCAqua componenten

LC-UV screening AQZ					Non target screening AQZ		
Component	Kreti	M	Bruto formule	gehalte UV-detector [µg/l]	Component	Nieuwe code	gehalte MS-detector [µg/l]
LCAqua-447*	10,61	190,08545	C9H10N4O	5,5	QTOF_20_0014	QTOF_POS0013	1,4
		122,04852	C6H6N2O		QTOF_20_0013	QTOF_POS0012	9,5
		69,02133	C3H3NO		QTOF_SIT_21_0435	QTOF_POS0501	0,1
LCAqua-560*	11,07	Te lage concentraties		1,5	LCAqua-560*		
LCAqua-558*	12,59	268,08811	C12H16N2O3S	1,6	QTOF_SIT_21_0074	QTOF_POS0193	0,1
LCAqua-539*	13,40	177,07871	C10H11NO2	2,7	QTOF_SIT_21_0575	QTOF_POS0639	1,0
LCAqua-512*	15,45	212,95372	C6H4BrN3O	3,6	QTOF_SIT_21_0650		
LCAqua-471*	19,60	Te lage concentraties		2,1	LCAqua-471*		
LCAqua-436*	40,31	250,1542	C15H22O3	1,6	QTOF_SIT_21_0576	QTOF_POS0640	0,0
LCAqua-295*	42,95	278,18897	C17H26O3	2,3	QTOF_SIT_21_0006	QTOF_POS0124	0,2
LCAqua-196*	18,47	218,1169	C11H14N4O	3,7	QTOF_SIT_21_0097	QTOF_POS0216	2,1
LCAqua-510*	29,43	Geen massa's gevonden, ni		2,5	LCAqua-510*		
LCAqua-191*	13,11	2-phenylbenzimidazole sul		3,2	QTOF_SIT_21_0651		
LCAqua-571	13,10	250,0752	C9H17NO5S	5,2	QTOF_SIT_21_0266		2,2

Zie bijlage A voor het verdere overzicht van de onbekenden uit de non-target screening van AQZ en KWR

1. Beoordelen aan de hand van de exacte massa en bruto formule van de onbekende piek of dit een component van de stoffenlijst zoals opgenomen in de watervergunning betreft:

Op basis van de gerapporteerde exacte massa en bruto formule van de 9 LCAqua componenten is vastgesteld dat deze niet voorkomen op de stoffenlijst (bijlage 4 uit de vergunning).

Wel is vastgesteld dat de grootse van de 3 deelcomponenten van de LCAqua-447 op 16 april als een extra onbekende component uit de 'non target screening' (NTS) van AQZ onder de code QTOF_20_0013 valt.

Het is duidelijk dat er een overlap is tussen de verschillende screeningsmethodes waar op gelet wordt bij het melden van nieuwe onbekende componenten. Echter op basis van de gegevens van de LCAqua componenten is niet direct vast te stellen of dit dubbelingen betreft ten opzichte van de overige methodes.

2. Indien de gegevens niet overeenkomen met componenten op de stoffenlijst wordt identificatie van de onbekende component gestart.

Status punten per 1 december 2022:

Voor de bepaling of onbekende componenten, gevonden in het effluent van de IAZI, in het influent of in een of meerdere hoofdriolen op de Chemelot site aanwezig zijn, zijn van 2 periodes week mengmonsters voor de NTS screening aangeboden bij AQZ en KWR.

De periodes waarvan week mengmonsters zijn aangeboden zijn:

- a) Week 25 t/m 28 2021
- b) Week 42 t/m 45 2021
- c) Week 32 t/m 34 2022

Van de drie series van afvalwater monsters zijn de NTS screening uitgevoerd.

De kwalitatieve beoordeling van de aanwezigheid van de te identificeren onbekende stoffen ten aanzien van de aanwezigheid in het influent en de 6 hoofdriolen is gegeven in bijlage B.

Eerste voorlopige conclusie:

Op basis van de eerste resultaten kunnen al de eerste voorlopige conclusies getrokken worden.

Deze conclusies zijn:

- a) Geïdentificeerde componenten.
- b) Er is nog geen conclusie te trekken op basis van de nu bekende gegevens.
- c) De onbekende component is een metaboliet van een andere component welke in de IAZI gevormd wordt,
- d) De onbekende component komt in het influent en in een of meer van de 6 hoofdriolen voor.
- e) De exacte massa van een LCAqua component is nog niet bepaald of is niet te bepalen.

