

第4章 測定の実施における精度管理



測定の実施における精度管理

標準操作手順書（SOP）の作成 手順の統一、誤差要因の低減

パネルの適切な選定と管理

各操作における留意点のチェック、記録の作成と保管

- ・ 装置及び器具
- ・ 試料採取
- ・ 判定試験
- ・ 測定結果の評価と報告

4.1 SOPの作成

測定の実施に際してまず重要になるのはSOPの作成である。詳細なSOPを作成することによって、測定マニュアルに記述のない各測定機関での操作に関しても手順の統一を図り、誤差要因を減少させることができる。ただし、現場での臨機応変な対応を妨げないように留意する必要がある。資料 - 2にはSOPの記述項目例を示しているが、これらはSOP自体の作成方法から信頼性保証まで幅広い内容を網羅したものであり、すべて揃えることは現実的ではない。したがって、実際の測定機関においては測定マニュアルを基本としながら、それ以外に必要な項目をピックアップするとともに、精度管理用チェックシートを活用することによって操作手順の統一を図るとよいだろう（4.7 参照）。なお、資料 - 3にはSOPの作成例を示している。

4.2 パネル

パネルの嗅力は測定結果に直接影響を及ぼすことから、嗅覚測定の実施にあたるオペレータは、測定結果の信頼性を損なわないように適切なパネルの選定を行う必要がある。また、オペレータはパネルの選定方法、嗅覚検査の結果及び嗅覚測定従事状況をパネルごとに記録し、保管しておくことが望ましい。資料 - 4にパネル管理簿を、資料 - 5に嗅覚検査結果記録票を例示する。

4.3 装置及び器具

4.3.1 留意事項

装置及び器具に関して重要な点は、無臭性の確保、吸着などによる試料損失の低減及び臭気物質付着による汚染の防止である。無臭性の確保は、装置及び器具のみならず、嗅覚測定法全体を通して非常に重要である。嗅覚測定法における無臭性の確認対象項目と対策を表 - 1にまとめて示す。

表 - 1 嗅覚測定法における無臭性の確認対象項目と対策

対象	内容	対策
施設	判定試験室、試料調製室、パネル控室	換気、清掃
装置	無臭空気供給用器具	活性炭、フィルター（脱脂綿など）の交換 ガラス製分岐管の洗浄
試料採取用器材	真空瓶、試料採取袋など	真空瓶は無香性の洗剤で洗浄 試料採取袋は無臭空気もしくは対象臭気で洗浄
判定試験用器材	注射器、針、シリコンゴム栓、におい袋	注射器、針、シリコンゴム栓は無香性の洗剤で洗浄、煮沸 におい袋は無臭空気です十分に洗浄
器材保管庫	注射器などの器材の保管	活性炭などで無臭性を確保
無臭空気	活性炭槽を通気して調製した空気	無臭空気供給用器具の管理
パネル、オペレータ	化粧品、整髪料、手指など	教育、指導

