



JCSS
技術的要求事項適用指針

登録に係る区分:濃度
校正手法の区分(呼称):標準ガス(各種)
(第16版)

改正:2022年8月17日

独立行政法人製品評価技術基盤機構
認定センター

この指針に関する全ての著作権は、製品評価技術基盤機構に属します。この指針の全部又は一部転用は、電子的・機械的(転写)な方法を含め製品評価技術基盤機構認定センターの許可なしに利用することはできません。

発行所 独立行政法人製品評価技術基盤機構
認定センター
住所 〒151-0066 東京都渋谷区西原2丁目49-10
TEL 03-3481-8242
FAX 03-3481-1937
E-mail jcoss@nite.go.jp
Home page <https://www.nite.go.jp/iajapan/jcoss/>

目次

0. 序文	5
1. 適用範囲	5
2. 引用規格及び関連文書	5
2.1 引用規格	5
2.2 関連文書	5
3. 用語	6
4. 参照標準	8
4.1 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの濃度の値付け範囲	8
4.2 特定二次標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け範囲	8
4.3 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付け周期	9
4.4 特定二次標準ガスの具備条件	9
4.5 実用標準ガス	9
5. 設備(ISO/IEC 17025 6.4)	9
6. 計量トレーサビリティ(ISO/IEC 17025 6.5)	9
7. 妥当性確認(ISO/IEC 17025 7.2.2)	9
8. 測定不確かさ(ISO/IEC 17025 7.6)	9
9. 実用標準ガスへの値付け結果の報告(値付け証明書)	10
9.1 値付け証明書についての要件	10
9.2 不確かさの表記方法	10
10. 技術管理要員の力量(ISO/IEC 17025 6.2)	10
11. ISO 17034 に関する事項	10
11.1 物質の調製(ISO 17034 7.5)	10
11.2 均質性及び安定性の評価(ISO 17034 7.10、7.11)	10
11.3 認証値の報告(認証書)(ISO 17034 7.14)	10
12. 登録申請書及び認定申請書の記載事項	11
13. その他	11
13.1 結果の妥当性の確保	11
13.2 標準ガスの値付けに係る不確かさ評価方法のガイド	11
13.2.1 実用標準ガスの不確かさ評価	12
13.2.2 零位調整ガスの不確かさ評価について	14
14. 混合標準ガスの申請	14
14.1 既に登録されている実用標準ガスの成分を混合する場合	14
14.2 登録されていない実用標準ガスの成分が含まれるガスを混合する場合	15
14.3 その他	15
別表1 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付けの範囲	16
別表2 実用標準ガスの種類と範囲	19
別表3 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付けの周期	21
別表4-1 特定二次標準ガスの種類と濃度の例	23

別表4-2 零位調整標準ガスの値付けに必要な零位調整用特定二次標準ガスの種類と共存成分.....	25
別添1-1 値付け証明書の記載例(標準物質生産者認定事業者以外の場合).....	26
別添1-2 値付け証明書の記載例(標準物質生産者認定事業者の場合).....	27
別添1-3 認証書の記載例(標準物質生産者認定事業者のみ発行可能).....	28
別添2-1 登録申請書の記載例.....	29
別添2-2 JCSS認定申請書の記載例(標準物質生産者の認定を希望する場合).....	31
別添3 特定二次標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け技術確認方法.....	33
別添4 特定二次標準ガスの調製技術確認方法.....	37
別添5 標準ガスの保存安定性の不確かさ評価.....	41

JCSS 技術的要求事項適用指針

登録に係る区分：濃度

校正手法の区分(呼称)：標準ガス(各種)

0. 序文

この技術的要求事項適用指針(以下「適用指針」という。)は、JCSSにおいて登録の要件として用いるISO/IEC 17025に規定されている技術的要求事項の明確化及び解釈を次の適用範囲について示すことを目的としている。

また、参考として、ISO 17034に規定されている一部の技術的要求事項の解釈について示している。

1. 適用範囲

この適用指針は、JCSSにおける登録に係る区分「濃度」のうち標準ガスについて定める。

2. 引用規格及び関連文書

2.1 引用規格

- ・ISO/IEC 17025 (2017): General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
(JIS Q 17025 (2018): 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項)
- ・ISO 17034 (2016): General requirements for the competence of reference material producers
(JIS Q 17034 (2018) : 標準物質生産者の能力に関する一般要求事項)
- ・ISO Guide 35 (2017): Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability
- ・ISO/IEC 17043 (2010): Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
(JIS Q 17043 (2011): 適合性評価－技能試験に対する一般要求事項)
- ・ISO/IEC Guide 98-3 (2008): Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)
- ・JIS Z 8103 (2019): 計測用語
- ・ISO/IEC Guide 99 (2007):
International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM)
- ・JIS Z 8703 (1983): 試験場所の標準状態

2.2 関連文書

- ・特定二次標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け技術確認方法(別添3)
- ・特定二次標準ガスの調製技術確認方法(別添4)
- ・標準ガスの保存安定性の不確かさ評価(別添5)
- ・ISO 6142-1 (2015)
Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures—Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures
- ・ISO 19229 (2019)
Gas analysis—Purity analysis and the treatment of purity data

・ISO Guide 35 (2017)

Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

(JIS Q 0035(2022): 標準物質-値付け並びに均質性及び安定性の評価に関する手引)

- ・JCSS登録及び認定の一般要求事項(JCRP21)
- ・IAJapan測定のトレーサビリティに関する方針(URP23)
- ・IAJapan技能試験に関する方針(URP24)
- ・JIS K 0055: ガス分析装置校正方法通則 (2002)

3. 用語

この規程の用語は、VIM、ISO/IEC 17025、ISO 17034、JIS Z 8103 及び JIS Z 8703 の該当する定義を適用する。

この適用指針では以下の定義を適用する。

- ・特定標準ガス : 特定標準物質のうち標準ガス
- ・特定二次標準ガス : 特定標準ガスにより濃度が値付けされた標準ガス(この適用指針では、特定標準ガスによる値付け予定の標準ガスにも適用する。)
- ・事業所内参照標準ガス : 特定二次標準ガスにより濃度が値付けされた標準ガスであり、校正事業の参照標準として用いられる。
- ・実用標準ガス : 特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスにより濃度が値付けされた標準ガス(この適用指針では、特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスによる値付け予定の標準ガスにも適用する。)
- ・混合標準ガス : 希釈ガス以外に2種以上の成分について濃度が値付けされた標準ガス。希釈ガスは窒素、精製空気、合成空気(酸素濃度を意図的に変更したものを含む。)
- ・揮発性有機化合物標準ガス:「計量法施行規則第90条第2項の規定に基づく計量器等の種類を定める規程(認定一部門—JCSS種類)」に定めるジクロロメタン標準ガス、クロロホルム標準ガス、1,2-ジクロロエタン標準ガス、トリクロロエチレン標準ガス、テトラクロロエチレン標準ガス、ベンゼン標準ガス、1,3-ブタジエン標準ガス、アクリロニトリル標準ガス、塩化ビニル標準ガス、*o*-キシレン標準ガス、*m*-キシレン標準ガス、トルエン標準ガス、エチルベンゼン標準ガス及びアセトアルデヒド標準ガスの単一又は混合成分並びにベンゼン等5種混合標準ガス、揮発性有機化合物14種混合標準ガス、揮発性有機化合物12種混合標準ガス、揮発性有機化合物9種混合標準ガス及び揮発性有機化合物7種混合標準ガスの混合成分について値付けされた標準ガス
- ・値付け : 特定標準ガスを用いて特定二次標準ガスの濃度を確定すること、特定二次標準ガスを用いて事業所内参照標準ガスの濃度を確定すること、及び特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスを用いて実用標準ガスの濃度を確定すること。その確定した濃度(値付け結果)には、不確かさが併記されている。この適用指針における「値付け」は、標準物質以外の適用指針における「校正」と同等の意味で扱う。
- ・値付け従事者 : 値付け作業に従事する者

- ・値付け事業者 : 実用標準ガスの値付けを行う事業者であって、計量法第143条第1項の登録を受けようとする事業者又は既に登録を受けた事業者

4. 参照標準

4. 1 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの濃度の値付け範囲

特定標準ガスによる特定二次標準ガスの濃度の値付け範囲は、別表1による。ただし、揮発性有機化合物標準ガスについては当該表中の濃度範囲の上限値の+20%及び下限値の-20%(いずれも相対値)まで、それ以外の標準ガス(零位標準ガスを除く。)については同表中濃度範囲の上限値の+10%及び下限値の-10%(いずれも相対値)まで許容することとする(詳細は別表1を参照のこと。)

4. 2 特定二次標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け範囲

4. 2. 1 特定二次標準ガスによる実用標準ガスへの値付け範囲

特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け範囲は、別表2のうち、登録を受けた濃度範囲とする。ただし、技術的に問題がないと確認された場合は、測定の結果として、揮発性有機化合物標準ガスについては登録を受けた濃度範囲の上限値の+20%及び下限値の-20%(いずれも相対値)まで、それ以外の標準ガス(零位標準ガスを除く。)については登録を受けた濃度範囲の上限値の+10%及び下限値の-20%(いずれも相対値)までを超過した濃度の実用標準ガスの値付けを許容する(酸素標準ガスの高濃度の許容値の下限については、97.5%まで、プロパン標準ガスの許容値の下限については2.8 ppmまでの許容とする)。ただし揮発性有機化合物標準ガスについて、値付け濃度が登録を受けた濃度範囲の上限値の+10%(相対値)を逸脱する場合には、調製濃度点を網羅する検量線の直線性が良好であることを確認しておくこと。

