JCSS
Japan Calibration
Service System

JCSS
不確かさの見積もりに関するガイド

登録に係る区分：体積
校正手法の区分の呼称：液体体積計
計量器等の種類：ピペット
（第3版）

2026年4月1日

独立行政法人製品評価技術基盤機構
適合性評価推進センター 認定センター

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

目次

1. 不確かさ評価の対象 3
2. 校正の概要 3
3. 校正原理 3
4. 校正方法 3
5. 測定のモデル式 3
6. 不確かさ評価 4
6.1. 不確かさの成分 4
6.2. 各成分における不確かさの評価 5
6.3. 合成標準不確かさ 7
6.4. 拡張不確かさ 8
7. ピペット校正の不確かさのバジェット表 9
【参考1】試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$の評価方法 10
【参考2】「試験所内の再現性の不確かさ」における有効自由度について 13
参考文献 13

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

このガイドは、不確かさの見積もりの一事例を示したものであり、実際には校正事業者の諸条件を考慮して見積りを行うこと。また、不確かさの成分ごとに見積もられた数値は、校正事業者自らがその根拠を示せることが必要である。

1. 不確かさ評価の対象

液体用体積計のうちピストン式ピペット（以下、ピペットという）により排出された液体の体積を、「4.校正方法」による方法により実施した場合の不確かさ評価を対象とする。

2. 校正の概要

校正対象　　:ピペット
液体　　:水（蒸留水など）
常用参照標準　　:電子天びん（非自動はかり）、接触式温度計（水温測定用）
校正用機器　　:環境測定用機器（温度計、湿度計、大気圧計）
水の密度値の換算:密度表
校正手法　　:質量計を用いた空気中における衡量法
補正量　　:密度の違いによる空気浮力及び測定器物の温度に基づく補正係数による

3. 校正原理

電子天びんに据え付けられた液体のひょう量容器に対して風袋引き（零設定機能による）し、ピペットに備えられたダイヤルの調整により任意の容量*V*を設定されたピペットより温度が確認されている水を吸引した後に、ひょう量容器に排出された量の質量*m*を測定する。

水の温度における密度が既知であれば、排出された容量（体積）は、得られた質量を密度値で除することによって導かれる。

4. 校正方法

1) 測定前に、室内の温度，湿度，大気圧の環境条件と液中温度を測定する。
2) 排出する水を入れるひょう量容器の指示値 Ioを読み取る。（もしくは風袋引きにより零設定する）
3) 水をピペットによって吸入後、ひょう量容器に排出し、そのときの指示値Iwを読取る。
4) 2)及び3)に対して任意回数を測定する。（風袋引きによる積み増し測定）
5) 測定後に、室内の温度、湿度、大気圧の環境条件と液中温度を測定する。

5. 測定のモデル式

校正におけるモデル式は次のとおりとなる。

$$\overline{V} = \overline{m} \times Z \times Y + \Delta V \quad \cdots\cdots \text{式(1.1)}$$

ここで、浮力補正係数Zは、$Z = \dfrac{1}{\rho_w} \times \dfrac{1 - \dfrac{\rho_a}{\rho_b}}{1 - \dfrac{\rho_a}{\rho_w}} \approx \dfrac{1}{\rho_w}\left\{1 + \rho_a\left(\dfrac{1}{\rho_w} - \dfrac{1}{\rho_b}\right)\right\}$ で表され、

ピペットの体膨張係数に基づく補正係数Yは、$Y = 1 - \alpha_c\left(t_d - 20\right)$ で表される。

次に、Z及びYをそれぞれ式(1.1)に代入すると、

$$V = \frac{\overline{m}}{\rho_w} \times \left\{1 + \rho_a\left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_b}\right)\right\} \times \left\{1 - \alpha_c\left(t_d - 20\right)\right\} + \Delta V$$ となる。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

ここで、式を展開後の $\frac{\overline{m}}{\rho_w} \times \rho_a \left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_b} \right) \times \alpha_c (t_d - 20)$ の項は、微小のため無視できる。

