

ISO Guide35改定の現状について

産業技術総合研究所 物質計測標準研究部門
計量標準基盤研究グループ

齋藤剛

DRAFT ISO GUIDE
ISO/GUIDE 35

ISO/REMCO

Secretariat: ISO

Voting begins on:
2015-12-01

Voting terminates on:
2016-04-01

**Reference materials — Guidance for the characterization
and the assessment of the homogeneity and stability of the
material**

*Matériaux de référence — Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la
stabilité de la matière*

ICS: 71.040.30

発表の内容

標準物質とは
標準物質に関連するガイドの紹介

ISO D Guide 35
Guide 35:2006との違い

まとめ

改定作業の進捗

標準物質 (RM) とは

一つ以上の規定特性について、十分均質かつ安定であり、測定プロセスでの使用目的に適するよう作製された物質

material, sufficiently homogeneous and stable with respect to one or more specified properties, which has been established to be fit for its intended use in a measurement process

JIS Q 0034:2012, ISO Guide 34:2009 より

認証標準物質 (CRM) とは

一つ以上の規定特性について、計量学的に妥当な手順によって値付けされ、規定特性の値及びその不確かさ、並びに計量計測トレーサビリティを記載した認証書が付いている標準物質

reference material characterized by a metrologically valid procedure for one or more specified properties, accompanied by a certificate that provides the value of the specified property, its associated uncertainty, and a statement of metrological traceability

JIS Q 0034:2012, ISO Guide 34:2009 より

標準物質-認証標準物質の関係

物質 Material

標準物質

Reference material

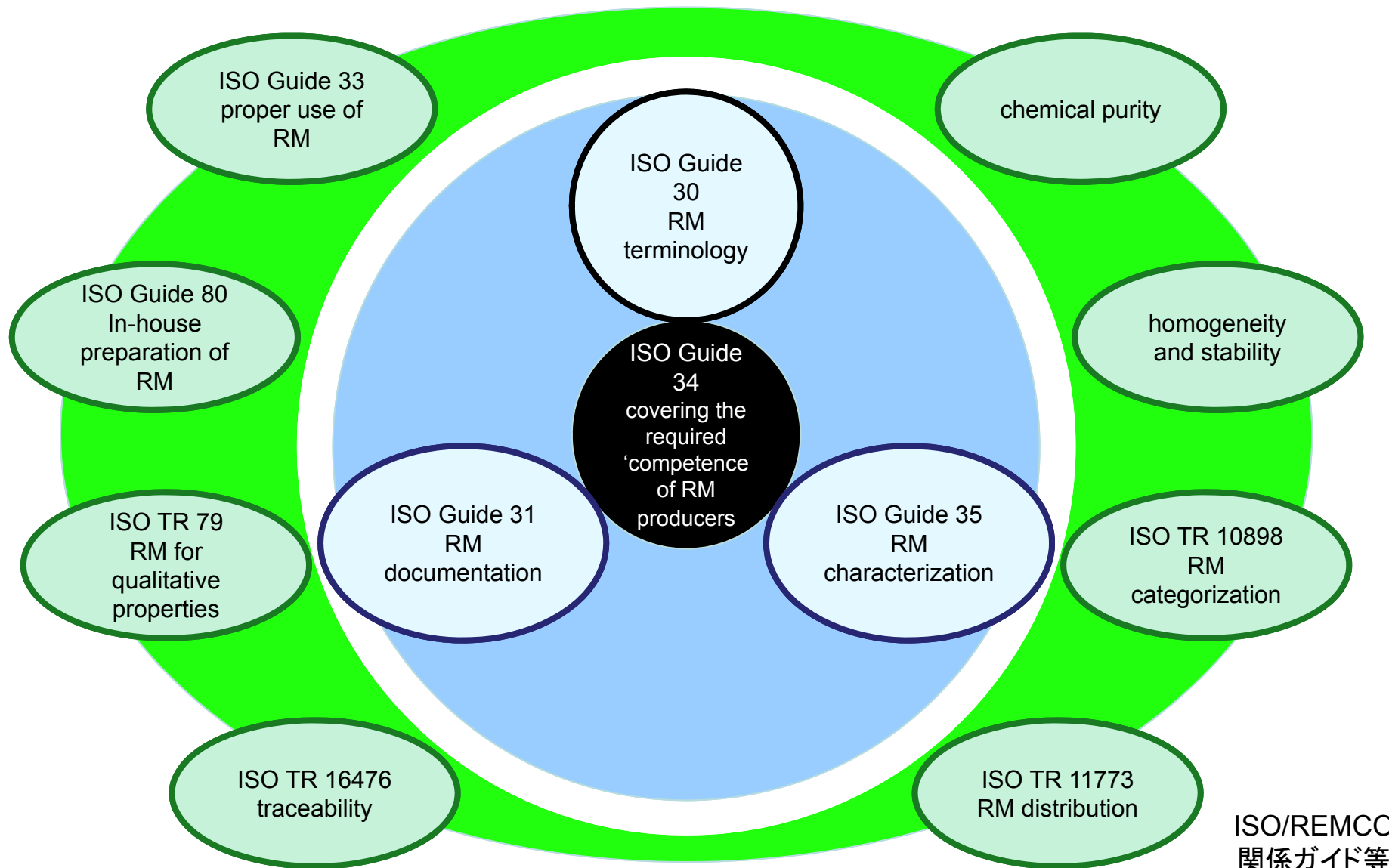
規定特性について均質かつ安定であり
測定プロセスでの使用目的に適するよう作製された物質

