

「認定の基準」についての指針  
— 化 学 試 験 —

**JAB RL355 : 2018**  
(JIS Q 17025 : 2018 対応)

第 5 版 : 2018 年 10 月 1 日  
制定日 : 1998 年 11 月 19 日

公益財団法人日本適合性認定協会

## 目 次

「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	5
2. 引用規格	5
3. 用語及び定義	5
4. 一般要求事項	5
4.1 公平性	5
4.2 機密保持	5
5 組織構成に関する要求事項	5
6 資源に関する要求事項	6
6.1 一般	6
6.2 要員	6
6.3 施設及び環境条件	7
6.4 設備	8
6.5 計量トレーサビリティ	11
6.6 外部から提供される製品及びサービス	12
7 プロセスに関する要求事項	12
7.1 依頼, 見積仕様書及び契約のレビュー	12
7.2 方法の選定, 検証及び妥当性確認	13
7.2.1 方法の選定及び検証	13
7.2.2 方法の妥当性確認	14
7.3 サンプルング	15
7.4 試験・校正品目の取扱い	16
7.5 技術的記録	16
7.6 測定不確かさの評価	16
7.7 結果の妥当性の確保	17
7.8 結果の報告	20
7.9 苦情	20
7.10 不適合業務	20
7.11 データの管理及び情報マネジメント	20
8 マネジメントシステムに関する要求事項	21
8.1 選択肢	21
8.2 マネジメントシステムの文書化 (選択肢 A)	21
8.3 マネジメントシステム文書の管理 (選択肢 A)	21
8.4 記録の管理 (選択肢 A)	21
8.5 リスク及び機会への取組み (選択肢 A)	21
8.6 改善 (選択肢 A)	21
8.7 是正処置 (選択肢 A)	21

8.8 内部監査（選択肢 A）	21
8.9 マネジメントレビュー（選択肢 A）	22
附属書 A	23
附属書 B	24
表 B1 装置の校正とキャリブレーションチェックのガイダンス	25
表 B2 装置の妥当性確認と性能検証のガイダンス	27
「認定の基準」についての指針—化学試験— 附属書	30
EURACHEM/CITAC Guide “Guide to Quality in Analytical Chemistry” (QAC 2016) 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 17025:2018「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」を化学試験関連の試験所認定へ適用する際に使用する指針であり、JIS Q 17025:2018 の要求事項を越えるものではない。ここに書かれた指針は、JIS Q 17025:2018 の要求内容を、化学試験の特殊性に合わせて具体的かつ詳細に説明した内容であり、化学試験所が試験を適正に実施する際、並びに、認定審査員が審査する際に考慮すべき内容である。

## 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）が化学試験所の認定に使用していた 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。
- 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、ISO/IEC17025:1999 の箇条順に内容を並び替え、旧版の必要な部分を補充して第 2 版として改定した。
- JIS Q 17025:2005 が発行されたのを契機に、箇条及び表現を整合させて 2007 年 8 月 1 日に第 3 版として改定した。
- EURACHEM/CITAC Guide “Guide to Quality in Analytical Chemistry” (QAC 2016)（以下、EURACHEM/CITAC Guide QAC 2016 と記す）が 2016 年末に発行されたのを契機に、2017 年 9 月 1 日付で第 4 版として改定した。
- JIS Q 17025:2018 が 2018 年 7 月 20 日に発行されたのを契機に、箇条及び表現を整合させて 2018 年 10 月 1 日に第 5 版として改定した。

本文書で規定した指針は、附属書「EURACHEM/CITAC Guide “Guide to Quality in Analytical Chemistry” (QAC 2016)」(翻訳版)中から指針とするのに適切なものだけを抽出している(附属書の下線文章が該当する)。

JIS Q 17025:2018 の箇条番号を下線で示し、その後、採用した指針を示している。

指針の中で「...しなければならない。」、「...することが望ましい。」及び「...すべきである。」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。

「認定の基準」についての指針—化学試験—の附属書は、上記「EURACHEM/CITAC Guide QAC 2016」を本協会が翻訳したものである。JAB は、初版の段階に、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、その後改版される Guide に関しても許可されている。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。

## **JIS Q 17025:2018 「序文」**

4.3.1 ISO/IEC 17025の要求事項に従う試験所は、JIS Q 9001の基準を満たすQMSを運営することになる。そのため、JIS Q 17025の認定が適用される活動について、JIS Q 9001認証を別途受ける必要はない。しかしながら、組織は、財務、人的資源又は営業及びマーケティングなど、認定の適用外である非技術的活動に関する認証を受けることを選択できる。

4.5 試験方法の調査では、その試験方法が使用目的に対して技術的に適切であること、妥当性が確認されていること、明確に文書化されていること、及びそれらが管理下で実施されていること（例えば、QC管理図の使用）を確実にするために確認される。試験の実施にあたっては、文書化された手順が、一貫した解釈で誰もが実施できることを立会審査される。技能試験スキーム又は試験所間比較における試験所の評価結果も重要な焦点になる。評価項目には技術能力監査又は測定監査を追加することがある。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（accuracy）について許容可能なレベルを達成することが要求される。

4.6 使用する全ての手順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ことは試験所の責任である。審査プロセスは、手順が目的にかなっているかを調査する。

4.9 認定の利点は、試験所の業務の品質が顧客の信頼を得ることである。試験所の能力に関する要求事項を導入することにより、認定及び他の評価による承認が、世界に広く通用し、貿易で重要な役割をもつ。多くの試験所認定機関が、試験所認定制度の同等性を承認する相互承認協定（MLA）を欧州認定連合（EA）メンバーと、及び/又は国際試験所認定協力機構（ILAC）のもとで相互承認協定（MRA）に署名している。

## **JIS Q 17025:2018 「1. 適用範囲」**

## **JIS Q 17025:2018 「2. 引用規格」**

## **JIS Q 17025:2018 「3. 用語及び定義」**

## **JIS Q 17025:2018 「4. 一般要求事項」**

### **4.1 公平性**

### **4.2 機密保持**

#### **4.2.1**

10.10 要員は、秘密保持契約書に署名するべきである。

## **JIS Q 17025:2018 「5 組織構成に関する要求事項」**

### **5.5 a)**

10.1 管理主体（ラボラトリマネジメント）は、試験所内の異なる職位を特定し、機能組織図（組織図）に記録するべきである。

## **JIS Q 17025:2018 「6 資源に関する要求事項」**

### **6.1 一般**

### **6.2 要員**

#### **6.2.2**

10.2 継続的な品質改善を実現するため、試験所の現行及び今後予期される業務を考慮すべきである。

10.3 専門的業務（特定の種類の試験又はサンプリング）の遂行を求められている要員や試験報告書の発行及び／又は「意見及び解釈」を行う要員は、人為的ミスの防止など、業務に適した特別訓練を受ける必要がある。

他の上位要員は、通常同様の力量をもつ。要員が広範な分野で経験をもつか及び／又は活動の範囲が限定される場合には、下位の正式な資格でもよい。教育・訓練中の、又は関係する資格認定をもたない要員は、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。

11.5 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サンプリング実施者、又はその監督下で行うことが望ましい。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・訓練された要員である。

#### **6.2.3**

10.3 他の上位要員は、通常同様の力量をもつ。要員が広範な分野で経験をもつか及び／又は活動の範囲が限定される場合には、下位の正式な資格でもよい。教育・訓練中の、又は関係する資格認定をもたない要員は、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。

10.5 ラボラトリーは、特別な技術の背景となる原理及び理論の教育・訓練を行う。可能であるならば、客観的な尺度（性能基準）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。

10.9 臨時職員、契約による要員、研修生及びその他新規要員を雇用する場合は、力量及び該当する QMS 要求事項を理解させるために適切な手順によって教育・訓練することが望ましい。

#### **6.2.5**

10.6 教育・訓練記録の目的は、すべての要員が、適切に教育・訓練を受けたこと、及び特別の試験を行う力量が評価されたことの証拠を準備することである。場合によっては、力量についての証拠に対する限界を明記してもよい。記録には、通常、要員ごとに次の項目を含むことが望ましい。

- ・ 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：

- ・ QC及び／又はPTスキームへの参加（関連データを添付する）
- ・ 試験所内比較への参加
- ・ 方法の妥当性確認への協力
- ・ 刊行された技術論文及び学協会での発表

10.7 確立された分析方法の力量を記録することよりも、むしろ特定の測定技術面での力量を記録することがより適切な場合がある。

10.10 要員は、秘密保持契約書に署名すべきである。

### **6.2.5 f)**

10.5 継続的な教育・訓練プログラムは必ず実施され、文書化すべきである。例えば、QC及びPTで達成した成績をレビューすることにより、力量が維持されていることを監視すべきである。常時使用されていない分析法又は技術を使用する要員に限らず、定期的なすべての要員を再教育・訓練する必要性を考慮すべきである。管理主体（ラボラトリマネジメント）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すべきである。

## **6.3 施設及び環境条件**

### **6.3.1**

12.6 注記に加え、照明及び特定のサービス（例えばガスラインや水供給）も考慮することが望ましい。

### **6.3.3**

12.6 重要な環境条件を監視し、規定の限界内に維持すべきである。監視装置は適切に維持、検証及び／又は校正される必要がある。

12.7 環境条件の限界からの逸脱は、監視システム又は特定の分析の QC 結果によって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(細分簡条 18.13 参照)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。

それらはQMSの不適合としてフォローアップされるべきである。

### **6.3.4**

12.3 立ち入り制限が必要な代表的な例としては、爆薬、放射性物質、発がん性物質、法医学検査、PCR法及び微量分析に関する作業がある。立ち入りが制限されている場合、要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) 該当する区域内での作業上の制限
- iii) 該当する区域内に制限を加える理由
- iv) 該当する区域内の制限を違反したときに従うべき手順

12.5 新規の業務のために指定された区域を選定するときは、その区域の以前の使用状況に

ついて考慮するべきである。

### **6.3.4 c)**

12.4 効果的な独立性は、空間（即ち、試験所内の異なるエリアで活動を行う）又は時間（即ち、同時に実施できない作業を順番に行い、各作業の間に適切な洗浄手順も行えるよう作業計画を定める）により実現することができる。

## **6.4 設備**

### **6.4.1**

3.11 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する化学標準又は物理標準を表すために用いる。

3.12 標準物質（RM）：指定された性質に関して十分に均質、かつ、安定であり、測定又は名義的性質の検査において、意図する用途に適していることが立証されている物質（ISO/IEC GUIDE 99）

3.13 認証標準物質（CRM）：有効な手順を用いて一つ以上の指定された特性の値及び付随する不確かさ並びにトレーサビリティを与える、権威ある機関から発行された文書が添えられた標準物質（ISO/IEC GUIDE 99）

### **6.4.1**

13.2.1 分析試験所に通常設置されている装置は、13.2.1を参考のこと。

### **6.4.3**

12.1 試薬、測定標準及び試料は異なる場所に保管ことを推奨する。試験所は、劣化、汚染がないように、また識別が維持されるように、供給者が提示する、又は試験方法により指定される特定の要求事項（例えば保管温度）を考慮してこれらを遵守することが望ましい。

12.8 試薬及び試料を適切に廃棄すれば、試料の分析の品質に直接影響を及ぼすことはない。

14.5 試験所は、試薬の使用期限を遵守するべきである。

この目的のため、FIFO（先入れ先出し）又はFEFO（使用期限順先出し）の規則を適用することが望ましい。

14.6 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定の注意事項に関するガイダンスと併せて、方法の手順書の中に明示することが望ましい。

この注意事項には、次の事項を含める。

- ・ 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
- ・ その他の危険性

20.4 保管及び有効期限に関する製造業者の推奨には十分な注意を払うことが望ましい。



更に、供給者は、全ての不純物についての情報を必ずしも提供するわけではないので注意が必要である。

#### **6.4.4**

13.1.1 通常、装置の適格性評価は 4 つのレベル又は段階に分かれており、それぞれが装置の履歴の異なる点に対応している。

- レベル I (設計時適格性評価, DQ) – 機器及び供給者の選定
- レベル II (据付時適格性評価, IQ) – 据付及び引渡し
- レベル III (運転時適格性評価, OQ) – 定期及び随時の機器チェック
- レベル IV (稼働性能適格性評価, PQ) – 稼働時の機器チェック

各レベルの詳細については、13.1 を参考のこと。

13.1.1 機器を別の環境に移す場合、又は機器に重大な修理若しくは保守を行った場合にも、この点検を行わなければならない。

14.4 試薬の品質が試験に対して重要である場合、旧バッチがまだ使用可能と分かっている場合に限って、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。

#### **6.4.5**

13.2.2 測定プロセス管理及び使用測定装置の「計量確認」には、校正並びに校正状態のチェック (キャリブレーションチェック)、保守及び/又は修理とそれに伴う再校正 (必要な場合)、使用の意図に沿った計量要求事項との比較、及び必要に応じて包装及び/又はラベル表示が含まれる。規定すべき計量要求事項の特性の代表的な例は、測定間隔、分解能、繰返し精度及び真度である。

設備別の「計量確認」ガイダンスは次の細分箇条を参考のこと。

13.3 : 汎用装置, 13.4 : 測定機器, 13.5 : 物理的測定標準及び 13.6 : コンピュータ及びデータ処理装置

20.6 純物質の認証標準物質の純度に関係する不確かさは、その試験方法の他の要因に関係する不確かさを考慮する必要がある。理想的には、校正目的で使用する標準物質の特性値の不確かさは、全体の測定の不確かさの 3 分の 1 を超えないことが望ましい。

20.7 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。マトリクスの影響が強くなる場合には、理想的には、信頼できる方法で認証された同等のマトリクスの組成標準物質を使用して検証することが望ましい。このような標準物質を入手できない場合には、標準物質 (純物質) をスパイクした試料を使用してもよい。

#### **6.4.6**

15.1 トレーサビリティの連鎖の各段階には、更に不確かさが加えられることに注意しなければならない。

#### **6.4.7**

[ガスクロマトグラフィー (GC) のように検量線を作成する必要のある設備の場合、

この検量線作成を“校正”と呼ぶ場合もあるため、本項で取り扱うこととする。]

19.1 標準物質を用いた校正（検量線が直線の場合）のガイダンスは JIS Z 8461 (ISO 11095)にあるので参考こと。

ISO 11095 : JIS Z 8461 標準物質を用いた校正（検量線が直線の場合）

19.2 認証標準物質が使用できない場合は、適切な特性、均質性及び安定性をもつ物質を試験所が選定又は調製し、所内標準物質として使用することが望ましい。

所内標準物質の必要な特性については、繰返し試験により、できれば2つ以上の試験所により、妥当性確認された異なった試験方法を使用により値付けすることが望ましい

19.3.1 天びんの校正と管理に関する要求事項と方法は、Euramet ガイドに、ピストン式ピペットやビュレットなどの容量測定器の校正手順は JIS K 0970 (ISO 8655) に記載されている。加えて、すべての化学標準物質の純度又は濃度を確定するために使用される測定機器の校正を考慮する必要がある。

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試験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。

19.3.3 通常の測定操作の一部として校正を必要とする装置、例えば分光計は、既知組成の標準物質（通常は純化学物質の溶液(標準液)）を使用して校正することが望ましい。

19.5 校正のレベル及び頻度は、過去の経験に基づくことが望ましく、少なくとも製造業者が推奨したレベル及び頻度であることが望ましい。校正の手引として、種々の単一な機器に対しては、推奨される校正頻度を、複合した分析機器においては校正に必要なパラメータを付属書 B に示す。要求される校正頻度は、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依存する。

ドリフトの影響を受けるクロマトグラフや質量分析計などの機器は、一回の測定操作の途中で、頻繁にドリフトチェックし、再校正を行う必要がある。適切な校正間隔の定め方に関する追加のガイダンスは OIML に記載されている。

19.6 校正を行う手順は、特定の分析方法の中の一部文書として、又は独立した校正文書として、適切に文書化しなければならない。その文書には、校正と校正状態の中間チェック方法、校正の不確かさの決定方法、校正とキャリブレーションチェックの頻度、及び校正が外れた場合の処置を含めることが望ましい。

19.7 容量測定用のガラス器具の校正は、主に、所定の温度における既知の密度の水について一定の容量の質量を測定することにより間接的に行われる。もし、ガラス器具を水とは大きく異なる性質（ぬれ特性、表面張力など）の液体に使用する場合、測定容量の不確かさは増大すると予想される。このことは、特に一定量を量り取るために校正された容量測定用のガラス器具にあてはまる。総合的不確かさを小さくするためには、特定の液体の質量と密度を用いて間接的に容量を測定することを推奨する。

**6.4.8**

14.5 試験所が購入した試薬には、受領日、開封日及び使用期限、更にその試薬を開封した者の氏名をラベルで表示することが望ましい。

14.6 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で確認できなければならない。

20.9 所内標準物質（例えば、標準液）は、試薬にラベルを付ける場合と同じ扱いをすることが望ましい。

**6.4.13**

13.1.1 通常、このようなチェックは、ブランクや校正標準に対する分析応答という形で分析方法に組み込まれる。そのような応答に対する管理図や、分析法の一環として用いられるQC試料により、装置の性能を長期的に記録、監視することが可能になる。

**6.4.13 f)**

20.9 標準物質及び認証標準物質には、それぞれラベルを付けて試薬等と明確に識別し、添付された証明書又は他の関連した文書を参照し易くするようにしておくことが望ましい。証明書又は文書には、有効期限、保管条件、用途、使用制限を示しておくことが望ましい。

**6.5 計量トレーサビリティ****6.5.1**

15.2 トレーサビリティに関連する測定では、結果の計算に用いる測定式に表されている数値の測定も全てトレーサブルであるべきである。測定式にないpH、温度等の他の量も、結果に重大な影響を与えることがある。この場合は、これらの量を管理するために使用された測定についても適切な測定標準にトレーサブルである必要がある。

15.3 質量、容量等の物理量のトレーサビリティを確立することは、構築した手順に基づき、分析測定で要求される不確かさのレベルで測定標準を使用して装置校正することによって容易に達成される。

※実用標準を用いて内部校正してもよいことに注意する。

**6.5.3**

15.1 測定結果（例えば、pH、生体物質の濃度、硬度）にはSIが使われていないものもあるが、その場合でも定義できることが知られている。

そのような測定結果は、国際的に合意された標準（例えば、pHスケール、WHO標準物質又はモース硬度）へのトレーサビリティがあることが望ましい。

15.3 選択された標準物質(RM)の同一性と純度は重要な問題であり、同一性は、有機化学においてより詳細な化学構造が要求され、類似成分との混同が容易に起こるため重要である。

15.4 前処理を施した試料に対する測定結果のトレーサビリティを確立することは、マトリックスマッチングした標準物質により得られる値のように、方法のかたよりを適切な標準物

質に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必要がある。

典型的な場合は、固体から抽出を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ているので、容易には抽出できないことがある。回収率が問題となり、測定モデルの一部となる場合、回収率が最終測定結果の測定の不確かさの一因になることに注意することが大切である。

別の例では、複雑なマトリックスから分析対象成分を回収する場合、かたよりや不確かさの評価が困難であるので、SIへのトレーサビリティを実現することには限界がある。ここでの選択肢の一つは、方法での測定対象量を定義すること、及び細分箇条 15.5 に記述されたトレーサビリティを確立することである。多くの場合、かたよりは補正されないままであるが、測定の不確かさの中には考慮される。

## **6.6 外部から提供される製品及びサービス**

### **6.6.2**

14.2 重要な試薬及び消耗品の供給者を評価及び承認するプロセスは、供給される試薬及び材質のリスク評価に基づくことが望ましい。

主な課題には次の事項がある。

- 特定の製品が関連仕様に適合しない場合に生じる問題と適合しない理由。
- 試験所の活動結果の影響。
- そのような不適合が生じる可能性。
- 不適合の可能性又はその影響を軽減する要因の有無。
- リスクレベルの受け入れ可否。

### **6.6.2 c)**

20.4 化学薬品が何であれ、その物質の品質が目的に合ったものであることを検証することは使用者の責任である。追加の試験を試験所が実施する必要があることがある。通常、新たな化学薬品を購入した場合には、以前の化学薬品と比較してチェックすることが望ましい。

## **JIS Q 17025:2018 「7 プロセスに関する要求事項」**

### **7.1 依頼、見積仕様書及び契約のレビュー**

#### **7.1.1**

7.2 分析依頼の仕様には、次の項を含む。

- 分析の背景
- 必要な情報
- 試験結果の重大性
- 納期
- 分析費用
- サンプルング
- 計量トレーサビリティの要求事項

- ・測定の不確かさ
- ・試料調製を含む試験方法の要求事項
- ・成分の同定／組成の確認／同一性識別（フィンガープリンティング）
- ・QA/QCの要求事項
- ・試験方法の開発／承認

7.5 試験所は、認定の重要性及び顧客の要求の範囲内の試験及び／又は校正の認定状況を顧客に伝えることが望ましい。

8.1 全ての分析作業は適切に計画し、文書化することが望ましい。要求される詳細さは、業務の複雑さに依存する。

8.2 計画には、一般的に目標を達成するための方針と併せて、特定業務の開始点及び目標とする終点を明示する。

### **7.1.6**

8.2 作業の途中で、その方針を変更することが必要な場合には、その計画を修正することが望ましい。修正した場合はその内容を文書化し、重要な変更点は顧客に通知することが望ましい。

## **7.2 方法の選定、検証及び妥当性確認**

### **7.2.1 方法の選定及び検証**

#### **7.2.1.1**

3.14 測定手順：ある測定モデルに基づいた、測定結果を得るための計算を含む、一つ以上の測定原理及び所定の測定法に従った測定の詳細な記述。

#### **7.2.1.3**

9.5 一般的な試験方法の文書化には、容易に対応できるように分析対象成分ごとに、抽出、クリーンアップ又は測定に関する変更を、例えば表を使用して設計することが望ましい。変更するパラメータには、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（種類、長さ）、分離条件、又は分光光度計の波長設定等がある。

14.6 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定の注意事項に関するガイダンスと併せて、方法の手順書の中に明示することが望ましい。

この注意事項には、次の事項を含める。

- ・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
- ・その他の危険性

17.5 試験方法の文書には以下の事項を記載しなければならない。

- ・試験方法の適用範囲と様々な限界に関する情報
- ・繰返し精度、かたより及び検出限界などの主要な性能特性の値

- 校正及び QC の手順

不適合又は規格外の試験結果の扱い方と共に、測定の不確かさの記述を含む結果の報告方法に関する情報も含まれることが望ましい。

試験方法の文書化にあたり、共通の様式（例えば、有用なモデルとなる ISO 78-2 [57]）を採用することが便利である。

18.2 特定の要求に対してその試験方法が適切であることを試験方法の使用者が評価できるように、文書化された試験方法の中に妥当性確認の程度を明確に記述するべきである。

