

平成22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 22 年度福島県試験検査精度管理事業について実施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。

本年度は、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）は水質試料中の亜鉛とヒ素の定量、理化学検査（Ⅱ）は水質試料中の塩素酸の定量、食品化学検査は食品中の発色剤（亜硝酸根）の定量、また、細菌検査（Ⅰ）は細菌数の測定、細菌検査（Ⅱ）は模擬食材中のサルモネラ属菌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 17 機関、食品化学検査は 6 機関、細菌検査（Ⅰ）は 17 機関、細菌検査（Ⅱ）は 9 機関でした。参加機関の合計はのべ 77 機関で、昨年より 3 機関の増となりました。

検査結果は各区分ともおおむね良好な結果が得られましたが、理化学検査（Ⅰ）では、特にヒ素分析においていくつかの課題の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により改善に努めました。

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 23 年 2 月

福島県試験検査精度管理委員会

委員長 西 田 茂 樹

## 目 次

平成22年度福島県試験検査精度管理事業実施方針	1
平成22年度福島県試験検査精度管理事業実施経過	2
平成22年度福島県試験検査精度管理事業実施経過表	3
平成22年度福島県試験検査精度管理事業参加機関	4
平成22年度福島県試験検査精度管理実施要項	5
平成22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	30
福島県試験検査精度管理委員会設置要領	32
平成22年度福島県試験検査精度管理委員及び幹事名簿	34
平成22年度福島県試験検査精度管理事業担当者名簿	35

# 平成22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

6月 2日（水）	第1回幹事会（実施方針案、実施項目案の検討）
6月15日（火）	第1回委員会（実施方針、実施項目の決定）
6月17日（木）	精度管理事業実施通知発送
7月 2日（金）	参加申し込み締め切り
7月12日（月）	検体配布
8月13日（金）	検査結果の提出締め切り
9月下旬	第2回幹事会（検査結果集計・検討）
10月中旬	試験検査技術発表会の発表演題募集
11月上旬	部門別検討会（実施区分ごとに結果検討）
12月	試験検査技術発表会の発表演題締め切り 第3回幹事会（委員会提出議案の検討）
1月	第2回委員会（本年度実施結果の承認） 試験検査技術発表会の発表要旨の締め切り
2月	試験検査技術発表会

## 平成22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
実施内容	平成22年6月15日(火)	平成23年1月13日(木)
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22年7月12日(月)
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	17機関
食品化学検査	6機関
細菌検査Ⅰ	17機関
細菌検査Ⅱ	9機関

### 3 精度管理部門別検討会

実施日	平成22年11月10日(水)
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	70名(実人数) (理化学Ⅰ参加者43名) (理化学Ⅱ参加者33名) (食品化学参加者19名) (細菌Ⅰ参加者37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23年2月25日(金)
発表演題数	5機関 6演題
特別講演の実施	講師：財団法人食品薬品安全センター 鈴木 達也 氏
出席者数	100名(予定)

平成22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
6	・第1回幹事会(2日) (方針案・項目案の検討)	・第1回委員会(15日) (方針・項目の決定) ・事業実施の通知(17日)	
7	・参加申込み締切り (2日)	・精度管理調査検体の配布 (各機関へ)(12日)	
8		・精度管理調査結果報告の 提出締切(13日)	
9			・第2回幹事会(29日) (精度管理結果集計・検討)
10		・試験検査技術発表会の 発表演題募集(19日)	
11	・部門別検討会(10日) (実施区分ごとに結果検 討)		
12	・試験検査技術発表会の 発表演題の締切(3日)		・第3回幹事会(21日) (委員会提出議案の検討)
1		・第2回委員会(13日) (本年度実施結果の承認) ・試験検査技術発表会の 発表要旨の締切 (18日)	
2			・試験検査技術発表会 (25日)
3			

平成22年度福島県試験検査精度管理事業参加機関

	機関名称	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)
衛研支所・環境センター等	1 衛生研究所本所(微生物課)					○
	2 衛生研究所本所(試験検査課)			○	○	
	3 衛生研究所県中支所			○	○	○
	4 衛生研究所会津支所				○	○
	5 環境センター	○				
	6 郡山市保健所		○	○	○	○
	7 いわき市保健所	○		○	○	○
	8 郡山市環境保全センター	○				
	9 いわき市環境監視センター	○				
上下水道事業者	10 郡山市水道局	○				
	11 いわき市水道局	○	○		○	
	12 (株)明電舎(会津若松市水道部の委託機関)	○				
	13 福島地方水道用水供給企業団	○	○		○	
	14 会津若松地方広域市町村圏整備組合		○			
	15 白河地方水道用水供給企業団	○	○			
	16 いわき市生活環境部下水道施設課	○				
環境計量証明事業者等	17 (財)福島県保健衛生協会	○	○	○	○	○
	18 (株)日本化学環境センター	○	○			
	19 (株)クレハ分析センター	○	○			
	20 (株)環境分析研究所	○	○		○	○
	21 (株)福島理化学研究所	○	○		○	
	22 日曹金属化学(株)会津環境分析センター	○				
	23 常磐開発(株)	○	○		○	
	24 日本化成(株)	○				
	25 (財)福島県下水道公社県中浄化センター	○				
	26 (財)福島県下水道公社県北浄化センター	○				
	27 日本エコテック(株)福島分析センター	○				
	28 (株)江東微生物研究所環境分析センター	○	○		○	
	29 福島県環境検査センター(株)	○	○		○	
	30 日本電工(株)郡山環境計量所	○				
	31 (株)新環境分析センター	○2検体	○2検体		○2検体	
	32 (財)新潟県環境分析センター				○	○
	33 平成理研(株)	○	○			
34 協和産業(株)		○				
35 (社)福島県薬剤師会	○					
36 (株)江東微生物研究所食品分析センター			○	○	○	
合計		28	17	6	17	9

