JNG320S0603-02

JNLA 不確かさの見積もりに関するガイド

登録に係る区分：原子吸光・炎光光度分析

（第2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 はじめに 3
2 適用範囲 3
3 定義 3
4 AAS 定量方法の操作例 3
5 測定の不確かさの要因 5
6 不確かさの見積もり方法 8
6.1 計測機器の校正の不確かさについて 8
6.2 測定不確かさのタイプ **A** 評価 **(mg/kg)** $\boldsymbol{uc\mathrm{A}(Zn)}$ 8
6.3 AAS 定量試験評価 **(mg/kg)** $\boldsymbol{uc\mathrm{B}(Zn)}$ 10
7 不確かさの見積もり事例 20
7.1 試験所の試験室内評価実験による見積り事例 20
7.2 依頼試験（試験報告書に不確かさの表示の要求があった場合）の見積り事例 34
8 参考文献 45

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。

1 はじめに

JNLA における登録試験事業者は、**ISO/IEC 17025**「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」への適合が要求されており、その要求事項の一つとして測定の不確かさの推定がある。

不確かさの推定については、**ISO/IEC Guide 98-3:2008**「測定における不確かさの表現のガイド」(Guide to the expression of uncertainty in measurement)（以下「**GUM**」という。）によって理論的な根拠が確立されているものの、実際の試験において不確かさを算出するには適用が難しい面もあり、詳細については各試験所の判断に委ねられている。そのため、同一の試験であっても、要因分析等の詳細については、試験所ごとに異なるのが現実である。

このガイドでは、**JNLA** において化学品分野に分類されている試験の中から、固体の粉末試料を抽出操作した溶液を原子吸光光度法(**A**tomic **A**bsorption **S**pectrometry)（以下「**AAS**」という。）測定による体積濃度から、固体粉末中の分析対象金属を定量（質量濃度）する例を取り上げる。

なお、このガイドは、あくまでも試験方法の不確かさについての理解を深めるための一つの例であり、不確かさの算出をここに示す方法に限定しているものではない。

2 適用範囲

このガイドは、化学品分野の **AAS** 分析に分類された試験方法のうち、**JIS K 1474 活性炭試験方法 6.13 亜鉛 6.13.1 アセチレン－空気原子吸光法(フレーム)**（以下「**AAS 定量試験**」という。）の見積もりに適用することができる。活性炭を微酸性の水で抽出操作した溶液を **AAS** で測定して、活性炭の質量当たりの亜鉛溶出量を定量することを目的としている。

3 定義

本ガイドでは、不確かさの見積りにおいて、JIS 規格に規定する手順を経る過程を識別するため、以下の用語を定義する。

a) 検量線

AAS で用いる**検量線**とは、多くの場合、統計分野でいう「最小二乗法による一次回帰式」である。本ガイドでは、JIS 規格に規定する「**検量線**」を「最小二乗法による一次回帰式」と定義する。

b) 検量標準液

本ガイドでは、亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)及び希釈した亜鉛標準液(Zn:l0 μg/mL)を亜鉛標準液と呼び、検量線を作成するために供した溶液を検量標準液という。

4 AAS 定量方法の操作例

a) 活性炭試料の採取

試料の採取は、**JIS M 8100**([1])及び **JIS M 8811**([2])によって、全体を代表するように採取する。

注([1]) **JIS M 8100 粉塊混合物－サンプリング方法通則**

注([2]) **JIS M 8811 石炭類及びコークス類－サンプリング及び試料調製方法**

b) 微酸性水溶液で抽出

1) 試料は、あらかじめ 115 ℃±5 ℃の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター中で室温まで放冷する。試料約 4.0g を正しくはかり、三角フラスコに入れ**微酸性の水** 180 mL を加える。

2) 三角フラスコを、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。

3) 冷却した後、溶液の量が 200 mL となるよう水を加えてよくかき混ぜ、ろ紙でろ過する。

4) 初めのろ液約 30 mL を捨て、残りのろ液を**試験溶液**とする。

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。

図 1-1 抽出（イメージ）



c) 検量標準液

検量標準液の調製は、標準液の段階的希釈操作が基本である。本ガイドでは、以下の一般的な希釈濃度を与える式を不確かさ算出のための測定モデル式と仮定する。

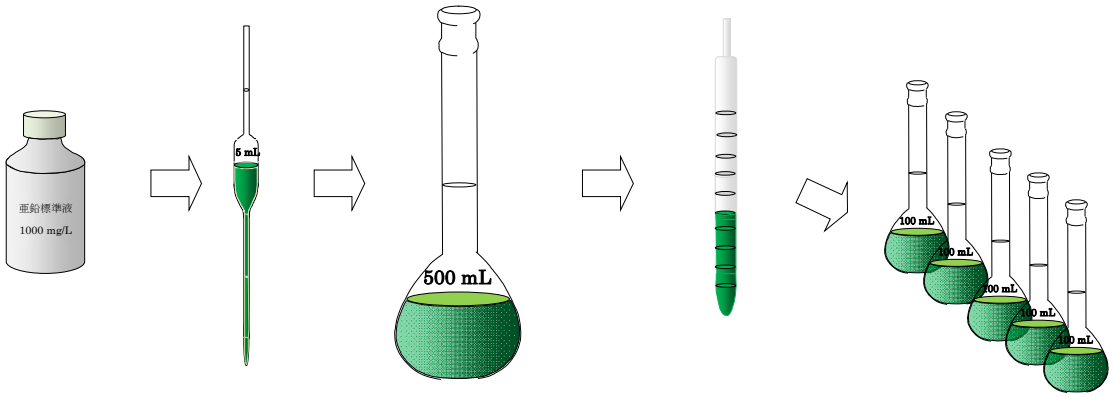
$$C_{n+1} = C_n \frac{v_m}{v_{m+1}} \qquad (1)$$

ここで、C が体積濃度及び v がガラス体積計の体積を表す。

体積**1** L 未満のガラス製体積計（全量ピペット、全量フラスコ及びメスピペット等）類を使用して希釈操作を行い、計算過程を分かりやすくするため、検量標準液の調製過程での不確かさ算出過程で亜鉛の体積濃度単位を**μg/mL**と表示する。

亜鉛標準液及び検量標準液の調製フローを**図 1-2** に示す。

図 1-2 調製フロー（イメージ）



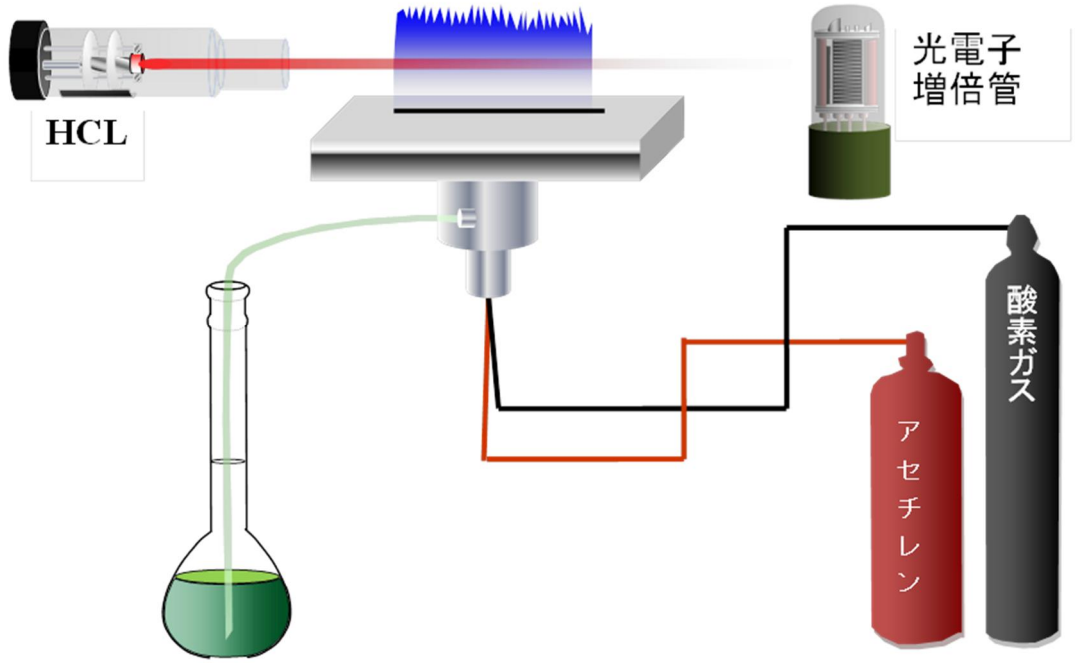
亜鉛標準液	分取（全量ピペット）	希釈（全量フラスコ）		分取（メスピペット）	希釈（全量フラスコ）	
1000 μg/mL	5 mL	500 mL	10 μg/mL	10 mL	100 mL	1.0 μg/mL
				5 mL	100 mL	0.5 μg/mL
				2.5 mL	100 mL	0.25 μg/mL
				1 mL	100 mL	0.1 μg/mL
					100 mL	ブランク

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。

d) AAS 分析

検量標準液（前項 c）で調製したもの。）を **AAS** 測定し、検量線を作成する。引き続き、**試験溶液**を **AAS** 測定し、亜鉛濃度を求める。AAS のイメージを**図 1-3** に示す。

図 1-3 AAS のイメージ



e) 計算

JIS K 1474 6.13.2 d)において1)「試料約 **4.0** g を **10** mg のけたまではかり、･･･」及び 3)「冷却した後、溶液の量が **200** mL となるよう水を加えてよくかき混ぜ、ろ紙でろ過する。」と規定されているため、活性炭 1 kg あたりの亜鉛(mg/kg)は、**JIS K 1474 6.13.2 f)**において

$$Zn = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1000 \qquad (2)$$

と規定されている。

ここで、

Zn	:亜鉛（mg/kg）
T	:検量線から求めた抽出液の亜鉛濃度 (mg/L) (体積濃度)
0.2	:抽出液量 (L)
S	:試料の質量 (g)
1 000	:1 kg=1000 g の換算係数 (g/kg)

である。

5 測定の不確かさの要因

一般に、試験方法の不確かさの要因を考えるときは、操作手順、方法の妥当性、測定のトレーサビリティ等を考慮することとしているが、JIS 規格であるため方法の妥当性を検討しない。

本ガイドで取り上げる試験方法では、以下の要因が挙げられる。

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。

a) 試験環境

試験環境が影響する要因として、室温を特定し、ガラス製体積計に与える不確かさを考慮することとする。

b) オペレータ間の不確かさ

複数のオペレータ(例えば、試料採取・抽出する資格を付与されたオペレータ（以下「**前処理**オペレータ」という。）2 名及び **AAS** 試験をする資格を付与されたオペレータ（以下「**AAS** オペレータ」という。）2 名が配置されていたときのオペレータ間の不確かさは、試験室内評価実験と中間測定精度（オペレータ及び日間に限る）の解析を行って、測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

c) 日間の不確かさ

試験室内評価実験と中間測定精度（オペレータ及び日間に限る）の解析を行って、測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

d) 試料の不確かさ

本ガイドでは、活性炭が自然物ではなくロータリーキルン等によって均一になるよう焼成された粉体であり、試料が **JIS M 8100** 及び **JIS M 8811** によって全体を代表するように採取され、測定のばらつきが試料の不均一性によるばらつきよりもかなり大きいと考えられ、均一であると仮定して、不確かさの検討を行わない。

e) 抽出操作の不確かさ

AAS 定量試験による抽出操作の不確かさについて、考えられる要因を以下のとおり重要度の順に示す。その他の手順(試料の乾燥、溶液の pH 約 4、ろ過)及び**前処理**における混入・損失・揮散の不確かさは、試料を個々に定量した測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

1) 試料のはかり取り不確かさ

はかり取りの繰り返し不確かさは、採取しはかり取った試料を個々に定量した測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。天びんの校正標準不確かさ、目量及びはかり取り量表示の標準不確かさついて、標準不確かさの**タイプ B** 評価を行うこととした。

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) 溶液の量

JIS K 1474 6.13.1 d) 3)に規定する「冷却した後、溶液の量が 200 mL となるよう水を加えてよくかき混ぜ、ろ紙でろ過する。」について、**JIS K 1474 6.13.1 f) 3)**計算において、0.2 L と定数として扱っているため、試料を個々に定量した測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

3) 空試験

JIS K 1474 6.13.1 d) 6)に規定する「空試験として、水を用いて **1)~4)**の操作を行い得られた溶液を、**5)**の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液の指示値を補正する。」について、本ガイドでは空試験値の不確かさを 0 と仮定する。

f) AAS 測定の不確かさ

1) 検量標準液

JIS K 1474 6.13.1 e)に規定する「亜鉛標準液(Zn:l0 μg/mL)0.5~20 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え、**d) 5)**の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い溶液を調製し、**d) 5)**の操作を行って、標準液について得られた指示値を補正し、亜鉛の量と指示値との関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は、試料測定時に行う。」について、ガラス製体積計を使用して標準液を希釈した繰り返しの不確かさは、採取試料ごとの測定不確かさの**タイプ** A 評価に含めることとする。ガラス製体積計（メスピペット、全量ピペット及び全量フラスコ）及び環境条件ついては、標準不確かさの評価を行うこととした。

