

**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 Revision 2: 09-2023

Høringsversion

Indholdsfortegnelse

1	Indledning	4
2	Metodebladenes 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	6
2.1.4	Akkreditering	6
2.2	Generelt	7
3	Anvendelsesområde	7
3.1	Måleområde	7
3.2	Begrænsninger	7
4	Måleprincip	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	9
5.3	Prøveudtagning på punktkilder	9
5.3.1	Vurdering af behov for fortynding	10
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	13
5.3.2.1	Adsorption til materialer og tab af lugtstoffer	13
5.3.3	Udførelse	14
5.3.4	Prøvetagning fra afkast med indhold af reaktive stoffer, f.eks. ozon	15
5.3.5	Prøvetagning fra afkast med støv	15
5.3.6	Måledata, opbevaring og forsendelse af prøver	16
5.4	Prøvetagning fra aktive arealkilder	16
5.5	Analyse	18
5.5.1	Udstyr	18
5.5.2	Olfaktometerets virkemåde	19
5.5.3	Panelister	19
5.5.4	Lokaler	21

5.5.5	Udførelse af analyse	21
5.5.6	Beregninger	22
6	Kvalitetssikring	23
6.1	Kalibrering af olfaktometer	23
6.2	Test af analyse af ikke-referencestoffer	23
7	Usikkerhed	24
7.1	Usikkerhed på prøvetagningen	24
7.2	Usikkerhed på lugtanalysen	25
7.3	Usikkerhed på bestemmelse af fortyndingsgrad	26
7.4	Usikkerhed på koncentration af prøver, der er fortyndet før analyse	26
8	Rapportering	27
9	Modifikationer	28
9.1	Test af lugtpanelister	28
10	Referencer	28
Bilag A	Kontrol af fortyndingstrin i olfaktometer	29
Bilag B	Kontrol af laboratorier	32
Bilag C	Bestemmelse af usikkerhed for fortyndingsfaktor	34
	Fortyndingsgrad baseret på våd måling af indikatorgas	34
	Fortyndingsgrad baseret på tør måling af indikatorgas	34

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/m³ til OU_E/m³ for at komme i overensstemmelse med det faktiske analyseresultat, der i standarden angives i OU_E/m³.</p> <p>Det er indskærpet, at sikkerhedsforhold for både prøvetager og lugtpanelister skal overvejes grundigt. Især panelisternes rolle i analysen adskiller sig fra andre medarbejders, 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 poseindersider.</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 /9/.</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>
Revision 2	09-2023	<p>Der henvises til revideret udgave af standarden.</p> <p>Det er i afsnit 3 præciseret, at referencetilstanden for lugt er 20°C, våd og, at lugtkoncentrationerne kan anvendes til bestemmelse af lugtemission.</p> <p>Det er i afsnit 3.1 anført, at fortyndinger større end ca. 25 gange kan give stor usikkerhed på beregning af fortyndingsfaktoren.</p> <p>Teksten i afsnit 3.2 om begrænsning pga. metodens usikkerhed er fjernet, og teksten om begrænsning pga. sundhedsmæssige forhold er skærpet.</p>

	<p>Teksten i afsnit 5.2 om sikkerhed er præciseret i henhold til standardens afsnit 9.5 med fokus på indhold af toksiske stoffer i prøverne.</p> <p>I afsnit 5.3 er standardens omtale af prøvetagningstiden ændret (ingen specifik varighedsangivelse).</p> <p>I afsnit 5.3.1.2 om for-fortynding er det beskrevet, hvordan fortyndingsgrad skal beregnes efter én af to formler afhængigt af, om indikatorgas måles vådt eller tørt.</p> <p>Kommentaren i afsnit 5.3.1.2 om, at fortynding af fugtig luft under 30°C ikke er nødvendig, er fjernet.</p> <p>Teksten om materialevalg for poser i afsnit 5.3.2 er præciseret. Det er ligeledes præciseret, at neutral gas (nitrogen) bør testes ved en lugttest.</p> <p>I afsnit 5.3.4 er det præciseret, at standarden ikke har anvisninger om prøvetagning fra kilder med reaktive stoffer men, at der bør tages hensyn til det i analyse og rapportering.</p> <p>Afsnit 5.3.5 om prøvetagning af partikelholdig luft er præciseret.</p> <p>I afsnit 5.5.1 er det beskrevet, at recovery i olfaktometeret for fire navngivne stoffer skal være større end 70%. Dette for at sikre, at der ikke sker for stor adsorption i olfaktometeret.</p> <p>I afsnit 5.5.3 beskrives, at der kan bestemmes en SROM for andre lugtstoffer som supplement til n-butanol.</p> <p>I afsnit 5.5.3 beskrives standardens nye krav til test af panelister og en anbefaling herom.</p> <p>Afsnit 5.5.4 om analyselokaler er præciseret.</p> <p>Overskriften for afsnit 6.2 er rettet til "ikke-referencestoffer".</p> <p>Afsnit 7 om usikkerhed er skrevet helt om med beskrivelse af estimat af usikkerhed på lugtmåling, fortyndingsgrad for fortyndede prøver og på koncentrationen i luft, der er fortyndet inden lugtanalysen. Afsnittet er inddelt i tre underafsnit. Afsnittet henviser til nyt Bilag C, hvor formler for usikkerhedsberegning for fortyndingsfaktorer gennemgås og eksemplificeres.</p>
--	--

2 Metodebladens 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, redegøres der i detaljer for systemets opbygning. Det følgende er en sammenfatning af notatet (afsnit 2.1.1 til 2.1.4):

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 benyttes ved emissionsmålinger i Danmark. Metodelisten vedligeholdes og opdateres af Referencelaboratoriet og kan findes på 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 præstationsprøvnings gennemføres en revision af et metodeblad. Det er Referencelaboratoriets følge-gruppe, der prioriterer revision af metodebladene. Det kan således godt forekomme, at metodeblade ikke revideres umiddelbart efter, at standarden er revideret.