## 平成22年度福島県試験検査精度管理実施要項

- 1 実施期間 平成22年7月12日（月）～平成22年8月13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] 亜鉛、ヒ素
    - [試験方法] 平成15年厚生労働省告示第261号、上水試験方法（2001年版）又は工場排水試験方法（JIS K 0102）に定める方法
    - [試料] 亜鉛、ヒ素を含む模擬試料1検体  
（各機関において水で100倍希釈して測定する）
  - (2) 理化学検査（Ⅱ）
    - [実施項目] 塩素酸
    - [試験方法] 平成15年厚生労働省告示第261号で定める方法
    - [試料] 塩素酸を含む模擬試料2検体
  - (3) 食品化学検査
    - [実施項目] 発色剤（亜硝酸根）
    - [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（H5. 3. 17付け衛乳第54号）」の別紙1に掲げる方法、「食品衛生検査指針 食品添加物編2003」、「食品中の食品添加物分析法 2000（日本食品衛生協会）」又は各検査機関のG L Pに対応した方法
    - [試料] 市販品の同一ロットのポークソーセージ検体 約300～500g
  - (4) 細菌検査（Ⅰ）
    - [実施項目] 細菌数測定
    - [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。  
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2001年版に規定する細菌数の測定方法。  
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] サルモネラ属菌
    - [試験方法] 平成10年11月25日付け生衛発第1674号厚生省生活衛生局長通知「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」で示された、サルモネラ属菌試験法。
    - [試料] 模擬食材（マッシュポテト）にサルモネラ属菌を加えたもの及び加えないもの。
- 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22年8月13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22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) 亜鉛（Zn）
- (2) ヒ素（As）

#### 2 試験方法

平成15年厚生労働省告示第261号に定める方法、上水試験方法（2001年度版、日本水道協会）又は排水基準を定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準にかかる検査方法（JIS K 0102）

#### 3 試料

##### 【調製方法】

亜鉛（Zn）標準液（1,000mg/L）	110 mL
ヒ素（As）標準液（1,000mg/L）	7.5mL
硝酸（有害金属測定用）	250 mL

-----  
蒸留水に上記を加えて攪拌し、5,000mL定容とした。

この試料は100倍して試験用試料とするため、設定濃度は亜鉛220 $\mu$ g/L、ヒ素15.0 $\mu$ g/Lとなる。

#### 4 参加機関

行政検査機関等 4機関、上下水道事業者 6機関、環境計量証明事業者等  
17機関（延べ18機関） 計27機関（延べ28機関）

#### 5 結果および考察

##### (1) 亜鉛

表1-1に各検査機関の測定結果、表1-2に基本統計量、図1には測定結果の分布図を示す。表3には測定方法ごとの基本統計量を示した。

Grubbsの棄却検定で、外れ値と判定された機関はなかった。平均値は224 $\mu$ g/L、標準偏差は13.3 $\mu$ g/L、室間変動係数は5.9%、Zスコアの範囲は-1.37～3.34であった。室内変動係数は最大でも4.4%であり良好であった。

Zスコアの絶対値は、1機関のみが3以上であった。この機関に、その原因と改善策について回答を求めた。その結果、フレイム原子吸光法において、

フレームバーナー部のメンテナンスが不足であったことを原因に挙げた。改善策については、分析終了時にバーナーヘッド部のメンテナンスを行うという回答であった。バーナーヘッド清掃後の再測定の結果は 229 $\mu\text{g/L}$  であり、平均値に近い値が報告された。

図 3 に、配布日から分析開始日までの日数と、測定濃度の分布図を示す。日数と濃度の間に相関は見られなかった（相関係数 0.07）。

分析に要した日数は、1 日が 68%、2 日から 1 週間が 29%であった。

## (2) ヒ素

表 2-1 に各検査機関の測定結果、表 2-2 に基本統計量、図 2 には測定値の分布図を示す。表中の Z スコア及び基本統計量は棄却された機関 14 を除いて算出した値である。

Grubbs の検定では、1 機関が棄却された。棄却された機関を除いた平均値は 15.5 $\mu\text{g/L}$ 、標準偏差は 1.35 $\mu\text{g/L}$ 、室間変動係数は 8.7%、Z スコアの範囲は -4.97~4.83 であった。室内変動係数は、1 機関のみ 10%を超えたが、それ以外は最大でも 6.9%であった。10%を超えた機関はその理由について、装置の老朽化により感度が低下したことを挙げた。

棄却された 1 機関に、その原因と改善策について回答を求めた。その結果、古い試験法で前処理を行っていたことが判明した。具体的には、水素化物発生原子吸光光度法の前処理段階において、硝酸と硫酸の添加及び加熱をして硫酸の白煙を発生させる処理を行っていなかった。そのため、配付試料に含まれていた硝酸が加熱によって除去されないことにより、水素化物の発生が妨害されたことが原因となって外れ値になったと推定された。改善策としては、前処理は JIS 法を基準とした方法に切り替えるとの回答であった。

Z スコアの絶対値が 3 を超えたのは 4 機関であった。これらの機関に、その原因と改善策について回答を求めたところ、次のような回答が得られた。

- ・加熱による硝酸除去が不十分だった（1 機関）
- ・水素化物発生原子吸光光度法における石英セルの汚損（2 機関）
- ・原因が特定できない（1 機関）

改善策としては

- ・操作手順書へ硝酸除去時の注意事項の追加及び測定者への再教育の徹底
- ・石英セルの汚染状況を確認する

との回答が挙げられた。

図 4 に、配布日から分析開始日までの日数と、測定濃度の分布図を示す。日数と濃度の間に相関はあまり見られなかった（相関係数 0.23）。

分析に要した日数は、1 日が 61%、2 日から 1 週間が 29%であった。

## 6 まとめ

今年度は亜鉛とヒ素について精度管理を実施した。測定結果について Grubbs の棄却検定後、各機関の Z スコアを算出した。棄却された機関及び Z スコアの絶対値が 3 以上になった機関については、その原因と改善策の報告を求めた。概要を以下にまとめる。

- (1) 亜鉛の項目については棄却された機関はなく、Z スコアの絶対値 3 以上の機関は 1 機関であった。その原因として機器の整備不足を挙げた。改善策については、分析終了時にメンテナンスを行うとの回答であった。
- (2) ヒ素の項目については棄却された機関が 1 機関、Z スコアの絶対値 3 以上の機関が 4 機関であった。その原因として前処理段階における硝酸の除去が不十分であったことや、石英セルの汚損が挙げられた。改善策については、適切な試験法への切り替え、セルの取り扱いについて十分に注意を払う、との回答であった。

### (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り、ISO/IEC ガイド43-1(JIS Q 0043-1)に規定されているものである。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

$\lceil \{ i(N-1)/4 \} + 1 \rceil$  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。

