

Final report

## **Dynamische test voor het aantonen van de retentie van chemische reststoffen door het Fontinet “twee fasen” filter**

-----

### **Dynamic test to demonstrate the retention of chemical residues and bacteria by the Fontinet “two stage” filter.**

Guido Vanermen, Jo Lievens, Kathleen Allaerts, Wilfried Brusten

Study carried out by order of PRIME WATER bvba

Februari – 2014



#### **VITO NV**

Boeretang 200 - 2400 MOL - BELGIE  
Tel. + 32 14 33 55 11 - Fax + 32 14 33 55 99  
vito@vito.be - www.vito.be

BTW BE-0244.195.916 RPR (Turnhout)  
Bank 375-1117354-90 ING  
BE34 3751 1173 5490 - BBRUBEBB



---

**VERSPREIDINGSLIJST/DISTRIBUTION LIST**

Prime Water, 3 ex.  
VITO, 3 ex.

**ORIGINAL TEXT: BELGIAN/DUTCH**

---

### SAMENVATTING

In deze studie werd nagegaan in welke mate de door Prime Water ontwikkelde and geproduceerde Fontinet “twee fasen” filters, welke bestaan uit een koolstof mantel en membraan micro-filter in de kern, in staat zijn om kwantitatief veel voorkomende organische micropolluenten alsook het zware metaal lood uit het drinkwater te verwijderen.

Met dit doel werden aan drinkwater de geselecteerde polluenten geaddede en werd i.f.v. het doorstroomvolume het uitloopwater van de Fontinet filters geanalyseerd op het voorkomen van deze polluenten.

Uit de resultaten blijkt dat de Fontinet filters een zeer goede retentie vertoont voor mogelijke verontreinigingen in het drinkwater. Er werd ook geen doorbraak vastgesteld na doorstroom van grote volumes water.

### Summary

This study was undertaken to ascertain the degree by which the FONTINET “two stage” filters, developed and manufactures by Prime Water, which consist of a carbon shell and a membrane micro-filter, have the capability to remove quantitatively frequently occurring organic micro pollutants, as well as heavy metals, such as lead, from drinking water.

To this end selected pollutants were added to drinking water, which was passed through the FONTINET filter. The filtered water was subsequently analysed on any remaining traces of these pollutants.

The results show that the FONTINET filters demonstrate a very good retention for possible pollutants in drinking water. Also no break through could be established after the passage of large volumes of water.

---

**INHOUD/CONTENT**

|                                                                                                                      |            |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>Verspreidingslijst/Distribution</b>                                                                               | <b>I</b>   |
| <b>Samenvatting/Summary</b>                                                                                          | <b>II</b>  |
| <b>Inhoud/Content</b>                                                                                                | <b>III</b> |
| <b>HOOFDSTUK/Chapter 1. Inleiding/Introduction</b>                                                                   | <b>1</b>   |
| 1.1. <i>Situering/situation</i>                                                                                      | 1          |
| 1.2. <i>Doelstelling/Objectives</i>                                                                                  | 2          |
| <b>HOOFDSTUK/Chapter 2. Proefopzet voor de dynamische retentietest/Dynamic retention test</b>                        | <b>5</b>   |
| 2.1. <i>Proefopstelling/test set up</i>                                                                              | 5          |
| 2.2. <i>Monsternemingen/sampling</i>                                                                                 | 7          |
| 2.3. <i>Bepalingsmethoden/assay methods</i>                                                                          | 9          |
| <b>HOOFDSTUK/Chapter 3. Resultaten/Results</b>                                                                       | <b>14</b>  |
| 3.1. <i>Pesticiden, pharmaceutica en industriële chemicaliën/pesticides/pharmaceuticals and industrial chemicals</i> | 14         |
| 3.2. <i>Vluchtige organische verbindingen/volatile organic compounds</i>                                             | 15         |
| 3.3. <i>Zware metalen: lood/heavy metals - lead</i>                                                                  | 15         |
| <b>HOOFDSTUK Chapter 4. Besluit/Decision</b>                                                                         | <b>23</b>  |



## HOOFDSTUK 1. INLEIDING / INTRODUCTION

---

### 1.1. SITUERING/SITUATION

Ondanks het feit dat er “drinkwater” in de eerste plaats als kraantjeswater ter beschikking is, geven vele mensen de voorkeur aan flessenwater, want aan kraantjeswater worden vaak eigenschappen toegeschreven, die als onprettig (bijsmaak) of ongezond worden ervaren. De vraag is of dit terecht is, maar zolang er nog regelmatig berichten opduiken over hormonen, medicijnresten of bacteriën in ons kraantjeswater blijft die situatie bestaan.

Despite the fact that tap water is available as “drinking water” in the first place, many people prefer bottled water. The reason is that certain properties are attributed to tap water that are experienced as unpleasant (taste) or unhealthy. The question is whether this is justified. But as long as messages keep appearing about hormones, medicine residues or bacteria in tap water, this situation persists.

Er blijken echter nadelen aan flessenwater:

- de prijs per fles van een liter is aanzienlijk en dan het sleuren met flessen van en naar de winkel.
- flessenwater is meestal niet meer dan extra gezuiverd kraantjeswater.
- productie, transport van lege en gevulde flessen en het afval van gebruikte flessen vormen een grote milieubelasting.

There are considerable disadvantages to bottled water:

- it is expensive and troublesome for the consumer (dragging bottles to and from the shop)
- bottles water is mostly nothing more than purified tap water;
- production, transport of empty and filled bottles present a huge environmental burden ([http://www.fontinet.be/pdf/LCA\\_report\\_final.pdf](http://www.fontinet.be/pdf/LCA_report_final.pdf))

Prime Water heeft als alternatief een methode ontwikkeld om kraantjeswater extra te zuiveren en daarmee 100% veilig en natuurlijk smakend drinkwater te maken.

Prime Water developped an alternative for bottled water, the FONTINET filter, that additionally purifies tap water, thus producing 100% safe and naturally tasting drinking water.

De FONTINET® Filters worden geheel bij Prime Water bvba in Lommel geproduceerd en bieden een combinatie van de beste beschikbare zuiveringstechnieken.

1. De speciale koolstofmantel geeft het water een aangename smaak, waardoor ook thee en koffie veel beter smaken. Opgeloste chemicaliën, medicijnresten en zware metalen die zich nog in het kraantjeswater bevinden worden verwijderd.
2. Het membraan micro-filter verwijdert 99,9999% van alle bacteriën, troebelings > 0,15 µm (0,00015 mm) en voorkomt kalkaanslag.

The FONTINET filters are entirely produced by Prime Water bvba in Lommel/Belgium and incorporate a unique combination of the best purification techniques currently available.

Tap water first flows through a special carbon mantle of coco nut shells (1). By removing organic pollutants, responsible bad smell and taste, the water obtains a pleasant natural taste. Also tea and coffee taste much better. Furthermore residues of dissolved pollutants, such as pesticide, chemicals, lead and often used medicines are removed.

In the membrane micro-filter (2) the water flows through pores of  $0,15\text{ }\mu\text{m}$  ( $0,00015\text{ mm}$ ), removing 99,9999% of all bacteria and residues of solid waste (also responsible for unpleasant taste). Lime scale is prevented because the micro particles which bind calcium have been removed. Calcium remains in dissolved state as it is a natural nutrient for people.



### 1.2. DOELSTELLING/OBJECTIVES

Prime Water is gespecialiseerd in de productie van waterzuiveringsmodules voor toepassingen aan het gebruikspunt, dit om chemische verontreinigingen, geur en smaak, bacteriën en virussen te verwijderen. Prime Water heeft aan VITO gevraagd om een dynamische testmethode uit te werken voor de bepaling van de retentie van chemische reststoffen door het Fontinet filter.

