

測定の不確かさに関するガイドライン

CAC/GL 54-2004



**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、「測定の不確かさに関するガイドライン(CAC/GL 54-2004)」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。

測定の不確かさに関するガイドライン

CAC/GL 54-2004

2004年採択。付属文書は2011年採択

緒言

分析者が各分析結果に伴う不確かさを認識し、その不確かさを推定することは重要であり、ISO/IEC 17025:1999によって要求されている。測定の不確かさは、いくつかの手順によって導き出せる。食品分析試験所は、コーデックスの目的により、またその管理下にあるために、利用可能な場合には共同試験された、又は妥当性が評価されたされた方法を使用し、日常的にその方法を採用する前にその適用を検証することを要求される。これらの試験所はしたがって、その測定の不確かさを推定するために使用できる一連の分析データを活用する。

本ガイドラインは、定量分析のみに適用される。

ほとんどの定量分析結果は、「a」が測定量の濃度の真の値の最良推定値（分析結果）であり、「u」が標準不確かさ、「U」（2uに等しい）が拡張不確かさである場合に、「 $a \pm 2u$ 又は $a \pm U$ 」として表される。「 $a \pm 2u$ 」の範囲は、その間に真の値が存在する信頼度が95%であることを示している。「U」又は「2u」の値は通常分析者によって使用及び報告される値であり、以下「測定の不確かさ」と呼ばれ、いくつかの異なった方法で推定できる。

用語

測定の不確かさの国際的定義は以下の通りである。

「測定結果に付随し、合理的に測定量に結び付けられ得る値のばらつきを特徴付けるパラメータ」¹

注：

1. このパラメータは、例えば標準偏差（又はその任意の倍数）や、規定の信頼度を持つ区間の半分である。
2. 測定の不確かさは一般に多くの成分によって構成される。これらの成分の中には、一連の測定結果の統計的分布から評価され、実験による標準偏差によって特徴付けられるものがある。また、やはり標準偏差によって特徴付けられ、経験又はその他の情報に基づき想定された確率分布から評価されるものもある。
3. 測定結果は測定量の値の最良推定値であり、補正や参照標準と関連した成分など、系統的影響から生じるものを含めて、すべての不確かさの成分はばらつきの一因になると理解される。

勧告

¹ 国際計量基本用語集、ISO 1993、第2版

1. あらゆる分析結果に伴う測定の不確かさを推定すべきである。
2. 分析結果の測定の不確かさはいくつかの手順、特にISO (1) 及びEURACHEM (2) に記載されている手順によって推定できる。これらの文書では、成分ごとのアプローチ、方法の妥当性評価データ、内部精度管理データ、及び技能試験データに基づく手順を推奨している。その他の形式のデータを利用でき、不確かさの推定に使用される場合には、ISOの成分ごとのアプローチを使用して測定の不確かさを推定する必要はない。全体的な不確かさは多くの場合、いくつかの試験所による試験所間（共同）研究と、IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) 又はISO 5725のプロトコル (4) によるいくつかのマトリックスによって決定できる。
- 3 結果の使用者（顧客）の要請に応じて、測定の不確かさとその信頼度を提供しなければならない。

参考文献

1. 「測定における不確かさの表現のガイド」、ISO、ジュネーブ、1993年。
2. EURACHEM/CITAC分析的測定における不確かさの定量化のガイド（第2版）、EURACHEM事務局、BAM、ベルリン、2000年。<http://www.eurachem.ul.pt>から無料でダウンロード可能
3. 「方法性能研究の設計、実施、及び解釈のためのプロトコル」、ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 331-343。
4. 「試験方法の精度」、ジュネーブ、1994年、ISO 5725、前版は1981年及び1986年に発行された。

注釈

1 測定の不確かさとは何か？

特に低い濃度の測定量（すなわちppbレベル）を測定する場合には、そのばらつきがいかに大きくとも、分析結果の変動が常に認識されるわけではない。本ガイドラインに記載されているように、「ほとんどの定量分析結果は、「a」が測定量の濃度の真の値の最良推定値（分析結果）であり、「u」が信頼度68%の標準不確かさ、「U」（2uに等しい）が信頼度95%の拡張不確かさである場合に、「 $a \pm 2u$ 又は $a \pm U$ 」として表される。「 $a \pm 2u$ 」の範囲は、その間に真の値が存在する信頼度が95%であることを示している。「U」又は「2u」の値は通常分析者によって使用及び報告される値であり、通常は「測定の不確かさ」と呼ばれ、いくつかの異なった方法で推定できる。」

食品分析においては、拡張不確かさを計算するために使用されているのは（約）95%の確率（すなわち2u）である。その他の分野では、異なった確率を定めていることがある。