表 1 亜鉛測定結果

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	2	3	4	5					
1	217	217	216	220	223	219	2.88	1.3	-0.09	2
2	231	230	230	232	234	231	1.67	0.7	0.94	3
3	203	207	207	206	216	208	4.87	2.3	-1.03	3
4	223	225	226	227	225	225	1.48	0.7	0.43	2
5	231	229	227	230	228	229	1.58	0.7	0.77	4
6	219	239	222	237	219	227	9.96	4.4	0.60	1
7	223	216	220	219	219	219	2.51	1.1	-0.09	4
8	259	261	256	262	255	259	3.05	1.2	3.34	2
9	242	231	234	233	237	235	4.28	1.8	1.28	2
10	221	218	219	219	219	219	1.10	0.5	-0.09	3
11	219	220	219	220	220	220	0.55	0.2	0.00	3
12	212	211	210	208	211	210	1.52	0.7	-0.86	3
13	220	220	220	220	220	220	0.00	0.0	0.00	4
14	231	248	245	248	249	244	7.53	3.1	2.06	3
15	216	218	218	217	218	217	0.89	0.4	-0.26	3
16	223	223	223	221	221	222	1.10	0.5	0.17	3
17	218	219	219	219	220	219	0.71	0.3	-0.09	3
18	205	204	201	203	205	204	1.67	0.8	-1.37	4
19	222	222	222	221	222	222	0.45	0.2	0.17	4
20	239	239	239	242	237	239	1.79	0.7	1.63	2
21	213	213	214	212	212	213	0.84	0.4	-0.60	3
22	245	241	241	241	242	242	1.73	0.7	1.88	4
23	207	206	207	206	206	206	0.55	0.3	-1.20	3
24	206	207	205	203	205	205	1.48	0.7	-1.28	4
25	220	218	220	217	218	219	1.34	0.6	-0.09	4
26	243	243	242	242	241	242	0.84	0.3	1.88	3
27	214	215	213	215	215	214	0.89	0.4	-0.51	3
28	245	242	238	241	238	241	2.95	1.2	1.80	4

※分析方法 1-フレイムレス原子吸光法 2-フレイム原子吸光法 3-ICP-OES 4-ICP-MS

表 1-2 亜鉛の基本統計量

検査機関数 (棄却前)	検査機関数 (棄却後)	平均値 (μg/L)	室間精度		最大値 (μg/L)	最小値 (μg/L)	中央値 (μg/L)
			標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)			
28	28	224	13.3	5.9	259	204	220

表2 ヒ素測定結果

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	2	3	4	5					
1	15.7	15.9	15.5	15.3	15.7	15.6	0.23	1.5	0.28	2
2	18	17	16	18	19	17.6	1.14	6.5	3.12	2
3	11.6	11.4	10.3	13.5	12.9	11.9	1.27	10.6	-4.97	3
4	15.4	15.2	15.5	15.4	15.6	15.4	0.15	1.0	0.00	2
5	15.7	15.9	16.0	16.1	16.2	16.0	0.19	1.2	0.85	4
6	16.2	15.2	15.7	14.6	14.8	15.3	0.66	4.3	-0.14	1
7	15.1	15.1	14.8	14.9	14.9	15.0	0.13	0.9	-0.57	4
8	15.5	15.6	16.4	16.4	15.5	15.9	0.48	3.0	0.71	2
9	16.4	16.2	16.5	16.5	16.0	16.3	0.22	1.3	1.28	2
10	15.1	15.1	15.6	15.4	15.1	15.3	0.23	1.5	-0.14	2
11	17.0	17.1	17.2	16.8	16.8	17.0	0.18	1.1	2.27	2
12	12.3	12.4	12.2	11.9	12.2	12.2	0.19	1.5	-4.54	2
13	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	0.00	0.0	-0.57	4
14	10.3	9.79	9.9	9.87	9.76	9.92	0.22	2.2	—	2
15	15.1	15.0	15.0	14.8	15.1	15.0	0.12	0.8	-0.57	3
16	15.3	15.1	15.3	15.4	15.3	15.3	0.11	0.7	-0.14	5
17	14.6	14.9	14.8	14.9	14.9	14.8	0.13	0.9	-0.85	3
18	15.5	14.8	15.3	14.4	14.6	14.9	0.47	3.1	-0.71	4
19	15.5	15.5	15.2	15.4	15.5	15.4	0.13	0.8	0.00	4
20	17.0	16.6	16.3	16.4	16.6	16.6	0.27	1.6	1.70	3
21	14.9	15.1	15.0	15.0	15.1	15.0	0.08	0.6	-0.57	3
22	14.4	14.7	14.7	14.9	14.7	14.7	0.18	1.2	-0.99	4
23	15.3	15.4	15.3	15.5	15.4	15.4	0.08	0.5	0.00	2
24	15.3	15.4	15.4	15.4	15.3	15.4	0.05	0.4	0.00	4
25	15.0	14.7	14.8	15.0	14.8	14.9	0.13	0.9	-0.71	4
26	18	17	19	20	20	18.8	1.30	6.9	4.83	2
27	17.4	16.9	16.9	16.9	17.3	17.1	0.25	1.5	2.41	3
28	15.5	15.6	15.3	15.5	15.4	15.5	0.11	0.7	0.14	4

※分析方法 1-フレイムレス原子吸光法 2-水素化物発生原子吸光法 3-水素化物発生 ICP-OES 4-ICP-MS  
5-ジエチルジチオカルバミン酸銀吸光光度法

表 2-2 ヒ素の基本統計量

検査機関数 (棄却前)	検査機関数 (棄却後)	平均値 (μg/L)	室間精度		最大値 (μg/L)	最小値 (μg/L)	中央値 (μg/L)
			標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)			
28	27	15.5	1.35	8.7	18.8	11.9	15.4