2.1.4 Akkreditering

Luftvejledningen /2/ anfører, at egenkontrol ved eksterne laboratorier bør udføres som akkrediterede målinger. 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.

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 /5/ 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. Hvis laboratoriet ikke er akkrediteret til parameteren, kan laboratoriet søge akkreditering til metodebladet og den teknisk færdige standard.

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 inklusive 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. Modifikationer nævnes også relevante steder i teksten i en boks:

Modifikation:

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

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 / Supplement / Eksempel / Anbefaling / Formel:

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 /6/.

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 ($20^\circ C$, våd), idet $20^\circ C$, våd er referencetilstanden for lugt. Lugtkoncentrationer målt med metoden kan anvendes til beregning af lugtemissioner ved multiplikation med volumenstrøm ved referencetilstanden for lugt.

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. I praksis vil fortyndinger større end ca. 25 gange kunne give stor usikkerhed i bestemmelsen af fortyndingsfaktoren, hvorfor resultater efter sådanne fortyndinger bør betragtes som indikative.

3.2 Begrænsninger

Metoden er ikke velegnet til måling, hvor vandkoncentrationen i prøveluften er meget høj, idet der i disse tilfælde skal måles indhold af en indikatorgas i såvel fortyndet som ufortyndet prøve, se afsnit 5.3.1.2. Ved meget store fortyndinger bliver indholdet af indikatorgas meget lavt, og usikkerheden på målingen heraf og på beregningen af fortyndingsfaktoren kan derfor blive stor.

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, NO₂. I prøver fra anlæg, hvor der anvendes ozon som lugt-reducerende 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 kan være 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, og evt. undgås. Det skal overvejes, om lugtanalyser kan undgås. Se mere herom i afsnit 5.2.

4 Måleprincip

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 af beholderen. 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 /4/.

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 og bedømmelseslederens sikkerhed. Oplysningerne kan bl.a. søges fra drifts- og sikkerhedspersonalet på anlægget, hvor lugtbestemmelsen skal udføres.

Helt generelt skal sikkerhedsmæssige hensyn i forbindelse med prøvetagning iagttages som ved andre prøvetagninger og målinger /4/. 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.

Hvis der kan forekomme indhold af kendte toksiske stoffer, skal koncentrationerne af disse estimeres hvis muligt, evt. i samarbejde med virksomheden. Herefter skal stoffernes grænseværdier i arbejdsmiljø vurderes i forhold til de relevante fortyndinger i olfaktometeret. Præsentation til panelisterne af koncentrationer, der overskrider grænseværdierne skal undgås. Det betyder, at præsentation af prøver skal stoppes før det kritiske fortyndingstrin.

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. Eksempler på toksiske stoffer er svovlbrinte (et ofte forekommende lugtstof) og carbonmonoxid.

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.

Ved transport af prøver i en lukket bil kan sprængning af prøveposer give anledning til forhøjet og evt. kritisk koncentration af toksiske stoffer. Risiko for sprængning af poser kan f.eks. mindskes ved at undgå total fyldning af poserne således, at luften ved opvarmning i bilen ikke udvider sig til mere end posens volumen.

5.3 Prøveudtagning på punktkilder

Standarden anfører, at prøvetagningstiden afhænger af formålet med målingen og, at den bør bestemmes under hensyntagen til forekommende fluktuationer i lugtemissionen. Standarden angiver ikke nødvendige tidsintervaller. 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. Referencelaboratoriet anbefaler derfor følgende:

Anbefaling 1

Prøven udtages over et passende tidsinterval på fra ca. 5 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. 5 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 lugtvejledning /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

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 uden risiko for kondens.

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.

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 1

Standarden anfører i dens afsnit 9.1.4.2, 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.

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 koncentrationen af en indikatorgas (O₂- eller CO₂-koncentrationen er bedst i de fleste sammenhænge) samt H₂O-koncentrationen i afkastet.

Information 2

Standarden definerer standardtilstanden for lugtmålinger som 20°C, våd (term 3.2.18). Der beskrives et eksempel på beregning af lugtemission, Annex H, hvor det fremgår, at lugtkoncentrationen opnået ved analysen ved 20°C, våd, skal multipliceres med volumenstrømmen ved standardtilstanden for lugt (20°C, våd). Denne tilstand er en arbitrær tilstand, idet der ikke korrigeres for udkondensering af vand, og er den korrekte at multiplicere med.

Ved bestemmelse af fortyndingsfaktor ved fortynding af lugtprøver skal der foretages måling af en indikatorparameter, f.eks. ilt, i både fortyndet og ufortyndet gas, afsnit 9.1.4.4.2. Beregning af fortyndingsfaktor sker efter

Formel 1:

Formel 1 Standardens udtryk for fortyndingsgrad baseret på måling af indikatorgas

$$Z_v = \frac{C_m}{C_t}$$

Hvor C_m er indholdet af indikatorgas i koncentreret prøve (% vol/vol)
 C_t er indholdet af indikatorgas i fortyndet prøve (% vol/vol)

Det beskrives ikke eksplicit, hvilken tilstand indikatorgassen skal måles ved, men det må implicit forstås at være ved referencetilstanden. For at øge forståelsen af formlerne i dette metodeblad ændres betegnelserne i Formel 1, så de taler for sig selv.

