



Rijksdienst voor Ondernemend  
Nederland

# Validatieprocedure voor het testen van de gelijkwaardigheid van alternatieve NH3 – concentratie meetmethoden voor stalemissiemetingen

## *Inhoud*

1.	Inleiding .....	2
2.	Normen .....	3
3.	Termen en definities .....	4
4.	Beschrijving alternatieve meetmethode .....	5
4.1	Meetprincipe .....	5
4.2	Prestatiekenmerken .....	5
4.3	Kalibratie- en onderhoudsprocedure .....	6
5.	Validatiemetingen.....	7
5.1	Prestatiekenmerken van AM verifiëren .....	7
5.2	Toepassingsgebied en randvoorwaarden validatieprocedure vaststellen.....	7
5.3	Herhaalbaarheid meetmethode valideren.....	8
5.4	Gelijkwaardigheid AM en SRM valideren .....	9
6.	Rapport met bevindingen en aanbevelingen .....	10
	Literatuur.....	11
	Bijlage 1 Overzichtstabel van de concentratiemetingen die uitgevoerd moeten worden voor de validatieprocedure voor herhaalbaarheid van meetmethoden en gelijkwaardigheid van AM en SRM ...	12

## 1. Inleiding

In het meetprotocol voor ammoniak (Ogink e.a., 2013) is een lijst opgesteld met toegestane meetmethoden (referentiemethode, RM) voor het vaststellen van de ammoniakconcentratie en het ventilatiedebiet in stallen (Tabel 1).

**Tabel 1.** Toegestane meetmethodes voor vaststelling NH<sub>3</sub>-concentratie en ventilatiedebiet (Ogink e.a., 2013)

Meetmethoden	Omschrijving in literatuur
<b>NH<sub>3</sub>-Concentratie</b>	<b>NH<sub>3</sub>-Concentratie</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• NO<sub>x</sub>-monitor + NH<sub>3</sub> converters</li> <li>• Fotoakoestische monitor*</li> <li>• NH<sub>3</sub>-vangsysteem (gaswasflessen, denuders)</li> <li>• FTIR-spectrometer</li> <li>• Open pad TDL (laser)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• van Ouwerkerk (1993); Bleijenberg en Ploegaert (1994); Mosquera <i>et al.</i> (2002); Anonymus (1996)</li> <li>• van Ouwerkerk (1993); Mosquera <i>et al.</i> (2002); Anonymus (1996)</li> <li>• van Ouwerkerk (1993); Mosquera <i>et al.</i> (2002)</li> <li>• Mosquera <i>et al.</i> (2002)</li> <li>• Mosquera <i>et al.</i> (2005);</li> </ul>
<b>Ventilatiedebiet</b>	<b>Ventilatiedebiet</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Meetventilator</li> <li>• Geïnjecteerd tracergas</li> <li>• Natuurlijk aanwezig tracergas (CO<sub>2</sub>), berekend met CIGR-rekenmethodiek (2008), met inachtneming van extra CO<sub>2</sub> uit verwarmingssystemen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• van Ouwerkerk (1993); Bleijenberg en Ploegaert (1994); Mosquera <i>et al.</i> (2002); Anonymus (1996)</li> <li>• Mosquera <i>et al.</i> (2002)</li> <li>• Mosquera <i>et al.</i> (2002); Pedersen <i>et al.</i> (2008)</li> </ul>

\* *niet toe te passen waar concentratieniveaus lager dan 2 ppm te verwachten zijn*

Het meetprotocol laat toe om alternatieve meetmethoden (AM) te gebruiken, mits de gelijkwaardigheid van deze alternatieve methoden in termen van herhaalbaarheid en juistheid ten opzichte van een van de referentiemethoden kan worden aangetoond. Het doel van deze notitie is om binnen het kader van het genoemde meetprotocol een validatieprocedure op te stellen voor het testen van de herhaalbaarheid en de gelijkwaardigheid van alternatieve NH<sub>3</sub>-concentratie meetmethoden ten opzichte van een te definiëren standaard referentiemethode (SRM).

