

嗅覚測定実施記録票—環境試料—

()

試料		測定機関	
臭気指数		オペレータ	
臭気濃度		臭質	
試験日時	年 月 日 時 分 ~ 時 分 (所要時間 分)		
試験場所		気温	℃ 湿度 %

パネル	回数	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
	注入量	mL			mL			mL			mL			mL		
	希釈倍数															
	付臭番号															
	回答															
	臭気強度															
	判定															
	付臭番号															
	回答															
	臭気強度															
	判定															
	付臭番号															
	回答															
	臭気強度															
	判定															
	付臭番号															
	回答															
	臭気強度															
	判定															
	付臭番号															
	回答															
	臭気強度															
	判定															
正解数																
不正解数																
不明数																
平均正解率																
<その他特記事項>																

嗅覚測定実施記録票－排出口試料－

()

試料		測定機関			
臭気指数		オペレータ			
臭気濃度		臭質			
試験日時	年 月 日	時 分	～	時 分	(所要時間 分)
試験場所		気温	℃	湿度	%

パネル	注入量	mL	mL	mL	mL	mL	mL	パネルの 個人閾値 (対数値)
	希釈倍数							
	対数値							
	付臭番号							
	回答							
	臭気強度							
	判定							
	付臭番号							
	回答							
	臭気強度							
	判定							
	付臭番号							
	回答							
	臭気強度							
	判定							
	付臭番号							
	回答							
	臭気強度							
	判定							
	付臭番号							
	回答							
	臭気強度							
	判定							

嗅覚測定結果報告用紙

年 月 日

件名： _____

測定機関 _____

オペレータ _____

印

(臭気判定士免状番号 _____)

嗅覚測定結果を以下のとおり報告します。

【測定結果】

試料名称	採取日	測定日	臭気指数 (臭気濃度)	測定方法 (環境・排出口・排水)法

【パネル】

パネル	氏名 (又はイニシャル)	年齢	性別	職業	経験 (どちらか○印)	嗅覚検査合格日
A		歳			回・年	年 月 日
B		歳			回・年	年 月 日
C		歳			回・年	年 月 日
D		歳			回・年	年 月 日
E		歳			回・年	年 月 日
F		歳			回・年	年 月 日

【添付資料】

別添 1 事前調査記録票

別添 2 現場記録図面

別添 3 試料採取実施計画票

別添 4 試料採取記録票

別添 5 嗅覚測定実施記録票

(委託の場合：別添 6 精度管理実施状況報告書)