Prime Water is specialized in the production of water purification modules to be applied at the point of use, to prevent contamination by chemical pollutants and to disinfect the water from bacteria and viruses.

Prime Water has requested VITO to apply the dynamic test procedure to determine the retention of chemical residues by the FONTINET filter.

Het doel was om de functionaliteit van het Fontinet filter aan te tonen door de verwijderings-efficiëntie van een aantal karakteristieke aandachtstoffen in drinkwater te volgen. De doelstelling was dus tweërlei:

- **aantonen dat het Fontinet filter kwantitatief de chemische reststoffen verwijderd**
- **aantonen dat de verwijderingsefficiëntie behouden blijft na doorstroom van grote hoeveelheden water.**



The functionality of the FONTINET filter was going to be demonstrated by following the retention efficiency of a number of characteristic chemical residues in drinking water. The objective was two fold:

- **demonstrate that the Fontinet filter removes chemical residues quantitatively;**
- **demonstrate that the removal efficiency is retained after the throughput of large quantities of water.**

De geselecteerde parameters zijn in Tabel 1 opgenomen. Het zijn wateroplosbare stoffen, die bij de waterzuivering kunnen doorbreken en die volgens literatuurgegevens soms in drinkwater en/of water gebruikt voor de productie van drinkwater voorkomen. Het betreft volgende stofgroepen:

- Vluchtige organische verbindingen
- Medicijnresten
- Polaire bestrijdingsmiddelen en afbraakproducten
- Industriële chemicaliën
- Het zware metaal lood, gekozen o.b.v. relevantie voor drinkwater.

The selected parameters are listed in Table 1. They consist of water soluble substances, which can break through at the water purification plant and which, according to the available literature, sometimes occur in drinking water and/or in water used for the production of drinking water. It concerns the following substance groups:

- Volatile organic compounds,
- Medicine residues,
- Polar pesticides or degradation products,
- Industrial chemicals,
- The heavy metal lead, chosen for its relevance for drinking water.

Tabel 1: Lijst van geselecteerde stoffen/List of selected substances

| <i>Pharmaceuticals</i>                                                              | <i>Pharmaceuticals</i>                                  |
|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| Carbamazepine                                                                       | Antiepilecticum/anti epileptic                          |
| Diclofenac                                                                          | Pijnstiller/pain killer                                 |
| Ibuprofen                                                                           | Pijnstiller/pain killer                                 |
| Bezafibrate                                                                         | lipideverlagend middel/lipid lowering remedy            |
| Metoprolol                                                                          | Betablokker/beta blocker                                |
| Amidotrizoïnezuur                                                                   | Radiocontrastmiddel/radio contrast medium               |
| Sulfamethoxazole                                                                    | Antibioticum/anti biotic                                |
| Clarythromicine                                                                     | Antibioticum/anti biotic                                |
| <i>Pesticiden en afbraakproducten</i>                                               | <i>Pesticides and degradetion products</i>              |
| BAM                                                                                 | Afbraakproduct/degradetaion product dichlobenil         |
| Desethylatrazine                                                                    | Afbraakproduct/degradation product atrazine             |
| VIS-01                                                                              | Afbraakproduct/degradation product chloorthalonil       |
| Bentazon                                                                            | herbicide                                               |
| mecoprop                                                                            | herbicide                                               |
| <i>Industriële chemicaliën</i>                                                      | <i>Industrial chemicals</i>                             |
| Octylfenol                                                                          | Basisproduct surfactant/basis product surfactant        |
| Bisfenol A                                                                          | Basisproduct polycarbonaat/basis product poly carbonate |
| 4-methylbenzotriazool                                                               | Anti-corrosiemiddel/anti corrosion                      |
| <i>Vluchtige organische verbindingen</i>                                            | <i>Volatile organic compounds</i>                       |
| trihalomethanen (chloroform, broomdichloormethaan, chloordibroommethaan, bromoform) | Desinfectiebijproducten/disinfection by products        |
| MTBE                                                                                | benzine-additief/fuel additive                          |
| <i>Zware metalen</i>                                                                | <i>Heavy metals</i>                                     |
| lood                                                                                | lead                                                    |

## HOOFDSTUK 2. PROEFOPZET VOOR DE DYNAMISCHE RETENTIETEST / TEST SET UP FOR DYNAMIC RETENTION TEST

---

### 2.1. PROEFOPSTELLING/TEST SET UP

Voor de dynamische test werd een plastic container van 1000 L gevuld met drinkwater. Aan de gevulde container werden vervolgens de chemische stoffen, opgelost in water of in een kleine hoeveelheid wateroplosbaar solvent, geaddeerd. De finale concentraties in het water zijn opgenomen in Tabel 2. De addities van de organische verbindingen gebeurde a.d.h.v. methanoloplossingen, deze van lood a.d.h.v. een waterige oplossing.

For the dynamic test a plastic container of 1000 liter was filled with drinking water. Subsequently chemical compounds, dissolved in water or in a small quantity water dissolvable solvent, were added. The final concentrations are included in table 2. Organic compounds were added in methanol solutions; lead was added in a aqueous solution.

De retentie van de stoffen door de FONTINET werd opgevolgd door in het begin en vervolgens om de 250 L het uitloopwater van de FONTINET te analyseren op het voorkomen van de geaddeerde stoffen. Tegelijk werd ook telkens het water van de cubitainer gemeten.

De cubitainer van 1000 L was voorzien van een afvoer met een kogelkraan en een pomp met manometer. De pomp genereerde een druk die het geaddeerde water door het FONTINET filter stuurde. Er werden 2 FONTINET filters getest; V1 met een poriegrootte in het actiefkoolblok tussen 5 en 10  $\mu\text{m}$  en V2 met een poriegrootte van gemiddeld 0,5  $\mu\text{m}$ .

The retention of substances by the FONTINET was followed up by analyzing the outflow of water from the FONTINET at the start and subsequently every 250 L on the presence of the added substances. At the same time the water in the container was measured.

The container of 1000 L was provided with a drain with ball valve and a pump with manometer. The pump generated a pressure that directed the contaminated water through the FONTINET. Two FONTINET filters were tested; V1 with a pore size in the Carbon block between 5 and 10  $\mu\text{m}$  and V2 with a pore size of 0,5  $\mu\text{m}$  average.

De dynamische test werd uitgevoerd bij Prime Water bvba in samenwerking met VITO. De uitrusting was opgesteld in het testlaboratorium van Prime Water bvba. De te adderen oplossingen en de additie-instructies werden door VITO aangeleverd. De Lab assistent van Prime Water voerde de additie en de monsternemingen uit. De nodige recipiënten voor de monsternemingen werden door VITO ter beschikking gesteld en de geschikte wijze van monsterneming werd door VITO toegelicht. Het transport van de monsters naar VITO voor de uiteindelijke analyse werd door Prime Water uitgevoerd.

The dynamic test was executed by Prime Water in cooperation with VITO. The equipment was set up in the test laboratory of Prime Water bvba. The solutions to be added and the addition instructions were provided by VITO.

The laboratory assistant of Prime Water added the substances and took the samples. The sample containers and instructions regarding the sampling method were provided by VITO. The samples were transported to VITO for analysis by Prime Water.

