

Ermittlung der Messunsicherheit in der Olfaktometrie in Anlehnung an den Internationalen Standard ISO 20988

Frank Müller, Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz NRW, Recklinghausen

1. Einleitung

Gemäß dem Europäischen Standard EN ISO/IEC 17025 müssen Messlabore über ein Verfahren zur Bestimmung der Messunsicherheit verfügen und dieses auch anwenden. Damit bei der Darstellung der Messergebnisse kein vollkommen falscher Eindruck hinsichtlich der Messunsicherheit entsteht, sollte zumindest eine sinnvolle Abschätzung vorgenommen werden. Dabei sollten alle Komponenten berücksichtigt werden, die hinsichtlich der Messunsicherheit von Bedeutung sind.

Im Folgenden werden die Ergebnisse von unabhängigen olfaktometrischen Messungen mit zwei verschiedenen Prüferkollektiven dargestellt. Basierend auf diesen Daten wird dann die Messunsicherheit von olfaktometrischen Messungen mit Hilfe des direkten Ansatzes (Doppelbestimmungen) nach dem Internationalen Standard ISO 20988 abgeschätzt.

2. Geruchsemissionsmessungen und Olfaktometrische Analyse

Die Geruchsemissionsmessungen haben an einem Versuchstall für Schweinemast der Landwirtschaftskammer Nordrhein-Westfalen stattgefunden. Für die Probenahme wurden zwei Teflonschläuche direkt nebeneinander an einer Führungsstange befestigt (Bild 1). Somit konnten zeitgleich zwei Proben an derselben Messstelle gezogen werden. Insgesamt wurden an 18 Messtagen mehr als 100 Doppelproben gezogen und ausgewertet.



Bild 1: Probenahmeeinrichtung

An jedem Messtag wurden die Geruchsstoffkonzentrationen von bis zu zehn unabhängigen Proben aus der Abluft des Schweinemaststalls und von zwei unabhängigen Proben aus der Abluft des Ferkelaufzuchtstalls bestimmt. Dazu wurden die Geruchsstoffproben unmittelbar vor Ort im Geruchslabor des LANUV ausgewertet.

In den nachfolgenden Tabellen sind die Ergebnisse der ersten Messungen aufgelistet. Tabelle 1 enthält die Ergebnisse der Messungen am Schweinestall, die an den ersten fünf Mess- tagen stattgefunden haben. In Tabelle 2 sind die Ergebnisse der Messungen am Ferkelauf- zuchtstall für die ersten zehn Messtage dargestellt. Die Ergebnisse der anderen Messungen müssen noch weiter verifiziert werden. Somit wurden insgesamt nur die Ergebnisse der ersten 64 Messungen bei der Auswertung berücksichtigt.

Tabelle 1: Ergebnisse der Messungen am Schweinemaststall

Probenkennung	Schweinemaststall		Probenkennung	Schweinemaststall	
	Labor A [GE/m ³]	Labor B [GE/m ³]		Labor A [GE/m ³]	Labor B [GE/m ³]
01_Pig_01_B	890	510	03_Pig_23_B	940	580
01_Pig_02_A	940	540	03_Pig_24_A	470	340
01_Pig_03_B	940	510	03_Pig_25_B	2400	2400
01_Pig_04_B	940	510	03_Pig_26_B	2400	2200
01_Pig_05_A	710	460	04_Pig_27_A	1100	460
01_Pig_06_A	420	290	04_Pig_28_A	840	380
01_Pig_07_A	420	410	04_Pig_29_A	2200	2000
01_Pig_08_A	450	270	04_Pig_30_A	1900	1700
02_Pig_09_A	630	270	04_Pig_31_A	1700	1300
02_Pig_10_A	560	260	04_Pig_32_A	1300	1900
02_Pig_11_B	630	340	04_Pig_33_B	1800	2000
02_Pig_12_A	530	360	04_Pig_34_A	1400	1800
02_Pig_13_B	420	380	04_Pig_35_B	2000	1400
02_Pig_14_B	560	270	05_Pig_36_B	1400	1300
02_Pig_15_A	1100	1400	05_Pig_37_A	2400	2600
02_Pig_16_A	1700	1600	05_Pig_38_A	1900	1900
02_Pig_17_A	1100	1300	05_Pig_39_A	2000	2700
03_Pig_18_A	1100	1100	05_Pig_40_A	2200	2900
03_Pig_19_A	1400	1900	05_Pig_41_A	2400	2600
03_Pig_20_A	1600	1900	05_Pig_42_A	580	1300
03_Pig_21_A	1400	1500	05_Pig_43_A	1400	2400
03_Pig_22_A	1400	2200	05_Pig_44_A	2000	1000