嗅覚測定法精度管理用チェックリスト

I. パネルの選定	
1	<input type="checkbox"/> 基準臭液の保管方法は適切か？
2	<input type="checkbox"/> 基準臭液は有効期限を過ぎていないか？（製造後2年以内、開封後1年以内）
3	<input type="checkbox"/> におい紙の保管方法は適切か？
4	<input type="checkbox"/> におい紙の無臭性は保たれているか？
5	<input type="checkbox"/> 試験室は無臭が保たれているか？
6	<input type="checkbox"/> 試験室は適切な温度と湿度が保たれているか？
7	<input type="checkbox"/> 試験室は被験者がリラックスし、落ち着いて、かつ集中できる環境か？
8	<input type="checkbox"/> におい紙に基準臭液を付けてから速やかに嗅がせているか？
9	<input type="checkbox"/> においを嗅ぐ際に基準臭液が垂れたり鼻先に触れたりしていないか？
10	<input type="checkbox"/> 使い終わったにおい紙は適切な方法で捨てているか？
II. 試料採取用器材	
1	<input type="checkbox"/> 試料採取用真空瓶の保管方法は適切か？
2	<input type="checkbox"/> 試料採取用真空瓶の無臭性は保たれているか？
3	<input type="checkbox"/> 試料採取用真空瓶の数は十分か？
4	<input type="checkbox"/> 試料採取用吸引瓶の保管方法は適切か？
5	<input type="checkbox"/> 試料採取用吸引瓶の気密性は保たれているか？
6	<input type="checkbox"/> 試料採取用吸引瓶の数は十分か？
7	<input type="checkbox"/> 試料採取袋の保管方法は適切か？
8	<input type="checkbox"/> 試料採取袋の無臭性は保たれているか？
9	<input type="checkbox"/> 試料採取袋の枚数は十分か？
10	<input type="checkbox"/> 試料採取用ポンプの保管方法は適切か？
11	<input type="checkbox"/> 試料採取用ポンプの無臭性は保たれているか？
12	<input type="checkbox"/> 試料採取用ポンプの交換部品の数は十分か？
13	<input type="checkbox"/> 試料採取用吸引ケースの保管方法は適切か？
14	<input type="checkbox"/> 試料採取用吸引ケースの気密性は保たれているか？
15	<input type="checkbox"/> 導管の保管方法は適切か？
16	<input type="checkbox"/> 導管の無臭性は保たれているか？
17	<input type="checkbox"/> 導管の材質は適切か？（ポリふっ化樹脂、ガラス、ステンレスなど）
18	<input type="checkbox"/> 導管の数は十分か？
19	<input type="checkbox"/> 凝縮水トラップ、ダスト除去用ガラスウールは用意できているか？（排出口試料）
III. 試料採取	
1	<input type="checkbox"/> 必要に応じて事前調査を行っているか？
2	<input type="checkbox"/> 採取場所は適切か？（苦情発生時の状況を反映させ、風向などを考慮）
3	<input type="checkbox"/> 採取時間は適切か？（環境試料は6～30秒、排出口試料は1～3分）
4	<input type="checkbox"/> 判定試験に十分な量を採取しているか？（環境試料は10L、排出口試料は3～20L）
5	<input type="checkbox"/> 臭気の変動パターンを把握してピーク時に採取しているか？（環境試料）
6	<input type="checkbox"/> 排ガス中の水分及びダストの影響を除去しているか？（排出口試料）
7	<input type="checkbox"/> もれによる空気の吸い込みなどはないか？（排出口試料）
8	<input type="checkbox"/> 試料採取袋内を試料で数回置換してから採取しているか？
9	<input type="checkbox"/> 複数試料を採取する際は前の試料の影響が及ばないように注意しているか？
10	<input type="checkbox"/> 環境試料と排出口試料の両方を採取する場合は環境試料を先に採取しているか？
11	<input type="checkbox"/> 試料採取袋の破れやコックのゆるみはないか？
12	<input type="checkbox"/> 運搬や保管の際は直射日光、高温、他の臭気による汚染を避けているか？

