

「認定の基準」についての指針  
- 化 学 試 験 -

JAB RL355-2007 改 3

改 3 : 2007 年 11 月 1 日  
制定日 : 1998 年 11 月 19 日

財団法人日本適合性認定協会

## 目次

目次	3
「認定の基準」についての指針—化学試験—	4
本文書の改編	4
序文	5
1．適用範囲	6
2．引用規格	7
3．用語及び定義	7
4．管理上の要求事項	7
4.1 組織	7
4.2 マネジメントシステム	8
4.3 文書管理	9
4.4 依頼、見積仕様書及び契約の内容の確認	10
4.5 試験・校正の下請負契約	11
4.6 サービス及び供給品の購買	12
4.7 顧客へのサービス	12
4.8 苦情	13
4.9 不適合の試験・校正業務の管理	13
4.10 改善	13
4.11 是正処置	14
4.12 予防処置	14
4.13 記録の管理	15
4.14 内部監査	15
4.15 マネジメントレビュー	16
5．技術的要求事項	17
5.1 一般	17
5.2 要員	17
5.3 施設及び環境条件	19
5.4 試験・校正の方法及び方法の妥当性確認	21
5.5 設備	25
5.6 測定のトレーサビリティ	29
5.7 サンプルング	33
5.8 試験・校正品目の取扱い	35
5.9 試験・校正結果の品質の保証	36
5.10 結果の報告	38
付属書 A	41
「認定の基準」についての指針—化学試験— 付属書	44
( CITAC/EURACHEM GUIDE Edition 2002 翻訳版 )	

## 「認定の基準」についての指針 化学試験

本文書は JIS Q 17025:2005「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」の化学試験分野の試験所の認定への適用に際しての指針を示すものである。この文書は、JIS Q17025:2005 の要求事項を、化学試験分野の特殊性に合わせて具体的に詳細化し、化学試験を適正に実施する試験所および審査員が審査の際に考慮すべき内容を示したものであり、これらの指針は、JIS Q 17025:2005 の要求事項を越えるものではない。

### 本文書の改編

本協会が加盟している国際試験所認定機関協力機構（以下 ILAC という）が化学試験分野での認定に使用を検討していた CITAC Guide 1 English edition 1.0, December 1995 を基に、本協会が JAB RL355-1998 として発行した。

その後、CITAC と EURACHEM の共同作業グループが ISO/IEC17025:1999 に対応させるために CITAC/EURACHEM GUIDE Edition 2002 を発行したのを契機に、本協会が ISO/IEC17025:1999 の項目立てに沿って内容を並び替え、旧版の必要な部分を補充して改定した。次にこの国際規格（ISO/IEC17025:1999）が第 2 版として ISO/IEC17025:2005 が発行され、その翻訳版である日本工業規格も JIS Q 17025:2005 として発行されたのを契機に、本指針に採用した対応国際規格の構成番号及び表現を整合させて 2007 年 2 月 1 日に改定した。

この度、本指針として採用した基の規格又は指針が一部の箇所では判別不可能であったこと、更に JISQ17025:2005 に整合していない箇所が残っていたので合わせて修正した。

化学試験分野の試験所および審査員が JIS Q17025:2005 を解釈する上で必要な内容の内、JIS Q17025:2005 の要求範囲を超える事がない範囲で重複していないものを指針としている。

本文書において、□内の文書は、JIS Q 17025:2005 をそのまま転記したものである。指針の中で「...しなければならない。」と表現されている事項は JIS Q 17025:2005 に基づく要求事項である。「...することが望ましい。」又は「...するのがよい」と表現されている指針は試験所がこの表現通りに実施することを本協会として必ずしも要求するものではないが、試験所はこの指針の意図する機能を何らかの方法によって満たしていることが必要である。

本文書の指針と附属書「CITAC/EURACHEM GUIDE Edition 2002」の翻訳版との関係は、附属書の中の項目番号及び下線で対応させている。JAB RL355 の指針は、附属書中から指針とするのに適切なものだけを抽出している。

更に、AOAC INTERNATIONAL Accreditation Criteria for Laboratories Performing Pharmaceutical, Food Microbiological and Food Chemistry Testing の中から、JAB RL355 の指針として採用したのものには、AOAC : 2002 とその項番号を記載している。

「認定の基準」についての指針 化学試験 の附属書は上記「CITAC / EURACHEM GUIDE Edition 2002」を翻訳し本協会化学分野技術委員会が監修したものである。日本語版の出版については、CITAC Chairman の岡本研作農学博士（産業技術総合研究所 計測標準研究部門）及びその作業部会の幹事から岡本博士を通じて許可されている。翻訳について疑義が生じた場合は、原文（英文）に戻って、その解消を図るものとする。

**序文** JIS Q 17025:2005 ( ISO/IEC 17025:2005 ) の「序文」が適用される。

この規格は、2005年に第2版として発行されたISO/IEC 17025:2005、General requirements for the competence of testing and calibration laboratoriesを基に、技術的内容及び対応国際規格の構成を変更することなく作成した日本工業規格である。

なお、この規格で側線及び/又は点線の下線を施してある参考事項は、対応国際規格にはない事項である。

ISO/IEC 17025 : 1999 ( JIS Q 17025 : 2000 ) は、ISO/IEC Guide25:1990 ( JIS Z 9325:1996 ) 及びEN 45001 : 1989の実施における広範な経験に基づいて作成されたものであり、これら両者に置き換わるものであった。この規格は、試験所及び校正機関がマネジメントシステムを運営し、技術的に適格であり、かつ、技術的に妥当な結果を出す能力があることを実証しようとする場合、それらの試験所及び校正機関が満たさなければならないすべての要求事項を含んでいる。

JIS Q 17025:2000はJIS Z 9901:1998及びJIS Z 9902:1998を参照した。これらの規格がJIS Q 9001:2000によって置き換えられた結果、JIS Q 17025:2000をこれに整合させることが必要となった。今回の改正では、JIS Q 9001:2000に照らして必要と考えられる場合にだけ、この規格の箇条を修正又は追加した。

試験所及び校正機関の能力の承認を行う認定機関は、この規格を認定の基礎として使用することが望ましい。箇条4.は、健全なマネジメントに関する要求事項を規定している。箇条5.は、試験所・校正機関が請け負う試験・校正の種類に応じた技術能力に関する要求事項を規定している。

マネジメントシステムの利用が増加したことによって、大きな組織の一部である試験所・校正機関、又は試験・校正以外のサービスをも提供する試験所・校正機関が、この規格とともにJIS Q 9001に適合しているとみなされる品質マネジメントシステムに従って運営できるということを確実にする必要性が一般的に増加した。このため、試験所・校正機関のマネジメントシステムに含まれる試験・校正サービスの範囲に該当するJIS Q 9001の要求事項をすべてこの規格に取り込むように注意が払われた。

したがって、この規格に適合する試験所及び校正機関は、JIS Q 9001にも従った運営をすることになる。

試験所・校正機関の運営に用いている品質マネジメントシステムがJIS Q 9001の要求事項に適合していることは、それ自体では試験所・校正機関が技術的に妥当なデータ及び結果を出す能力を実証するものではない。また、この規格への適合性が実証されても、それは試験所・校正機関の運営に用いている品質マネジメントシステムがJIS Q 9001のすべての要求事項に適合していることを意味するものでもない。

試験所・校正機関がこの規格に適合し、かつ、この規格を用いて他国の同等の機関と相互承認協定を結んでいる認定機関から認定を取得している場合には、試験・校正結果の国家間での受入れが容易になるであろう。

この規格の使用は、試験所・校正機関とその他の機関との間の協力を容易にし、情報及び経験の交換並びに規格及び手順の統合化を支援するであろう。

**1. 適用範囲** JIS Q 17025:2005 ( ISO/IEC 17025:2005 ) の「1. 適用範囲」が適用される。

1.1 この規格は、サンプリングを含め、試験又は校正を行う能力に関する一般要求事項を規定する。この規格は、規格に規定された方法、規格外の方法、及び試験所・校正機関が開発した方法を用いて実施される試験及び校正を含む。

1.2 この規格は、試験又は校正を実施するすべての組織に適用できる。これらの組織は、例えば、第一者、第二者及び第三者の試験所・校正機関を含み、また、検査及び製品認証の一部をなす試験又は校正を行う試験所・校正機関を含む。

この規格は、職員の数又は試験・校正活動の範囲の大小に関係なくすべての試験所・校正機関に適用できる。ある試験所・校正機関がこの規格に含まれる活動の一つ又は幾つか、例えば、サンプリング、新規の方法の設計・開発のような活動を請け負わない場合には、それらの項目の要求事項は適用されない。

1.3 この規格の注記は、規定内容の明確化、事例及び指針を与えるものである。注記は要求事項を含まない。また、この規格の必ず（須）部分を構成するものではない。

1.4 この規格は、試験所・校正機関が品質上、管理上及び技術上の運営のために自身のマネジメントシステムを開発するに当たって使用するためのものである。試験所・校正機関の顧客、規制当局及び認定機関が、試験所・校正機関の能力を確認又は承認するに当たってこの規格を使用してもよい。この規格は、試験所・校正機関を認証するための基礎として使用することを意図していない。

**注記1** この規格における“マネジメントシステム”という用語は、試験所・校正機関の運営を統括する品質上、管理上及び技術上のシステムを意味する。

**注記2** マネジメントシステムの認証を登録と呼ぶことがある。

1.5 試験所・校正機関の運営に関する法令上及び安全上の要求事項への適合は、この規格には含まれていない。

1.6 試験所及び校正機関がこの規格の要求事項に適合している場合、その試験・校正活動に関して、JIS Q 9001の原則を満たす品質マネジメントシステムを運営しているであろう。附属書Aに、この規格とJIS Q 9001との項目対照表を示す（本指針ではこの附属書Aは特に必要としないので採用していない。その代わりに、CITAC/EURACHEM GUIDE Edition2002の附属書Bを附属書Aとして採用している）。この規格は、JIS Q 9001には含まれていない技術的能力に関する要求事項を含んでいる。

**注記1** 矛盾がないように要求事項を適用することを確実にするためには、この規格の幾つかの要求事項を説明し又は解釈することが必要であろう。特定分野に対する適用を確立するための、特に認定機関（JIS Q 17011参照）のための指針を附属書Bに示す（本指針ではこの附属書Bも特に必要としないので省略している）。

**注記2** 試験所・校正機関が自身の試験・校正活動の一部又は全部についての認定を希望する場合には、JISQ17011に従って運営している認定機関を選択することが望ましい。

**注記3** この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO/IEC 17025:2005 , General requirements for the competence of testing and calibration laboratories ( IDT )

なお、対応の程度を表す記号（IDT）は、ISO/IEC Guide21に基づき、一致していることを示す。

## 2. 引用規格 JIS Q 17025:2005 ( ISO/IEC 17025:2005 ) の「2. 引用規格」が適用される。

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格はその最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS Q 17000 適合性評価 - 用語及び一般原則

注記 対応国際規格：ISO/IEC 17000:2004 , Conformity assessment - Vocabulary and general principles ( IDT )

VIM, International vocabulary of basic and general terms in metrology, issued by BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML

注記1 VIMは一般的に“国際計量基本用語集”と呼称している。

注記2 この規格に含まれる主題について、“参考文献”で関連規格、ガイドなどを示す。

## 3. 用語及び定義 JIS Q 17025:2005 ( ISO/IEC 17025:2005 ) の「3. 用語及び定義」が適用される。

この規格で用いる主な用語の定義は、JIS Q 17000及びVIMによる。

注記 品質に関連する一般的な定義は、JIS Q 9000に規定されており、一方、JIS Q 17000は特に認証及び試験所認定に関連する定義を規定している。異なった定義がJIS Q 9000に規定されている場合には、JIS Q 17000及びVIMの定義を優先する。

## 4. 管理上の要求事項 JIS Q 17025:2005 ( ISO/IEC 17025:2005 ) の「4. 管理上の要求事項」が適用される。

### 4.1 組織

4.1.1 試験所・校正機関又はそれを一部分とする組織は、法律上の責任を保持できる存在であること。

4.1.2 この規格の要求事項に適合し、かつ、顧客、規制当局又は承認を与える機関のニーズを満たすような方法で試験・校正活動を運営することは、試験所・校正機関の責任である。

4.1.3 マネジメントシステムは、試験所・校正機関の恒久的施設、恒久的施設以外の場所又は関連の一時的若しくは移動式の施設において行われる業務を対象範囲に含めること。

4.1.4 試験所・校正機関が試験又は校正以外の活動を行う組織の一部分である場合には、潜在的な利害の衝突を特定するため、その組織内で試験所・校正機関の試験・校正活動に関与する又は影響する幹部要員の責任を明確に規定すること。

注記1 試験所・校正機関が大きな組織の一部分である場合、その組織構成は、製造、営業販売又は財務のような利害の衝突がある部門が、この規格の要求事項に対する試験所・校正機関の適合性に悪影響を及ぼさないような構成であることが望ましい。

注記2 試験所・校正機関が第三者機関であると承認されることを望む場合には、公平であること並びにその機関及び機関の要員が技術的判断に影響し得る不当な商業的、財務的又はその他の圧力を受けないことを実証できることが望ましい。第三者試験所又は校正機関は、その機関が行う試験・校正活動に関する判断の独立性及び誠実性に対する信用をきず付けるおそれのある活動に従事しないことが望ましい。

4.1.5 試験所・校正機関は、次の事項を満たすこと。

- a) マネジメントシステムの実施、維持及び改善を含む責務を果たし、マネジメントシステム又は試験・校正の実施手順からの逸脱の発生を見つけ出し、その逸脱を防止又は最小化する処置を指揮するために、必要な権限及び経営資源を他の責任にかかわらずもつ管理要員並びに技術要員をもつ（5.2を参照）。
- b) 管理主体及び要員が、業務の品質に悪影響を与えるおそれがあるいかなる内部的及び外部的な営業上、財務上又はその他の圧力を受けないことを確実にするための体制をもつ。
- c) 結果の電子的手段による保管及び伝送を保護する手順を含め、顧客の機密情報及び所有権の保護を確実にするための方針及び手順をもつ。
- d) 試験所・校正機関の能力、公平性、判断又は業務上の誠実性に対する信頼を損なうおそれのあるいかなる活動にも試験所・校正機関が関与することを避けるための方針及び手順をもつ。
- e) 試験所・校正機関の組織及びマネジメント構造、親組織における位置、並びに品質マネジメント、技術的運営及び支援サービスの間の関係を明確に規定する。
- f) 試験・校正の品質に影響する業務のマネジメント、実施又は検証に当たるすべての要員の責任、権限及び相互関係を明確に規定する。
- g) 訓練中の者を含め、試験・校正に当たる職員に対し、個々の試験・校正の方法及び手順、目的並びに試験、校正結果の評価に精通した人物によって適切な監督を行う。
- h) 試験所・校正機関の運営の要求品質を確実に実現するために必要な技術的運営及び経営資源の供給に総合的な責任をもつ技術管理主体をもつ。
- i) 他の責務及び責任のいかににかかわらず、品質に関連するマネジメントシステムが常に実施され遵守されていることを確実にするための明確な責任及び権限を付与された職員1名を品質管理者（いかなる名称でもよい。）に指名する。品質管理者は、試験所・校正機関の方針又は経営資源について決定を行う管理の最高レベルに直接接合できること。
- j) 主要な管理要員の代理者を指名する（注記を参照）。
- k) 組織の要員が、自らの活動のもつ意味と重要性を認識し、マネジメントシステムの目標の達成に向けて自らどのように貢献できるかを認識することを確実にする。

**注記** 個人が複数の職務を受けもつことがあり、それぞれの職務に代理者を指名するのは実際的でないことがある。

4.1.6 トップマネジメントは、試験所・校正機関内にコミュニケーションのための適切なプロセスが確立されることを確実にすること。また、マネジメントシステムの有効性に関しての情報交換が行われることを確実にすること。

## 4.2 マネジメントシステム

4.2.1 試験所・校正機関は、その活動の範囲に対して適切なマネジメントシステムを構築し、実施し、維持すること。試験所・校正機関は、試験・校正結果の品質を保証するために必要な程度まで、試験所・校正機関の方針、システム、プログラム、手順及び指示を文書化すること。このシステムの文書は、担当の要員に周知され、理解され、いつでも利用できる状態におかれ、かつ、実施されていること。

4.2.2 試験所・校正機関における品質方針表明を含む品質に関連したマネジメントシステムの方針は、品質マニュアル（いかなる名称でもよい。）の中に明確に規定すること。試験所・校正機関は総合的な目標を確立し、マネジメントレビューの中でレビューすること。品質方針表明は、トップマネジメントの権限によって発行すること。この文書は少なくとも次の事項を含むこと。

- a) 顧客へのサービス提供において、良好な専門職業務及び試験・校正の品質を守るという試験所・校正機関の管理主体のコミットメント
- b) 試験所・校正機関のサービスの水準に関する管理主体の表明
- c) 品質に関連したマネジメントシステムの目的
- d) 試験所・校正機関における試験・校正活動に関係するすべての要員に対し、品質文書に精通し、業務において方針及び手順を実施することの要求
- e) この規格への適合性を守り、マネジメントシステムの有効性を継続的に改善するという試験所・校正機関の管理主体のコミットメント

**注記** 品質方針表明は簡潔であることが望ましく、常に試験又は校正を決められた方法及び顧客の要求事項に従って行うことという要求を含んでもよい。試験所・校正機関が大きな組織の一部である場合には、品質方針の幾つかの要素が他の文書に含まれることがある。

4.2.3 トップマネジメントは、マネジメントシステムの構築及び実施、並びにその有効性を継続的に改善することに対するコミットメントの証拠を示すこと。

4.2.4 トップマネジメントは、法律・規制要求事項を満たすことは当然のこととして、顧客要求事項を満たすことの重要性を組織内に周知すること。

4.2.5 品質マニュアルには、技術的手順書を含めて支援の手順を含めるか、又はその参照を示すこと。品質マニュアルは、マネジメントシステムにおいて使用する文書の構成の概要を示すこと。

4.2.6 この規格への適合を確実にする責任を含め、技術管理主体及び品質管理者の役割及び責任を品質マニュアルの中に明確に規定すること。

4.2.7 トップマネジメントは、マネジメントシステムの変更を計画し実施するときに、そのマネジメントシステムの“完全に整っている状態”（integrity）が維持されることを確実にすること。

### 4.3 文書管理

#### 4.3.1 一般

試験所・校正機関は、法令、規格、その他の基準文書、試験・校正方法、並びに図面、ソフトウェア、仕様書、指示書及びマニュアルのような、マネジメントシステムの一部を構成するすべての文書（内部で作成した文書及び外部で発行された文書）を管理する手順を確立し、維持すること。

**注記 1.** ここでいう“文書”とは、方針表明文、手順書、仕様書、校正值表、チャート、教科書、ポスター、通知、覚書、ソフトウェア、図面、図解、その他であり得る。それらはハードコピー又は電子的記録など様々な媒体によってよく、また、デジタル、アナログ、写真又は手書きによるものでもよい。

**注記 2.** 試験及び校正に関するデータの管理は、5.4.7に規定されている。記録の管理は、4.13に規定されている。

#### 4.3.2 文書の承認及び発行

4.3.2.1 マネジメントシステムの一部として試験所・校正機関の要員に向けて発行されるすべての文書は、発行に先立って権限をもった要員が確認し、使用の承認を与えること。マネジメントシステムの中の文書について現在の改訂状況及び配布状況を識別するためのマスターリスト又は同等の文書管理手順を確立し、無効文書及び/又は廃止文書の使用を排除するため、このリストなどをいつでも利用できる状態にすること。

4.3.2.2 採用された手順は、次の事項を確実にすること。

- a) 試験所・校正機関の効果的な機能遂行に不可欠な業務を行うすべての場所で、適切な文書の公式版がいつでも利用できる。
- b) 適用される要求事項に対する継続的な適切さと適合性を確実にするため、文書を定期的に見直し、必要に応じて改訂する。
- c) 無効文書又は廃止文書は、すべての発行場所若しくは使用場所から速やかに撤去するか、又は他の方法によって誤使用を確実に防止する。
- d) 法令上の目的又は知識保存の目的で保持する廃止文書は、適切にその旨を表示する。

4.3.2.3 試験所・校正機関が作成したマネジメントシステム文書を個別に識別すること。この識別には、発行の日付及び/又は改訂の識別、ページ番号付け、全ページ数又は文書の終わりを示す何らかの記号、及び発行権限をもつ者の名を含めること。

#### 4.3.3 文書の変更

4.3.3.1 文書に対する変更は、他の特別の指定がない限り、その文書の初版の確認を行った部署が確認及び承認を行うこと。指定された要員は、確認及び承認の根拠となる関連の背景情報に接触できるようにすること。

4.3.3.2 実行可能な場合、変更された記述又は新しい記述を、その文書の中又は適切な附属文書の中で識別すること。

4.3.3.3 試験所・校正機関の文書管理システムが、文書の再発行までの期間に手書きによる文書の修正を認める場合には、そのような修正の手順及び権限を明確に規定すること。修正箇所は明りょう(瞭)に表示し、署名 (initial) 及び日付を付けること。実行可能な限り、早期に改訂文書を正式に再発行すること。

4.3.3.4 コンピュータ化されたシステム中に保持されている文書の変更をどのように行い、管理するかを規定する手順を確立すること。

#### 4.4 依頼、見積仕様書及び契約の内容の確認

4.4.1 試験所・校正機関は、依頼、見積仕様書又は契約の内容を確認するための手順を確立し、維持すること。試験・校正の契約に至るこの確認の方針及び手順は、次の事項を確実にすること。

- a) 使用すべき方法を含め、要求事項が十分に確定され、文書化され、理解されている (5.4.2 参照)。
- b) 試験所・校正機関が、要求事項を満たす業務能力及び経営資源をもつ。

c) 適切な試験・校正方法が選定され、顧客の要求事項を満たすことができる(5.4.2 参照)。依頼又は見積仕様書と契約との間での何らかの相違は、業務に取りかかる前に解決すること。個々の契約は、試験所・校正機関及び顧客の双方にとって受入れ可能にすること。

**注記 1.** 依頼、見積仕様書又は契約の内容の確認は实际的、かつ、能率的な方法で行い、財務上、法令上及び時間的スケジュールの側面の影響を考慮に入れることが望ましい。内部の顧客に対しては、依頼、見積仕様書及び契約の内容の確認は簡素化された方法で行ってもよい。

**注記 2.** 業務内容の確認においては、試験所・校正機関が必要な物理的、人的及び情報的資源をもち、かつ、試験所・校正機関の要員がその試験・校正の実施に必要な技量及び専門知識をもつことを確認することが望ましい。業務能力の確認は、過去に参加した試験所間比較若しくは技能試験の結果、及び/又は測定の不確かさ、検出限界、信頼限界、その他を確定するための既知のサンプル若しくは品目を用いた試行試験又は校正プログラムの実行の結果を含むことがある。

**注記 3.** 契約は、顧客に対して試験・校正業務を提供することを示す何らかの書面又は口頭による取決めであってよい。

4.4.2 重要な変更の記録を含め、確認の記録を維持すること。契約の実施期間中に顧客の要求事項又は業務の結果について顧客と交わした関連の討論についても記録を維持すること。

**注記** 定期的業務及びその他の簡単な業務に関する確認は、確認の日付及び契約業務の実施に責任をもつ試験所・校正機関の要員の識別(例えば、イニシャル)で十分であると考えられる。繰り返し行う定期的業務に関する確認は、顧客の要求事項に変更がない限り、最初の照会の段階でだけ行うか、又は顧客との一般取決めに基づいて継続的に行う定型的業務の契約を結ぶ段階でだけ行えばよい。新規の、複雑な又は先進的な試験・校正業務については、更に包括的な記録を維持することが望ましい。

4.4.3 確認には、試験所・校正機関が下請負契約するいかなる業務も含めること。

4.4.4 契約からの何らかの逸脱を顧客に通知すること。

4.4.5 業務開始後に契約の修正が必要となった場合には、前回と同じ契約内容確認のプロセスを繰り返し、修正内容は影響を受ける要員すべてに周知すること。

#### 4.5 試験・校正の下請負契約

4.5.1 試験所・校正機関が、予期しなかった理由(例えば、業務負担、追加的専門技術の必要性又は一時的な業務能力不足)によって、又は継続的に(例えば、長期の下請負、業務代行又はフランチャイズ契約によって)業務を下請負に出す場合には、この業務を適格な能力をもつ下請負契約者に行わせること。適格な能力をもつ下請負契約者とは、例えば、当該業務についてこの規格に適合する者である。

4.5.2 試験所・校正機関は、顧客に対して書面によって取決めを通知し、適切な場合には、なるべく書面によって顧客の承認を得ること。

4.5.3 試験所・校正機関は、顧客又は規制当局がどの下請負契約者を用いるべきかを指定する場合を除き、顧客に対して下請負契約者の業務に関する責任を負う。

4.5.4 試験所・校正機関は、試験又は校正のために用いるすべての下請負契約者の登録簿及び当該業務に関するこの規格への適合性の証拠の記録を維持すること。

#### 4.6 サービス及び供給品の購買

4.6.1 試験所・校正機関は、自身が使用するサービス及び供給品で試験・校正の品質に影響するものの選定及び購買について方針及び手順をもつこと。試験及び校正に係る試薬及び消耗品の購買、受入れ並びに保管について手順をもつこと。

4.6.2 試験所・校正機関は、購入された供給品、試薬及び消耗品で試験・校正の品質に影響を与えるものは、関係する試験・校正方法で規定された標準仕様又は要求事項に適合することを検査若しくは別の方法で検証が済むまでは使用しないことを確実にすること。使用するサービス及び供給品は、規定された要求事項を満たすこと。適合性をチェックするために取った処置の記録を維持すること。

4.6.3 試験所・校正機関の結果（output）の品質に影響する品目に関する購買文書には、発注するサービス及び供給品を記述するデータを含めること。これらの購買文書は、発行に先立ってその技術的内容に関する確認及び承認を行うこと。

**注記** 記述には、種類（type）、類別（class）、等級（grade）、詳細な識別、仕様、図面、検査指示書、試験結果の承認を含むその他の技術データ、要求品質、その製造が従ったマネジメントシステム規格などが含まれることがある。

4.6.4 試験所・校正機関は、試験・校正の品質に影響する重要な消耗品、供給品及びサービスの供給者の評価を行い、これらの評価の記録及び承認された供給者のリストを維持すること。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 14.2

- 使用する試薬（水を含む）の等級は、調製、保管及び使用において守るべき特別の注意事項に関する手引きと併せて、方法の中に明示することが望ましい。この注意事項には、毒性、可燃性、熱、空気及び光に対する安定性、他の化学薬品に対する反応性及びその他の危険を含める。

- 試験所で調製した試薬及び標準物質には、物質名、濃度、溶媒（水でない場合）、特別の注意事項又は危険性、使用制限、調製日及び/又は使用期限を明示するためにラベルを付けることが望ましい。試薬の調製責任者を、ラベル又は記録から確認できること。

#### AOAC : 2002 5.3.1

- 化学薬品、試薬、及び設備の保管、使用並びに処分の手順は、適用される法的規制機関に従わなければならない。

- 試験所で使用される化学薬品の安全データシート（Material Safety Data Sheets ; MSDS）は、試験所要員すべてが利用できるようにしなければならない。

#### 4.7 顧客へのサービス

4.7.1 試験所・校正機関は、自身が他の顧客に対する機密保持を確実にする条件で、顧客又はその代理者が実施業務に関する顧客の要求を明確化し、更に試験所・校正機関の実行状況の監視に進んで協力すること。

**注記 1.** この協力には、次の事項が含まれることがある。

- a) 顧客又はその代理者が、顧客のために実施される試験・校正に立ち会う目的で試験所・校正機関の関連場所に正当に立ち入れるようにする。
- b) 検証の目的で顧客が必要とする、試験・校正品目の準備、包装及び輸送。

**注記 2.** 顧客は、良好な情報伝達の維持、技術的事項に関する助言及び指導並びに結果に基づく意見及び解釈を価値あるものとみなしている。顧客との情報伝達は、特に大規模な業務の場合、業務期間全体を通じて維持することが望ましい。試験所・校正機関は、試験・校正の実施において何らかの遅延又は重大な逸脱があればこれを顧客に知らせることが望ましい。

