

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

<b>Datum</b>	<b>30 september 2021</b>	<b>Behandeld door</b>	5.1.2e
<b>Kenmerk</b>	2021-WTW-IAZI0105	<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 4 componenten bij de UPLC-Qtof screening op polaire stoffen van AQZ en 3 componenten bij de UPLC-Orbitrap screening op polaire stoffen van KWR, meer dan 4 maal een relatieve concentratie > 2,2 µg/l is vastgesteld.

Hopende u voldoende te hebben geïnformeerd,

In afwachting van uw reactie.

Sitech Services,

5.1.2e  
5.1.2e

## Melding 7 onbekende pieken in screening polaire stoffen UPLC-Qtof AQZ (4 stuks) en UPLC-Orbitrap KWR (3 stuks).

### 1. Inleiding:

Bij de uitvoering van de screenings polaire stoffen bij zowel AQZ als KWR zijn nog 7 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 onbekende 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 7 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 modelering 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 6 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

Component	M	Bruto formule	RT	2021 gem. gehalte [µg/l]
QTOF_SIT_21_0047	222,18409	C12H22N4	4,662	0,8
QTOF_SIT_21_0242	107,06082	C6H6N2	5,550	1,3
QTOF_SIT_21_0565	191,09235	C8H14O5	4,885	2,7
QTOF_SIT_21_0597	138,06668	C6H7N3O	2,648	2,1
ST_ZPS_NEG_018	181,9286	nmb	9,62	6,9
ST_ZPS_NEG_019	233,8904	nmb	9,49	10,5
ST_ZPS_NEG_003	170,916	nmb	2,89	16,5

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

UPLC-QTOF componenten positieve mode

Naam	RT	Info	M.n.	Opmerkingen	Moleculair gewicht	Identificatie	Concentraties (ppb)																																			aantal	gemidd	max	min
							1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35				
OTOF_SIT_L_004	4.42	203,1994	222,1449		0	C18H22N4	0,34	0,15	0,13	0,10	0,10	0,17	0,24	0,41	0,16	0,41	0,50	0,75	0,70	0,35	0,35	0,42	0,17	0,34	0,35	0,70	0,65	0,32	1,19	2,09	0,97	1,32	0,25	0,64	0,57	0,97	2,07	2,79	1,68	0,70	34	4	0,1	2,9	0,1
OTOF_SIT_L_024	5,35	107,0491	101,95284		5	C14H8N2	0,40	0,52	0,22	0,27	0,44									0,72	1,25	0,92	0,56	0,72	0,41	0,49	0,19	0,70	1,11	2,45	2,19	1,96	1,11	1,12	1,42	1,94	2,79	2,12	5,43	27	4	1,2	5,4	0,2	
OTOF_SIT_L_089	2,441	131,0667	137,0894		8	C14H12N2O																							0,93	3,66	3,92	3,06	0,59	0,61	2,41	1,99	0,24			4	4	2,1	3,9	0,2	

UPLC-Orbitrap componenten negatieve mode

Identificatiecode	Stofnaam	ID	Formule	Molecuulmassa	RT	rel. RT	Opmerkingen	Concentraties (ppb)																aantal	2,2 µg/gemidd	max																	
								2020-53	2021-04	2021-08	2021-12	2021-16	2021-20	2021-24	2021-28	2021-32	2021-36	2021-40	2021-44	2021-48	2021-52																						
ST_ZPS_NEG_003		5		170,5760	2,89	0,390		11,4	15,0	17,2							20,1	18,7																						5	5	10,5	20,1
ST_ZPS_NEG_018		5		181,9286	9,62	1,325	[matige piekvoorm]	2,3									3,1	3,0																						4	4	6,9	19,4
ST_ZPS_NEG_019		5		233,8904	9,49	1,307		2,6	21,3	12,2				2,1																										5	4	10,5	21,3