Formel 2 Metodebladets udtryk for fortyndingsgrad baseret på våd måling af indikatorgas

$$F_{\text{fortynding,våd}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}}{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}}$$

Hvor i-gas betyder indikatorgas

Der opstår imidlertid en konflikt, idet det anføres, at indikatorgas i koncentreret gas kan måles i en samtidig udtaget, koncentreret prøve. Hvis der er et højt vandindhold i gassen, vil der ske udkondensering af vand inden måling af ilt. Hvis der måles ilt i en koncentreret prøve, hvor der er sket udkondensering af vand, er resultatet ikke iltkoncentrationen i den arbitrære tilstand, 20°C, våd. For at opnå den korrekte fortyndingsfaktor skal der korrigeres for vandindholdet, fortyndingsgraden beregnes efter Formel 3:

Formel 3 Fortyndingsgrad baseret på tør måling af indikatorgas og vandindhold

$$F_{\text{fortynding,tør}} = \frac{V_{20,\text{våd,koncentreret}}}{V_{20,\text{våd,fortyndet}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}}{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,tør}} * (100 - C_{\text{vand,koncentreret}})}{C_{i\text{-gas,fortyndet,tør}} * (100 - C_{\text{vand,fortyndet}})}$$

Da prøven altid skal fortyndes til et dugpunkt <20°C ($X_2 < 2$), kan $C_{\text{vand,fortyndet}}$ for praktiske formål sættes til 1,5% (absolut) med en maksimal fejl på 0,5% (absolut). Den maksimale fejl på størrelsen ($100 - C_{\text{vand,fortyndet}}$) bliver således 0,5% relativt. Det er derfor ikke nødvendigt at måle vandindholdet i den fortyndede prøve.

Standarden anfører, at usikkerheden på bestemmelse af fortyndingsfaktoren baseret på måling af gaskoncentrationer skal være mindre end 10%. Der redegøres for beregning af usikkerheder i afsnit 7.

Hvis indikatorgassen måles våd beregnes den nøjagtige fortyndingsgrad beregnes således med Formel 1, og hvor indikatorgassen måles tørt beregnes den nøjagtige fortyndingsgrad med Formel 3. Ved prøver med højt O₂-indhold (fx. ventilationsluft eller luft fra en spraytørrer uden direkte opvarmning) anvendes typisk O₂-måling. Ved prøver med lavt O₂-indhold og højt indhold af CO₂ (typisk luft fra forbrændingsprocesser) benyttes typisk måling af CO₂-indholdet.

Fordelen ved at vælge parameteren (O₂ eller CO₂) med det højeste indhold er, at usikkerheden på bestemmelsen af fortyndingsgraden mindskes. Når indholdet af CO₂ 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.

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. Visse typer rustfrit stål har imidlertid vist sig at forårsage dårlige recovery for nogle lugtstoffer. Silicone og gummi må ikke anvendes.
4. Nitrogenflaske med 99,995% nitrogen (kvalitet 5.0). Test af lugt i nitrogenen udføres som en lugtanalyse på en pose fyldt med nitrogen. Lugtkoncentrationen for nitrogen eller anden neutral gas bør ikke overskride $15 \text{ OU}_E/\text{m}^3$.
5. Prøveposer af TEDLAR® (PVF), NALOPHAN® (PET), PVDF eller FEP er specifikt nævnt. Andre materialer som f.eks. TEFLON® (PTFE) er mulige, hvis de er lugtfrie, og lugtstoffer holdes i posen lige så godt som for de fire specifik nævnte materialer. Studs og prop til lukning skal være udført af tilsvarende materialer således, at den samlede enhed er inert over for prøven. Hvis lugtstofferne er små molekyler, der let diffunderer gennem pose materialet, kan der anvendes tykkere materiale eller evt. dobbeltposer med samme luft i både inder- og yderpose. Dette er beskrevet i note 3 i standardens afsnit 9.1.5. Nye leverancer af pose materiale 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, medmindre hver pose er testet på samme måde som en ny leverance af pose materiale. Tilsvarende må prober og slanger kun genbruges efter tilstrækkelig rensning og test.

Anbefaling 2

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 pose materialerne og til materialerne i olfaktometeret /7/ og /8/. 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.

Denne problematik er også aktuel for materialevalg i olfaktometeret, og standarden har foreskrevet en test af recovery for fire stoffer, se afsnit 5.5.1.

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 suges 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 3

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

Standarden omtaler ikke problematikken omkring kemisk omdannelse af lugtstofferne. Men kan kemisk omdannelse ikke 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 4

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. Standarden anfører, at den ikke omfatter lugt, der frigives fra partikler eller dråber.

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 beskriver, at filtrering kan anvendes ved prøvetagning af partikelholdig luft. Filtermaterialer skal i givet fald opfylde de generelle krav til materialer (lugtfri, lav adsorption etc.).

Anbefaling 5

Dette metodeblad anbefaler at filtrere luften ved prøvetagning af partikelholdig luft 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°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

DS/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.

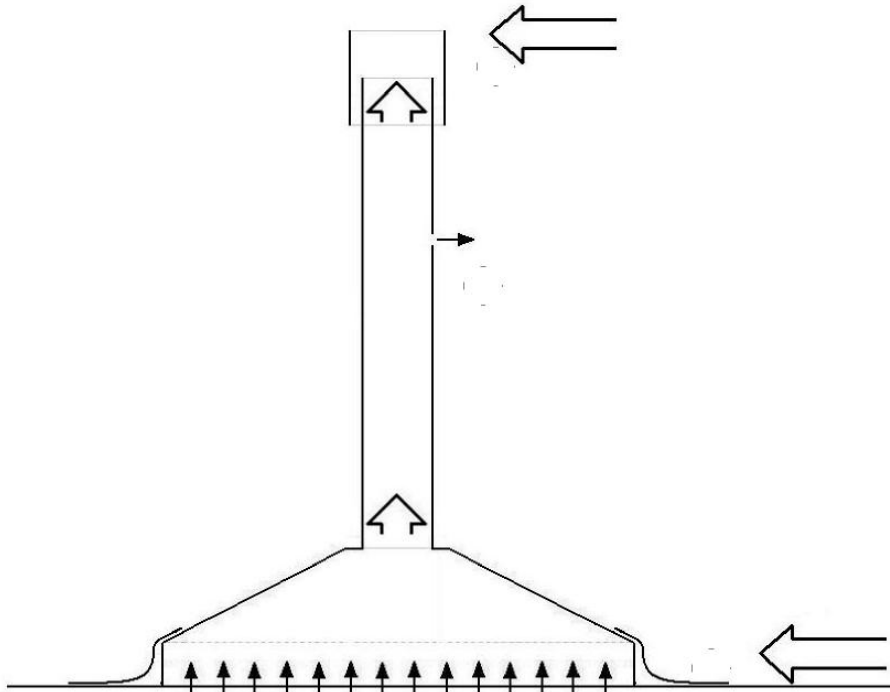
Prøver fra arealkilder med aktivt flow kan tages på to principielt forskellige måder:

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 princippet 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 m^2 . Der skal tages hensyn til, at hættens ikke må påvirke

overfladen, og lufthastigheder mindre end 3 m/s i afkastet anbefales. Afkastet skal konstrueres således, at risikoen for vindpåvirkning og luft ind i hætte mindskes, ligesom hættens 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:

Formel 4 Emission fra areal

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

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 prøver 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 tilfredsstille 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.

For bedst muligt at sikre, at lugtstoffer ikke adsorberes uhensigtsmæssigt meget i et givet olfaktometer skal recovery for både svovlbrinte, n-butanol, propansyre og dimethylsulfid være større end 70% senest efter 60 sekunder.

Konstruktionen af olfaktometeret og udformningen af omgivelserne skal tilfredsstille 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. 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 referenceluft, 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 tilblanding 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 10 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. Standarden beskriver, hvordan man kan bestemme en værdi for et sekundært referencestof, SROM. Dette kan være relevant for laboratorier, der typisk arbejder med ensartede prøver, hvor ét eller to stoffer er gennemgående. Udvalget af panelister kan herefter suppleres med en test/udvælgelse på basis af SROM. En SROM kan ikke erstatte n-butanol. Der henvises til standardens afsnit 5.3.2 for procedure til bestemmelse af en SROM.

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 et evt. supplerende referencestof) og foretage to test heraf hver gang lugtpanelisten deltager i en analyse. Geometrisk middelværdi og spredning beregnes herefter for de sidste 12 testværdier, og ingen værdi må være mere end 12 måneder gammel.

Hvis en panelist ikke lever op til kravværdierne (middel og spredning), skal panelisten udelukkes fra deltagelse, indtil panelisten igen lever op til værdierne. Der kan således blive behov for at erstatte en panelist på den aktuelle analysedag.

Standarden nævner, at panelisternes formåen kan overvåges med et kontrolkort.

De her beskrevne krav er meget skærpede i forhold til første udgave af standarden, hvor panelisterne skulle testes for hver 12. analysesession og ikke oftere end hver 6. uge. Erfaringsmæssigt bliver panelister bedre og bedre til erkendelse af n-butanol ved hyppig test. Derfor er der en risiko for, at panelisterne bliver for gode, hvis de hyppigt deltager i analyser. For panelister, der ikke deltager ofte (f.eks. hvis laboratoriet har mange panelister eller få opgaver), kan det være relevant med to tests før selve analyserne.

Indførsel af et kontrolkort er en god idé, idet laboratoriet hermed får bedre mulighed for at undgå panelister, der har risiko for på dagen ikke at bestå kravene.

Anbefaling 6

For laboratorier, der anvender sine panelister hyppigt anbefales det, at der kun foretages én test ved hver analysesession.

Det anbefales, at laboratoriet indfører brug af kontrolkort som hjælp til udvælgelse af panelister. Panelister, der er tæt på at overskride én eller begge kravværdier, bør tages ind til separate test for referencestoffet således, at de kommer "i balance" igen, inden de inddrages i reelle analyser.

Den anvendte prøveblanding af n-butanol hhv. af et alternativt referencestof 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 fastsættes således: Temperaturen må ikke variere mere end $\pm 2^{\circ}\text{C}$ omkring setpunktet i løbet af en analysegang. Setpunktet skal mindst være 21°C og det højeste setpunkt skal være komfortabelt i forhold til udelufttemperaturen. Dette forhold afspejler, at standarden gælder for lande med meget varierende udelufttemperatur.

Luften må ikke lugte og skal være af samme kvalitet som fortyndingsluften til olfaktometeret. Luftfugtigheden skal være i intervallet 20% RH til 80% RH.

Direkte sollys skal undgås.

Rummet skal ventileres, og indholdet af CO_2 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, fugtighed og CO_2 -koncentration kontrolleres kontinuerligt. Der er på forhånd udvalgt lugtpanelister, der lever op til kravene.

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, begynder 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 7

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 i standarden, 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 8

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 analysetid, bør panelisterne have en længere pause i et andet rum, evt. med frokost efterfulgt af mindst en halv time, inden analysen fortsættes. Dette er ikke krav i standarden.

Det skal gennem passende test med ren luft gennem systemet sikres, at der ikke sker afsmitning fra tidligere prøver. Hvis panelisterne kan lugte den foregående prøve skal systemet skylles igennem med ren luft, indtil afsmitningen er væk.

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 fortynd-nfx - fx. ved 17.000 og 11.0-0 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 OU_E/m^3 (20°C, våd), idet 1 OU_E/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

Formel 5 Teststørrelse for retrospektiv screening

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

hvor den enkelte panelists resultat udtrykkes ved Z (OU_E/m^3)
gennemsnittet udtrykkes ved Z_{middel} (OU_E/m^3)

Værdien af deltaZ må ikke være større end 5. Hvis Z_{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_{panelist}	ΔZ	Z_{panelist}	ΔZ
	OU_E/m^3		OU_E/m^3	
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
H	23.170	11,8	-	-
Z_{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.