従って、不確かさ評価において考慮すべき校正のモデル式は、

$$\overline{V} = \frac{\overline{m}}{\rho_w} \times \left\{ 1 + \rho_a \left(\frac{1}{\rho_w} - \frac{1}{\rho_b} \right) - \alpha_c (t_d - 20) \right\} + \Delta V$$ で表現できる。・・・・・式(1.2)

また、複数回繰り返し測定の平均値は以下の式で求められる。

$$\overline{m} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (I_{wi} - I_{oi})}{n}$$

ここで、

I_{wi} : i 回目に排出された蒸留水を含むひょう量瓶の指示値
I_{oi} : i 回目に蒸留水を排出する前のひょう量瓶の指示値
n : 繰り返し測定の反復回数
ρ_a : 空気の密度
ρ_w : 吸入した蒸留水の密度
ρ_b : はかりの校正に用いた分銅の密度
α_c : ピペットの体膨脹係数
t_d : 測定器物の温度[注)]
ΔV : ひょう量瓶の蒸留水の蒸発補正量

注）測定器物の温度は、蒸留水の温度と十分なじませていることを前提とする。

6. 不確かさ評価

6.1. 不確かさの成分

式(1.2)の式における体積測定において不確かさ要因となる成分を示す。

1) 質量測定における繰り返し性の不確かさ ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u_{Rep}(\overline{m})$
2) 電子天びんの不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u_{ba}(\overline{m})$
3) 水の密度の不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(\rho_w)$
4) 空気密度の不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(\rho_a)$
5) 電子天びんの校正に使用した分銅の密度の不確かさ・・・・・・・・・ $u(\rho_b)$
6) 測定器物（ピペット）の体膨張係数による不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(\alpha_c)$
7) 測定器物（ピペット）の温度の不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(t_d)$
8) 水の蒸発による不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(\Delta V)$
9) 試験所内の再現性の不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(e_{lab})$
10) その他の不確かさ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ $u(X_{other})$

※最終的に評価された結果において微少量の項は、無視できる。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

6.2. 各成分における不確かさの評価

1) 質量測定における繰り返しの不確かさ $u_{\mathrm{Rep}}(\overline{m})$

任意の回数を繰り返した不確かさ$u_{\mathrm{Rep}}(\overline{m})$ を見積もる。

$m_i = I_{wi} - I_{oi}$とすると、n回の繰り返し測定で得られた標準偏差から平均値の標準不確かさは、

$$u_{\mathrm{Rep}}(\overline{m}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(m_i - \overline{m})^2}{n(n-1)}}$$

として評価できる。

2) 電子天びんの不確かさ $u_{\mathrm{ba}}(\overline{m})$

ピペット校正に使用する電子天びんの不確かさ$u_{\mathrm{ba}}(\overline{m})$ を見積もる。

$u_{\mathrm{ba}}(\overline{m})$の要因として、電子天びんの校正の不確かさ$u_{\mathrm{ba_std}}(\overline{m})$、および指示値を校正結果（偏差）で補正しない場合の不確かさ$u_{\mathrm{ba_b}}(\overline{m})$が挙げられる。電子天びんの校正証明書には、複数ポイントにおける校正値の拡張不確かさ及び偏差が記載されており、ピペット校正で使用する測定範囲内の校正不確かさの最大値から$u_{\mathrm{ba_std}}(\overline{m})$を評価する。また偏差の最大値$M_{Max}$を一様分布として、$u_{\mathrm{ba_b}}(\overline{m})$を評価できる。

$$u_{\mathrm{ba_b}}(\overline{m}) = \frac{M_{Max}}{\sqrt{3}}$$

※測定値を補正する場合には、$u_{\mathrm{ba_b}}(\overline{m})$の評価は不要である。

電子天びんの不確かさ$u_{\mathrm{ba}}(\overline{m})$は、

$$u_{\mathrm{ba}}{}^2(\overline{m}) = u_{\mathrm{ba_b}}{}^2(\overline{m}) + u_{\mathrm{ba_std}}{}^2(\overline{m})$$

