

Joanna Kośmider, Beata Krajewska

Normalizacja olfaktometrii dynamicznej. Podstawowe pojęcia i jednostki miar

Wprowadzenie

Jednym z niekorzystnych skutków działalności człowieka jest występowanie niepożądanego zapachu w otoczeniu takich obiektów, jak: zakłady przemysłowe, obiekty rolnicze i hodowlane, składowiska odpadów stałych i zakłady ich utylizacji, oczyszczalnie ścieków i tp. Wprowadzenie przepisów, nakładających na przedsiębiorców obowiązek troski o komfort mieszkańców otoczenia takich źródeł zanieczyszczeń powietrza, wymaga wcześniejszego uzgodnienia procedur pomiarowo-kontrolnych i obliczeniowych.

Wiedza o zależności odczuwanego zapachu od rodzaju i stężenia zanieczyszczeń powietrza jest dotychczas uboga. Określenie składu gazów odlotowych nie umożliwia wiarygodnego przewidywania ich zapachu oraz zapachu powietrza w otoczeniu emitora. Jest konieczne zastosowanie wybranych metod analizy sensorycznej, pozwalających określić łączne stężenie mieszaniny substancji zapachowych – odorantów (stężenie zapachowe) [1-3].

Osiągnięcie satysfakcjonującej powtarzalności wyników sensorycznych pomiarów stężenia zapachowego w powietrzu i gazach odlotowych wymaga rygorystycznego przestrzegania zapisów odpowiednich procedur. Zgodnie z Ustawą „Prawo ochrony środowiska” (2001), wskazanie tych procedur mieści się w zakresie kompetencji ministra środowiska [4]. W dziale II „Ochrona powietrza” zapisano (Art. 86): *Minister właściwy do spraw środowiska, w porozumieniu z ministrem właściwym do spraw zdrowia, może określić, w drodze rozporządzenia, standardy zapachowej jakości powietrza i metody oceny zapachowej jakości powietrza.*

Ustalenie standardów zapachowej jakości powietrza (poziomów odniesienia dla stężenia zapachowego i dopuszczalnych częstości ich przekraczania) wymaga wskazania procedury:

- sensorycznych pomiarów emisyjnych stężeń zapachowych i emisji (zapachowe natężenie przepływu);
- obliczeniowego prognozowania zasięgu zapachowej uciążliwości emitatorów;

- terenowych oznaczeń rzeczywistego poziomu uciążliwości zapachowej przygruntowych stężeń odorantów (rzeczywistej częstości przekraczania poziomów odniesienia).

Różne techniki pomiarów i obliczeń były przedmiotem wieloletnich badań, wykonywanych w Politechnice Szczecińskiej. Najczęściej opisywano przebieg pomiarów stężeń odorantów metodą „ekstrapolacyjną”, która wielokrotnie zdała egzamin podczas badań emisji oraz ocen skuteczności dezodoryzacji [2,5,6]. Proponowaną metodę oznaczeń przygruntowego stężenia odorantów na podstawie intensywności zapachu również sprawdzono w praktyce [2,7]. Terenową weryfikację wyników komputerowych symulacji rozprzestrzeniania się odorantów wykonano między innymi w otoczeniu wytwórni kwasu fosforowego, po kilkuletnich badaniach emisji [2,8].

W opublikowanych materiałach stosowano terminologię i symbole, które obecnie trzeba zastąpić zgodnymi z nowymi zaleceniami Europejskiego Komitetu Normalizacyjnego (CEN). Jest to konsekwencją wejścia w życie w roku 2003 EN 13725, dotyczącej pomiarów stężeń emisyjnych metodą olfaktometrii dynamicznej [9]. Norma ta została uznana za Polską Normę w maju 2004. Jest dostępna tylko w wersji oryginalnej (ang., franc., niem.). Przewiduje się, że polska wersja PN-EN zostanie opublikowana w roku 2006.

Opracowując na zamówienie PKN polską wersję projektu prPN-EN 13725 zespół Politechniki Szczecińskiej stwierdził, że zamiana dotychczas stosowanych terminów



Prof. dr hab. inż. Joanna Kośmider
jest kierownikiem Zakładu Ekologicznych Podstaw Inżynierii Środowiska i Pracowni Zapachowej Jakości Powietrza – Politechnika Szczecińska.
Jest weryfikatorem tłumaczenia EN 13725.



Mgr inż. Beata Krajewska
jest doktorantką na Wydziale Technologii i Inżynierii Chemicznej – Politechnika Szczecińska.
Jest tłumaczem normy EN 13725.

Normalizacja olfaktometrii dynamicznej.

Podstawowe pojęcia i jednostki miar

Wprowadzenie

Jednym z niekorzystnych skutków działalności człowieka jest występowanie niepożądanego zapachu w otoczeniu takich obiektów, jak zakłady przemysłowe, obiekty rolnicze i hodowlane, składowiska odpadów stałych i zakłady ich utylizacji, oczyszczalnie ścieków i tp. Wprowadzenie przepisów, nakładających na przedsiębiorców obowiązek troski o komfort mieszkańców otoczenia takich źródeł zanieczyszczeń powietrza, wymaga wcześniejszego uzgodnienia procedur pomiarowo-kontrolnych i obliczeniowych.

