



### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

Parameter	Lugt
Anvendelsesområde	Måling af lugt i luftemissioner fra virksomheder
Metode	Manuel opsamling i pose med eller uden fortynding med efterfølgende olfaktometrisk analyse
Referencer	DS/EN 13725: /1/
Først udgivet år	2003
Revideret år	Revision 1: 2019

## Indholdsfortegnelse

1	Indledning .....	4
2	Metodebladernes status, indhold og form .....	5
2.1	Samspil mellem standarder, metodeliste og akkreditering .....	5
2.1.1	Standarder .....	5
2.1.2	Metodeliste .....	5
2.1.3	Metodeblade .....	5
2.1.4	Akkreditering.....	5
2.2	Generelt .....	6
3	Anvendelsesområde.....	7
3.1	Måleområde.....	7
3.2	Begrænsninger.....	7
4	Princip .....	8
4.1	Prøvetagning.....	8
4.1.1	Prøvehåndtering .....	8
4.2	Analyse.....	8
5	Fremgangsmåde .....	8
5.1	Planlægning.....	8
5.2	Sikkerhedsmæssige overvejelser .....	8
5.3	Prøveudtagning på punktkilder .....	9
5.3.1	Vurdering af behov for fortynding .....	9
5.3.1.1	Luft med dugpunkt mindre end 20°C.....	10
5.3.1.2	Luft ved dugpunkt større end 20°C.....	10
5.3.2	Udstyr.....	12
5.3.2.1	Adsorption til materialer og tab af lugtstoffer .....	12
5.3.3	Udførelse .....	13
5.3.4	Prøvetagning fra afkast med indhold af reaktive stoffer, f.eks. ozon.....	13
5.3.5	Prøvetagning fra afkast med støv .....	14
5.3.6	Måledata, opbevaring og forsendelse af prøver.....	14
5.4	Prøvetagning fra aktive arealkilder.....	15
5.5	Analyse.....	17
5.5.1	Udstyr.....	17
5.5.2	Olfaktometerets virkemåde .....	17
5.5.3	Panelister .....	18

5.5.4 Lokaler .....	19
5.5.5 Udførelse af analyse .....	19
5.5.6 Beregninger .....	20
6 Kvalitetssikring .....	22
6.1 Kalibrering af olfaktometer .....	22
6.2 Test af analyse af referencestof .....	22
7 Usikkerhed .....	23
8 Rapportering .....	23
9 Modifikationer .....	23
9.1 Test af lugtpanelister .....	23
10 Referencer .....	23
Bilag A Kontrol af fortyndingstrin i olfaktometer .....	25
Bilag B Kontrol af laboratorier .....	28
Bilag C Vurdering af usikkerhed for lugtanalyser .....	30

## 1 Indledning

Historik for metodebladet:

Udgave	Årstal (evt. måned)	Væsentlige ændringer siden sidste version
Revision 1	12-2018	<p>Kapitlet om "Brugervejledning for miljømyndigheder" er ændret.</p> <p>Måleenheden for lugtmålinger er ændret fra LE/m<sup>3</sup> til OU<sub>E</sub>/m<sup>3</sup> for at komme i overensstemmelse med det faktiske analyseresultat, der i standarden angives i OU<sub>E</sub>/m<sup>3</sup>.</p> <p>Det er indskærpet, at sikkerhedsforhold for både prøvetager og lugtpanelister skal overvejes grundigt. Især panelisternes rolle i analysen adskiller sig fra andre medarbejderen, idet de som en del af analysen snuser til luften.</p> <p>Forhold omkring materialevalg og risici for lugttab er beskrevet – særligt fokus på nye undersøgelser, der viser store tab ved adsorption på poseundersider.</p> <p>Prøvetagning af lugt med partikler er beskrevet mere detaljeret med anbefaling om at filtrere luften og dermed kun bestemme gasformige lugtkomponenter.</p> <p>Prøvetagning af luft med reaktive komponenter er beskrevet mere detaljeret med særlig fokus på ozonholdig luft, idet ozon kan reagere videre under transporten til laboratoriet.</p> <p>Diskussion af nødvendig prøvetagningstid og planlægning af opgaven i øvrigt. Prøvetagning på aktive arealkilder er beskrevet</p> <p>Bilag 1 om "Bestemmelse af fortyndingsgrad ved måling af ilt eller kuldioxid" er fjernet. Beskrivelsen var unødvendigt detaljeret.</p> <p>Bilag 5 om usikkerhedsberegning for fortynding er fjernet. Det var unødvendigt detaljeret, og der henvises i stedet for til generel praksis for usikkerhedsberegning i henhold til GUM /10/.</p> <p>Der er udført en række mindre, sproglige korrektioner og redaktionelle ændringer.</p> <p>Præciseringen af, hvordan ozonholdig luft skal håndteres, kan have væsentlig indflydelse på resultater for ozonbehandlet luft, og koncentrationerne vil forventeligt blive højere. Præciseringen af håndtering af støvfylt luft kan ligeledes betyde noget for resultaterne – forventeligt lavere resultater Ingen af de øvrige udførte ændringer har indflydelse på de ved metoden opnåede resultater.</p>

## 2 Metodebladenes status, indhold og form

Metodebladet er målrettet målefirmaer og andre med specialinteresse for målinger og giver information på dansk om, hvordan målingerne skal udføres og hvilke særlige forholdsregler og modifikationer, der kan forekomme efter danske forhold. Formålet er at sikre ensartede analyseresultater samt at oplyse om særlige forhold, hvor modifikationer eller andre forholdsregler kan være påkrævet.

### 2.1 Samspil mellem standarder, metodeliste og akkreditering

I Referencelaboratoriets notat fra 2018 " Samspil mellem metodeliste, metodeblade, standarder og akkreditering", der kan findes på [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk) redegøres der i detaljer for systemets opbygning. Det følgende er en sammenfatning af notatet:

#### 2.1.1 Standarder

Der foreligger CEN-standarder for næsten alle almindeligt forekommende måleparametre; for måleparametre som ikke har en CEN-standard findes der i de fleste tilfælde ISO-standarder eller nationale standarder.

#### 2.1.2 Metodeliste

Miljøstyrelsens metodehåndbog anfører hvilke standarder, der skal måles efter ved emissionsmålinger i Danmark. Metodelisten vedligeholdes og opdateres af Referencelaboratoriet og kan findes på [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk).

#### 2.1.3 Metodeblade

Metodebladene indeholder en beskrivelse på dansk af, hvordan målingerne skal udføres. Metodebladene beskriver udvalgte emner fra standarden og er ikke en fuldstændig afskrift af standarden. Der kan endvidere være tilføjet noget i metodebladet, som standarden ikke dækker, men som er vurderet relevant for emissionsmålinger i Danmark.

Metodebladene revideres, når der udkommer en ny standard eller, når eksisterende standarder revideres. Endvidere kan der som følge af tilbagemeldinger fra emissionslaboratorier eller på baggrund af resultater fra præstationsprøvninger gennemføres en revision af et metodeblad. Det er Referencelaboratoriets følgegruppe, der prioriterer revision af metodebladene. Det kan således godt forekomme, at metodeblade ikke revideres umiddelbart efter, at standarden er revideret.

#### 2.1.4 Akkreditering

Lugtvejledningen /3/ anfører, at prøvetagning og lugtmåling udføres af et laboratorium, som er akkrediteret til prøvetagning af Den Danske Akkrediteringsfond (DANAK) eller et tilsvarende akkrediteringsorgan, som er medunderskriver af EA's multilaterale aftale om gensidig anerkendelse. DANAK akkrediterer på luftemissionsområdet i henhold til standarder og metodeblade, idet standarden skal følges, og de modifikationer og tilføjelser, der fremgår af metodebladet, bør følges af danske laboratorier.

I flere bekendtgørelser, bl.a. standardvilkårsbekendtgørelsen, refereres til at målinger skal ske i henhold til metodeblade (ikke standarder) og med mulighed for at anvende *internationale standarder med mindst samme analysepræcision og usikkerhedsniveau*. Med denne sætning er det således tilladt at benytte den standard som metodebladet refererer til uden at følge de modifikationer/tolkninger, der er anført i metodebladet. Man kan også anvende andre internationale standarder med samme analysepræcision og usikkerhedsniveau.

## MEL-13:2019

### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

---

Praksis i Danmark, når danske, akkrediterede laboratorier udfører emissionsmålinger, er at følge standarden med de modifikationer, der er nævnt i metodebladet.

Ved nye udgaver af standarder, hvor metodebladet ikke er revideret:

ISO 17025 /6/ anfører, at et akkrediteret laboratorium skal sikre, at den gældende udgave af en standard anvendes. Det betyder i praksis, at et laboratorium hurtigst muligt skal referere til den nyeste udgave af en standard uanset, om det tilknyttede metodeblad er revideret.

Det er op til det enkelte laboratorium at tage stilling til hvordan en evt. konflikt mellem den reviderede standard og det ikke reviderede metodeblad håndteres, men som udgangspunkt bør standarden have forrang for metodebladet.

Ved nye udgaver af metodebladet, hvor standarden endnu ikke er udgivet:

Reviderede standarder:

- Der refereres til den gamle standard med det ny metodeblads modifikationer, indtil standarden udkommer. Herefter refereres der til den nye standard med det nye metodeblads modifikationer.
- Hvis der foreligger en prEN eller en ISO/DIS kan der søges akkreditering til den, hvis nødvendigt.

Ny standard og nyt metodeblad (dvs. i modsætning til en revideret standard):

- Hvis laboratoriet er akkrediteret til parameteren med en alternativ reference, så fortsættes der med denne reference, indtil den nye standard udkommer. Modifikationer i forhold til standarden i metodebladet bør implementeres i det omfang, de giver mening i relation til den alternative reference. Hvis laboratoriet ikke er akkrediteret til parameteren, må laboratoriet vente, til standarden udkommer, før laboratoriet kan opnå en akkreditering. Metodebladet og den teknisk færdige standard kan dog bruges til at forberede akkrediteringsprocessen. Så snart, der foreligger en prEN eller en ISO/DIS-version af en standard, kan der søges akkreditering til den.

## 2.2 Generelt

Referencelaboratoriet udvælger i samarbejde med Miljøstyrelsen metodeblade til granskning hvert år. Brugere af metodebladene er velkomne til at kontakte Referencelaboratoriet, hvis de bliver opmærksomme på behov for ændringer.

Alle modifikationer i forhold til standarden inklusiv deres mulige indvirkning på måleresultatet vil fremgå af kapitlet "Modifikationer" sidst i metodebladet. Samme sted vil der være reference til det sted i standarden, som er modificeret.

Fortolkninger af standardens tekst, supplementer til standarden eller vejledninger i brug af standarden bliver ikke nævnt under "Modifikationer", men vil i nødvendigt omfang blive anført i bokse:

Information 1

**Information / Supplementer / Eksempler /Anbefaling:**

I metodebladet benyttes generelt en boks som denne. Boksene er nummererede, så der kan henvises til dem.

Der henvises endvidere til metodebladet MEL-22 Kvalitet i emissionsmålinger /7/.

