

分析用語に関するガイドライン

CAC/GL 72-2009



**Food and Agriculture Organization of the
United Nations**

Published by arrangement with the
Food and Agriculture Organization of United Nations
by the
Ministry of Health, Labour and Welfare

本文書は、当初、国際連合食糧農業機関（FAO）及び世界保健機関（WHO）により、「分析用語に関するガイドライン（CAC/GL 72-2009）」として出版されたものである。日本語への翻訳は、日本政府の厚生労働省によってなされた。

本文書において使用する呼称及び資料の表示は、いかなる国、領土、都市あるいは地域、若しくはその当局の法律上の地位に関する、又はその国境あるいは境界の設定に関する、FAOあるいはWHOのいかなる見解の表明を意味するものではない。また、個別の企業あるいは製品への言及は、それらが特許を受けているか否かにかかわらず、言及されていない同様の性質を持つ他者に優先して、FAOあるいはWHOが承認あるいは推薦していることを意味するものではない。本文書において表明された見解は、筆者の見解であり、必ずしもFAOあるいはWHOの見解を示すものではない。

© Ministry of Health, Labour and Welfare, Government of Japan, 2012 (Japanese edition)

© FAO/WHO, 2009 (English edition)

分析用語に関するガイドライン

CAC/GL 72-2009

緒言

コーデックス分析・サンプリング法部会は、コーデックス委員会及び各国政府が使用する分析用語について合意した。これら用語の多くは、これまでコーデックス手続きマニュアルに記載されていたものである。ほとんどの場合、手続きマニュアルで用いられる用語は長年の間に採用されたものであり、そこには基本となる階層が存在する。これらの用語は、出典となったISO 3534、GUM、VIM、IUPAC オレンジブック、その他コーデックスですでに採択されている国際規格の特定の版に遡って、一字一句確認することが可能である。出典となった国際規格の改訂に伴って用語の定義が変更された場合は、手続きマニュアルに示された本来の階層は残したまま改訂している。手続きマニュアルに本来含まれている用語以外に新たに用語が追加された場合は、既存の用語と新しい用語の概念的連続性や関係が保たれるように努力している。ここでは、これらの用語を、参考としてすでにコーデックスで採用されている特定の国際プロトコール／ガイドラインに記載された用語とともに以下に示す。

分析用語

ここでは、以下に示す分析用語を定義する。

Accuracy (精確さ)

Analyte (分析成分)

Applicability (適用可能性)

Bias (バイアス)

Calibration (校正)

Certified reference material (認証標準物質)

Conventional quantity value (取り決めによる量的値)

Critical value (臨界値)

Defining (Empirical) method of analysis (基準 [経験的] 分析法)

Error (誤差)

Expanded measurement uncertainty (測定の拡張不確かさ)

Fitness for purpose (目的適合性)

HorRat (Horwitz 比)

Inter-laboratory study (試験室間試験)

Laboratory performance (Proficiency) study (試験所性能 [技能] 試験)

Limit of detection (検出限界)

Limit of quantification (定量限界)

Linearity (直線性)

Material certification study (物質認証試験)

Measurand (測定量)

Measurement method (測定法)

Measurement procedure (測定手続き、測定手順)

Measurement uncertainty (測定の不確かさ)

Method-performance study (分析法性能試験)

Metrological Traceability (計量のトレーサビリティ)

Outlier (外れ値)

Precision (精度)

Quality assurance (品質保証)

Rational method of analysis (論理的分析法)

Recovery/recovery factors (回収率)

Reference material (標準物質)

Reference value (基準値)

Repeatability (Reproducibility) (併行精度 [室間再現精度])

Repeatability conditions (併行条件)

Repeatability (Reproducibility) limit (併行 [室間再現] 許容差)

Repeatability (Reproducibility) standard deviation (併行 [室間再現] 標準偏差)

Repeatability (Reproducibility) relative standard deviation (併行 [室間再現] 相対標準偏差)

Reproducibility conditions (室間再現条件)

Result (結果)

Robustness (ruggedness) (頑健性 [堅牢性])

Selectivity (選択性)

Sensitivity (感度)

Surrogate (代用物)

Systematic error (系統誤差)

Trueness (真度)

True value (真の値)

Validated range (妥当性が確認された範囲)

Validated Test Method (妥当性が確認された試験法)

Validation (妥当性確認)

Verification (検証)

分析用語の定義

Accuracy（精確さ）：検査結果又は測定結果と基準値の一致度の近さ。

注：

一組の検査結果又は測定結果について「精確さ」という用語を用いる場合は、複数のランダムな成分と一般的な系統誤差又はバイアス成分を組み合わせたものが含まれる。

検査法に適用される場合、「精確さ」とは真度と精度を組み合わせたものを指す。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

Analyte（分析成分）：検出または測定の対象であるサンプル中の化学物質。

注：

分子生物学的分析法には、この定義は適用されない。

参考：

Codex Guidelines on Good Laboratory Practice in Residue Analysis (CAC/GL 40-1993)

Applicability（適用可能性）：分析法を十分に活用できる分析成分、マトリックス、濃度。

注：

各要因について十分な性能を発揮できる範囲を明示する以外に、適用可能性（適用範囲）の明示には、他の分析成分による既知の干渉に関する警告や、一部のマトリックスや状況には適用不可能であるという警告が含まれることがある。

参考：

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Bias（バイアス）：検査結果又は測定結果の期待値と真の値との差。実際には真の値の代わりに、取り決められた量的値（VIM, 2007）を用いることができる。