4.7.2 試験所・校正機関は、肯定的なもの及び否定的なものを含めて、その顧客からフィードバックを求めること。フィードバックは、マネジメントシステム、試験・校正活動及び顧客へのサービスの改善に用い、分析すること。

**注記** フィードバックの種類为例として、顧客満足についての調査及び試験報告書又は校正報告書の顧客とのレビューがある。

#### 4.8 苦情

試験・校正機関は、顧客又はその他の利害関係者から受けた苦情を解決するための方針及び手順をもつこと。すべての苦情の記録並びに試験所・校正機関が行った調査及び是正処置の記録を維持すること。(4.11 参照)

#### 4.9 不適合の試験・校正業務の管理

4.9.1 試験所・校正機関は、自身の試験・校正業務又はその結果が何らかの側面で自身の手順又は顧客と合意した要求事項に適合していない場合に実施すべき方針及び手順をもつこと。この方針及び手順は、次の事項を確実にすること。

- a) 不適合業務の管理に関する責任者及び権限者を指名し、不適合業務が特定された場合、処置（必要に応じ、業務の中止並びに試験報告書及び校正証明書の発行保留を含む。）を確定し、実施する。
- b) 不適合業務の重大さの評価を行う。
- c) 不適合業務の容認に関する何らかの決定を行うとともに、修正を直ちに行う。
- d) 必要な場合、顧客に通知して業務結果を回収する。
- e) 業務の再開を認める責任を明確に規定する。

**注記** 不適合業務の特定又はマネジメントシステム若しくは試験・校正活動に関する問題の特定は、マネジメントシステム及び技術的運営のいろいろな場面で起こり得る。事例として、顧客の苦情、品質管理、機器の校正、消耗品のチェック、職員の監視及び監督、試験報告書・校正証明書のチェック、マネジメントレビュー及び内部監査又は外部監査がある。

4.9.2 評価によって、不適合業務が再発し得ること又は試験所・校正機関の方針及び手順に対する自身の運営の適合性に疑いがあることが示された場合、4.11に規定する是正処置の手順を速やかに実施すること。

#### 4.10 改善

試験所・校正機関は、品質方針、品質目標、監査結果、データの分析、是正処置、予防処置及びマネジメントレビューを通じて、マネジメントシステムの有効性を継続的に改善すること。

## 4.11 是正処置

### 4.11.1 一般

試験所・校正機関は、不適合業務が特定された場合又はマネジメントシステム並びに技術的運営の方針及び手順からの逸脱が特定された場合、是正処置を実施するための何らかの方針及び手順を確立し、適切な権限者を指名すること。

**注記** 試験所・校正機関のマネジメントシステム又は技術的運営に関する問題は、種々の活動、例えば、不適合業務の管理、内部監査又は外部監査、マネジメントレビュー、顧客からのフィードバック、職員の観察などを通じて特定されることがある。

### 4.11.2 原因分析

是正処置の手順は、問題の根本原因を特定するための検討から始めること。

**注記** 原因分析は、是正処置の最も重要な部分であり、ときには最も困難な部分である。しばしば根本原因は明白ではなく、したがって、問題のすべての潜在的な原因を注意深く分析することが要求される。潜在的な原因には、顧客の要求事項、試料、試料の仕様、方法及び手順、職員の技量及び教育・訓練、消耗品又は設備及びその校正が含まれ得る。

### 4.11.3 是正処置の選定及び実施

是正処置が必要な場合、試験所・校正機関は可能性のある是正処置を特定すること。試験所・校正機関は、問題を除去し再発を防止する可能性が最も高い処置を選定し、実施すること。

是正処置は、その問題の重大さ及びリスクに比べて適切な程度とすること。

試験所・校正機関は、是正処置の検討から生じた必要な変更をすべて文書化し、実施すること。

### 4.11.4 是正処置の監視

試験所・校正機関は、取られた是正処置が効果的であったことを確認するため、結果を監視すること。

### 4.11.5 追加監査

不適合又は逸脱の特定が、試験所・校正機関の方針及び手順又はこの規格に対する適合性に疑問を投げかける場合、試験所・校正機関は該当活動範囲に対する追加監査を4.14の規定に従ってできるだけ速やかに実施することを確実にすること。

**注記** このような追加監査は、是正処置の実施に引き続いてその有効性を確かめるために行われることが多い。追加監査は、事業上の重大な問題又はリスクが特定された場合にだけ必要とされるべきである。

## 4.12 予防処置

**4.12.1** 技術面及びマネジメントシステムに関して、必要とされる改善及び不適合の潜在的な原因を特定すること。改善の機会が特定された場合、又は予防処置を取る必要がある場合には、そのような不適合が起こる可能性を減らし改善の機会を活用するため、行動計画を作成し、実施し、かつ、監視すること。

**4.12.2** 予防処置の手順には、そのような処置の開始及びそれらの有効性を確認するための管理の適用を含めること。

**注記 1.** 予防処置は、問題の特定又は苦情に対する対応処置ではなく、むしろ改善の機会を特定するための事前のプロセスの一つである。

**注記 2.** 予防処置には、運営上の手順の見直しのほか、傾向分析及びリスク分析並びに技能試験結果の分析を含め、データの分析が関与することがある。

#### 4.13 記録の管理

##### 4.13.1 一般

4.13.1.1 試験所・校正機関は、品質記録及び技術的記録の識別、収集、索引付け、アクセス、ファイリング、保管、維持及び廃棄の手順を確立し、維持すること。品質記録には、是正処置及び予防処置の記録と同時に内部監査及びマネジメントレビューの報告を含めること。

4.13.1.2 すべての記録は読みやすいものであり、損傷又は劣化の防止及び紛失の防止に適した環境を備えた施設中において、容易に検索できるような方法で保管し、維持すること。記録を維持する期間を確定すること。

**注記** 記録は、ハードコピー、電子的媒体など、いかなる媒体によってもよい。

4.13.1.3 すべての記録は、機密保持の下で安全に保管すること。

4.13.1.4 試験所・校正機関は、電子的に保存されている記録のバックアップ及び保護の手順、及びそのような記録への無許可のアクセス又は修正を防止する手順をもつこと。

##### 4.13.2 技術的記録

4.13.2.1 試験所・校正機関は、観測原本の記録、監査の追跡を確保するための誘導データ及び十分な情報、校正の記録、職員の記録、並びに発行された個々の試験報告書又は校正証明書のコピーを、規定された期間維持すること。個々の試験・校正に関する記録は十分な情報を含み、可能な場合、不確かさに影響する因子の特定を容易にし、元の条件にできるだけ近い条件での試験又は校正の繰返しを可能とするものであること。記録は、サンプリング、個々の試験・校正の実施及び結果のチェックに責任をもつ要員の識別を含むこと。

**注記 1.** ある分野では、すべての観測原本の記録を保管することが（原理的に）不可能な場合又は実際的でない場合があるであろう。

**注記 2.** 技術的記録は、試験又は校正を実施することによって得られ、また、規定された品質パラメータ又はプロセス・パラメータが達成されたかどうかを示すデータ（5.4.7 参照）と情報の集積である。そこには、書式、契約書、作業票、作業基準書、チェック票、作業ノート、管理グラフ、外部及び内部の試験報告書並びに校正証明書、顧客のメモ・書類・フィードバックが含まれるであろう。

4.13.2.2 観測結果、データ及び計算は、それらが作成される時点において記録され、特定の業務において識別可能にすること。

4.13.2.3 記録に誤りが発生した場合には、それらを抹消したり見えなくしたり削除したりせず、個々の誤りに訂正線を施し、そのそばに正しい値を記入すること。記録に対する訂正のすべては、その訂正を行った人物の署名又はイニシャルを付けること。電子的に保管されている記録の場合にも、元のデータの消失又は変更を防止するために同等の手段を講じること。

#### 4.14 内部監査

4.14.1 試験所・校正機関は、その運営がマネジメントシステムの要求事項及びこの規格の要求事項に継続して適合していることを検証するため、定期的に、かつ、あらかじめ定められたスケジュール及び手順に従って、自身の活動の内部監査を実施すること。内部監査のプログラ

ムは、試験・校正活動を含め、すべてのマネジメントシステムの要素を対象とすること。スケジュールの要求及び管理主体の要望に沿うように監査を計画し、実施することは品質管理者の責任である。このような監査は、訓練を受け資格認定された要員で、経営資源が許す限り、監査される活動から独立した要員が行うこと。

**注記** 内部監査の1サイクルは、通常、1年以内に完了することが望ましい。

4.14.2 監査の所見が試験所・校正機関の運営の有効性又は試験・校正結果の正確さ若しくは妥当性に疑問を投げかける場合には、試験所・校正機関は時機を失することなく是正処置を取り、もし、試験・校正結果が影響を受けた可能性を検討結果が示す場合は、顧客にこの旨を書面で通知すること。

4.14.3 監査された活動分野、監査の所見及びそれから生じた是正処置を記録すること。

4.14.4 フォローアップ活動では、取られた是正処置の実施内容と効果とを検証し、記録すること。

#### 4.15 マネジメントレビュー

4.15.1 あらかじめ決定されたスケジュール及び手順に従って、試験所・校正機関のトップマネジメントは、試験所・校正機関のマネジメントシステム及び試験・校正活動が継続して適切、かつ、有効であることを確実にするため、並びに必要な変更又は改善を導入するために、マネジメントシステム及び試験・校正活動のレビューを定期的実施すること。レビューは、次の事項を考慮すること。

- 方針及び手順の適切さ
- 管理要員及び監督要員からの報告
- 最近の内部監査の結果
- 是正処置及び予防処置
- 外部機関による審査
- 試験所間比較又は技能試験の結果
- 業務の量及び種類の変化
- 顧客からのフィードバック
- 苦情
- 改善のための提案
- 品質管理活動、経営資源、職員の訓練など、その他の関係要因

**注記 1.** マネジメントレビューを行う典型的な周期は、12か月に1回である。

**注記 2.** 結果を試験所・校正機関の企画システムに織り込むとともに、次年度の目的、達成目標及び行動計画を含めることが望ましい。

**注記 3.** マネジメントレビューは、定例的な経営会議における関連問題の検討を含む。

4.15.2 マネジメントレビューでの所見及びそれらから生じた処置を記録すること。管理主体は、それらの処置が適切、かつ、取決めによる期間内に実行されることを確実にすること。

## 5. 技術的要求事項

### 5.1 一般

5.1.1 多くの要因が、試験所・校正機関によって実施された試験・校正の正確さ及び信頼性を決定する。これらの要因には次の事項からの寄与が含まれる。

- 人間の要因(5.2)
- 施設及び環境条件(5.3)
- 試験・校正方法及び方法の妥当性確認(5.4)
- 設備(5.5)
- 測定の特リサビリティ(5.6)
- サンプルング(5.7)
- 試験・校正品目の取扱い(5.8)

5.1.2 各要因が総合的な測定の不確かさに寄与する程度は、個々の試験(の種類)及び個々の校正(の種類)によってかなり異なる。試験所・校正機関は、試験・校正方法及び手順の開発において、要員の教育・訓練及び資格認定において、並びに使用する設備の選定及び校正において、これらの要因を考慮すること。

### 5.2 要員

5.2.1 試験所・校正機関の管理主体は、特定の設備の操作、試験又は校正の実施、結果の評価及び試験報告書並びに校正証明書への署名を行うすべての要員の力量があることを確実にすること。教育・訓練中の職員を使用するときは、適切な監督を行うこと。特定の業務を行う要員は、必要に応じて適切な教育、訓練、経験及び又は技量の実証に基づいて資格付与されること。

**注記 1.** ある技術分野(例えば、非破壊試験)では、ある種の業務を実施する要員は、要員認証を保持する必要があるだろう。試験所・校正機関は、規定の要員認証に関する要求事項を満たす責任がある。要員認証に関する要求事項は、法令に含まれていたり、特定の技術分野の規格に含まれていたり、顧客から要求されたりすることがある。

**注記 2.** 試験報告書に含まれる意見及び解釈に責任をもつ要員は、実施された試験に関する適切な資格付与、教育・訓練、経験及び十分な知識に加えて、更に次の知識及び理解をもつことが望ましい。

- 試験された品目、材料、製品などの製造に用いられた技術に関する必要な知識、又はそれらが使用される方法若しくは使用を意図する方法、それらの使用中若しくは使用期間中に生じ得る欠陥又は劣化に関する必要な知識。
- 法令及び規格に述べられている一般要求事項に関する知識。
- その品目、材料、製品などの通常の用途について見られる逸脱の重大さに関する理解。

#### CITAC Guide 1 10.1

- 化学分析は、化学の分野において学士のレベルまたはそれと試験所が同等のレベルであると認め、それに加えて、関係する専門の資格が必要な場合は、それを有し、かつ経験を有する分析者によって行われるか、またはその監督下で行わなければならない。

## ISO/IEC Guide25 6. 職員 6.1

- 校正機関・試験所は、指定された職能に必要な教育、訓練、技能的知識及び経験を持つ十分な数の職員を有していること。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 10.1

- 学士のレベルであると認定された職員は、通常は2年程度の関係する作業経験を持って、経験を有する分析者とみなされる。教育・訓練中の、又は関係する資格認定をもたない職員は、適切なレベルの教育・訓練を受講したことが明らかで、かつ適切な監督がある場合には分析を行ってよい。

## AOAC : 2002 4.2.2

- すべての要員は、品質システムの年次教育・訓練を受け、品質システムを維持する上での役割及び責任を持たなければならない。

5.2.2 試験所・校正機関の管理主体は、試験所・校正機関の要員の教育、訓練及び技量に関する目標を設定すること。試験所・校正機関は、教育・訓練のニーズを特定し、要員に教育・訓練を提供するための方針及び手順をもつこと。教育・訓練プログラムは、試験所・校正機関の現在の業務及び予期される業務に対して適切であること。実施された教育・訓練の処置の有効性を評価すること。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 10.3

- 試験所は、全ての職員に試験の適正な実施及び装置の運転を適切に行うに相応しい教育・訓練を確実に受講させなければならない。  
 場合によっては、これには特別な技術の背景となる原理及び理論の教育・訓練を含む。  
 できれば、客観的な尺度を使用して、教育・訓練中の技能習得の達成度を評価することが望ましい。  
 例えば、品質管理技法を使用して、能力が維持されていることを監視しなければならない。  
 試験所の管理者は、適切な教育・訓練を確実に行う責任を持っているが、熟練した分析者には特に、自己啓発の重要性を強調しなければならない。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 10.5

分析方法でなく特別な技術面での能力を記録することがより適切である場合がある。

5.2.3 試験所・校正機関は、試験所・校正機関に雇用された要員又は試験所・校正機関と契約を結んだ要員を使用すること。契約によって追加した技術要員及び主要な役割の支援要員を使用する場合、試験所・校正機関は、それらの要員が監督下に置かれ、力量があり、試験所・校正機関のマネジメントシステムに従って業務を行うことを確実にすること。

5.2.4 試験所・校正機関は、試験・校正に関与する管理要員、技術要員及び主要な役割の支援要員に対する現行の職務の規定を維持すること。

**注記** 職務の規定は、種々の方法で規定され得る。少なくとも、次の事項を規定すること

が望ましい。

- 試験・校正の実施に関する責任
- 試験・校正の計画立案及び結果の評価に関する責任
- 意見及び解釈を報告する責任
- 方法の変更及び開発並びに新規の方法の妥当性確認に関する責任
- 専門知識及び経験
- 資格付与及び教育・訓練プログラム
- 管理上の責務

5.2.5 管理主体は、特定のタイプのサンプリング・試験・校正の実施、試験報告書及び校正証明書発行の発行、意見及び解釈の提供並びに特定のタイプの設備の操作を行うため、特定の要員に権限を与えること。試験所・校正機関は、契約による要員を含め、すべての技術要員に対し、該当する権限付与、力量、教育上及び職業上の資格付与、教育・訓練、技能及び経験に関する記録を維持すること。この情報は、いつでも利用できる状態におかれ、権限付与及び/又は力量確認の日付を含むこと。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 10.4

- 試験所は、職員の各メンバーが受講した教育・訓練の最新の記録を保管する。
  - 記録には、通常、以下を含むことが望ましい。
    - i) 学歴
    - ii) 参加した所内外の研修講座
    - iii) 関連する OJT (オンザジョブトレーニング)(及び必要に応じて行われた再教育・訓練)
- 場合によっては：
- iv) 品質管理及び/又は技能試験スキームへの参加(関連データを添付する)
  - v) 公刊された技術論文 及び 学協会での発表

### 5.3 施設及び環境条件

5.3.1 試験所・校正機関の試験・校正のための施設は、エネルギー源、照明、環境条件など(これらに限定されない。)を含め、試験・校正の適正な実施を容易にするようなものにする。試験所・校正機関は、すべての測定の実験品質に対して環境条件が結果を無効にしたり悪影響を及ぼしたりしないことを確実にすること。サンプリング、試験又は校正が試験所・校正機関の恒久的な施設以外の場所で行われる場合には、特別の注意を払うこと。試験・校正の結果に影響する施設及び環境条件に関する技術的要求事項を文書化すること。

#### CITAC Guide 1 11.1

- 試料、試薬、測定標準及び標準物質は、その完全性を確実にするように、保管されなければならない。試験所は、劣化、汚染がないように、しかも識別が維持されるように保守すべきである。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 12.4

- 新規の業務のために指定された区域を選定する時は、その区域の以前の使用について考慮しなければならない。使用前に、その区域が汚染されていないことを確実にするために点検することが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 12.6

- 環境条件の限界からの逸脱は、システムを監視すること又は特定の分析の品質管理によっても判明することがある。環境条件からの逸脱の影響は、方法の妥当性確認時に堅牢性試験の一部として評価してもよく、適宜、緊急操作手順を確立する。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 12.7

- 汚染除去手順書は、環境又は装置の用途が変更される場合、又は偶然に汚染が発生した場合に適切である。

5.3.2 試験所・校正機関は、該当する仕様、方法及び手順の要求に応じて、又は環境条件が結果の品質に影響する場合、環境条件を監視し、制御し、記録すること。関係する技術的活動に合わせて、例えば、生物学的無菌状態、ほこり、電磁障害、放射、湿度、電力供給、温度及び音響・振動レベルなどに対して相応の注意を払うこと。環境条件が試験又は校正の結果を危うくする場合には、試験・校正を中止すること。

5.3.3 両立不可能な活動が行われている隣接区域との間に効果的な分離を施すこと。混入汚染を防止する手段を講じること。

## AOAC : 2002 5.3.3 備考

- 他の作業からの干渉を受け易いか、又は特定の問題若しくは危険を惹起するある種の作業は、日常的に隔離する必要がある。例えば、高レベルの発生源から物理的に分離する必要のある菌株培地の調製、鉍物の微量分析など、及び発がん性物質の分析である。特別な作業に指定する区域の選択に当たっては、その区域が以前何に使用されていたかを考慮しなければならない。使用の前に、その区域が汚染されていないことを確実にするためにチェックすることが望ましい。一度使用に入った場合、その区域へのアクセスは規制されることが望ましい。そこで引き受ける作業の種類は注意深く管理されることが望ましい。

5.3.4 試験・校正の品質に影響する区域への立入り及び使用を管理すること。試験所・校正機関は、特有の状況に応じて管理の範囲・程度を定めること。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 12.3

- 実施する作業の内容によっては、試験所の特定区域への立入を制限する必要がある。代表的な例としては、爆薬、放射性物質、発癌性物質、法医学検査、PCR 法及び微量分析が関わる作業がある。

立入制限が発効している場合、職員には下記のことを知らせることが望ましい。

- i) 特定の区域の使用目的
- ii) かかる区域内での作業上の制限
- iii) かかる制限を加える理由
- iv) かかる制限が違反された時に従うべき処置

5.3.5 試験所・校正機関内の良好な整理・整頓・衛生を確実にするための手段を講じること。必要な場合には、特別の手順を準備すること。

## 5.4 試験・校正の方法及び方法の妥当性確認

### 5.4.1 一般

試験所・校正機関は、業務範囲内のすべての試験・校正について適切な方法及び手順を用いること。それらの方法には、試験・校正を行うべき品目のサンプリング、取扱い、輸送、保管及び準備が含まれ、また、適切な場合、測定の不確かさの推定及び試験・校正データの分析のための統計的手法が含まれる。

試験所・校正機関は、指示書なしでは試験・校正の結果が危ぶまれる場合には、すべての関連設備の使用及び操作並びに試験・校正を行う品目の取扱い及び準備について指示書をもつこと。試験所・校正機関の業務に係るすべての指示書、規格、マニュアル及び参照データは最新の状態に維持し、要員がいつでも利用できる状態にしておくこと（4.3 参照）。試験・校正方法からの逸脱は、その逸脱があらかじめ文書化され、技術的に正当な根拠が示され、正式に許可され、かつ、顧客によって受け入れられている場合にだけ生じるようにすること。

**注記** 試験・校正の実施方法について十分、かつ、簡潔な情報を含む国際規格、地域規格若しくは国家規格又はその他の広く認められている仕様書が発行されていて、そのまま試験所・校正機関の実施要員が使用できるような方法で記述されている場合には、内部手順書として補足したり、書き直したりする必要はない。その方法の中の操作の選択又は詳細な補足のために、追加の文書を用意する必要があり得る。

### CITAC Guide 1 14.5

- 試験所独特の分析方法についての文書には、バリデーションのデータ、適用性の限界、精度管理の手順、校正、文書管理を含めること。

### AOAC : 2002 5.4.1 備考

- 多くの場合、“公定法（Official Methods）”は規格で引用されることがある。“法的に定められた標準法（Legal Reference Methods）”は法律で公布され、多くの場合、条文のとおりそのまま採用されなければならない。

### 5.4.2 方法の選定

試験所・校正機関は、サンプリングの方法を含め、顧客のニーズを満たし、かつ、請け負う試験・校正に対して適切な試験・校正方法を使用すること。国際規格、地域規格又は国家規格として発行されている方法を優先的に使用すること。試験所・校正機関は、使用が不適切又は不可能な場合を除き、規格の最新版の使用を確実にすること。必要な場合には、規格の矛盾のない適用を確実にするため、詳細事項の追加によって規格を補足すること。

顧客が使用すべき方法を指定しない場合、試験所・校正機関は、国際規格、地域規格若しくは国家規格、定評ある技術機関の出版物、該当する科学文献若しくは定期行物として公表されている適切な方法、又は設備の製造者が指定する方法のいずれかを選定すること。試験所・校正機関が開発した方法又は採用した方法も、それらが意図する用途に適切であり、かつ、妥当性確認が行われている場合は、使用することができる。選定した方法を顧客に通知すること。試験所・校正機関は、規格に規定された方法を試験又は校正に導入する前に、自身がその方法を適切に実施できることを確認すること。規格に規定された方法が変更された場合には、再度確認すること。

顧客から提案された方法が不適切又は旧式と考えられる場合には、試験所・校正機関はその旨を顧客に通知すること。

**AOAC : 2002 5.4.2 備考**

- 食品及び医薬品の方法の大部分は、AOACインターナショナル (AOAC)、米国農務省 (USDA)、米国食品医薬品局 (FDA)、米国環境保護局 (EPA)、米国油化学会 (AOCS)、米国穀物化学会 (AACC)、国際標準化機構 (ISO)、国際純正応用化学連合 (IUPAC)、米国薬局方 (USP)、及び米国食品添加物規格 (FCC)、食品規格委員会 (FAO/WHO CAC)、Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater の方法マニュアルにある。

多くの業界団体、例えば国際酪農連盟 (IDF) は、団体自身の方法を開発し、有用な出版物を提供している。

**CITAC/EURACHEM GUIDE 17.3**

- 規格または共同試験された方法が妥当性確認されて、その方法の来歴がいかにも完全無欠であっても、それが絶対だと思いついてはいけません。試験所は、特定の分析法の妥当性確認の程度が、求められている目的に対して適切であり、その分析法で試験所が指定された性能基準を検証できることを自分自身で納得できるようにしておくことが望ましい。

**5.4.3 試験所・校正機関が開発した方法**

試験所・校正機関が自身の使用のために開発した試験・校正方法の導入は計画に基づいた活動であり、かつ、十分な経営資源をもち資格を付与された要員に割り当てること。計画は開発の進行につれて更新し、すべての関係要員の間で効果的な情報交換を確実にすること。

**5.4.4 規格外の方法**

規格に規定された方法に含まれない方法を使用する必要がある場合、これらの方法は、顧客の同意に基づいて採用し、顧客の要求事項の明確な規定及び試験・校正の目的を含むこと。開発された方法は、使用前に適切に妥当性確認を行うこと。

**注記** 新規の試験・校正方法については、試験・校正を実施する前に手順書を作成し、それには少なくとも次の情報を含めることが望ましい。

- a) 適切な識別
- b) 適用範囲
- c) 試験又は校正を行うべき品目の種類(type)の記述
- d) 決定すべきパラメーター又は量及び範囲
- e) 装置及び設備並びにそれらの技術的機能に関する要求事項
- f) 要求される参照標準及び標準物質
- g) 要求される環境条件及び安定化に必要な期間
- h) 次の事項を含む手順の記述
  - 試験・校正品目の識別記号表示、取扱い、輸送、保管及び準備
  - 業務開始前に行うべきチェック
  - 設備が適正に作動していることのチェック、並びに要求される場合、毎回の使用前の設備の校正及び調整
  - 観測及び結果を記録する方法
  - 遵守すべき何らかの安全対策
- i) 承認・不承認に関する基準及び / 又は要求事項
- j) 記録すべきデータ並びに分析及び提示の方法
- k) 不確かさ又は不確かさの推定に関する手順

#### 5.4.5 方法の妥当性確認

5.4.5.1 妥当性確認とは、意図する特定の用途に対して個々の要求事項が満たされていることを調査によって確認し、客観的な証拠を用意することである。

5.4.5.2 試験所・校正機関は、規格外の方法、試験所・校正機関が設計・開発した方法、意図された適用範囲外で使用する規格に規定された方法、並びに規格に規定された方法の拡張及び変更について、それらの方法が意図する用途に適することを確認するために妥当性確認を行うこと。妥当性確認は、当該適用対象又は適用分野のニーズを満たすために必要な程度まで幅広く行うこと。試験所・校正機関は、得られた結果、妥当性確認に用いた手順及びその方法が意図する用途に適するか否かの表明を記録すること。

**注記 1.** 妥当性確認は、サンプリング、取扱い及び輸送の手順を含むことがある。

**注記 2.** 方法の良否の確定に用いる手法は、次の事項のうちの一つ又はそれらの組み合わせであることが望ましい。

- 参照標準又は標準物質を用いた校正
- 他の方法で得られた結果との比較
- 試験所間比較
- 結果に影響する要因の系統的な評価
- 方法の原理の科学的理解及び実際の経験に基づいた、結果の不確かさの評価

**注記 3.** 妥当性確認された規格外の方法を変更する場合は、そのような変更の影響を文書化し、適切ならば新規の妥当性確認を行うことが望ましい。

5.4.5.3 妥当性が確認された方法によって得られる値の範囲及び正確さ[例えば、結果の不確かさ、検出限界、方法の選択性、直線性、繰返し性及び/又は再現性の限界、外部影響に対する頑健性又は試料・試験対象のマトリックスからの干渉に対する共相関感度(cross-sensitivity)]は、意図する用途に対する評価において顧客のニーズに適すること。

**注記 1.** 妥当性確認は、要求事項の明確化、方法の特性の確定、その方法によって要求事項が満たされるかどうかのチェック、及び有効性に関する表明を含む。

**注記 2.** 方法の開発の進行につれて、顧客のニーズが依然として満たされていることを検証するため、定期的な見直しを実施することが望ましい。開発計画の修正を必要とする要求事項の何らかの変更は、承認され、権限付与されることが望ましい。

**注記 3.** 妥当性確認は、常にコスト、リスク及び技術的可能性のバランスによる。情報の不足によって、値の範囲及び不確かさ(例えば、正確さ、検出限界、選択性、直線性、繰返し性、再現性、頑健性及び共相関感度)を簡略化された方法でしか示し得ない場合が多く存在する。