Wiedza o zależności odczuwanego zapachu od rodzaju i stężenia zanieczyszczeń powietrza jest dotychczas uboga. Określenie składu gazów odlotowych nie umożliwia wiarygodnego przewidywania ich zapachu oraz zapachu powietrza w otoczeniu emitora. Jest konieczne zastosowanie wybranych metod analizy sensorycznej, pozwalających określić łączne stężenie mieszaniny substancji zapachowych – odorantów (stężenie zapachowe)¹⁻³.

Osiągnięcie satysfakcjonującej powtarzalności wyników sensorycznych pomiarów stężenia zapachowego w powietrzu i gazach odlotowych wymaga rygorystycznego przestrzegania zapisów odpowiednich procedur. Zgodnie z Ustawą „Prawo ochrony środowiska” (2001), wskazanie tych procedur mieści się w zakresie kompetencji Ministra Środowiska⁴. W dziale II. „Ochrona powietrza” zapisano (Art. 86): „*Minister właściwy do spraw środowiska, w porozumieniu z ministrem właściwym do spraw zdrowia, może określić, w drodze rozporządzenia, standardy jakości powietrza i metody oceny zapachowej jakości powietrza*”.

Ustalenie standardów zapachowej jakości powietrza (poziomów odniesienia dla stężenia zapachowego i dopuszczalnych częstości ich przekraczania) wymaga wskazania procedury:

- sensorycznych pomiarów emisyjnych stężeń zapachowych i emisji (zapachowe natężenie przepływu),
- obliczeniowego prognozowania zasięgu zapachowej uciążliwości emitatorów,

- terenowych oznaczeń rzeczywistego poziomu uciążliwości zapachowej przygruntowych stężeń odorantów (rzeczywistej częstości przekraczania poziomów odniesienia).

Różne techniki pomiarów i obliczeń były przedmiotem wieloletnich badań, wykonywanych w Politechnice Szczecińskiej. Najczęściej opisywano przebieg pomiarów stężeń odorantów metodą „ekstrapolacyjną”, która wielokrotnie zdała egzamin podczas badań emisji oraz ocen skuteczności dezodoryzacji^{2,5,6}). Proponowaną metodykę oznaczeń przygruntowego stężenia odorantów na podstawie intensywności zapachu również sprawdzono w praktyce^{2,7}). Terenową weryfikację wyników komputerowych symulacji rozprzestrzeniania się odorantów wykonano między innymi w otoczeniu wytwórni kwasu fosforowego, po kilkuletnich badaniach emisji^{2,8}).

W opublikowanych materiałach stosowano terminologię i symbole, które obecnie trzeba zastąpić zgodnymi z nowymi zaleceniami Europejskiego Komitetu Normalizacyjnego (CEN). Jest to konsekwencją wejścia w życie w roku 2003 Normy Europejskiej EN 13725, dotyczącej pomiarów stężeń emisyjnych metodą olfaktometrii dynamicznej⁹). Norma ta obowiązuje w Polsce od maja 2004. Została wprowadzona w trybie uznania wersji angielskiej. Przewiduje się, że polska wersja PN-EN zostanie ustanowiona w roku 2006.

Opracowując na zamówienie PKN polską wersję projektu prPN-EN 13725 zespół Politechniki Szczecińskiej stwierdził, że zamiana dotychczas stosowanych terminów i symboli na obowiązujące sprawia duże trudności, związane z koniecznością przełamania nawyków. Uznaliśmy, że szybkie opublikowanie krótkiego omówienia wprowadzanych zmian oraz nowych pojęć, ułatwi pokonanie podobnych trudności Czytelnikom naszych wcześniejszych publikacji, którzy już przywykli do wycofywanej terminologii i symboli.

Mamy nadzieję, że niniejszy artykuł ułatwi dyskusję dotyczącą tłumaczenia wielostronicowej normy EN 13725: *Air quality - Determination of odour concentration by dynamic olfactometry*, po skierowaniu prPN-EN do ankiety powszechnej.

Pojęcia „stężenie zapachowe, c_{od} [ou/m³]” i „jednostka zapachowa, ou”

Wymienione w tytule normy EN 13725 pojęcie „odour concentration, c_{od} ” jest często rozumiane jako „stężenie odorów”. Sugeruje to, że „odór” – „odory” to zanieczyszczenia powietrza o nieprzyjemnym zapachu, których stężenie decyduje o sile tego zapachu. Takie tłumaczenie pojęcia i jego interpretacja jest błędna. Zgodnie z łacińskim źródłosłowem znaczenie słowa „odour” jest znacznie szersze, od powszechnie nadawanego w języku polskim:

Ódőr, ödős – węch; a) zapach; kadzidło; delikatesy; b) niemiły zapach; smród; c) para;; wyziew; powiew; oddech; wietrze; przypuszczenie; domysł; przecucie („Słownik łacińsko-polski”, oprac. K. Kumaniecki według słownika Hermana Mengego i Henryka Kopii; PWN 1957).