注：

バイアスは、偶然誤差と対比される系統誤差の総体である。偏りに寄与する系統誤差の成分は1つの場合もあれば、複数の場合もある。承認された基準値からの系統的な差が大きいくほど、バイアスの値は大きくなる。

通常、測定機器の偏りは、適切な回数の反復測定を行い、指示誤差を平均することによって推定する。指示誤差とは、「測定機器の指示—対応する投入量の真の値」のことである。

期待値とは、期待されるランダム変数の値をいう（付与された値 [assigned value]、長期間の平均値など） {ISO 5725-1}。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

Calibration (校正) : 規定の条件下で、まず最初に、測定標準の示す測定の不確かさを伴う値と、これに対応する、付随した測定の不確かさを伴う指示との関係を明らかにし、次にこの情報に基づいて、ある指示からひとつの測定結果が得られるよう、関係を明確にする操作。

注 :

校正は、言葉による明示、校正機能、校正の図式、校正曲線、校正表などの形で表される。場合によっては、指示に付随する測定の不確かさを加算ないしは乗算して指示を補正することもある。

「自己校正 (self calibration)」と誤って呼ばれることが多い測定システムの調整、または校正の検証と、校正を混同してはならない。

上記の定義のうち、最初の手順のみが校正とみなされていることも多い。

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Certified reference material (CRM) (認証標準物質) : 認定機関の発行する証拠資料が添付された標準物質で、妥当な手続きを用いて規定された 1 つないしは複数の特性値と、それに伴う不確かさ及びトレーサビリティが示されているもの。

注 :

証拠資料は「証明書」の形で与えられる (ISO ガイド 30:1992 を参照)。

認証標準物質の生産及び認証手続きについては、ISO ガイド 34 や ISO ガイド 35 などに記載されている。

本定義でいう「不確かさ」には、測定の不確かさと、ID や配列といった公称特性 (nominal property) に付随する不確かさの両方が含まれる。トレーサビリティには、値の計量的トレーサビリティと、公称特性値のトレーサビリティの両方が含まれる。

認証標準物質の規定値には、計量のトレーサビリティとそれに付随する測定の不確かさが必要である {Accred. Qual. Assur., 2006} 。

ISO/REMCO にも類似の定義がある {Accred. Qual. Assur., 2006} が、量および公称特性に言及する際に、metrological (計量的な)、metrologically (計量的に) という修飾語が用いられている。

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

New definitions on reference materials, Accreditation and Quality Assurance, 10:576-578, 2006

Conventional quantity value (取り決めによる量的値) : 任意の目的のために、合意によって付与された量的値。

注：

この概念では、「取り決めによる真の量的値」という用語が用いられることがあるが、こうした用語を用いるのは適切ではない。

取り決めによる量的値は、真の量的値の推定値を指すこともある。

一般に、取り決めによる量的値に付随する測定の不確かさは、十分小さいものとみなされており、ときにはゼロの場合もある。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Critical value (臨界値) (L_C)：それを超えると、任意の過誤確率 α で、被分析物質中の当該分析成分の濃度又は量がブランク物質中の値よりも大きいと判断されることになる、正味の濃度又は量を示す値。これは以下のように定義される。

$$\Pr(\hat{L} > L_C | L=0) \leq \alpha$$

ここで、 \hat{L} は推定値、 L は期待値又は真の値、 L_C は臨界値である。

注：

臨界値の定義は、検出限界 (LOD) を定義する上で重要である。

臨界値 L_C は以下の式によって推定される。

$$L_C = t_{1-\alpha, \nu} s_0$$

ここで、 $t_{1-\alpha, \nu}$ は $1-\alpha$ の片側信頼区間の自由度 ν に基づく Student の t 、 s_0 はサンプルの標準偏差である。

L が既知の分散をもつ正規分布をする場合、すなわち $\nu = \infty$ 、 α がデフォルトの 0.05 である場合、 $L_C = 1.645s_0$ となる。

結果が L_C 未満であり、「不検出」と判断されても、分析成分が含まれていないと解釈してはならない。こうした結果を「ゼロ」または LOD 未満と報告することは望ましくない。必ず推定値とその不確かさを報告すべきである。

参考：

ISO Standard 11843: Capability of Detection-1, ISO, Geneva, 1997

Nomenclature in evaluation of analytical methods, IUPAC, 1995

Defining (empirical/conventional) method of analysis (基準 [経験的/取り決めによる] 分析法)：

測定される量が、規定の手続きに従って得られた結果によって定義される分析法。

注：

経験的方法は、論理的方法では扱えないような目的に用いられる。

経験的方法における偏りは慣例的にゼロとされる。

参考：

Harmonised guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis, 2002

Error (誤差)：測定された量的値－基準となる量的値。

注：

以下の両方の場合に、測定「誤差」という概念が適用可能である。参照すべき1つの基準値が存在する場合(これには、測定標準によって校正が行われ、測定された値の測定の不確かさが無視できる程度である場合と、取り決めによる値が与えられている場合があり、後者の場合には測定誤差は不明である)、及び測定量が、唯一の真の値又は無視できる程度の範囲の一組の真の値によって表されると想定される場合(この場合測定誤差は不明である)。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology – Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Expanded measurement uncertainty (測定の拡張不確かさ)：測定の合成標準不確かさと1より大きい係数との積。

