



Referencelaboratoriet for måling af emissioner til luften

Titel	Præstationsprøvning 2022
Undertitel	Prøvning for lugt og volumenstrøm
Forfatter(e)	Lars P. Brorholt
Kvalitetssikring	Arne Oxbøl og Lars K. Gram
Arbejdet udført, år	2022
Udgivelsesdato	August 2022
Revideret, dato	Oktober 2022

Referencelaboratoriets rapporter er udarbejdet som baggrundsrapporter for Miljøstyrelsen eller som fagligt input til en problemstilling inden for Referencelaboratoriets fagområde.

Kun hvis det specifikt fremgår af rapporten, er indholdet udtryk for Miljøstyrelsens holdning.

Miljøstyrelsen beslutter på baggrund af rapportens indhold, om det er påkrævet med ændringer i vejledninger og bekendtgørelser.

Indholdsfortegnelse

1	Indledning	2
2	Kort beskrivelse af projektet.....	2
3	Gennemførelse.....	3
4	Diskussion og konklusion	4
4.1	Prøver uden fortynding	5
4.2	Prøver med fortynding	5
4.3	Måling af volumenstrøm	5
4.4	Fremtidige præstationsprøvninger for lugt	5
5	Deltagernes resultater	7
5.1	Evaluering af resultaterne	7
5.2	Lugtmålinger uden fortynding	7
5.3	Lugtmålinger med fortynding	7
5.4	Volumenstrømsmålinger	9
Bilag A	Indrapporteringskema	11
Bilag B	Beregninger mm. brugt i vurderingen af resultaterne	13

1 Indledning

Blandt Referencelaboratoriets opgaver er at bidrage til kvaliteten i akkrediterede emissionsmålinger, der udføres af danske målefirmaer. Referencelaboratoriets styregruppe har derfor besluttet at udføre en sammenlignende prøvning blandt danske måleinstitutter i 2022 for bestemmelse af lugt og volumenstrøm.

DANAK er repræsenteret i Referencelaboratoriets følgegruppe og oplyser at de forventer at de akkrediterede målefirmaer enten deltager i Referencelaboratoriets sammenlignende prøvning, eller alternativt fremlægger tilsvarende dokumentation fra andre interlaboratorieundersøgelser.

Det var Miljøstyrelsens ønske, at deltagerne selv skulle finansiere hovedparten af projektkostningerne. Miljøstyrelsen har dog af Referencelaboratoriets midler ydet et tilskud til igangsættelse af projektet.

For at skabe et bredere sammenligningsgrundlag blev et norsk og et svensk laboratorium inviteret til at deltage i årets præstationsprøvning. Det norske laboratorium havde desværre ikke mulighed for at deltage.

Præstationsprøvningen blev gennemført den 23. marts 2022 hos Lactosan A/S i Ringe på afkastet fra deres produktion af tørrede osteprodukter.

Præstationsprøvningen har omfattet både måling/prøvetagning og de efterfølgende laboratorieanalyser.

2 Kort beskrivelse af projektet

Der blev sendt invitation til fem danske laboratorier, samt et norsk og et svensk laboratorium. Alle undtagen et af de danske laboratorier er akkrediterede til prøvetagning af lugt og alle er akkrediterede til måling af volumenstrøm. Fire af de danske laboratorier samt det svenske laboratorium deltog i prøvningen, i varierende omfang.

Da lugtprøvning ofte kræver at prøven fortyndes for at undgå kondensation af vand i lugtposen så blev der udtaget prøver både med og uden fortynding. Oprindeligt var det planen at prøverne uden fortynding skulle udtages før en scrubber og prøverne med fortynding skulle udtages efter samme scrubber. Af sikkerhedsmæssige årsager blev det dog besluttet ikke at udtage prøver efter scrubber og prøvetagning både med og uden fortynding blev udført i samme målepunkt, før scrubber.

Samtidig med lugtprøvetagningen blev der udført volumenstrømsmålinger i samme gasstrøm. Da der kun var to egnede udtag til rådighed på afkastet, blev prøvningen opsat således at lugtprøvetagning foregik i det ene udtag, mens volumenstrømsmålinger forgik i det andet udtag. Volumenstrømsmålingerne var placeret nedstrøms for lugtprøvetagningen for at undgå tilførsel af falsk luft under volumenstrømsmålingerne.

Laboratorierne, der deltog i prøvetagning af lugt, har enten selv analyseret indholdet af lugtposerne eller benyttet en underleverandør til analyserne. Der blev efterfølgende sendt skemaer til indrapportering af måleresultaterne til alle deltagere (Bilag A).

Ved tidligere prøvninger er måleresultaterne blevet sendt til DANAK fra de enkelte deltagende firmaer, og DANAK har sendt dem videre i anonymiseret form til Referencelaboratoriet for videre beregning. Forud for denne prøvning blev det aftalt mellem de deltagende firmaer at dette ikke var nødvendigt, og måleresultaterne blev derfor fremsendt direkte til Referencelaboratoriet. Under beregningsarbejdet er hvert firma blevet

tilfældigt tildelt et tal fra 1 til 5 som bruges i rapporteringen. De enkelte firmaer optræder dermed anonymt i den endelige rapport.

Denne rapport er sendt til de deltagende laboratorier, Miljøstyrelsen og DANAK og publiceres på Reference-laboratoriets hjemmeside. Referencelaboratoriet har informeret de deltagende laboratorier om, hvilket nummer de har i testen.

3 Gennemførelse

Præstationsprøvningen blev afholdt d. 23. marts 2022. Følgende laboratorier deltog:

- AFRY (SE)
- Dansk Gasteknisk Center A/S (DK)
- DGTek A/S (DK)
- Eurofins Miljø Luft A/S (DK)
- FORCE Technology (DK)

Da der kun var ét udtag til rådighed til prøvetagning af lugt, blev prøverne udtaget gennem en manifold, der bestod af fem PTFE slanger. I den ene ende var slangerne samlet i et bundt med tape og placeret ca. midt i kanalen for at sikre at alle laboratorier målte i samme punkt. Den anden ende af slangerne blev fordelt til de deltagende laboratorier til brug til prøvetagning. Da ikke alle laboratorier havde samme prøvetagningstid blev der udleveret en prop som skulle sættes i slangen, når den ikke var i brug, for at begrænse risikoen for falsk luft.