#### 5.4.6 測定の不確かさの推定

5.4.6.1 校正機関又は自身の校正を実施する試験所は、すべての校正及びすべてのタイプの校正について測定の不確かさを推定する手順をもち、適用すること。

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。

**注記 1.** 測定の不確かさの推定において必要とされる厳密さの程度は、次のような要因に依

存する。

- 試験方法の要求事項
- 顧客の要求事項
- 仕様への適合性を決定する根拠としての狭い限界値の存在

**注記 2.** 広く認められた試験方法が測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定め、計算結果の表現形式を規定している場合には、試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによってこの項目を満足すると考えられる（5.10 参照）。

5.4.6.3 測定の不確かさを推定する場合には、当該状況下で重要なすべての不確かさの成分を適切な分析方法を用いて考慮すること。

**注記 1.** 不確かさに寄与する源には、用いた参照標準及び標準物質、用いた方法及び設備、環境条件、試験・校正される品目の性質及び状態並びに試験・校正実施者が含まれるが、必ずしもこれらに限定されない。

**注記 2.** 予想される試験・校正品目の長期の挙動は、通常、測定の不確かさを推定する場合に考慮に入れない。

**注記 3.** この問題について更に情報を得るには、JIS Z 8402及び“測定の不確かさの表現の指針（GUM）”を参照する（参考文献参照）。

### CITAC/EURACHEM GUIDE 16.3

- 方法と試料に関係する不確かさを見積もり又は推定をするときに、不確かさを生じる可能性のある全ての要因を明確に考慮すること及び重要な成分を評価することを確実にすることが不可欠である。例えば、分析の繰返し性又は再現性は、方法に固有な系統効果に関連するあらゆる不確かさ全てを考慮するものではないため、通常、全ての要因を考慮した不確かさの推定ではない。

### CITAC/EURACHEM GUIDE 16.5

- 洗い出した不確かさの個々の要因、各寄与率の値及びその値の出所（例えば、繰返し測定、文献の参照、認証標準物質のデータなど）の記録を保管することが望ましい。

### CITAC/EURACHEM GUIDE 16.8

- 不確かさの寄与率の大きさは、さまざまな方法で推定することができる。影響要因のランダムな変動に関連する不確かさの成分の値は、代表的な範囲の条件下で適切な回数測定を繰返し行い、結果の分散を測定することによって、推定することがある（かかる検討において、測定回数は通常10回を下回らないことが望ましい）。

### CITAC/EURACHEM GUIDE 16.15

- 総合的な不確かさ（拡張不確かさ）は、計算された標準偏差の倍数として表現することが望ましい。推奨する乗数は2である。即ち、この不確かさは $2u$ に等しい。全ての寄与率が正規分布の誤差から発生する場合、この値はおおよそ95%信頼区間に相当する。

### CITAC/EURACHEM GUIDE 16.17

- 全ての試験及び試料の種類に対して、不確かさを評価する必要がないことが多い。通常は、特定の方法について不確かさを一度だけ調査し、その方法の適用範囲で行った全ての試験に対して測定の不確かさを推定するために、その情報を使用することで十分である。

## AOAC : 2002 5.4.6.3

- 標準物質又は管理サンプルは、日常的に試験されているものと同じマトリックスか又はよく似たマトリックスを用い、マトリックス毎に不確かさを見積もり、記載することが望ましい。

## 5.4.7 データ管理

5.4.7.1 計算及びデータ転記は、系統的な方法で適切なチェックを行うこと。

5.4.7.2 コンピュータ又は自動設備を試験・校正データの集録、処理、記録、報告、保管又は検索に使用する場合には、試験所・校正機関は次の事項を確実にすること。

- a) 使用者が開発したコンピュータ・ソフトウェアは、十分な詳しさと文書化され、用途に対して十分であることが適切に妥当性確認されている。
- b) データを保護するための手順が確立され、実施されている。この手順は、データ入力又は収集、データ保存、データ伝達及びデータ処理の完全性並びに機密保持を含まなければならないが、これらに限定されない。
- c) コンピュータ及び自動設備は、適正な機能を確保するように保全管理され、試験・校正データの完全性を維持するために必要な環境条件及び運転条件が与えられている。

**注記** 一般的に使用されている市販の既製品のソフトウェア(例えば、ワードプロセッサ、データベース及び統計プログラム)は、設計上の適用範囲内においては、十分に妥当性確認されたものと考えてよい。しかし、試験所・校正機関におけるソフトウェアの構成(configuration)・修正は、5.4.7.2a)に規定されている妥当性確認を行うことが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 22.4

- 化学試験に関連するデータの収集及び処理のためにコンピュータを使用する場合、その機能の妥当性確認のためには、既知の分析値をインプットしてみて、コンピュータが予想通りの答を出すなら、正しい操作であるとする通常は十分である。計算を実行するコンピュータのプログラムは、手計算の結果と比較することによって妥当性確認することができる。特定のパラメータの一連の値をインプットする時は、入力ミスの発生に注意することが望ましい。

化学試験において、化学測定標準又は標準物質を使用することによって、システム全体を一度に妥当性確認する方法は認められる。典型的な用途の実例を用いて、妥当性確認を説明することは実用的である。

## 5.5 設備

5.5.1 試験所・校正機関は、試験・校正の適正な実施(サンプリング、試験・校正品目の準備、試験・校正データの処理及び分析を含む。)のために要求されるすべてのサンプリング、測定及び試験の設備の各品目を保有すること。試験所・校正機関が恒久的に管理している設備以外の設備を使用する必要がある場合には、この規格の要求事項が満たされていることを確実にすること。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 13.1.1

- 化学試験所に通常存在する装置は、次のように分類することができる。

- i) 測定には使用しないか、又は測定には最小限の影響しか与えない汎用器具

- (例えば、ホットプレート、攪拌機、非容積測定ガラス器具及びメスシリンダー等の大雑把な容積測定のために使用するガラス器具)及び試験所の暖房又は換気システム
- ii) 容積測定器具(例えば、フラスコ、ピペット、比重瓶、ビュレット等)及び測定機器(例えば、比重計、U字管粘度計、温度計、タイマー、分光計、クロマトグラフ、電気化学的メーター、天秤等)
  - iii) 物理的測定標準(分銅、標準温度計)
  - iv) コンピュータ及びデータ処理装置

5.5.2 試験、校正及びサンプリングに使用する設備並びにそのソフトウェアは、要求される正確さを達成する能力をもち、かつ、当該試験・校正に適用される仕様に適合すること。機器の特性が結果に重大な影響をもつ場合には、機器の主要な量又は値に対する校正プログラムを確立すること。設備(サンプリング用の設備を含む。)は、業務使用に導入する前に、それらが試験所・校正機関の仕様の要求事項を満たし、かつ、該当する標準仕様に適合することを確実にするために校正又はチェックを行うこと。それらは、使用前にもチェック及び/又は校正を行うこと。(5.6参照)

## CITAC/EURACHEM GUIDE 11.12.3

- サンプリング、サブサンプリング、試料の取扱、試料の調製及び試料の抽出に使用する装置は、最終結果に影響を及ぼす試料の性状の予期しない変化を回避するように選定することが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 13.3.5

- 例えば、標準物質に対する検出器又はセンサーの応答レベル、分離システムによる成分混合物の分離能、測定標準の分光特性等を基にして、性能点検(システム適合性点検)を試験方法に組み入れることができることが多い。これらの点検は装置を使用する前にきちんと完了していなければならない。

5.5.3 設備は、権限を付与された要員が操作すること。(設備の製造業者が用意した該当する使用説明書を含め)設備の使用及び保守管理に関する最新の指示書を、試験所・校正機関の担当要員がいつでも利用できる状態にしておくこと。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 13.3.1

- 機器は、分析測定にとって重要であり、正しく用いなければならない。従って、環境に配慮して正しく使用し、保守し、校正しなければならない(12節)。一部の容積測定用(及び関連する)ガラス器具の性能は、特定の要因に依存し、洗浄方法等によって影響を受けることがある。従って、保守のために厳格な手順が必要であることに加えて、これら器具は、用途に応じてより定期的な校正を必要とすることがある。例えば、比重瓶、U字管粘度計、ピペット及びビュレットの性能は、“ぬれ性”及び表面張力特性に依存する。洗浄手順は、これらの特性を損なわないように選択しなければならない。

5.5.4 試験及び校正に使用され結果にとって重要な設備の品目及びそのソフトウェアは、実行可能な場合、それぞれ個々に識別しておくこと。

5.5.5 実施された試験・校正にとっての重要な設備の個々の品目及びそのソフトウェアの記録を維持すること。記録には少なくとも次の事項を含めること。

- a) 設備の品目及びそのソフトウェアの個体識別
- b) 製造業者の名称、型式の識別、及び一連番号又はその他の識別
- c) 設備が仕様に適合することのチェック(5.5.2 参照)
- d) 適切な場合、現在の所在場所
- e) 利用できるときは製造業者の指示書、又はその所在場所の参照
- f) すべての校正の日付、結果及び報告書と証明書のコピー、調整、受入れ基準、並びに次回校正の期限
- g) 現在までに行われた保安全管理及び適切な場合は保守計画
- h) 設備の損傷、機能不良、改造又は修理

5.5.6 試験所・校正機関は、測定設備が適正に機能することを確保し、汚染又は劣化を防止するため、測定設備の安全な取扱い、輸送、保管、使用及び保守計画の手順をもつこと。

**注記** 測定設備を試験所・校正機関の恒久施設の外で試験、校正又はサンプリングに使用する場合には、追加の手順が必要な場合がある。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 13.2.1

- 汎用器具は、代表的には必要に応じて洗浄及び安全点検によってのみ保守される。校正又は性能点検は、設定が試験又は分析結果に重大に影響しうる場合に必要である(例えば、マッフル炉または恒温槽の温度)。かかる点検は文書化する必要がある。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 13.3.2

- 器具自体の素材が不活性でないこと、又は前の使用条件により発生する交差汚染による汚染の可能性に注意を払うことが望ましい。容積測定用ガラス器具の場合、容積測定装置の洗浄手順、保管及び隔離は、溶出及び吸着が影響を与える微量分析にとって特に重要である。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 13.3.3

- 定期的な手入れ、洗浄及び校正を行った上で、正しく使用しても必ずしも機器が適切に動作することは保証されない。適宜、定期的な性能点検を行うことが望ましい(例えば、光源、センサー及び検出器の応答、安定性及び直線性、クロマトグラフシステムの分離効率、分光計の分解能、アライメント及び波長精確さ等)。附属書A参照。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 13.3.4

- 性能点検の頻度は、マニュアル又は操作手順書の中で規定してもよい。規定されていない場合は、経験によって、及び装置の必要性、形式及び過去の性能に基づいて決定される。点検する間隔は、実際に装置が許容範囲外にドリフトするのに要する時間より短いことが望ましい。

5.5.7 過負荷若しくは誤った取扱いを受けた設備、疑わしい結果を生じる設備、又は欠陥をもつ若しくは規定の限界外と認められる設備は、業務使用を停止すること。その設備は、それが修理されて正常に機能することが校正又は試験によって示されるまで、使用を防止するため隔離するか、業務使用停止中であることを示す明りょうなラベル付け又はマーク付けを行うこと。試験所・校正機関は、この欠陥又は規定の限界からの逸脱が以前に行った試験・校正に及ぼした影響を調査し、”不適合業務の管理”の手順を開始すること（4.9参照）。

5.5.8 実行可能な場合、試験所・校正機関の管理下において校正を必要とするすべての設備に対し、最後に校正された日付及び再校正を行うべき期日又は有効期間満了の基準を含め、校正の状態を示すためのラベル付け、コード付け又はその他の識別を施すこと。

5.5.9 いかなる理由であろうと設備が試験所・校正機関の直接の管理下から離脱した場合には、試験所・校正機関は、その設備が業務使用に戻される前に機能及び校正状態がチェックされ、満足であると認められたことを確実にすること。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 19.5

- 意図的又はその他のいずれかに関わらず装置が停止した後、及びサービス又は他の本格的な保守後に、機器校正がなされていることを点検する必要がある。

5.5.10 設備の校正状態についての信頼を維持するために中間チェックが必要な場合には、これらのチェックは規定された手順に従って実施すること。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 19.5

- 校正のレベル及び頻度は、従前の経験に基づくことが望ましく、少なくとも製造者が推奨したレベル及び頻度であることが望ましい。校正の手引きを附属書Aに示した。

5.5.11 校正によって一連の補正因子が必要となった場合には、試験所・校正機関は複写物（例えば、コンピュータ・ソフトウェア中の）を正しく更新することを確実にする手順をもつこと。

5.5.12 ハードウェア及びソフトウェアの両者を含め、試験・校正設備は、試験・校正結果を無効にするおそれのある調節を受けないように防護すること。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 22.3

- 化学試験を行なう環境は、コンピュータの操作及び磁気媒体の保存にとって好ましくない。通常、取扱説明書に注意が示されているが、化学的汚染、微生物的汚染又はダストによる汚染、熱、湿気及び磁場に起因する損傷を避けるように特別に注意することが望ましい。

## 5.6 測定のトレーサビリティ

### 5.6.1 一般

試験・校正又はサンプリングの結果の正確さ若しくは有効性に重大な影響をもつすべての試験・校正用設備は、補助的測定用（例えば、環境条件の測定用）の設備も含め、業務使用に導入する前に校正すること。試験所・校正機関は、自身の設備の校正のための確立されたプログラム及び手順をもつこと。

**注記** このようなプログラムは、測定標準、測定標準として用いる標準物質、並びに試験及び校正に用いる測定設備及び試験設備の選定、使用、校正、チェック、管理並びに保守のためのシステムを含むことが望ましい。

### 5.6.2 特定要求事項

#### 5.6.2.1 校正

5.6.2.1.1 校正機関においては、設備の校正のためのプログラムは、その校正機関が行った校正及び測定が国際単位系（以下、SI という。）に対してトレーサブルであることを確実にするように設計し運用すること。

校正機関は、自身の測定標準及び測定機器の SI に対するトレーサビリティを、それらの標準及び機器と、該当する SI 単位の一次標準とをつなぐ切れ目のない校正又は比較の連鎖によって確立している。SI 単位へのつながりは、国家計量標準への参照によって達成されるであろう。国家計量標準は、SI 単位の一次実現又は基礎物理定数に基づく SI 単位の合意された代表値による一次標準であるか、又は他国の国家計量機関によって校正された二次標準であってもよい。外部の校正サービスを利用する場合には、業務能力、測定能力及びトレーサビリティを実証できる校正機関の校正サービスを利用することによって測定のトレーサビリティを確実にすること。これらの機関が発行する校正証明書は、測定の不確かさ及び/又は特定された計量仕様への適合性の表明を含め、測定結果をもつこと（5.10.4.2 を参照）。

**注記 1.** この規格の要求事項を満たす校正機関は能力があるとみなされる。その校正に関してこの規格に基づく認定を受けた校正機関から発行される認定ロゴ付きの校正証明書は、報告された校正データのトレーサビリティの十分な証拠である。

**注記 2.** SI 単位へのトレーサビリティは、適切な一次標準（VIM：1993、6.4 参照）を参照するか、又は該当する SI 単位による値が知られており国際度量衡総会（CGPM）及び国際度量衡委員会（CIPM）によって推奨されている自然定数を参照することによって達成できる。

**注記 3.** 自身で一次標準又は基礎物理定数に基づく SI 単位の代表値を維持する校正機関は、これらの標準が直接的又は間接的に国家計量機関の同種の標準と比較された後においてだけ、SI へのトレーサビリティを主張できる。

**注記 4.** “特定された計量仕様”という用語は、校正証明書にその仕様を含めるか又は仕様の明確な引用を示すことによって、測定がどの仕様と比較されたかが校正証明書によって明確にされなければならないことを意味している。

**注記 5.** トレーサビリティに関連して“国際標準”又は“国家標準”という用語が使われる場合、これらの標準は SI 単位を実現するための一次標準の特性を満たすものとみなしている。

**注記 6.** 国家計量標準へのトレーサビリティは、必ずしもその校正機関が所在する国の国家計量機関の利用を必要としない。

**注記 7.** 校正機関が自国以外の国家計量機関からトレーサビリティを得ることを望む又は必要とする場合には、その校正機関は、直接又は地域グループを通して国際度量衡局（BIPM）の活動に積極的に参加している国家計量機関を選ぶことが望ましい。

**注記 8.** 切れ目のない校正又は比較の連鎖は、トレーサビリティを実証できる別々の校正機関で行われた幾つかの段階によって達成されることもある。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.6

- 校正を行う手順は、特定の分析方法の一部として又は一般的校正文書として、適切に文書化する。この文書には、校正の実施方法、校正が必要な頻度、校正失敗の場合に講じるべき措置を示すことが望ましい。物理的測定標準の再校正の頻度も示すことが望ましい。

5.6.2.1.2 現状では、厳密に SI 単位によって行うことができないある種の校正が存在する。この場合には、校正は次のような適切な測定標準へのトレーサビリティを確立することによって測定への信頼を与えること。

- 物質の信頼できる物理的又は化学的特性を与えるために能力のある供給者から供給された認証標準物質の使用。
- 明確に記述され、すべての関係者によって合意されている規定された方法及び/又は合意標準の使用。可能な場合、適切な試験所間比較プログラムへの参加が要求される。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.2

- 正規に指定された測定標準が使用できない場合は、適切な特性及び安定性をもつ物質を試験所が選定又は調製し、試験所測定標準として使用することが望ましい。この物質の必要な特性については、繰返し試験により、好ましくは、2 つ以上の試験所によって、妥当性確認された種々の方法(ISO ガイド 35:C6 参照)を使用して値付けすることが望ましい。

## 5.6.2.2 試験

5.6.2.2.1 試験所においては、試験結果の不確かさ全体に対する校正の寄与分がごくわずかであると確認されていない限り、測定設備及び測定機能を利用する試験設備に対して 5.6.2.1 に規定する要求事項が適用される。この状況において、試験所は、使用する設備が必要とされる測定の不確かさを与え得ることを確実にすること。

**注記** 5.6.2.1の要求事項にどの程度まで従うべきかは、全体の不確かさに対する校正の不確かさの寄与の割合に依存している。校正が主要な要因である場合には要求事項に厳密に従うことが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.3.1

- ある分析試験では、重量法による重量測定及び滴定法による容積測定などの物理特性の測定に密接に依存する。これらの測定値は試験結果に重要な影響を及ぼすので、これらの量に関する適切な校正プログラムが不可欠である。加えて、化学標準の純度又は濃度を確定するために使用される測定器機の校正を考慮する必要がある。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.3.2

- 試験が、引火点のような試料の実験値を測定するために行われる場合は、装置は国家又は国際標準方法に規定されていることが多く、入手できるならば、トレーサブルな標準物質を校正目的のために使用することが望ましい。

5.6.2.2.2 SI単位へのトレーサビリティが不可能な場合及び/又は当てはまらない場合には、校正機関に対する要求事項(5.6.2.1.2参照)と同様に、例えば、認証標準物質、合意された方法及び/又は合意標準へのトレーサビリティが要求される。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 15.2

- pH、温度等の測定式にない他の量も、結果に重大な影響を与えることがある。その場合は、これらの量を管理するために使用された測定のトレーサビリティにも適切な測定標準にトレーサブルである必要がある。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 15.3

- 校正は、通常、純物質標準物質の重量法で調製された溶液の使用に基づいている。ここで重要な問題は、識別と純度である。特に前者はより詳細な構造が要求され、類似成分との混同が容易に起こる有機化学において重要である。測定の不確かさは、使用した化学標準の純度の不確かさによるところが部分的にある。しかし、純度及び安定性の問題が深刻になる場合、又は主要組成物の高精確さを必要とする検定が必要とされる場合のある種の有機物質の場合にのみ、純度が大きな問題となるだろう。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 15.4

- 多くの分析では、抽出、温浸、誘導体化及びけん化が通常必要である場合は、主要な課題は、最終測定プロセスにある試料中の分析対象成分の量と比べて、元来の試料中の分析対象成分の量の良好な知見を得ることができるかである。このかたより（時に“回収率”と呼ばれる）は、プロセスでの損失、汚染又は妨害が原因である。これらの影響の幾つかは、再現性の不確かさの中で明白になるが、他は別途の考慮が必要である系統的な影響である。

方法のかたよりを扱うために利用できる戦略には、以下を含む。

- ・ 既知でかたよりの小さな一次法又は参照法の使用
- ・ 非常に類似したマトリクスを持つ認証組成標準物質との比較
- ・ 重量法を用いてスパイクされた試料及びブランクの測定
- ・ 損失、汚染、妨害及びマトリックス効果の検討

- 適切に決めた標準とマトリクスを合わせた標準物質の値との測定のバイアスを関連付けることによって、その測定のプロセスのここで述べている部分のトレーサビリティを確立する。スパイクされた試料の回収率測定は、試料からの元来の分析対象成分の抽出を必ずしも再現することにはならないことに注意することが望ましい。実際には、試料が液体及び/又は完全に温浸ができる場合は、通常問題にはならない。しかし、固体を抽出する時には問題が生じる。例えば、スパイクされた分析対象成分は試料粒子の表面を自由に移動するが、元来の分析対象成分は粒子の内部に強く吸着されるので、容易には抽出できないことがある。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 15.5

- SI単位系へのトレーサビリティを達成することの限界は、複雑なマトリックス中の分析対象成分の回収率のようなかたよりを評価する困難さ及びその不確かさに由来する。ここでの選択肢は、方法により測定量を定義すること及び参照法/標準物質を含む明示された標準物質へのトレーサビリティを確立することである。そのような測定はトレーサビリティの概念は貧弱で、決めた標準に対しては不確かさとしては小さくなる。代わりに、かたよりを推定し、補正できる。そして、かたよりによる不確かさも推定し、総合的不確かさの評価に含むことができる。これにより、SI単位系へのトレーサビリティを主張できるだろう。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.3.3

- 通常の測定操作の一部として校正が必要であるクロマトグラフと分光計等の機器は、既知組成の標準物質（純化学薬品の溶液でも可）を使用して校正することが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 19.3.4

- 場合によっては、分析プロセス全体の校正は、試料の測定値と適切な標準物質を試料と同じ全分析プロセスを通して得られた結果と比較することにより行うことができる。標準物質は、既知の（及び好ましくは認証された）純度の物質から試験所で調製した合成混合物、又は購入した認証組成標準物質のどちらでも良い。しかし、そのような場合は、マトリックスの性質の点で、測定用試料及び組成標準物質との間の密接な一致及び分析対象成分の濃度が保証されていないなければならない。

**5.6.3 参照標準及び標準物質****5.6.3.1 参照標準**

試験所・校正機関は、自身の参照標準の校正のためのプログラム及び手順をもつこと。参照標準は、5.6.2.1に規定されたトレーサビリティを与え得る機関によって校正されること。試験所・校正機関が保有する参照標準は校正の目的だけに使用し、参照標準としての機能が無効にならないことを示し得る場合を除き、その他の目的には使用しないこと。参照標準は、いかなる調整の前にも後にも校正すること。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 20.6

- 純物質の標準物質の純度の不確かさは、その方法の他の面に関連する不確かさとの関係において考慮する必要がある。理想的には、校正目的で使用される標準物質に関連する不確かさは、全体の測定の不確かさの3分の1を越えないことが望ましい。

**5.6.3.2 標準物質**

標準物質は、可能な場合、SI単位又は認証標準物質に対してトレーサブルであること。内部（internal）標準物質は、技術的及び経済的に実行可能な程度までチェックすること。

## CITAC Guide 1 16.7

- 標準物質には、認証値の不確かさの見積もりを含む証明書を添付しなければならない。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 20.4

- 多種の分析に対して、校正は既知の純度及び組成の化学薬品から試験所内で調製した標準物質を使用して行うことができる。供給者が誰であれ、その物質の品質が満足なものであることを検証することは使用者の責任である。時には、追加の試験を試験所が実施する必要がある。通常、化学薬品の新規納入バッチを旧バッチに照らして点検することが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 20.7

- 認証標準物質の組成は、試料の組成に可能な限り近いことが望ましい。マトリックスの妨害がある場合には、理想的には、信頼できる方法で認証された同等の組成標準物質を使用し

て実証することが望ましい。かかる物質を入手できない場合には、標準物質としてスパイクされた試料を使用しても良い。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 20.8

- 認証標準物質の使用者は、全ての物質が同じ厳密さの程度で妥当性確認されているとは限らないことを認識することが望ましい。均一性試験、安定性試験、認証で使用された方法の詳細、及び指定された成分値の不確かさと変動値は、通常、製造者から入手できるので、系統を判定するために使用することが望ましい。標準物質には、認証値の不確かさ見積もりを含む証明書を添付しなければならない。

##### 5.6.3.3 中間チェック

参照標準、一次標準、仲介標準又は実用標準、及び標準物質の校正状態の信頼を維持するために必要な中間チェックは、規定された手順及びスケジュールに従って実施すること。

##### 5.6.3.4 輸送及び保管

試験所・校正機関は、参照標準及び標準物質の汚染又は劣化を防止するため、及びそれらの完全性を保護するため、参照標準及び標準物質の安全な取扱い、輸送、保管並びに使用のための手順をもつこと。

**注記** 参照標準及び標準物質を試験、校正又はサンプリングのために試験所・校正機関の恒久施設以外の場所で使用する場合には、追加の手順が必要な場合がある。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 20.9

- 標準物質及び認証標準物質は、ラベルを付けて明確に識別し、添付された証明書又は他の文書と対照して参照し易くするようにしておくことが望ましい。使用期限、保管条件、適用範囲、使用制限を示す情報も添付しておくことが望ましい。試験所内で調合した標準物質(例えば、溶液)は、ラベルを付ける時には試薬と同じ扱いをすることが望ましい。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 20.10

- 標準物質及び測定標準は、汚染又は劣化を防ぐように取扱うことが望ましい。職員の教育・訓練手順書には、これらの要求事項を反映することが望ましい。

## 5.7 サンプリング

5.7.1 試験所・校正機関は、試験・校正を行う予定の物質、材料又は製品のサンプリングを実施する場合、サンプリング計画及びサンプリング手順をもつこと。サンプリング計画及びサンプリング手順は、サンプリングが行われる場所で利用できること。サンプリング計画は、合理的である限り、適切な統計的方法に基づくこと。サンプリングのプロセスは、試験・校正結果の有効性を確実にするために管理すべき要因を記述すること。

**注記 1.** サンプリングとは、試験又は校正のために全体を代表するサンプルを用意するため、物質、材料又は製品の一部分を取り出すための規定された手順である。サンプリングは、物質、材料又は製品の試験・校正に対して適用される仕様によって要求されることがある。ある場合(例えば、法廷用の分析)では、サンプルは規定された代

表性をもたないことがあり、入手可能性によって決定されることがある。

**注記 2.** サンプルング手順は、要求される情報を得るために、物質、材料又は製品からのサンプルの選定、サンプルング計画、抽出及び準備を記述することが望ましい。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 11.5

- 大量の物質から適切な1つの試料又は複数の試料を分取することは、化学分析では極めて重要な操作である。得られた最終結果が全体を代表する値でなければならないのでサンプルングは、理想的には、その分析の全般的な背景を理解している熟練した試料採取者によって、又はその指揮下で行うことが望ましい。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 11.6

- サンプルング手順を文書化する時、使用する全ての用語を明確に定義することを確実にすることが重要である。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 11.12.3

- 目的とする分析対象成分の特性を考慮することが望ましい。揮発性、光感度、熱的不安定性及び化学反応性は、サンプルング戦略の立案及び装置、包装及び保管条件の選定にあたって重要な考慮事項になることがある。

**5.7.2** 顧客が文書化されたサンプルング手順からの逸脱、追加又は除外を要求する場合には、これらを適切なサンプルング・データとともに詳細に記録し、試験・校正結果を包含するすべての文書に記入し、関係要員に連絡すること。

#### AOAC : 2002 5.7.1

- サンプルング及び分析法は、ともに分析評価の重要な構成要素であるので、試験を行う試験所は、この手順の一部分を実施する一方の当事者が、この指針に基づいて行っているかどうか注意することが望ましい。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 11.14

- 封入は、容器から試料の漏れがないこと及び試料が汚染されないことを確実なものとするように適切であることが望ましい。例えば、試料が法的な目的のために採取された場合には、試料へのアクセスが封印シールを破ることによってのみ可能であるように、試料を封印することがある。通常、封印シールが満足な状態であることを確認し、分析報告書に記載する。