注：

係数は、測定モデルの中で結果として得られる量の確率分布の種類、及び選択した包含確率によって異なる。

上記の定義における係数とは、包含係数を指す。

測定の拡張不確かさは「拡張不確かさ」とも呼ばれる。

参考文献：

VIM, International Vocabulary of Metrology – Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Fitness for purpose (目的適合性)：ある測定プロセスによって得られたデータが、所定の目的のために技術的・管理的に正しい判断を下すうえで、どの程度有用かを示す度合い。

参考：

Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics, 1998

HorRat (Horwitz 比)：Horwitz の式を用いて計算した室間再現相対標準偏差に対する [実際の] 室間再現相対標準偏差の比。

予測される相対標準偏差($PRSD$)_R = $2C^{-0.15}$ ：

$HorRat(R) = RSD_R / PRSD_R$

$HorRat(r) = RSD_r / PRSD_R$

ここで、C は質量分率で示した濃度（分子と分母は同じ単位）。

注：

HorRat は、化学分野における大部分の分析法の性能の指標となる。

正常値は 0.5~2 である（PRSD_R が正しく計算されているかをチェックするには、C が 10⁻⁶ の場合に PRSD_R が 16%となる必要がある）。

試験室内試験に適用する場合、HorRat(r)の正常範囲は 0.3~1.3 である。

濃度が 0.12 mg/kg 未満の場合には、Thompson (The Analyst, 2000) の相対標準偏差の予測値 22%を用いる。

参考：

A simple method for evaluating data from an inter-laboratory study, J AOAC, 81(6):1257-1265, 1998

Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, The Analyst, 125:385-386, 2000

Inter-laboratory study (試験室間試験)：複数の試験所において、文書に定められた条件の下で、均一で安定した物質の 1 つ又は複数の「同一 (identical)」ポーション中に含まれる量を測定する試験。結果は 1 つの文書にまとめられる。

注：

参加する試験所の数が多くなるほど、結果として得られる統計学的パラメータの推定値の信頼性が高くなる。IUPAC-1987 プロトコール (Pure & Appl. Chem., 66, 1903-1911(1994)) では、分析法性能試験には 8 つ以上の試験所が必要とされている。

参考：

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Laboratory-performance (proficiency) study (試験所性能 [技能] 試験)：試験室間試験の 1 つ。一群の試験所がそれぞれ選択・採用している方法を用い、1 つ又は複数の均一で安定した試料について 1 つ又は複数の測定を行うもの。報告された結果は、他の試験所の結果又は既知もしくは所定の基準値と比較される。通常は、試験所の性能向上を目的として実施される。

注：

試験所性能試験は、試験所認定の裏付けや性能の監査に用いることができる。参加試験所に対して何らかの管理（組織的管理、認定、規制、又は契約）を行う機関が試験を実施する場合は、試験方法が明記されるか、又は選択の対象が、既承認の方法もしくはそれと同等の方法のみに限定される。こうした状況では、性能を判断するのに、単一の試験サンプルでは不十分である。

試験所性能試験は、分析法性能試験で用いる分析法の選択に用いられることがある。全て

の試験所、又は十分な規模の試験所サブグループが同じ方法を用い、試験サンプルが当該分析成分の濃度範囲を網羅している場合、その試験は分析法性能試験とみなすこともできる。

単一の機関に属する複数の試験所が、それぞれ独立した施設、設備機器、校正物質を有している場合は、それぞれ異なる試験所として扱われる。

参考：

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Limit of Detection (LOD) (検出限界)： $(1-\beta)$ の確率で、分析対象物質中の分析成分の濃度又は量がブランク物質中の値よりも大きいという結論が導かれる、分析対象物質中の当該分析成分の真の正味濃度又は正味量。これは次のように定義される。

$$\Pr(\hat{L} \leq L_c | L = \text{LOD}) = \beta$$

ここで、 \hat{L} は推定値、 L は期待値又は真の値、 L_c は臨界値である。

注：

検出限界 (LOD) は以下の式によって推定される。

$$\text{LOD} \approx 2 t_{1-\alpha, \nu} \sigma_0 \quad [\text{ここでは } \alpha = \beta]$$

ここで、 $t_{1-\alpha, \nu}$ は $1-\alpha$ の片側信頼区間の自由度 ν に基づく Student の t 、 σ_0 は真の値 (期待値) の標準偏差である。

ブランクの (期待される) 平均値の不確かさが無視できる程度であり、 $\alpha = \beta = 0.05$ で、 L が既知の一定した分散をもつ正規分布をする場合、 $\text{LOD} = 3.29 \sigma_0$ となる。しかし、LOD は、バックグラウンドの純粋溶液の標準偏差×固定係数 (3、6、など) として単純に定義されるわけではなく、こうした定義は誤解を招くおそれがきわめて高い。LOD を正しく推定するには、自由度 (α 及び β)、及び分析成分の濃度やマトリックス効果、干渉といった要因の影響を受ける L の分布を考慮する必要がある。

この定義は、記述されている単純な例の例外、すなわち非正規分布及び異分散 (リアルタイム PCR で用いられるような「計数」(Poisson) プロセスなど) などを考慮するための土台となる。

分布、 σ 、ブランクは測定プロセスによって著しく異なる可能性があるため、検討下の測定プロセスを明示することが不可欠である。

検出限界では、特定の分析法を用い、規定のマトリックス中から妥当な信頼性及び/又は既定の信頼性をもって分析成分が検出された場合に、陽性と判定することができる。

参考：

ISO Standard 11843: Capability of Detection-1, ISO, Geneva, 1997

Nomenclature in evaluation of analytical methods, IUPAC, 1995

Guidance document on pesticide residue analytical methods, Organization for Economic