Om formiddagen blev der taget fem lugtprøver uden fortynding. Første prøvetagning blev startet 9:32 og de efterfølgende prøver blev startet ca. en halv time efter forrige prøvestart. Prøveleder sikrede at alle startede prøvetagning på samme tid, men de individuelle laboratorier måtte selv bestemme hvor lang prøvetagningstid de ville benytte for at få en repræsentativ prøve.

Alle laboratorierne, undtagen laboratorie 3, udtog en enkelt prøve for hver måling. Prøvetagningstiden var rimelig ens for laboratorie 1, 4 og 5, svingende mellem 4 og 6 minutter om formiddagen og mellem 2 og 4 minutter om eftermiddagen. Den kortere prøvetagningstid om eftermiddagen skyldtes at lugtposerne allerede var delvis fyldt med nitrogen til fortynding af prøverne. Laboratorie 3 udtog derimod en række mindre prøver som så kombineres for at opnå et samlet resultat for hver måling. Det betød at de udtog prøver over en tidsmæssig længere periode med pauser, men med omtrent samme samlede prøvetagningstid som de øvrige laboratorier. Hvis alle prøver startes samtidig, vil de forskellige måletider betyde, at en ændring af koncentration lige efter tidligste prøvestop kun bliver repræsenteret i prøver med længere måletider.

Om eftermiddagen blev der udtaget yderlige fem lugtprøver, denne gang med fortynding. Første prøvetagning blev startet 13:15 af prøveleder og de efterfølgende prøver blev startet ca. 15 – 20 minutter efter forrige prøvestart.

Flere af de deltagende laboratorier konstaterede i løbet af prøvetagningen at der dannedes kondens i den slange som de skulle udtage lugtprøverne igennem. Dette skyldes at vandindholdet i kanalen var højere end forventet. Under normale omstændigheder ville man benytte fortynding og afkorte slangen brugt til at udtage prøven for at minimere tab af lugtstoffer ved risiko for kondens, men det var ikke muligt under præstationsprøvningen. Da mange luftstoffer er vandopløselige så forventes det derfor at tilstedeværelsen af vand

kan have påvirket resultaterne fra laboratorierne, specielt om formiddagen hvor der ikke blev benyttet fortynding.

Der var kun ét udtag til rådighed til volumenstrømsmåling, så det var ikke muligt for laboratorierne at foretage volumenstrømsmålingerne samtidig. I stedet så skiftedes de deltagende laboratorier til at foretage en måling i det samme udtag. Alle laboratorier der deltog i måling af volumenstrøm, fik muligheden for at foretage tre målinger fordelt over dagen.

Efter endt prøvning er resultaterne fra prøvningen blevet sendt til Referencelaboratoriet af de deltagende laboratorier. Referencelaboratoriet har derefter gennemført de beregninger og illustrationer, som ligger til grund for denne rapport.

4 Diskussion og konklusion

Målestedet der var valgt til årets præstationsprøvning, viste sig at have et større vandindhold i gassen end forudset. Dette betød at der var en del udfordringer med kondens i de slanger (og poser) som blev benyttet til prøvetagningen. Tilstedeværelsen af kondens, specielt i prøvetagningsslangen, kan resultere i en underestimering af lugtkoncentrationen, og det vurderes at kondens er en af de store grunde til den relativt store spredning i de målte lugtkoncentrationer.

Under normale omstændigheder ville de deltagende laboratorier have haft mulighed for at justere på deres prøvetagning for at minimere effekten af kondens, fx ved at bruge en kortere slange til prøveudtagningen. De bundne rammer udstykket i præstationsprøvningen betød at dette ikke var muligt, og har med stor sandsynlighed påvirket resultaterne. Dette kan også ses af de kommentarer laboratorierne har leveret til resultaterne.

Ved normal prøvetagning af lugt i gasser hvor der er risiko for kondens, benyttes der fortynding og korte slanger, hvilket både laboratorie 1 og 5 også skriver i deres kommentarer til målingerne.

Ud over problemer med kondens så var der også en anden udfordring ved målingerne, som kan have påvirket resultaterne. Selv om det var forventet at lugtkoncentrationen ville være rimeligt stabil i hele måleperioden, både formiddag og eftermiddag, så viser de faktiske målinger at den varierede en del. Da lugtprøvetagning er relativt kort og ikke har samme varighed laboratorierne imellem, kan hurtige skift i lugtkoncentration give forskellige resultater. I MEL-13 defineres ikke en fast prøvetagningstid og da de forskellige laboratorier benytter forskelligt udstyr, så har laboratorierne ikke haft den samme prøvetagningstid.

En mulig konsekvens af hurtige skift i koncentration kan ses i måling 2 fra laboratorie 1 om eftermiddagen (prøver med fortynding), hvor prøven ved en fejl er startet 2 minutter tidligere end de andre laboratoriers prøver. De har målt en betydeligt højere lugtkoncentration, hvilket kan skyldes at lugtkoncentrationen i gassen er faldet kort tid efter de begyndte at måle og cirka samtidig med at de andre to laboratorier begyndte at måle. Det samme forhold kan gøre sig gældende for de meget højere lugtkoncentrationer laboratorie 3 målte om formiddagen (prøver uden fortynding). De udtog en række mindre prøver og tidsrummet over hvilke de udtog prøver, var derfor længere. Hvis der har været regelmæssige, korte spring i lugtkoncentration kan laboratorie 3 have opsamlet dette efter de andre laboratorier er stoppet med at måle.