**5.7.3** 試験所・校正機関は、請け負った試験・校正の一部を構成するサンプルングに関係する該当データ及び操作を記録する手順をもつこと。これらの記録は、用いたサンプルング手順、サンプルング実施者の識別、環境条件（該当する場合）及び必要に応じてサンプルング場所を特定するための図面又はその他の同等な手段、並びに適切な場合、サンプルング手順の基準とされた統計手法を含むこと。

CITAC/EURACHEM GUIDE 11.12.5

- サンプルングプロセスを厳密に反復できるように、たどった手順の明確な記録を試料採取者が保管することは極めて重要である。

CITAC/EURACHEM GUIDE 11.8

- **サブサンプル**：選定又は分割によって得た試料の一部分、又は試料の一部として採取されたロットの個々の単位、若しくは多段階サンプルングの最終単位を指す。

## 5.8 試験・校正品目の取扱い

5.8.1 試験所・校正機関は、試験・校正品目の完全性並びに試験所・校正機関及び顧客の利益を保護するために必要なすべての規定を含め、試験・校正品目の輸送、受領、取扱い、保護、保管、保留及び/又は処分のための手順をもつこと。

5.8.2 試験所・校正機関は、試験・校正品目を識別するためのシステムをもつこと。この識別は、当該品目が試験所・校正機関において有効である期間の全体を通じて維持されていること。識別システムは、品目の物理的な混同、又は記録若しくはその他の文書で引用する際の混同が起り得ないことを確保するように設計し運用すること。識別システムは、適切ならば品目のグループの小分類並びに品目の試験所・校正機関内での輸送及び試験所・校正機関からの輸送を含むこと。

CITAC/EURACHEM GUIDE 11.15

- ラベリングは試料の包装にしっかりと貼り付けなければならない。また、適宜、退色、オートクレーブ処理、試料又は試薬のこぼれ、温度及び湿度の妥当な変化に耐えなければならない。

(JAB注：ラベリングはラベルを含む識別表示全体を意味する。)

CITAC/EURACHEM GUIDE 11.16

- ある試料、例えば、訴訟に關与する試料等は、ラベリング及び文書化に關して特別な要求事項をもつ場合がある。ラベルには、試料採取者及び試料に關与した分析者を含む全ての担当者を識別することが要求される場合がある。これは、ある署名者（ラベル上に識別されている）が次の署名者に試料を手渡すというようにして、試料の連続性維持の証明を受領によって裏付けることがある。これは、一般に、“管理の連鎖”として知られている。

CITAC/EURACHEM GUIDE 12.1

- 試料は、その完全性を確実にするように、保管されなければならない。特に、試料は交差汚染の可能性がない方法で保管しなければならない。試験所は、劣化、汚染がないように、しかも識別が維持されるようにこれらを保守することが望ましい。

5.8.3 試験・校正品目を受領した際、何らかの異常、又は正常状態からの、若しくは該当の試験・校正方法に規定された状態からの逸脱を記録すること。品目の試験・校正に対する適性に何らかの疑義がある場合、品目が添えられた記述に適合しない場合、又は要求される試験若し

くは校正が十分詳細に規定されていない場合には、試験所・校正機関は、業務を進める前にさらなる指示を求めて顧客に相談し、討論の内容を記録すること。

**5.8.4 試験所・校正機関は、保管、取扱い及び準備の間に試験・校正品目が劣化、損失又は損傷を受けることを防止するための手順及び適切な施設をもつこと。**この場合、試験・校正品目に添えられた取扱いの指示に従うこと。品目が規定された環境条件の下での保管又は条件付けを必要とする場合には、これらの条件を維持し、監視し、記録すること。試験・校正品目又はその一部分を、セキュリティの下に置かなければならない場合には、試験所・校正機関は、そのセキュリティ対象品目又はその一部分の状態及び完全性を保護するための、保管及びセキュリティに関する取決めをもつこと。

**注記 1.** 試験品目が試験後に使用状態に復帰しなければならない場合には、取扱い、試験又は保管、待機のプロセスにおいて損害又は損傷を受けないことを確実にするための特別の注意が要求される。

**注記 2.** 試験・校正結果に影響し得るサンプリング因子に関する情報を含め、サンプリング手順並びにサンプルの保管及び輸送に関する情報を、サンプルの取出し及び輸送に責任をもつ者に提供することが望ましい。

**注記 3.** 試験・校正品目をセキュリティの下に置く理由は、記録のため、安全性若しくは高価値のため、又は後日に補足的な試験若しくは校正の実施を可能にするためであり得る。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 11.13

- 試料の操作に使用する試料の包装材及び機器は、試料に接触するあらゆる表面が不活性であるものを選定することが望ましい。容器又はその栓から試料に溶出する金属又は可塑剤による試料の汚染の可能性に対して特別な注意を払うことが望ましい。試料が化学的な、微生物学的な、又は他の危険を引き起こすことなく取り扱うことができるように包装を確実なものとするのが望ましい。

#### AOAC : 2002 5.8.4

- すべての当事者が、サンプルがどれくらいの期間で再試験ができ、又は回収できるのかを分かるようにするために、最低限の保存期間及び保管条件を品質システムに文書化し依頼者に伝えることが望ましい。

### 5.9 試験・校正結果の品質の保証

**5.9.1 試験所・校正機関は、請け負った試験・校正の有効性の監視のため品質管理手順をもつこと。**結果のデータは、傾向が検出できるような方法で記録し、実行可能な場合、結果の検討に統計的手法を適用すること。この監視は、計画し見直すこと。次の事項を含むのがよいが、これらに限定されない。

- a) 認証標準物質の定期的な使用及び/又は二次標準物質を用いた内部品質管理
- b) 試験所間比較又は技能試験プログラムへの参加
- c) 同じ方法又は異なる方法を用いた試験又は校正の反復
- d) 保留された品目の再試験又は再校正
- e) 一つの品目の異なる特性に関する結果の相関

**注記** 選択された方法は、請け負った業務の種類及び量に対して適切であることが望ましい。

5.9.2 品質管理データを分析すること。その結果、品質管理データが事前に規定した処置基準を外れることが判明した場合は、問題を是正し不正確な結果が報告されることを防止するため、規定された処置を行うこと。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 21.2

- QCのレベル及び種類は、重要性、分析の内容、分析の頻度、バッチの大きさ、自動化の程度及び試験の難易度と信頼性によって異なる。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 21.3

- 内部QC：これは、ブランク、測定標準、スパイクされた試料、ブラインド試料、繰返し分析及びQC試料の使用を含む様々な実施形態をとる。特にQC管理試料をモニターするために管理図の使用を推奨する。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 21.3.1

- 採用するQCのレベルは、結果の妥当性を確実にするために十分でなければならない。プロセス内の各種変動値を監視するために各種の品質管理を使用することができる。試料のバッチにおいて間隔をおいてQC試料を分析することにより、システムの変動傾向が分かる。種々のブランクを使用すれば、分析対象成分からの寄与に加えて機器への寄与も明らかになる。繰返し試料の分析は、ブラインド試料の分析と同様に繰返し性の点検となる。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 21.3.2

- QC試料は、十分に安定であり、長期間にわたって分析のために利用できるほど十分な量を確保している代表的な試料である。長期間にわたる、分析プロセスの性能のランダムな変動値は、QC試料の分析値をモニターし、通常、管理図にプロットすることにより監視できる。QC試料の値が許容できる範囲内である限り、QC試料と同じバッチの試料の結果は信頼できるとみなすことができる。QC試料から得られた値が許容範囲内かどうかを分析プロセスで可能な限り早急に検証して、システム不具合の状態のまま、信頼性のない試料分析を続けるというような無駄な努力を少なくすることが望ましい。

## CITAC/EURACHEM GUIDE 21.3.3

- 方法の信頼性及び作業の重要性を考慮してリスクアセスメントに基づいて、品質管理の適切なレベルを設定し、妥当なものにすることは、分析者の責任である。ルーチン分析については、5%の内部QCのレベルが妥当と認められてきた。即ち、20試料中1試料はQC試料であることが望ましい。しかし、大量の試料処理量を扱う安定的なルーチン分析の場合は、QCのレベルを低くしても妥当である。より複雑な手順では、20%のレベルは普通で、時には50%のレベルでさえ必要な場合がある。稀に実施する分析については、全面的なシステムの妥当性確認をその都度実施することが望ましい。これには、試料とスパイクされた試料（既知量の分析対象成分を意図的に添加した試料）の繰返し分析に従って、一般的に分析対象成分の

濃度が認証された又は既知の標準物質の使用が必要である。より頻繁に実施する分析については、管理図及び検定用試料の使用を組み込んだ系統的なQC手順に従うことが望ましい。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 21.4

－技能試験(外部QC)：自らの要求事項及び他の試験所の基準の双方に対して分析試験所の能力を監視する最善の方法の一つは、定期的に技能試験スキームに参加することである（C7参照）。技能試験は、試験所間の繰返し性及び再現性だけでなく、系統誤差、即ち、かたよりを明確にすることにも役立つ。技能試験及び他の種類の相互比較分析は、国内及び国際レベルで品質を監視する重要な手段として受け入れられている。

#### CITAC/EURACHEM GUIDE 21.5

－認定機関は、試験所の能力及び審査プロセス自体の有効性の客観的証拠として、これらのスキームの利点を認めている。可能な場合、試験所は、国際的な規格（C7参照：ISO/IEC Guide43）に従って運営している技能試験スキームを選択し、品質の明白な証拠を、例えば、認定又は他の同等性審査（B16参照：ILAC G13）により持つことが望ましい。認定された試験所は、通常、品質保証プロトコルの不可欠な部分として技能試験（適切なスキームがある場合）に参加することを要求している。力量のチェックの手段として技能試験の結果を監視し、必要に応じて是正処置を講じることは重要である。

### 5.10 結果の報告

#### 5.10.1 一般

試験所・校正機関が実施した個々の試験・校正の結果又は一連の試験・校正の結果は、正確に、明りょうに、あいまい(曖昧)でなく、客観的に、及び試験・校正方法に特定の指示があれば、それに従って報告すること。

結果は、通常、試験報告書又は校正証明書（注記1参照）の形で報告し、顧客から要望され、かつ、試験・校正結果の解釈に必要なすべての情報、及び用いた試験・校正方法が要求するすべての情報を含めること。この情報は、通常、5.10.2、及び5.10.3又は5.10.4が要求するものである。

試験・校正が内部の顧客のために行われる場合、又は顧客との間に書面による合意がある場合には、簡略化された方法で結果を報告してもよい5.10.2～5.10.4に規定されているが顧客に報告されなかった何らかの情報は、試験・校正を実施した試験所・校正機関においていつでも利用できること。

**注記 1**．試験報告書及び校正証明書は、ときにはそれぞれ試験証明書及び校正報告書とも呼ばれる。

**注記 2**．試験報告書又は校正証明書は、この規格の要求事項が満たされている限り、ハードコピーとして又は電子的データ転送によって発行してよい。

#### 5.10.2 試験報告書及び校正証明書

試験所・校正機関が正当な除外の理由をもつ場合を除き、個々の試験報告書又は校正証明書は少なくとも次の事項を含むこと。

a) 題目（例えば、“試験報告書”又は“校正証明書”）

- b) 試験所・校正機関の名称及び所在地、並びに試験・校正がその所在地以外で行われた場合はその場所
  - c) 試験報告書又は校正証明書への識別（例えば、一連番号）各ページ上にそのページが試験報告書又は校正証明書の一部であると確実に認められるための識別、及び試験報告書又は校正証明書の終わりを示す明りょうな識別
  - d) 顧客の名称及び所在地
  - e) 用いた方法の識別
  - f) 試験・校正された品目の記述、状態及び明確な識別
  - g) 試験・校正を実施した日付、並びに結果の有効性及び利用にとって重要な場合の試験・校正品目の受領の日付
  - h) サンプル計画及び手順が結果の有効性又は利用に関係する場合には、試験所・校正機関又はその他の機関が用いたサンプル計画及び手順の引用
  - i) 試験・校正結果。適切な場合、測定単位を伴う。
  - j) 試験報告書又は校正証明書に発行権限をもつ人物の氏名、職能及び署名又は同等の識別
  - k) 該当する場合、結果がその試験・校正品目だけに関するものであるという旨の表明
- 注記 1.** 試験報告書及び校正証明書のハードコピーは、ページ番号及び全ページ数を表示することが望ましい。
- 注記 2.** 試験所・校正機関の書面による承認がない限り、試験報告書又は校正証明書の一部だけ複製してはならないと規定する試験所・校正機関の表明を含めることが推奨される。

### 5.10.3 試験報告書

5.10.3.1 5.10.2 の要求事項に加え、試験結果の解釈のために必要な場合、試験報告書は次の事項を含むこと。

- a) 試験方法からの逸脱、追加又は除外、及び環境条件など特定の試験条件に関する情報
- b) 該当する場合、要求事項及び/又は仕様に対する適合・不適合の表明
- 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。
- d) 適切、かつ、必要な場合、意見及び解釈（5.10.5 参照）
- e) 特定の方法、顧客又は顧客のグループによって要求されることがある追加の情報

5.10.3.2 5.10.2 及び 5.10.3.1 の要求事項に加え、試験結果の解釈に必要な場合、サンプリングの結果を含む試験報告書は、次の事項を含むこと。

- a) サンプリングの実施日
- b) サンプリングされた物質、材料又は製品のあいまいでない識別（適切な場合、製造業者の名称、指定されたモデル又は型式、及び一連番号）
- c) 何らかの図面、スケッチ又は写真を含め、サンプリングの場所
- d) 用いたサンプリング計画及び手順の引用
- e) 試験結果の解釈に影響するおそれがあるサンプリング中の環境条件の詳細
- f) サンプリングの方法又は手順に関する規格若しくはその他の仕様、及び関係する仕様からの逸脱、追加又は除外

### 5.10.4 校正証明書

5.10.4.1 5.10.2 の要求事項に加え、校正結果の解釈に必要な場合、校正証明書は次の事項を含むこと。

- a) 測定結果に影響をもつ、校正が実施された際の条件（例えば、環境条件）
- b) 測定の不確かさ及び/又は特定された計量仕様若しくはその項目に対する適合性の表明
- c) 測定がトレーサブルであることの証拠（5.6.2.1.1、注記2参照）

**5.10.4.2** 校正証明書は、数量及び機能試験の結果だけに関するものとする。仕様に対する適合性が表明される場合には、この表明は、仕様のどの項目に適合又は不適合であるかを特定の示すこと。

測定結果及び附帯する不確かさを省略した形で仕様への適合性を表明する場合には、校正機関は、これらの結果を記録し、将来起こり得る引用に備えて維持すること。

適合性の表明を行う場合には、測定の不確かさを考慮すること。

**5.10.4.3** 校正すべき機器が調整又は修理された場合、入手可能ならば調整又は修理の前及び後の校正結果を報告すること。

**5.10.4.4** 顧客との合意がある場合を除き、校正証明書（又は校正ラベル）は校正周期に関する推奨を含んではならない。この要求事項は、法令の規定によって置き換えられることがある。

#### **5.10.5 意見及び解釈**

意見及び解釈を含める場合には、試験所は、意見及び解釈が形成された根拠を文書化すること。意見及び解釈は、試験報告書においてその旨を明確に表示すること。

**注記 1.** 意見及び解釈を、JIS Q 17020 及び JIS Q 0065 が意図している検査及び製品認証と混同しないことが望ましい。

**注記 2.** 試験報告書に含まれる意見及び解釈は、次の事項を含むことがあるが、これらに限定されない。

- 要求事項に対する結果の適合・不適合の表明に関する意見
- 契約上の要求事項の充足
- 結果の使用方法に関する勧告
- 改善のために用いるべき指針

**注記 3.** 多くの場合、意見及び解釈は顧客との直接対話で伝えることが適切であろう。そのような対話は書き留めておくことが望ましい。

#### **5.10.6 下請負契約者から得た試験・校正結果**

試験報告書が下請負契約者によって実施された試験の結果を含む場合には、これらの結果を明りょうに識別すること。下請負契約者は、書面又は電子的手段で結果を報告すること。

校正を下請負契約した場合には、その業務を実施した機関は、契約主である試験所・校正機関に対して校正証明書を発行すること。

#### **5.10.7 電子的手段による結果の伝送**

試験・校正結果を、電話、テレックス、ファクシミリ又はその他の電子的若しくは電磁的手段で伝送する場合には、この規格の要求事項を満たしていること（5.4.7を参照）。

#### **5.10.8 報告書及び証明書の書式**

書式は、実施する各タイプの試験・校正に適するように、かつ、誤解又は誤用の可能性を最小化するように設計すること。

**注記 1.** 特に試験・校正データの体裁及び読者の理解しやすさに関して、試験報告書又は校正証明書のレイアウトに注意を払うことが望ましい。

**注記 2.** 可能な限り、表題を標準化することが望ましい。

**5.10.9 試験報告書及び校正証明書の修正**

発行後における試験報告書又は校正証明書への実質的な修正は、“試験報告書（又は校正証明書）一連番号・・・（又は他の識別）に対する補足”若しくは同等の文言による表明を含む追加文書、又はデータ転送という形態によってだけ行うこと。

そのような修正は、この規格のすべての要求事項を満たすこと。

完全な新規の試験報告書又は校正証明書を発行することが必要な場合には、この新規の試験報告書・校正証明書に独自の識別を与え、それが置き換わる元の試験報告書・校正証明書の引用を含めること。

付属書 A ( CITAC/EURACHEM GUIDE Edition2002 の付属書 B に対応する )

**校正間隔及び性能点検**

B1. 分析試験所で共通使用する装置の校正に関する指針及び他の機器の校正のための指針を表 App B-1 に示す。更に包括的な助言が文献にある。また、装置のマニュアルにもある。

表 App B-1

機器の種類	検査の頻度	検査すべきパラメータ
(a) 天秤	使用に依存する 1 年毎	直線性、ゼロ点、 精確さ（校正された分銅の使用）
(a') 参照分銅	5 年毎	トレーサブルの条件を満たした校正
(a'') 確認用分銅	1 年毎	参照分銅を用いたチェック又はトレーサブルな校正をされた後の秤量材を用いたチェック
(b) 容積測定用ガラス器具	使用に依存する	精確さ、精度（ピペット、ビュレット）
(b') 容量ガラス器具	1 年毎	要求される許容限度に対する重量測定による校正
(c) 比重計（実用標準）	1 年毎	比重計（参照標準）に対して一点校正
(d) 比重計（参照標準）	5 年毎	既知の比重の測定標準を使用して一点校正
(e) 気圧計	5 年毎	一点
(f) タイマー（備考参照）	2 年以下毎 使用に依存する	精確さ
(g) 温度計 （参照標準）	1 年毎	目盛り決定点（例、氷点）での臨界点
	5 年毎	トレーサブルの条件を満たした校正
(g') 参照用熱電対	3 年毎	トレーサブルの条件を満たした校正
	1 年毎	参照温度計に対するチェック
(h) 温度計 （実用温度計及び実用熱電対）	1 年毎 使用に依存する。	温度計（参照標準）に対して特定の点を検査

備考： を記されている機器は、通常、認定事業者で校正されるが、少なくとも国家測定標準に対するトレーサビリティを示すことが望ましい。

備考： 国内ラジオ時報信号又は電話時報信号は、時刻及び時間差の双方のトレーサビリティを有する校正の適切なソースである。水晶／電子機構を用いるタイマーは、旧来の機械式タイマーより、一般に、精確で安定であり、校正の頻度は少なくすむ。

備考： を記されている設備は、EA-4/10の付属書Dを引用している。

B2. 下記にリストする機器の次の側面は、方法に応じて、検査することが必要な場合がある。

#### B2.1 クロマトグラフ(全般)

- ) 総合的なシステムの検査、サンプルの繰返し注入の精度、キャリアオーバー
- ) カラムの性能(保持能力、分離度、保持時間)
- ) 検出器の性能(出力、応答、ノイズ、ドリフト、選択性、直線性)
- ) システムの加熱/恒温性能(精確さ、精度、安定性、ランピング特性)
- ) オートサンプラー(時間的繰返し操作の精確さと精度)

#### B2.2 液体及びイオンクロマトグラフィ

- ) 移動相の組成
- ) 移動相の送液システム(精度、精確さ、脈流の無いこと)

#### B2.3 電極/計器システム(導電率、pH、イオン選択性を含む)

- ) 電極ドリフト又は応答の低下
- ) 化学的測定標準を使用して、固定点及びスロープの点検

#### B2.4 加熱/冷却器具(凍結乾燥器、フリーザー、炉、熱風滅菌器、恒温槽、融点・沸点測定器具、オイルバス、オープン、蒸気滅菌器、ウォーターバスを含む)

- ) 適切な校正済温度計又はパイロプローブを使用して、温度検出器の定期的な校正
- ) 熱安定性、再現性
- ) 加熱/冷却の速度とサイクル
- ) 加圧又は真空の達成及び維持能力

#### B2.5 分光計と分光光度計(原子吸収、蛍光測定、誘導結合プラズマ-発光、赤外線、ルミネセンス、質量分析計、核磁気共鳴、紫外/可視光及び蛍光X線を含む)

- ) 選択波長の精確さ、精度、安定性
- ) 光源安定性
- ) 検出器の性能(分解能、選択性、安定性、直線性、精確さ、精度)

- ) S/N比
- ) 検出器の校正 (質量、ppm、波長、周波数、吸光度、透過率、バンド幅、強度など)
- ) 該当する場合、内部温度コントローラー及び表示器

#### B2.6 顕微鏡

- ) 解像力
- ) 種々の照明条件下での性能 (蛍光、偏光)
- ) グラティキュールの校正 (長さ測定のための)

#### B2.7 オートサンプラー

- ) タイミングシステムの精確さ及び精度
- ) シーケンスプログラムの信頼性
- ) 試料デリバリーシステムの精確さ及び精度

JAB「認定の基準」についての指針 - 化学試験 - 附属書

---

CITAC / EURACHEM ガイド

---

分析化学における  
品質の指針

認定のための補足的助言

CITAC (The Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry) 及び  
EURACHEM (A Focus for Analytical Chemistry in Europe)の共同作成

当文書は、CITACとEURACHEMの共同作業グループが作成したもので、1995年発行のCITACガイド 1 及び1993年発行のEURACHEM WELACガイドを含むすでに発行されている文書に基づいている。

今回の版では、ISO/IEC17025 : 1999規格「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」に対応。

## 分析化学の品質ガイド

## 目次

節 表題	ページ
1. 目標と目的	47
2. 序文	47
3. 定義及び用語	49
4. 認定	51
5. 適用範囲	53
6. 分析業務	54
7. 分析に対する要求事項の仕様	55
8. 分析遂行戦略	55
9. ノンルーチン分析	56
10. 職員	57
11. サンプルング、試料の取扱及び調製	58
12. 環境	63
13. 装置	64
14. 試薬	66
15. トレーサビリティ	66
16. 測定の不確かさ	68
17. 校正及び試験のための方法 / 手順	71
18. 方法の妥当性確認	72
19. 校正	75
20. 標準物質	78
21. 品質管理及び技能試験	80
22. コンピュータ及びコンピュータ制御システム	81
23. 試験所の監査及び見直し	84
参考文献 / 引用規格	86
頭文字語	90
付属書A 品質監査 – 化学試験所に対して特に重要な事項	91
付属書B 校正間隔及び性能検査	94
付属書C ISO/IEC 17025:1999とISO/IEC Guide 25:1990の比較表 (ILAC G15:2001)	省略

## 1．目標と目的

- 1.1 本指針の目的は、分析操作の実施に対して優良規範となる指針を試験所に与えることである。本指針はルーチン又はノンルーチンに実施する定性及び定量分析の両方を対象としている。研究開発業務については CITAC/EUROCHAM ガイド A 1 (p.40)が別途ある。
- 1.2 本指針は試験所で品質保証を実施する者の手助けになることを目指している。認定、認証又は特定の品質要求事項への適合に向けての作業する者に対して、要求事項の意味するところを説明している。本指針は、分析試験所の品質要求事項に対する品質審査に関与する者にも有用である。ISO/IEC 17025, ISO 9000 及び OECD GLP の要求事項を参考としている。
- 1.3 本文書は、以前のCITACガイド 1 (これはEURACHEM/WELACガイドに準拠したもの) から発展し、新規資料及び進展、特にISO/IEC 17025の新規要求事項を取込み更新された。
- 1.4 本指針は、David Holcombe氏 (英国LGC)、Bernard King氏 (オーストラリアNARL)、Alan Squirrell氏 (オーストラリアNATA)、及びMaire Walsh氏 (アイルランドの国立試験所) で構成される作業部会で作成された。更に、指針の旧版及び現版の草案作成は、長年に及ぶCITAC、EURACHEM、EA、ILAC、AOACI、IUPAC、CCQM (p.44の頭文字語リストを参照) 等の多数の個人及び組織からの多岐にわたるインプットが基になっている。
- 1.5 本指針は、品質保証 (QA) の技術問題、特に、化学試験又は関連する測定に特有の解釈が必要な領域に焦点を絞っている。ISO/IEC 17025等の他の文書に十分な説明がある場合、品質保証の側面であっても指針が明示されていない部分が多くある。これらには、記録、報告、品質システム、下請負契約、苦情、供給者の要求事項、契約内容の確認、機密性及びデータの取扱いが含まれる。

## 2．序文

- 2.1 分析 (化学測定) の価値は、結果に附随する信頼のレベルによって異なる。化学試験の業界では、現実には得られたデータの品質を保証できるものではないが、そのデータの品質が信頼でき、目的に適している根拠が増す品質保証の原則を採用する動きが高まっている。
- 2.2 適切な品質保証であれば、試験所が化学分析を実施するための適切な施設及び装置を保有していること、及び作業が文書化され妥当性確認された方法に従い、管理された方法で、能力のある職員により実施されたことを示すことができる。品質保証は、結果の品質、コスト、適時性を決定する重要な問題に重点を置き、重要度の低い問題への労力の分散を防ぐことが望ましい。

2.3 認定、認証等の正規の承認を含む優良品質保証の実施は、結果が妥当であり、目的に適していることを確実にする助けとなる。しかし、試験所及びその顧客の双方が、品質保証は個々の結果を100%信頼することを保証するものではないことを理解することが重要である。これには次の2つ理由がある。

- 1)例えば、二つの試料の結果を入れ違えるというようなまちがい/大過失は、起こりうる。良く運営されている試験所でも、まちがいの頻度は低いが、皆無ではない。
- 2)測定結果における不確かさに繋がる偶然誤差及び系統誤差が生じる。明示された不確かさの範囲に結果が入る確率は採用する信頼のレベルによる。しかししっかりした試験所であっても、このレベルから逸脱した結果が時折生じ、その逸脱が大きなこともある。

品質保証の役割は品質不合格の頻度を管理することである。努力をすれば、予期できる品質不合格の件数は減る。品質不合格件数を許容できるレベル（非ゼロ）まで減らすことによる便益と品質保証のコストの釣合いが必要である。

2.4 品質保証の原則は、公表されている多くのプロトコル又は規格の中で正式なものにされている。化学試験において最も広く認められ、使用される原則は、3つのグループに分けられ、試験所の個々の必要性に応じて適用される。この3つのグループとは：

2.4.1 ISO/IEC 17025:1999: (B1参照) この規格は、特定の試験及び校正を遂行する試験所の技術的能力を規定しており、世界中の試験所認定機関が試験所認定の中核となる要求事項として使用している。

2.4.2 ISO 9001:2000: (B2参照) 及び国内及び国際同等規格。この規格は、主に製造を行う施設又は化学分析を含むサービスを提供する施設に対する品質マネジメントと関係している。

2.4.3 OECDの原則；優良試験所基準 (GLP):1998 (B3参照) 及びその国内、分野同等規格。この指針は、特定の規制業務に係る試験所の試験を実施する組織的なプロセス及び条件を扱っている。

2.5 更に、継続的改善（新しいISO 9001:2000はこれをより強調）に重点を置く、品質保証へのTotal Quality Management (TQM) のアプローチもある。本指針が強調しているところは、技術レベルに関しては、品質保証の中の技術基準（qp）は適用される公式の品質保証システムとは無関係であるということである。

2.6 試験所は、独自の品質保証手順を立案してもよいし、既成のプロトコルを適用してもよい。後者の場合は、プロトコルに対する非公式の適合を主張してもよいし、第三者から