Tabel 2: Geaddede concentraties polluenten aan het water/*concentration of pollutants added*

|                                                |                       | Concentratie<br>additie | Additie aan 1000 L<br>water |
|------------------------------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------------|
|                                                |                       | ng/l                    | mg                          |
| Pharmaceuticals                                | carbamazepine         | 1000                    | 1                           |
| <i>Pharmaceuticals</i>                         | diclofenac            | 1000                    | 1                           |
|                                                | ibuprofen             | 2000                    | 2                           |
|                                                | bezafibrate           | 1000                    | 1                           |
|                                                | metoprolol            | 1000                    | 1                           |
|                                                | sulfamethoxazole      | 1000                    | 1                           |
|                                                | clarythromicine       | 2000                    | 2                           |
| Pesticiden en<br>afbraakproducten              | BAM                   | 1000                    | 1                           |
| <i>Pesticides and<br/>Degradation products</i> | desethylatrazine      | 1000                    | 1                           |
|                                                | VIS-01                | 2000                    | 2                           |
|                                                | bentazone             | 1000                    | 1                           |
|                                                | mecoprop              | 2000                    | 2                           |
| Industriële stoffen:                           | BPA                   | 1000                    | 1                           |
| <i>Industrial substances</i>                   | t-octylfenol          | 1000                    | 1                           |
|                                                | 4-methylbenzotriazool | 1000                    | 1                           |
| Vluchtige verbindingen                         | MTBE                  | 100000                  | 100                         |
| <i>Volatile compounds</i>                      | chloroform            | 100000                  | 100                         |
|                                                | broomdichloormethaan  | 100000                  | 100                         |
|                                                | chloordibroommethaan  | 100000                  | 100                         |
|                                                | bromoform             | 100000                  | 100                         |
| Zware metalen                                  | lood                  | 100000                  | 100                         |
| <i>Heavy metals</i>                            | zink                  | 100000                  | 100                         |
|                                                | cadmium               | 100000                  | 100                         |

## 2.2. MONSTERNEMINGEN/SAMPLING

De tijdstippen van de monsterneming en het aantal en volume van de watermonsters werd als volgt gepland voor de cubitainer en de FONTINET uitloop:

- Monstervolumes, bij elke monsterneming:
  - o 2 maal 1000 ml, in een glazen recipiënt, voor de bepaling van niet-vluchtige verbindingen; hierbij wordt natriumthiosulfaat als bewaarmiddel toegevoegd (50 mg/l)
  - o 1 maal 100 ml, in een glazen recipiënt, voor de bepaling van de vluchtige verbindingen; hierbij wordt natriumthiosulfaat als bewaarmiddel toegevoegd (50 mg/l)
  - o 1 maal 100 ml in een PP recipiënt voor de bepaling van zware metalen; het water wordt aangezuurd met  $\text{HNO}_3$  tot pH 1-2
- Monsternemingen:
  - o Blanco drinkwaterstaal: na vullingsgraad van 200 liter in de cubitainer
  - o Monsterneming voor de bepaling van de startconcentratie in de cubitainer na volledige vulling van de cubitainer en additie van de chemische stoffen; deze monsterneming gebeurt op het ogenblik van de eerste uitloop doorheen de FONTINET filter.
  - o Eerste monsterneming van de uitloop na 10 L
  - o Volgende monsternemingen telkens na elke 250 liter doorstroming doorheen de FONTINET, van zowel uitloop als cubitainer water

De monsterflessen werden volledig gevuld en koel en in het donker bewaard in afwachting van analyse.

The sampling times and the number and volume of water samples were planned as follows for the container and the FONTINET outlet:

Sample volumes at every sampling:

- 2 x 1000 ml in a glass container for the determination of non-volatile compounds. Sodium-thiosulfate (50 mg) was added as a preservative.
- 1 x 100 ml in a glass container for the determination of volatile compounds. Sodiumthiosulfate (50 mg) was added as a preservative.
- 1 x 100 ml in a PP container for the determination of heavy metals. The water was acidified with  $\text{HNO}_3$  to pH 1 – 2.

Sampling:

- Blank drinking water sample: after a filling degree in the container of 200 L.
- Sampling to determine the starting concentration in the container after complete filling and addition of the chemical substances; this sampling takes place immediately after the first outlet from the FONTINET filter.
- First sampling after 10 L.
- Next samplings after the passage of 250 L through the FONTINET filter, as well as from the outlet of the container.

The sample bottles are stored completely filled in the refrigerator awaiting analysis.

Een overzicht van de genomen monsters en bijhorende codering is opgenomen in Tabel 3. Er werden 2 Fontinet filters getest; V1 met een poriegrootte in het actiefkoolblok tussen 5 en 10  $\mu\text{m}$  en V2 met een poriegrootte van gemiddeld 0,5  $\mu\text{m}$ .

A survey of samples taken with associated coding is listed in table 3. Two FONTINET filters were tested; V1 with a pore size in the Carbon block between 5 and 10 µm and V2 with a pore size of 0,5 µm average.

Tabel 3: Genomen retentietest monsters en codering/samples taken with associated coding

| Monsters/Sample                                  | Tijdstip/Time                                                                 | Code/Code                            |
|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| Blancowater<br>Blank water                       | na vullen van cubitainer tot 200 L<br>after filling the container up to 200 L | BL Water<br>BL Water                 |
| Water uit cubitainer<br>Water from the container | na uitloop van 10 L<br>after discharging 10 L                                 | Cubi V=10L<br>Cubi V=10L             |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 10 L<br>after discharging 10 L                                 | Fontinet1 V=10L<br>Fontinet1 V=10L   |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 10 L<br>after discharging 10 L                                 | Fontinet2 V=10L<br>Fontinet2 V=10L   |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water uit cubitainer<br>Water from the container | na uitloop van 250 L<br>after discharging 250 L                               | Cubi V=250L<br>Cubi V=250L           |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 250 L<br>after discharging 250 L                               | Fontinet1 V=250L<br>Fontinet1 V=250L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 250 L<br>after discharging 250 L                               | Fontinet2 V=250L<br>Fontinet2 V=250L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water uit cubitainer<br>Water from the container | na uitloop van 500 L<br>after discharging 500 L                               | Cubi V=500L<br>Cubi V=500L           |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 500 L<br>after discharging 500 L                               | Fontinet1 V=500L<br>Fontinet1 V=500L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 500 L<br>after discharging 500 L                               | Fontinet2 V=500L<br>Fontinet2 V=500L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water uit cubitainer<br>Water from the container | na uitloop van 750 L<br>after discharging 750 L                               | Cubi V=750L<br>Cubi V=750L           |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 750 L<br>after discharging 750 L                               | Fontinet1 V=750L<br>Fontinet1 V=750L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |
| Water van uitloop<br>Fontinet                    | na uitloop van 750 L<br>after discharging 750 L                               | Fontinet2 V=750L<br>Fontinet2 V=750L |
| Water from Fontinet outlet                       |                                                                               |                                      |

## 2.3. BEPALINGSMETHODEN/ASSAY METHODS

Voor de analyse van de reststoffen werden de volgende meetmethoden toegepast worden:

- *Zware metalen:*  
De bepaling van lood werd rechtstreeks op de waterige oplossingen uitgevoerd met inductief gekoppeld plasma – atomaire emissiespectrometrie conform WAC/III/B/010 (ISO 11885)
- *Vluchtige organische verbindingen:*  
De bepaling van MTBE en de trihalomethanen werd rechtstreeks op het water uitgevoerd met dampfase GC-MS conform WAC/IV/A/016
- *Bestrijdingsmiddelen, pharmaceutische verbindingen, industriële chemicaliën:*
  - o Desethylatrazine, BAM, carbamazepine, sulfamethoxazole, metoprolol, bezafibrate, clarithromycine en 4-methylbenzotriazool werden bepaald door rechtstreekse meting van het water met UPLC-MS/MS in positieve electrospray ionisatiemodus, gebruikmakend van een Waters Acquity ultraperformance vloeistof chromatograaf gekoppeld aan een Waters Xevo-TQS triple quadrupool massaspectrometer
  - o Mecoprop, bentazon, diclofenac werden bepaald door rechtstreekse meting van het water met UPLC-MS/MS in negatieve electrospray ionisatiemodus
  - o Ibuprofen: vaste fase extractie (SPE) van het water met Oasis HLB gevolgd door UPLC-LC-MS/MS meting in negatieve acquisitiemodus
  - o 4-t-Octylfenol en bisfenol A: vaste fase extractie (SPE) van het water met ST-DVB gevolgd door UPLC-LC-MS/MS meting in negatieve acquisitiemodus

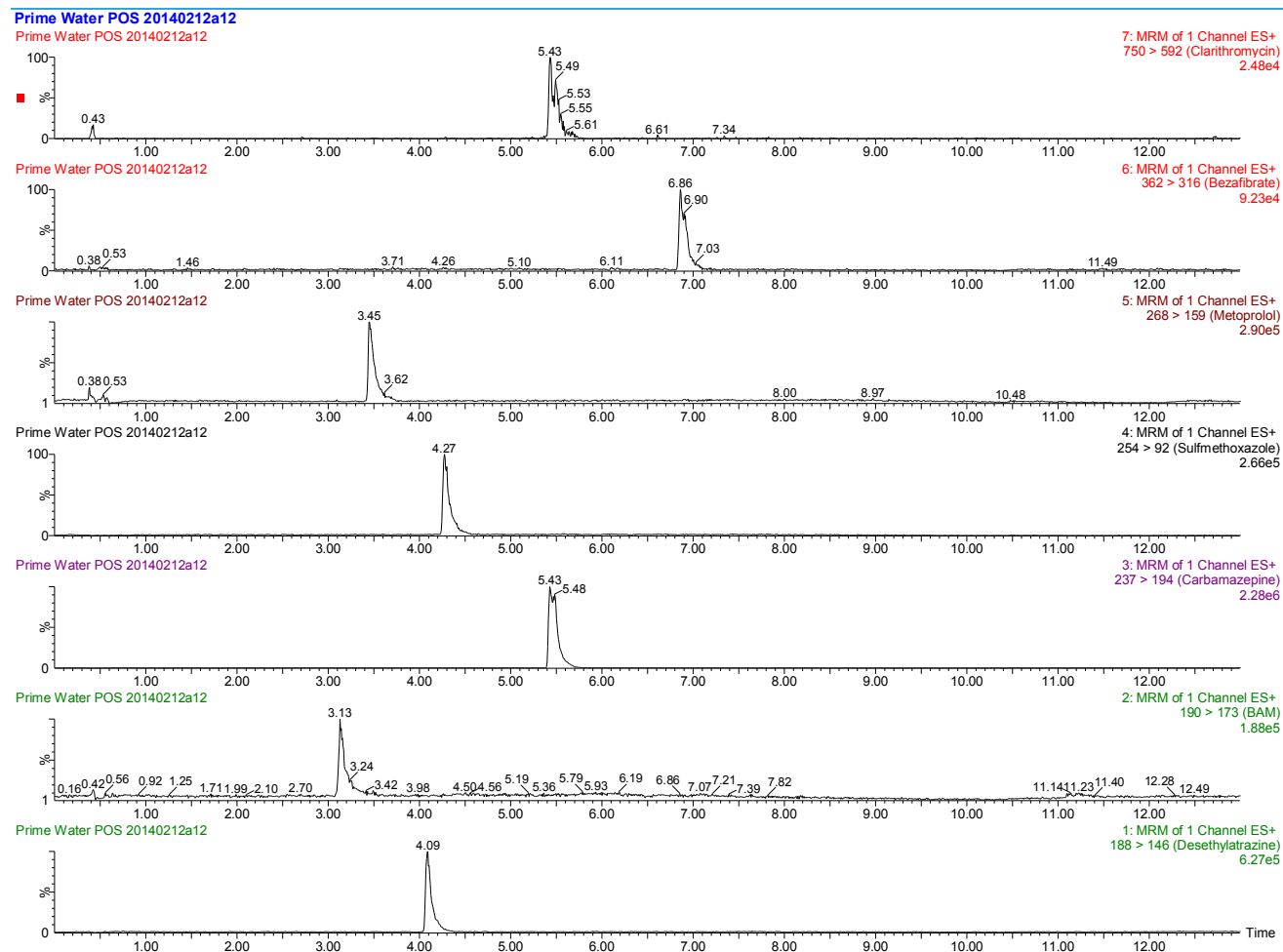
Voorbeelden van UPLC-MS/MS chromatogrammen, geregistreerd bij specifieke MS/MS transitie (moederion > dochterion), zijn voor de afzonderlijke verbindingen weergegeven in Figuur 1 tot Figuur 5.

For the analysis of residues following assay methods were applied:

- *Heavy metals:*  
The determination of lead was executed directly on the aqueous solution with inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry according WAC/III/B/010 (ISO 11885)
- *Volatile organic compounds:*  
The determination of MTBE and trihalomethanes was executed directly on water in vapor phase GC-MS according to WAC/IV/A/016.
- *Pesticides, pharmaceutical compounds, industrial chemicals:*
  - o Desethylatrazine, BAM, carbamazepine, sulfamethoxazole, metoprolol, bezafibrate, clarithromycine and 4-methylbenzotriazool were determined by direct measurement of the water with the UPLC-MS/MS in positive electrospray ionisation modus, using a Waters Acquity ultra performance liquid chromatography coupled with a Waters Xevo-TQS triple quadrupool mass spectrometer.
  - o Mecoprop, bentazon, diclofenac were determined by direct measurement of the water with UPLC-MS/MS in negative electrospray ionisation modus
  - o Ibuprofen: solid phase extraction (SPE) of the water with Oasis HLB followed by UPLC-LC-MS/MS measurement in negative acquisition modus.
  - o 4-t-Octylfenol and bisfenol A: solid phase extraction (SPE) of the water with ST-DVB followed by UPLC-LC-MS/MS measurement in negative acquisition modus.