により算出される。

3) 水の密度の不確かさ$u(\rho_{\mathrm{w}})$

（密度値から体積への換算及び浮力補正を実施することによる不確かさ）

水の密度は密度表[2]*により換算して評価するが、測定環境による温度変動（想定される変動幅）に対して水の密度の変化分を評価する。大気及び液中の温度の変動幅は最大（℃）から最小（℃）とし、この条件での水の密度ρ_{w}を密度表から確認し、水の密度の不確かさを一様分布として推定し評価する。ここで、液中温度を測定したことに起因する温度測定の分布及び温度計の校正不確かさは密度の評価に対して0.1 %以下の場合は無視できる。

$$u(\rho_{\mathrm{w}}) = \frac{(\rho_{\mathrm{w\ Max}} - \rho_{\mathrm{w\ Min}})}{2\sqrt{3}}$$

＊t (ºC)を水温とすると、ρ_{w}は以下のとおりとなる。[6]

$$\rho_{\mathrm{w}} = a_5\left[1 - \frac{(t + a_1)^2(t + a_2)}{a_3(t + a_4)}\right]$$

a_1 = -3.983 035 ºC
a_2 = 301.797 ºC
a_3 = 522528.9 ºC^2
a_4 = 69.348 81 ºC
a_5 = 999.974 950 kg/m^3

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

4) 空気密度の不確かさ $u(\rho_a)$ （浮力補正を実施することによる不確かさ）

測定環境の条件に関する空気密度の不確かさより評価する。以下の校正室の環境条件（空気の温度 t、湿度 hr 、大気圧 p)から空気密度 ρ_a の不確かさ$u(\rho_a)$を求める。

空気の温度の変動幅 $t_{max} \sim t_{min}$

湿度の変動幅 $hr_{max} \sim hr_{min}$

大気圧の変動幅 $p_{max} \sim p_{min}$

これらを考慮して、空気密度の最大値 $\rho_{a\,Max}$ 及び最小値 $\rho_{a\,Min}$ を決定する。

空気密度はCIPM近似式を用い、JIS B 7609（C.29）を用いて求める。空気の温度、相対湿度、大気圧をそれぞれ*t* (ºC)、*hr* (%)、*p* (hPa)として、

$$\rho_a = \frac{0.34848\ \ p - 0.009\ (hr) \times \exp(\ 0.061\ t)}{273\ .15\ + t}$$

により算出される[3]。

空気密度の不確かさ$u(\rho_a)$は、決定した $\rho_{a\,Max}$ 及び $\rho_{a\,Min}$ を用いて次式により求める。

$$u\ (\ \rho_a\ ) = \frac{(\ \rho_{a\,Max} - \rho_{a\,Min}\ )}{2\sqrt{3}}$$

5) 電子天びんの校正に使用した分銅の密度の不確かさ $u(\rho_b)$

（浮力補正を実施することによる不確かさ）

使用する電子天びんの校正事業者、又は供給者より入手する。

6) 測定器物（ピペット）の体膨張係数による不確かさ $u(\alpha_c)$

ピペットは単一の材料で作られるものではなく、その体膨張係数は単純に明確なものではないため、メーカーあるいは化学便覧により提供された数値を一様分布にて評価する。例えば、合成樹脂の場合、化学便覧では2×10^{-4} K^{-1}～4×10^{-4} K^{-1}とされていることから、$u(\alpha_c)$は以下のように決定することができる。

$$u(\alpha_c) = \frac{(4\times10^{-4} - 2\times10^{-4})}{2\sqrt{3}}$$

7) 測定器物（ピペット）の温度の不確かさ $u(t_d)$

測定器物（ピペット）の温度は十分に安定した環境下では水温と同様の条件である前提で、この不確かさには「温度計の校正値の不確かさ$u_{temp_std}(t_d)$」と「使用した温度の実際の平均温度からの偏りの不確かさ$u_{temp_bias}(t_d)$」の2つが考えられ、以下の式で示される。