4. 2. 2 特定標準ガスによる値付けを行った混合標準ガスからの成分の選択

値付け事業者が特定標準ガスにより値付けされた特定二次混合標準ガスを用いる場合、値付け能力並びに供給する標準ガスの安定性及び均質性等の科学的・技術的データを提出することにより、同じ成分数又はそれより少ない成分数の実用混合標準ガスについて値付けを可能とする。

4. 2. 3 特定二次標準ガスからの成分の組立て

値付け事業者が特定二次標準ガス、あるいは事業所内参照標準ガス(混合標準ガス)を用いる場合、値付け能力並びに供給する標準ガスの安定性及び均質性等の科学的・技術的データを示す事により、複数の特定二次標準ガスあるいは事業所内参照標準ガスを組み合わせを行った実用混合標準ガスの値付けも可能とする。

4. 2. 4 特定二次標準ガスによる希釈成分の異なる実用標準ガスへの値付け

特定二次標準ガスとは希釈成分の異なる実用標準ガスへの値付け(例えば、窒素希釈の特定二次標準ガスにより空気希釈の実用標準ガスへの値付けを行う。)は、以下のデータを示す事により可能とする。

- ・混合する全ての物質(原料含む。)と混合手順を示す書類
- ・値付け手順を示す書類とその結果
- ・実用標準物質の保存安定性を評価した資料
- ・希釈成分の異なることによる干渉(分析方法と分析条件)に関する資料
- ・濃度に影響を与える反応(吸着、混合することによる反応など)がないことを確認できるデータ

(注)希釈ガスは窒素、精製空気、合成空気(酸素濃度を意図的に変更したものを含む。)に限る。

4.3 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付け周期

特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付け周期は別表3による。この場合、値付け実施日の翌月の一日から期間を起算する。ただし、値付け事業者が特定二次標準ガスについて定期的な検証を行うなかで、特定二次標準ガスに異常等が検出された場合は、上記、値付けの期間内であっても特定標準ガスによる値付けを受けること。

4.4 特定二次標準ガスの具備条件

- (1) 実用標準ガスの濃度範囲の値付けに必要となる特定二次標準ガスの候補は、自ら調製するもの、あるいは、外部から調達するものを用いる。自ら調製する場合は、別添4を参照すること。外部から調達する場合には、既に登録されている事業者又は調製の能力が別添4に定める判定を満足する事業者又はそれと同等であることを証明できる事業者から調達すること。
- (2) 実用標準ガスの濃度範囲の値付けに必要となる、値付け事業者が保有すべき特定二次標準ガスの種類と濃度の例を別表4-1から4-2に例示する。
(一部の濃度のみを申請する場合、そのガス濃度の値付けに必要とされる濃度のみを保有すればよい。)

4.5 実用標準ガス

特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスを用いて実用標準ガスの濃度を値付けする際の能力が別添3に定める判定を満足すること。又は、それと同等であることを証明すること。

5. 設備(ISO/IEC 17025 6.4)

- (1) 値付け事業者は、特定二次標準ガスを実用標準ガスの濃度の値付け以外に使用することを制限し、値付け従事者以外の者が許可なく使用することがないように管理することが望ましい。
- (2) 特定二次標準ガスの調製に必要な設備は、別添4の表-I 調製設備の仕様の例が参考になる。

6. 計量トレーサビリティ(ISO/IEC 17025 6.5)

測定の精確さ及び/又は測定不確かさが値付け結果の妥当性に影響を与える設備(値付け用機器、参照標準ガス、室内環境測定設備)は、IAJapan測定のトレーサビリティに関する方針(URP23)に従い適切な計量トレーサビリティを確保すること。

7. 妥当性確認(ISO/IEC 17025 7.2.2)

値付け方法の妥当性確認について、新規申請する際には別添3の結果を用いることができる。また、登録更新の際は13.1に定める内容を実施すれば、妥当性確認の結果として用いることができる。

8. 測定不確かさ(ISO/IEC 17025 7.6)

値付けにかかる測定不確かさ(以下、不確かさ)はGUMIに記載された方法によって評価することを原則とする。

9. 実用標準ガスへの値付け結果の報告(値付け証明書)

9.1 値付け証明書についての要件

- (1) 値付け事業者は、値付け証明書の様式(英語による値付け証明書を発行する場合はその様式も含め)を文書化していること。
- (2) 値付け証明書には、ISO/IEC 17025 (2017) (JIS Q 17025(2018))及び計量法第144条第1項(計量法施行規則第94条)に定められた事項を記載すること。ただし、同施行規則第94条第4号に規定される事項の記載は、省略することができる。
- (3) 値付け証明書には、それが認証標準物質認証書と混同されないよう、記載内容に配慮すること。推奨される値付け証明書の記載例を別添1-1、1-2に例示する。

9.2 不確かさの表記方法

- (1) 「JCSS登録及び認定の一般要求事項」(JCRP21)に従い、値付け証明書に拡張不確かさを記載すること。
- (2) 値付けの不確かさに保存安定性の不確かさを含めている場合は、包含されている旨を、含めていない場合は包含されていない旨を明確に表記すること。
保存安定性の不確かさを含めない場合は、値付け証明書に実用標準ガスの有効期限を記載してはならない。

10. 技術管理要員の力量(ISO/IEC 17025 6.2)

- (1) 技術管理要員は、登録された実用標準ガスの濃度の値付け事業の技術的事項に関する責任を負う。
- (2) 技術管理要員は、実用標準ガスの濃度の値付け事業に係る十分な技術的知識を持ち、値付け結果の正確な評価を行う能力を有することが望ましい。
- (3) 技術管理要員は、値付け従事者の教育・訓練及び適切な監督・指示を行う能力を有することが望ましい。

11. ISO 17034に関する事項

11.1 物質の調製(ISO 17034 7.5)

値付け事業者は、生産する標準ガスが、意図した用途のために適切な調製を行ったか否かを立証する方法の一部として、別添4により、指定校正機関が行う評価を用いることができる。

11.2 均質性及び安定性の評価(ISO 17034 7.10、7.11)

- (1) 値付け事業者は、生産する標準ガスの均質性(サンプリングにより値付ける時の瓶間差等)及び安定性の評価の一部として、別添3により、指定校正機関が行う評価を用いることができる。
- (2) 標準物質生産者は、均質性の不確かさ及び安定性の不確かさを評価し、それが特性値の不確かさに寄与する場合には算入しなければならない。

11.3 認証値の報告(認証書)(ISO 17034 7.14)

- (1) 標準物質生産者は認証書の様式を文書化していること。
- (2) 推奨する認証書の記載例を別添1-3に例示する。

12. 登録申請書及び認定申請書の記載事項

登録申請書の記載事項を別添2-1に例示する。

また、標準物質生産者としての認定を希望する場合、申請範囲において均質性の不確かさ及び安定性の不確かさを評価し、それが特性値の不確かさに寄与する場合にはそれらの不確かさを算入した値を記載したものを添付すること。JCSS認定申請書の記載事項を別添2-2に例示する。

13. その他

13.1 結果の妥当性の確保

結果の妥当性確保のための試験所間比較として、下記(1)から(2)に示す、いずれかを実施する。

- (1) IAJapan技能試験に関する方針(URP24)(以下「URP24」という。)に適合する技能試験に参加
- (2) 技能試験の代替手法
(URP24 7項を参照)

具体例として2つの例を挙げる。ただし、②については事前にIAJapanに相談すること。

- ① 実用標準ガスに対して、値付け事業者が特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスを用いて値付けした濃度と、指定校正機関が特定標準ガスを用いて値付けした濃度を E_n 数により評価する。
- ② 特定二次標準ガスを調製・維持する中で値付け事業者が実用標準ガスと同等の方法で値付けした結果と指定校正機関の値付け結果を比較する。

13.2 標準ガスの値付けに係る不確かさ評価方法のガイド

ここでは特定二次標準ガス又は事業所内参照標準ガスによる実用標準ガスの値付けにかかる不確かさ評価方法についての一例を示す。実際には値付け事業者の諸条件を考慮して評価を行うこと。また、不確かさ成分ごとに評価された数値は、値付け事業者自らがその根拠を示せることが必要である。

13. 2. 1 実用標準ガスの不確かさ評価

特定二次標準ガスを用いて作成した検量線により実用標準ガスに値付けする事例について述べる。この事例では、特定二次標準ガス及び実用標準ガスはそれぞれ 2 回ずつ測定すること、繰り返し測定の標準偏差として、過去に取得した 20 回の繰り返し測定データ(プールデータ)から得られる実験標準偏差を用いること、特定二次標準ガスから直接実用標準ガスに値付ける(一点検量線で定量する。)こと、を想定している。多点検量線(近似直線/曲線として)作成する場合や、測定毎に検量線を新規作成せず同一の検量線を長期間使用する場合等においては、それらを考慮した適切な不確かさ評価を行うこと。事業所内参照標準ガスを使用する場合は、事業所内参照標準ガスの不確かさ及び事業所内参照標準ガスの使用に伴う不確かさを含めて評価する。なお、以下の $u_1 \sim u_6$ はいずれも相対標準不確かさを表す。