2) 検量線

JIS K 1474 6.13.1 d) 7)に規定する「検量線から亜鉛濃度を求める。」を「最小二乗法による一次回帰式から試料抽出液の亜鉛濃度を求める。」こととし、**JIS K 1474 6.13.1 e)**に規定する「検量線の作成は、試料測定時に行う。」について、検量線作成の繰り返し不確かさは、採取試料ごとの測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

3) AAS 装置

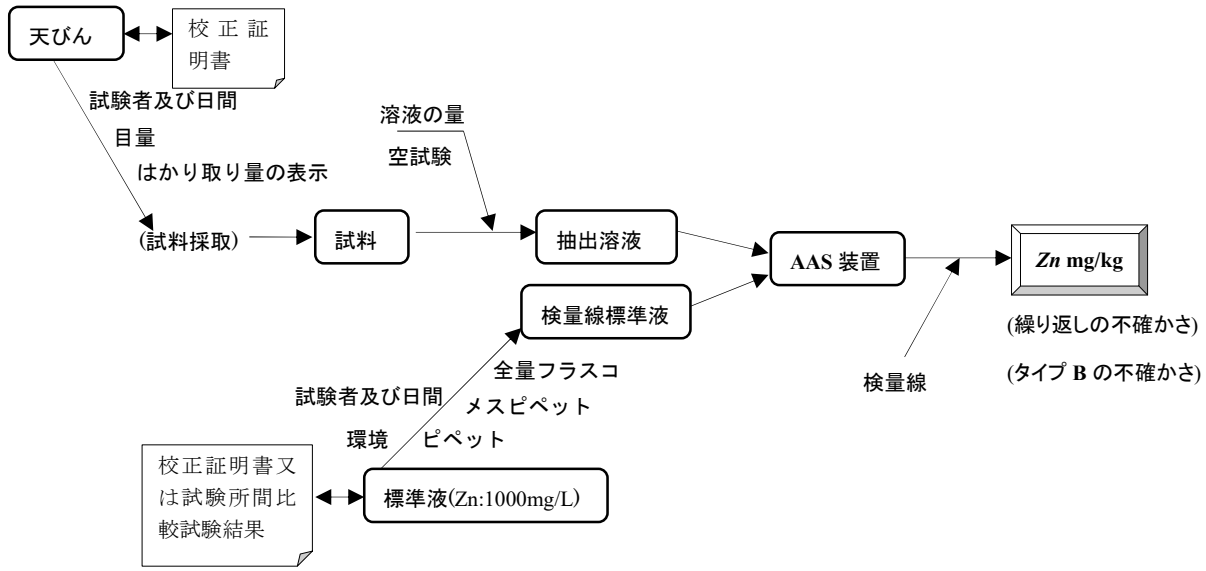
測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

4) 標準液の不確かさ

校正証明書から、標準不確かさの**タイプ B** の評価を行う。

g) 不確かさの要因図　不確かさの要因を**図 2** に示す。

図 2 不確かさの要因図



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 不確かさの見積もり方法

6.1 計測機器の校正の不確かさについて

試験所は、計測機器の校正の不確かさを見積もる場合、計測機器の校正結果を試験にどのように反映しているかによって以下の二つのケースから選択して見積もることができる。

a) 試験所が計測機器及び標準物質の校正値で補正する場合

計測機器及び標準物質の校正証明書等から入手した不確かさを適用する。本ガイドでは、校正を要する測定機器及び標準物質を天びん及び金属標準液として、校正証明書等から入手した不確かさを適用する。

b) 試験所が計測機器の校正値を補正しない場合

試験所が計測機器及び標準物質の校正値で補正せずに読み値をそのまま試験結果として採用し、同時に計測機器の校正値がその不確かさも含めて試験所自身が取り決めた管理範囲内にあれば使用可と判断していることがしばしばある。特に、同一仕様の計測機器を多数保有している試験所においては、計測機器の校正値を補正し、試験結果に反映させることは作業が繁雑となり、ヒューマンエラーを起こす可能性も高くなる。この場合、計測機器の校正の不確かさは試験所自身が取り決めた計測機器の管理範囲において矩形分布すると仮定して求める。

6.2 測定不確かさのタイプ A 評価 (mg/kg) $u_{cA}(Zn)$

本ガイドの **AAS** 定量試験は、**JIS M 8100** 及び **JIS M 8811** に基づき全体を代表するよう活性炭試料を採取するので、同一ロットから無作為に取られた試料はばらつきを無視できると仮定する。

試料を *n* 個採取した繰り返しの亜鉛定量値Zn_i (mg/kg, i = 1, 2, 3,･･･, n)が得られれば、この数値群に対して、平均値及び推定母標準偏差$\hat{\sigma}$を計算することができる。これらから繰り返しの測定不確かさの$u_{cA}(Zn)$は、

$$\overline{Zn} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Zn_i$$

$$\hat{\sigma}(Zn) = \frac{1}{\sqrt{n-1}}\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(Zn_i - \overline{Zn})^2} \qquad (3)$$

$$u_{cA}(Zn) = \frac{\hat{\sigma}(Zn)}{\sqrt{n}} \qquad (4)$$

によって求められる。

ここで、

$\overline{Zn}$	:亜鉛定量値 *Zn* (mg/kg)の平均値
n	:採取した活性炭試料の個数
$\hat{\sigma}(Zn)$	:亜鉛定量値 *Zn* (mg/kg)の推定母標準偏差
$u_{cA}(Zn)$	:亜鉛定量値 *Zn* (mg/kg)の平均値の標準不確かさ

である。

この測定不確かさを評価するためには、採取試料 **10** 個の繰り返し測定を行うことを推奨する。

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。

a) 試験所の試験室内評価実験と中間測定精度の解析

試験所では、4 つの重要な因子（時間、校正、オペレータ、装置）が測定のばらつきに寄与していると考え、試験所の状態を以下のとおり、**表 1** にまとめた。

表 1 4 つの重要な因子とその状態

因子	試験室内の測定条件	
	状態 **1**（同じ）	状態 **2**（異なる）
時間**(T)**	同じときに行われた測定	時間を変えて行われた測定（**該当**）
校正**(C)**	測定の間には校正は行わない（**該当**）	測定の間には校正が行われる
オペレータ**(O)**	同一オペレータ	異なるオペレータ（**該当**）
装置**(E)**	再校正を行わない同一装置（**該当**）	異なる装置

試験所では、4 つの因子を全ての条件を検討する再現精度を求めるのではなく、中間条件として均一と仮定した測定試料、同じ方法を用い、同じ試験室で、時間**(T)**及びオペレータ**(O)**の 2 つの因子が異なるものを用いて独立な測定結果を測定の中間条件とした。

［時間＋オペレータ］が異なる中間標準偏差の推定値は、次のとおり定義する。

$$s_{\mathrm{I(TO)}} = \frac{1}{\sqrt{n-1}} \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (Zn_i - \overline{Zn})^2} \qquad \textbf{(3.1)}$$

1) 試験環境(試験温度及び湿度)の不確かさ

ある試験室では、**JIS K 0050 化学分析方法通則 8 分析場所の状態**（以下「**分析場所の状態**」という。）において、「a) 標準温度は、20 ℃とする。分析場所の温度は、常温 20 ℃±5 ℃又は室温 20 ℃±15 ℃のいずれかとする。冷所とは、1 ℃～5 ℃ の場所とする。」と規定されているため、**AAS** 装置メーカー指定の動作環境を確認の上、室温を 20 ℃±5 ℃としていた。

同様に湿度は、**分析場所の状態**において、「b) 湿度 標準湿度は、相対湿度 65 % とする。分析場所の湿度は、常湿 65 %± 20 % とする。」と規定されているため、相対湿度 65 %±20 %としていた。

試験環境が影響する要因として、室温を特定し、20 ℃±5 ℃が、ガラス製体積計に与える不確かさを考慮することとした。

2) AAS 装置の繰り返し不確かさ

本ガイドでは、**AAS** 装置が 1 台で、定期的に **JIS K 0121 原子吸光分析通則**の**附属書(規定)原子吸光分析装置の使用判定項目**（装置検出下限**(ILOD)**、方法定量下限**(MLOQ)**、短時間安定性、長時間安定性及び検量線の妥当性）を満足していれば、以下の要因について、採取試料ごとの測定不確かさの**タイプ A** 評価に含めることとする。

2.1) 装置のバックグラウンド

検量線作成用空試験用溶液を測定し、装置に対する分析対象元素のバックグラウンドを確認している。

2.2) 装置による検量線再現性

2.3) 装置による繰り返しによる変動

b) 依頼試験（試験報告書に不確かさの表示の要求があった場合）

試験環境及び **AAS** 装置の繰り返しの不確かさについては、**6.2 a)**と同様である。

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。

活性炭の亜鉛定量及び不確かさの算出を要求する依頼試験を受託した場合、測定不確かさの**タイプ A** 評価には、原則 1 名の**前処理**オペレータ及び1名の **AAS** オペレータで行う場合でも、採取試料の個数が 10 個の繰り返し試料測定を行うことが推奨されるが、ここでは原則 7 個とした。また、過去に得られたプールデータが同一のプロパティを持つと推定できる場合、繰り返しデータに含めることができる。よって、依頼試験の試料測定の繰り返しの推定標準不確かさ$u_{cA}(Zn)$を求めるためには、以下のデータを引用する方法も考えられる。

1) JIS 規格の解説に掲載された共同実験データ

利用することが可能な場合、共同実験データから相対標準偏差が分かれば、報告値との積を求めて、採取試料の測定繰り返し推定標準不確かさ$u_{cA}(Zn)$とする。ただし、平均値、最大値及び最小値のみのときは、矩形分布を仮定して$\sqrt{3}$で除して相対標準偏差として同様に求める。

2) 定期的な試験所内比較試験データ

依頼検査における値が 2 個の測定値で報告されると規定されていたとき、実験分散は、相加平均$\bar{q}$の実験分散$s^2(\bar{q})$ /2 よりも、s_p^2 /2（直近の試験所内比較試験の実験分散s_P）によって、よりよく推定される。

よって、標準不確かさは、$u = s_p / \sqrt{2}$となる。（**GUM 4.2.4**）

3) 依頼試験同時並行試験試料データ

試験所内で均一な試料を設定し、試験の都度、同時並行で試験を行っている場合、最大値及び最小値の範囲を矩形分布として仮定して$\sqrt{3}$で除し、平均値から相対標準偏差として、報告値との積を繰り返しの推定標準不確かさ$u_{cA}(Zn)$とする。

6.3 AAS 定量試験評価 (mg/kg) $u_{cB}(Zn)$

6.3.1 評価項目

このガイドに示す **AAS** の不確かさの見積もり事例は、数式モデルとして表現できる試験方法であり、「**JNLA** の試験における測定の不確かさの適用に関する方針」で規定するカテゴリー分類第Ⅲ類「定量試験 B」に該当すると考えられる。

AAS における測定不確かさの**タイプ A** 評価以外のすべての得られる情報には、校正証明書、製造者の仕様書、計算、公表されている情報(JIS 規格類の結果の表示方法及び体積計の許容誤差等)がある。これらの情報の値の単位は、質量、体積及び環境（温度）があり、そのままでは亜鉛定量値(mg/kg)の合成標準不確かさを求めることができない。

このガイドでは、繰り返し採取された試料から得られる測定不確かさの**タイプ A** 評価以外の方法で決定される測定成分の評価を**AAS 定量試験評価**と定義し、**AAS** 定量試験の過程で発生する**タイプ A** 及び**タイプ B** の標準不確かさを順次前項の項目の値を繰り込んでゆくこととした。

a) 検量標準液の亜鉛濃度(体積濃度) (Zn: μg/mL)の不確かさ

本ガイドでは、検量標準液を調製過程で、体積1 L 未満のガラス製体積計（全量ピペット、全量フラスコ及びメスピペット等）類を使用して希釈操作を行い、計算過程を分かりやすくするために、不確かさ算出過程で亜鉛の体積濃度単位をμg/mLと表示する。

1) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{10})$)

2) 検量標準液の体積濃度の標準不確かさ

2.1) 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{1.0})$)

2.2) 検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.5})$)

2.3) 検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{2.5})$)

2.4) 検量標準液(Zn:0.1 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{0.1})$)

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。

b) 検量線から求めた抽出液の亜鉛濃度(mg/L) (体積濃度)の標準不確かさ$u_{cc}(x_0)$

亜鉛濃度について**1 μg/mL=1 mg/L** であるため、検量線から求めた結果の値をそのままに、単位を mg/L に変換する。

c) 亜鉛定量値(mg/kg)(質量濃度)の標準不確かさ$u_{cB}(Zn)$

JIS K 1474 6.13.1 f)に規定する式から不確かさの伝播則を求める。

6.3.2 不確かさ見積り手順

6.3.2.1 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{10})$)

a) 測定のモデル式

亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL) を全量ピペット 5 mL でとり、全量フラスコ 500 mL に入れ、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加え、水を標線まで加えたときの濃度は、

$$C_{10} = fC_{1000}\frac{v_5}{v_{500}} \qquad (1.1.1)$$

によって求められる。

ここで、

C_{10} ：亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）

C_{1000} ：亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の呼び体積濃度

v_5 ：全量ピペット 5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の体積

v_{500} ：全量フラスコ 500 ml で希釈された後の体積

f ：亜鉛標準液のファクター（校正証明書等に記載された値を 1000 で除した値）

である。

b) 不確かさ要因

不確かさ要因は、

1) 亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL) ($u(C_{1000})$)