### 3 Anvendelsesområde

Metodebladet beskriver:

- Måling af lugtkoncentrationen i en prøve vha. olfaktometri
- Prøvetagning fra punktkilder (skorstene, ventilationsafkast etc.)
- Prøvetagning fra aktive arealkilder (udgående lufthastighed > 0,008 m/s)

I dette metodeblad anvendes enheden  $OU_E/m^3$ , som rettelig burde skrives  $OU_E/m^3$  (20°C, våd), som er den korrekte enhed for lugtkoncentrationer bestemt ved 20°C.

#### 3.1 Måleområde

Afhængigt af det valgte analyseudstyr kan metoden anvendes indenfor måleområdet ca. 8 til ca. 100.000  $OU_E/m^3$  for ufortyndede prøver. Ved højere lugtkoncentrationer end 100.000  $OU_E/m^3$  foretages fortynding med lugtfri nitrogen for at komme indenfor ovennævnte arbejdsområde. Ved fortynding af prøverne kan måleområdet i princippet udvides opad uden begrænsninger.

#### 3.2 Begrænsninger

Metoden er ikke velegnet til måling, hvor vandkoncentrationen i prøveluften er >45% vol/vol, da usikkerheden på fortyndingsgraden og dermed usikkerheden på prøvetagningen bliver uforholdsmæssigt stor. Begrænsningen er baseret på, at den samlede usikkerhed på prøvetagningen ikke bør overstige 40% relativt (se Bilag C). Vandkoncentrationen i afkastet skal bestemmes for at bestemme fortyndingsgraden. En usikkerhed på vandbestemmelsen op til 5% relativt kan accepteres, idet dette ikke medfører en større usikkerhed på fortyndingsgraden, end at det er ubetydeligt for den samlede usikkerhed på lugtmålingen.

Luftprøver fra biologiske processer kan ændre såvel lugtkarakter som lugtstyrke fra prøvetagningstidspunktet til analysetidspunktet. Luftprøver kan indeholde stoffer, der kan omdannes til mere eller mindre lugtende stoffer og ændre lugtkarakter under opbevaring. Et eksempel herpå er nitrogenmonooxid, NO, der kan omdannes til den stærkere lugtende nitrogendioxid, NO<sub>2</sub>. I prøver fra anlæg, hvor der anvendes ozon som lugtreducerende middel, skal det overvejes nøje, om et evt. restindhold af ozon kan påvirke prøven væsentligt fra prøvetagning til analyse – se mere herom i afsnit 5.3.4.

Hvis der er mistanke eller viden om indhold af kemisk eller biologisk aktive stoffer, bør det overvejes, om der overhovedet skal foretages lugtanalyse. Alternativt bør lugtanalysen gennemføres umiddelbart efter prøvetagning for at mindske effekten af en evt. omdannelse. Man skal være klar over, at resultatet er misvisende, hvis der er reaktive stoffer i luften.

Lugt i omgivelserne i laboratoriet giver en betydelig interferens. Det er således et krav, at rumluft og fortyndingsluft er lugtfri, og at omgivelserne med lugtpanelister og rummet er lugtneutrale.

Irritative effekter i prøveluften (som fx. ozon) kan forveksles med lugtindtryk af lugtpanelet og således for visse stoffer/blandinger give anledning til bestemmelse af en forkert lugttærskel.

Bestemmelse af lugt i et afkast skal overvejes nøje, hvis afkastet kan indeholde stoffer med sundhedsmæssige risici. Ved lugtanalysen fortyndes prøven til maksimalt fem til ti gange lugttærsklen. Derved fortyndes de sundhedsmæssige stoffer tilsvarende, og lugtpanelisterne er i kontakt med luften i små mængder i kort tid. Bedømmelseslederen, som vurderer prøvens lugt inden analysen, udsættes dog kortvarigt for ufortyndede koncentrationer. Det skal overvejes, om lugtanalyser kan undgås.

Ved prøvetagningen skal der iagttages sædvanlige hensyn til prøvetagerens sikkerhed, som er gældende ved alle andre målinger. Prøvetageren har en risiko for at komme i kontakt med de evt. sundhedsskadelige stoffer i højere koncentration end panelisterne.

Alle aspekter af sundhedsmæssige forhold skal indgå i planlægningen af opgaven, se mere herom i afsnit 5.2.

Metoden begrænses i øvrigt af de relativt store usikkerheder på lugtanalyse og prøvetagning med fortynding. Der er derfor stillet følgende krav til maksimale usikkerheder ved prøvetagning og analyse af lugt (se Bilag C for nærmere forklaring).

Metode	Maksimalt usikkerhedsinterval
Prøvetagning	± 10%
Evt. fortynding	± 40%
Analyse	- 54% til + 117%
Prøvetagning, fortynding og analyse	- 56% til + 140%

## 4 Princip

### 4.1 Prøvetagning

Prøven udtages i en pose af lugtfrit materiale ved hjælp af en beholder, der kan evakueres. Posen anbringes i beholderen og forbindes med en teflonslange ud gennem beholderens væg. Med en pumpe evakueres beholderen, og posen fyldes med luft fra afkastet. Luft fra afkast, hvor luftens dugpunkt er større end 20°C, fortyndes på stedet for at undgå kondens i prøven.

Hvor der er tilstrækkeligt overtryk i afkastet, kan posen fyldes ved hjælp af dette.

#### 4.1.1 Prøvehåndtering

Prøverne opbevares mørkt og beskyttet mod varme og kulde hele vejen fra prøvetagning til analyse på laboratoriet.

### 4.2 Analyse

Der er to metoder til udførelse af analysen, forced choice metoden og yes-no metoden. Begge er omfattet af DS/EN 13725, se afsnit 5.5.

## 5 Fremgangsmåde

### 5.1 Planlægning

Planlægning af målingen udføres i henhold til kapitel 8 i Vejledning nr. 2, 2001, fra Miljøstyrelsen /2/ og DS/EN 15259 /5/.

### 5.2 Sikkerhedsmæssige overvejelser

Der skal søges oplysninger om muligt indhold af toksiske komponenter, således at den efterfølgende lugtanalyse kan gennemføres under hensyntagen til lugtpanelets sikkerhed.



Helt generelt skal sikkerhedsmæssige hensyn i forbindelse med prøvetagning iagttages som ved andre prøvetagninger og målinger /5/. Lugtanalyserne gennemføres imidlertid med menneskelige næser, hvorfor der her er særlige hensyn at tage. Særligt bedømmelseslederen udsættes kortvarigt for ufortyndede koncentrationer ved vurderingen af prøvens koncentration.

Hvor prøverne er udtaget i procesafkast før rensning, kan der være særlige risici for forhøjede koncentrationer af toksiske stoffer, og projektlederen skal fokusere på dette. Der kan evt. hentes hjælp hos virksomhedens sikkerhedsledelse. Eksempler på toksiske stoffer er svovlbrinte (et ofte forekommende lugtstof) og carbonmonoxid.

### 5.3 Prøveudtagning på punktkilder

Standarden anfører, at prøvetagningstiden afhænger af formålet med målingen og, at den bør være 30 minutter, hvis der ikke er væsentlige fluktuationer. Prøvetagningstiden er diskuteret i den danske Lugtvejledning /3/, og det er afgørende, at prøven giver et repræsentativt billede af timegennemsnittet for lugtemissionen. Der må ikke kunne drages tvivl om, at prøverne er repræsentative for processen, dvs. der skal være dokumentation for produktionsforholdene i forbindelse med rapporteringen. En varighed på 30 minutter er imidlertid ikke afgørende. Referencelaboratoriet anbefaler derfor følgende:

#### Anbefaling 1

Prøven udtages over et passende tidsinterval på fra ca. 10 til 60 minutter afhængigt af formålet. Ved kortvarige variationer i emissionsmønsteret med korte perioder uden lugtemission, bør prøvetagningstiden være mindst dobbelt så lang som det tidsrum, emissionen varierer over, så prøvetagningen repræsenterer både "spidser" og "dale". Timemiddelværdien beregnes.

Ved længerevarende variationer i emissionsmønsteret, f.eks. 30 minutter med lugtemission efterfulgt af 30 minutter uden lugtemission, skal prøvetagningen ikke repræsentere både "spidser" og "dale". Der udtages en prøve, mens der er lugtemission, og emissionen beregnes proportionalt, så den også omfatter tid uden lugtemission og er repræsentativ som timemiddelværdi.

Hvis lugtkoncentrationen vides at være meget konstant, kan prøven udtages over ca. 10 minutter, mens prøver fra processer med let eller meget varierende koncentration med fordel kan udstrækkes over længere tid for at få en mere gennemsnitlig og dermed mere repræsentativ prøve.

I udkast til revideret lugtvejledningen /3/ er der beskrevet flere eksempler på variation af lugtemission og anbefaling af prøvetagningstider i hvert enkelt eksempel.

#### 5.3.1 Vurdering af behov for fortynding

Det primære formål med fortynding af prøveluften er at undgå kondens, se afsnit 5.3.1.2. Fortynding finder dog også anvendelse for at

- Reducere koncentrationen af evt. toksiske stoffer i luften
- Reducere prøveluftens temperatur.
- Reducere meget stærk lugt og dermed reducere adsorption på posens inderside

## MEL-13:2019

### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

#### 5.3.1.1 Luft med dugpunkt mindre end 20°C

Hvis luften har et dugpunkt på mindre end 20°C, er der ingen risiko for dannelse af kondens i posen ved analysetemperaturen. Prøveudtagning kan derfor udføres uden fortynding direkte fra afkastet.

#### 5.3.1.2 Luft ved dugpunkt større end 20°C

Hvis luften har et dugpunkt over 20°C, kan der dannes kondens i posen. Prøveluften bør derfor altid fortyndes til et dugpunkt under 20°C. I praksis er fortynding ved temperaturer mindre end 30°C ikke relevant. Vanddamp i de mængder vil diffundere ud af posen og dermed eliminere opløsningstab. Der vil teoretisk blive en fejl i forhold til volumenstrømmen ved 20°C, men den vil være lille (ca. 3% relativt).

Før prøveudtagningen vurderes den nødvendige fortynding. Vurderingen kan enten baseres på erfaring fra processen eller lignende processer, på en skønsmæssig bestemmelse af dugpunktet i gassen eller måling med en kommerciel fugtmåler (hygrometer) eller vådt/tørt termometer.

Når dugpunktet eller vandindholdet i gassen er bestemt eller skønnet, anvendes Tabel 1 til vurdering af nødvendig fortyndingsgrad.

Tabel 1 Fortyndingsgrader

Dugpunkt °C	Vand % vol/vol	Fortyndingsgrad*
20	2,3	1
30	4,2	1,8
40	7,3	3,2
50	12	5,3
60	20	8,5
70	31	13
80	47	20

\*: Totalvolumen/prøveluftvolumen der er nødvendigt for at komme under dugpunktet ved 20°C. Ved fortyndingsgrad 5 blandes 1 liter prøveluft med 4 liter lugtfri nitrogen.

Når dugpunktet eller vandindholdet kendes, findes fortyndingsgraden ved nærmeste højere dugpunkt hhv. vandindhold. Fortyndingen kan udføres med den statiske metode, som omfatter tilsætning af en mængde neutral luft (typisk nitrogen) til posen efterfulgt af prøve og igen efterfulgt af nitrogen. Fortyndingen kan også udføres med den dynamiske metode, som omfatter samtidig prøvetagning og injektion af nitrogen, dvs. blanding af en prøvestrøm med en strøm af neutral gas. Der findes kommercielle prøvetagningssystemer, som typisk kan fortynde 10 eller 100 gange.