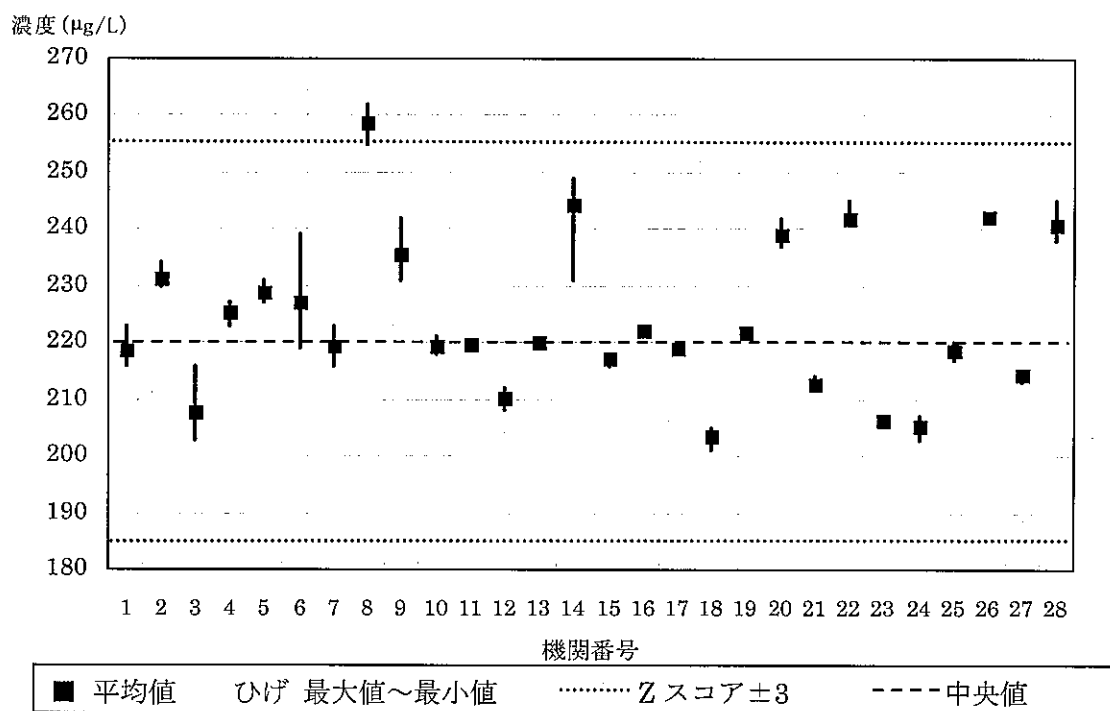


図1 亜鉛の分布図

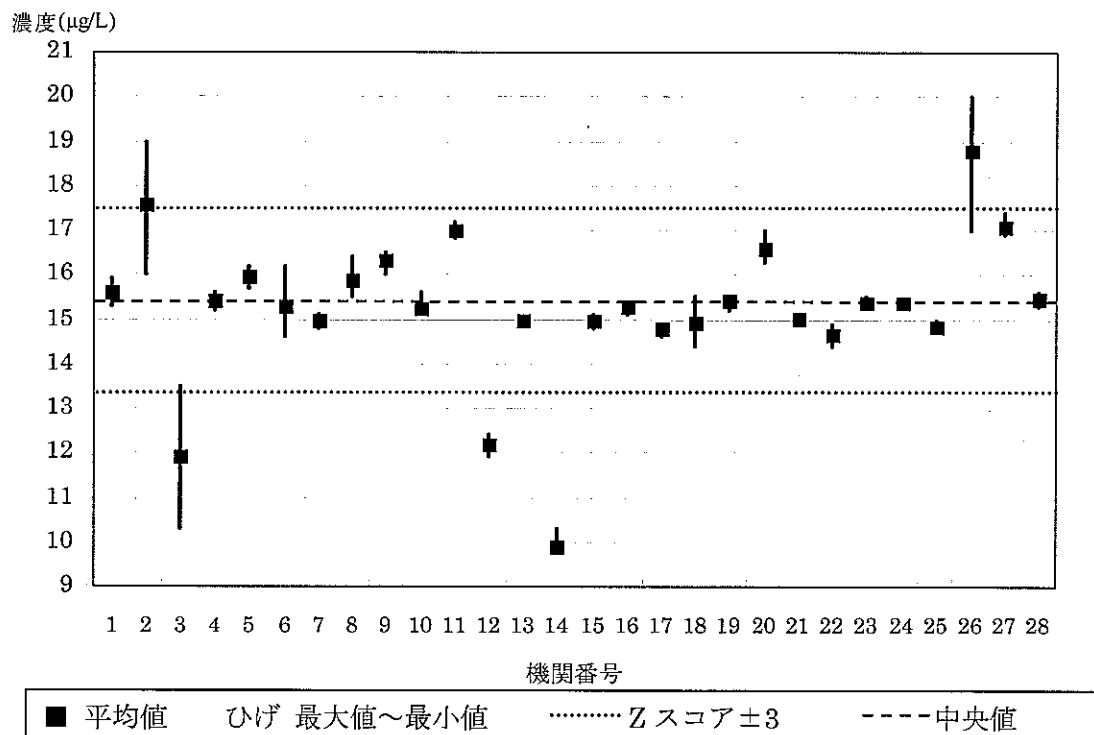


図2 ヒ素の分布図

表3 亜鉛・分析方法ごとの基本統計量

	機関数	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最大値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最小値 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	変動係数 (%)
フレイムレス 原子吸光光度法	1	227				
フレイム 原子吸光光度法	5	235	259	219	15.4	6.5
ICP-OES	13	220	244	206	12.0	5.4
ICP-MS	9	222	242	204	13.4	6.0

表4 ヒ素・分析方法ごとの基本統計量（棄却後）

	機関数	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最大値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最小値 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	変動係数 (%)
フレイムレス 原子吸光光度法	1	15.3				
水素化物発生 フレイム原子吸光 光度法	10	15.6	18.8	12.2	1.65	10.6
水素化物発生 ICP-OES	6	15.1	17.1	11.9	1.66	11.0
ICP-MS	9	15.2	16.0	14.7	0.38	2.5
ジエチルジチオカ ルバミン酸銀吸光 光度法	1	15.3				