(1) 不確かさ要因及びその評価

① 検量線の標準不確かさ

検量線の不確かさは、特定二次標準ガスの不確かさと特定二次標準ガスの繰り返し測定の不確かさ(u_1)が要因としてあげられる。特定二次標準ガスの不確かさは、指定校正機関による値付けの不確かさ(u_2)と、安定性の不確かさ(u_3)がある。指定校正機関による値付けの相対標準不確かさ(u_2)は、指定校正機関から提供される値付け証明書に記載されている拡張不確かさをもとに算出される。相対拡張不確かさが $U_s\%$ 、包含係数が 2 である場合、 u_2 は次式で与えられる。

$$u_2 = U_s/2$$

指定校正機関による特定二次標準ガスの証明書には特定二次標準ガスの安定性の不確かさが含まれていない。したがって、安定性の不確かさを評価する必要がある。特定二次標準ガスの安定性の不確かさ u_3 は③にしたがって評価する。特定二次標準ガスの繰り返し測定の不確かさ u_1 は、②と同様に行うことにより評価する。②において特定二次標準ガスの濃度が実用標準ガスの濃度よりも高い場合、実用標準ガスを用いた繰り返し測定の相対不確かさを u_1 の値としても良い。

② 実用標準ガスの繰り返し測定の不確かさ (u_4)

1本の実用標準ガスより 20 回の繰り返し測定より得たデータをプールデータとして利用する。プールデータ($n = 20$)の相対標準偏差が $\sigma_r\%$ とすると、2 回測定の平均を値付け結果とすることから、繰り返し測定の相対標準不確かさ u_4 は次式で与えられる。

$$u_4 = \sigma_r / \sqrt{2}$$

③ 特定二次標準ガス及び実用標準ガスの保存安定性の不確かさ ($u_3, u_{3,work}$)

特定二次標準ガスの保存安定性の不確かさ u_3 、及び実用標準ガスの保存安定性の不確かさ $u_{3,work}$ は、別添5を参考にして評価する。

④ 実用標準ガスの共存成分(不純物等)が値付けに与える標準不確かさ (u_5)

必要に応じて評価する。

⑤ その他の不確かさ(u_6)

①～④以外の不確かさ要因がある場合には、その標準不確かさを評価する。

(2) 合成標準不確かさの算出

各要因の不確かさは以下の式を用いて合成し、合成標準不確かさ u_c を算出する。

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_{3,\text{work}}^2 + u_4^2 + u_5^2 + u_6^2}$$

ただし、 u_1 は1点検量線の場合は特定二次標準ガスの不確かさそのものであり、2点又は3点以上の多点検量線の場合はそれぞれの検量線モデルに従って計算したものとする。

(3) 有効自由度の算出

有効自由度は、以下のいずれかの選択肢を用いて評価する。なお、下記選択肢①、②は、別添5の選択肢①、②にそれぞれ対応している。

【選択肢①】

$u_1, u_2, u_3, u_{3,\text{work}}, u_4, u_5, u_6$ の不確かさの自由度がいずれも10以上であれば、十分な有効自由度が確保できていると考えて、信頼水準95%として包含係数 $k=2$ を採用しても良い。それ以外の場合は、有効自由度を評価して、信頼水準が95%となるように包含係数 k を決定する。有効自由度 v_{eff} を評価する方法として、例えば Welch-Satterthwaite の式がある。

$$v_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\frac{u_1^4}{v_1} + \frac{u_2^4}{v_2} + \frac{u_3^4}{v_3} + \frac{u_{3,\text{work}}^4}{v_{3,\text{work}}} + \frac{u_4^4}{v_4} + \frac{u_5^4}{v_5} + \frac{u_6^4}{v_6}}$$

評価した結果、 v_{eff} が10以上であれば信頼水準95%として包含係数 $k = 2$ を採用しても良い。それ以外は、 t 分布表を用いて、信頼水準95%に対応する包含係数 k を決定する。

備考： $u_{3,\text{work}}$ については、実用標準ガスの保証期間を設定しない場合は、ゼロとしてよい。

【選択肢②】

u_2 は信頼水準95%で包含係数 $k = 2$ が与えられ、かつ u_1, u_4 は同一試料を11回以上繰り返し測定し求めており、かつ u_5, u_6 が主要な不確かさでなければ、信頼水準95%を与える包含係数 k を2としても良い。それ以外の場合は、有効自由度を評価して、信頼水準95%を与える包含係数 k を決定する。

(4) 拡張不確かさの算出: U

(3)で得られた包含係数 k に u_c を乗することにより拡張不確かさを求める。すなわち、

$$U = k \times u_c$$

により求める。

13. 2. 2 零位調整ガスの不確かさ評価について

零位調整標準ガスについては、例外として不確かさを記載しないことを認める。

値付け証明書に不確かさを記載するかどうかは事業者の判断によるものとし、具体的には以下のようにする。ただし、①、②いずれの場合も不確かさの評価手順はもつこと(下記“参考情報”を参照)。

① 値付け結果に規格値を記載する場合(「～以下」と記載する場合)

値付け証明書に不確かさは記載しない。ただし、指定校正機関から提供される値付け証明書に参考情報として記載される測定対象成分の測定値及び拡張不確かさを考慮し、対象成分の濃度が規格値以下であることを確実にすること。

② 値付け結果に分析値を記載する場合(具体的な数字を記載する場合)

値付け証明書に不確かさを記載する。

(参考情報)

不確かさを付与する際の方法としては、以下の(1)又は(2)による方法が考えられる。

なお、評価時には指定校正機関から提供される値付け証明書に記載されている参考値も考慮できる。

(1) 検出下限から不確かさを評価する(検出下限でなく定量下限も可)。

以下の2つの方法が挙げられる。

a) 分析値を0とし、検出下限を $\sqrt{3}$ で割ったものを標準不確かさ、その2倍を拡張不確かさとする。

b) 分析値を検出下限の1/2の値とする。不確かさは検出下限の1/2を $\sqrt{3}$ で割ったものを標準不確かさ、その2倍を拡張不確かさとする。詳細はISO6142-1(2015)を参照する。

(2) 実際に分析した値から不確かさを評価する。

14. 混合標準ガスの申請

以下に4. 2. 3の方法により値付けを行う混合標準ガスを申請する際に留意すべき点を記載する。4. 2. 3の方法により値付けを行う混合標準ガスを申請する際は、事前にIAJapanに相談することが望ましい。

14. 1 既に登録されている実用標準ガスの成分を混合する場合

既に登録されている実用標準ガスの成分を混合した混合標準ガスを登録する場合は、下記の①～③に従い申請すること。

① 申請方法

変更届又は登録更新申請をすること。

変更届か登録更新申請かの判断は申請内容によるので、事前にIAJapanに相談すること。

② 技術的根拠を示す資料

例として、以下に示す資料とする。

- ・混合する全ての物質(原料含む。)と混合手順を示す書類
- ・値付け手順を示す書類とその結果
- ・実用標準物質の保存安定性を評価した資料

- ・他の成分の干渉(分析方法と分析条件)に関する資料
- ・濃度に影響を与える反応(吸着、混合することによる反応など)がないことを確認できるデータ

② 補足

- ・揮発性有機化合物7種混合標準ガス(窒素希釈)などの別表1に示す混合標準ガスについては、既に登録されている場合、その内数については混合後の値付け手順を示す書類と結果のみ提出すればよい。
- ・技術的根拠を示す資料を確認後、不足しているデータがあれば追加で提出すること。
- ・可能であれば②に示す資料の内容を IAJapan が確認後に JCSS 混合標準供給を開始することが望ましい。IAJapan による資料の確認が事後になる場合事業者自身の自己責任のもとに事業を実施すること。

14.2 登録されていない実用標準ガスの成分が含まれるガスを混合する場合

登録されていない実用標準ガスの成分が含まれる混合標準ガスを申請する場合は、追加登録申請をすること。

14.3 その他

- ・変更届で登録可能である場合でも IAJapan が資料を確認した結果、現地審査が必要と判断した場合には、追加登録申請が必要となる。
- ・保存安定性の評価は原則として全ての種類の混合標準ガスについて行う。また、混合される各成分の濃度範囲が広い場合は、最高及び最低の濃度のものを含む複数の濃度について安定性評価を行うこと。
- ・値付け方法(評価方法)はマトリックスが感度等に影響を与える可能性を考慮して適切なものとする。また、技術的根拠を示す資料を IAJapan が確認できるようにすること。

別表1 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付けの範囲

※1:濃度範囲上限値の+10%(相対値)及び下限値の-10%(相対値)まで許容

※2:濃度範囲上限値の+20%(相対値)及び下限値の-20%(相対値)まで許容

特定二次標準ガス	値付けの濃度範囲(体積分率)
メタン標準ガス(空気希釈) ^{※1}	1 ppm ~ 50 ppm
プロパン標準ガス(空気希釈) ^{※1}	3.5 ppm ~ 500 ppm
プロパン標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	150 ppm ~ 1.5 %
一酸化炭素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	3 ppm ~ 15 %
二酸化炭素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	3 ppm ~ 16 %
一酸化窒素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	0.05 ppm ~ 5 %
二酸化窒素標準ガス(空気希釈) ^{※1}	5 ppm ~ 50 ppm
酸素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	1 % ~ 25 %、 98 % ~ 100 %
二酸化硫黄標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	0.1 ppm ~ 1 %
二酸化硫黄標準ガス(空気希釈) ^{※1}	0.05 ppm ~ 0.1 ppm
アンモニア標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	20 ppm ~ 100 ppm
ジクロロメタン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
クロロホルム標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
1,2-ジクロロエタン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
トリクロロエチレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
テトラクロロエチレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
ベンゼン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
1,3-ブタジエン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
アクリロニトリル標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
塩化ビニル標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
<i>o</i> -キシレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
<i>m</i> -キシレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
トルエン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
エチルベンゼン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
アセトアルデヒド標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	1 ppm

