

VDI Wissensforum

Vergleichsuntersuchung zur Ermittlung der Unsicherheit von Geruchsmessungen

Validierung der methodischen Vorgaben zur Bestimmung der Messunsicherheit der Olfaktometrie entsprechend der neuen DIN EN 13725:2022

BUA Workshop 13.03.2024, München
Geruch – Emissionen und Immissionen

Ausgangssituation

Bisherige Vorgehensweise zur Ermittlung der Messunsicherheit

- Die DIN EN 13725:2003 machte bisher keine direkte Aussage zur Messunsicherheit.
- Gemäß VDI 3884-1 wird der 95%-Vertrauensbereich mittels tagesaktueller Standardabweichung des Labors für n-Butanol gebildet.
- Kein Bezug auf Umweltproben; Probenahme nicht berücksichtigt.
- Ergebnisse aus Ringversuchen der HLNUG zeigen deutlich größere Messunsicherheiten.

Aktuelle Vorgehensweise

- Gemäß DIN EN 13725:2022 wird die Messunsicherheit ermittelt als Kombination von Doppelbestimmungen von Umweltproben und der n-Butanol-Geruchsschwelle der eingesetzten Prüferkollektive.
- Bezug auf n-Butanol weiterhin problematisch.
- Bisher ein theoretischer Ansatz, Überprüfung der Anwendbarkeit fehlt.

Zielstellung

- Durch Vergleichsmessungen an realen Umweltproben solle das Verfahren der DIN EN 13725:2022 zur Bestimmung der Messunsicherheit validiert werden.
- Die Vorgehensweise wurde in der VDI-Arbeitsgruppe „ Bestimmung der Geruchsstoffkonzentration mit dynamischer Olfaktometrie“ festgelegt.

- **Vergleichende Ermittlung der Messunsicherheit** entsprechend den folgenden Verfahren:
  - DIN EN ISO 20988 Methode A7 –Ringversuch zum Vergleich von mehreren Laboren
  - DIN EN ISO 20988 Methode A6 – Doppelbestimmungen mit identischen Messeinrichtungen
  - DIN EN 13725:2022 - Auswertung auf der Basis von Doppelbestimmungen und n-Butanol
  - VDI 3884 Blatt 1 - Auswertung auf Basis der Standardabweichung für n-Butanol
- Auf die Ermittlung der Messunsicherheit nach der indirekten Methode (Betrachtung von Teilschritten des Messverfahrens wird verzichtet.

Projektbeteiligte

- 12 akkreditierte und notifizierte Messinstitute aus Deutschland

IfU GmbH PRIVATES INSTITUT FÜR ANALYTIK
iMA Richter & Röckle Immissionen Meteorologie Akustik
Normec uppenkamp
LUFA NORD-WEST
BERGER&COLOSSER
FIDES Immissionsschutz & Umweltgutachter
TÜVNORD
BUB Braunschweiger Umwelt-Biotechnologie GmbH
MÜLLER-BBM
ANECO
olfasense
MTS Germany Modern Testing Services (Germany) GmbH

- Weitere beteiligte Institutionen

Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz Nordrhein-Westfalen
SACHSEN-ANHALT Landesamt für Umweltschutz
FH MÜNSTER University of Applied Sciences

- Teilfinanzierung des Projektes durch die VDI/DIN-Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL)

Geruchsprobenahme am 11.01.2023

- Auswahl der solarthermischen Klärschlammtrocknung im Bereich der Kläranlage Bottrop.
- Geruchsprobenahme aus der Raumluft zweier Trocknungshallen (Halle 3, Halle 19).
- Für alle Institute zeitgleiche Probenahme der Doppelproben.
- Vorgegebene zeitliche Taktung.
- Zwei unterschiedliche Konzentrationsniveaus.
- insgesamt 20 Doppelproben je Institut.
- Voruntersuchungen zeigten eine Lagerfähigkeit der Proben von bis zu 30 Stunden.
- Olfaktometrische Auswertung am Folgetag im vorgegebenen zeitlichen Abstand