亜鉛標準液の校正証明書より求める。

2) 全量ピペット 5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の体積の不確かさ(mL) ($u(v_5)$)

この不確かさは、以下の標準不確かさの合成として求められる。

2.1) 全量ピペットの体積の不確かさ ($u_p(v_5)$)

全量ピペットに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

2.2) 試験室環境に起因する不確かさ ($u_t(v_5)$)

試験室温の変動から求める。

3) 全量フラスコ 500 ml で希釈された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の不確かさ(mL) ($u(v_{500})$)

この標準不確かさは以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

3.1) 全量フラスコの体積の不確かさ ($u_p(v_{500})$)

全量フラスコに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

3.2) 試験室環境に起因する不確かさ($u_t(v_{500})$)

試験室温の変動から求める。

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。

c) 不確かさの伝播則

式(**1.1.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式(**1.1.2**)に示す。

$$u^2(C_{10}) = \left(\frac{\partial C_{10}}{\partial C_{1000}}\right)^2 u^2(C_{1000}) + \left(\frac{\partial C_{10}}{\partial v_5}\right)^2 u^2(v_5) + \left(\frac{\partial C_{10}}{\partial v_{500}}\right)^2 u^2(v_{500})$$

$$= \left(f\frac{v_5}{v_{500}}\right)^2 u^2(C_{1000}) + \left(\frac{fC_{1000}}{v_{500}}\right)^2 u^2(v_5) + \left(-\frac{fC_{1000}v_5}{v_{500}^2}\right)^2 u^2(v_{500}) \qquad \textbf{(1.1.2)}$$

ここで、

$$u^2(v_5) = u_{\mathrm{p}}^2(v_5) + u_t^2(v_5) \qquad \textbf{(1.1.2.1)}$$

$$u^2(v_{500}) = u_p^2(v_{500}) + u_t^2(v_{500}) \qquad \textbf{(1.1.2.2)}$$

である。

6.3.2.2 検量標準液の体積濃度の不確かさ

6.3.2.2.1 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{1.0})$)

a) 測定のモデル式

亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL) をメスピペットで 10 mL とり、全量フラスコ 100 mL に入れ、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加え、水を標線まで加えたときの濃度は、

$$C_{1.0} = C_{10}\frac{v_{10}}{v_{100}} \qquad \textbf{(1.2.1.1)}$$

によって求められる。

ここで、

$C_{1.0}$ ：検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）

C_{10} ：亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度

v_{10} ：メスピペット 10 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積

v_{100} ：全量フラスコ 100 ml で希釈された後の体積

である。

b) 不確かさの要因

不確かさ要因は、

1) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

式(**1.1.2**)で求めた標準不確かさ$u(C_{10})$を用いる。

2) メスピペット 10 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{10})$)

この標準不確かさは、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

2.1) メスピペットの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{10})$)

メスピペットに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

2.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{10})$)

試験室温の変動から求める。

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。

3) 全量フラスコ 100 ml で希釈された検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{100})$)

この標準不確かさは以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

3.1) 全量フラスコの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{100})$)

全量フラスコに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

3.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ(mL) ($u_t(v_{100})$)

試験室温の変動から求める。

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。

c) 不確かさの伝播則

式(**1.2.1.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式(**1.2.1.2**)に示す。

$$u^2(C_{1.0}) = \left(\frac{\partial C_{1.0}}{\partial C_{10}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{\partial C_{1.0}}{\partial v_{10}}\right)^2 u^2(v_{10}) + \left(\frac{\partial C_{1.0}}{\partial v_{100}}\right)^2 u^2(v_{100})$$

$$= \left(\frac{v_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{10}) + \left(-\frac{C_{10}v_{10}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.1.2)}$$

ここで、

$$u^2(v_{10}) = u_p^2(v_{10}) + u_t^2(v_{10}) \qquad \textbf{(1.2.1.2.1)}$$

$$u^2(v_{100}) = u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.1.2.2)}$$

である。

6.3.2.2.2 検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ(μg/mL) ($u(C_{0.5})$)

a) 測定のモデル式

亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL) をメスピペットで 5 mL とり、全量フラスコ 100 mL に入れ、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加え、水を標線まで加えたときの濃度は、

$$C_{0.5} = C_{10}\frac{v2_5}{v_{100}} \qquad \textbf{(1.2.2.1)}$$

によって求められる。

ここで、

$C_{0.5}$:検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）

C_{10} :亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度

$v2_5$:メスピペット 5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積

v_{100} :全量フラスコ 100 ml で希釈された後の体積

である。

b) 不確かさ要因

不確かさ要因は、

1) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

式(**1.1.2**)で求めた標準不確かさ$u(C_{10})$を用いる。

2) メスピペット 5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL)($u(v2_5)$)

この標準不確かさは、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

2.1) メスピペットの体積の標準不確かさ(mL)($u_p(v2_5)$)

メスピペットに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

2.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL)($u_t(v2_5)$)

試験室温の変動から求める。

3) 全量フラスコ 100 ml で希釈された検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{100})$)

この標準不確かさは以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

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。

3.1) 全量フラスコの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{100})$)

全量フラスコに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

3.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ(mL) ($u_t(v_{100})$)

試験室温の変動から求める。

c) 不確かさの伝播則

式(**1.2.2.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式(**1.2.2.2**)に示す。

$$u^2(C_{0.5}) = \left(\frac{\partial C_{0.5}}{\partial C_{10}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{\partial C_{0.5}}{\partial v2_5}\right)^2 u^2(v2_5) + \left(\frac{\partial C_{0.5}}{\partial v_{100}}\right)^2 u^2(v_{100})$$

$$= \left(\frac{v2_5}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v2_5) + \left(-\frac{C_{10}v2_5}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.2.2)}$$

ここで、

$$u^2(v2_5) = u_p^2(v2_5) + u_t^2(v2_5) \qquad \textbf{(1.2.2.2.1)}$$

$$u^2(v_{100}) = u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.2.2.2)}$$

である。

6.3.2.2.3 検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の不確かさ (μg/mL) ($u(C_{0.25})$)

a) 測定のモデル式

亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL) をメスピペットで 2.5 mL とり、全量フラスコ 100 mL に入れ、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加え、水を標線まで加えたときの濃度は、

$$C_{0.25} = C_{10}\frac{v_{2.5}}{v_{100}} \qquad \textbf{(1.2.3.1)}$$

によって求められる。

ここで、

$C_{0.25}$: 検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）

C_{10} : 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度

$v_{2.5}$: メスピペット 2.5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積

v_{100} : 全量フラスコ 100 ml で希釈された後の体積

である。

b) 不確かさ要因

不確かさ要因は、

1) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

式(**1.1.2**)で求めた標準不確かさ$u(C_{10})$を用いる。

2) メスピペット 2.5 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{2.5})$)

この標準不確かさは、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

2.1) メスピペットの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{2.5})$)

メスピペットに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

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。

2.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{2.5})$)

試験室温の変動から求める。

3) 全量フラスコ 100 ml で希釈された検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{100})$)

この標準不確かさは以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

3.1) 全量フラスコの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{100})$)

全量フラスコに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

3.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{100})$)

試験室温の変動から求める。

c) 不確かさの伝播則

式(**1.2.3.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式(**1.2.3.2**)に示す。

$$u^2(C_{0.25}) = \left(\frac{\partial C_{0.25}}{\partial C_{10}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{\partial C_{0.25}}{\partial v_{2.5}}\right)^2 u^2(v_{2.5}) + \left(\frac{\partial C_{0.25}}{\partial v_{100}}\right)^2 u^2(v_{100})$$

$$= \left(\frac{v_{2.5}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{2.5}) + \left(-\frac{C_{10}v_{2.5}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.3.2)}$$

ここで、

$$u^2(v_{2.5}) = u_p^2(v_{2.5}) + u_t^2(v_{2.5}) \qquad \textbf{(1.2.3.2.1)}$$

$$u^2(v_{100}) = u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.3.2.2)}$$

である。

6.3.2.2.4 検量標準液(Zn:0.1 μg/mL)の体積濃度の不確かさ (μg/mL) ($u(C_{0.1})$)

a) 測定のモデル式

亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)) をメスピペット 1.0 mL でとり、全量フラスコ 100 mL に入れ、試料抽出溶液と同じ酸濃度となるように酸を加え、水を標線まで加えたときの濃度は、

$$C_{0.1} = C_{10}\frac{v_{1.0}}{v_{100}} \qquad \textbf{(1.2.4.1)}$$

によって求められる。

ここで、

$C_{0.1}$:検量標準液(Zn:0.10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）

C_{10} :亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度

$v_{1.0}$:メスピペット 1.0 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積

v_{100} :全量フラスコ 100 ml で希釈された後の体積

である。

b) 不確かさ要因

不確かさ要因は、

1) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

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。

式(**1.1.2**)で求めた標準不確かさ$u(C_{10})$を用いる。

2) メスピペット 1.0 ml で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{1.0})$)

この標準不確かさは、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

2.1) メスピペットの体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{1.0})$)

メスピペットに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

2.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{1.0})$)

試験室温の変動から求める。

3) 全量フラスコ 100 ml で希釈された検量標準液(Zn:0.10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{100})$)

この標準不確かさは以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

3.1) 全量フラスコの体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{p_{100}})$)

全量フラスコに関する **JIS R 3505-1994** の許容差より求める。

3.2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u(v_{t_{100}})$)

試験室温の変動から求める。

c) 不確かさの伝播則

式(**1.2.4.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式(**1.2.4.2**)に示す。

$$u^2(C_{0.1}) = \left(\frac{\partial C_{0.1}}{\partial C_{10}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{\partial C_{0.1}}{\partial v_{1.0}}\right)^2 u^2(v_{1.0}) + \left(\frac{\partial C_{0.1}}{\partial v_{100}}\right)^2 u^2(v_{100})$$

$$= \left(\frac{v_{1.0}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{1.0}) + \left(-\frac{C_{10}v_{1.0}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.4.2)}$$

ここで、

$$u^2(v_{1.0}) = u_p^2(v_{1.0}) + u_t^2(v_{1.0}) \qquad \textbf{(1.2.4.2.1)}$$

$$u^2(v_{100}) = u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100}) \qquad \textbf{(1.2.4.2.2)}$$

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。

6.3.2.3 検量線の不確かさ(μg/mL)) ($u_c(x_0)$)

a) 検量線のモデル式

本ガイドでは、検量線の不確かさの算出は、**JCG200S21** ([3])の **5. 最小二乗法による一次回帰式の不確かさ**に基づき、**JCG200S21 5.**に記された式(1)から、検量線のモデル式は、検量線から求めた抽出液の体積濃度（測定対象量）を x_0、原子吸光度の読み値を y_0 とすると、一次回帰式$y_0 = \hat{\alpha} + \hat{\beta}x_0$を変形した式$y_0$=$\hat{\beta}(x_i - \bar{x}) + \bar{y}$ の逆関数である、

$$x_0 = \frac{y_0 - \bar{y}}{\hat{\beta}} + \bar{x} \qquad \textbf{(5.1)}$$

ここで、

x_0 ：検量線から求めた抽出液の体積濃度（測定対象量）(*Zn*: μg/mL)

y_0 ：抽出液の原子吸光度読み値（ブランクを差し引いた値）

$\bar{y}$ ：各検量標準液の原子吸光度の読み値の和から求めた平均値

$\bar{x}$ ：各検量標準液の濃度の和から求めた平均値(*Zn*: μg/mL)

$\hat{\beta}$ ：検量線の傾き（“^”は推定値を表す。）

である。

b) 不確かさの伝播則

式**(5.1)**に不確かさの伝播則を適用した式は、**JCG200S21** ([3])の **5.**に記された式(1)から導かれた式(8)を適用することとする。

$$u_{cc}^2(x_0) = \frac{\hat{\sigma}_e^2}{\hat{\beta}^2}\left\{\frac{1}{l} + \frac{1}{n} + \frac{(y_0 - \bar{y})^2}{\hat{\beta}^2 \sum(x_i - \bar{x})^2}\right\} + u_s^2(x) \qquad \textbf{(5.2)}$$

ここで、

$u_{cc}(x_0)$ ：検量線から求めた抽出液の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ(*Zn*: μg/mL)

$\hat{\sigma}_e^2$ ：残差の分散

$\hat{\beta}$ ：検量線の傾き（“^”は推定値を表す。）

l ：抽出液の原子吸光度読み値の繰り返し回数

n ：検量線の点の数

関数が一次式$f(x) = ax + b$であれば$n_p = 2$（ただし、ゼロ点を通るものと仮定すれば$f(x) = ax$となり、$n_p = 1$）となる。

y_0 ：抽出液の原子吸光度読み値（ブランクを差し引いた値）

$\bar{y}$ ：各検量標準液の原子吸光度の読み値の和から求めた平均値

$\bar{x}$ ：各検量標準液の体積濃度の和から求めた平均値(*Zn*: μg/mL)

x_i ：検量標準液の任意の体積濃度(*Zn*: μg/mL)

y_i ：検量標準液の任意の原子吸光度の読み値（ブランクを差し引いた値）

$u_s(x)$ ：検量標準液の不確かさが存在しているため、式**(4.1)**の$\bar{x}$の項に不確かさの伝播則を当てはめた。当てはめる検量標準液の標準不確かさは、**6.3.2.2** で求めた標準不確かさのうち最大のものを採用する。

