

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

Datum	20-04-2021	Behandeld door	5.1.2e
Kenmerk	2021-WTW-IAZI0048	E-mailadres	5.1.2e @sitech.nl
Onderwerp	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 melden we met deze brief dat 6 componenten bij de UPLC-Qtof screening op polaire stoffen, uitgevoerd door AQZ, 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

5.1.2e

Melding 6 onbekende pieken in UPLC-Qtof screening polaire stoffen AQZ.

1. Inleiding:

In de wekelijkse UPLC-Qtof screening op polaire stoffen van het effluent IAZI uitgevoerd door Aqualab Zuid (AQZ) worden onbekende pieken gevonden welke een QTOF_20_xxxx (is al aangetoond in Maas) of QTOF_SIT_21_xxxx (alleen in effluent Sitech IAZI aangetoond) code krijgen en waarvan de retentietijd (TR), de exacte massa (inclusief fragmentatie) in een bibliotheek worden vast gelegd. Op basis van de resultaten van de weken 1 tot 3 en 5 tot 8 van 2021 zijn 6 componenten vastgesteld met een relatieve concentratie vier maal of meer > 2,2 µg/l.

2. Identificatie

Uit de gerapporteerde analyse resultaten van uitgevoerde screening volgen onbekende pieken. Uit de rapportage blijkt niet of dit eventueel een onbekende 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.
2. Is een van de componenten mogelijk één van de 9 LCAqua componenten waarvoor de identificatie al gestart is; dit is noodzakelijk door de grote overlap tussen beide methodes.

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

Voor de uitvoerig 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 eer 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

Naam	RT	n	n > 2,2	Identificatie niveau	Bruto formule	gem. [µg/l]	max [µg/l]	min [µg/l]
QTOF_SIT_21_0175	3,267	7	7	5	C8H13NO2S	6,2	10,6	2,2
QTOF_20_0010	4,493	7	7	5	C9H10O3	3,9	4,3	3,3
QTOF_SIT_21_0132	4,772	7	6	5	C9H16N2O	7,0	11,9	2,0
QTOF_20_0013	4,908	7	7	4	C6H6N2O	9,4	13,9	6,7
QTOF_SIT_21_0097	5,541	7	6	5	C11H14N4O	5,3	9,3	0,0
QTOF_SIT_21_0194	5,542	7	6	5	C8H10N2O	3,6	4,9	1,8

Het complete overzicht van de analyse resultaten van deze 6 polaire componenten is gegeven in bijlage A.

6. Bijlagen

- A. Overzicht analyse resultaten van de 8 UPLC-QTOF componenten van 2021.

Bijlage A : Overzicht analyse resultaten 8 LCAqua componenten van 2020 en 2021 t/m week 7

RT [min]	m/z meas.	M meas.	Ions	Name	Molecular Formula	Id. niveau	Opmerking	2021 week 1 Rel. Conc. [µg/l]	week 2 Rel. Conc. [µg/l]	week 3 Rel. Conc. [µg/l]	week 5 Rel. Conc. [µg/l]	week 6 Rel. Conc. [µg/l]	week 7 Rel. Conc. [µg/l]	week 8 Rel. Conc. [µg/l]
3,267	188,07376	187,06644	[M+H] ⁺ , [†	QTOF_SIT_21_0175	C8H13NO2S	5		9,61	10,61	6,60	6,12	2,92	6,60	2,21
4,493	167,07032	166,06324	[M+H] ⁺ , [†	QTOF_20_0010	C9H10O3	5		3,54	3,35	3,38	4,27	3,33	4,23	4,20
4,772	169,13353	168,12625	[M+H] ⁺	QTOF_SIT_21_0132	C9H16N2O	5		3,76	8,35	8,17	11,88	8,43	8,21	1,99
4,908	123,05587	122,0486	[M+H] ⁺	QTOF_20_0013	C6H6N2O	4		7,94	6,82	6,67	10,68	13,82	13,87	11,60
5,541	219,1236	218,1169	[M+H] ⁺ , [†	QTOF_SIT_21_0097	C11H14N4O	5		4,37	4,68	3,60	9,33	0,00	6,67	8,52
5,542	151,08681	150,07953	[M+H] ⁺	QTOF_SIT_21_0194	C8H10N2O	5		2,95	2,47	1,81	4,47	4,86	3,19	4,07