IV. 判定試験用器材	
1	<input type="checkbox"/> 空気注入用ポンプの保管方法は適切か？
2	<input type="checkbox"/> 空気注入用ポンプの無臭性は保たれているか？
3	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具の保管方法は適切か？
4	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具の活性炭は適切な方法で洗浄しているか？
5	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具の活性炭の無臭性は保たれているか？
6	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具のフィルターは適切な方法で洗浄しているか？
7	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具のフィルターの無臭性は保たれているか？
8	<input type="checkbox"/> 無臭空気供給用器具の分配管の無臭性は保たれているか？
9	<input type="checkbox"/> 注射器の保管方法は適切か？
10	<input type="checkbox"/> 注射器の無臭性は保たれているか？
11	<input type="checkbox"/> 注入量に応じた容量の注射器及び注射針を用意しているか？（大容量の注射器には太穴型注射針）
12	<input type="checkbox"/> 注射器及び注射針の数は十分か？
13	<input type="checkbox"/> におい袋の保管方法は適切か？
14	<input type="checkbox"/> におい袋の無臭性は保たれているか？
15	<input type="checkbox"/> におい袋の数は十分か？
16	<input type="checkbox"/> 鼻当ての保管方法は適切か？
17	<input type="checkbox"/> 鼻当ての無臭性は保たれているか？
18	<input type="checkbox"/> 鼻当ての数は十分か？
19	<input type="checkbox"/> シリコンゴム栓の保管方法は適切か？
20	<input type="checkbox"/> シリコンゴム栓の無臭性は保たれているか？
21	<input type="checkbox"/> シリコンゴム栓の数は十分か？
22	<input type="checkbox"/> 回答用紙及び集計用紙の内容は適切か？
V. 判定試験	
1	<input type="checkbox"/> 試料採取後できるだけ早い時期に行っているか？（原則として当日、遅くとも翌日午前中）
2	<input type="checkbox"/> 試料採取時と比較して臭気の強度や質に著しい変化はないか？
3	<input type="checkbox"/> パネルは全員嗅覚検査に合格しているか？
4	<input type="checkbox"/> パネルの体調や心理状態（緊張、イライラなど）に問題はないか？
5	<input type="checkbox"/> パネルの化粧や飲食、喫煙のにおいは影響していないか？
6	<input type="checkbox"/> パネルは判定試験の手順を十分理解しているか？
7	<input type="checkbox"/> パネルが疲労しない程度の試料数か？
8	<input type="checkbox"/> 判定試験室は無臭が保たれているか？
9	<input type="checkbox"/> 判定試験室は適切な温度と湿度が保たれているか？
10	<input type="checkbox"/> 判定試験室はパネルがリラックスし、落ち着いて、かつ集中できる環境か？
11	<input type="checkbox"/> 試料調製室は無臭が保たれているか？
12	<input type="checkbox"/> 試料調製室は適切な温度と湿度が保たれているか？
13	<input type="checkbox"/> 無臭空気の無臭性は保たれているか？
14	<input type="checkbox"/> におい袋は十分洗浄できているか？
15	<input type="checkbox"/> 注射器は試料で数回共洗いしてから使用しているか？
16	<input type="checkbox"/> 注射針はしっかり取り付けられているか？
17	<input type="checkbox"/> ガスタイトシリンジのプランジャーチップは緩くなっていないか？
18	<input type="checkbox"/> 注射器で正確な量を注入できているか？
19	<input type="checkbox"/> 当初希釈倍数の強度は強すぎたり弱すぎたりしないか？
20	<input type="checkbox"/> 各希釈段階の強度に異常はないか？
21	<input type="checkbox"/> 嗅ぎ方は統一されているか？（鼻当ての有無、嗅ぐ強さ、外気による希釈の影響など）
22	<input type="checkbox"/> 付臭におい袋を選ぶ判断基準は統一されているか？（においの有無、強度、質）
23	<input type="checkbox"/> パネルの不用意な発言や私語の多さが他のパネルの判断に影響していないか？
24	<input type="checkbox"/> パネルの臭気強度の回答に不自然な点はないか？（希釈したのに強度が大きくなるなど）
25	<input type="checkbox"/> 付臭におい袋の番号を控えるときに書き間違いはないか？
26	<input type="checkbox"/> 配付するにおい袋に間違いはないか？
27	<input type="checkbox"/> 回答用紙の番号を集計するときに写し間違いはないか？
28	<input type="checkbox"/> 臭気指数や臭気濃度の算出過程で計算間違いはないか？
29	<input type="checkbox"/> 事前調査結果や試料採取状況などを勘案して結果に不審点はないか？

嗅覚測定法精度改善取組記録票

()

記入日	年 月 日 ()		記入者	
問題事例	試料			
	採取日	年 月 日 ()	試験日	年 月 日 ()
	具体的内容			
	関連するチェックリスト番号			
改善策				
効果				
結果の 生かし方	<input type="checkbox"/> SOP に記述を追加 <input type="checkbox"/> チェックリストに項目を追加 <input type="checkbox"/> () に周知徹底 <input type="checkbox"/> () に報告 <input type="checkbox"/> 特段の行動なし <input type="checkbox"/> その他 ()			
確認者 1		確認日	年 月 日 ()	
確認者 2		確認日	年 月 日 ()	

精度評価試験の実施方法

1. 概要

測定機関の精度評価を行う試験は、一般に同一の試料を複数の測定機関に配付して繰り返し測定する、いわゆる共同評価実験により行われる。ただし、十分信頼できる標準物質が存在し、測定方法の精度が既知の場合には、この標準物質を用いて測定機関の併行精度やかたよりを評価することができる。ここでは、標準物質として酢酸エチルを用いた精度評価試験の詳細について述べる。なお、ここで用いる併行精度、再現精度及び嗅覚閾値の各値については、今後も適宜データを蓄積して信頼性を高める必要がある。

2. 標準物質を用いた精度評価

2.1 測定試料

環境試料の測定方法の精度評価試験には、酢酸エチルを約 50ppm^{注1, 2)} に調製したものを用いる。また、排出口試料の測定方法の精度評価試験には、酢酸エチルを約 2000ppm^{注1, 3)} に調製したものを用いる。