装置及び器具の取り扱いに際しては、以下の点に十分留意する必要がある。

装置及び器具のチェックポイント

- 試料採取用真空瓶は無香性の洗剤などでよく洗浄して蒸留水でよくすすぎ、においのしない清浄な場所で自然乾燥させ、無臭であることを確認しておく。保管時は密閉し、採取口（枝管）はアルミ箔で包んでおく。使用前は無臭空気を通気して瓶内が無臭であることを確認する。
- 試料採取用真空瓶や試料採取用吸引瓶のコックは無香性の洗剤などでよく洗浄して蒸留水でよくすすぎ、においのしない清浄な場所で自然乾燥させ、無臭であることを確認しておく。グリスの塗布はしない。
- 試料採取袋は無臭性で、臭気の吸着が少ない材質のもの（ポリエステル製など）を用いる。また、使用前には無臭空気です袋内を数回置換したり、無臭空気を袋内に一定時間流し続けたりするなどして袋内の臭気を除去しておく。無臭性の確認は、無臭空気を袋内に満たして1時間程度放置した後袋内の空気を嗅ぐなどの方法で行う。
- 試料採取用ポンプは無臭性が高く、臭気が吸着しにくい材質のものを用いる。直接採取法において、ポンプ内に試料を通して採取する場合には特に注意する。また、環境試料と排出口試料では別のポンプを使用する。
- 試料採取袋までの導管は、通常は無臭性の高いポリふっ化樹脂製のものを用いるが、高温（200 以上）の排ガスを採取する場合などは必要に応じてガラス管などを用いる。使用前に無香性の洗剤などでよく洗浄して蒸留水でよくすすぎ、窒素や無臭空気を流して乾燥させ、無臭であることを確認しておく。
- シリコンゴム管は無香性の洗剤などでよく洗浄して蒸留水でよくすすぎ、においのしない清浄な場所で自然乾燥させ、無臭であることを確認しておく。必要最小限の長さを使用する。
- 水分の除去や冷却に使用する凝縮水トラップは、無香性の洗剤などでよく洗浄して、においのしない清浄な場所で乾燥させ、無臭であることを確認しておく。
- 無臭空気の作成に用いる空気注入用ポンプは、無臭性の高いものを用いる。また、過去に高濃度の臭気に曝したものは使用しない。
- 無臭空気供給用器具に充填する活性炭は事前に十分洗浄を行い、無臭であることを確認しておく。詳細については下記「アドバイス」欄参照。活性炭の交換頻度は使用状況によって異なるが、試料数の多い場合には月に1回程度、少ない場合には年に1回程度行う。ただし、オペレータは常に無臭空気の無臭性に注意を払い、必要に応じて洗浄あるいは交換を行う。

- 無臭空気供給用器具に使用するフィルター（脱脂綿など）は、薬品などのおいが付着していることがあるので、事前に十分洗浄を行い、無臭であることを確認しておく。例えば、蒸留水で洗浄した後に清浄な部屋で自然乾燥させる。
- 無臭空気供給用器具に使用する分配器（ガラス製分岐管など）の先端に、手の接触などに起因する臭気が付着していないことを確認する。汚染が認められる場合には十分洗浄して臭気を除去しておく。
- 無臭空気供給用器具を使用しない間は、無臭性の袋で全体を包むことなどにより、臭気による汚染を防ぐ。
- 注射器は無臭性のものを用いる。ガラス製注射器は無香性の洗剤などでよく洗浄し、熱湯に浸すなどの後に乾燥させたものを用いる。特に摺り合わせ部分に臭気が残っていないことを確認する。ただし、ルアーロック式の注射筒及びガスタイトシリンジのプランジャーは破損の危険性があるので、煮沸や乾燥機の使用はしない。また、保管時は活性炭とともに専用ケースに入れたりアルミ箔で包んだりして、外気による汚染を防ぐ。グリスの塗布はしない。
- におい袋は無臭性が高く、吸着性及び透過性が低いもの（ポリエステル製など）を用いる。製造後長期間経っているものは、変質や着臭の恐れがあるので特に注意する。
- 鼻当ては無臭性が高いものを用いる。
- シリコンゴム栓は無香性の洗剤などでよく洗浄して蒸留水でよくすすぎ、においのしない清浄な場所で自然乾燥させ、無臭であることを確認しておく。においが十分に落ちない場合には煮沸を行うが、煮沸直後のシリコンゴム栓は特有のにおいがするので、一定期間（10 日程度）においのしない場所で風乾する。