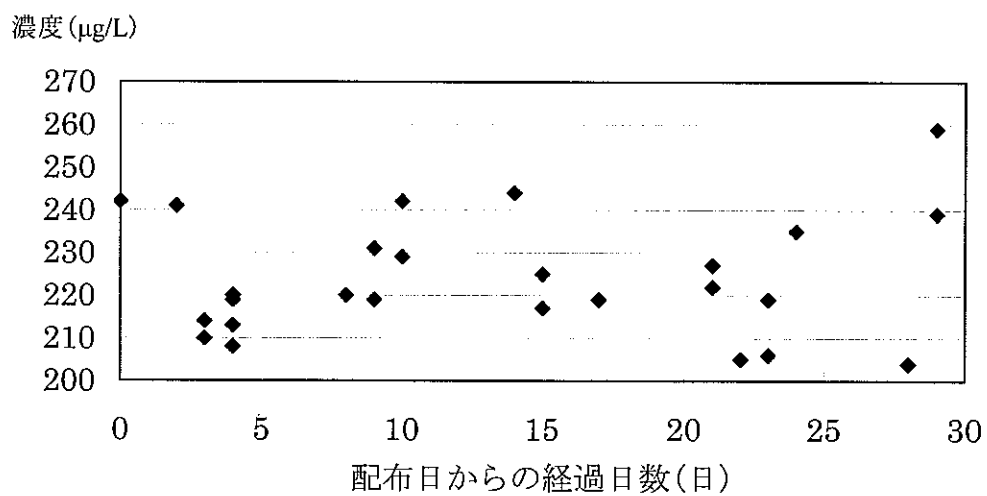


図3 亜鉛における分析開始日と測定濃度

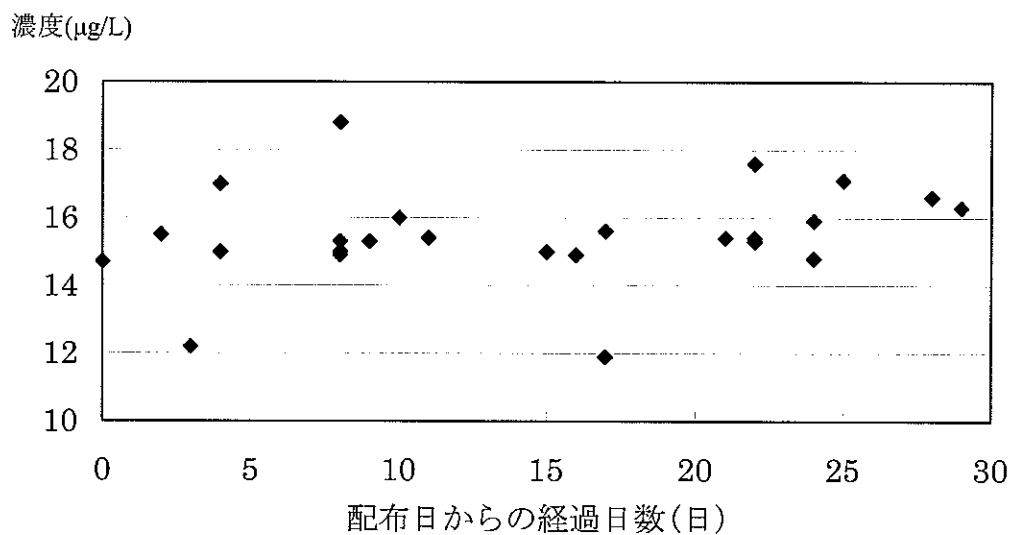


図4 ヒ素における分析開始日と測定濃度(棄却後)

## 理化学検査（Ⅱ）

### 1 実施項目

塩素酸

### 2 試験方法

平成 15 年厚生労働省告示第 261 号に定める方法

### 3 試料

#### 【調製方法】

塩素酸イオン標準液（和光純薬㈱ 1,000mg/L）を試料 A は 350  $\mu$ L、試料 B は 3,250  $\mu$ L 分取し、それぞれにエチレンジアミン（500mg/mL）を 500  $\mu$ L ずつ加え超純水で 5,000mL にした。

設定濃度は、試料 A が 0.0700mg/L、試料 B が 0.650mg/L となる。

### 4 参加機関

行政検査機関等 1 機関、上下水道事業者 4 機関、  
環境計量証明事業者等 12 機関

計 17 機関

### 5 結果および考察

#### (1) 実施結果

表 1-1、1-2 に測定結果を示す。試料 A、B 共に Z スコアの絶対値が 3 以上、また 3SD の範囲を超えた機関はなかった。

試料 A では、平均値 0.0667mg/L、標準偏差 0.0033mg/L、変動係数 4.9 %、各機関の平均値の最大値は 0.0717mg/L、最小値は 0.0600mg/L となった。

試料 B では、平均値 0.640mg/L、標準偏差 0.0134mg/L、変動係数 2.1 %、最大値 0.668mg/L、最小値 0.622mg/L となった。

図 1-1、1-2 に濃度分布図を示す。

室内変動係数は試料 A が 0.5 ~ 7.4 %、試料 B が 0.1 ~ 3.9 %であった。試料 A、試料 B とともに告示法により求められる 10 %未満であり、良好な結果であった。

#### (2) 標準液作成および測定日による測定値の差

表 2 に標準液作成日ならびに測定日について一覧にしたものを示す。標準液はすべての機関で市販標準液を使用していた。

図 2 に、保存試験の結果を示す。保存試験は、配付試料を 4℃で保存し、配付後 28 日目まで経時変化を確認した。各機関の測定日をみると、配布後 29 日目に測定している機関があったが、報告値に差は見られなかった。

#### (3) 測定条件による差

測定機器及びカラム等による差は見られなかった。また、告示法には溶離液の指定はされていないが、これについても差は見られなかった。

## 6 まとめ

- (1) 試料 A、試料 B ともに棄却検定で棄却された機関はなく、良好な結果が得られた。
- (2) 試料 A、試料 B ともに室内変動係数は 10 %未満で、良好な成績であった。
- (3) 標準溶液や測定条件による測定値の差は認められなかった。

