

図－3 標準物質を用いた精度評価方法の概要

#### 5.4 結果の評価

得られた結果に対しては、まず統計的検定を行い、外れ値がないかどうかを調べる。外れ値があればそれを除外した後、精度のチェックを行う。ここで測定方法の併行標準偏差（共同試験によって求められている既知の値）と統計的に有意な差がなければ、真度のチェックに進む。真度のチェックにおいて、参照値（共同試験によって求められている既知の値）と統計的に有意な差がなければ、その測定機関における測定精度（精確さ）は許容範囲内にあるということになる。精度及び真度のチェックにおいて統計的な有意差があると判定された場合は、まず精度評価試験の実施において問題点がなかったかどうか検討し、再試験の必要性を判断する。精度評価試験の実施に問題がなかったと判断された場合には、嗅覚測定の実施において精度管理上の問題点が存在すると考えられることから、原因を明らかにした上、改善策を検討する必要がある。ここで、精度管理に関するチェックリストや精度改善取組記録票が有効に活用されるべきであろう（4.7 参照）。以上の精度評価の詳細については資料－16 に示す。また、精度評価試験の実施例を資料－17 に示す。

### 精度評価の判定基準値について

平成 12 年度及び平成 13 年度に環境省の委託を受けて社団法人臭気対策研究協会内に設置された「嗅覚測定法の精度管理・安全管理検討会」において、酢酸エチルを用いた照合試験を 7 測定機関で行った結果、閾値の平均値、併行標準偏差、再現標準偏差として以下の値が得られた<sup>8) 9)</sup>。なお、値はいずれも閾値の常用対数値として表したものである。

判定試験方法	平均値	併行標準偏差	再現標準偏差	室間標準偏差
環境試料（平成 13 年度実施）	-0.10 (0.79ppm)	0.13	0.24	0.20
排出口試料（平成 12 年度実施）	-0.26 (0.56ppm)	0.17	0.22	0.15

精度評価の判定基準値としては、当面これらの値を参考値として用いることとするが、今後も適宜データを蓄積してより信頼性を高める必要がある。

### 標準臭気の臭気指数の目安

濃度 2000ppm の酢酸エチルを用いて排出口試料の方法によって臭気指数を併行条件で繰り返し測定した場合、測定結果の標準偏差及び平均値が以下の条件を満たすことが望ましい。ただし、n は繰り返し測定の回数である。

	n=3	n=4	n=5
標準偏差	3.0 以下	2.8 以下	2.7 以下
臭気指数の平均値	35.5±2.0	35.5±1.7	35.5±1.5

これらは資料-16 に示した精度評価方法に基づいて求められたものである。

## 5.5 精度評価試験の実施頻度

各測定機関が標準物質を用いて精度評価試験を行う頻度は、嗅覚測定の実施頻度、パネル構成の変化、オペレータの経験、コストなどを総合的に判断して決定する必要があるが、下記の頻度を目安としてデータを蓄積し、それらの結果に基づいて以降の実施頻度を再検討するとよい。ただし、測定機関の実情を踏まえて柔軟に対応する必要がある。

#### ○ 併行条件下における繰り返しチェック

これは本章で述べたように、標準臭気の繰り返し測定によって精度及び真度を評価するものである。基本的に年に複数回、一度に 4 回以上の繰り返し測定を行う。ただし、測定頻度が少ない機関は年に 1 回でもよい。当初はできるだけデータを収集して変動の把握に努める。標準臭気の臭気指数の目安として、上記欄内の値を参考にするとよい。

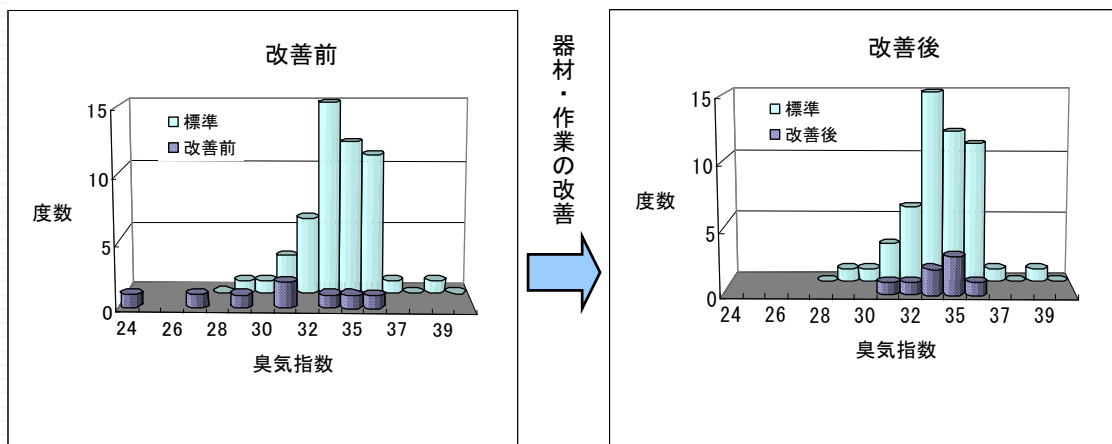
#### ○ 定期的チェック

これは繰り返し測定ではなく、一度に 1 回だけの測定を定期的に行うものである。基本的に 30 検体に 1 回あるいは月に 1 回の多い方の頻度で行う。ただし、測定頻度が少ない機関で測定間隔が一月以上空く場合は測定の都度行う。1 日 8 検体以上測定する機関では、実施日の午前最初と午後最後の計 2 回行うのもよい。濃度 2000ppm の酢酸エチルを用いた場合は、臭気指数が 35.5±3.5 の範囲内に収まるかどうかが目安となる。