#### **7.2.1.4**

17.4 試験所内で開発した試験方法は、使用する前に適切に妥当性確認され、文書化され及び承認されるべきである。

18.3 しかし、たとえ妥当性確認の結果が文書化されている試験方法であっても、使用者はそれが使用者の要求に完全に満足していることを確認する責任がある。

#### **7.2.1.5**

17.3 標準試験方法又は共同試験された方法の妥当性確認は、絶対であると思えないことが望ましい。

### **7.2.2 方法の妥当性確認**

#### **7.2.2.1**

9.6 分析が妥当であることを確認するために、異なる分析対象成分又は試料タイプごとに実施するのに必要なチェックをその試験方法に規定することが望ましい。

17.3 標準試験方法の性能の検証に関するガイダンスはISO 21748（一部はJIS Z 8404-1）に記載されている。

18.1 方法の妥当性確認は、測定対象量及び試験方法について、十分に詳細、かつ、明白に記述することから始まる。

次の段階では、分析性能において基準を満たしているかを記述する。

基準が規制に明記されている場合もあるが、通常、顧客のニーズを分析要求事項に読み換えることは試験所の業務である。

#### **7.2.2.1**

方法の妥当性確認に関する次の重要な因子に関する説明が各項にあるので参考のこと。

18.5 : 試験方法の選択性, 18.6 : 動作範囲 (測定範囲) と直線性, 18.7 : 分析対象成分の検出限界 (LOD), 18.8 : 定量限界, 18.9 : 精度, 繰返し性, 中間精度, 再現性, 18.11 : 同一性の確認, 18.12 : 試験方法の真度, 18.13 : 堅牢性 (頑健性)

18.9 精度は分析対象成分の濃度に依存する。この依存性を判定し文書化することが望ましい。「指定の条件」を決めることは、測定精度の評価における重要な面である。

18.10 定性分析法では、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、

陽性率及び偽陽性（陰性）率※として表現することができる。

注) 陽性率：第一種の過誤

偽陽性率：第二種の過誤（本来は陰性であるのに、誤って陽性と判定されるもの）

これらの確率は、しきい値レベル未満、しきい値レベル及びしきい値レベルを超える濃度で決定されることが望ましい。適切な方法が利用できる場合は、確定法から得られた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、スパイクされたブランク試料及びスパイクされていないブランク試料を分析してもよい。

#### **7.2.2.4**

18.1 妥当性確認のデータを報告する際には、どの基準に基づいたかを記述することを勧める。

### **7.3 サンプリング**

#### **7.3.1** : SOP（標準作業手順書）に関する内容

11.15 試料の包装及び試料操作に使用する機器は、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。

11.16 試験所は、フラスコや補助装置など、サンプリングで用いる全てのアイテムを洗浄する手順を設けなければならない。また、洗浄プロセスの記録を保持することが望ましい。

#### **7.3.2**

11.7 サンプリング手順を文書化するとき、使用する全ての用語を明確に確実に定義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、個々の試料を集めたものか、又は区別できない大きな塊を指すことがあるからである。

11.9 本ガイダンスにおいては、IUPACが提案している以下の定義を使用している。

**試料**：材料の一部分であって、より大きな材料全体を代表するために選別したもの。

**サブサンプル**：選別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サンプリングしたロットの個々の部分、又は多段階にサンプリングした最終の部分。

**試験所試料**：試験所へ送付された試料又はサブサンプル。

**測定用試料**：試験所試料から調製された試料。そこから分析のために測定試料が分取される。

**試料調製**：試験所試料から測定試料を分取する手順。手順は、試験所内処理、混合、縮分、円錐四分法・二分法、微粉碎・粉碎である。

**測定試料**：分析のために測定用試料から分取された材料。

**試料の取り扱い**：IUPACでは定義されていないが、おおもとの材料の選別から全ての試料と測定試料の廃棄までの試料に係る操作。

11.10 サンプリング手順は、サンプリング計画に詳細に記述することが望ましい。手順には、バルク材料からサンプリングする必要がある部分の数量及びサイズを指定し、試験所試料の

入手方法を記述することが望ましい。試験所試料からサンプリングされる測定用試料のサイズ及び数量についても文書化するべきである。サンプリング計画は、結果のデータがバルク材料のもつパラメータを表し、分析の要求事項を解決できるように策定されることが望ましい。

## **7.4 試験・校正品目の取扱い**

### **7.4.1**

11.17 容器から試料が漏れ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に容器を密閉することが望ましい。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。

12.1 試料は交差汚染の可能性がない方法で保管するべきである。

### **7.4.2**

11.18 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、メイン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などの追加の情報が適切な場合がある。ラベルは試料の包装にしっかりと貼り付けるべきである。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、温度及び湿度の許容される変化に耐え得るべきである。多くの試験所、特に多くの試料を扱う試験所では、ラボラトリ情報管理システム(LIMS)にリンクしたバーコードを用いて試料の識別を行っている。

11.19 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。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、“証拠の連鎖”として知られている。

## **7.5 技術的記録**

## **7.6 測定不確かさの評価**

### **7.6.1**

11.3 サブサンプリング等に関連する測定の不確かさは、常に試験結果の測定の不確かさに含めることが望ましいが、基本的なサンプリングプロセス（試験所に試料を提出する前に実施され、試験所の管理外であることが多い）に関連する測定の不確かさは一般に別に扱われている。

16.5 試料の調製、抽出、クリーンアップ、濃縮又は希釈のような測定のプロセスの各段階、



機器校正（標準物質の調製を含む）、機器分析及び生データの処理は、測定の不確かさの一因となる。測定結果の不確かさの推定値を得るためには、まず、不確かさに関係する要因を特定し、各主要な寄与要因に値を割り付ける。総合的な値を得るために、個々の寄与要因は適切に合成されるべきである。特定された不確かさの個々の要因、それらの寄与の値及び数値（例えば、繰り返し測定、参照文献、認証標準物質のデータ）の出处を記録に残しておくことが望ましい。

### **7.6.3**

15.3 標準物質(RM)として使用される物質の純度の不確かさは、一連の標準調製による寄与と同様に、校正からくる不確かさと併せて測定結果の不確かさの推定の一部をなす。

16.4 各種の要因は、分析測定から得られる結果に影響を及ぼす。例えば、容量測定器具に対する温度の影響、分光計における反射と迷光、電源電圧の変動、分析対象成分の抽出の不完全な回収率及び指定された方法に対する分析者個々の解釈は、全てが潜在的に結果に影響を及ぼす。合理的に可能な範囲で、そのような誤差が外部管理により最小化されているか、適切な補正係数を適用することによって補正されているべきである。一つの測定結果に対する正確な影響を知ることは不可能である。従って、ばらつきの範囲が推定されるべきである。

16.8 試験所間試験からの情報を利用する場合、その試験の適用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。

16.11 必ずしも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、測定方法の適用範囲での不確かさを調べ、その方法をルーチンで使用して得られる結果に対して測定の不確かさを推定するためにその情報を用いることで十分である。

16.13 測定結果とその不確かさの有効数字は、測定能力に一致したものであることが望ましい。そのため、ほとんどの分析測定では、拡張不確かさの値は有効数字 2 桁以下で報告されることが望ましい。測定結果は、表示される不確かさと一致するよう桁を丸める[55]ことが望ましい。

例えば、結果が 215.342 mg/kg で、推定した合成標準不確かさが 5.12 mg/kg であり、拡張不確かさが 10.24 mg/kg である場合、報告される結果は  $215 \text{ mg/kg} \pm 10 \text{ mg/kg}$  ( $k=2$ , 95%の信頼の水準) となる。

## **7.7 結果の妥当性の確保**

### **7.7.1**

3.7 品質管理の手順には、特定の試料又は一連の試料からの結果の品質を確保すること及び次の事項が含まれる。

- ・ QC 試料の分析
- ・ 標準物質／測定標準（標準物質含む）の分析
- ・ ブラインドサンプルの分析
- ・ ブランク試料とブランク試薬の分析
- ・ スパイクされた試料の分析

- ・重複した分析
- ・管理図を使用した傾向の監視
- ・既知の相関がある場合，試料の異なる特性について得られた結果の相関の評価。

品質管理及び技能試験についての詳細を箇条 21 に示す

19.4 多くの場合，校正は最終の測定段階でのみ実施される。

例えば，ガスクロマトグラフの校正は，着目する分析対象成分の種々の濃度に調製した溶液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，試料の前処理，抽出又は誘導体化の段階で生じる汚染や損失の要因を考慮していない。従って，組成標準物質又はスパイクされた試料を使って，全測定プロセスを通じた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とQCチェックを計画することは，方法の妥当性確認のプロセスに不可欠である。

## 20.2 標準物質と分析プロセスの関係

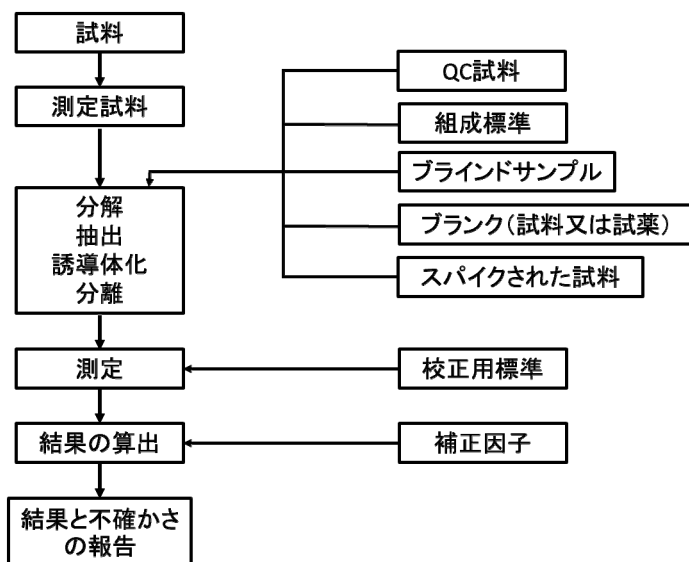


図1：典型的な分析プロセスと標準物質の役割

21.3 内部 QC 手順には，安定した試験試料，ブランク，標準液又は校正に使用されたものと類似した物質，すなわちスパイクされた試料，ブラインドサンプル及び QC 試料の繰り返し分析が含まれる。特に QC 試料分析により得た結果を監視するために管理図の使用を推奨する。

21.3.1 採用する QC の投入頻度は，結果の妥当性を確実にするために十分なレベルであるべきである。異なるタイプの QC を使用してプロセス内の各種変動値を監視することができる。試料バッチの一定間隔ごと QC 試料を分析することで，分析システムの変動傾向を知ることができる。種々のブランクを分析することで，分析対象成分からの寄与ではなく，機器信号からの寄与が明らかになる。ルーチンの試験試料を二重分析することで，繰返し精度がチェックできる。

21.3.2 よく用いられる管理図（ $\bar{x}$  管理図又はシューハート管理図）は、QC 試料の平均値を表す中心線と、警戒限界及び処置限界として表される 2 つの線とで構成される。

これらの限界は、それぞれ平均値 $\pm 2s$  及び平均値 $\pm 3s$  に設定される（ $s$  は実験標準偏差又は要求事項に基づく標準偏差の推定値を表す）。試験所が QC 結果を最大限活用し、必要な時に適切な措置を行えるようにするには、それらの限界に対する QC 結果の評価を行う詳細な基準が必要になる。管理図の現実的な限界を設定するためには、日常的に使用する方法に基づいて最初に QC 試料を使って標準偏差を推定すべきである。 $s$  の初期の推定は比較的数字が少ないデータセットに基づくことが多いため、通常、1 年後又は十分な結果を収集した後に限界値を再評価することが望ましい。この期間を経たのち、QC 試料の結果から得た標準偏差は、試験方法の中間精度の信頼のおける推定値となる。

21.3.5 ルーチン分析については、5 %の内部 QC の投入頻度で充分である。すなわち、20 試料中 1 試料は QC 試料であることが望ましい。より複雑な手順があるときは、20 %の投入頻度が一般的で、時には 50 %の投入頻度が必要な場合もある。頻度の少ない分析については、システム全体の妥当性確認をその都度実施することが望ましい。より頻度の多い分析については、管理図及びチェック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。

#### **7.7.1 k)**

21.3.4 ルーチンの試験試料の反復分析により、結果に悪影響を及ぼす可能性がある分析プロセスにおけるばらつきの変化をチェックすることができる。反復試料は、繰返し精度のチェックのため、バッチ内で続けて分析する。ブラインドサンプルの分析は、事実上、繰返し分析の一形態であり、精度のチェック手段となる。ブラインドサンプルは、試験所のスーパーバイザーが複製した測定試料を分析バッチに入れたもので、分析者は、通常、その測定試料の内容を知らず、また、それが複製であることを知らないためこのように呼ばれている。そのため、分析者は、特定の結果につながるという先入観を持たずに測定を行う。校正に使用されるものと同様の組成の標準又は物質を分析バッチの一定間隔ごとに配置することで、分析対象成分に対する分析プロセスの応答が安定していることをチェックすることができる。

21.6 QC/PT から得られた結果を図示し、データの傾向をレビューすることが推奨される。

#### **7.7.2**

21.4 技能試験は、試験所間のばらつき（再現性）と、場合によっては系統誤差（かたより）を明確にすることに役立つ。技能試験スキーム及び他の種類の試験所間比較は、国内及び国際レベルでの測定結果の等価性を監視する重要な手段である。

21.5 場合によっては、認定機関は認定の要件として特定の技能試験スキームへの参加を指定してもよい。多数の技能試験スキームに関する情報は、EPTISデータベース

（[www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de)）で確認できる。しかしながら、特に新興の分野や、あまり使わない方法では、適切な技能試験スキームが存在しない場合がある。**JAB では技能試験に関する指針を提供している。**

#### **7.7.3**

21.6 QC 活動及び技能試験の参加 (QC/PT) から得られたデータを確認し、既定の基準に対するチェックを直ちに行うのが望ましい。試験所の QMS には、QC 及び技能試験の結果に関連する不適合業務を特定するための手順並びに適切な是正処置を特定し、実施するための方針が含まれていることが望ましい。

## **7.8 結果の報告**

### **7.8.1 一般**

### **7.8.2 報告書 (試験, 校正又はサンプリング) に関する共通の要求事項**

### **7.8.3 試験報告書に関する特定要求事項**

### **7.8.4 校正証明書に関する特定要求事項**

### **7.8.5 サンプリングの報告 - 特定要求事項**

#### **7.8.5 d), f)**

11.11.7 試験所が、サンプリングを実施したか、又は指示した場合、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。

### **7.8.6 適合性の表明の報告**

### **7.8.7 意見及び解釈の報告**

### **7.8.8 報告書の修正**

## **7.9 苦情**

## **7.10 不適合業務**

## **7.11 データの管理及び情報マネジメント**

### **7.11.2**

22.4 最初のチェックでは、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場合、又は保守点検を行った後、又はソフトウェアの更新後の場合は、同様のチェック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、既知の数値を入力してみて、コンピュータが予想通りの結果を出すならば、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。妥当性確認に使用するデータセットが、想定される用途において発生し得る全ての場合に対応できることを確実にすることが必要である。この妥当性確認には、少なくとも3セットのデータが必要である。特定のシステムに使用する妥当性確認の手順及び妥当性確認中に記録されたデータは文書化されることが望ましい。

次の事項に関する妥当性確認については、各項を参考のこと。

22.4.2 : 表計算ソフト, 22.4.3 : マイクロプロセッサ制御機器, 22.4.4 : データの取扱又は処理システム, 統合システム, 22.4.5 : コンピュータ制御自動システム, 22.4.6 : ラボラトリ情報管理システム (LIMS)

### **7.11.2 注記2**

22.4 市販のソフトウェアを使用する場合, 妥当性確認はメーカーが提供する証明書で代替することができる。

## **JIS Q 17025:2018 「8 マネジメントシステムに関する要求事項」**

### **8.1 選択肢**

#### **8.2 マネジメントシステムの文書化 (選択肢A)**

##### **8.2.4**

4.2.1 試験所の管理上の要求事項は, JIS Q 9001 [5]に示される要求事項と多くの点で一致している。例えば, 以下について方針, 手順及び適切な文書化をすることが求められている。

- 組織及び責任の委譲
- QMS の構築, 評価及び改善
- 文書及び記録の管理
- 顧客への対応が常に行われていることの保証 (契約, 協力, フィードバック)
- 供給品, サービス及び下請負業務の品質を守ること
- 構築した QMS に関する不適合がある場合はそれを特定し対処すること
- ラボラトリマネジメントが QMS の有効性と適切性を現時点で認識しているか確認すること

#### **8.3 マネジメントシステム文書の管理 (選択肢A)**

#### **8.4 記録の管理 (選択肢A)**

#### **8.5 リスク及び機会への取組み (選択肢A)**

#### **8.6 改善 (選択肢A)**

##### **8.6.1**

23.2 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, QMSはその目的を継続して満たすことができるように進化させることが望ましい。

#### **8.7 是正処置 (選択肢A)**

#### **8.8 内部監査 (選択肢 A)**

##### **8.8.1**

23.2 品質マネジメントに重要なことは, ラボラトリマネジメントによるQMSの定期的な再調査である。一般にQMS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。

23.4 監査は, 二つの基本的な方法で実施される。

- 1) 水平的な監査では、監査員は、例えば、校正、教育・訓練の手順や記録又は報告書等のQMSの一面だけを詳しく調査する。
- 2) 垂直的な監査では、監査員は、一つの試料を選定し、サンプリング（又は試料の受領）から結果の報告と試料廃棄までの分析工程を追跡し、その試験に関係するQMSの全ての側面（校正、技能試験の参加結果、品質管理、機器管理等）を調査する。

### **8.8.2**

23.3 内部監査及びマネジメントレビューのプログラムは、通常、ラボラトリマネジメントが、試験所の品質管理者に委託する。品質管理者は、内部監査員が監査に必要な正しい専門知識、教育・訓練、指導を受けていること及び監査に必要な権限をもっていることを確実にすることが重要である。試験所の特定エリアの内部監査の日程表は、毎年作成され、監査基準及び関与する要員も記載されるべきである。内部監査は、通常、品質管理者か、又は調査対象とするエリア以外の試験所の要員が実施する。これは、もちろん、要員が少ない場合には不可能である。場合によっては、外部の人員に、監査を行うように要請する必要がある。

## **8.9 マネジメントレビュー（選択肢 A）**

### **8.9.1**

23.2 マネジメントレビューは、少なくとも年に一度実施されることが望ましい。

23.6 通常、年に一度で十分であるが、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。

### **8.9.2**

23.2 マネジメントレビューの情報には、内部監査、外部審査、技能試験スキームにおける評価、内部QCの検討、手順の見直し、市場動向、顧客の苦情及び賛辞等の結果がある。

## 附属書 A.

### 品質監査 — 化学試験所に対して特に重要な事項

(試験所が試験所運営するのあたり参考とすべき内容を含んでいる)

- A.1 要員
- A.2 施設及び環境の条件
- A.3 装置
- A.4 試験方法と方法の妥当性確認
- A.5 試薬と測定標準 (標準物質含む)
- A.6 品質管理
- A.7 試料の管理
- A.8 記録
- A.9 試験報告書
- A.10 その他

## 附属書 B

### 一 機器の校正と性能チェック

#### B.1 定期的な校正の目的

- i) 参照値及び測定機器を用いて得た値の間の偏差を改善する（補正）。
- ii) 機器使用時における偏差由来の不確かさを改善する。
- iii) 測定機器に、その校正期間中に得られた結果に疑いをもたらし得る変更がなされていないことを確認する。

#### B.1.1 試験所は、校正周期を設定する前に以下について知っておくべきである。

- i) 機器の測定時の最大許容誤差（mpe）
- ii) 機器の種類に関連する要因，起こり得る劣化並びにドリフト，及びメーカーの推奨事項
- iii) 測定機器が使用される範囲，すなわち環境条件（湿度，温度），及び測定機器を使用する要員の専門知識レベル
- iv) 過去の校正記録から得たデータの傾向
- v) 費用対効果

B.1.2 分析試験所で共通使用される装置の校正に関するガイダンス，更に，他の機器の校正に有用となり得るガイダンスを表 B1 に示す。表 B2 には，装置の妥当性確認及び性能検証に関するガイダンスを示す。より包括的な事項は文献や装置の取扱説明書でも確認できる。



表 B1 装置の校正とキャリブレーションチェック (calibration check) ※1 のガイダンス

この情報はガイダンスを目的に示したものであり、校正頻度は装置の必要性、種類及び過去の実績に基づいている。

装置の種類	要求事項	推奨される頻度
天びん	フルトレーサブルな校正※2	最初の3年間は毎年※3 その後は満足できるパフォーマンスに基づき頻度を少なくできる
校正用分銅 (参照分銅)	フルトレーサブルな校正	5年ごと
点検用分銅 (実用分銅) 1) 又は 2)	1) 校正された分銅 (参照分銅) を用いたチェック	2年ごと
	2) 校正直後の天びんを用いたチェック	2年ごと
ガラス体積計	要求される公差に対する質量法による校正	毎年
ピストン式ピペット	フルトレーサブルな校正※4	毎年
比重計 (実用標準)	比重計 (参照標準) に対して一点校正	毎年
比重計 (参照標準)	既知の比重の測定標準を用いた一点校正	5年ごと
気圧計	一点校正	5年ごと
参照温度計 (ガラス製温度計) 1) 及び 2)	1) フルトレーサブルな校正	5年ごと
	2) 単一点 (例, 氷点) でのチェック	毎年
参照温度計 (熱電対) 1) 及び 2)	1) フルトレーサブルな校正	3年ごと
	2) 参照温度計 (ガラス製温度計) を用いたチェック	毎年
実用温度計 実用熱電対	氷点及び/又は使用温度範囲の参照温度計によるチェック※5	毎年

備考：装置は通常，認定校正機関によって校正され，少なくとも国家標準にトレーサブルである結果が提供されるべきである。

※ 1：原文のキャリブレーションチェックとは校正状態が維持されていることを確認する行為とする。

※ 2：原文のフルトレーサブルな校正とは，認定校正機関による校正とする。

※ 3：導入時にフルトレーサブルな校正を実施し，その後はフルトレーサブルな校正又は内部校正でよい。

内部校正とは，ラボラトリが自身の活動のために必要な計量トレーサビリティを確立するために自ら行う校正である。

※ 4：原文ではフルトレーサブルな校正であるが，ここはフルトレーサブルな校正又は内部校正でよい。

※ 5：原文は Check（チェック）であるが，試験方法によっては校正が必要な場合がある。

表 B2 装置の妥当性確認と性能検証（verification of performance）のためのガイダンス

この情報はガイダンスを目的に示したものであり、妥当性確認と性能検証※1 の頻度は装置の必要性、種類及び過去の実績に基づいている。

装置の種類	要求事項	推奨される頻度
天びん	ゼロ点チェックと点検用分銅（実用分銅）に対する読み取り	毎日／使用時
ピストン式ピペット	質量法による真度※2 と精度のチェック	定期的に行う （使用頻度と使用の状況を考慮して決定する）
温度依存装置・器具 (a)及び(b)	(a) 安定性と温度の均一性の確保	(a) 導入当初及び定期的に文書化された頻度で、更に修理/調整の都度
	(b) 温度の監視	(b) 毎日／使用時
タイマー	標準時報に対するチェック	毎年
pH計	少なくとも2種類の適切なpH標準液による調整	毎日／使用時