In tabel 3 is voor de 160 gemelde componenten gegeven welke voorlopige conclusie van toepassing is.

Het zijn 162 onbekende componenten totaal omdat bepaald is de onbekende component LCAqua-447 een samenstel is van 3 verschillende componenten met verschillende massa's en bruto formule.

Voortgang per 1 december 2022:

In tabel 3 is het aantal onbekenden componenten in categorie -"b) er is nog geen conclusie te trekken op basis van de nu bekende gegevens" na de derde ronde van bemonstering van influent en hoofdriolen in augustus 2022 terug gebracht naar 30.

Tabel 3 voorlopige conclusies voor de gemelde onbekende stoffen.

Component	M	Bruto formule	RT	gemeld	geïdentificeerde component
a) Geïdentificeerde componenten.					
ST_ZPS_POS_024	135,05436	C5H5N5	5,547	7-mrt-22	Adenine
ST_ZPS_POS_039	101,07002	C2H7N5	8,582	7-jul-22	Biguanide
ST_ZPS_POS_159	244,1938	C16H24N2	7,092	7-jul-22	Xylometazoline
ST_ZPS_NEG_002				nvt	Sulfaminezuur
ST_ZPS_NEG_003	170,91595	nbn	2,888	30-sep-21	Adduct van sulfaminezuur; ontstaat in de analyse
ST_ZPS_NEG_007	231,9226	nbn	2,804	7-mei-21	Adduct van sulfaminezuur; ontstaat in de analyse
ST_ZPS_NEG_046	279,92195	C6H4O5Mg4Si	9,879	6-jul-21	magnesium - formaat adductcluster; wordt in de analyse gevormd is niet in het effluent aanwezig
QTOF_SIT_21_0651	274,04096	C13H10N2O3S	5,880	als LCAqua-191	2-fenylbenzimidazolesulfonzuur
b) Er is nog geen conclusie te trekken op basis van de nu bekende gegevens					
ST_ZPS_POS_074	178,0839	C7H14O5	8,757	19-sep-22	
ST_ZPS_POS_133	185,14151	C10H19NO2	10,373	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_320	680,41219	nbn	2,957	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_040	238,05071	C8H14O6S	4,114	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_130	220,85234	nbn	10,252	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_140	330,04444	nbn	6,041	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_142	260,00275	nbn	3,066	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_151	196,90885	nbn	3,132	19-sep-22	
ST_ZPS_NEG_156	264,06728	nbn	4,054	19-sep-22	
ST_ZPS_NEG_182	154,94206	nbn	3,244	19-sep-22	
QTOF_POS0501	69,02133	C3H3NO	4,893	als LCAqua-447	
QTOF_SIT_21_0650	212,95372	C6H4BrN3O	5,400	als LCAqua-512	
QTOF_POS0640	250,15618	C15H22O3	11,44	als LCAqua-436	
QTOF_POS0016	183,12581	C10H17NO2	5,365	2-mrt-22	
QTOF_POS0126	323,23218	C16H29N5O2	3,764	19-sep-22	
QTOF_POS0136	234,10703	C14H18O5	9,774	19-sep-22	
QTOF_POS0155	220,09177	C13H16O5	8,743	7-jul-22	
QTOF_POS0161	266,17257	C12H26O6	6,068	5-mei-22	
QTOF_POS0179	193,14635	C12H19NO	10,570	7-mrt-22	
QTOF_POS0198	189,11482	C12H15NO	10,559	7-mrt-22	KWR 1 ST_ZPS_POS_007
QTOF_POS0231	183,12566	C1H17NO2	5,370	5-mei-22	AQZ 1
QTOF_POS0238	165,11564	C1H15NO	2,705	5-mei-22	
QTOF_POS0267	149,08412	C9H11NO	5,269	6-jul-21	
QTOF_POS0400	229,13121	C11H19NO4	6,786	7-mrt-22	AQZ 1
QTOF_POS0630	191,09235	C8H14O5	4,885	30-sep-21	
QTOF_POS0644	221,1526	C12H19N3O	3,117	7-mrt-22	
QTOF_POS0646	220,13196	C11H16N4O	5,494	7-mrt-22	
QTOF_POS0658	254,199	C14H26N2O2	6,781	19-sep-22	
QTOF_POS0675	178,08379	C7H14O5	3,831	5-mei-22	
QTOF_POS0676	132,07913	C6H12O3	3,835	5-mei-22	
ST_ZPS_POS_074	178,0839	C7H14O5	8,757	19-sep-22	
ST_ZPS_POS_133	185,14151	C10H19NO2	10,373	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_320	680,41219	nbn	2,957	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_040	238,05071	C8H14O6S	4,114	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_130	220,85234	nbn	10,252	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_140	330,04444	nbn	6,041	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_142	260,00275	nbn	3,066	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_151	196,90885	nbn	3,132	19-sep-22	
c) De onbekende component is een metaboolt van een andere component welke in de IAZI gevormd wordt					
QTOF_POS0013	190,08545	C9H10N4O	4,893	als LCAqua-447	KWR 1 ST_ZPS_POS_004
QTOF_POS0012	122,0486	C6H6N2O	4,89	20-apr-21	KWR 1 ST_ZPS_POS_032 / AQZ 1
QTOF_POS0639	177,07871	C10H11NO2	5,24	als LCAqua-539	AQZ 1
QTOF_POS0216	218,1169	C11H14N4O	5,541	als LCAqua-196	AQZ 1
QTOF_SIT_21_0266	250,0752	C9H17NO5S	4,920	als LCAqua-571	
QTOF_POS0010	166,06324	C9H10O3	4,493	20-apr-21	AQZ 1
QTOF_POS0222	236,127	C10H20O6	5,038	7-mei-21	
QTOF_POS0247	183,13718	C9H17N3O	2,811	8-jun-21	AQZ 1
QTOF_POS0275	132,058	C9H8O	5,251	8-jun-21	
QTOF_POS0282	185,11648	C8H15N3O2	2,877	8-jun-21	AQZ 1
QTOF_POS0293	187,06644	C8H13NO2S	3,267	20-apr-21	AQZ 1

