

平成30年度

福島県試験検査精度管理事業報告書

福島県

福島県試験検査精度管理委員会

序

平成30年度福島県試験検査精度管理事業について実施項目区分ごとの検査結果の集計並びに検討結果がまとまり、報告書として発行するはこびとなりました。

本年度も、理化学検査（Ⅰ）、（Ⅱ）、食品化学検査及び細菌検査（Ⅰ）、（Ⅱ）の5区分について実施いたしました。理化学検査（Ⅰ）は水質試料中のカドミウムとマンガンの定量、理化学検査（Ⅱ）は水質試料中の臭素酸の定量、食品化学検査は食品中の二酸化硫黄の定量、また、細菌検査（Ⅰ）は細菌数（一般細菌）の測定、細菌検査（Ⅱ）は模擬食材中のE. coliの同定検査を課題といたしました。

参加機関は、理化学検査（Ⅰ）は28機関、理化学検査（Ⅱ）は12機関、食品化学検査は6機関、細菌検査（Ⅰ）は20機関、細菌検査（Ⅱ）は10機関でした。参加機関の合計はのべ76機関でした。

検査結果は各区分ともおおむね良好な結果でしたが、理化学検査（Ⅰ）及び理化学検査（Ⅱ）では外れ値を示した機関がありました。また、理化学検査（Ⅱ）では告示法に記載された測定方法からの逸脱が見られるなど、いくつかの課題があることが確認されました。これらの課題については部門別検討会において意見交換を行うなどして改善に努めました。

試験検査機関にとって精度管理は業務の根幹となるものです。各試験検査機関はそれぞれが精度向上に一層努力するとともに、今後とも本精度管理事業の充実強化を図っていくことが必要と考えております。県内の試験検査機関の皆様には、検査に対する信頼性確保のため、本事業を積極的に利用していただければ幸いです。

結びに、参加機関の皆様及び本事業の推進にご尽力くださいました関係機関の皆様に厚くお礼を申し上げますとともに、福島県における試験検査精度管理事業のさらなる充実を図り、参加機関にとってより有意義な事業となるよう努めてまいりますので、皆様方のご協力をお願い申し上げます。

平成31年1月

福島県試験検査精度管理委員会

委員長 加藤清司

目 次

平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施方針	1
平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施経過	2
平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施経過表	3
平成30年度福島県試験検査精度管理事業参加機関	4
平成30年度福島県試験検査精度管理実施要項	5
平成30年度福島県試験検査精度管理実施結果	6
福島県試験検査精度管理事業実施要綱	33
福島県試験検査精度管理委員会設置要領	35
平成30年度福島県試験検査精度管理委員及び幹事名簿	37
平成30年度福島県試験検査精度管理事業担当者名簿	39

平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施方針

薬務課

1 目的

試験検査の高度化、複雑化に対応するため、検査方法、試薬、使用器具、材料の保管等試験検査実施上の問題点を検討し、もって試験検査に対する精度の向上を図ることを目的とし、事業を実施する。

2 事業の実施主体

実施主体は福島県とする。

3 実施内容

あらかじめ調製された検体について、試験検査を実施し検査結果の精度を検討する。

4 検査実施区分及び負担金

実施区分は理化学検査（Ⅰ）、理化学検査（Ⅱ）、食品化学検査、細菌検査（Ⅰ）、細菌検査（Ⅱ）とする。負担金は別紙のとおり

5 年間スケジュール

- | | |
|-----------|------------------------|
| 5月18日（金） | 第1回幹事会（実施方針案、実施項目案の検討） |
| 6月1日（金） | 第1回委員会（実施方針、実施項目の決定） |
| 6月12日（火） | 精度管理事業実施通知発送 |
| 7月6日（金） | 参加申し込み締め切り |
| 7月23日（月） | 検体配布 |
| 8月24日（金） | 検査結果の提出締め切り |
| 10月10日（水） | 第2回幹事会（検査結果集計・検討） |
| 11月6日（火） | 試験検査技術発表会の発表演題募集 |
| 11月16日（金） | 部門別検討会（実施区分ごとに結果検討） |
| 11月27日（火） | 第3回幹事会（委員会提出議案の検討） |
| 12月14日（金） | 試験検査技術発表会の発表演題締め切り |
| 12月25日（火） | 第2回委員会（本年度実施結果の承認） |
| 1月7日（月） | 試験検査技術発表会の発表要旨の締め切り |
| 1月30日（水） | 試験検査技術発表会 |

平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施経過

1 精度管理委員会の開催

	第1回	第2回
開催日	平成30年6月1日(金)	平成30年12月25日(火)
内容	精度管理事業実施方針及び実施項目について	精度管理事業実施結果等について

2 精度管理調査の実施

実施日	平成30年7月6日(金)
参加区分	参加機関数(36機関)
理化学検査Ⅰ	28機関
理化学検査Ⅱ	12機関
食品化学検査	6機関
細菌検査Ⅰ	20機関
細菌検査Ⅱ	10機関

3 精度管理部門別検討会

実施日	平成30年11月16日(金)
内容	精度管理調査実施結果について各参加機関の試験検査担当者による検討を行った。
出席者数	64名(実人数) (理化学Ⅰ参加者41名) (理化学Ⅱ参加者23名) (食品化学参加者22名) (細菌Ⅰ参加者38名) (細菌Ⅱ参加者26名)

4 試験検査技術発表会の開催

開催日	平成31年1月30日(水)
発表演題数	3機関 3演題
特別講演の実施	講師：国立医薬品食品衛生研究所 安全情報部第一室長 渡邊 敬浩 氏
出席者数	100名(予定)

平成30年度福島県試験検査精度管理事業実施経過表

月	上旬	中旬	下旬
5		・第1回幹事会（18日） （方針案・項目案の検討）	
6	・第1回委員会（1日） （方針・項目の決定）	・事業実施の通知（12日）	
7	・参加申込み締切（6日）		・精度管理調査検体の配布 （各機関へ）（23日）
8			・精度管理調査結果報告の 提出締切（24日）
9			
10	・第2回幹事会（10日） （精度管理結果集計・検討）		
11	・試験検査技術発表会の 発表演題募集（6日）	・部門別検討会（16日） （実施区分ごとに結果検討）	・第3回幹事会（27日） （委員会提出議案の検討）
12		・試験検査技術発表会の 発表演題の締切（14日）	・第2回委員会（25日） （本年度実施結果の承認）
1	・試験検査技術発表会の 発表要旨の締切（7日）		・試験検査技術発表会 （30日）
2			
3			

平成30年度福島県試験検査精度管理事業参加機関

行政検査機関等	上下水道事業者
衛生研究所本所（微生物課）	郡山市上下水道局
衛生研究所本所（試験検査課）	いわき市水道局 水質管理センター
衛生研究所県中支所	福島地方水道用水供給企業団
衛生研究所会津支所	会津若松地方広域市町村圏整備組合
環境創造センター	いわき市生活環境部生活排水対策室下水道事業課
福島市保健所	（公財）福島県下水道公社県北浄化センター
郡山市保健所	（公財）福島県下水道公社県中浄化センター
いわき市保健所	
郡山市環境保全センター	
いわき市環境監視センター	

環境計量証明事業者等	
（公財）福島県保健衛生協会	新日本電工（株）郡山環境計量所
（株）日本化学環境センター	（株）新環境分析センター福島県分析センター
（株）環境分析研究所	（株）新環境分析センター新潟県分析センター
（株）福島理化学研究所	（一財）新潟県環境分析センター
常磐開発（株）	平成理研（株）
（一社）福島県薬剤師会 医薬品試験検査センター	日曹金属化学（株）会津環境分析センター
（株）江東微生物研究所環境分析センター	三菱ケミカル（株）
（株）江東微生物研究所食品分析センター	一般財団法人新潟県環境衛生研究所
福島県環境検査センター（株）	協和産業（株）
（株）クレハ分析センター	

平成30年度福島県試験検査精度管理実施要項

1 実施期間 平成30年7月23日（月）～平成30年8月24日（金）

2 実施項目および試験方法

(1) 理化学検査（Ⅰ）

[実施項目] カドミウム、マンガン

[試験方法] 平成15年厚生労働省告示第261号、上水試験方法（2011年版）又は工場排水試験方法（JIS K 0102）に定める方法

[試料] カドミウム、マンガンを含む模擬試料A及びBの2検体（各機関において20倍希釈して測定する。）なお、試料Aは水質基準値、試料Bは排水基準値を参考に試料濃度を設定する。試料A、試料Bのどちらかを測定。なお、両方測定しても可。

(2) 理化学検査（Ⅱ）

[実施項目] 臭素酸

[試験方法] 平成15年厚生労働省告示第261号別表第18又は別表第18の2に定める方法

[試料] 臭素酸を含む模擬試料C及びDの2検体

(3) 食品化学検査

[実施項目] 二酸化硫黄の定量

[試験方法] 「食品衛生検査指針 食品添加物編2003(社団法人日本食品衛生協会)」、「衛生試験法・注解2015(日本薬学会編)」、「食品中の食品添加物分析法 2000(社団法人日本食品衛生協会)」又は各検査機関の食品GLPに対応した試験方法

[試料] 漂白剤又は酸化防止剤として二酸化硫黄・亜硫酸塩類を使用している市販の同一ロットの食品

(4) 細菌検査（Ⅰ）

[実施項目] 細菌数（一般細菌）測定

[試験方法] 食品を検査している検査機関は、食品衛生法「食品、添加物等の規格基準」に定める氷雪の細菌数を試験法とし、水道水等を検査している検査機関は、上水試験方法2011年版に定める一般細菌の試験法とする。なお、検査は枯草菌芽胞液を3回測定する。

[試料] 生菌数測定内部精度管理用枯草菌芽胞液

(5) 細菌検査（Ⅱ）

[実施項目] E. coli

[試験方法] 食品衛生法施行規則及び食品、添加物等の規格基準の一部改正について（平成5年3月17日付け衛乳第54号）別紙に示された加熱食肉製品のE. coli試験法。または各検査機関のGLPに対応した加熱食肉製品のE. coli検査法。

[試料] 模擬食材（マッシュポテト）

3 その他

(1) 報告書様式等は検体配布時に送付する。

(2) 測定結果等については、各実施項目ごとの報告記入方法等による。

(3) 報告書提出期限は平成30年8月24日（金）とし、提出先は福島県衛生研究所とする。

(〒960-8560 福島市方木田字水戸内16-6 TEL024-546-8664)