揮発性有機化合物7種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (アセトアルデヒド、トルエン、エチルベンゼン、 スチレン、 <i>o</i> -キシレン、 <i>m</i> -キシレン、 <i>p</i> -キシレン)	1 ppm
揮発性有機化合物9種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、 トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ベンゼン、 1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニル)	0.1 ppm ~ 1 ppm
揮発性有機化合物12種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 <i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、 1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン、テトラクロロエチレン、 <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン)	1 ppm
揮発性有機化合物14種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 <i>trans</i> -1,2-ジクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、 1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン、テトラクロロエチレン、 <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン及び塩化ビニル)	1 ppm
ベンゼン等5種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (ベンゼン、 <i>o</i> -キシレン、 <i>m</i> -キシレン、トルエン、エ チルベンゼン)	0.1 ppm ~ 1 ppm
エタノール標準ガス(空気又は窒素希釈) ^{※1}	20 ppm ~ 500 ppm
零位調整標準ガス(空気又は窒素)	共存成分として、 メタン :0.1 ppm 以下 一酸化炭素 :0.1 ppm 以下 二酸化炭素 :0.1 ppm 以下 窒素酸化物 :0.005 ppm 以下 二酸化硫黄 :0.005 ppm 以下
窒素の零位調整標準ガス(低濃度窒素酸化物用)	共存成分として、一酸化窒素 :0.1 ppb 以下
空気の零位調整標準ガス(低濃度二酸化硫黄用)	共存成分として、二酸化硫黄 :0.2 ppb 以下
窒素の零位調整標準ガス(VOC用)	共存成分として、 ベンゼン :0.05 ppb 以下 ジクロロメタン :0.01 ppb 以下 クロロホルム :0.01 ppb 以下 1,2-ジクロロエタン :0.01 ppb 以下 トリクロロエチレン :0.01 ppb 以下 テトラクロロエチレン :0.01 ppb 以下 1,3-ブタジエン :0.01 ppb 以下 アクリロニトリル :0.01 ppb 以下 塩化ビニル :0.01 ppb 以下 トルエン :0.01 ppb 以下

	<i>o</i> -キシレン :0.01 ppb 以下
	<i>m</i> -キシレン :0.01 ppb 以下
	エチルベンゼン :0.01 ppb 以下

別表2 実用標準ガスの種類と範囲

※1:濃度範囲上限値の+10%(相対値)及び下限値の-20%(相対値)まで許容される。

※2:濃度範囲上限値の+20%(相対値)及び下限値の-20%(相対値)まで許容される。

種類	値付けの濃度範囲(体積分率)
メタン標準ガス(空気希釈) ^{※1}	1 ppm ~ 50 ppm
プロパン標準ガス(空気希釈) ^{※1}	3.0 ppm ~ 500 ppm
プロパン標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	150 ppm ~ 1.5 %
一酸化炭素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	3 ppm ~ 15 %
二酸化炭素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	3 ppm ~ 16 %
一酸化窒素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	0.05 ppm ~ 5 %
二酸化窒素標準ガス(空気希釈) ^{※1}	5 ppm ~ 50 ppm
酸素標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	1 % ~ 25 % 98 % ~ 100 % *高濃度側については下限 97.5 %まで許容する。 上記“-10 %まで許容”は適応外
二酸化硫黄標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	0.1 ppm ~ 1 %
二酸化硫黄標準ガス(空気希釈) ^{※1}	0.05 ppm ~ 0.1 %
アンモニア標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	20 ppm ~ 100 ppm
ジクロロメタン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
クロロホルム標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
1,2-ジクロロエタン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
トリクロロエチレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
テトラクロロエチレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
ベンゼン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
1,3-ブタジエン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
アクリロニトリル標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
塩化ビニル標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
<i>o</i> -キシレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
<i>m</i> -キシレン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
トルエン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
エチルベンゼン標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	0.1 ppm ~ 1 ppm
アセトアルデヒド標準ガス(窒素希釈) ^{※2}	1 ppm
揮発性有機化合物7種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (アセトアルデヒド、トルエン、エチルベンゼン、スチレン、 <i>o</i> -キシレン、 <i>m</i> -キシレン、 <i>p</i> -キシレン)	1 ppm
揮発性有機化合物9種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ベンゼン、1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニル)	0.1 ppm ~ 1 ppm
揮発性有機化合物12種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 <i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン、 <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン)	1 ppm

揮発性有機化合物14種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 <i>trans</i> -1,2-ジクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、 <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン、テトラクロロエチレン、 <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン及び塩化ビニル)	1 ppm
ベンゼン等5種混合標準ガス(窒素希釈) ^{※2} (ベンゼン、 <i>o</i> -キシレン、 <i>m</i> -キシレン、トルエン、エチルベンゼン)	0.1 ppm ~ 1 ppm
エタノール標準ガス(空気希釈) ^{※1}	20 ppm ~ 500 ppm
エタノール標準ガス(窒素希釈) ^{※1}	20 ppm ~ 500 ppm
発生源用零位調整標準ガス(空気又は窒素)	共存成分として、 メタン : 0.5 ppm 以下 一酸化炭素 : 1.0 ppm 以下 二酸化炭素 : 1.0 ppm 以下 窒素酸化物 : 0.1 ppm 以下 二酸化硫黄 : 0.1 ppm 以下
環境用零位調整標準ガス(空気)	共存成分として、 窒素酸化物 : 0.005 ppm 以下 二酸化硫黄 : 0.005 ppm 以下
低濃度窒素酸化物用零位調整標準ガス(窒素)	共存成分として、一酸化窒素 : 0.5 ppb 以下
低濃度二酸化硫黄用零位調整標準ガス(空気)	共存成分として、二酸化硫黄 : 0.5 ppb 以下
VOC用零位調整標準ガス(窒素)	共存成分として、 ベンゼン : 0.1 ppb 以下 ジクロロメタン : 0.1 ppb 以下 クロロホルム : 0.1 ppb 以下 1,2-ジクロロエタン : 0.1 ppb 以下 テトラクロロエチレン : 0.1 ppb 以下 1,3-ブタジエン : 0.1 ppb 以下 アクリロニトリル : 0.1 ppb 以下 塩化ビニル : 0.1 ppb 以下 トルエン : 0.1 ppb 以下 <i>o</i> -キシレン : 0.1 ppb 以下 <i>m</i> -キシレン : 0.1 ppb 以下 エチルベンゼン : 0.1 ppb 以下
任意の組合せによる混合標準ガス ^{※1又は※2}	各成分の濃度は、各成分の特定二次標準ガスの濃度の範囲内とする。
希釈ガスの異なる標準ガス ^{※1又は※2}	各成分の濃度は、各成分の特定二次標準ガスの濃度の範囲内とする。

* 零位調整標準ガスにおいては、値付け事業者自身の測定能力に応じて記載の数値より小さな数値を値付け証明書に記載しても良い。ただし、その数値まで測定できる手順をもち、かつ、審査で確認がされていることを前提とする。

別表3 特定標準ガスによる特定二次標準ガスの値付けの周期

特定二次標準ガス	値付け周期
メタン標準ガス(空気希釈)	6月
プロパン標準ガス(空気希釈)	6月
プロパン標準ガス(窒素希釈)	1年
一酸化炭素標準ガス(窒素希釈) (濃度(体積分率)が3 ppm以上 1000 ppm以下)	6月
一酸化炭素標準ガス(窒素希釈) (濃度(体積分率)が1000 ppm超 15 %以下)	1年
二酸化炭素標準ガス(窒素希釈)	1年
一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)	6月
二酸化窒素標準ガス(空気希釈)	6月
酸素標準ガス(窒素希釈)	1年
二酸化硫黄標準ガス(窒素希釈)	6月
低濃度二酸化硫黄標準ガス(空気希釈)	6月
アンモニア標準ガス(窒素希釈)	6月
ジクロロメタン標準ガス(窒素希釈)	6月
クロロホルム標準ガス(窒素希釈)	6月
1,2-ジクロロエタン標準ガス(窒素希釈)	6月
トリクロロエチレン標準ガス(窒素希釈)	6月
テトラクロロエチレン標準ガス(窒素希釈)	6月
ベンゼン標準ガス(窒素希釈)	6月
1,3-ブタジエン標準ガス(窒素希釈)	6月
アクリロニトリル標準ガス(窒素希釈)	6月
塩化ビニル標準ガス(窒素希釈)	6月

o-キシレン標準ガス(窒素希釈)	6月
m-キシレン標準ガス(窒素希釈)	6月
トルエン標準ガス(窒素希釈)	6月
エチルベンゼン標準ガス(窒素希釈)	6月
アセトアルデヒド標準ガス(窒素希釈)	6月
揮発性有機化合物7種混合標準ガス(窒素希釈)	6月
揮発性有機化合物9種混合標準ガス(窒素希釈)	6月
揮発性有機化合物12種混合標準ガス(窒素希釈)	6月
揮発性有機化合物14種混合標準ガス(窒素希釈)	6月
ベンゼン等5種混合標準ガス(窒素希釈)	6月
エタノール標準ガス(空気又は窒素希釈)	6月
零位調整標準ガス(空気又は窒素)	6月
窒素の零位調整標準ガス(低濃度窒素酸化物用)	6月
空気の零位調整標準ガス(低濃度二酸化硫黄用)	6月
窒素の零位調整標準ガス(VOC用)	6月