注1) 濃度が異なることによって併行精度などが異なる可能性があることから、本来は複数の濃度段階で行う必要があるが、現状では1段階としている。

注2) 濃度の調製は、濃度既知の標準ガスボンベから分取する、標準ガス発生装置を用いる、無臭空気を注入した臭袋に一定量の酢酸エチルを気化させるなどの方法で行う。測定は試料調製後、速やか(半日程度以内)に行う必要がある。また、可能であれば「特定悪臭物質の測定の方法」(昭和47年環境庁告示第9号)に従って濃度測定を実施する。

注3) 上記注2) に示す方法と同様の方法で調製する。

2.2 測定方法

測定は「臭気指数及び臭気排出強度の算定の方法」(平成7年環境庁告示第63号)に従って行い、閾値濃度の常用対数値を計算する。独自に手順の改善などを行った場合には、その点について明記する。なお、測定機関の精度を評価するためには、繰り返し測定をしなければならない。

2.3 結果の評価に用いる値

結果の評価に用いる値は表-Aに示す通りである。

表-A 精度評価試験の結果の評価に用いる値

測定方法	参照値 μ	併行標準偏差 σ_r	再現標準偏差 σ_R	室間標準偏差 σ_L
環境試料	-0.10	0.13	0.24	0.20
排出口試料	-0.26	0.17	0.22	0.15

2.4 結果の評価

1) 併行標準偏差の既知の値を用いる方法

測定結果は、あらかじめ JIS Z 8402-2 に示されたグラブズの検定により、外れ値の検討をしておく。以降、JIS Z 8402-4 に従って評価を行う。

①測定機関内精度のチェック

まず、 n 個の繰り返し測定結果 x_i ($i=1\sim n$) から、平均値 \bar{x} 及び測定機関内標準偏差 s_r を以下の式によって求める。

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

$$s_r = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}{n}}{n-1}} \quad (2)$$

続いて、以下のように C'' を計算し、 C''_{crit} と比較する。

$$C'' = \left(\frac{s_r}{\sigma_r} \right)^2 \quad (3)$$

$$C''_{crit} = \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)}{\nu} \quad (4)$$

ここで、 σ_r は併行標準偏差で既知の値 (表-A)、 $\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)$ は自由度 $\nu = n-1$ の χ^2 分布の $(1-\alpha)$ 分位点で、通常、 $\alpha = 0.05$ とする。比較の結果、 $C'' > C''_{crit}$ ならば、 s_r と σ_r は統計的に有意な差があるということになるので、測定が正しく行われているか、あるいは測定方法自体に問題がないか検討する。 $C'' \leq C''_{crit}$ ならば、統計的有意差があるとはいえないので、引き続き測定機関のかたよりを評価する。

②測定機関のかたよりのチェック

以下の式によって、測定機関のかたよりの推定値 $\hat{\Delta}$ 及び A_w を計算する。

$$\hat{\Delta} = \bar{x} - \mu \quad (5)$$

$$A_w = \frac{1.96}{\sqrt{n}} \quad (6)$$

ここで、 μ は参照値である (表-A)。次に、以下の式によって測定機関のかた

よりの 95%信頼区間を求める。

$$\hat{\Delta} - A_w \sigma_r \leq \Delta \leq \hat{\Delta} + A_w \sigma_r \quad (7)$$

この区間 Δ が 0 を含めば、測定機関のかたよりは統計的に有意ではないということになる。0 を含まなければ、統計的な有意差があるということになり、測定結果及び測定方法について検討する必要がある。

2) 併行標準偏差及び再現標準偏差の既知の値を用いる方法

測定結果は、あらかじめ JIS Z 8402-2 に示されたグラブズの検定により、外れ値の検討をしておく。以降、JIS Z 8402-6 に従って評価を行う。

①測定機関内精度のチェック

(4)式までは 1)の方法と同様であり、 $C'' \leq C''_{crit}$ ならば、引き続き測定機関のかたよりを評価する。

②測定機関のかたよりのチェック

容認の基準は次式に示す通りである。

$$|\bar{x} - \mu| < 2\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{n-1}{n}} \quad (8)$$

ただし、 σ_R は再現標準偏差で既知の値である(表-A)。上式が成立しなければ、測定結果及び測定方法について検討する必要がある。

3. 共同実験による測定機関の評価

上述の試料以外に、

- 濃度が未知である標準物質 (酢酸エチル)
- 酢酸エチル以外の物質
- 実発生源の臭気

などを用いて試験室の精度を評価する場合には、以下に述べる共同評価実験を行う。

注4) 一般の分析においては、例えばすでに十分信頼の得られている試験室での測定結果との比較によって、かたよりなどを評価することも可能ではあるが、嗅覚測定法の場合、測定結果はパネルの嗅力に依存し、いわゆる真の値と呼ばれるものが測定不可能であることから、このような方法は推奨されない。

