

テクニカルノート (8)

「不確かさの推定に関する審査指針」

JCLA マネジメントシステム文書

JCLA PR-24 (8)

2001年11月 1日 制定

2006年10月 3日 改訂3版



この文書はJCLAが作成したものです、JCLAの許可無く転載及び引用を禁じます。

日本化学試験所認定機構 (JCLA)

## テクニカルノート(8)

## 不確かさの推定に関する審査指針

## 1. 適用範囲

本文書は、JCLA が ISO/IEC 17025 の 5.4.6 項、及び 5.10.3.1 c) にもとづいて化学試験所の認定審査を行う場合の審査の指針を与える。この指針は幅の広い化学試験に対する一般原則を示すことを意図しており、個別の試験法が持つ特性にもとづく不確かさの取り扱いの要求が社会的、又は技術的に存在する場合は、個別の要求が優先する。

## 2. 不確かさの推定結果の表示について

不確かさの推定結果を試験報告書に記載することについては、

5.10.3.1 c) 適用可能な場合、推定された測定の不確かさに関する表明。試験報告書中の不確かさに関する情報は、試験結果の有効性又は利用に関係する場合、顧客の指示によって要求される場合、若しくは不確かさが仕様の限界への適合性に影響する場合に必要とされる。
---

と規定されている。これは、不確かさ推定結果の記載を厳密に求めている校正証明書への要求 5.10.4.1 b) と異なり、「適用可能な場合」のみの要求となっており、試験法の特性に応じた現実的な取り扱いの必要性を示している。

JCLA は以下の場合、報告書に不確かさを表明することを求める。

- (1) 不確かさをつけないで報告したことによって、試験結果の値のみが一人歩きして試験結果に重大な誤解を生じてしまう懸念がある場合、
- (2) 公定法を用いる場合で、試験方法に試験結果を不確かさの推定結果を伴って報告することが規定されている場合、
- (3) インハウス試験方法、または公定法を逸脱した試験方法の場合で、顧客が要求する場合。

ただし、(2) の場合にあつて、試験法自身は不確かさ推定値の報告を求めているが、当該試験法の制定目的とする法的な規制や公的な規格が不確かさの報告を求めている場合においては、当該試験法が不確かさ推定値の報告を求めているものと見なす。

また、(1)、(2) 及び(3) 以外の場合にあつても、試験所は 3. に示す指針に沿った不確かさの推定の必要な手順を内部に持ち、必要な推定を行っていることが求められる。

(1)、(2) 及び(3) 以外の場合で、試験の依頼者から不確かさの推定結果の報告を求められた場合、この報告は依頼者に直接に行い、試験報告書に含めることは求めない。これは、規制に係る計量値に不確かさを付けて報告するかどうかは規制当局が決めることであり、一般的には不確かさを問題にしないとも良い公定法を決めることが原則であること、このような原則の中では、不確かさを付けて報告し問題が発生した場合に、試験所は責任を負えないという認識による。

### 3. 試験所に求められる不確かさの推定

ISO/IEC17025 は 5.4.6.2 において試験所の不確かさについて

5.4.6.2 試験所は、測定の不確かさを推定する手順をもち、適用すること。ある場合には、試験方法の性質から厳密で計量学的及び統計学的に有効な測定の不確かさの計算ができないことがある。このような場合には、試験所は少なくとも不確かさのすべての要因の特定を試み、合理的な推定を行い、報告の形態が不確かさについて誤った印象を与えないことを確実にすること。合理的な推定は、方法の実施(performance)に関する知識及び測定の範囲(scope)に基づくものであること。例えば、以前の経験又は妥当性確認のデータを活用したものであること。

と規定している。この規定は、5.4.6.1 で校正機関に対して「必ず」測定の不確かさを推定する手順をもち、個々の校正を行う際に適用することを求めているのに比べると柔軟であり、すべての不確かさの要因の特定を行う努力と、現実的にかつ目的に対して合理的な範囲で推定を行うべきことを指摘している。例えば、妥当性確認のデータや、同一試料に対して長年にわたるデータの積み重ね（経験）があれば、そのばらつきをその試験所の不確かさの実績（力量）であると捉えることができる。

試験法の性質はそれぞれ個々に異なるので、この規定を具体的に適用するためには、個々の試験法の性質を明確に把握し、それぞれに個別に合理的な不確かさの範囲を決める必要があるが、JCLA は試験所認定審査の便宜のため、指針として試験法の性質(nature)をいくつかに分類し、それぞれの性質に応じた不確かさの推定の詳しさの範囲を、認定審査の原則として以下のように定める。この指針の作成には、A2LA<sup>1)</sup>、UKAS<sup>2)</sup>の指針を参考としている。なお、この指針はあくまで指針であって、試験法の個別の特性に応じて修正が加えられることを排除しない。