De volgende aspecten worden in deze procedure beschreven:

1. Normen en standaarden waarop deze procedure is gebaseerd (hoofdstuk 2).
2. Termen en definities (hoofdstuk 3).
3. Beschrijving alternatieve meetmethode (hoofdstuk 4).
4. Validatiemetingen: procedure en eisen voor gelijkwaardigheid van meetmethoden (hoofdstuk 5).
5. Beschrijving rapportage bevindingen en aanbevelingen (hoofdstuk 6).

## 2. Normen

Deze validatieprocedure maakt gebruik van de volgende documenten :

CEN/TS 14793. Stationary source emission. Intralaboratory validation procedure for an alternative method compared to a reference method.

NEN EN ISO 20988:2007 Air quality: Guidelines for estimating measurement uncertainty

NEN ISO 21748:2010 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.

NEN-EN 12341. Luchtkwaliteit. Bepaling van de PM10 fractie van zwevend stof. Referentiemethode en veldonderzoek om de referentie-gelijkwaardigheid aan te tonen van meetmethoden.

EN2826. Luchtkwaliteit - Uitworp van stationaire puntbronnen - Monsterneming en bepaling van het gehalte aan gasvormig ammoniak.

### 3. Termen en definities

In dit document worden de volgende termen en definities toegepast:

1. Alternatieve meetmethode (AM). Methode waarvan verwacht wordt dat zij gelijkwaardig is aan een van de referentiemethoden, zoals beschreven in de lijst met toegestane meetmethoden van het meetprotocol, maar waarvoor dat nog niet aangetoond is..
2. Referentiemethode (RM). Meetmethode die toegestaan is voor het meten van de concentratie van een bepaalde component onder bepaalde omstandigheden. Voor het meten van de NH<sub>3</sub>-concentratie in huisvestingssystemen is een lijst opgesteld en gerapporteerd in het NH<sub>3</sub>-protocol.
3. Standaard referentiemethode (SRM). Referentiemethode die gebruikt wordt om de AM te valideren.
4. Concentratiegebied. Concentratieniveau waar de meetmethode toegepast kan worden. Dit wordt bepaald door de laagste concentratieniveau die door de meetmethode gemeten kan worden (ondergrens) en de hoogste concentratieniveau die door de meetmethode gemeten kan worden (bovengrens).
5. Drift. Verandering in de respons (concentratie) van het instrument in de tijd, onder dezelfde meetomstandigheden.
6. Responstijd. De responstijd wordt bepaald vanaf het moment dat de concentratie is aangeboden, tot het moment dat het instrument een concentratiewaarde bereikt die 90% is van de aangeboden concentratie.
7. Juistheid (trueness). De overeenstemming tussen het verwachte meetresultaat van een meting en de werkelijke meetwaarde. De meting moet een getal opleveren, dat geen systematische afwijking van de werkelijke waarde oplevert.
8. Kalibratie. Procedure opgesteld om, onder gecontroleerde omstandigheden, systematische fouten direct verbonden aan de meetmethode (bv. drift) op te sporen. Het doel van de kalibratie is de juistheid van de metingen met de meetmethode te verbeteren en systematische fouten te reduceren.
9. Precisie (precision). De overeenstemming tussen onafhankelijke meetresultaten verkregen onder voorgeschreven condities. Precisie is enkel verbonden aan toevalsfouten en geeft geen informatie over systematische afwijking van de juiste waarde. De precisie van de meetmethode kan worden bepaald door de standaarddeviatie van deze metingen te berekenen.
10. Herhaalbaarheid (repeatability). De precisie onder herhaalbaarheidscondities.
11. Herhaalbaarheidscondities (repeatability conditions). Meetcondities waarbinnen onafhankelijke meetresultaten van identieke meetobjecten worden verkregen met dezelfde meetmethode in dezelfde meetomgeving met dezelfde uitvoerder, gebruikmakend van identieke apparatuur in korte tijdsintervallen.
12. Nauwkeurigheid. De mate van overeenstemming tussen een gemeten waarde en de werkelijke waarde, in termen van juistheid en precisie. Hoe groter de nauwkeurigheid hoe kleiner de totale fout.