であり、

残差の分散

$$\hat{\sigma}_e^2 = \frac{\Sigma\left[y_i - \left\{\hat{\beta}(x_i - \bar{x}) + \bar{y}\right\}\right]^2}{n - 2} \qquad \textbf{(5.2.1)}$$

検量線の傾き

$$\hat{\beta} = \frac{\Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\Sigma(x_i - \bar{x})^2} \qquad \textbf{(5.2.2)}$$

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。

である。

注([3]) 認定センター公開文書:**JCG200S21-01 校正方法と不確かさに関する表現（内挿校正式）**
p 5/11 5.**最小二乗法による一次回帰式の不確かさ**
http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/pdf/koukaib_f/JCG200S21-01.pdf

6.3.2.4 亜鉛定量の不確かさ (mg/kg) ($u_{cB}(Zn)$)

a) 定量のモデル式

式(**5.1**)のx_0を式(**2**)の T に代入すると、

$$Zn = \frac{x_0 \times 0.2}{S} \times 1000 \qquad (\mathbf{2.1})$$

ここで、

Zn	:亜鉛（mg/kg）
x_0	:検量線から求めた抽出液の亜鉛濃度 (mg/L) (体積濃度)
0.2	:抽出液量 (L)
S	:試料の質量 (g)
1 000	:1 kg=1000 g の換算係数 (g/kg)

である。

b) 不確かさ要因

不確かさ要因は、以下のとおりである。

1) 検量線から求めた抽出液の亜鉛の体積濃度の標準不確かさ (mg/L) ($u_{cc}(x_0)$)

式(**5.2**)を適用して求めた標準不確かさ

2) 試料の標準不確かさ (g) ($u(S)$)

この標準不確かさは、以下の三つの標準不確かさの合成として求められる。

2.1) 天びんの校正標準不確かさ ($u_b(S)$)

天びんの校正証明書より求める。

2.2) 天びんの目量の標準不確かさ ($u_r(S)$))

天びんの目量を確認する。ただし、$u_b(S)$や$u_d(S)$と比べて 1/10 以下と十分小さいときは、無視する。

2.3) はかり取り量表示の標準不確かさ $u_d(S)$

試料約 4.0 g をはかり取った小数点以下のけた数の不確かさ。

ある試験所では、**JIS K 1474 6.13.2 d) 1)**に規定する「試料約 4.0 g を 10 mg のけたまではかり、・・・」から、手順書で 1 mg のけたまではかることとした。

c) 不確かさの伝播則

式(**2.1**)に不確かさの伝播則を適用した式を式に示す。

$$u_{cB}^2(Zn) = \left(\frac{\partial Zn}{\partial x_0}\right)^2 u^2(x_0) + \left(\frac{\partial Zn}{\partial S}\right)^2 u^2(S)$$

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。

$$= \left(\frac{0.2 \times 1000}{S}\right)^2 u^2(x_0) + \left(-\frac{x_0 \times 0.2 \times 1000}{S^2}\right)^2 u^2(\mathrm{S}) \qquad (2.2)$$

ここで、

$$u^2(S) = u_b^2(S) + u_r^2(S) + u_a^2(S) \qquad (2.2.1)$$

である。

6.3.2.5 合成標準不確かさ(mg/kg)($u_c(Zn)$)

合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)は、式(4)及び式(2.2)から求めた値を合成して、

$$u_c^2(Zn) = u_{\mathrm{cA}}^2(Zn) + u_{\mathrm{cB}}^2(Zn) \qquad (6)$$

によって求められる。

ここで、

$u_c(Zn)$ ：合成標準不確かさ(mg/kg)

$u_{\mathrm{cA}}(Zn)$ ：繰り返し採取した試料測定の推定標準不確かさ(mg/kg)

$u_{\mathrm{cB}}(Zn)$ ：**AAS** における測定不確かさの**タイプ A** 評価以外のすべての得られる情報（校正証明書、製造者の仕様書、温度、JIS 規格の表示方法及び体積計の許容誤差等から合成した標準不確かさ(mg/kg)

である。

6.3.2.6 拡張不確かさ(mg/kg)($U(Zn)$)

拡張不確かさ$U(Zn)$は、式(6)から求めた合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)に包含係数 k=2 を乗じた値とする。

$$U(Zn) = k \times u_{\mathrm{c}}(Zn) \qquad \text{包含係数 } k\text{=2 とした拡張不確かさ} \qquad (7)$$

7 不確かさの見積もり事例

7.1 試験所の試験室内評価実験による見積り事例

7.1.1 測定不確かさのタイプ A 評価の標準不確かさ(mg/kg) $u_{\mathrm{cA}}(Zn)$

ある試験所では、定義された測定条件下で得られる測定された値の統計解析による測定不確かさの成分の評価を、以下のとおり実施していた。

a) 中間測定精度

試験所では、4 つの重要な因子（時間、校正、オペレータ、装置）が測定のばらつきに寄与していると考え、均一と仮定した測定試料について同じ方法を用い、同じ試験室で、時間及びオペレータの 2 つの因子が異なるものを用いて独立な測定結果を測定の中間条件（4 つの因子のうち 2 つの因子に限定）とした。

前処理オペレータが 3 名(P=3)及び **AAS** オペレータ 2 名(A=2)いた。採取試料 **3** 個の測定を行い合計 **12** 回（>**10** 回）の実験を実施し、また、1 ヶ月後に同様に試験を行ったとする。オペレータ 1 名あたり採取試料 **10** 個以上の繰り返しができるよう試験を計画し、実験し、**表 2** に示す結果を得た。

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。

表 2 試験所内比較試験結果(4)

		前処理 P_1	前処理 P_2	前処理 P_3
		mg/kg	mg/kg	mg/kg
第1日目 d_1	**AAS** 操作 A_1	25.40	24.85	25.93
		25.49	25.74	25.59
		25.25	24.97	26.11
	AAS 操作 A_2	26.10	26.39	25.50
		25.27	25.52	25.05
		26.03	25.13	25.90
第2日目 d_2	**AAS** 操作 A_1	25.54	25.13	26.92
		26.34	25.61	25.55
		26.37	25.04	25.94
	AAS 操作 A_2	25.17	25.89	25.68
		25.92	26.55	26.62
		24.79	26.07	26.86

採取した試料の個数	36
前処理オペレータの人数(水準)	3
AAS オペレータの人数(水準)	2
定量値の和	926.21 mg/kg
検量線から求めた抽出液の亜鉛体積濃度の平均値	0.5146 mg/L
試料のはかり取りの平均値（呼び）	4.000 g
定量値の平均値	25.73 mg/kg
定量値の標準偏差	0.5620 mg/kg
試験報告書あたりの**前処理**オペレータの人数	1
試験報告書あたりの **AAS** オペレータの人数	1
試験報告書に記載する報告値の平均値の n 数	2

注(4)　表中のデータは実際の測定に基づくものではなく、架空のデータである。

b) 繰り返しの標準不確かさ(mg/kg) $u_{cA}(Zn)$

表 2 の結果から、繰り返し採取した試料の定量値が 36 個(P×A×D×n=36)あり、その全体の推定母平均値 $\hat{\mu}$ 及び中間標準偏差の推定値 $s_{I(TO)}$ を求めたところ、

$$\hat{\mu} = 25.73 \text{ mg/kg}$$

$$s_{I(TO)} = 0.5620 \text{ mg/kg}$$

であった。

試験所の受託試験にけるルーチン業務の手順書では、1 名の**前処理**オペレータが 2 試料を採取し併行して抽出を行い、1 名の **AAS** オペレータが検量線を 2 回引いて、n=2 の平均値を求めて試験報告値を作成することになっていた。よって、ルーチン業務での採取試料 2 個の測定の標準不確かさ $(u_{cA}(Zn))$ を想定して、式**(3.1)**を適用し $\sqrt{2}$ で除して求めた。

$$u_{cA}(Zn) = \frac{s_{I(TO)}}{\sqrt{n}} = \frac{0.5620}{\sqrt{2}} = 0.3974 \text{ mg/kg} \qquad (8)$$

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。

7.1.2 AAS 定量試験評価 (mg/kg) $u_{cB}(Zn)$

7.1.2.1 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL) の体積濃度の不確かさ(μg/mL) ($u(C_{10})$)

a) 亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL) ($u(C_{1000})$)

校正証明書より、濃度 1005mg/L(濃度 1000mg/kg、f=1.005 として計算する)、拡張不確かさは 0.8 %であった。よって、

$$u(C_{1000}) = \frac{U}{2} \times fC_{1000} = \frac{0.008}{2} \times 1.005 \times 1000 = 4.02 \text{ μg/mL}$$

である。

b) 全量ピペット 5 mL で分取された亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の体積の標準不確かさ(mL)($u(v_5)$)

標準不確かさ$u(v_5)$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量ピペット 5 mL の体積の標準不確かさ (mL)($u_p(v_5)$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 3** の体積許容差クラス **A** では、±0.015 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_5) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.008660 \text{ mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL)($u_t(v_5)$)

分析場所の状態の規定を採用して、試験室環境を 20 ℃±5 ℃としていた。

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定する。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887 \text{ ℃}$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、(標準液の熱膨張係数)×(標準液の体積)となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量ピペットで分取される標準液の体積 5 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_5) = \rho_{20} \times v_5 \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 2.887 = 0.003031 \text{ mL}$$

となる。

標準不確かさ$u(v_5)$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_5)$及び$u_t(v_5)$を合成して、

$$u(v_5) = \sqrt{u_p^2(v_5) + u_t^2(v_5)} = \sqrt{0.008660^2 + 0.003031^2} = 0.009175 \text{ mL}$$

となる。

c) 全量フラスコ 500 mL で希釈された後の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{500})$)

標準不確かさ$u(v_{500})$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量フラスコ 500 mL の体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{500})$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 4** の体積許容差クラス **A** では、±0.25 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

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。

$$u_p(v_{500}) = \frac{0.25}{\sqrt{3}} = 0.1443 \text{ mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{500})$)

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。**7.1.2.1 b) 2)**と同様に、試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887 \text{ ℃}$$

となる。

ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、（標準液の熱膨張係数）×（標準液の体積）となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量フラスコで希釈される標準液の体積 500 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{500}) = \rho_{20} \times v_{500} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 500 \times 2.887 = 0.3031 \text{ mL}$$

となる。

3) 標準不確かさ (mL) $u(v_{500})$

標準不確かさ$u(v_{500})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{500})$及び$u_t(v_{500})$を合成して、

$$u(v_{500}) = \sqrt{u_p^2(v_{500}) + u_t^2(v_{500})} = \sqrt{0.1443^2 + 0.3031^2} = 0.3357 \text{ mL}$$

となる。

d) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

これまで求めた標準不確かさ$u(C_{1000})$、$u(v_5)$及び$u(v_{500})$を式(**1.1.2**)に代入し、亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさを求めると、

$$u(C_{10}) = \sqrt{\left(\frac{v_5}{v_{500}}\right)^2 u^2(C_{1000}) + \left(\frac{fC_{1000}}{v_{500}}\right)^2 u^2(v_5) + \left(-\frac{fC_{1000}v_5}{v_{500}^2}\right)^2 u^2(v_{500})}$$

$$= \sqrt{\left(1.005 \times \frac{5}{500}\right)^2 4.00^2 + \left(\frac{1.005 \times 1000}{500}\right)^2 0.009175^2 + \left(-\frac{1.005 \times 1000 \times 5}{500^2}\right)^2 0.3357^2}$$

$$= 0.04474 \text{ μg/mL} \quad (9)$$

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。

e) バジェットシート

バジェットシート 1

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{1000})$	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	4.02 μg/mL	0.01	0.0402 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の校正証明書の濃度は、1 005 μg/mL 拡張不確かさは、0.8 % V_5の呼び容量1 mL v_{500}の呼び容量100 mL 感度係数=5 /500 = 0.01
$u_p(v_5)$	全量ピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.008660 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表3**の体積許容差クラス**A**では、±0.015 mL
$u_t(v_5)$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.003031 mL			
$u(v_5)$	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)から5 mL分取した不確かさ	0.009175 mL	2 .01 μg/mL^2	0.018442 μg/mL	fC_{1000} = 1005 μg/mL v_{500}の呼び容量500 mL 感度係数=1.005 × 1 000 /500 = 2.01 μg/mL^2
$u_p(v_{500})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.1443 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.25 mL
$u_t(v_{500})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.3031 mL			
$u(v_{500})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.3357 mL	0.0201 μg/mL^2	0.006748 μg/mL	fC_{1000} = 1 005 μg/mL v_5の呼び容量5 mL v_{500}の呼び容量500 mL 感度係数=1 005 × 5/500^2 = 0.0201 μg/mL^2
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.04474 μg/mL	$u(C_{1000})$、$u(v_5)$、$u(v_{500})$を合成したもの

7.1.2.2 検量標準液の不確かさ

7.1.2.2.1 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の亜鉛の体積濃度の不確かさ $u(C_{1.0})$

a) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL) ($u(C_{10})$)