Quelle: Emschergenossenschaft

Geruchsprobenahme am 11.01.2023



Geruchsprobenahme am 11.01.2023



Olfaktometrische Auswertung

- Die olfaktometrischen Auswertungen erfolgten am 12.1.2023
- Eingesetzt wurden Olfaktometer der Typen TO7, TO8, TO8 evolution sowie TO9 evolution.
- Einsatz von mindestens 8 Prüfer*innen.
- Die Teams für eine Doppelbestimmung mussten komplett unterschiedlich sein.
- Jedes der 20 eingesetzten Teams muss sich um mindestens einen Prüfer unterscheiden
- Synchronisation des Messablaufs durch Vorgabe von Startzeiten.
- Für jeden Prüfer wurde zweimal mit je drei Durchgängen die n-Butanol Geruchsschwelle bestimmt.
- Die n-Butanol Kollektiv-Geruchsschwelle wurde für jedes Team rechnerisch ermittelt.



Ergebnisse der Messungen

Ergebnisse für die Probenahme in Halle 19

- Geruchsstoffkonzentration im Mittel bei 190 GE/m³ (alle Teilnehmer)
- Spanne der Ergebnisse zwischen 68 GE/m³ und 440 GE/m³

Ergebnisse für die Probenahme in Halle 03

- Geruchsstoffkonzentration im Mittel bei 800 GE/m³ (alle Teilnehmer)
- Spanne der Ergebnisse zwischen 140 GE/m³ und 4.000 GE/m³

Ergebnisse für n-Butanol

- Geruchsschwellenkonzentration der Kollektive zwischen 25 ppb und 74 ppb
- im Mittel bei 48 ppb (alle Teilnehmer)

Einhaltung normativer Vorgaben

- Anonymisierte Auswertung (Teilnehmernummern T01 bis T12).
- intensive Prüfung auf Normkonformität nach DIN EN 13725:2022.
- Nutzung von Audit-Checklisten.
- Prüfkriterien:
  - Durchführung Probenahme
  - Verwendetes Equipment (Probenehmer, Sonden, Olfaktometer, etc.)
  - Probentransport, Probenlagerung
  - Auswahl der Prüfer / Prüfereignung
  - Durchführung der Olfaktometrie

➡ Probenahme, Probentransport und Probenlagerung zeigten **keine relevanten Auffälligkeiten**

➡ **Abweichungen** im Bereich Prüferauswahl und olfaktometrischer Durchführung

Einhaltung normativer Vorgaben

Abweichungen bei der Prüferauswahl und der olfaktometrischen Messung

- Geruchswahrnehmungen einzelner Prüfer*innen in der Startstufe
- Mehr als 20 % Nullprobenfehler einzelner Prüfer*innen
- Einsatz nicht geeignete Prüfer*innen
- nicht ausreichend getestete Prüfer*innen
- identische Prüferkollektive bei Auswertung der Proben eines Probensatzes
- fehlende Passivierung des Olfaktometers

Konsequenzen für die Auswertung

Da die normativen Vorgaben teilweise nicht erfüllt werden konnten, wurden zur Angabe von Referenzwerten zwei Auswertevarianten festgelegt:

Auswertevariante 1:

- Komplettausschluss der Teilnehmer T03, T06, T11

Auswertevariante 2:

- Komplettausschluss der Teilnehmer T03, T06, T11
- Ausschluss von Einzelergebnissen von T05, T07 und T08

Auswertemethoden

DIN EN ISO 20988, Methode A7 - Messunsicherheit auf der Basis eines Ringversuchs

- Vergleich der Ergebnisse der Institute/Labore untereinander.
- Bezug auf einen Referenzwert (geometrischer Mittelwert der Geruchsstoffkonzentration).

DIN EN 13725:2022, DIN EN ISO 20988, Methode A6, VDI 3884 Blatt 1

- Ermittlung der Messunsicherheit für die Ergebnisse eines Instituts/Labors.
- Ermittlung der Messunsicherheit für die Gesamtheit der Ergebnisse aller Institute/Labore.
- Vergleich der Messunsicherheiten verschiedener Auswertemethoden.