4.1 Prøver uden fortynding

Prøverne der blev udtaget om formiddagen blev ikke fortyndet, på trods af uventet højt vandindhold, hvilket med stor sandsynlighed har påvirket resultaterne. Tre ud af de fire laboratorier der deltog om formiddagen har opnået relativt ens resultater, og normalt ville man betragte den fjerde, afvigende måling som den fejl-agtige. Grundet de specielle omstændigheder med kondens, for lange slanger og manglende fortynding samt det forhold at det laboratorium som målte de højeste værdier, delte prøven i flere delprøver og dermed reducerede risikoen for tab af lugt i slangerne, så er det ikke muligt at drage den konklusion. Der er en reel mulighed for at det faktisk er de afvigende målinger der er korrekte. På denne baggrund vurderer Referencelaboratoriet, at formiddagens målinger udelukkende bør benyttes til læring og vidensopbygning, således at der ikke drages konklusioner om laboratoriernes måleevne på denne baggrund. Det er derfor ikke muligt at drage nogen fast konklusion omkring laboratorierne evne til at måle lugt ud fra formiddagens målinger.

4.2 Prøver med fortynding

Der blev ikke lavet statistiske test på eftermiddagens måling grundet for få deltagere. Den visuelle vurdering af resultaterne viser dog tydeligt at laboratorie 4 har haft et væsentligt problem med deres lugtmåling om eftermiddagen. De måler konsekvent lavere end de to andre laboratorier, hvilket kan skyldes et systematisk problem med deres prøvetagning. De bemærker også at de havde store problemer med kondens i prøvetagningsslangen. Denne vurdering er baseret på en antagelse om at selve lugtanalysen ikke giver anledning til så store forskelle.

Den store forskel i måleresultater kan have stor betydning for regulering af en virksomhed, hvor måleresultaterne har direkte indflydelse på fx overholdelse af B-værdien. Derfor vurderes det også at laboratorie 4 ikke har leveret en tilfredsstillende prøvetagning af lugt. Det virker sandsynligt, at laboratorie 4 enten har haft store tab af lugt i slangen og/eller en utæthed i prøvetagningssystemet under eftermiddagens prøver¹.

Samtidig vurderes det, at hvis der ses bort fra den for tidligt startede prøve (laboratorium 1 prøve 2), at både laboratorie 1 og 5 godt kan levere tilfredsstillende prøvetagning af lugt, selv under vanskelige forhold.

4.3 Måling af volumenstrøm

Måling af volumenstrøm er ikke påvirket på samme måde af vandindholdet i gassen, hvilket også betyder at alle de deltagende laboratorier leverer mere ens resultater. Ligeledes er der lille forskel på de arealer som laboratorierne har målt. Derfor vurderes det, at alle de deltagende laboratorier kan udføre tilfredsstillende måling af volumenstrøm.

4.4 Fremtidige præstationsprøvninger for lugt

Ved risiko for kondens bør laboratorierne have mulighed for at skylle slangen med nitrogen efter prøvetagning, hvilket man ville gøre ved en almindelig prøvetagning, hvor man opdager at der er kondens. I den aktuelle prøvning var dette ikke forberedt og kunne derfor ikke sættes i værk.

Ved store variationer i lugtkoncentration er der risiko for at de forskellige prøvetagningstekniker (tider mm) får indflydelse på resultatet. En mulighed løsning kunne være at følge lugtkoncentrationen kontinuert ved at

¹ Når et laboratorie ikke præsterer tilfredsstillende i en præstationsprøvning vil normal praksis være, at tage en dialog med DANAK om hvilke tiltag laboratoriet vil gøre for sikre en bedre kvalitet i målingerne.

måle TVOC med en FID. Hermed kunne evt. udsving i lugtkoncentrationen logges og man vil kunne tage højde for det i vurderingen af resultaterne. Det er dog ikke alle lugte der kan måles med en FID, hvilket sætter en begrænsning for hvor denne metode vil kunne anvendes. Samtidig så er lugttærsklen for en del stoffer væsentligt lavere end detektionsgrænsen for en FID, hvilket betyder at selv om noget lugter, kan det ikke nødvendigvis måles. Under alle omstændigheder så skal der stræbes efter at alle har samme prøvetagningstid, fx ved at alle stopper udsugningen når et laboratorium ikke kan fylde mere gas i prøven.

Generelt så kan det være en udfordring at finde et egnet prøvetagningssted, som har en konstant lugtkoncentration og samtidig har gode adgangsforhold. En løsning på dette kunne være at finde et egnet afkast fra en "lugt neutral" kilde, så som et gasfyr, og så selv tilsætte en konstant mængde "lugt" så der opnås en stabil lugtkoncentration i en realistisk røggas.

Det kan overvejes at gentage præstationsprøvningen for lugt relativt hurtigt med baggrund i de mange problemer med prøvningen der er observeret. På den anden side er der sandsynlige forklaringer på afvigelserne og samtidig en demonstration af at 2 laboratorier præsterer godt i eftermiddagens prøvning, hvilket taler for ikke at gentage præstationsprøvningen hurtigt.

Ved fremtidige præstationsprøvninger for lugt skal det overvejes hvordan man bedst opnår en god sammenligning mellem de deltagende laboratorier. Der er ikke mange laboratorier der foretager prøvetagning for lugt i Danmark, hvilket gør det svært at lave robust statistik på resultaterne. En oplagt mulighed er, lige som i årets præstationsprøvning, at invitere laboratorier fra Norge og Sverige til at deltage, for derved at opnå flere deltagere.

Det er også en mulighed for laboratorierne at deltage i lugtprøvninger hos et akkrediteret laboratorium i udlandet, fx HNLUG i Tyskland, som dog vil medføre væsentlig højere omkostninger for det enkelte laboratorium. Samtidig vil man gå glip af en del af den læring som opnås ved at mødes i felten med andre danske, svenske og norske laboratorier og måle sammen. En sådan deltagelse kan ikke sanktioneres af referencelaboratoriet eller DANAK, idet det er op til laboratorierne selv at finde egnede præstationsprøvninger at deltage i.

5 Deltagernes resultater

Bilag A viser det indrapporteringskema (ikke udfyldt), som laboratorierne har anvendt. Det er ikke alle laboratorier der har målt alle parametre.