6.2 Test af analyse af ikke-referencestoffer

For ikke-referencestoffer (prfxr 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, μ .

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 på selve lugtanalysen bestemmes i henhold til beskrivelsen i kapitel 10 i standarden, der refererer til ISO 20988 /11/.

Usikkerheden på fortyndingsgraden og på bestemmelsen af koncentrationen i prøver, der er fortyndet før analysen, estimeres ved hjælp af et usikkerhedsbudget for de indgående parametre i henhold til principperne i GUM /9/. Referencelaboratoriets rapport 14, 1999 /10/ giver en god beskrivelse og eksemplificering af metoden. Princippet er, at formlen for eksempelvis fortyndingen differentieres med hensyn til hver af de indgående parametre, hvorved indflydelsen af usikkerhedsbidraget fra de enkelte parametre bestemmes (influenzen, $I_{parameter}$). Influenzen multipliceres herefter med usikkerheden på bestemmelsen af de enkelte parametre, $i_{parameter}$, hvorved man opnår usikkerhedsbidraget for de enkelte parametre, se Formel 6. Når usikkerhedsbidraget for hver parameter er estimeret, beregnes den samlede usikkerhed ved hjælp af sumformlen, se Formel 7.

Formel 6 Usikkerhedsbidrag for én parameter

$$u_{parameter} = I_{parameter} * i_{parameter}$$

Formel 7 Formel for samlet usikkerhed for alle parametre

$$u_{total} = \sqrt{u_{parameter 1}^2 + u_{parameter 2}^2 + \dots + u_{parameter n}^2}$$

7.1 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, og usikkerheden ved denne type prøvetagning er derfor lav, hvis den er udført korrekt. En række faktorer, i forbindelse med prøvetagningen, transport og opbevaring af prøver kan imidlertid være vanskelige at bestemme og vurdere. Falsk luft kan suges ind i posen, posen er ikke tom inden prøvetagning, og luften i slangen bliver en del af prøven. Denne fejl vil altid give for lav lugtkoncentration, det er derfor ikke en usikkerhed, der kan gå begge veje.

- Der kan forekomme stratificering i afkastet (koncentrationsvariationer over tværsnittet), hvor det risikeres, at prøven er ikke-repræsentativ. Ved forkert håndtering af dette vil man opnå for høj eller for lav koncentration i forhold til gennemsnittet i afkastet.
- 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.

Disse faktorer er ikke usikkerhedsfaktorer, men fejlmuligheder, der skal minimeres ved omhyggelig vurdering, planlægning og generel omhyggelighed. Dette er ikke anderledes end for al anden prøvetagning. Der fastsættes derfor ikke en værdi for usikkerhed ved selve prøvetagningen.

7.2 Usikkerhed på lugtanalysen

I den nye udgave af DS/EN 13725 er der beskrevet en ny metode til bestemmelse af usikkerheden inden for laboratoriet. Usikkerheden skyldes primært brug af forskellige paneler og forskellige lugtoperatorer. Inden for hvert panel er der også (mindre) usikkerhed, idet panelisterne ikke kan forventes at erkende lugtene fuldstændig ens for hver prøve, de præsenteres for i den pågældende session, ligesom mindre variationer i rummet kan påvirke erkendelsen.

Fordi n-butanol er referencestoffet, som hele standarden refererer til, tages der hensyn til den bias, der er for det enkelte panel ved beregningen af usikkerheden. De enkelte resultater korrigeres dog ikke for denne bias, inden rapportering.

Usikkerheden for et laboratorium kan bestemmes som en generel størrelse for en periode forudsat, at laboratoriet har samme (eller næsten samme) gruppe af panelister, samme operatører, samme olfaktometer og samme lokaler. Hvis der sker væsentlige ændringer, skal usikkerheden bestemmes igen.

For en grundig beskrivelse og vejledning i at udføre bestemmelsen henvises til standardens afsnit 10.2 og standardens Annex J. Metodens princip er, at der på hver af mindst 10 dage på hvert af to paneler bestemmes lugtkoncentration af den samme "rigtige" prøve og den samme prøve af referencestof. Panelerne de 10 dage skal varieres mest muligt for at afspejle de muligheder, der er for at sammensætte et panel af laboratoriets panelister. For hvert sæt af rigtige prøver korrigeres resultaterne med det aktuelle panels aktuelle bias for n-butanol, og forskellen mellem de to panelers "korrigerede" værdier beregnes. Spredningen på forskellene beregnes. Tilsvarende beregnes den gennemsnitlige bias for n-butanol for de 10 dages to sæt værdier for n-butanol (20 i alt). Herefter beregnes spredningen på bias-værdierne. Alle beregninger foretages på logaritmisk basis.

Til disse to analyseusikkerheder lægges usikkerhed på referencegassens koncentration og usikkerheden på olfaktometerets fortyndingsrække. Den samlede usikkerhed, u_c , for analysen beregnes ved hjælp af Formel 7.

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

Formel 8 Konfidensinterval for lugtanalyse

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

hvor

- m er den forventede ("sande") værdi for den testede lugt (logaritmisk)
- 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
- δ_{CRM} er den gennemsnitlige bias for n-butanol (eller andet referencestof)
- u_c er den usikkerhed, der er bestemt ved metoden

Lugtresultatet omregnes til OU_E/m^3 ved denne ligning:

Formel 9 Aritmetrisk lugtresultat

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

hvor

y er det geometriske gennemsnit af målingerne
 \bar{y}_w er gennemsnittet af de logaritmerede testresultater

Usikkerhedsfaktoren beregnes af denne ligning:

Formel 10 Usikkerhedsfaktor for aritmetrisk lugtresultat

$$f = 10^{t * \frac{u_c}{\sqrt{n}}}$$

Det er nyt, at usikkerhedsintervallet omkring lugtkoncentrationen "korrigeres" for bias for n-butanol. Selve resultatet korrigeres imidlertid ikke, og det opnåede resultat skal – som hidtil – benyttes i videre beregninger.

