



ペリージョンソン ラボラトリー
アクレディテーション
インク

妥当性ガイドライン

日本において一般的に実施されている試験所内比較

日本における試験所内比較は、公定法、告示法、GLP 等において「内部精度管理」と呼ばれることが一般的である。この精度管理も「比較」を対象として考えられているため下記の例がある。

- ・選択性＝一般的にブランクと定量限界の差を求めることを推奨している。
 1. クロマトグラフを用いる化学分析の場合は純水と標準物質を希釈したレスポンス差が基準以下であること。
 2. 機械的曲げ試験の場合は参照標準（例えばロードセル）を用いて感度差を求めることが好ましい。
- ・検量線と直線性＝参照標準、標準物質を用いて測定機器及び測定システムの直線性(化学の場合検量線を用いる)を確認することが望ましい。回帰式の傾き(a)の精度や相関係数(r)を用いて、基準内安定性を確認する。
- ・真度＝参照標準や標準物質の値付値(X_s)と、それをn回測定した総平均(X_0)の差を表すとしている。一般的に下記式が用いられている。

$$((X_0 - X_s) / X_s) \times 100 < \text{規定値}$$

- ・回収率＝化学分析で用いられる。公開されている基準値又は定量下限値QLまで希釈した標準物質を溶媒に添加し、各試験員が試験手順通り実施して得られた定量値XLが、希釈した標準に対して 70～120% で得られることが望ましいとされている。

$$((XL - QL) / QL) \times 100 = 70 \sim 120\%$$

- ・精度＝均質な検体(希釈した標準物質、業界で認定された認証標準、校正された二次標準等)を繰返測定(n=10)した平均値 X_0 と標準偏差 σ を用いた相対標準偏差(CV値)で表す。

$$CV = (\sigma / X_0) \times 100 < \text{既定値}$$

- * 併行精度：試験条件を変えず、短時間で複数回実施した精度差
- * 室内再現性精度：試験条件、要員を変えて同室内で行った精度差
- * 室間精度：他の試験所で行った併行精度の精度差

- ・ 範囲＝適切な直線性が成り立つ精度、真度を与える分析対象物の上限量と下限量に挟まれた領域のことである。通常規格値の±20%程度に入ることが望ましい。

頑健性を確保するため、試験所内比較は、この内部精度管理方法を用いて下記の比較を行うことを考慮されることが望ましい。

- ・ 要員間比較
- ・ 試験機器間比較
- ・ 日間比較
- ・ 二重試験比較

頑健性を求めるための例

(例 1) 要員間比較

2名の測定者、または試験者、A、Bがn回（理想的には10回）の繰返し測定を行って得られた平均値 X_A と X_B 、及び全体の平均値 X_0 と標準偏差 σ_0 より、

CV値 AのCV値 $= (\sigma_0 / X_A) \times 100 < \text{規定値}$
 BのCV値 $= (\sigma_0 / X_B) \times 100 < \text{規定値}$

変動率 Aの変動率 $= \frac{X_A - X_0}{X_0} \times 100 < \text{規定値}$
 Bの変動率 $= \frac{X_B - X_0}{X_0} \times 100 < \text{規定値}$

Zスコア AのZスコア $= \frac{X_A - X_0}{\sigma} < 2$ 以内
 BのZスコア $= \frac{X_B - X_0}{\sigma} < 2$ 以内

(例 2) 試験機器間比較

内部標準または参照標準として使用される2台の測定器AおよびBを使用して1人の測定者がn（理想的には10回）測定して取得された2つの平均値 X_A および X_B と、合計平均値 X_0 および標準偏差 σ_0 は、例1と同じ結果になります。

(例3) 二重試験比較

試験・校正を行うときに同じ内部標準、または認証標準を試験の最初(A)と最後(B)を測定する二重試験を計画して得られた結果を連続して収集し、平均値 X_A と X_B 、及び全体の平均値 X_0 と標準偏差 σ_0 を求める。

$$d < 2\sqrt{2}\sigma \text{ の公式より、} \\ X_A - X_B < 2\sqrt{2}\sigma_0$$

から、測定内比較を求めることができる。

この方法はクロマトグラフにおける検量線の傾きを収集して比較する妥当性の確認も用いることができるため、効果的である。

内部技能試験は審査時に確認(SOP-1 6.2 注記 参照)するため、毎年実施すること。

尚、外部技能試験は、ホームページの技能試験頁で紹介している「日本においてPJLAが参加を推奨している技能試験」を参照頂き、認定証付属書の試験分野または校正分野(主分類)と試験または校正における属性(下位分類)に適した技能試験を選択すること。

これらの技能試験に該当しない場合は、業界で行うクロスチェック、校正機関で実施された標準機器の校正データを用いたクロスチェックも有効と判断される場合があるため、PJLA技術委員会に問い合わせて確認すること。

外部技能試験は認定されている主分類と下位分類の種類数によって実施サイクルが異なるため、PL-3を確認すること。