$$u^2(t_d) = u_{temp_std}{}^2(t_d) + u_{temp_bias}{}^2(t_d)$$

① 温度計の校正値の不確かさ$u_{temp_std}(t_d)$ は校正証明書の拡張不確かさを標準不確かさとして評価する。

$$u_{temp_std}(t_d) = \frac{U}{k} = \frac{U}{2}$$

② 使用した温度の実際の平均温度からの偏りの不確かさ$u_{temp_bias}(t_d)$は測定前、測定中、測定後の3回の測定値の変化をT_{Max}及びT_{Min}を用いて次式により求める。

$$u_{temp_bias}(t_d) = \frac{(T_{Max} - T_{Min})}{2\sqrt{3}}$$

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

8) 水の蒸発による不確かさ $u(\Delta V)$

10 μL～100 μLの公称容量に関して、校正結果に対して0.1 %～1 %の程度影響すると考えられる。通常、モイスチャートラップ、又は自動トラップドア装置等蒸発量の影響を防止できる機構をもつ電子天びんに対して、その影響を微少量であることが確認される場合、繰返し測定による不確かさに比べて十分小さいとして無視できる。

9) 試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{lab})$

詳細は【参考1】に記載する。

10) その他の不確かさ$u(X_{\mathrm{other}})$

上記に挙げた要因以外で見積もる必要のある不確かさ要因があれば評価する。
校正方法等の違いによりその判断は異なるので、事業者ごとに自身の状況に応じて検討する。
たとえば、ダイヤルロックを備えていないピペットを校正する際は、ダイヤルを調整することによる要因 $u_{\mathrm{Rep_dial}}(\overline{m})$ に対しても考慮することが望ましい。

6.3. 合成標準不確かさ

上記の結果から、ピペット校正の合成標準不確かさ $u_{\mathrm{c}}(\overline{V})$ は、次式により表される。

$$u_{\mathrm{c}}{}^2(\overline{V}) = \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \overline{m}}\right)^2 \cdot u^2(\overline{m}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{w}}}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{\mathrm{w}}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{a}}}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{\mathrm{a}}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{b}}}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{\mathrm{b}})$$
$$+ \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \alpha_{\mathrm{c}}}\right)^2 \cdot u^2(\alpha_{\mathrm{c}}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial t_{\mathrm{d}}}\right)^2 \cdot u^2(t_{\mathrm{d}}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial \Delta V}\right)^2 \cdot u^2(\Delta V)$$
$$+ \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial e_{\mathrm{lab}}}\right)^2 \cdot u^2(e_{\mathrm{lab}}) + \left(\frac{\partial \overline{V}}{\partial X_{other}}\right)^2 \cdot u^2(X_{other})$$

得られた標準不確かさから、下記に示したそれぞれの感度係数を用いて、出力量の単位に変換した標準不確かさを求める。それぞれの入力量は測定及び参照した値が用いられる。

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \overline{m}} = \frac{1}{\rho_{\mathrm{w}}} \times \left\{1 + \rho_{\mathrm{a}}\left(\frac{1}{\rho_{\mathrm{w}}} - \frac{1}{\rho_{\mathrm{b}}}\right) - \alpha_{\mathrm{c}}\left(t_{\mathrm{d}} - 20\right)\right\}$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{w}}} = -\frac{\overline{m}}{\rho_{\mathrm{w}}{}^2} \times \left\{1 + \rho_{\mathrm{a}}\left(\frac{2}{\rho_{\mathrm{w}}} - \frac{1}{\rho_{\mathrm{b}}}\right) - \alpha_{\mathrm{c}}\left(t_{\mathrm{d}} - 20\right)\right\}$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{a}}} = \frac{\overline{m}}{\rho_{\mathrm{w}}} \times \left(\frac{1}{\rho_{\mathrm{w}}} - \frac{1}{\rho_{\mathrm{b}}}\right)$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \rho_{\mathrm{b}}} = \frac{\overline{m}}{\rho_{\mathrm{w}} \times \rho_{\mathrm{b}}{}^2} \times \rho_{\mathrm{a}}$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \alpha_{\mathrm{c}}} = -\frac{\overline{m}}{\rho_{\mathrm{w}}} \times \left(t_{\mathrm{d}} - 20\right)$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial t_{\mathrm{d}}} = -\frac{\alpha_{\mathrm{c}} \overline{m}}{\rho_{\mathrm{w}}}$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial \Delta V} = 1$$