認証標準物質

Certified reference material

規定特性について計量学的に妥当な手順によって値付けされ、
規定特性の値及びその不確かさ、
並びに計量計測トレーサビリティを
記載した認証書が付いている標準物質

標準物質に関連するISOガイド等



ISO/REMCO
関係ガイド等

標準物質の用途

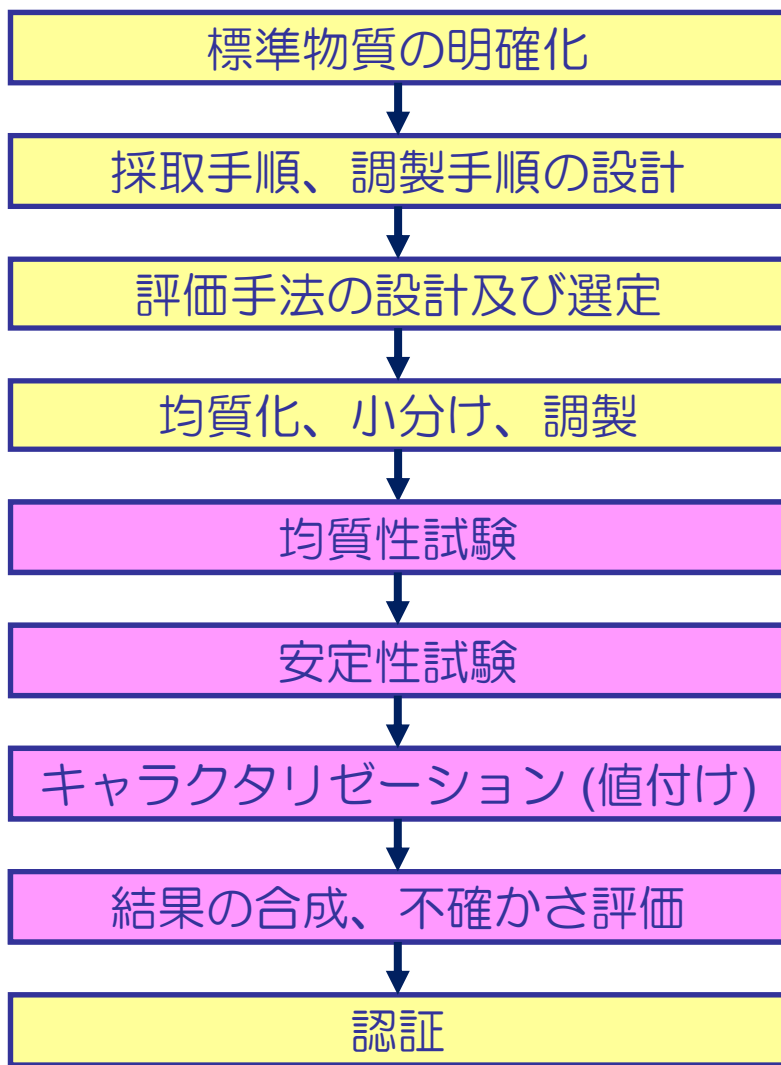
- 得られる結果の精度管理
- 測定機器の校正
- 測定法の妥当性確認
- 他の（標準）物質への値付け
- 試験機関や分析者の技能確認
- 分析結果の計量計測トレーサビリティの確立
- 取り決めによる目盛（conventional scale）の維持