#### Information 2

Udkastet til revision af EN 13725 /1/ anfører, at statisk fortynding skal anvendes med stor omhu, hvis en fortyndingsfaktor større end 3 er nødvendig, og at dynamisk udstyr her kan være at foretrække. Der er ikke et direkte forbud mod at anvende statisk fortynding, men bekymringen er, at vanddråber i f.eks. prøveslangen ikke kommer med i prøven. Det er derfor nødvendigt, at prøveslangen gøres så kort som muligt og evt. isoleres, og at evt. vanddråber i slangen skylles ned i posen med neutral gas.

## MEL-13:2019

### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

Det vurderes, at den danske praksis med statisk fortynding giver tilfredsstillende resultater. Ved anvendelse af dynamisk fortynding skal udstyret renses mellem hver prøvetagning, eller man skal medbringe flere sæt udstyr. Det kan give logistiske udfordringer og øge risikoen for kontamination mellem prøver.

Til bestemmelse af den anvendte fortyndingsgrad er det nødvendigt at kende O<sub>2</sub>- eller CO<sub>2</sub>-koncentrationen samt H<sub>2</sub>O-koncentrationen i afkastet.

Hvis O<sub>2</sub>- eller CO<sub>2</sub>-koncentrationen ikke måles på stedet, udtages en ufortyndet prøve umiddelbart før eller efter udtagningen af den fortyndede prøve til bestemmelse af O<sub>2</sub>- eller CO<sub>2</sub>-koncentrationen i laboratoriet.

Vandindholdet kan kun vanskeligt bestemmes efterfølgende i den ufortyndede prøve, hvorfor vandindhold i afkastet skal bestemmes med en maksimal usikkerhed på ±5% vol/vol.

Til fortyndingen anvendes f.eks. nitrogen af kvalitet 5.0 med renhed 99,995% fra trykflaske. Nitrogenen skal være så lidt lugtende som teknisk muligt og må ikke interferere med prøvernes lugt. Nitrogenen (eller anden neutral gas) skal testes før brug ved at lade lugtpanelet lugte til gassen. Vær opmærksom på at reduktionsventiler, fittings og slanger skal være rene og fri for lugtafgivelse.

#### Anbefaling 2

Testen med panelisterne anbefales udført som en lugtanalyse på en pose fyldt med nitrogen. Lugtkoncentrationen for nitrogen eller anden neutral gas må ikke overskride 15 OU<sub>E</sub>/m<sup>3</sup>.

Den nøjagtige fortyndingsgrad beregnes efter måling af O<sub>2</sub>- og/eller CO<sub>2</sub>-indhold i såvel den fortyndede som den ufortyndede prøve (eller med målte værdier fra afkastet). Ved prøver med højt O<sub>2</sub>-indhold (fx. ventilationsluft eller luft fra en spraytørrer uden direkte opvarmning) anvendes O<sub>2</sub>-måling til bestemmelse af fortyndingsgrad. Ved prøver med lavt O<sub>2</sub>-indhold og højt indhold af CO<sub>2</sub> (typisk luft fra forbrændingsprocesser) benyttes måling af CO<sub>2</sub>-indholdet til bestemmelse af fortyndingsgrad.

Fordelen ved at vælge parameteren (O<sub>2</sub> eller CO<sub>2</sub>) med det højeste indhold er, at usikkerheden på bestemmelsen af fortyndingsgraden mindskes. Når indholdet af CO<sub>2</sub> er højt (måles i % vol/vol), er det uden betydning, at en lille del kan opløses i kondensvand i posen med ufortyndet prøve. Tilsvarende er usikkerheden på koncentrationsbestemmelser mindst ved høje koncentrationer. Fortyndingsgraden beregnes efter nedenstående formel

$$C = \frac{V_{20,våd,fortyndet}}{V_{20,våd}} = \frac{A_{1,våd}}{A_{2,våd}} = \frac{A_{1,tør} * (100 - X_1)}{A_{2,tør} * (100 - X_2)}$$

hvor

- A<sub>1</sub> er indholdet af O<sub>2</sub> eller CO<sub>2</sub> i ufortyndet prøve (hhv. på våd og tør basis) (% vol/vol)
- A<sub>2</sub> er indholdet af O<sub>2</sub> eller CO<sub>2</sub> i fortyndet prøve (hhv. på våd og tør basis) (% vol/vol)
- X<sub>1</sub> er vandindholdet i afkastet (% vol/vol)
- X<sub>2</sub> er vandindholdet i fortyndet prøve (% vol/volumenandele)

Da prøven altid skal fortyndes til et dugpunkt <20°C (X<sub>2</sub><2), kan X<sub>2</sub> for praktiske formål sættes til 1. Den maksimale fejl på størrelsen (100-X<sub>2</sub>) bliver således 1% relativt. Det er derfor ikke nødvendigt at måle vandindholdet i den fortyndede prøve.

### 5.3.2 Udstyr

Til gennemførelsen af prøvetagningen benyttes følgende udstyr:

1. En beholder på 30-100 liter (efter behov), der kan evakueres.
2. Pumpe 1-5 liter/minut.
3. Slange af teflon. Mulighed for at suppleres med en sonde af rustfrit stål eller glas.
4. Nitrogenflaske med 99,995% nitrogen (kvalitet 5.0).
5. Prøveposer af TEDLAR® (PVF), NALOPHAN® (PET), TEFLON® (PTFE) eller FEP. Studs og prop til lukning skal være udført af tilsvarende materialer, således at den samlede enhed er inert over for prøven. Nye leverancer af posemateriale skal testes ved at fylde tre poser med neutral gas og efter 30 timer at udføre en lugtanalyse på hver pose. Materialet er lugtløst, hvis der ikke for nogle af poserne kan bestemmes en lugttærskel eller, hvis den højeste lugtkoncentration er mindst 16 gange lavere end lugten i de prøver, der opsamles i poserne.
6. Evt. fugtighedsmåler eller termometer (vådt og tørt).
7. Temperaturmåler.

Der kan i princippet udtages prøver via slanger på flere meter, hvis der ikke er risiko for kondens. Det er imidlertid vigtigt at suge et evt. dødvolumen i slangen ud inden selve prøvetagningen. Det er dog altid fordelagtigt at anvende så korte slanger som muligt, og især ved dugpunkter over den omgivende temperatur skal der anvendes så kort slange som muligt. Kondens i slangen skal under alle omstændigheder skylles ned i prøveposen med neutral gas.

Prøveposer må ikke genanvendes, med mindre hver pose er testet på samme måde som en ny leverance af posemateriale. Tilsvarende må prober og slanger kun genbruges efter tilstrækkelig rensning og test.

#### Anbefaling 3

Det anbefales, at der kun anvendes nye poser til prøvetagning. Ved anvendelse af dyre poser af teflon eller coatede poser, kan rensning og test af poserne være relevant. Tilsvarende anbefales det, at prøveslangen skiftes mellem hvert prøvetagningssted.

#### 5.3.2.1 Adsorption til materialer og tab af lugtstoffer

Flere nye studier har påvist en betydelig adsorption af nogle lugtstoffer i lugtprøver til posematerialerne og til materialerne i olfaktometeret /8/ og /9/. For nogle lugtstoffer er adsorptionen betydelig og kan resultere i op mod 90% tab. Det er sandsynligt, at tabet er mindre i store poser end i små pga. af et gunstigere volumen/areal-forhold. Det er desuden sandsynligt, at stofferne i høj grad kan frigives ved opvarmning af prøven før analyse.

Det har vist sig, at lugtstoffer adsorberer væsentlig mindre til teflon end til Tedlar og Nalophan, hvor Tedlar udviser bedre egenskaber end Nalophan.

Adsorption til posens sider er i ligevægt med luftens indhold af stoffer, og posestørrelse, -materiale, temperatur og tid mellem prøvetagning og analyse er vigtige faktorer. Denne viden er så ny og omfatter relativt få stoffer og har derfor endnu ikke medført metodekrav til imødegåelse. Ethvert laboratorium bør dog overveje disse forhold og inddrage viden herom i planlægningen af lugtmålinger. Det er især vigtigt, at analyser af luft før og efter rensning eller andre tiltag udføres på samme måde, så risiko for effekt at forskellig prøvetagning elimineres.

Det må forudses, at dette afsnit opdateres, når der foreligger mere viden om konkrete, virksomme tiltag.

### 5.3.3 Udførelse

**Prøveudtagning af ikke fugtig luft (dugpunkt mindre end 20°C):** Prøven udtages direkte i posen. En pose anbringes i beholderen og forbindes via en teflonslange til afkastets indre. Ved hjælp af pumpen evakueres beholderen ved at suge fra den med 1-5 l/min. i 10-60 minutter afhængig af den ønskede prøvetagningstid. Prøven i den strømmende gas eller luft fra processen suges derved ind i posen. Beholderen åbnes herefter, og en prop sættes i posens studs.

Ved overtryk i afkastet kan posen fyldes direkte.

### **Prøvetagning af fugtig luft (dugpunkt større end 20°C):**

Standarden skriver, at større fortynding end ca. tre gange bør udrøres ved dynamisk fortynding, dvs. med et udstyr som kontinuert doserer neutral gas til prøveposen samtidig med prøve fra afkastet. Fortynding mindre end ca. tre gange kan udføres ved statisk fortynding.

#### Anbefaling 4

Dynamisk fortynding kræver dels anskaffelse af ekstra udstyr, en lidt mere kompliceret prøvetagning og først og fremmest rengøring af udstyret mellem hver prøvetagning. Der er en mangeårig dansk praksis for statisk prøvetagning. Det anbefales derfor at følge nedenstående beskrivelse.

Den statiske fortynding udføres ved at fylde posen med ca. halvdelen af den nødvendige mængde nitrogen (afmåles evt. gennem flowmeter, med luftsprøjte, med anden målemetode eller skønsmæssigt), hvorefter posen anbringes i beholderen, og den nødvendige prøvemængde suges ind i posen. Mængden af prøveluft styres gennem valg af pumpehastighed og tid. Til sidst fyldes efter med neutral luft, så vidt muligt til den er næsten udspændt.

Hvis der konstateres kondens i posen efter fortynding, skal posen kasseres, og der skal foretages ny prøvetagning. Hvis dugpunktet efterfølgende på laboratoriet konstateres at have været over 20°C, skal dette fremgå af rapporten. Prøven bør kasseres eller fortyndes yderligere, hvis der konstateres kondens i posen ved analysen. Afhængig af formålet med målingen kan et resultat fra en prøve med kondens være indikativ for lugtkoncentrationen, men en dokumentation i forhold til grænseværdien bør kun udføres med korrekt udtagne prøver.

For at undgå at prøveluften afkøles på strækningen fra kanal til pose, skal posen holdes så tæt på afkastet som muligt, således at prøveluften blandes med fortyndingsluft (nitrogen), inden kondensering kan nå at finde sted (kort prøvetagningslange). Hvis der alligevel dannes dråber, skal disse skylles ned i posen med den resterende mængde neutral luft. Så vidt muligt efterfyldes posen med neutral luft, til den er næsten udspændt.