表 1-1 試料 A の各機関測定結果

機関 番号	試料 A								
	1	2	3	4	5	平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア
1	0.0714	0.0727	0.0763	0.0643	0.0736	0.0717	0.0045	6.26	1.2
2	0.0643	0.0595	0.0672	0.0675	0.0651	0.0647	0.0032	4.97	-0.6
3	0.0684	0.0691	0.0676	0.0688	0.0677	0.0683	0.0007	0.97	0.2
4	0.0648	0.0676	0.0678	0.0678	0.0681	0.0679	0.0003	0.46	0.2
5	0.0630	0.0620	0.0580	0.0570	0.0600	0.0600	0.0025	4.25	-1.7
6	0.0647	0.0602	0.0605	0.0674	0.0632	0.0632	0.0030	4.76	-0.9
7	0.0724	0.0707	0.0713	0.0718	0.0697	0.0712	0.0010	1.46	0.9
8	0.0685	0.0717	0.0711	0.0716	0.0684	0.0703	0.0017	2.37	0.7
9	0.0653	0.0641	0.0642	0.0645	0.0647	0.0646	0.0005	0.74	-0.6
10	0.0639	0.0631	0.0626	0.0611	0.0616	0.0625	0.0011	1.81	-1.1
11	0.0678	0.0680	0.0687	0.0674	0.0682	0.0680	0.0005	0.71	0.2
12	0.0671	0.0668	0.0666	0.0677	0.0681	0.0673	0.0006	0.93	0.0
13	0.0653	0.0661	0.0650	0.0650	0.0658	0.0654	0.0005	0.75	-0.4
14	0.0729	0.0693	0.0702	0.0707	0.0693	0.0705	0.0015	2.10	0.8
15	0.0678	0.0703	0.0681	0.0691	0.0689	0.0688	0.0010	1.42	0.4
16	0.0653	0.0664	0.0660	0.0653	0.0665	0.0659	0.0006	0.88	-0.3
17	0.064	0.061	0.056	0.067	0.067	0.063	0.0046	7.36	-1.0

平均値 (mg/L)	室間精度		最大値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	中央値 (mg/L)
	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)			
0.0667	0.0033	4.91	0.0717	0.0600	0.0673

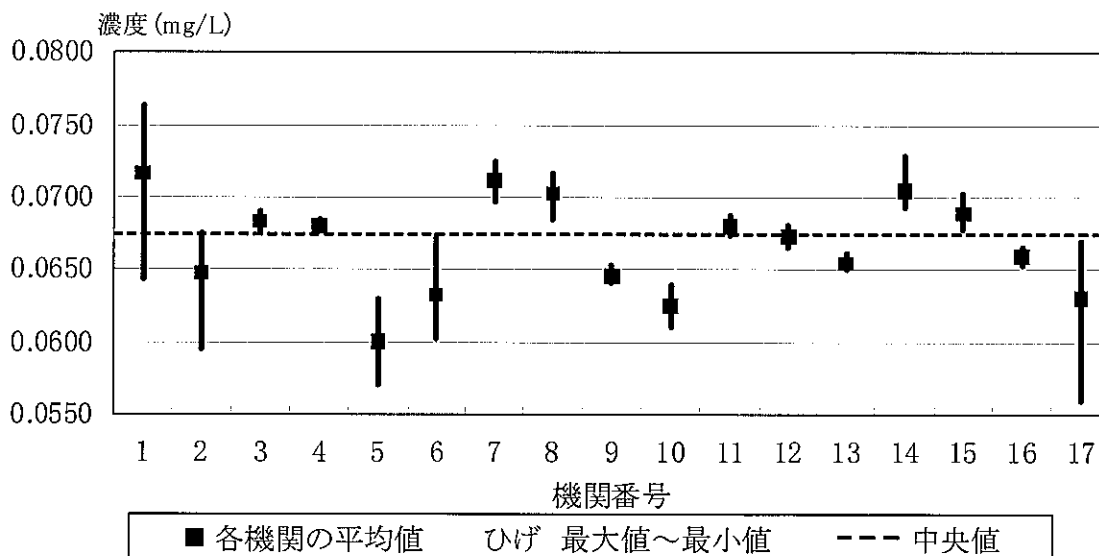


図 1-1 試料Aの分布図

表 1 - 2 試料 B の各機関測定結果

機関 番号	試料 B								
	1	2	3	4	5	平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア
1	0.657	0.669	0.637	0.645	0.653	0.652	0.012	1.86	0.3
2	0.646	0.629	0.695	0.641	0.652	0.653	0.022	3.86	0.3
3	0.636	0.644	0.648	0.645	0.648	0.644	0.005	0.76	0.0
4	0.668	0.668	0.664	0.670	0.671	0.668	0.003	0.40	0.9
5	0.628	0.624	0.626	0.623	0.620	0.624	0.003	0.49	-0.7
6	0.6182	0.6228	0.6248	0.6271	0.6364	0.626	0.007	1.08	-0.7
7	0.655	0.653	0.658	0.656	0.658	0.656	0.002	0.32	0.5
8	0.628	0.634	0.642	0.638	0.628	0.634	0.006	0.97	-0.4
9	0.615	0.628	0.624	0.628	0.624	0.624	0.005	0.85	-0.8
10	0.651	0.653	0.640	0.645	0.630	0.644	0.009	1.44	0.0
11	0.629	0.628	0.627	0.628	0.631	0.629	0.002	0.26	-0.6
12	0.641	0.638	0.641	0.637	0.641	0.640	0.002	0.30	-0.2
13	0.649	0.649	0.650	0.651	0.650	0.650	0.001	0.13	0.2
14	0.650	0.648	0.657	0.648	0.657	0.652	0.005	0.71	0.3
15	0.642	0.642	0.648	0.646	0.642	0.644	0.003	0.44	0.0
16	0.621	0.621	0.622	0.623	0.622	0.622	0.001	0.13	-0.8
17	0.625	0.627	0.62	0.628	0.626	0.625	0.003	0.50	-0.7

平均値 (mg/L)	室間精度		最大値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	中央値 (mg/L)
	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)			
0.640	0.0134	2.10	0.668	0.622	0.644