$$\frac{\partial \overline{V}}{\partial e_{\mathrm{meas}}} = 1$$

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

6.4. 拡張不確かさ

拡張不確かさU は次式で表される。

$$U = k \cdot u_c(V)$$

ここで、包含係数kについては合成標準不確かさにおける有効自由度を評価した上で決定する。具体的な決定方法は、GUM[1]*附属書G6.6に従う。

校正証明書に記載する校正等の結果や拡張不確かさの値は、JCRP21 JCSS登録及び認定の一般要求事項[7]に従い、多くとも2桁の有効数字で不確かさを表記する。[7]

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

7. ピペット校正の不確かさのバジェット表

下記の条件で校正した場合の不確かさのバジェット表を表1に示す。

測定条件

測定人数 ： 1人
繰り返し測定 ： 10回

環境条件

温度 ： 22 ℃ ～ 23 ℃
湿度 ： 45 % ～ 75 %
大気圧 ： 998 hPa ～ 1035 hPa

このとき、水と空気の密度の計算には、温度22.5 ℃、湿度 60 %、大気圧 1016.5 hPaを用いる。

繰り返し測定の結果

$\overline{m}$ = 9.840 mg
$u(\overline{m})$ = 0.028 mg

繰り返しにおける測定された温度

T_{max} = 23 ºC
T_{min} = 22 ºC

蒸発量補正

ΔV = 0.100 μL
$u(\Delta V)$ = 0.010 μL

体膨張係数

$\alpha_c = 3.0 \times 10^{-4}\ K^{-1}$
（$u(\alpha_c)$は6.2 6）にならう。

電子天びんの校正証明書の情報

電子天びんの校正証明書（ひょう量 ：22 g、目量 ：0.001 mg）には、以下の情報が記載されている。公称値 0.2 gのときのデータを用いて評価した。

公称値(g)	偏差(mg)	拡張不確かさ（mg)(k=2)
0.2	0.010	0.011
5	0.032	0.012
10	0.026	0.014
15	− 0.009	0.020
20	0.015	0.023

校正結果

9.970 μL ± 0.084 μL

表1 ピペット校正の不確かさのバジェット表

不確かさ要因	記号	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	有効自由度
質量測定における繰り返し性の不確かさ	$u_{Rep}(\overline{m})$	0.028 mg	1 μL/ mg	0.028 μL	9
電子天びんの不確かさ	$u_{ba}(\overline{m})$	0.0215 mg	1 μL/ mg	0.0215 μL	∞
電子天びんの校正の不確かさ	$u_{ba_std}(\overline{m})$	0.011 mg			
指示値を校正結果（偏差）で補正しない場合の不確かさ	$u_{ba_b}(\overline{m})$	0.0185 mg			
液体の密度の不確かさ	$u(\rho_w)$	6.70E-05 mg/ μL(=g/cm^3)	-9.90 (μL)^2/ mg	6.63E-04 μL	∞
空気密度の不確かさ	$u(\rho_a)$	1.49E-05 mg/ μL(=g/cm^3)	8.65 (μL)^2/ mg	1.29E-04 μL	∞
電子天びんの校正に使用した分銅の密度の不確かさ	$u(\rho_b)$	0.03 mg/ μL(=g/cm^3)	1.85E-04 (μL)^2/ mg	5.55E-06 μL	∞
ピペットの体膨張係数による不確かさ	$u(\alpha_c)$	5.77E-05 K^{-1}	-24.6 μL・K	1.42E-03 μL	∞
ピペットの温度の不確かさ	$u(t_d)$	0.2897 K	-2.96E-03 μL/ K	8.57E-04 μL	∞
温度計の校正の不確かさ	$u_{temp_std}(t_d)$	0.02 K			
使用した温度の実際の平均温度からの偏りの不確かさ	$u_{temp_bias}(t_d)$	0.289 K			
液体蒸発による不確かさ	$u(\Delta V)$	0.01 μL	1	0.01 μL	∞
試験所内の再現性の不確かさ	$u(e_{lab})$	0.02 μL	1	0.02 μL	∞
			合成標準不確かさ	0.0418 μL	14(＞10)
			拡張不確かさ	0.0837 μL	