7.3 Usikkerhed på bestemmelse af fortyndingsgrad

Graden af fortynding kan som omtalt i 5.3.1.2 bestemmes ud fra måling af koncentrationen af en indikatorgas (f.eks. ilt). Hvis målingen foretages i våd gas, er graden af fortynding lig med forholdet mellem indikatorgas i ufortyndet og fortyndet luft, se Formel 2. Hvis målingen foretages tørt, skal der korrigeres for vandindhold, se Formel 3.

Usikkerheden på fortyndingsgraden er afhængig af usikkerheden på måling af indikatorgas og vand i afkast og prøver. I Bilag C gennemgås formlerne for beregninger af hver parameters influens og usikkerhed og den samlede usikkerhed. Der vises et par eksempler på beregninger.

7.4 Usikkerhed på koncentration af prøver, der er fortyndet før analyse

Koncentrationen af en prøve, der er fortyndet før lugtanalysen bestemmes ved multiplicere fortyndingsgraden med koncentrationen i den fortyndede prøve, se Formel 11. Formel 12 viser den logaritmerede form af Formel 11.

Formel 11 Aritmetrisk lugtkoncentration baseret på fortyndet prøve

$$C_{\text{lugt,koncentreret}} = F_{\text{fortynding}} * C_{\text{lugt,fortyndet}}$$

Formel 12 Logaritmisk lugtkoncentration baseret på fortyndet prøve

$$\log(C_{\text{lugt,koncentreret}}) = \log(F_{\text{fortynding}}) + \log(C_{\text{lugt,fortyndet}})$$

$\log(C_{\text{lugt,fortyndet}})$ er den logaritmiske værdi af lugtkoncentrationen i den fortyndede prøve, for hvilken $i_{C_{\text{lugt,fortyndet}}}$ kan sættes lig med den maksimale spredning på logaritmerede analyseværdier for n-butanol ($s=0,172$) eller laboratoriets usikkerhed beregnet i henhold til beskrivelsen i afsnit 7. Influensen for usikkerheden på $\log(C_{\text{lugt,fortyndet}})$ er 1. Heraf fås:

$$u_{C_{\text{lugt,fortyndet}}} = I_{C_{\text{lugt,fortyndet}}} * i_{C_{\text{lugt,fortyndet}}} = 1 * 0,172 = 0,172$$

Usikkerhedsbidraget fra fortynding findes ved differentiering af Formel 12 med hensyn til fortyndingsgraden, se Formel 13.

Formel 13 Usikkerhedsbidrag for fortyndingsfaktor

$$I_{F_{\text{fortynding}}} = \frac{dC_{\text{lugt,koncentreret}}}{dF_{\text{fortynding}}} = \frac{1}{\ln(10)} * \frac{1}{F_{\text{fortynding}}}$$

I Bilag C, Eksempel 1, er der beregnet en fortyndingsfaktor på 8 med en usikkerhed på 0,34. Heraf kan den samlede usikkerhed beregnes:

$$u_{F_{\text{fortynding}}} = I_{F_{\text{fortynding}}} * i_{F_{\text{fortynding}}} = \frac{1}{\ln(10)} * \frac{1}{8} * 0,34 = 0,0184$$

Den samlede usikkerhed på fortynding og lugtanalyse kan nu beregnes efter den generelle formel:

$$u_{C_{\text{lugt,koncentreret}}} = \sqrt{0,0184^2 + 0,172^2} = 0,173$$

8 Rapportering

Rapporten udformes som beskrevet i ISO 17025 /5/, EN 15259 /4/, afsnit om rapportering i MEL-22 /6/ og lugtvejledningen /3/.

I rapporten skal der refereres til den tekniske standard /1/ samt dette metodeblad. Enhver afvigelse herfra, eller valgfri operationer, skal angives i rapporten.

Hvis det ikke er muligt at få adgang til et egnet målested eller, hvis målingerne er udført ved ikke-stabile driftssituationer, som kan lede til en øgning af usikkerheden på måleresultater, skal dette anføres i rapporten.

Information 5

Ved brug af lugtresultaterne til spredningsberegninger med softwaret OML, skal der ifølge den nuværende lugtvejledning multipliceres med en faktor $\sqrt{60}$ for at beregne lugteksposeringen i omgivelserne i minuttværdier. Når den kommende lugtvejledning bliver implementeret, skal der beregnes lugteksposering i omgivelserne i timeværdier (B-værdierne justeres derefter) og der skal derfor ikke længere multipliceres med en faktor $\sqrt{60}$.

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: 2022 Emissioner fra stationære kilder – Bestemmelse af lugtkoncentration med dynamisk olfaktometri og lugtemissionsrate.
- /2/ Vejledning fra Miljøstyrelsen nr. 2, 2001, Luftvejledningen
- /3/ Udkast: Lugtvejledningen, Begrænsning af lugtgener fra virksomheder, sendt i høring 29/10 2018
- /4/ DS/EN 15259: 2007 Air quality - Measurement of stationary source emissions - Requirements for measurement sections and sites and for the measurement objective, plan and report, October 2007
- /5/ DS/EN/ISO/IEC ISO 17025: 2017, Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriets kompetence
- /6/ MEL-22, Kvalitet i emissionsmålinger, Generelle krav til kvalitet i emissionsmålinger, 2023
- /7/ 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.
- /8/ 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.
- /9/ DS/ISO/CEN Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). 2000.
- /10/ Peter Blinksbjerg: Forslag til opstilling af usikkerhedsbudgetter for emissionsmålinger (koncentrationsbestemmelse. Rapport nr. 14, 1999, for Miljøstyrelsens referencelaboratorium for emissioner til luften.
- /11/ DS/EN ISO 20988: 2007. Luftkvalitet – Vejledning i vurdering af måleusikkerhed.