Limit of Quantification (LOQ) (定量限界) : 一般にシグナル又は測定 (真の) 値として表される分析法の性能特性のひとつで、特定の相対標準偏差 (RSD) (一般的には 10% [又は 6%]) をもつ推定値が得られる。LOQ は以下の式によって推定される。

$$LOQ = k_Q \sigma_Q, k_Q = 1/RSD_Q$$

ここで、LOQ は定量限界、 σ_Q はその点における標準偏差、 k_Q は乗数 (その逆数は、選択した RSD に等しい) である。(自由度 $\nu = 1/\sqrt{2\nu}$ に基づき、推定した σ のおおよその RSD)

注 :

σ が既知であり、一定であれば、 $\sigma_Q = \sigma_0$ である。なぜなら、推定された量の標準偏差は濃度とは独立しているからである。 k_Q に 10% を代入すると、以下のようになる。

$$LOQ = (10 * \sigma_Q) = 10 \sigma_0$$

この場合、正規性が存在し、 $\alpha = \beta = 0.05$ であるとする、LOQ は 3.04 × 検出限界となる。

LOQ では、特定の分析法を用い、規定のマトリックス中から妥当な信頼性又は既定の信頼性をもって分析成分が検出された場合に、陽性と判定することができる。

この定義は、記述されている単純な例の例外、すなわち非正規分布及び異分散 (リアルタイム PCR で用いられるような「計数」(Poisson) プロセスなど) などを考慮するための土台となる。

参考 :

Nomenclature in evaluation of analytical methods, IUPAC, 1995

Guidance document on pesticide residue analytical methods, Organization for Economic Co-operation and Development, 2007

Linearity (直線性) : 判定すべき試料中の分析分量に比例して分析機器の反応又は分析結果が得られる、一定範囲内の分析法の能力。この比例性は、演繹的に定義される数学的表現によって表される。直線性限界 (linearity limits) [上限と下限] とは、その 2 つの限界値の範囲内において、許容範囲内の不確かさで直線検量線モデルを当てはめることのできる実験濃度限界をいう。

参考 :

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Material-Certification Study (物質認証試験) : 被験物質中のある量 (濃度または特性) を基準値 (「真の値」) として設定する試験室間試験。通常、所定の不確かさを伴う。

注 :

物質認証試験では、濃度 (又は特性) の推定値の偏りが最も少なく、付随する不確かさが最も小さいであろうと判断される方法により、選定された基準試験所 (reference laboratory)

を利用して標準物質候補の分析を行うことが多い。

参考：

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Measurand (測定量)：測定対象となる量。

注：

測定量の詳細を示すには、量の種類に関する知識、当該量を保持する物質の状態に関する記述（関連の成分、含まれる化学物質など）が必要である。

化学の分野では、「分析成分」あるいは物質や化合物の名称が、測定量を表すのに用いられることがあるが、これらの用語は量について述べているわけではないため、この用法は誤りである。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Measurement method (測定法)：測定に用いられる操作の論理的構成に関する一般的記述。

注：

測定法は、置換測定法、示差測定法、零位法、直接測定法、間接測定法など、さまざまな定性的方法で表されることもある。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Measurement procedure (測定手続き、測定手順)：ある測定モデルに基づき、1つ又は複数の測定原理と任意の測定法に従って行われる測定を詳細に記述したもの。結果を得るための計算を含む。

注：

通常、測定手続きは、作業者が測定を行えるように詳細に文書化される。

測定手続きには、測定の不確かさの目安に関する明確な記述が含まれることがある。

測定手続きは、標準作業手順（SOP）と呼ばれることもある。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Measurement uncertainty (測定の不確かさ)：利用した情報に基づき、測定量に帰属する値のばらつきの特徴を示した、負の値をとらないパラメータ。

注：

測定の不確かさには、補正に伴う成分や測定標準の付与された値など、系統的影響に由来する成分と、定義上の不確かさが含まれる。ときには、推定される系統的影響の補正を行う代わりに、付随する測定の不確かさの成分を採り入れることもある。

パラメータは例えば、測定の標準不確かさと呼ばれる標準偏差（又はその任意の倍数）や、明示された包含確率を有する半分の幅の間隔などである。

一般に、測定の不確かさは多くの成分からなる。これら成分の中には、一連の測定で得た値の統計的分布から、測定の不確かさのタイプ A 評価を行い、実験的標準偏差によって特徴づけることができるものもある。一方、測定の不確かさのタイプ B 評価によって評価を行う成分も、経験や他の情報に基づき想定した確率分布から評価を行い、標準偏差によって特徴づけることができる。

一般的には、任意の一組の情報に関して、測定の不確かさは、測定量に帰属する明示された質的値と関連があると理解されている。この値が変更されれば、それに伴う不確かさも変わることになる。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Method-Performance Study (分析法性能試験)：全ての試験所が書面による同一のプロトコールに従い、同一の試験法を用いて全く同じ試験サンプル一式の定量を行う試験室間試験。報告された結果に基づき、当該分析法の性能特性の推定を行う。通常、これらの特性は室内精度及び室間精度であり、必要に応じて可能であれば、系統誤差、回収率、内部品質管理パラメータ、感度、定量限界、適用可能性など、他の関連の特性も含まれる。