5.1 Evaluering af resultaterne

Inden at der laves statistiske beregninger på resultaterne så testes der for outliers. Dette gøres vha. Grubb's test. Efter fjernelse af evt. outliers så beregnes der en z-score for de enkelte måleresultater. Vurderingen af z-scoren er som følger²:

z	Vurdering
$ z \leq 2,0$	tilfredsstillende
$2,0 < z < 3,0$	tvivlsom
$ z \geq 3,0$	ikke tilfredsstillende

For volumenstrømsmålingerne er der desuden foretaget en sammenligning af de usikkerheder som laboratorierne opgiver for måleresultaterne.

Hvis der er færre end 4 deltagere for en parameter så udføres der som udgangspunkt ikke statistiske beregninger på resultaterne, men der udføres i stedet en visuel vurdering. Dette er kommenteret for de enkelte parametre.

Formlerne brugt til beregning af Grubb's test, z-score, samt sammenligning af usikkerhederne kan findes i Bilag B, sammen med betragtninger omkring metodernes anvendelighed og fravalget af statistiske test ved få deltagere.

5.2 Lugtmålinger uden fortynding

Som tidligere nævnt var forudsætningerne for en vellykket præstationsprøvning om formiddagen ikke til stede, hvorfor resultaterne ikke kan benyttes til en vurdering af laboratoriernes præstation. Af samme grund vises resultaterne ikke i selve rapporten, men kan findes i Bilag C, som dokumentation til det enkelte laboratorium.

5.3 Lugtmålinger med fortynding

Tre laboratorier målte lugt med fortynding om eftermiddagen. Det er derfor ikke muligt at teste for outliers eller stragglers i resultaterne til trods for at der er meget stor spredning, specielt i de første to målinger. Dette skyldes at Grubb's test ikke er i stand til at identificere outlier og stragglers når der kun er 3 sæt målinger at teste på. Som nævnt i afsnit 5.1 bliver der ikke lavet statistiske test på resultaterne, når der er færre end 4 deltagere.

² ISO/IEC 17043:2010: Conformity assessment - General requirements for proficiency testings

Tabel 1 Resultater for måling af lugt med fortynding

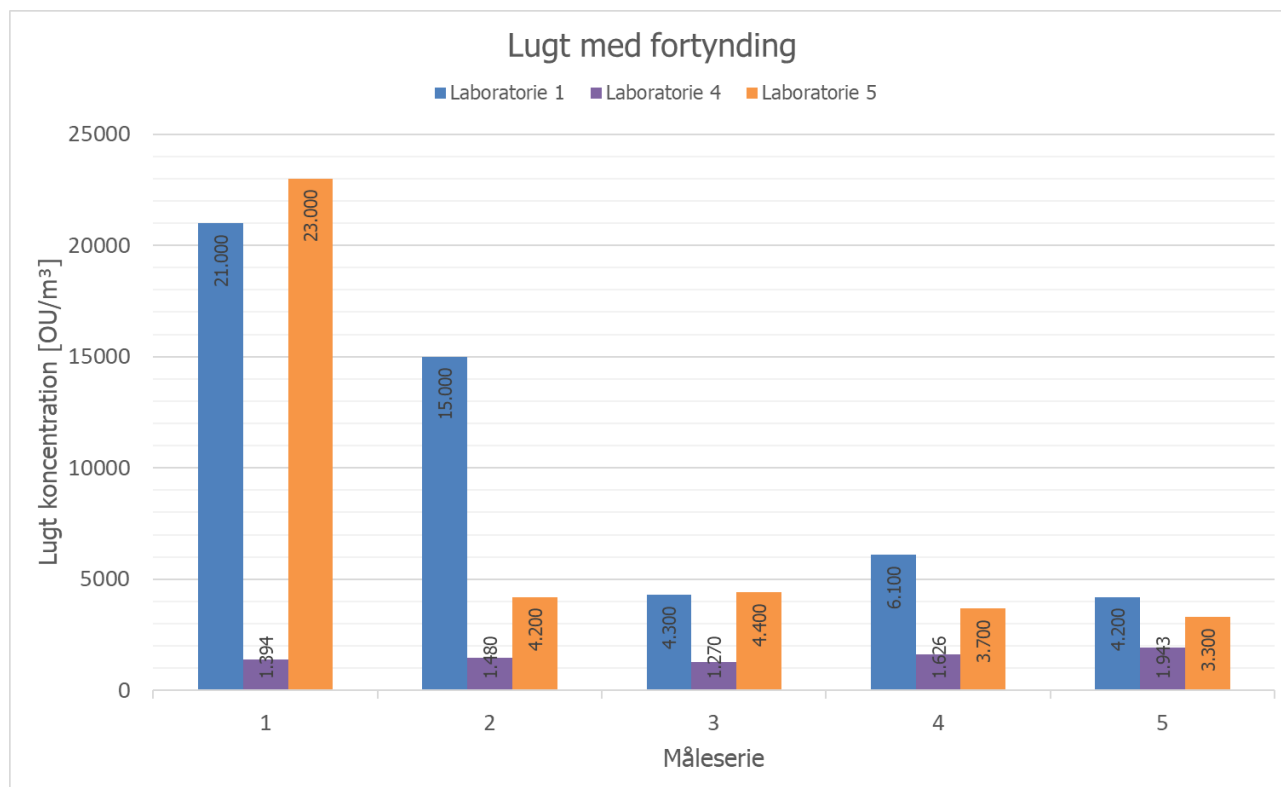
	Måling	1	2	3	4	5
	Laboratorie	OU/m ³ (20°C)				
Resultater	1	21000	15000	4300	6100	4200
	4	1394	1480	1270	1626	1943
	5	23000	4200	4400	3700	3300

Generelt ligger målingerne fra laboratorie 4 betydeligt lavere end målingerne fra de to øvrige laboratorier. Laboratorie 4 oplyser at der var en del problemer med vand i prøvetagningsslangen, hvilket kan have påvirket resultaterne. Laboratorie 1 oplyser at de grundet miskommunikation fik startet deres måling 2 ca. 2 minutter før de øvrige laboratorier. Dette kan have påvirket deres resultat for målingen da der ser ud til muligvis at være et betydeligt fald i lugtkoncentrationen mellem måling 1 og 2.