品質システムの支持を取得する目的で、公式の専門機関から、独立の審査を受けるのが理想である。独立の審査/認可は、審査が行われる対象規格に応じて、認定、登録又は認証として分かれるのは公知のことである。分析の特定分野においては、認定が義務づけられていることがある。しかし、ほとんどの場合、試験所には、どの種類の品質保証方法を採用するか決定する自由がある。その独立審査（認定審査）は、特に顧客が試験所の技術的能力の客観的証拠を要求する場合に有用であるとされている。本指針で使用する“認定”という用語の説明については、下記の 3.2 項及び 4 節を参照すること。

### 3 . 定義及び用語

品質マネジメント及び適合性審査に使用される多くの重要な用語がある。それらの意味は、使用されている文脈で異なることがある。種々の用語間での相違点を理解することが重要である。ここで少し紹介する。主な参考はISO Guide 2:1996 (B4参照)。他の用語は、ISO 9000:2000 (B5参照)。

3.1 **品質**：本来備わっている特性の集まりが要求事項を満たす程度。（ ISO 9000:2000 ）

3.2 **認定**：“或る機関又は個人が所定の職務を果たす能力があることを、権威ある「機関」が正式に認めることをいう”（ ISO Guide 2 – 1996 ）。

3.2.1 測定を行う試験所の場合においては、認定は試験所が特定の校正又は試験、又は特定の種類の校正又は試験を行う能力があることの正式な承認である。認定の授与の仕組みは 4 節に記載する。また、中核の要求事項の文書はISO/IEC 17025:1999である。

3.2.2 ISO 9000 シリーズ規格に適合しているとして、対象とする組織を審査し、認証する能力のある認証機関を、国家機関が ISO 9000 シリーズ規格に基づいて正式に承認するプロセスについても、認定という言葉が使用される。（品質マネジメントシステム）

3.3 **認証**： 製品・工程・付帯サービスが所定の「要求事項」を満たしていることを、「第三者」が文書で保証する手続きをいう(ISO Guide 2:1996)。認証（時には、登録として知られる）は、本来、技術的能力を特に扱わないので認定と区別する。

3.4 **品質保証 (QA)**：品質保証は、試験所が業務の品質を確保するために実施する総合的な対策を記述する。これらには次の事項が含まれる。

品質システム

教育・訓練され、熟達した職員

整備されかつ校正された適切な装置

文書化され、妥当性確認された方法

確認及び報告の手順

技能試験

適切な試験所環境

教育・訓練の手順書及び記録

品質管理手順

トレーサビリティ及び測定の不確かさ

予防処置及び是正処置

内部監査及びレビュー手順

## 苦情処理手順

試薬、校正用物質、測定標準及び標準物質に関する要求事項

### 3.5 品質管理 (QC)：「品質に関する要求事項を満たすための運営手法及び活動」

品質管理の手順には、特定の試料又は試料のバッチの品質確保及び次の事項が含まれる。

標準物質 / 測定標準の分析	ブラインド試料の分析
品質管理用試料及び管理図の使用	ブランクの分析
スパイクされた試料の分析	繰返し分析
技能試験	

品質管理及び技能試験についての詳細を21節に示す。

### 3.6 監査及びレビュー：実際には、品質監査には二つの形式がある。独立の外部機関が認定プロセスの一環として行う監査は、通常審査として知られている。試験所内で行う“品質監査”は、多くの場合‘内部監査’と称される監査（品質手順が定着して、完全に実施されていることを点検する）及びレビュー（品質システムが有効かつ目的を達成することを確実にするための点検をする）とに細分される。レビューは、品質方針及び試験所の業務に責任のある上級経営者が行う。

本指針では、監査とは内部監査のことを指し、審査とは外部監査を指す。

### 3.7 標準 (standard)：この単語は、英語においては多数の異なる意味を持っている。過去には、第 1 に文書化された規格、即ち、広範に採択された手順書、仕様書、技術的勧告書等を指し、第 2 に校正目的で使用される化学標準又は物理標準を示していた。本指針では、混乱を最小にするために、‘standard’を文書化された規格(written standard)の意味でのみ使用する。その代わりに測定標準(measurement standard)という用語を、純度が表示された化学薬品及び既知濃度の溶液、UV フィルター、分銅等の校正又は妥当性確認の目的で使用される化学標準又は物理標準を表すために用いる。標準物質は、測定標準のカテゴリーの一つである。

### 3.8 標準物質 (RM)：測定装置の校正、測定方法の評価又は材料(materials)に値を付与すること(assigning)に用いるために十分均質で、一つ以上の特性値が適切に確認されている材料又は物質。(ISO Guide 30 - C1 参照)

### 3.9 認証標準物質 (CRM)：認定書の付いた標準物質で、一つ以上のその特性値が、その特性値を表す単位を正確に現示するためにトレーサビリティを確立する手順によって認証され、各認証値はある記述された信頼水準での不確かさが付いているもの。(ISO Guide 30: 1992 - C1 参照)

3.10 **トレーサビリティ**：不確かさがすべて表記された切れ目のない比較の連鎖を通じて、通常は国家標準又は国際標準である決められた標準に関連付けられ得る測定結果又は標準の値の性質。

(VIM 1993-B6 参照)

3.11 測定の不確かさ：測定結果に付随した、合理的に測定量に結び付けられ得る値のばらつきを特徴付けるパラメータ（ VIM 1993 - B6参照 ）

#### 4 . 認定

4.1 この節及び以降の節における認定の意味は、ISO/IEC 17025: 1999 (B1参照)を引用する。その要求事項は、試験所が実施し、2002年12月に終了する3年間の移行期間を経て認定機関により認定されることになる。この規格は、前身の規格よりかなり長く、下記に要約したように幾つかは新規又はより強化された要求事項を含む。しかし、新規の多くは、以前から補足の手引き文書に入っていたものである。従って、新規要求事項の規模は、見た目より大きなものではない。ISO/IEC 17025:1999及び前身であるISO/IEC Guide 25: 1990の項毎の比較は付属書Cにある。

4.2 ISO/IEC 17025は以下に関連する新規又は強化した要求事項を含む。

- ・ 契約内容の確認 – 要求事項が適切に指定され、サービスが顧客の要求事項を完全に満足することを確実にするための契約前のコミュニケーション。
- ・ サービス及び供給品の購買– それらが目的に合っていることを確実にするための方針と手順が要求される。
- ・ サンプルング – サンプルングが試験所の業務の一部である場合、サンプルング計画と手順が要求される。
- ・ 予防処置– プロセスを改善することで、是正処置の必要性を最少にするための先行的処置。
- ・ 方法の妥当性確認、トレーサビリティ及び測定の不確かさ– これらの要求事項に対する重要性が高まっている。
- ・ 意見及び解釈– これは今、試験報告書に認められている。

4.3 主要品質規格 / プロトコルの要求事項が多くの共通又は類似の要素をもつ。例えば、ISO/IEC 17025では、試験所に適用できるISO 9001 (1994)の品質システムの要素を組み込んでいる。主要規格 / プロトコルの対比を下記に示す。

表 題	ISO/IEC 17025: 1999	ISO 9001:2000	OECD GLP 1998 Organisation for Economic Cooperation and Development
適用範囲	1	1	セクション I- 1
引用規格	2	2	
用語と定義	3	3 ISO 9000:2000	セクション I- 2

表 題	ISO/IEC 17025: 1999	ISO 9001:2000	OECD GLP 1998 Organisation for Economic Cooperation and Development
適用範囲	1	1	セクション -1
引用規格	2	2	
用語と定義	3	3 ISO 9000:2000	セクション -2
管理上の要求事項	4	各種	セクション II - 1.1
組織	4.1		
研究責任者			セクション II - 1.2
品質管理者	4.1.5	5.5.2	QM ≠ GLP要員
品質システム	4.2	4	セクション II - 2
品質方針	4.2.2	5.3	
品質マニュアル	4.2.2	4.2.2	
経営者のコミットメント	4.2.2	5.1	
文書管理	4.3	4.2.3	
文書の承認及び発行	4.3.2	4.2.3	
文書変更	4.3.3	4.2.3	セクション II - 7.1
依頼、見積仕様書及び契約の内容 の確認	4.4	7.2	
試験・校正の下請負契約	4.5		
サービス及び供給品の購買	4.6	7.4	
供給品の検証	4.6.2	7.4.3	セクション II - 6.2.3 (test item only)
顧客重視	4.2.4	5.2, 8.2.1	
依頼者へのサービス	4.7	7.2.3	
苦情	4.8	7.2.3	
不適合業務の管理	4.9	8.3	
改善		8.5	
是正処置	4.10.3 4.10.4	8.5.2	
原因分析	4.10.2	8.5.2	
予防処置	4.11	8.5.3	
記録の管理	4.12	4.2.4	セクション II - 10
内部監査	4.13.4, 10.5	8.2.2	セクション II - 2.2
マネジメントレビュー	4.14	5.6	
一般技術的要求事項	5.1		
要員	5.2	6.2	セクション II - 1.3
施設及び環境条件	5.3	6.3, 6.4	セクション II - 3
試験及び校正の方法	5.4	7.5.1	セクション II - 7
方法の妥当性確認	5.4.5	7.5.2	
測定の不確かさ	5.4.6		
計算及び転記の点検	5.4.7.1		セクション II - 8.3
IT妥当性確認	5.4.7.2	6.3	セクション II - 1.1.2 (q)
設備	5.5	7.5.1	セクション II - 4
設備の適格性確認	5.5.2	7.5.1, 7.5.2	セクション II - 5.1
測定のトレーサビリティ	5.6	7.6	
校正	5.6	7.6	セクション II - 4.2
参照標準及び標準物質	5.6.3	7.6	セクション II - 6
サンプリング	5.7		
試験・校正品目の取扱い(輸送/保 管/識別/処分)	5.8	7.5.5	
試料の識別	5.8.2	7.5.3	セクション II - 8.3.1
測定結果の品質の保証	5.9	7.5.1, 7.6, 8.2.3, 8.2.4	セクション II - 2
結果の報告	5.10		セクション II - 9
意見及び解釈	5.10.5		
電子的手段による <b>結果</b> の伝送	5.10.7		
試験報告書の修正	5.10.9	8.3	セクション II - 9.1.4

注：4節の品質マネジメントシステム要求事項（ISO9001:1994に基づいている）をISO 9001:2000に沿うようにISO/IEC 17025:1999を整合するための配慮がされている。

- 4.4 認定は、試験所の審査後に、特定された一連の業務（即ち、試験又は校正）に対してその試験所に与えられる。審査には通常、使用している分析手順、品質システム及び品質文書の審査を含む。分析手順では、使用目的に対して技術的に適切であること及び妥当性が確認されていることを確実にするために審査される。試験の実技については、文書化された手順に従っていること及び実際に実行できることを確実にするために立会調査されることがある。外部の技能試験スキームにおける試験所の成績も調査されることがある。審査には技術能力監査を追加的に含むことがある。その場合は、試験所は認定機関が供給する試料を分析し、精確さについて許容可能なレベルを達成することを要求される。この能力監査は、実質的な技能試験である(21節参照)。
- 4.5 使用する全ての手順書が使用目的に対して適切であることを確実なものとするのは試験所の責任である。審査プロセスは、“合目的性”を審査する。
- 4.6 各認定機関は、運営、試験所の審査及び認定授与のための確立された手順をもつ。例えば、試験所認定機関は、ISO/IECガイド58(C8参照)に基づく規格の要求事項に従って業務を行う。同様に、認証を行う機関は、ISO/IECガイド62(C9参照)の要求事項に従って業務を行う。
- 4.7 同様に、審査員は規定された基準に従って選出される。例えば、試験所認定機関の審査をするために任命される審査員の選出基準は、ISO/IECガイド58に規定されている。これには、審査対象の特定分野の運営における技術的な専門知識に対する要求事項を含んでいる。
- 4.8 認定の利点は、試験所の遂行する業務の品質に顧客が信頼をもつことができる。種々の国際的展開によって、認定及び他の審査による承認が、世界に広く通用ようになる。(評価され、関連する要求事項を満たしている - 上記4.6項参照)多くの試験所認定機関は、試験所認定制度の同等性を承認する相互承認協定(ILAC協定)に調印している。同様の国際協定は、認証制度に関連する機関でも進行中である。
- 4.9 以下に示す指針は、ISO/IEC 17025に対する認定、ISO 9001に対する認証又はGLP原則への適合 / 登録を求める試験所にとって有用であろう。

## 5 . 適用範囲

- 5.1 試験所は、その業務の全部又は一部に品質保証を適用してもよい。試験所が特定の規格に対する適合、すなわち認証又は認定を主張する場合、この適合が何に、すなわち認証又は認定に、適用されるかを明確にすることが重要である。ISO 9001に対して認証、又はISO/IEC 17025に対して認定されている正式な活動内容は、“適用範囲”に示される。ISO 9000及びGLPは対象となる活動の概略説明のみを要求しているが、ISO/IEC 17025では、認定が対象とする特定業務の詳細説明を通常要求している。

5.2 品質管理は活動の明確な表明によって促進される。この表明は、理想的には試験所の運営を制限することなく、試験所が扱う業務範囲を規定することが望ましい。品質規格によっては異なる規則をもつものもあるが、ISO/IEC 17025については、適用範囲は通常下記の観点から規定することができる。

- )試験又は分析される製品、材料又は試料の種類と範囲
- )実施する測定（又は測定の種類）
- )使用する仕様書又は方法 / 装置 / 手法
- )濃度、範囲及び測定の不確かさ（適宜）

5.3 特定の項目で適用範囲を定めることは、既定の手順書に従ってルーチン分析を行う試験所にとって明らかに最も容易なことである。ノンルーチン分析が行われる場合、適用範囲はより柔軟であることが望ましいが、実現可能な限り具体的でなければならない。また、試験所の品質保証システムは、結果の品質を管理下におくことを確実なものとしなければならない。

5.4 認定されていない試験を行うとか、現在の試験方法を変更するために、その適用範囲の変更を希望する試験所は、変更に関しての規定された方針をもつ認定機関の承認を必要とする。一般的には、単純な変更は書類審査で済ますことができる。より複雑な変更や特に新手法が関与している場合には、追加の審査を要求されることがある。

## 6 . 分析業務

6.1 分析は複雑な多段階の作業であるが、次の各単位操作に分けることによってまとめられる。適宜、本指針に対応する節も併記する。ルーチン測定を行う場合には、全ての段階がその都度必要であるとは限らない。また、実際の測定では、下記に示す直線的な一連の操作ではなく、相互に影響し合うプロセスであることが多い。

- ・ 要求事項の仕様 - 7節参照
- ・ 情報のレビュー\*
- ・ 考察\*
- ・ 研究計画\* - 8節参照
- ・ サンプルング - 22節参照
- ・ 試料調製
- ・ 予備的分析\*
- ・ 成分の同定 / 確認
- ・ 定量分析
- ・ データの収集及びレビュー
- ・ データの解釈 / 問題解決
- ・ 報告 / 助言

\* を記した項目は、ノンルーチン分析の場合には、より重要である。

プロセスは、19節の図1でフロー図にしてある。

6.2 規格によっては品質保証の別の側面を強調するものもあり、上記の段階を一部含まないものもあるが、各段階でどれが品質保証に関係するかを見極めることが重要である。

## 7. 分析に対する要求事項の仕様

7.1 試験所は顧客が問題を解決するために適切な分析サービスを提供する責務がある。

7.2 良好な分析の鍵は、要求事項の明確で的確な仕様である。これは、その分析の目的を達成するための要求事項を技術的な分析業務に展開するために相当な助けを必要とすることがある。その場合には、顧客と協力して分析仕様を作成することが重要であろう。分析に対する要求事項は、委託の過程の間に作成することもできるが、成り行きにまかせるべきではない。変更は顧客主導になりがちであるが、顧客及び試験所双方の合意によることが望ましい。分析依頼の要求事項は、次の問題を扱うことが望ましい。

- ・ 分析の背景
- ・ 必要な情報
- ・ 重大性 / 許容可能なリスク
- ・ 期限
- ・ 分析料金
- ・ サンプルング
- ・ トレーサビリティの要求事項
- ・ 測定の不確かさ
- ・ 試料調製を含む方法の要求事項
- ・ 同定 / 確認 / 指紋的一致
- ・ 限界の基準
- ・ QA / QCの要求事項
- ・ 調査計画書の要求事項 / 承認

7.3 文書化のレベルは、仕事の規模と重要性に釣合いがとれていて、“情報レビュー”及び“考察”のアウトプットとして含むことが望ましい。

## 8. 分析遂行戦略

8.1 全ての分析作業は適切に計画することが望ましい。このような計画の最も単純なものでは、単にノートに記入するだけでよい。大規模で複雑な作業では、より詳細な計画が適切である。GLPに基づいて行う作業については、作業が文書化された研究計画に従って実施すべきである特定の要求事項がある。

8.2 計画には、一般的に目標を達成するための戦略と併せて、特定業務の開始点及び目標とする終点を明示する。作業の途中で、その戦略を変更することが適切である場合には、その計画をしかるべく改訂することが望ましい。

## 9. ノンルーチン分析

9.1 ノンルーチン分析は、信頼できる方法がすでに確立されているが稀にしか行われぬ業務、若しくはそれぞれの試料が異なったアプローチを必要とし、分析を行う時点で方法を確立しなければならない業務のいずれかとみなすことができる。手引きが参考規格のA1にある。

9.2 化学測定のコストには、分析法の開発、妥当性確認、機器、消耗品、日常の保守、職員の投入数、校正、品質管理等の種々の段階に関連するコストが含まれる。これらのコストの多くは、方法が開発された後では分析する試料の数に無関係になる。従って、一つの方法を多くの試料処理に使用することができる場合、一試料当たりの分析コストは割安になる。僅かの試料に対して特別の分析法を開発しなければならない場合には、一試料当たりの分析コストは非常に高くなる。このようなノンルーチン分析については、一般的な方法、即ち、極めて広範に適用できる方法を使用することによってコストの一部を削減できる。他の例では、特定の業務に専門の試験所に業務の下請負契約することが最も効果的なコスト削減の解決策であるが、業務を下請負契約する場合には、適切な品質保証の手順がなければならない。

9.3 便宜的に一つの測定は分離と測定二段階に分けて説明することができる。試料中のマトリックスを前もって除去しなければ、分析対象成分の測定がほとんどできない場合がある。従って、分離段階の目的は、最終的には試料を単一成分化して、その中の分析対象成分を測定することにある。分離操作は、ある一定範囲のサンプルマトリックスであれば広範の分析対象成分に対してほとんど変わらない場合が多い。一般的な分離操作の良い例には、食品中の微量金属を分離する分解技術がある。

9.4 同様に、分析対象成分がサンプルマトリックスから分離され、溶媒等の比較的清潔な環境中に存在する場合には、広範の分析対象成分に適用できる汎用的な試験方法を用いてもよい。例えば、ガスクロマトグラフ法又は紫外可視分光光度法等がある。

9.5 このような汎用的な試験方法の文書化は、異なる分析対象成分の抽出、クリーンアップ又は測定に関係する小さな変更、例えば表の使用により、容易に対応できるように設計することが望ましい。変更されることのあるパラメータの種類には、試料サイズ、抽出溶媒の量及び種類、抽出条件、クロマトカラム又は分離条件、若しくは分光光度計の波長設定等がある。

9.6 ノンルーチン分析方法に汎用的な方法を使用する利点は、新規分析対象成分/マトリックスの組合せの試料でも、適切な妥当性確認を追加し、測定の不確かさの計算及び

文書化をすることで既存の汎用的な方法に組み込むことが可能な場合が多い。従って、追加の費用負担は、全く新規の方法の開発に比較して非常に少なくなる。この方法には、分析が妥当であることを点検するために、異なる分析対象成分又は異なる種類の試料について分析することを必要な点検事項として規定することが望ましい。分析作業を後日正確に同じ方法で繰り返すことができるように十分な情報が記録される必要がある。ある特定の分析が後にルーチン分析になる場合、その特定の方法を妥当性確認し、文書化してもよい。

- 9.7 ノンルーチン分析を認定することは可能であり、ほとんどの認定機関は、試験方法の審査について方針をもち、試験所認定の適用範囲又はスケジュールに記述するであろう。これらの手法を使用することで、試験所が関連する品質規格の全てに適合していることを審査員に証明する責務は試験所にあるだろう。特に、かかる分析が認定できるか否かを決定する上で、担当職員の経験、専門知識及び教育・訓練が重要な要素になるだろう。

## 10 . 職員

- 10.1 試験所の管理者は、通常試験所内の主要な職位に対する必要な資格及び経験の最小限のレベルを規定することが望ましい。化学分析は、資格、経験及び能力を有する分析者によって行われるか、又はその管理下で行われなければならない。他の上級職員は、通常同様の能力をもつ者である。職員が広範な分野で経験をもつ及び / 又は活動の範囲が限定される場合には、下級の正式な資格でも良い。学士のレベルであると認定された職員は、通常は2年程度の関係する作業経験を持って、経験を有する分析者とみなされる。教育・訓練中の、又は関係する資格認定をもたない職員は、適切なレベルの教育・訓練を受講したことが明らかで、かつ適切な監督がある場合には分析を行ってよい。 [ 5.2 要員 ]
- 10.2 場合によっては、資格に対する最小限の要求事項及び特殊な分析を行う職員に対する経験は、別途規則の中で規定しても良い。
- 10.3 試験所は、全ての職員に試験の適正な実施及び装置の運転を適切に行うに相応しい教育・訓練を確実に受講させなければならない。場合によっては、これには特別な技術の背景となる原理及び理論の教育・訓練を含む。できれば、客観的な尺度を使用して、教育・訓練中の技能習得の達成度を評価することが望ましい。必要な能力を実証された分析者か、又は上司の適切な監督下にある分析者のみが試料の分析を行ってよい。例えば、品質管理手法を使用して、能力が維持されていることを監視しなければならない。分析法又は技術が常時使用されていないものである場合には、定期的に職員を再教育・訓練する必要性を考えなければならない。試験所の管理者は、適切な教育・訓練を確実に行う責任を持っているが、熟練した分析者には特に、自己啓発の重要性を強調しなければならない。 [ 5.2.2 ]

10.4 試験所は、職員の各メンバーが受講した教育・訓練の最新の記録を保管する。この記録の目的は、職員個々のメンバーが、適切に教育・訓練を受けたこと、及び特別の試験を行う能力が評価されたことの証拠を準備しておくことにある。場合によっては、能力についての証拠に対する限界を明記しても良い。記録には、通常、以下を含むことが望ましい。〔 5.2.5〕

)学歴

)参加した所内外の研修講座

)関連するOJT (及び必要に応じて行われた再教育・訓練)

場合によっては：

)品質管理及び / 又は技能試験スキームへの参加 (関連データを添付する)

)公刊された技術論文 及び 学協会での発表

10.5 分析方法でなく特別な技術面での能力を記録することがより適切である場合がある。〔 5.2.2〕

10.6 日常の作業でもこの教育・訓練記録を閲覧することが必要であろう。通常、試験所が集中的に保有している職員個人の詳細リスト中で、他の職員の記録を閲覧することは、データ保護に関する国内法によって制限されることがある。

#### 1 1 . サンプルング、試料の取扱及び調製

11.1 化学分析はさまざまな理由で必要となる。ある物質全体の分析値の平均を確定すること、ある物質全体の分析対象成分の濃度分布を求めること又はある物質の部分汚染を決定すること等である。場合によっては、例えば法医学分析のように物質全体を検査することが適切な場合がある。一方、ある種の試料ではその一部を採取することが適切な場合もある。試料を採取する方法は、明らかに分析の目的によって異なる。

11.2 サンプルング段階の重要さは強調しても強調しすぎることはない。測定試料が元の物質を代表していない場合、どんなに分析方法がよくても、どんなに慎重に分析を行ったとしても、測定した分析結果を元の物質に関連付けることは不可能である。サンプルング計画は、ランダムに、系統的に又は順序立てて行い、定量又は定性的情報を得るために実施される。又は仕様に適合か不適合かを決定するために実施される。

11.3 サンプルングには、常に測定の不確かさが寄与される。分析方法が改善され、より少量の試料の使用で分析が可能になるか、又は要求されるに従って、サンプルングに関連する不確かさがますます重要になり、かつ測定プロセスの全体的な不確かさが増加する。サブサンプルング等に関連する測定の不確かさを常に試験結果の測定の不確かさに含むことが望ましいが、基本的なサンプルングプロセスに関連する測定の不確かさは一般に別に扱われている。

11.4 多くの化学試験分野において、サンプルングに関する問題は、議論され、かつサン

リング方法が妥当性確認され、公表されてきた。分析者は、適宜、国内又は業界標準に注意を向けることが望ましい。特定の方法が入手できない場合、分析者は経験に依存するか又は類似の用途に用いられたサンプリング方法を適用することが望ましい。疑わしい時は、問題の物質及びそれから採取した試料は、不均質なものとして扱うことが望ましい。

- 11.5 大量の物質から適切な1つの試料又は複数の試料を分取することは、化学分析では極めて重要な操作である。容易なことではない。得られた最終結果が全体を代表する値でなければならないのでサンプリングは、理想的には、その分析の全般的な背景を理解している熟練した試料採取者によって、又はその指揮下で行うことが望ましい。〔 5.7.1〕適切にサンプリングできるのは、経験を有する分析者又はサンプリングについて特別に教育・訓練された者である。試料を採取するために、熟練した者を起用することが実際的でない場合、試験所はサンプリングが可能な限り適切であることを確実なものとするために、顧客と連絡をとり、助言及び場合によっては実際的な支援をもらうことを奨励する。サンプリング手順の重要性を軽視し、かつ未熟で未教育・訓練の従業員に委ねることは極めて共通的な落とし穴である。
- 11.6 サンプリングで使用する用語は複雑であり、混同することがある。また、使用する用語は用途によって一貫していないことがある。サンプリング手順を文書化する時、使用する全ての用語を明確に定義することを確実にすることが重要である。〔 5.7.1〕その手順を他の者が使用する場合に誤解のないようにするためである。同様に、2つの別の手順を比較する時、使用する用語が整合していることを確実にすることが重要である。例えば、“バルク”という単語を使用するにあたっては注意することが望ましい。この単語は、個々の試料の集合を指したり、又は均質なマスを指すこともあるからである。
- 11.7 サンプリングの用語の最善の例として、IUPAC (E7参照)が公表した勧告がある。この勧告では、バルク製品又は包装製品のサンプリングに使用する用語を記載している。この例では、元来のコンサインメントをロット又はバッチから、インクリメント、一次又は大口試料、コンポジット又は集合試料、サブサンプル又は二次試料を経て、試験所試料に縮分していくというサンプリング手順をとる。試験所試料は、不均質な場合には、更に調製して測定用試料を作成することがある。試験所試料又は測定用試料までくればサンプリング操作は終了とみなされるが、この手順内での操作で、サンプリングの不確かさを生じる可能性がある。
- 11.8 本指針においては、IUPACが提案している以下の定義を使用している。

**試料**：物質の部分であって、より大きな物質全体を代表するために選定したもの。

**試料の取扱**：元の物質からの分取から始まり、全ての試料及び測定試料の処理までの

サンプリングプロセスで試料が受ける操作を指す。

**サブサンプル**：選定又は分割によって得た試料の一部分、又は試料の一部として採取されたロットの個々の単位、若しくは多段階サンプリングの最終単位を指す。

〔 5.7.3 〕

**試験所試料**：試験所へ送付された一次物質。

**測定用試料**：試験所試料から調製された試料。

**試料調製**：試料（又はサブサンプル）から測定試料を分取するためにたどっていく手順を指す。試験所内処理、混合、縮分、円錐四分法、二分法、微粉碎・粉碎を含む。

**測定試料**：分析のために秤量されるか、又は測定される実際の物質を指す。

11.9 試験所試料は、試験所で受領されると、分析を始める前にサブ分割及び/又は微粉碎及び粉碎等の更なる処理を必要とすることがある。

11.10 別途定めがない限り、分析のために採取された測定試料は、試験所試料の代表でなければならない。測定試料が均一であることを確実にするためには、粉碎又は微粉碎により粒度を小さくする必要がある。試験所試料が大きい場合には、粉碎又は微粉碎の前にサブ分割が必要なことがある。サブ分割の際に分離が起きないように注意することが望ましい。測定用試料をサブ分割する前に試料を破碎又は粗砕する必要がある場合がある。試料は、おそらく円錐四分法、二分法、又は回転試料分離機又は遠心分離機を含む種々の方法でサブ分割される。粒度を縮小する方法は、手動（乳鉢と乳棒）又は機械（粉碎機、製粉機）のどちらで行ってもよい。粉碎又は微粉碎の際に、装置が試料（例えば、金属）に汚染されていないこと及び試料の組成が変わらない（例えば、水分の損失）ことを確実にするために、試料の交差汚染防止に注意を払わなければならない。多くの分析の標準試験方法には、分析用の測定試料を抜き取る前に試験所試料の調製についての詳細を記述した節を含む。一般的な問題としてこの解釈を法律で扱っている例がある。