注：

通常、こうした分析量の試験に用いる物質は、マトリックス、検査成分の量（濃度）、干渉成分、作用の点から見て、実際に分析される物質を代表するものである。分析者は通常、マトリックスについては知らされているが、試験サンプルの実際の組成は知らされていない。

試験所の数、試験サンプル数、測定回数、その他試験の詳細は、試験プロトコールに明記されている。試験プロトコールには、分析を行うための指示を文章で示した、手順に関する記述も含まれている。

この種の試験の際だった特徴は、書面による同一のプロトコール及び試験法を正確に遵守する必要があるという点である。

また、同じ被験物質を用いて複数の分析法を比較することもある。各分析法に関して全ての試験所で同じ指示が用いられ、なおかつ各分析法に関してそれぞれ個別に統計解析を実施する場合、その試験は一組の分析法性能試験となる。こうした試験は、分析法比較試験

に指定されることもある。

参考：

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Metrological Traceability (計量のトレーサビリティ)：文書化された切れ目のない校正の連鎖を通じて測定結果を基準 (reference) に関連づけることができるという測定結果の特性。個々の校正が、明示された測定の不確かさに寄与する。

注：

基準 (reference) は、その実用化によって測定単位の定義となる場合もあれば、非順序的 (non-ordinal) 量の測定単位を含む測定手順、あるいは測定標準を指す場合もある。

計量のトレーサビリティには、校正の階層が確立されていることが必要である。

基準の詳細には、校正の階層を確立する際にこの基準がいつ用いられたかを示す必要があり、それとともに、当該基準に関連した計量に関するあらゆる情報 (校正の階層のどの時点で最初の校正が行われたかなど) を示す必要がある。

インプット量が複数ある測定では、それぞれのインプット値自体が追跡可能でなければならず、それにかかわる校正の階層は、枝分かれ構造又はネットワークの形をとる。各インプット値について計量のトレーサビリティを確立する際には、測定結果に対するそれぞれの相対的寄与度に応じた努力が必要である。

測定結果に関する計量のトレーサビリティは、測定の不確かさが任意の目的にふさわしいことを保証するものではなく、誤りがないことを保証するものでもない。

2つの測定標準の比較は、それが両測定標準の値及び測定の不確かさのチェックに用いられ、必要に応じて補正に用いられる場合は、校正とみなすことができる。

ILAC では、計量のトレーサビリティを確認するための要素を、国際的測定標準又は国の測定標準、文書化された手順、認定された技術的能力、SI へとつながる計量のトレーサビリティ及び校正の間隔という切れ目のない計量のトレーサビリティの連鎖と見なしている (ILAC P-10:2002 を参照)。

「トレーサビリティ」という略語は、「計量のトレーサビリティ」という意味で用いられることもあれば、サンプルのトレーサビリティや文書のトレーサビリティ、機器のトレーサビリティ、材料のトレーサビリティなど、(履歴 [跡] を意味する) 他の概念を意味することもある。したがって、混同されるおそれがある場合は、「計量のトレーサビリティ」という正式の用語を用いることが望ましい。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Harmonized guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories, 1995

ILAC P-10, 2002

Outlier (外れ値) : 一組の値の中で、他の値と一致しない値のこと。

注 :

外れ値は、以下のように扱うことが望ましい。

- a) 迷い値 (straggler) 又は外れ値を特定するために、Cochran の検定や Grubb の検定などの検定を適用する。
- 検定統計量が 5%の臨界値以下の場合は、検定した項目は正しいものとして認める。
 - 検定統計量が 5%の臨界値を超え、1%の臨界値以下の場合は、検定した項目を迷い値とし、アスタリスク (*) を 1 個付ける。
 - 検定統計量が 1%の臨界値を超えている場合は、検定した項目を統計的外れ値とし、アスタリスク (*) を 2 個付ける。
- b) 次に、迷い値及び／又は統計的外れ値が、例えば以下に示すような技術的誤りによって説明可能か否かを調べる。
- 測定を行う際のミス
 - 計算ミス
 - 試験結果の単なる書き写しミス
 - 間違ったサンプルを分析

計算ミス又は書き写しミスの場合は、疑わしいと思われる結果を正しい値に直す。分析したサンプルが違っていた場合は、結果を正しいセルに入れる。こうした修正を行った上で、迷い値又は外れ値を再度検証する。技術的誤りによる説明では、疑わしい試験結果を正しい値に直すことができないとわかった場合は、実験そのものに起因するのではない「純粋な」外れ値として除外する。

- c) 迷い値及び／又は統計的外れ値が、試験所の範囲外に属するものとして説明又は除外されずに残ってしまった場合、迷い値は正しい項目として残し、統計的外れ値は、適切な理由に基づき統計担当者が値を残すと判断しない限り、除外する。

参考 :

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

ISO Standard 5725-2: 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

Precision (精度) : 規定の条件下で得られた複数の独立した試験／測定結果間の一致度。

注 :

精度は偶然誤差の分布のみに依存し、真の値や規定値とは無関係である。

通常、精度の評価尺度は不正確さによって表され、試験結果の標準偏差という形で算出さ

れる。精度が低いほど標準偏差は大きくなる。

精度の量的尺度は、規定された条件に大きく依存する。なかでも併行条件及び室間再現条件は特定の両極端な条件である。

1つの試験所内の1つ又は複数の要因（試験所内：作業員、使用機器、使用機器の校正、環境、試薬のロット、測定と測定との経過時間など）が変動し、特定の状況下で有用な場合、併行条件と室間再現条件の中間的な条件も考えられる。

