



Warunki i wymogi niezbędne do prawidłowego funkcjonowania Laboratorium Badań Olfaktometrycznych

Izabela Sówka, Urszula Kita, Maria Skrętowicz, Alicja Nych
Politechnika Wroclawska

Jerzy Zwoździak
Instytut Meteorologii i Gospodarki Wodnej, Warszawa

1. Wstęp

Cechą charakterystyczną wielu substancji chemicznych, emitowanych również podczas procesów przemysłowych, jest zapach, którego percepcja jest kwestią indywidualną, zależną od cech osobniczych. Emisja odorantów w znacznym stopniu wpływa na komfort życia ludzi, oddziałując na ich samopoczucie, a także na stan zdrowia [2]. Ponadto emisja odorów może znacząco obniżać jakość środowiska naturalnego a tym samym jego walory turystyczne i potencjał ekonomiczny. Na świecie stosuje się wiele metod oceny zapachowej jakości powietrza, do których należą: metody chemii analitycznej, olfaktometria dynamiczna i rozcieńczeń statycznych, inspekcje terenowe, badania ankietowe oraz modelowanie [3]. W wielu krajach w Europie i na świecie problem odorów został unormowany prawnie i istnieją ściśle określone wytyczne dotyczące dopuszczalnych poziomów emisji związków zapachowo czynnych, ich intensywności w kontekście częstości występowania i zapewnienia standardów zapachowej jakości powietrza [2]. Zakłady, które są źródłem emisji odorów podlegają kontrolom, a inwestycje potencjalnie uciążliwe zapachowo wymagają pozwoleń i spełnienia wymogów dotyczących między innymi dopuszczalnych odległości zakładu od zabudowy mieszkalnej. W Polsce mimo wielu podejmowanych prób nie ma uregu-

lowań w zakresie metod oceny stopnia uciążliwości zapachowej. Jedy-
nym dokumentem normalizacyjnym jest norma PN-EN 13725:2007 „Ja-
kość powietrza. Oznaczenie stężenia zapachowego metodą olfaktometrii
dynamicznej”. Zawiera opis metodyki pomiarów stężenia zapachowego
i określa wymogi niezbędne dla zapewnienia jakości badań olfaktome-
trycznych od etapu poboru próbek zapachu, przez oznaczenie próbek, po
opracowanie uzyskanych wyników badań [4]. Ze względu na specyfikę
badań stężenia odorantów, wykorzystującą zmysł węchu, konieczne jest
spełnienie wszystkich obostrzeń zapewniających wiarygodność i rzetel-
ność wyników pomiarów.

2. Pomiar stężenia zapachowego

W celu określenia emisji odorantów konieczne jest określenie stę-
żenia zapachowego, które wyrażane jest w europejskich jednostkach za-
pachowych na metr sześcienny (ou_E/m^3). Jest to ilość odorantu odpara-
wana w objętości 1 m^3 obojętnego gazu, która w warunkach standardo-
wych jest wyczuwana węchowo przez połowę osób z grupy reprezen-
tatywnej poddanej działaniu odorantu [4]. Pomiar stężenia zapachowego
metodą olfaktometrii dynamicznej opisany jest w normie PN-EN 13725 –
opiera się on na prezentowaniu zespołowi osób oceniających kolejnych
malejących rozcieńczeń zapachowej próbki powietrza. urządzeniem roz-
cieńczającym jest tu olfaktometr, którego zakres wynosi od 2^2 do 2^{16} .
Pomiar odbywa się metodą „tak-nie”, podczas której zespół oceniających
odpowiada na pytanie: „Czy zapach jest wyczuwalny?” [1]. Podczas pre-
zentowanej serii rozcieńczeń probanci otrzymują naprzemiennie powie-
trze i próbkę zapachu o określonym stężeniu. Dla sprawdzenia rzetelno-
ści odpowiedzi stosuje się tzw. „ślepe próby”, tzn. podanie czystego po-
wietrza w miejscu próbki zapachowej.

Określenie stężenia zapachowego pozwala na określenie emisji
odorantu, a użycie badań modelowych rozprzestrzeniania zanieczyszczeń
na oszacowanie zasięgu oddziaływania źródła emisji odorów i ocenę za-
pachowej jakości powietrza. Metoda olfaktometrii dynamicznej stosowa-
na jest do pomiaru stężenia zapachowego, jak również intensywności
zapachu i jakości hedonicznej.