標準物質の特徴

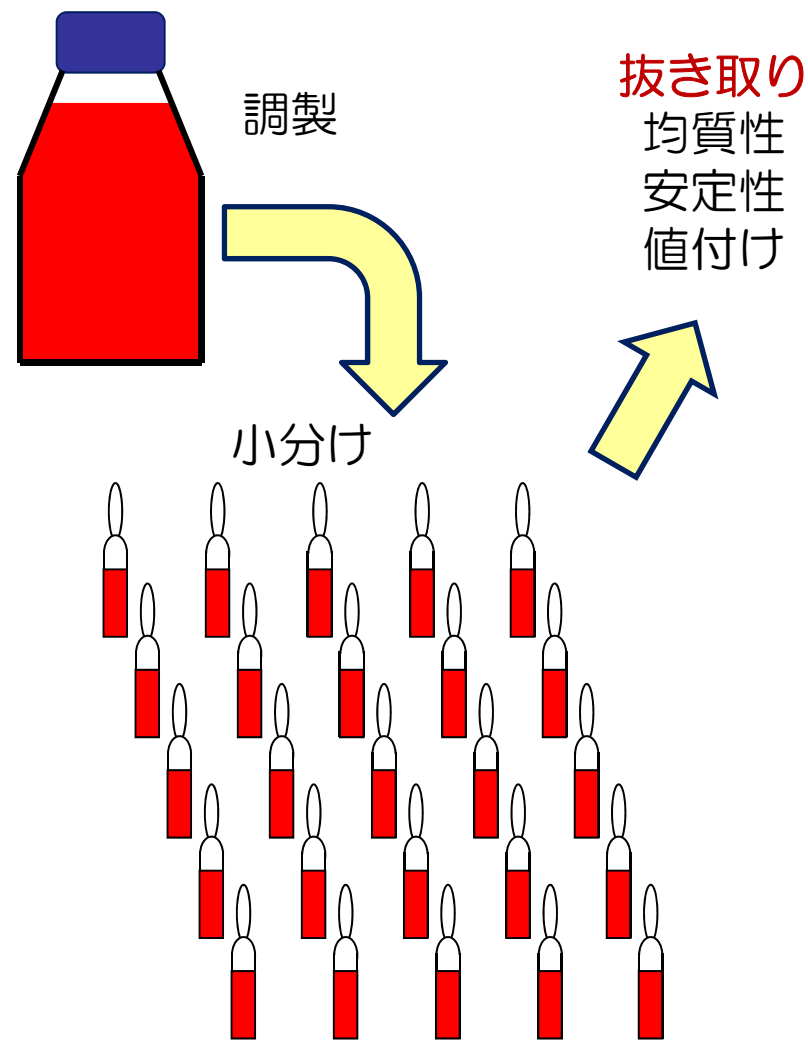
- バッチ生産される
- 消費される
- 用途を明確にして使用される
- 劣化する(特性値が保証できなくなる)
- 機器の校正に用いられるものと、測定方法の妥当性確認に用いられるものに大別される
- 認証標準物質を利用することで、計量計測トレーサビリティを確立することができる