標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**9**)より、

$$u(C_{10}) = 0.04474 \ \mu g/mL$$

である。

b) メスピペット 10 mL で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{10})$)

標準不確かさ$u(v_{10})$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) メスピペット 10 mL の体積の標準不確かさ (mL) ($u_p(v_{10})$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 2** の体積許容差クラス **A** では、±0.05 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_{10}) = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.02887 \text{ mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) $u_t(v_{10})$

試験室環境を **7.1.2.1 b) 2)**と同様に、20 ℃±5 ℃としていた。分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここ

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。

では試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定する。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887\ ℃$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、（標準液の熱膨張係数）×（標準液の体積）となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、メスピペットで分取される標準液の体積 10 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{10}) = \rho_{20} \times v_{10} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 2.887 = 0.006062\ \text{mL}$$

となる。

3) 標準不確かさ $u(v_{10})$

標準不確かさ$u(v_{10})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{10})$及び$u_t(v_{10})$を合成して、

$$u(v_{10}) = \sqrt{u_p^2(v_{10}) + u_t^2(v_{10})} = \sqrt{0.02887^2 + 0.006062^2} = 0.02950\ \text{mL}$$

となる。

c) 全量フラスコ 100 mL で希釈された後の体積の標準不確かさ（mL）$u(v_{100})$

標準不確かさ$u(v_{100})$は、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量フラスコ 100 mL の体積の標準不確かさ(mL) $u_p(v_{100})$

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 4** の体積許容差クラス **A** では、±0.1 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_{100}) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.05774\ \text{mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) $u_t(v_{100})$

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。**7.1.2.1 b) 2)**と同様に、試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887\ ℃$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、（標準液の熱膨張係数）×（標準液の体積）となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量フラスコで希釈される標準液の体積 100 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{100}) = \rho_{20} \times v_{100} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 100 \times 2.887 = 0.06062\ \text{mL}$$

となる。

3) 標準不確かさ (mL) $(u(v_{100}))$

標準不確かさ$u(v_{100})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{100})$及び$u_t(v_{100})$を合成して、

$$u(v_{100}) = \sqrt{u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100})} = \sqrt{0.05774^2 + 0.06063^2} = 0.08372\ \text{mL}$$

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。

c) 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の亜鉛の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ (μg/mL) $u(C_{1.0})$

これまで求めた標準不確かさ$u(C_{10})$、$u(v_{10})$及び$u(v_{100})$を式(**1.2.1.2**)に代入し、検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさを求めると、

$$u(C_{1.0}) = \sqrt{\left(\frac{v_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{10}) + \left(-\frac{C_{10}v_{10}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100})}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{10}{100}\right)^2 0.04474^2 + \left(\frac{10.05}{100}\right)^2 0.02950^2 + \left(-\frac{10.05 \times 10}{100^2}\right)^2 0.08372^2}$$

$$= \sqrt{(0.1)^2 0.04474^2 + (0.1005)^2 0.02950^2 + (-0.01005)^2 0.08372^2}$$

$$= 0.005433 \mu g/mL \qquad (\mathbf{10})$$

となる。

e) バジェットシート

バジェットシート 2

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	0.04474 μg/mL	0.1	0.004474 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)を全量ピペット5 mLで全量フラスコ500 mLに希釈した溶液の標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**9**)の結果から、0.04474 μg/mL メスピペットの呼び容量10 mL 全量フラスコの呼び容量100 mL 感度係数10 mL/100 mL= 0.1
$u_p(v_{10})$	メスピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.02887 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表2**の体積許容差クラス**A**では、±0.05 mL
$u_t(v_{10})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.006063 mL			
$u(v_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)から10 mL分取した不確かさ	0.02950 mL	0.1005 μg/mL^2	0.002965 μg/mL	$C_{10} = 10.05$ μg/mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 /100 $= 0.1005$ μg/mL^2
$u_p(v_{100})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.05774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.1 mL
$u_t(v_{100})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.06063 mL			
$u(v_{100})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.08373 mL	0.01005 μg/mL^2	0.0008414 μg/mL	$C_{10} = 10.05$ μg/mL v_{10}の呼び容量10 mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=$10.05 \times 10/100^2 = 0.01005$ μg/mL^2
$u(C_{1.0})$	検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.005433 μg/mL	$u(C_{10})$、$u(v_{10})$、$u(v_{100})$を合成したもの

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。

7.1.2.2.2 検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.5})$)

検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ$u(C_{0.5})$は、**7.1.2.2.1** の手順と同様の手順で算出する。ただし、適用する不確かさの伝播則は式(**1.2.2.2**)、(**1.2.2.2.1**)及び(**1.2.2.2.2**)を適用して、

$$u(C_{0.5}) = \sqrt{\left(\frac{v2_5}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v2_5) + \left(-\frac{C_{10}v2_5}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100})}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{5}{100}\right)^2 0.04452^2 + \left(\frac{10.05}{100}\right)^2 0.01758^2 + \left(-\frac{10.05\times 5}{100^2}\right)^2 0.08372^2}$$

$$= 0.002882\ \mu g/mL \qquad (11)$$

となる。

標準不確かさ$u(C_{0.5})$のバジェットシートを以下のとおり示す。

バジェットシート 3

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	0.04474 μg/mL	0.05	0.002237 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1005 μg/mL)を全量ピペット5 mLで全量フラスコ500 mLに希釈した溶液の標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**9**)の結果から、0.04474 μg/mL メスピペットの呼び容量5 mL 全量フラスコの呼び容量100 mL 感度係数5 mL/100 mL= 0.05
$u_p(v2_5)$	メスピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.01732 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表2**の体積許容差クラス**A**では、±0.03 mL
$u_t(v2_5)$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.003031 mL			
$u(v2_5)$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)から5 mL分取した不確かさ	0.01758 mL	0.1005 μg/mL²	0.001767 μg/mL	$C_{10} = 10.05 \mu g/mL$ v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 /100 = 0.1005 μg/mL²
$u_p(v_{100})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.05774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.1 mL
$u_t(v_{100})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.06063 mL			
$u(v_{100})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.08372 mL	0.005025 μg/mL²	0.0004207 μg/mL	$C_{10} = 10.05$ μg/mL v_5の呼び容量5 mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 × 5/100² = 0.005025 μg/mL²
$u(C_{0.5})$	検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.002882 μg/mL	$u(C_{10})$、$u(v2_5)$、$u(v_{100})$を合成したもの

7.1.2.2.3 検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の不確かさ $u(C_{0.25})$

検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{0.25})$)は、**7.1.2.2.1** の手順と同様の手順で算出する。ただし、適用する不確かさの伝播則は式(**1.2.3.2**)、(**1.2.3.2.1**)及び(**1.2.3.2.2**)を適用して、

$$u(C_{0.25}) = \sqrt{\left(\frac{v_{2.5}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{2.5}) + \left(-\frac{C_{10}v_{2.5}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100})}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{2.5}{100}\right)^2 0.04474^2 + \left(\frac{10.05}{100}\right)^2 0.01739^2 + \left(-\frac{10.05\times 2.5}{100^2}\right)^2 0.08373^2}$$

$$= 0.002086\ \mu g/mL \qquad (12)$$

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。

となる。

標準不確かさ($u(C_{0.25})$)のバジェットシートを以下のとおり示す。

バジェットシート 4

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	0.04474 μg/mL	0.025	0.001119 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)を全量ピペット5 mLで全量フラスコ500 mLに希釈した溶液の標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**9**)の結果から、0.04474 μg/mL メスピペットの呼び容量2.5 mL 全量フラスコの呼び容量100 mL 感度係数2.5 mL/100 mL= 0.025
$u_p(v_{2.5})$	メスピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.01732 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表2**の体積許容差クラス**A**では、±0.03 mL
$u_t(v_{2.5})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.001516 mL			
$u(v_{2.5})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)から2.5 mL分取した不確かさ	0.01739 mL	0.1005 μg/mL^2	0.001748 μg/mL	C_{10} = 10.05 μg/mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 /100 = 0.1005 μg/mL^2
$u_p(v_{100})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.05774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.1 mL
$u_t(v_{100})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.06062 mL			
$u(v_{100})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.08372 mL	0.0025125 μg/mL^2	0.0002103 μg/mL	C_{10} = 10.05 μg/mL $v_{2.5}$の呼び容量2.5 mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 × 2.5/100^2 = 0.0025125 μg/mL^2
$u(C_{0.25})$	検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.002086 μg/mL	$u(C_{10})$、$u(v_{2.5})$、$u(v_{100})$を合成したもの

7.1.2.2.4 検量標準液(Zn:0.1 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.10})$)

検量標準液(Zn:0.1 μg/mL)の体積濃度の標準不確かさ($u(C_{0.10})$)は、**7.1.2.2.1** の手順と同様の手順で算出する。ただし、適用する不確かさの伝播則は式(**1.2.4.2**)、(**1.2.4.2.1**)及び(**1.2.4.2.2**)を適用して、

$$u(C_{0.10}) = \sqrt{\left(\frac{v_{1.0}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{1.0}) + \left(-\frac{C_{10}v_{1.0}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100})}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{1.0}{100}\right)^2 0.04474^2 + \left(\frac{10.05}{100}\right)^2 0.005806^2 + \left(-\frac{10.05 \times 1.0}{100^2}\right)^2 0.08373^2}$$

$$= 0.0007401 \text{ μg/mL} \qquad (\mathbf{13})$$

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。

標準不確かさ($u(C_{0.1})$)のバジェットシートを以下のとおり示す。

バジェットシート 5

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	0.04474 μg/mL	0.010	0.0004474 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)を全量ピペット5 mLで全量フラスコ500 mLに希釈した溶液の標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**9**)の結果から、0.04474 μg/mL メスピペットの呼び容量1.0 mL 全量フラスコの呼び容量100 mL 感度係数1.0 mL/100 mL= 0.010
$u_p(v_{1.0})$	メスピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.005774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表2**の体積許容差クラス**A**では、±0.01 mL
$u_t(v_{1.0})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.0006063 mL			
$u(v_{1.0})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)から1.0 mL分取した不確かさ	0.005806 mL	0.1005 μg/mL²	0.0005835 μg/mL	$C_{10} = 10.05$ μg/mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=10.05 /100 $= 0.1005$ μg/mL²
$u_p(v_{100})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.05774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.1 mL
$u_t(v_{100})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.06062 mL			
$u(v_{100})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.08372 mL	0.001005 μg/mL²	0.00008414 μg/mL	$C_{10} = 10.05$ μg/mL $v_{1.0}$の呼び容量1.0 mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=$10.05 \times 1.0/100^2 = 0.001005$ μg/mL²
$u(C_{0.1})$	検量標準液(Zn:0.10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.0007401 μg/mL	$u(C_{10})$、$u(v_{1.0})$、$u(v_{100})$を合成したもの

7.1.2.2.5 検量線作成のために使用した検量標準液の一覧

検量線作成のために使用した検量標準液は、**表 3** に示すとおりである。検量標準液の亜鉛の呼び体積濃度順と標準不確かさの大きさ順の関係は、

$$u(C_{1.0}) \geqq u(C_{0.5}) \geqq u(C_{0.25}) \geqq u(C_{0.1})$$

が必ず成立することが確かめられた。使用した検量液のうち、検量標準液の標準不確かさが一番大きなものを式(**5.2**)の$u_s(x)$に代入して、検量標準液の不確かさとすることとした。

また、亜鉛の体積濃度が一番大きな検量標準液の不確かさを求めれば、それよりも小さな濃度の不確かさの見積りを省略できることとした。

表 3 検量線作成のために使用した検量標準液

	検量標準液(μg/mL)	標準不確かさ (μg/mL)	式
1	**1.005**	$\boldsymbol{u(C_{1.0}) = 0.005433}$	(**10**)
2	0.5025	$u(C_{0.5}) = 0.002882$	(**11**)
3	0.25125	$u(C_{0.25}) = 0.002086$	(**12**)
4	0.1005	$u(C_{0.1}) = 0.0007401$	(**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。

7.1.2.3 試料抽出液の不確かさ

a) 検量線データ

試験所内比較試験では、1 回につき試料数 3 として試験を行った。検量線は 12 回作成していた。試料抽出液の標準不確かさが最大になる検量線データから見積もることとし、**表 2** の定量値のうち 26.92 mg/kg の値について、不確かさの見積りを行った。

結果は、**表 4** のとおりであった。

表 4 検量線濃度及び吸光度データ

	検量溶液の濃度 (mg/L)	原子吸光度	試料抽出液	原子吸光度
1	**0.1005**	**0.0186**	1	**0.09339**
2	**0.25125**	**0.0449**	2	**0.09341**
3	**0.5025**	**0.0901**	3	**0.09343**
4	**1.005**	**0.1706**	平均y_0	**0.09341**
	n	**4**	***l***	**3**

b) 一次回帰分析

まず、**表 4** のデータを用いて、以下のとおり一次回帰分析を行った。吸光度観測値グラフ及び吸光度残差グラフを**図 3** 及び**図 4** に示す

表 5 一次回帰分析表

	x_i (mg/L)	吸光度 y_i	$x_i-\bar{x}$	$y_i-\bar{y}$	$(x_i-\bar{x})(y_i-\bar{y})$	残差 $y_i-\{\hat{\beta}(x_i-\bar{x})+\bar{y}\}$
1	0.1005	0.0186	-0.3643125	-0.06245	0.022751316	-0.001272423
2	0.25125	0.0449	-0.2135625	-0.03615	0.007720284	-0.000287282
3	0.5025	0.0901	0.0376875	0.00905	0.000341072	0.002721285
4	1.005	0.1706	0.5401875	0.08955	0.048373791	-0.00116158
n	4					
和	$\Sigma x_i=$ 1.85925	$\Sigma y_i=$ 0.3242	−		$\Sigma(x_i-\bar{x})(y_i-\bar{y})=$ 0.0791865	−
平均	$\bar{x}=$ 0.4648125	$\bar{y}=$ 0.08105				
平方和	−		$\Sigma(x_i-\bar{x})^2=$ 0.471555	$\Sigma(y_i-\bar{y})^2=$ 0.0133079	−	$\Sigma[y_i-\{\hat{\beta}(x_i-\bar{x})+\bar{y}\}]^2=$ 0.0000104563