Znaczenie „zapach” mają wyrazy „*odour*” i „*odeur*” w języku angielskim i francuskim (norma terminologiczna ISO 5492). Akceptacja analogicznego znaczenia odpowiedniego polskiego wyrazu pozwala lotne substancje, które mają zdolność pobudzania komórek nerwowych nabłonka węchowego nazwać „odorantami” (ang. „*odorant*”, franc. „*substance odorante*”), niezależnie od tego czy wywołują wrażenia przyjemne, czy nieprzyjemne. Poprawne językowo i zgodne z PN-ISO 5492 jest określanie tej grupy związków dwoma wyrazami „substancje zapachowe”. Prowadzi to niestety do nieporozumień – wywołuje skojarzenia z przyjemnie pachnącymi składnikami kosmetyków lub artykułów spożywczych, a zupełnie nie kojarzy się z niepożądanymi zanieczyszczeniami powietrza.

Zastępując wyraz „*odour*” na „zapach” otrzymujemy dla „*odour concentration*” określenie „stężenie zapachowe” (nie „stężenie zapachu”!). Termin „stężenie zapachowe, c_{od} ” powinien więc zastąpić dotychczas używany w polskim piśmiennictwie odpowiednik: „Liczba Jednostek Zapachowych, *LJZ*”.

Równocześnie z symbolem mierzonej wielkości musi się zmienić symbol jednostki miary ilości odorantów (substancji zapachowych) w metrze sześciennym powietrza. Jednostkę zapachową (*odour unit*), zgodnie z EN 13725 oznacza skrót „ou”, który musi zastąpić stosowany dotychczas skrót „jz”.

W związku z powyższym stężenie zapachowe oznaczamy jako:

dotychczas:		obecnie:
$LJZ [jz/m^3]$	\equiv	$c_{od} [ou/m^3]$
(liczba jednostek zapachowych)		(stężenie zapachowe)

W piśmiennictwie angielskojęzycznym stężenie zapachowe było wcześniej oznaczane również skrótem *TON*, pochodzącym od „*Threshold Odour Number*” („liczba progów zapachowych”). Na tym określeniu wzorowaliśmy się wprowadzając do polskiego piśmiennictwa naukowo-technicznego określenia: początkowo „Liczba Jednostek Odoru, *LJO* [jo/m^3]” (lata 1980-te)¹⁰⁾, a następnie (lata 1990-te) – „Liczba Jednostek Zapachowych, *LJZ* [jz/m^3]”. Wynika stąd, że za równoznaczne należy uznać:

$$TON [ou/m^3] \equiv LJO [jo/m^3] \equiv LJZ [jz/m^3] \equiv c_{od} [ou/m^3]$$

Stosowanie „jednostki zapachowej”, jako miary ilości substancji zapachowych (odorantów) w określonej objętości powietrza, wymaga jej ścisłego zdefiniowania. Do czasu sformułowania normy EN 13725 jednostka ta była definiowana w oparciu o klasyczne znaczenie pojęcia „progu wyczuwalności”. **Próg wyczuwalności** zapachu substancji zapachowej (odoranta) to takie jej stężenie w powietrzu, przy którym zapach jest spostrzegany przez 50% populacji lub przez 50% reprezentatywnej dla populacji grupy ludzi. Przy tym stężeniu przedstawiciele populacji o przeciętnym węchu zaczynają zauważać różnicę między powietrzem czystym i zanieczyszczonym (nie są jeszcze w stanie rozpoznać rodzaju zapachu). Tak zdefiniowanemu stężeniu (S , mg/m^3 lub ppm) przypisywano w polskim piśmiennictwie symbole SPW (Stężenie Progowe Wyczuwalności) lub S_{PWW} (Stężenie w warunkach Progu Węchowej Wyczuwalności). Obecnie, zgodnie z EN 13725, powinno być zapisywane jako c_{th} (stężenie *c-threshold*). Wynika stąd równoznaczność symboli progu:

$$SPW \equiv S_{PWW} \equiv c_{th}; [mg/m^3 \text{ lub } ppm]$$

Progi wyczuwalności, c_{od} , różnych substancji zapachowych bardzo różnią się między sobą, jednak reakcja osób o przeciętnym węchu na te stężenia jest taka sama (50% opinii: „*Zapach próbki różni się od zapachu czystego powietrza odniesienia*”). To spostrzeżenie jest podstawą klasycznej definicji jednostki zapachowej: ilość dowolnej substancji zapachowej, po której wprowadzeniu do jednego metra sześciennego czystego powietrza zapach spostrzega 50% populacji lub reprezentatywnej dla populacji grupy osób. Wynikają stąd równoznaczne zapisy:

$$\text{poprzednio: } S_{PWW} [mg/m^3 \text{ lub } ppm] \equiv 1 \text{ jz/m}^3$$

$$\text{obecnie: } c_{th} [mg/m^3 \text{ lub } ppm] \equiv 1 \text{ ou/m}^3$$

Taka definicja jednostki zapachowej pozwala wyznaczać stężenie zapachowe c_{od} [ou/m^3] przez stopniowe rozcieńczanie badanej próbki i obserwację zmian udziału osób wyczuwających zapach w reprezentatywnej dla populacji grupie oceniających. Stopień rozcieńczenia był określany dotychczas symbolem R , który należy zastąpić symbolem Z .