## 4. Beschrijving alternatieve meetmethode

De alternatieve meetmethode (AM) moet op basis van de beschikbare informatie afkomstig van de leverancier of producent worden beschreven. Dit om de eigenschappen van de methode te kunnen inventariseren en karakteriseren. De volgende aspecten moeten worden toegelicht:

### 4.1 Meetprincipe

In dit hoofdstuk moet het meetprincipe van de meetmethode worden beschreven. De volgende aspecten moeten worden toegelicht:

1. Bemonsteringsprincipe:
  - a. actieve bemonstering van lucht
  - b. passieve bemonstering van lucht
2. Bemonsteringsfrequentie:
  - a. momentopname
  - b. geaccumuleerde concentratie over tijd
  - c. semi-continue (hoge frequentie) metingen
3. Ruimtelijke dekking
  - a. punt-meting
  - b. open-pad systeem

### 4.2 Prestatiekenmerken

In dit hoofdstuk worden de belangrijkste kenmerken en onzekerheidsbronnen van de alternatieve methode (AM) wat betreft concentratiebepalingen weergegeven. De volgende aspecten moeten worden toegelicht:

1. Concentratiegebied.
2. Juistheid.
3. Herhaalbaarheid
4. Bemonsteringstijd.
5. Responstijd.
6. Drift van het instrument.

In het rapport moet ook worden aangegeven of interferenties met andere gassen / luchtverontreiniging componenten (mogelijk aanwezig in de stallucht die bemonsterd zal worden) te verwachten zijn. Dit moet beargumenteerd worden, alsmede hoe de AM met deze interferenties omgaat.

Andere factoren die voor de AM van belang zijn om de concentratiebepaling goed te kunnen uitvoeren, moeten in dit hoofdstuk worden vermeld. Voorbeelden hiervan zijn:

- a. Als het meetprincipe van de AM gebaseerd is op het accumuleren van het gas gedurende een bepaalde meetperiode (om dit monster daarna in het lab te laten analyseren), moet een schatting worden gemaakt van de minimum bemonsteringstijd nodig om de concentratie nauwkeurig in het lab te kunnen bepalen. Hetzelfde geldt voor de bovengrens (maximum bemonsteringstijd) zodat het instrument niet overbelast wordt.
- b. Wanneer de kans bestaat op absorptie van het gas op bepaalde onderdelen van de instrumenten gebruikt in de AM, moeten de stappen die nodig zijn om dit te kunnen voorkomen worden vermeld.
- c. Voor actieve samplers is de bepaling van de hoeveelheid lucht die bemonsterd wordt van groot belang. Aangegeven moet worden hoe dit in de AM wordt geregeld.
- d. Voor passieve samplers kunnen meteorologische omstandigheden (zoals windsnelheid, temperatuur, vocht of druk) de concentratiebepaling sterk beïnvloeden. Toegelicht moet worden hoe de AM hier rekening mee houdt.
- e. Andere externe factoren, die de concentratiebepaling ook zouden kunnen beïnvloeden, moeten in dit hoofdstuk worden vermeld.

#### 4.3 Kalibratie- en onderhoudsprocedure

Voor de alternatieve methode (AM) moet een kalibratieprocedure worden opgesteld. In de kalibratieprocedure moeten de verschillende stappen worden toegelicht die toegepast moeten worden om voor systematische verschillen in concentratie tussen de waarden gemeten met de AM en de werkelijke concentratie te kunnen corrigeren. De kalibratie moet voor alle concentratieniveaus in het verwachte toepassingsgebied (zie hoofdstuk 3) gebruikt kunnen worden.

Daarnaast moet beschreven worden welke stappen nodig zijn om de AM gebruiksklaar voor metingen te kunnen maken. De frequentie en mate van onderhoud van de AM moet ook in dit hoofdstuk worden toegelicht.

## 5. Validatiemetingen

De validatie wordt uitgevoerd door de alternatieve methode te vergelijken met de SRM. Als SRM wordt de referentiemethode gebaseerd op een NH<sub>3</sub>-vangsysteem met gaswasflessen voorgeschreven. Voor open-pad methodes wordt over de meetlengte een verzamelleiding toegepast die naar de SRM voert.