Det vurderes at laboratorie 4 ikke har foretaget en tilfredsstillende prøvetagning for lugt med fortynding ud fra de meget lavere resultater sammenlignet med de to øvrige laboratorier. Det vurderes samtidig at både laboratorie 1 og 5 har udført en tilfredsstillende prøvetagning for lugt, da de begge opnår relativt ens resultater, med undtagelse af måling 2. Forskellene mellem laboratorie 1 og 5 på måling 2 vurderes primært at skyldes den forskudte start tid kombineret med en ujævn lugtkoncentration, og der ses derfor bort fra den i vurderingen af resultaterne.

Laboratorierne har oplyst den fortyndingsgrad de har anvendt. Laboratorie 4 og 5 har begge benyttet fortyndingsgrader mellem 1,3 og 1,7, mens laboratorie 1 har benyttet fortyndingsgrader mellem 2,2 og 3,4. En fortyndingsgrad på 1,3 er tilstrækkelig hvis vandindholdet har været 3 vol% eller lavere. Vandindholdet i gassen blev ikke målt, så det vides ikke om den anvendte fortynding har været tilstrækkelig. Dog har laboratorie 1 og 5 målt næsten de samme lugtkoncentrationer, til trods for at de har benyttet forskellige fortyndingsgrader. Samtidig blev der ikke observeret kondens i nogen af de deltagende laboratoriers lugtposer, kun i udtagsslangen. Det vurderes derfor, at alle laboratorier har formået at benytte en passende fortyndingsgrad.

Beskrivelserne af lugten fra de deltagende laboratorier er igen meget ens og inkluderer ord som ost, surt, jordslået og friture.



Figur 1 Grafisk præsentation af lugtmålingerne med fortynding

5.4 Volumenstrømmmålinger

Fire laboratorier målte volumenstrøm i løbet af præstationsprøvningen. Da der kun var en måleport til rådighed, blev målingerne ikke foretaget samtidig. Eventuelle forskelle i resultater kan derfor skyldes variationer i flowet over tid. Laboratorierne rapporterede resultaterne både i m/s og m³/h. Da der ikke er nogen betydelig forskel på resultaterne af de statiske beregninger for de to enheder, rapporteres kun resultaterne for m³/h, da denne også inkluderer det målte areal, og dermed har mulighed for størst afvigelse. Laboratoriernes målte arealer er vist i Tabel 2. Det fulde antal decimaler oplyst er vist.

Tabel 2 Opmålt kanalareal

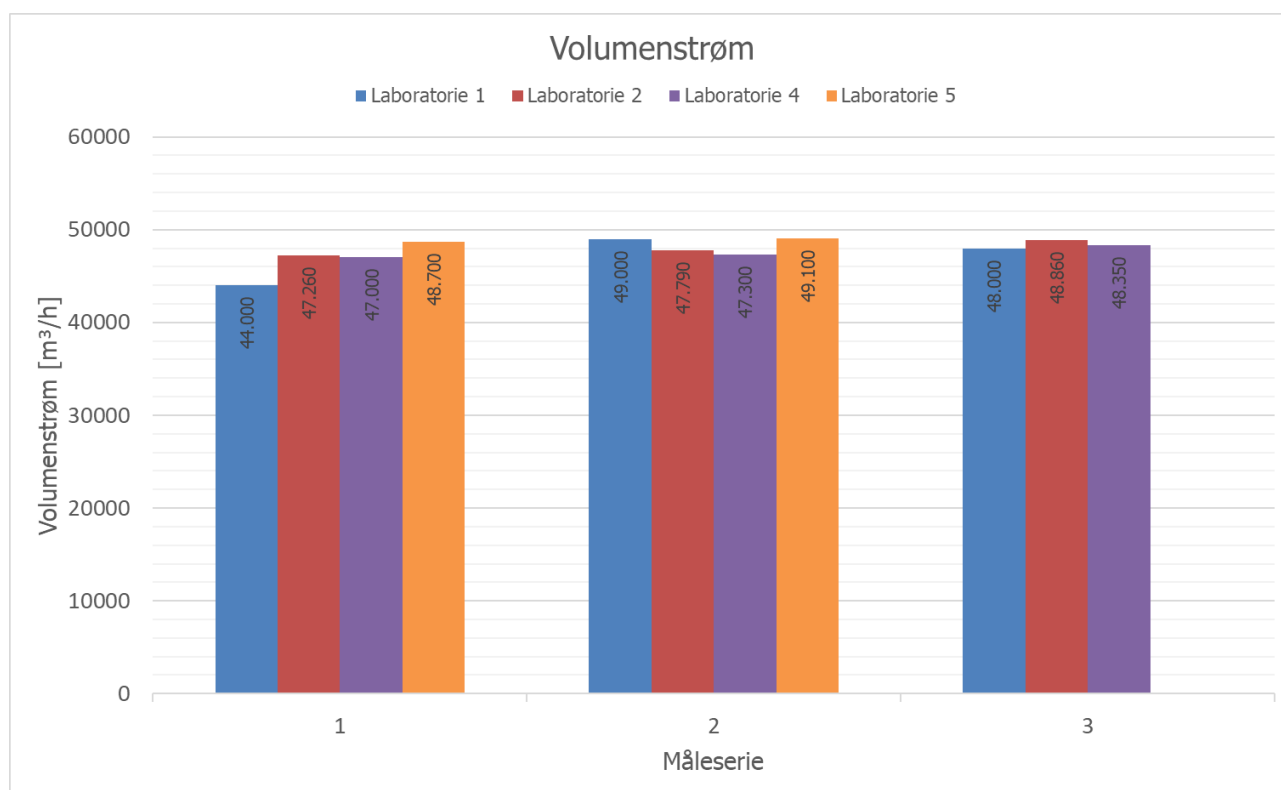
Laboratorie	Målt areal [m ²]
1	1,257
2	1,227
4	1,227
5	1,227

Der blev ikke fundet nogen outliers i resultaterne. Alle laboratorier opnår en tilfredsstillende z-score, med undtagelse af måling 1 fra laboratorie 1, der opnår en tvivlsom z-score.