W czasie pomiarów jest poszukiwana odpowiedź na pytanie, jaki musi być stopień rozcieńczenia, aby zapach wyczuwało 50% oceniających, czyli aby osiągnąć próg: $c = c_{th} = 1$

ou/m³. Symbol stopnia rozcieńczenia „do progu” wyróżnia dolny indeks „50%” (dotychczas: $R_{50\%}$, obecnie: $Z_{50\%}$).

Zgodnie z obowiązującym zapisem stopień rozcieńczenia $Z_{50\%}$ jest równy ilorazowi c/c_{th} , a więc jest miarą stężenia zapachowego, c_{od} [ou/m³]. Stąd :

$$\text{dotychczas:} \quad LJZ [jz/m^3] = S/S_{PWW} = R_{50\%}$$

$$\text{obecnie:} \quad c_{od} [ou/m^3] = c/c_{od} = Z_{50\%}$$

Europejska jednostka zapachowa (ou_E), wzorzec EROM, zespół oceniających

W toku wieloletnich międzylaboratoryjnych prac badawczych, organizowanych przez grupę roboczą WG2 (Odours) w Komitecie Technicznym CEN/TC 264 „Air quality” stwierdzono, że zróżnicowanie wrażliwości węchu ludzi jest zbyt duże, aby wykonywanie pomiarów sensorycznych z udziałem grupy reprezentatywnej dla populacji było wykonalne w codziennej praktyce laboratoryjnej. Ustalono, że pomiary stężeń zapachowych mogą być wykonywane przez mniejszą grupę osób (nie mniej niż cztery), pod warunkiem, że będą to ludzie o podobnej wrażliwości węchu na wskazany w normie certyfikowany materiał odniesienia (zespół, populacja standardowa). **Członkami zespołów (panel members)** mogą zostać tylko ci oceniający, którzy spełniają określone kryteria sensorycznej sprawności. Zastosowanie we wszystkich europejskich pracowniach analizy sensorycznej tego samego odoranta odniesienia i takich samych kryteriów selekcji oceniających podczas tworzenia zespołów, uznano za niezbędny warunek powtarzalności i odtwarzalności wyników sensorycznych pomiarów stężenia zapachowego. Sprawność sensoryczna każdego z członków zespołu powinna być stale kontrolowana, a wyniki kontroli powinny być podstawą **selekcji i przesiewania**.

Kryterium selekcji zespołu powiązано z wyborem wzorca europejskiej jednostki zapachowej. Wprowadzono pojęcie Masy Europejskiego Wzorca Zapachu, **EROM** (*European Reference Odour Mass*), określonej dla n-butanolu (CAS 71-36-3), jako odoranta odniesienia. Za wartość odniesienia przy oznaczeniach progu wyczuwalności uznano stężenie:

$$c_{th E} = 1 \text{ EROM}/m^3 = 123 \mu\text{g}/m^3 = 0,040 \mu\text{mol}/\text{mol} = 1 \text{ ou}_E/m^3.$$

Podstawą **selekcji** oceniających są wyniki co najmniej dziesięciu ocen indywidualnego progu wyczuwalności n-butanolu o odpowiedniej jakości (*Individual Threshold Estimate*, ITE_{butanol}). Dane powinny być zebrane w co najmniej 3 sesjach w oddzielnych dniach, z co

najmniej jednodniową przerwą między sesjami. Oceniający może zostać członkiem zespołu, jeżeli:

- I. średnia geometryczna ITE_{butanol} mieści się między 0,5-krotną a 2-krotną przyjętą wartością odniesienia, czyli w zakresie między $62 \mu\text{g}/\text{m}^3$ do $246 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- II. antylogarytm z odchylenia standardowego (s), obliczonego dla zbioru dziesiętnych logarytmów ITE_{butanol} , jest mniejszy niż 2,3, czyli: $10^s \leq 2,3$; ($ITE_{\text{butanol}} [\mu\text{g}/\text{m}^3]$).

Przesiewanie (*panel screening*) to kontrola sensorycznej sprawności członków zespołu pod kątem zgodności z kryterium selekcji. Kontrole muszą być regularnie powtarzane, nie rzadziej niż raz na 12 pomiarów, w których uczestniczy dany członek zespołu. Jeżeli zbiór ostatnich od 10 do 20 wartości ITE_{butanol} nie spełnia wymienionych powyżej kryteriów selekcji, oceniający jest wyłączany z pomiarów do czasu odzyskania wymaganej sprawności.

Dodatkowe zwiększenie powtarzalności i odtwarzalności zespołowych pomiarów stężenia zapachowego zapewnia **wsteczne przesiewanie** zgromadzonych danych doświadczalnych (*retrospective screening*), wykonywane w czasie obliczeń stężenia zapachowego ($c_{\text{od}} [\text{ou}_E/\text{m}^3]$). Ma ono na celu wyłączenie tych członków zespołu, których oceny indywidualnego progu ITE (próbki) najbardziej odbiegają od pozostałych. Przyczyną tych odchyłeń mogą być czynniki zdrowotne (przeziębienia, alergie, stosowanie inhalacji) lub swoista węchowa nadwrażliwość (hiperosmia) lub niewrażliwość (anosmia) w stosunku do zapachu analizowanej próbki.