※1 性能検証は、試験実施における日常的な動作確認・チェックを言う。

※2 原文はaccuracyであるが真度とした。

B.2 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。

#### B.2.1 クロマトグラフ(全般)

- i) 総合的なシステムのチェック、サンプルの繰返し注入の精度、キャリーオーバー
- ii) カラムの性能（保持能力、分離度、保持時間）
- iii) 検出器の性能（出力、応答、ノイズ、ドリフト、選択性、直線性）
- iv) システムの加熱/恒温性能（真度、精度、安定性、ランピング特性）
- v) オートサンプラー（時間的繰返し操作の真度及び精度）

#### B.2.2 液体及びイオンクロマトグラフィ

- i) 移動相の組成
- ii) 移動相の送液システム（圧力、精度、真度、脈流の無いこととする）

#### B.2.3 電極/計器システム（導電率、pH、イオン選択性を含む）

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

B.2.4 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，オーブン，蒸気滅菌器，ウォーターバスを含む）

- i) 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
- ii) 熱安定性，再現性
- iii) 加熱／冷却の速度とサイクル
- iv) 加圧又は真空の達成及び維持能力

B.2.5 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）

- i) 選択波長の真度，精度，安定性
- ii) 光源安定性
- iii) 検出器の性能（分解能，選択性，安定性，直線性，真度，精度）
- iv) S/N比
- v) 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）
- vi) 該当する場合，内部温度コントローラー及び表示器

B.2.6 顕微鏡

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

B.2.7 オートサンプラー

- i) タイミングシステムの真度及び精度
- ii) シーケンスプログラムの信頼性
- iii) 試料デリバリーシステムの真度及び精度

JAB「認定の基準」についての指針－化学試験－附属書

---

EURACHEM/CITAC Guide  
Guide to Quality in Analytical Chemistry  
An Aid to Accreditation  
Third Edition

---

分析化学における  
品質の指針

認定のための補足的助言

ことわり：引用文献のうち、該当するJIS規格がある場合は、その規格で示している。

**細分箇条\*\***は、該当するJIS Q 17025の細分箇条番号を示している。

まえがき

この版は2002年に発行されたCITAC/Eurachem Guideの改訂である。2002年版はCITAC Guide1 (Eurachem/WELAC Guideを基に作成)を発展させたものである。

この改訂は、2005年版 JIS Q 17025 (ISO/IEC 17025) の発行の際に導入された変更事項を反映したものである。また、JIS Q 17000 (ISO/IEC 17000) , JIS Q 9000 (ISO 9000) 及び国際計量計測用語—基本及び一般概念並びに関連用語の第3版 (ISO/IEC GUIDE 99 : ISO/IEC Guide 99) を考慮し、用語の改訂も行った。

本GuideはJIS Q 17025の要求事項に重点を置いたものであるが、ISO 15189やJIS Q 9001 (ISO 9001) などの規格要求事項の認定若しくは認証、又は優良試験所基準 (GLP) の遵守を目標としている組織にとって有益になると考える。同様に、本Guideの表題は「分析化学における品質のGuide」であるが、化学以外の領域にも役立つと予想される。微生物学に携わる者におかれては、Eurachemが微生物試験所用のGuideを発行していることに注目されたい。†

また、本Guideは、品質マネジメントシステムを構築しようと望んでいる試験所、あるいは正式な登録を求めている試験所のみならず、教育訓練に携わる試験所にとっても有用な情報を提供するものである。

2002年版Guideには大規模な引用資料及び参考文献が含まれていたが、本版の参考文献には使いやすくするために本文に引用した文献のみを掲載している。認定及び品質保証に関する追加文書は、Eurachemのウェブサイトwww.eurachem.orgの「Publications (出版物)」メニューを開くと表示される「Reading List (図書一覧)」で見ることができる。

† M. Eleftheriadou and K. C. Tsimillis (eds.), Eurachem Guide : 微生物試験所の認定 (【2013年第2版】), ISBN 978-91-87017-92-6. www.eurachem.orgより入手可能。

## 1. 適用

### 1.1 目標と目的

1.1.1 本 Guide の目的は、分析作業を行うにあたり最良の基準となるガイダンスを試験所に与えることである。本ガイダンスはルーチン又はノンルーチンの定性分析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 Guide A1 が別途ある[1]

1.1.2 本ガイダンスは試験所で品質マネジメントシステム (QMS) を実施する者、特に JIS Q 17025 [2]の要求事項に基づく認定の取得を目指している者の手助けになることを目指している。認定に向けて取り組んでいる試験所に対して、本ガイダンスは規格の意味するところを説明する手助けになるだろう。本ガイダンスは、ISO 15189 [3], ISO 15195 [4]又は JIS Q 9001 [5]のような規格要求事項に基づく認定若しくは認証、又は優良試験所基準 (GLP) [6]若しくは適正製造基準 (GMP) [7]の基準の遵守を求める組織や、それらの要求事項に対する分析試験所の認定審査に関与する者にも有用である。本 Guide は、教育訓練に携わる者にとっても役立つであろう。

1.1.3 本 Guide は、試験所の品質マネジメントの技術問題、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。本 Guide で詳細に取り上げていない品質マネジメントの側面 (例えば、契約の見直し、記録、報告及び苦情) については、JIS Q 17025 [2]などその他の文書で十分に取り上げられている。

### 1.2 用語

1.2.1 本 Guide では、2002年に前版が発行されて以降生じた新たな展開を反映した用語の改訂することを一番の焦点とした。本 Guide では、可能な限り、JIS Q 17000 [8], JIS Q 9000 [9]及び ISO/IEC Guide 99 の第3版 [10]で定義されている用語に準じている。

また、本 Guide では、JIS Q 17025 [2]で使用されている用語を可能な限り補完している。

しかし、複数の類似用語が使用されている場合、どの用語を使用すべきか判断が難しい場合がある。そのため、本 Guide では一貫した用語を使用することが重要であると考えられる。

例えば、試験所で用いられる方法を詳述する文書を表現する際に用いる用語を挙げたとする。

定量分析という用語は、ISO/IEC Guide 99 では計測手順を、JIS Q 17025 では方法を、ISO 15189 [3]では検査手順を意味し、また多くの試験所では標準作業手順書(SOP)を意味している。

そこで、本 Guide では、最新のその他の Eurachem Guide と同調して、ISO/IEC 17025 に基づき総称である「方法」※を用いることに決めた。

※ method : 方法。

「濃度」という用語は、一般性が求められる場合は単独で (すなわち、無条件で) 用いる。

本 Guide においては、この用語は、質量分率、質量濃度、物質濃度等からなる用語群を表すものとして解釈されるべきである。

分析化学に関する ISO/IEC Guide 99 の用語は、Eurachem Guide 「分析測定における用語」[11]で詳しく紹介

されている。

## 2. 序文

2.1 分析測定を行う際は、ユーザーが適切な判断ができるに足りる精確な結果を必ず得るべきであり、目的に適した測定であるべきである。どの試験所でも、分析分野が何であれ、試験結果の品質保証の必要性を認識している。この数十年の間に、品質を達成するための必要な項目について合意が形成されてきた。その出発点は、すでに妥当性が確認されている方法を用いることである。方法の妥当性確認を行って得られる主要な性能パラメータ（例えば、精度、かたより）の値は、妥当性が確認された方法により得られた結果に付随する測定の不確かさを評価する基の数値になる。しかし、この結果だけでは、他の試験所で得られた結果と、又は異なった時間に得られた結果と同等に比較するには不十分なことである。結果を明確にするには、計量トレーサビリティが必要である。方法の妥当性確認、測定の不確かさ及び計量トレーサビリティは、信頼できる結果を得るために極めて重要であり、それゆえ JIS Q 17025 [2]で扱われている。しかし、これらは認定要求事項に関係なく、全ての試験所（大規模及び小規模）で不可欠なものである。

Eurachem のウェブサイトでは、試験所の手助けとなるよう、方法の妥当性確認、測定の不確かさ及び計量トレーサビリティを取り扱った指針を利用することができる[12-14]。本 Guide では、方法の妥当性確認、測定の不確かさ及び計量トレーサビリティが品質保証に適合するケースについて説明する。

2.2 適切な品質マネジメントの目的は、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、力量のある要員により実施されたことを示すことである。品質マネジメントは、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おき、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な品質マネジメントの実施は、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、品質管理は個々の結果を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つの理由がある。

- i) 例えば、二つの試料の結果を入れ違えるというようなヒューマンエラーは、起こりうる。  
適切に運営されている試験所でも、ヒューマンエラーの頻度は低い、皆無ではない。

- ii) 測定結果には、不確かさに繋がる偶然測定誤差及び系統測定誤差を生じる。

明示された不確かさの範囲内に試験結果が存在する確率は採用する信頼水準による。しかし、適切に管理された試験所であっても、時折不確かさの範囲から逸脱した結果が生じ、その逸脱が大きなこともある。品質マネジメントの役割は、品質の不適合の頻度を最小限に抑えるための措置を整備し、顧客に結果を報告する前に品質の不適合を特定、是正することである。取り組みを強化するに従い、品質の不適合の発生数は減少すると予想される。品質の不適合件数を許容できるレベル（ゼロではない）まで減らすことによる便益と品質マネジメントのコストの釣り合いが必要である。

2.4 品質マネジメントの基準は、公表されている多くのガイドライン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、使用される基準は：

2.4.1 JIS Q 17025 [2]。この規格は、管理運営、品質運用及び技術運用のためのマネジメントシステムを展開する試験所に適している。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、世界中の認定機関により試験所の能力を決定する中核となる要求事項として使用されている。

2.4.2 JIS Q 9001 [5]。この規格は、主に製造や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 ISO 15189 [3]。この規格は、ヒト由来の材料の試験又は検査を行う臨床検査室のみを対象に作成されたものである。この規格はJIS Q 9001 [5]及びJIS Q 17025 [2]を基にしているが、臨床検査室に特化した要求事項を規定している。

2.4.4 優良試験所基準 (GLP) [6] 及びその国内、分野同等規格の OECD の基準。これらのガイドラインは、特定の規制業務に関係する試験所が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 JIS Q 17025 [2]、JIS Q 9001 [5]及びISO 15189 [3]などの現行規格は、継続的改善に重きを置いている。組織は、品質目標を設定し、監査結果やマネジメントレビューを見直すなどにより、QMSの有効性を継続的に改善すべきである。JIS Q 9001は、QMSを開発、実施及びその有効性を改善する際のプロセス手法の採用を促進するものである。

この手法は「計画・実施・評価・改善 (PDCA)」とも呼ばれている。

- ・計画－顧客の要求事項及び組織の方針に基づき、目標を設定しそれを実現するためのプロセスを設定する
- ・実施－プロセスを実施する
- ・評価－方針、目標及び製品要求事項に照らしてプロセスと製品を監視及び評価し、その結果を報告する
- ・改善－プロセス性能の継続的改善のための措置を講じる

2.6 試験所はそのニーズにより規格を選択することになる。しかし、本Guideの中核をなすのは、品質マネジメントにおける優良規範は、技術的水準において、採用されている正式なQMSとは別のものであるとい

う点である。

2.7 試験所は、独自の品質マネジメント手順を立案してもよいし、既成の規格やガイドラインを適用してもよい。後者の場合は、基準又は条件に対する適合を自主的に主張してもよく、品質システムの独立した承認を得る目的で、公認の専門機関から QMS の審査を受けるのが理想である。独立の審査／承認は、審査が行われる対象規格又はそれ以外の審査書類に応じて、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、どの種類の品質マネジメント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 Guide で使用する“認定”という用語の説明については、下記の細分箇条 3.2 及び箇条 4 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。主な参考は JIS Q 17000 [8]。他の用語は、JIS Q 9000 [9]、ISO/IEC GUIDE 99[10]。選択した用語は、試験所で使用する可能性のある語句である。

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（ JIS Q 9000 [9] ）。

3.2 マネジメントシステム：方針と目標を確立し、その目的を達成するためのシステム（ JIS Q 9000 [9] ）。

3.3 品質マネジメントシステム：品質に関する組織を指揮し統制する管理システム（ JIS Q 9000 [9] ）。

3.3.1 実際には、「マネジメントシステム」及び「品質マネジメントシステム」という用語はあまり区別せずに使われている。

JIS Q 17025 [2]では「マネジメントシステム」が使われているが、ISO 15189 [3]では「品質マネジメントシステム」を推奨用語としている。

3.4 認定:適合性評価機関に関し、特定の適合性評価業務を行う能力を公式に実証したことを伝える第三者証明(JIS Q 17000 [8])。

3.4.1 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箇条 4 に記載する。また、中核の要求事項の文書は JIS Q 17025 [2]に文書化されている。

3.4.2 JIS Q 9000 [9]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、認定機関が JIS Q 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、認定という用語が使用される。

3.5 認証：製品、プロセス、システム又は要員に関する第三者証明（ JIS Q 17000 [8] ）

3.5.1 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。

3.6 品質保証 (QA): 品質要求事項が満たされるという確信を与えることに焦点を合わせた品質マネジメントの一部（ JIS Q 9000 [9] ）。

試験所への主な要求事項は：

- ・ 品質マネジメントシステム
- ・ 適切な試験所環境
- ・ 教育・訓練され、熟練した要員
- ・ 教育・訓練の手順及び記録
- ・ 試薬、校正、測定標準（標準物質を含む）の仕様
- ・ 整備され、かつ、校正された適切な設備※
- ※Equipment：装置（箇条 13 参照）
- ・ サンプルング手順（試験所が実施に責任を持つ場合）
- ・ 文書化され、妥当性確認された方法
- ・ 結果に対する計量トレーサビリティ
- ・ 測定の不確かさの評価
- ・ 内部品質管理〔内部精度管理〕の手順
- ・ 技能試験 (PT) /外部品質評価〔外部精度管理〕 (EQA) への参加
- ・ 結果のチェック及び報告の手順
- ・ 予防処置及び是正処置実施手順
- ・ 内部監査及びレビュー手順

#### 細分箇条 7.7

3.7 品質管理 (QC)：品質要求事項を満たすことに焦点を合わせた品質マネジメントの一部 (JIS Q 9000 [9])。

品質管理の手順には、特定の試料又は一連の試料からの結果の品質を確保すること及び次の事項が含まれ



る。

- ・ QC 試料の分析
- ・ 標準物質／測定標準（標準物質含む）の分析
- ・ ブラインドサンプルの分析
- ・ ブランク試料とブランク試薬[12]の分析
- ・ スパイクされた試料の分析
- ・ 重複した分析
- ・ 管理図を使用した傾向の監視
- ・ 既知の相関がある場合、試料の異なる特性について得られた結果の相関の評価。
- ・ 品質管理及び技能試験についての詳細を簡条 21 に示す

3.8 監査：規定要求事項が満たされている範囲を判定するために、記録、事実表明又は他の関連情報を収集し、それを客観的に評価するための系統的で、独立し、文書化されたプロセス(JIS Q 17000 [8])。

3.8.1 実際には、品質監査は3つの形式からなる。試験所内で試験所の要員により行われる監査は「内部監査」又は「第一者監査」とも称される。「外部監査」には「第二者監査」が含まれ、試験所に利害関係を有する組織（顧客など）により行われる。「第三者監査」は認定機関など独立した外部機関により行われる。認定プロセスの一環として認定機関により行われる第三者監査は認定審査として知られている。本Guide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。

3.9 レビュー：適合性評価の対象が規定要求事項を満たしていることに関する選択活動及び確定活動、並びにこれらの活動の結果の適切性、十分さ及び有効性の検証 (JIS Q 17000 [8])。

3.9.1 レビューでは、QMS が現在も有効であり設定目標を達成できることを確実にするため、QMS の全ての側面をチェックする。レビューは、品質方針と試験所の業務の両方に責任を負う上級管理主体により行われる。レビューには内部監査の結果も含まれる。

監査及びレビューに関する詳細は簡条 23 で取り扱う。

3.10 測定対象量：測定の対象となる量(ISO/IEC GUIDE 99 [10])

3.10.1 測定対象量の明細は、曖昧さを回避するため十分に詳細であることが望ましい。

測定対象量は分析対象成分の代わりに用語でないことを常に意識することが重要である[11]。

3.11 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Guide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。

#### 細分簡条6.4.1

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。認証標準物質 (CRM s) は、測定標準のカテゴリーの一つである。

#### 細分簡条 6.4

3.12 標準物質 (RM)：指定された性質に関して十分に均質、かつ、安定であり、測定又は名義的性質の検査において、意図する用途に適していることが立証されている物質 (ISO/IEC GUIDE 99 [10])

3.13 認証標準物質 (CRM)：有効な手順を用いて一つ以上の指定された特性の値及び付随する不確かさ並びにトレーサビリティを与える、権威ある機関から発行された文書が添えられた標準物質 (ISO/IEC GUIDE 99 [10])

#### 細分簡条7.2.1

3.14 測定手順：ある測定モデルに基づいた、測定結果を得るための計算を含む、一つ以上の測定原理及び所定の測定方法に従った測定の詳細な記述 (ISO/IEC GUIDE 99 [10])。

JIS Q 17025 [2]及び本Guideでは、「方法」という用語を用いていることに注意すること（細分簡条1.2.1を参照）。

3.15 計量トレーサビリティ：個々の校正が測定不確かさに寄与する、文書化された切れ目のない校正の連鎖を通して、測定結果を計量参照に関連付けることができる測定結果の性質 (ISO/IEC GUIDE 99 [10])。

3.16 測定の不確かさ：

用いる情報に基づいて、測定対象量に帰属する量の値のばらつきを特徴付ける負ではないパラメータ (ISO/IEC GUIDE 99[10])。

3.17 方法の妥当性確認：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(JIS Q 17025 [2])。

ISO/IEC GUIDE 99 [10]は妥当性確認について原則類似しているが異なる定義を示していることに注意が必要である。

方法の妥当性確認に関する用語の更なる説明は用語[11]及び方法の妥当性確認[12]に関するEurachem Guideに記載されている。

#### 4. 認定

4.1 この箇条及び以降の箇条における認定の意味は、 JIS Q 17025 を引用する[2]。

その要求事項は、認定機関が付与する認定の基礎となるものであり、認定審査の同等性を維持するための協定が結ばれている（細分箇条 4.9 を参照）。

EU では、国の認定機関の設立に対し特定の法律が適用される（規則(EC) No 765/2008 [16]）。

4.2 JIS Q 17025 [2]には、2種類の要求事項がある。一つは試験所の管理上の要求事項、もう一つは技術的  
要求事項である。

##### 細分箇条8.2

4.2.1 試験所の管理上の要求事項は、 JIS Q 9001 [5]に示される要求事項と多くの点で一致している。例えば、以下について方針、手順及び適切な文書化をすることが求められている。

- ・ 組織及び責任の委譲
- ・ QMSの構築、評価及び改善
- ・ 文書及び記録の管理
- ・ 顧客への対応が常に行われていることの保証（契約、協力、フィードバック）
- ・ 供給品、サービス及び下請負業務の品質を守ること
- ・ 構築したQMSに関する不適合がある場合はそれを特定し対処すること
- ・ 管理主体（ラボラトリマネジメント）がQMSの有効性と適切性を現時点で認識しているか確認すること

これらの要求事項は、当該規格の箇条4に記載されている。

注記：本Guideは、内部監査及びマネジメントレビューの要求事項（箇条23を参照）を除き、これらの管理上の要求事項を主題として取り扱ったものではない。

4.2.2 特定の試験又は校正を実施する試験所の技術的能力に関する要求事項は、当該規格の箇条5に規定されている。これらの要求事項は、本Guideの以下の項でより詳細に取り上げる推奨事項となっている。

4.3 主要な品質規格／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、 JIS Q 17025 [2]では、試験所に適用できる JIS Q 9001 [5]マネジメントシステムの要素を組み込んでいる。JIS Q 9001 認証を求める組織内の試験所（技術的能力の第三者評価の取得を求めているような組織内試験所）にとっても、 JIS Q 17025 及び本 Guide は、試験所が質の良い作業を確実にする際の有益なツールとして推奨される。

##### 序文

4.3.1 ISO/IEC 17025 [2]の要求事項に従う試験所は、 JIS Q 9001 [5]の基準を満たすQMSを運営することになる。そのため、 JIS Q 17025の認定が適用される活動について、 JIS Q 9001認証を別途受ける必要はない。しかしながら、組織は、財務、人的資源又は営業及びマーケティングなど、認定の適用外である非技術的活動に関する認証を受けることを選択できる。

4.4 認定は、試験所の評価後に特定された一連の活動（すなわち、試験又は校正）に対して認定機関からその試験所に与えられる。一般的に、そのような評価には次の調査が含まれる。

利用する方法、関連する施設／環境、設備並びに要員、及び実施手順の管理手段。

更に、QMS 及びそれに関連する試験所の文書が調査される。

##### 序文

4.5 方法の調査では、その方法が使用目的に対して技術的に適切であること、妥当性が確認されていること、明確に文書化されていること、及びそれらが管理下で実施されていること（例えば、QC管理図の使用）を確実にするために確認される。試験の実施にあたっては、文書化された手順が、一貫した解釈で誰もが実施できることを立会審査される。技能試験スキーム又は試験所間比較における試験所の評価結果も重要な焦点になる。評価項目には技術能力監査又は測定監査を追加することがある。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（accuracy）について許容可能なレベルを達成することが要求される。

##### 序文

4.6 使用する全ての手順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、手順が目的にかなっているかを調査する。

4.7 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。

審査の同等性を確保するために、認定機関は JIS Q 17011 (ISO/IEC 17011) [17]の要求事項に沿った活動をするべきである。

4.8 審査員は規定された基準に従って選出される。認定機関により任命される審査員の選出基準は、JIS Q 17011[17]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。

##### 序文

4.9 認定の利点は、試験所の業務の品質が顧客の信頼を得ることである。試験所の能力に関する要求事項を導入することにより、認定及び他の評価による承認が、世界に広く通用し、貿易で重要な役割をもつ。

多くの試験所認定機関（評価され、関連する要求事項を満たしている—上記細分箇条4.7参照）が、試験所認定制度の同等性を承認する相互承認協定（MLA）を欧州認定連合（EA）メンバーと、及び/又は国際試験所認定協力機構（ILAC）のもとで相互承認協定（MRA）に署名している。

## 5. 認定適用範囲

5.1 試験所は、その業務の全部又は一部に品質マネジメントを適用してもよい。試験所が特定の規格に対する認定又は認証、若しくは特定の規制における要求事項の遵守を主張する場合、どの活動の認定、認証又は規制遵守を適用するのかを明確にすることが重要である。JIS Q 9001 [5]に対して認証、又はJIS Q 17025 [2]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。

5.2 「適用範囲」という用語の意味は規格によって若干異なる。例えば、JIS Q 17025 [2]の認定を求めている試験所の場合、認定範囲を明示することが要求される。

適用範囲は通常以下の観点から規定されている。

- i) 試験又は分析の対象となる製品の種類、材料の種類又は試料の種類
- ii) 特性値（対象成分及び測定範囲 等）
- iii) 規格又は方法／装置／技術的手法