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 sporgas med en kendt koncentration og en kalibreret monitor med en kendt nøjagtighed, der er bedre end det krævede niveau for fortyndingsnøjagtigheden. Som accepteret referenceværdi for en fortyndingsindstilling (μ d) anvendes den tidligere målte værdi.

Sporgassen anbringes i en lugtpose, og posens indhold sendes herefter som ved lugtanalyse gennem olfaktometeret til et snuserør. Her måles koncentrationen for sporgassen, og fortyndingen beregnes. Den koncentrerede sporgaskoncentration kan med fordel måles i posen med samme monitor som bruges i snuserøret. Det skal sikres, at koncentrationen er konstant gennem hele testen. Hvis det fravælges at måle koncentrationen i posen og i stedet at stole på den angivne koncentration, skal gassen være certificeret.

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

δ_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

MEL-13: ??-2023

Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

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

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, δ_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 μ_d er referenceværdien for fortyndingsindstillingen.

Kvalitetskriterium for ustabilitet

Ustabiliteten udtrykker, hvor godt fortyndingen på det enkelte trin kan opnås. Kvalitetskriteriet for fortyndings 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

MEL-13: ??-2023

Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas

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

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.

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		
$y_{i,d}$	70,52	70,96	71,16	70,76	71,21		70,92
$S_{i,d}$	1,15	0,56	0,46	0,47	0,83		
I_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
 δ_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, δ_w , estimeres af

$$d_w = y_w - \mu$$

hvor y_w er gennemsnittet af testresultaterne

μ 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 Bestemmelse af usikkerhed for fortyndingsfaktor

Fortyndingsgraden bestemt ved våd måling af en indikatorgas er vist i Formel 14 (Formel 2 i afsnit 5.3.1.2).

Formel 14 Metodebladets udtryk for fortyndingsgrad baseret på våd måling af indikatorgas

$$F_{\text{fortynding,våd}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}}{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}}$$

Fortyndingsgrad baseret på våd måling af indikatorgas

Differentieringen af Formel 14 med hensyn til hver af de indgående parametre ses i Formel 15 og Formel 16.

Formel 15 Influens på fortyndingsfaktor af koncentreret, våd gaskoncentration

$$I_{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}} = \frac{dF_{\text{fortynding,våd}}}{dC_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}} = \frac{1}{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}}$$

Formel 16 Influens på fortyndingsfaktor af fortyndet, våd gaskoncentration

$$I_{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}} = \frac{dF_{\text{fortynding,våd}}}{dC_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}}{(-1) * C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}^2}$$

Fortyndingsgrad baseret på tør måling af indikatorgas

Fortyndingsgraden bestemt ved tør måling af indikatorgas er vist i Formel 17 (Formel 3 i afsnit 5.3.1.2).

Formel 17 Fortyndingsgrad baseret på tør måling af indikatorgas og vandindhold

$$F_{\text{fortynding,tør}} = \frac{V_{20,\text{våd,koncentreret}}}{V_{20,\text{våd,fortyndet}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}}{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,tør}} * (100 - C_{\text{vand,koncentreret}})}{C_{i\text{-gas,fortyndet,tør}} * (100 - C_{\text{vand,fortyndet}})}$$

Differentieringen af Formel 17 ses i Formel 18, Formel 19,

Formel 20 og Formel 21.

Formel 18 Influens på fortyndingsfaktor af koncentreret, tør gaskoncentration

$$I_{C_{i-gas,koncentreret,tør}} = \frac{dF_{fortynding,tør}}{dC_{i-gas,koncentreret,tør}} = \frac{(100 - C_{vand,koncentreret})}{C_{i-gas,fortyndet,tør} * (100 - C_{vand,fortyndet})}$$

Formel 19 Influens på fortyndingsfaktor af fortyndet, tør gaskoncentration

$$I_{C_{i-gas,fortyndet,tør}} = \frac{dF_{fortynding,tør}}{dC_{i-gas,fortyndet,tør}} = \frac{C_{i-gas,koncentreret,tør} * (100 - C_{vand,koncentreret})}{(-1) * C_{i-gas,fortyndet,tør}^2 * (100 - C_{vand,fortyndet})}$$

Høringsversion

Formel 20 Influens på fortyndingsfaktor af koncentreret vandkoncentration

$$I_{C_{\text{vand,koncentreret}}} = \frac{dF_{\text{fortynding,tør}}}{dC_{\text{vand,koncentreret}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,tør}} * (-1)}{C_{i\text{-gas,fortyndet,tør}} * (100 - C_{\text{vand,fortyndet}})}$$

Formel 21 Influens på fortyndingsfaktor af fortyndet vandkoncentration

$$I_{C_{\text{vand,fortyndet}}} = \frac{dF_{\text{fortynding,tør}}}{dC_{\text{vand,fortyndet}}} = \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,tør}} * (100 - C_{\text{vand,koncentreret}})}{C_{i\text{-gas,fortyndet,tør}} * (-1) * (100 - C_{\text{vand,fortyndet}})^2 * (-1)}$$

$$= \frac{C_{i\text{-gas,koncentreret,tør}} * (100 - C_{\text{vand,koncentreret}})}{C_{i\text{-gas,fortyndet,tør}} * (100 - C_{\text{vand,fortyndet}})^2}$$

Eksempel 1 Fortyndingsfaktor baseret på enten våd eller tør måling af indikatorgas i røggas

