

7 KWALITEITSVEREISTEN EN -CONTROLE

- De rapporteergrens voor trichlooramine mag maximaal $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bedragen.
- De stabiliteit van het pompdebiet wordt bij het begin en op het eind van de meting ter plaatse gecontroleerd met behulp van een debietmeter. Het verschil mag maximum 5% bedragen. De debietmeter wordt hiervoor tijdelijk vooraan in de werkelijke meetopstelling geplaatst. Het gemiddeld gemeten debiet wordt gebruikt ter berekening van het bemonsterd volume lucht.
- Er wordt maximum 1% tolerantie op de monsternemingsduur toegestaan.
- De kalibratiefrequentie van de debietmeters voor meting van het pompdebiet voor/na moet door het laboratorium vastgelegd zijn. De onzekerheid van de debietsmeter op de gemeten waarde mag maximaal 2% bedragen.
- Bij iedere meetcampagne wordt een veldblanco genomen, geanalyseerd en gerapporteerd. De veldblanco heeft dezelfde procedure doorlopen als de stalen met uitzondering van de monsterneming zelf. De concentratie aan trichlooramine in de veldblanco, berekend op basis van eenzelfde (fictief) aangezogen volume als de stalen, mag maximaal $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bedragen. De gemeten concentraties trichlooramine worden niet voor de veldblanco gecorrigeerd.
- De tweede (B) filter in de filtercassette moet steeds afzonderlijk geanalyseerd worden om eventuele doorbraak te controleren. Op deze filter mag maximaal 20% van de totaal gemeten concentratie aanwezig zijn of de concentratie moet lager liggen dan 2 keer de bepalingsgrens. Indien de gehalten op de A- en B-filters boven de veldblanco liggen, dan wordt het 20%-doorbraakcriterium afgetoetst na correctie van beide gehalten voor de veldblanco. Voor gehalten op de filters van de veldblanco beneden de bepalingsgrens, mag de bepalingsgrens in rekening gebracht worden.

8 VALIDATIE

Volgende prestatiekenmerken werden voor de analyse bepaald aan de hand van chloride-standaarden:

- De aantoonbaarheids- en bepalingsgrens van de analyse;
- Het werkgebied;
- Herhaalbaarheid, reproduceerbaarheid en juistheid;

De bepalingsgrens van de analyse van desorptie-oplossingen van de filters bedraagt 0,1 mg/l. De ijklijn van de ionchromatografische analyse bestrijkt typisch een gebied van 0,05 tot 1 mg/l chloride. Er wordt een kwadratische fit toegepast. Bij hogere chlorideconcentraties worden de stalen tot binnen het ijkgebied verdund.

De herhaalbaarheid, reproduceerbaarheid en juistheid werden bepaald met 0,1 en 0,75 mg/l chloride-standaarden (bereid vanuit een onafhankelijke SPEX standaard). De herhaalbaarheid op de niveaus van 0,1 en 0,75 mg/l was lager dan resp. 6 en 3%. De reproduceerbaarheid bedroeg 5,5% en 1,8% op de resp. concentratieniveaus, de procentuele afwijking ten opzichte van de werkelijke concentratie -1,1% bij 0,1 mg/l en +0,6% bij 0,75 mg/l.

Volgende parameters werden bepaald voor monsterneming en analyse samen:

- Selectiviteit (interferentie van chloroform);
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens: deze werden bepaald vanuit meervoudige analyse van blanco's die de ganse procedure doorlopen hebben met uitzondering van de bemonstering;
- Herhaalbaarheid: de herhaalbaarheid van de meetmethode werd op verschillende meetdagen bepaald door duplo monsternemingen en analyses van verschillende stalen onder herhaalbaarheidscondities. De resultaten van twee aaneengesloten bemonsteringen van drie uur in tweevoud uitgevoerd werden eveneens vergeleken met een parallelle meting gedurende zes uur eveneens in tweevoud uitgevoerd.
- Inter-reproduceerbaarheid en meetonzekerheid vanuit vergelijkende metingen met de methode aan een wedstrijdbad uitgevoerd door 3 laboratoria;
- Werkgebied;

De interferentie van chloroform op de meetmethode werd in het laboratorium getest aangezien dit de component is die in de hoogste concentraties in zwembadwater en lucht daarboven te verwachten is. Een chloroformconcentratie van ongeveer 1000 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ bij een relatieve vochtigheid van 65% werd in het laboratorium gegenereerd. Chloroform bleek niet op de meetmethode te interfereren.