Tabelle 2: Ergebnisse der Messungen am Ferkelaufzuchtstall

Probenkennung	Ferkelaufzuchtstall		Probenkennung	young pig stable	
	Labor A [GE/m ³]	Labor B [GE/m ³]		Labor A [GE/m ³]	Labor B [GE/m ³]
01_YPig_01_B	1300	580	07_YPig_11_A	1800	1500
01_YPig_02_A	710	720	07_YPig_12_A	1900	1100
02_YPig_03_B	1400	810	08_YPig_13_A	2100	3600
02_YPig_04_B	1000	770	08_YPig_14_A	1900	1600
03_YPig_05_A	1200	1400	09_YPig_15_A	3400	2300
03_YPig_06_A	1100	1000	09_YPig_16_A	3000	2300
04_YPig_07_A	1300	1300	10_YPig_17_A	1500	1300
04_YPig_08_A	1300	1500	10_YPig_18_A	1400	900
05_YPig_09_A	1600	1800	11_YPig_19_A	1300	2300
05_YPig_10_A	1400	1300	11_YPig_20_A	750	1000

In Abbildung 1 sind die Werte aus Tabelle 1 für den Schweinemaststall (Spalten 2 und 3) gegenübergestellt.

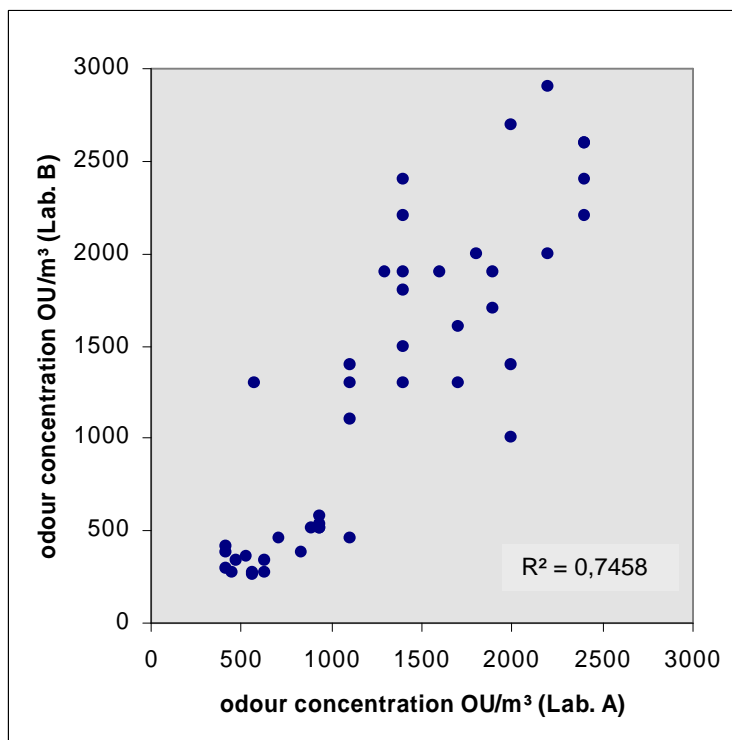


Abbildung 1: Vergleich der werte für den Schweinemaststall

Es wurde eine gute Korrelation ($R^2 = 0,7458$) zwischen den Werten des Labors A und denen des Labors B erzielt.

In Abbildung 2 sind die Werte aus Tabelle 2 für den Ferkelaufzuchtstall (Spalten 2 und 3) gegenübergestellt.