平成30年度福島県試験検査精度管理実施結果

理化学検査（I）

1 実施項目

- (1) カドミウム（試料 A、B）
- (2) マンガン（試料 A、B）

2 試験方法

平成15年厚生労働省告示第261号、上水試験方法（2011年版）又は工場排水試験方法（JIS K 0102）に定める方法

3 試料

(1) 標準液

ア カドミウム

富士フィルム和光純薬株式会社製カドミウム標準液（100mg/L）を使用した。

イ マンガン

富士フィルム和光純薬株式会社製マンガン標準液（1000mg/L）を使用した。

(2) 精度管理試料の調製

ア 試料 A

カドミウム標準液 3.2mL 及びマンガン標準液 2.4mL を採り、硝酸（有害金属測定用）80mL 及び超純水を加え 8L とした。この試料は 20 倍希釈して試験用試料とするため、設定濃度はカドミウム 2.00 μ g/L、マンガン 15.0 μ g/L となる。

イ 試料 B

カドミウム標準液 40mL 及びマンガン標準液 640mL を採り、硝酸（有害金属測定用）80mL 及び超純水を加え 8L とした。この試料は 20 倍希釈して試験用試料とするため、設定濃度はカドミウム 25.0 μ g/L、マンガン 4.00mg/L となる。

4 参加機関

行政検査機関 5 機関、上下水道事業者等 7 機関、環境計量証明事業者等 16 機関

計 28 機関

5 結果及び考察

Grubbs の棄却検定を行い、外れ値となった機関を除いた後で平均値、標準偏差、変動係数を求め、さらに参考として Z-スコアの算出を行った。また、外れ値となった機関にはその原因と改善策についてアンケート調査を行った（Z-スコア：7 の参考参照）。

(1) カドミウム

試料 A は、28 機関から結果の報告があった。表 1 に各機関の測定結果、図 1 に測定結果の濃度分布図、表 2 に統計値を示す。Grubbs の棄却検定において外れ値を示した 1 機関を除いた 27 機関の平均値は 1.98 μ g/L、標準偏差は 0.143 μ g/L、室間変動係数は 7.19% であった。

試料 B は、23 機関から結果の報告があった。表 5 に各機関の測定結果、図 2 に測定結果の濃度分布図、表 6 に統計値を示す。Grubbs の棄却検定において外れ値を示した 1 機関を除いた 22 機関の平均値は 24.7 μ g/L、標準偏差は 1.09 μ g/L、室間変動係数は 4.40% であった。

あった。

各機関の室内変動係数は、試料 A 及び試料 B 共に 5%以内と良好な結果であった。

試料 A 及び試料 B の分析方法別統計値を表 3 及び表 7 に、同様に試験法根拠別統計値を表 4 及び表 8 に示す。

分析方法別の平均値について、フレイム原子吸光光度法（以下、「フレイム AAS 法」）及びフレイムレス原子吸光光度法（以下、「フレイムレス AAS 法」）を I 群、ICP 発光分光分析法（以下、「ICP-OES 法」）及び ICP 質量分析法（以下、「ICP-MS 法」）を II 群として比較した結果、試料 A では I 群の値が高く、試料 B では大きな差は見られなかった。試験法根拠別の平均値について、平成 15 年厚生労働省告示第 261 号及び上水試験方法（2011 年版）を III 群、工場排水試験方法（JIS K 0102）を IV 群として比較した結果、2 群の間に大きな差は見られなかった。

棄却された機関 3 にその原因について回答を求めたところ、試料の希釈を 2 段階で行い測定したが、1 段階目の希釈を考慮せず濃度計算を行ったことが原因であり、今後は、結果報告を行う際に希釈倍率が定量値に反映されていることを再確認し、再発を防止するとの回答を得た。

なお、実施要領で示した桁数と異なる報告をした機関が見られたので、報告時には実施要領及び報告書を再確認することが望まれる。

(2) マンガン

試料 A は、28 機関から結果の報告があった。表 9 に各機関の測定結果、図 3 に測定結果の濃度分布図、表 10 に統計値を示す。Grubbs の棄却検定において外れ値を示した 1 機関及び定量下限値未満の報告があった 1 機関を除いた 26 機関の平均値は 14.9 μ g/L、標準偏差は 0.453 μ g/L、室内変動係数は 3.05%であった。

試料 B は 23 機関から結果の報告があった。表 13 に各機関の測定結果、図 4 に測定結果の濃度分布図、表 14 に統計値を示す。Grubbs の棄却検定において外れ値を示した 1 機関を除いた 22 機関の平均値は 3.98mg/L、標準偏差は 0.238mg/L、室内変動係数は 5.96%であった。

各機関の室内変動係数は、試料 A で 5%、試料 B で 10%以内と概ね良好な結果であった。

試料 A 及び試料 B の分析方法別統計値を表 11 及び表 15 に、同様に試験法根拠別統計値を表 12 及び表 16 に示す。

マンガンの測定方法は、各試験法根拠によってフレイム AAS 法、フレイムレス AAS 法、ICP-OES 法、ICP-MS 法及び過よう素酸吸光光度法のいずれかが選択されるが、試料 A 及び試料 B で過よう素酸吸光光度法、試料 B でフレイムレス AAS 法を選択した機関はなかった。カドミウムと同様に分析方法及び試験法根拠を群別し、平均値を比較したが、いずれも大きな差は見られなかった。

棄却された機関は、カドミウムと同一の機関 3 で、原因も同様に希釈倍率の計算の誤りであった。

なお、実施要領で示した桁数と異なる報告をした機関が見られたので、報告時には実施要領及び報告書を再確認することが望まれる。

6 まとめ

カドミウムとマンガンについて、それぞれ 2 種類の濃度について試料を作製し、配付した。Grubbs の棄却検定により 1 機関がすべての試料、項目で外れ値を示した。

各機関の室内変動係数は、カドミウム及びマンガンのいずれの試料においても 10%以内

と概ね良好な結果であった。

7 参考 Z-スコアについて

極端な結果（異常値など）の影響を最小にしつつ、各データのばらつき度合いを算出するために考案された「ロバストな統計手法」による統計量のことである。具体的には、

$$Z = (x - X) / s$$

で表される。ここで

x = 各データ X = データの第2四分位数（中央値）

$s = 0.7413 \times (\text{データの第3四分位数} - \text{データの第1四分位数})$

であり、また、データの第 i 四分位数とは、 N 個のデータを小さい順に並べた時の

$[\{ i (N - 1) / 4 \} + 1]$ 番目

のデータを示す。（小数の場合はデータ間をその割合で補完して求める）

Z スコアの評価基準は、以下のとおりとした。

$ Z \leq 2$: 満足
$2 < Z < 3$: 疑義有り
$3 \leq Z $: 不満足

Z スコアは検査結果のバラツキを見るための指標であり、3 以上であることが直接的に精度が確保できなかったと判断することはできない。例えば検査結果全体のばらつきが小さい時に、平均値からわずかに外れた検査結果の Z スコアの絶対値が 3 以上になる場合がある。

（参考文献：ISO/IEC 17043（JIS Q 17043））

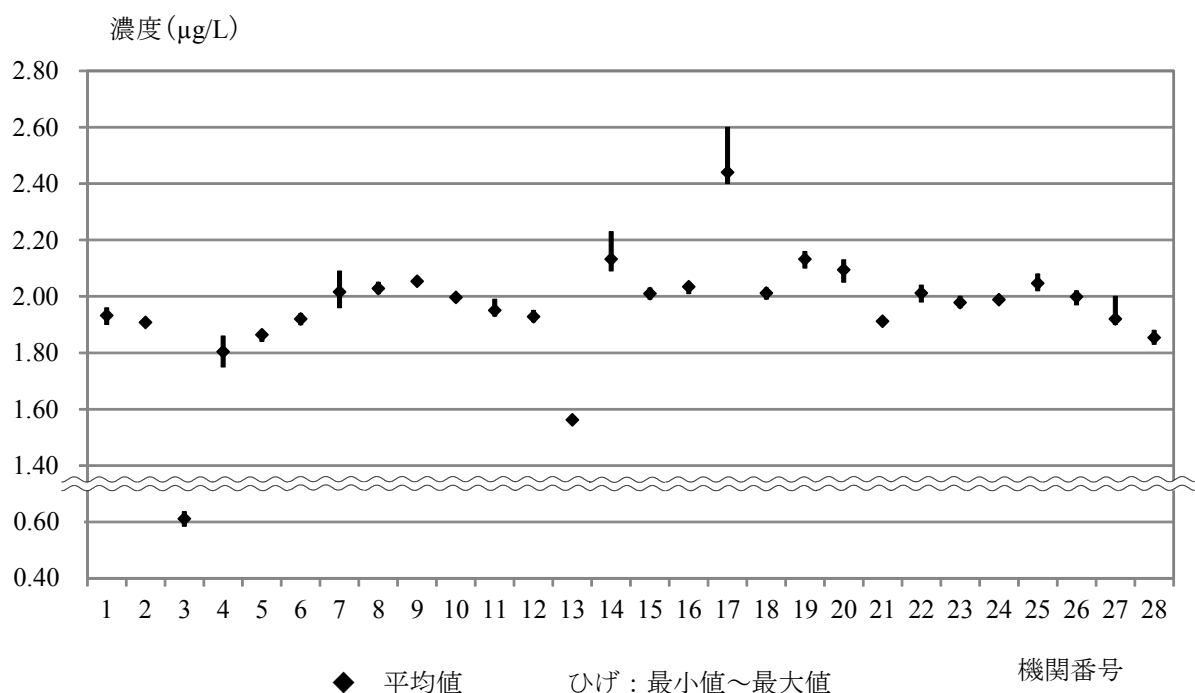


図1 カドミウム（試料A）濃度分布図

表2 カドミウム（試料A）統計値（棄却後）

平均値 (µg/L)	室間精度		最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	中央値 (µg/L)
	標準偏差(µg/L)	変動係数(%)			
1.98	0.143	7.19	1.56	2.44	2.00

表3 カドミウム（試料A）分析方法別統計値（棄却後）

分析方法*		機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
a	(I群)	2	2.29	2.13	2.44	0.154	6.74
b		4	2.06	2.01	2.13	0.0513	2.49
c	(II群)	6	1.85	1.56	2.03	0.148	7.99
d		15	1.97	1.85	2.05	0.154	7.81