したがって測定の不確かさは、報告された結果の上下のばらつきとみなすことができ、それは拡張不確かさを考慮する場合には値「U」として定量化され、その範囲内に「真の」結果が位置すると予想できる。

2 コーデックスでは測定の不確かさを推定する必要があるか？

必要がある。コーデックスが参照により採用しているISO/IEC 17025:2005規格の要件の一つは、結果の測定の不確かさを推定した上で、要請があればそれを提供する、というものである。コーデックス委員会は、食品の輸出/輸入に関わる試験所にISO/IEC 17025の一般基準の遵守を求めるガイドラインCAC/GL 27-1997を策定している。コーデックスは国際貿易で輸送される物品に関与しているため、測定の不確かさの推定値に関する要請を受けることが予期される。

3 測定の不確かさはサンプリングと分析の双方によって生じるか？

測定の不確かさは、測定プロセス全体に当てはまる。しかし、この指針では分析の測定の不確かさのみを考慮している。

多くの場合、サンプリングの不確かさは分析的測定の不確かさと同等、又はそれ以上に大きい。サンプリングの不確かさはしばしば、適合性評価の手順における最も重要な要素となる。「サンプリングの一般ガイドライン」におけるサンプリング手順は、サンプリングの不確かさに配慮して設計されている。

4 測定の不確かさ、分析結果、及びその結果を得るために使用される方法にはどのような関係があるか？

試験結果の不確かさは分析の方法とは無関係である。しかし、方法の妥当性評価及び/又は精度管理において得られる分析性能特性の推定値は、いくつかの状況における結果の不確かさを推定するために使用できる。結果に伴う測定の不確かさと方法の妥当性評価において得られる精度は、その区別が認識されないことが多い。そのため、妥当性が評価された方法に関して立証された精度（併行精度又は室間再現精度の標準偏差）を、無条件に測定の不確かさの唯一の推定値として使用することはできない。特に、バイア

ス、マトリックスの影響、試験所の能力に伴う不確実性など、その他の要素を考慮しなければならない。

5 測定の不確かさを推定するための手順

結果の測定の不確かさを推定するには、利用できる多くの手順が存在する。コーデックスのガイドラインでは特定のアプローチを推奨していないが、どのようなアプローチを使用するにしても、その手順が科学的に信頼できることが重要である。使用される手順が適切かつ信頼できるものであれば、特定のアプローチが他のアプローチに比べて優れているとは言えず、つまり手順の「序列」は存在しない。

手順は一般に、共同試験、技能研究、妥当性評価研究、又は試験所内精度管理試料からのデータ、又はこのようなデータの組み合わせを使用した、成分ごと（「ボトムアップ」）のアプローチ又は「トップダウン」のアプローチに基づいている。

「食品の輸出入管理に関わる試験所の能力評価に関するガイドライン」（CAC/GL 27-1997）には、妥当性が評価された方法を使用するという要件が存在し、したがって通常は方法の妥当性評価研究からのデータを使用する方が、別のアプローチ（すなわち成分ごとのアプローチ）を使用するよりも費用効率が高い。

妥当性評価データの使用者は以下を含めて、妥当性評価研究で対応していない、又は部分的にしか対応していない不確かさの要因に留意すべきである²。

- サンプリング
- 前処理
- 方法のバイアス
- 条件の変動
- 試料マトリックスの変化
- 推定方法の不正確性又は試験所のバイアス

それぞれの定義範囲内で機能する方法に関しては、妥当性評価研究に特定されたすべての要因が含まれていることが調整段階で示された場合、又はその他の原因による寄与が無視できることが示されている場合には、必要に応じて濃度で調整した室間再現標準偏差 s_R を合成標準不確かさとして使用できる。

測定の不確かさを推定するためのさらなる手順が策定されつつあり、またこの進化する状況においては、受け入れられる手順に関してさらなる勧告がなされるものと認識される。一例として、技能試験プログラムへの参加によって得られる結果に基づく手順が策定されるものと予期される。

6 コーデックスとの関連で測定の不確かさを推定する場合の検討事項

測定の不確かさを推定するための要件によって、試験所に不要なさらなる作業負荷が課されないことが重要である。

² EURACHEM/CITAC 適合性評価における不確かさ情報の使用のガイド EURACHEM 事務局、BAM、ベルリン、2007年。 <http://www.eurachem.org> から無料でダウンロード可能

コーデックスでは、管理試験所が実施すべきいくつかの正式な精度保証手段を採用しており、コーデックスとの関連で測定の不確かさを推定する際に使用する手順を決定する場合には、そのことを認識することが重要である。特に、このような試験所では以下を行うべきである。

- 国際的に認められた規格（現在はISO/IEC 17025:2005規格）の遵守。このような遵守は内部精度管理手順の使用によって促進される。
- 技能試験プログラムへの参加、及び
- 妥当性が評価された方法の使用。