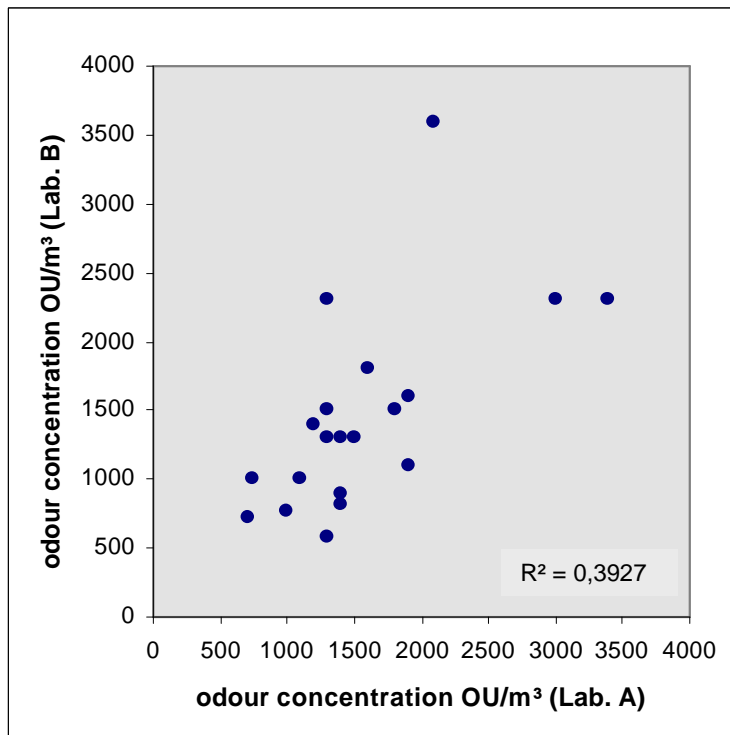


Abbildung 2: Vergleich der Werte für den Ferkelaufzuchtstall

Für diese Geruchsquelle ist die Korrelation zwischen den Werten des Labors A und denen des Labors B nicht so gut ($R^2 = 0,3927$). Worauf diese Unterschiede zwischen den beiden Geruchsquellen zurückzuführen sind ist derzeit nicht ganz klar. Es sind auf jeden Fall noch weitere Auswertungen notwendig um eine bessere Datengrundlage zu erhalten.

3. Messunsicherheit

Grundsätzlich weist jedes Messverfahren gewisse Unzulänglichkeiten und Unvollkommenheiten auf, die das Ergebnis der Messung beeinflussen. Selbst bei sorgfältig geplanten und ausgeführten Messungen gibt es Einflussgrößen, die nicht ganz ausgeschlossen werden können.

Damit ein Messergebnis weiterverwendet und richtige Schlussfolgerungen gezogen werden können, muss eine Aussage über die Qualität des Ergebnisses gemacht werden, das heißt über den Wertebereich, in dem das Messergebnis normalerweise liegen kann. Aus diesem Grund wurde ein einheitliches und universelles Verfahren entwickelt nach welchem die

Messunsicherheit ermittelt und beschrieben werden kann. Dieses Verfahren wurde im „Leitfaden zur Angabe der Messunsicherheit beim Messen“ (GUM) veröffentlicht und hat sich in vielen Bereichen der Messtechnik zum Standardverfahren zur Ermittlung der Messunsicherheit etabliert.

Die Messunsicherheit ist Bestandteil des Messergebnisses. Sie ist nach GUM ein dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden können.

Der GUM sieht zwei grundsätzlich verschiedene Ansätze für die Bestimmung der Messunsicherheit vor: Die direkte und die indirekte Methode. Die Anwendung des GUM in den verschiedenen Bereichen der Messung der Luftbeschaffenheit wird in der internationalen Norm DIN EN ISO 20988 beschrieben.