Według EN 13725 dla każdego z oceniających wyznacza się wartość Z_{ITE} – średnią geometryczną z wartości dwóch takich rozcieńczeń badanej próbki (kolejnych w serii), że po mniejszym z nich zapach jest spostrzegany bez wątpliwości, a po większym już nie. Z zespołu należy wyłączyć tych oceniających, których oceny indywidualnego progu Z_{ITE} różnią się ponad pięciokrotnie od średniej geometrycznej \bar{Z}_{ITE} z indywidualnych ocen wszystkich członków zespołu.

Sformułowano kryterium dotyczące parametru ΔZ , zdefiniowanego jako stosunek większej z porównywanych wielkości do mniejszej, ze znakiem wskazującym kierunek odchylenia od średniej:

$$\Delta Z, = Z_{ITE} / \bar{Z}_{ITE} \quad \text{lub} \quad \Delta Z = -\bar{Z}_{ITE} / Z_{ITE}$$

Parametr ΔZ powinien spełniać warunek:

$$-5 \leq \Delta Z \leq 5.$$

Po stwierdzeniu występowania w zbiorze danych wartości ΔZ , które nie mieszczą się w tym zakresie, należy ze zbioru wyłączyć wszystkie dane pochodzące od członka zespołu o największej wartości ΔZ („wyłączenie członka zespołu”), a następnie ponownie obliczyć średnią geometryczną \bar{Z}_{ITE} oraz wartości ΔZ . Jest to powtarzane aż do uzyskania takiego zbioru danych, które mieszczą się w zakresie od -5 do $+5$. Liczba członków zespołu, którzy nie zostali wyłączeni w czasie wstecznego przesiewania (nazywanych „włączonymi”), nie może być mniejsza od czterech.

Wynikiem pomiaru stężenia zapachowego jest średnia geometryczna z indywidualnych wartości Z_{ITE} pochodzących od włączonych członków zespołu.

Pojęcia „olfaktometr”, „olfaktometria”, „pomiar odorymetryczny”

Podczas sensorycznych pomiarów stężenia zapachowego stosowane są specjalistyczne aparaty, w których badany gaz jest precyzyjnie rozcieńczany gazem obojętnym przed prezentacją członkom zespołu. Aparaty te noszą nazwę **olfaktometrów**, a wykonywanym z ich użyciem pomiarom odpowiadają w EN 13725 dwa określenia: „*olfactometric measurement*” i „*odour measurement*”. Użycie tych pojęć jest nie w pełni zgodne z ISO 5492 i wersją PN-ISO: *Analiza sensoryczna. Terminologia*¹¹⁾. Według tej normy **olfaktometria (olfactometry)**, to pomiary reakcji oceniających na bodziec węchowy (badania wrażliwości węchu, obszar nauk medycznych i pokrewnych), a pomiary zapachowych cech materiałów wchodzą w zakres **odorymetrii (odorimetry)**. Takie znaczenie obu pojęć jest zakorzenione od wielu dziesięcioleci w piśmiennictwie polskim (podręczniki i normy dotyczące analizy sensorycznej żywności)¹⁾. W związku z tym merytorycznie poprawne i zgodne z ISO 5492 byłoby stosowanie w PN-EN 13725 terminów „odorymetria” i „pomiar odorymetryczny”, nie jest to jednak zgodne z oryginałem. W EN 13725 pojęcia „*odorimetry*” nie wymieniono w wykazie podstawowych pojęć i nie wykorzystano w tekście.

W przedstawionej sytuacji określenia: „*olfactometry*,” „*olfactometric measurement*” i „*odour measurement*” proponujemy uznać za odpowiedniki określeń polskich, odpowiednio: „olfaktometria”, „pomiar olfaktometryczny” i „pomiar odorymetryczny”.

Klasyfikacja procedur olfaktometrycznych i olfaktometrów

W normie EN 13725 w ramach olfaktometrii (rozumianej jak wyżej) wyodrębniono *direct olfactometry (on-line)* i *delayed olfactometry*, nazwane w tłumaczeniu olfaktometrią bezpośrednią i opóźnioną.

Olfaktometria bezpośrednia (online) to pomiary wykonywane „bez opóźnień”. Strumień gazu jest bezpośrednio kierowany do aparatu rozcieńczającego (dynamiczne rozcieńczanie strumieniem czystego powietrza). Zapach gazu, otrzymanego po zmieszaniu obu strumieni, jest natychmiast oceniany przez członków zespołu (olfaktometr dynamiczny). Taka organizacja pomiarów wymaga, aby w bezpośrednim sąsiedztwie emitora zostały zapewnione zespołowi odpowiednie warunki pracy – standardowe dla analiz sensorycznych (zapobieganie adaptacji, zmęczenia sensorycznego, stresu itp.). Ważne jest również, aby mierzone stężenie nie zmieniało się w czasie sesji pomiarowej.

Olfaktometria opóźniona to pomiary stężenia zapachowego w próbkach wonnego gazu pobieranych do worków z odpowiedniej folii (fot. 1) i poddawanych analizie sensorycznej po przewiezieniu do miejsca pomiarów (laboratorium stałe lub tymczasowe). Jeżeli pobierany gaz jest gorący i wilgotny należy stosować wstępne rozcieńczanie gazu badanego suchym gazem obojętnym (azotem lub powietrzem), tak aby zapobiec kondensacji.