無臭空気供給用器具の活性炭槽は写真 - 1 に示すように各部の無臭性を確保して使用する。

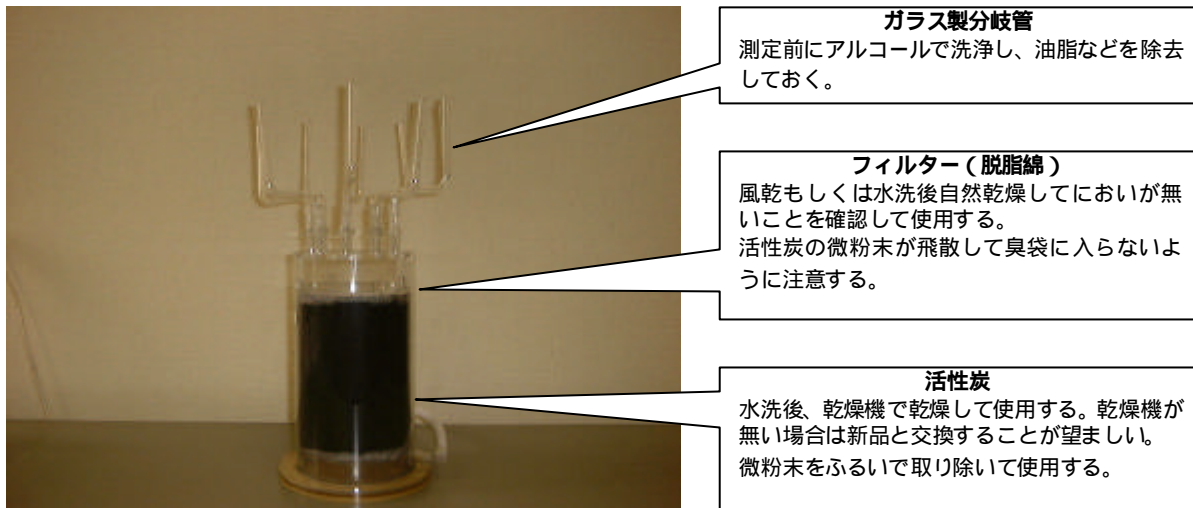


写真 - 1 活性炭槽のチェックポイント

アドバイス

活性炭の洗浄方法例

無臭空気供給用器具に使用する活性炭は新品、再生を問わず下記の処理をした後、活性炭槽に充填し、ポンプで通気して無臭であることを確認した後、測定に供する。

活性炭（顆粒状活性炭、破碎炭）をバケツに入れ、蒸留水を加えて半日程度放置する。

水面に浮かぶ油分や微粉末などを取り除き、活性炭を蒸留水で数回洗浄する。

水洗した活性炭の水分をよく切り、においがしない乾燥機を使用して 100 ～ 200 で乾燥後、室温まで冷却する。

乾燥した活性炭はふるいなどで微粉末を除去した後、無臭性を確認した脱脂綿を用いて活性炭槽に充填する。

無臭空気は必ず試験前に無臭性が高いことを確認して使用する。

備考

- ・ 活性炭は水洗、乾燥の操作で微粉末などが取り除かれるので約 15% 程度減量する。したがって、充填に十分な量をあらかじめ準備しておく。
- ・ 乾燥したかどうかの目安とするために、乾燥前後の重量を測定するとよい。
- ・ 無臭空気調製用活性炭として上記処理をしたものが一部メーカーから市販されている。
- ・ 洗浄した活性炭の保管時には、においの吸着などの汚染に注意する。

4.3.2 記録の作成と保管

オペレータは以下の項目について記録を作成し、保管しておくことが望ましい。このことよって、適切な取り扱いに対する意識が向上するとともに、洗浄や消耗品交換の時期を把握することができる。また、測定後に履歴をたどる際にも、測定当時の装置及び器具の状況を知ることができる。記録用紙の例として、真空瓶・試料採取袋記録簿を資料 - 6 に、無臭空気供給装置用活性炭記録簿を資料 - 7 に示す。