Component	M	Bruto formule	RT	gemeld	geïdentificeerde component
QTOF_POS0312	150,07953	C8H10N2O	5,542	20-apr-21	AQZ 1
QTOF_POS0362	135,04313	C6H5N3O	4,412	7-mei-21	AQZ 1
QTOF_POS0659	138,06668	C6H7N3O	2,648	30-sep-21	
QTOF_POS0661	194,11631	C9H14N4O	3,110	16-nov-21	
ST_ZPS_POS_004					als LCAqua-447 gemeld. Is brokstuk van ST_ZPS_POS_032
ST_ZPS_POS_057	219,10027	C11H13N3O2	3,480	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_062	283,99008	nnb	4,846	8-dec-21	
ST_ZPS_POS_065	238,1063	C10H14N4O3	3,346	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_086	204,05674	C7H12N2O3S	3,412	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_143	307,15325	C15H21N3O4	2,988	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_144	187,03024	C7H9NO3S	3,410	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_269	283,9909	nnb	4,540	5-mei-22	
ST_ZPS_NEG_028	209,07985	C9H11N3O3	6,453	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_059	232,09551	C11H12N4O2	4,467	16-nov-21	
ST_ZPS_NEG_060	246,03058	C8H10N2O5S	2,410	28-dec-21	
ST_ZPS_NEG_067	208,04039	nnb	3,452	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_068	204,04545	C8H12O4S	2,425	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_069	237,99679	nnb	2,455	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_075	234,05597	C9H14O5S	6,240	28-dec-21	
ST_ZPS_NEG_076	246,03087	C8H10N2O5S	2,502	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_087	182,98372	nnb	2,705	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_093	283,99051	C9H9BrN4O2	4,394	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_114	236,03544	nnb	2,976	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_115	238,05119	C8H14O6S	3,011	7-jul-22	
d) De onbekende component komt in het influent en in een of meer van de 6 hoofdriolen voor					
QTOF_POS0193	268,08811	C12H16N2O3S	5,97	als LCAqua-558	
QTOF_POS0124	278,18837	C17H26O3	12,05	als LCAqua-295	
QTOF_POS0165	222,18409	C12H22N4	4,662	30-sep-21	AQZ 1
QTOF_POS0250	168,12625	C9H16N2O	4,772	20-apr-21	AQZ 1
QTOF_POS0256	166,1106	C9H14N2O	6,485	6-jul-21	
QTOF_POS0296	140,1073	C8H13NO	6,476	7-mei-21	AQZ 1
QTOF_POS0351	192,05664	C6H12N2O3S	3,692	8-jun-21	AQZ 1
QTOF_POS0361	107,06082	C6H6N2	5,550	30-sep-21	
ST_ZPS_POS_005	228,1473	C11H20N2O3	10,374	6-jul-21	KWR 1 / AQZ 1 QTOF_POS0205
ST_ZPS_POS_006	220,13225	C11H16N4O	5,097	22-apr-21	KWR 1
ST_ZPS_POS_007					als QTOF_POS0222 gemeld
ST_ZPS_POS_008	206,14175	C12H18N2O	2,902	22-apr-21	
ST_ZPS_POS_009	186,11556	C12H14N2	5,684	22-apr-21	
ST_ZPS_POS_012	236,12716	C11H16N4O2	3,499	22-apr-21	KWR 1
ST_ZPS_POS_015	165,1152	C10H15NO	9,530	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_017	168,0898	C8H12N2O2	5,610	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_POS_020	198,09674	C10H12F2N2	6,867	8-dec-21	
ST_ZPS_POS_021	183,13704	C9H17N3O	10,008	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_023	201,98967	nnb	9,878	7-mei-21	
ST_ZPS_POS_025	238,17912	C12H22N4O	11,280	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_026	220,09536	C10H12N4O2	3,638	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_POS_031	323,23204	C16H29N5O2	11,448	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_032					als LCAqua-447 gemeld
ST_ZPS_POS_033	199,12061	C10H17NO3	11,123	8-dec-21	
ST_ZPS_POS_037	240,14365	C13H18F2N2	9,870	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_055	194,95131	nnb	10,125	7-mei-21	
ST_ZPS_POS_060	196,12098	C10H16N2O2	10,332	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_061	137,0585	nnb	8,403	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_063	210,13627	C11H18N2O2	10,402	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_POS_064	217,96719	nnb	10,190	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_069	222,18418	C12H22N4	10,019	5-mei-22	
ST_ZPS_POS_083	193,0851	C9H11N3O2	2,873	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_087	190,14687	nnb	3,639	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_099	234,11151	C11H14N4O2	4,733	7-jul-22	
ST_ZPS_POS_109	179,09452	C10H13NO2	5,543	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_115	219,06161	nnb	6,229	7-mrt-22	
ST_ZPS_POS_141	193,0851	C9H11N3O2	2,869	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_004	230,0902	C9H14N2O5	3,948	7-mei-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_005	210,01973	C6H10O6S	2,835	22-apr-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_006	237,91131	nnb	2,717	7-mrt-22	