注5) 評価には、測定法の併行標準偏差及び再現標準偏差を用いる。嗅覚測定法の場合、これらは各臭気物質に対するパネルの嗅力分布にも依存すると考えられるため、臭気ごとに異なる可能性がある。この点については、今後各臭気に対する知見を蓄積する必要がある。

注6) 実発生源や濃度未知の試料については、測定結果として臭気指数しか得られない。濃度既知の単一物質の場合は臭気指数のほか、閾値が算出される。閾値を用いる場合

はその対数値を求めて下記の評価を行う。臭気指数を用いる場合は臭気指数を10で除した値を求めて下記の評価を行う。

3.1 参加測定機関数と繰り返し回数

参加測定機関数は多いほど望ましいが、極端に多いのは現実的ではない。また、繰り返し回数は3回以上とする。

3.2 試料の配付

測定試料の配付は、臭気指数が未知であることを保証するためにも、できれば試験に参加しない第三者機関が行うことが望ましい。臭気指数があまりに大きいと2段階希釈を行う必要性が生じるので、配付試料の臭気指数の範囲はあらかじめ十分に検討されなければならない。また試料の安定性の問題から、試料の調製から測定までの時間はできるだけ短いことが望ましく、かつ各測定機関における測定の時間的スケジュールを統一する必要がある。

3.3 測定方法

2.2と同様の方法で測定する。

3.4 結果の評価

測定機関内精度については、2.4と同様の方法で評価する。

測定機関のかたよりについては、JIS Z 8402-6に従って評価する。まず、各測定機関 j ($j=1\sim p$) について測定結果の標準偏差 s_j を(2)式により求める。そして(9)式及び(10)式により併行分散 s_r^2 及び室間分散 s_L^2 を求める。

$$s_r^2 = \frac{\sum_{j=1}^p (n_j - 1) s_j^2}{\sum_{j=1}^p (n_j - 1)} \quad (9)$$

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{n}} \quad (10)$$

ここで、 p は参加測定機関数、 n_j は測定機関 j における繰り返し測定回数である。また、

$$s_d^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{j=1}^p n_j (\bar{x}_j - \bar{\bar{x}})^2 = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{j=1}^p n_j (\bar{x}_j)^2 - (\bar{\bar{x}})^2 \sum_{j=1}^p n_j \right] \quad (11)$$

$$\bar{n} = \frac{1}{p} \sum_{j=1}^p n_j \quad (12)$$

$$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{j=1}^p n_j \bar{x}_j}{\sum_{j=1}^p n_j} \quad (13)$$

であり、 \bar{x}_j は試験室 j における平均値である。 s_L^2 は既知の室間分散 σ_L^2 と比較される。容認の基準は次式に示す通りである。

$$\frac{\bar{\bar{n}} s_L^2 + s_r^2}{\bar{\bar{n}} \sigma_L^2 + \sigma_r^2} \leq \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(v)}{v} \quad (14)$$

ここで、有意水準 α は0.05とする。もし、(14)式に適合するならば、 s_L^2 は容認でき、すべての試験室が満足すべき結果を得たと判断できる。基準が適合しないときには、グラップズの検定統計量を計算することにより、最も外れている結果を見つけ、そこで問題となる試験室の測定結果を除外し、残った試験室について再び室間分散を推定する。もし修正した室間分散が(14)式を満たしているならば、これらの試験室は承認される。そうでなければ、グラップズの検定の統計量を再計算し、必要ならばこの手順を繰り返す。ただし、多くの試験室が外れ値となる場合にはこの方法は適さず、評価を行う前に全データを検査し直す必要がある。

精度評価試験の実施例

1. 標準物質を用いた精度評価例

酢酸エチル 1800ppm の試料を作成し、排出口試料の方法で嗅覚測定を 3 回繰り返し行った。このときの結果を表-B に示す。なお、試料の酢酸エチル濃度を環境庁告示の特定悪臭物質の測定方法により求めたところ、1740ppm であった。

