

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

Datum	5 mei 2022	Behandeld door	5.1.2e
Kenmerk	2022_WTW_IAZI0040	E-mailadres	5.1.2e @sitech.nl
Onderwerp	Melding voorschrift 29 onbekende stoffen	Telefoonnummer	06 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 melden we met deze brief dat 9 componenten bij de screening op polaire stoffen van AQZ (5 stuks) en zeer polaire stoffen KWR (4 stuks), meer dan 4 maal een relatieve concentratie > 2,2 µg/l is vastgesteld.

Bijgevoegd de melding met plan van aanpak.

Hopende u voldoende te hebben geïnformeerd,

In afwachting van uw reactie.

Sitech Services,

5.1.2e

Melding 9 onbekende pieken in screening polair AQZ (5 stuks) en zeer polair KWR (4 stuks).

1. Inleiding:

Bij de uitvoering van de screeningen polaire en zeer polaire stoffen bij AQZ en KWR zijn nog 9 nieuwe onbekende pieken gerapporteerd waarvan nu vier maal of meer een relatieve concentratie > 2,2 µg/l is gemeten.

Het totaal aantal gemelde stoffen was tot nu 113, daarbij opgeteld komen de 9 onbekenden van deze melding, waarmee het totaal op 122 komt.

2. Identificatie

Uit de gerapporteerde analyse resultaten van uitgevoerde screening volgen onbekende pieken. Uit de rapportage blijkt niet of dit eventueel een bekende component is. Om duidelijk te krijgen of het daadwerkelijk om een onbekende component gaat moeten onderstaande stappen doorlopen worden:

1. Is de combinatie van exacte massa en bruto formule terug te voeren naar een van componenten uit de stoffenlijst of al in andere screeningsmethode gevonden en gemeld.
Toets is uitgevoerd en de 9 nieuwe pieken zijn op basis van de bruto formule niet aanwezig in de stoffenlijst.
2. Is een van de componenten mogelijk één van de componenten waarvoor de identificatie al gestart is; dit is noodzakelijk door de overlap tussen de screeningsmethoden.
Het is niet uit te sluiten dat een van de te melden componenten overeen komt met een van de LCAqua componenten waarvan de exacte massa en bruto formule nog niet bekend is; vooralsnog worden ze als nieuwe onbekende component gemeld.

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

Voor de uitvoering van de analyse van de hoofdriolen worden enkele week mengmonsters van het influent en de 6 hoofdriolen gemaakt en aangeboden bij zowel AQZ als KWR voor de screening met de NTS methode om aan te tonen of de gemelde 109 onbekende componenten in het influent of in een of meerdere hoofdriolen aanwezig is.

De bepaling van de bron van de onbekende component gebeurt met de uitvoering van onderstaande stappen:

1. Bemonstering en analyse van Influent, totaal Elserheide, totaal Kerensheide, zuid riool, midden riool, procesriool zuid en procesriool noord.
2. Indien het deel van de locatie van herkomst bekend is worden, in overleg met de fabrieken welke lozen op dat riool, monsters stroom opwaarts richting genomen en geanalyseerd.
3. Indien een onbekende wel in het effluent van de IAZI aangetoond wordt, maar niet in het influent of een van de 6 hoofdriolen, is het waarschijnlijk dat de onbekende een metaboliet is van een andere grotere component in het influent van de IAZI.
4. Op basis van de resultaten van stap 2 is het meestal mogelijk een fabriek als bron te benoemen.
5. Samen met de fabriek wordt de basis informatie (exacte massa en brut formule) beoordeeld om in te schatten in welk deel van het proces de onbekende componenten eventueel afkomstig kan zijn.
6. Op basis van de inschatting worden afvalwater stromen van de fabriek bemonsterd om de inschatting te onderbouwen.

7. 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 als er een standaard commercieel verkrijgbaar is. Indien deze gesynthetiseerd moet worden kan dit oplopen tot één jaar.
8. 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 of berekende effluent concentratie, indien er geen doelstof analyse mogelijk blijkt te zijn, 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. Meetgegevens

In tabel 1 zijn de gegevens van de 4 onbekende pieken weergegeven waarvan minimaal 4 keer een relatieve concentratie > 2,2 µg/l is gemeten met de UPLC-Qtof screeningsmethode voor polaire stoffen van AQZ.