注) なお、実用標準ガスについてはこの限りでない。

別表4-1 特定二次標準ガスの種類と濃度の例

(申請する範囲で、その値付けに必要とされる種類及び濃度のみ保有すれば良い)

種 類	調製濃度(体積分率)
メタン標準ガス(空気希釈)	1 ^{*1} , 5, 10, 50 ppm
プロパン標準ガス(空気希釈)	35, 5, 7.5, 10, 15, 20, 35, 50, 75, 100, 150, 200, 350, 500 ppm
プロパン標準ガス(窒素希釈)	150, 200, 300, 400, 600, 800, 1200, 1600, 2000, 3000, 5000, 8000 ppm, 1.2, 1.5 %
一酸化炭素標準ガス(窒素希釈)	3 ^{*1} , 5, 7.5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 150, 200, 250, 300, 400, 500, 600, 800, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000, 4000, 5000, 6000, 8000 ppm 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12, 15 %
二酸化炭素標準ガス(窒素希釈)	3 ^{*1} , 300, 600, 2000, 2500, 3000, 4000, 6000, 8000 ppm 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 4, 6, 8, 10, 12, 16 %
一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)	0.05 ^{*3} , 0.1 ^{*1,*2} , 1, 2, 5, 10, 20, 35, 50, 75, 100, 150, 200, 250, 300, 500, 750, 1000, 1500, 2000, 3000, 5000 ppm 5 %
二酸化窒素標準ガス(空気希釈)	5, 50 ppm
酸素標準ガス(窒素希釈)	1, 2.5, 5, 10, 25, 98, 100 %
二酸化硫黄標準ガス(窒素希釈)	0.1 ^{*1,*2} , 1, 2.5, 40, 50, 60, 80, 100, 120, 150, 200, 250, 300, 400, 500, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 1800, 2000 ppm 1 %
低濃度二酸化硫黄標準ガス(空気希釈)	0.05 ^{*4} , 0.1 ppm
アンモニア標準ガス(窒素希釈)	20, 50, 100 ppm
ジクロロメタン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
クロロホルム標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
1,2-ジクロロエタン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
トリクロロエチレン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
テトラクロロエチレン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
ベンゼン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
1,3-ブタジエン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
アクリロニトリル標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
塩化ビニル標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm

o-キシレン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
m-キシレン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
トルエン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
エチルベンゼン標準ガス(窒素希釈)	0.1, 1 ppm
アセトアルデヒド標準ガス	1 ppm
揮発性有機化合物7種混合標準ガス(窒素希釈) (アセトアルデヒド、トルエン、エチルベンゼン、 スチレン、o-キシレン、m-キシレン、p-キシレン)	1 ppm
揮発性有機化合物9種混合標準ガス(窒素希釈) (ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、 トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ベンゼン、 1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニル)	0.1 ^{*5} , 1 ppm
揮発性有機化合物12種混合標準ガス(窒素希釈) (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 cis-1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、 1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、 テトラクロロエチレン、cis-1,3-ジクロロプロペン、 trans-1,3-ジクロロプロペン)	1 ppm
揮発性有機化合物14種混合標準ガス(窒素希釈) ^{*2} (1,1-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、 trans-1,2-ジクロロエチレン、 cis-1,2-ジクロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタン、 1,1,2-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、 cis-1,3-ジクロロプロペン、テトラクロロエチレン、 trans-1,3-ジクロロプロペン及び塩化ビニル)	1 ppm
ベンゼン等5種混合標準ガス(窒素希釈) (ベンゼン、o-キシレン、m-キシレン、トルエン、 エチルベンゼン)	0.1 ^{*5} , 1 ppm
エタノール標準ガス(空気又は窒素希釈)	20, 500 ppm

- *1 零位調整標準ガス(空気又は窒素)の値付けに必要な特定二次標準ガスの種類
- *2 環境用零位調整標準ガス(空気)の値付けに必要な特定二次標準ガスの種類
- *3 窒素の零位調整標準ガス(低濃度窒素酸化物用)の値付けに必要な特定二次標準ガスの種類
- *4 空気の零位調整標準ガス(低濃度二酸化硫黄用)の値付けに必要な特定二次標準ガスの種類
- *5 窒素の零位調整標準ガスの値付け(VOC用)に必要な特定二次標準ガスの種類

別表4-2 零位調整標準ガスの値付けに必要な零位調整用特定二次標準ガスの種類と共存成分

特定二次標準ガスの種類	共存成分の上限濃度(体積分率)
零位調整標準ガス (空気又は窒素)	共存成分として、 メタン濃度が ^g 0.1 ppm 以下 一酸化炭素濃度が ^g 0.1 ppm 以下 二酸化炭素濃度が ^g 0.1 ppm 以下 窒素酸化物濃度が ^g 0.005 ppm 以下 二酸化硫黄濃度が ^g 0.005 ppm 以下
窒素の零位調整標準ガス (低濃度窒素酸化物用)	共存成分として、 一酸化窒素濃度が ^g 0.1 ppb 以下
空気の零位調整標準ガス (低濃度二酸化硫黄用)	共存成分として、 二酸化硫黄濃度が ^g 0.2 ppb 以下
窒素の零位調整標準ガス (VOC用)	共存成分として、 ベンゼン濃度が ^g 0.05 ppb 以下 トリクロロエチレン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 テトラクロロエチレン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 クロロホルム濃度が ^g 0.01 ppb 以下 ジクロロメタン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 1,2-ジクロロエタン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 1,3-ブタジエン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 アクリロニトリル濃度が ^g 0.01 ppb 以下 塩化ビニル濃度が ^g 0.01 ppb 以下 トルエン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 エチルベンゼン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 <i>o</i> -キシレン濃度が ^g 0.01 ppb 以下 <i>m</i> -キシレン濃度が ^g 0.01 ppb 以下

別添1-1 値付け証明書の記載例 (標準物質生産者認定事業者以外の場合)

(総数1頁)

(注1)

証明書番号 _____

JCSS標章 又は
認定シンボル

値付け証明書

依頼者の名称(注2) :

住所(注2) :

標準物質の名称 : 一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)
呼称濃度:200 ppm(体積分率)
調製者:〇〇〇〇株式会社
容器記号番号:AB-12345

値付け方法 : 値付け手順書〇〇-ABCDにより、一酸化窒素特定二次標準ガス(窒素希釈)で化学発光式窒素酸化物自動計測器を用いて値付けを実施

値付け実施場所 : 〇〇〇〇株式会社△△分析室

ロット番号 : 〇〇〇〇〇〇

値付け年月日 : 令和 年 月 日

値付け結果(体積分率) : NO 199.5 ppm
相対拡張不確かさ^(備考) 〇〇% (包含係数 $k = 〇$ 信頼の水準約95%)

値付け結果は、上記に示すとおりであることを証明します。

発行日 令和 年 月 日

登録事業者名及び住所
役職名及び証明書発行者名 印又はサイン

(備考例) 値付け結果に記載された相対拡張不確かさは、値付け品の保存安定性の不確かさを含まない。
値付け品の保存安定性の不確かさを含んだ相対拡張不確かさを参考として以下に示す。

参考 相対拡張不確かさ 〇〇% (包含係数 $k = 〇$ 信頼の水準約95%)

以上

・この証明書は、計量法第144条(第一項)に基づくものであり、特定標準物質(国家標準)にトレーサブルな標準物質により校正した結果を示すものです。標章(認定シンボル)は、校正した結果の国家標準へのトレーサビリティの証拠です。発行機関の書面による承認なしにこの証明書の一部分のみを複製して用いることは禁じられています。

・当社はISO/IEC 17025(JIS Q 17025)に適合しています。

・(国際MRA対応認定事業者の場合)この証明書は、ILAC(国際試験所認定協力機構)及びAPAC(アジア太平洋認定協力機構)のMRA(相互承認)に加盟しているIAJapanに認定された校正機関によって発行されています。この値付け結果はILAC/APACのMRAを通じて、国際的に受入れ可能です。(注3)

(注1) JCSS標章、認定シンボルについては、JCSS登録及び認定の一般要求事項第1部9項及び第2部9項を参照すること。

(注2) 依頼者の名称及び住所は省略することができる。

(注3) 脚注はJCSS登録及び認定の一般要求事項第1部及び第2部5. 2. 2. 3記載事項(9)(10)(11)(12)を参照すること。また、計量法第144条(第一項)に基づく事項以外を記載する場合、その事項が計量法第144条(第一項)に基づくものではないことを明記すること。

別添1-2 値付け証明書の記載例 (標準物質生産者認定事業者の場合)

(総数1頁)

(注1)

証明書番号 _____

認定シンボル

証明書

依頼者の名称(注2) :
住所(注2) :

標準物質の名称 : 一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)
呼称濃度:200 ppm(体積分率)
調製者:〇〇〇〇株式会社
容器記号番号:AB-12345

値付け方法 : 値付け手順書〇〇-ABCDIにより、一酸化窒素特定二次標準ガス(窒素希釈)で化学発光式窒素酸化物自動計測器を用いて値付けを実施

値付け実施場所 : 〇〇〇〇株式会社△△分析室
ロット番号 : 〇〇〇〇〇〇

値付け年月日 : 令和 年 月 日

値付け結果(体積分率) : NO 199.5 ppm
相対拡張不確かさ^(備考) 〇〇% (包含係数 $k = 〇$ 信頼の水準約95%)