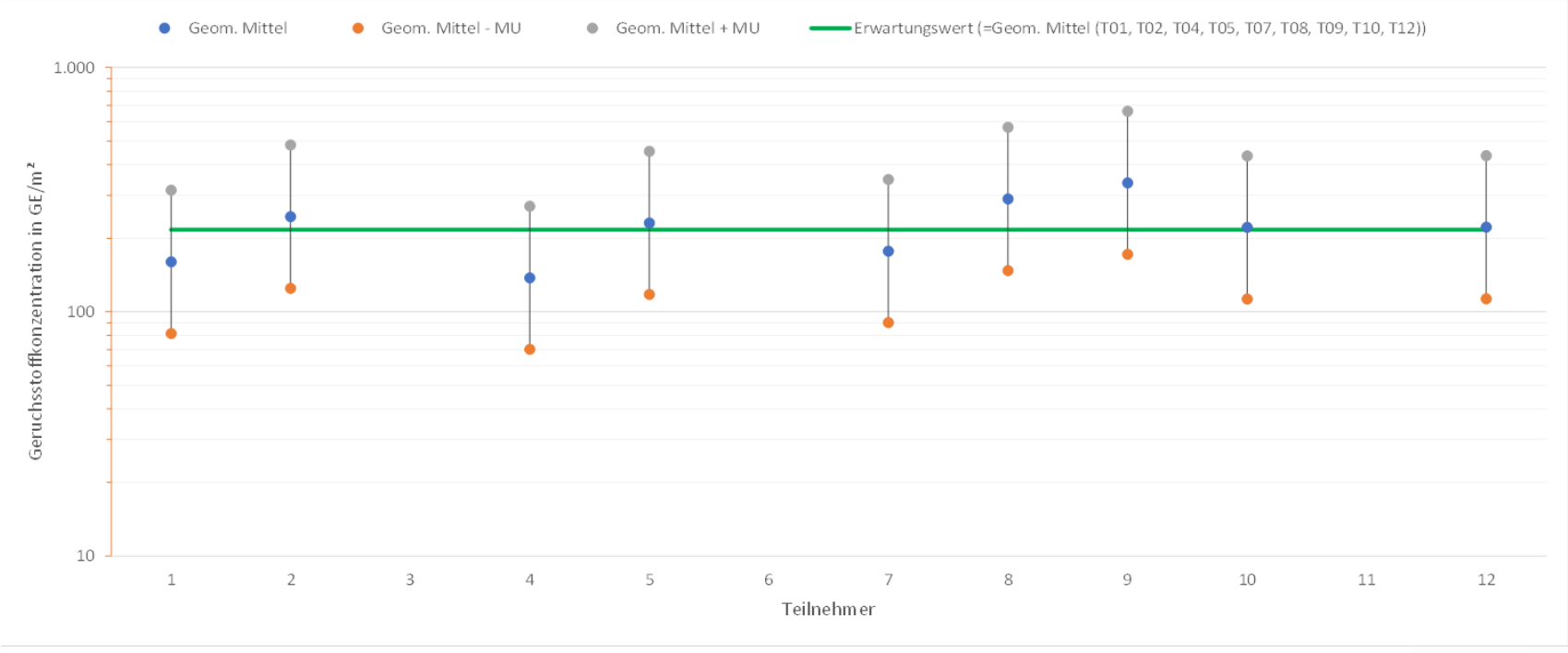
DIN EN ISO 20988 Methode A7

Messunsicherheit auf der Basis eines Ringversuchs

Element	Halle 19		Halle 03	
	Variante 1	Variante 2	Variante 1	Variante 2
Referenzwert	220 GE/m³	220 GE/m³	1.300 GE/m³	1.400 GE/m³
Erweiterte Messunsicherheit	2,93 dB_{od}	3,15 dB_{od}	2,87 dB_{od}	2,81 dB_{od}
Referenzwert – MU	110 GE/m³	110 GE/m³	690 GE/m³	710 GE/m³
Referenzwert + MU	430 GE/m³	450 GE/m³	2.600 GE/m³	2.600 GE/m³