### 5.3.4 Prøvetagning fra afkast med indhold af reaktive stoffer, f.eks. ozon

Kemisk omdannelse af lugtstofferne skal undgås. Hvis det ikke kan undgås, er forsøget på bestemmelse næsten meningsløs.

Hvis der er kendskab til, at stoffer i afkastluften kan reagere med hinanden, kan reaktionshastigheden reduceres ved at fortynde prøven med nitrogen allerede i prøvetagningen. Derved reduceres koncentrationerne

og dermed reaktionshastigheden for omdannelsen. Derved kan der opnås større sandsynlighed for meningsfulde resultater.

Risikoen for kemisk reaktion skal beskrives i rapporten sammen med den evt. konsekvens heraf.

#### Anbefaling 5

I tilfælde, hvor ozon anvendes som lugtreduktionsmiddel, bør ozonen fjernes allerede ved prøvetagningen ved hjælp af f.eks. denuderteknik.

En denuder er et dobbeltglasrør med sandblæste indersider. Sider coats med et stof, som reagerer villigt med det stof, man ønsker at fjerne fra luften. Stoffet i luften diffunderer mod rørets sider og reagerer med coatingen, hvilket øger diffusionshastigheden. Ved korrekt valg af coating kan man fjerne det uønskede stof næsten fuldstændigt uden at påvirke sammensætningen i øvrigt.

### 5.3.5 Prøvetagning fra afkast med støv

Lugt, der sidder på støv/aerosoler, er et endnu ikke tilstrækkeligt belyst problem. Det er i praksis ikke muligt at lave isokinetisk prøvetagning i lugtposer, og selvom det var muligt, kan det ikke sikres, at støvet fordeler sig jævnt i prøveluften i posen og ikke adsorberer til posens inderside. Endelig er det umuligt at få støvet med i analysen i den rette fortynding i olfaktometeret.

#### Information 3

Af standardens formålsbeskrivelse fremgår det specifikt, at bestemmelse af lugt, som muligvis kan afgives fra støv og aerosoler, ikke er omfattet af standarden. Standarden anbefaler filtrering, hvis indholdet af støv er  $>5 \text{ mg/m}^3$ . Kun kvartsfiltre må anvendes.

#### Anbefaling 6

Dette metodeblad anbefaler at filtrere luften ved prøvetagning og i rapporten understrege, at den målte lugt kun skyldes gasformige komponenter, som ikke er bundet til partikler eller aerosoler. Hvis der er mistanke om, at en given lugtgene i væsentlig grad skyldes partikelbårne lugtstoffer, kan der iværksættes undersøgelser heraf, f.eks. ved sammenligning af filtrerede og ikke filtrerede prøver eller ved beluftning af støv til en lugtpose med efterfølgende analyse. Sådanne undersøgelser er kun indikative for betydningen af lugten af støv.

### 5.3.6 Måledata, opbevaring og forsendelse af prøver

Efter udtagning af luften i prøveposen, som er nummereret, noteres posenummer, sted, kilde nummer, kildebetegnelse, dato, tidspunkt og prøvetagers navn i måleskema. Poserne skal altid følges til laboratoriet af enten mærkat eller kopi af måleskema.

På måleskemaet noteres øvrige relevante parametre, som fx. temperatur, fugtighed og tryk sammen med evt. oplysninger om anlæggets produktionsforhold. Disse parametre noteres som sædvanlig praksis ved målinger.

Prøverne opbevares efter prøvetagning i mørke – fx. i en sort plastpose eller papkasse, som beskytter mod lys. Prøverne skal beskyttes mod direkte sol og varme over  $25^\circ\text{C}$ . Hvis transport og opbevaring ved en temperatur over prøvens dugpunkt ikke er mulig, skal det sikres, at prøverne kommer til analyselaboratoriet i så

god tid, at evt. kondens kan nå at genfordampe. Det vurderes, at risikoen for adsorption til posens sider af stoffer opløst i kondens ikke er større end adsorption af stoffer i gasfase, se afsnit 5.3.2.1.

Prøverne skal transporteres til analyselaboratoriet, således at de kan analyseres indenfor 30 timer efter prøvetagning.

#### **5.4 Prøvetagning fra aktive arealkilder**

EN 13725 nævner tre typer diffuse kilder:

- Arealkilder med aktivt flow (udadgående hastighed  $>30 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$  svarende til  $>0,008 \text{ m/s}$ )
- Arealkilder uden aktivt flow (udadgående hastighed  $<30 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$  svarende til  $<0,008 \text{ m/s}$ )
- Volumenkilder

Kun prøvetagning fra arealkilder med aktivt flow er omfattet af standarden, og kun metoden hertil omtales i dette metodeblad. Standarden indeholder en informativ tekst om prøvetagning fra arealkilder uden aktivt flow, hvorimod der ikke kan anbefales metoder til prøvetagning af volumenkilder. At kvantificere lugten fra sådanne kilder indeholder store usikkerheder.

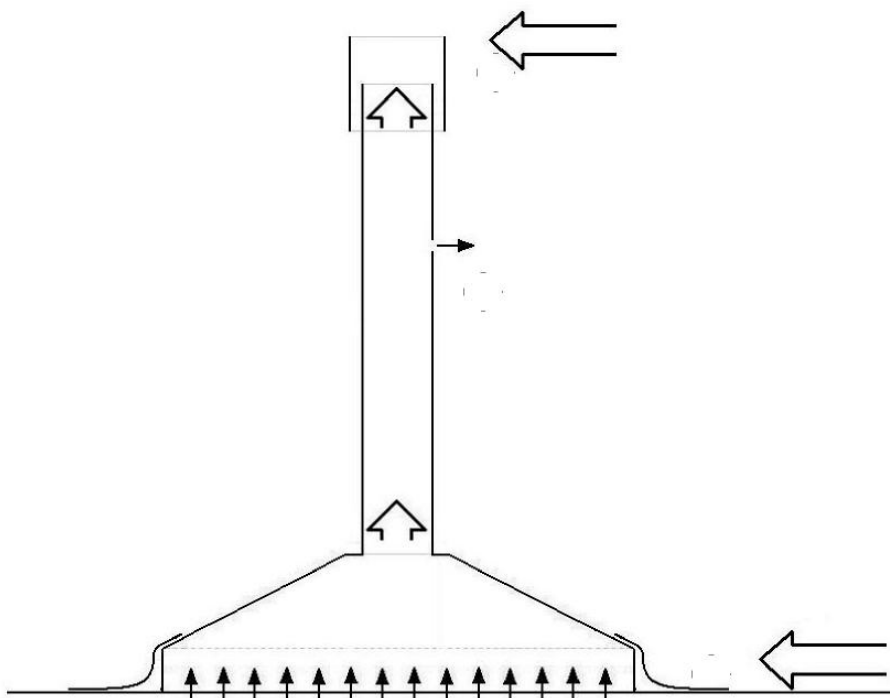
Før prøvetagning skal der foretages bestemmelse af den udadgående hastighed i flere punkter for dels at vurdere, om arealkilden er aktiv eller ikke aktiv, dels vurdere om den har en homogen emission. Bestemmelsen foretages med det i Figur 1 illustrerede udstyr.

Prøver fra arealkilder med aktivt flow kan tages på to principielt forskellige måder:

**1. Ved at dække hele arealet og forsyne dækket med et afkast, hvor al luft passerer.** Dette er principielt den bedste metode, idet den giver et fuldstændigt billede af lugtemissionen. Materialer til at dække med skal primært være lugtfrie og ellers være lette at arbejde med og bestandige, mens målingen foregår. Afkastet skal sikre mod for stort tryk under dækket ( $< 30 \text{ Pa}$  eller lufthastighed  $< 5 \text{ m/s}$ ). Samtidig må dækket ikke påvirke overfladen ved at ligge tæt på denne. Prøven tages herefter fra afkastet - i princip som fra en punktkilde.

Når dækket er monteret, ventes minimum 10 minutter for at mindske betydningen af materialets evt. egen lugt.

**2. Ved at tage prøver på udvalgte delarealer på en homogen arealkilde.** Til dette formål anvendes en "emhætte" med afkast. Arealet er mindst  $1 \text{ m}^2$ . Der skal tages hensyn til, at hætten ikke må påvirke overfladen, og lufthastigheder mindre end  $3 \text{ m/s}$  i afkastet anbefales. Afkastet skal konstrueres således, at risikoen for vindpåvirkning og luft ind i hætte mindskes, ligesom hætten ved basen skal forsynes med en blød "flap", der sikrer tæthed mod overfladen, se Figur 1.



Figur 1 Eksempel på prøvetagningsudstyr til aktiv arealkilde

Materialevalget for hættens og "flap" skal følge anvisningerne i kapitel 5.3.2.

Prøvetagningen udføres i afkastet principielt som prøvetagning i en punktkilde. Før prøvetagningen laves en plan, der sikrer, at mindst 10% af kildens areal indgår i bestemmelsen. Arealet indeles i mindre arealer, svarende til hættens størrelse, og prøverne udtages sekventielt jævnt fordelt over hele arealet. Emissionen fra hele arealet beregnes således:

Ligning 1

$$E_A = E_{delareal} * A$$

Hvor  $E_A$  er emissionen fra hele arealet i  $OU_E/s$   
 $E_{delareal}$  er det logaritmiske gennemsnit af emissionen i de undersøgte delarealer i  $OU_E/m^2/s$   
 $A$  er hele arealet i  $m^2$

Ved færdsel på arealet skal det sikres, at emissionen fra arealet ikke påvirkes.

**2B Ved at tage prøver på udvalgte delarealer på en inhomogen arealkilde.** Hvis den indledende bestemmelse af hastighed viser, at arealkilden ikke er homogen, skal prøvetagningen indrettes herefter. Det samlede areal deles op i områder med nogenlunde samme udadgående hastighed, hvorefter der tages prøve på 10% af hvert delområde. Delprøvetagningen kan udvides med prøvetagning på eventuelle små områder med tydelig emission af lugt (ses f.eks. ofte som våde pletter på komposteringsmiler) Prøvetagningen udføres som beskrevet homogene arealkilder.

For hvert delareal beregnes emissionen ved hjælp af Ligning 1. Den samlede emission fra hele arealet beregnes som summen af emissionen i delarealerne.



## 5.5 Analyse

### 5.5.1 Udstyr

Til gennemførelsen af analysen benyttes et olfaktometer. Et olfaktometer er betegnelsen for et måleudstyr (meter), der har med næsen at gøre (olfakto). I olfaktometeret kan fortyndingen af prøveluften foretages. Selve analysen foretages af fire til otte lugtpanelister, og deres svar behandles regneteknisk bagefter.

Materialevalget i olfaktometeret skal tilfredsstillende følgende krav:

- Skal være lugtfrie og må ikke tilføre lugt til prøven
- Skal give mindst mulig kemisk og fysisk påvirkning af prøven
- Skal have lav gennemtrængelighed for at mindske tab af prøve
- Skal have glat overflade

Adsorption på overflader (se afsnit 5.3.2.1) forekommer også i olfaktometeret. Det er således sandsynliggjort, at rustfrit stål ikke er et optimalt materialevalg. Indtil nye olfaktometre af nye materialer kommer på markedet, stilles ingen krav om at erstatte materialer i ældre olfaktometre.