Deze leiding dient te bestaan uit meerdere kritische openingen met voorgeschakeld filter. Minimaal per 10 m leiding dient een kritische opening geplaatst te zijn. Op deze wijze wordt een volume proportioneel monster genomen over het gehele meetvlak. De SRM dient te voldoen aan de volgende wijze van uitvoering en de volgende prestatiekenmerken:

- De monsternamelleiding die de lucht van het meetpunt naar de SRM leidt dient van PTFE (Teflon) of PE (Polyethyleen) te worden gemaakt. De leidingen moeten worden geïsoleerd en verwarmd wanneer condensatie een probleem zou kunnen worden (niet van toepassing op natuurlijk geventileerde stallen). De leidingen moeten met de te bemonsteren lucht worden doorgespoeld.
- De lucht dient door de meetopstelling met impingers te worden geleid, waarbij NH<sub>3</sub> wordt opgevangen
- De opstelling bestaat uit 3 impingers met zuur. Het gehalte in de laatste mag maximaal 5% van het totaal bedragen, anders dient geconcludeerd te worden dat er doorslag heeft plaatsgevonden.
- Om doorslag naar de pomp te voorkomen wordt de lucht na de impingers met zuur door een vochtvanger( impinger zonder vloeistof) geleid.
- Er moet rekening gehouden worden met het naspoelen van de leidingen van de impingers.
- Kritische capillairen worden toegepast om een continue luchtstroom door de impingers te leiden.
- De luchtstroom door de impingers moet minimaal voor het begin van de meting en na afloop van de meting worden bepaald met behulp van een gekalibreerde flowmeter of gekalibreerde gasvolumemeter.
- De bemonsteringsduur moet minimaal 24 uur zijn om aan de eisen van het meetprotocol voor ammoniak te voldoen.
- De SRM metingen moeten in duplo worden uitgevoerd.

De procedure voor de validatie van de alternatieve meetmethode (AM) wordt in drie fasen uitgevoerd:

1. Prestatiekenmerken van de AM (zoals beschreven in hoofdstuk 4.2) verifiëren.
2. Toepassingsgebied en randvoorwaarden validatieprocedure vaststellen.
3. Test voor het valideren van de herhaalbaarheid van de AM en de gelijkwaardigheid van de AM en de referentiemethode (SRM) aan de hand van vastgestelde criteria..

### 5.1 Prestatiekenmerken van AM verifiëren

In hoofdstuk 4. 2. zijn de belangrijkste prestatie-parameters van de AM geïventariseerd. Het is de verantwoordelijkheid van de meetinstantie om deze prestatiekenmerken te verifiëren. Dit kan door in het lab onder gecontroleerde omstandigheden deze eigenschappen opnieuw te gaan bepalen.

De alternatieve meetmethode (AM) kan in het lab onder gecontroleerde omstandigheden worden vergeleken met de referentiemethode (SRM). Echter, validatietests in het lab zijn niet voldoende om de gelijkwaardigheid van de AM en de SRM aan te kunnen tonen. De concentratiemetingen kunnen in praktijkomgevingen worden beïnvloed door interactie met verschillende gassen en/of andere verontreinigende stoffen, aanwezig in de stallucht. Daarom is het noodzakelijk om de validatiemetingen ook in de praktijk uit te voeren.

### 5.2 Toepassingsgebied en randvoorwaarden validatieprocedure vaststellen.

Dit betreft het vaststellen van de concentratieniveaus en meetomstandigheden waar de AM toegepast zou kunnen worden. Dit is afhankelijk van o.a. diercategorie, huisvestingssysteem en productiestadium.