ここで、

一次回帰直線の傾き(L/mg)　$\hat{\beta}=\dfrac{\Sigma(x_i-\bar{x})(y_i-\bar{y})}{\Sigma(x_i-\bar{x})^2}=\dfrac{0.0791865}{0.471555}=0.167926$

$\hat{\beta}^2=0.167926^2=0.0281992$

残差の分散　$\hat{\sigma}_e^2=\dfrac{\Sigma[y_i-\{\hat{\beta}(x_i-\bar{x})+\bar{y}\}]^2}{n-2}=\dfrac{0.0000104563}{4-2}=0.00000522813$

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。

検量線から求めた試料抽出液の亜鉛の体積濃度(Zn: mg/L)

$$x_0 = \frac{y_0 - \bar{y}}{\hat{\beta}} + \bar{x} = \frac{0.09341 - 0.08105}{0.167926} + 0.4648125 = 0.5384$$

相関係数(参考)

$$r = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x_i - \bar{x})^2}\sqrt{\sum(y_i - \bar{y})^2}} = \frac{0.0791865}{\sqrt{0.471555}\sqrt{0.0133079}} = 0.999607$$

図 3 吸光度観測値グラフ

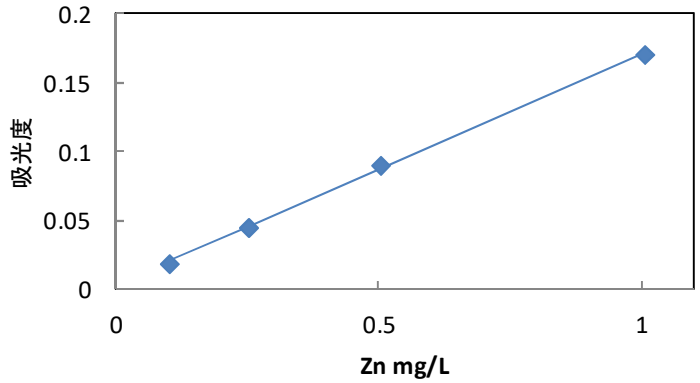
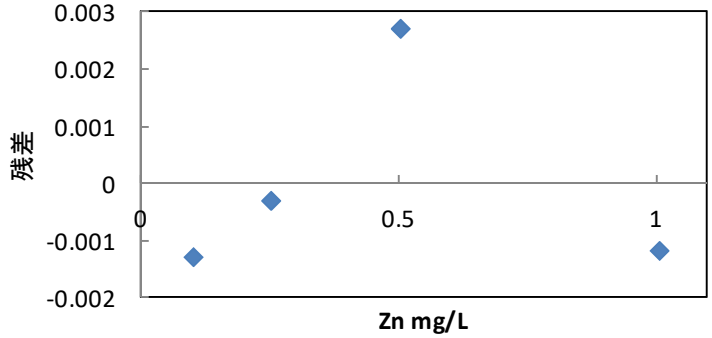


図 4　吸光度残差グラフ



c) 試料抽出液の不確かさ (mg/L)

検量標準液の不確かさは、**表 3**に掲げたうち最大の$u(C_{1.0}) = 0.005433$ mg/Lを$u_s(x) = 0.005433$ mg/Lとし、また、試料抽出液をこのとき使用した検量線で3 回測定した吸光度の平均値が**0.09341**であり、そのばらつきは$\hat{\sigma}_e^2$で代用可能であったと仮定すると、この試料抽出液の不確かさは、これらを式**(5.2)**に代入し、

$$u_{cc}^2(x_0) = \frac{\hat{\sigma}_e^2}{\hat{\beta}^2}\left\{\frac{1}{l} + \frac{1}{n} + \frac{(y_0 - \bar{y})^2}{\hat{\beta}^2 \sum(x_i - \bar{x})^2}\right\} + u_s^2(x)$$

$$= \frac{0.00000522813}{0.0281992}\left\{\frac{1}{3} + \frac{1}{4} + \frac{(0.09341 - 0.08105)^2}{0.0281992 \times 0.471555}\right\} + 0.005433^2$$

$$= 0.000185400 \times \left\{\frac{1}{3} + \frac{1}{4} + \frac{0.000152770}{0.0132975}\right\} + 0.0000295175$$

$$= 0.000185400 \times \left\{\frac{1}{3} + \frac{1}{4} + 0.0114887\right\} + 0.0000295175$$

$$= 0.000185400 \times 0.594822 + 0.0000295175$$

$$= 0.000110280 + 0.0000295175$$

$$= 0.000139797$$

$$u_{cc}(x_0) = 0.01182 \text{ mg/L}$$

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。

7.1.2.4 亜鉛定量の不確かさ(mg/kg)($u_{cB}(Zn)$)

a) 抽出液の亜鉛濃度の標準不確かさ (mg/L) ($u(x_0)$)

抽出液の亜鉛濃度の標準不確かさ$u(x_0)$は、**7.1.2.3 c)** で求めた、

$$u(x_0) = 0.01182 \text{ mg/L}$$

である。

b) はかり取り試料の標準不確かさ(g) ($u(S)$)

標準不確かさ$u(S)$は、以下の三つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 天びんの校正標準不確かさ(g) ($u_b(S)$)

校正証明書より、拡張不確かさは 0.08 mg であった。よって、標準不確かさ$u_b(S)$は、

$$u_b(S) = \frac{U}{2} = 0.00004 \text{ g}$$

となる。

2) 天びんの目量の標準不確かさ(mg) ($u_r(S)$)

天びんの目量 0.01 mg であった。$u_b(S)$や$u_d(S)$と比べて 1/10 以下と十分小さいので、無視する。

3) はかり取り量表示の標準不確かさ(mg) ($u_d(S)$)

手順書で「試料約 4.0 g を 1 mg のけたまではかりとる。」と規定していたとする。よって、半値幅で矩形分布していると仮定する。よって、標準不確かさ$u_d(S)$は、

$$u_d(S) = \frac{0.001}{2} \times \frac{1}{\sqrt{3}} = 0.0002887 \text{ g}$$

となる。

よって、標準不確かさ$u(S)$は、式(**2.2.1**)に二つの標準不確かさu_b (S)及びu_d (S)を代入して、

$$u(S) = \sqrt{u_b^2(S) + u_d^2(S)} = \sqrt{0.00004^2 + +0.0002887^2} = 0.0002915 \text{ g}$$

となる。

c) 不確かさの伝播則

これまで求めた標準不確かさ$u(x_0)$及び$u(S)$、**表 5** の検量線から求めた抽出液の亜鉛濃度の平均値x_0=0.5146 mg/L 並びにはかり取りの呼び質量 *S*=4.000g を式(**2.2**)に代入し、亜鉛定量の標準不確かさ$u_{cB}(Zn)$は、

$$u_{cB}(Zn) = \sqrt{\left(\frac{0.2 \times 1000}{S}\right)^2 u^2(x_0) + \left(-\frac{x_0 \times 0.2 \times 1000}{S^2}\right)^2 u^2(S)}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0.2 \times 1000}{4.000}\right)^2 \times 0.01182^2 + \left(-\frac{0.5146 \times 0.2 \times 1000}{4.000^2}\right)^2 \times 0.0002915^2}$$

$$= \sqrt{50^2 \times 0.01182^2 + (-6.4325)^2 \times 0.0002915^2}$$

$$= 0.5915 \text{ mg/kg} \qquad (\mathbf{14})$$

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。

標準不確かさ($u_{cB}(Zn)$)のバジェットシートを以下のとおり示す。

バジェットシート 6

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(x_0)$	検量線から求めた亜鉛濃度の標準不確かさ	0.01182 mg/L	50 L/kg	0.5915 mg/kg	0.2:抽出液量 (L) 1 000:1 kg=1000 gの換算係数 S:試料の質量 (g) 約4.0 gを1 mgのけたまではかりとるため、4.000 gとする。 感度係数=0.2L×1000 g/kg÷4.000 g=50 L/kg
$u_b(S)$	天びんの校正標準不確かさ(mg)	0.00004 g			校正証明書は、拡張不確かさは0.08 mg
$u_r(S)$	天びんの目量の標準不確かさ				天びんの目量 0.01 mg であった。$u_b(S)$や$u_d(S)$と比べて 1/10 以下と十分小さいので、無視する。
$u_d(S)$	はかり取り量表示の標準不確かさ	0.0002887 g			手順書で1 mgまではかり取ると規定している。
$u(S)$	はかり取り試料の標準不確かさ	0.0002915 g	6.4325 mg/g/kg	0.001875 mg/kg	0.2:抽出液量 (L) 1 000:1 kg=1000 gの換算係数 S:試料の質量 (g) 約4.0 gを1 mgのけたまではかりとるため、4.000 gとする。 x_0:検量線から求めた亜鉛濃度 (mg/L) (体積濃度)は、0.5160 mg/L 感度係数=0.5160 mg/L×0.2 L×1000 g/kg ÷4.000^2 g^2= 6.450 mg/g/kg
$u_{cB}(Zn)$	亜鉛定量の不確かさ			0.5915 mg/kg	$u(x_0)$, $u(S)$を合成したもの

7.1.3 合成標準不確かさ(mg/kg)($u_c(Zn)$)

合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)は、式(**8**)及び式(**14**)から求めた値を合成して、

$$u_c^2(Zn) = u_{cA}^2(Zn) + u_{cB}^2(Zn) = 0.3974^2 + 0.5915^2 = 0.507799$$

$$u_c\ (Zn) = \sqrt{u_{cA}^2(Zn) + u_{cB}^2(Zn)} = 0.7126 \text{ mg/kg} \qquad (15)$$

である。

7.1.4 拡張不確かさ(mg/kg)($U(Zn)$)

拡張不確かさ$U(Zn)$は、式(**15**)から求めた合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)に包含係数 k=2 を乗じた値とする。

$$U(Zn) = k \times u_c(Zn) = 2 \times 0.7126 = 1.4252 \text{ mg/kg}$$

7.1.5 不確かさの表記

試料の拡張不確かさの表記の方法を以下のとおりとした。

表記例

試験結果及びその不確かさ 25.73 mg/kg ± 1.43 mg/kg (ここで「mg/kg」は単位)、記号±に続く数は、包含係数 k=2 とした拡張不確かさである。

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。

7.2 依頼試験（試験報告書に不確かさの表示の要求があった場合）の見積り事例

7.2.1 測定不確かさのタイプ A 評価 (mg/kg) $u_{cA}(Zn)$

ある試験所では、試験を受託した際に、顧客の要求に「試験報告書に不確かさの表示をすること。」が記載されていた。受託試験の手順書では試験回数 *n*=2 としていたが、試験回数 *n*=7 として**測定不確かさのタイプ A 評価** $u_{cA}(Zn)$を見積もることとした。

a) 試験結果

前処理オペレータ 1 名及び **AAS** オペレータ 1 名で、採取試料 7 個の繰り返し測定を行い、**表 6** に示す結果を得た。

表 6 試験結果(5)

	定量値
1	23.09 mg/kg
2	22.27 mg/kg
3	21.64 mg/kg
4	22.90 mg/kg
5	21.91 mg/kg
6	21.12 mg/kg
7	22.33 mg/kg
定量値の和	155.26 mg/kg
定量値の平均値	22.18 mg/kg
採取した試料の個数	7
前処理オペレータの人数	1
AAS オペレータの人数	1
検量線から求めた抽出液の亜鉛体積濃度の平均値	0.4436 mg/L
試料のはかり取りの平均値（呼び）	4.000 g
定量値の標準偏差	0.691038 mg/kg

注(5)　表中のデータは実際の測定に基づくものではなく、架空のデータである。

b) 繰り返しの標準不確かさ (mg/kg) $u_{cA}(Zn)$

採取試料 7 個を測定した定量値の平均値 22.18 mg/kg であるとき、繰り返しの標準不確かさ($u_{cA}(Zn)$)は式(**3**)を適用して、

$$u_{cA}(Zn) = \frac{\hat{\sigma}(Zn)}{\sqrt{n}} = \frac{0.691038}{\sqrt{7}} = 0.2612 \text{ mg/kg} \qquad (16)$$

ここに、

$\hat{\sigma}(Zn)$　:当該依頼試験の定量値の平均値 (mg/kg)

n　:採取試料の個数

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。

7.2.2 AAS 定量試験評価 (mg/kg) $u_{cB}(Zn)$

7.2.2.1 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL) の体積濃度の不確かさ(μg/mL) ($u(C_{10})$)

a) 亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL) ($u(C_{1000})$)