1) 装置

嗅覚測定で用いる以下の装置に関して、環境庁告示第 63 号で定められたものであることを確認し、使用状況、管理状況及び修理状況などについて記録しておく。

試料採取装置（真空瓶、真空ポンプ、吸引瓶、試料採取用ポンプ、吸引ケースなど）
空気注入用ポンプ
その他必要であるもの

2) 器具

嗅覚測定で用いる以下の器具に関して、環境庁告示第 63 号で定められたものであることを確認し、使用状況、洗浄方法及び保管状況などについて記録しておく。

無臭空気供給用器具（活性炭を含む）
注射器（ガラス製注射器、樹脂製注射器、ガスタイトシリンジ）
におい袋
鼻当て
シリコンゴム栓
その他必要であるもの

4.4 試料採取

4.4.1 留意事項

試料を正確に採取しなければ嗅覚測定の結果は無意味なものになってしまうことから、試料採取に当たっては以下の点に十分留意する必要がある。

試料採取のチェックポイント

- 現場に赴き、直ちに試料採取を行うことができるほどの十分な情報が得られていない場合は、事前調査を行う。事前調査では、臭気発生状況（臭気発生工程、環境臭気の変動パターンなど）や試料採取場所の状況（場所の選定、足場の確保、器材の使用可能性など）について十分把握しておく。
- 事前調査と試料採取は同じ者が行うことが望ましい。
- 環境試料は時間変動が大きいことから、変動のパターンをできるだけ把握した上、変動のピークをとらえて採取する。
- 排出口試料の採取では、排ガス中の水分及びダストが影響しないように適切な除去手段を講じる。例えば、水分の除去には凝縮水トラップを用い、ダストの除去には導管にガラスウールを詰めたものを用いる。
- 試料採取袋を用いて試料を採取する場合は、吸着による試料の損失を防ぐために、袋内を試料で数回置換した後に採取することが望ましい。
- 直接採取法において、試料採取用ポンプを用いて複数の試料を採取する場合は、ポンプ内の試料通過部の部品を交換するなどして、前の試料の影響が及ばないように注意する。
- 運搬及び保管の際は直射日光、高温及び他の臭気による汚染を避ける。

4.4.2 記録の作成と保管

試料採取の担当者は、試料採取に際して以下の記録を作成し、測定結果とともに保管しておくことが望ましい。このことによって、現場の状況を的確に把握するとともに、測定後も試料の履歴を正確にたどることができる。

1) 事前調査

事前調査を実施した場合は、その結果を記録し、保管しておく。事前調査記録票の例を環境試料及び排出口試料について記入例とともに資料 - 8 に示す。また、現場記録図面を記入例とともに資料 - 9 に示す。

2) 試料採取

試料採取の担当者は、試料採取時の状況を記録し、保管しておく。試料採取実施計画票の例を資料 - 10 に、試料採取記録票の例を環境試料及び排出口試料について資料 - 11 に示す。また、資料 - 9 の現場記録図面も利用するとよい。

4.5 判定試験

4.5.1 留意事項

判定試験の実施においては、無臭空気の無臭性の確保、試料の適切な希釈、パネルの嗅ぎ方及び回答方法の統一などが重要な因子となる。したがって、以下の点に十分留意する必要がある。

判定試験のチェックポイント

- 判定試験は原則として試料採取の当日に実施する。当日の実施が不可能な場合には、遅くとも翌日の午前中には実施する。
- 試料採取と判定試験の担当者が異なる場合は、確実な試料の引き渡しに留意する。
- 判定試験室と試料調製室は十分換気し、常に無臭状態を保っておく。長時間室内にいと室内臭の存在に気づかない場合があるので、時々室外の空気と比較して無臭であることを確認する。また、会議室等を判定試験室として使用する場合は、前日から禁煙として十分に換気を行う。
- 無臭空気を作成する際には、無臭空気供給器具に最初しばらく空気を流し、無臭であることを確認してから判定試験に用いる。詳細については下記「アドバイス」欄参照。
- 無臭空気の温度は室温程度が望ましいが、ポンプの熱によって温度が上昇する場合は、冷却用水槽と凝縮水トラップを利用して空気を冷却し、測定に供するという方法もある。
- におい袋は十分に洗浄してから使用する。例えば、無臭空気袋で袋内を数回置換したり、無臭空気を袋内に一定時間流し続けたりするなどして袋内の臭気を除去しておく。無臭性を判断するには、におい袋に無臭空気を入れて、においの有無を確認する。詳細については下記「アドバイス」欄参照。
- 注射器は注入量に応じた容量のものを用意し、試料で数回共洗いしてから使用する。また、注射針がしっかり取り付けられていること、ガスタイトシリンジのプランジャーチップが緩くなっていないことを確認する。
- オペレータは当初希釈試料の臭気が強くなり過ぎないように、慎重に当初希釈倍数を決定する。例えば、複数のオペレータがいる場合にはお互いに確認を取る、パネルに臭気強度も回答させるようにしておき、臭気強度3以上の値が多く得られるようであれば再検討するなどの方法がある。
- オペレータは当初希釈試料だけでなく、各希釈段階の試料についても強度を確認し、正確な希釈操作が行われているかどうかチェックする。なお、複合臭の場合は希釈の進行とともに質が変化する場合があるので注意する。
- 必要に応じて事前にパネルに対して嗅ぎ方の指導（実演を含む）を行い、統一した方法で判定が行われるように注意する。
- 必要に応じて判定試験前に適度に希釈した試料と無臭空気をパネルに嗅がせて、試料臭気の質及び無臭空気の性状を十分認識させておく。
- 必要に応じてパネルに1セット3個のにおい袋すべてについて臭気強度を回答させ、無臭性のチェックを行う。