Variationen laboratorierne imellem ($U_{\text{prøvning}}$) er betydeligt lavere end den gennemsnitlige oplyste usikkerhed for målingerne ($U_{\text{lab,middel}}$). Generelt oplyser laboratorierne en høj usikkerhed på volumenstrømmmålingerne, hvilket skyldes at der kun var mulighed for at måle i en diameter. Af samme årsag oplyser to af laboratorierne at målestedet ikke er fundet egnet, mens de andre to nøjes med at oplyse at der kun er målt i én diameter.

Tabel 3 Resultater og beregninger for måling af volumenstrøm

	Måling	1	2	3
	Laboratorie	m ³ /h		
Resultater	1	44000	49000	48000
	2	47260	47790	48860
	4	47000	47300	48350
	5	48700	49100	
z-scorer	1	2,1	0,5	0,3
	2	0,4	0,4	0,3
	4	0,2	0,8	0,0
	5	1,5	0,6	
U _{lab}	1	4400	4900	4800
	2	9452	9558	9772
	4	3000	3000	3000
	5	4900	4900	
U _{lab, middel} (%)	-	15	15	12
U _{prøvning} (%)	-	8	4	2



Figur 2 Grafisk præsentation af volumenstrømsmålingerne

Tabel 3 viser at alle laboratorierne måler meget tæt på hinanden. Det ses også at måling 1 fra laboratorie 1 kun afviger en smule fra de øvrige målinger, men nok til at den opnår en tvivlsom z-score.

Bilag A Indrapporeringsskema

Eksemplet nedenfor viser det indrapporeringsskema som de deltagende laboratorier skulle udfylde.

For alle målingerne skal både resultat og usikkerhed angives i enheden OU_E/m^3 (20°C).

Parameter	Måling nr.		<	Total	Lugtbeskrivelse
Lugt, formiddag	1	Måleværdi			
		Usikkerhed			
	2	Måleværdi			
		Usikkerhed			
	3	Måleværdi			
		Usikkerhed			
	4	Måleværdi			
		Usikkerhed			
	5	Måleværdi			
		Usikkerhed			
* Usikkerhed for en enkeltbestemmelse på basis af et 95 % konfidensinterval (dvs. $1,96 * RSD$)					
Kommentarer:					

For alle målingerne skal både resultat og usikkerhed angives i enheden OU_E/m^3 (20°C).
 Efter korrektion for fortynding.

Parameter	Måling nr.		<	Total	Fortynding	Lugtbeskrivelse
Lugt, eftermiddag	1	Måleværdi				
		Usikkerhed				
	2	Måleværdi				
		Usikkerhed				
	3	Måleværdi				
		Usikkerhed				
	4	Måleværdi				
		Usikkerhed				
	5	Måleværdi				
		Usikkerhed				
* Usikkerhed for en enkeltbestemmelse på basis af et 95 % konfidensinterval (dvs. $1,96 * RSD$)						
Kommentarer:						

For alle målingerne skal både resultat og usikkerhed angives i enheden m/s.

Parameter	Måling nr.		<	Total
Volumenstrøm	1	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	2	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	3	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	4	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	5	Måleværdi		
		Usikkerhed		

* Usikkerhed for en enkeltbestemmelse på basis af et 95 % konfidensinterval (dvs. 1,96 * RSD)

Kommentarer:

For alle målingerne skal både resultat og usikkerhed angives i enheden m³/h.
 Antag 2,5 vol% H₂O.

Parameter	Måling nr.		<	Total
Volumenstrøm	1	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	2	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	3	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	4	Måleværdi		
		Usikkerhed		
	5	Måleværdi		
		Usikkerhed		

* Usikkerhed for en enkeltbestemmelse på basis af et 95 % konfidensinterval (dvs. 1,96 * RSD)

Areal:

Kommentarer:

Bilag B Beregninger mm. brugt i vurderingen af resultaterne

Antagelse om normalfordeling

Det antages som udgangspunkt at resultaterne fra de deltagende laboratorier er normalfordelte omkring 0. For visse typer af resultater kan det dog være nødvendigt at transformere dem, således at denne antagelse gælder.

Dette gør sig fx gældende for resultater fra lugtprøvninger. Lugtopfattelsen er logaritmisk, og det er derfor nødvendigt at tage logaritmen til de enkelte resultater før de kan antages at være normalfordelte. Derfor sker alle beregninger omkring lugt på logaritmen af de oplyste resultater. I præsentationen af resultaterne vil den oprindelige værdi dog blive benyttet.

Statistiske test

Test for outliers

Indledningsvis blev måleværdierne i hver måleserie testet med Grubb's test³ for outliers⁴ og stragglers⁵. Teststørrelsen beregnes med formlen:

$$G = \frac{x_i - \bar{x}}{s}$$

Hvor x_i er den enkelte måleværdi
 \bar{x} er middelværdien for måleserien
 s er spredningen for måleserien

Spredningen beregnes som standardafvigelsen for måleserien:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Hvor n er det samlede antal måleværdier i måleserien

Værdien af G for de enkelte måleværdier sammenlignes med den kritiske værdi, der afhænger af antallet af måleværdier, og hvis en værdi dømmes som en outlier fjernes den og testen gentages indtil der ikke er flere outliers.

Stor spredning mellem resultaterne betyder, at selv tydeligt afvigende resultater kan blive "godkendt". Tilsvarende betyder meget lille spredning, at resultater, der ikke afviger meget i absolutte værdier, kan blive dømt som outliers eller stragglers. Derfor skal man være påpasselig med bare at fjerne værdier ukritisk. Forekomsten af outliers og stragglers, og hvad handlinger der er foretaget, bliver kommenteret sammen med de enkelte måleparametre.