※ 分析方法 a: フレーム原子吸光光度法 b: フレームレス原子吸光光度法
c: ICP 発光分光分析法 d: ICP 質量分析法

表4 カドミウム（試料A）試験法根拠別統計値（棄却後）

試験法根拠*	機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
ア及びイ(III群)	15	1.99	1.85	2.13	0.0756	3.80
ウ(IV群)	12	1.97	1.56	2.44	0.196	9.93

※ 試験法根拠 ア: 平成15年厚生労働省告示第261号 イ: 上水試験方法(2011年版)
ウ: 工場排水試験方法(JIS K 0102)

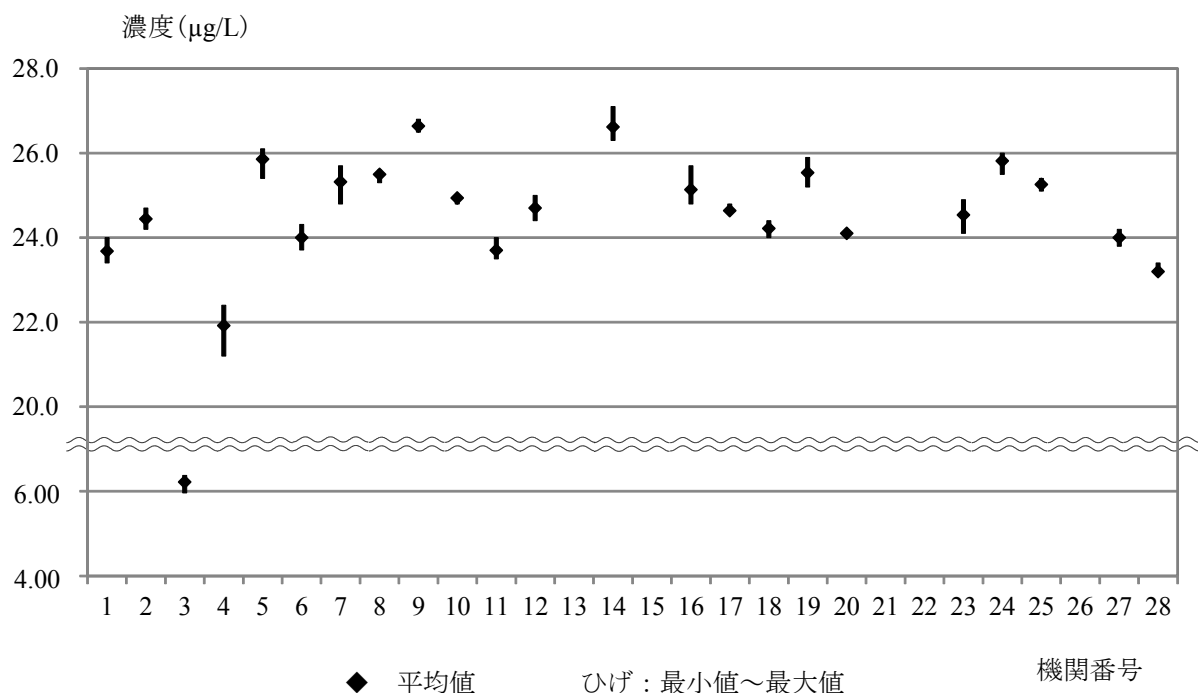


図2 カドミウム（試料B）濃度分布図

表6 カドミウム（試料B）統計値（棄却後）

平均値 (µg/L)	室間精度		最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	中央値 (µg/L)
	標準偏差(µg/L)	変動係数(%)			
24.7	1.09	4.40	21.9	26.6	24.7

表7 カドミウム（試料B）分析方法別統計値（棄却後）

分析方法*	機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
a	(I群)	25.6	24.6	26.6	0.990	3.86
b		25.4	25.3	25.5	0.110	0.433
c	(II群)	24.2	21.9	25.9	1.29	5.32
d		12	24.7	23.2	26.6	0.898

※ 分析方法 a：フレーム原子吸光光度法 b：フレームレス原子吸光光度法
 c：ICP 発光分光分析法 d：ICP 質量分析法

表8 カドミウム（試料B）試験法根拠別統計値（棄却後）

試験法根拠*	機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
ア及びイ(III群)	10	25.0	23.2	26.6	1.06	4.25
ウ(IV群)	12	24.5	21.9	25.8	1.06	4.34

※ 試験法根拠 ア：平成15年厚生労働省告示第261号 イ：上水試験方法（2011年版）
 ウ：工場排水試験方法（JIS K 0102）

表9 マンガン（試料A）測定結果

機関 番号	測定結果（ $\mu\text{g/L}$ ）					平均値 （ $\mu\text{g/L}$ ）	標準偏差 （ $\mu\text{g/L}$ ）	変動係数 （%）	Z スコア	分析 方法 ^{※1}	試験法 根拠 ^{※2}
	1	2	3	4	5						
1	14.5	14.5	14.5	14.2	14.3	14.4	0.126	0.88	-1.31	d	ウ
2	14.6	14.7	14.6	14.7	14.6	14.6	0.049	0.33	-0.61	d	ア
3	3.34	3.26	3.18	3.15	3.14	3.21	0.076	2.36	—	d	ア
4	14.8	14.6	14.2	14.3	14.2	14.4	0.240	1.66	-1.25	c	ウ
5	14.7	14.9	14.9	15.0	15.0	14.9	0.110	0.74	0.15	c	イ
6	14.887	15.126	15.353	15.217	15.353	15.2	0.173	1.14	0.98	d	ウ
7	15.0	15.3	15.2	16.1	15.6	15.4	0.383	2.48	1.71	b	ウ
8	15.2	15.2	15.2	15.2	15.3	15.2	0.040	0.26	1.07	c	ウ
9	14.5	14.5	14.7	14.4	14.5	14.5	0.098	0.67	-0.96	d	ア
10	14.9	14.9	14.9	14.9	14.9	14.9	0	0	0.15	d	ア
11	14.9	14.9	15.1	15.2	15.3	15.1	0.160	1.06	0.67	c	ウ
12	14.5	14.5	14.6	14.7	14.6	14.6	0.075	0.51	-0.78	d	ウ
13	16.9	16.6	16.7	16.5	16.5	16.6	0.150	0.90	5.19	c	ウ
14	14.0	15.2	14.9	14.2	13.6	14.4	0.588	4.09	-1.36	a	ア
15	14.8	15.0	14.8	15.0	14.7	14.9	0.120	0.81	0.03	d	ア
16	14.9	15.0	14.9	15.0	15.0	15.0	0.049	0.33	0.32	d	ア
17	<40	<40	<40	<40	<40	—	—	—	—	a	ウ
18	15.1	15	14.9	14.9	15.1	15.0	0.089	0.60	0.44	d	ア
19	14.9	14.8	14.9	15.1	15.0	14.9	0.102	0.68	0.26	b	ウ
20	14.3	14.4	14.4	14.3	14.2	14.3	0.075	0.52	-1.54	c	イ
21	14.7	14.6	14.5	14.6	14.4	14.6	0.102	0.70	-0.84	d	ア
22	14.5	14.6	14.6	14.7	14.5	14.6	0.075	0.51	-0.78	b	イ
23	14.8	14.8	14.7	14.8	14.6	14.7	0.080	0.54	-0.32	d	ア
24	14.8	14.9	14.9	14.8	14.8	14.8	0.049	0.33	-0.03	d	ア
25	15.2	15.2	15.0	15.0	14.9	15.1	0.120	0.80	0.61	d	ウ
26	14.6	14.6	14.7	14.6	15.0	14.7	0.155	1.05	-0.44	d	ア
27	15.0	15.0	15.1	15.0	15.2	15.1	0.080	0.53	0.61	c	ウ
28	14.7	14.7	14.5	14.6	14.6	14.6	0.075	0.51	-0.67	d	ア

※1 分析方法 a：フレイム原子吸光光度法 b：フレイムレス原子吸光光度法
 c：ICP 発光分光分析法 d：ICP 質量分析法

※2 試験法根拠 ア：平成 15 年厚生労働省告示第 261 号 イ：上水試験方法（2011 年版）
 ウ：工場排水試験方法（JIS K 0102）

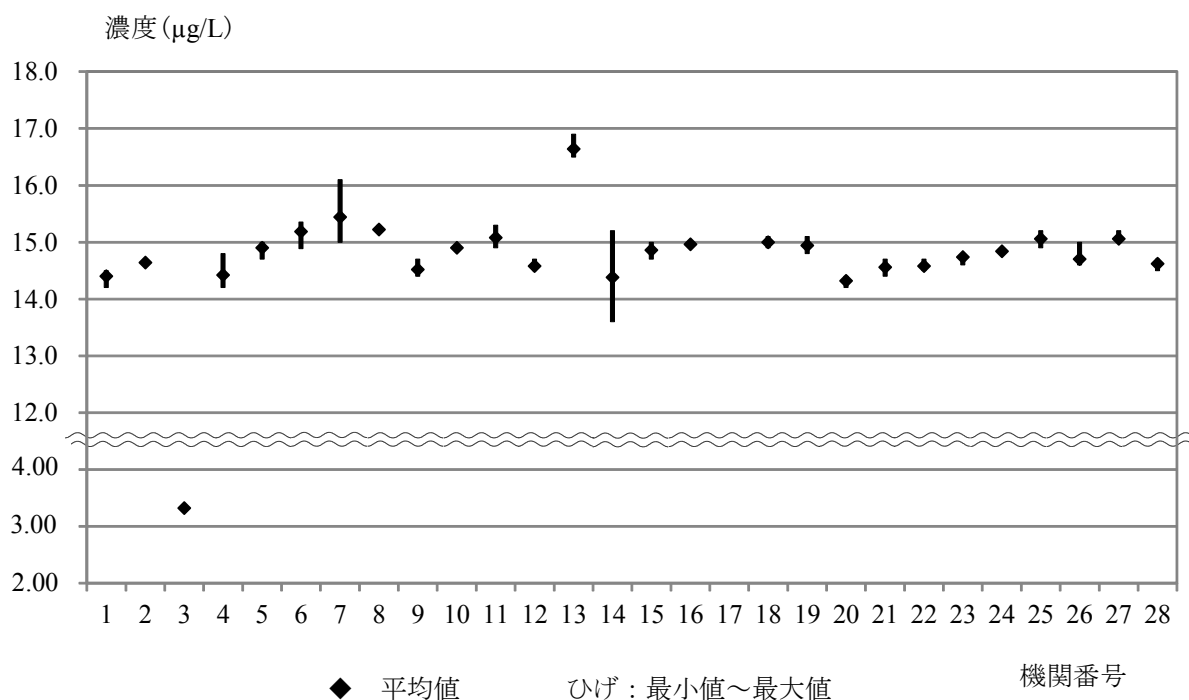


図3 マンガン（試料A）濃度分布図

表10 マンガン（試料A）統計値（棄却後）

平均値 (µg/L)	室間精度		最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	中央値 (µg/L)
	標準偏差(µg/L)	変動係数(%)			
14.9	0.453	3.05	14.3	16.6	14.9