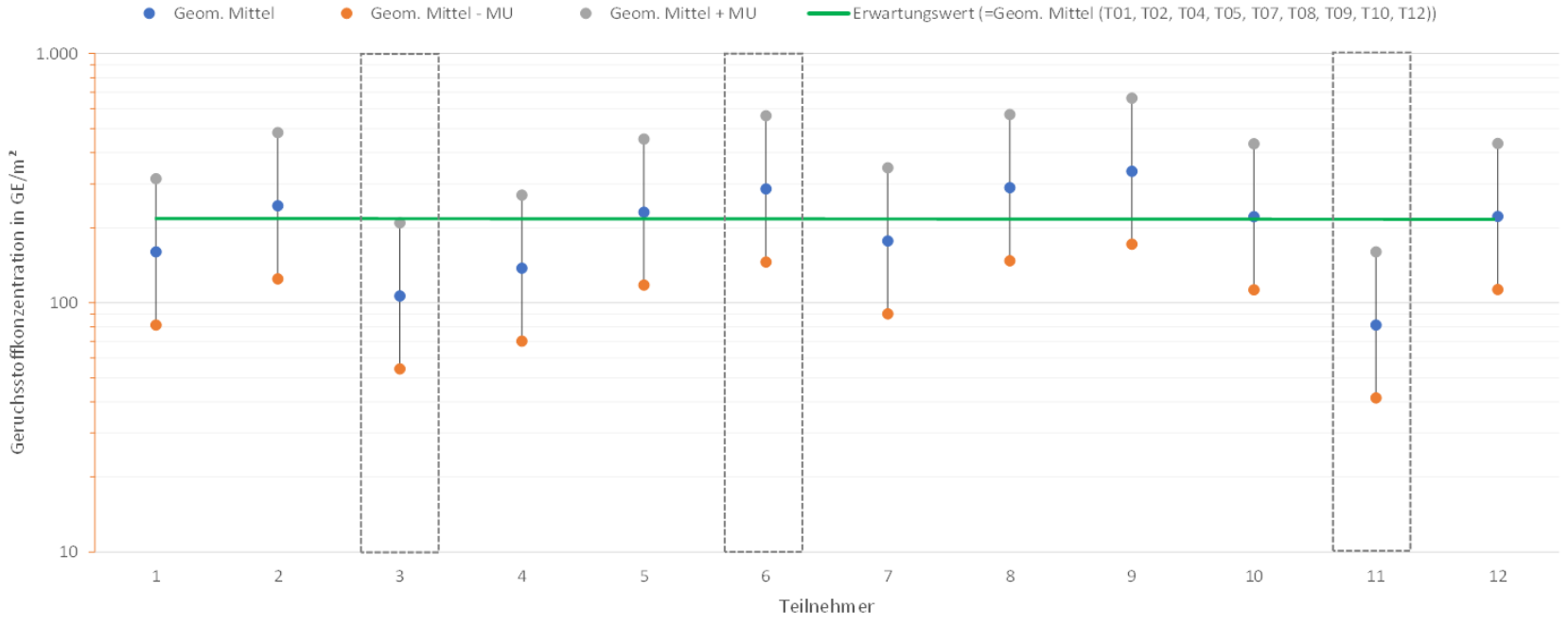
DIN EN ISO 20988 Methode A7

Halle 19 (Proben 1 bis 5) Auswertevariante 1



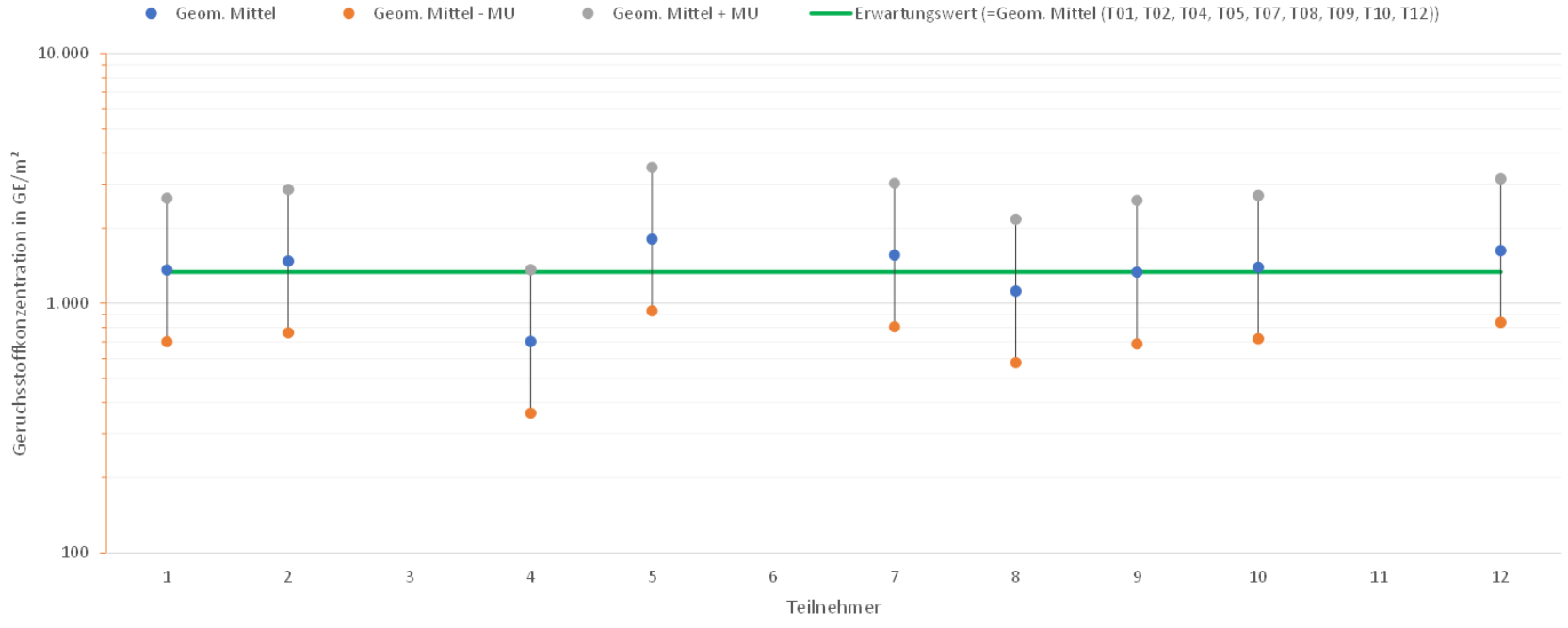
DIN EN ISO 20988 Methode A7

Halle 19 (Proben 1 bis 5) Auswertevariante 1 – mit ausgeschlossenen Teilnehmern



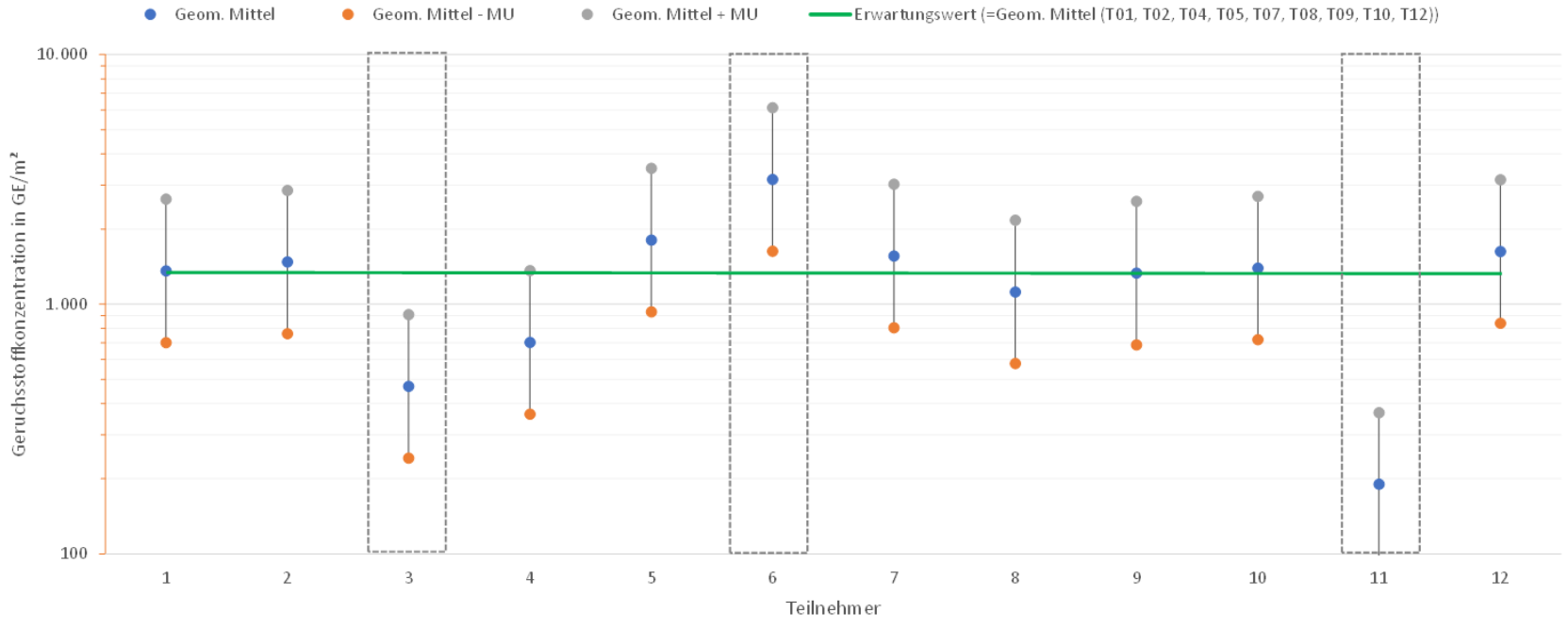
DIN EN ISO 20988 Methode A7

Halle 03 (Proben 6 bis 8) Auswertevariante 1



DIN EN ISO 20988 Methode A7