表-B 精度評価試験における臭気指数測定結果の例

a. 各測定におけるパネルの個人閾値 (対数値) の平均値(上下カット後の 4 人の平均値)	b. 酢酸エチル濃度の対数値 (=log 1740)	c. 閾値濃度の対数値 (=b-a)
3.74	3.24	-0.50
3.99		-0.75
3.49		-0.25

上記の結果から、閾値濃度の対数値の平均値 $\bar{x} = -0.50$ 、標準偏差 $s_r = 0.25$ とする。

ここでは、併行標準偏差及び再現標準偏差の既知の値を用いる方法で結果の評価を行うことにする。まず、機関内精度のチェックを(3)、(4)式に基づいて行くと、以下のようなになる。

$$C''' = \left(\frac{s_r}{\sigma_r} \right)^2 = \left(\frac{0.25}{0.17} \right)^2 = 2.2$$

$$C'''_{crit} = \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(v)}{v} = \frac{\chi^2_{(0.95)}(2)}{2} = \frac{5.99}{2} = 3.00$$

したがって、機関内精度は満足できる値であるといえる。続いて、かたよりのチェックを(8)式に基づいて行くと、以下のようなになる。

$$|\bar{x} - \mu| = |-0.50 - (-0.26)| = 0.24$$

$$2\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{n-1}{n}} = 2\sqrt{0.22^2 - 0.17^2 \frac{3-1}{3}} = 0.34$$

したがって、かたよりの容認基準も満たされ、満足な結果が得られたと判断できる。これらの例は排出口試料の測定方法に関するものであるが、環境試料の場合も同様である。

2. 共同実験による測定機関の評価例

10 測定機関において 3 回ずつ繰り返し測定を行い、臭気指数として表-C のような結果を得た。以降の計算には、臭気指数を 10 で除した表-D の値を用いる。

表-C 共同実験の結果例

測定機関	臭気指数		
1	32	34	35
2	35	35	32
3	36	32	32
4	34	34	35
5	34	36	35
6	34	35	35
7	24	25	22
8	35	32	35
9	34	32	32
10	35	36	34

表-D 測定機関内精度の計算

試験室	臭気指数/10			平均 \bar{y}	標準偏差 s_j	s_j^2 / σ^2
1	3.2	3.4	3.5	3.37	0.15	0.81
2	3.5	3.5	3.2	3.40	0.17	1.04
3	3.6	3.2	3.2	3.33	0.23	1.84
4	3.4	3.4	3.5	3.43	0.06	0.12
5	3.4	3.6	3.5	3.50	0.10	0.35
6	3.4	3.5	3.5	3.47	0.06	0.12
7	2.4	2.5	2.2	2.37	0.15	0.81
8	3.5	3.2	3.5	3.40	0.17	1.04
9	3.4	3.2	3.2	3.27	0.12	0.46
10	3.5	3.6	3.4	3.50	0.10	0.34
			全平均	3.30		
			$S\bar{y}_j$	0.337		

まず、測定機関内精度を評価する。 $\chi^2_{(0.95)}(2)/2 = 5.99/2 = 3.00$ であるので、表一Dの値と比較すると、すべての試験室について容認されるという結果になった。引き続き、かたよりを評価すると以下ようになる。

$$\frac{\overline{\overline{n}} s_L^2 + s_r^2}{\overline{\overline{n}} \sigma_L^2 + \sigma_r^2} = \frac{0.341}{0.096} = 3.5$$

$\chi^2_{(0.95)}(9)/9 = 16.92/9 = 1.88$ であるので、すべての測定機関で容認されるとはいえない。最も大きく外れている値は測定機関7のものである。測定機関7に対するグラブズ法の統計量の値は以下ようになる。

$$G = (3.30 - 2.37)/0.337 = 2.76$$

JIS Z 8402-2によると、これは限界値を超えており、試験室7の結果は除外される。除外して再度計算すると、以下ようになる。

$$\frac{\overline{\overline{n}} s_L^2 + s_r^2}{\overline{\overline{n}} \sigma_L^2 + \sigma_r^2} = \frac{0.018}{0.096} = 0.19$$