表11 マンガン（試料A）分析方法別統計値（棄却後）

分析方法*	機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)	
a	(I群)	1	14.4	14.4	—	—	
b		3	15.0	14.6	15.4	0.353	2.35
c	(II群)	7	15.1	14.3	16.6	0.707	4.68
d		15	14.8	14.4	15.2	0.216	1.46

※ 分析方法 a：フレーム原子吸光光度法 b：フレームレス原子吸光光度法
 c：ICP 発光分光分析法 d：ICP 質量分析法

表12 マンガン（試料A）試験法根拠別統計値（棄却後）

試験法根拠*	機関数	平均値 (µg/L)	最小値 (µg/L)	最大値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
ア及びイ(III群)	15	14.7	14.3	15.0	0.201	1.37
ウ (IV群)	11	15.1	14.4	16.6	0.585	3.87

※ 試験法根拠 ア：平成15年厚生労働省告示第261号 イ：上水試験方法（2011年版）
 ウ：工場排水試験方法（JIS K 0102）

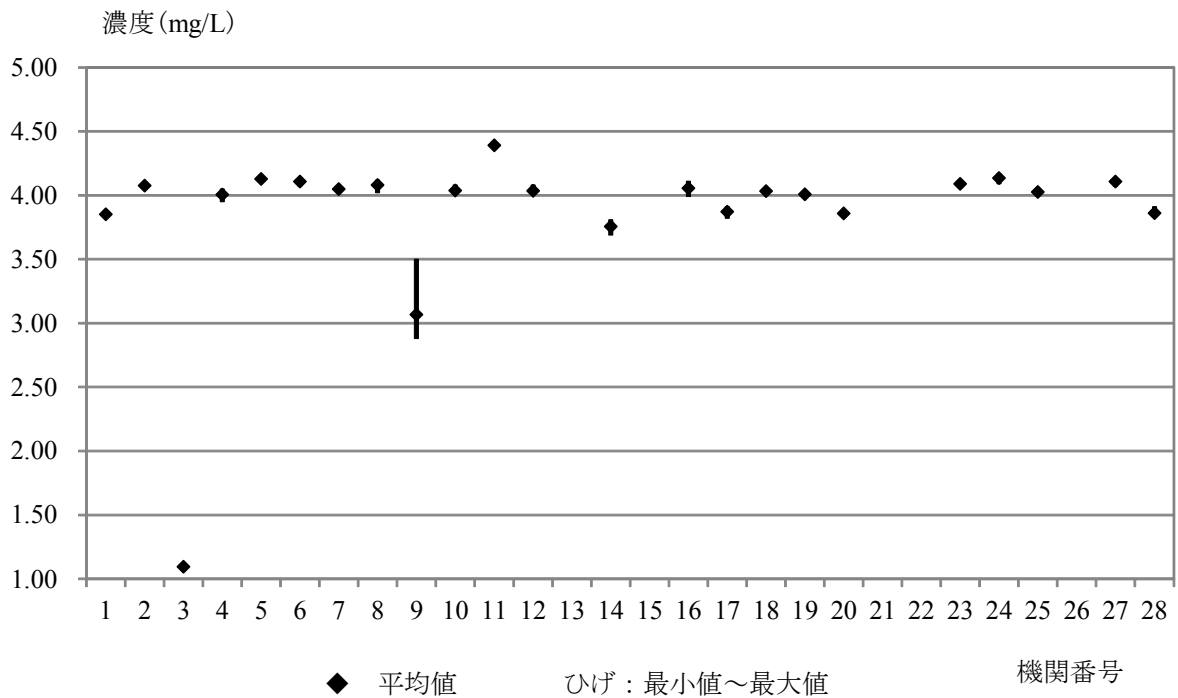


図4 マンガン（試料B）濃度分布図

表14 マンガン（試料B）統計値（棄却後）

平均値 (mg/L)	室間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)
	標準偏差(mg/L)	変動係数(%)			
3.98	0.238	5.96	3.07	4.39	4.04

表15 マンガン（試料B）分析方法別統計値（棄却後）

分析方法*	機関数	平均値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
a (I群)	4	3.92	3.76	4.05	0.115	2.94
c (II群)	6	4.10	3.86	4.39	0.160	3.91
d	12	3.95	3.07	4.14	0.278	7.05

※ 分析方法 a: フレーム原子吸光光度法 c: ICP 発光分光分析法
d: ICP 質量分析法

表16 マンガン（試料B）試験法根拠別統計値（棄却後）

試験法根拠*	機関数	平均値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
ア及びイ(III群)	10	3.90	3.07	4.13	0.299	7.68
ウ(IV群)	12	4.06	3.85	4.39	0.131	3.24

※ 試験法根拠 ア: 平成15年厚生労働省告示第261号 イ: 上水試験方法(2011年版)
ウ: 工場排水試験方法(JIS K 0102)

理化学検査（Ⅱ）

1 実施項目

臭素酸

2 試験方法

平成 15 年厚生労働省告示第 261 号別表第 18 又は別表第 18 の 2 に定める方法

3 試料

(1) 標準液

富士フィルム和光純薬株式会社製臭素酸イオン標準液（2000mg/L）を使用した。

(2) 標準溶液の調製

臭素酸イオン標準液 1mL を採り、超純水を加え 100mL とした。なお、濃度は 20.0mg/L となる。

(3) 精度管理試料の調製

ア 試料 C

標準溶液 2.5mL を採り、超純水を加え 5L とした。設定濃度は 10.0 μ g/L となる。

イ 試料 D

標準溶液 0.5mL を採り、超純水を加え 5L とした。設定濃度は 2.00 μ g/L となる。

4 参加機関

上下水道事業者等 2 機関、環境計量証明事業者等 10 機関 計 12 機関

5 結果及び考察

Grubbs の棄却検定を行い、外れ値となった機関を除いた後で平均値、標準偏差、変動係数を求め、さらに参考として Z-スコアの算出を行った。また、外れ値となった機関にはその原因と改善策についてアンケート調査を行った（Z-スコア：7 の参考参照）。

(1) 試料 C

表 1 に各機関の測定結果、表 2 に統計値、図 1 に測定結果の濃度分布図を示す。Grubbs の棄却検定により外れ値を示した 1 機関を除いた 11 機関の平均値は 9.88 μ g/L、標準偏差は 0.180 μ g/L、室間変動係数は 1.82%であった。また、室内変動係数についても、全ての機関で 5%以内と良好な結果であった。

棄却された機関 4 にその原因及び改善策について回答を求めた。原因は装置の汚染と考へ、質量分析計の洗浄後に再測定を実施したところ、平均値に近い値が得られた。改善策としては質量分析計の洗浄の頻度を増やすとの回答を得た。

(2) 試料 D

表 3 に各機関の測定結果、表 4 に統計値、図 2 に測定結果の濃度分布図を示す。Grubbs の棄却検定により外れ値を示した 1 機関を除いた 11 機関の平均値は 1.92 μ g/L、標準偏差は 0.125 μ g/L、室間変動係数は 6.51%であった。また、室内変動係数についても、全ての機関で 5%以内と良好な結果であった。

棄却された機関は試料 C と同じ機関 4 であり、原因及び改善策は試料 C と同様である。

再測定の結果、試料 D についても平均値に近い値が得られた。

(3) 試験方法等

告示法では、臭素酸の分析方法としてイオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法

(以下、「IC-PC 法」) 及び液体クロマトグラフ-質量分析法 (以下、「LC-MS 法」) の 2 種類の方法が示されている。今回、11 機関が IC-PC 法、1 機関が LC-MS 法を用いていた。

なお、告示法では 2 週間以内に試験をすることとなっているが、2 週間を超えて試験を行った機関が 2 機関あった。前処理方法についても、告示法では検体をメンブレンフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10mL を捨て、次のろ液を試験溶液とすることとなっているが、試料のろ過を行っていない機関が 2 機関、捨てたろ液量が告示法と異なる機関が 2 機関、メンブレンフィルターろ過装置の孔径が告示法と異なる機関が 1 機関あった。

告示法で定められた試験期間や検査手順等に従わなかった場合は、逸脱となるので示された条件等を順守する必要がある。

また、実施要領で示した桁数と異なる報告をした機関が見られたので、報告時には実施要領及び報告書を再確認することが望まれる。

6 まとめ

臭素酸について 2 種類の異なる濃度の試料を作製し、配付した。Grubbs の棄却検定において、試料 C 及び試料 D で同じ 1 機関が外れ値を示した。

室内変動係数については、試料 C 及び試料 D ともに全ての機関で 5 %以内と良好な結果が得られた。

なお、告示法からの逸脱があった機関がいくつか見られた。試験を実施する際は、根拠となる試験方法を再確認することが重要である。

7 参考 Z-スコアについて

極端な結果 (異常値など) の影響を最小にしつつ、各データのばらつき度合いを算出するために考案された「ロバストな統計手法」による統計量のことである。具体的には、

$$Z = (x - X) / s$$

で表される。ここで

x = 各データ X = データの第 2 四分位数 (中央値)

$s = 0.7413 \times (\text{データの第 3 四分位数} - \text{データの第 1 四分位数})$

であり、また、データの第 i 四分位数とは、 N 個のデータを小さい順に並べた時の

$[\{i(N-1)/4\} + 1]$ 番目

のデータを示す。(小数の場合はデータ間をその割合で補完して求める)