Tabel 1 : samenvatting polaire componenten voor identificatie

Non target screening AQZ						
Component	Nieuwe code	RT	M	Bruto formule	Identificatie niveau	2022 gem. gehalte [µg/l]"
QTOF_SIT_21_0043	QTOF_POS0161	6,068	266,17257	C12H26O6	5	4,7
QTOF_SIT_21_0112	QTOF_POS0231	5,37	183,12566	C1H17NO2	5	2,2
QTOF_SIT_21_0119	QTOF_POS0238	2,705	165,11564	C1H15NO	5	1,4
QTOF_SIT_21_0617	QTOF_POS0675	3,831	178,08379	C7H14O5	5	4,4
QTOF_SIT_21_0618	QTOF_POS0676	3,835	132,07913	C6H12O3	5	5,8

Non target screening KWR					
Component	M	Bruto formule	RT	Identificatie niveau	2021 gem. gehalte [µg/l]
ST_ZPS_NEG_064	5	nnb	260,84645	9,81	3,4
ST_ZPS_NEG_133	5	nnb	177,8505	2,41	0,4
ST_ZPS_POS_069	4	C12H22N4	222,1842	10,02	1,2
ST_ZPS_POS_269	5	nnb	283,9909	4,54	0,5

Het complete overzicht van de analyse resultaten van de zeer polaire componenten is gegeven in bijlage A.

6. Bijlagen

- A. Overzicht analyse resultaten gemelde onbekende pieken.
- B. Overzicht van alle gemelde onbekenden met de oude en de nieuwe codes van AQZ

Bijlage B : Overzicht van alle gemelde onbekenden met de oude en de nieuwe codes van AQZ