Halle 03 (Proben 6 bis 8) Auswertevariante 1 – mit ausgeschlossenen Teilnehmern



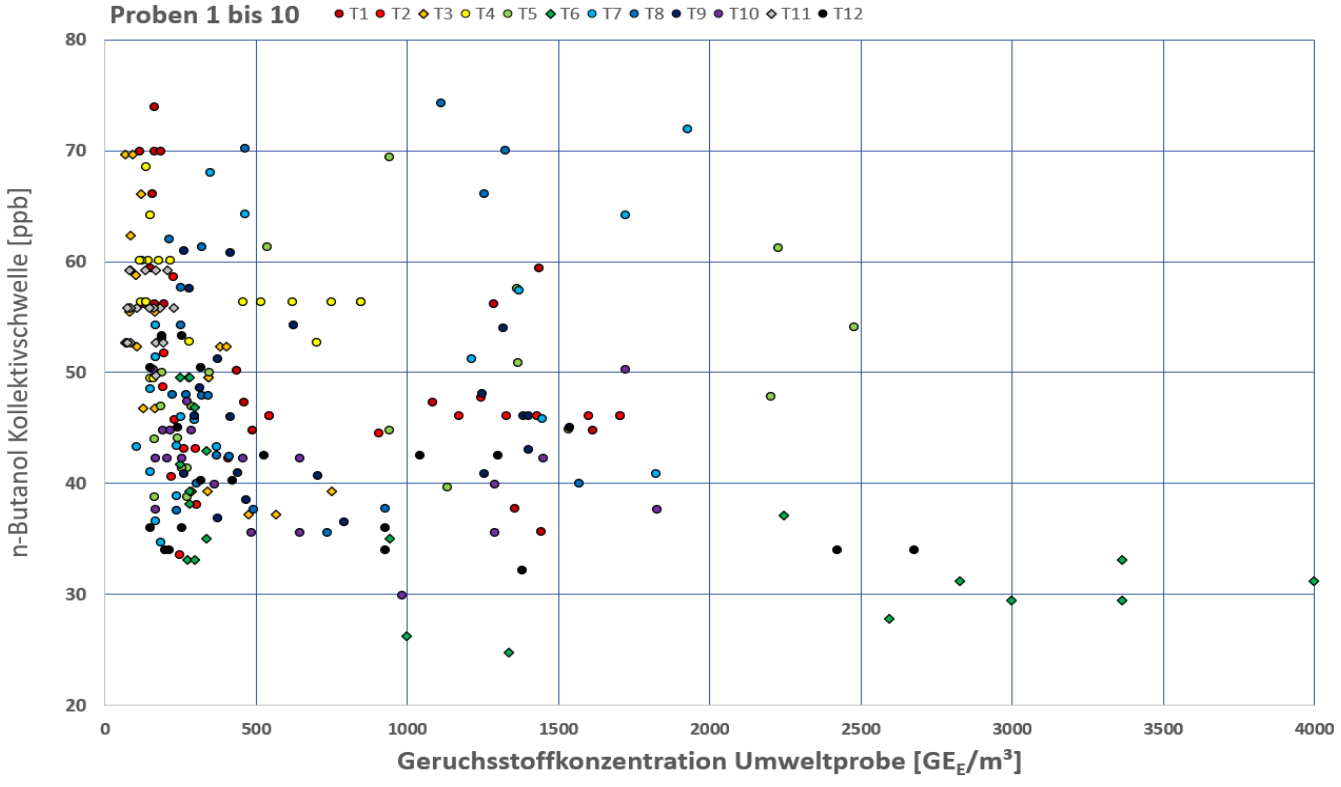
Vergleich Unsicherheitsermittlung

Teilnehmer	Messunsicherheit (gesamt) in dB_{od}			
	VDI 3884 Bl. 1 (für 3 Proben)	DIN EN 13725:2022	DIN EN ISO 20988 A6	
			Umweltproben	n-Butanol
T01	-0,92 / +0,92	-1,79 / + 4,35	-1,69 / +1,69	-1,84 / +1,84
T02	-1,16 / +1,16	-1,34 / + 2,41	-1,59 / +1,59	-1,84 / +1,84