一方、 $\chi^2_{(0.95)}(8)/8 = 15.51/8 = 1.94$ であるので、測定機関7を除いたすべての測定機関は容認されると考えられる。

精度管理実施状況報告書

年 月 日

測定機関： _____

測定方法： _____

1. 併行条件下における標準臭気の臭気指数の繰り返し測定結果（直近のもの）

測定日	年 月 日 ()		標準臭気	内 訳	
	繰り返し回数	回		調製方法	
臭気指数測定結果	1		範 囲		～
	2		平 均 値		
	3		標 準 偏 差		
	4				
	5				
	6				

2. 標準臭気の臭気指数の定期的測定結果（上記の繰り返し測定以降に実施されたもの）

No.	測定日	標準臭気		臭気指数測定結果	備考
		内訳	調製方法		
1	年 月 日 ()				
2	年 月 日 ()				
3	年 月 日 ()				
4	年 月 日 ()				
5	年 月 日 ()				
6	年 月 日 ()				
7	年 月 日 ()				
8	年 月 日 ()				
9	年 月 日 ()				
10	年 月 日 ()				
		範 囲		～	
		平 均 値			
		標 準 偏 差			

3. その他特記事項

精度管理に関する用語説明

一次標準【primary standard】

最高の計量性能をもち、同一の量の他の標準への参照なしにその値が特定の範囲内において受容されるように指定され、又は広く認められた標準。(JIS Q 0030)

最高の特性をもち、同一の量の他の標準への参照なしにその値が認められた標準。(JIS Z 8103)

かたより【bias】

観測値・測定結果の期待値から真の値を引いた値。現実には真の値の代用として参照値又は合意値が用いられる。(JIS Z 8101-2)

測定値の母平均から真の値を引いた値。(JIS Z 8103)

測定結果の期待値と、採択された参照値との差。(JIS Z 8402-1)

※JIS Z 8402-1には、「採択された参照値」を「真の値」とすべきであるとの記述がある。

共同評価実験【collaborative assessment experiment】

同一試料、同じ標準測定方法による、各試験室の測定能力を評価するための多施設共同実験。(JIS Z 8402-1)

国際標準【international standard】

国際的な合意によって認められた標準であって、当該量の他の標準に値付けするための基礎として国際的に用いられるもの。(JIS Z 8103)

誤差【error】

観測値・測定結果から真の値を引いた値。現実には真の値の代用として参照値又は合意値が用いられる。(JIS Z 8101-2)

測定値から真の値を引いた値。(JIS Z 8103)

国家標準【national standard】

国家による公式な決定によって認められた標準であって、当該量の他の標準に値付けするための基礎として国内で用いられるもの。(JIS Z 8103)

再現条件→(室間) 再現条件

再現精度→(室間) 再現精度

再現標準偏差【reproducibility standard deviation】

再現条件で得られた測定結果の標準偏差。(JIS Z 8402-1)

(採択された) 参照値【(accepted) reference value】

次のようにして得られた、比較のために容認された標準として役立つ値。

- a) 科学的原理に基づく理論値又は確定値。
- b) ある国家又は国際機関の実験研究に基づく付与値、又は認証値。
- c) 科学又は技術集団の主催する共同実験研究に基づく合意値、又は認証値。
- d) a), b), c)のいずれにも拠ることができないときは、その量の期待値、すなわちその測定値の母集団の平均値。(JIS Z 8402-1) (JIS Z 8101-2でもほぼ同様の表現)

参照値→(採択された) 参照値

(室間) 再現条件【reproducibility conditions】

同一試料の測定において、試験室・人・日時・装置のすべてが異なっているという繰り返しに関する条件。(JIS Z 8101-2)

同一と見なせるような測定試料について、同じ方法を用い、異なる試験室で、異なるオペレータが、異なる装置を用いて、独立な測定結果を得る測定の条件。(JIS Z 8402-1)

(室間) 再現精度【reproducibility】

室間再現条件による測定結果の精度。標準偏差で表した場合には(室間)再現標準偏差、分散で表した場合には(室間)再現分散という。(JIS Z 8101-2)
再現条件による測定結果の精度。(JIS Z 8402-1)

実用標準【working standard】

計器、実量器又は標準物質を、日常的に校正又は検査するために用いられる標準。(JIS Z 8103)

真度【trueness】

真の値からのかたよりの程度。かたよりが小さい方が、より真度が良い、又は高いという。現実には真の値の代用として参照値又は合意値が用いられる。(JIS Z 8101-2)