LC-UV screening AQZ					Non target screening AQZ					Non target screening KWR																	
Component	Ketel	M	Bruis formule	2021 gem. gehalte (µg/l)	gemidd. WL	Component	Nieuwe code	RT	M	Bruis formule	identificatie niveau	2021 gem. gehalte (µg/l)	gemidd. WL	Component	identificatie niveau	Bruis formule	M	RT	2021 gem. gehalte (µg/l)	gemidd. WL							
LC-Aqua 447*	30.61		185.0850	CHH2N2O	5.5	2-feb-21	GTDP-P09004	4.89	185.0850	CHH2N2O	4	1.3															
			122.0452	CHH2N2O	5.5	2-feb-21	GTDP-P09007	4.89	122.0452	CHH2N2O	4	9.0	30-sep-21	ST_ZPS_P05_004							10.8						
LC-Aqua 500*	31.07		88.0213	CHH2N2O	1.5	2-feb-21	GTDP-P09001	4.89	89.0213	CHH2N2O	5	0.5															
			12.59	268.0881	CL2H2N2O3S	1.6	2-feb-21	GTDP-P09013	5.97	268.0881	CL2H2N2O3S	5	0.2														
LC-Aqua 508*	13.40		177.0761	CLH11N2O2	2.7	2-feb-21	GTDP-P09003	5.24	177.0761	CLH11N2O2	4	1.2															
			85.45		3.6	9-feb-21	GTDP-P09006	3.01	223.9592	CHH2N2O	5																
LC-Aqua 517*	39.00				2.1	2-feb-21	LC-Aqua-47*																				
			40.31	250.1562	CL14H2N2O	1.6	2-feb-21	GTDP-P09040	11.44	250.1562	CL14H2N2O	5	0.1														
LC-Aqua 595*	42.95		228.1887	CL7N2O3	2.3	2-feb-21	GTDP-P09014	12.05	228.1887	CL7N2O3	5	0.2															
			18.47		3.7	18-sep-21	GTDP-P09024	5.54	218.1169	CL14H2N2O	4	3.3															
LC-Aqua 530*	29.43				2.5	8-jan-21	LC-Aqua-530*																				
			13.11		3.2	27-aug-21	GTDP-P09011	5.98	274.0478	Buylghebronnindiole sulfonzuur	1																
LC-Aqua 571	13.18				5.2	16-nov-21	GTDP-P09121	4.08	250.0751	CH17N2O5	5	1.4															
			7.87	204.1258	CL2H2N2O	5.2	16-nov-21	GTDP-P09122	5.26	204.1258	CL2H2N2O	5	1.4														
total	12		onbekende stoffen gemeld			total					onbekende stoffen gemeld																
			GTDP-P09006	4.03	185.0850	CHH2N2O	5	3.8	30-sep-21	GTDP-P09007	4.89	185.0850	CHH2N2O	5	0.8	2-nov-21	GTDP-P09008	4.89	185.0850	CHH2N2O	5	0.8	2-nov-21	GTDP-P09009	4.89	185.0850	CHH2N2O
Total gemeld aan het MLU	112		onbekende stoffen (met één dubbeling)			total					onbekende stoffen gemeld																
			identificatie gestart voor:	111	onbekende stoffen			total					onbekende stoffen gemeld														
ST_ZPS_NEG_003 5 mnb 170.916 2.89 3.6 30-sep-21 CHH12N2O 230.0021 1.98 6.2 7-feb-21 CHH10O5S 235.0179 2.84 24.2 22-sep-21 ST_ZPS_NEG_009 5 mnb 237.0518 4.72 2.9 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_007 5 mnb 238.0228 2.80 1.5 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_008 5 mnb 237.9689 4.48 7.4 23-sep-21 ST_ZPS_NEG_009 4 CHH12N2O4 212.0797 4.86 4.2 22-sep-21 ST_ZPS_NEG_009 4 CHH12N2O4 212.0797 4.11 1.8 22-sep-21 ST_ZPS_NEG_081 5 mnb 260.0823 4.86 9.0 22-sep-21 ST_ZPS_NEG_012 4 CHH12N2O5 230.0020 3.90 1.9 7-feb-21 ST_ZPS_NEG_013 5 mnb 226.0027 7.85 1.1 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_014 4 CHH12O3S 220.0924 6.92 7.3 22-sep-21 CHH4N2O2 138.0207 7.07 1.1 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_018 5 mnb 185.0248 0.83 6.9 30-sep-21 ST_ZPS_NEG_019 5 mnb 233.8804 0.49 2.3 30-sep-21 ST_ZPS_NEG_020 4 CHH12N2O4 212.0798 5.64 1.4 22-sep-21 mnb 237.9689 4.48 1.8 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_023 4 CHH12N2O4 212.0798 5.30 0.6 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_024 4 CHH12O3S 228.0521 2.96 3.1 8-dec-21 mnb 168.0828 0.36 1.6 28-dec-21 ST_ZPS_NEG_028 2 CHH11N2O3 208.0799 6.45 2.0 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_026 