T03	-1,41 / +1,41	-2,08 / + 4,10	-3,25 / +3,25	-1,92 / +1,92
T04	-1,50 / +1,50	-0,86 / + 3,95	-1,89 / +1,89	-0,91 / +0,91
T05	-1,17 / +1,17	-2,95 / + 4,54	-3,10 / +3,10	-1,82 / +1,82
T06	-0,68 / +0,68	-3,92 / + 2,77	-1,56 / +1,56	-1,82 / +1,82
T07	-1,14 / +1,14	-3,31 / + 4,99	-2,52 / +2,52	-2,31 / +2,31
T08	-1,09 / +1,09	-3,18 / + 4,63	-2,38 / +2,38	-2,33 / +2,33
T09	-1,29 / +1,29	-2,07 / + 3,34	-1,79 / +1,79	-1,79 / +1,79
T10	-0,90 / +0,90	-3,03 / + 3,25	-1,95 / +1,95	-1,51 / +1,51
T11	-0,85 / +0,85	0,02 / + 2,81	-1,03 / +1,03	-0,48 / +0,48
T12	-1,39 / +1,39	-4,19 / + 4,24	-3,86 / +3,86	-2,09 / +2,09
MU-Gesamt	**-1,12 / +1,12**	**-2,36 / + 3,75**	**-2,09 / +2,09**	**-1,60 / +1,60**
MU-Gesamt ohne T03, T06, T11	**-1,17 / +1,17**	**-2,38 / + 3,82**	**-2,15 / +2,15**	**-1,67 / +1,67**