3. Laboratorium Badań Olfaktometrycznych

2.1. Wyposażenie i warunki panujące w laboratorium

Podstawowe wyposażenie Laboratorium Badań Olfaktometrycznych stanowi olfaktometr (rys. 1). Oprogramowanie stanowi komplementarny element Laboratorium (i olfaktometru) oraz umożliwia przy pomocy komputera sterowanie pomiarem, a także automatyczne wykonywanie obliczeń statystycznych i prezentację wyników. Zatem olfaktometr i komputer są głównymi elementami pomieszczenia pomiarowego, które powinno stwarzać przyjemne i bezwonne środowisko pracy dla zespołu oceniającego.



Rys. 1. Podstawowe wyposażenie Laboratorium Badań Olfaktometrycznych – olfaktometr dynamiczny

Fig. 1. Basic equipment of Olfactometric Laboratory – dynamic olfactometer

Pomiar stężenia zapachu odbywa się w warunkach ciśnienia atmosferycznego. W pomieszczeniu tym niezbędna jest klimatyzacja zapewniająca odpowiednią temperaturę i wilgotność. Temperatura komfortu cieplnego dla ludzi w pomieszczeniu wynosi od 20 do maksymalnie 25°C i zaleca się, aby w trakcie trwania pomiarów temperatura początkowa nie zmieniała się bardziej niż o $\pm 3^{\circ}\text{C}$ [4]. Zespół pomiarowy (zespół oceniający) nie powinien być również bezpośrednio narażony na nadmierne nasłonecznienie. Wilgotność w pomieszczeniu przeznaczo-

nym do przebywania dla ludzi powinna mieścić się w zakresie 40–60%. Dla kontroli omówionych czynników w laboratorium powinien znajdować się termometr i higrostat. Dobrze dobrana wentylacja pozwala zapewnić również odpowiedni poziom stężenia ditlenku węgla w pomieszczeniu, którego udział nie powinien przekraczać 0,15%. Ważnym czynnikiem, który może wpływać na samopoczucie probantów, a tym samym na dokładność pomiarów jest hałas. Z tego względu głośne urządzenia np. sprężarka (rys. 2a) powinny znajdować się w oddzielnym pomieszczeniu technicznym. W pomieszczeniu technicznym powinny znajdować się również urządzenia pomocnicze i służące do przygotowywania próbek. Zakres rozcieńczeń olfaktometru to 2^2 – 2^{16} . W przypadku zbyt dużego stężenia zapachowej próbki powietrza możliwe jest jej wstępne rozcieńczenie przy użyciu rozcieńczalnika (rys. 2b). Próbkę można rozcieńczyć w stosunku 1:10 lub 1:100 (oprogramowanie olfaktometru umożliwia wprowadzenie rozcieńczenia wstępnego i uwzględnia je w obliczeniach stężenia zapachowego). Powietrze doprowadzane do olfaktometru powinno być uprzednio kondycjonowane, dlatego też stosuje się systemy filtracyjne wypełnione żelazem silikonowym (rys. 2c).

Wszystkie elementy olfaktometru i urządzeń służących przygotowaniu zapachowych próbek powietrza powinny być wykonane z materiałów bezwonnych. Producent sprzętu powinien również zapewnić minimalizację interakcji między składnikami próbki a materiałem sprzętu. Najczęściej stosuje się: PTFE (politetrafluoroetylen), FEP (kopolimer tetrafluoroetyleny i heksafluoropropylenu), PET (politereftalan etylenu), stal nierdzewną oraz szkło [5].

Oprócz pomieszczenia technicznego i pomiarowego (rys. 2 oraz 3a) laboratorium powinno obejmować również tzw. pokój probantów (rys. 3b), tzn. pomieszczenie z bezwonnym powietrzem i spełniające warunki komfortu, w którym zespół oceniający przebywa bezpośrednio przed pomiarem, w celu wyciszenia się i przygotowania do pracy, a także podczas przerw między seriami pomiarowymi.