標準物質の生産（認証まで）のプロセス



ISO Guide 35:2006より



標準物質の生産に関連するガイド

2015年に改定版発行



ISO Guide 34: 標準物質生産者に対する一般要求事項を規定したガイド

ISO Guide 30: 特に認証書等に利用される標準物質関連の用語と定義を推奨するガイド

ISO Guide 31: 標準物質生産者に標準物質に付随する文章に記載する項目を明確にするガイド

ISO Guide 35: 標準物質の特性に値を付与し、不確かさを評価し、計量計測トレーサビリティを確立するための妥当な方法を示すガイド

発表の内容

標準物質とは
標準物質に関連するガイドの紹介

ISO D Guide 35
Guide 35:2006との違い

まとめ

改定作業の進捗

Guide 35改定とGuide 34の国際規格化

Guide 35は、Guide 34の要求事項を満たすために必須な文章

(Guide 34には、Guide 35に従って実施することが要求されていた)

⇒

ISO 17034 (ISO Guide 34からの改定)

Guide 35はISO 17034の要求事項を実現するための参照文章

均質性 (Guide 34:2009)

5.13.2 The reference material producer shall carry out an assessment of the homogeneity of any candidate reference material. ... Testing, calibration, measurement, sampling or other activities performed for the assessment of homogeneity shall be carried out in compliance with ISO/IEC 17025. Measurement procedures shall be selected so that the repeatability is fit for the purpose required. The homogeneity studies shall be designed and performed in accordance with ISO Guide 35. ...

安定性 (Guide 34:2009)

5.14.2 The stability of the reference material shall be assessed. Testing, calibration, measurement, sampling and other activities performed for the assessment of stability shall be carried out in compliance with ISO/IEC 17025. Stability testing can be performed only if sufficient homogeneity is demonstrated. The stability studies shall be designed and performed in accordance to ISO Guide 35.

値付け (Guide 34:2009)

5.15 Characterization

For certified reference materials, the producer shall use and document technically valid procedures to characterize its reference materials. The characterization shall comply with the requirements of ISO Guide 35 and ISO/IEC 17025 for testing, calibration and related activities.

値付け、不確かさ（ガイド34との関係）

5.16.2 … The reference material producer shall carry out an assessment of the measurement uncertainties to be included in the assignment of the property values in accordance with the requirements of the GUM (ISO/IEC Guide 98-3). In the process of estimating uncertainties of the property values of interest, any uncertainties resulting from between-unit variations and/or from possible doubts on stability (both during storage and during transportation) shall be assessed in accordance with ISO Guide 35 and shall be included in the assigned uncertainty.

均質性 (DIS 17034)

7.10.1 The reference material producer shall carry out an assessment of the homogeneity of any candidate reference material in its final packaged form to ensure its fitness for purpose.

NOTE 1 ... Guidance on the need for experimental homogeneity study is provided in ISO Guide 35.

7.10.4 ...

NOTE Guidance for homogeneity testing is given in ISO Guide 35.

その他 (DIS 17034)

7.11.1 … 安定性

NOTE 2 ISO Guide 35 provides detailed guidance on these procedures.

7.12.2 … 値付け

NOTE 1 ISO Guide 35 provides guidance on characterization

7.13.3 … 特性値の付与

NOTE ISO Guide 35 provides guidance on valid procedures for value assignment.

7.13.5 … 不確かさ

NOTE Further guidance on the estimation of uncertainties is given in ISO Guide 35 and ISO/IEC Guide 98-3, GUM including its supplements.