関連規格に従って試験、校正又は臨床検査の認定範囲を定義する方法は、ILAC G18 [18]に記載されている。このタイプのスコープを「フィックスドスコープ」※という。試験所の認定一覧（JAB では認定証の附属書）には、前述の i)から iii)の認定範囲に関する情報を含む。測定範囲と測定の不確かさは認定範囲に記載する必要はないが、JIS Q 17025 の要求事項を満たすように関連文書を整備するべきである。

※fixed scope：フィックスドスコープ

フィックスドスコープとは、方法を限定して認定する方法である。

5.3 特定の項目で適用範囲を定めることは、確立された方法に従ってルーチン分析を行う試験所にとって容易なことである。

しかしながら、このフィックスドスコープでの認定では、たとえ試験範囲の試験を実施する力量がすでに実証されていたとしても、試験所の認定範囲に新規な方法又は変更した方法を容易に追加することができない。

他の選択肢として、試験所は「フレキシブルスコープ」※の認定を選択することができる。

※flexible scope：フレキシブルスコープ

試験所は、フレキシブルスコープに含まれる試験の一覧を保持すべきであるが、認定機関に適用範囲の拡大申請を行わずとも（細分箇条 5.4 に記載）、試験所が行った妥当性確認を基に試験の追加を認定の適用範囲に含めることができる[18-20]。

フレキシブルスコープは次のような場合に用いることができる。

- i) 一般的な方法に従った新しい又は修正した試験を使用する場合
- ii) 適用性を広げるため既存の方法を変更する場合（例えば、異なった試料の種類又は異なった分析対象成分を扱う場合）

注：試験規格を意図する適用範囲外で使用する場合

- iii) 試験所がすでに認定されている方法と技術的に同等な方法で、新たに改定した方法又は標準方法を含める場合

フレキシブルスコープの場合、試験所は方法が目的に適合していることを証明しなければならないのでより多くの責任を負う。

また、適用範囲を変更する場合、試験所は新規又は変更された方法の認定及び認定された方法の更新に、十分対処できる手順を整備していることを証明できなければならない。

フレキシブルスコープの概念は広く受け入れられているが、国によって実施状況は異なっている。

5.4 適用範囲の変更を希望する試験所は、フレキシブルスコープの認定（5.3で説明）でない限り、試験の追加や、既に認定されている方法を変更する場合、認定機関の変更方針に従い承認を得る。単純な変更は、通常は書類の調査で済ますことができる。複雑な変更や特に新手法が関与している場合には、追加の審査が要求されることがある。

## 6. 分析業務

6.1 分析には複合的な多くの工程があり、次のような副工程に分けることができる。適宜、本Guideに対応する箇条も併記する。分析作業は以下に示した工程の連続なプロセスというよりは反復プロセスであることが多く、またルーチン測定を行う場合、全ての工程がその都度必要となるわけではない。\*印を付記したものはノンルーチン分析の場合はより重要である。

- ・ 要求事項の仕様—箇条7
- ・ 情報のレビュー\*
- ・ 考察\*
- ・ 試験計画\* - 箇条8

- ・ サンプルング - 簡条11
- ・ 試料調製
- ・ 予備分析\*
- ・ 成分の同定／組成の確認
- ・ 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

6.2 規格によっては品質マネジメントの別の側面を強調するものもあり、前述の工程を一部含まないものもあるが、各工程でどれが品質マネジメント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。

### 細分簡条7.1

7.2 良好な分析を行うには、明確で的確な要求事項の仕様がカギとなる。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、顧客と協力して分析仕様を作成することが必要となる。分析に関する要求事項は、委託の過程で作成することもできるが、顧客と試験所と合意して作成することが望ましい。双方が分析の問題とその解決について同じ理解であることを確認するのが望ましい。分析依頼の仕様には、次の項を含む。

- ・ 分析の背景
- ・ 必要な情報
- ・ 試験結果の重大性
- ・ 納期
- ・ 分析費用
- ・ サンプルング
- ・ 計量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
- ・ 成分の同定／組成の確認／同一性識別（フィンガープリンティング）
- ・ QA/QCの要求事項
- ・ 方法の開発／承認

7.3 試験所は、依頼内容、提供試料及び契約内容をレビューする手順をもち、重要な変更を含むレビュー記録を保管するべきである。レビューには、試験所が下請した作業も含めることが望ましい。これらには、業務の規模と重要性に見合った「情報レビュー」及び「考察」を含むことが望ましい。

7.4 試験所が業務を下請に依頼する場合（短期の契約であれ、継続的契約であれ）、顧客には適宜その旨を告げ、顧客の承認を得るべきである。JIS Q 17025 [2]は、下請業者の選択に関して追加的な要求事項を定めている。

7.5 試験所は、認定の重要性及び顧客の要求の範囲内の試験及び／又は校正の認定状況を顧客に伝えることが望ましい。

## 8. 分析方針

### 細分簡条 7.1.1

8.1 全ての分析作業は適切に計画し、文書化することが望ましい。要求される詳細さは、業務の複雑さに依存する。

8.2 計画には、一般的に目標を達成するための方針と併せて、特定業務の開始点及び目標とする終点を明示する。

### 細分簡条 7.1.6

作業の途中で、その方針を変更することが必要な場合には、その計画を修正することが望ましい。修正した場合はその内容を文書化し、重要な変更点は顧客に通知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、次のいずれかである。

- ・ 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
- ・ 試料ごとに異なった分析手順を必要とし、分析を行う前に方法を確立しなければならない業務

後者は「アドホック分析」とも呼ばれている。研究開発及びノンルーチン分析の品質保証のガイダンスはEurachem/CITAC GuideCG2 [1]に記載されている。

9.2 測定の費用には、方法の開発、方法の妥当性確認、機器、消耗品、装置の日常保守、要員からの報告、

校正、QC等の種々の段階に関連する費用が含まれる。これらの費用の多くは、方法が開発された後では分析する試料の数と関係がなくなる。従って、一つの方法を多数の試料に適用できる場合、試料当たりの分析費用は安くなる。少数の試料に対して特別な方法を開発しなければならない場合には、試料当たりの分析費用は非常に高くなる。このようなノンルーチン分析についても、一般的な方法、即ち、極めて広範に使用できる方法を適用することによって費用の一部を削減できる。他の削減例としては、特定の業務に特化している試験所に業務の下請負契約することが最も効果的な費用削減の解決策がある。業務を下請負契約する場合には、細分簡条7.4に要求事項がある。

9.3 分析は分離と測定の二段階に分けることができる。分離の目的は、試料中の分析対象成分を最終的に測定するためにマトリクスを単純化することにある。分離手順は、(方法が対象とする) サンプルマトリクスの範囲内であれば広範囲の分析対象成分に対してほとんど変える必要がない。食品中の微量金属の抽出に適用される分解技術は、一般的な分離手順の例である。

9.4 同様に、分析対象成分がサンプルマトリクスから分離され、溶媒等の比較的クリーンな環境中に存在する場合には、広範囲の分析対象成分の濃度に適用できる一般的で単一の測定方法を用いてもよい(例えば、ガスクロマトグラフィ又は紫外/可視分光光度法がある)。

#### 細分簡条7.2.1.3

9.5 このような一般的な方法の文書化には、容易に対応できるように分析対象成分ごとに、抽出、クリーンアップ又は測定に関する変更を、例えば表を使用して設計することが望ましい。変更するパラメータには、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(種類、長さ)、分離条件、又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一般的な方法を使用する利点は、新規な分析対象成分/マトリ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一般的な方法に組み込むことが可能となることである。従って、追加の費用は、全く新規の方法の開発に比較して非常に安くなる。

#### 細分簡条 7.2.2

(方法を使用するにあたり、) 分析が妥当であることを確認するために、異なる分析対象成分又は試料タイプごとに実施するのに必要なチェックをその方法に規定することが望ましい。分析作業を後日正確に同じ手順で繰り返すことができるように十分な情報を記録する必要がある。特別な方法を妥当性確認し、文書化した場合、その特定の分析を後にルーチン分析にしてもよい。

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、そのような方法の審査方針、試験所の認定範囲又は認定一覧に記述する方針をもっている。細分簡条5.3で説明している「フレキシブルスコープ」の認定は一つのオプションである。フレキシブルスコープにより認定される場合、試験所は関連する品質規格の全ての基準に適合していることを審査員に証明する責務がある。特に、このような分析が認定されるか否かを決定する上で、要員の経験、専門知識及び教育・訓練が重要な要因になる。

## 10. 要員

#### 細分簡条5.5 a)

10.1 管理主体(ラボラトリマネジメント)は、試験所内の異なる職位を特定し、機能組織図(組織図)に記録するべきである。

10.2 管理主体(ラボラトリマネジメント)は、目標と職務内容を定め、それらを基に各要員の職位に適した必要な教育・訓練及び技能を定めることが望ましい。

#### 細分簡条6.2.2

継続的な品質改善を実現するため、試験所の現行及び今後予期される業務を考慮すべきである。

10.3 管理主体(ラボラトリマネジメント)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低限の学術上又は職業上のレベルを手順書又は品質マニュアルに規定することが望ましい。専門的業務(特定の種類の試験又はサンプリング)の遂行を求められている要員や試験報告書の発行及び/又は「意見及び解釈」を行う要員は、人為的ミスの防止など、業務に適した特別訓練を受ける必要がある[15]。すべての分析は、資格、経験及び力量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るべきである。他の上位要員は、通常同様の力量をもつ。要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、下位の正式な資格でもよい。教育・訓練中の、又は関係する資格認定をもたない要員は、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。全ての教育・訓練は文書化され、教育・訓練記録として維持される必要がある。

10.4 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要員に対する経験は、規則の中で規定してもよい。

#### 細分簡条6.2.3

10.5 試験所は、すべての要員に試験の適正な実施及び装置の操作を適切に行うに相応しい教育・訓練を確実に受講させるべきである。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（性能基準）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。必要な力量を実証された分析者か、又は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。

#### 細分箇条 6.2.5 f)

継続的な教育・訓練プログラムは必ず実施され、文書化するべきである。

適切な力量の獲得を支援し、試験所の将来的ニーズを満たすため、すべての要員を対象とした教育・訓練の開発計画を実施するのがよい。例えば、QC及びPTで達成した成績をレビューすることにより、力量が維持されていることを監視するべきである。常時使用されていない分析法又は技術を使用する要員に限らず、定期的にすべての要員を再教育・訓練する必要性を考慮するべきである。管理主体（ラボラトリマネジメント）は、適切な教育・訓練を確実にを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するべきである。要員は、分析を単独で開始する前には、許可されるべきである。

#### 細分箇条 6.2.5

10.6 管理主体（ラボラトリマネジメント）は、要員が受講した教育・訓練の最新の記録を維持しなければならない。この記録の目的は、すべての要員が、適切に教育・訓練を受けたこと、及び特別の試験を行う力量が評価されたことの証拠を準備することである。場合によっては、力量についての証拠に対する限界を明記してもよい。記録には、通常、要員ごとに次の項目を含むことが望ましい。

- ・ 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：

- ・ QC及び／又はPTスキームへの参加（関連データを添付する）
- ・ 試験所内比較への参加
- ・ 方法の妥当性確認への協力
- ・ 刊行された技術論文及び学協会での発表

10.7 確立された分析方法の力量を記録することよりも、むしろ特定の測定技術面での力量を記録することがより適切な場合がある。

10.8 日常の作業でもこの教育・訓練記録を閲覧することもある。通常、一元管理されている要員の個人情報閲覧は、個人情報保護法によって制限されることがある。

#### 細分箇条 6.2.3

10.9 臨時職員、契約による要員、研修生及びその他新規要員を雇用する場合は、力量及び該当する QMS 要求事項を理解させるために適切な手順によって教育・訓練することが望ましい。

#### 細分箇条 4.2.1

10.10 要員は、秘密保持契約書に署名するべきである。

### 11. サンプルング、試料の取扱及び調製

11.1 測定結果と試験結果は、以下のさまざまな理由で必要となる。それらは、材料中に存在する物質の特定、材料中の分析対象成分の平均値を確定すること、材料中の分析対象成分の濃度分布を確定すること、又は材料中の部分汚染を定量することである。場合によっては、例えば法医学分析のように材料全体を調査することが適切な場合がある。また、ある種の試料ではその一部をサンプルングすることが適切な場合もある。試料をサンプルングする方法は、分析の目的によって明確に異なる。

11.2 測定試料が元の材料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、分析結果を元の材料が保有している特性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、系統的に又は順番に行ってもよい。

そしてそれらは定性情報若しくは定量情報を得るために実施されてもよいし、又は材料の仕様に適合か不適合かを決定するために実施されてもよい。

#### 細分箇条 7.6.1

11.3 サンプルングは、常に測定の不確かさに影響を及ぼす [21]。分析方法が改善され、より少量の測定試料での分析が可能となるか又は要求されるかに従い、サンプルングに関連する不確かさはますます重要になり、測定結果に関連する不確かさは増加する。サブサンプルング等に関連する測定の不確かさは、常に試験結果の測定の不確かさに含めることが望ましいが、基本的なサンプルングプロセス（試験所に試料を提出する前に実施され、試験所の管理外であることが多い）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、サンプルング方法の妥当性が確認され、公表されてきた。サンプルング手順は、食品中の特定の汚染物質に関するEU規制などの法律で規制されていることがある[22]。分析者は、国内又は業界標準法に適宜、注意を向けることが望ましい。特定のサンプルング方法が適用できない場合、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ルング方法を適用することが望ましい。材料及びそれからサンプルングした試料が疑わしい場

合は、不均質な試料として扱うことが望ましい。

#### 細分簡条6.2.2

11.5 大量の材料から適切な1つの試料又は複数の試料を分取することは、極めて重要な測定操作である。それは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サンプリング実施者、又はその監督下で行うことが望ましい。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・訓練された要員である。

試験所は、サンプリングに熟練した要員を起用することができない場合、可能な限りサンプリングが適切であることを確実にするために、顧客と連絡をとり、助言あるいは顧客に協力してもらうことが奨励される。

11.6 国の認定機関は、サンプリング認定に対する独自の手順を設けており、独立した活動としてサンプリング認定を行うことが可能である。

#### 細分簡条7.3.2

11.7 サンプリング手順を文書化するとき、使用する全ての用語を明確に確実に定義することが重要である。これは、その手順を使用する他の要員も明確に理解できるようにするためである。同様に、2種類の異なった手順を比較するとき、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、個々の試料を集めたものか、又は区別できない大きな塊を指すことがあるからである。

11.8 サンプリングに関する用語にはIUPACが公表した勧告[23]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。また、IUPACは、土壌サンプリングに関する用語のガイダンス[24]を公表している。更にEurachemはサンプリングに関する用語の概要[21]を提供している。バルク製品又は包装製品からのサンプリング例では、おおもとの引き渡し物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、試験所試料に小分け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製する。試験所試料又は測定用試料までくればサンプリング手順は終了とみなされるが、この手順での操作では、サンプリングの不確かさを生じる。この手順の後に行われる作業は一般的に「分析操作」とみなされる。これはサンプリングに関連する不確かさには寄与しない。

#### 細分簡条7.3.2

11.9 本ガイダンスにおいては、IUPAC [23] が提案している以下の定義を使用している。

試料：材料の一部分であって、より大きな材料全体を代表するために選別したもの。

サブサンプル：選別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サンプリングしたロットの個々の部分、又は多段階にサンプリングした最終の部分。

試験所試料：試験所へ送付された試料又はサブサンプル。

測定用試料：試験所試料から調製された試料。

そこから分析のために測定試料が分取される。

試料調製：試験所試料から測定試料を分取する手順。

手順は、試験所内処理、混合、縮分、円錐四分法・二分法、微粉碎・粉碎である。

測定試料：分析のために測定用試料から分取された材料。

試料の取り扱い：IUPACでは定義されていないが、おおもとの材料の選別から全ての試料と測定試料の廃棄までの試料に係る操作。

11.10 サンプリング手順は、サンプリング計画に詳細に記述することが望ましい。手順には、バルク材料からサンプリングする必要がある部分の数量及びサイズを指定し、試験所試料の入手方法を記述するのが望ましい。試験所試料からサンプリングされる測定用試料のサイズ及び数量についても文書化するべきである。サンプリング計画は、結果のデータがバルク材料のもつパラメータを表し、分析の要求事項を解決できるように策定されることが望ましい。

11.11 サンプリング計画は、立案、選択、実行するときの重要な規則である。

11.11.1 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、サンプリング計画を立案することが望ましい。

サンプリングの方針は、その問題の内容によって異なり、例えば、次の事項がある。

- a) 材料中の分析対象成分の平均濃度を必要とするかどうか
- b) 材料全体の分析対象成分の分布を必要とするかどうか
- c) 材料が、特定の分析対象成分による汚染の疑いがあるかどうか
- d) 汚染物質が、材料中に不均一に分布（ホットスポットとして起こる）しているかどうか
- e) 調査場所の状態等、考慮すべき他の非分析的な要因があるかどうか

11.11.2 均質に見えるときでさえ、材料が均質であるとみなすことには注意を払うことが望ましい。材料が明らかに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、均質化し、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、主材料の粒度分布が著しく異なり、かつ、時間の経過とともに材料が安定化する場合、分析対象成分の濃度に大きなバラツキが生じる。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材料を混合することが適切である。同様に、材料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。

11.11.3 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、光感受性、熱安定性及び化学反応性は、サンプリング計画の立案及び装置、包装及び保管条件の選定にあたって重要な検討事項になることがある。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、試料特性の予測しない変化による最終結果への影響を回避するように選定することが望ましい。サンプリング時の質量測定又は容量測定の不確かさの重要性を考慮し、重要な装置は校正しておかなければならない※。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は、試料に酸を添加することは特に重要である。

※原文はshouldを使用しているが、ここではshallとして扱う。

11.11.4 分析試料を採取する時に、残りの元の材料を用いることとその残量を考慮する必要がある。不適切と考えられるサンプリングは、特に破壊的であれば、委託物全体の価値をなくす可能性がある。

11.11.5 サンプリングに対してどんな方針を取ろうとも、サンプリングプロセスを厳密に繰り返し可能とするために、用いた手順の明確な作業記録を保管することは極めて重要である。

11.11.6 2つ以上の試料を採取する場合、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、サンプリングをより容易に繰り返し、かつ、試験結果の最終的な解釈に役立つこともある。このような文書化が有用である代表的な用途例として、煙道からの降下煤塵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。

#### **細分箇条7.8.5**

11.11.7 試験所がサンプリングに責任をもたない場合、受領した試料をそのまま分析した旨、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、又は指示した場合、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。

11.12 試験所が受領した試験所試料は、分析に適した状態にするための異物の除去、サブ分割及び／又は粉碎並びに微粉碎などの追加処理が必要となる場合がある。

11.13 別途定めのない限り、分析用に採取された測定試料は試験所試料を代表するものであるべきである。測定試料の均質性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ことが必要となる。しかし、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となる。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。測定試料にサブ分割する前に、試料を破碎又は粗砕する必要がある。試料は、円錐四分法、リップル、又は回転試料分離機若しくは遠心分離機を含む様々な方法を用いてサブ分割することができる。粒度を縮小する方法は、手動（乳鉢と乳棒）又は機械（破碎機若しくは粉碎機）のいずれかにより行うことができる。これらの処理の際、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、試料の交差汚染（クロスコンタミネーション）防止に注意を払うべきである。分析の標準方法の多くは、分析用の測定試料を抜き取る前に行う測定試料の調製について詳細を記述した節を設けている。その他の例では、法律が一般的な問題としてこの点に対処している。

11.14 分析操作は、試験所試料又は測定試料から既知量（測定試料）を抜き取ることに始まり、様々な操作を経て最終測定に至る。

#### **細分感情7.3.1 : SOP**

11.15 試料の包装及び試料操作に使用する機器は、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。

11.16 試験所は、フラスコや補助装置など、サンプリングで用いる全てのアイテムを洗浄する手順を設けなければならない。また、洗浄プロセスの記録を保持することが望ましい。

#### **細分箇条7.4.1**

11.17 容器から試料が漏れ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に容器を密閉することが望ましい。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。

#### **細分箇条7.4.2**

11.18 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、メイン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などの追加の情報が適切な場合がある。ラベルは試料の包装にしっかりと貼り付けるべきである。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、温度及び湿度の許容される変化に耐え得るべきである。多くの試験所、特に多くの試料を扱う試験所では、ラボラトリ情報管理システム(LIMS)にリンクしたバーコードを用いて試料の識別を行っている。

11.19 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。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、“証拠の連鎖”として知られている。

11.20 試験所の要員に危険のないように、また、試料の完全性が維持されるように適切な温度と方法で試料を保管するべきである。保管場所は、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、あるいは分析対象成分濃度の増加（例えば、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（例えば、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、適切なレベルのセキュリティが望まれる。

11.21 試料取扱システムの管理に関係する全ての要員は、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廃棄のための文書化された方針をもつことが望ましい。

11.22 適合性評価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。計量値による検査のためのサンプリング手順[25-29]は、特性値（計量値）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。

一方、属性（例えば、歩留りのような）による検査のためのサンプリング[30-35]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、合格／不合格に関連するリスクは、適切な統計技術により定められた合格／不合格品質レベルによりあらかじめ決定されている。

## 12. 環境

### 細分簡条 7.4.1

12.1 試料、試薬、測定標準（標準物質も含む）は、その完全性を確実にするように、保管するべきである。特に、試料は交差汚染の可能性がない方法で保管するべきである。

### 細分簡条 6.4.3

試薬、測定標準及び試料は異なる場所に保管ことを推奨する。試験所は、劣化、汚染がないように、また識別が維持されるように、供給者が提示する、又は方法により指定される特定の要求事項（例えば保管温度）を考慮してこれらを遵守することが望ましい。

12.2 試験所の環境は、実施する作業の品質を損なうことがないように、十分な空間的余裕があり、清潔で、整理されていることが望ましい。作業の質に重要な影響を与える場合、試験所は洗浄プロセスについて手順を文書化し、記録を維持しなければならない。

### 細分簡条 6.3.4

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。

立ち入りは、許可された要員のみが可能である。これを手順書に記載し、立ち入りを許可された者の氏名を記録するべきである。制限は、セキュリティ、安全、又は汚染あるいは妨害の程度のためである。代表的な例としては、爆薬、放射性物質、発がん性物質、法医学検査、PCR法及び微量分析に関する作業がある。立ち入りが制限されている場合、要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) 該当する区域内での作業上の制限
- iii) 該当する区域内に制限を加える理由
- iv) 該当する区域内の制限を違反したときに従うべき手順

### 細分簡条 6.3.4 c)

12.4 同時に実施することができない活動を隣接した作業エリアで行う場合、それぞれの活動が効果的に独立性を保って行われるよう規定を定める必要がある。独立性は、空間（即ち、試験所内の異なるエリアで活動を行う）又は時間（即ち、同時に実施できない作業を順番に行い、各作業の間に適切な洗浄手順も入れるよう作業計画を定める）により実現することができる。

### 細分簡条 6.3.4

12.5 新規の業務のために指定された区域を選定するときは、その区域の以前の使用状況について考慮する

べきである。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チェックすることが望ましい。環境又は装置の用途が変更される場合、又は予想外の汚染が発生した場合は、適切な汚染除去手順を実施するのがよい。