#### 分類 A. 定性、半定性試験法：

この分類に属する試験は、例えば臭い試験や色試験などの官能試験など、数字としての意味を持たない階級判定などのいわゆる属性(attribute)データを与える試験であり、この場合、試験データを false positive/negative の数によって統計処理することができるが、この不確かさを問題とするのは、検出下限付近に限られる。従って、この分類の試験法では、特に指定されない限り測定の不確かさの推定は要求しない。

#### 分類 B. 公定試験法であって、測定の不確かさの全ての主要な要因の値に限界を定め計算結果の形式を規定している方法：

この場合は、試験所はその試験機材、方法及び報告方法の指示に従う事のみを求められ、不確かさの要因の特定までに止め、測定値の不確かさの推定は要求されない。

この分類に属する試験法は、主要な試験条件の許容幅を規定しており、例えば人の技能などのように試験法として規定していない要因によって不確かさに有意な影響を与えることがない試験である。例えば、JIS K 2249「石油及び石油製品－密度試験方法及び密度・質量・容量換算表」の 5.項に規定する振動式密度試験方法を用いて密度の試験を行う時、該試験法によって振動式密度試験器、周辺機器及び試験環境は規定されており、不確かさへの有意な人的寄与がないことも専門家判断によって明らかである。従って、方法規定の諸条件が実現されていることを審査員が確認できれば、それ以上に不確かさの推定を行う事は求められない。

なお、例えば JIS K0068「化学製品の水分測定方法」の 6.4 項に規定されている電量滴定法カールフィッシャー水分試験法では、引用されている JIS K0113「電位差・電流・電量カールフィッシャー滴定方法通則」によっても試験機器の仕様が規定されていないし、注入サンプルの計量時の吸水予防が人の能力に依存するので、これは分類 B には当たらず、分類 C となる。

分類 C. 公定試験法であって、試験結果の不確かさに関する規定を行っていない方法：  
この分類の試験法は JIS などの通常の公定試験法であって、室内再現性を求めることが可能である。例えば、品質管理用物質 (JCLA PR-24(7)参考) を用いて、長期 (例えば 1 年) にわたる少なくとも 20 点以上の測定値の室内再現性 (標準偏差) を求め、これを不確かさとすることができる。この標準偏差に包含係数  $k$  (通常は  $k = 2$  を用い、信頼性レベルを約 95% とする) を掛けることによって、拡張不確かさとする。なお、初回審査においてのみ少なくとも 5 点以上の繰返し試験から求めた室内再現精度 (標準偏差) を不確かさとして提示できるが、その後は、試験所として上記要件を満足した不確かさを求めていくことが必要である。

また、品質管理用物質が確保できない場合は、2 重測定の差  $R$  やスパイクの回収率から標準偏差を推定することができる。

サンプリング操作、試料の縮分操作、試料予備処理等が伴う場合は、これら操作に付随する不確かさを合成する。ただし、ここに言うサンプリング操作の不確かさは試験所の責任下を実施した操作に対する不確かさであり、サンプリング対象の母集団の変動、分布を評価することは意味していない。

注：室内再現性は、同一試験室内で同一測定者が同一装置によって短時間内に測定を繰り返す条件下での繰返し性 (併行精度) ではない。同一試験室内で、測定者、装置 (複数ある場合)、日時の全てが異なる条件下でのばらつきの程度であり、ISO5725-1(JIS Z 8402-1)で言う中間精度を意味する。

分類 D. 公定試験法であって、試験法が不確かさの推定について規定している方法：  
この場合は試験法の規定に従って不確かさの推定を行う。

## 分類E. インハウス試験法：

インハウス試験法は、方法のバリデーションの過程で不確かさの推定を行うことが望ましい。公定試験法を一部修正した方法を用いる場合も原則として同様の考え方を適用するが、修正の程度に応じて推定する不確かさの要因の範囲を定めることができる。不確かさの推定に当たっては、まず、CITAC Guide 3に従って不確かさ要因を摘出、明確化し、その中から評価すべき合理性のある(言い換えると、主要な)不確かさ要因を決定し、それらの不確かさに絞った評価をして合成し、合成不確かさを求める。なお、一連の操作に基づき統計的に求められる不確かさ(Aタイプ)は、多くの場合、分類Cに示した方法などにより、実際にはひとまとめにして推定することができる。

## 分類F. 値付けをする試験法：

これは標準溶液の標準値を求める試験法、技能試験における付与された値(assigned value)を、実際に試料を測定して求めるための試験法などのような方法で、校正類似の性質を持つ。従って、CITAC Guide 3に従った手順で不確かさ要因ごとに不確かさを求めてそれらを合成する厳密なアプローチを求める。

## 参照文献

- 1) A2LA Guide for the Estimation of Measurement Uncertainty Testing (A2LA Web Site; <http://www.a2la.org/>)
- 2) The Expression of Uncertainty in Testing (UKAS Publication ref : LAB12)
- 3) CITAC Guide 3 (Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Second Edition) Eurachem / CITAC (2000)
- 4) Interpretation and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing (APLAC TC005) ;  
翻訳版 : [http://www.nite.go.jp/asse/jnla/pdf/koukaib\\_f/aplac\\_tc\\_005.pdf](http://www.nite.go.jp/asse/jnla/pdf/koukaib_f/aplac_tc_005.pdf)