タイトル

Guide 35:2006

- Reference materials — General and statistical principles for certification
 - 標準物質—認証のための一般的及び統計的な原則 (JIS Q 0035)

D Guide 35

- Reference Materials – Guidance for the characterisation and the assessment of the homogeneity and stability of the material
 - 標準物質—キャラクタリゼーション(値付け)並びに物質の均質性及び安定性アセスメントのガイダンス 【仮訳】

全体の構成

	Guide 35:2006	D Guide 35
• 全体	64ページ	102ページ
• 本文	47ページ	65ページ
• 均質性	5ページ	18ページ
• 安定性	7ページ	21ページ
• 値付け	11ページ	15ページ
• 不確かさ	12ページ	2ページ
• Annex	A~B	A~D
(ページ数)	13ページ	31ページ
• 参考文献	47件	72件

用語

- bottle => unit
 - between-bottle, within-bottle
 - between-unit, within-unit
- short-term stability => transportation stability

箇条の構成

Guide 35:2006

- 1 Scope
- 2 Normative references
- 3 Terms, definitions and symbols
- 4 Symbols
- 5 Design of a certification project
- 6 Evaluating measurement uncertainty
- 7 Homogeneity study
- 8 Stability study
- 9 Determination of the property values
- 10 Data and uncertainty evaluation
- 11 Certification

D Guide 35

- 1 Scope
- 2 Normative references
- 3 Terms and definitions
- 4 Symbols
- 5 Conventions
- 6 An overview of reference material production
- 7 Assessment of homogeneity
- 8 Assessment and monitoring of stability
- 9 Characterisation of the material
- 10 Evaluating measurement uncertainty

不確かさに関する部分

- 7.1 1 Uncertainty evaluation from homogeneity studies
- 8.7 Uncertainty evaluation from stability studies
- Annex D (informative) Measurement uncertainty evaluation

Scope 適用範囲

This Guide gives statistical principles to assist in the understanding and development of valid methods to assign values to properties of a reference material, including the evaluation of their associated uncertainty, and establish their metrological traceability.

...

この規格は、付随する不確かさの評価を含め、標準物質の特性に値を付与し、これら値の計量学的トレーサビリティを確立するための妥当な方法を理解し、開発することを支援する目的で、標準物質認証のための一般的及び統計学的な原則を規定する。

(JIS Q 0035:2008より)

Scope 適用範囲

This Guide explains concepts and provides approaches on the following aspects of the production of reference materials:

- the assessment of homogeneity
- the assessment and management of the risk associated with the stability of the material
- the assignment of values to properties of a reference material
- the evaluation of measurement uncertainty for certified values
- the establishment of the metrological traceability of the certified property values.

このガイドは標準物質の概念を説明し、その生産に関する以下の方法を提供する。

- 均質性の評価
- 物質の安定性に伴うリスク評価とリスクマネジメント
- 標準物質の特性値の評価
- 認証値に関する測定不確かさの評価
- 認証特性値の計量計測トレーサビリティの確立

【仮訳】

Scope 適用範囲 (続)

The guidance given supports the implementation of ISO Guide 34. Other approaches may also be used as long as the requirements of ISO Guide 34 are fulfilled.

Brief guidance on the need for commutability assessment is given in this Guide, but no technical details are provided. A brief introduction for the characterization of qualitative properties is provided. However, the assessment of the homogeneity and stability of reference materials for qualitative properties is not covered. This Guide is also not applicable to multivariate quantities, such as spectral data.

この手引きはISOガイド34の実施する際の助けとなる。ガイド34の要求条件が満足される限り他の方法も使用することができる。

このガイドにはコミュタビリティ評価に関する必要性に関する簡潔な手引きが与えられるが、技術的な詳細に関しては触れられない。定性的な特性値の特性付けに関する簡潔な概論は提供される。しかしながら、定性的な特性値の均質性及び安定性の評価は扱われない。このガイドはスペクトルデータなどの多変量に対しても適用されない。

【仮訳】

Normative references 引用規格

- ISO 3534-1, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: Probability and general statistical terms
- ISO Guide 30, Terms and definitions used in connection with reference materials
- Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1993