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です

【参考1】試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$の評価方法

試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を見積もる。

試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$は同一試験所内における測定者の違いによる不確かさ$u(e_{\mathrm{hum}})$と日を変えて測定した際のばらつき$u(e_{\mathrm{day}})$の2つの要因が含まれる。ここでは、試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$の評価方法を以下にA,Bの2通りの方法を記載する。どちらの方法を選択するかは各事業者の判断による。また、試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$に基づく管理幅Δを設定することにより、日常的な要員の技能確認の手順としても有効となる。

以下に述べる内容は、参考文献にあるうちの下記の3つを参考としている。

[3] JCG202S11 不確かさ見積もりに関するガイド（液体体積計／メスシリンダー、フラスコ）
[4] JCLC-001 マイクロピペット試験所間比較報告書 体積（液体体積計：ピペット）
[5] K.Shirono et al. : Evaluation of “method uncertainty” in the calibration of piston pipettes (micropipettes) using the gravimetric method in accordance with the procedure of ISO 8655-6, Accreditation and Quality Assurance, Volume 19, Issue 5, p377-389 （2014）.

A： 試験所間比較の結果を用いる方法

表2に試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を示す*1。試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$は、表2の値を用いるか、表2に示されていない容量の試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を求める際は式(2)を用いて求めることとする*2。

$$u(e_{\mathrm{lab}}) = \exp\left(0.0619(\ln(V))^2 + 0.262(\ln(V)) - 4.84\right) \quad \cdots\cdots\cdots\cdots \text{式(2)}^{*3\,*4}$$

V： 求めたい校正ポイントの容量(μl)

もし、試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$として、表2に示した値より小さな値を評価する際は、Bの評価方法を用いる必要がある。ただし、要員が1人のみの事業者の場合、Aの方法を採用する。

表2 試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$

容量/ μL	試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$/ μL
2	0.0097
5	0.014
10	0.020
20	0.030
50	0.056
100	0.097
200	0.18
500	0.44
1000	0.92
2000	2.0
5000	6.5
10000	17

*1 なお、これはNITEが行ったJCLC-01 マイクロピペット試験所間比較（以下、試験所間比較）の結果[4][5]から算出したものである。
表2の値は試験所間比較の結果について分散分析を行い極端に小さい値を除外した後、両対数グラフ（要員及び再現性の標準偏差 vs 容量）上で二次曲線近似を行ってから試験所内の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を求めた。このとき用いたフィッティング式は式(2)である。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

*2 表2に示す結果は、以下の点に留意することが必要である。
① 試験所間比較に参加した全事業者の値を平均化して算出しており、個々の事業者にはあてはまらないという懸念がある。
② 引用論文[5]に示された結果の他、電動のピペットによる実験結果も含まれるため、やや小さい値の傾向となっている。

よって、個々の事業者の判断により、試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$として、表1に示した値より大きな値を与えても良い。

*3 lnは自然対数を意味する。Microsoft® Excel®などの表計算ソフトにおいては、VをμLで与えられる求めたい校正ポイントの容量に該当する数値として、"= EXP(0.0619 * LN(V)^2 + 0.262 * LN(V) - 4.84)"と入力することで計算することができる場合が多い。