通常、精度は標準偏差によって表される。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

ISO Standard 5725-3: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method, ISO, Geneva, 1994

Quality assurance (品質保証)：分析結果が任意の品質要件を満たすという適切な信頼を与えるのに必要な、計画的かつ系統的なあらゆる対策措置。

参考：

Harmonized guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories, 1995

Rational method of analysis (論理的分析法)：同定可能な化学物質又は分析成分を測定する方法。これには複数の同等な分析法が存在する場合もある。

参考：

Harmonized guidelines for the use of recovery information in analytical measurement, 1998

ISO/IEC Guide 17025:2005: General requirements for the competence of calibration and testing laboratories, ISO, Geneva, 2005

Recovery/recovery factors (回収率)：被験物質の分析ポーション中に存在するもしくは添加された、またはその両方である分析成分の量のうち、測定されたものの割合。

注：

回収率は、基準濃度 C_{ref} の分析成分を含む物質に分析手順を適用することで得られた、観察された濃度又は量 C_{obs} の比 $R = C_{obs} / C_{ref}$ によって評価する。

C_{ref} は、(a) 標準物質の認証値か、(b) 別の確実な分析法によって測定されるか、(c) スパイク添加又は (d) 限界回収率のいずれかになる。

回収率は主に、複雑なマトリックスからより単純な溶液に分析成分を移す際に、分析成分が失われることが予想される分析法で用いることを意図している

参考：

Harmonized guidelines for the use of recovery information in analytical measurement, 1998

Use of the terms “recovery” and “apparent recovery” in analytical procedures, 2002

Reference material (標準物質) : 規定された 1 つ又は複数の特性に関して十分な均一性と安定性を有する物質で、測定プロセスにおいて、又は公称特性 (nominal properties) の検査において、その用途に適合していることが実証されているもの。

注 :

公称特性の検査によって、公称特性値とそれに付随する不確かさが得られる。この場合の不確かさは測定の不確かさではない。

付与された値の有無にかかわらず、標準物質は測定精度の対照に用いることができるが、校正及び測定真度の対照に用いることができるのは、付与された値のある標準物質のみである。

一部の標準物質には、単位系以外の測定単位にまで計量的に追跡可能な、付与された値がある。任意の測定において任意の標準物質を用いることができるのは、校正又は品質保証が目的の場合に限られる。

標準物質の仕様には、その物質の由来及び加工を示すトレーサビリティが含まれていなければならない。{Accred. Qual. Assur., 2006}

ISO/REMCO でも類似の定義が示されている。この定義では、量の測定と公称特性の検査の両方を網羅する検査 (examination) という意味で「測定プロセス」という用語が用いられている。

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

New definitions on reference materials, Accred. Qual. Assur., 10:576-578, 2006

Reference value (基準値) : 同種の量的値と比較する際の基礎として用いられる量的値。

注 :

基準量値 (reference quantity value) は、それが不明な場合は「測定量の真の量的値」となり、既知の場合は「取り決めによる量的値」となり得る。

通常、基準量値とそれに付随する測定の不確かさは、以下を参考にして示される。

- a) 物質 (認証標準物質など)
- b) 基準測定手順
- c) 測定標準の比較

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Repeatability (Reproducibility) (併行精度 [室間再現精度]) : 併行 [室間再現] 条件下にお

ける精度。

参考：

ISO 3534-1 Statistics, vocabulary and symbols-Part 1: Probability and general statistical terms, ISO, 1993

ISO Standard 78-2: Chemistry — Layouts for Standards — Part 2: Methods of Chemical Analysis, 1999)

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

AOAC International methods committee guidelines for validation of qualitative and quantitative food microbiological official methods of analysis, 2002

Repeatability conditions (併行条件)：短い間隔において同じ試験・測定施設で同じ作業者が同じ機器を用い、同一の試験／測定項目に対して同じ方法により、それぞれ独立した試験／測定結果が得られる観察条件。

注：

併行条件には以下が含まれる：測定手順又は試験手順が同じであること、作業者が同じであること、同じ条件下で同じ測定機器又は試験機器を用いること、同じ場所で短期間に反復実施すること。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

Repeatability (Reproducibility) limit (併行〔室間再現〕許容差)：併行〔室間再現〕条件下で得られた一連の試験結果又は測定結果を代表する各最終値の絶対差が、95%の確率でその値以下になると期待される値。

注：

$r [R]$ という記号で表される。{ISO 3534-2}

併行〔室間再現〕条件下で得られた 2 つの一回試験の結果を検討する場合は、併行〔室間再現〕許容差、 $r [R] = 2.8\sigma [R]$ を用いて比較を行う必要がある。{ISO 5725-6, 4.1.4}

併行〔室間再現〕許容差を算定するための基礎として測定値の集まりを用いる場合は（現在は「臨界差 (critical difference)」と呼ばれる）、ISO 5725-6: 1994、4.2.1 及び 4.2.2 に示された複雑な式が必要である。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

ISO 5725-6 “Accuracy (trueness and precision) of a measurement methods and results — Part 6: Use in practice of accuracy value”, ISO, 1994

Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Repeatability (reproducibility) standard deviation (併行〔室間再現〕標準偏差)：併行〔室間再現〕条件下で得られた試験結果又は測定結果の標準偏差。

注：

併行〔室間再現〕条件下における試験結果又は測定結果の分布のばらつきの評価尺度である。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