Ved forbrænding af naturgas eller biogas med ca. 89% methan opnås typisk en røggas med nedenstående data:

Vand:	16%
Ilt	4,04% (tør) hhv. 3,39% våd
Kuldioxid	9,83% (tør) hhv. 8,25% våd

Den våde prøve skal derfor tilstræbes fortyndet 8 gange. Efter fortynding af 1 del våd røggas (16% vand og 84% tørre gasser) med 7 dele tør nitrogen er koncentrationerne i prøven:

$$\text{Ilt: } \frac{4,04\%, \text{tør} * (1 * 84)}{1 * 84 + 7 * 100} = 0,43\%, \text{tør hhv. } \frac{3,39\%, \text{våd}}{8} = 0,42\%, \text{våd}$$

$$\text{Kuldioxid: } \frac{9,83\%, \text{tør} * (1 * 84)}{1 * 84 + 7 * 100} = 1,05\%, \text{tør hhv. } \frac{8,25\%, \text{våd}}{8} = 1,03\%, \text{våd}$$

Da indholdet af kuldioxid er højere end ilt, vælges denne som indikatorgas.

$$\text{Fortyndingsfaktoren beregnet på våd måling af kuldioxid er } \frac{8,25\%, \text{våd}}{1,03\%, \text{våd}} = 8,0$$

$$\text{Fortyndingsfaktoren beregnet på tør måling af kuldioxid er } \frac{9,83\%, \text{tør} * (100 - 16\%)}{1,05\%, \text{tør} * (100 - 2)} = 8,0$$

Hvis der ikke var blevet korrigeret for vand, ville fortyndingsfaktoren være blevet 9,3.

Beregning af usikkerhed for fortyndingsfaktor baseret på våd måling af indikatorgas

Usikkerheden ($i_{\text{kuldioxid,koncentreret,våd}}$) på en kuldioxidmåling må ifølge standarden for kuldioxidmåling (ref.) ikke overstige 3% relativt ($k = 1$). Influenserne beregnes af Formel 15 og Formel 16. Det giver hhv.

$$i_{\text{kuldioxid,koncentreret,våd}} = 8,25\% * 0,03 = 0,248\% \text{ og}$$

MEL-13: ??-2023**Bestemmelse af koncentrationer af lugt i strømmende gas**

$$i_{\text{kuldioxid,fortyndet,våd}} = 1,03\% * 0,03 = 0,031\%$$

Ved indsættelse af influenserne (Formel 15 og Formel 16) og usikkerhederne for hver parameter i den generelle Formel 6 kan usikkerhedsbidragene beregnes:

$$u_{C_{i\text{-gas,koncentreret,våd}}} = \frac{1}{1,03\%} * 0,248\% = 0,24$$

$$u_{C_{i\text{-gas,fortyndet,våd}}} = \frac{8,25}{-1 * 1,03^2} * 0,031\% = -0,24$$

Den samlede usikkerhed beregnes ved hjælp af Formel 7.

$$u_{\text{total}} = \sqrt{0,24^2 + -0,24^2} = 0,34$$

Den relative usikkerhed på fortyndingsgraden baseret på våd måling af indikatorgas er således

$$\frac{0,34}{8,0} * 100\% = 4,2\% \text{ og dermed inden for kravet på } 10\%$$

Beregning af usikkerhed for fortyndingsfaktor baseret på tør måling af indikatorgas

$$i_{\text{kuldioxid,koncentreret,tør}} = 9,83\% * 0,03 = 0,29\%$$

$$i_{\text{kuldioxid,fortyndet,tør}} = 1,05\% * 0,03 = 0,032\%$$

$$i_{\text{vand,koncentreret}} = 16\% * 0,04 = 0,64\%$$

$$i_{\text{vand,fortyndet}} \frac{0,5\%}{\sqrt{3}} = 0,29\% - \text{vand, fortyndet måles ikke, og der antages en maksimal fejl på } 0,5\% \text{ absolut.}$$

Ved indsættelse af influenserne (Formel 18, Formel 19,

Formel 20 og Formel 21) og usikkerhederne for hver parameter i den generelle Formel 6 kan usikkerhedsbidragene beregnes

$$I_{C_{\text{kuldioxid,koncentreret,tør}}} = \frac{(100-16)}{1,05*(100-2)} = 0,81$$

$$I_{C_{\text{kuldioxid,fortyndet,tør}}} = \frac{9,83*(100-16)}{(-1)*1,05^2*(100-2)} = 7,6$$

$$I_{C_{\text{vand,koncentreret}}} = \frac{9,83*(-1)}{1,05*(100-2)} = 0,095$$

$$I_{C_{\text{vand,fortyndet}}} = \frac{9,83*(100-16)}{1,05*(100-2)^2} = 0,082$$

$$u_{C_{\text{kuldioxid,koncentreret,tør}}} = 0,81 * 0,29 = 0,24$$

$$u_{C_{\text{kuldioxid,fortyndet,tør}}} = -7,6 * 0,032 = -0,24$$

$$u_{C_{\text{vand,koncentreret}}} = -0,095 * 0,64 = -0,061$$

$$u_{C_{\text{vand,fortyndet}}} = 0,082 * 0,29 = 0,024$$

$$u_{\text{total}} = \sqrt{0,24^2 + (-0,24)^2 + (-0,061)^2 + 0,024^2} = 0,35$$

Den relative usikkerhed på fortyndingsgraden baseret på våd måling af indikatorgas er således

$$\frac{0,35}{8,0} * 100\% = 4,3\% \text{ og dermed inden for kravet på } 10\%$$

De ekstra usikkerhedsbidrag fra vandmålingen i koncentreret gas hhv. estimeret i fortyndet gas, har marginal betydning i dette tilfælde.