値付け結果は、上記に示すとおりであることを証明します。

発行日 令和 年 月 日

登録事業者名及び住所
役職名及び証明書発行者名 印又はサイン

(備考例) 値付け結果に記載された相対拡張不確かさは、値付け品の〇ヶ月の保存安定性の不確かさを含む。

以上

・この証明書は、計量法第144条(第一項)に基づくものであり、特定標準物質(国家標準)にトレーサブルな標準物質により校正した結果を示すものです。認定シンボルは、校正した結果の国家標準へのトレーサビリティの証拠です。発行機関の書面による承認なしにこの証明書の一部分のみを複製して用いることは禁じられています。

・当社はISO/IEC 17025(JIS Q 17025)及びISO 17034(JIS Q 17034)に適合しています。
・この証明書は、ILAC(国際試験所認定協力機構)及びAPAC(アジア太平洋認定協力機構)のMRA(相互承認)に加盟しているIAJapanに認定された校正機関及び標準物質生産者によって発行されています。この値付け結果はILAC/APACのMRAを通じて、国際的に受入れ可能です。(注3)

(注1) 認定シンボルについては、JCSS登録及び認定の一般要求事項第2部9項を参照すること。
(注2) 依頼者の名称及び住所は省略することができる。
(注3) 脚注はJCSS登録の一般要求事項第1部及び第2部5. 2. 2. 3記載事項(9)(10)(11)(12)を参照すること。また、計量法第144条(第一項)に基づく事項以外を記載する場合、その事項が計量法第144条(第一項)に基づくものではないことを明記すること。

別添1-3 認証書の記載例 (標準物質生産者認定事業者のみ発行可能)

(総数1頁)

(注1)

証明書番号

認定シンボル

認 証 書

製品コード:xxxx-yyyy

本認証標準物質はISO 17034に適合するマネジメントシステムに基づき、□□□□株式会社により製造・充填された一酸化窒素標準ガスである。

認証値 : 本認証標準物質の認証値は以下の通りである。認証値の不確かさは、信頼の水準約95 %に相当し、包含係数は2である。

認証標準物質の名称	認証値(体積分率)	相対拡張不確かさ	容器番号	ロット番号
一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)	xxxx ppm	yy %	AB-12345	〇〇〇〇〇

認証値の決定方法 : 値付け手順書〇〇-ABCDにより、CERIIによって値付けされたSiトレーサブルな一酸化窒素特定二次標準ガス(窒素希釈)を基準とし、化学発光式窒素酸化物自動計測器を用いて値付けを実施し、認証値を決定した。

使用目的 : 本認証標準物質は分析機器などの校正等に用いることができる。

有効期間 : 令和 年 月 日まで

保管情報 : 【保存に関する環境条件等の注意事項を記述すること】

取扱い及び使用に関する注意事項 : 【取扱い及び使用に関する開封、環境等の注意事項を記述すること】

発行日 令和 年 月 日

標準物質生産者名称及び住所

役職名及び承認責任者名

印又はサイン

- *****
- ・発行者の書面による承認なしにこの認証書の一部のみを複製して用いることは禁じられています。
 - ・当社はISO 17034(JIS Q 17034)に適合しています。
 - ・この認証書は、ILAC(国際試験所認定協力機構)及びAPAC(アジア太平洋認定協力機構)のMRA(相互承認)に加盟しているIAJapanに認定された標準物質生産者によって発行されています。この認証値はILAC/APACのMRAを通じて、国際的に受入れ可能です。(注3)
 - ・この認証書はJCSSの制度に基づく証明書ではありません。

(注1) 認定シンボルについては、JCSS登録及び認定の一般要求事項第3部9項を参照すること。

(注2) 認証値の付与を依頼した者の名称及び住所については、顧客の要望に応じて記載することができる。

(注3) 脚注はJCSS登録及び認定の一般要求事項第3部5. 2. 2. 3記載事項(3)(4)(5)を参照すること。

別添2-1 登録申請書の記載例

登録申請書	
令和 年 月 日	
独立行政法人製品評価技術基盤機構	殿
住所	〇〇県〇〇市〇〇
名称	株式会社 〇〇〇〇
代表者の氏名	代表取締役社長 〇〇〇〇
計量法第143条第1項の登録を受けたいので、同項の規定により、次のとおり申請します。	
1. 登録を受けようとする第90条第1項の区分並びに第90条の2の告示で定める区分並びに計量器等の種類、校正範囲及び校正測定能力	
濃度(詳細は別紙のとおり)	
2. 計量器の値付け等を行う事業所の名称及び所在地	
名称	: 株式会社〇〇〇〇 〇〇〇〇事業所
所在地	: 〇〇県〇〇市〇〇町〇〇番地〇〇号
3. 計量法関係手数料令別表第1第12号の適用の有無	
なし	

別紙

登録に係る区分：濃度

恒久的施設で行う校正

校正測定能力

校正手法 の区分の 呼称	種類	校正範囲(濃度:体積分率)	相対拡張不確か さ(信頼の水準 約95%)
標準ガス	メタン標準ガス(空気希釈)	濃度が 1 ppm 以上 50 ppm 以下	*** %
	プロパン標準ガス(空気希釈)	濃度が 3.5 ppm 以上 500 ppm 以下	*** %
	プロパン標準ガス(窒素希釈)	濃度が 150 ppm 以上 1.5 % 以下	*** %
	一酸化炭素標準ガス(窒素希釈)	濃度が 3 ppm 以上 50 ppm 以下 50 ppm を超え15 % 以下	*** %
	二酸化炭素標準ガス(窒素希釈)	濃度が 300 ppm 以上 16 % 以下	*** %
	一酸化窒素標準ガス(窒素希釈)	濃度が 0.5 ppm 以上 1 ppm 以下 1 ppm を超え 30 ppm 以下 30 ppm を超え 5 % 以下	*** %
	二酸化窒素標準ガス(空気希釈)	濃度が 5 ppm 以上 50 ppm 以下	*** %
	酸素標準ガス(窒素希釈)	濃度が 1 % 以上 25 % 以下	*** %
	二酸化硫黄標準ガス(窒素希釈)	濃度が 0.5 ppm 以上 1 ppm 以下 1 ppm を超え 50 ppm 以下 50 ppm を超え 1 % 以下	*** %
	アンモニア標準ガス(窒素希釈)	濃度が 20 ppm 以上 100 ppm 以下	*** %
	ジクロロメタン標準ガス (窒素希釈)	濃度が 0.1 ppm以上 1 ppm 以下	*** %
	クロロホルム標準ガス (窒素希釈)	濃度が 0.1 ppm以上 1 ppm 以下	*** %
	1,2-ジクロロエタン標準ガス (窒素希釈)	濃度が 0.1 ppm以上 1 ppm 以下	*** %
	トリクロロエチレン標準ガス (窒素希釈)	濃度が 0.1 ppm以上 1 ppm 以下	*** %
	ベンゼン標準ガス(窒素希釈)	濃度が 0.1 ppm以上 1 ppm 以下	*** %
	発生源用零位調整標準ガス (窒素又は空気)	共存成分として メタン 0.5 ppm 以下 一酸化炭素 1.0 ppm 以下 二酸化炭素 1.0 ppm 以下 窒素酸化物 0.1 ppm 以下 二酸化硫黄 0.1 ppm 以下	
	環境用零位調整標準ガス(空気)	共存成分として、 窒素酸化物 0.005 ppm 以下 二酸化硫黄 0.005 ppm 以下	

別添2-2 JCSS認定申請書の記載例(標準物質生産者の認定を希望する場合)

JCSS認定(再認定)申請書	
年 月 日	
独立行政法人製品評価技術基盤機構 認定センター所長 殿	
住所	〇〇県〇〇市〇〇
名称	株式会社 〇〇〇〇
代表者の氏名	代表取締役社長 〇〇〇〇
下記のとおり、認定国際基準に対応した JCSS 認定(再認定)を受けたいので、必要書類を添えて申請します。	
1. 認定(再認定)を受けようとする事業所の名称及び所在地	
名称	:株式会社〇〇〇〇 〇〇〇〇事業所
所在地	:〇〇県〇〇市〇〇町〇〇番地〇〇号
2. 認定識別又は登録番号	
	なし
3. 認定(再認定)を受けようとする区分及び校正手法の区分の呼称	
	JCSS 登録申請範囲と同じ。 標準物質生産者の認定も併せて希望する。標準物質生産者認定の申請範囲は別紙のとおり
4. 認定の有効期限	
	なし

【標準物質生産者の認定(再認定)申請書別紙の記載例】
別紙

認定に係る区分：濃度

区分の呼称	種類	値付け範囲	拡張不確かさ (信頼の水準 約95%) ^{*1}	値付け技術 ^{*2}
標準ガス	メタン標準ガス (空気希釈)	濃度が 1 ppm 以上 50 ppm 以下	*** %	FID
	一酸化炭素標準ガス (窒素希釈)	濃度が 3 ppm 以上 50 ppm 以下	*** %	赤外分光法

*1 %による表記は値付け濃度に対する相対値である。

*2 FID：水素炎イオン化検出器

※拡張不確かさには実用標準液の保存安定性を考慮した値を記載すること。

別添3 特定二次標準ガスによる実用標準ガスの濃度の値付け技術確認方法

制定 平成13年3月1日
改正 2022年8月17日
計量法校正事業者登録制度
技術委員会標準物質分科会
(標準ガス分野)

