

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

<b>Datum</b>	<b>8 december 2021</b>	<b>Behandeld door</b>	5.1.2e
<b>Kenmerk</b>	2021-WTW-IAZI0134	<b>E-mailadres</b>	5.1.2e @sitech.nl
<b>Onderwerp</b>	Melding voorschrift 29 onbekende stoffen	<b>Telefoonnummer</b>	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 14 componenten bij de UPLC-Orbitrap screening op polaire stoffen van KWR, 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.

5.1.2e  
Sitech Services,  
5.1.2e

## Melding 14 onbekende pieken in screening UPLC-Orbitrap KWR.

### 1. Inleiding:

Bij de uitvoering van de screening zeer polaire stoffen bij KWR zijn nog 14 nieuwe onbekende pieken gerapporteerd waarvan nu vier maal of meer een relatieve concentratie  $> 2,2 \mu\text{g/l}$  is gemeten.

### 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 14 nieuwe pieken zijn op basis van de bruto formule niet aanwezig in de stoffenlijst. Daarnaast is van de onbekende piek met code ST\_ZPS\_POS\_029 vastgesteld dat de opgegeven bruto formule overeen komt met Cyanmelamine een component welke al in bijlage 4 van de beschikking is opgenomen. Er is een standaard van deze component naar KWR gestuurd om definitief te bevestigen of het dezelfde component is.*
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 moet een ander laboratorium de LC-MS methode overnemen en de analyses uitvoeren.

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, totaal noord, 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. Op basis van de resultaten van stap 2 is het meestal mogelijk een fabriek als bron te benoemen.
4. 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.
5. Op basis van de inschatting worden afvalwater stromen van de fabriek bemonsterd om de inschatting te onderbouwen.
6. 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.
7. 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 KWR					
Component	M	Bruto formule	RT	2021 gem. gehalte [µg/l]	gemeld WL
ST_ZPS_POS_017	168,0898	C8H12N2O2	5,61	7,9	
ST_ZPS_POS_020	198,0967	C10H12F2N2	6,87	2,3	
ST_ZPS_POS_026	220,0954	C10H12N4O2	3,64	5,7	
ST_ZPS_POS_033	199,1206	C10H17NO3	11,12	4,1	
ST_ZPS_POS_062	283,9901	nmb	4,85	6,8	
ST_ZPS_POS_063	210,1363	C11H18N2O2	10,40	3,1	
ST_ZPS_NEG_024	238,051	C8H14O6S	2,98	2,5	
ST_ZPS_NEG_028	209,0799	C9H11N3O3	6,45	5,1	
ST_ZPS_NEG_076	246,0309	C8H10N2O5S	2,50	5,9	
ST_ZPS_NEG_078	141,9682	nmb	3,23	8,6	
ST_ZPS_NEG_080	178,0299	nmb	5,19	8,9	
ST_ZPS_NEG_092	178,0298	nmb	4,33	3,5	
ST_ZPS_NEG_093	283,9905	nmb	4,39	4,1	
ST_ZPS_NEG_094	330,0421	C14H10N4O4S	5,35	4,1	

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

#### 6. Bijlagen

- A. Overzicht analyse resultaten UPLC-Orbitrap positieve en negatieve mode en UPLC-QTOF componenten.

Bijlage A : Overzicht analyse resultaten UPLC-Orbitrap positieve en negatieve mode componenten.

Identificatiecode	Stofnaam	ID Iol	Formule	Molecuulmassa (Da)	Mol. RT (min)	rel. RT (min)	2020-53		2021-04		2021-08		2021-12		2021-16		2021-20		2021-24		2021-28		2021-32		2021-36		2021-40		2021-41		2021-42		2021-43		2021-44		totaal aantal		max	min	
							Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	n	n	gemiddeld	max	min						
ST_ZPS_POS_017		4	C10H12N2O2	162,0990	5,51	0,543								2,0					2,1								7,2	6,8	11,2	6,8	1,8			5	5	7,9	11,2	6,8			
ST_ZPS_POS_029		4	C10H12F2N2	186,0967	6,97	0,787	2,5							2,2													1,5	0,8	2,8	2,8			3	5	2,3	3,0	0,8				
ST_ZPS_POS_026		4	C10H12N4O2	220,0954	3,64	0,412																					6,0	7,0	6,2	6,1	6,3			4	6	5,7	7,0	3,3			
ST_ZPS_POS_033		4	C10H17N2O2	199,1204	11,42	1,274			3,0																		5,6	8,4	4,0	1,9	1,9			4	4	4,5	8,4	3,8			
ST_ZPS_POS_042		5		283,3901	4,95	0,549																														4	6	6,8	9,2	3,5	
ST_ZPS_POS_063		4	C10H16N2O2	210,1363	10,40	1,179									2,2		4,5																				4	4	3,1	4,5	1,9

Identificatiecode	Stofnaam	ID Iol	Formule	Molecuulmassa (Da)	Mol. RT (min)	rel. RT (min)	2020-53		2021-04		2021-08		2021-12		2021-16		2021-20		2021-24		2021-28		2021-32		2021-36		2021-40		2021-41		2021-42		2021-43		2021-44		totaal aantal		max	min					
							Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	Conc. (ISTD) (µg/L)	n	n	gemiddeld	max	min								
ST_ZPS_NEG_080		5		178,02389	5,19	0,706																																	7	6	8,9	21,4	1,7		
ST_ZPS_NEG_082		5		178,02384	4,329	0,5826																																		4	4	3,5	3,9	3,0	
ST_ZPS_NEG_093		5		283,39051	4,394	0,5914																																			4	4	4,1	4,8	3,4
ST_ZPS_NEG_094		4	C10H10N4O4	330,04208	5,35	0,7201																																			4	4	4,1	4,4	3,8