## 付属文書 1.

# DXN 測定における不確かさの推定に関する審査指針

## 1. 適用範囲

JCLA が ISO/IEC 17025 の 5.4.6 項、及び 5.10.3.1 c)にもとづいて化学試験所の認定審査を行う場合の審査の指針は、JCLA PR-24 (8) として示したが、ここに DXN 測定の認定審査における不確かさの推定に関する審査指針を示す。

## 2. DXN 測定における不確かさの推定結果の表示について

不確かさの推定結果を試験報告書に記載することについては、ISO/IEC 17025 では「適用可能な場合」のみ記載する要求となっており、JCLA では以下の場合、報告書に不確かさを表明することを求める。

- (1) 不確かさをつけないで報告した事によって、試験結果の値のみが一人歩きして試験結果に重大な誤解を生じてしまう懸念がある場合、
- (2) 公定法を用いる場合で、試験方法に試験結果を不確かさの推定結果を伴って報告することが規定されている場合、
- (3) インハウス試験方法、または公定法を逸脱した試験方法の場合で、顧客が要求する場合。

(1)、(2) 及び(3)以外の場合で、試験の依頼者から不確かさの推定結果の報告を求められた場合、この報告は依頼者に直接に行い、試験報告書に含めることは求めない。濃度計量証明書には不確かさを記載しないことになっている。

ただし、報告書や濃度計量証明書に不確かさの記載が必要でないといっても、試験所は3.に示す指針に沿った不確かさの推定の手順を内部に持ち、必要な推定を行っていることが求められる。

## 3. 公定法によるDXN測定における不確かさの推定

DXN 測定における不確かさの推定の手順は、DXN を公定法（JIS、告示、マニュアル等）で測定する場合は、以下のように実施することを認める。

推定法 1：何らかの品質管理用物質を用いて、初回審査時には少なくとも 5 点以上の試験によって室内再現精度(標準偏差： $\sigma$ )を求め、これを不確かさとすることができる。この標準偏差に包含係数  $k$ （通常は  $k = 2$  を用い、信頼性レベルを約 95%とする）を掛けることによって、拡張不確かさとすることができる。初回審査以後、試験所では継続的に品質管理用物質を使用して点数を増加させ、累積として分類 C の要件を満足させることが必要となる。

なお、品質管理用物質としては、試験所で独自に調製したものの外、(社)日本分析化学会の標準物質（例えば土壌やフライアッシュ）などもある。

推定法 2：サンプル量の実態から実質的に 5 点以上の試験が困難な場合（例えば水などの試料）は、初回審査時には少なくとも 5 点以上の 2 重測定によって求めた値の最大値と最小値の差  $R$  の平均値  $\bar{R}$  から標準偏差（ $\sigma$ ）を求め、これを不確かさとすることができる。

$$0.8862\bar{R}=\sigma$$

不確かさを求めるための  $R$  は、できるだけ似通った濃度で求められた  $R$  を使用する。なお、初回審査以後、試験所では継続的に二重測定を繰返し  $R$  の点数を増加させ、累積として分類 C の要件を満足させることを必要とする。

推定法 3：サンプリングスパイクの使用が試験法に組み込まれている場合

（例えば排ガスなどの試料）、サンプリングスパイクの測定値の標準偏差（ $\sigma$ ）を不確かさとすることができる。

初回審査には少なくとも 5 点以上のサンプリングスパイクの測定値があればよいが、初回審査以後、試験所では継続的にサンプリングスパイクの測定値の点数を増加させ、累積として分類 C の要件を満足させることを必要とする。

上記推定法で求めた不確かさは試験所の責任である操作そのものによる不確かさであり、サンプリング対象の母集団の変動、分布を評価することは意味していない。

なお、クリーンアップスパイクの測定値は、DXN 測定結果の補正に用いられている。したがってクリーンアップスパイクの測定値を不確かさの推定に使用することはできない。

#### 4. インハウス試験法による DXN 測定における不確かさの推定

インハウス試験法は、方法のバリデーション過程で不確かさの推定を行うことが望ましい。不確かさの推定に当たっては、まず、CITAC Guide 3 に従って不確かさ要因を摘出、明確化し、その中から評価すべき合理性のある(言い換えると、主要な)不確かさ要因を決定し、それらの不確かさに絞った評価をして合成し、合成不確かさを求める。なお、一連の操作に基づき統計的に求められる不確かさ (A タイプ) は、多くの場合、実際上はひとまとめにして繰返し性(併行精度)として推定することができる。

## 5. 試験所内の精度管理への活用

不確かさの推定値は3. 項に記載の方法により求めることはできる。しかし精度管理上の主要要因を知りこの要因を管理していくためには、**CITAC Guide 3**に従って自試験所における不確かさ要因を摘出、明確化し、その中から管理すべき不確かさの主要な要因を求めておくことを勧める。