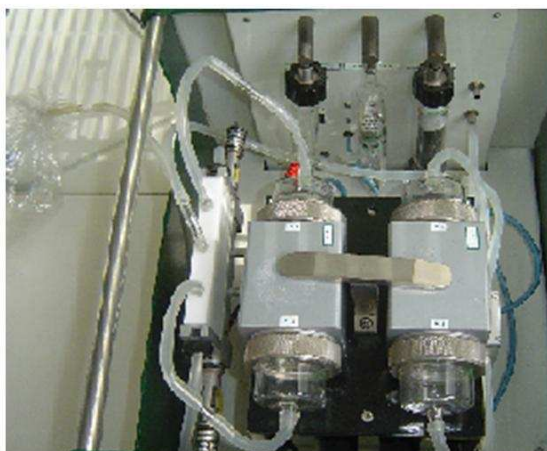


Fot. 1.

Sprzęt do pobierania próbek wonnego gazu do worka z folii, umieszczonego w sztywnym „cylindrze gazowym” (zmiany wysokości słupa gazu w cylindrze mogą być miarą wstępnego statycznego rozcieńczenia próbki)

Zgodnie z normą rozcieńczenia wstępne można wykonywać metodą dynamiczną – na przykład z użyciem olfaktometru (fot. 2) – lub statyczną (fot. 3). W normie sprecyzowano

kryteria sprawności urządzeń rozcieńczających. Stwierdzono, że czas między pobraniem próbki i analizą sensoryczną nie powinien być dłuższy niż 30 godzin.



Fot. 2
Urządzenie do dynamicznego rozcieńczenia próbki wonnego gazu (część olfaktometru Stroehlein). Zastosowano dwie szklane pompy tłokowe o precyzyjnie regulowanym przesuwie



Fot. 3
Statyczne rozcieńczenie próbki wonnego gazu z użyciem worków z folii żaroodpornej i strzykawki gazowej do pobierania próbek (1500 cm³)

Próbki dostarczone do laboratorium są rozcieńczane z użyciem olfaktometrów. Wykaz zamieszczonych w normie podstawowych haseł pozwala przypuszczać, że dopuszczalne jest stosowanie zarówno olfaktometrów dynamicznych, jak statycznych. Zamieszczono analogiczne definicje pojęć: „*dynamic olfactometer*” i „*static olfactometer*”, nie zostało jednak wyjaśnione, w jakich warunkach dopuszczalne jest stosowanie olfaktometrii statycznej, preferowanej przez zespół Politechniki Szczecińskiej.

Szczegóły konstrukcji olfaktometrów dynamicznych nie zostały w normie opisane, co pozwala na korzystanie z przyrządów różnego rodzaju, pod warunkiem, że spełniają podstawowe warunki techniczne.

Zgodnie z EN 13725 olfaktometr powinien umożliwiać rozcieńczanie w zakresie od mniej niż 2^7 do co najmniej 2^{14} , przy czym zakres między rozcieńczeniem maksymalnym i minimalnym powinien wynosić co najmniej 2^{13} .

Wypływający z olfaktometru strumień powietrza lub mieszaniny powietrza z badanym wonnym gazem może być prezentowany oceniającym zapach przez różnego typu urządzenia wylotowe, nazwane **portami** (fot. 4). Konstrukcja portu musi pozwalać oceniającemu na wachanie z łatwością i bez rozpraszania uwagi. Wypływający z portu strumień nie powinien być mniejszy niż 20,0l/min (co najmniej 0,2 m/s, zwykle 0,5 m/s).

Wymagany jest regularny rozkład prędkości u wylotu, z różnicami w przekrojach poprzecznych nie większymi niż 10% średniej.



Fot. 4

Stanowisko sensorycznej oceny zapachu strumienia powietrza, doprowadzanego do portu w kształcie kielicha po rozcieńczeniu próbki wonnego gazu w olfaktometrze dynamicznym

Konstrukcja olfaktometru powinna zapewniać możliwość równoczesnego prezentowania ocenianym trzech lub więcej portów (porównania zapachu rozcieńczonej próbki z zapachem gazu neutralnego lub innego gazu zanieczyszczonego). Umożliwia to wykorzystanie różnych metod analizy sensorycznej: metody tak–nie, parzystej lub trójkątowej¹⁻³). Osoby oceniające kolejno odpowiadają na pytania: „Czy zapach rozcieńczonej próbki różni się od zapachu czystego powietrza?” (metoda tak–nie) lub: „Z dwóch/trzech portów wypływa powietrze. Który tych strumieni zawiera odorant?” (metody różnicowe: parzysta lub trójkątowa”).

Norma precyzuje wymagania dotyczące sprawności urządzeń do pobierania próbek i do rozcieńczeń oraz sposobów przeprowadzania okresowych kontroli sprawności tych urządzeń.

Podsumowanie

Norma europejska EN 13725, dotycząca oznaczania stężenia zapachowego metodą olfaktometrii dynamicznej (*Air quality - Determination of odour concentration by dynamic olfactometr*), która została uznana w Polsce i obowiązuje od maja 2004, nie wprowadza merytorycznych zmian w porównaniu do projektu prEN, ogólnie opisywanego w poprzednich latach na łamach Normalizacji i w podręczniku „*Odory*”^{2,3}.