Component	M	Bruto formule	RT	gemeld	geïdentificeerde component
ST_ZPS_NEG_008	257,98675	nnb	5,163	22-apr-21	
ST_ZPS_NEG_009	212,07966	C9H12N2O4	4,864	22-apr-21	
ST_ZPS_NEG_010	212,07966	C9H12N2O4	4,110	22-apr-21	
ST_ZPS_NEG_011	260,00233	nnb	4,859	22-apr-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_012	230,0902	C9H14N2O5	3,500	7-mei-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_013	226,02668	nnb	7,851	6-jul-21	
ST_ZPS_NEG_014	220,04042	C8H12O5S	6,916	22-apr-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_015	247,07223	C9H14CIN3O3	3,426	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_016	138,03066	C5H4N3O2	7,066	6-jul-21	
ST_ZPS_NEG_018	181,9286	nnb	9,617	30-sep-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_019	233,89044	nnb	9,487	30-sep-21	
ST_ZPS_NEG_020	212,07964	C9H12N2O4	5,635	22-apr-21	
ST_ZPS_NEG_021	237,99685	nnb	2,829	6-jul-21	
ST_ZPS_NEG_023	212,07964	C9H12N2O4	5,301	6-jul-21	
ST_ZPS_NEG_024	238,05101	C8H14O6S	2,981	8-dec-21	
ST_ZPS_NEG_027	168,84379	nnb	10,160	28-dec-21	
ST_ZPS_POS_032					als LCAqua-447 gemeld
ST_ZPS_NEG_036	233,89044	nnb	9,573	27-aug-21	
ST_ZPS_NEG_038	247,07188	C9H14CIN3O3	2,688	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_041	304,02778	nnb	4,183	6-jul-21	
ST_ZPS_NEG_042	260,0018	nnb	4,386	7-mei-21	
ST_ZPS_NEG_058	257,9868	nnb	4,952	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_061	330,04371	nnb	5,520	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_063	148,97801	C3H3NO4S	2,557	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_064	260,84645	nnb	9,814	5-mei-22	
ST_ZPS_NEG_066	215,94868	nnb	2,953	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_070	264,06645	nnb	4,045	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_071	193,0851	C9H11N3O2	2,701	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_078	141,96822	nnb	3,234	8-dec-21	
ST_ZPS_NEG_080	178,02989	C6H10O4S	5,188	8-dec-21	KWR 1
ST_ZPS_NEG_084	238,05084	nnb	5,470	28-dec-21	
ST_ZPS_NEG_088	171,94993	C9H14O5S	2,780	28-dec-21	
ST_ZPS_NEG_089	224,03527		3,045	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_091	212,07959	C9H12N2O4	5,212	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_092	178,02984	nnb	4,329	8-dec-21	
ST_ZPS_NEG_094	330,04208	C14H10N4O4S	5,350	8-dec-21	
ST_ZPS_NEG_096	219,0616	nnb	6,244	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_097	178,00463	C4H6N2O4S	2,528	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_098	204,04535	C8H12O4S	2,505	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_099	248,04626	nnb	2,531	7-jul-22	
ST_ZPS_NEG_100	193,04097	C6H11NO4S	5,774	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_108	205,04056	C7H11NO4S	4,439	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_110	238,05089	C10H11N2O3P	6,110	28-dec-21	
ST_ZPS_NEG_122	304,02839	nnb	4,372	7-mrt-22	
ST_ZPS_NEG_133	177,85045	nnb	2,405	5-mei-22	
ST_ZPS_NEG_145	260,0027	nnb	4,460	7-jul-22	
QTOF_POSO193	268,08811	C12H16N2O3S	5,97	als LCAqua-558	
e) De exacte massa van een LCAqua component is nog niet bepaald of is niet te bepalen					
Te lage concentraties					
Te lage concentraties					
Geen massa's gevonden, noch met positieve, noch met negatieve ionisatie					