パネルに臭気強度も回答させる際には、図 - 2 に示すような回答用紙を用いるとよい。


回答用紙	
氏名.....	
3個の袋のうち、においがあるのは何番ですか？ 	あなたが選んだ袋のにおいの強さはどの程度ですか？ 当てはまる番号に をつけてください。 0 わからない 1 やっと感知できるにおい 2 何のにおいかわかる弱いにおい 3 楽に感知できるにおい 4 強いにおい

図 - 2 回答用紙の例

アドバイス

無臭空気の無臭性を確認する方法

無臭空気は無臭性を必ず確認してから測定に供する。無臭性の確認手順は以下の通りである。

活性炭槽に接続したガラス製分岐管からの空気のおいを各々直接嗅いで無臭性を確認する。

で無臭性が確認されたら、無臭空気です十分に洗浄したにおい袋に無臭空気を充填し、充填直後に中の空気のおいを嗅いで無臭性を確認する。

で無臭性が確認されたら、無臭空気です十分に洗浄したにおい袋に無臭空気を充填し、10分程度放置後、中の空気のおいを嗅いで無臭性を確認する。

備考

- ・ では無臭空気供給用器具全体の無臭性を確認できる。
- ・ ではにおい袋の無臭性を確認できる。
- ・ ではパネルに試料を呈示した際の無臭性を確認できる。
- ・ で無臭性が確認された後、でにおいが感じられた場合は、シリコンゴム栓の汚染やにおい袋の製造不良などが考えられる。

4.5.2 記録の作成と保管

オペレータは判定試験実施時の状況を記録し、保管しておくことが望ましい。嗅覚測定実施記録票の例を環境試料及び排出口試料について資料 - 12 に示す。

4.6 測定結果の評価と報告

4.6.1 留意事項

判定試験結果に基づいて試料の臭気指数あるいは臭気濃度を算出するが、この際、事前調査の結果や試料採取状況などを勘案して測定結果を総合的に評価し、不自然な結果となっていないことを確認する。不審点が認められる場合には、測定の履歴をたどって結果導出までの過程を再検討する。

4.6.2 記録の作成と保管

オペレータは測定結果の報告に際して記録を作成し、保管しておくことが望ましい。嗅覚測定結果報告用紙の例を資料 - 13 に示す。案件ごとに、事前調査から試料採取、判定試験、結果の算出に至るまでの一連の情報を一括して整理することによって、嗅覚測定全体の円滑な進行を図ることができる。また、各作業担当者間の情報伝達をスムーズにし、測定後も試料の履歴を正確にたどることが可能となる。

4.7 チェックリストの利用

精度管理に留意した嗅覚測定を行うためには、嗅覚測定に携わるすべての者が測定結果の信頼性に影響する因子を十分に把握しておく必要がある。そこで、精度管理において重要なポイントを列挙したチェックリストを作成し、各操作をその都度チェックしながら進めることが望ましい。また、チェックリストに則って操作を進めることによって、操作手順の統一化を図ることができる(4.1 参照)。資料 - 14 には嗅覚測定法精度管理用チェックリストの例を示す。実際にはこれらの項目の中から必要なものを測定状況に応じて抜き出し、チェックリストを作成するとよいだろう。

チェックリストの活用などによって精度管理上の問題点が明らかになった場合には、具体的な問題点を記録するとともに、それに対する改善策とその効果をまとめておくことが望ましい。これらの情報の蓄積によって、より信頼性の高い嗅覚測定の実施が期待できる。資料 - 15 には嗅覚測定法精度改善取組記録票の例を示す。