試験所がそれぞれの測定の不確かさを推定する場合には、試験所が不要な作業の遂行を回避できるよう、これらの要件を履行した結果として提供される情報を使用することが不可欠である。コーデックスでは、「妥当性が評価された」分析方法、すなわち共同試験によって妥当性が評価された方法の使用を極めて重視しており、このような試験から得られた情報は多くの状況で使用できる。

さらに、内部精度管理手順によって得られた情報も、いくつかの状況では不確かさを推定するために使用できる。

このセクションでは、既存の作業が不要に繰り返されないことが、分析者にとって重要であることを再度強調する。

7 測定の不確かさの推定値

測定の不確かさの予測される推定値に関する情報を明示することを、分析者は支持しない場合が多い。分析データの使用者及びそのようなデータを生み出している試験所の顧客は、試験結果に関して予想できる不確かさのレベルについて、しばしばこのような情報を要求する。彼らは、試験所によってはその不確かさを過小評価し、そのため顧客に対して、不確かさを非現実的なまでに小さく報告しているのではないかと懸念している。

共同試験からの s_R の値を使用した化学分析に関しては、試験所が報告する（拡張）不確かさは概ね以下の通りと予測することが妥当である。

名目濃度	通常の拡張不確かさ	結果の予想範囲*
100g/100g	4%	96~104g/100g
10g/100g	5%	9.5~10.5g/100g
1g/100g	8%	0.92~1.08g/100g
1g/kg	11%	0.89~1.11g/kg
100mg/kg	16%	84~116mg/kg
10mg/kg	22%	7.8~12.2mg/kg
1mg/kg	32%	0.68~1.32mg/kg
< 100µg/kg	44%	0.56 x 濃度~1.44 x 濃度 µg/kg

* これは実質的に、これらの範囲内に収まる値は同じ分析集団に属するとみなせることを意味している。

試験所で「分析管理」が行われている場合には、その試験所が報告する測定の不確かさは、目的の濃度における s_R から推定される値を有意に超えないものと予想される。定期的に特定の分析を行っている極めて経験豊かな試験所では、得られる不確かさの値は上記の値よりも小さいものと予想される。

8. 分析結果、測定の不確かさ、及び回収率の関係

このセクションでは、分析結果、それに伴う測定の不確かさ、及び回収率の重要性の説明を試みる。

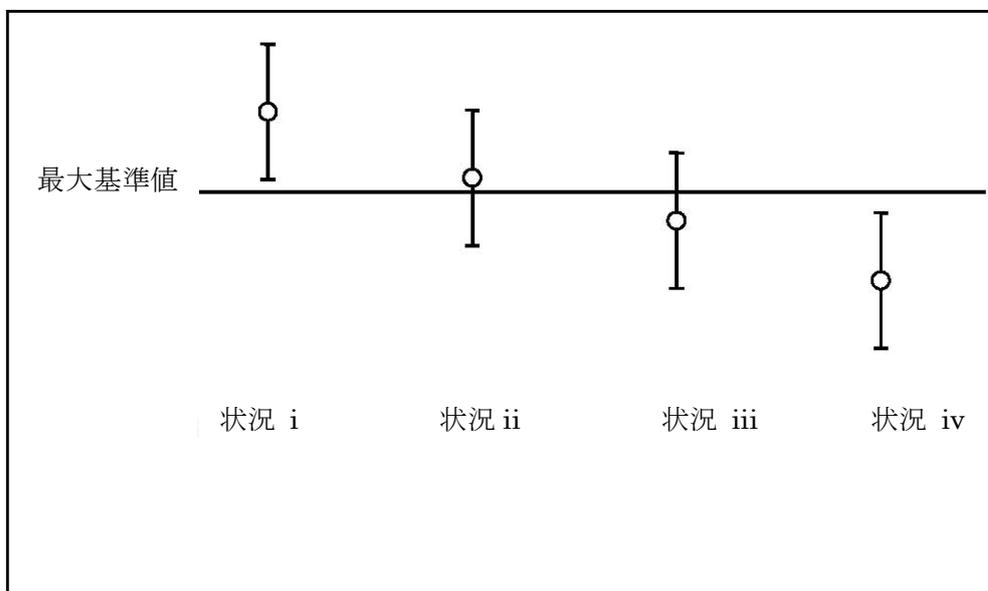
8.1 測定の不確かさ

試料が規格を満たしているか否かの決定に際しては、測定の不確かさを考慮することが重要である。直接的な健康危害に関わる場合には、これを考慮するに当たらないこともある。このことの重要性は下記に図示する例によって説明でき、そこには決定が単一の試料に基づき行われる場合の最も単純なケースが示されている。

ここに示す例は、試験結果を一つの最大基準値で構成される規格に対して比較したものである。それは、試料に関する分析結果の解釈に際して、測定の不確かさの概念をどのように考慮できるかを説明している。