3. Herkomst (fabriek en proces) van de onbekende componenten

Status 1 december 2022:

Voor de identificatie van de onbekende componenten welke in de IAZI ontstaan, en daardoor alleen in het effluent aanwezig zijn, is een offerte aangevraagd bij AQZ en KWR. De start van dit deel van het identificatie traject zal medio 2022 starten.

Echter AQZ heeft laten weten niet de apparatuur te hebben om het gevraagde identificatie traject uit te voeren, zie onderstaande bericht.

Geachte heer **5.1.2e** Beste **5.1.2e**

Naar aanleiding van uw aanvraag met kenmerk 22TE001 voor de identificatie van de metabolieten in het effluent IAZI, moeten wij u helaas mededelen dan wij niet in staat zijn deze werkzaamheden uit te voeren. Wij hebben als Aqualab Zuid niet de beschikking over de juiste equipment voor deze analyses. Ter informatie de heer **5.1.2e** is hiervan tevens telefonisch door ons op de hoogte gebracht.

Met vriendelijke groet,
5.1.2e

5.1.2e

Petrusplaat 1 | 4251 NN Werkendam
Tel: 0183- **5.1.2e** Mob: 06- **5.1.2e**
Website | LinkedIn

Voortgang per 1 december 2022:

1. KWR heeft opdracht te beoordelen of de componenten, welke in kolom 'geïdentificeerde componenten' van tabel 3 de opmerking KWR1 hebben, te identificeren zijn. De selectie is gebaseerd op de hoogste relatieve concentratie en het aantal keren dat de componenten aangetoond zijn in het effluent van de IAZI.
2. In september 2022 is in overleg met AQZ de afspraak gemaakt dat ook AQZ op basis van de aanwezige informatie van een 16-tal onbekende componenten (hoofdzakelijk metabolieten welke in de IAZI gevormd worden), met behulp van programma's als Chem-spider stoffen te herleiden. De gevonden potentiële stoffen met de hoogste waarschijnlijkheid zullen, indien mogelijk besteld worden om middels spike te bepalen of het de betreffende onbekend is.
3. In augustus 2022 is bij diverse fabrieken (totaal 12) afvalwater monsters genomen (totaal 72) op het overname punt om te bepalen van welke fabriek de onbekende componenten, aangetoond in een van de hoofdriolen, afkomstig zijn. De resultaten van KWR zijn inmiddels ontvangen en verwerkt, de resultaten van AQZ worden in december 2022 verwacht.