4. Ermittlung der Messunsicherheit von Olfaktometrischen Messungen

In diesem Kapitel wird die Ermittlung der Messunsicherheit von Olfaktometrischen Messungen in Anlehnung an die internationale Norm DIN EN ISO 20988 [5] mit Hilfe des direkten Ansatzes beschrieben. Bei der direkten Methode wird auf die schrittweise Betrachtung und Bestimmung der einzelnen Unsicherheitsbeiträge in einer Reihe von Abläufen, die zu einer Messung gehören, verzichtet. Stattdessen wird mit zwei identischen – aber völlig unabhängigen – Messeinrichtungen die Probenahme und die Analytik vorgenommen: Das Verfahren der Doppelbestimmung. Die internationale Norm DIN EN ISO 20988 legt für Doppelbestimmungen konkrete Elemente der Unsicherheitsermittlung fest, die in Tabelle 2 aufgelistet sind.

Als Unsicherheitsparameter sind für diese Untersuchung die Standardunsicherheit $u(y)$ in Einheiten von y und die erweiterte Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ ebenfalls in Einheiten von y von Bedeutung.

Die erweiterte Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ beschreibt ein Intervall $[y-U_{0,95}(y);y+U_{0,95}(y)]$ um das Messergebnis y , von dem erwartet wird, dass es 95 % der Werte, die vernünftigerweise der Messung zugeordnet werden könnten, umfasst.

Tabelle 3: Elemente der Unsicherheitsermittlung für Doppelbestimmungen

Schritt	Element	Anweisung
1	Problembeschreibung	
	Untersuchte Größe	Messergebnis y
	Eingangsdaten	Messergebnisse $y(1,j)$ und $y(2,j)$ mit $j = 1$ bis N
	Referenzwerte	Mittelwerte $y_R(j) = (y(1,j) + y(2,j))/2$
	Zusatzinformationen	Annahme einer konstanten Unsicherheit $u(y)$.
2	Statistische Analyse	
	Statistische Modellgleichung	$y(1,j) = y_R(j) + e(1,j)$ $y(2,j) = y_R(j) + e(2,j)$ mit den Abweichungen $e(1,j) = (y(1,j) - y(2,j))/2$ und $e(2,j) = -e(1,j)$
	Varianzgleichung	$\text{var}(y(1,j)) = \text{var}(y(1,j))/2 + \frac{1}{4 \cdot N} \sum_{j=1}^N (y(1,j) - y(2,j))^2$ $\text{var}(y(2,j)) = \text{var}(y(1,j))$
	Bias	$u_B(y) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N (y(1,j) - y(2,j))$
	Kovarianz	$\text{cov}(y_R(j), e(k,j)) = 0$
3	Ermittlung der Unsicherheitsparameter	
	Standardunsicherheit	$u(y) = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot N} \sum_{j=1}^N (y(1,j) - y(2,j))^2}$
	Anzahl der Freiheitsgrade	Für $u_B^2(y) \leq 0,5 \cdot u^2(y)$ gilt $v = N$
	Anwendungsbereich	$\min(y) \leq y \leq \max(y)$

Nachfolgend werden für die Geruchsmessungen am Schweinemaststall und am Ferkelaufzuchtstall die Unsicherheitsparameter Standardunsicherheit $u(y)$ und erweiterte 95%-Unsicherheit $U_{0,95}(y)$ bestimmt. Als Eingangsdaten für die statistische Analyse können als Messergebnisse $y(1,j)$ und $y(2,j)$ die Werte aus Tabelle 1 und 2 verwendet werden.

Die Ergebnisse der Unsicherheitsanalyse sind für die Messungen am Schweinemaststall in Tabelle 4 dargestellt. Im Anwendungsbereich von 260 bis 2900 GE/m³ beträgt die Standardunsicherheit $u(y)$ 299 GE/m³. Die erweiterte 95%-Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ beträgt in diesem Anwendungsbereich 625 GE/m³.