*4 (式2)が2 μL以上10000 μL 以下（内挿）の場合のみ用いることができる。しかし、2 μL以下又は10000 μL以上（外挿）の場合は(式2)を用いて算出することはできないので、Bの方法を用いる。ただし、2 μL以下の場合は2 μLのときの値を用いても良い。

B: 各事業者で評価する方法

試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を事業者自身で求める方法を示す。

① 代表的な校正ポイントを4点以上選択する。*5
② 選んだ校正ポイントのピペットを複数本用意し、全てのピペットについて10回の繰り返し測定を参加した要員全員が実施する。*6
③ ピペットごと、要員ごとに平均値を算出する。
④ 算出した平均値のうちピペットごとに最大値と最小値の差（レンジ）*R*との*R*の平均値 $\overline{R}$ を算出する。
⑤ 式(3)より試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を算出する。

$$u(e_{\mathrm{lab}}) = D\overline{R} \qquad \text{式(3)}$$

表3 要員数と*D*の値

要員数	*D*の値
2	0.8862
3	0.5908
4	0.4857
5	0.4299
6	0.3946
7	0.3698
8	0.3512

⑥ ①から⑤の手順を行わなかった校正ポイントについては、式(4)より試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$を算出する。*8

$$u(e_{\mathrm{lab}}) = \exp\left(\frac{\ln(u_{\mathrm{p2}}) - \ln(u_{\mathrm{p1}})}{\ln(V_2) - \ln(V_1)}(\ln(V) - \ln(V_1)) + \ln(u_{\mathrm{p1}})\right) \qquad \text{式(4)}^{*7}$$

V : 求めたい校正ポイント
V_1: ①から⑤の手順を行った容量のうち*V*より小さい最大の容量
u_{p1}: V_1に対する試験所内の再現性の不確かさ
V_2 : ①から⑤の手順を行った容量のうち*V*より大きい最小の容量
u_{p2}: V_2に対する試験所内の再現性の不確かさ

*5 校正ポイントを選択する際には、以下の点を考慮すること。
・ 事業者が校正可能なポイントの最小値と最大値は選択する。
・ 事業者が校正可能なポイントの最小値と最大値の間については、μLで表される桁ごとに最低1ポイントを選ぶ。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

・ 可能な限り公称容量となる校正ポイントは選択する。

*6 ②を実施する際には、以下の点を考慮すること。

・ 実験に用いるピペットは可変容量式、固定容量式のいずれのピペットでも良い。
・ 資格認定を受けた要員全員が参加することが望ましい。全員の参加が難しいときは、2人以上の要員が参加するようにする。この際、参加しない要員については、②に参加する他の要員と同等の実力があることを教育訓練等により確認すること。
・ 要員同士が互いに値を知ることがないようにする。
・ 測定日はピペットごと、要員ごとに異なる日に実施する。よって、測定にかかる日数はピペット数×要員数となる。
・ 温度、湿度の環境状態を測定し、補正を実施する。
・ ピペットの本数は要員数が4人以上なら2本以上、要員数が3人なら3本以上、要員数が2人なら4本以上とする。多いほど望ましいがいくつのピペットを用いて行うかは実際の作業量を勘案して決定する。

*7 式(4)は表計算ソフトなどではV、V_1、V_2、u_{p1}、u_{p2}をそれぞれの記号に該当する数値として、“= EXP((LN(u_{p2})－LN(u_{p1}))/(LN(V_2)－LN(V_1)) * (LN(V)－LN(V_1))+LN(u_{p1}))”で計算できる場合が多い。）

*8 算出した試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$について、以下の点に注意すること。

・ 算出した試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$は表1の値を推奨値として考えて参考にする。
・ ばらつきの範囲により非常に小さい値や大きい値が算出されてしまうことがあるので注意すること。両対数グラフ上にプロットして傾向を確認することも薦められる。
・ 試験所内の再現性の不確かさ$u(e_{\mathrm{lab}})$からは繰り返し測定の不確かさを省いてもよい。
・ 参考例として、測定者が3人の場合の評価シート例を示す。