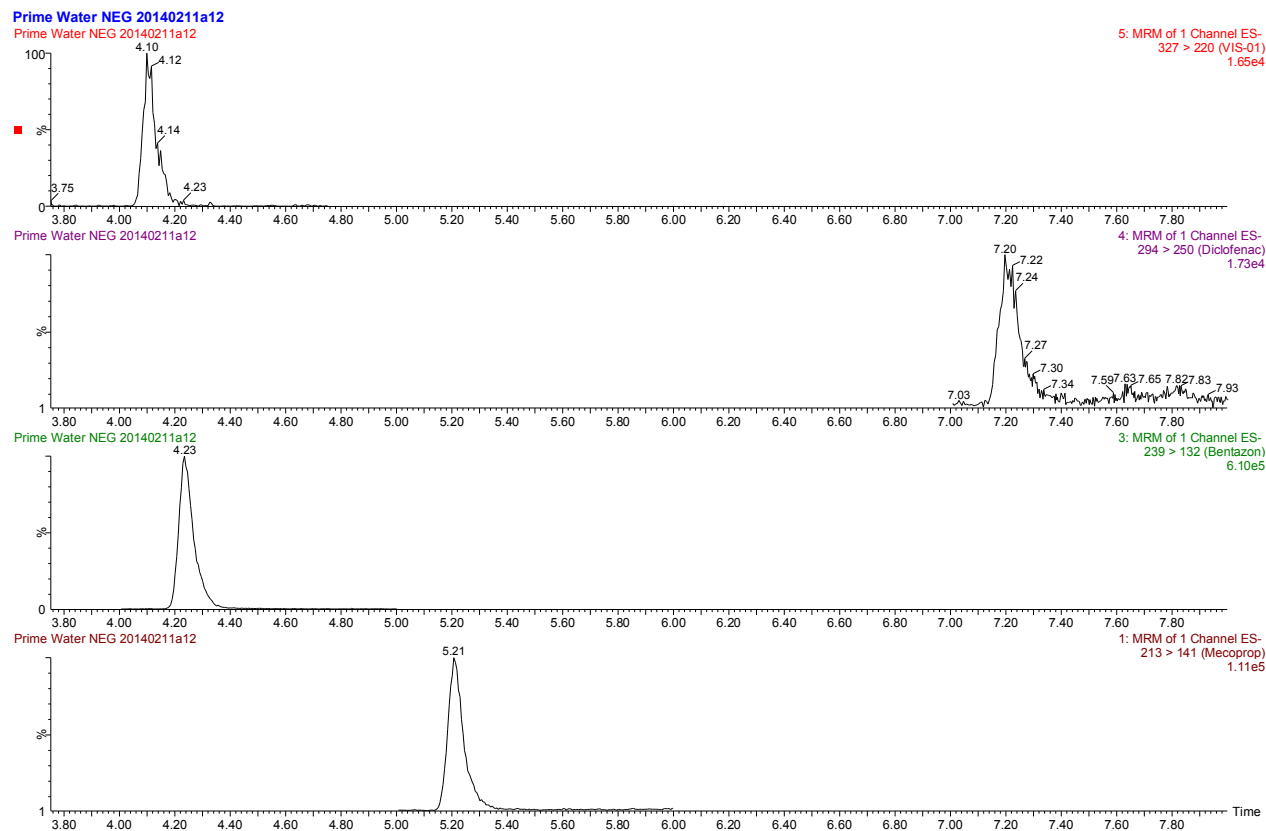
Examples of UPLC-MS/MS chromatograms, registered by specific MS/MS transitions (mother ion > daughter ion), are represented in Figures 1 to 5 for all separate compounds.

## HOOFDSTUK 2 Proefopzet voor de dynamische retentietest / Test set UP for Dynamic retention test



**Figuur 1: UPLC-MS/MS chromatogrammen voor bestrijdingsmiddelen en farmaceutica (bepaling met UPLC-MS/MS in positieve ionisatiemodus; chromatogrammen voor Cubi V = 10 L) *Chromatograms of pesticides and pharmaceuticals (determination in positive ionisation modus)***



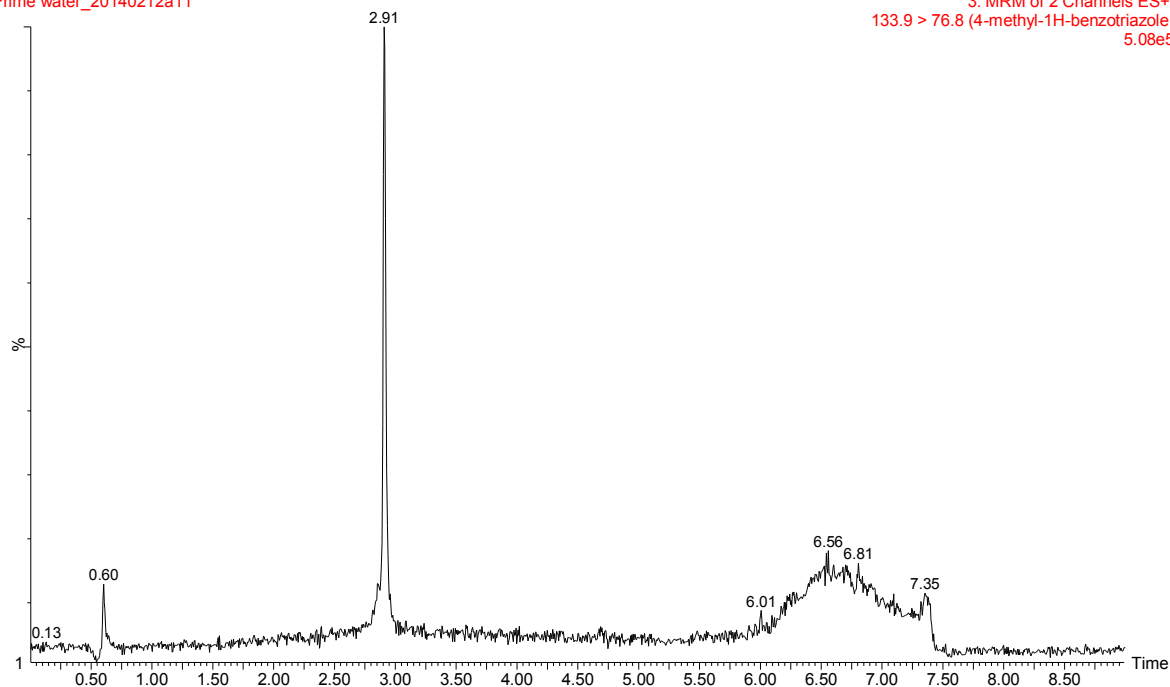


**Figuur 2: UPLC-MS/MS chromatogrammen voor bestrijdingsmiddelen en farmaceutica (bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus; chromatogrammen voor Cubi V = 10 L)** *Chromatograms of pesticides and pharmaceuticals (determination in negative ionisation modus)*

Prime water\_20140212a11

Prime water\_20140212a11

3: MRM of 2 Channels ES+  
133.9 > 76.8 (4-methyl-1H-benzotriazole)  
5.08e5

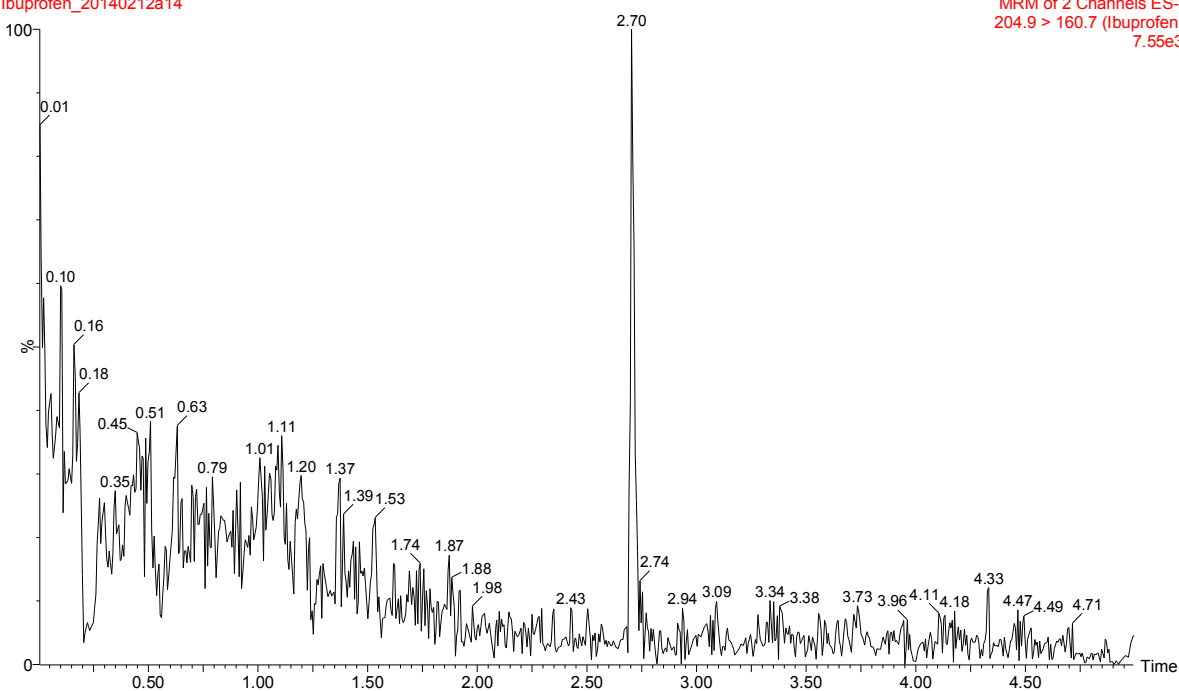


Figuur 3: UPLC-MS/MS chromatogram voor methylbenzotriazool (bepaling met UPLC-MS/MS in positieve ionisatiemodus; chromatogram voor Cubi V = 10 L)