測定結果の報告の際に精度管理の実施状況に関する情報も提供する必要がある場合には、資料-18 に示す精度管理実施状況報告書を用いるとよい。

## 内部精度管理の実施例

平成13年度に自治体及び民間分析機関の合計7機関に標準臭気を配付し、排出口試料の測定方法で1回ずつ臭気指数を測定してもらったとともに、判定試験用器材や判定試験操作の詳細な手順を調査した。後日、測定結果に影響を及ぼすと考えられる要因をチェックポイント（資料-14 参照）として各機関に伝達（フィードバック）し、使用器材や作業内容を改善した後、再度同一試料を測定してもらった。改善の前後における7機関の臭気指数測定結果の分布は下図のようになった。ここで標準とは、適正に測定したと考えられる場合の分布の目安である。このように内部精度管理を行い、各機関において影響要因を改善することによって、臭気指数測定結果が改善されたことが伺える。



### 5.6 外部精度管理体制の確立に向けて

各測定機関で広く精度評価試験を行うためには、一定のレベル以上の品質が確保された標準物質を用いる必要がある。すなわち、校正機関などで認証された標準物質の供給体制を整備することによって測定機関間のデータの比較を行う必要がある。計量分野では、このような体制を計量法における計量標準供給制度（JCSS 制度）として、下記のように位置づけている。

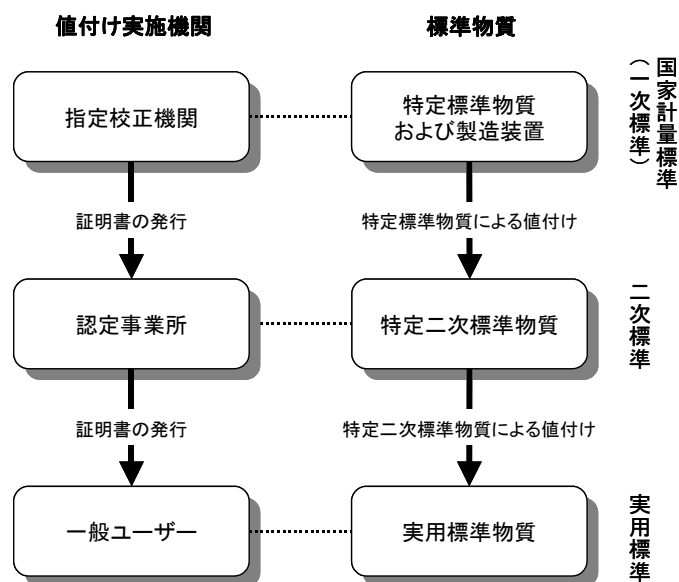
- ① 国家計量標準（一次標準）を経済産業大臣が指定
- ② 経済産業大臣から指定された供給実施機関（指定校正機関）が一次標準を供給
- ③ 経済産業大臣から認定された認定事業者が計量器の校正または標準物質を値付け

また、計量法に基づく試験所・校正機関認定制度では、ISO/IEC ガイド 58（JIS Z 9358<sup>10)</sup>）に適合した校正機関が ISO/IEC 17025（JIS Q 17025<sup>11)</sup>）に基づき、試験機関を認定するシステムになっている。化学物質に関しては、財団法人化学物質評価研究機構が標準ガス及び標準液に係る校正機関として指定されており、認定事業者から一般ユーザーに供給される標準物質の濃度信頼性試験を実施している。このような標準物質の供給システムの概要を図-4に示す。嗅覚測定法における標準物質も化学物質として同様の扱いが可能となれば、今後標準物質の供給体制を整備することが必要になるであろう。

標準物質供給体制の確立によって、各測定機関における自主的な精度管理に加えて、下記のような場面に適用が可能であると考えられる。

- ① 第三者機関による測定機関の外部監査
- ② 社団法人臭気対策研究協会の臭気測定認定事業所制度にみられるような登録審査時及び登録後の定期的なクロスチェック
- ③ 嗅覚測定法の改善及び新たな測定法の開発に伴う精度評価共同試験
- ④ 精度向上のための測定機関の自主的な取り組みとしての共同試験

上記いずれの場合においても、精度評価の実質的遂行あるいは実施機関の取りまとめを行う第三者機関が必要であり、外部精度管理手法の具体的な検討とともに、評価システムの整備と各測定機関の関わり方についてさらに議論を続ける必要がある。



図－４ 標準物質の供給システムの概要