Tabelle 4: Ergebnisse für die Messungen am Schweinemaststall

Element	Anweisung	Ergebnis
Standardunsicherheit	$u(y) = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot N} \sum_{j=1}^N (y(1, j) - y(2, j))^2}$	299 GE/m ³
Bias	$u_B(y) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N (y(1, j) - y(2, j))$	26 GE/m ³
Anzahl der Freiheitsgrade	$\nu = N$, da $u_B^2(y) \leq 0,5 \cdot u^2(y)$	44
Erweiterungsfaktor	$k_{0,95}^*$	2,09
Erweiterte Messunsicherheit von y	$U_{0,95}(y) = k_{0,95} \cdot u(y)$	625 GE/m ³
Anwendungsbereich	$\min(y) \leq y \leq \max(y)$	260 GE/m ³ < y < 2900 GE/m ³

k : Aus einer Studentschen t -Verteilung ermittelter Erweiterungsfaktor als Funktion der Überdeckungswahrscheinlichkeit p und der Anzahl der Freiheitsgrade ν .

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Unsicherheitsanalyse für die Messungen am Ferkelaufzuchtstall aufgeführt.

Tabelle 4 Ergebnisse für die Messungen am Ferkelaufzuchtstall

Element	Anweisung	Ergebnis
Standardunsicherheit	$u(y) = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot N} \sum_{j=1}^N (y(1, j) - y(2, j))^2}$	424 GE/m ³
Bias	$u_B(y) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N (y(1, j) - y(2, j))$	114 GE/m ³
Anzahl der Freiheitsgrade	$\nu = N$, da $u_B^2(y) \leq 0,5 \cdot u^2(y)$	20
Erweiterungsfaktor	$k_{0,95}^*$	2,09
Erweiterte Messunsicherheit von y	$U_{0,95}(y) = k_{0,95} \cdot u(y)$	884 GE/m ³
Anwendungsbereich	$\min(y) \leq y \leq \max(y)$	580 GE/m ³ < y < 3600 GE/m ³

k : Aus einer Studentschen t -Verteilung ermittelter Erweiterungsfaktor als Funktion der Überdeckungswahrscheinlichkeit p und der Anzahl der Freiheitsgrade ν .

Für die Messungen am Ferkelaufzuchtstall werden mit Hilfe der Unsicherheitsanalyse im Anwendungsbereich von 580 bis 3600 GE/m³ eine Standardunsicherheit $u(y)$ von 424 GE/m³ und eine erweiterte 95%-Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ von 884 GE/m³ bestimmt.

5. Schlussbetrachtung

Mit Hilfe von zwei Unsicherheitsanalysen nach DIN EN ISO 20988 konnten für Geruchsemissionsmessungen an zwei verschiedenen Emissionsquellen die Standardunsicherheit $u(y)$ und die erweiterte Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ bestimmt werden. In einem Anwendungsbereich von 260 bis 2900 GE/m³ (Schweinemaststall) liegen die Standardunsicherheit $u(y)$ im Bereich von 299 GE/m³ und die erweiterte 95%-Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ im Bereich von 625 GE/m³. In einem Anwendungsbereich von 580 bis 3600 GE/m³ (Ferkelaufzuchtstall) betragen die Standardunsicherheit $u(y)$ und die erweiterte 95%-Messunsicherheit $U_{0,95}(y)$ 424 GE/m³ bzw. 884 GE/m³.

Die vorgenannten Unsicherheiten sind ein weiterer Hinweis auf die Messunsicherheit in der Olfaktometrie. Um gesicherte Aussagen zur Messunsicherheit treffen zu können sind ähnliche Untersuchungen (ggf. weitere Doppelbestimmungen) erforderlich.

Literatur

TA Luft 2002

Feststellung und Beurteilung von Geruchsimmissionen (Geruchsimmissions-Richtlinie - GIRL) 2004 mit Begründung und Auslegungshinweisen.

DIN EN 13725 Luftbeschaffenheit - Bestimmung der Geruchsstoffkonzentration mit dynamischer Olfaktometrie. Berlin: Beuth 2003

Leitfaden zur Angabe der Messunsicherheit beim Messen. Hrsg.: DIN. Berlin: Beuth 1995

DIN EN ISO 20988: Luftbeschaffenheit – Leitfaden zur Schätzung der Messunsicherheit. Berlin: Beuth 2007

Mannebeck, D., Hauschildt, H., Mannebeck, B.:2007, Messunsicherheit in der Olfaktometrie – Übertragbarkeit von Referenzstoffuntersuchungen auf Umweltgerüche und Anwendung der VDI 4219-E