11.11 分析操作は、試験所試料又は測定用試料からの測定試料の測定に始まり、種々の操作を経て最終測定に至る。

11.12 サンプリング戦略を立案し、それを適応させ、又はそれに従っていく時、守るべき重要な規則がある。

11.12.1 試料を採取して分析することが必要となる問題を理解して、サンプリング手順をしかるべく立案することが望ましい。サンプリング戦略は、問題の内容によって異なる

る。例えば、

- a)物質中の分析対象成分の平均濃度を必要とする。
- b)物質全体の分析対象成分の分布を必要とする。
- c)物質は、特定の成分による汚染の疑いがある。
- d)汚染物質は、物質中に不均一に分布（ホットスポットで起こる）している。
- e)検査を行う場所の状態等、考慮すべき他の非分析的な要素があるかもしれない。

11.12.2 均一に見える時でさえ、物質が均一であるとみなすことには注意を払うことが望ましい。物質が明らかに2つ以上の物理的な相に分かれている時、分析対象成分の分布は各相内で異なることがある。相を分離し、各相を別の試料として扱うことが適切な場合がある。同様に、各相を合わせて、均一化し、1つの試料とすることが適切な場合もある。固体においては、主物質の粒度分布が著しく異なり、かつ時間の経過とともに物質が安定化する場合、分析対象成分の濃度に大きなバラツキがある。実際に可能であれば、サンプリングする前に粒度分布を均一にするために物質を混合することが適切である。同様に、物質の異なる部分が異なる応力を受けた場合、分析対象成分の濃度は固形全体にわたって異なることがある。例えば、PVC製ボトルの構造中の塩化ビニルモノマー（VCM）の測定を考えよう。VCM濃度は、ボトルの首、肩、側面又は底のどこを測定したかによって著しく異なる。

11.12.3 目的とする分析対象成分の特性を考慮することが望ましい。揮発性、光感度、熱的不安定性及び化学反応性は、サンプリング戦略の立案及び装置、包装及び保管条件の選定にあたって重要な考慮事項になることがある。〔 5.7.1〕サンプリング、サブサンプリング、試料の取扱、試料調製及び試料の抽出に使用する装置は、最終結果に影響を及ぼす試料性状の予期しない変化を回避するように選定することが望ましい。〔 5.5.2〕サンプリング時の重量測定又は容積測定の誤差の重要性を考慮し、重大な装置は校正しておくことが望ましい。試料に酸又は酸化防止剤等の化学薬品を添加して、試料を安定化させることが適切な場合がある。分析対象成分が保管容器に吸着するおそれがあるような微量成分分析においてこれは特に重要である。

11.12.4 分析試料を採取する時に、残りの元の物質の用途と価値を考慮する必要がある。不用意なサンプリングは、特に破壊的なサンプリングをすると、委託検体を無価値又は機能不全にすることがある。

11.12.5 サンプリングに対してどんな戦略が用いられようとも、サンプリングプロセスを厳密に反復できるように、たどった手順の明確な記録を試料採取者が保管することは極めて重要である。〔 5.7.3〕

11.12.6 2つ以上の試料が元の物質から採取される場合、サンプリングのパターンを示すた

めに、文書の一部として図を含むことが有用な場合がある。これは後日にサンプリングをより容易に反復させ、かつ試験結果から結論を導く補助となることもある。かかるスキームが有用である代表的な用途例として、煙道排出の降下物を監視するための広域にわたる土壌のサンプリングがある。

- 11.12.7 試験所がサンプリング段階に責任がない場合、試料を受領したそのままを分析した旨、報告書の中に記述することが望ましい。試験所が、サンプリングを実施したか、又は指揮した場合、使用した手順を記述し、それが結果に影響を与える限界についての見解を報告することが望ましい。
- 11.13 試料の操作に使用する試料の包装材及び機器は、試料に接触するあらゆる表面が不活性であるものを選定することが望ましい。容器又はその栓から試料に溶出する金属又は可塑剤による試料の汚染の可能性に対して特別な注意を払うことが望ましい。試料が化学的な、微生物学的な、又は他の危険を引き起こすことなく取り扱うことができるように包装を確実なものとすることが望ましい。〔 5.8.4〕
- 11.14 封入は、容器から試料の漏れがないこと及び試料が汚染されないことを確実なものとするように適切であることが望ましい。例えば、試料が法的な目的のために採取された場合には、試料へのアクセスが封印シールを破ることによってのみ可能であるように、試料を封印することがある。通常、封印シールが満足な状態であることを確認し、分析報告書に記載する。〔 5.7.2〕
- 11.15 試料のラベルは、重要な文書の一つであり、関係する計画書又はメモに対して試料を明確に識別することが望ましい。試料が分割されたり、サブサンプルにされたり又は調製された場合、ラベリングは分析プロセスに移った時に特に重要になる。その場合には、主サンプルに関すること及び試料の抽出又はサブサンプルに分けるために使用したプロセスについて等の追加の情報が適切な場合がある。ラベリングは試料の包装にしっかりと貼り付けなければならない。また、適宜、退色、オートクレーブ処理、試料又は試薬のこぼれ、温度及び湿度の妥当な変化に耐えなければならない。〔 5.8.2〕
- 11.16 ある試料、例えば訴訟に関与する試料等は、ラベリング及び文書化に関して特別な要求事項をもつ場合がある。ラベルには、試料採取者及び試料に関与した分析者を含む全ての担当者を識別することが要求される場合がある。これは、ある署名者（ラベル上に識別されている）が次の署名者に試料を手渡すというようにして、試料の連続性維持の証明を受領によって裏付けることがある。これは、一般に、“管理の連鎖”として知られている。〔 5.8.2〕
- 11.17 試験所の職員に危険のないように及び試料の完全性が維持されるように適切な温度とそのような方法で試料を保管しなければならない。汚染又は交差汚染、若しくは

包装及び関係するシールが損傷する危険のないように保管場所は清浄で整理された状態を維持することが望ましい。極端な環境条件は分解又は吸着、或いは分析対象成分濃度の増加（マイコトキシン）を通して分析対象成分の損失を引き起こすことになる。試料の組成を変化させるような極端な環境条件（例、温度、湿度）を避けることが望ましい。必要な場合、環境監視を行うことが望ましい。試料に対する不正なアクセスを制限するために、適切なレベルの安全措置を施すことが望ましい。

- 11.18 試料取扱システムの管理に関係する全ての職員は、適切に教育・訓練を受けることが望ましい。試験所は試料の保管及び処分のための文書化された方針をもつことが望ましい。処分手順には、上述の指針を考慮することが望ましい。
- 11.19 適合性審査又は他の目的で分析結果を十分に評価するため、サンプリング計画及びその統計的根拠の知識をもつことは重要である。計量値検査のサンプリング手順は、検査する特性が測定できること及び正規分布をしていることが前提にある。ところが属性による検査サンプリングは、製品単位で適合又は不適合に分類するか、又は所定の要求事項群について製品単位での不適合数を計算するかのどちらかの方法である。属性による検査では、不適合の許容/排除に関連するリスクは、合格品質レベル（AQL）又は品質限界（LQ）によりあらかじめ決定されている。

## 12 . 環境

- 12.1 試料、試薬、測定標準及び標準物質は、その完全性を確実にするように、保管されなければならない。特に、試料は交差汚染の可能性がない方法で保管しなければならない。試験所は、劣化、汚染がないように、しかも識別が維持されるようにこれらを保守することが望ましい。【 5.8.2】
- 12.2 試験所の環境は、実施する作業の品質を損なうことのないように、十分な空間的余裕があり、清浄で、整理されていることが望ましい。
- 12.3 実施する作業の内容によっては、試験所の特定区域への立入りを制限する必要がある。制限は、保安、安全、汚染の影響又は妨害のためである。代表的な例としては、爆薬、放射性物質、発癌性物質、法医学検査、PCR法及び微量分析が関わる作業がある。立ち入り制限が発効している場合、職員には下記のことを知らせることが望ましい。【 5.3.4】
- )特定の区域の使用目的  
 )かかる区域内での作業上の制限  
 )かかる制限を加える理由  
 )かかる制限が違反された時に従うべき処置
- 12.4 新規の業務のために指定された区域を選定する時は、その区域の以前の使用について

考慮しなければならない。使用する前に、その区域が汚染されていないことを確実にするために点検することが望ましい。〔 5.3.1〕

- 12.5 試験所は、特定の試験又は特定の装置の運転に必要な環境条件及び環境制御装置を適切に提供する。この環境制御装置には、温度、湿度、振動防止、空中浮遊及びダスト伝播の微生物汚染の防止、特殊な照明、放射線遮蔽及び特定のサービスを含む。重要な環境条件を監視し、既定の限界内に維持しなければならない。
- 12.6 環境条件の限界からの逸脱は、システムを監視すること又は特定の分析の品質管理によっても判明することがある。環境条件からの逸脱の影響は、方法の妥当性確認時に堅牢性試験の一部として評価してもよく、適宜、緊急操作手順を確立する。〔 5.3.1〕
- 12.7 汚染除去手順書は、環境又は装置の用途が変更される場合、又は偶然に汚染が発生した場合に適切である。〔 5.3.1〕

### 13 . 装置（付属書 B も参照）

#### 13.1 設備のカテゴリー

- 13.1.1 試験所で使用される全ての装置は、使用目的に対して十分な仕様であって、保守及び校正によりその用途に合致する状態に維持しておくことが望ましい。化学試験所に通常存在する装置は、次のように分類することができる。〔 5.5 設備〕

- )測定には使用しないが、又は測定には最小限の影響しか与えない汎用器具（例えば、ホットプレート、攪拌機、非容積測定ガラス器具及びメスシリンダー等の大雑把な容積測定のために使用するガラス器具）及び試験所の暖房又は換気システム
- )容積測定器具（例えば、フラスコ、ピペット、比重瓶、ビュレット等）及び測定機器（例えば、比重計、U字管粘度計、温度計、タイマー、分光計、クロマトグラフ、電気化学的メーター、天秤等）
- )物理的測定標準（分銅、標準温度計）
- )コンピュータ及びデータ処理装置

#### 13.2 汎用器具

- 13.2.1 汎用器具は、代表的には必要に応じて洗浄及び安全点検によってのみ保守される。校正又は性能点検は、設定が試験又は分析結果に重大に影響しうる場合に必要である（例えば、マッフル炉または恒温槽の温度）。かかる点検は文書化する必要がある。〔 5.5.6〕

#### 13.3 容積測定器具及び測定機器

- 13.3.1 機器は、分析測定にとって重要であり、正しく用いなければならない。従って、環境に配慮して正しく使用し、保守し、校正しなければならない（12節）。一部の容

積測定用（及び関連する）ガラス器具の性能は、特定の要因に依存し、洗浄方法等によって影響を受けることがある。従って、保守のために厳格な手順が必要であることに加えて、これら器具は、用途に応じてより定期的な校正を必要とすることがある。例えば、比重瓶、U字管粘度計、ピペット及びビュレットの性能は、“ぬれ特性”及び表面張力特性に依存する。洗浄手順は、これらの特性を損なわないように選択しなければならない。

〔 5.5.3 〕

13.3.2 器具自体の素材が不活性でないこと、又は前の使用条件により発生する交差汚染による汚染の可能性に注意を払うことが望ましい。容積測定用ガラス器具の場合、容積測定装置の洗浄手順、保管及び隔離は、溶出及び吸着が影響を与える微量分析にとって特に重要である。〔 5.5.6 〕

13.3.3 定期的な手入れ、洗浄及び校正を行った上で、正しく使用しても必ずしも機器が適切に動作することは保証されない。適宜、定期的な性能点検を行うことが望ましい（例えば、光源、センサー及び検出器の応答、安定性及び直線性、クロマトグラフシステムの分離効率、分光計の分解能、アライメント及び波長精確さ等）。付属書B参照。〔 →5.5.6 〕

13.3.4 性能点検の頻度は、マニュアル又は操作手順書の中で規定してもよい。規定されていない場合は、経験によって、及び装置の必要性、形式及び過去の性能に基づいて決定される。点検する間隔は、実際に装置が許容範囲外にドリフトするのに要する時間より短いことが望ましい。〔 5.5.6 〕

13.3.5 例えば、標準物質に対する検出器又はセンサーの応答レベル、分離システムによる成分混合物の分離能、測定標準の分光特性等を基にして、性能点検（システム適合性点検）を試験方法に組み入れることができることが多い。これらの点検は装置を使用する前にきちんと完了していなければならない。〔 5.5.2 〕

#### 13.4 物理的測定標準

13.4.1 試験所は、物理的パラメータが当該の試験で正しい性能を得るために不可欠な場合は必ず、校正の手段として適切な測定標準を持つか、又は同標準へのつながりを持つ。

13.4.2 ある場合には、試験及びその性能は実際には特定の一つの装置の条件で決まり、点検は装置が仕様書に適合していることを確認するために必要である。例えば、特定の可燃性試料の引火点の値は、試験に使用する機器の寸法及び形状に依存する。

13.4.3 測定標準物質及び付属する証明書は、校正状態を維持するのに適する方法で保管し、使用することが望ましい。測定標準と共に提供される文書に示された保管に関する

助言に特別の配慮をすることが望ましい。

- 13.5 コンピュータ及びデータ処理装置  
コンピュータに対する要求事項を22節に示す。

#### 14 . 試薬

- 14.1 試薬及び他の消耗材料の品質は、その使用目的にかなうものでなければならない。試薬の選定、購入、受領及び保管には配慮が必要である。
- 14.2 使用する試薬（水を含む）の等級は、調製、保管及び使用において守るべき特別の注意事項に関する手引きと併せて、方法の中に明示することが望ましい。この注意事項には、毒性、可燃性、熱、空気及び光に対する安定性、他の化学薬品に対する反応性、特定の容器に対する反応性及びその他の危険を含める。試験所で調製した試薬及び標準物質には、物質名、濃度、溶媒（水でない場合）、特別の注意事項又は危険性、使用制限、調製日及び/又は使用期限を明示するためにラベルを付けることが望ましい。調製責任者をラベル又は記録から確認できる。〔 4.6 サービス及び供給品の購買〕
- 14.3 試薬の適切な処分は、試料の分析の品質に直接的には影響を及ぼさない。しかし、それはGLPの事項であり、国内環境基準又は安全衛生規則に従うことが望ましい。
- 14.4 試薬の品質が試験に対して重要である場合、新バッチの品質を使用する前に旧バッチと比較して検証することが望ましい。但し、旧バッチがまだ使用可能と分かっている場合に限られる。

#### 15 . トレーサビリティ

- 15.1 トレーサビリティの正式な定義は、3.10項にあり、CITAC方針声明が作成された（A6参照）。化学試験のトレーサビリティに関する指針は作成中である（A7参照）。トレーサビリティは、測定結果を標準又は参照物質の値に関連付ける要求事項に関わり、国際的に認知されているSI単位系であることが望ましい。これは、一次標準（又は高度な標準）を使用することで達成される。一次標準は、実用レベルの標準及び関連測定システムを校正するために使用できる二次標準を設定するために使用される。トレーサビリティは、測定の不確かさが明示されたレベルにおいて確立される。そこにトレーサビリティの連鎖の全段階に更なる不確かさが加えられる。トレーサビリティは、異なる試験所又は異なる時間に行われた測定が比較できることを確実にする繋がりを与えるので重要である。それは、上記のように、トレーサビリティを地域参照標準又は国際参照標準に求めるかは選択の問題である。
- 15.2 化学測定において、質量、容積、化学標準の濃度等の他の量測定値を含む測定式から値を計算することは普通行なわれる。トレーサビリティに関連する測定では、結果を計算するために使用される測定式に用いる値に関連した全ての測定もトレーサ

ブルでなければならない。pH、温度等の測定式にない他の量も、結果に重大な影響を与えることがある。その場合は、これらの量を管理するために使用された測定のトレーサビリティにも適切な測定標準にトレーサブルである必要がある。

[ 5.6.2.2.2 ]

- 15.3 質量、容積等の物理的量のトレーサビリティを確立することは、化学測定に必要な不確かさのレベルで仲介標準を使用することで容易に達成される。化学者にとって問題の領域は、通常（化学的）方法の妥当性確認及び校正である。妥当性確認は、その方法が測定しようとしているもの（例、魚中のメチル水銀）を実際に測定しているということを確認することである。妥当性確認は、結果を計算するために使用された測定式が妥当であることを確立する。校正は、通常、純物質標準物質の重量法で調製された溶液の使用に基づいている。ここで重要な問題は、識別と純度である。特に前者はより詳細な構造が要求され、類似成分との混同が容易に起こる有機化学において重要である。測定の不確かさは、使用した化学標準の純度の不確かさによるところが部分的にある。しかし、純度及び安定性の問題が深刻になる場合、又は主要組成物の高精度さを必要とする検定が必要とされる場合のある種の有機物質の場合にのみ、純度が大きな問題となるだろう。 [ 5.6.2.2.2 ]

- 15.4 多くの分析では、抽出、温浸、誘導体化及びけん化が通常必要である場合は、主要な課題は、最終測定プロセスにある試料中の分析対象成分の量と比べて、元来の試料中の分析対象成分の量の良好な知見を得ることができるかである。このかたより（時に“回収率”と呼ばれる）は、プロセスでの損失、汚染又は妨害が原因である。これらの影響の幾つかは、再現性の不確かさの中で明白になるが、他は別途の考慮が必要である系統的な影響である。方法のかたよりを扱うために利用できる戦略には、以下を含む。 [ 5.6.2.2.2 ]

- ・ 既知でかたよりの小さな一次法又は参照法の使用
- ・ 非常に類似したマトリクスを持つ認証組成標準物質との比較
- ・ 重量法を用いてスパイクされた試料及びブランクの測定
- ・ 損失、汚染、妨害及びマトリクス効果の検討

適切に決めた標準とマトリクスを合わせた標準物質の値との測定のバイアスを関連付けることによって、その測定のプロセスのここで述べている部分のトレーサビリティを確立する。この測定プロセス部分のトレーサビリティを確立することは、マトリクスを合わせた標準物質により得られる値のように適切に明示された標準物質に測定のかたよりを関連付けることで求められる。スパイクされた試料の回収率測定は、試料からの元来の分析対象成分の抽出を必ずしも再現することにはならないことに注意することが望ましい。実際には、試料が液体及び/又は完全に温浸ができる場合は、通常問題にはならない。しかし、固体を抽出する時には問題が生じる。例えば、スパイクされた分析対象成分は試料粒子の表面を自由に移動するが、元来の分析対象成分は粒子の内部に強く吸着されるので、容易には抽出できないことがある。

15.5 ほとんどの化学測定は、原理的にはモルに対してトレーサブルである。しかし、分析対象成分が脂肪又は窒素定量に基づくタンパク質等の機能用語で定義された場合は、モルに換算しての測定の仕様は不可能である。このような場合は、測定する量は、方法により定義される。これらの場合、質量、体積及び標準の方法により出された値及び/又は標準物質から得られる値の例では、結果を計算するために使用した組成量の標準へのトレーサビリティになる。このような方法は、経験的な方法と呼ばれている。他の場合では、SI単位系へのトレーサビリティを達成することの限界は、複雑なマトリックス中の分析対象成分の回収率のようなかたよりを評価する困難さ及びその不確かさに由来する。ここでの選択肢は、方法により測定量を定義すること及び参照法/標準物質を含む明示された標準物質へのトレーサビリティを確立することである。そのような測定はトレーサビリティの概念は貧弱で、決めた標準に対しては不確かさとしては小さくなる。代わりに、かたよりを推定し、補正できる。そして、かたよりによる不確かさも推定し、総合的不確かさの評価に含むことができる。これにより、SI単位系へのトレーサビリティを主張できるだろう。〔 5.6.2.2.2〕

## 16 . 測定の不確かさ

16.1 測定の不確かさは、3.11項で正式に定義されている。測定の不確かさの評価の優良規範は、ISOガイド(参照B7)に規定されている。また、多くの実例を含む化学測定に関する解釈は、CITAC/EURACHEMガイド(A2参照)にある。測定の不確かさは、指定された信頼レベルで真値がその中に存在すると主張する値の範囲を特定化する。あらゆる測定には、それに関連する不確かさがあり、この不確かさはサンプリング及び分析の種々の段階で発生する誤差及び結果に影響を及ぼす要因の不完全な知識から生じる。測定値が実際的な値であるためには、その信頼性又は不確かさについての知見をもつことが必要である。結果に関連する不確かさを説明すれば、結果の“品質”を顧客に伝達できる。

16.2 ISO/IEC 17025:1999は、測定の不確かさの評価を試験所に要求している。例えば、試験結果の解釈に関連する(その場合が多い)、特定の状況における測定の不確かさを報告する要求事項もある。従って、試験報告書における測定の不確かさの記述は、将来一般的な規範になることが望ましい。(B18参照)

16.3 不確かさの説明は、測定量(分析対象成分濃度など)の値がその中に存在すると予期される範囲の定量的な推定である。不確かさは、標準偏差又は標準偏差を何倍かした値で表現されることがある。方法と試料に関する不確かさを見積もり又は推定するときに、不確かさを生じる可能性のある全ての要因を明確に考慮すること及び重要な成分を評価することを確実にすることが不可欠である。例えば、分析の繰返し性又は再現性は、方法に固有な系統効果に関連するあらゆる不確かさ全てを考慮するものではないため、通常、全ての要因を考慮した不確かさの推定ではない。〔 5.4.6〕

- 16.4 各種の要因が、分析測定結果を真値から逸脱させる傾向をもつ。例えば、容積測定装置に対する温度の影響、分光計における反射及び迷光、電源電圧の変動、指定された方法の分析者個々の解釈及び抽出の不完全な回収率は、全てが潜在的に結果に影響及ぼす。合理的に可能な範囲で、かかる誤差を外部管理により最小化するか、又は例えば、適切な補正係数を適用することによって明確に補正しなければならない。しかし、測定結果の（未知の）真の値からの正確なかたよりを知ることは不可能である。種々の要因が実験の都度変化し、かつ結果に対する各要因の影響は正確には分からないからである。従って、かたよりの見込み的な範囲を推定しなければならない。
- 16.5 測定の不確かさに値を割り付ける際の最初の仕事は、不確かさに関係する要因の確認及び各重要寄与要因に値を割り付けることである。次に、個々の寄与率を合成（16.3項に示すように）して、総合的な値を示さなければならない。洗い出した不確かさの個々の要因、各寄与率の値及びその値の出所（例えば、繰返し測定、文献の参照、認証標準物質のデータなど）の記録を保管することが望ましい。〔 5.4.6〕
- 16.6 不確かさの関係する要因を確認するにあたって、分析の目的を達成するために必要な全ての一連の作業を考慮しなければならない。代表的には、この一連の作業には、サンプリング及びサブサンプリング、試料調製、抽出、クリーンアップ、濃縮又は希釈、機器の校正（標準物質の調製を含む）、機器分析、生データの処理及びアウトプット結果の転記を含む。
- 16.7 各段階には不確かさに関係する要因がある。不確かさの成分は、個々に又は適切なグループに分けて評価できる。例えば、測定の繰返し性は、測定プロセスの多くの段階によるランダムな変動の全寄与率の推定を与えることがある。同様に、総合的なかたより及びその不確かさの推定は、マトリックスを合わせた認証標準物質の調査及びスパイクの調査から得られることがある。
- 16.8 不確かさの寄与率の大きさは、さまざまな方法で推定することができる。影響要因のランダムな変動に関連する不確かさの成分の値は、代表的な範囲の条件下で適切な回数測定を繰返し行い、結果の分散を測定することによって推定することができる。（かかる検討において、測定回数は、通常10回を下回らないことが望ましい）。〔 5.4.6〕  
例えば、かたより又は潜在的なかたよりの不完全な知識から生じる不確かさの成分を数学的モデル、専門家の判断、国際的な試験所間比較、モデルシステムでの実験等に基づいて推定することもできる。不確かさの個々の成分を推定するこれらの種々の方法は有効である。
- 16.9 不確かさの寄与がグループで推定される場合、各グループに含まれているとみなされる不確かさの要因を記録すること及びグループの寄与が点検として入手できる場合でも、不確かさの個々の成分値を測定し、記録しておくことは重要である。

- 16.10 試験所間試験からの情報を使用する場合、かかる試験の範囲外から生じる不確かさを考慮することは不可欠である。例えば、標準物質の公称値は、一般に範囲をつけて引用され、幾つかの試験所が共同試験において同じ標準物質を使用する場合には、標準物質の値の不確かさは、試験所間の変動値の中に含まれない。同様に、試験所間試験は、通常、慎重に均一化された一定範囲の試験物質を使用するので、分析する試料及び共同試験の試験物質とではマトリックスが不均一で相違していることも考慮することが望ましい。
- 16.11 一般に、分析結果に対する不確かさの寄与は、次の主たる4つのグループに分けられる。
- )短期のランダムなバラツキからの寄与であって、通常繰返し実験から推定する。
  - )作業員の影響、校正の不確かさ、スケールの目盛りの誤差、装置及び試験所の影響等の寄与は、試験所間再現性試験、試験所内の相互比較、技能試験の結果又は専門家の判断によって推定される。
  - )標準物質の不確かさのような試験所間試験の範囲外の寄与。
  - )サンプリングのバラツキ(不均一性)、マトリックス効果及び基本的な仮定についての不確かさ(誘導体化の完全性についての仮定等)等の不確かさの他の要因。
- 16.12 各要因の不確かさの寄与率は、理想的には標準偏差又は相対的標準偏差として、全て同じ方法で表現しなければならない。場合によっては、これにはある変換が必然的に伴う。例えば、標準物質の限界は、絶対限界をもつと思われることが多い。幅Wの長方形の分布の標準偏差は $W/(2\sqrt{3})$ である。信頼区間は、大きな(統計的に)試料に対する学生t分布のtの適切な値により除算することによって標準偏差に変換することができる(95%信頼限界に対して1.96)。
- 16.13 不確かさのリストが利用できると、個々の成分を合成することができる。不確かさの個々の要因が独立している場合は、合成標準不確かさuに対する一般式は、次のようになる。
- $$u = \sqrt{\sum (\partial R / \partial x_i)^2 \cdot u(x_i)^2}$$
- ここで  $\partial R / \partial x_i$  は、各中間値(又は補正 $x_i$ 等の他の「影響量」)に関する結果Rの偏微分であり、 $u(x_i)$  は、 $x_i$ に関連する不確かさの成分である。
- 16.14 この式は、最も一般的な2つの場合についてかなり単純化して表している。一つは影響量又は中間結果を加算するか又は減算して結果を出す場合で、不確かさuは、寄与する不確かさの成分の二乗の和の平方根に等しく、全て標準偏差として表される。もう一つは暫定的な結果が乗算又は除算により合成される場合で、合成相対標準偏差(RSD)は、暫定的な結果毎のRSDの二乗の和の平方根をとることにより計算され、合成標準不確かさuは、合成RSD及び結果から計算される。
- 16.15 総合的な不確かさ(拡張不確かさ)は、計算された標準偏差の倍数として表現する

ことが望ましい。推奨する乗数は2である。即ち、この不確かさは $2u$ に等しい。全ての寄与率が正規分布の誤差から発生する場合、この値はおよそ95%信頼区間に相当する。〔→5.4.6〕

16.16 当該の分布を知らないで、この議論をより高い信頼レベルに広げることは、通常、安全ではない。特に、実験的に求めた不確かさの分布は、99%信頼レベルでは正規分布を仮定して予測されるより、はるかに広いことが一般的に知られている。

16.17 全ての試験及び試料の種類に対して、不確かさを評価する必要がないことが多い。通常は、特定の方法について不確かさを一度だけ調査し、その方法の適用範囲で行った全ての試験に対して測定の不確かさを推定するために、その情報を使用することで十分である。〔→5.4.6〕