1. 校正事業に類似する事業の実績を示す書面

新規に登録の申請をしようとする者(以下、「申請者」という。)は、標準ガスの種類ごとに指定校正機関から「校正事業に類似する事業の実績を示す書面」を受けることができる。指定校正機関から「校正事業に類似する事業の実績を示す書面」を受けない場合、IAJapan技能試験に関する方針(URP24)に適合する技能試験等の結果の書面を提出する必要がある。

以下は、申請者が指定校正機関から当該書面を受ける場合の方法について規定する。

2. 登録事業の内容

申請者は、技術確認を受ける前に、登録事業の内容を次の二種類から選択することができる。

- ① 自ら特定二次標準ガスを調製し、実用標準ガスの値付けを行うもの
- ② 特定二次標準ガスを外部調達し、実用標準ガスの値付けのみを行うもの

上記①の場合は、別添4に定める「特定二次標準ガスの調製技術確認方法」により指定校正機関から「特定二次標準ガスの調製能力を確認する書面」を受けること。指定校正機関から「特定二次標準ガスの調製能力を確認する書面」を受けない場合、それに代わる書面を提出する必要がある。

3. 技術確認

3.1 濃度標準ガス(零位調整標準ガス以外のガス)

指定校正機関は、申請者に対して本項に定める技術確認を実施する。申請者は、表-A-1に示すガスの分類及び表-A-2に示す分析法の分類からそれぞれ1つ以上を選択し、組み合わせる。

なお、表-A-1及び表-A-2の同一グループの組合せで、標準ガスを同時に複数種類申請する場合は、申請者はグループの組合せごとにその内の標準ガス1種類を代表として選定し、技術確認を行うことができる。以下、代表として選定した標準ガスを代表標準ガスとする。代表標準ガス種の選定に当たっては、最も濃度の低いもの、あるいは最も低い濃度範囲のものから選定することが望ましい。例えば、一酸化炭素及び二酸化炭素を非分散赤外ガス分析計で値付けする場合、いずれも表-A-1のグループ3と表-A-2のグループ3に分類されることから、いずれか一方を代表標準ガスとして選定すればよい。その際、例えば、一酸化炭素の濃度範囲を「3 ppm 以上 50 ppm 以下」、二酸化炭素の濃度範囲を「300 ppm 以上 16 % 以下」で申請する場合なら、より低い濃度範囲である一酸化炭素を選ぶことが望ましい。

表-A-1に記載のない標準ガス(任意の組合せによる混合標準ガス)又は表-A-2に記載のない分析方法で申請する場合は、技術確認の実施の前にIAJapanに相談すること。

なお、申請者は申請する当該標準ガスごとに不確かさを見積もる必要があるが、例えば、不確かさの要

因である値付け精度は、代表標準ガスでなく、申請する実用標準ガスの種類ごとに値付け操作を必要な回数実施して求めたものでなければならない。(不確かさの見積り結果は、申請書類にバジェット表等として添付する。)

注1: 技術確認の代替として、例えば指定校正機関が行う濃度信頼性試験のデータを活用することもできる。

濃度信頼性試験とは、13. 1(2)①に示した内容と同一のものである。

下記の申請内容の評価方法を、例示する。

区分の呼称	種類	値付け範囲	拡張不確かさ (信頼の水準約 95 %)	値付け技術
標準ガス	一酸化炭素標準ガス (窒素希釈)	濃度が 3 ppm 以上 50 ppm 以下	*** %	赤外分光法
	二酸化炭素標準ガス (窒素希釈)	濃度が 300 ppm 以上 16 % 以下	*** %	赤外分光法

(1) 実用標準ガスの値付け

表-A-1及び表-A-2に基づき、代表標準ガスとして一酸化炭素標準ガス(窒素希釈)を選定する。そして、申請範囲(分析)の上限値 50 ppm及び下限値 3 ppmについて、実用標準ガスをそれぞれ4本用意する。この各本について特定二次標準ガスと同等の標準ガスにより4回の値付けを行い16個の値付けデータを得る。このデータから特定二次標準ガスによる実用標準ガスの値付けの不確かさを求める。

次に8本全数を指定校正機関に提出する。指定校正機関は、提出された実用標準ガスを特定標準ガスで値付けし、申請者の実用標準ガスの値付け能力を判定する。合否判定により、上限値及び下限値ごとに4本全てが合格すれば、二酸化炭素標準ガス(窒素希釈)についても値付けの技術を有していると判定される。

(2) 実用標準ガスの保存安定性確認

実用標準ガスの保証期間を定める場合は、(1)で合格になった実用標準ガスの各本について、指定校正機関に依頼し特定標準ガスにより実用標準ガスの保証期間後の濃度を測定する。又は、自ら保有している特定二次標準ガスにより実用標準ガスの保証期間後の濃度を測定する。その後、申請者は、その測定濃度により保存安定性の不確かさを算出すること。申請者自ら調製する実用標準ガスではなく、外部機関が実用標準ガスを調製する場合は、同様の測定を指定校正機関に依頼し、保存安定性の不確かさを算出すること。

3.2 零位調整標準ガス

零位調整標準ガスの共存成分ガスを特定二次標準ガスで分析する方法をとる。

申請者は、窒素及び空気のもの各10本を特定二次標準ガスにより共存する成分を分析し、全数を指定校正機関に提出し、分析値の確認を受ける。指定校正機関は、提出された零位調整標準ガスを特定標準ガスで分析し、合否を判定する。その判定値を表-Bに示す。

4. 校正事業に類似する事業の実績を示す書面の発行

指定校正機関は、申請者に対して前項の技術確認を実施した後、全ての基準に合格した場合、「校正事業に類似する事業の実績を示す書面」を発行しなければならない。

表-A 値付けの技術評価時のガスの分類及び分析法の分類

表-A-1 ガスの分類

グループ	ガス成分
1	メタン、プロパン
2	一酸化炭素、二酸化炭素
3	一酸化窒素、二酸化窒素
4	酸素
5	二酸化硫黄
6	アンモニア
7	ジクロロメタン、クロロホルム 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン テトラクロロエチレン、ベンゼン、1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニル、 o-キシレン、m-キシレン、トルエン、エチルベンゼン、アセトアルデヒド、エタノール、 ベンゼン等5種混合、揮発性有機化合物12種混合、 揮発性有機化合物9種混合、揮発性有機化合物7種混合、揮発性有機化合物14種混 合

表-A-2 分析法の分類

グループ	分析法
1	ガスクロマトグラフを用いる方法
2	メタン非メタン炭化水素計、全炭化水素計を用いる方法
3	非分散赤外ガス分析計、ガスフィルター相関法赤外ガス分析計を用いる方法
4	化学発光方式窒素酸化物計測器を用いる方法
5	紫外線蛍光方式硫黄酸化物計測器を用いる方法
6	酸素計測器(磁気式、電気化学式)を用いる方法
7	質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる方法
8	フーリエ変換赤外分光光度計など光吸収を用いる方法

別添4 特定二次標準ガスの調製技術確認方法

制定 平成13年3月1日
改正 2022年8月17日
計量法校正事業者登録制度
技術委員会標準物質分科会
(標準ガス分野)

1. 技術確認

特定二次標準ガスを自ら調製して、新規に登録の申請をしようとする者(以下、「申請者」という。)は、別表4に示した特定二次標準ガスの種類ごとに、値付けの技術確認に併せて指定校正機関から特定二次標準ガスの調製技術の確認を受けるか、又は別の方法で調製の技術能力を証明できること。

以下は、指定校正機関から、特定二次標準ガスの調製技術の確認を受ける場合の方法を規定する。

注)ここで、特定二次標準ガスの調製とは指定校正機関の特定標準ガスにより値付けされる予定の標準ガスを調製することを指す。

なお、表-A-1及び表-A-2の同一グループの組合せで、標準ガスを同時に複数種類申請する場合は、申請者はグループの組合せごとに標準ガス1種類を代表として選定し、技術確認を行うことができる。以下、代表として選定した標準ガスを代表標準ガスとする。代表標準ガスの選定に当たっては、最も濃度の低いものを含むことが望ましい。例えば、一酸化炭素及び二酸化炭素を赤外分光法で値付けする場合、いずれも表-A-1のグループ3と表-A-2のグループ3に分類されることから、いずれか一方を代表標準ガスとして選定すればよい。その際には、一酸化炭素及び二酸化炭素の内、濃度の低いものを選ぶことが望ましい。

表-A-1に記載のない標準ガス(任意の組合せによる混合標準ガス)又は表-A-2に記載のない分析方法で申請する場合は、技術確認の実施の前にIAJapanに相談すること。

評価方法は、以下の方法に準拠する。

2.1 濃度標準ガス(零位調整標準ガス以外の標準ガス)

(1) 特定二次標準ガスの原料分析

申請者は、指定校正機関に「特定二次標準ガスの原料分析のための機器」「原料分析マニュアル」「特定二次標準ガスの原料分析データ」の仕様書を提出し、指定校正機関はその内容を指定校正機関のものと比較し、適否を判定する。

調製設備について、表-Iに推奨される仕様を示す。

(2) 特定二次標準ガスの調製

申請者は、表-A-1及び表-A-2に基づき、代表標準ガスを選定する。そして、申請範囲の上限値及び下限値について、質量比混合法等で3本の特定二次標準ガスを調製する。それらのガスについて指定校正機関は、特定標準ガスで3本値付けを行い、調製濃度及び調製能力を判定する。合否判定により、3本全てが判定値内に入れば特定二次標準ガスの調製技術を有しているものと判定される。