Zmiana, która może utrudnić wprowadzanie zapisów normy do codziennej praktyki laboratoryjnej, dotyczy terminologii i symboli wielkości i jednostek miar. Mamy nadzieję, że pokonanie tych trudności ułatwi przedstawione zestawienie wycofywanych i wprowadzanych symboli, z krótkim objaśnieniem ich znaczenia (tabela 1). Zestawienie zawiera – poza pojęciami omawianymi powyżej – pojęcia z nimi bezpośrednio związane (wykorzystywane w podręczniku „*Odory*”).

Wydaje się, że nadal istnieje potrzeba ustanowienia norm krajowych PN, dotyczących metod oznaczania przygruntowych stężeń zapachowych oraz pomiarów stężeń zapachowych metodą ekstrapolacyjną z zastosowaniem rozcieńczeń statycznych. Stanowiłyby one cenne uzupełnienie normy PN-EN 13725.

Piśmiennictwo

1. Baryłko-Pikielna N.: *Zarys analizy sensorycznej żywności*, Wyd. Naukowo-Techniczne, Warszawa 1975
2. Kośmider J., Mazur-Chrzanowska B., Wyszyński B.: *Odory*, Wyd. Naukowe PWN S.A., Warszawa 2002
3. Kośmider J.: *Problemy normalizacji oznaczania stężenia odorów*. Normalizacja 1, 8-14, 2000
4. Dz. Ust. 62, poz. 627 (2001): *Prawo ochrony środowiska*; ustawa z dnia 27 kwietnia 2001
5. Kośmider J., Cichocki K., Zamelczyk-Pajewska M., Wyszyński B.: *Odory z wytwórni kwasu fosforowego*. *Ochrona Powietrza* 6, 225-228, 1999
6. Kośmider J., Wyszyński B.: *Ocena skuteczności dezodoryzacji*. *Inż. Chem. i Proc.* 22, 363-381
7. Kośmider J.: *Uciążliwość zapachowa. Metodyka terenowych oznaczeń stężenia odorów w powietrzu na przykładzie fermy norek*, *Archiwum Ochrony Środowiska* 1-2, 19-32, 1998
8. Kośmider J., Mazur-Chrzanowska B.: *Uciążliwość zapachowa, Terenowa weryfikacja wyników obliczeń komputerowych*. *Archiwum Ochrony Środowiska* 3-4, 7-22, 1998

9. EN 13725: *Air quality - Determination of odour concentration by dynamic olfactometry*; 2003
10. Kośmider J., Kicińska M.: *Organoleptyczne metody oceny skuteczności dezodoryzacji*. Część I: *Metody pomiarów liczby jednostek odoru i jego intensywności*. *Ochrona Powietrza* 5, 118-120, 1988; Część II: *Pomiary liczby jednostek i intensywności odoru*. *Ibid* 6, 138-142, 1988
11. PN-ISO 5492: *Analiza sensoryczna. Terminologia*

Tabela 1

Zestawienie wycofywanych i nowych symboli z dziedziny odorymetrii

- po lewej – symbole stosowane w Polsce przed uznaniem normy europejskiej EN 13725;
po prawej – symbole obowiązujące od 1 maja 2004 (zgodne z EN 13725)

Uwaga: Między symbolami wymienionymi w kolumnie „do maja 2004” i w podręczniku „Odory” (2002) istnieje różnica, dotycząca czasu uśredniania stężeń i intensywności zapachu. Stosowane w podręczniku wartości średnie były odnoszone do 30 minut (LJZ_{30} i I_{30}). W tabeli 1 indeks 30 zastąpiono indeksem 60, zgodnie z obecnie obowiązującą zasadą odnoszenia średnich do 60 minut. Analogiczne zmiany zostaną dokonane w podręczniku, w czasie przygotowań do drugiego wydania.