#### 細分簡条6.3.1

12.6 試験所は、特定の試験又は特定の装置の操作に必要な環境条件を維持し、環境制御装置を適切に設置しなければならない。この環境制御装置には、以下の影響を考慮し、コントロールが必要である。

- ・ 温度
- ・ 湿度
- ・ 振動防止
- ・ 空中浮遊物及びダスト由来の微生物汚染の防止
- ・ **照明**

加えて放射線遮蔽及び特定のサービス（例えばガスラインや水供給）も考慮することが望ましい。

#### 細分簡条6.3.3

重要な環境条件を監視し、規定の限界内に維持するべきである。監視装置は適切に維持、検証及び/又は校正される必要がある。

12.7 環境条件の限界からの逸脱は、監視システム又は特定の分析の QC 結果によって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(細分簡条 18.13 参照)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。

それらはQMSの不適合としてフォローアップされるべきである。

#### 細分簡条6.4.3

12.8 試薬及び試料を適切に廃棄すれば、試料の分析の品質に直接影響を及ぼすことはない。

しかし、これは優良試験所基準の事項であり、国の環境規制又は安全衛生規制に従うことが望ましい。

### 13. 装置※

(付属書 B も参照)

※JIS Q 17025 では equipment を“設備”と訳しているが、本簡条では“装置”と訳すことが適切と判断した。

#### 13.1 装置の適格性評価

13.1.1 JIS Q 17025 [2]に明記されていないものの、装置適格性評価のプロセス（装置の性能が設計から日常使用までの用途に適していることを確保するプロセスとして定義されている）は、優良装置管理の基本的な要素である。

#### 細分簡条 6.4.4

通常、装置の適格性評価は 4 つのレベル又は段階に分かれており、それぞれが装置の履歴の異なる点に対応している。

- ・ レベル I (設計時適格性評価, DQ) – 機器及び供給者の選定
- ・ レベル II (据付時適格性評価, IQ) – 据付及び引渡し
- ・ レベル III (運転時適格性評価, OQ) – 定期及び随時の機器チェック
- ・ レベル IV (稼働性能適格性評価, PQ) – 稼働時の機器チェック

レベル I は、初期段階の装置及び供給者の選定に対応するものである。この段階では、主要な機能及び性能が決定される。又、試験所の機器の使用目的及び使い方に応じて、機器校正、保守及び訓練といったサービスに関する要求事項が決定される。

レベル II は、装置をルーチンで使用できる状態で引渡し前に、装置を引き渡し据え付ける際の実施及びその方法を文書化したものである。通常、この方法には、装置が注文通り良い状態で引渡されているかのチェックと、選択された環境において装置の全ての機能性のチェックが含まれる。これには、分析方法に関係なく、供給者による起動点検と、それに続く装置の主要機能パラメータの総チェックが含まれる。必要に応じて、この段階の一部として校正を実施する。稼働可能状態での引渡しは、その機器の責任者により文書化され、承認されなければならない。

また、引渡し前のチェックは、機器の定期的な機能性評価（レベル III）の基礎となる。このチェックは、使用頻度及び使用条件で機器の安定性の情報を基にした間隔で行われなければならない。

#### 細分簡条 6.4.4

また、機器を別の環境に移す場合、又は機器に重大な修理若しくは保守を行った場合にも、この点検を行わなければならない。

測定装置については、関連する計量特性の制御を確実にするため、「計量確認」のプロセス（細分簡条 13.2.2 で詳述）を考慮しなければならない。引き渡し試験済の性能パラメータの判定基準には、機器メーカーによる仕様だけでなく装置の使用目的の要求事項も考慮することが望ましい。

最後に、通常使用時における装置の性能点検は、日常同じ品質水準を達成できるように計画されることが望ましい（レベル IV）。

**細分簡条 6.4.13**

通常、このようなチェックは、ブランクや校正標準に対する分析応答という形で分析方法に組み込まれる。そのような応答に対する管理図や、分析法の一環として用いられる QC 試料により、装置の性能を長期的に記録、監視することが可能になる。

更なるガイダンス及び実例（例えば、分光光度計、質量分析計、HPLC の適格性評価用）が利用可能である [36]。

**13.2 装置のカテゴリー****細分簡条 6.4.1**

13.2.1 試験所で使用する全ての装置（関連するソフトウェア含む）は、使用目的に応じて十分な仕様をもち、保守及び校正によりその用途に合致する状態に維持し、計量管理しておくことが望ましい（細分簡条 13.2.2）。

分析試験所に通常設置されている装置は、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、又は測定に使用しても最小限の影響しか与えない汎用装置（例えば、ホットプレート、攪拌機、容量測定用以外のガラス器具及びおおよその容量測定用のガラス器具）及び試験所の暖房又は換気システム
- ii) 容量測定器具（例えば、フラスコ、ピペット、比重瓶、ビュレット）及びその他の測定機器（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）
- 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

**細分簡条 6.4.5**

13.2.2 試験所は、JIS Q 10012 (ISO 10012) [37]から測定プロセス管理及び使用測定装置の「計量確認」に関するガイダンスを入手することができる。このガイダンスは、効果的な計量プロセスの開発に役立てることができる。当該規格の定義によると、一般的に「計量確認」には、校正並びに校正状態のチェック（キャリブレーションチェック）、保守及び／又は修理とそれに伴う再校正（必要な場合）、使用の意図に沿った計量要求事項との比較、及び必要に応じて包装及び／又はラベル表示が含まれる。規定すべき計量要求事項の特性の代表的な例は、測定間隔、分解能、繰返し精度及び真度である。

**細分簡条 6.4.5****13.3 汎用装置**

13.3.1 汎用装置は、洗浄及び必要に応じた安全チェックによって保守される。計量管理は、試験結果又は分析結果に重大な影響を与える場合に実施する必要がある（例えば、マッフル炉又は恒温槽の温度）。このようなチェックは文書化し記録する必要がある。

**13.4 測定機器**

13.4.1 容量測定用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。従って、保守のために厳格な手順が必要となり、このような器具は、用途に応じてより定期的、かつ、計画的な計量管理が要求される。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するべきである。そのような計画的な保守及び計量管理の措置を文書化し、記録する必要がある。

13.4.2 器具自体が不活性な素材であること、又は以前の使用条件により交差汚染がないことに注意を払うことが望ましい。容量測定用ガラス器具の場合、洗浄手順、保管及び使い分けは、溶出及び吸着が問題となる微量分析にとって特に重要である。

13.4.3 定期的な保守、洗浄及び校正を行って、正しく使用しても必ずしも機器が適切に稼働するとは限らない。適宜、定期的な性能チェック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：附属書 B 参照）。試験所は、試験用及び校正用装置（及び該当する場合は関連ソフトウェア）が勝手に調整されないように管理し、また系統的に補正因子を求める必要がある。装置を試験所の外部で使用する場合は、追加の管理が必要になる。

13.4.4 性能チェックの頻度は、取扱説明書又は作業手順書の中で規定する。

規定していない場合は、経験、必要性、装置の型式及び過去の性能チェックに基づいて決める。チェック間隔は、装置が許容範囲外にドリフトする時間よりも短いことが望ましい。

13.4.5 方法に組み入れる性能チェック（システム適合性チェック）は、標準物質に対する検出器又はセンサーの応答、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に依存する。これらのチェックは装置を使用する前に確実に完了し、記録するべきである。

13.4.6 場合によっては、試験及びその実施が装置の特定な箇所の形状等に依存することがあり、その装置が仕様に適合しているかをチェックする必要がある。例えば、可燃性試料の引火点の値は、試験で使用した器具の寸法や形状に依存することがある。

**13.5 物理測定標準**

13.5.1 正確な性能を必要とする試験には、物理的パラメータが重要となり、試験所は必ず、校正のために

適切な測定標準をもつか、又はその測定標準を利用できるようにしなければならない。

13.5.2 測定標準は、校正状態の維持に適した保管及び使用することが望ましい。測定標準を保管するには、測定標準に付帯する文書に規定されている事項に注意を払うことが望ましい。認証書／校正証明書及びその他の関連文書は、測定標準の使用中にはいつでも利用できる形で保管し、その後は、それらを用いて行った測定の計量トレーサビリティの実証に必要な期間まで保管することが望ましい。キャリブレーションチェックは一定間隔で行うことが望ましく、試験所は計量管理の結果の判定基準を設定することが望ましい。

### 13.6 コンピュータ及びデータ処理装置

13.6.1 コンピュータに対する要求事項を簡条22に示す。

## 14. 試薬と消耗品

14.1 試薬及び他の消耗品の材質の品質は、使用目的に合うべきである。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 重要な試薬及び消耗品の供給者を評価及び承認することが望ましい。関連する文書及び記録は保管することが望ましい。この評価の目的は、重要な供給品が要求事項を満たさないことで、測定結果が期待される品質から逸脱することを防ぐためである。

### 細分簡条 6.6.2

このプロセスは、供給される試薬及び材質のリスク評価に基づくことが望ましい。

主な課題には次の事項がある。

- 特定の製品が関連仕様に適合しない場合に生じる問題と適合しない理由。
- 試験所の活動結果の影響。
- そのような不適合が生じる可能性。
- 不適合の可能性又はその影響を軽減する要因の有無。
- リスクレベルの受け入れ可否。

リスク評価及びリスクマネジメントに関するガイダンスは ISO 文書[38-40]に示されている。

14.3 試験所の作業品質に影響を与える試薬及びその他の物品の購買文書には、適切な発注内容を記載するべきである。発注内容は、必要な仕様及びその試薬を購入した目的を明確に特定できるべきである。これらの文書は、必要に応じて、発行前に確認及び承認されることが望ましい。

### 細分簡条 6.4.4

14.4 試薬の品質が試験に対して重要である場合、旧バッチがまだ使用可能と分かっている場合に限り、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。

ただし、いずれの場合においても、試薬及びその他の消耗品が、規定の仕様に適合しているか検査及び検証することが望ましい。

### 細分簡条 6.4.8

14.5 試験所が購入した試薬には、受領日、開封日及び使用期限、更にその試薬を開封した者の氏名をラベルで表示することが望ましい。

### 細分簡条 6.4.3

試験所は、試薬の使用期限を遵守するべきである。

この目的のため、FIFO（先入れ先出し）又はFEFO（使用期限順先出し）の規則を適用することが望ましい。

### 細分簡条6.4.3&7.2.1.3

14.6 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定の注意事項に関するガイダンスと併せて、方法の手順書の中に明示することが望ましい。

この注意事項には、次の事項を含める。

- 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
- その他の危険性

### 細分簡条 6.4.8

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で確認できなければならない。

## 15. 計量トレーサビリティ

15.1 計量トレーサビリティの正式な定義は細分簡条 3.15 にある。

Eurachem/CITAC [14]及び IUPAC [41]により、実用的なガイダンスが提供されている。

トレーサビリティは、別の試験所で得られた、又は別の日に得られた測定結果に同等の繋がりを与えるた

めに非常に重要である。トレーサビリティを達成するには、全ての個々の測定結果をいくつかの安定した共通する標準に関連付けることが必要である。そのような標準となるものは、測定単位（SI 単位系であることが望ましい）、測定手順（例えば、標準方法）又は標準物質である。完全なトレーサビリティの連鎖は、校正階層により実現される。校正階層は、実用標準及び関連測定システムを校正するために使用する二次測定標準、それを校正するために使用する一次測定標準（又はその他の高次の測定標準）で構成される。通常、試験所は市販の測定標準を購入する。これらの測定基準は、高次の測定標準に対する計量トレーサビリティを証明する証明書と共に提供される。ILAC 文書 P10[42]は、JIS Q 17025 [2]及び ISO 15189 [3]の計量トレーサビリティ要求事項に関する ILAC 方針について述べたもので、試験所に対しトレーサビリティの対処法に関するガイダンスを提供している。

#### **細分箇条 6.4.6**

トレーサビリティの連鎖の各段階には、更に不確かさが加えられることに注意しなければならない。別の場所及び別の日での測定結果の両立性を維持するため、適切な測定標準による SI へのトレーサビリティについて文書化されることが望ましい。

#### **細分箇条 6.5.3**

測定結果（例えば、pH、生体物質の濃度、硬度）には SI が使われていないものもあるが、その場合でも定義できることが知られている。そのような測定結果は、国際的に合意された標準（例えば、pH スケール、WHO 標準物質又はモース硬度）へのトレーサビリティがあることが望ましい。そのため、計量トレーサビリティの連鎖の始まりには、SI へのトレーサビリティが理想的であるが、唯一の選択肢ではない。

15.2 化学測定の結果は、測定モデル（又は数式）に表されている測定対象量の数値から計算することが一般的である。測定モデルには、質量、容量、測定標準の濃度等の量の値が含まれる。

#### **細分箇条 6.5.1**

トレーサビリティに関連する測定では、結果の計算に用いる測定式に表されている数値の測定も全てトレーサブルであるべきである。測定式にない pH、温度等の他の量も、結果に重大な影響を与えることがある。この場合は、これらの量を管理するために使用された測定についても適切な測定標準にトレーサブルである必要がある。

その他の測定（例えば、食品中の脂肪含有率%）の場合、測定結果の比較は合意された方法を用いることによるのみ実現できる。この場合、測定対象量は方法により定義され、トレーサビリティは細分箇条 15.5 に記載の通り確立される。

#### **細分箇条 6.5.1**

15.3 質量、容量等の物理量のトレーサビリティを確立することは、構築した手順に基づき、分析測定で要求される不確かさのレベルで測定標準を使用して装置校正することによって容易に達成される。分析者にとっての課題は、通常、方法の校正及び妥当性確認である。

一般に、校正は、トレーサビリティの実証が可能な適切な校正物質（例えば、純物質又は純物質の溶液）の繰り返し測定に基づいている。

#### **細分箇条 6.5.3**

選択された標準物質(RM)の同一性と純度は重要な問題であり、同一性は、有機化学においてより詳細な化学構造が要求され、類似成分との混同が容易に起こるため重要である。

#### **細分箇条 7.6.3**

標準物質(RM)として使用される物質の純度の不確かさは、一連の標準調製による寄与と同様に、校正からくる不確かさと併せて測定結果の不確かさの推定の一部をなす（この問題の取り扱い詳細については、Eurachem/CITAC Guide [13]を参照）。

しかし、ある種の有機物質については、純度及び安定性が重要となる。特に不確かさを小さくする場合には、純度が大きな問題となる。

化学分析の主要な課題は、原子や分子が存在している環境での原子や分子の様々な分析学的挙動であり、例えば、純水の中の物質は、食品、排水又は血液の試料中の同じ物質とは異なる挙動を示す。これは「マトリックス効果」として知られている。

そのため、測定装置の校正の他、分析科学における測定結果のトレーサビリティは、その方法で測定対象を実際に測定できているか（例えば、魚のメチル水銀の質量分率）を証明する妥当性確認に依存する。必要な場合は、また、適切な「回収率」を含めた結果の計算に用いた数式が有効であるかの確認によって決まる。加えて、妥当性確認は方法の性能評価に関する重要な情報を提供する。この情報は、測定結果の不確かさの推定に使用することができる [13, 43]。方法の妥当性確認に関する詳細な解説は箇条 18 で行う。

15.4 多くの化学分析において、抽出、分解、誘導体化及びけん化が通常必要である場合の主要な課題は、最終測定プロセスにある試料中の分析対象成分の量と、元来の試料中の分析対象成分の量と良好な関係を得ることができるかである。かたよりは、試料マトリクスからの分析対象成分の不完全な回収、プロセスでの損失、汚染又は妨害が原因である。

詳細説明は IUPAC[44]により示される。

かたよりを調べるためには次のような方法がある。

- ・かたよりの小さな既知の基準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
- ・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研究
- ・JIS Z 8402 (ISO 5725) [45-50]に則った共同研究

#### 細分簡条 6.5.3

前処理を施した試料に対する測定結果のトレーサビリティを確立することは、マトリクスマッチングした標準物質により得られる値のように、方法のかたよりを適切な標準物質に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必要がある。典型的な場合は、固体から抽出を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ているので、容易には抽出できないことがある。

また、ある条件では、液体試料あるいは分解済試料にでさえ問題が生じる場合がある。

例えば、生体試料で担体生体分子と結合した場合、試料にスパイクされた同じ分析対象成分を抽出する場合と比べて、抽出量が減少する原因になり得る。

#### 細分簡条 6.5.3

回収率が問題となり、測定モデルの一部となる場合、回収率が最終測定結果の測定の不確かさの一因になることに注意することが大切である。

別の例では、複雑なマトリクスから分析対象成分を回収する場合、かたよりや不確かさの評価が困難であるので、SI へのトレーサビリティを実現することには限界がある。ここでの選択肢の一つは、方法での測定対象量を定義すること、及び細分簡条 15.5 に記述された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「低い水準」のトレーサビリティをもつことになるが、既定の標準と比べると測定の不確かさは小さくなる。また、かたよりを推定し補正することができるので、推定したかたよりの不確かさを、不確かさの総合評価に含めることができる。多くの場合、かたよりは補正されないままであるが、測定の不確かさの中には考慮される[43]。

15.5 化学分析でのほとんどの測定結果は、原理的にはモルに対してトレーサブルである。

しかし、分析対象量が抽出可能な脂肪又は窒素定量に基づくタンパク質等の手順により定義された場合は、モルに換算しての測定結果からのトレーサビリティの確立は不可能である。

このような場合、測定対象量は方法により定義され、測定条件が変わる（例えば、異なる溶媒又は異なる換算係数）と、測定対象量に変化が生じる。

そのような方法を用いた時のトレーサビリティは、測定結果（例えば、質量や容量、方法により定義された値及び/又は標準物質から得られる値など）の計算に用いられる量に対して SI になり、いずれも合意された方法（例えば、標準方法）に厳密に従うことになる。

このような試験法は経験法と呼ばれる。

## 16. 測定の不確かさ

16.1 測定の不確かさは、簡条 3.16 で正式に定義されている。

測定の不確かさの評価の基準は、国際的指針[51]に記述されており、不確かさの評価の調和に関しては EA [52]に推奨されている。分析測定に関する多くの不確かさの実例は、Eurachem/CITAC Guide[13]に示されている。測定の不確かさは、ある特定の信頼の水準に対する測定対象量の値の範囲を示している。あらゆる測定結果には、それに付随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から生じ、また結果に影響を及ぼす要因の認識不足から生じる。測定結果が実用的な値であるためには、その不確かさについての認識をもつことが必要である。結果に付随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 JIS Q 17025 は、結果に対する測定の不確かさの評価を試験所に要求している。

特定の状況において、例えば、試験結果の解釈をしなければならない場合（その場合が多い）、あるいは顧客からの要求がある場合、測定の不確かさを報告する必要がある。

16.3 測定の不確かさを推定することにより、認定試験所及び非認定試験所の両方に対し以下のような利点がある。

- ・測定結果に影響を与える全体のあるいは個別の要因に関する認識の増加。  
この認識により、方法の改善・方法の最適化に関する情報、及び効果的でコスト効率のよい是正措置（必要な場合）に関する重要な情報が得られる。
- ・測定結果の品質に関する明確、かつ、定量的説明。
- ・不確かさの推定を顧客に提供する付加価値によって得られる競争上の優位性。特に、仕様への適合性を評価するときには当てはまる。
- ・測定結果の総合的不確かさに対してごくわずかな不確かさを与える影響量（例えば、環境温度、試料の pH 値）に関する管理条件の緩和。

**細分箇条7.6.3**

16.4 各種の要因は、分析測定から得られる結果に影響を及ぼす。例えば、容量測定器具に対する温度の影響、分光計における反射と迷光、電源電圧の変動、分析対象成分の抽出の不完全な回収率及び指定された方法に対する分析者個々の解釈は、全てが潜在的に結果に影響を及ぼす。合理的に可能な範囲で、そのような誤差が外部管理により最小化されているか、適切な補正係数を適用することによって補正されているべきである。しかし、一つの測定結果に対する正確な影響を知ることは不可能である。これは、種々の要因が測定の都度変化し、かつ、結果に対する各要因の影響が正確には分からないからである。従って、ばらつきの範囲が推定されるべきである。

**細分箇条7.6.1**

16.5 試料の調製、抽出、クリーンアップ、濃縮又は希釈のような測定のプロセスの各段階、機器校正（標準物質の調製を含む）、機器分析及び生データの処理は、測定の不確かさの一因となる。測定結果の不確かさの推定値を得るためには、まず、不確かさに関係する要因を特定し、各主要な寄与要因に値を割り付ける。総合的な値を得るために、個々の寄与要因は適切に合成されるべきである（ガイダンスは[13]参照）。特定された不確かさの個々の要因、それらの寄与の値及び数値（例えば、繰り返し測定、参照文献、認証標準物質のデータ）の出处を記録に残しておくことが望ましい。

16.6 不確かさの成分は、個々に又は適切なグループ[43,53]に分けて評価できる。例えば、方法の妥当性確認における精度試験のデータは、測定プロセスの各段階から発生するランダムなばらつきの総合的な寄与を推定するのに使用できる。同様に、総合的な偏り及びその不確かさの推定は、マトリックスマッチングした認証標準物質の分析及びスパイク試料の試験から得られる。

16.7 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をチェックすることにより得ることができる場合でも、個々の不確かさの成分の値を記録することは、重要である。

**細分箇条7.6.3**

16.8 試験所間試験からの情報を利用する場合、その試験の適用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。

この事項に関する更なるガイダンスは JIS Z 8404-1 (ISO 21748) [54]で確認できる。

16.9 各要因の不確かさの寄与は、全て標準偏差又は相対標準偏差として示されているべきである。[51]場合によっては、データの変換が必要となる。標準偏差として表現される不確かさは「標準不確かさ」と呼ばれ、 $u$  で表される。さまざまな種類のデータから標準不確かさを計算する方法の詳細は Eurachem/CITAC Guide[13]で確認することができる。また、合成標準不確かさを算出するため各成分からの加算について説明されている。

16.10 特定の信頼の水準で結果の不確かさを表すには、総合的な不確かさを計算し、合成標準不確かさの倍数で表現することが望ましい（この倍数表示の不確かさは、拡張不確かさと呼ばれ、 $U$  で表される。）推奨する倍数は 2（包含係数  $k$ ）であり、拡張不確かさは  $2u$  となる。正規分布の誤差から生じる寄与の場合、この値は約 95 %信頼区間に相当する。

**細分箇条7.6.3**

16.11 必ずしも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、測定方法の適用範囲での不確かさを調べ、その方法をルーチンで使用して得られる結果に対して測定の不確かさを推定するためにその情報を用いることで十分である。

16.12 測定結果の不確かさは、結果の信頼の水準を考慮しつつ、顧客が結果を明確に解釈できる形で報告されることが望ましい。

よって、測定結果は通常、測定に用いた包含係数( $k$ )、期待される信頼の水準及び不確かさの評価に適用した手順に関する記述又は参照と併せて、 $y \pm U$ として報告される。

**細分箇条7.6.3**

16.13 測定結果とその不確かさの有効数字は、測定能力に一致したものであることが望ましい。そのため、ほとんどの分析測定では、拡張不確かさの値は有効数字 2 桁以下で報告されることが望ましい。測定結果は、表示される不確かさと一致するよう桁を丸める[55]ことが望ましい。