校正証明書より、濃度 998 mg/L(濃度 1000mg/kg、f=0.998 として計算する)、拡張不確かさは 0.8 %であった。よって、

$$u(C_{1000}) = \frac{U}{2} \times fC_{1000} = \frac{0.008}{2} \times 0.998 \times 1000 = 3.992 \text{ μg/mL}$$

である。

b) 全量ピペット 5 mL で分取された亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の体積の標準不確かさ(mL)($u(v_5)$)

標準不確かさ$u(v_5)$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量ピペット 5 mL の体積の標準不確かさ (mL)($u_p(v_5)$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 3** の体積許容差クラス **A** では、±0.015 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_5) = \frac{0.015}{\sqrt{3}} = 0.008660 \text{ mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_5)$)

分析場所の状態の規定を採用して、試験室環境を 20 ℃±5 ℃としていた。

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定する。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887 \text{ ℃}$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、(標準液の熱膨張係数)×(標準液の体積)となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量ピペットで分取される標準液の体積 5 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_5) = \rho_{20} \times v_5 \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 2.887 = 0.003031 \text{ mL}$$

となる。

標準不確かさ$u(v_5)$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_5)$及び$u_t(v_5)$を合成して、

$$u(v_5) = \sqrt{u_p^2(v_5) + u_t^2(v_5)} = \sqrt{0.008660^2 + 0.003031^2} = 0.009175 \text{ mL}$$

となる。

c) 全量フラスコ 500 mL で希釈された後の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{500})$)

標準不確かさ$u(v_{500})$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量フラスコ 500 mL の体積の標準不確かさ(mL) ($u_p(v_{500})$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 4** の体積許容差クラス **A** では、±0.25 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

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。

$$u_p(v_{500}) = \frac{0.25}{\sqrt{3}} = 0.1443 \text{ mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{500})$)

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。**7.1.2.2.1** と同様に、試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887 \text{ ℃}$$

となる。

ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、（標準液の熱膨張係数）×（標準液の体積）となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量フラスコで希釈される標準液の体積 500 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{500}) = \rho_{20} \times v_{500} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 500 \times 2.887 = 0.3031 \text{ mL}$$

となる。

3) 標準不確かさ (mL) $u(v_{500})$

標準不確かさ$u(v_{500})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{500})$及び$u_t(v_{500})$を合成して、

$$u(v_{500}) = \sqrt{u_p^2(v_{500}) + u_t^2(v_{500})} = \sqrt{0.1443^2 + 0.3031^2} = 0.3357 \text{ mL}$$

となる。

d) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{10})$)

これまで求めた標準不確かさ$u(C_{1000})$、$u(v_5)$及び$u(v_{500})$を式(**1.1.1**)に代入し、亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさを求めると、

$$u(C_{10}) = \sqrt{\left(0.998 \times \frac{v_5}{v_{500}}\right)^2 u^2(C_{1000}) + \left(\frac{fC_{1000}}{v_{500}}\right)^2 u^2(v_5) + \left(-\frac{fC_{1000}v_5}{v_{500}^2}\right)^2 u^2(v_{500})}$$

$$= \sqrt{\left(0.998 \times \frac{5}{500}\right)^2 4.00^2 + \left(\frac{0.998 \times 1000}{500}\right)^2 0.009175^2 + \left(-\frac{0.998 \times 1000 \times 5}{500^2}\right)^2 0.3357^2}$$

$$= 0.04443 \text{ μg/mL} \qquad (17)$$

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。

e) バジェットシート

バジェットシート **7**

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{1000})$	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	4.00 μg/mL	0.00998	0.03992 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)の校正証明書の濃度は、998 μg/mL 拡張不確かさは、0.8 % V_5の呼び容量1 mL v_{500}の呼び容量100 mL 感度係数=5 /500 = 0.00998
$u_p(v_5)$	全量ピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.008660 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表3**の体積許容差クラス**A**では、±0.015 mL
$u_t(v_5)$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.003031 mL			
$u(v_5)$	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)から5 mL分取した不確かさ	0.009175 mL	1.996 μg/mL²	0.01831 μg/mL	fC_{1000} = 998 μg/mL v_{500}の呼び容量500 mL 感度係数=0.998 × 1 000 /500 = 1.996 μg/mL²
$u_p(v_{500})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.1443 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.25 mL
$u_t(v_{500})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.3031 mL			
$u(v_{500})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.3357 mL	0.01996 μg/mL²	0.006701 μg/mL	fC_{1000} = 998 μg/mL v_5の呼び容量5 mL v_{500}の呼び容量500 mL 感度係数=998 × 5/500² = 0.01996 μg/mL²
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.04443 μg/mL	$u(C_{1000})$、$u(v_5)$、$u(v_{500})$を合成したもの

7.2.2.2 検量標準液の体積濃度の不確かさ

7.2.2.2.1 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度の不確かさ $u(C_{1.0})$

a) 亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL) $u(C_{10})$

標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**17**)より、

$$u(C_{10}) = 0.04443 \ \mu g/mL$$

である。

b) メスピペット 10 mL で分取された亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の体積の標準不確かさ (mL) $u(v_{10})$

標準不確かさ$u(v_{10})$は、以下の手順で二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) メスピペット 10 mL の体積の標準不確かさ (mL) $u_p(v_{10})$

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 2** の体積許容差クラス **A** では、±0.05 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_{10}) = \frac{0.05}{\sqrt{3}} = 0.02887 \text{ mL}$$

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。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) $u_t(v_{10})$

試験室環境を **7.1.2.1 b) 2)**と同様に、20 ℃±5 ℃としていた。分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定する。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887\ ℃$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、(標準液の熱膨張係数)×(標準液の体積)となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、メスピペットで分取される標準液の体積 10 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{10}) = \rho_{20} \times v_{10} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 2.887 = 0.006062\ \text{mL}$$

となる。

3) 標準不確かさ $u(v_{10})$

標準不確かさ$u(v_{10})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{10})$及び$u_t(v_{10})$を合成して、

$$u(v_{10}) = \sqrt{u_p^2(v_{10}) + u_t^2(v_{10})} = \sqrt{0.02887^2 + 0.006062^2} = 0.02950\ \text{mL}$$

となる。

c) 全量フラスコ 100 mL で希釈された後の体積の標準不確かさ (mL) ($u(v_{100})$)

標準不確かさ$u(v_{100})$は、以下の二つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 全量フラスコ 100 mL の体積の標準不確かさ(mL) ($u_p(v_{100})$)

JIS R 3505-1994 に規定する**付表 4** の体積許容差クラス **A** では、±0.1 mL であるので、これを矩形分布と仮定すると、

$$u_p(v_{100}) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.05774\ \text{mL}$$

となる。

2) 試験室環境に起因する標準不確かさ (mL) ($u_t(v_{100})$)

分取された標準液は室温の変化によって体積が変動する。ここでは試験環境温度が変わることによって引き起こされる不確かさについて評価する。**7.1.2.1 b) 2)**と同様に、試験室温の変動は、20 ℃±5 ℃で矩形分布していると仮定。よって、

$$u(t) = \frac{5}{\sqrt{3}} = 2.887\ ℃$$

となる。ここで、$u(t)$は試験室温の標準不確かさである。試験室温の標準不確かさを試験室環境に起因する標準不確かさに変換する感度係数は、(標準液の熱膨張係数)×(標準液の体積)となる。このとき、標準液の熱膨張係数は、水 20 ℃付近の熱膨張係数を用い、標準液の体積は、全量フラスコで希釈される標準液の体積 100 mL であるので、試験室環境に起因する標準不確かさは、

$$u_t(v_{100}) = \rho_{20} \times v_{100} \times u(t) = 2.1 \times 10^{-4} \times 100 \times 2.887 = 0.06062\ \text{mL}$$

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。

3) 標準不確かさ (mL) $u(v_{100})$

標準不確かさ$u(v_{100})$は、二つの標準不確かさ$u_p(v_{100})$及び$u_t(v_{100})$を合成して、

$$u(v_{100}) = \sqrt{u_p^2(v_{100}) + u_t^2(v_{100})} = \sqrt{0.05774^2 + 0.06063^2} = 0.08372 \text{ mL}$$

となる。

d) 検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ (μg/mL) ($u(C_{1.0})$)

これまで求めた標準不確かさ$u(C_{10})$、$u(v_{10})$及び$u(v_{100})$を式(**1.2.1.2**)に代入し、検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさを求めると、

$$\begin{aligned} u(C_{1.0}) &= \sqrt{\left(\frac{v_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(C_{10}) + \left(\frac{C_{10}}{v_{100}}\right)^2 u^2(v_{10}) + \left(-\frac{C_{10}v_{10}}{v_{100}^2}\right)^2 u^2(v_{100})} \\ &= \sqrt{\left(\frac{10}{100}\right)^2 0.04443^2 + \left(\frac{9.98}{100}\right)^2 0.02950^2 + \left(-\frac{9.98 \times 10}{100^2}\right)^2 0.08372^2} \\ &= \sqrt{(0.1)^2 0.04443^2 + (0.0998)^2 0.02950^2 + (-0.00998)^2 0.08372^2} \\ &= 0.005395 \text{ μg/mL} \end{aligned} \quad (\mathbf{18})$$

となる。

e) バジェットシート

バジェットシート 8

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(C_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)の濃度の標準不確かさ(μg/mL)	0.04443 μg/mL	0.1	0.004443 μg/mL	亜鉛標準液(Zn:1000 μg/mL)を全量ピペット5 mLで全量フラスコ500 mLに希釈した溶液の標準不確かさ$u(C_{10})$は、式(**17**)の結果から、0.04443 μg /mL メスピペットの呼び容量10 mL 全量フラスコの呼び容量100 mL 感度係数10 mL/100 mL= 0.1
$u_p(v_{10})$	メスピペットで分取された亜鉛標準液の体積の標準不確かさ(mL)	0.02887 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表2**の体積許容差クラス**A**では、±0.05 mL
$u_t(v_{10})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.006063 mL			
$u(v_{10})$	亜鉛標準液(Zn:10 μg/mL)から10 mL分取した不確かさ	0.02950 mL	0.0998 μg/mL²	0.002944 μg/mL	fC_{10} = 9.98 μg/mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=9.98 /100 = 0.998 μg/mL²
$u_p(v_{100})$	全量フラスコの体積の標準不確かさ	0.05774 mL			**JIS R 3505-1994**に規定する **付表4**の体積許容差クラス**A**では、±0.1 mL
$u_t(v_{100})$	試験室環境に起因する標準不確かさ	0.06063 mL			
$u(v_{100})$	全量フラスコで希釈された後の体積の標準不確かさ(mL)	0.08373 mL	0.00998 μg/mL²	0.0008355 μg/mL	fC_{10} = 9.98 μg/mL v_{10}の呼び容量10 mL v_{100}の呼び容量100 mL 感度係数=9.98 × 10/100² = 0.00998 μg/mL²
$u(C_{1.0})$	検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度（測定対象量）の標準不確かさ			0.005395 μg/mL	$u(C_{10})$、$u(v_{10})$、$u(v_{100})$を合成したもの

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。

7.2.2.2.2 検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.5})$)

検量標準液(Zn:0.5 μg/mL)の体積濃度の不確かさは、**7.1.2.2.5** で確認したとおり検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度の不確かさよりも小さいことが確認できたので、不確かさの見積りを省略した。

7.2.2.2.3 検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.25})$)

検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の不確かさは、**7.1.2.2.5** で確認したとおり検量標準液(Zn:1.0 μg/mL)の体積濃度の不確かさよりも小さいことが確認できたので、不確かさの見積りを省略した。

7.2.2.2.4 検量標準液(Zn:0.1 μg/mL)の体積濃度の不確かさ($u(C_{0.1})$)

検量標準液(Zn:0.25 μg/mL)の体積濃度の不確かさは、**7.1.2.2.5** で確認したとおり検量標準液(Zn:1.0 μg/mL) の体積濃度の不確かさよりも小さいことが確認できたので、不確かさの見積りを省略した。

7.2.2.2.5 検量線作成のために使用した検量標準液の一覧

検量線作成のために使用した検量標準液の一覧を**表 7** に示す。

表 7 検量線作成のために使用した検量標準液

	検量標準液(μg/mL, mg/L)	標準不確かさ (μg/mL, mg/L)	式
1	**0.998**	$\boldsymbol{u(C_{1.0}) = 0.005395}$	**(18)**
2	0.499	$u(C_{0.5}) = 0.002861$	(参考)
3	0.2495	$u(C_{0.25}) = 0.002072$	(参考)
4	0.0998	$u(C_{0.1}) = 0.0007349$	(参考)

7.2.2.3 試料抽出液の不確かさ

a) 検量線データ

試料数 7 として試験を行った。検量線は 7 回作成(同じ検量標準液使用)していた。試料抽出液の標準不確かさが最大になる検量線データから見積もることとし、**表 6** の定量値のうち 23.09 mg/kg の値について、不確かさの見積りを行った。ただし、1 試料につき 3 回吸光度測定を行っていたので、吸光度測定回数lは 3 とする。