#### **Randvoorwaarden voor validatieprocedure:**

- a) De omstandigheden waaronder validatiemetingen worden uitgevoerd moeten representatief zijn voor zowel normale als extreme meetomstandigheden die in de praktijk te meten zijn. Het is de

- verantwoordelijkheid van de meetinstantie om te verifiëren dat de AM voor al deze verschillende meetomstandigheden getest wordt.
- Om de herhaalbaarheid van de metingen te valideren moeten de metingen in duplo worden uitgevoerd. Dit kan door twee gelijke samplers/instrumenten tegelijkertijd in te zetten, of (indien mogelijk) door de luchtmonster via twee verschillende kanalen aan het instrument te bieden en tegelijkertijd te meten.
  - Voor de vergelijking tussen de meetresultaten van de AM en de SRM, waarbij de meetmethode (AM of SRM) gebaseerd is op het accumuleren van het gas gedurende een bepaalde meetperiode en daardoor alleen een gemiddelde concentratiewaarde geeft voor die meetperiode, moeten de metingen in duplo worden uitgevoerd.
  - De instrumenten/samplers moeten tegelijkertijd lucht uit dezelfde monsternamepunt (achtergrond of stallucht) aangeboden te krijgen. Het is de verantwoordelijkheid van de meetinstantie om te verifiëren dat aan deze eisen wordt voldaan.
  - De validatiemetingen moeten over de gehele reeks van concentratieniveaus worden uitgevoerd, om systematische fouten die afhankelijk zijn van het concentratieniveau uit te kunnen sluiten. Het is de verantwoordelijkheid van de meetinstantie om te verifiëren dat het juiste concentratiegebied wordt gekozen.
  - Het is toegestaan om verschillende datasets (met validatiemetingen) te gebruiken afkomstig van verschillende experimenten op verschillende meetlocaties met verschillende concentratieniveaus.
  - De verkregen datasets dienen te worden gecontroleerd op uitbijters in de waargenomen relatieve verschillen tussen AM en SRM, door middel van de boxplot-methode met driemaal de IKA-waarde (interkwartiel-afstand) als maat voor uitbijter (referentie volgt).
  - Er dienen minimaal 30 bruikbare metingen, na controle op uitbijters, beschikbaar te zijn voor het vaststellen van de herhaalbaarheid en de vergelijking met de SRM. De volgende verdeling van de metingen wordt vereist:
    - 30% van de metingen moeten in het onderste concentratiegebied (<1ppm) worden uitgevoerd
    - De rest van de metingen moeten over het concentratiegebied > 1ppm evenredig worden verdeeld

### 5.3 Herhaalbaarheid meetmethode valideren

Deze test wordt uitgevoerd om de herhaalbaarheid van metingen met de meetmethode onder gelijkwaardige omstandigheden te valideren. Om de herhaalbaarheid/nauwkeurigheid van toepassing van gelijke meetinstrumenten te valideren moeten de volgende stappen worden uitgevoerd:

- Bepaal voor alle experimenten ( $i=1\dots n$ ) de gemiddelde concentratie ( $Y_i$ ):

$$Y_i = \frac{(Y_{i1} + Y_{i2})}{2}$$

- Bepaal, voor de experimenten met een gemiddelde concentratie  $Y_i < 1$  ppm, de tweezijdig 95%-betrouwbaarheidsinterval van de metingen op absoluut niveau ( $CL_{95\%}^a$ ) door:
  - Het aantal experimenten ( $n_{laag}$ ) te selecteren. Zoals aangegeven in hoofdstuk 3.2. moet dit aantal minimaal 30% van de totale metingen/experimenten bedragen.
  - Bepaal voor deze experimenten, het verschil in concentratie ( $D_i$ ) tussen sampler 1 en 2:

$$D_i = (Y_{i1} - Y_{i2})$$

- Bepaal de absolute standaarddeviatie ( $S_a$ ) van de metingen:

$$S_a = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_{laag}} D_i^2}{2 * n_{laag}}}$$