(a)



(b)



(c)

Rys. 2. Wyposażenie pomieszczenia technicznego Laboratorium Badań Olfaktometrycznych: (a) sprężarka, (b) urządzenie do rozcieńczania wstępnego próbek – rozcieńczalnik EPD oraz (c) system filtracji powietrza

Fig. 2. Technical room equipment of Olfactometric Laboratory: compressor (a), a device for sample pre-dilution – EPD thinner (b), and air filtration system (c)



Rys. 3. Podstawowe pomieszczenia funkcjonujące w strukturze Laboratorium Badań Olfaktometrycznych: (a) pomieszczenie pomiarowe oraz (b) pomieszczenie dla zespołu oceniającego (probandów)

Fig. 3. Basic rooms within the Olfactometric Laboratory structure: the measuring room (a) and a room for the evaluation team (b)

2.2. Zespół pomiarowy

W badaniach olfaktometrycznych zespół pomiarowy pełni rolę „czujnika” zapachu i stanowi najważniejszy czynnik mający wpływ na rzetelność wyników pomiarów. Z tego względu probanci podlegają systematycznej selekcji, a także zobligowani są do przestrzegania kodeksu opisanego w normie PN-EN 13725. Zespół oceniający musi składać się z minimum czterech osób, jednak zaleca się większą liczbę osób dla polepszenia powtarzalności i dokładności pomiarów. Osoby rezerwowe są również konieczne w przypadku niedyspozycji któregoś z członków zespołu podstawowego. Probandem może być osoba, która ukończyła 16 lat, jest zdolna do przestrzegania instrukcji i mieści się w określonym zakresie wrażliwości węchowej wyznaczonej w czasie selekcji na n-butanolu. Oceniający powinien być odpowiednio zmotywowany do pracy, wykazywać zaangażowanie i skupienie podczas pomiarów. Na pół godziny przed pomiarem obowiązuje zakaz jedzenia, picia (za wyjątkiem wody), palenia papierosów a także żucia gumy [4]. W dniu pomiaru uczestnik nie powinien używać perfum, ani innych mocno pachnących kosmetyków, nie zapominając jednak o higienie osobistej. Na 15 minut przed planowanym pomiarem zespół oceniający powinien przebywać w przeznaczonym do tego pomieszczeniu w celu wyciszenia i zaadaptowa-

nia się do środowiska panującego w laboratorium olfaktometrycznym. W czasie trwania serii pomiarowej członkowie zespołu nie powinni ze sobą rozmawiać, ani też kontaktować się w żaden inny sposób. Z pomiarów wyłączone są osoby niedysponowane, np. mające katar, ból głowy, zgłaszające ogólne złe samopoczucie. Jeśli to konieczne, pomiędzy kolejnymi seriami pomiarowymi należy robić krótkie przerwy dla odpoczynku.

Selekcja probantów jest podstawowym elementem budowy zespołu oceniającego. Dla zapewnienia powtarzalności i wiarygodności wyników ważne jest, aby członkowie zespołu poddawani byli regularnie testom z użyciem substancji odniesienia: n-butanol w azocie. Przed przystąpieniem do selekcji uczestnicy powinni być przeszkoleni na temat metodyki pomiarów i działania olfaktometru. Pierwsze wyniki po przeszkoleniu należy odrzucić. Do obliczeń statystycznych należy przyjąć minimum 10 wyników z trzech sesji pomiarowych przeprowadzonych w co najmniej jednodniowych odstępach czasu. Na podstawie obliczeń wyznacza się indywidualny próg wyczuwania zapachu. Odchylenie standardowe z logarytmów dziesiętnych indywidualnych ocen stężeń zapachu powinno być mniejszy niż 2,3, a średnia geometryczna tych stężeń powinna mieścić się w zakresie od 0,02 $\mu\text{mol/mol}$ do 0,080 $\mu\text{mol/mol}$ (zakres między 0,5- a 2-krotną wartością odniesienia przyjęto dla n-butanolu). Dla każdego z członków zespołu należy tworzyć historię pomiarów i w przypadku, gdy któryś z członków nie spełni kryteriów selekcji, musi zostać wyłączony z dalszych pomiarów, aż do momentu, gdy zgodność zostanie ponownie osiągnięta [4].