最大基準値

状況i 状況ii 状況iii 状況iv



この図は、分析結果をその測定の不確かさに関して明瞭に解釈できるよう、明確なガイドラインを定めることの重要性を明示している。

状況i

分析結果から測定の拡張不確かさを引いた値が最大基準値を上回る。その結果は、測定

された試料中の分析対象成分が規格を超えることを示している。

状況ii

分析結果が測定の拡張不確かさの範囲内で最大基準値を上回る。

状況iii

分析結果が測定の拡張不確かさの範囲内で最大基準値を下回る。

状況iv

分析結果が測定の拡張不確かさを超えて最大基準値を下回る。

8.2 回収率

コーデックス委員会は、回収率情報の使用に関するIUPACガイドラインを参照により採用している（CAC/GL 37-2001を参照）。

必要かつ適切な場合には、分析結果は回収率補正に基づき表現すべきであり、補正した場合にはそのように明示しなければならない。

結果を回収率で補正した場合には、回収率を考慮した方法も明示すべきである。可能な場合には常に回収率を引用する必要がある。測定の不確かさには、回収率補正に伴う不確かさも含め、又は明示された回収率と併せて引用すべきである。

規格に関する規定を定める場合には、適合性確認における分析に使用された方法によって得られた結果が、回収率補正に基づき表現されているか否かを明示することが必要となるだろう。

9 参考資料

これらの参考資料は情報提供のみを目的として示されている。

測定の不確かさの推定に関するガイド

ガイド98、測定の不確かさの表現のガイド（GUM）ISO、ジュネーブ（1995年）

EURACHEM/CITAC分析的測定における不確かさの定量化ガイド（第2版）、EURACHEM 2000。 <http://www.eurachem.org/>から無料でダウンロード可能

英国王立化学会分析法委員会「分析の不確かさ - 分析科学におけるその使用の影響」、Analyst, 1995, **120** (9), 2303-2308

ISO 21748:2010 測定の不確かさの推定における反復性、再現性、及び真度の推定値の使用に関する指針、ISO、ジュネーブ（2010年）

NISTテクニカルノート1297（1994年版）：「NISTの測定結果の不確かさを評価及び表現するためのガイドライン」

NMKL手順No. 5、第2版（2003年）：「化学分析における測定の不確かさの推定及び表現」

UKAS（英国認証機関認定審議会）2000年 試験における不確かさの表現 第1版、UKAS 出版物 ref: LAB 12

EurolabテクニカルレポートNo. 1/2007。測定の不確かさの再検討：不確かさの評価への代替的アプローチ。 www.eurolab.orgから無料でダウンロード可能

NordtestレポートTR 537。環境試験所における測定の不確かさの計算ハンドブック。 www.nordtest.orgから無料でダウンロード可能（このハンドブックは環境分析を対象としているが、記載されているアプローチと例は、食品及び飼料に関する試験の結果にも適用できる）

分析方法及び方法の性能のバリデーションに関する手順

「試験方法の精度」、ジュネーブ、1994年、ISO 5725、前版は1981年及び1986年に発行された。（コーデックスでは採用していない）

「方法性能研究の設計、実施、及び解釈に関するプロトコル」ed. W. Horwitz、Pure Appl. Chem., 1995, 67, 33 1-343（コーデックスによって採用）

分析方法の性能及び結果の解釈に関する指令96/23/ECを実施するための欧州委員会決議2002/657/EC、Off J Eur Comm、L22 1（2002）8-36

化学分析方法の妥当性評価。NMKL手順No 4、第4版、2010年

認定その他

ISO/IEC 17025:2005、試験及び校正研究所の能力に関する一般的勧告、ISO、ジュネーブ、（2005年）

EURACHEM指針書No. 1/WELAC指針No. WGD 2：「化学研究所の認定：GEN 45000規格シリーズ及びISO/IECガイド25の解釈に関する指針」

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001年 国立保健研究所でISO 17025を実施するためのツールとしての技能試験：効率を高めるための方法。Accreditation & Quality Assurance、6: 190-194

NMKL手順No. 3（1996年）「化学食品研究所の内部精度管理における管理図及び管理試料」Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B（ed）。2001年

分析化学、微生物学、及び臨床検査医学における技能試験 – 現状、問題点、及び今後の方向に関するワーキンググループ討議 Accreditation & Quality Assurance、6: 140- 146

適合性

EURACHEM/CITAC適合性評価における不確かさ情報の使用のガイド EURACHEM、2007年。 <http://www.eurachem.org/>から無料でダウンロード可能

用語

ISO（第2版、1993年）VIM 「国際計量基本用語集」。ジュネーブ

ISOガイド99、国際計量基本用語集第3版、VIM3、ISO、ジュネーブ（2008年）