Normative references 引用規格

- ISO 3534-2, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics
- ISO 3534-3, Statistics — Vocabulary and symbols — Part 3: Design of experiments
- ISO Guide 30, Reference materials - Selected terms and definitions
- ISO Guide 34, General requirements for the competence of reference material producers
- ISO Guide 98-3, Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement, BIPM; IEC, IFCC; ISO; IUPAC; IUPAP, OIML, GUM:1995 with minor corrections, 2008
- ISO Guide 99, International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms, BIPM; IEC, IFCC; ISO; IUPAC; IUPAP, OIML, 2012

Conventions

In this *Guide*, the following conventions are used:

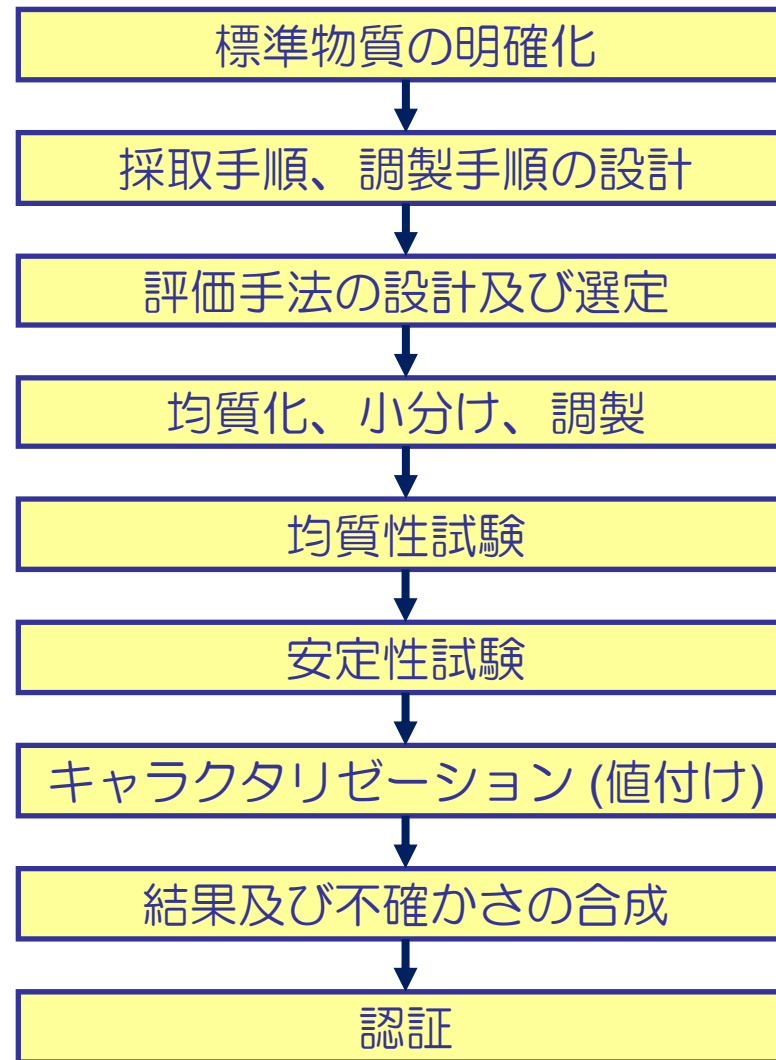
- a) A measurand is specified in such a way that there exists a unique 'true value'. 固有の「真値」がある
- b) All statistical methods used in this Guide are based on the following assumptions.
 - 1) The certified value is the best estimate of the true value of the property of the CRM. 認証値は真値の最良推定値
 - 2) All variation, be it associated with the material (i.e. homogeneity and stability) or the measurement process, is random and follows a normal probability distribution or can be transformed to a normal distribution. All probability assessment described in this Guide assumes normality unless otherwise stated. 変動はランダムで正規分布

NOTE Variation between units associated with heterosubclugeneity and changes due to instability might not be normally distributed and can result in asymmetric distributions.

Conventions cont.