- Bepaal de kritische t-waarde ( $t_{f,95\%}$ ) voor een tweezijdige t-toets met  $f=n_{laag}-2$  vrijheidsgraden en een 95%-betrouwbaarheidswaarde.
- Het tweezijdig 95%-betrouwbaarheidsinterval van de metingen op absoluut niveau ( $CL_{95\%}^a$ ) kan dan op de volgende wijze worden berekend:

$$CL_{95\%}^a = S_a * t_{f,95\%}$$



3. Bepaal, voor de experimenten met een gemiddelde concentratie  $Y_i > 1$  ppm, het tweezijdig 95%-betrouwbaarheidsinterval van de metingen op relatief niveau ( $CL_{95\%}^r$ ) door:
  - a. Het aantal experimenten ( $n_{hoog}$ ) te selecteren. Zoals aangegeven in hoofdstuk 3.2. moeten deze experimenten evenredig verdeeld zijn over het concentratiegebied dat gevalideerd moet worden.
  - b. Bepaal voor deze experimenten, het verschil in concentratie ( $D_i$ ) tussen instrument/sampler 1 en 2:

$$D_i = (Y_{i1} - Y_{i2})$$

- c. Bepaal de relatieve standaarddeviatie ( $S_r$ ) van de metingen:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_{hoog}} (D_i/Y_i)^2}{2 * n_{hoog}}}$$

- d. Bepaal de kritische t-waarde ( $t_{f;95\%}$ ) voor een tweezijdige t-toets met  $f=n_{hoog}-2$  vrijheidsgraden en een 95%-betrouwbaarheidswaarde.
- e. Het tweezijdig 95%-betrouwbaarheidsinterval van de metingen op absoluut niveau ( $CL_{95\%}^a$ ) kan dan op de volgende wijze worden berekend:

$$CL_{95\%}^a = S_a * t_{f;95\%}$$

<b>Criteria voor acceptatie (herhaalbaarheid AM):</b>
---

- |  |
|--|
| <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Voor een gemiddelde concentratie <math>Y_i &lt; 1</math> ppm: het betrouwbaarheidsinterval (zoals hierboven beschreven) moet kleiner zijn dan 0,2 ppm.</li> <li>2. Voor een gemiddelde concentratie <math>Y_i &gt; 1</math> ppm: het betrouwbaarheidsinterval (zoals hierboven beschreven) moet kleiner zijn dan 0,2 (20%).</li> </ol> |
|--|

#### 5.4 Gelijkwaardigheid AM en SRM valideren

Deze test wordt uitgevoerd om aan te kunnen tonen dat de AM en de SRM gelijkwaardige resultaten opleveren in het concentratiegebied waar de validatie is uitgevoerd. De nulhypothese in deze test is dat de concentraties die gemeten zijn met beide methoden (AM en SRM) gelijk zijn. Dit zou betekenen dat een lineaire regressie van de concentraties met de AM en de SRM methode ( $y = a+b*x$ ) zou moeten leiden tot een helling  $b=1$  en een afsnijpunt  $a=0$ . Om deze hypothese te valideren moeten de volgende stappen worden uitgevoerd:

1. Maak een lineaire regressie ( $y=a+b*x$ ) van de concentraties met de AM ( $Y_{ij}$ ) en de SRM ( $X_{ij}$ ), en bepaal de volgende parameters:
  - a. Afsnijpunt
  - b. Helling
  - c. Determinatiecoëfficiënt ( $R^2$ )
2. Bepaal de tweezijdig acceptatie-intervallen:
  - a.  $y=(x \pm 0,2)$  ppm voor gemiddelde SRM concentraties  $< 1$  ppm
  - b.  $y=0,8*x$  ppm en  $y=1,2*x$  ppm voor gemiddelde SRM concentraties  $> 1$  ppm
3. Maak een grafiek met de volgende informatie:
  - a. De waarden ( $y_{i1}, y_{i2}$ ) gemeten met de AM vs. de gemiddelde waarde ( $x_i$ ) van de SRM dat tegelijkertijd met de AM werd gebruikt (dus de waarden ( $y_{i1}, x_i$ ) en ( $y_{i2}, x_i$ ))
  - b. De lijn die de nulhypothese vertegenwoordigt ( $y=x$ )
  - c. De geschatte lineaire regressie ( $y=a+b*x$ )
  - d. De tweezijdig acceptatie-intervallen