Ibuprofen\_20140212a14

Ibuprofen\_20140212a14

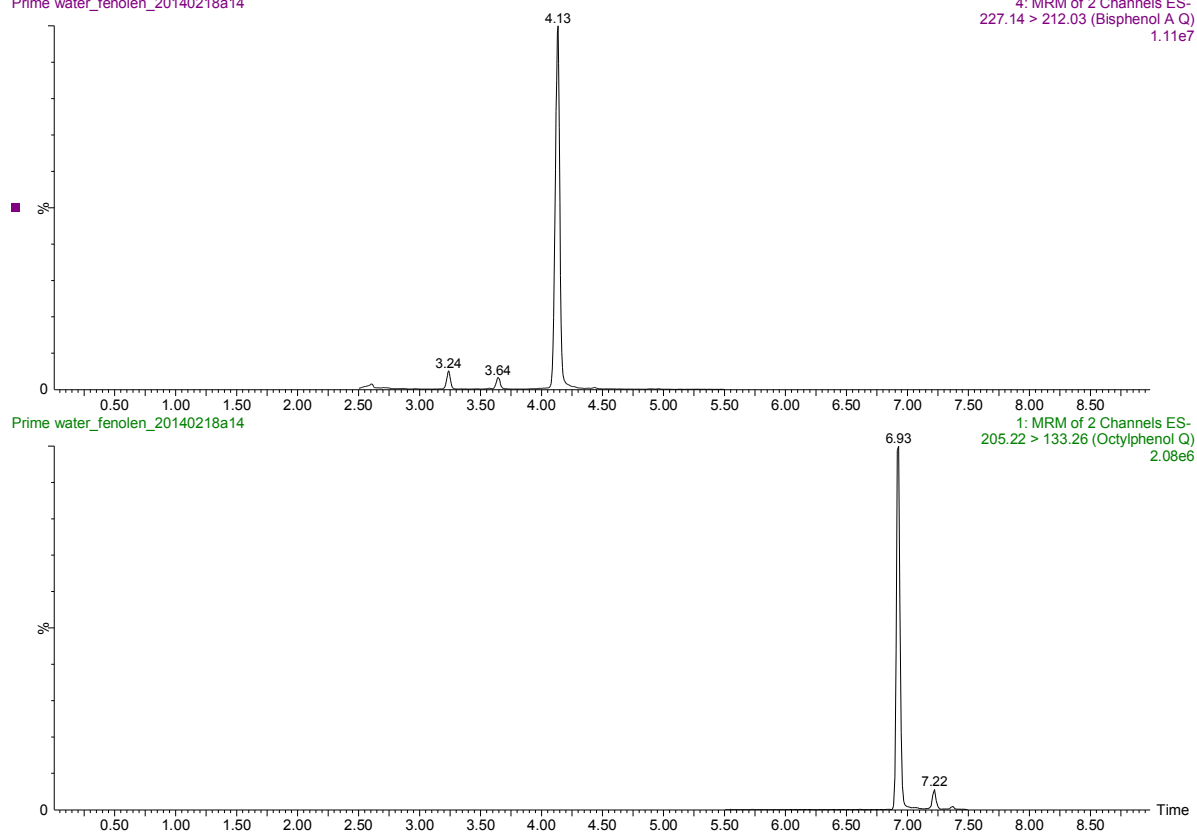
MRM of 2 Channels ES-  
204.9 > 160.7 (Ibuprofen)  
7.55e3



Figuur 4: UPLC-MS/MS chromatogram voor ibuprofen (bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus na SPE extractie op Oasis HLB; chromatogram voor Cubi V = 10 L)

Prime water\_fenolen\_20140218a14

Prime water\_fenolen\_20140218a14



Figuur 5: UPLC-MS/MS chromatogram voor bisfenol A en 4-t-octylfenol (bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus na SPE extractie op ST-DVB; chromatogram voor Cubi V = 10 L)

## HOOFDSTUK 3. RESULTATEN / RESULTS

---

### 3.1.1. PESTICIDEN, PHARMACEUTICA EN INDUSTRIËLE CHEMICALIËN / PESTICIDES, PHARMACEUTICALS AND INDUSTRIAL CHEMICALS

De resultaten voor de pesticiden en afbraakproducten, farmaceutische verbindingen en industriële chemicaliën zijn opgenomen in Tabel 4 tot Tabel 8. De resultaten zijn gegroepeerd volgens de toegepaste analysemethode.

Uit de meetwaarden voor de watermonsters genomen uit het containervat kan afgeleid worden dat gedurende de duur van het experiment de meetwaarden overeenkomen met de additiewaarden en constant blijven onafhankelijk van de doorlooptijd. De toegevoegde verbindingen zijn m.a.w. stabiel, ze breken niet af of worden niet door de plasticwand van de container opgenomen. Uitzondering vormt evenwel 4-methylbenzotriazool, waarvoor de terugvinding t.o.v. de additiewaarde slechts 10% bedraagt. Mogelijk treedt afbraak op ofwel is een foute concentratie geaaddeerd geweest.

De meetwaarden bekomen voor de monsters van de FONTINET uitloop zijn voor nagenoeg alle pollutanten kleiner dan de bepalingsgrens. Dit betekent dat de verbindingen kwantitatief verwijderd worden door het FONTINET filtersysteem. Afhankelijk van de bepalingsgrens en het gehalte in de cubitainer kunnen verwijderingspercentages van >80% tot >99% berekend worden. Voor diclofenac en BAM kon geen voldoende gevoelige bepaling uitgevoerd worden; dit maakt dat geen onderbouwde uitspraak kan gedaan worden over het verwijderingspercentage.

Voor octylfenol en bisfenol A werd een bepalingsmethode toegepast (met opconcentrerings via vaste fase extractie) waardoor lage bepalingsgrenzen mogelijk waren. Het verwijderingspercentage bedraagt meer dan 99%. Belangrijk is dat bisfenol A nauwelijks aanwezig is in het doorloopwater; het membraan micro-filter in het FONTINET filtersysteem bevat o.a. een polyether ether sulfon dat opgebouwd is uit bisfenol A. Er is echter geen residuele bisfenol A aanwezig dat uitgespoeld zou kunnen worden.

Er is geen verschil waar te nemen tussen de 2 geteste FONTINET filters.

The results for pesticides, degeneration products, pharmaceutical compounds and industrial chemicals are included in Tables 4 to 8. The results are grouped together according to the applied analysis method.