例えば、結果が 215.342 mg/kg で、推定した合成標準不確かさが 5.12 mg/kg であり、拡張不確かさが 10.24 mg/kg である場合、報告される結果は 215 mg/kg  $\pm$  10 mg/kg-1 ( $k = 2$ , 95%の信頼の水準)となる。

**17. 校正及び試験の方法／手順**

17.1 要求されている適用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。試験所は独自の判断で方法を使用してもよく、顧客との相談により方法を選択してもよく、又は、方法は法令によりあるいは顧客により指定されることもある。方法が顧客によって提供されるならば、試験所はそれらを実行する能力と、顧客と事前に合意した品質要求事項を達成する能力とを確保しなければならない。

17.2 品質基準は、可能な限り、標準方法又は共同試験された方法を使用することが好ましい。しかしながら、方法が広範に使用されているか、又は法令で規定されている状況においては、その方法を使用するこ

とが望ましいが、ときに試験所が独自のより適切な方法をもつことができる。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もって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。

#### 細分簡条7.2.1.5

17.3 標準方法又は共同試験された方法の妥当性確認は、絶対であると思いたまえないことが望ましい。試験所は、方法の妥当性確認が要求される目的に対して適切であること、及び試験所の要員が明示された性能基準を達成できることを確認できることが望ましい。

#### 細分簡条7.2.2.1

標準方法の性能の検証に関するガイダンスはISO 21748（一部はJIS Z 8404-1） [54]に記載されている。

#### 細分簡条 7.2.1.4

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され、文書化され及び承認されるべきである。

不確かさの推定は、この妥当性確認のプロセスの一部であることが望ましい。方法の妥当性確認と測定の不確かさに関しては、簡条 18 及び簡条 16 に示されている。

#### 細分簡条7.2.1.3

17.5 方法の文書には以下の事項を記載しなければならない。

- 方法の適用範囲と様々な限界に関する情報
- 繰返し精度、かたより及び検出限界などの主要な性能特性の値
- 校正及びQCの手順

不適合又は規格外の試験結果の扱い方と共に、測定の不確かさの記述を含む結果の報告方法に関する情報も含まれることが望ましい。規格外の試験結果の調査及び報告に関するガイダンスはIUPAC/CITAC [56]に記載されている。方法の文書化にあたり、共通の様式（例えば、有用なモデルとなるISO 78-2 [57]）を採用することが便利である。方法の文書については方法の妥当性確認のEurachemGuide [12]でも示されている。更に、方法の文書に関する情報は、国の標準化機関及び認定機関の他の情報源からも入手することができる。

17.6 方法原理及び技術の開発は、時の変化と共に方法を変えることを要求してくる。また、技能試験において不満足な結果になった場合、又は内部品質管理基準を満たせなかった場合に行われる調査の結果、方法の改定が必要となる。従って、方法の文書は適切な文書管理下におかれるべきである。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。方法の最新版が使用のために承認されていることを記録から確認できるようにしておくべきである。

17.7 旧方法の文書は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るべきである。新旧のデータが比較できるように、改定された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かどうかを考慮する必要がある。これは改定の程度と重要性に依存する。改定は、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、根本的に異なる技術又は方法原理の使用のような重要な変更であったりする。施設や機器に変更があった場合も妥当性の再確認を検討することが望ましい。

妥当性の再確認の程度は変更の内容による。試験所は、試験の内容を考慮して、求められる妥当性の再確認の程度に関する規則を策定することが望ましい。

17.9 方法が目的に適合していることを確実にするため、性能の定期的な（ただし、必ずしも頻繁である必要はない）見直しを行う必要がある。これは、試験結果（例えば、内部品質管理及び技能試験データからの結果）の品質を保証するため、活用中の手順を総合的に見直しすることで行うことができる。

### 18. 方法の妥当性確認

18.1 ある方法をルーチンで使用する前に、方法の性能特性を確実に把握し、その方法が適用される条件下で科学的に合理性であることを確実に実証するために、チェックを実施する必要がある。これらのチェックは、総称して妥当性確認といわれている。方法の妥当性確認は、試験所の系統的な検討によりその方法が目的にかなっていることを確立することである。これにより、その性能特性は顧客のニーズに沿った結果を出すことができる。

#### 細分簡条 7.2.2.1

方法の妥当性確認は、測定対象量及び方法について、十分に詳細、かつ、明白に記述することから始まる。これを達成するための方法のガイダンスはEurachem [11, 12]に記載されている。次の段階では、分析性能において基準を満たしているかを記述する。

基準が規制に明記されている場合もある（例えば、委員会規則(EC) 333/2007 [22]を参照）が、通常、顧客のニーズを分析要求事項に読み換えることは試験所の業務である。

妥当性確認に含まれる重要な性能特性は以下のとおりである。:

- 選択性(潜在的な干渉問題への対処)



- ・ 測定範囲と直線性
- ・ 検出限界／定量限界
- ・ 精度（単一試験所：繰返し性，中間精度）
- ・ 真度（かたより，回収率及びトレーサビリティの問題への対処）
- ・ 堅牢性
- ・ 測定の不確かさ

上述の特性は，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。妥当性確認をルーチンとして行う場合，適切に計画された妥当性確認の検討中に得られたデータは，測定の不確かさの信頼ある評価のために重要な情報を提供する（箇条 16 を参照）。

方法の妥当性確認は，EurachemGuide[12]に記述されている。その Guide には重要な性能特性に関するより詳細な説明及びガイダンスが記述されている。上述の幾つかの用語の解釈については確立した合意はなく，合意するための決まりもないことに注意する。

#### **細分箇条 7.2.2.4**

従って，妥当性確認のデータを報告する際には，どの基準に基づいたかを記述することを勧める。

#### **細分箇条7.2.1.3**

**18.2 特定の要求に対してその方法が適切であることを方法の使用者が評価できるように，文書化された方法の中に妥当性確認の程度を明確に記述すべきである。**

このことは，結果の概要と別途，妥当性確認の報告書を作成することで達成される。

18.3 一般に標準方法は，専門家グループによって共同で開発され，妥当性確認される [45-50 参照]。この開発には，妥当性確認に必要な全ての要素及び関連する不確かさを考慮することが望ましい。

#### **細分箇条7.2.1.4**

**しかし，たとえ妥当性確認の結果が文書化されている方法であっても，使用者はそれが使用者の要求に完全に満足していることを確認する責任がある。**該当する方法の適用範囲内で，共同実験で検討された要因以外で測定結果に大きく影響を与える要因を特定し，妥当性確認の対象となるパラメータへの寄与度，特に測定の不確かさへの寄与度を評価するのが望ましい。妥当性確認が完全であっても，文書化された性能特性（例えば，真度及び精度）が自身の試験所に満足でき，目的に合っていることを使用者は更に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は，さまざまな見解がある。用語に関する更なる情報は，ISO/IEC GUIDE 99[10]と Eurachem Guide[11]に示めされている。以下の説明は，本 Guide の他の箇条にある説明を補足するもので，要求事項ではなくガイダンスである。以下のパラメータは主に定量法に関係するが，定性法に関係するいくつかの追加のパラメータは細分箇条 18.10 に記載されている。

#### **細分箇条7.2.2.1に紹介**

18.5 **方法の選択性**とは，混合物又はマトリクス中の特定の分析対象成分を他の同様な組成成分による妨害を受けることなく定量することができる範囲を指す。方法の適用性は，純物質の測定標準から複雑なマトリ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定量し，疑わしい妨害の影響を正しく評価することが望ましい。方法の適用制限は，方法の文書中に記述することが望ましい。

#### **18.6 測定範囲と直線性**

定量分析に対して，方法の測定範囲は，分析対象成分の異なる濃度の試料を調査し，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により決まる。定量を行う際の前提条件は，最終測定器を校正する機能を有することである。そのため，方法の測定範囲と測定器の測定範囲を別々に考慮する必要がある。いずれの場合も，一般的に測定範囲は直線性が得られる範囲よりも広く，種々の分析対象成分濃度の多くの試料を分析し，通常は最小二乗法を使用して結果から回帰統計を計算することで決定される。測定器の測定範囲において，分析対象成分の濃度と応答の関係は，その方法の測定範囲内で完全に直線である必要はない。

直線性が得られない場合は，適切なアルゴリズムを決める必要がある。方法の適用範囲でマトリクスごとに測定範囲を確立する必要がある。

18.7 **分析対象成分の検出限界 (LOD)** は，方法により一定の信頼度で検出できる分析対象成分の最小量である。その値は，試料の種類によって異なる。LOD は複雑なパラメータで，特に微量分析において重要である。

より詳細な説明及びガイダンスは Eurachem Guide [12]を参照のこと。

18.8 **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濃度であり，方法の測定範囲で要求される下限として任意に設定ができる。

より詳細な説明及びガイダンスはEurachem Guide [12]を参照のこと。

18.9 **精度**は，指定の条件下で，同じ又は類似の対象について，反復測定によって得られた値の一致の度合いである。通常は，結果の幅を表す統計パラメータ，主に標準偏差により表現される。一般的に，**精度は分析対象成分の濃度に依存する。この依存性を判定し文書化することが望ましい。「指定の条件」を決め**

ることは、測定精度の評価における重要な面である。

**繰返し性**は、結果における最小の変動を表すことが期待される精度の一つである。繰返し性は、同一の材料について一人の分析者が、同一の方法、同一の装置で同一日に反復測定して得られた結果のばらつきを示す尺度である。

**中間精度**は、同一の材料について同一の試験室内で同一の方法で複数日にわたって反復測定したときに得られた変動の推定を示すものである。そのため繰返し性の場合よりもより大きな変動をとる。中間精度評価の実施においては、その他のパラメータ（例えば、分析者、試薬、装置）を変換することができ、文書化することが重要である。再現性は、異なった複数の試験室で測定したときに得られる結果のばらつきを示す尺度で、期待される最大の変動を表すものである。精度は、測定の不確かさの成分である（箇条 16 を参照）。

定性分析での測定に関する精度については特別な配慮がなされていることに注意すること（細分箇条 18.10 を参照）。

18.10 細分箇条 18.9 の精度の説明は、定量分析に関することである。定性分析では、少し異なる形で扱うことができる。定性分析は、分析対象成分が与えられたしきい値で検出／不検出されたかの測定のことである。

#### 細分箇条 7.2.2.1

定性分析法では、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、陽性率及び偽陽性（陰性）率※として表現することができる。

※ 陽性率：第一種の過誤

偽陽性率：第二種の過誤（本来は陰性であるのに、誤って陽性と判定されるもの）

これらの確率は、しきい値レベル未満、しきい値レベル及びしきい値レベルを超える濃度で決定されることが望ましい。適切な方法が利用できる場合は、確定法から得られた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、スパイクされたブランク試料及びスパイクされていないブランク試料を分析してもよい。

定性分析法の性能確立に関する更なる情報は Eurachem Guide [12]で見ることができる。

18.11 **同一性の確認**には、複数の異なった物理化学的原理に基づく手法を用いる測定が必要である。この確認を行うことで、得られた結果の信頼性を向上させることができる。

応用例として、例えば未知の有機化合物をガスクロマトグラフィで分析する場合、確認手法の使用が不可欠である。

18.12 **方法の真度**は、通常かたよりとして推定されるもので、系統誤差を表す。かたよりの判定の検証には、a)標準物質の分析、b)スパイクされた試料を用いた回収実験、及びc)その他の方法より得られた結果の比較の、3種類の手法が一般的に用いられている。

かたよりの推定及び回収率に関しては、細分箇条 15.4 で説明している。

18.13 **堅牢性（頑健性とも呼ばれることがある）**は、通常使用時における方法の信頼性の目安となる。堅牢性の検討では、方法の複数のパラメータをわずかに変えても試験結果が影響されない方法の能力を評価する。すなわち、その方法にわずかな変化を意図的に与え、その結果を調査することである。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を与えないので、器具を変える等一度に幾つかの要因を変えることが通常可能である。

一般に用いられている手法は AOAC [58]によって記載されており、動物由来食品中における残留農薬試験での適用事例は Commission Decision（欧州委員会）657/2002/EC [59]に記載されている。堅牢性は、所内で開発された方法に対し確立されることが望ましい。

しかし、堅牢性は方法の公表前に確立すべきものであり、個々の試験所がその適用範囲内で使用する標準方法を実施する場合は、必ずしも堅牢性試験を行う必要はない。

## 19 校正

19.1 校正は、「指定の条件下において、第一段階で、測定標準によって提供される測定不確かさを伴う量の値と、付随した測定不確かさを伴う当該の指示値との関係を確立し、第二段階で、この情報を用いて指示値から測定結果を得るための関係を確立する操作。」として定義されている[10]（TS Z 0032 2.39）。校正の概念に関する検討は Eurachem Guide [11]で確認することができる。校正を実施する通常の方法は、既知量（例えば、測定標準）を測定プロセスに供し、予想される測定範囲にわたって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箇条 20 に示す。

#### 細分箇条 6.4.7

標準物質を用いた校正（検量線が直線の場合）のガイダンスは JIS Z 8461（ISO 11095）[60]にある。

ISO 11095：JIS Z 8461 標準物質を用いた校正（検量線が直線の場合）

19.2 化学試験所の総合的な校正プログラムは、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、できれば認証標準物質(箇条 15 参照)のような国家標準又は国際標準にトレーサブルであることを

確実にするように立案しなければならない。  
適切で可能な場合、認証標準物質を使用することが望ましい。

#### 細分箇条6.4.7

そのような認証標準物質が使用できない場合は、適切な特性、均質性及び安定性をもつ物質を試験所が選定又は調製し、所内標準物質として使用することが望ましい。  
所内標準物質の必要な特性については、繰返し試験により、できれば2つ以上の試験所により、妥当性確認された異なった方法を使用により値付けすることが望ましい (JIS Q 0035 (ISO Guide35) [61]参照)。

19.3 分析試験は、要求される校正の種類によって一般にクラス分けできる。

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量測定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。

#### 細分箇条6.4.7

天びんの校正と管理に関する要求事項と方法は、EurametGuide[62]に、ピストン式ピペットやビュレットなどの容量測定器の校正手順は JIS K 0970 (ISO 8655) [63-69]に記載されている。加えて、すべての化学標準物質の純度又は濃度を確定するために使用される測定機器の校正を考慮する必要がある。

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。

新規の装置又は新たに取得した装置について、使用を開始する前に要求される仕様設計、寸法、及び性能への適合性を試験所がチェックするべきである。

19.3.3 通常の測定操作の一部として校正を必要とする装置、例えば分光計あるいはクロマトグラフに使用される機器は、既知組成の標準物質（通常は純化学物質の溶液(標準液)）を使用して校正することが望ましい。

19.3.4 場合によっては、全分析プロセスの校正は、試料と同じ全分析プロセスを通して得られた試料の結果と適切な標準物質を使用して得られた結果を比較することにより行うことができる。標準物質は、既知量の（できれば認証された）純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観点でも、分析対象成分の濃度の観点でも測定用試料及び組成標準物質との間で密接な一致が保証されていなければならない。

JIS Q 0033 (ISO Guide 33) は、標準物質の使用のガイダンスを提供する。

#### 細分箇条7.7.1

19.4 多くの場合、校正は最終の測定段階でのみ実施される。

例えば、ガスクロマトグラフの校正は、着目する分析対象成分の種々の濃度に調製した溶液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、試料の前処理、抽出又は誘導体化の段階で生じる汚染や損失の要因を考慮していない。従って、組成標準物質又はスパイクされた試料を使って、全測定プロセスを通じた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と QC チェックを計画することは、方法の妥当性確認のプロセスに不可欠である。 (細分箇条 15.4 も参照)

19.5 個々の校正プログラムは、分析方法の特定要求事項に応じて確立しなければならない。装置が停止した時、アフターサービス又は大掛かりな保守後には、機器の校正状態をチェックする必要がある。

#### 細分箇条6.4.7

校正のレベル及び頻度は、過去の経験に基づくことが望ましく、少なくとも製造業者が推奨したレベル及び頻度であることが望ましい。校正の手引として、種々の単一な機器に対しては、推奨される校正頻度※を、複合した分析機器においては校正に必要となるパラメータを付属書 B に示す。

要求される校正頻度※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依存する。

ドリフトの影響を受けるクロマトグラフや質量分析計などの機器は、一回の測定操作の途中で、頻繁にドリフトチェックし、再校正を行う必要がある。適切な校正間隔の定め方に関する追加のガイダンスは OIML[71]に記載されている。

※ typical calibration intervals : 推奨される校正頻度

frequency of calibration required : 要求される校正頻度

#### 細分箇条6.4.7

19.6 校正を行う手順は、特定の分析方法の中の一部文書として、又は独立した校正文書として、適切に文書化しなければならない。その文書には、校正と校正状態の中間チェック方法、校正の不確かさの決定方法、校正とキャリブレーションチェックの頻度、及び校正が外れた場合の処置を含めることが望ましい。

線形最小二乗法による校正曲線に関する不確かさの推定は、Eurachem/CITACGuide[13]に記載されている。また、物理測定標準の校正頻度を示すと共に、実行可能な場合は、校正状態の中間チェックの手順及び計画を整えることが望ましい。

**細分箇条6.4.7**

19.7 容量測定用のガラス器具の校正は、主に、所定の温度における既知の密度の水について一定の容量の質量を測定することにより間接的に行われる[72]。もし、ガラス器具を水とは大きく異なる性質(ぬれ特性、表面張力など)の液体に使用する場合、測定容量の不確かさは増大すると予想される。このことは、特に一定量を量りとるために校正された容量測定用のガラス器具にあてはまる。総合的不確かさを小さくするためには、特定の液体の質量と密度を用いて間接的に容量を測定することを推奨する。

## 20. 標準物質

20.1 標準物質に関するISO文書が利用できる [61, 70, 73-76]

**細分箇条7.7.1に紹介**

20.2 標準物質及び認証標準物質は箇条3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、測定の不確かさの評価、QC、及び教育・訓練のために使用される。しかし、特定の標準物質の中には、たとえば校正又はQAのため、1回の測定のみにはしか使用することができないものもある。図1には典型的な分析プロセスを示し、校正、方法の妥当性確認及びQCに関する標準物質の役割を示している。

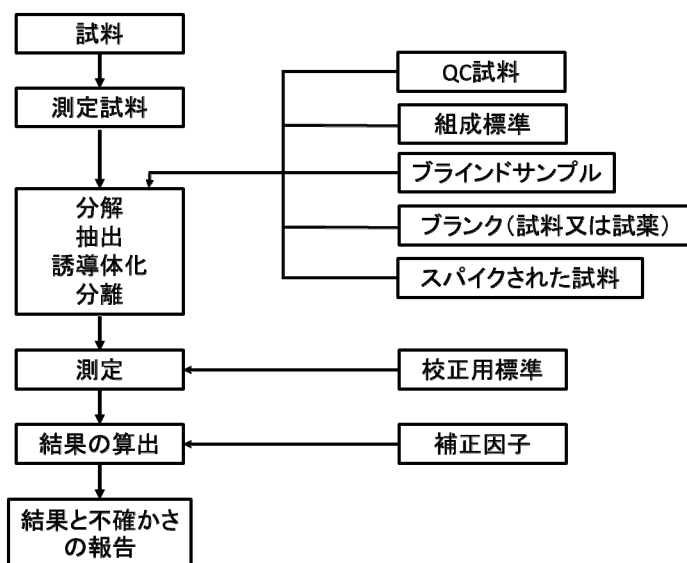


図1：典型的な分析プロセスと標準物質の役割

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。

- ・ 99%純度の塩化ナトリウム;
- ・ 10 g/L 硫酸銅(II)及び 20 g/L 塩化マグネシウムを含有する水溶液;
- ・ 特定の分子量分布をもつ粉体ポリマー;
- ・ 150 °C～151 °Cの融点をもつ固体結晶;
- ・ 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(例えば既知濃度の溶液)から所内標準物質を使用して行うことができる。ある化学薬品は、製造業者の純度が示された証明書付きで購入することができる。あるいは、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。

**細分箇条6.6.2 c)**

化学薬品が何であれ、その物質の品質が目的に合ったものであることを検証することは使用者の責任である。追加の試験を試験所が実施する必要があることがある。通常、新たな化学薬品を購入した場合には、以前の化学薬品と比較してチェックすることが望ましい。

理想的には、標準物質として使用する全ての化学薬品は、QMSにより運営される生産者から購入することが望ましい。しかし、QMSは生産者の製品の品質を自動的に保証するものではなく、試験所は重要となる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。

**細分箇条 6.4.3**

保管及び有効期限に関する製造業者の推奨には十分な注意を払うことが望ましい。

更に、供給者は、全ての不純物についての情報を必ずしも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ることは、校正された装置によって結果のトレーサビリティを証明でき、測定方法を検証でき、方法の性能を監視することができる。また、標準物質は、方法の比較のために仲介（測定）標準としても使用できる。適切に行う場合には、標準物質の使用を強く奨励する。

#### 細分簡条6.4.5

20.6 純物質の認証標準物質の純度に関する不確かさは、その方法の他の要因に関する不確かさを考慮する必要がある。理想的には、校正目的で使用する標準物質の特性値の不確かさは、全体の測定の不確かさの3分の1を超えないことが望ましい。

20.7 標準物質を選ぶ際の重要な要因は、標準物質の相互互換性（コミュニティ）である。このことは標準物質の特性であり、同一の測定条件の下では、試験試料に対し同様の挙動を示すことである。この概念は ISO/IEC GUIDE 99[10]に定義されており、EurachemGuide[11]でより詳細に述べられている。臨床検査室で用いられる標準物質に関する具体的な Guide ラインは CLSI [77]により発行されている。

#### 細分簡条6.4.5

一般的に、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。マトリクスの影響が強くある場合には、理想的には、信頼できる方法で認証された同等のマトリクスの組成標準物質を使用して検証することが望ましい。このような標準物質を入手できない場合には、標準物質（純物質）をスパイクした試料を使用してもよい。

20.8 使用する認証標準物質は技術的に妥当な方法で生産され、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格さで生産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。

均質性試験、安定性試験、認証値の決定方法の詳細、及び指定された成分の値とその不確かさは、通常、生産者から入手できるので、信頼性を判定するために使用することが望ましい。認証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が添付されているべきである。JIS K 17034 (ISO 17034) [75]には、標準物質生産者の能力に関する要求事項が決められている。

#### 細分簡条6.4.13 f)

20.9 標準物質及び認証標準物質には、それぞれラベルを付けて試薬等と明確に識別し、添付された証明書又は他の関連した文書を参照し易くするようにしておくことが望ましい。

証明書又は文書には、有効期限、保管条件、用途、使用制限を示しておくことが望ましい。

#### 細分簡条6.4.8

所内標準物質（例えば、標準液）は、試薬にラベルを付ける場合と同じ扱いをすることが望ましい。（細分簡条14.6参照）

20.10 測定標準の取り扱い、汚染又は劣化を防ぐようにすることが望ましい。

要員の教育・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。

## 21. 品質管理及び技能試験

21.1 「QA（品質保証）」と「QC（品質管理）」という用語の意味は分野によって異なる。

JIS Q 9000 [9]によると、QAは試験所が品質要求事項を満たして信頼性を得るために行う活動であり、QCはその要求事項を実際に満たすために行う個々の測定のことを表している（細分簡条3.6と細分簡条3.7を参照）。