#### 17 . 校正及び試験のための方法 / 手順

17.1 要求されている分析仕様に対して適切な方法を使用することは試験所の責任である。適用する方法は、試験所が独自の判断で使用する場合、顧客と協議して方法を選定する場合、又はその方法が規則で又は顧客によって指定される場合がある。

17.2 品質規格は、可能な限り、規格又は共同試験された方法を使用することが好ましい。方法が広範に使用されているか、又は規則で規定されている場合には、その方法を使用することが望ましいが、試験所が独自のより適切な方法を持っていても良い。考慮すべき最も重要な点は、その方法が使用目的に適合し、適切に妥当性確認及び文書化され、適切なレベルの不確かさを持つ明示された標準物質にトレーサブルである結果を出すことが望ましい。

17.3 規格又は共同試験された方法が妥当性確認されて、その方法の来歴がいかに完全無欠であっても、それが絶対だと思いついてはいけない。試験所は、特定の分析法の妥当性確認の程度が、求められている目的に対して適切であり、その分析法で試験所が指定された性能基準を検証できることを自分自身で納得できるようにしておくことが望ましい。〔→5.4.2〕

17.4 試験所内で開発した方法は、使用する前に、適切に妥当性確認し、文書化し及び認可されなければならない。それが使用できる場合、マトリックスの一致した標準物質は、かたよりを確認するために使用することが望ましい。又、それが使用できない場合は、結果は、むしろ別の測定原理に基づく手法と比べることが望ましい。重量法でスパイクを付加した分析対象成分の回収率測定、ブランクの測定、及び妨害及びマトリックス効果の検討は、かたより又は不完全な回収率を点検するために使用できる。不確かさの推定は、この妥当性確認のプロセスの一部でなければならない、又上記要因を補うことに加えて、試料の均一性及び安定性等の問題に取り組むことが望ましい。方法の妥当性確認に関する助言を18節に示す。

- 17.5 分析方法の文書には、妥当性確認のデータ、適用性の限界、品質管理の手順、校正、文書管理を含む。分析方法の文書化にあたり、共通の様式を採用することが便利である。有用なモデルとしてISO 78-2: (C10参照) 等がある。更に、分析方法の文書化に関する助言は、国家標準化機関及び認定機関等の他の情報源からも入手することができる。
- 17.6 分析方法及び分析技術の開発は、時に応じて分析方法を進化させるために必要である。従って、分析方法の文書化は、適切な文書管理の下に置かなければならない。各方法の写しには、発行番号 / 発行日、発行担当部署及び複製番号を示すことが望ましい。各分析方法の最新版が使用のために認可されていることを記録から確認できるようにしなければならない。
- 17.7 旧分析方法是廃棄されることが望ましいが、保管資料として保持する場合には、旧方法であることが明確になるようラベルを付けなければならない。新旧のデータが比較できるように改定方法と旧方法の性能の相違を明確にしておくことが望ましい。
- 17.8 方法が改定されると、妥当性確認も更新する必要がある。改訂は、サンプルサイズや試薬等を変更するだけの軽微な内容であったり、一方、根本的に異なる技術又は方法の使用等の重要な変更を伴う場合がある。求められる再妥当性確認のレベルは、方法の変更の度合いにより高くなる。

## 18 . 方法の妥当性確認

- 18.1 方法の性能特性が理解されることを確実にし、その方法が適用される条件下で科学的に健全であることを実証することを確実にするために点検を実施する必要がある。これらの点検は、一括して妥当性確認といわれている。方法の妥当性確認は、その方法が合目的性であることを系統的な試験所の検討により確立する。即ち、その性能特性は分析上の問題の必要性に沿った結果を出すことができる。重要な性能特性は以下を含む：

- ・ 選択性及び特異性(測定量の記述)
- ・ 測定範囲
- ・ 校正及びトレーサビリティ
- ・ かたより\*
- ・ 直線性
- ・ 検出限界 / 定量限界
- ・ 堅牢性
- ・ 精度

\* 化学測定分野によっては、かたよりの合計を表すために、他の分野では、回収率はかたよりのある要因に関係して使用される。

上記の特性は、相互に関係があり、その多くが総合的な測定の不確かさに寄与する。また、生じたデータは、妥当性確認の際に測定の不確かさを評価するために使用されることがある（16節及びC13参照）。

方法の妥当性確認の優良規範は、EURACHEM 指針(A3参照)に記述されている。上記の用語の幾つかの解釈については全員一致の合意はなく、それらの決定にあたって何の決まりもないことに留意する。従って、妥当性確認のデータを記述する際には、何に基づいたかを記述することを勧める。

18.2 使用者が特定の要求に対してその方法が適切であることを評価できるように、妥当性確認の範囲は、文書化された方法の中で明確に記述しなければならない。

18.3 標準の方法は、専門家のグループによって共同作業で開発及び妥当性確認される（C14-C19参照）。この開発には、妥当性確認に必要な全ての側面及び関連する不確かさが考慮されることが望ましい。しかし、方法の中に文書化された妥当性確認が、使用者の要求を十分に満足させるに足る完全なものであることを確実にする責任は使用者にある。妥当性確認が完全であっても、更に使用者が文書化された性能特性（例えば、真度及び精度）が自試験所で満足しうることを検証する必要がある。

18.4 上述のように、用語及び方法の妥当性確認のプロセスに関連する異なる意見がある。以下の説明は、この指針の他の部分にある説明を補足するもので、決定的な見解でなく指針のつもりである。

18.5 方法の選択性は、複雑な混合物中の特定の分析対象成分を、その混合物中の他の組成からの妨害を受けることなく測定することができる度合いを指す。分析対象成分又は分析対象成分のグループについて選択的である方法は、固有であると言われる。方法の適用性は、純粋な測定標準から複雑なマトリックスを有する混合物までの範囲の種々の試料を使用して検討することが望ましい。各々の場合に、分析対象成分の回収率を測定し、疑わしい妨害の影響を正当に記述することが望ましい。手法の適用制限は、方法の中で文書化することが望ましい。この作業は、実施された測定量の明瞭な説明をできるようにする。

#### 18.6 範囲

定量分析に対して、方法の適用範囲は、異なる分析対象成分濃度の試料を分析し、かつ許容可能な不確かさを達成することができる濃度範囲を決定することにより決まる。適用範囲は、一般に直線性が得られる範囲より広く、種々の分析対象成分濃度の多くの試料を分析し、通常、最小二乗法を使用して結果から回帰を計算することで決定する。濃度に対する分析対象成分の応答の関係は、その方法の有効範囲内で完全に直線である必要はない。良好な直線性を示す方法では、通常、5点の異なる濃度レベ

ルで測定標準（+ブランク）を使用して検量線をプロットするだけで十分である。直線性が劣る場合は、より多くの測定標準を必要とする。定性分析においては、検出と不検出（18.8項）の間の信頼できるカットオフ点をどの濃度で得ることができるかを求めるために、ある一定濃度の範囲で繰返し試料及び測定標準を分析することが一般的である。

- 18.7 定量分析における直線性は、分析対象成分濃度がその方法の適用範囲を超える試料の測定により決定する。その結果を用いて、最小二乗法で回帰線を計算する。その方法が特定の範囲で直線性が得られれば良いが、絶対的要求事項ではない。特定の方法で直線性が得られない場合は、計算のための適切なアルゴリズムを決定することが望ましい。
- 18.8 定性分析では、ある濃度以下では陽性確認が信頼できなくなる‘いき値’が存在するようである。応答範囲は、試料ブランク及び一定の範囲の分析対象成分レベルを含有する試料からなる一連の試料及び測定標準を分析することによって試験することが望ましい。各濃度レベルで、およそ10回の繰返し測定が必要である。濃度に対して陽性（又は陰性）結果の割合を示す応答曲線を作成することが望ましい。これから、試験が信頼できなくなる‘いき値’濃度を決定することができる。以下に示す例では、分析対象成分の陽性確認は、100 µg/gを下回ると、100%の信頼性ではなくなる。

例:

濃度(µg/g)	繰返し試料数	陽性/陰性
200	10	10/0
100	10	10/0
75	10	5/5
50	10	1/9
25	10	0/10
0	10	0/10

- 18.9 分析対象成分の検出限界は、ブランク測定試料の繰返し分析によって決定され、その応答が平均ブランク応答の標準偏差の3倍に相当する分析対象成分濃度である。その値は、試料の種類によって異なるようである。
- 18.10 定量限界は、不確かさの許容できるレベルで定量することができる分析対象成分の最小値である。それは適切な測定標準又は試料を使用して確定することが望ましい。即ち、それは、通常検量線の一番低い点である（ブランクを除く）。外挿によって決定するべきではない。種々の慣習で、定量限界をブランク測定の標準偏差の5,6倍又は10倍の値としている。

#### 18.11 堅牢性

ときに頑健性とも呼ばれる。異なる試験所が同じ方法を使用する場合、その方法の性能に重大な影響を及ぼすか、又は及ぼさないかもしれない手順における小さなバラツキが必然的にある。方法の堅牢性は、その方法に意図的に小さな変化を与え、その結果を検査することによって試験する。非常に多くの要因を考慮する必要があるが、これらの多くがほとんど影響がないので、一度に幾つかを変えることが通常可能である。堅牢性は、通常、他の試験所が共同作業する前に親試験所によって評価される。

- 18.12 測定システム（方法）のかたより（ときに回収率と呼ばれる）は、測定システムの系統的な誤差である。かたよりの推定及び回収率に関連する問題は、15.4項で議論されている。

かたよりを評価することに加えて、そのかたよりに関連する測定の不確かさを推定すること及び測定の不確かさの全ての要因を考慮した推定にこの要素を含むことも重要である。

- 18.13 方法の精度は、相互に独立した試験結果の間の一致の度合いに対する表現であり、通常は標準偏差によって表現される。一般に、分析対象成分の濃度に依存し、この依存性を測定し文書化することが望ましい。精度は、それが計算された条件により、異なる方法で表現することができる。繰返し性は、繰返し条件（即ち、同一方法、同一物質、同一作業員、同一試験所、短時間）による測定に関係する精度の種類である。再現性は、再現条件（即ち、同一方法、異なる作業員、異なる試験所、異なる装置、長時間）による測定に関係する精度の概念である。精度は測定の不確かさの一つの成分である（16節参照）。

- 18.14 精度についてのこれらの表現は、定量分析に関係する。定性分析は、少し異なる方法で扱うことができる。定性分析は、事実上分析対象成分のいき値での検出/不検出の測定である。定性分析では、精度は標準偏差又は相対標準偏差として表現することはできないが真率及び誤りプラス（及びマイナス）率として表現することができる。これらの率は、いき値レベルの下、いき値レベル及びいき値レベルの上の多くの濃度で決定することが望ましい。もし、適切な方法が利用できる場合は、比較確認の方法のデータを使用することが望ましい。そのような方法が利用できない場合は、スパイク及び非スパイクのブランク試料を分析することができる。

$$\% \text{ 誤りプラス} = \text{誤りプラス} \times 100 / \text{合計既知マイナス}$$

$$\% \text{ 誤りマイナス} = \text{誤りマイナス} \times 100 / \text{合計既知プラス}$$

- 18.15 確認は、時には繰返し性と混同される。繰返し性では、一つの手法により数回測定することを必要とするが、確認は、二つ以上の手法で測定することを必要とする。確認は、試験に使用される手法の信頼性を向上させ、追加の手法がかなり異なる原理である場合、特に有用である。例えば、ガスクロマトグラフィによる未知の有機

化合物の分析において、幾つかの適用例では、確認手法の使用が不可欠である。

## 19 . 校正

- 19.1 校正は、特定の条件下で測定機器又は測定システムの示した定量値、又は物質測定が示した値と標準（VIM-B6参照）によって得られた対応する値との間の関係を確立する一連の作業である。校正を実施する通常の方法は、既知量の物質を（例えば、測定標準又は標準物質）を測定プロセスに供し、測定器の応答を監視することである。標準物質に関するより詳細な情報は次の節に示す。
- 19.2 化学試験所の校正に関する総合的なプログラムは、試験又は校正結果に重要な影響を与える全ての測定値が測定標準、好ましくは標準物質のような国家又は国際測定標準にトレーサブルであることを確認できるように立案する。この測定標準は、標準物質のような国家又は国際測定標準であることが望ましい。適切で又可能な場合、認証標準物質を使用することが望ましい。正規に指定された測定標準が使用できない場合は、適切な特性及び安定性をもつ物質を試験所が選定又は調製し、試験所測定標準として使用することが望ましい。この物質の必要な特性については、繰返し試験により、好ましくは、2つ以上の試験所によって、妥当性確認された種々の方法(ISOガイド35:C6参照)を使用して値付けすることが望ましい。〔→5.6.2.1.2〕
- 19.3 分析試験は、必要な校正の種類によって一般的なクラスに分類することができる。
- 19.3.1 ある分析試験では、重量法による重量測定及び滴定法による容積測定などの物理特性の測定に密接に依存する。これらの測定値は試験結果に重要な影響を及ぼすので、これらの量に関する適切な校正プログラムが不可欠である。加えて、化学標準の純度又は濃度を確定するために使用される測定器機の校正を考慮する必要がある。〔→5.6.2.2.〕
- 19.3.2 試験が引火点のような試料の実験値を測定するために行われる場合は、装置は国家又は国際標準方法に規定されていることが多く、入手できるならば、トレーサブルな標準物質を校正目的のために使用することが望ましい。〔→5.6.2.2〕新装置又は新たに取得した装置は、規定された設計、性能及び寸法要求事項への適合性を確認するために、使用する前に、試験所が自ら検査しなければならない。
- 19.3.3 通常の測定操作の一部として校正が必要であるクロマトグラフと分光計等の機器は、既知組成の標準物質（純化学薬品の溶液でも可）を使用して校正することが望ましい。〔→5.6.2.2.2〕
- 19.3.4 場合によっては、分析プロセス全体の校正は、試料の測定値と適切な標準物質を試料と同じ全分析プロセスを通して得られた結果と比較することにより行うことができる。標準物質は、既知の（及び好ましくは認証された）純度の物質から試験所で調製した合成混合物、又は購入した認証組成標準物質のどちらでも良い。しかし、

そのような場合は、マトリックスの性質の点で、測定用試料及び組成標準物質との間の密接な一致及び分析対象成分の濃度が保証されていなければならない。

〔→5.6.2.2.2〕

- 19.4 しかし、多くの場合、校正は最終測定段階でのみ実施される。例えば、ガスクロマトグラフ法の校正は、種々の濃度の分析対象成分の合成溶液である一連の測定標準を使用して行われることがある。このような校正は、試料調製及び抽出又は誘導体化の段階で発生する汚染や損失などの要因を考慮していない。従って、全測定プロセスを通して組成標準物質又はスパイクされた試料を使って、潜在的な汚染及び損失の問題を調査すること及び日々の校正手順及び品質管理点検をしかるべく立案することが方法の妥当性確認のプロセスに不可欠である。（15.4項も参照）
- 19.5 個々の校正プログラムは分析の特定要求事項に応じて確立する。また、意図的又はその他のいずれかに関わらず装置が停止した後、及びサービス又は他の本格的な保守後に、機器校正がなされていることを点検する必要がある。〔→5.5.9〕 校正のレベル及び頻度は、従前の経験に基づくことが望ましく、少なくとも製造者が推奨したレベル及び頻度であることが望ましい。〔→5.5.10〕校正の手引きを付属書Bに示し、種々の単純な機器に対しては代表的な校正間隔を含み、及びより複雑な分析機器においては校正を必要とするであろうパラメータを示している。必要とされる校正の頻度は、測定システムの安定性、要求される不確かさのレベル及び作業の重要度による。
- 19.6 校正を行う手順は、特定の分析方法の一部として又は一般的校正文書として、適切に文書化する。その文書には、校正の実施方法、校正が必要な頻度、校正失敗の場合に講じるべき措置を示すことが望ましい。物理的測定標準の再校正の頻度も示すことが望ましい。〔→5.6.2.1〕

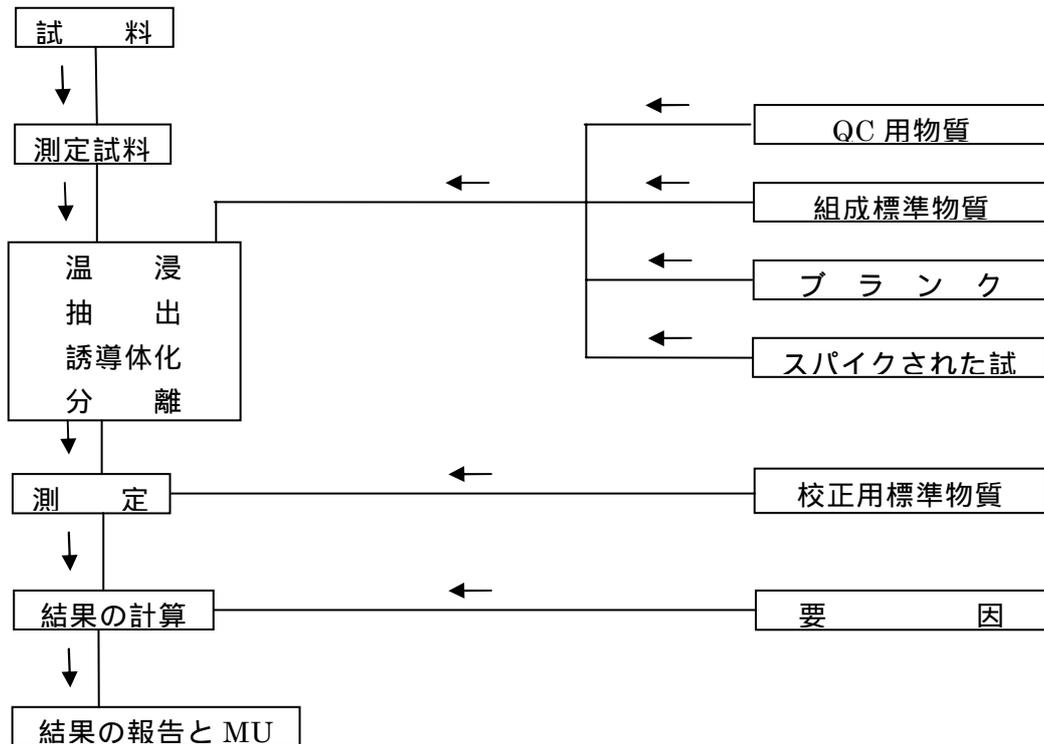


図 1

19.7 容積測定用のガラス器具の校正には、通常、特定の温度と特定の溶媒が関係する。ガラス器具が他の溶媒に使用される時は、密度、ぬれ特性、表面張力等が異なるために、校正はほとんど有効ではない。これは、特に一定量を量りとるために校正された容積測定用のガラス器具にあてはまる。他の容積測定用装置は、熱膨張率が高い溶媒を使用する時に影響を受ける。そのような状況では、ガラス器具は適正な温度で分析に使用する溶媒を使用して、再校正することが望ましい。代わりに、高い精確さを得るためには、測定は容積より質量で行うことが多い。

19.8 図 1 は、代表的な分析プロセスであり、方法の妥当性確認及び品質管理に関する校正の役割を説明する。

## 20 . 標準物質

20.1 標準物質に関するISOガイドシリーズが利用できる（C1 – C6参照）。

20.2 標準物質及び認証標準物質は 3 節に定義がある。標準物質及び認証標準物質は、校正、方法の妥当性確認、測定の検証、測定の不確かさの評価のため、及び教育・訓練の目的で使用される。

- 20.3 標準物質は、純物質の標準物質、組成標準物質及び溶液又は混合物を含む様々な形態をとる。以下は全て標準物質の例である。
- ・ 95%純度の塩化ナトリウム；
  - ・ 1% (w/v) 硫酸銅(II)及び2% (w/v) 塩化マグネシウムを含有する水溶液；
  - ・ 特定の重量分布範囲をもつ粉体ポリマー；
  - ・ 150-151 の範囲に融解する固体結晶；
  - ・ 既知量のビタミンCを含有する乾燥粉ミルク
- 20.4 多種の分析に対して、校正は既知の純度及び組成の化学薬品から試験所内で調製した標準物質を使用して行うことができる。〔 5.6.3.2〕ある化学薬品は、純度を指定する製造者の証明書付きで購入することができる。代わりに、純度の表示はあるが、認証されていない化学薬品を信頼できる供給者から購入することもできる。供給者が誰であれ、その物質の品質が満足なものであることを検証することは使用者の責任である。時には、追加の試験を試験所が実施する必要がある。通常、化学薬品の新規納入バッチを旧バッチに照らして点検することが望ましい。〔 5.6.3.2〕理想的には、標準物質の目的で使用する全ての化学薬品は、実証された品質保証システムを有する製造者から購入することが望ましい。しかし、品質保証システムは製造者の製品の品質を自動的に保証するものではないので、試験所は重要な物質の品質を確認するためのあらゆる妥当な手段を講じることが望ましい。特に微量成分分析においては、妨害が生じる不純物の管理が重要である。保管及び使用期限に関する製造者の勧告には十分な注意を払うことが望ましい。更に、供給者は、いつも全ての不純物についての情報を提供するわけではないので注意が必要である。
- 20.5 適切な標準物質を使用すれば、完全なトレーサビリティを確保することができ、分析者は結果の精確さを実証し、装置及び方法を校正し、試験所の性能を監視し、かつ方法を実証することができる。また、標準物質を仲介（測定）標準として使用することによって方法の比較もできる。それが適切な場合には、標準物質の使用を強く奨励する。
- 20.6 純物質の標準物質の純度の不確かさは、その方法の他の面に関連する不確かさとの関係において考慮する必要がある。理想的には、校正目的で使用される標準物質に関連する不確かさは、全体の測定の不確かさの3分の1を越えないことが望ましい。  
〔 5.6.3〕
- 20.7 認証標準物質の組成は、試料の組成に可能な限り近いことが望ましい。マトリックスの妨害がある場合には、理想的には、信頼できる方法で認証された同等の組成標準物質を使用して実証することが望ましい。かかる物質を入手できない場合には、標準物質としてスパイクされた試料を使用しても良い。〔 5.6.3.1〕
- 20.8 使用する認証標準物質は技術的に妥当な方法で製造され、値付けされていることが重

要である。認証標準物質の使用者は、全ての物質が同じ厳密さの程度で妥当性確認されているとは限らないことを認識することが望ましい。均一性試験、安定性試験、認証で使用された方法の詳細、及び指定された成分値の不確かさと変動値は、通常、製造者から入手できるので、システムを判定するために使用することが望ましい。標準物質には、認証値の不確かさの見積もりを含む証明書を添付しなければならない。（16節参照）〔 5.6.3.1〕ISO ガイド34（C5参照）及びILACガイド（B15参照）は、標準物質生産者の能力に対する基準を扱っている。これらのガイドは、標準物質生産者の将来の評価のための基礎を提供することがある。

- 20.9 標準物質及び認証標準物質には、ラベルを付けて明確に識別し、添付された証明書又は他の文書と対照して参照し易くしておくことが望ましい。使用期限、保管条件、適用範囲、使用制限を示す情報も添付しておくことが望ましい。試験所内で調合した標準物質（例えば、溶液）は、ラベルを付ける時には試薬と同じ扱いをすることが望ましい。（14.2項参照）〔 5.6.3.4〕
- 20.10 標準物質及び測定標準は、汚染又は劣化を防ぐように取扱うことが望ましい。職員の教育・訓練手順書には、これらの要求事項を反映することが望ましい。〔 5.6.3.4〕

## 2 1 . 品質管理及び技能試験

- 21.1 「品質管理」と「品質保証」という用語の意味は背景によって異なることが多い。実際に品質保証という用語は、品質を調整するために試験所が講じる総合的な措置に関係するが、品質管理は個々の試料又は試料のバッチの品質に関係する個々の措置を表している。
- 21.2 品質システムの一部として、及び日々の及びバッチ毎の分析性能を監視するために、試験所は適切なレベルの内部品質管理（QC）点検を実施し、かつ可能な場合、適切な技能試験スキーム（外部QC）に参加しなければならない。QCのレベル及び種類は、重要性、分析の内容、分析の頻度、バッチの大きさ、自動化の程度及び試験の難易度と信頼性によって異なる。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕
- 21.3 内部QC  
これは、ブランク、測定標準、スパイクされた試料、ブラインド試料、繰返し分析及びQC試料の使用を含む様々な実施形態をとる。特にQC管理試料をモニターするために管理図の使用を推奨する(C20-22参照)。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕
- 21.3.1 採用するQCのレベルは、結果の妥当性を確実にするために十分でなければならない。プロセス内の各種変動値を監視するために各種の品質管理を使用することができる。試料のバッチにおいて間隔をおいてQC試料を分析することにより、システムの変動傾向が分かる。種々のブランクを使用すれば、分析対象成分からの寄与に加えて機器への寄与も明らかになる。繰返し試料の分析は、ブラインド試料の分析

と同様に繰返し性の点検となる。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕

21.3.2 QC試料は、十分に安定であり、長期間にわたって分析のために利用できるほど十分な量を確保している代表的な試料である。長期間にわたる、分析プロセスの性能のランダムな変動値は、QC試料の分析値をモニターし、通常、管理図にプロットすることにより監視できる。QC試料の値が許容できる範囲内である限り、QC試料と同じバッチの試料の結果は信頼できるとみなすことができる。QC試料から得られた値が許容範囲内かどうかを分析プロセスで可能な限り早急に検証して、システム不具合の状態のまま、信頼性のない試料分析を続けるというような無駄な努力を少なくするようにすることが望ましい。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕

21.3.3 方法の信頼性及び作業の重要性を考慮してリスクアセスメントに基づいて、品質管理の適切なレベルを設定し、妥当なものにすることは、分析者の責任である。ルーチン分析については、5%の内部QCのレベルが妥当と認められてきた。即ち、20試料中1試料はQC試料であることが望ましい。しかし、大量の試料処理量を扱う安定的なルーチン分析の場合は、QCのレベルを低くしても妥当である。より複雑な手順では、20%のレベルは普通で、時には50%のレベルでさえ必要な場合がある。稀に実施する分析については、全面的なシステムの妥当性確認をその都度実施することが望ましい。これには、試料とスパイクされた試料（既知量の分析対象成分を意図的に添加した試料）の繰返し分析に従って、一般的に分析対象成分の濃度が認証された又は既知の標準物質の使用が必要である。より頻繁に実施する分析については、管理図及び検定用試料の使用を組み込んだ系統的なQC手順に従うことが望ましい。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕

#### 21.4 技能試験（外部QC）

自らの要求事項及び他の試験所の基準の双方に対して分析試験所の能力を監視する最善の方法の一つは、定期的に技能試験スキームに参加することである（C7参照）。技能試験は、試験所間の繰返し性及び再現性だけでなく、系統誤差、即ち、かたよりを明確にすることにも役立つ。技能試験及び他の種類の相互比較分析は、国内及び国際レベルで品質を監視する重要な手段として受け入れられている。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕

21.5 認定機関は、試験所の能力及び審査プロセス自体の有効性の客観的証拠として、これらのスキームの利点を認めている。可能な場合、試験所は、国際的な規格（C7参照：ISO/IEC Guide 43）に従って運営している技能試験スキームを選択し、品質の明白な証拠を、例えば、認定又は他の同等性審査（B16参照：ILAC G13）により持つことが望ましい。認定された試験所は、通常、品質保証プロトコルの不可欠な部分として技能試験（適切なスキームがある場合）に参加することを要求している。力量のチェックの手段として技能試験の結果を監視し、必要に応じて是正処置を講じることは重要である。〔 5.9 試験・校正結果の品質の保証〕

## 22 . コンピュータ及びコンピュータ制御システム

22.1 化学試験を行う試験所のコンピュータには、以下を含む様々な用途がある。

- ・ 重要な環境条件の管理
- ・ 在庫の監視及び管理
- ・ 校正及び保守スケジュール
- ・ 試薬及び測定標準の在庫管理
- ・ 統計的実験の設計及び実施
- ・ 試料の入手予定及び作業処理量の監視
- ・ 管理図の作成
- ・ 試験手順の監視
- ・ 自動化機器の管理
- ・ 手操作又は自動化によるデータの取得、保管、検索、処理
- ・ 試料及びライブラリーデータの照合
- ・ 試験報告書の作成
- ・ ワードプロセッシング
- ・ コミュニケーション