2.3. Zapewnienie jakości pomiarów

Dla zapewnienia jakości pomiarów w Laboratorium Badań Olfaktometrycznych niezbędne jest zadbanie również o urządzenia pomiarowe. Olfaktometr i inne urządzenia rozcieńczające wymagają kalibracji co najmniej raz w roku, zgodnie z normą i zaleceniem producenta. Dla zapewnienia kryterium dokładności i precyzji należy przeprowadzać również badania zgodności dla danego laboratorium i badania międzylaboratoryjne. Badania zgodności dla jednego laboratorium przeprowadza się raz w roku wykorzystując co najmniej 10 wyników pomiarów wykonanych z użyciem certyfikowanego materiału odniesienia w warunkach powtarzalności w okresie nie dłuższym niż 12 ostatnich miesięcy. Dokładny tok obliczeń podaje norma PN-EN 13725. Ze względu na specy-

fikę badań laboratorium może przeprowadzać porównania z innymi laboratoriami we własnym zakresie i dopuszcza się badania porównawcze obejmujące tylko dwa laboratoria [6]. Międzylaboratoryjne analizy porównawcze wykonuje się na odorantach nie będącymi materiałem odniesienia dla oceny dokładności pomiarów. Podczas badań tego typu laboratoria uczestniczące analizują takie same próbki zapachu, a do obliczeń statystycznych przyjmuje się co najmniej 10 wyników z każdego laboratorium. Obliczenia precyzji wykonuje się wówczas tak samo jak obliczenia dla badań zgodności na certyfikowanym materiale odniesienia przyjmując jako najlepsze oszacowanie wartości odniesienia średnią geometryczną ze stężeń zapachowych oznaczanych przez wszystkie uczestniczące laboratoria.

4. Podsumowanie

Ze względu na specyfikę badań olfaktometrycznych, w których główną rolę czujnika zapachu pełni przyrząd-narząd: ludzki nos, w Laboratorium Badań Olfaktometrycznych szczególnie ważne jest dbanie o jakość i precyzję pomiarów. Należy zapewnić przyjazne środowisko pracy dla zespołu oceniającego, a także zadbać o rzetelność jego członków poprzez odpowiednie motywowanie, szkolenie i dokładną selekcję. Ważną rolę pełni również oprzyrządowanie, głównie urządzenia rozcieńczające, które wymagają kalibracji, a także nadzór nad precyzją i dokładnością pomiarów.

Literatura

1. **Kośmider J., Mazur-Chrzanowska B., Wyszyński B.:** *Odory*. Wydawnictwo Naukowe PWN. Warszawa, 2002.
2. **Sówka I.:** *Metody identyfikacji odorotwórczych gazów emitowanych z obiektów przemysłowych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej. Wrocław, 2011.
3. **Szynkowska M.I., Zwoździak J.:** *Współczesna problematyka odorów*. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne. Warszawa, 2010.
4. Polska Norma PN-EN 13725: *Jakość powietrza. Oznaczanie stężenia zapachowego metodą olfaktometrii dynamicznej*. Warszawa 2007.
5. Materiały firmy **HORNIK**
6. **PCA:** *Polityka dotycząca uczestnictwa w badaniach biegiłości*. Warszawa 2011.

The Conditions and Requirements Necessary for the Proper Functioning of the Olfactometric Laboratory

Abstract

A characteristic feature of many chemicals, also emitted during industrial processes, is the smell, which is a matter of individual perception, depending on the individual features. Odor emission significantly influences on the quality of people life and can significantly decrease the quality of the environment. Over the world there is used several methods to assess odor air quality including analytical chemistry methods, dynamic olfactometry and static dilutions, field inspections, surveys and modeling. In Poland, the standardization document regarding to odor is the PN-EN 13725:2007 standard "Air Quality. Determination of odor concentration by dynamic olfactometry." that includes a description of the methodology of the odor concentration measuring and sets out the requirements necessary to ensure the quality of olfactometric research. In order to determine odor emissions, it is necessary to determine the odor concentration, which is expressed in European odor units per cubic meter (ou_E/m^3). It is the amount of odorant vaporized in a volume of $1 m^3$ of inert gas that at standard conditions is sensed by half of representative group exposed to odorant.

Due to the nature of olfactometric research in that the main role of odor sensor fully plays human nose in Olfactometric Laboratory is particularly important to take care of the quality and precision of the measurements. It should be provided a pleasant working environment for the evaluation team and ensured the reliability of its members through appropriate incentives, training in the methodology of measurements and the applicable rules, and careful selection by the use of the certified reference material. To ensure the quality of the measurements in the Olfactometric Laboratory it is necessary to ensure measurement devices that require periodic controls and calibration. To ensure accuracy and precision criteria must be also performed compliance testing to the laboratory and inter-laboratory tests.