From the measurement values of the water samples taken from the stock container can be concluded that for the duration of the experiment the measurement values correspond to the addition values. These remain constant and independent of the processing time. In other words, the added compounds are stable, do not degenerate and are not absorbed by the plastic wall of the container. An exception is 4-methylbenzotriazool, which was reduced to 10% of the added value. In this case degeneration may have occurred or the wrong concentration was added.

The measurement values obtained for the water samples that have passed the FONTINET filter are smaller than the determination threshold for almost all pollutants. This means that the compounds are removed quantitatively by the FONTINET filter system. Depending on the determination threshold and the concentration in the stock container, removal percentages of > 80% to 99% can be calculated.

For diclofenac and BAM the determination method was not sufficiently sensitive, so that for these substances no judgment can be made.

For octylphenol and bisfenol A a determination method was applied through concentration using solid phase extraction, resulting in lower determination thresholds. The removal percentage amounts to more than 99%. Important is that bisfenol A is hardly present in the filtered water, also because the membrane micro-filter in the FONTINET filter system contains poly ether sulphone, of which bisfenol A is an ingredient.

There is no difference observed between the two tested FONTINET filters.

### 3.2. VLUCHTIGE ORGANISCHE VERBINDINGEN/VOLATILE ORGANIC COMPOUNDS

De meetresultaten voor de trihalomethanen en MTBE zijn opgenomen in Tabel 9. De meetwaarden voor de watermonsters genomen uit het containervat blijven gedurende de duur van het experiment min of meer constant en komen overeen met de additiewaarden (er is een licht verlies door vervluchtiging). Uit de meetwaarden voor de doorloopmonsters blijkt andermaal dat de verwijdering van de verbindingen kwantitatief is: de verwijderingspercentages bedragen meer dan 99%.

Er is geen verschil waar te nemen tussen de 2 geteste FONTINET filters.

The measurement results for trihalomethanes and MTBE are included in Table 9. The measurement values for the water samples taken from the stock container remain more or less constant for the duration of the experiments and correspond to the addition values (there is a small loss due to evaporation). The measurement values of the filtered water samples show again that there is a quantitative removal of the compounds; the removal percentages amount to more than 99%.

There is no difference to observe between the two tested FONTINET filters.

### 3.3. ZWARE METALEN: LOOD/HEAVY METALS: LEAD

De meetresultaten voor lood zijn opgenomen in Tabel 10. De meetwaarden voor de watermonsters genomen uit het containervat komen overeen met de additiewaarde en dit gedurende de duur van het doorlooptoetsen. Uit de meetwaarden voor de doorloopmonsters blijkt dat ook voor dit zware metaal de retentie volledig is, zelfs na doorloop van 750 L. Het verwijderingspercentage is >90%.

Er is geen verschil waar te nemen tussen de 2 geteste FONTINET filters.

The measurement results for lead are included in Table 10. The measurement values for the water samples taken from the stock container correspond to the addition values for the duration of the experiments. From the measurement values of the filtered water samples it appears that the retention is complete for this heavy metal, even after 750 L. The removal percentage is > 90%.

There is no difference to observe between the two tested FONTINET filters.

*Tabel 4: Gemeten gehalten voor bestrijdingsmiddelen en farmaceutische verbindingen in het container- en Fontinetwater (rechtstreekse bepaling met UPLC-MS/MS in positieve ionisatiemodus)/Measured concentrations for pesticides, pharmaceutical compounds in the stock container and Fontinet filtered water.*

| VITO code | sample code        | Desethylatrazin<br>e<br>µg/l | BAM<br>µg/l | Carbamazepin<br>e<br>µg/l | Sulfamethoxazol<br>e<br>µg/l | Metoprolol<br>l<br>µg/l | Bezafibrat<br>e<br>µg/l | Clarithromycin<br>e<br>µg/l |
|-----------|--------------------|------------------------------|-------------|---------------------------|------------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| 20140885  | BL water           | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140886  | Cubi V= 10 L       | 0,90                         | 0,78        | 1,05                      | 0,97                         | 0,93                    | 1,07                    | 2,70                        |
| 20140887  | Fontinet1 V= 10 L  | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140888  | Cubi V= 250 L      | 0,91                         | 0,74        | 1,04                      | 1,00                         | 0,92                    | 1,13                    | 2,52                        |
| 20140889  | Fontinet1 V= 250 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140890  | Cubi V= 500 L      | 0,89                         | 0,65        | 1,04                      | 0,95                         | 0,93                    | 1,06                    | 2,65                        |
| 20140891  | Fontinet1 V= 500 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140892  | Cubi V= 750 L      | 0,88                         | 0,74        | 1,05                      | 1,02                         | 0,86                    | 1,06                    | 2,91                        |
| 20140893  | Fontinet1 V= 750 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140894  | Fontinet2 V= 10 L  | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140895  | Fontinet2 V= 250 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140896  | Fontinet2 V= 500 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |
| 20140897  | Fontinet2 V= 750 L | < 0.1                        | < 0.5       | < 0.1                     | < 0.2                        | < 0.2                   | < 0.2                   | < 0.5                       |

*Tabel 5: Gemeten gehalten voor methylbenzotriazool in het container- en Fontinetwater (rechtstreekse bepaling met UPLC-MS/MS in positieve ionisatiemodus) Measured concentration for methylbenzotriazool in the stock container and Fontinet filtered water (direct determination with UPLC-MS/MS in positive ionisation modus)*

| <b>VITO code</b> | <b>sample code</b> | <b>4-<br/>methylbenzotriazool<br/>µg/l</b> |
|------------------|--------------------|--------------------------------------------|
| 20140885         | BL water           | 0,012                                      |
| 20140886         | Cubi V= 10 L       | 0,121                                      |
| 20140887         | Fontinet1 V= 10 L  | <0.005                                     |
| 20140888         | Cubi V= 250 L      | 0,076                                      |
| 20140889         | Fontinet1 V= 250 L | <0.005                                     |
| 20140890         | Cubi V= 500 L      | 0,069                                      |
| 20140891         | Fontinet1 V= 500 L | <0.005                                     |
| 20140892         | Cubi V= 750 L      | 0,075                                      |
| 20140893         | Fontinet1 V= 750 L | <0.005                                     |
| 20140894         | Fontinet2 V= 10 L  | <0.005                                     |
| 20140895         | Fontinet2 V= 250 L | <0.005                                     |
| 20140896         | Fontinet2 V= 500 L | <0.005                                     |
| 20140897         | Fontinet2 V= 750 L | <0.005                                     |

*Tabel 6: Gemeten gehalten voor bestrijdingsmiddelen en farmaceutische verbindingen in het container- en Fontinetwater (rechtstreekse bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus) Measured concentrations for pesticides, pharmaceutical compounds in the stock container and Fontinet filtered water (direct determination with UPLC-MS/MS in negative ionisation modus)*

| <b>VITO code</b> | <b>Sample code</b> | <b>Mecoprop</b> | <b>Bentazon</b> | <b>Diclofenac</b> | <b>VIS 01</b> |
|------------------|--------------------|-----------------|-----------------|-------------------|---------------|
|                  |                    | µg/l            | µg/l            | µg/l              | µg/l          |
| 20140885         | BL water           | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140886         | Cubi V= 10 L       | 1,5             | 1,1             | 0,91              | 2,7           |
| 20140887         | Fontinet1 V= 10 L  | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140888         | Cubi V= 250 L      | 1,5             | 1,1             | 0,89              | 2,6           |
| 20140889         | Fontinet1 V= 250 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140890         | Cubi V= 500 L      | 1,5             | 1,1             | 0,93              | 2,6           |
| 20140891         | Fontinet1 V= 500 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140892         | Cubi V= 750 L      | 1,6             | 1,1             | 0,97              | 2,5           |
| 20140893         | Fontinet1 V= 750 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140894         | Fontinet2 V= 10 L  | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140895         | Fontinet2 V= 250 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140896         | Fontinet2 V= 500 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |
| 20140897         | Fontinet2 V= 750 L | < 0.2           | < 0.1           | < 0.5             | < 0.2         |