十分多数の測定結果から得られた平均値と、採択された参照値との一致の程度。ふつう真度はかたよりによって表される。(JIS Z 8402-1)

※JIS Z 8402-1には、「採択された参照値」を「真の値」とすべきであるとの記述がある。

真の値【true value】

ある与えられた特定の量の定義と合致する量。これは理想化された完全な測定によってのみ得られる値である。(JIS Z 8101-2) (JIS Z 8103でもほぼ同様の表現)

精確さ【accuracy】

観測値・測定結果と真の値との一致の程度。真度と精度を総合的に表したものの。現実には真の値の代用として参照値又は合意値が用いられる。(JIS Z 8101-2)

個々の測定結果と採択された参照値との一致の程度。(JIS Z 8402-1)

※JIS Z 8402-1には、「採択された参照値」を「真の値」とすべきであるとの記述がある。

精度【precision】

同一試料に対し、定められた条件の下で得られる独立な観測値・測定結果のばらつき程度。ばらつきが小さい方が、より精度が良い、又は高いという。(JIS Z 8101-2)

定められた条件の下で繰り返された独立な測定結果の間の一致の程度。(JIS Z 8402-1)

※JIS Z 8103における「精度」は、JIS Z 8101-2及びJIS Z 8402-1の「精確さ」に相当する。

トレーサビリティ【traceability】

不確かさがすべて表記された切れ目のない比較の連鎖によって、決められた基準に結びつけられ得る測定結果又は標準の値の性質。基準は通常、国家標準又は国際標準である。(JIS Z 8103) (JIS Q 0030でもほぼ同様の表現)

二次標準【secondary standard】

同一の量の一次標準との比較によって値が付与された標準。(JIS Q 0030) (JIS Z 8103でもほぼ同様の表現)

認証標準物質【certified reference material: CRM】

認証書の付いた標準物質で、一つ以上の特性値が、その特性値を表す単位を正確な現示へのトレーサビリティが確立された手順によって認証され、各認証値にはある表記された信頼水準での不確かさが付いているもの。(JIS Q 0030)

一つ以上の特性値が認証された、認証書付の標準物質。特性値を表す単位について、その正確な現示のためのトレーサビリティが確立され、かつ表記された信頼水準での不確かさが認証書に付されるという手続きによって、特性値は認証される。(JIS Z 8103)

外れ値【outlier】

観測値の集合のうち、異なった母集団からのもの、又は計測値の過ちの結果である可能性を示す程度に他と著しくかけ離れた観測値。(JIS Z 8101-1)

一組の値のうち、他の値と不整合な値。(JIS Z 8402-1)

ばらつき【dispersion, imprecision】

観測値・測定結果の大きさがそろっていないこと。又は不ぞろいの程度。ばらつきの大きさを表すには、標準偏差などを用いる。(JIS Z 8101-2) (JIS Z 8103 でもほぼ同様の表現)

標準物質【reference material: RM】

測定装置の校正、測定方法の評価、又は材料に値を付与することに用いるために一つ以上の特性値が十分に均一で、適切に確定されている材料又は物質。(JIS Q 0030) (JIS Z 8103)

併行条件【repeatability conditions】

同一試料の測定において、人・日時・装置のすべてが同一とみなされる繰り返しに関する条件。(JIS Z 8101-2)

同一と見なせるような測定試料について、同じ方法を用い、同じ試験室で、同じオペレータが、同じ装置を用いて、短時間のうちに独立な測定結果を得る測定条件。(JIS Z 8402-1)

併行精度【repeatability】

併行条件による観測値・測定結果の精度。標準偏差で表した場合には併行標準偏差、分散で表した場合には併行分散という。(JIS Z 8101-2)

併行条件による測定結果の精度。(JIS Z 8402-1)

併行標準偏差【repeatability standard deviation】

併行条件で得られた測定結果の標準偏差。(JIS Z 8402-1)

参考規格

- 1) JIS Q 0030, 標準物質に関連して用いられる用語及び定義 (1997)
- 2) JIS Z 8101-1, 統計—用語と記号—第1部: 確率及び一般統計用語 (1999)
- 3) JIS Z 8101-2, 統計—用語と記号—第2部: 統計的品質管理用語 (1999)
- 4) JIS Z 8103, 計測用語 (2000)
- 5) JIS Z 8402-1, 測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度) —第1部: 一般的な原理及び定義 (1999)