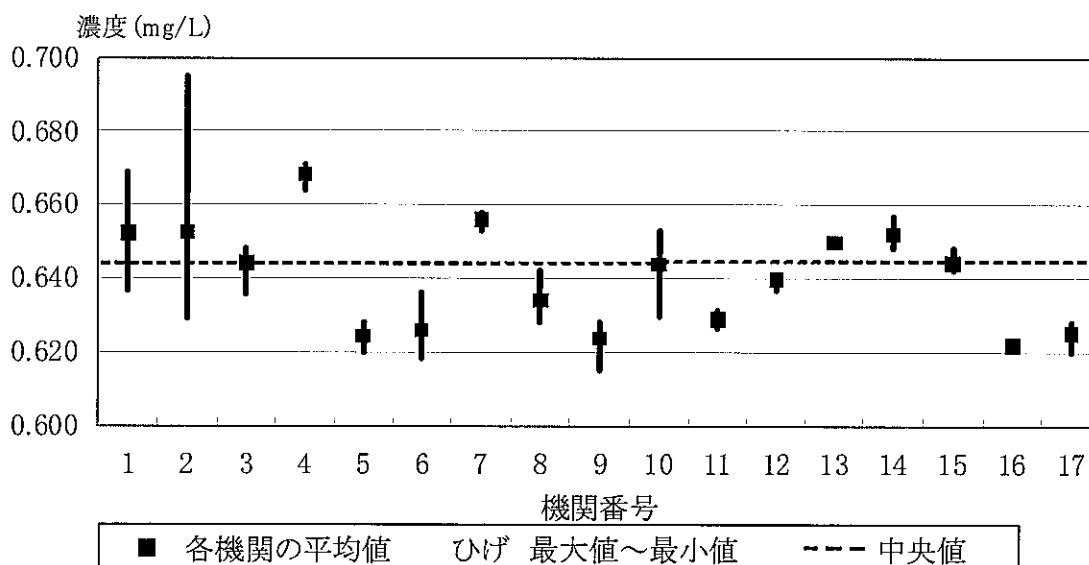


図 1-2 試料Bの分布図

表2 標準液と測定日

機関	調製方法	標準液の作成日	測定開始日	測定終了日
1	市販標準原液	7月12日	7月13日	7月14日
2	市販標準原液	7月12日	7月12日	7月13日
3	市販標準原液	7月12日	7月12日	7月12日
4	市販標準原液	7月29日	7月29日	7月29日
5	市販標準原液	7月16日	7月16日	7月16日
6	市販標準原液	7月14日	7月14日	7月15日
7	市販標準原液	7月16日	7月16日	7月16日
8	市販標準原液	使用の都度	7月15日	7月23日
9	市販標準原液	8月9日	8月9日	8月9日
10	市販標準原液	7月20、21日	7月17日	7月21日
11	市販標準原液	7月15日	7月14日	7月15日
12	市販標準原液	7月24日	7月23日	8月4日
13	市販標準原液	7月12日	7月12日	7月13日
14	市販標準原液	7月12日	7月12日	7月13日
15	市販標準原液	7月26日	7月26日	7月26日
16	市販標準原液	7月13日	7月12日	7月14日
17	市販標準原液	6月28日	7月14日	7月14日

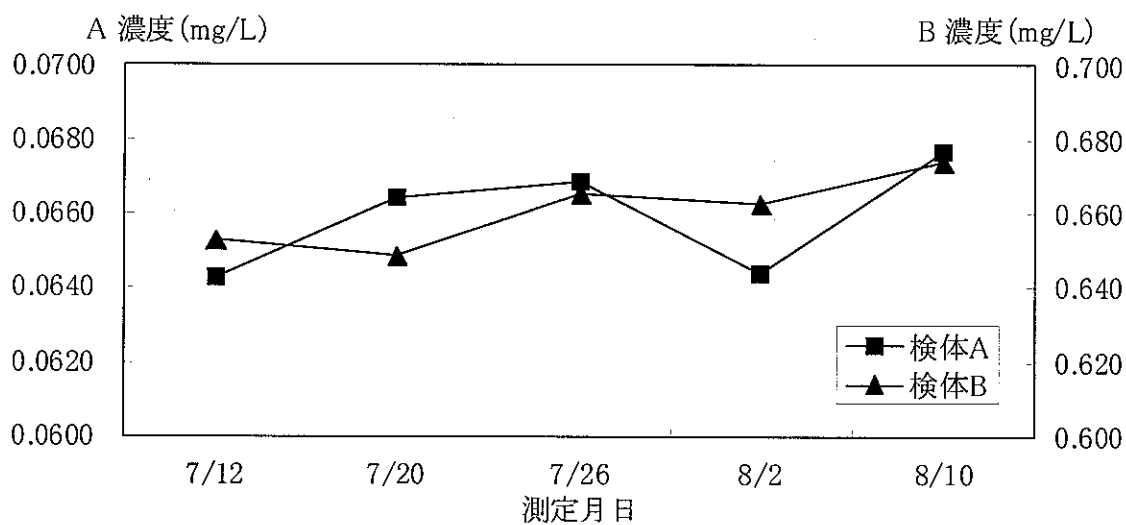


図2 試料A、Bの保存試験

## 食品化学検査

### 1 実施項目

発色剤（亜硝酸根）の定量

### 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(H5.3.17 付け衛乳第 54 号)の別紙 1 に掲げる方法

食品衛生検査指針 食品添加物編 2003

食品中の食品添加物分析法 2000(日本食品衛生協会)

各検査機関の GLP に対応した方法

### 3 試料

市販品の同一ロットのポークソーセージ 2 本

### 4 参加機関

行政検査機関等 4 機関、環境計量証明事業所等 2 機関 計 6 機関

### 5 結果および考察

- (1) 各参加機関の測定結果を表 1 に示す。測定値については、すべての機関が 2SD の範囲内であり、良好な結果であった。

平均値は 0.00742g/kg であり、室間変動係数は 15.0 % であった。

なお、参加機関が 6 機関と少ないため、Z スコアによる評価は行わなかった。

- (2) 5 回併行測定における室内変動係数については、すべての機関で 5 % 以下と良好な結果であった。

- (3) 各種条件等について

通知法を用いた検査法は 2 機関、食品衛生検査指針を用いた検査法では 4 機関であった。

検体採取量については、公定法どおりの 10g 採取が 4 機関であった。発色剤は検体中にもともと高濃度で含まれているため、最初から 2g や 5g と採取量を少なくしていた機関もあった。

検量線の範囲としては、0 ~ 0.4 $\mu$ g/mL の範囲内(通知法を用いた機関は 0 ~ 0.16 $\mu$ g/mL 相当)であり、いずれの機関も直線性に問題はなかった(相関係数で 0.998 ~ 1.000)。

- (4) 測定機器条件について

測定機器としては、すべての機関で吸光光度計を使用していた。

また、測定波長はいずれも 540nm であった。

- (5) 同じ項目を実施した前回(H13 年度市販ロースハムで実施)は参加機関が 9 機関と今回より多く、対象検体および濃度も異なることから単純比較はできないものの、室内変動係数 5 % 超が 3 機関あり、室間変動係数も 32.7 % と今回よりばらつきが見られて