*Tabel 7: Gemeten gehalten voor de farmaceutische verbinding ibuprofen in het container- en Fontinetwater (bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus na SPE extractie op Oasis HLB)/ Measured concentration for the pharmaceutical compounds ibuprofen in stock container and Fontinet filtered (direct determination with UPLC-MS/MS in negative ionisation modus after SPE extraction on Oasis HLB).*

| <b>VITO code</b> | <b>sample code</b>    | <b>Ibuprofen<br/>µg/l</b> |
|------------------|-----------------------|---------------------------|
| 20140885         | BL water              | <0.2                      |
| 20140886         | Cubi V= 10 L          | 1,3                       |
| 20140887         | Fontinet1 V= 10 L     | <0.2                      |
| 20140888         | Cubi V= 250 L         | 1,5                       |
| 20140889         | Fontinet1 V= 250<br>L | <0.2                      |
| 20140890         | Cubi V= 500 L         | 1,3                       |
| 20140891         | Fontinet1 V= 500<br>L | <0.2                      |
| 20140892         | Cubi V= 750 L         | 1,3                       |
| 20140893         | Fontinet1 V= 750<br>L | <0.2                      |
| 20140894         | Fontinet2 V= 10 L     | <0.2                      |
| 20140895         | Fontinet2 V= 250<br>L | <0.2                      |
| 20140896         | Fontinet2 V= 500<br>L | <0.2                      |
| 20140897         | Fontinet2 V= 750<br>L | <0.2                      |

*Tabel 8: Gemeten gehalten voor fenolische verbindingen in het container- en Fontinetwater (bepaling met UPLC-MS/MS in negatieve ionisatiemodus na SPE extractie op ST-DVB)/  
Measured concentrations for phenolic compounds in the stock container and Fontinet filtered water (direct determination with UPLC-MS/MS in negative ionisation modus after SPE extraction on ST-DVB)*

| <b>VITO code</b> | <b>sample code</b> | <b>Octylfenol</b><br>$\mu\text{g/l}$ | <b>Bisfenol A</b><br>$\mu\text{g/l}$ |
|------------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 20140885         | BL water           | 0,004                                | 0,12                                 |
| 20140886         | Cubi V= 10 L       | 1,11                                 | 0,84                                 |
| 20140887         | Fontinet1 V= 10 L  | 0,007                                | 0,003                                |
| 20140888         | Cubi V= 250 L      | 1,16                                 | 0,90                                 |
| 20140889         | Fontinet1 V= 250 L | 0,006                                | < 0.002                              |
| 20140890         | Cubi V= 500 L      | 1,26                                 | 0,92                                 |
| 20140891         | Fontinet1 V= 500 L | 0,005                                | 0,003                                |
| 20140892         | Cubi V= 750 L      | 1,24                                 | 0,93                                 |
| 20140893         | Fontinet1 V= 750 L | 0,009                                | 0,004                                |
| 20140894         | Fontinet2 V= 10 L  | < 0.002                              | 0,011                                |
| 20140895         | Fontinet2 V= 250 L | < 0.002                              | 0,004                                |
| 20140896         | Fontinet2 V= 500 L | < 0.002                              | < 0.002                              |
| 20140897         | Fontinet2 V= 750 L | 0,009                                | 0,003                                |

Tabel 9: Gemeten gehalten voor vluchtige organische verbindingen in het container- en Fontinetwater (bepaling met HS-GC-MS)/ *Measured concentrations for volatile organic compounds in the stock container and Fontinet filtered water (analysis with HS-GC-MS).*

| VITO<br>code | sample code         | chloroform      | broom-<br>dichloormethaan | chloor-<br>dibroommethaan | bromoform       | MTBE            |
|--------------|---------------------|-----------------|---------------------------|---------------------------|-----------------|-----------------|
|              |                     | $\mu\text{g/l}$ | $\mu\text{g/l}$           | $\mu\text{g/l}$           | $\mu\text{g/l}$ | $\mu\text{g/l}$ |
| 20140885     | BL Water            | 6,5             | 0,61                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140886     | Cubi V=10L          | 74              | 67                        | 76                        | 73              | 84              |
| 20140887     | Fontinet1 V=10L     | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140888     | Cubi V=250L         | 87              | 78                        | 85                        | 80              | 95              |
| 20140889     | Fontinet1<br>V=250L | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140890     | Cubi V=500L         | 102             | 88                        | 93                        | 84              | 102             |
| 20140891     | Fontinet1<br>V=500L | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140892     | Cubi V=750L         | 97              | 83                        | 89                        | 80              | 98              |
| 20140893     | Fontinet1<br>V=750L | 0,85            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | 1,65            |
| 20140894     | Fontinet2 V=10L     | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140895     | Fontinet2<br>V=250L | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140896     | Fontinet2<br>V=500L | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |
| 20140897     | Fontinet2<br>V=750L | <0.6            | <0.6                      | <0.6                      | <0.6            | <0.6            |

*Tabel 10: Gemeten gehalten voor het zware metaal lood in het container- en Fontinetwater (bepaling met ICP-AES)/Measured concentration for lead in the stock container and Fontinet filtered water (analysis with ICP-AES).*

| <b>VITO code</b> | <b>Sample code</b> | <b>Lood<br/>µg/l</b> |
|------------------|--------------------|----------------------|
| 20140885         | BL water           | < 10                 |
| 20140886         | Cubi V= 10 L       | 95                   |
| 20140887         | Fontinet1 V= 10 L  | < 10                 |
| 20140888         | Cubi V= 250 L      | 98                   |
| 20140889         | Fontinet1 V= 250 L | < 10                 |
| 20140890         | Cubi V= 500 L      | 97                   |
| 20140891         | Fontinet1 V= 500 L | < 10                 |
| 20140892         | Cubi V= 750 L      | 98                   |
| 20140893         | Fontinet1 V= 750 L | < 10                 |
| 20140894         | Fontinet2 V= 10 L  | < 10                 |
| 20140895         | Fontinet2 V= 250 L | < 10                 |
| 20140896         | Fontinet2 V= 500 L | < 10                 |
| 20140897         | Fontinet2 V= 750 L | < 10                 |

## HOOFDSTUK 4. **BESLUIT/DECISION**

---

In de uitloopwaters van de Fontinet filters konden geen chemische reststoffen gedetecteerd worden. Op basis van de bepalingsgrenzen van de toegepaste meetmethoden kon berekend worden dat >80 tot >99% van de aan het water geaddeerde hoeveelheid door de FONTINET filter wordt tegengehouden. Er werd ook geen doorbraak vastgesteld na doorstroom van grote hoeveelheden water.

**Algemeen kan dus besloten worden dat de FONTINET filters effectief de chemische reststoffen uit het water verwijderen en dat het deze eigenschap blijft behouden bij grote doorstroomvolumes.**

No chemical residues could be detected In the FONTINET filtered water.

On the basis of the determination thresholds of the applied measurement methods it could be calculated that > 80 to > 99% of the substances added to the water are retained by the FONTINET filter. Also no break through could be established after the throughput of large quantities of water.

**In general it can be decided that FONTINET filters effectively remove chemical residues from the water and keep this quality at high volumes to be filtered.**