³ ISO 5725-2: Accuracy (trueness and precision of measurement methods and results – part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

⁴ En outlier er en værdi, som med 99% sandsynlighed ikke tilhører samme fordeling som de øvrige værdier.

⁵ En straggler er en værdi, som med 95% sandsynlighed ikke tilhører samme fordeling som de øvrige værdier. Den er dermed mindre usikker end en outlier.

Beregning af z-score

Efter fjernelse af eventuelle outliers vurderes de enkelte måleresultater ved udregning af en z-score, der beregnes fra følgende formel⁶:

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

Hvor x er laboratoriets resultat
 X er den tillagte værdi
 $\hat{\sigma}$ er et estimat for standardafvigelsen eller spredningen på værdierne ($1 \times \text{RSD}$)⁴

Da der ikke findes en uafhængig referenceværdi for hverken lugtniveauet eller volumenstrømmen i kanalen benyttes gennemsnittet af de deltagende laboratoriers resultater, eksklusiv eventuelle outliers, som den tillagte værdi. På samme vis benyttes spredningen på laboratoriernes resultater, eksklusiv eventuelle outliers, som estimat for standardafvigelsen. Dette estimat har imidlertid den indbyggede svaghed, at stor spredning mellem resultaterne gør det lettere for selv meget afvigende resultater at bestå testen – det er en svag test.

$$X = \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m (n_j \times s_j^2)}{\sum_{j=1}^m n_j}}$$

Hvor n_j er det samlede antal måleværdier i måleserie j
 s_j er spredning for måleserie j
 m er det samlede antal måleserier

Som nævnt i 0 så er det i beregningerne forudsat, at $x - X$ (for lugt, logaritmen af lugtkoncentrationen) er normalfordelt omkring 0. På baggrund heraf angiver ISO/IEC 17043:2010 følgende vurderingskriterier for resultaterne:

z	Vurdering
$ z \leq 2,0$	tilfredsstillende
$2,0 < z < 3,0$	tvivlsom
$ z \geq 3,0$	ikke tilfredsstillende

De resulterende z-scorer er vist under de enkelte parametre og markeret med en farve som i ovenstående skema.

Statistiske test ved lille deltagerantal

Hvis der kun er få deltagere for en given parameter i en præstationsprøvning, så påvirker det robustheden af de anvendte statistiske metoder.

⁶ ISO/IEC 17043:2010: Conformity assessment - General requirements for proficiency testings

Bestemmes den tillagte værdi (X) og/eller estimatet for spredningen ($\hat{\sigma}$) ud fra deltagernes resultater, så bliver de meget nemt påvirket af et enkelt afvigende resultat, hvis der kun er få deltagere. I de tilfælde så anbefales det at benytte eksternt bestemte værdier for den ene eller begge⁷. For den tillagte værdi kunne det være værdien af en fremstillet prøve eller en ekstern, kontrolleret måling, som fx en AMS. For estimatet af spredningen kan det være et anerkendt kvalitetskriterie, som fx kvalitetskravet for en AMS.

Det samme gør sig gældende for bestemmelsen af outliers. Selv om Grubb's test angives at virke helt ned til 3 prøver, så viser erfaringer at der skal ekstreme afvigelser til for at noget dømmes som en outlier med så få prøver. Selv med mere end 3 prøver så er det, som beskrevet i afsnit 0 en generelt svag test når der er få deltagere og stor spredning.

I de tilfælde hvor der kun er 3 eller færre deltagere for en parameter og der ikke kan findes acceptable eksterne værdier så laves der ikke statistiske test på resultaterne. I stedet vurderes resultaterne ud fra en visuel ekspertvurdering baseret på bl.a. erfaring med målemetoden, observationer på selve måledagen, og kommentarer fra de deltagende laboratorier. Resultaterne præsenteres stadig i en tabel og visuelt, men der regnes ikke nogen z-score eller tilsvarende.

I enkelte tilfælde, hvor det vurderes, at der er meget stor spredning i de rapporterede resultater, kan statistiske test blive fravalgt ved mere end 3 deltagere på en parameter. I de tilfælde vil det blive beskrevet hvorfor statistiske test er fravalgt.

Angivelser og beregning af usikkerhed

Laboratorierne har oplyst om usikkerhed for volumenstrømsmålingerne. Disse usikkerhedsangivelser anvender laboratorierne også ved almindelige målinger for deres kunder for at beskrive, hvor godt de aktuelle bestemmelser kan udføres. Selvom hvert laboratorium angiver f.eks. 10% usikkerhed, kan en kunde opleve en større variation, hvis flere laboratorier udfører samme bestemmelse.

For at illustrere den samlede usikkerhed ved flere laboratoriers samtidige bestemmelse er spredningen på hver måleserie omregnet til procentvis usikkerhed (95% konfidensinterval) på gennemsnitsværdien af laboratoriernes resultater:

$$U_{prøvning} = 1,96 \times \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

Hvor s er spredning for måleserien
 \bar{x} er middelværdien for måleserien

Til sammenligning er gennemsnittet af laboratoriernes usikkerhedsangivelse beregnet i procent:

$$U_{lab,middel} = \frac{\sum U_i}{n} \times 100\%$$

Hvor U_i er usikkerheden på måleværdi i
 x_i er måleværdi i
 n er det samlede antal måleværdier i måleserien

For lugtmålingerne opgives usikkerheden som et asymmetrisk interval, og der er derfor ikke udført de samme beregninger for lugt.