Repeatability (reproducibility) relative standard deviation (coefficient of variation) (併行〔室間再現〕相対標準偏差〔変動係数〕)：併行〔室間再現〕標準偏差÷平均値。

$RSD_{i[R]}$ は、併行〔室間再現〕標準偏差を平均値で除すことで算出される。

注：

相対標準偏差 (RSD) は、定量試験における精度の有用な尺度である。

これによって、平均値の異なる複数組の値のばらつきを比較することができる。RSD 値は、合理的な範囲に広がる分析成分の量とは無関係であり、この値によって、異なる濃度におけるばらつきの比較が容易になる。

共同試験の結果は、併行相対標準偏差 (RSD_r) 及び室間再現相対標準偏差 (RSD_R) を示すことで要約できる。

RSD は変動係数とも呼ばれる。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 1: General statistical terms used in probability, ISO, Geneva, 2006

AOAC International methods committee guidelines for validation of qualitative and quantitative food microbiological official methods of analysis, 2002

Reproducibility conditions (室間再現条件)：異なる試験・測定施設で異なる作業者が異なる機器を用いて、同一の試験／測定項目に対して同じ方法により、それぞれ独立した試験／測定結果を得るという観察条件。

参考：

ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006

Result (結果)：測定量に帰属する一組の値と、それ以外に入手できたあらゆる関連情報。

注：

一般に測定結果には、いくつかの測定量が他のものより代表的になるように一組の値の「関連情報」が含まれている。これは、確率密度関数の形で表すことができる。

一般に、測定結果は 1 つの測定値と測定の不確かさとして表される。ある目的に関して、

測定の不確かさが無視できる程度であるとみなされる場合は、測定結果は 1 つの測定値として表すことができる。多くの分野では、これが測定結果を表す一般的な方法である。従来の文献や旧版の VIM では、結果は、「測定量に帰属する 1 つの値」と定義されており、文脈によって指示値を意味する場合もあれば、未補正の結果あるいは補正した結果を意味する場合もあると説明されていた。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Robustness (ruggedness) (頑健性 [堅牢性])：分析法のパラメータにわずかではあるが故意の変動があっても、その影響を受けないでいられる分析手順の能力の尺度。通常使用時の信頼性の指標となる。

参考：

ICH Topic Q2 Validation of Analytical Methods, the European Agency for the Evaluation of Medicinal Products: ICH Topic Q 2 A - Definitions and Terminology (CPMP/ICH/381/95), 1995
Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis, Pure and Appl. Chem., 2002

Selectivity (選択性)：ある分析法によって混合物又はマトリックス中の特定の分析成分を、類似の挙動を示す他の成分に妨げられることなく測定できる程度をいう。

注：

選択性は、他の成分の存在下で、特定の分析法がどの程度分析成分を測定できるかを表す、分析化学における推奨用語である。選択性は段階的に分類することができる。この概念に対して「特異性」という用語を用いるのは、混乱を招くことが多いため望ましくない。

参考：

Selectivity in analytical chemistry, IUPAC, Pure Appl Chem, 2001
Codex Alimentarius Commission, Alinorm 04/27/23, 2004
Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, 2007

Sensitivity (感度)：ある測定システムの指示値の変化と、それに対応する被測定量の値の変化の商。

注：

感度は、被測定量の値に依存することがある。
検討される被測定量の値の変化は、測定システムの分解能よりも大きいことが必要である。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms,

3rd edition, JCGM 200: 2008

Surrogate (代用物) : 被験物質に添加した純粋化合物または成分で、その化学的・物理的挙動が本来の分析成分の代理となるとみなされるもの。

参考 :

Harmonized guidelines for the use of recovery information in analytical measurement, 1998

Systematic error (系統誤差) : 測定誤差の成分であり、反復測定で一定のまま変わらない、又は予測可能な形の変動を示すもの。

注 :

系統誤差の基準値は、真の量的値、又は測定の不確かさが無視できる程度の測定標準の測定値、又は取り決めによる値である。

系統誤差とその原因は既知の場合もあれば、未知の場合もある。系統誤差が既知の場合は、それを補うための補正が可能である。

系統誤差は、測定誤差から測定の偶然誤差を減じたものである。

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Trueness (真度) : 無限数の反復測定によって得られる量的値の平均値と、基準となる量的値との一致度。

注 1 : 測定の真度は量ではないため、数値で表すことはできないが、ISO 5725 には一致度の尺度が示されている。

注 2 : 測定の真度は、測定の系統誤差に反比例するが、測定の偶然誤差との間に関係はない。

注 3 : 「測定の精確さ」と「測定の真度」を同義的に用いてはならない。

参考 :

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

True value (真の値) : ある量の定義と一致する量的値。

注 :

誤差の観点から測定を記述するアプローチでは、真の量的値はただひとつであり、実際には知り得ないと考えられている。不確かさによるアプローチでは、量の定義は本来的に詳細が不十分であるため、真の量的値は 1 つではなく、むしろ量の定義と一致する一組の量的値が存在すると考える。ただし、この一組の値は原則として、また実際にも、知ることはできない。他のアプローチでは真の量的値という概念を避け、測定結果の妥当性を評価

するために、測定結果の計量的適合性という概念に依存している。

測定量に付随する定義上の不確かさが、測定の不確かさの他の成分に比べて無視できる程度であると考えられる場合は、測定量は基本的に「ただひとつの」真の値をもつとみなしうる。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Validation (妥当性評価)：規定の要件が用途に適していることを検証すること。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