5 mnb 233.8804 0.57 4.8 27-aug-21 ST_ZPS_NEG_041 5 mnb 306.0728 4.18 1.3 6-jul-21 mnb 280.0123 4.89 5.0 7-nov-21 ST_ZPS_NEG_045 5 mnb 275.0222 0.88 4.7 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_028 5 mnb 257.0868 4.95 1.2 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_026 4 CHH11N2O3 220.0925 4.47 3.0 8-nov-21 CHH12N2O5 246.0799 2.41 1.8 6-jul-21 ST_ZPS_NEG_061 5 mnb 330.0437 5.52 2.7 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_063 4 CHH12O3S 148.0728 2.56 1.4 7-nov-22 mnb 260.0828 0.36 1.6 28-dec-21 ST_ZPS_NEG_020 5 mnb 264.0655 4.05 0.7 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_071 4 CHH11N2O2 189.0811 2.70 0.9 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_025 4 CHH12O3S 224.0528 6.24 1.3 28-dec-21 CHH12N2O5 246.0799 2.50 12.9 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_038 5 mnb 141.9832 3.71 2.9 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_080 5 mnb 178.0209 5.19 5.3 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_084 5 mnb 238.0228 4.47 3.4 28-dec-21 ST_ZPS_NEG_087 5 mnb 182.0827 2.71 1.0 2-nov-22 ST_ZPS_NEG_088 4 CHH12O3S 171.0499 2.78 1.5 28-dec-21 ST_ZPS_NEG_091 4 CHH12N2O4 212.0798 5.21 1.4 7-nov-22 mnb 178.0209 4.13 2.0 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_093 5 mnb 283.9004 4.39 1.7 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_094 4 CHH12O3S 330.0121 3.35 0.7 8-dec-21 ST_ZPS_NEG_085 5 mnb 238.0828 6.24 1.0 7-nov-22 CHH12N2O5 246.0799 2.51 1.3 2-nov-22 ST_ZPS_NEG_098 4 CHH12O3S 208.0521 2.51 1.4 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_100 4 CHH12O3S 193.041 5.77 1.7 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_108 4 CHH12O3S 205.0021 4.84 1.2 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_110 4 CHH11N2O3P 238.0609 6.21 0.6 28-dec-21 mnb 304.0284 4.37 4.0 7-nov-22 ST_ZPS_NEG_122 5 mnb 250.0723 10.25 0.0 7-nov-22 mnb 177.0229 2.41 0.4 30-dec-21 ST_ZPS_P05_005 4 CLH12N2O3 228.1471 10.37 10.6 6-jul-21 ST_ZPS_P05_006 4 CLH12N2O 220.1322 5.10 8.2 22-sep-21 ST_ZPS_P05_008 4 CLH12N2O 206.1448 1.30 2.5 22-sep-21 ST_ZPS_P05_009 4 CLH12N2 185.1156 5.68 7.8 22-sep-21 ST_ZPS_P05_012 4 CLH12N2O2 236.1272 3.50 3.9 22-sep-21 ST_ZPS_P05_015 4 CLH12N2O 185.1152 5.53 1.4 28-dec-21 ST_ZPS_P05_017 4 CHH12N2O 168.0898 5.41 5.1 8-dec-21 ST_ZPS_P05_080 4 CHH12N2O 198.0857 6.87 1.0 8-dec-21 ST_ZPS_P05_021 4 CHH12N2O 183.137 10.01 1.2 7-nov-22 mnb 206.0897 0.88 3.0 7-nov-22 ST_ZPS_P05_024 5 CHH2N5 135.0444 5.55 0.9 7-nov-22 ST_ZPS_P05_026 4 CHH12N2O2 220.0524 3.64 1.3 8-dec-21 ST_ZPS_P05_023 4 CHH12N2O3 198.1206 5.12 1.5 8-dec-21 ST_ZPS_P05_027 4 CHH12N2O3 245.1257 3.87 1.0 8-dec-21 ST_ZPS_P05_025 5 mnb 194.0513 10.13 1.0 7-nov-22 ST_ZPS_P05_027 4 CLH11N2O2 219.1003 3.48 3.7 28-dec-21 ST_ZPS_P05_080 4 CLH12N2O2 186.121 10.33 2.5 7-nov-22 mnb 248.0828 4.89 1.2 7-nov-22 ST_ZPS_P05_083 4 CLH12N2O2 230.1358 10.40 1.6 8-dec-21 ST_ZPS_P05_084 5 mnb 217.0872 10.19 1.6 28-dec-21 ST_ZPS_P05_093 4 CHH12N4 222.1847 10.02 1.1 7-nov-22 ST_ZPS_P05_083 4 CHH11N2O3 198.0857 2.87 1.1 7-nov-22 ST_ZPS_P05_086 4 CHH12N2O3S 204.0527 3.41 0.9 7-nov-22 ST_ZPS_P05_029 4 CLH12N2O2 176.0623 5.54 1.3 7-nov-22 mnb 219.0828 4.21 1.2 7-nov-22 ST_ZPS_P05_145 4 CHH2N2O5 187.0308 3.41 0.1 28-dec-21 ST_ZPS_P05_209 5 mnb 283.9009 4.54 0.5 5-nov-22																											
total																onbekende stoffen		80									