S	c	- stężenie zanieczyszczeń powietrza, zwykle w $[mg/m^3]$ lub $[ppm]$
S_{PWW}	c_{th}	- próg węchowej wyczuwalności, stężenie progowe węchowej wyczuwalności; $c_{th} = c [mg/m^3]$ w sytuacji, gdy zapach wyczuwa 50% zespołu reprezentatywnego dla populacji; $c_{th} = 1 ou/m^3$
1 jz	1 ou	- jednostka zapachowa; ilość zanieczyszczenia zawarta w $1 m^3$ powietrza w sytuacji, gdy $c = c_{th}$
LJZ	c_{od}	- stężenie zapachowe; stężenie odorantów wyrażone w jednostkach zapachowych w metrze sześciennym $[ou/m^3]$ (inaczej: <i>TON- Threshold Odour Number</i> , <i>LJZ - Liczba Jednostek Zapachowych</i>)
TFN	TFN	- <i>Threshold Flavour Number</i> (liczba progowa smaku - „smakowitości”)
R	Z	- stopień rozcieńczenia badanego gazu czystym powietrzem: $Z = (V_{gazu} + V_{pow}) : V_{gazu}$ (gdzie: V - objętość lub natężenie przepływu)
$R_{50\%}$	$Z_{50\%}$	- stopień rozcieńczenia prowadzący do osiągnięcia progu wyczuwalności zapachu, liczbowo równy wartości $c_{th} [ou/m^3]$ (z definicji)
I (I_A , I_B)	S (S_A , S_B)	- intensywność zapachu (<i>sensation intensity</i>); symbol w niektórych wypadkach zawiera indeks A lub B - dodatkową informację o rodzaju zastosowanej skali intensywności: S_A - użycie skali punktowej: 0, 1, 2, 3; S_B - użycie wzorcowych roztworów n-butanolu („krok” rozcieńczeń – 20/7)
I_0 , I_R	S_0 , S_Z	- intensywność zapachu próbki gazu nie rozcieńczonego (S_0) i po jej rozcieńczeniu Z razy czystym powietrzem (S_Z)
k (k_{WF})	k (k_W)	- współczynnik proporcjonalności w równaniu Webera-Fechnera, wiążącym intensywność zapachu ze stężeniem odorantów lub rozcieńczeniem próbki: $S = k \cdot \log c_{od}$ lub $S = k \cdot \log \frac{c}{c_{th}}$ lub $S_Z = S_0 - k \cdot \log Z$
k_S	k_S	- współczynnik proporcjonalności w równaniu Stevensa, wiążącym intensywność zapachu z logarytmem stężenia: $S = k_S \cdot c^n$ lub $S = k_S \cdot (c - c_{th})^n$ (n - stała empiryczna, wykładnik Stevensa)

LJZ_{30}	$c_{od\ 30}$	- średnia wartość c_{od} w powietrzu otoczenia emitora, odniesiona do 30 minut,
LJZ_{30}^{max}	$c_{od\ 30}^{max}$	- maksymalna w skali roku (lub sezonu) wartość $c_{od\ 30}$,
$LJZ_{30}^{99,8}$	$c_{od\ 30}^{99,8}$	- percentyl 99,8 $c_{od\ 30}$ – stężenie obliczane na podstawie statystycznego rozkładu wielu wyników pomiarów; prawdopodobieństwo wystąpienia w ciągu roku lub sezonu wartości większych od $c_{od\ 30}^{99,8}$ jest mniejsze od 0,2%
LJZ_{30}^{98}	$c_{od\ 30}^{98}$	- percentyl 98 $c_{od\ 30}$ – stężenie obliczane na podstawie statystycznego rozkładu wielu wyników pomiarów; prawdopodobieństwo wystąpienia w ciągu roku lub sezonu wartości większych od $c_{od\ 30}^{98}$ jest mniejsze od 2%
LJZ_5	$c_{od\ 5}$	- średnia wartość c_{od} w powietrzu otoczenia emitora, odniesiona do 5 minut kontroli terenowej,
LJZ_p	$c_{od\ p}$	- chwilowe stężenie zapachowe, odniesione do najkrótszego czasu potrzebnego do percepcji zapachu (około 5 sekund)
$LJZ_{p/t}^{max}$	$c_{od\ p/t}^{max}$	- maksymalna wartość $c_{od\ p}$ występująca w czasie t minut
$LJZ_{p/0,25}^{max}$	$c_{od\ p/0,25}^{max}$	- maksymalna wartość $c_{od\ p}$ występująca w czasie piętnastu sekund (0,25 minuty), decydująca o ocenach intensywności zapachu notowanych co 15 sekund,
$LJZ_{p/5}^{max}$	$c_{od\ p/5}^{max}$	- maksymalna z kolejnych wartości $c_{od\ p/0,25}^{max}$ występujących w czasie pięciu minut terenowej kontroli zapachowej jakości powietrza
I_5	S_5	- średnia intensywność zapachu powietrza odniesiona do 5 minut kontroli terenowej
I_p	S_p	- chwilowa intensywność zapachu, obserwowana w najkrótszym czasie umożliwiającym percepcję – około 5 sekund ($S_p \approx S_{5\ sekund}$)
$I_{p/t}^{max}$	$S_{p/t}^{max}$	- maksymalna wartość S_p obserwowana w czasie t minut
$I_{p/0,25}^{max}$	$S_{p/0,25}^{max}$	- maksymalna wartość S_p obserwowana w czasie piętnastu sekund (0,25 minuty), decydująca o ocenach intensywności zapachu notowanych co 15 sekund
$I_{p/5}^{max}$	$S_{p/5}^{max}$	- maksymalna z kolejnych wartości $S_{p/0,25}^{max}$ występujących w czasie pięciu minut terenowej kontroli zapachowej jakości powietrza
E	q	- emisja zanieczyszczeń powietrza, objętościowe lub masowe natężenie przepływu emitowanych zanieczyszczeń, np. c [mg/m ³] · V [m ³ /s]
EO	q_{od}	- emisja odorantów, zapachowe natężenie przepływu emitowanych odorantów, np. c_{od} [ou/m ³] · V [m ³ /s]
WE	Fq, Fq_{od}	- wskaźnik emisji, natężenie przepływu emitowanych zanieczyszczeń ([mg/s] lub [ou/s]) odniesiony do jednostki masy produktu lub substratu