Konstruktionen af olfaktometeret og udformningen af omgivelserne skal tilfredsstillende følgende krav:

- Længde og diameter af rør skal minimeres for at minimere opholdstiden og dermed kontamination af udstyret med/adsorption af lugtstofferne
- Åbninger skal udformes, således at aflejring af støv undgås
- Udstyr, der påvirker prøven fysisk eller kemisk, skal undgås (fx. varmetrådsanemometer)
- Prøvens temperatur må ikke afvige mere end 3°C fra omgivelsernes temperatur
- Lugtpanelisterne skal have ro og mulighed for at koncentrere sig om opgaven

Kontakt mellem næse og luften, der udblæses i et rør, skal være god, og der stilles følgende krav:

- Det skal være let at snuse til luften
- Mindst 20 liter luft per minut
- Lufthastighed 0,2 m/s til 0,5 m/s
- Jævn luftfordeling over røråbningens tværsnit

Olfaktometeret skal have et fortyndingsområde fra mindre end  $2^7$  (128) gange til mindst  $2^{14}$  (16.384) gange, og forholdet mellem største og mindste fortynding skal være mindst  $2^{13}$  (8.192) gange. Forholdet mellem to successive fortyndingstrin skal være i intervallet 1,4 - 2,4.

### 5.5.2 Olfaktometerets virkemåde

Prøveluften sendes fra prøveposen gennem et doseringssystem (masseflowmeter, kanyler eller andet) ind i hovedluftstrømmen af ren, lugtfri luft. Doseringssystemet skal kunne dosere de mængder prøveluft, der er nødvendige for, at de ønskede fortyndingsfaktorer kan opnås.

Såvel prøveluftstrømme som hovedluftstrømmen skal styres og monitoreres på en kontrollabel måde. Fortyndingsfaktorerne skal kontrolleres som led i kvalitetssikringen, f.eks. gennem en årlig kvalitetskontrol eller ved egenkontrol i henhold til Bilag A. Krav til nøjagtighed  $\pm 5\%$ .

Når prøven er fortyndet, fordeles den ud til de rør, som lugtpanelisterne skal snuse i. Ved siden af disse rør er der i nogle olfaktometre rør med ren, lugtfri luft. Der er to metoder, som er omfattet af DS/EN 13725.

I forced choice metoden blandes den lugtende luft i den udtagne prøve under kontrollerede forhold med ren, ikke lugtende luft og doseres til hver af de 4-8 lugtpanelister gennem et rør. I et tilsvarende rør doseres ren, ikke lugtende luft. Lugtpanelisten skal ved hjælp af svarknapper angive hvilket rør, der er lugt i, og graden af sikkerhed for vurderingen (sikker, nogenlunde sikker eller usikker) (forced choice principle). Herefter fortsættes med næste fortyndingstrin (mere lugt).

I yes-no metoden blandes den lugtende luft i prøven også med ren luft og doseres successivt til hver af de 4 lugtpanelister gennem et rør. Når panelist nr. 1 af fire får luft med lugt iblandet, får panelist nr. 3 reference-luft, mens nr. 2 og 4 intet får. Herefter skifter det til lugt til nr. 2 og reference til nr. 4 etc. Når alle har lugtet det aktuelle fortyndingstrin, fortsættes med næste fortyndingstrin (mere lugt). Mellem nogle af trinene med lugt præsenteres panelisterne for luft uden tilblending af lugtprøve for at forhindre muligheden for at forudsige, hvornår der kommer lugt.

### 5.5.3 Panelister

Følgende krav skal tilfredsstilles ved udvælgelsen og anvendelsen af lugtpanelister:

- Skal være mere end 16 år og i stand til at følge instruktioner
- Skal være motiverede
- Skal være til rådighed i hele analyseperioden
- Skal engageres på laboratoriet i så lang en periode, at der kan opbygges og vedligeholdes en historik i forhold til referencestoffer
- Må ikke drikke (undtagen vand), spise eller ryge fra 30 minutter før og under analyseperioden
- Skal have diskret og god personlig hygiejne uden brug af parfumerede midler
- Må ikke være forkølede eller på anden måde påvirket på lugtesansen
- Skal være til stede mindst 15 minutter før analysen påbegyndes
- Må ikke kommunikere med hinanden om resultater

Lugtpanelisterne udvælges på grundlag af deres følsomhed over for referencestoffet n-butanol. Testen skal sikre, at lugtpanelisternes lugtesans er repræsentativ for hele befolkningen og rimeligt konstant over tid.

Efter en træning, hvor en ny lugtpanelist bliver fortrolig med udstyr og procedure, udføres mindst 10 individuelle test (over mindst tre gange) af lugttærsklen for n-butanol. For at blive lugtpanelist skal følgende krav være opfyldt:

- Antilog af spredningen for de logaritmerede måleværdier skal være mindre end 2,3
- Den geometriske middelværdi af lugttærsklen skal være mellem 20 og 80 ppb, idet den accepterede værdi for n-butanol er 40 ppb.

**Information 4**

Standarden skriver, at laboratoriet skal føre journal over lugtpanelisternes lugttærskel for n-butanol og foretage test heraf for hver tolvte gang lugtpanelisten har deltaget i et sæt analyser, dog ikke oftere end hver sytten uge.

I udkastet til revision af EN 13725 specificeres, at der skal udføres mindst 12 individuelle testværdier, og ingen værdi må være mere end 12 måneder gammel. Men nogle kommercielle olfaktometre beregner panelisternes formåen på baggrund af 10 eller 20 værdier. Det vurderes derfor at være hensigtsmæssigt at bevare muligheden for at beregne på basis af 10 eller 20 værdier.

**Anbefaling 7**

Testværdierne skal beregnes på basis af mindst de 10 sidste og højst de 20 sidste testresultater.

Den anvendte prøveblanding af n-butanol skal være certificeret og ledsages af analysecertifikat. Koncentrationen kan være fx. ca. 80 ppm. En prøve af gassen udtages i samme type pose, som anvendes til analyserne og analyseres på samme måde.

Et panel skal bestå af mindst fire deltagere. Efter retrospektiv screening og evt. fjernelse af resultater, der afviger for meget fra gennemsnittet (se afsnit 5.5.6), skal der mindst være resultater fra 4 lugtpanelister tilbage.

Sammensætningen af et lugtpanel skal ske tilfældigt ud fra laboratoriets samlede mængde af lugtpanelister, og der må ikke tages hensyn til den enkelte lugtpanelists tidligere resultater.

**5.5.4 Lokaler**

Luften i de rum, hvor lugtpanelisterne venter og udfører analyserne, skal have en temperatur, der ikke må overstige 25°C. Temperaturen må ikke svinge med mere end  $\pm 3^\circ\text{C}$  i løbet af en analysegang. Luften må ikke lugte og skal være af samme kvalitet som fortyndingsluften til olfaktometeret.

Rummet skal ventileres, og indholdet af CO<sub>2</sub> må ikke overstige 0,15 % vol/vol. Det anbefales at filtrere luften med aktivt kul.

**5.5.5 Udførelse af analyse**

Olfaktometerets indstillinger og rummets temperatur og fugtighed kontrolleres. Der er på forhånd udvalgt lugtpanelister, der lever op til kravene. Hvis én eller flere af lugtpanelisterne skal have en test af lugttærsklen for n-butanol, kan denne test med fordel køres som en af dagens prøver, ligesom alle lugtpanelister med fordel kan deltage i n-butanol-testen. Hermed opnås resultater, der kan benyttes til test af laboratoriets analyseevne overfor referencestoffet (se kapitel 5.5.3).

Panellederen vurderer prøvens koncentration og vælger en fortynding til første prøve, der ikke forventes at kunne registreres af nogen i panelet. Når olfaktometeret og panelisterne er klar til analyse, startes analysen. For en detaljeret beskrivelse af forløbet henvises til det enkelte olfaktometers manual.

Hvis én eller flere af lugtpanelisterne mod forventning kan registrere lugten i første fortynding, begynderes forfra med en større fortyndingsgrad (lavere lugtkoncentration), således at ingen kan registrere lugten.

Første runde er afsluttet, når alle lugtpanelister har registreret lugten med sikkerhed i to på hinanden følgende trin.

Herefter gennemføres næste runde, og der indledes på det trin, hvor ingen i første runde kunne registrere lugten. Hvis lugten registreres på dette trin, fortsættes som ovenfor med lavere koncentration. Runden afsluttes, når alle lugtpanelister har registreret lugten med sikkerhed i to på hinanden følgende trin. Der kan udføres flere runder.

#### Anbefaling 8

For at tilføje yderligere information til analyseresultatet anbefales det, at bestemmelsen af lugtkoncentrationen suppleres med en karakterisering af lugten fra hver lugtpanelist. Karakteriseringen skal noteres af prøvelederen for hver prøve. Det er ikke et krav, men oplysningen kan evt. hjælpe i et efterfølgende arbejde med reduktion af lugten.

Proceduren gentages evt. med flere panelister, indtil alle lugtpanelister har været igennem.

#### Anbefaling 9

Det bør begrænses, hvor lang tid et panel arbejder, idet lugtpanelisternes sensitivitet og opmærksomhed svækkes med tiden. Det anbefales, at arbejdstiden ikke overskrider fire timer. Ved behov for længere analyse tid, bør panelisterne have en længere pause i et andet rum, evt. med frokost efterfulgt af mindst en halv time, inden analysen fortsættes.

Det skal sikres, at der ikke sker afsmitning fra tidligere brugte slanger, kanyler etc. evt. ved "skylning" med lugtfri luft.

### 5.5.6 Beregninger

Lugtpanelisternes svar skal noteres i et analyseskema. I analyseskemaet indføres øvrige relevante oplysninger (lugtpanelisternes identifikation, sagsidentifikation, panelleder og prøvens data). For en detaljeret beskrivelse heraf henvises til det enkelte olfaktometers manual.

Lugt har en logaritmisk karakter, og alle beregninger af lugtkoncentrationer skal derfor foretages på logaritmære værdier.

Når der for en given lugtpanelist i en given runde er registreret korrekt svar ved to på hinanden følgende fortyndinger - fx. ved 17.000 og 11.000 gange - registreres 17.000 gange som udgangspunkt for den videre beregning.

Da lugttærsklen er defineret som den koncentration, hvor 50% af en population kan registrere lugten, kan resultatet ikke udtrykkes som den fortynding, hvor lugten med sikkerhed er registreret. Det antages derfor, at lugttærsklen kan beskrives som den logaritmiske middelværdi af den fortynding, hvor lugten kunne registreres, og den foregående fortynding.

I eksemplet, hvor lugten kunne registreres ved 17.000 ganges fortynding, er den foregående fortynding ca. 25.000 gange. Den logaritmiske middelværdi af 17.000 og 25.000 er (afrundet) 21.000. Det er således resultatet for denne lugtpanelist i denne runde.