21.2 試験所の QMS の一部として、ある方法の性能基準が設定され、かつ、方法の妥当性確認が全て完結された時点で、その方法がルーチンで継続して管理されている、すなわちその性能が引き続き目的に適合していることを検証するため、特別な管理が必要となる。方法の妥当性確認の段階では、主に既知量成分の試料に適用される。その方法がルーチンで使用されるようになった時点で、未知量成分の試料に適用される。そのため、日間の及びバッチ間の分析性能に関して継続的な監視ができるように、適切な QC が計画及び実施されるのが望ましい。QC のレベル及び種類は、分析の性質、重要性及び頻度並びにバッチの大きさ、自動化の程度及び試験の難易度、そして開発と妥当性確認プロセスで得たことに依存する。QC は、試験所内（内部）と試験所間（外部）とで様々な形態をとることができる。

#### 細分簡条7.7.1

21.3 内部 QC とは、結果を報告するに十分な信頼性があるかを決定するため、操作と測定結果を継続的に監視する試験所要員が行う手順をいう[78-80]。この手順には、安定した試験試料、ブランク、標準液又は校正に使用されたものと類似した物質、すなわちスパイクされた試料、ブラインドサンプル及び QC 試料の繰り返し分析が含まれる。

特にQC試料分析により得た結果を監視するために管理図の使用を推奨する[81-85]。

#### 細分簡条7.7.1

21.3.1 採用する QC の投入頻度は、結果の妥当性を確実にするために十分なレベルであるべきである。異なるタイプの QC を使用してプロセス内の各種変動値を監視することができる。試料バッチの一定間隔ごと QC 試料を分析することで、分析システムの変動傾向を知ることができる。種々のブランクを分析する

ことで、分析対象成分からの寄与ではなく、機器信号からの寄与が明らかになる。ルーチンの試験試料を二重分析することで、繰返し精度がチェックできる。

21.3.2 QC 試料は、十分に安定、かつ、均質であり、長期間にわたって繰返し分析できる十分な量を確保している典型的な試料のことである。QC 試料の結果が許容範囲にある限り、その QC 試料と同じバッチの試料から得た結果は信頼できると考えられる。QC 試料から得た結果が許容範囲にあるかをすぐに評価するため、通常、結果を管理図にプロットする。

#### 細分簡条 7.7.1

よく用いられる管理図（ $\bar{x}$  管理図又はシューハート管理図）は、QC 試料の平均値を表す中心線と、警戒限界及び処置限界として表される 2 つの線とで構成される。これらの限界は、それぞれ平均値 $\pm 2s$  及び平均値 $\pm 3s$  に設定される（ $s$  は実験標準偏差又は要求事項に基づく標準偏差の推定値を表す）。試験所が QC 結果を最大限活用し、必要な時に適切な措置を行えるようにするには、それらの限界に対する QC 結果の評価を行う詳細な基準が必要になる[79, 80, 82]。管理図の現実的な限界を設定するためには、日常的に使用する方法に基づいて最初に QC 試料を使って標準偏差を推定するべきである。これが行われなかった場合、実験的に得られた標準偏差は非現実的なほどに小さくなり、その結果、管理図に設定された限界値は通常使用に適さないものになる。 $s$  の初期の推定は比較的数が少ないデータセットに基づくことが多いため、通常、1 年後又は十分な結果を収集した後に限界値を再評価することが望ましい[80]。この期間を経たのち、QC 試料の結果から得た標準偏差は、方法の中間精度の信頼のおける推定値となる。

21.3.3 種々のブランクを使用することにより、分析対象成分に起因しない応答の寄与を試験結果から適切に取り除くことができる。

#### 細分簡条 7.7.1 k)

21.3.4 ルーチンの試験試料の反復分析により、結果に悪影響を及ぼす可能性がある分析プロセスにおけるばらつきの変化をチェックすることができる[86]。反復試料は、繰返し精度のチェックのため、バッチ内で続けて分析する。ブラインドサンプルの分析は、事実上、繰返し分析の一形態であり、精度のチェック手段となる。ブラインドサンプルは、試験所のスーパーバイザーが複製した測定試料を分析バッチに入れたもので、分析者は、通常、その測定試料の内容を知らず、また、それが複製であることを知らないためこのように呼ばれている。そのため、分析者は、特定の結果につながるという先入観を持たずに測定を行う。

校正に使用されるものと同様の組成の標準又は物質を分析バッチの一定間隔ごとに配置することで、分析対象成分に対する分析プロセスの応答が安定していることをチェックすることができる。

21.3.5 ラボラトリマネジメントは、適切な QC の投入頻度を設定するために、方法の信頼性、作業の重要性及び QC 試料の結果が許容範囲から外れた場合の再試験を考慮したリスクアセスメントを行う。

#### 細分簡条 7.7.1

ルーチン分析については、5%の内部 QC の投入頻度で充分である。すなわち、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堅牢なルーチンの方法の場合は、QC の投入頻度を低くしてもよい。より複雑な手順があるときは、20%の投入頻度が一般的で、時には 50%の投入頻度が必要な場合もある。水分析などの一部の分野では、必要とされる QC の投入頻度のガイダンスがある[87]。頻度の少ない分析については、システム全体の妥当性確認をその都度実施することが望ましい。この妥当性確認では、一般的に分析対象成分の濃度が認証された又は既知濃度の標準物質を使用し、そのうえで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）を反復分析する。より頻度の多い分析については、管理図及びチェック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。

#### 21.4 技能試験（外部品質評価）

定期的に技能試験（PT）あるいは外部品質評価（EQA）に参加することは、自身の要求及び試験所間比較の基準の両方を満足する能力を監視する一つの方法である。

#### 細分簡条 7.7.2

技能試験は、試験所間のばらつき（再現性）と、場合によっては系統誤差（かたよ）りを明確にすることに役立つ。技能試験スキーム及び他の種類の試験所間比較は、国内及び国際レベルでの測定結果の等価性を監視する重要な手段である。

21.5 認定機関はこれらのスキームの利点を認識し、試験所の品質マネジメントの重要な要素として、試験所に対して PT/EQA へ参加することを強く推奨する。技能試験結果を監視し、必要に応じたアクションを取ることが重要である。場合によっては、認定機関は認定の要件として特定の技能試験スキームへの参加を指定してもよい。技能試験スキームにその価値がある。技能試験提供者の能力の要求事項は、JIS Q 17043 [88]に示されている。技能試験スキームの統計方法は、JIS Z 8405 (ISO 13528) [89]に示されている。技能試験スキームの選択、使用、解釈の方法に関する実用的な情報は、Eurachem Guide[90]に示されている。

多数の技能試験スキームに関する情報は、EPTIS データベース([www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de))で確認できる。しかしながら、特に新興の分野や、あまり使わない方法では、適切な技能試験スキームが存在しない場合がある。これら及びそれ以外の制限は、EA ガイダンス文書[91]に示されている。そこには技能試験に参加する頻度

と技能試験の開催頻度について示され、参加者が少ない時の技能試験の選択と利用に関しては、IUPAC/CITAC[92]に示されている。

JABでは技能試験に関する指針を提供している。

21.6 JIS Q 17025 [2]は、次のように規定している。

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には、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。

#### 細分簡条7.7.3

従って、QC活動及び技能試験の参加(QC/PT)から得られたデータを確認し、既定の基準に対するチェックを直ちに行うのが望ましい。

#### 細分簡条7.7.1

更に、QC/PTから得られた結果を図示し、データの傾向をレビューすることが推奨される。

#### 細分簡条7.7.3

試験所のQMSには、QC及び技能試験の結果に関連する不適合業務を特定するための手順並びに適切な是正処置を特定し、実施するための方針が含まれていることが望ましい。

## 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は、以下のさまざまな用途で使用される。

- ・ 重要な環境条件の管理
- ・ 在庫の監視及び管理
- ・ 校正及び保守計画
- ・ 試薬及び測定標準の在庫管理
- ・ 実験計画
- ・ データの統計解析
- ・ 試料の入手計画及び作業処理量の監視
- ・ 管理図の作成
- ・ 試験手順の監視
- ・ 自動化機器の制御
- ・ マニュアル又は自動によるデータの取得、保管、復元、処理
- ・ データ転送
- ・ 組み込み(オンボード)式機器データ処理
- ・ 試料データとライブラリーデータの照合(例 マススペクトルの比較)
- ・ 試料の追跡
- ・ 試験報告書の作成
- ・ 文書作成
- ・ コミュニケーションの管理
- ・ ラボラトリ情報管理システム(LIMS)

JIS Q 17025 [2] の認定に関連する試験所のコンピュータとソフトウェアのマネジメントに関するガイドランスは、Eurolab [93]により作られている。

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電子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、湿気及び磁気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。

#### 細分簡条7.11.2

22.4 最初のチェックでは、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場合、又は保守点検を行った後、又はソフトウェアの更新後の場合は、同様のチェック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、既知の数値を入力して見て、コンピュータが予想通りの結果を出すならば、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。特定の数値のセットを入力する時のみ起こるようなミスが発生することに注意することが望ましい。そのため、妥当性確認に使用するデータセットが、想定される用途において発生し得る全ての場合に対応できることを確実にすることが必要である。

この妥当性確認には、少なくとも3セットのデータが必要である。

**細分簡条7.11.2 注記2**

市販のソフトウェアを使用する場合、妥当性確認はメーカーが提供する証明書で代替することができる。

いずれの場合も、ソフトウェアは使用前に検証されるべきである。化学試験において、データ収集及び処理機能を適切にチェックするには、定期的な繰返しチェックのために使用するQC試料のような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。メーカーによる推奨事項がある場合はそれを考慮することが望ましい。特定のシステムに使用する妥当性確認の手順及び妥当性確認中に記録されたデータは文書化されることが望ましい。出力信号を発生する分析機器から切り離して、これらのシステムの妥当性確認をすることは、困難な場合がある。システム全体は、通常化学測定標準を使用することにより一括して妥当性確認される。このような妥当性確認は、認められている。特別なケースで必要とされる妥当性確認は、細分簡条22.4.1－細分簡条22.4.6に示されている。

22.4.1 ワープロソフトは、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、決められていない報告書あるいは他の決められていない文書（記録、付属書）の作成を防ぐためにワープロソフトの使用を十分に管理することを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ところでは、妥当性確認は、ハードコピー又は電子コピーをマニュアルでチェックし、承認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、追加のチェックが必要となる。

**細分簡条7.11.2に紹介**

22.4.2 表計算ソフトは、データを保存、照合、要約及び表示するために、機器から出力された測定結果を計算するために、図をプロットするために、そして統計解析を行うために試験所でよく使用されている。ある用途（特に統計解析）では、関連する数式をマニュアルで入力する代わりに、組み込み関数が使用されることがある。いずれの場合でも、表計算ソフトは、使用する数式／組み込み関数が正しい値を返していることを確認するために妥当性確認することが望ましい。特に、正しい入力データが参照されているかを立証することが重要である。表計算ソフトは、テストデータセットを使用し、マニュアル計算による結果と比較することで妥当性確認ができる。間違ったデータ入力／転送のリスクを最小化するように、又、表計算ソフトの妥当性確認が終わった後に計算内容が（故意に又は間違っ）編集されないように、手順を整備することが望ましい。

22.4.3 マイクロプロセッサ制御機器は、通常、機器のスイッチを入れた時に起動する自己チェック機能があり、又、全ての周辺装置を認識したり、チェックしたりもする。この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、既知の数値を使用して機器の種々の機能を試験することにより、例えば、標準物質、物理又は化学測定標準あるいはQC試料を試験することにより、実行することができる。

**22.4.4 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される。次にデジタル化されたデータは、ソフトウェアのアルゴリズムによって認識できる信号（システムに応じて数字、ピーク、スペクトル）に変換される。プログラムの命令は、多くの要因（ピークの始まりと終わりの判断、数字を切り上げるべきか又は切り下げるべきかなど）について、アルゴリズムによりなされる。アルゴリズムは、予想できない結果を導く源であり、妥当性確認はアルゴリズムによって決定される論理を試験することが望ましい。

**22.4.5 コンピュータ制御自動システム**

これは、前記の例に示された1つ又は複数の処理を同時又は時間順に管理して作動するシステムである。そのようなシステムでは、通常、無人で作動させる前に、十分な作動（極端な状況下での性能を含む）をチェックすることにより、またシステムの信頼性を立証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的チェックを加えて構成されることが望ましい。システムの誤動作※の可能性のある要因について評価することが望ましい。

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連結・接続が、必要な動作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、あるいはデータが失われる場合がある。作動に時間順の機能がある場合は、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※を把握し、それに着目して設計することが望ましい。QC試料及び標準を試験試料の間に入れて試験することで、日々、正しい性能を十分に監視することが望ましい。計算機能は、既知の数値を用いて試験することによりチェックすることができる。データの電子転送は、転送時に欠落が生じなかったことを確実にするためにチェックすることが望ましい。これは、“検証用ファイル”を使用してコンピュータ上でできるが、実際には、常時データのハードコピーによる転送のバックアップをしておくことが望ましい。

※ 誤動作（例：時間順の機能がある場合に必要以上に時間がかかる動作）  
タグ付きデータ（どこかから引用してくるデータ）



#### 22.4.6 ラボラトリ情報管理システム (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広く使用されている。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。LIMS は、ワープロ、データベース、表計算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。例えば、試料の登録と追跡、試験の割り当てと割り振り、ワークシートの作成、収集データの処理、QC、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、マニュアルで入力されるか、あるい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。電子的な出力は、組織内の若しくは遠隔の他のコンピュータに取り込まれた生データ又は処理されたデータから構成される。同様に、情報は、外付けストレージデバイス（外付け記憶装置）にダウンロードできる。データをあるシステムから別のシステムに転送する場合、システムの非互換性によるデータの欠落のリスク、又は情報の書式変更の必要性からのデータの欠落のリスクがある。よく設計されたシステムでは、試料受付から最終報告書の作成に至るまで高水準の QA が達成できる。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及びデータ一覧の変更及びファイルマネジメントの監査証跡を含む。データを電子的に転送する場合、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チェックを組み込む必要がある。

22.5 JIS Q 17025 [2]は、文書及び記録の管理に関する特定の要求事項を規定している。よって、文書／記録の作成及びマネジメントに使用される電子システムは、これらの要求事項が満たされるべきである。電子システムは、多くの点で、文書のマネジメント及び管理を簡素化することができる。しかし、なお、多くの重要事項を考慮する必要がある。

それらを以下に示す：

- ・アクセシビリティ
- ・セキュリティ、特に非承認者による変更の防止
- ・データ回復 - 将来のハードウェア/ソフトウェアのアップグレード後にも文書/記録にアクセスできるか？

#### 23. 試験所の監査及びレビュー

23.1 用語については細分簡条3.8と3.9を参照。

##### 細分簡条8.8.1

23.2 品質マネジメントに重要なことは、ラボラトリマネジメントによるQMSの定期的な再調査である。一般にQMS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、二つの方法で調査することが望ましい。

1) 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、及び要員が文書化された手順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審査に対して）。

2) 試験所の、その顧客の、及び（ある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QMSが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。

##### 細分簡条8.6.1

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、QMSはその目的を継続して満たすことができるように進化させることが望ましい。

##### 細分簡条8.9.1

上記 2) の調査は、一般にマネジメントレビューとして知られ、少なくとも年に一度実施されることが望ましい。

##### 細分簡条8.9.2

それは、多くの情報に基づいてラボラトリマネジメントによって実施される。これらの情報には、内部監査、外部審査、技能試験スキームにおける評価、内部QCの検討、手順の見直し、市場動向、顧客の苦情及び賛辞等の結果がある。

ISO 19011 [94] にはマネジメントシステムの監査に関するガイダンスが示されている。

##### 細分簡条8.8.2

23.3 内部監査及びマネジメントレビューのプログラムは、通常、ラボラトリマネジメントが、試験所の品質管理者に委託する。品質管理者は、内部監査員が監査に必要な正しい専門知識、教育・訓練、指導を受けていること及び監査に必要な権限をもっていることを確実にすることが重要である。試験所の特定エリアの内部監査の日程表は、毎年作成され、監査基準及び関与する要員も記載されるべきである。監査結果は、マネジメントレビューで報告される。内部監査は、通常、品質管理者か、又は調査対象とするエリア以外の試験所の要員が実施する。これは、もちろん、要員が少ない場合には不可能である。場合によっては、（監査又はマネジメントレビューの実施のため）外部の人員又は他の適格者に、単独若しくは、当該エ

リアで働く適格者の支援を得て監査を行うように要請する必要がある。

#### 細分箇条8.8.1

23.4 監査は、二つの基本的な方法で実施される。1) 水平的な監査では、監査員は、例えば、校正、教育・訓練の手順や記録又は報告書等の QMS の一面だけを詳しく調査する。

2) 垂直的な監査では、監査員は、一つの試料を選定し、サンプリング（又は試料の受領）から結果の報告と試料廃棄までの分析工程を追跡し、その試験に関係するQMSの全ての側面（校正、技能試験の参加結果、品質管理、機器管理等）を調査する。

JIS Q 17025 [2]には、内部監査のサイクルは通常1年以内に完了するのが望ましいと記述されている。

23.5 化学試験所に関連した内部監査の調査に使うチェックリストを事例と併せて本 Guide の付属書 A に掲げた。内部監査においては、関連する ISO 規格の全ての事 T が網羅され、管理されることが要求事項となっている。監査後は、不適合事項や不足事項及び QMS に関する是正及び改善の実施の予定を文書化した報告書が必要となる。これらの事項はフォローアップされ、特定の期限内に終了することが必要である。試験所は、講じた措置の有効性についても監視、実証することが望ましい。

23.6 マネジメントレビューは、定期的な間隔で実施されることが望ましい。

#### 細分箇条8.9.1

通常、年に一度で十分であるが、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。試験所は、細分箇条 23.2 に記載された事項を含む、マネジメントレビューの計画、実施及び報告の手順を定め、また、日程を含んだフォローアップの手順を定めることが望ましい。

**附属書 A.**

品質監査 — 化学試験所に対して特に重要な事項

**A.1 要員**

- i) 特定の装置の操作、試験及び／又は校正の実施、結果の評価、試験報告書及び校正証明書の署名、及び／又は意見並びに解釈の提供を行う要員は、適切な教育、訓練及び／又は証明された技能に基づき適任とされる。
- ii) 設定された基準に対する実地訓練が実施される。その内容は、試験所の現在の又は今後予期される業務に関するものである。訓練の有効性の評価が行われる。訓練の最新記録が保管される。
- iii) 試験及び校正は、権限を与えられた分析者のみにより行われる。訓練中の要員は適切な監督を受ける。
- iv) 分析を行う要員の力量は、監査員が観察する。
- v) 権限を与えられた要員の力量は継続的に監視される。

**A.2 施設及び環境の条件**

- i) 試験所の環境は、実施する作業に適切である。
- ii) 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。
- iii) 影響の可能性がある作業は適切に仕分けされている。
- iv) 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潔で、整理されている。
- v) 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。空間の管理が実現不可能な小規模の試験所の場合、時間の管理（すなわち、業務の異なる側面の効果的な計画）が必要になる。
- vi) 安全規則の遵守は、品質マネジメント規格の要求事項に合致している。
- vii) 環境条件の監視及び記録は、試験方法又は手順に定めがある場合、又は環境条件が結果の品質に影響を与える場合に行われる。試験及び校正は、環境条件により試験及び／又は校正の結果を危うくする場合に中止される。
- viii) 試験及び／又は校正の品質に影響を与えるエリアへの立ち入り及び使用は、適切な管理の下で維持される。
- ix) 試験所の適切な設備の維持管理を確実に行うための措置を講じる。  
結果の品質を保証するために特殊な洗浄条件が必要な場合など、必要に応じて特別な手順を実施する。

**A.3 装置**

- i) 試験所は、試験及び／又は校正を正しく行うために必要な全ての装置を備えている。使用している装置（及び関連するソフトウェア）は、その目的に適している。
- ii) 装置の保全のための適切な取扱説明書が整備されている。
- iii) 装置は資格付与された要員が扱う。
- iv) 主要な機器を適切に保守し、この保守の記録を維持している。
- v) 装置は使用前に校正又はチェックされる。
- vi) 機器の測定管理のためのプログラムが構築されている。
- vii) 重要な装置・器具、（例えば、天びん、温度計、ガラス器具、計時器、ピペットなど）のを固有に識別し、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校正証明書又は他の記録が整備されている。
- viii) 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（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期日を含める）。
- ix) 機器の校正手順及び性能チェックを文書化して、使用者が利用できるようにしている。  
たとえ計測管理を外注する場合でも、これらの手順には判定基準を含めることが望ましい。
- x) 機器の性能チェック及び校正手順は、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。
- xi) 装置校正状況の信頼性を維持するのに必要となる中間チェックは、定義された手順に従って行われている。
- xii) ハードウェア及びソフトウェアの両方を含む試験用及び校正用装置については、試験及び／又は校正の結果を無効にしかねる調整から保護されている。
- xiii) 試験所は、校正で一連の補正因子を生じたときに複製物（例えば、装置のソフトウェア／表計算）が正しく更新されるよう手順を備えている。
- xi v) 校正、性能チェック及び是正処置の記録を保持している。

**A.4 試験方法と方法の妥当性確認**

- i) 試験所が開発した試験方法は、用途に適しており、完全に文書化され、適切に妥当性確認がなされ、また使用の承認を受けている。
- ii) 試験所が開発した試験方法及び校正方法の導入は、計画的に行われ、資格のある要員がそれを行うよう任命されている。
- iii) 試験所は標準（公表されている／公認の）試験方法が目的に適していること、また公表されている性能レベルを達成できることを証明している。
- iv) 試験方法の変更は文書化され、技術的に妥当性が証明され、承認を受け、また顧客の了承を得ている。
- v) 公表されている試験方法及び公認された試験方法の承認されたコピーを利用できる。
- vi) 分析者は最新版の試験方法を利用することができる。
- vii) 分析者は指定された試験方法に従っている（従っていることが認められる）。
- viii) 試験所が開発した試験方法には次の情報を含む。
  - a) 適切な識別情報
  - b) 適用範囲
  - c) 試験又は校正される項目の種類の説明
  - d) 決定されるパラメータ又数量及び範囲
  - e) 技術的性能の要求事項を含む器具及び装置
  - f) 化学薬品、測定標準（標準物質を含む）、純度
  - g) 要求される環境条件及び必要な安定時間／平衡時間
  - h) 以下を含む手順の説明
    - 識別マークの添付、試料の取り扱い、輸送、保管及び調製
    - 作業開始前に行うチェック
    - 装置が適切に作動しているかのチェック及び必要な場合は使用開始前にその都度行う装置の校正及び調整
    - 所見及び結果の記録方法
    - 遵守すべき安全措置
  - i) 承認／否認の基準及び／又は要求
  - j) 記録されるべきデータ、分析方法及び報告の方法
  - k) 不確かさ又は不確かさの推定手順
- ix) 特定なスケジュールでの試験方法の見直し