Vergleich Unsicherheitsermittlung

	Ermittlungsmethode			
	VDI 3884 Bl. 1 (für 3 Proben)	DIN EN 13725:2022	DIN EN ISO 20988 A6 Umweltproben	DIN EN ISO 20988 A6 n-Butanol
Bezugswert	1.000 GE/m³	1.000 GE/m³	1.000 GE/m³	1.000 GE/m³
MU-Gesamt [dB_{od}]	**-1,12 / +1,12**	**-2,36 / + 3,75**	**-2,09 / +2,09**	**-1,60 / +1,60**
Bezugswert – MU	770 GE/m³	580 GE/m³	610 GE/m³	690 GE/m³
Bezugswert + MU	1.300 GE/m³	2.400 GE/m³	1.600 GE/m³	1.400 GE/m³
MU-Gesamt [dB_{od}] ohne T03, T06, T11	**-1,17 / +1,17**	**-2,38 / + 3,82**	**-2,15 / +2,15**	**-1,67 / +1,67**
Bezugswert – MU	760 GE/m³	580 GE/m³	610 GE/m³	680 GE/m³
Bezugswert + MU	1.300 GE/m³	2.400 GE/m³	1.600 GE/m³	1500 GE/m³

Korrelation der Geruchsstoffkonzentration der Umweltproben mit der Kollektivschwelle für n-Butanol



Fazit der Untersuchungen I

- Nur normkonform ermittelte Messwerte dürfen in den Referenzwert einfließen. Dies gilt insbesondere bei einem Vergleich mehrerer Messinstitute.
- Bei normkonformer Durchführung von Geruchsmessungen liefern Messinstitute vergleichbare Ergebnisse.

- Das Verfahren **DIN EN ISO 20988, Methode A7** (Ringversuche) ergibt erweiterte Messunsicherheiten (MU) für Umweltproben von **±2,8 bis ±3,2 dBod** (≈ ± Faktor 2).
  - Die MU liegen damit niedriger als bei Ringversuchen für Einzelkomponenten bzw. Stoffgemischen

Fazit der Untersuchungen II

- Das bisherige Verfahren nach **VDI 3884 Blatt 1** weist für Umweltproben im Vergleich zu den anderen Bestimmungsverfahren die geringste MU aus (im Mittel **±1,2 dB_{od}**).

- Das Verfahren nach **DIN EN 13725:2022** weist für Umweltproben die höchsten MU aus. Im Mittel ergeben sich Messunsicherheiten von **-2,4 bis +3,8 dBod**.
  - starke Variation zwischen den Messinstituten. z.T. hohe MU bis -4,2 bzw. +5,0 dB_{od}. Teilweise auch sehr geringe Werte (z. B negative MU von -0,0 dB_{od}).
  - negative und positive MU unterscheiden sich im Betrag.
  - Korrelation zwischen n-Butanol und Umweltproben ist nicht erkennbar.

- Das Verfahren nach **DIN EN ISO 20988, Methode A6** weist für Umweltproben geringere Werte aus als nach DIN EN ISO 20988, Methode A7 (im Mittel **±2,2 dB_{od}**).
  - deutliche Variation zwischen den Messinstituten (MU zwischen ±1,0 und ±3,9 dB_{od}).

- Weitere Anwendung der DIN EN 13725:2022 zur Ermittlung der laborinternen Messunsicherheit ist fachlich fraglich. Die Methode nach DIN EN ISO 20988, A6 erscheint eine geeignete Alternative.

Vergleichsuntersuchung zur Ermittlung der Unsicherheit von Geruchsmessungen

VDI Wissensforum



Gorden Bruyn,
TÜV Nord Umweltschutz GmbH & Co. KG

Boris Zimmermann,
Müller-BBM Industry Solutions GmbH

BUA Workshop 13.03.2024, München
Geruch – Emissionen und Immissionen