Validated Test Method (妥当性が評価された試験法)：特定の目的におけるその方法の精確さと信頼性を確認するために、複数の妥当性評価試験が完了している、一般に認められた試験法。

参考：

ICCVAM Guidelines for the nomination and submission of new, revised and alternative test methods, 2003

Validated range (妥当性が評価された範囲)：ある分析法において、その妥当性が評価されている濃度域部分。

参考：

Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis, 2002

Verification (検証)：任意の項目が規定の要件を満たしているという客観的証拠を提示すること。

注：

適用可能な場合は、分析法の不確かさを考慮に入れるべきである。

項目には、プロセス、測定手順、物質、化合物、測定システムなどがある。

規定の要件は、製造業者の仕様を満たしていることである場合もある。

VIM 及び適合性評価一般に定める、法定計量における検証は、測定システムの検査及び販売や検証証明書の発行に関係がある。

検証と校正を混同してはならない。検証は必ずしも妥当性確認ではない。

化学の分野において、関係する物質の同一性又は活性の検証には、当該物質又は活性の構造及び特性に関する記述が必要である。

参考：

VIM, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition, JCGM 200: 2008

参考文献

1. A simple method for evaluating data from an inter-laboratory study, J AOAC, 81(6): 1257-1265, 1998.
2. AOAC International Methods committee guidelines for validation of qualitative and quantitative food microbiological methods of analysis, J AOAC, 85(5): 1187-1200, 2002.
3. Codex Alimentarius Commission, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization, Alinorm 04/27/23, Report of the twenty-fifth session of the Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling, 2004.
4. Codex Alimentarius Commission, Procedural Manual, 17th Edition, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization, 2007.
5. Codex Alimentarius Commission, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization, Guidelines on Good Laboratory Practice in Residue Analysis (CAC/GL 40-1993)
6. Commission Decision of 14 August 2002 implementing council directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results, The Commission of the European Communities, 2002.
7. Compendium of Analytical Nomenclature, Definitive Rules, International Union of Pure and Applied Chemistry, 3rd Edition, 1997.
8. Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics, 1998.
9. Guidance document on pesticide residue analytical methods, OECD health and safety publications, series on testing and assessment No. 72 and series on pesticides No. 39, Organization for Economic Co-operation and Development, Paris, 2007.
10. GUM, Guide to the expression of uncertainty in measurement, ISO, Geneva, 1993.
11. Harmonised guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem., 74(5):835-855, 2002.
12. Harmonized guidelines for the use of recovery information in analytical measurement, IUPAC/ISO/AOAC International/Eurachem technical report, 1998.
13. ICCVAM Guidelines for the nomination and submission of new, revised and alternative test methods, Interagency Coordinating Committee on the Validation of Alternative Methods (ICCVAM), National Institute of Environmental Health Sciences, US Department of Health

and Human Services, 2003.

14. ICH Topic Q2 Validation of Analytical Methods, The European Agency for the Evaluation of Medicinal Products: ICH Topic Q 2 A - Definitions and Terminology (CPMP/ICH/38 1/95), 1995.
15. ILAC P-10, ILAC policy on traceability of measurement results, 2002.
16. ISO/IEC Guide 17025:2005: General requirements for the competence of calibration and testing laboratories, ISO, Geneva, 2005
17. ISO Standard 11843: Capability of Detection-1, ISO, Geneva, 1997.
18. ISO Standard 3534-1: Vocabulary and Symbols Part 1: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006.
19. ISO Standard 3534-2: Vocabulary and Symbols Part 2: Applied Statistics, ISO, Geneva, 2006.
20. ISO Standard 5725-1: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 1: General principles and definitions, ISO, Geneva, 1994.
21. ISO Standard 5725-3: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method, ISO, Geneva, 1994.
22. ISO Standard 78-2: Chemistry – layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis, ISO, second edition, 1999.
23. New definitions on reference materials, Accreditation and Quality Assurance, 10:576-578, 2006.
24. Nomenclature for the presentation of results of chemical analysis, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure and Applied Chemistry, 66(3):595-608, 1994.
25. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure and Applied Chemistry, 67(10):1699-1723, 1995.
26. OIML V1:2000, International vocabulary of terms in legal metrology, 2000.
27. Polymerase chain reaction technology as an analytical tool in agricultural biotechnology, J AOAC, 88(1):128-135, 2005.
28. Practical procedures to validate method performance and results for analysis of pesticides and veterinary drug residues and organic contaminants in food, A. Ambrus, International workshop principles and practices of method validation, FAO/IAEA/AOAC/IUPAC, p.37, Budapest, 1999.
29. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem. 67(2):331-343, 1995.
30. Quality management and quality assurance-vocabulary ISO 8402, second edition, 1994.
31. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, The Analyst, 125:385-386, 2000.

32. Selectivity in Analytical Chemistry, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem., 73(8):1381-1386, 2001.
33. Terms and definitions used in connections with reference materials, ISO Guide 30:1992.
34. The harmonised guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem., 67:649.666, 1995.
35. The international harmonised protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem., 65, 2123-2144, 1993.
36. Use of the terms r_{recovery} and $r_{\text{apparent recovery}}$ in analytical procedures, International Union of Pure and Applied Chemistry, Pure Appl. Chem., 74(11): 2201-2205, 2002.
37. VIM, International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms, JCGM 200: 2008, also published as ISO/IEC Guide 99-12:2007.