Når alle lugtpanelister har fået registreret et resultat i begge runder, beregnes det logaritmiske gennemsnit af samtlige enkeltresultater. Dette resultat udtrykker det nødvendige antal gange fortynding for at nå en koncentration, der netop svarer til lugttærsklen. Resultatet udtrykkes i  $\text{OU}_E/\text{m}^3$  ( $20^\circ\text{C}$ , våd), idet  $1 \text{ OU}_E/\text{m}^3$  er defineret som koncentrationen ved lugttærsklen.

### Retrospektiv screening

Når gennemsnittet af lugtpanelisternes resultater foreligger, skal det kontrolleres, om alle ligger inden for en tilfredsstillende afstand fra gennemsnittet (retrospektiv screening). Der beregnes en teststørrelse,  $Z$ , ved udtrykket

$$\Delta Z = \frac{Z_{\text{panelist}}}{Z_{\text{middel}}} \text{ eller } - \frac{Z_{\text{middel}}}{Z_{\text{panelist}}}$$

hvor den enkelte panelists resultat udtrykkes ved  $Z$  ( $\text{OU}_E/\text{m}^3$ )  
gennemsnittet udtrykkes ved  $Z_{\text{middel}}$  ( $\text{OU}_E/\text{m}^3$ )

Den numeriske værdi af  $Z$  må ikke være større end 5.

Hvis  $Z_{\text{panelist}}$  er størst, vælges første udtryk ellers det andet. I Tabel 2 ses et eksempel på beregningen.

Tabel 2 Eksempel på retrospektiv screening af lugtpanelisters svar

Panelist	1. kontrol		2. kontrol	
	$Z_{\text{panelist}}$ $\text{OU}_E/\text{m}^3$	$\Delta Z$	$Z_{\text{panelist}}$ $\text{OU}_E/\text{m}^3$	$\Delta Z$
A	1.448	-1,4	1.448	1,0
B	362	-5,4	362	-4,0
C	724	-2,7	724	-2,0
D	2.896	1,5	2.896	2,0
E	1.448	-1,4	1.448	1,0
F	2.896	1,5	2.896	2,0
G	1.448	-1,4	1.448	1,0
<b>H</b>	<b>23.170</b>	<b>11,8</b>	-	-
$Z_{\text{middel}}$	1.961		1.448	

Lugtpanelist H udelades i første kontrol. Hvis der er kørt to runder, udelades begge lugtpanelisters resultater. Lugtpanelist B, som har en for lav testværdi i første kontrol, kan accepteres i anden kontrol. Det er et krav, at der efter denne kontrol og udeladelse af én eller flere lugtpanelisters resultater, er fire lugtpanelisters resultater tilbage.

## 6 Kvalitetssikring

### 6.1 Kalibrering af olfaktometer

For at sikre en korrekt fortynding på hvert enkelt trin, skal olfaktometeret kalibreres.

Kalibreringen skal udføres jævnligt (mindst årligt) enten hos leverandøren eller ved egenkontrol. Det gøres ved anvendelse af en sporgas, der kan måles med en monitor med en større nøjagtighed end den ønskede i olfaktometeret. Monitoren skal være kalibreret til hele måleområdet.

Sporgassen introduceres i olfaktometeret på samme måde som lugtprøverne. Efter fortynding måles koncentrationen med monitoren. Der registreres en værdi mindst hvert 10. sekund. Testresultatet for den betragtede fortynding skal bestå af mindst 10 målinger.

Der skal opnås fem testresultater for hver fortynding (hver bestående af 10 målinger). Mellem hvert testresultat for den enkelte fortynding skal der måles på mindst én anden fortynding.

Olfaktometerets nøjagtighed og ustabilitet beregnes som beskrevet i Bilag A. Nøjagtigheden skal opfylde kravet  $A_d$  mindre end 0,20, og ustabiliteten skal være mindre end 5%. Hvis dette ikke er tilfældet, anvendes de fundne fortyndingsgrader i fremtidige analyser.

#### Anbefaling 10

Det anbefales, at olfaktometeret testes hos leverandøren efter dennes anbefalinger, hvilket vurderes at give tilstrækkelig sikkerhed for, at olfaktometeret virker korrekt.

### 6.2 Test af analyse af referencestof

For ikke-referencestoffer (prøver fra fx. industrikilder) findes ikke en accepteret, sand værdi. Målemetodens systematiske fejl kan derfor ikke bestemmes. I stedet kan analyseevnen bestemmes ved en interlaboratorietest, hvor et passende antal laboratorier tester identiske prøver.

Gennemsnittet af de logaritmerede lugtkoncentrationer i  $OU_E/m^3$  fra alle laboratorierne betragtes som det bedste estimat af referenceværdien,  $\mu$ .

Herefter kan test af nøjagtigheden udføres efter samme retningslinjer som for referencematerialet. Præcisionen udtrykkes imidlertid ved reproducerbarheden og skal opfylde kravet ( $r \leq 0,477$ ). Teststørrelsen for nøjagtigheden,  $A_d$ , skal være mindre end 0,217.

Der skal bruges mindst fem testresultater for hvert laboratorium. De mange ens prøver kan i praksis fremstilles ved udtagning af en lugtprøve i en meget stor pose, der efterfølgende fordeles til mange små poser. Dette sikrer ensartede prøver. Det anbefales, at prøverne udtages fra en industrikilde, som alle laboratorier er enige om.

## 7 Usikkerhed

Rapporten skal altid indeholde en vurdering af usikkerheden på den aktuelle måling. Usikkerheden beregnes for den enkelte prøve ved hjælp af usikkerhedsbudgetter som illustreret i Bilag C. Beregningen skal tage hensyn til både prøvetagningen, evt. fortynding og selve lugtanalysen. Usikkerheden på selve lugtanalysen tager udgangspunkt i laboratoriets kontrol af panelister med referencestoffet n-butanol.

Usikkerheden er normalt estimeret i et usikkerhedsbudget. Der henvises til DS/EN ISO 14956 /11/ for beregninger af usikkerheden ved prøvetagning og analyse.

### Information 5

I udkastet til revideret EN 13725 er der beskrevet en metode til, hvordan det enkelte laboratorium bedre kan estimere sin usikkerhed på prøver fra virksomheder. Udkastet er ikke endeligt accepteret som ny standard, og den beskrevne metode indgår derfor ikke i nærværende metodeblad. Når udkastet er accepteret, og en revideret EN 13725 er udkommet, bliver metodebladet revideret med den nye vurderingsmetode.

## 8 Rapportering

Rapporten udformes som beskrevet i Lugtvejledningen /3/.

I rapporten skal der henvises til standarden. Enhver afvigelse fra standarden, eller valgfrie operationer, skal angives i rapporten.

## 9 Modifikationer

### 9.1 Test af lugtpanelister

Det anbefales som nævnt i afsnit 5.5.3 at bibeholde muligheden for at beregne panelisternes formåen på basis af 10 eller 20 værdier og ikke at gå over til mindst 12 værdier. Årsagen er, at visse kommercielle olfaktometre laver beregningen på basis af 10 eller 20 værdier.

## 10 Referencer

- /1/ DS/EN 13725 og WD revised EN 13725, 2018-03-01, Working group document N518
- /2/ Vejledning fra Miljøstyrelsen nr. 2, 2001, Luftvejledningen
- /3/ Udkast: Lugtvejledningen, Begrænsning af lugtgener fra virksomheder, sendt i høring 29/10 2018
- /4/ Diffuse kilder, Idékatalog, Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, 2014, [http://ref-lab.dk/wp-content/uploads/2015/08/Diffuse-lugtemissioner\\_030915.pdf](http://ref-lab.dk/wp-content/uploads/2015/08/Diffuse-lugtemissioner_030915.pdf).
- /5/ DS/EN 15259 Air quality - Measurement of stationary source emissions - Requirements for measurement sections and sites and for the measurement objective, plan and report, October 2007
- /6/ DS/EN/ISO/IEC ISO 17.025, Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriets kompetence, 2017-12-19
- /7/ MEL-22, Kvalitet i emissionsmålinger, Generelle krav til kvalitet i emissionsmålinger, 2016
- /8/ Mechanisms of Loss of Agricultural Odorous Compounds in Sample Bags of Nalophan, Tedlar, and PTFE. / Lund Kasper, Pernille; Oxbøl, Arne; Hansen, Michael Jørgen; Feilberg, Anders, I: Journal of Environmental Quality, Bind 47, Nr. 2, 08.03.2018, s. 246-253.

**MEL-13:2019****Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas**

---

- /9/ Effects of Dilution Systems in Olfactometry on the Recovery of Typical Livestock Odorants Determined by PTR-MS. / Kasper, Pernille; Mannebeck, Dietmar; Oxbøl, Arne; Nygaard, Jens Vinge; Hansen, Michael Jørgen; Feilberg, Anders, I: Sensors, Bind 17, Nr. 8, 1859, 11.08.2017.
- /10/ DS/ISO/CEN Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). 2000.
- /11/ DS/EN ISO 14956. Air Quality - Evaluation of the suitability of a measurement method by comparison with a stated measurement uncertainty. 1998.
- /12/ dk-TEKNIK ENERGI & MILJØ, Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for måling af emissioner til luften



## Bilag A Kontrol af fortyndingstrin i olfaktometer

Olfaktometerets fortyndingstrin kontrolleres gennem kontrol af to parametre: Nøjagtighed og ustabilitet.

Sporgaskoncentrationerne, der fremstilles med fortyndingsudstyret, antages at være normalfordelte. Derfor kræves ingen logaritmering.

Testen af fortyndingsudstyret skal foregå regelmæssigt med en frekvens, der ikke må være mindre end årligt. Testen skal omfatte hele fortyndingsområdet med mindst to punkter for hver dekade af fortyndingsfaktor. Har instrumentet diskret fortyndingsindstilling, skal hver indstilling testes. Testen kan udføres hos leverandøren af olfaktometeret eller ved egenkontrol på laboratoriet.

Der skal bruges en passende certificeret sporgas og en kalibreret monitor med en kendt nøjagtighed, der er bedre end det krævede niveau for fortyndingsnøjagtigheden. Som accepteret referenceværdi for en fortyndingsindstilling ( $\mu$ d) anvendes den tidligere målte værdi.

### Kvalitetskriterium for nøjagtighed af fortynding

Nøjagtigheden af fortyndingen afspejler både fortyndingens systematiske fejl og tilfældige fejl. Testvariablen kaldes Ad.

For at bestemme overensstemmelse for en fortyndingsindstilling med nøjagtighedskriteriet bestemmes først 95% konfidensintervallet for fortyndingsindstillingens systematiske fejl:

$$d_{w,d} - A_{w,d} * r_d \leq \delta_w \leq d_{w,d} + A_{w,d} * r_d$$

hvor

$$A_{w,d} = \sqrt{\frac{1}{2 * n}}$$
 er en statistisk faktor

$d_{w,d}$  er sikkerheden udtrykt ved estimatet for den systematiske fejl

$\delta_w$  er sikkerheden udtrykt ved den systematiske fejl

n er antallet af testresultater

$r_d$  er præcisionen udtrykt ved repeterbarhed

Præcision (repeterbarhed af testresultaterne) beregnes af

$$r = t * \sqrt{2} * s_r$$

hvor

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - y_w)^2}{(n-1)}}$$

hvor  $s_r$  er laboratoriets spredning (deviation)

n er antal testresultater

$y_w$  er gennemsnittet af testresultaterne

## MEL-13:2019

### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

$y_i$  er det  $i$ 'te testresultat

$t$  er en faktor i Student's t-fordeling for  $n-1$  frihedsgrader og 95% konfidensniveau.