#### **A.5 試薬と測定標準（標準物質含む）**

- i) 試験所は測定標準の校正プログラム及び手順を備えている。手順には、判定基準が含まれていることが望ましい。
- ii) 測定標準はトレーサビリティを提供できる機関により校正されている。
- iii) 測定標準は単一の目的のみに使用されている（例えば、校正又は性能チェック）
- iv) 測定標準は、調整の前後に校正されている。
- v) 標準品、一次標準、移動用標準又は実用標準及び参照物質の校正状況の信頼性維持のために必要なチェックは、定義された手順及び計画で行われている。
- vi) 試験に必要な測定標準は容易に入手できる。
- vii) 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。
- viii) 実用測定標準及び試薬の調製を文書化している。
- ix) 標準物質の特性値は、可能である限り、測定の SI 単位系に対する又は適切な認証標準物質の特性値に対するトレーサビリティが確保されている。試験所内で調製された標準物質は、技術的及び経済的に実現可能な限りチェックされている。
- x) 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、「開封日」及び「使用日」の日付を記載する。
- xi) 試験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。
- xii) 正しい等級の物質を試験に使用している。
- xiii) 測定標準が認証されている場合、証明書控えが閲覧可能になっている。

#### **A.6 品質管理**

- i) 各試験について QC の投入頻度が適切である。
- ii) QC チェック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、結果が処置限界を超えた場合、処置を講じている。
- iii) 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。
- iv) 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。

- v) QC データは分析されており、所定の基準から外れていることが判明した場合、その問題を修正するため、また間違った結果が報告されることを防ぐため、計画された措置が講じられている。
- vi) 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。
- vii) 日々の QC に技能試験の成績に結び付く効果的なシステムがある。

#### **A.7 試料の管理**

- i) 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処分を示している。
- ii) 試料には適切にラベルが付けられており、保管されている。
- iii) 試験方法に記載の通り、試料を受け取り次第、異常状態を記録している、又は通常条件若しくは特定条件からの逸脱を記録している。
- iv) 試験所は、試料の保管中、取り扱い中及び調製中の劣化、紛失又は破損を防ぐための手順と適切な施設を備えている。
- v) 試料の保管状況は監視及び記録されている。

#### **A.8 記録**

- i) ノート／ワークシート又は他の記録は、試験日、分析者、分析対象成分、試料の明細、試験の観察、QC、全ての概略計算、機器からの出力（例えば、クロマトグラム）、生データ、及び校正データを示している。
- ii) ノート／ワークシートは、消すことができないようにし、誤記は消したり、削除したりするのではなく線を引いて修正されており、かつ、記録は分析者によって署名されている。
- iii) 誤記を訂正する場合、変更箇所に訂正を行った者の履歴がわかるようにする。
- iv) 試験所は、データの転送及び計算をチェックする手順をもち、それを運用している。
- v) 観察、データ及び計算は、それらがなされた時に記録されている。
- vi) 記録が電子的に保存されている場合、試験所は元のデータの紛失又は書き換えを防ぐための適切な策を講じている。

#### **A.9 試験報告書**

- i) 試験報告書は、明確、正確、簡潔及び明白な形で測定結果に関する情報を提供している。
- ii) 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。
- iii) 試験報告書には次の情報を含む。
  - a) 表題
  - b) 試験所の名称及び住所
  - c) 試験報告書の個別識別、各ページの識別、試験報告書又は校正証明書の最後のページの明確な識別
  - d) 顧客の名称及び住所
  - e) 使用した試験方法の識別、該当する場合は国際標準への言及
  - f) 試験又は校正を行った試料の状態説明及び明白な識別
  - g) 試料の受領日及び試験実施日
  - h) サンプルングが試験所又はその他の機関で行われたのかを明確にする、サンプルング計画又は試料採取手順への言及
  - i) 有効数字を考慮した試験結果と、該当する場合は測定単位を記載した試験結果
  - j) 試験報告書又は校正証明書を承認した者の氏名、職務及び署名又は署名に代わるもの
  - k) 該当する場合は、試験又は校正された試料のみの結果である記載
- iv) 適切である場合、試験報告書には、結果の不確かさの推定の記述及び意見並びに説明、特定の方法、顧客又は顧客群が要求し得るその他の追加情報も記載されている。
- v) 試験報告書に下請業者が行った試験の結果が含まれている場合、それらの結果を明確に識別している。
- vi) 試験報告書に認定を受けた試験方法により得られた結果が含まれている場合、適切な認定マークが記載されている。試験報告書に認定を受けた試験方法と認定受けていない試験方法の両方により得られた結果が含まれている場合、その旨を明確に示している。

#### **A.10 その他**

- i) 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。
- ii) 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。
- iii) 試験所の品質マニュアルは最新であり、関係する全ての要員が見ることができる。
- iv) 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。

- v) 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，試料の保管と廃棄）が何らかの問題をも表面化させていない。

## 付属書 B

### 一 機器の校正と性能チェック

#### B.1 定期的な校正の目的

- i) 参照値及び測定機器を用いて得た値の間の偏差の推定を改善する（補正）。
- ii) 機器使用時における当該偏差の不確かさを改善する。
- iii) 測定機器に，その校正期間中に得られた結果に疑いをもたらしうる変更がなされていないことを確認する。

#### B.1.1 試験所は，校正周期を設定する前に以下について知っておくべきである。

- i) 機器の測定時の最大許容誤差(mpe)
- ii) 機器の種類に関連する要因，起こり得る劣化並びにドリフト，及びメーカーの推奨事項
- iii) 測定機器が使用される範囲，すなわち環境条件（湿度，温度），及び測定機器を使用する要員の専門知識レベル
- iv) 過去の校正記録から得たデータの傾向
- v) 費用対効果

B.1.2 分析試験所で共通使用される装置の校正に関するガイダンス，更に，他の機器の校正に有用となり得るガイダンスを表 B1 に示す。表 B2 には，装置の妥当性確認及び性能検証に関するガイダンスを示す。より包括的な事項は文献[71]や装置の取扱説明書でも確認できる。

表 B1 装置の校正とキャリブレーションチェック (calibration check) ※1のガイダンス

この情報はガイダンスを目的に示したものであり、校正頻度は装置の必要性、種類及び過去の実績に基づいている。

装置の種類	要求事項	推奨される頻度
天びん	フルトレーサブルな校正※2	最初の3年間は毎年※3 その後は満足できるパフォーマンスに基づき頻度を少なくできる
校正用分銅 (参照分銅)	フルトレーサブルな校正	5年ごと
点検用分銅 (実用分銅)	1) 校正された分銅 (参照分銅) を用いたチェック	2年ごと
1) 又は 2)	2) 校正直後の天びんを用いたチェック	2年ごと
ガラス体積計	要求される公差に対する質量法による校正	毎年
ピストン式ピペット	フルトレーサブルな校正※4	毎年
比重計 (実用標準)	比重計 (参照標準) に対して一点校正	毎年
比重計 (参照標準)	既知の比重の測定標準を用いた一点校正	5年ごと
気圧計	一点校正	5年ごと
参照温度計 (ガラス製温度計)	1) フルトレーサブルな校正	5年ごと
1) 及び 2)	2) 単一点 (例, 氷点) でのチェック	毎年
参照温度計 (熱電対)	1) フルトレーサブルな校正	3年ごと
1) 及び 2)	2) 参照温度計 (ガラス製温度計) を用いたチェック	毎年
実用温度計 実用熱電対	氷点及び/又は使用温度範囲の参照温度計によるチェック※5	毎年

備考：装置は通常、認定校正機関によって校正され、少なくとも国家標準にトレーサブルである結果が提供されるべきである。

※1：原文のキャリブレーションチェックとは校正状態が維持されていることを確認する行為とする。

※2：原文のフルトレーサブルな校正とは、認定校正機関による校正とする。

※3：導入時にフルトレーサブルな校正を実施し、その後はフルトレーサブルな校正又は内部校正でよい。内部校正とは、当該試験所による参照標準を用いた校正である。

※4：原文ではフルトレーサブルな校正であるが、ここはフルトレーサブルな校正又は内部校正でよい。

※5：原文は Check (チェック) であるが、試験方法によっては校正が必要な場合がある。

表 B2 装置の妥当性確認と性能検証 (verification of performance) のためのガイダンス

この情報はガイダンスを目的に示したものであり、妥当性確認と性能検証\*1の頻度は装置の必要性、種類及び過去の実績に基づいている。

装置の種類	要求事項	推奨される頻度
天びん	ゼロ点チェックと点検用分銅（実用分銅）に対する読み取り	毎日／使用時
ピストン式ピペット	質量法による真度*2と精度のチェック	定期的に行う (使用頻度と使用の状況を考慮して決定する)
温度依存装置・器具 (a)及び(b)	(a) 安定性と温度の均一性の確保	(a) 導入当初及び定期的に文書化された頻度で、更に修理/調整の都度
	(b) 温度の監視	(b) 毎日／使用時
タイマー	標準時報に対するチェック	毎年
pH計	少なくとも2種類の適切なpH標準液による調整	毎日／使用時

※1 性能検証は、試験実施における日常的な動作確認・チェックを言う。

※2 原文はaccuracyであるが真度とした。

B.2 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。

#### B.2.1 クロマトグラフ(全般)

- i) 総合的なシステムのチェック、サンプルの繰返し注入の精度、キャリーオーバー
- ii) カラムの性能（保持能力、分離度、保持時間）
- iii) 検出器の性能（出力、応答、ノイズ、ドリフト、選択性、直線性）
- iv) システムの加熱/恒温性能（真度、精度、安定性、ランピング特性）
- v) オートサンプラー（時間的繰返し操作の真度及び精度）

#### B.2.2 液体及びイオンクロマトグラフィ

- i) 移動相の組成
- ii) 移動相の送液システム（圧力、精度、真度、脈流の無いこととする）

#### B.2.3 電極/計器システム（導電率、pH、イオン選択性を含む）

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

#### B.2.4 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）

- i) 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
- ii) 熱安定性、再現性
- iii) 加熱/冷却の速度とサイクル
- iv) 加圧又は真空の達成及び維持能力

#### B.2.5 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）

- i) 選択波長の真度、精度、安定性
- ii) 光源安定性
- iii) 検出器の性能（分解能、選択性、安定性、直線性、真度、精度）
- iv) S/N比
- v) 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）
- vi) 該当する場合、内部温度コントローラー及び表示器

#### B.2.6 顕微鏡

- i) 解像力



- ii) 種々の照明条件下での性能 (蛍光, 偏光)
- iii) グラティキュールの校正 (長さ測定のための)
- B.2.7 オートサンプラー**
  - i) タイミングシステムの真度及び精度
  - ii) シーケンスプログラムの信頼性
  - iii) 試料デリバリーシステムの真度及び精度

## 引用規格

分析測定における品質に関する最新の参考文献リストは、Eurachemウェブサイト ([www.eurachem.org](http://www.eurachem.org)) で入手できる。

For a list of current references relating to quality in analytical measurement, please refer to the Eurachem *Reading List* available under the *Publications* section of the Eurachem website, [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).

1. Eurachem/CITAC Guide CG2: Quality assurance for research and development and non-routine analysis (1998). Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
2. ISO/IEC 17025:2005, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, ISO, Geneva (2005).
3. ISO 15189:2012, Medical laboratories – Requirements for quality and competence, ISO, Geneva(2012).
4. ISO 15195:2003, Laboratory medicine – Requirements for reference measurement laboratories, ISO, Geneva (2003).
5. ISO 9001:2015, Quality management systems – Requirements, ISO, Geneva (2015).
6. Directive 2004/10/EC of the European Parliament and of the Council of 11 February 2004 on the harmonisation of laws, regulations and administrative provisions relating to the application of the principles of good laboratory practice and the verification of their applications for tests on chemical substances (codified version), Official Journal of the European Union, L 50/44, 20.2.2004.
7. Commission Directive 2003/94/EC of 8 October 2003 laying down the principles and guidelines of good manufacturing practice in respect of medicinal products for human use and investigational medicinal products for human use, Official Journal of the European Union, L 262/22, 14.10.2003.
8. ISO/IEC 17000:2004, Conformity assessment – Vocabulary and general principles, ISO, Geneva (2004).
9. ISO 9000:2015, Quality management systems – Fundamentals and vocabulary, ISO, Geneva (2015).
10. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2012, [www.bipm.org](http://www.bipm.org). A previous version is published as ISO/IEC Guide 99:2007, ISO, Geneva (2007).
11. V. J. Barwick and E. Prichard (eds.) Eurachem Guide: Terminology in analytical measurement – Introduction to VIM 3 (2011). ISBN 978-0-948926-29-7. Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
12. B. Magnusson and U. Örnemark (eds.) Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods - A laboratory guide to method validation and related topics (2nd ed. 2014). ISBN 978-91-87461-59-0. available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
13. S. L. R. Ellison, A. Williams (eds.), Eurachem/CITAC Guide CG4: Quantifying uncertainty in analytical measurement, (3rd ed. 2012). ISBN 978-0-948926-30-3. Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
14. S. L. R. Ellison, B. King, M. Rösslein, M. Salit, A. Williams (eds.), Eurachem/CITAC Guide: Traceability in chemical measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement, (1st ed. 2003). Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
15. I. Kuselman, F. Pennechi, IUPAC/CITAC Guide: Classification, modelling and quantification of human errors in a chemical analytical laboratory (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 88(5), 477-515 (2016).
16. Regulation (EC) No 765/2008 of the European Parliament and of the Council of 9 July 2008 setting out the requirements for accreditation and market surveillance relating to the marketing of products and repealing Regulation (EEC) No 339/93, Official Journal of the European Union, L 218/30, 13.8.2008.
17. ISO/IEC 17011:2004, Conformity assessment – General requirements for accreditation bodies accrediting conformity assessment bodies, ISO, Geneva (2004).
18. ILAC G18:04/2010, Guideline for the formulation of scopes of accreditation for laboratories, ILAC (2010). Available from [www.ilac.org](http://www.ilac.org).
19. LAB 39, UKAS Guidance on the implementation and management of flexible scopes of accreditation within laboratories, UKAS (2004). Available from [www.ukas.com](http://www.ukas.com).
20. EA-2/15 M:2008, EA Requirements for the accreditation of flexible scopes, EA (2008). Available from [www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org).
21. M. H. Ramsey and S. L. R. Ellison (eds.), Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement

uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches, Eurachem (2007). ISBN 978-0-948926-26-6. Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).

22. Commission Regulation (EC) No 333/2007 of 28 March 2007 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of lead, cadmium, mercury, inorganic tin, 3-MCPD and benzo(a)pyrene in foodstuffs, Official Journal of the European Union, L 88/29, 29.3.2007.

23. W. Horwitz, Nomenclature for sampling in analytical chemistry (IUPAC Recommendations 1990), Pure Appl. Chem., 62(6), 1193-1208 (1990).

24. P. de Zorzi, S. Barbizzi, M. Belli, G. Ciceri, A. Fajgelj, D. Moore, U. Sansone, M. van der Perk, Terminology in soil sampling (IUPAC Recommendations 2005), Pure Appl. Chem., 77(5), 827-841 (2005).

25. ISO 3951-1:2013, Sampling procedures for inspection by variables – Part 1: Specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL, ISO, Geneva (2013).

26. ISO 3951-2:2013, Sampling procedures for inspection by variables – Part 2: General specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection of independent quality characteristics, ISO, Geneva (2013).

27. ISO 3951-3:2007, Sampling procedures for inspection by variables – Part 3: Double sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (2007).

28. ISO 3951-4:2011, Sampling procedures for inspection by variables – Part 4: Procedures for assessment of declared quality levels, ISO, Geneva (2011).

29. ISO 3951-5:2006, Sampling procedures for inspection by variables – Part 5: Sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for inspection by variables (known standard deviation), ISO, Geneva (2006).

30. ISO 2859-1:1999, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (1999).

31. ISO 2859-2:1985, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 2: Sampling plans indexed by limiting quality (LQ) for isolated lot inspection, ISO, Geneva (1985).

32. ISO 2859-3:2005, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 3: Skip-lot sampling procedures, ISO, Geneva (2005).

33. ISO 2859-4:2002, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 4: Procedures for assessment of declared quality, ISO, Geneva (2002).

34. ISO 2859-5:2005, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 5: System of sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection, ISO, Geneva (2005).

35. ISO 2859-10:2006, Sampling procedures for inspection by attributes – Part 10: Introduction to the ISO 2859 series of standards for sampling for inspection by attributes, ISO, Geneva (2006).

36. Official Medicine Control Laboratories (OMCL) Network of the Council of Europe. Qualification of equipment. PA/PH/OMCL (08) 73 2R Core document and Annexes. Available from <https://www.edqm.eu/en/quality-management-guidelines-86.html>.

37. ISO 10012:2003, Measurement management systems – Requirements for measurement processes and measuring equipment, ISO, Geneva (2003).

38. ISO 31000:2009, Risk management – Principles and guidelines, ISO, Geneva (2009).

39. ISO Guide 73:2009, Risk management – Vocabulary, ISO, Geneva (2009).

40. ISO 31010:2009 Risk management – Risk assessment techniques, ISO, Geneva (2009).

41. P. De Bievre, R. Dybkaer, A. Fajgelj, D. Brynne Hibbert, Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 83(10), 1873-1935 (2011).

42. ILAC P10:01/2013, ILAC Policy on the traceability of measurements results, ILAC (2013). Available from [www.ilac.org](http://www.ilac.org).

43. B. Magnusson, T. Näykki, H. Hovind, M. Krysell, Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories, Nordtest Report TR 537 (ed. 3.1 2012). Available from [www.nordtest.info](http://www.nordtest.info).

44. M. Thompson, S. Ellison, A. Fajgelj, P. Willetts, R. Wood, Harmonised guidelines for the use of recovery information in analytical measurements, Pure Appl. Chem., 71(2) 337-348 (1999).

45. ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions, ISO, Geneva (1994).

46. 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, ISO, Geneva (1994).

47. 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, ISO, Geneva (1994).

48. 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, ISO, Geneva (1994).
49. 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, ISO, Geneva (1998).
50. ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values, ISO, Geneva (1994).
51. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), JCGM 100:2008 (corrected version 2010), www.bipm.org. Printed as ISO/IEC Guide 98-3:2008, ISO, Geneva (2008).
52. EA-4/16 G:2003, EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing, EA (2003). Available from www.european-accreditation.org.
53. Measurement uncertainty revisited, Technical Report 1/2007, Eurolab (2007). Available from www.eurolab.org.
54. ISO 21748:2010, Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation, ISO, Geneva (2010).
55. ISO 80000-1:2009, Quantities and units – Part 1: General, ISO, Geneva (2009).
56. I. Kuselman, F. Pennechi, C. Burns, A. Fajgelj, P. de Zorzi, IUPAC/CITAC Guide: Investigating out-of-specification test results of chemical composition based on metrological concepts (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 84(9), 1939-1971 (2012).
57. ISO 78-2:1999, Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis, ISO, Geneva (1999).
58. W. J. Youden, E. H. Steiner, Statistical Manual of the AOAC, AOAC International (1975). ISBN 0-935584-15-3.
59. Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, Official Journal of the European Union, L221/8, 17.8.2002.
60. ISO 11095:1996, Linear calibration using reference materials, ISO, Geneva (1996).
61. ISO Guide 35:2006, Reference materials – General and statistical principles for certification, ISO, Geneva (2006).
62. Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, EURAMET Calibration Guide No. 18 Version 4.0 (11/2015).
63. ISO 8655-1:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations, ISO, Geneva (2002).
64. ISO 8655-2:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 2: Piston pipettes, ISO, Geneva (2002).
65. ISO 8655-3:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 3: Piston burettes, ISO, Geneva (2002).
66. ISO 8655-4:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 4: Dilutors, ISO, Geneva (2002).
67. ISO 8655-5:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 5: Dispensers, ISO, Geneva (2002).
68. ISO 8655-6:2002, Piston-operated volumetric apparatus – Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error, ISO, Geneva (2002).
69. ISO 8655-7:2005, Piston-operated volumetric apparatus – Part 7: Non-gravimetric methods for the assessment of equipment performance, ISO, Geneva (2005).
70. ISO Guide 33:2015, Reference materials – Good Practice in using reference materials, ISO, Geneva (2015).
71. OIML D 10/ILAC-G24, 2007, Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments, ILAC (2007). Available from www.ilac.org.
72. ISO 4787:210, Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use, ISO, Geneva (2010).
73. ISO Guide 30:2015, Reference materials – Selected terms and definitions, ISO, Geneva (2015).
74. ISO Guide 31:2015, Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation, ISO, Geneva (2015).
75. ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers, ISO, Geneva (2016).
76. ISO Guide 80:2014, Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs), ISO, Geneva (2014).
77. CLSI. Characterization and qualification of commutable reference materials for laboratory medicine: Approved guideline. CLSI document EP30-A, Clinical and Laboratory Standards Institute (2010). ISBN 1-56238-726-X.
78. Compendium of analytical nomenclature (IUPAC orange book). Available from www.iupac.org. 79. M.

- Thompson, R. Wood, Harmonised guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories, (IUPAC technical report), *Pure Appl. Chem.*, 67(4), 649-666 (1995).
80. H. Hovind, B. Magnusson, M. Krysell, U. Lund, and I. Mäkinen, Internal quality control – Handbook for chemical laboratories, Nordtest technical report 569, (4th ed. 2011). Available from [www.nordtest.info](http://www.nordtest.info).
81. ISO 7870-1:2014, Control Charts – Part 1: General guidelines, ISO, Geneva (2014).
82. ISO 7870-2:2013, Control Charts – Part 2: Shewhart control charts, ISO, Geneva (2013).
83. ISO 7870-3:2012, Control Charts – Part 3: Acceptance control charts, ISO, Geneva (2012).
84. ISO 7870-4:2011, Control Charts – Cumulative sum charts, ISO, Geneva (2011).
85. ISO 7870-5:2014, Control Charts – Specialized control charts, ISO, Geneva (2014).
86. AMC technical brief No. 9, Feb 2002, M. Thompson (ed.), A simple fitness-for-purpose control chart based on duplicate results obtained from routine test materials. Available from [www.rsc.org](http://www.rsc.org).
87. ISO/TS 13530:2009, Water quality – Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis, ISO, Geneva (2009).
88. ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing, ISO Geneva, (2010).
89. ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison, ISO, Geneva, 2015.
90. I. Mann, B. Brookman (eds.), Eurachem Guide: Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories, (2nd ed. 2011). Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
91. EA-4/18 INF:2010, Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation, EA (2010). Available from [www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org).
92. I. Kuselman, A. Fajgelj, IUPAC/CITAC Guide: Selection and use of proficiency testing schemes for a limited number of participants – chemical analytical laboratories (IUPAC Technical Report), *Pure Appl. Chem.*, 82(5),1099-1135 (2010).
93. Eurolab Technical Report No. 2/2006, Guidance for the management of computers and software in laboratories with reference to ISO/IEC 17025/2005, Eurolab (2006). Available from [www.eurolab.org](http://www.eurolab.org).
94. ISO 19011:2011, Guidelines for auditing management systems, ISO, Geneva (2011).