Vervolg op basis van de bemonstering en screening van de monsters op de overnamepunten:

1. Op basis van de inschatting worden afvalwater stromen in de fabriek bemonsterd om de inschatting te onderbouwen.
2. Als de verwachte component bevestigd is, is het noodzakelijk om een standaard van deze component te bestellen of indien niet verkrijgbaar te laten synthetiseren, dit kan enkele maanden duren.
3. Met de standaard kan de juiste concentratie van de onbekende component in het effluent van de IAZI bepaald worden.

4. Beoordelen geïdentificeerde nieuwe stof.

Indien een onbekende component geïdentificeerd is, wordt deze als nieuwe stof beoordeeld.

Elke nieuwe stof wordt volgens het acceptatie beleid beoordeeld waarbij onderstaande stappen worden doorlopen:

1. Bepalen stoffeigenschappen.
Mocht de standaard van de geïdentificeerde component commercieel verkrijgbaar zijn, is er in de meeste gevallen ook een CAS nummer beschikbaar op basis waarvan de stoffeigenschappen opgezocht kunnen worden; dit is echter niet altijd het geval.
Indien er geen stof eigenschappen beschikbaar zijn moeten deze via QSAR modellering afgeleid worden.
2. Op basis van de stoffeigenschappen wordt de ABM2016 toetsing uitgevoerd.
3. De ECO- en drinkwaternormen worden opgezocht en indien deze niet beschikbaar zijn worden deze conform de door het RIVM goedgekeurde systematiek afgeleid.
4. Op basis van de gemeten effluent concentratie kan het effect van de lozing met de immissietoets beoordeeld worden.
5. Indien uit de immissietoets blijkt dat de lozing niet voldoet moet in samenwerking met de lozende fabriek bepaald worden welke (BBT) maatregelen mogelijk zijn om de lozing te reduceren.

5. Bijlagen

- A. Overzicht van de 178 componenten waarvoor de identificatie gestart is.
- B. Tracering onbekende componenten

Bijlage A : Overzicht van de componenten waarvoor de identificatie gestart is

LC-UV screening AQZ					Non target screening AQZ					Non target screening KWR									
Component	Kret	M	Bruto formule	2017 gem. gehalte (ppb)	Component	Nieuwe code	M	Bruto formule	RT	Identificatie niveau	gem. gehalte (ppb)	gemidd. WL	Component	M	Bruto formule	RT	Identificatie niveau	gem. gehalte (ppb)	gemidd. WL
LC Aqua 447*	10.61	200.0545	C8H12N4O	5.5	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	4.89	4	1.2	20-aug-22	ST_2P5_POS_034						
LC Aqua 500*	11.07	200.0811	C12H16N2O2S	1.5	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.97	5	0.1								
LC Aqua 539*	13.40	177.0291	C10H14N2O2	2.7	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.24	4	0.1		ST_2P5_POS_016						
LC Aqua 571*	15.45	165.0213	C8H14N2O	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.4	5	0.2								
LC Aqua 585*	19.60	150.1542	C15H20N2O3	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	11.48	5	0.2								
LC Aqua 609*	43.95	278.1897	C17H20N2O3	3.3	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	12.05	5	0.2								
LC Aqua 186*	18.47	165.0213	C8H14N2O	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.45	4	2.2								
LC Aqua 539*	28.43	165.0213	C8H14N2O	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.88	1									
LC Aqua 197*	11.11	165.0213	C8H14N2O	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	5.02	5	1.4								
LC Aqua 671	11.10	165.0213	C8H14N2O	1.6	OTOF_P05004	OTOF_P05003	130.0545	C8H12N4O	4.92	5	3.7	20-aug-22							
Totaal 12 onbekende stoffen gemeld					Totaal 36 onbekende stoffen gemeld					Totaal 131 onbekende stoffen gemeld									
Totaal gemeld aan het WL					Totaal 179 onbekende stoffen (met één dubbeling)					Totaal 178 onbekende stoffen									
Identificatie gestart voor:																			