Sikkerheden eller laboratoriets systematiske fejl,  $\delta_w$ , estimeres af

$$d_w = y_w - \mu$$

hvor  $y_w$  er gennemsnittet af testresultaterne

Testvariablen skal være mindre end 0,20, således at

$$A_d = \frac{|d_{w,d}| + (a_{w,d} * r_d)}{\mu_d} \leq 0,20$$

hvor  $\mu_d$  er referenceværdien for fortyndingsindstillingen.

#### Kvalitetskriterium for ustabilitet

Ustabiliteten udtrykker, hvor godt fortyndingen på det enkelte trin kan opnås. Kvalitetskriteriet for fortyndingens ustabilitet beskrives ved  $I_d$ .

Ustabiliteten beregnes ud fra målinger af fortyndingen af en sporgas ved hver enkelt fortynding. Ved hver fortynding foretages mindst 10 målinger med 5 sekunders interval. Dette er testværdierne,  $y_i$ , til beregningen. Proceduren gentages 5 gange. For hver gentagelse beregnes ustabiliteten, og til sidst beregnes gennemsnittet af de 5 værdier.

For hver serie af  $n$  observationer i én serie beregnes spredningen.

$$s_{I,d} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (O_j - y_{i,d})^2}{(n-1)}}$$

hvor  $n$  er antal observationer

$O_j$  er observation " $j$ "

$y_{i,d}$  er gennemsnittet af  $n$  observationer af  $O_j$  i serie " $i$ "

Ustabiliteten  $I_d$  for serie  $i$  beregnes af formlen

$$I_d = \frac{t * \left[ \frac{s_{I,d}}{\sqrt{n}} \right]}{y_{i,d}} * 100\%$$

hvor  $t$  er en faktor i Student's t-fordeling for  $n-1$  frihedsgrader på konfidensniveau 95%.

Ustabilitetskriteriet testes med brug af gennemsnittet af mindst fem seriers værdier for  $I_d$ .  $I_d$  skal være mindre end 5%. I tabel 1 ses en beregning af ustabiliteten for et enkelt fortyndingstrin.

## MEL-13:2019

### Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

Tabel 3 Eksempel på beregning af ustabilitet

Fortynding	128						
Sporgaskoncentration	10000 ppm						
Fortyndet koncentration	78,125 ppm						
Observation	1	2	3	4	5	6	7
1	71,2	70,2	72,2	71,2	70,8		
2	70,6	70,5	71,5	70,5	70,9		
3	69,8	71,2	71,1	70,9	70,9		
4	72,6	71,4	71,1	71,4	70,6		
5	72,1	71,8	71	69,9	71,5		
6	69,3	71,4	70,8	70,4	71,2		
7	70,5	70,9	70,9	70,8	73		
8	69,3	70,1	70,9	70,4	71,9		
9	70,3	70,8	70,6	70,8	71,4		
10	69,5	71,3	71,5	71,3	69,9		
11							
12							Middel
n-1	9	9	9	9	9		
$\bar{y}_d$	70,52	70,96	71,16	70,76	71,21		70,92
$S_{d,i}$	1,15	0,56	0,46	0,47	0,83		
$\bar{t}_d$	3,68	1,78	1,47	1,50	2,64		2,22
Fortyndingen opfylder kravet							

Til vurderingerne af ustabilitet må den kontinuerte monitor til sporgasmåling have en kort svartid. Indstillings- og udfasningstiden ved hver måling må være af samme størrelsesorden som intervallet mellem observationer, 5 sekunder.

## Bilag B Kontrol af laboratorier

Beregninger til kontrol af såvel det enkelte laboratoriums analyseevne overfor et referencestof som analyseevnen af flere laboratorier overfor et ikke-referencestof er de samme. Den ene forskel er, at ved testen overfor et ikke-referencestof, kendes den sande værdi ikke. Som estimat herfor anvendes derfor gennemsnittet af de deltagende laboratoriers resultater for denne lugt.

Den anden forskel er, at præcisionen kaldes repeterbarhed ved test på ét laboratorium og reproducerbarhed ved test på flere laboratorier.

### Kvalitetskriterium for repeterbarhed/reproducerbarhed

Præcisionen beregnes af

$$r = t * \sqrt{2} * s_r$$

hvor

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - y_w)^2}{(n-1)}}$$

hvor  $s_r$  er laboratoriets spredning (deviation)

$n$  er antal testresultater

$y_w$  er gennemsnittet af testresultaterne

$y_i$  er det  $i$ 'te testresultat

$t$  er en faktor i Students t-fordeling for  $n-1$  frihedsgrader og 95% konfidensniveau.

$r$  skal være mindre end 0,477.

### Kvalitetskriterium for nøjagtighed

Nøjagtigheden af fortyndingen afspejler både fortyndingens systematiske fejl og tilfældige fejl. Testvariablen kaldes  $A_{od}$ .

Først bestemmes 95% konfidensintervallet for de systematiske fejl:

$$d_w - A_w * r \leq \delta_w \leq d_w + A_w * r$$

hvor

$$A_w = \sqrt{\frac{1}{2 * n}}$$
 er en statistisk faktor

$d_w$  er sikkerheden udtrykt ved estimatet for den systematiske fejl

$\delta_w$  er sikkerheden udtrykt ved den systematiske fejl

$n$  er antallet af testresultater

$r$  er præcisionen udtrykt ved repeterbarhed

Præcision (reproducerbarhed af testresultaterne) beregnes af

$$r = t * \sqrt{2} * s_r$$

hvor

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - y_w)^2}{(n-1)}}$$

hvor  $s_r$  er laboratoriets spredning (deviation)

$n$  er antal testresultater

$y_w$  er gennemsnittet af testresultaterne

$y_i$  er det  $i$ 'te testresultat

$t$  er en faktor i Students t-fordeling for  $n-1$  frihedsgrader og 95% konfidensniveau.

Sikkerheden eller laboratoriets systematiske fejl,  $\delta_w$ , estimeres af

$$d_w = y_w - \mu$$

hvor  $y_w$  er gennemsnittet af testresultaterne

$\mu$  er den sande værdi

Testvariablen skal være mindre end 0,217, således at

$$A_{od} = |d_w| + (A_w * r) \leq 0,217$$

## Bilag C Vurdering af usikkerhed for lugtanalyser

Usikkerheden på en lugtanalyse (koncentrationen) sammensættes af følgende elementer:

1. Usikkerhed på prøvetagningen
2. Usikkerhed på bestemmelse af fortyndingsgrad
3. Usikkerhed på bestemmelse af lugtkoncentration i prøven

### 1. Generel usikkerhed på prøvetagningen

En prøvetagning i en punktkilde med en konstant volumenstrøm og koncentration og uden højt fugtindhold eller indhold af støv/aerosoler giver i princippet ingen problemer ved prøvetagning. Usikkerheden ved denne type prøvetagning er i princippet meget lav, hvis den er udført korrekt. Der er derimod en række faktorer, som kan være vanskelige at bestemme og vurdere i forbindelse med prøvetagningen, transport og opbevaring af prøver. Disse faktorer er ikke usikkerhedsfaktorer, men fejl der skal minimeres:

- Falsk luft kan suges ind i posen, posen er ikke tom inden prøvetagning, og luften i slangen bliver en del af prøven.
- Der kan forekomme stratificering i afkastet (koncentrationsvariationer over tværsnittet), hvor det risikeres, at prøven er ikke-repræsentativ.
- Fugt i gassen og risiko for kondensation har indflydelse på prøven udover det, der beskrives under bestemmelse af usikkerheden for fortyndingsgraden.
- Støv/aerosoler i afkastet, har indflydelse på usikkerheden af prøvetagning.
- Lugtstoffer kan omdannes eller adsorberes, således at der både kan ske tab, forøgelse eller ændring af lugtkarakter.

Flere af de nævnte fejlmuligheder kan minimeres eller helt undgås ved omhyggelig vurdering af luften i afkastet med deraf følgende planlægning og generel omhyggelighed. Således bør en ikke helt tom pose let kunne undgås ved først at suge lidt prøveluft ind i posen og derefter trykke det ud igen ved at sætte tryk på posen igen. Tilsvarende kan dødvolumen i slangen undgås ved proceduren for at undgå en ikke helt tørt pose.

Det må ved planlægning af opgaven vurderes, om der er risiko for varierende koncentrationer over tværsnittet og planlægges herefter. Målestedet bør vælges, så risikoen minimeres. Hvis målestedet ikke kan vælges frit, kan man vælge at traversere over tværsnittet, så luft fra hele tværsnittet bliver repræsenteret i prøven. Dette er enkelt at udføre og velkendt praksis for alle typer prøvetagning.

Hvis det vurderes, at fugtindholdet ikke kan bestemmes tilstrækkelig nøjagtigt til at lave en præcis fortynding, bør det vælges at lave en rigelig fortynding for derved at mindske risikoen for kondens.

Uanset, hvor godt en prøvetagning bliver planlagt, og hvilke forbehold, der tages i rapporteringen, er det rimeligt at sætte et tal på prøvetagningsusikkerhed. Det foreslås at sætte denne usikkerhed til  $\pm 10\%$  baseret på et 95% konfidensinterval. Det betyder, at spredningen (standarddeviationen) på en prøvetagning uden fortynding sættes til 0,05.