(3) 特定二次標準ガスの保存安定性の評価

申請者は、(2) で合格となった特定二次標準ガスについて、指定校正機関に依頼し特定標準ガスにより6ヶ月目又は1年目(特定二次標準ガスを値付けする期間)の濃度を測定し、その測定濃度により保存安定性の不確かさを算出する。

1.2 零位調整標準ガス

零位調整標準ガスの共存成分ガスを特定二次標準ガスで分析する方法をとる。

窒素及び空気のもの各10本を特定二次標準ガスにより共存する成分を分析し、全数を指定校正機関に提出し、分析値の確認を受ける。指定校正機関は、提出された零位調整標準ガスを特定標準ガスで分析し、合否を判定する。

2. 特定二次標準ガスの調製能力を確認する書面

指定校正機関は、申請者に対して前項の技術確認を実施した後、全ての基準に合格した場合、「特定二次標準ガスの調製能力を確認する書面」を発行しなければならない。

表ーア 値付けの技術評価時のガスの分類及び分析法の分類

次に示すガスの分類のグループ及び分析法の分類のグループからそれぞれ1つ以上を選択し、組み合わせる。

表ーアー1 ガスの分類

グループ	ガスの成分
1	メタン、プロパン
2	一酸化炭素、二酸化炭素
3	一酸化窒素、二酸化窒素
4	酸素
5	二酸化硫黄
6	アンモニア
7	ジクロロメタン、クロロホルム 1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン テトラクロロエチレン、ベンゼン、1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニル、 トルエン、 σ -キシレン、 m -キシレン、エチルベンゼン、エタノール、 アセトアルデヒド、揮発性有機化合物7種混合、揮発性有機化合物9種混合、 揮発性有機化合物12種混合、ベンゼン等5種混合、揮発性有機化合物14種混合

表ーアー2 分析法の分類

グループ	分析法
1	ガスクロマトグラフを用いる方法
2	メタン非メタン炭化水素計、全炭化水素計を用いる方法
3	非分散赤外ガス分析計、ガスフィルター相関法赤外ガス分析計を用いる方法
4	化学発光方式窒素酸化物計測器を用いる方法
5	紫外線蛍光方式硫黄酸化物計測器を用いる方法
6	酸素計測器(磁気式、電気化学式)を用いる方法
7	質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる方法
8	フーリエ変換赤外分光光度計など光吸収を用いる方法

表-I 調製設備の仕様

設備	仕様
精密天びん	質量比混合法に使用する大容量、高性能なもの
充填装置	充填するガスに汚染、変質を与えない構造のもの
原料分析装置	原料分析を行う時に標準ガスの種類に応じた成分を測定できるもの

別添5 標準ガスの保存安定性の不確かさ評価

特定二次標準ガスは、指定校正機関で値付けされてしばらく経過したのち実用標準ガスの値付けに用いられるため、保存安定性に起因する不確かさ u_3 を求めることが必要である。この別添では、濃度に減少あるいは増加する明瞭な傾向が無い時の保存安定性の相対不確かさの求め方の一例を示す。なお、安定性評価に用いる標準ガスは同一種を用いること。例えば、メタン標準ガスの評価結果をプロパン標準ガスの評価に用いることはできない。

1. 特定二次標準ガスの保存安定性による不確かさは、別表4で示された各濃度について2.に示した手順で算出する。ただし、より低い濃度の特定二次標準ガスの保存安定性評価結果を用いることができる。(例: 100 vol ppm SO₂/N₂の安定性不確かさは、10 vol ppm SO₂/N₂を用いて評価した保存安定性不確かさの結果を代用できる。)

2. 値付け周期が m か月(別表3参照)の特定二次標準ガスの保存安定性不確かさは、以下の手順により求める。複数種の濃度(別表4参照)の特定二次標準ガスを保有する場合は、各濃度について保存安定性を評価することが望ましい。ただし、同一濃度について複数の実験結果を得るのが困難な場合も考えられるため、濃度により安定性が異なる可能性があることに留意して、3.に示す方法を用いてもよい。

- (1) 複数本(n 本)の同一濃度の特定二次標準ガスを調製する。なお、特定二次標準ガスと同様な方法で調製した標準ガスを用いても良い。 n は3以上とする。
- (2) 上記1.で調製した標準ガスの調製直後の濃度(C_0)と、 m か月後の濃度(C_1)を測定する。 C_0 と C_1 はSIトレーサブルな方法で決定すること。
- (3) 各標準ガスについて、変化率を求める。変化率 d は、 $d=(C_1-C_0)/C_0$ とする。
- (4) d の標準偏差(s_d)を求める。

この後、(5) (s_d から u_3 を求める手順)として、以下の2つの選択肢から選択する。なお、下記選択肢①、②は、13.2.1 実用標準ガスの不確かさ評価 (3) 有効自由度の算出 の選択肢①、②にそれぞれ対応している。

【選択肢①】

- (5) 標準偏差 s_d を、 u_3 とする。

【選択肢②】

- (5) 保存安定性評価に用いた標準ガスの本数(n)が11本以上の場合、保存安定性の不確かさ $u_3=s_d$ とする。
10本以下の時は、下記表Xに示した係数 α を s_d に掛けた値($\alpha \times s_d$)を u_3 とする。

付録 表X 調製本数が n 本の時の係数 α

自由度	n	α
2	3	2.2
3	4	1.6
4	5	1.4
5	6	1.3
6	7	1.3
7	8	1.2
8	9	1.2
9	10	1.1
10以上	11以上	1

選択肢①、②を用いたときのそれぞれの評価例を以下に示す。

評価例:

試料	C_0	C_1	変化率 d (%)
No. 1	30.05	30.01	-0.13
No. 2	29.77	29.72	-0.17
No. 3	31.13	31.12	-0.03
No. 4	30.54	30.48	-0.20
No. 5	30.22	30.29	0.23

変化率 d の標準偏差は0.17%である。選択肢①の場合、30 vol ppmの時の不確かさ u_3 は0.17%とする。また、選択肢②の場合、調製本数 $n=5$ であるので、付録 表Xより $\alpha=1.4$ 。したがって、30 vol ppmの時の不確かさ u_3 は、 $1.4 \times 0.17\% = 0.24\%$ となる。

3. 異なる濃度の結果を用いた時の安定性評価

安定性を求めたい標準ガスの濃度が C_{stab} とする。

(1) 2. では同一濃度の結果が求められているが、下記①②の場合は、同一濃度での結果とみなしてよい。

① メタン標準ガス(空気希釈)、プロパン標準ガス(空気希釈)、プロパン標準ガス(窒素希釈)、一酸化炭素標準ガス(窒素希釈)、二酸化炭素標準ガス(窒素希釈)、酸素標準ガス(窒素希釈)の全ての濃度

② 標準ガスのうち①以外の標準ガスで、以下の場合

・濃度が10 vol ppm以上の結果

・相対で±100%の範囲(2倍以下)の濃度での結果

例えば、 $C_{stab} = 3$ vol ppmでの安定性評価を得たい場合、0 vol ppm ~ 6 vol ppmの標準ガスを用いた安定性実験の結果を3 vol ppmの安定性評価に使用することができる。

(2) 濃度が2倍を超える標準ガスを安定性評価に使う場合

濃度が C_{stab} の r 倍($r > 2$)の標準ガスを用いる場合、(得られた濃度の変化率 d)× r を、濃度 C_{stab} での標準ガスでの変化率とする。

評価例: 3 vol ppmの標準ガスの安定性評価例 ($C_{stab} = 3$ vol ppm)

試料	C_0	C_1	変化率 d (%)	r	C_{stab} での変化率(%)
No. 1	3	2.989	-0.367	1.000	-0.367
No. 2	6	6.017	0.283	2.000	0.283
No. 3	9	8.954	-0.511	3.000	-1.533
No. 4	4.035	4.015	-0.496	1.345	-0.496
No. 5	8.852	8.843	-0.102	2.951	-0.300
No. 6	2.984	3.000	0.536	0.995	0.536
No. 7	3.02	3.027	0.232	1.007	0.232

No.3とNo.5は r が2以上であるので、変化率を r 倍したものを C_{stab} での変化率としている。 C_{stab} での変化率の標準偏差は、0.69%となる。2.(5)で選択肢②を選んだ場合、 $n=7$ であるので、 $u_3 = 0.69\% \times 1.3 = 0.90\%$ となる。

備考1) 事業所内参照標準ガスを用いて実用標準ガスに値付けを行う場合、特定二次標準ガスと同様に事業所内参照標準ガスの保存安定性の不確かさを求める。

備考2) 実用標準ガスに保証期間を設定するときは、実用標準ガスの保存安定性の不確かさ($u_{3,work}$)を評価する。特定二次標準ガスと同様に実用標準ガスを調製し、実用標準ガスの方が濃度が高い場合、特定二次標準ガスの保存安定性の不確かさをを用いることができる($u_{3,work} = u_3$)。

備考3) この別添で述べた方法では、安定性評価結果に測定の不確かさも含まれている。13. 2. 1(2)で示された式で不確かさを計算した場合、測定の不確かさを二重に加えることになる。これを避けるために、分散分析などを行い、保存安定性の測定結果に含まれる測定の不確かさを評価することが望ましい。

今回の改正のポイントについて

- ・告示改正による新規特定標準ガス、新規特定二次標準ガスの追加に伴う変更
- ・別添3及び別添4の記載内容の簡略化
- ・別添5 異なる濃度の結果を用いた時の安定性評価の追記