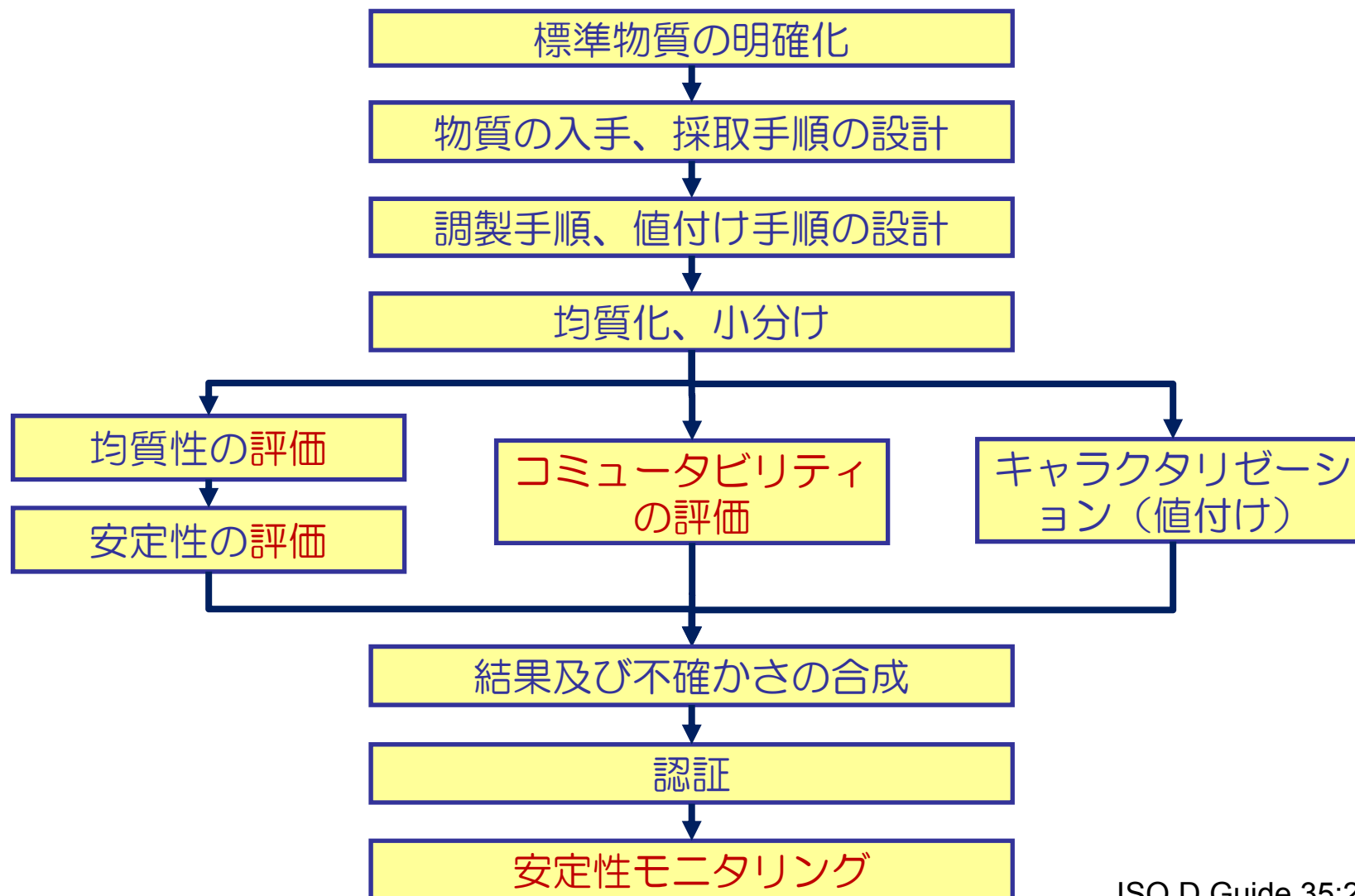
- c) Values given as “indicative”, “informative”, or otherwise identified as not being covered by statements of metrological traceability and measurement uncertainty, are considered to be unfit for use in metrological applications such as method validation, calibration, or the assignment of values to other materials. 計量計測トレーサビリティ及び不確かさの評価されていない値は計量の用途に適していない
- d) Throughout this Guide, the law of propagation of uncertainty is used for the evaluation of measurement uncertainty. Other methods of evaluating measurement uncertainty may also be applied, and in some cases it is necessary to do so. Further guidance on these matters is given in the GUM and its supplements (see references [5] and [6]). 不確かさの伝搬則に従い評価される