Z スコアの評価基準は、以下のとおりとした。

$ Z \leq 2$:	満足
$2 < Z < 3$:	疑義あり
$3 \leq Z $:	不満足

Z スコアは検査結果のバラツキを見るための指標であり、3 以上であることが直接的に精度が確保できなかったと判断することはできない。例えば検査結果全体のばらつきが小さい時に、平均値からわずかに外れた検査結果の Z スコアの絶対値が 3 以上になる場合がある。

(参考文献 : ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043))

表 1 試料 C 測定結果

機関 番号	測定結果 (μg/L)					平均値 (μg/L)	標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)	Z-スコア	分析 方法 ^{※1}
	1	2	3	4	5					
1	10.2	10.0	9.96	10.0	9.88	10.0	0.106	1.05	0.78	a
2	10	10	9.99	9.96	10	9.99	0.015	0.16	0.67	a
3	10.0	9.95	9.70	9.75	9.74	9.83	0.122	1.24	-0.28	a
4	11.2	11.7	11.7	11.8	12.4	11.8	0.383	3.25	—	b
5	10.2	10.3	10.4	10.2	10.2	10.3	0.080	0.78	2.26	a
6	10.0	10.1	9.66	9.68	9.94	9.88	0.176	1.78	0	a
7	9.71	9.70	9.71	9.70	9.71	9.71	0.005	0.05	-1.00	a
8	9.77	9.82	9.96	9.82	9.79	9.83	0.067	0.68	-0.26	a
9	9.57	9.50	9.63	9.54	9.59	9.57	0.044	0.46	-1.83	a
10	9.72	10.0	10.2	9.99	10.1	10.0	0.160	1.60	0.74	a
11	10.5	10.2	9.98	9.08	9.98	9.95	0.474	4.77	0.42	a
12	9.67	9.72	9.68	9.79	9.67	9.71	0.046	0.47	-1.00	a

※1 分析方法 a : イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法

b : 液体クロマトグラフ-質量分析法

表 2 試料 C 統計値 (棄却後)

平均値 (μg/L)	室間精度		最小値 (μg/L)	最大値 (μg/L)	中央値 (μg/L)
	標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)			
9.88	0.180	1.82	9.57	10.3	9.88

濃度 (μg/L)

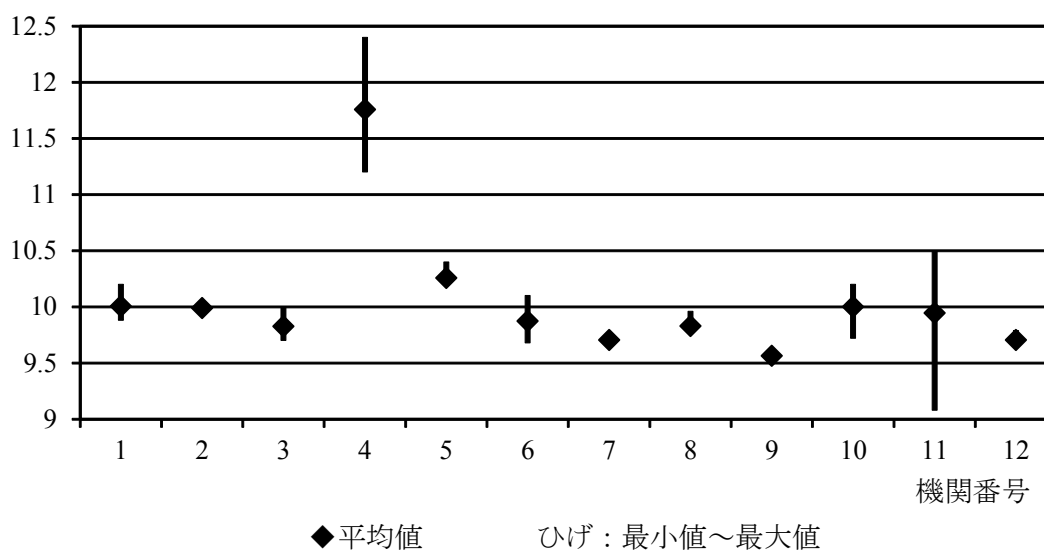


図 1 試料 C 濃度分布図

表3 試料D 測定結果

機関 番号	測定結果 (μg/L)					平均値 (μg/L)	標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)	Z-スコア	分析 方法 ^{※1}
	1	2	3	4	5					
1	1.97	1.97	2.00	1.96	1.90	1.96	0.033	1.68	-0.23	a
2	2	2.02	2.02	2.01	2	2.01	0.009	0.44	0.35	a
3	1.96	1.98	2.01	1.97	1.98	1.98	0.017	0.85	0	a
4	2.54	2.54	2.53	2.52	2.52	2.53	0.009	0.35	—	b
5	2.01	1.98	1.98	1.99	1.99	1.99	0.011	0.55	0.12	a
6	2.14	2.01	2.00	1.95	2.04	2.03	0.063	3.11	0.55	a
7	1.85	1.85	1.84	1.84	1.85	1.85	0.005	0.27	-1.54	a
8	1.90	1.92	1.94	1.91	1.93	1.92	0.014	0.74	-0.69	a
9	1.96	2.00	1.85	2.03	2.08	1.98	0.078	3.91	0.05	a
10	1.58	1.6	1.6	1.59	1.6	1.59	0.008	0.50	-4.45	a
11	2.01	2.11	2.05	1.98	2.01	2.03	0.045	2.21	0.60	a
12	1.84	1.85	1.80	1.75	1.77	1.80	0.039	2.15	-2.05	a

※1 分析方法 a: イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法
b: 液体クロマトグラフ-質量分析法

表4 試料D 統計値 (棄却後)

平均値 (μg/L)	室間精度		最小値 (μg/L)	最大値 (μg/L)	中央値 (μg/L)
	標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)			
1.92	0.125	6.51	1.59	2.03	1.98

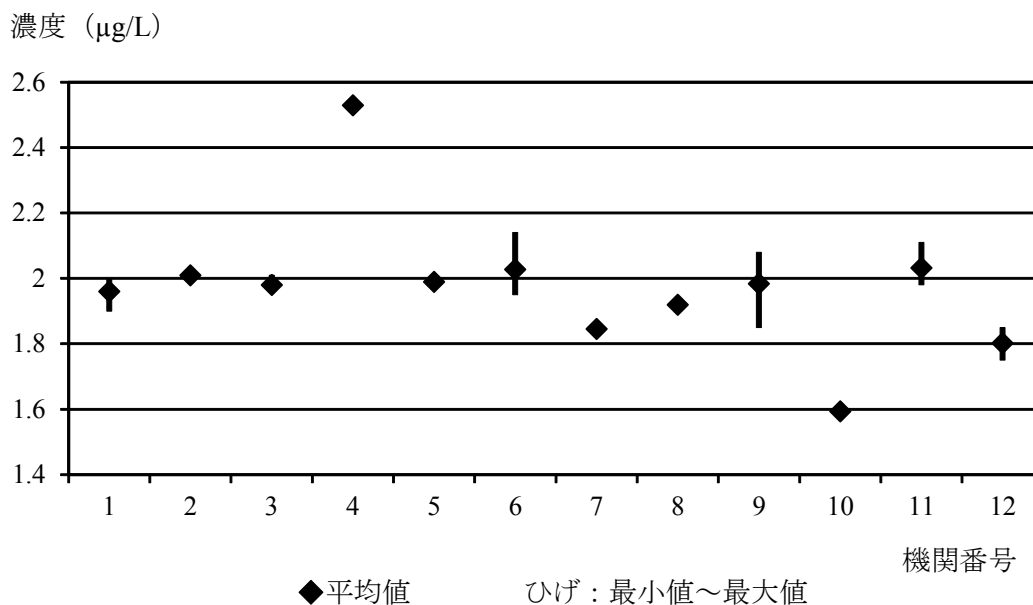


図2 試料D 濃度分布図

食品化学検査

1 実施項目

二酸化硫黄 定量

2 試験方法

食品衛生検査指針「食品添加物編」2003年版（社団法人日本食品衛生協会）
「衛生試験法・注解」2015年版（日本薬学会編）
食品中の食品添加物分析法 2000（社団法人日本食品衛生協会）
各検査機関の食品 GLP に対応した方法

3 試料

市販の同一ロットの果実酒

4 参加機関

行政検査機関 5 機関、環境計量証明事業者 1 機関

計 6 機関

5 結果および考察

(1) 測定結果

表 1 に各機関の測定結果を、表 2 に統計値を示す。

各機関の総平均値は 0.123g/kg、標準偏差は 0.00448g/kg、室間変動係数は 3.63%であった。室内変動係数は 0.372 ~ 2.13%であった。

図 1 に各機関の測定結果の平均値及び最大値、最小値を示す。各機関の平均値は、いずれも $\pm 2SD$ の範囲内にあり、概ね良好であった。

試料配付後 1 ヶ月間の二酸化硫黄濃度は、0.124 ~ 0.127g/kg と大きな変化は見られなかった。

(2) 分析条件等

表 3 に分析条件等を示す。

検査開始時期は、試料配付後、数日中に着手した機関が 4 機関、翌週が 2 機関であった。

分析方法は、全ての機関で食品衛生検査指針「食品添加物編」2003年版（以下、「指針法」）に基づき、通気蒸留-アルカリ滴定法を行っていた。二酸化硫黄の分析方法としては、通気蒸留後にアルカリ滴定する方法（以下、「アルカリ滴定法」）と比色する方法等があるが、二酸化硫黄の残存量が 0.1g/kg 以上の濃度の場合、アルカリ滴定法での実施が一般的である。

試料の採取量は、指針法では液体試料の場合は 20g、液量調整目的の蒸留水 20mL の添加は不要とされている。今回は、20g 採取、10g 採取がそれぞれ 3 機関あり、10g 採取した機関のうち 2 機関では蒸留水 20mL を添加していた。

分析に使用する蒸留水及びエタノールは、全ての機関で脱気水及び高速液体クロマトグラフ用を使用していた。

蒸留時の通気ガスの種類は、「窒素ガスに代わり空気をういても良い」旨、指針法の[注]に記載がある。今回の調査では、通気ガスの種類は、窒素と空気がそれぞれ 3 機関であった。

ガス流量は指針法では 500 ~ 600mL/min であり、全ての機関がこの範囲内であった。

通気(加熱)時間は、全ての機関が指針法のとおり 10 分間であった。

滴定に使用する 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液は、1 機関のみ自家調製後、力価を確認して用いていた。他の機関は市販の容量分析用試薬を用いていた。