### 2. Usikkerhed på bestemmelse af fortyndingsgrad

For kilder med højt fugtindhold er det nødvendigt at fortynde prøven for at undgå kondens i posen. Her er der tale om usikkerhed ved beregningen af fortyndingsgraden  $C$ , som bestemmes efter følgende formel:

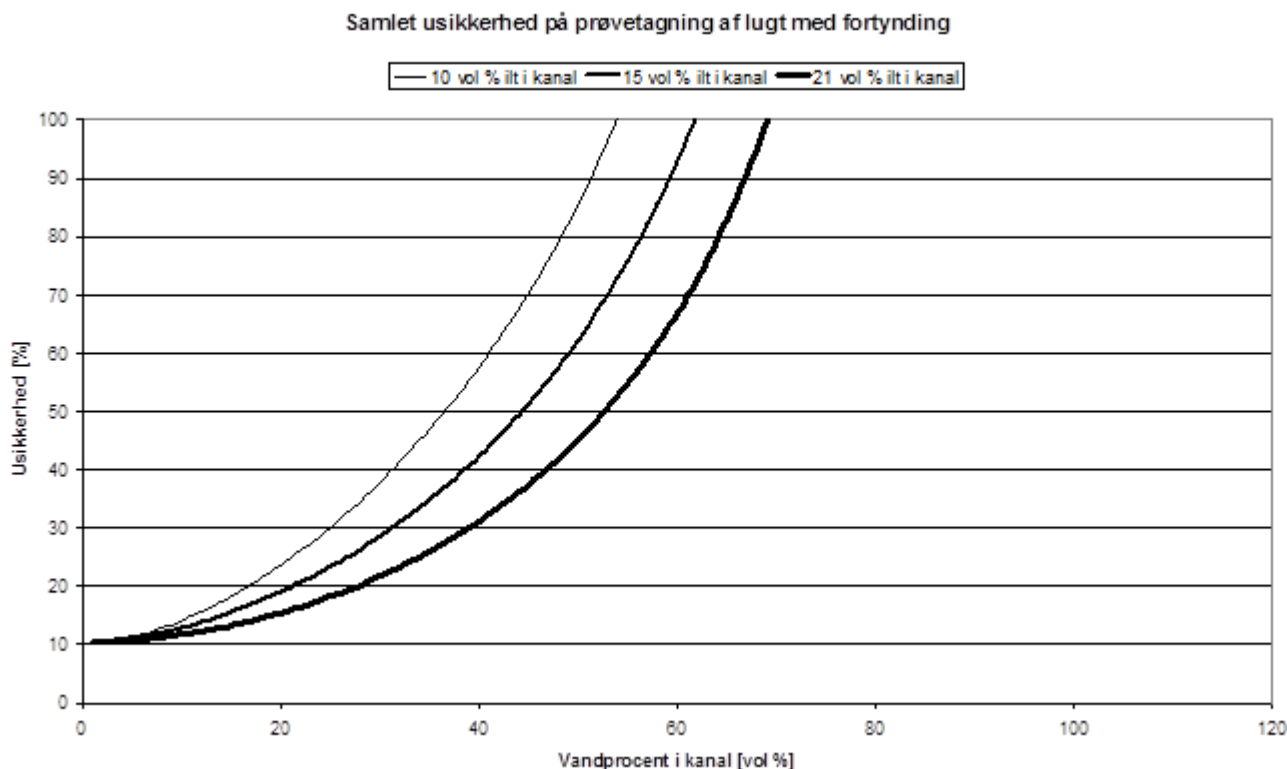
$$C = \frac{V_{20,våd,fortyndet}}{V_{20,våd}} = \frac{A_{1,våd}}{A_{2,våd}} = \frac{A_{1,tør} * (1 - X_1)}{A_{2,tør} * (1 - X_2)}$$

Usikkerheden på beregningen af fortyndingsgraden C kan deles op i tre:

1. Usikkerheden på  $\frac{A_1}{A_2}$  stammer fra usikkerheden på iltmålingen (eller kuldioxidmålingen). Jo større fortyndingsgrad, jo lavere  $A_2$ , hvilket i princippet medfører, at usikkerheden generelt stiger med større fortyndingsgrad. Dette skyldes, at den relative usikkerhed på en iltmåling i det helt lave område er betydelig.
2. Da prøven altid skal fortyndes til et dugpunkt  $<20^\circ\text{C}$  ( $X_2 < 2$ ), kan  $X_2$  for praktiske formål sættes til 1. Den maksimale fejl på størrelsen ( $100 - X_2$ ) bliver dermed 1% relativt, hvilket er helt forsvindende blandt de andre betydende usikkerheder ved prøvetagning og analyse. Dermed behøver man ikke at bestemme  $X_2$ .
3. Usikkerheden på  $(1 - X_1)$  afhænger af vandindholdet, idet høje vandindhold betyder, at usikkerheden på  $(1 - X_1)$  bliver betydelig for C.

Usikkerheden på C kan beregnes i henhold til GUM /10/. Figur 2 viser usikkerheden på C som funktion af vandindholdet ved tre forskellige koncentrationer af A (ilt eller kuldioxid). Følgende forudsætninger for beregningen er benyttet:

- Angivne usikkerheder i % er baseret på et 95% konfidensinterval.
- Usikkerheden på bestemmelse af  $A_1$  og  $A_2$  er sat til  $\pm 0,1$  % vol/vol absolut over hele skalaen.
- Usikkerheden på bestemmelse af vandkoncentrationen  $X_1$  er sat til  $\pm 1$  % vol/vol absolut over hele skalaen.
- $X_2$  er sat som fast værdi til 1, og usikkerheden på udtrykket  $(100 - X_2)$  er dermed  $\pm 1\%$  relativt.
- Den laveste ilt- eller kuldioxidkoncentration i en uforyndet prøve er sat til 10 % vol/vol, idet det anses for usandsynligt, at der under normale omstændigheder kan forekomme lavere koncentrationer. (Det erindres, at den højeste af de to altid vælges som parameter for bestemmelse af C).
- Den generelle usikkerhed på prøvetagning, transport og opbevaring af prøver er sat til  $\pm 10\%$  relativt, og indregnet i usikkerheden med kvadratroden af summen af kvadraterne:  $\sqrt{a^2 + b^2}$ , hvor
  - a er usikkerheden på fortyndingsgraden og
  - b er den generelle usikkerhed på prøvetagning.



Figur 2 Illustration af usikkerhed på prøvetagning ved forskellige ilt- og vandprocenter

Usikkerheden på bestemmelse af  $A_2$  er helt dominerende i beregningen. Usikkerheden på bestemmelsen af  $A_2$  kan reduceres ved fx. at benytte en iltmåler, der er velegnet til det lave område og samtidig kalibrere iltmåleren i det samme lave område. Hermed kan kurverne flyttes markant til højre på grafen.

På denne baggrund og med udgangspunkt i den noget større usikkerhed på selve analysen bør usikkerheden på prøvetagningen af lugtprøver ikke overstige  $\pm 40\%$ .

### 3. Usikkerhed på bestemmelse af lugtkoncentration i prøven

I henhold til EN 13725 beregnes 95 % konfidensintervallet for en lugtmåling ved hjælp af spredningen i laboratoriets løbende n-butanolmålinger.

Årsagen til, at man bruger n-butanol til at bestemme spredningen for alle andre lugtprøver, er baseret på den antagelse, at beregningerne med n-butanol som referencelugt er vanskeligere og giver anledning til større spredning end "rigtige" lugtprøver. Dette skyldes angiveligt, at n-butanol(et rent stof) påvirker færre lugtreceptorer i det menneskelige lugtesystem end "rigtige" lugte, der påvirker mange lugtreceptorer. Hvis én eller to butanolreceptorer mangler eller er svækket, har det stor konsekvens for opfattelsen af n-butanol. Hvis tilsvarende én eller to af receptorerne for den "rigtige" lugt mangler eller er svækket, har det mindre konsekvens. Forskellen mellem lugtpanelister kan derfor forventes at være større i analysen af n-butanol end i analysen af "rigtige" lugte. Det er således en konservativ test af panelisterne at bruge n-butanol.

95 % konfidensintervallet for den forventede lugtkoncentration ("den sande værdi") defineres med nedenstående ligning:

$$\bar{y}_w - t * \frac{s_r}{\sqrt{n}} \leq m \leq \bar{y}_w + t * \frac{s_r}{\sqrt{n}}$$



hvor

m er den forventede ("sande") værdi for den testede lugt (logaritmisk) (logarithmised)

t er Student's t-faktor for  $n = \infty$

( $t = 1,96$  for the 95 % confidence interval)

$\bar{y}_w$  er gennemsnittet af de logaritmerede testresultater

n antal prøver

$s_r$  er laboratoriets spredning i løbende analyser af n-butanol

Lugtresultatet omregnes til OU/m<sup>3</sup> ved denne ligning:

$$y = 10^{\bar{y}_w}$$

hvor

y er det geometriske gennemsnit af målingerne

$\bar{y}_w$  er gennemsnittet af de logaritmerede testresultater

Usikkerhedsfaktoren beregnes af denne ligning:

$$f = 10^{t \cdot \frac{s_r}{\sqrt{n}}}$$

For et laboratorium, der netop er godkendt, kan  $s_r$  beregnes til 0,172. Det vil sige, at bestemmelsen af logaritmerede lugtkoncentrationer er normalfordelt med spredningen  $s_r$ . Den givne måling eller middelværdien af flere målinger er det bedste estimat for fordelings middelværdi og dermed koncentrationens størrelse.

Da usikkerheden på lugtanalyse er log-normalfordelt, er usikkerheden i procent ikke lige stor opad som nedad. Dvs. at en  $s_r$  på 0,172 svarer til -54% til +117%.

#### Samlet usikkerhed på en prøvetagning og analyse af lugt

Da der i den sammensatte parameter - lugtkoncentrationen - indgår både normalfordelte og log-normalfordelte variable, kan den kombinerede usikkerhed ikke umiddelbart vurderes efter normale statistiske regler. Derfor bør usikkerheden bestemmes efter principperne i Monte Carlo statistik<sup>1</sup>.

I følgende tabel er angivet eksempler på usikkerheden ved prøvetagning og analyse med de allerede nævnte forudsætninger:

---

<sup>1</sup> Monte Carlo statistik er et udtryk for, at teoretiske måleresultater beregnes ud fra kendskab til måleresultaternes fordeling. Alle indgående parametre i et samlet resultat beregnes på denne måde (fx. 10.000 gange) og sammensættes til sidst vha. en beregningsformel. Spredningen på de mange sammenstillede resultater beregnes til sidst.

Tabel 4 Beregninger af usikkerhed for prøvetagning og analyse for lugt \*.

Fortynding i prøvetagning	Iltindhold i kanal, % vol/vol	Vandindhold i kanal, % vol/vol	Usikkerhed på prøvetagning, % relativt	Usikkerhed på analyse, % relativt	Samlet usikkerhed på prøvetagning og analyse, % relativt
Nej	-	< 2,3	± 10	-54 til +117	-54 til +117
Ja	10	20	± 24	54 til +117	-55 til +123
Ja	15	20	± 18	54 til +117	-54 til +119
Ja	21	20	± 15	54 til +117	-54 til +118
Ja	10	40	± 58	54 til +117	-64 til +174
Ja	15	40	± 39	54 til +117	-58 til +140
Ja	21	40	± 29	54 til +117	-56 til +128

\* Usikkerheden angives i tabellen med tre betydende cifre for sammenligningens skyld. I praksis bør der ikke angives mere end to betydende cifre.

Det ses, at prøvetagningen ikke påvirker den samlede usikkerhed i væsentlig grad ved lave fortyndingsgrader, når usikkerheden på lugtanalysen samtidig sættes til det maksimale for et lugtlaboratorium. Det kan forventes, at laboratorierne har en noget lavere usikkerhed end angivet i standarden ( $s = 0,10-0,15$ ), hvilket vil have stor betydning for usikkerheden. Samtidig er det muligt at bestemme iltkoncentrationen i den fortyndede prøve med større sikkerhed end de 0,001 volumenandele absolut, som er benyttet i regneeksemplet. Kan disse forbedrede usikkerheder dokumenteres, reduceres den samlede usikkerhed på lugtmålingen også.

Det vurderes, at det er rimeligt at begrænse metoden til en samlet usikkerhed på prøvetagning og analyse på ca. +140% for en prøve.

Metoden begrænses således af følgende usikkerheder:

Metode	Maksimalt usikkerhedsinterval
Prøvetagning	± 40%
Analyse	- 54% til + 117%
Prøvetagning og analyse	- 56% til + 140%

Metoden har dermed en øvre grænse for vandindhold i kanalen, men denne defineres ikke her, da det er usikkerheden på enkeltkomponenter (primært  $A_2$ ), der styrer, hvor stor denne er.