22.2 インターフェース及びケーブルは、コンピュータの種々の部分間又は種々のコンピュータ間を物理的に接続するものである。インターフェース及びケーブルは、データ転送の速度及び品質に重大な影響を及ぼすので、特定の用途に合うように選定することが重要である。

22.3 化学試験を行なう環境は、コンピュータの操作及び磁気媒体の保存にとって好ましくない。通常、取扱説明書に注意が示されているが、化学的汚染、微生物的汚染又はダストによる汚染、熱、湿気及び磁場に起因する損傷を避けるように特別に注意することが望ましい。 [ 5.5.12 ]

22.4 最初の妥当性確認では、可能な限りコンピュータ操作の多くの側面を検証することが望ましい。コンピュータの用途を変更したり、又は保守点検後、又はソフトウェアの更新後の場合は、同様の点検を行うことが望ましい。化学試験に関連するデータの収集及び処理のためにコンピュータを使用する場合、その機能の妥当性確認のためには、既知の分析値をインプットしてみて、コンピュータが予想通りの答えを出すなら、正しい操作であるとするだけで通常は十分である。計算を実行するコンピュータのプログラムは、手計算の結果と比較することによって妥当性確認することができる。特定のパラメータの一連の値をインプットする時は、入力ミスの発生に注意することが望ましい。 [ 5.4.7 ] 化学試験において、データ収集及び処理機能を適切に点検するには、定期的繰返し点検のために使用する品質管理用物質等の二次測定標準を用いるのと併せて、最初の妥当性確認のために用いた認証標準物質を使用する。製造者の勧告を考慮することが望ましい。特定のシステムに使用した妥当性確認の手順及び妥当性確認の過程で記録したデータを文書化することが望ましい。おもとの信号を発生す

る分析機器と切り離してこれらのシステムを妥当性確認することが困難な場合がある。化学測定標準又は標準物質を使用することによって、通常はシステム全体を一度に妥当性確認する方法は認められる。典型的な用途の実例を用いて、妥当性確認を説明することは実用的である。〔 5.4.7〕

- 22.4.1 ワードプロソフトは、広範で様々な文書を作成するために試験所で広く使用されている。試験所は、承認されていない報告書又は他の文書の作成を防止するためにワードプロソフトの使用を十分な管理で確実にすることが望ましい。最も単純な場合、コンピュータが電子タイプライター代わりに使用されている場合には、妥当性確認は、ハードコピーを手操作で点検することで達成される。より高度なシステムでは、データが読み込まれ、処理されて、予め設定されたフォーマットで自動的に報告書が作成される。そのようなシステムでは、追加の点検が必要であろう。
- 22.4.2 マイクロプロセッサ制御機器は、通常機器のスイッチが入った時に起動する自己点検ルーチンをもっており、かつ全ての周辺装置の認識及び点検も含まれる。ソフトウェアにはアクセスできないことが多い。ほとんどの状況下で、妥当性確認は、既知のパラメータを使用して機器の機能の種々の面を試験することにより実行することができる。例えば、標準物質、物理又は化学測定標準又は品質管理用試料を試験することによる。
- 22.4.3 データの取扱又は処理システム、統合システム 分析機器からの出力信号は、処理する前に、通常、アナログ/デジタル変換器を使用してデジタル信号に変換する必要がある。次にデジタル化されたデータはソフトウェアアルゴリズムによって認識できる信号に変換される(システムに応じて数字、ピーク、スペクトル)。アルゴリズムは、プログラムされた命令に従って種々の決定を行う(ピークがどこから始まり、終わるか、又は数字を切り上げるべきか、切り下げるべきかの決定等)。アルゴリズムは、予期しない性能の共通ソースであり、アルゴリズムが行う決定の背後にあるロジックを試験することで妥当性確認することが望ましい。
- 22.4.4 コンピュータ制御自動システム  
これは、同時に又は制御された時間で作動する上記の例の1つ又はそれ以上の処理を含む。そのようなシステムでは、通常、無人で作動できることの前に、満足な作動(極端な状況下での性能を含む)かを点検することにより、及びシステムの信頼性を確認することにより妥当性確認される。妥当性確認は、個々のコンポーネントの妥当性確認及び個々のコンポーネントと制御するコンピュータ間の通信に関する総合点検を加えて構成されることが望ましい。審査はシステムの誤動作の可能性のある要因について行うことが望ましい。考慮すべき重要な事項の1つは、コンピュータ、インターフェース及び接続ケーブルが必要な仕事に対して十分な能力をもつことである。システムの一部に過負荷があれば、その作動が遅くなり、或いはデータが失われる場合がある。作動が時間順にルーチンを含む場合は、重大な結果と

なりうる。可能な場合、制御ソフトウェアは、かかる誤動作及びタグ付きデータを確認及び注目することで設計することが望ましい。品質管理用試料及び標準物質を試料バッチの間で使用することで、日々、正しい性能を十分に監視することが望ましい。計算ルーチンは、既知のパラメータ値を用いて試験することにより点検することができる。データの電子伝達は、伝達時に欠落が生じなかったことを確実にするために点検することが望ましい。これは、“検証用ファイル”を使用によってコンピュータ上でできるが、実際には、いつもデータのハードコピーによる伝達のバックアップをしておくことが望ましい。

22.4.5 試験所情報マネジメントシステム(LIMS) LIMSシステムは、試験所の活動を運営管理する方法として益々一般化している。LIMSは、分析機器から直接に受信するデータの電子的照合、計算及び配信配布を可能にするソフトウェアを用いるコンピュータベースのシステムである。ワードプロセッシング、データベース、スプレッドシート及びデータ処理能力を組み込んでおり、様々な機能を実行することができる。試料の登録とトラッキング、試験割当と配分、ワークシートの作成、データの変換、品質管理、財務管理、報告書作成を含む。LIMSの操作は、試験所内だけに限られる場合と、会社全体のコンピュータシステムの一部を構成する場合とがある。情報は、手作業で入力されるか、又は分析機器又はバーコードリーダー等の他の電子装置から直接ダウンロードされる。情報は、電子的に又はハードコピーとして出力することができる。電子的出力は、生データ又は組織内若しくは多分モデムや電子メールを経由して送信された遠隔の他のコンピュータに取り込まれた処理後のデータから構成される。同様に、情報はディスクにダウンロードできる場合がある。データがあるシステムから別のシステムに転送される場合、システムの不適合性又は情報のフォーマットし直しの必要性からデータの欠落のおそれがある。よく設計されたシステムでは、試料登録から最終報告書の作成に至るまで高レベルの品質保証を達成できるようにしている。特定の妥当性確認の要求事項には、種々の機能へのアクセスのマネジメントを含む。また監査は目録変更及びファイルマネジメントへ追跡をする。データが電子的に伝達される場合、データの欠落及び不正なアクセスから保護するために安全点検を組み込む必要がある。

## 2 3 . 試験所の監査及び見直し

23.1 用語については3.6項を参照。

23.2 品質マネジメントに重要なことは、試験所の経営者自らによる品質システムの定期的な再調査である。一般に品質システムの全てにわたって少なくとも年に一度は調査することが望ましい。システムは、二つの方法で検査することが望ましい。第一に、適切で矛盾のない実施を可能にするためにシステムが十分に文書化されていること、及び職員が記述されたシステムに実際に従っているかを確実にするために調査することが望ましい。この調査は、一般に内部監査として知られている(認定機関又は認証機関が行う外部監査又は審査に対して)。第二に、システムが試験所、その顧客或い

は該当するならば、品質マネジメント規格の要求事項を満たしているかどうかを判定するために調査することが望ましい。時間の経過と共に試験所とその顧客のニーズは変化するので、品質システムはその目的を継続して満たすことができるように発展させることが望ましい。この二番目の種類の調査は、一般に見直しとして知られ、少なくとも年に一度実施されることが望ましい。それは、試験所の経営者によって実施され、内部監査の結果、外部審査、技能試験スキームへの参加、内部品質管理検討会、市場動向、顧客の苦情及び賛辞等を含む多数の情報源から情報を利用する。

- 23.3 監査及び見直しのプログラムは、通常、監査員がその業務に必要な正しい教育・訓練、指導及び権限を与えることを確実にする責任がある試験所の品質管理者が調整をする。監査は、通常、調査対象とする分析室以外の試験所の職員が実施する。これは、もちろん、職員数が少ない場合は不可能である。
- 23.4 監査は、二つの基本的方法で実施することができる。水平的な監査では、監査員は、例えば、校正又は報告書等の品質システムの一つの側面だけを詳しく調査する。垂直的な監査では、監査員は、一つの試料を選定し、受領から廃棄までの分析工程を追跡し、その試験に関係する品質システムの全ての側面を調査する。
- 23.5 化学試験所の品質監査で調査すべき詳細項目を記載したチェックリストを本指針の付属書 A に掲げた。
- 23.6 マネジメント・レビューは、定期的な間隔で実行することが望ましい。通常、年に一度で十分あるが、認定範囲の広い試験所においては、レビューを一年間で調査できるように適切に分割する必要がある場合がある。年次レビューの対象とすることが望ましい課題には、品質システム及び分析品質、内部監査、是正処置及び予防処置、顧客フィードバック及び苦情に影響を及ぼす課題を含む。

## 参考文献 / 引用規格

次の節では、役立つ参考文献（細節A、B、C – 本文参照 - ウェブサイトアドレス（D）、引用規格（E））を紹介している。

### A. CITAC 及び EURACHEM ガイド

(CITAC [www.citac.ws](http://www.citac.ws) 及び EURACHEM [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org) で入手できる。)

1. Quality Assurance for Research and Development and Non-Routine Analysis ( 研究開発及びノンルーチン分析に関する品質保証 ) : 1998 (CITAC/EURACHEM)
2. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement ( 分析測定における不確かさの定量化 ) : 2000 (CITAC/EURACHEM) (see also website ref D12)
3. The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics ( 分析方法のための適応度 : 方法の妥当性確認への試験所ガイドと関連トピック ) : 1998 (EURACHEM)
4. Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement ( 分析測定における回収率の情報の使用に関する整合性調整をしたガイドライン ) : 1998 (EURACHEM/IUPAC/ISO/AOACI)
5. Selection, Use & Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories ( 試験所による技能試験スキームの選定、利用及び解釈 ) : 2000 (EURACHEM)
6. CITAC Policy Statement on Traceability in Chemical Measurement( 化学測定におけるトレーサビリティに関するCITAC方針宣言 ) : 2000
7. CITAC/EURACHEM Guide on Traceability in Chemical Measurements( 化学測定におけるトレーサビリティに関するCITAC/EURACHEMガイド ) : 2002 (作成中)

### B. 主要参考文献

1. ISO/IEC 17025:1999 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項
2. ISO 9000:2000 品質マネジメントシステム - 基本及び用語集
3. OECD Principles of Good Laboratory Practice: 1998 (Code: ENV/MC/CHEM (98)17 download: <http://www1.oecd.org/ehs/ehsmono/01E88455.pdf>)
4. ISO/IEC Guide 2:1996 Standardization and related activities - General vocabulary (現在ISO17000として改定作業中)
5. ISO 9001:2000 Quality Management Systems - Requirements
6. International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM) - 2 nd edition 1993 (ISO/BIPM/IEC/IFCC/IUPAC/IUPAP/OIML)
7. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO Geneva Switzerland, 1995.
8. Meeting the Measurement Uncertainty and Traceability Requirements of ISO/IEC 17025 in Chemical Analysis" - B King, Fresenius Journal, 2001
9. The selection and use of reference materials - A basic guide for laboratories and accreditation

bodies - draft EEEE/RM 2002 - prepared by B King 2000

10. Position of third party quality assessment of reference materials and their production  
EEEE/RM/069 rev 1: Draft 2001
11. APLAC Policy and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing –  
Draft April 2002
12. ILAC P10: 2002 ILAC Policy on Traceability of Measurements Results
13. ILAC G8: 1996 Guidelines on Assessment and Reporting of Compliance with Specification
14. ILAC G9: 1996 Guidelines for the Selection and Use of Certified Reference Materials
15. ILAC G12: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference material  
Producers
16. ILAC G13: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of  
Proficiency Testing Schemes
17. ILAC G15: 2001 Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17025
18. ILAC G17: 2002 Guidance for Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in  
Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025

注：地域認定機関の作成した他のガイドラインもここでは該当する(下記セクションD、No.7 ,  
8 , 9のウェブサイトアドレス参照)。更に、ほとんどの国家認定機関は、その要求事項  
を支援する手引きを発行している(通常ISO規格に基づいている)。

#### C. 他の参考文書 (ISO ガイド及び規格)

1. ISO Guide 30:1992 Terms and definitions used in connection with reference materials
2. ISO Guide 31:2000 Reference materials -- Contents of certificates and labels
3. ISO Guide 32:1997 Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials
4. ISO Guide 33:2000 Uses of certified reference materials
5. ISO Guide 34:2000 General requirements for the competence of reference material producers
6. ISO Guide 35:1989 (under revision) Certification of reference materials -- General and statistical  
principles
7. ISO/IEC Guide 43:1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 1: Development  
and operation of proficiency testing schemes and Part 2: Selection and use of proficiency testing  
schemes by laboratory accreditation bodies
8. ISO/IEC Guide 58: 1993 Calibration and testing laboratory accreditation systems – general  
requirements for operation and recognition. (To be replaced by ISO/IEC 17011 General  
requirements for bodies providing assessment and accreditation)
9. ISO/IEC Guide 62:1996 General requirements for bodies operating assessment and certification/  
registration of quality systems
10. ISO 78-2:1999 Chemistry -- Layouts for standards -- Part 2: Methods of chemical analysis
11. ISO/DIS 10576-1:2001 Statistical Methods - Guidelines for the evaluation with specified  
requirements Pt 1. General principles
12. ISO 3534 Statistics -- Vocabulary and symbols -- Parts 1, 2 and 3 (1999)
13. ISO/DTS 21748-2002 (under preparation) Guide to the use of repeatability and reproducibility

and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

14. ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 1: General principles and definitions  
ISO 5725-1:1994/Cor 1:1998
15. ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
16. ISO 5725-3:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
17. ISO 5725-4:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method
18. ISO 5725-5:1998 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method
19. ISO 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 6: Use in practice of accuracy values
20. ISO 7870:1993 Control charts - General guide and introduction
21. ISO 7966:1993 Acceptance control charts
22. ISO 8258:1991 Shewhart control charts.

#### D. 役に立つウェブサイトアドレス

1. CITAC - [www.citac.ws](http://www.citac.ws)
2. EURACHEM - [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org)
3. ISO - [www.iso.ch](http://www.iso.ch)
4. (ISO)REMCO - [www.iso.org/remco](http://www.iso.org/remco)
5. COMAR (Reference Material Data Base) - [www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)
6. AOAC - [www.aoac.org](http://www.aoac.org)
7. ILAC - [www.ilac.org](http://www.ilac.org)
8. APLAC - [www.ianz.govt.nz/aplac](http://www.ianz.govt.nz/aplac)
9. EA - [www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org)
10. BIPM - [www.bipm.fr](http://www.bipm.fr)
11. OECD – [www.oecd.org](http://www.oecd.org)
12. [www.mutrainig.com](http://www.mutrainig.com) (web based training on measurement uncertainty and accreditation)
13. [www.measurementuncertainty.org](http://www.measurementuncertainty.org) (MU forum/search engine – linked to Ref A2)

#### E. 引用規格

1. AOAC International - ISO 17025 and the Laboratory - An Introduction to Laboratory Accreditation: 2000
2. AOAC International - Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories - 3 rd Edition 2000 - F M Garfield, E Klesten, J Husch ISBN-0-935584-70-6
3. Crosby, Neil T; Patel, Indu, General principles of good sampling practice, Cambridge: Royal

- Society of Chemistry, 1995
4. Enell, J. W., "Which Sampling Plan Should I Choose?", *Journal of Quality Technology* 1984, 16(3), 168-171
  5. Garfield, F. M., "Sampling in the Analytical Scheme.", *J. - Assoc. Off. Anal. Chem.* 1989, 72(3), 405-411
  6. Gy, Pierre, *Sampling for analytical purposes*, Chichester : Wiley, 1998
  7. Horwitz, W., "Nomenclature for sampling in Analytical Chemistry", *IUPAC, Pure Appl. Chem.* 1990, 62(6), 1193-1208
  8. Horwitz, W., "Problems of Samplings and Analytical Methods", *J. - Assoc. Off. Anal. Chem.* 1976, 59(6), 1197-1203
  9. Horwitz, W., "Design, conduct and interpretation of method performance studies", *IUPAC Protocol*, 1994
  10. Kateman, G., Buydens, L., *Quality Control in Analytical Chemistry*, 2nd ed. New York: Wiley, 1993
  11. Keith, L. H., *Environmental Sampling and Analysis., A Practical Guide*, Lewis Publishers, Chelsea, MI, 1991
  12. Keith, L. H., *Principles of Environmental Sampling*, ACS, Washington DC, 1988
  13. Keith, Lawrence H (Ed), *Principles of environmental sampling*. 2nd ed, Washington, D.C. American Chemical Society c1996
  14. Kratochvil, B., Wallace, D., and Taylor, J. K., "Sampling for Chemical Analysis", *Anal. Chem.* 1984, 56(5), 113R-129R
  15. Miller, J.C.; Miller, J.N. *Statistics for Analytical Chemistry*, 4th ed Ellis Horwood 1998 16. Prichard, E, *Analytical Measurement Terminology - (UK's Valid Analytical Measurement Program, LGC Ltd) ISBN 0-85404-443-4, 2000*
  17. Prichard, E., *Quality in the Analytical Chemistry Laboratory*, ACOL, Wiley 1997
  18. Stoepler, Marcus (Ed), *Sampling and sample preparation: practical guide for analytical chemists* Berlin: Springer Verlag, 1997
  19. Taylor, B. N., Kuyatt, C. E., *Guidelines for evaluating and expressing uncertainty in NIST measurement results*, NIST technical note 1297, 1994, National Institute of Standards and Technology
  20. Taylor, J. K., "Quality Assurance of Chemical Measurements", Lewis Publishers, Michigan, 1987
  21. UK DTI VAM Programme - *General Guidelines for use with a Protocol for QA of Trace Analysis* 1998
  22. Youden, W. J., and Steiner, E. H., *Statistical manual of the Association of Official Analytical Chemists. Statistical techniques for collaborative tests. Planning and analysis of results of collaborative tests.* Washington DC: AOAC, 1975

## 頭文字語

よく使われる頭文字語を以下に挙げる。

AOAC - Association of Official Analytical Chemists (USA)

APLAC - Asia-Pacific Laboratory Accreditation Cooperation

BIPM - International Bureau of Weights and Measures

CCQM - Consultative Committee for Amount of Substance

CITAC - Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry

EA -European Cooperation for Accreditation

IEC - International Electrotechnical Commission

ILAC - International Laboratory Accreditation Cooperation

ISO - International Organisation for Standardisation

ISO/REMCO - International Organisation for Standardisation, Committee on Reference Materials

IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry

JCTLM - Joint Committee on Traceability in Laboratory Medicine

OECD - Organisation for Economic Cooperation and Development

OIML - International Organisation on Legal Metrology

**付属書 A.****品質監査 – 化学試験所に対して特に重要な事項****1. 職員**

- ) 職員は、学歴、学問的又は職業的な資格認定、経験及び自己の職務のOJTが適度に調和している。
- ) OJTは、可能な場合に必ず客観的である確立された基準に照らして行う。教育・訓練の最新の記録を保管する。
- ) 試験は、公認の分析者のみが実施する。
- ) 分析を行う職員の能力は、監査員が観察する。

**2. 環境**

- ) 試験所の環境は、実施する作業に適切である。
- ) 試験所のサービス及び施設は実施する作業に適切である。
- ) 潜在的に害のある作業は適切に仕分けされている。
- ) 試験所の区域は、実施する作業の品質が損なわれないことを確実にするよう十分に清浄で、整理されている。
- ) 実施する作業の品質を損なわないことを確実にするよう、試料の受領、調製、クリーンアップ及び測定区域を適切に区分けしている。
- ) 安全規制の遵守は、品質マネジメント規格の要求事項に合致している。

**3. 装置**

- ) 使用している装置は、その目的に適している。
- ) 主要な装置を適切に保守し、この保守の記録を維持している。
- ) 装置の使用のための適切な指示書が整備されている。
- ) 例えば、天秤、温度計、ガラス器具、計時器、ピペット等の重要な装置を固有に識別し、適切に校正し（適切なトレーサビリティで）、国家測定標準に対するトレーサビリティを実証する対応証明書又は他の記録が整備されている。
- ) 未校正の装置と混同しないこと、及び校正状態が使用者に対して明確であることを確実なものとするために、校正済みの装置に適切にラベルを付けるか又は他の方法で識別している。
- ) 機器の校正手順及び性能点検を文書化して、使用者が利用できるようにしている。
- ) 機器の性能点検及び校正手順は、適切な間隔で実施され、校正が維持され、かつ日々の性能が許容できることを示している。必要な場合、適切な是正処置を講じている。
- ) 校正、性能点検及び是正処置の記録を保持している。

**4. 方法と手順**

- ) 試験所内の方法は完全に文書化され、適切に妥当性確認され、使用のために許可されて

いる。

- ) 方法に対する別法は、適切に許可されている。
- ) 公表され、かつ正式の方法の写しを入手できる。
- ) 方法の最新版を分析者が入手することができる。
- ) 分析は指定された方法に従っている（指定された方法を守っている）。
- ) 方法は、校正及び品質管理に関する適切な助言のレベルを有している。
- ) 不確かさを推定している。

#### 5. 化学的及び物理的測定標準、認証標準物質及び試薬

- ) 試験に必要な測定標準は容易に入手できる。
- ) 測定標準は認証されているか、又は入手できる最善のものである。
- ) 作業測定標準及び試薬の調製を文書化している。
- ) 測定標準、標準物質及び試薬に適切にラベルを付け、適切に保管している。適宜、“開封”及び“利用”の日付を書く。
- ) 方法の性能を確認するために重要な測定標準及び試薬の新バッチは、使用の前に、旧バッチに照らして比較している。
- ) 正しい等級の物質を試験に使用している。
- ) 測定標準又は標準物質が認証されている場合、証明書の写しを検査のために利用できるようにしてある。

#### 6. 品質管理

- ) 各試験について品質管理が適切なレベルである。
- ) 管理図を使用する場合、性能は許容基準内に維持されている。
- ) QC点検用試料を必要な頻度で規定された手順によって試験しており、結果の最新の記録が存在しており、かつ結果が行動限界を超えた場合、処置を講じている。
- ) 試料のランダムな再分析からの結果が、最初の分析との許容可能な一致尺度を示している。
- ) 適宜、技能試験スキーム及び/又は試験所間比較における成績が満足のいくものであり、何らかの問題又は潜在的な問題を表面化させていない。
- ) 日々の品質管理に技能試験の成績に結び付く効果的なシステムがある。

#### 7. 試料の管理

- ) 試料の受領について効果的な文書化システムが存在し、分析依頼に対して試料を識別しており、分析の進捗、報告書の発行及び試料の行方（処分）を示している。
- ) 試料に適切にラベルが付けられており、保管されている。

#### 8. 記録

- ) ノート/ワークシート又は他の記録は、試験日、分析者、分析項目、試料の明細、試験

の観察、品質管理、全ての概略計算、機器の適切な記録及び適切な校正データを示している。

- ) ノート/ワークシートは、消すことができないようにし、誤記は消すか、又は削除するのではなく線を引いて消されており、かつ記録は分析者によって署名されている。
- ) 誤記を訂正する場合、変更箇所に訂正を行った者がトレーサブルであるようにする。
- ) 試験所には、データの転送及び計算を点検する手順をもち、それを運用している。

## 9. 試験報告書

) 報告書に示す情報は、規格と顧客の要求事項に合致しており、文書化された方法の中で作成された規定を反映している。

## 10. その他

- ) 文書化された手順は、質問、苦情及びシステムの不具合に対処するために機能している。
- ) 是正処置（システムの不具合の場合）及び予防処置の適切な証拠がある。両方について有効性が評価されている。
- ) 試験所の品質マニュアルは最新であり、関係する全ての職員が見ることができる。
- ) 適切性の検証を含む下請負契約作業に関する手順が文書化されている。
- ) ランダムな試料に関する垂直的な監査（試料のチェック、受領から報告書の発行までの試験に関連する全ての手順を調査する）が何らかの問題をも表面化させていない。

付属書B〔 付属書A〕

**校正間隔及び性能点検**

B1. 分析試験所で共通使用する装置の校正に関する指針及び他の機器の校正のための指針を表App B-1に示す。更に包括的な助言が文献にある。また、装置のマニュアルにもある。

表App B-1

機器の種類	検査の頻度	検査すべきパラメータ
(a) 天秤	使用に依存する	直線性、ゼロ点、精確さ(校正された分銅の使用)
(b) 容積測定用ガラス器具	使用に依存する	精確さ、精度、(ピペット/ビュレット)
(c) 比重計(実用標準)	年毎	比重計(参照標準)に対して一点校正
(d) 比重計(参照標準)	5年	既知の比重の測定標準を使用して一点校正
(e) 気圧計*	5年	一点
(f) タイマー(備考参照)	2年以下 使用に依存する	精確さ
(g) 温度計(参照標準)	5年、年毎	目盛り決定点(例、氷点)での臨界点
(h) 温度計	年毎、使用に依存する。	温度計(参照標準)に対して特定の点を検査

備考： \*を記されている機器は、通常、認定事業者で校正されるが、少なくとも国家測定標準に対するトレーサビリティを示すことが望ましい。

国内ラジオ時報信号又は電話時報信号は、時刻及び時間差の双方のトレーサビリティを有する校正の適切なソースである。水晶/電子機構を用いるタイマーは、旧来の機械式タイマーより、一般に、精確で安定であり、校正の頻度は少なくすむ。

B2. 下記にリストする機器の次の側面は、方法に応じて、検査することが必要な場合がある。

B2.1 クロマトグラフ(全般):

- ) 総合的なシステムの検査、サンプルの繰返し注入の精度、キャリアオーバー
- ) カラムの性能(保持能力、分離度、保持時間)
- ) 検出器の性能(出力、応答、ノイズ、ドリフト、選択性、直線性)
- ) システムの加熱/恒温性能(精確さ、精度、安定性、ランピング特性)
- ) オートサンプラー(時間的繰返し操作の精確さと精度)

B2.2 液体及びイオンクロマトグラフィ

- ) 移動相の組成
- ) 移動相の送液システム(精度、精確さ、無脈流)

B2.3 電極/計器システム(導電率、pH、イオン選択性を含む)

- ) 電極ドリフト又は応答の低下
- ) 化学的測定標準を使用して、固定点及びスロープの点検

B2.4 加熱 / 冷却器具 (凍結乾燥器、フリーザー、炉、熱風滅菌器、恒温槽、融点・沸点測定器具、オイルバス、オープン、蒸気滅菌器、ウォーターバスを含む)

- ) 適切な校正済温度計又はパイロプローブを使用して、温度検出器の定期的な校正
- ) 熱安定性、再現性
- ) 加熱 / 冷却の速度とサイクル
- ) 加圧又は真空の達成及び維持能力

B2.5 分光計と分光光度計 (原子吸収、蛍光測定、誘導結合プラズマ-発光、赤外線、ルミネセンス、質量分析計、核磁気共鳴、紫外 / 可視光及び蛍光X線を含む)

- ) 選択波長の精確さ、精度、安定性
- ) 光源安定性
- ) 検出器の性能 (分解能、選択性、安定性、直線性、精確さ、精度)
- ) S / N比
- ) 検出器の校正 (質量、ppm、波長、周波数、吸光度、透過率、バンド幅、強度など)
- ) 該当する場合、内部温度コントローラー及び表示器

B2.6 顕微鏡

- ) 解像力
- ) 種々の照明条件下での性能 (蛍光、偏光)
- ) グラティキュールの校正 (長さ測定のための)

B2.7 オートサンプラー

- ) タイミングシステムの精確さ及び精度
- ) シーケンスプログラムの信頼性
- ) 試料デリバリーシステムの精確さ及び精度

**付属書C**

ISO/IEC 17025:1999とISO/IEC ガイド25: 1990 の比較表 (この表はILAC G15:2001、ISO/IEC17025への認定ガイドラインを使用して作成)

省略