6 まとめ

二酸化硫黄は不安定な化合物であり、採取後の保存状況により減少が認められるため、速やかに測定を実施することが重要である。

保管による濃度減少の影響を除外するため、同一ロットの未開封の市販品を試料として配付し、果実酒に含まれる二酸化硫黄(酸化防止剤)の定量試験を行った。

分析方法は、いずれの機関も指針法に従い、アルカリ滴定法により行っていた。

測定の結果、全ての機関の平均値は± 2SD の範囲内にあり概ね良好な結果であった。

また、試験期間中の未開封試料中の濃度を経時的に確認したところ、冷蔵保存で配付後 1 ヶ月の間、大きな変化は見られなかった。

表 1 測定結果

機関 番号	測定結果 (g/kg)					平均値 (g/kg)	標準偏差 (g/kg)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
1	0.120	0.120	0.120	0.121	0.120	0.120	0.00045	0.372
2	0.128	0.127	0.126	0.128	0.126	0.127	0.00100	0.787
3	0.123	0.121	0.120	0.120	0.122	0.121	0.00130	1.08
4	0.131	0.130	0.128	0.128	0.131	0.130	0.00152	1.17
5	0.119	0.119	0.114	0.116	0.120	0.118	0.00251	2.13
6	0.126	0.123	0.122	0.126	0.123	0.124	0.00187	1.51

表 2 統計値

平均値 (g/kg)	室間精度		最小値 (g/kg)	最大値 (g/kg)	中央値 (g/kg)
	標準偏差(g/kg)	変動係数(%)			
0.123	0.00448	3.63	0.118	0.130	0.123

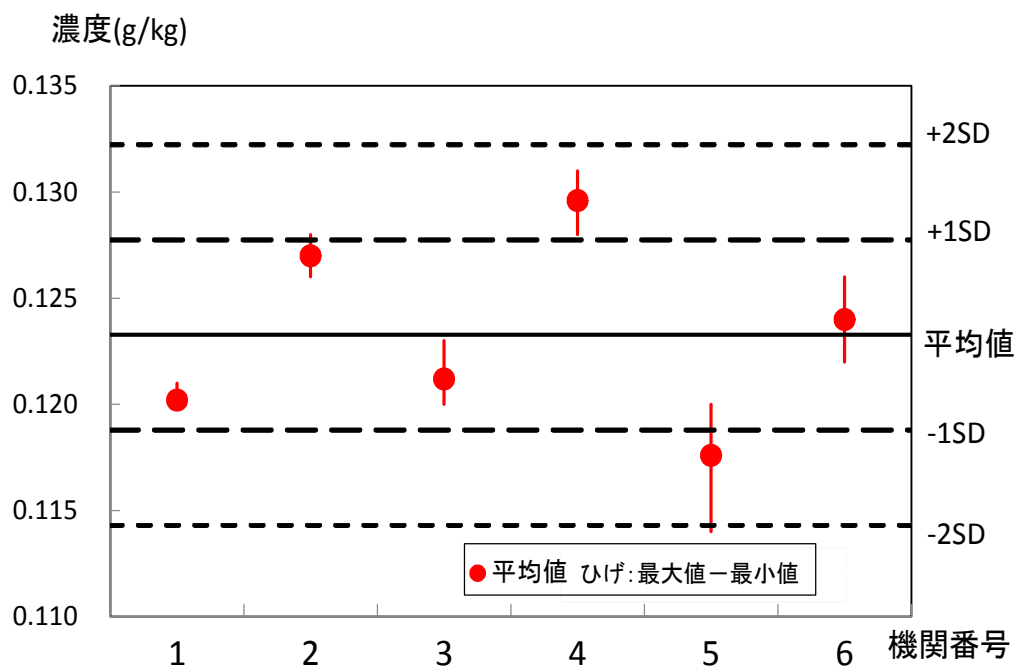


図 1 二酸化硫黄濃度分布図

表3 分析条件等

機関番号	1	2	3	4	5	6	
年間検査実施数	6	0	9	0	7	10	
検査開始日	H30.7.25	H30.7.23	H30.7.23	H30.7.23	H30.7.31	H30.7.31	
検査終了日	H30.7.27	H30.7.24	H30.7.25	H30.7.23	H30.7.31	H30.7.31	
分析方法または検査実施標準作業書の出典	食品衛生検査指針	食品衛生検査指針	食品衛生検査指針	食品衛生検査指針	食品衛生検査指針	食品衛生検査指針	
分析方法	アルカリ滴定法	アルカリ滴定法	アルカリ滴定法	アルカリ滴定法	アルカリ滴定法	アルカリ滴定法	
試料液の調製	試料の採取量 (g)	20	20	10	20	10(+水 20mL)	10(+水 20mL)
	水の脱気	実施	実施	実施	実施	実施	実施
	エタノールのグレード	HPLC用	HPLC用	HPLC用	HPLC用	HPLC用	HPLC用
	通気ガスの種類	空気	空気	空気	窒素	窒素	窒素
	ガス流量 (mL/min)	600	550	500 ~ 600	500	550	500 ~ 600
	通気(加熱)時間 (min)	10	10	10	10	10	10
滴定	0.01mol/LNaOHの種類	市販容量分析用	市販容量分析用	市販容量分析用	市販容量分析用	市販容量分析用	自家調製
	0.01mol/LNaOHの標定	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	実施
	0.01mol/LNaOHの力価	1.002	1.0	1.005	1.0	1.0	1.107

細菌検査（I）

1 実施項目

細菌数（一般細菌）測定

2 試験方法

食品を検査している検査機関にあつては、食品衛生法「食品、添加物等の規格基準」に規定する氷雪の細菌数の測定方法による。

水道水等を検査している検査機関にあつては、上水試験方法 2011 年版に規定する一般細菌の測定方法による。ただし、検水及び希釈検水の調製にあつては、検水 10mL 及び希釈水 90mL を検水 1mL 及び希釈水 9mL として実施する。

3 試料

生菌数測定内部精度管理用枯草菌芽胞液 1.5mL 入りバイアル 6 本

規 格

製造：栄研化学株式会社 品名：生菌数測定内部精度管理用枯草菌芽胞液 製品コード No.：LK1000 製造番号：85004 試験年月日：2018 年 5 月 24 日 枯草菌芽胞数： 1.3×10^7 CFU/mL

4 参加機関

行政検査機関等 6 機関、上下水道事業者 2 機関、環境計量証明事業者等 12 機関

計 20 機関

5 結果及び考察

(1) 各検査機関の検査実施期間及び年間実施件数を表 1 に示す。

1 機関で検査開始日から検査終了日までに約 1 ヶ月の日数経過を記載していた。確認したところ、バイアル 6 本を 2 回に分けて実施し、1 回目の検査開始日及び 2 回目の検査終了日を記載していたことが明らかとなった。検査日数は他機関同様 2 日であった。

(2) 各検査機関の試験方法、使用希釈水及び培養条件を表 2 に示す。

(3) 各検査機関の測定結果を表 3 及び表 4 に、外部精度管理機関の測定結果を表 5 に示す。

(4) 検査手順について

参加機関 20 機関の試験方法は、食品衛生法、上水試験方法共に 10 機関ずつであった。

1 機関で結果の報告値が指定された記載方法ではなかった。

(5) 結果の評価方法及び解析

ア 評価方法

一般財団法人食品薬品安全センターで実施している「食品衛生外部精度管理調査」を参考に次の方法により行った。

(ア) レンジチェックで大幅な外れ値を除外する。

(イ) 暫定的に外部精度管理機関の測定値の 1/100 以下と 100 倍以上値を除外)

(イ) \bar{X} - R 管理図を代用する方法により、 \bar{X} 管理図による測定値の平均値の比較、R

管理図による測定値の範囲（最小値と最大値の差）の比較及び管理線による評価を行う。

参考： \bar{X} 管理図の管理線の求め方

\bar{X} ：各機関の測定値の平均値

中心線 CL： \bar{X} の平均値（ $\bar{\bar{X}}$ ）

上部管理限界 UCL： $\bar{\bar{X}} \times 3$ （300%）

下部管理限界 LCL： $\bar{\bar{X}} \times 0.3$ （30%）

R管理図の管理線の求め方

R：各機関の測定値の最大値と最小値の差

中心線 CL： \bar{R} （Rの平均値）

上部管理限界 UCL： $D_4 \times \bar{R}$ 　　〔※ D_4 は係数表より求める〕

細菌数測定検査では $n = 3$ の測定であるため D_4 は2.574となる。

※ D_4 ：JISハンドブック（2008）品質管理、Z9021、表2管理限界線を計算するための係数を参照。

イ 解析

\bar{X} 管理図及びR管理図を図1、図2に示す。

\bar{X} 管理図（図1）、R管理図（図2）で、全ての検査機関の検査結果が管理限界以内であった。

6 まとめ

\bar{X} 管理図によるレンジチェック及びR管理図で、解析から除外される検査機関はなく良好な結果であった。

表1 各検査機関の検査実施期間および年間実施件数

機関番号	検査開始日	検査終了日	所要日数	年間実施件数
1	7/23	7/24	2日	2,500
2	7/23	7/24	2日	123
3	7/23	7/24	2日	0
4	8/2	8/3	2日	200
5	7/25	7/26	2日	200
6	7/24	7/25	2日	55,000
7	7/23	7/24	2日	430
8	7/26	7/27	2日	2,700
9	7/23	7/24	2日	230
10	7/23	7/24	2日	3,000
11	7/26	7/27	2日	400
12	7/23	7/24	2日	1,672
13	7/23	7/24	2日	8,000
14	7/23	8/21	2日	800
15	7/24	7/25	2日	2,700
16	7/25	7/26	2日	1,300
17	7/25	7/26	2日	1,000
18	8/2	8/3	2日	100
19	7/23	7/24	2日	20,000
20	7/23	7/24	2日	650

表2 各検査機関の試験方法、使用希釈水および培養条件

機関番号	試験方法**	使用希釈水	培養温度	培養時間
1	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	35℃	24時間
2	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	23時間
3	①	滅菌生理食塩水	35℃	22時間
4	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	24時間
5	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	24時間
6	①	滅菌生理食塩水	35℃	24時間
7	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	35℃	24時間
8	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
9	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	24時間
10	②	滅菌リン酸緩衝液	36℃	24時間
11	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	35℃	24時間
12	②	滅菌りん酸緩衝希釈水	36℃	24時間
13	①	滅菌ペプトン加生理食塩水	35℃	24時間
14	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
15	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
16	②	滅菌リン酸緩衝液	36℃	24時間
17	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
18	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
19	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
20	②	滅菌リン酸緩衝希釈水	36℃	24時間