<b>Criteria voor acceptatie (gelijkwaardigheid AM en SRM):</b>
--

- |  |
|--|
| <ol style="list-style-type: none"> <li>1. <math>R^2 \geq 0,95</math>.</li> <li>2. De geschatte lineaire regressie wordt begrensd binnen de grenzen van de acceptatie-intervallen.</li> </ol> |
|--|

## 6. Rapport met bevindingen en aanbevelingen

De resultaten van de validatiemetingen moeten in een openbaar rapport worden gepresenteerd. Het rapport bevat de volgende hoofdstukken:

1. Inleiding. In dit hoofdstuk wordt de aanleiding, context en motivatie voor de validatiemetingen weergegeven.
2. Materiaal en methoden. Dit hoofdstuk bevat de volgende onderdelen:
  - a. Meetinstantie. Informatie (minimaal naam en adres) van de meetinstantie die de validatiemetingen heeft uitgevoerd.
  - b. Meetmethode. Beschrijving van de alternatieve meetmethode die gevalideerd moet worden (zie hoofdstuk 4).
  - c. Validatiemetingen. Informatie over de toegepaste validatieprocedure, met inbegrip:
    - Beschrijving van de meetlocaties, inclusief:
      - Huisvestingssysteem
      - Diercategorie
      - Management (o.a. ventilatieregime)
    - Aantal metingen per locatie
3. Resultaten en discussie.

De volgende onderdelen moeten worden besproken:

- a. Resultaten van de test om de herhaalbaarheid van de AM te valideren (Bijlage 1).
    - Meetomstandigheden
      - Dag in jaar
      - Dag in productieronde
      - Temperatuur en luchtvochtigheid
      - Ventilatie-debiet en/of windsnelheid
    - Concentratie-metingen
    - Resultaten validatietest
  - b. Resultaten van de test om de gelijkwaardigheid van de AM en SRM te valideren (conform Bijlage 1).
    - Meetomstandigheden
      - Dag in jaar
      - Dag in productieronde
      - Temperatuur en luchtvochtigheid
      - Ventilatie-debiet en/of windsnelheid
    - Concentratie-metingen
    - Resultaten validatietest
4. Conclusies en aanbevelingen

In dit hoofdstuk moet worden aangegeven of de AM voldoet aan de eisen van de validatieprocedure. Dit moet beargumenteerd worden op basis van de resultaten gepresenteerd in hoofdstuk 3, en samengevat in een tabel:

Validatietest	Parameter	Criteria	Gemeten waarde	Toegestaan
Herhaalbaarheid	$CL_{95\%}^a$	$C < 1\text{ppm}$ $CL_{95\%}^a < 0,2\text{ ppm}$	$CL_{95\%}^a =$	Ja/Nee
	$CL_{95\%}^r$	$C > 1\text{ppm}$ $CL_{95\%}^r < 0,2 (20 \%)$	$CL_{95\%}^r =$	Ja/Nee
Gelijkwaardigheid	$R^2$	$R^2 > 0,95$	$R^2$	Ja/Nee
	Acceptatie-intervallen	Begrenzing	Acceptatie-intervallen	Ja/Nee

## Literatuur

- Anonymus (1996). Beoordelingsrichtlijn in het kader van Groen Label stallen, uitgave maart 1996. Publicatie van de Ministeries van Volksgezondheid, Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer en Landbouw, Natuurbeheer en Visserij, Den Haag.
- Bleijenberg, R. en Ploegaert, J.P.M. (eds.) (1994). Handleiding meetmethode ammoniakemissies uit mechanisch geventileerde stallen: Apparatuur, installatie en gegevensverwerking. Wageningen, IMAG-DLO report 94-1.
- Mosquera, J., P. Hofschreuder, J.W. Erisman, E. Mulder, C.E. van 't Klooster, N. Ogink, D. Swierstra en N. Verdoes (2002). Meetmethode gasvormige emissies uit de veehouderij. Wageningen, IMAG rapport 2002-12.
- Mosquera, J., J.M.G. Hol en P. Hofschreuder (2005). Gasvormige emissies uit het melkveebedrijf van de familie Spruit III. Mestopslag buiten de stal. Wageningen, A&F Rapport 566.
- Ogink, N.W.M., J. Mosquera en J.M.G. Hol (2011). Protocol voor meting van ammoniakemissie uit huisvestingssystemen in de veehouderij 2013. Lelystad, Wageningen UR Livestock Research, Rapport 726.
- Pedersen, S., V. Blanes-Vidal, M. J. W. Heetkamp, and A. J. A. Aarnink. 2008. Carbon dioxide production in animal houses: A literature review. *Agricultural Engineering International: CIGR Ejournal*. Manuscript BC 08 008, Vol. X. December, 2008.
- Van Ouwkerk, E.N.J. (ed) (1993). Meetmethode NH<sub>3</sub>-emissies uit stallen, Werkgroep 'Meetmethoden NH<sub>3</sub>-emissie uit stallen'. Wageningen, DLO, Onderzoek inzake de mest en ammoniakproblematiek in de veehouderij nr. 16.