⁷ DS/ISO 13528:2022: Statistiske metoder anvendt til præstationsprøvning ved laboratoriesammenligning

Bilag C Resultater fra luftmåling uden fortynding (OBS kan ikke benyttes til vurdering af laboratoriernes præstation, da forudsætningerne for ens vilkår ikke var til stede)

Fire laboratorier målte lugt uden fortynding om formiddagen. Resultaterne af disse målinger kan ses på Figur 3. Der var store problemer med kondens i målingerne uden fortynding, som sandsynligvis har påvirket deltagerens resultater. Referencelaboratoriet har derfor valgt at resultaterne kun skal bruges til vidensopbygning og læring. Af samme grund bliver der ikke draget nogen konklusioner om laboratoriernes evne til at måle lugt på baggrund af resultaterne fra disse målinger. For kompletsheds skyld er der dog stadig udført statistiske beregninger på resultaterne som kan ses i dette bilag.

Der blev fundet en enkelt straggler i resultaterne, måling 4 fra laboratorie 3. Denne måling indgår stadig i beregningerne.

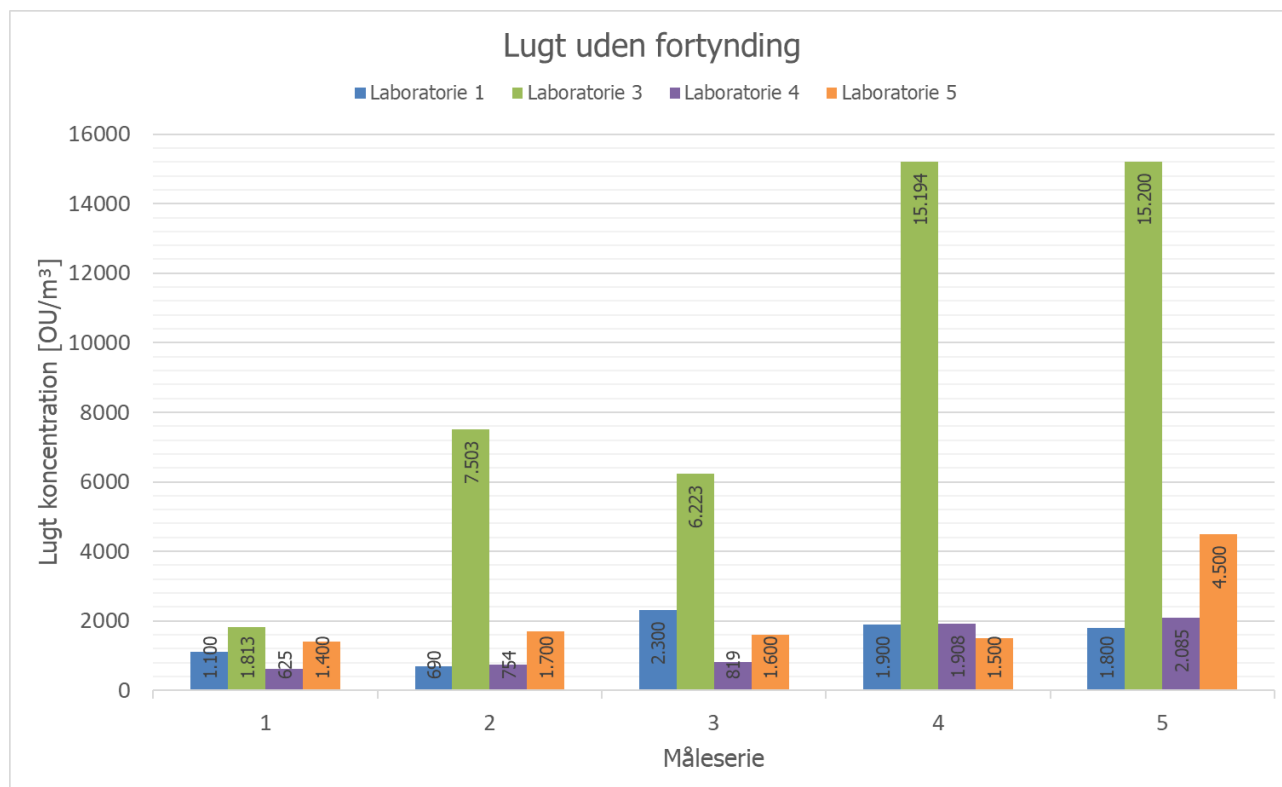
Tabel 4 Resultater og beregninger for måling af lugt uden fortynding

	Måling	1	2	3	4	5
	Laboratorie	OU/m ³ (20°C)				
Resultater	1	1100	690	2300	1900	1800
	3	1813	7503	6223	15194	15200
	4	625	754	819	1908	2085
	5	1400	1700	1600	1500	4500
		Log(OU/m ³ (20°C))				
Log(resultater)	1	3,041	2,839	3,362	3,279	3,255
	3	3,258	3,875	3,794	4,182	4,182
	4	2,796	2,877	2,913	3,281	3,319
	5	3,146	3,230	3,204	3,176	3,653
		z-scoring				
z-scoring	1	0,0	0,9	0,1	0,5	0,9
	3	0,5	1,7	1,2	1,7	1,4
	4	0,7	0,8	1,0	0,5	0,7
	5	0,2	0,1	0,3	0,8	0,1

Alle laboratorier opnår tilfredsstillende z-score, men der er meget store forskelle i måleresultaterne. Dette skyldes at der er stor spredning på resultaterne, hvilket gør beregning af z-score til en svag test. Endvidere regnes der på logaritmen af de målte tal, hvilket gør forskellen betydeligt mindre. Generelt så har laboratorie 3 målt højere lugtkoncentrationer end de øvrige laboratorier om formiddagen. En mulig forklaring er at laboratorie 3 udtog flere små prøver for hver måleserie og derved fx havde bedre mulighed for at fjerne vand der kondenserede ud i udtagslangen. Det kan derfor ikke udelukkes at det er de høje værdier fra laboratorie 3 som er de mest korrekte.

Beskrivelserne af lugten fra de deltagende laboratorier er meget ens og inkluderer ord som gammel ost, surt, råddent, muggent og friture.

Figur 3 viser også at laboratorie 3 har målt højere lugtkoncentrationer, efter måling 1, end de øvrige laboratorier.



Figur 3 Grafisk præsentation af lugtmålingerne uden fortynding