※ ①は食品衛生法、②は上水試験方法 2011 年版を指す。

表3-1 各検査機関の測定結果（試験方法：食品衛生法）

機関番号	1回	2回	3回	平均値 (\bar{X})	最大値-最小値 (R)
1	1.2×10^7	1.0×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	0.2×10^7
2	1.1×10^7	1.2×10^7	1.2×10^7	1.2×10^7	0.1×10^7
3	1.2×10^7	1.0×10^7	1.2×10^7	1.1×10^7	0.2×10^7
4	1.0×10^7	9.5×10^6	1.0×10^7	9.8×10^6	0.05×10^7
5	1.1×10^7	9.4×10^6	1.1×10^7	1.0×10^7	0.16×10^7
6	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	0
7	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	0
9	1.4×10^7	1.4×10^7	1.4×10^7	1.4×10^7	0
11	1.1×10^7	1.0×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	0.1×10^7
13	1.26×10^7	1.24×10^7	1.32×10^7	1.3×10^7	0.1×10^7

表3-2 各検査機関の測定結果（試験方法：上水試験方法2011年版）

機関番号	混釈法	1回	2回	3回	平均値 (\bar{X})	最大値-最小値 (R)
8	単層法	1.2×10^7	1.2×10^7	1.2×10^7	1.2×10^7	0
10	単層法	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	1.1×10^7	0
12	二重層法	1.3×10^7	1.5×10^7	1.5×10^7	1.4×10^7	0.2×10^7
14	二重層法	1.4×10^7	1.5×10^7	1.5×10^7	1.5×10^7	0.1×10^7
15	単層法	9.3×10^6	1.0×10^7	9.6×10^6	9.6×10^6	0.07×10^7
16	単層法	1.2×10^7	1.4×10^7	1.4×10^7	1.3×10^7	0.2×10^7
17	単層法	1.3×10^7	1.1×10^7	1.2×10^7	1.2×10^7	0.2×10^7
18	単層法	1.0×10^7	9.8×10^6	9.9×10^6	9.9×10^6	0.02×10^7
19	単層法	1.2×10^7	1.2×10^7	1.1×10^7	1.2×10^7	0.1×10^7
20	二重層法	9.6×10^6	1.0×10^7	1.1×10^7	1.0×10^7	0.14×10^7

表4 各検査機関の測定結果（基本統計量）

データ数	20
測定値の平均値(\bar{X})の平均値($\bar{\bar{X}}$)	1.2×10^7
測定値の平均値の最大値	1.5×10^7
測定値の平均値の最小値	9.6×10^6
測定値の平均値(\bar{X})の標準偏差	0.15×10^7
変動係数	13 %

表5 外部精度管理機関の測定結果

機関	1回	2回	3回	平均値
外部精度管理機関 (衛生研究所 微生物課)	1.2×10^7	1.2×10^7	1.1×10^7	1.2×10^7

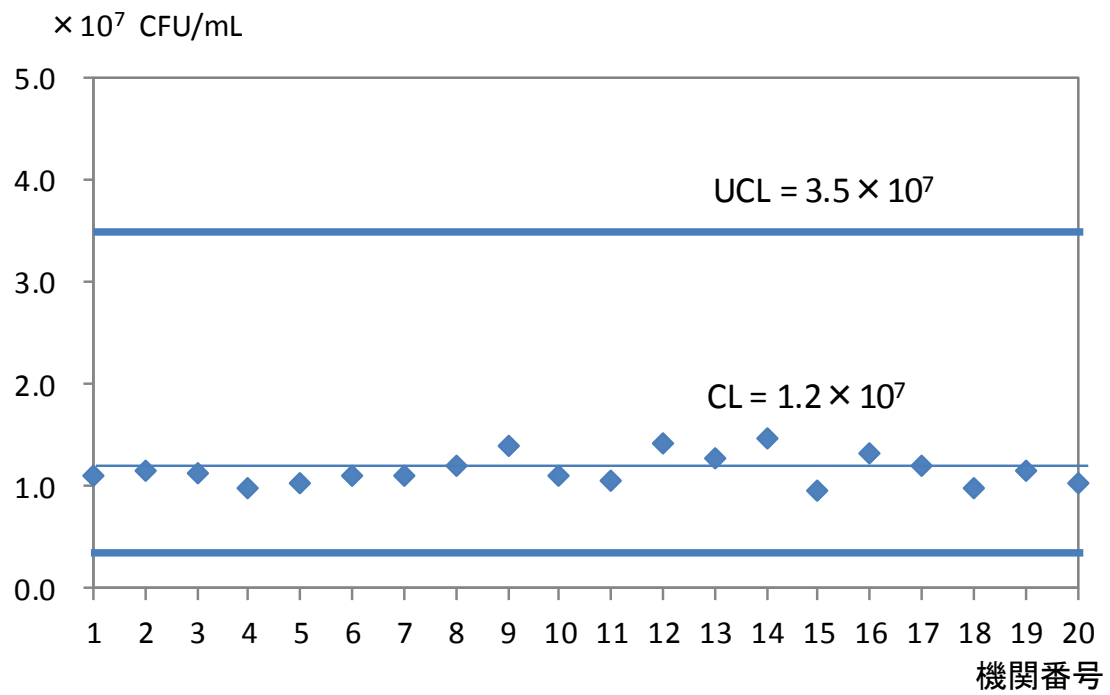


図1 \bar{X} 管理図

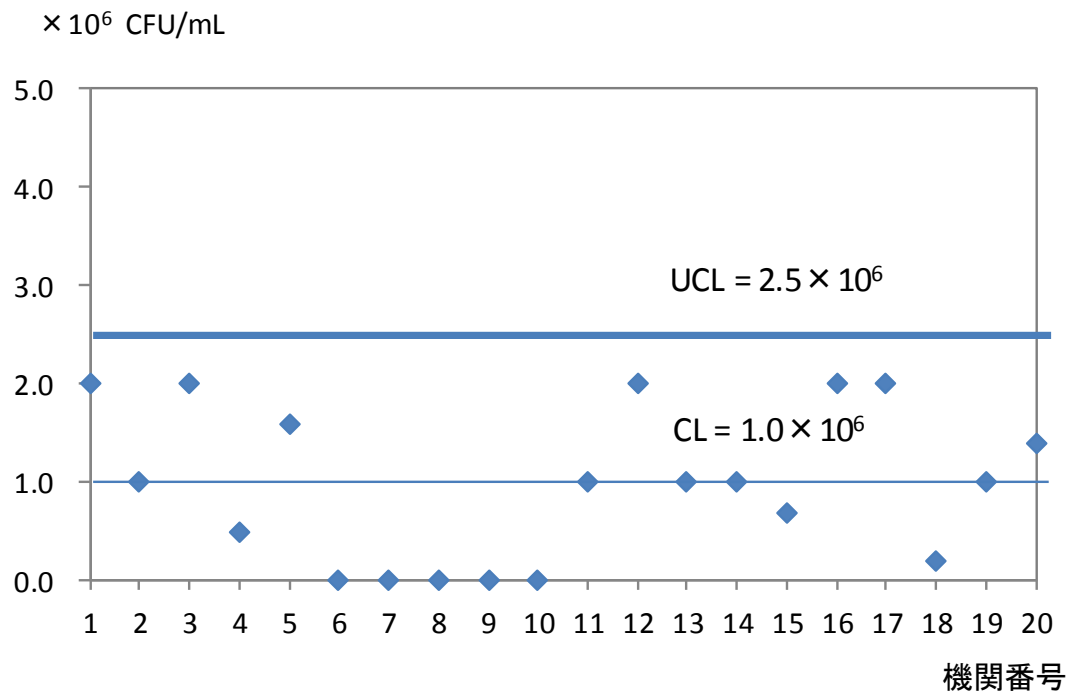


図2 R管理図

細菌検査（Ⅱ）

1 実施項目

E.coli

2 試験方法

食品衛生法施行規則及び食品、添加物等の規格基準の一部改正について（平成5年3月17日付け衛乳第54号）別紙に示された加熱食肉製品の E.coli 試験法。または各検査機関の GLP に対応した加熱食肉製品の E.coli 検査法。

3 試料

(1) 模擬食材としてマッシュポテトを使用

(2) 使用菌株 *Escherichia coli*

(3) 試料の作製

ア 菌液

継代した上記菌株をトリプトンソーヤブイヨン（TSB）に接種し、37℃で24時間培養後、TSBで10倍希釈したものを菌液とした。

イ 模擬食材

市販の乾燥マッシュポテト15gに水75mLを加えて攪拌した後、121℃で15分間高圧蒸気滅菌後、一晚冷却した。これを模擬食材として、何も加えないものを「検体1」、アで作製した菌液1mLを加えたものを「検体2」として配付試料とした。

4 参加機関

行政検査機関等6機関、環境計量証明事業所等4機関

計10機関

5 結果及び考察

(1) 検査月日及び検査結果を表1に示す。

検査開始日は配付当日が9機関、配付翌日が1機関であった。検査所要日数は4～5日であったが、その後の確認で、すべての機関で5日という結果であった。各検査機関の E.coli の年間検査件数は、0～18,000件と検査機関により様々であった。判定結果については、すべての機関で正しく判定された。

(2) 検査手順の概要と結果を表2に示す。

試料調製液は、すべての機関でペプトン加生理食塩水を使用していた。

推定試験では、すべての機関で EC 発酵管 5 本に試料液各 1mL を接種し、培養後は検体 1 でガス発生なし、検体 2 でガス発生ありという結果であった。

確定試験では、すべての機関で EMB 培地を使用し、培養後は大腸菌群の定型的集落が確認された。

完全試験では、乳糖ブイヨンは9機関が BTB を含有するものを、1機関が BTB 不含のものを使用していた。乳糖ブイヨンの培養時間は、48時間が4機関、48±3時間が5機関、24±2時間が1機関であった。24±2時間と報告のあった機関は、その後の確認で、48時間の間違いであったことが判明した。グラム染色のために使用した培地は、普通寒天培地が6機関、普通寒天斜面培地が3機関、トリプトソイ寒天培地が1機関であった。培養時間は、48時間が2機関、24±2時間が6機関、一夜、菌の発育が確認できるまでが各1機関であった。グラム染色の結果は、すべての機関でグラム陰性無芽胞桿菌であった。