CRM認証までのプロセス (G35:2009)



ISO Guide 35:2006より

CRM認証までのプロセス (DG35)



ISO D Guide 35:2015より

6.2 Basic model for a batch characterization

認証値のモデル

$$x_{\text{CRM}} = x_{\text{char}} + \delta x_{\text{bb}} + \delta x_{\text{lts}} + \delta x_{\text{sts}}$$

⇒ 不確かさ

$$u_{\text{CRM}} = \sqrt{u_{\text{char}}^2 + u_{\text{bb}}^2 + u_{\text{lts}}^2 + u_{\text{sts}}^2}$$

バッチに付与した特性値, x_{char} (値付け, u_{char})

小分け (均質性, u_{bb})

保管 (長期安定性, u_{lts})

輸送 (短期安定性, u_{sts})

10.2 Basic model for a batch characterization

認証値のモデル

$$x_{\text{CRM}} = x_{\text{char}} + \delta x_{\text{hom}} + \delta x_{\text{Its}}$$

⇒ 不確かさ

$$u_{\text{CRM}} = \sqrt{u_{\text{char}}^2 + u_{\text{homo}}^2 + u_{\text{Its}}^2}$$

バッチに付与した特性値, x_{char} (値付け, u_{char})

小分け (均質性, u_{homo})

保管 (長期安定性, u_{Its})

発表の内容

標準物質とは
標準物質に関連するガイドの紹介

ISO D Guide 35
Guide 35:2006との違い

まとめ

改定作業の進捗

まとめ

- 標準物質、認証標準物質と関連するガイド
 - ISO Guide 35とISO Guide 34 (ISO DIS 17034)の関係
 - ISO D Guide 35の構成
-
- 参考：改定の経緯

発表の内容

標準物質とは
標準物質に関連するガイドの紹介

ISO D Guide 35
Guide 35:2006との違い

まとめ

改定作業の進捗

ISO Guide 35の紹介

ISO Guide 35:2006

Reference materials — General and statistical principles for certification

対応JIS

JIS Q 0035:2008

標準物質—認証のための一般的及び統計的な原則

改定履歴

- ISO Guide 35: 2006
 - “Reference materials - General and statistical principles for certification”
- ISO Guide 35: 1989
 - “Certification of reference materials - General and statistical principles”
- ISO Guide 35: 1985
 - タイトル不明

改定作業の進捗状況 - 1 -

- 2010年：総会にて、Guide 35のシステムティックレビューを実施することが決定された
- 2011年：システムティックレビューの結果を受け、総会にてISO Guide 35:2006を改定することが決定され、作業部会（WG16）が発足（主査：A. Botha、南ア）
- 2013年：総会にて委員会原案（CD）投票を実施することを決定
- 2014年2月19日～5月19日：CD投票実施
 - ガイド原案（D Guide）として回覧することへ
 - 同意 19機関
 - 同意しない 1機関（BSI (UK)）
 - 棄権 8機関
 - コメント：608件

改定作業の進捗状況 - 2 -

- 2014年：総会にて2回目のCD投票を実施することを決定
- 2014年12月3日～2015年3月6日：CD2投票実施
 - D Guideとして回覧することへ
 - 同意 22機関
 - 同意しない 2機関 (BSI (UK)、ANSI (USA))
 - 棄権 7機関
 - コメント：595件
- 2015年：総会にてD Guide投票を実施することを決定
- 2015年12月1日～2016年4月1日：D投票実施中