Voor stalen die niet voor de gemiddelde blancobijdrage gecorrigeerd worden, bedraagt de aantoonbaarheids- en bepalingsgrens resp. 24 en 34 $\mu\text{g NCl}_3/\text{m}^3$. De chlorideconcentraties in de desorptievloeistof van de filters van de veldblanco's bij de verschillende meetcampagnes liggen meestal onder of in de buurt van de bepalingsgrens van de analysemethode. Tussen verschillende meetreeksen en tijdens het vergelijkend onderzoek met 3 laboratoria wordt een zekere variatie op de veldblanco's vastgesteld. Een correctie voor de veldblanco is daarom niet aangewezen. De bepalingsgrens van de meetmethode vanuit veldblanco's -zonder blanco-correctie- ligt in de buurt van 0,1 keer de grenswaarde (50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

De herhaalbaarheid, inter-reproduceerbaarheid en meetonzekerheid van de volledige meetmethode werden vanuit veldvalidatie bepaald aangezien geen zuivere (gas)standaarden voor trichlooramine beschikbaar zijn en een generatie onder laboratoriumcondities dus niet mogelijk was. De herhaalbaarheid-variatiecoëfficiënt van de meetmethode, berekend vanuit de duplo-monsternemingen en analyses van de stalen van de verschillende meetreeksen, bedraagt 6%.

De inter-reproduceerbaarheid en meetonzekerheid van de meetmethode werd bepaald uit vergelijkende metingen van trichlooramine door drie laboratoria rond een wedstrijdbad. Ieder laboratorium voerde simultane monsternemingen met zeven parallelle meetopstellingen uit. Ieder laboratorium analyseerde drie van de zeven stalen zelf en de overige stalen werden met de overige laboratoria voor analyse uitgewisseld. In totaal werden twee monsternemingsexperimenten van 2 uur door de drie laboratoria uitgevoerd. Het overall gemiddelde van alle stalen die door de verschillende labo's bemonsterd en geanalyseerd werden bedroeg (427 ± 43) μg trichlooramine/ m^3 voor meting 1 en (497 ± 34) μg trichlooramine/ m^3 voor meting 2. De meetonzekerheid, berekend als 2 keer de relatieve standaarddeviatie, is gelijk aan 20% voor meting 1 en 14% voor meting 2. Eventuele systematische fouten en het niet corrigeren voor de blanco zijn niet in deze meetonzekerheid inbegrepen (voor VITO is de grootte-orde van deze laatste bijdrage ongeveer 5% van de gemeten concentraties).

Voor concentraties tot de grenswaarde werd vanuit veldvalidatie aangetoond dat geen doorbraak optreedt.

9 REFERENTIES

Validatieverslag van de meetmethode van trichlooramine in zwembadlucht
Swaans W., Spruyt M., Aerts W., Cluyts A., Poelmans D., Lenaers G.

Hery M., Hecht G., Gerber J.M., Gendre J.C., Hubert G. and Rebuffaud J. (1995), Exposure to chloramines in the atmosphere of indoor swimming pools, Ann. Occup. Hyg., No. 4, pp. 427-439

Hery M., Gerber J.M., Hecht G., Subra I., Possoz C., Aubert S., Dieudonne M. and Andre J.C. (1998), Exposure to chloramines in a green salad processing plant, Ann. occup.Hyg, Vol 42, No.7, pp. 437-451

INRS (2007). Fiche 007/V01.01: Trichlorure d'azote et autres composés chlorés
[http://www.inrs.fr/inrs-pub/inrs01.Nsf/7FC49F9E7EC28310C1256D5C0041C94D/\\$File/007.pdf](http://www.inrs.fr/inrs-pub/inrs01.Nsf/7FC49F9E7EC28310C1256D5C0041C94D/$File/007.pdf)

J. Vankerkom, C. Cornelis, F. Geyskens, E. Goelen, R. Dijkmans, G. Schoeters
Onderzoek naar de luchtkwaliteit in de Vlaamse zwembaden
Rapport 2004/TOX/R/009, februari 2004

Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung
Forschungsprojekt Trichloramin in Bädern
Ausgabe April 2009

NBN EN 1232, april 1997
Werkplaatsatmosferen – Pompen voor persoonlijke monsternemingsapparatuur voor chemische stoffen- Eisen en beproevingsmethoden

ISO 10304-2: 2007
Water quality: Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions
Part 1: determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate

Compendium voor analyse van water (WAC)
WAC/III/C/001
Bepaling van opgeloste anionen door vloeistofchromatografie. Bepaling van bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, orthofosfaat en sulfaat
<http://emis.vito.be/lne-erkenningen-water>

CMA/6/A-Prestatiekenmerken
versie december 2013
CMA/6/B-Meetonzekerheid
versie juli 2008
Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet
<http://emis.vito.be/referentielabo-ovam>