6 まとめ

食品、添加物等の規格基準に定める食肉製品の E.coli の試験法について、各検査機関における検査技術の確認を目的として、精度管理を実施した。

一部の機関で報告書の記載ミスが認められたが、判定結果については、すべての機関で正しく判定された。

表 1 検査月日、検査結果

機関 番号	検査月日		検査件数 (/年)	検査結果			
	検査開始日	検査終了日		判定結果		検体採取量 (g)	
				検体 1	検体 2	検体 1	検体 2
1	7/23	7/26	3,900	陰性	陽性	25.0	25.0
2	7/23	7/27	10	陰性	陽性	25.0	25.0
3	7/23	7/27	0	陰性	陽性	25.0	25.0
4	7/23	7/27	0	陰性	陽性	25.0	25.0
5	7/23	7/27	81	陰性	陽性	25.00	25.00
6	7/23	7/27	130	陰性	陽性	25.2	25.0
7	7/23	7/26	30	陰性	陽性	25.0	25.0
8	7/23	7/27	5	陰性	陽性	25.08	25.06
9	7/24	7/28	18,000	陰性	陽性	25.0	25.1
10	7/23	7/27	250	陰性	陽性	25.0	25.1

表2 検査手順の概要と結果

機関番号	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
試料調製液	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌 0.1%ペプトン加生理食塩水	滅菌 0.1%ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌 0.1%ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌 0.1%ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	滅菌ペプトン加生理食塩水	
推定試験	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	EC培地	
確定試験	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 °C 24 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 ± 0.2 °C 24 ± 2 時間	44.5 °C 24 時間	
完全試験	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし	あり	なし
培養条件	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地	EMB培地
ガス発生	BTB加 LB培地	BTB不含 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン	BTB加 乳糖ブイヨン
培養条件	35 ± 1.0 °C 48 時間	35 °C 48 時間	35 ± 1 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35.0 ± 1.0 °C 48 ± 3 時間	35 °C 48 時間	35 °C 48 時間	35 °C 48 時間	35 °C 48 時間	35 °C 48 時間
ガス発生	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり
培養条件	普通寒天培地	普通寒天斜面培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	普通寒天培地	トリプトンイ寒天培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地	普通寒天斜面培地
培養条件	35 ± 1.0 °C	35 °C	35 ± 1 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C	35.0 ± 1.0 °C
培養条件	菌の発育が確認できるまで	48 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間	24 ± 2 時間
染色結果	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌	グラム陰性無芽胞桿菌
同定キット																					VITEC2

福島県試験検査精度管理事業実施要綱

(目的)

第1条 試験検査の高度化、複雑化に対応するため、検査方法、試薬、使用器具、材料の保管等試験検査実施上の問題点を検討し、もって試験検査に対する精度の向上を図ることを目的とする。

(事業の実施主体)

第2条 試験検査精度管理事業（以下「この事業」という。）の実施主体は、福島県とする。

(事業の内容)

第3条 この事業は、あらかじめ調整された検体について、試験検査を実施し、検査成績の正確度及び精密度を検討する。

2 この事業の実施区分は、次による。

理化学検査	食品化学検査	細菌検査	臨床検査
-------	--------	------	------

(事業の実施対象及び参加申し込み)

第4条 この事業の実施対象は、県の試験検査機関及びこの事業に参加を希望する市町村並びに民間検査機関とする。

2 この事業の実施区分ごとに必要な経費（以下「負担金」という。）は、福島県知事が別に定めるものとする。

3 この事業への参加を希望する市町村及び民間検査機関は、様式1により、福島県知事あてに参加申込書を提出するものとする。

4 参加機関は、申込み締切後3週間以内に、納入通知書（福島県財務規則第40号様式その1）により負担金を納入するものとする。

(委員会の設置)

第5条 この事業の円滑なる実施を期するため、委員会を設置する。

2 委員会の組織、所掌事務及び委員については、別に定める。

(事業の実施方針等)

第6条 この事業の実施方針等については、毎年当初に委員会で決定する。

(附 則) この要綱は、昭和60年4月 1日から施行する。

この要綱は、平成 9年4月 1日から施行する。

この要綱は、平成14年4月16日から施行する。

この要綱は、平成16年6月15日から施行する。

この要綱は、平成30年4月 1日から施行する。

検査実施区分及び負担金

実 施 区 分	負 担 費
理 化 学 検 査 (I)	金 25,000円
理 化 学 検 査 (II)	金 25,000円
食 品 化 学 検 査	金 22,000円
細 菌 検 査 (I)	金 14,000円
細 菌 検 査 (II)	金 11,000円
臨 床 検 査	実施年度に定める

福島県試験検査精度管理委員会設置要領

(設 置)

第1条 試験検査精度管理事業（以下「この事業」という。）を円滑に実施するため、福島県試験検査精度管理事業実施要綱第5条に基づき、福島県試験検査精度管理委員会（以下「委員会」という。）を設置する。

(組 織)

第2条 委員会は、委員長、副委員長及び委員をもって組織する。

2 委員長は、福島県衛生研究所長をもってあて、副委員長は、福島県保健福祉部健康衛生総室薬務課長をもってあてる。

3 委員は、福島県関係各総室等にあつては別表の職にある者をもってあて、関係市町村、民間検査機関にあつては各々の代表とする。委員の任期は2年とする。ただし再任を妨げない。任期の中途において委嘱された委員の任期は、他の委員の残任期間とし、補欠委員の任期は、前任委員の残任期間とする。

(業 務)

第3条 委員会は、次の業務を行う。

- (1) この事業の実施方針の決定
- (2) その他、この事業を実施するうえで必要な事項

(運 営)

第4条 委員長は会務を総括する。

2 委員長に事故あるときは、副委員長が、その職務を代理する。

(幹事会)

第5条 委員会に事前調整のため幹事会を置く。

2 幹事長及び幹事は、委員長が指名をする。

3 幹事長は幹事会を召集し、その座長となり、幹事会に関する事務を処理する。

(専門部会)

第6条 委員長は、特別の事項を調査、検討する必要があると認める場合には、委員会の中に専門部会を置くことができる。

(意見の聴取)

第7条 委員長及び幹事長は、協議上必要と認めるときは、委員会及び幹事会に学識経験者、関係職員等の出席を求め、その意見を聞くことができる。

(事務局)

第8条 委員会の事務局は福島県保健福祉部健康衛生総室薬務課に置く。

(補 則)

第9条 この要領に定めるもののほか、委員会の運営に必要な事項は、委員長が別に定める。

(附 則)

この要領は、昭和57年 4月 1日から施行する。

この要領は、昭和61年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成 5年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成 9年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成11年 5月17日から施行する。

この要領は、平成13年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成14年 4月16日から施行する。

この要領は、平成15年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成20年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成22年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成26年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成27年 4月 1日から施行する。

この要領は、平成27年10月 1日から施行する。

別 表

保健福祉部	健康衛生総室健康増進課長 健康衛生総室食品生活衛生課長 県北保健福祉事務所長
生活環境部	環境共生総室水・大気環境課長 環境創造センター調査・分析部長
商工労働部	計量検定所長

平成30年度福島県試験検査精度管理委員会名簿

職	氏名	所属	職名	備考
委員長	加藤 清司	衛生研究所	所長	職指定
副委員長	木村 隆弘	健康衛生総室 薬務課	課長	職指定
委員	三浦 爾	健康衛生総室 健康増進課	課長	職指定
委員	渡部 誠二	健康衛生総室 食品生活衛生課	課長	職指定
委員	鈴木 仁	環境共生総室 水・大気環境課	課長	職指定
委員	増子 敏夫	計量検定所	所長	職指定
委員	加藤 清司	県北保健福祉事務所	所長	職指定
委員	富永 幸宏	環境創造センター 調査・分析部	部長	職指定
委員	佐川 尚久	郡山市（上下水道局）	水質管理室長	
委員	田邊 真一	一般社団法人福島県環境測定・放射能計測協会	信頼性確保委員会 委員長	

平成30年度福島県試験検査精度管理委員会幹事名簿

職	氏名	所属	職名	備考
幹事長	鈴木 司	衛生研究所	主任専門薬剤技師 兼副所長	
幹事	金成 篤子	衛生研究所	微生物課長	
幹事	末永美知子	衛生研究所	理化学課長	
幹事	赤城 理恵	衛生研究所	試験検査課長	
幹事	木賊 幸子	環境創造センター	環境調査課長	
幹事	味戸 一宏	健康衛生総室 薬務課	専門薬剤技師	
学識経験者	佐藤 一弘	公益財団法人 福島県保健衛生協会	分析課長	

平成30年度福島県試験検査精度管理事業担当者名簿

区 分	氏 名	所 属	職 名
理化学検査（Ⅰ）担当	千葉一樹	衛生研究所理化学課	医療技師
理化学検査（Ⅱ）担当	本間貴大	衛生研究所理化学課	技 師
食品化学検査担当	山田浩子	衛生研究所理化学課	主任薬剤技師
細菌検査（Ⅰ）担当	菅野奈美	衛生研究所微生物課	主任医療技師
細菌検査（Ⅱ）担当	柏原尚子	衛生研究所試験検査課	専門医療技師
総合調整担当	河野裕子	衛生研究所総務企画課	専門薬剤技師

む す び

本年度の福島県試験検査精度管理事業は、昨年度に引き続き理化学検査（Ⅰ）、理化学検査（Ⅱ）、食品化学検査、細菌検査（Ⅰ）及び細菌検査（Ⅱ）の5つの区分ごとに実施いたしました。

各検査機関が提供している検査データは、水道水の水質や食品の品質、環境汚染の評価指標となり、県民の健康危機管理とも密接に関係していることから、的確な検査技術や適切な業務管理等により検査データの信頼性を確保することが強く求められております。

近年の試験検査の内容は、日々進歩し、高度化、複雑化しておりますが、本事業が検査担当者自らの技術を客観的に認識する契機となり、ひいては各検査機関における検査精度の向上に寄与することを期待しております。

最後に、専門的な見地から御助言をいただきました学識経験者の方をはじめ、関係各位の御協力に厚く御礼申し上げます。

幹 事 会