結果は、**表 8** のとおりであった。

表 8 検量線濃度及び吸光度データ

	検量溶液の濃度 (mg/L)	原子吸光度	試料抽出液	原子吸光度
1	**0.0998**	**0.0191**	1	**0.08431**
2	**0.2495**	**0.0455**	2	**0.08452**
3	**0.499**	**0.0958**	3	**0.08485**
4	**0.998**	**0.1777**	平均y_0	**0.08456**
n		**4**	***l***	**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。

b) 一次回帰分析

まず、**表 8** のデータを用いて、以下のとおり一次回帰分析を行った。吸光度観測値グラフ及び吸光度残差グラフを**図 5** 及び**図 6** に示す

表 9 一次回帰分析表

	x_i (mg/L)	吸光度 y_i	$x_i - \bar{x}$	$y_i - \bar{y}$	$(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})$	残差 $y_i - \{\hat{\beta}(x_i - \bar{x}) + \bar{y}\}$
1	0.0998	0.0191	-0.361775	-0.065425	0.023669129	-0.001358099
2	0.2495	0.0455	-0.212075	-0.039025	0.008276227	-0.001468541
3	0.499	0.0958	0.037425	0.011275	0.000421967	0.00464739
4	0.998	0.1777	0.536425	0.093175	0.049981399	-0.00182075
n	4					
和	$\Sigma x_i =$ 1.8463	$\Sigma y_i =$ 0.3381	−		$\Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) =$ 0.0823487	−
平均	$\bar{x} =$ 0.461575	$\bar{y}=$ 0.084525				
平方和	−		$\Sigma(x_i - \bar{x})^2 =$ 0.465009	$\Sigma(y_i - \bar{y})^2 =$ 0.0146121	−	$\Sigma\left[y_i - \{\hat{\beta}(x_i - \bar{x}) + \bar{y}\}\right]^2 =$ 0.0000289144

ここで、

一次回帰直線の傾き (L/mg)

$$\hat{\beta} = \frac{\Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\Sigma(x_i - \bar{x})^2} = \frac{0.0823487}{0.465009} = 0.177091$$

$$\hat{\beta}^2 = 0.177091^2 = 0.0313612$$

残差の分散

$$\hat{\sigma}_e^2 = \frac{\Sigma\left[y_i - \{\hat{\beta}(x_i - \bar{x}) + \bar{y}\}\right]^2}{n - 2} = \frac{0.0000289144}{4 - 2} = 0.0000144572$$

検量線から求めた試料抽出液の亜鉛の体積濃度 (*Zn*: mg/L)

$$x_0 = \frac{y_0 - \bar{y}}{\hat{\beta}} + \bar{x} = \frac{0.08456 - 0.084525}{0.177091} + 0.461575 = 0.4618$$

相関係数(参考)

$$r = \frac{\Sigma(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}\sqrt{\Sigma(y_i - \bar{y})^2}} = \frac{0.0823487}{\sqrt{0.465009}\sqrt{0.0146121}} = 0.99901011$$

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。

図５　吸光度観測値グラフ

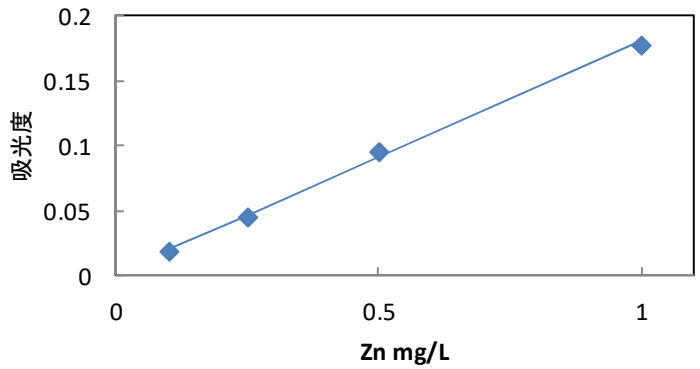
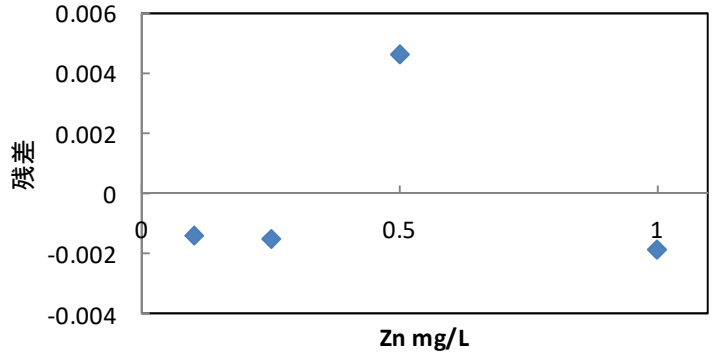


図６　吸光度残差グラフ



c) 抽出液試料の不確かさ(mg/L)

検量標準液の不確かさは、**表 7**に掲げたうち最大の$u(C_{1.0}) = 0.005395$ mg/Lを$u_s(x) = 0.005395$mg/Lとし、また、試料抽出液をこのとき使用した検量線で3 回測定した吸光度の平均値が**0.08456**であり、そのばらつきは$\hat{\sigma}_e^2$で代用可能であったと仮定すると、この試料抽出液の不確かさは、これらを式(**4.2**)に代入し、

$$u_{cc}^2(x_0) = \frac{\hat{\sigma}_e^2}{\hat{\beta}^2}\left\{\frac{1}{l}+\frac{1}{n}+\frac{(y_0-\bar{y})^2}{\hat{\beta}^2\sum(x_i-\bar{x})^2}\right\}+u_s^2(x)$$

$$= \frac{0.0000144572}{0.0313610}\left\{\frac{1}{3}+\frac{1}{4}+\frac{(0.08456-0.084525)^2}{0.0313610\times 0.465009}\right\}+0.005395^2$$

$$= 0.000460994\times\left\{\frac{1}{3}+\frac{1}{4}+\frac{0.0000000012}{0.0145831}\right\}+0.000029106$$

$$= 0.000460994\times\left\{\frac{1}{3}+\frac{1}{4}+0.00000082297\right\}+0.000029106$$

$$= 0.000460994\times 0.583334+0.000029106$$

$$= 0.000268913+0.000029106$$

$$= 0.000298019$$

$$u_{cc}(x_0) = 0.01726 \text{ mg/L}$$

7.2.2.4 亜鉛定量の不確かさ(mg/kg)($u_{cB}(Zn)$)

二つの試料の不確かさのうち、大きい方を亜鉛定量の不確かさ(mg/kg)($u_{cB}(Zn)$)不確かさとする。

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。

a) 抽出液の亜鉛濃度の標準不確かさ (mg/L) ($u(T)$)

抽出液の亜鉛濃度の標準不確かさ$u(T)$は、**7.2.2.3 c)** で求めた$u_{cc}(x_0) = 0.01727$ mg/Lで、

$$u(x_0) = 0.01727 \text{ mg/L}$$

である。

b) はかり取り試料の標準不確かさ(g) ($u(S)$)

標準不確かさ$u(S)$は、以下の三つの標準不確かさの合成として求められる。

1) 天びんの校正標準不確かさ(g) ($u_b(S)$)

校正証明書より、拡張不確かさは 0.08 mg であった。よって、標準不確かさ$u_b(S)$は、

$$u_b(S) = \frac{U}{2} = 0.00004 \text{ g}$$

となる。

2) 天びんの目量の標準不確かさ(mg) ($u_r(S)$)

天びんの目量 0.01 mg であった。$u_b(S)$や$u_d(S)$と比べて 1/10 以下と十分小さいので、無視する。

3) はかり取り量表示の標準不確かさ(mg) ($u_d(S)$)

手順書で「試料約 4.0 g を 1 mg のけたまではかりとる。」と規定していたとする。よって、半値幅で矩形分布していると仮定する。よって、標準不確かさ$u_d(S)$は、

$$u_d(S) = \frac{0.001}{2} \times \frac{1}{\sqrt{3}} = 0.0002887 \text{ g}$$

となる。

よって、標準不確かさ$u(S)$は、式(**2.2.1**)に二つの標準不確かさu_b (S)及びu_d (S)を代入して、

$$u(S) = \sqrt{u_b^2(S) + u_d^2(S)} = \sqrt{0.00004^2 + 0.0002887^2} = 0.0002915 \text{ g}$$

となる。

c) 不確かさの伝播則

これまで求めた標準不確かさ$u(T)$及び$u(S)$、**表 5** の検量線から求めた抽出液の亜鉛濃度の平均値x_0=0.4436 mg/L 並びにはかり取りの呼び質量 *S*=4.000g を式(**2.2**)に代入し、亜鉛定量の標準不確かさ$u_{cB}(Zn)$は、

$$\begin{aligned} u_{cB}(Zn) &= \sqrt{\left(\frac{0.2 \times 1000}{S}\right)^2 u^2(x_0) + \left(-\frac{x_0 \times 0.2 \times 1000}{S^2}\right)^2 u^2(S)} \\ &= \sqrt{\left(\frac{0.2 \times 1000}{4.000}\right)^2 \times 0.01726^2 + \left(-\frac{0.4618 \times 0.2 \times 1000}{4.000^2}\right)^2 \times 0.0002915^2} \\ &= \sqrt{50^2 \times 0.01726^2 + (-5.7725)^2 \times 0.0002915^2} \\ &= 0.8630 \text{ mg/kg} \end{aligned} \quad (\mathbf{19})$$

となる。

標準不確かさ($u_{cB}(Zn)$)のバジェットシートを以下のとおり示す。

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。

バジェットシート 9

記号	不確かさの要因	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ	備考
$u(T)$	検量線から求めた亜鉛濃度の標準不確かさ	0.01726 mg/L	50 L/kg	0.8630 mg/kg	0.2：抽出液量 (L) 1 000:1 kg=1000 gの換算係数 S：試料の質量 (g) 約4.0 gを1 mgのけたまではかりとるため、4.000 gとする。 感度係数=0.2L×1000 g/kg÷4.000 g=50 L/kg
$u_b(S)$	天びんの校正標準不確かさ(mg)	0.00004 g			校正証明書は、拡張不確かさは0.08 mg
$u_r(S)$	天びんの目量の標準不確かさ				天びんの目量0.01 mgであった。$u_b(S)$や$u_d(S)$と比べて1/10以下と十分小さいので、無視する。
$u_d(S)$	はかり取り量表示の標準不確かさ	0.0002887 g			手順書で1 mgまではかり取ると規定している。
$u(S)$	はかり取り試料の標準不確かさ	0.0002915 g	5.7725 mg/g/kg	0.001683 mg/kg	0.2：抽出液量 (L) 1 000:1 kg=1000 gの換算係数 S：試料の質量 (g) 約4.0 gを1 mgのけたまではかりとるため、4.000 gとする。 x_0：検量線から求めた亜鉛濃度 (mg/L) (体積濃度)は、0.4618 mg/L 感度係数=0.4618 mg/L×0.2 L×1000 g/kg ÷4.000^2 g^2= 5.7725 mg/g/kg
$u_{cB}(Zn)$	亜鉛定量の不確かさ			0. 8630 mg/kg	$u(x_0)$, $u(S)$を合成したもの

7.2.3 合成標準不確かさ(mg/kg)($u_c(Zn)$)

合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)は、式(**16**)及び式(**19**)から求めた値を合成して、

$$u_c^2(Zn) = u_{cA}^2(Zn) + u_{cB}^2(Zn) = 0.2612^2 + 0.8630^2 = 0.8130$$

$$u_c\ (Zn) = \sqrt{u_{cA}^2(Zn) + u_{cB}^2(Zn)} = 0.9017 \text{ mg/kg} \qquad (\mathbf{20})$$

である。

7.2.4 拡張不確かさ(mg/kg)($U(Zn)$)

拡張不確かさ$U(Zn)$は、式(**20**)から求めた合成標準不確かさ($u_c(Zn)$)に包含係数 k=2 を乗じた値とする。

$$U(Zn) = k \times u_c(Zn) = 2 \times 0.9017 = 1.8034 \text{ mg/kg}$$

7.2.5 不確かさの表記

試料の拡張不確かさの表記の方法を以下のとおりとした。

表記例

試験結果及びその不確かさ 22.18 mg/kg ± 1.80 mg/kg (ここで「mg/kg」は単位)、記号±に続く数は、包含係数 k=2 とした拡張不確かさである。

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。

8 参考文献

ISO/IEC Guide 98-3:2008	計測における不確かさの表現のガイド
ISO/IEC Guide 99:2007	国際計量計測用語－基本及び一般概念並びに関連用語(VIM)
JIS K 0050:2011	化学分析方法通則
JIS K 0121:2006	原子吸光分析通則
JIS K 1474:2007	活性炭試験方法
JIS M 8100:1992	粉塊混合物－サンプリング方法通則
JIS M 8811:2000	石炭類及びコークス類－サンプリング及び試料調製方法
JIS R 3505:1994	ガラス製体積計
JIS Z 8402-3:1999	測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）－第3部：標準測定方法の中間精度
ASG104	不確かさの入門ガイド
JCG200S21	**JCSS** 校正方法と不確かさに関する表現 内挿校正式による不確かさの見積もり（第 1 版）

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。

改正ポイント

主な改正内容

・組織改編に伴う名称の変更等

内容の変更を伴う改正か所には、下線を付しています。

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。