## Bijlage 1 Overzichtstabel van de concentratiemetingen die uitgevoerd moeten worden voor de validatieprocedure voor herhaalbaarheid van meetmethoden en gelijkwaardigheid van AM en SRM

Tabel 1 Meetomstandigheden

Diercategorie	Locatie	Meetpunt	Meting	Datum	Dag in het jaar	Dag in ronde	Aantal dieren	Temperatuur [°C]	Luchtvochtigheid [%]	Ventilatiedebit [m <sup>3</sup> /uur]
DC1	L1	Stal	1	dd-mm-jj	DY <sub>1</sub>	DR <sub>1</sub>	N <sub>1</sub>	Y <sub>11</sub>	Y <sub>12</sub>	X <sub>11</sub>
DC1	L1	Stal	2	dd-mm-jj	DY <sub>2</sub>	DR <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	Y <sub>21</sub>	Y <sub>22</sub>	X <sub>21</sub>
DC1	L1	Stal	3	dd-mm-jj	DY <sub>3</sub>	DR <sub>3</sub>	N <sub>3</sub>	Y <sub>31</sub>	Y <sub>32</sub>	X <sub>31</sub>
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
DC1	L1	Stal	i	dd-mm-jj	DY <sub>i</sub>	DR <sub>i</sub>	N <sub>4</sub>	Y <sub>i1</sub>	Y <sub>i2</sub>	X <sub>i1</sub>
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
DC1	L1	Stal	n	dd-mm-jj	DY <sub>n</sub>	DR <sub>n</sub>	N <sub>n</sub>	Y <sub>n1</sub>	Y <sub>n2</sub>	X <sub>n1</sub>

Tabel 2 Concentratiemetingen

Diercategorie	Locatie	Meetpunt	Meting	Datum	Dag in het jaar	Dag in ronde	Concentraties AM		Concentraties SRM	
							Sampler 1	Sampler 1	Sampler 2	Sampler 2
DC1	L1	Stal	1	dd-mm-jj	DY <sub>1</sub>	DR <sub>1</sub>	Y <sub>11</sub>	Y <sub>12</sub>	X <sub>11</sub>	X <sub>12</sub>
DC1	L1	Stal	2	dd-mm-jj	DY <sub>2</sub>	DR <sub>2</sub>	Y <sub>21</sub>	Y <sub>22</sub>	X <sub>21</sub>	X <sub>22</sub>
DC1	L1	Stal	3	dd-mm-jj	DY <sub>3</sub>	DR <sub>3</sub>	Y <sub>31</sub>	Y <sub>32</sub>	X <sub>31</sub>	X <sub>32</sub>
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
DC1	L1	Stal	i	dd-mm-jj	DY <sub>i</sub>	DR <sub>i</sub>	Y <sub>i1</sub>	Y <sub>i2</sub>	X <sub>i1</sub>	X <sub>i2</sub>
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
...	...	...	...	dd-mm-jj	...	...	...	...	...	...
DC1	L1	Stal	n	dd-mm-jj	DY <sub>n</sub>	DR <sub>n</sub>	Y <sub>n1</sub>	Y <sub>n2</sub>	X <sub>n1</sub>	X <sub>n2</sub>