表4 測定者が3人の場合に用意する評価シート例

ピペット	日付	測定者	10回の平均値 (温度補正、浮力補正済み)	最大値 / 最小値	範囲
ピペット1	09/06	A	x_{A1}		$R_1 = X_{max1} - X_{min1}$
	09/04	B	x_{B1}	X_{max1}	
	09/11	C	x_{C1}	X_{min1}	
ピペット2	09/05	A	x_{A2}		$R_2 = X_{max2} - X_{min2}$
	09/09	B	x_{B2}	X_{max2}	
	09/10	C	x_{C2}	X_{min2}	
ピペット3	09/12	A	x_{A3}		$R_3 = X_{max3} - X_{min3}$
	09/03	B	x_{B3}	X_{max3}	
	09/02	C	x_{C3}	X_{min3}	
				平均	$\overline{R} = \frac{\sum_{i=1}^{3} R_i}{3}$
				$u(e_{\mathrm{lab}})$	$u_p = 0.5908 \times \overline{R}$

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

【参考2】「試験所内の再現性の不確かさ」における有効自由度について

試験所内の再現性の不確かさの有効自由度は、GUM 附属書G G.4.2にならい、ν_{eff} = 1/2 × $(\Delta u(e_{lab})/u(e_{lab}))^{-2}$ から、算出することができる。ここで、$\Delta u(e_{lab})/u(e_{lab})$は$u(e_{lab})$の決定の標準不確かさである。参考１のAの方法では、十分精密に不確かさが与えられているとして、無限大としてよい。参考１のBの方法で与える場合でも、参考１のAの方法より大きな不確かさを与える場合には、無限大とできる。

参考1のBの方法にて、参考1のAの方法より小さい不確かさを与える場合には、$u(e_{lab})$の決定の精度に応じた値が与えられる。参考文献[5]より、試験所内の再現性の不確かさを生じる原因のうち、測定者による違いと、測定日による違いの影響は、同程度であると考えられる。このことに基づき、要員数とピペットの数により、$\Delta u(e_{lab})/u(e_{lab})$がどのような値になるかを表5に示した。これを用いて、ν_{eff} = 1/2 × $(\Delta u(e_{lab})/u(e_{lab}))^{-2}$から、有効自由度を算出することができる。

表5 参考1のBの方法にて、与えられる$\Delta u(e_{lab})/u(e_{lab})$のシミュレーション結果

		要員の数						
		2	3	4	5	6	7	8
ピペットの本数	2	-	-	0.34	0.29	0.26	0.24	0.23
	3	-	0.37	0.30	0.26	0.23	0.21	0.20
	4	0.49	0.34	0.28	0.24	0.22	0.20	0.19
	5	0.46	0.33	0.26	0.23	0.21	0.19	0.18
	6	0.44	0.31	0.26	0.22	0.2	0.18	0.17
	7	0.44	0.31	0.25	0.22	0.19	0.18	0.16
	8	0.43	0.30	0.24	0.21	0.19	0.17	0.16

参考文献

[1] ISO/IEC Guide 98-3(2008)：Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) （TS Z 0033 (2012)：計測定における不確かさの表現のガイド）

[2] JIS K 0061（2001） 化学製品の密度及び比重測定方法

[3] JIS B 7609（2008） 分銅

[4] JCLC-001 マイクロピペット試験所間比較報告書 体積（液体体積計／ピペット）

[5] K.Shirono et al. : Evaluation of “method uncertainty” in the calibration of piston pipettes (micropipettes) using the gravimetric method in accordance with the procedure of ISO 8655-6, Accreditation and Quality Assurance, Volume 19, Issue 5, p377-389 (2014).

[6] M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto, and N. Bignell, Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports, Metrologia, Volume 38, Number 4, pp. 301-309 (2001).

[7] JCRP21 JCSS登録及び認定の一般要求事項

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

今回の改正のポイント

・組織改編に伴う名称の変更等

以上

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。