おり、今回改善が認められたと思われる（前回平均値 0.00173g/kg）。

なお、当時の試験方法は、「食品添加物検査指針(1989)」（現在の通知法とほぼ同じ）が 6 機関、食品添加物検査指針(2000)（酢酸亜鉛を使用する方法）が 2 機関、衛生試験法注解が 1 機関であった。平成 13 年以降検査方法が改正されているが、今回参加の機関は最新の検査法に置き換わっており、かつ異常値もないことから、検査法の移行に特に問題はなかったと思われる。

## 6 まとめ

- (1) 今回の測定結果は各機関とも 2SD の範囲内であり、良好な結果であった。
- (2) 各機関の 5 回の併行測定での室内変動係数は 5 % 以内であり、良好な結果であった。

表 1 亜硝酸根の分析結果

機関 番号	測定値 (g/kg)					平均値 (g/kg)	標準偏差 (g/kg)	変動 係数 (%)
	1	2	3	4	5			
1	0.00675	0.00653	0.00623	0.00623	0.00682	0.00651	0.00028	4.3
2	0.00695	0.00668	0.00675	0.00662	0.00676	0.00675	0.00012	1.8
3	0.00903	0.00912	0.00899	0.00924	0.00930	0.00914	0.00013	1.5
4	0.00827	0.00830	0.00810	0.00794	0.00794	0.00811	0.00017	2.1
5	0.00632	0.00620	0.00617	0.00631	0.00624	0.00625	0.00006	1.1
6	0.00746	0.00782	0.00747	0.00802	0.00814	0.00778	0.00031	4.0

平均値 (g/kg)	室内精度		最大値 (g/kg)	最小値 (g/kg)	中央値 (g/kg)
	標準偏差	変動係数 (%)			
0.00742	0.00111	15.0	0.00914	0.00625	0.00727

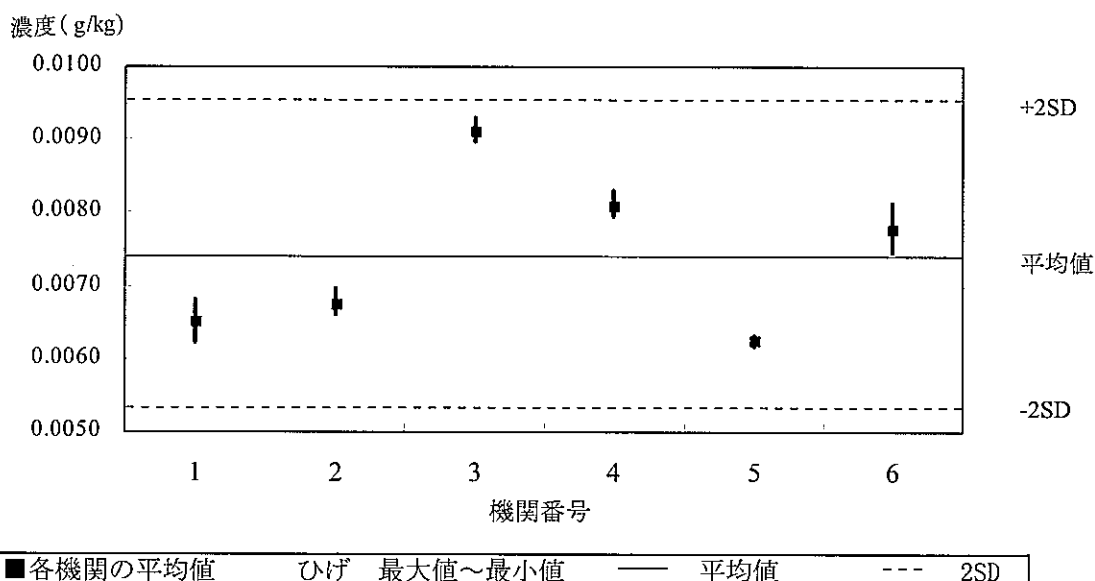


図 1 亜硝酸根測定値の分布図

表2 各機関の各種条件等

機関番号		1	2	3	4	5	6
検査実施標準作業書の出典		通知法	通知法	指針法	指針法	指針法	指針法
標準溶液の調製	標準品秤量 (mg)	15.0	150	15.02	15	市販標準溶液	市販標準溶液
	原液濃度 (μg/mL)	100	100	100.13	100	1000	1003
	希釈方法	10倍→50倍	10倍→50倍	10倍→25倍	10倍→25倍	100倍→100倍	100倍→25倍
	上記の濃度 (μg/mL)	0.2	0.2	0.401	0.4	0.1	0.4
ホモジナイズ	試料採取量 (g)	10	10	10	2	5	10
	NaOH の濃度 (mol/L)	0.5	0.5	0.5	-	0.5	0.5
	NaOH の添加量 (mL)	10	10	12	-	12	12
	回転数・時間	ストマッカ 260ストローク 1分	3000 ~ 4000rpm, 0.5分	3000rpm 3分	3000rpm 3分	10000rpm 3分	-
除タンパク	NaOH の濃度 (mol/L)	-	-	0.5	0.5	0.5	0.5
	NaOH の添加量 (mL)	-	-	20	20	20	20
	酢酸亜鉛・硫酸亜鉛	硫酸亜鉛	硫酸亜鉛	酢酸亜鉛	酢酸亜鉛	酢酸亜鉛	酢酸亜鉛
	上記の濃度	3 → 25	3 → 25	9 → 100	9%	9g/100mL	9 → 100
	上記の添加量 (mL)	10	10	40	20	20	20
	水浴温度および時間	80℃ 20分間	80℃ 20分間	80℃ 20分間	80℃ 20分間	80℃ 20分間	80℃ 20分間
	pH調整の有無	有り pH9.5	有り pH9.5	無し	有り pH9.5	無し	無し
ろ過	ろ過時の濁り 着色等	濁り有り 着色無し	濁り有り 着色無し	無し	無し	濁り有り 着色無し	無し
検量線標準液	濃度 1 (mL)	0	2.5	1	0	0	0
	濃度 2 (mL)	2.5	5	5	2	1	2.5
	濃度 3 (mL)	5	10	10	5	2	5
	濃度 4 (mL)	10	15	15	10	3	10
	濃度 5 (mL)	15	20	20	15	4	15
	濃度 6 (mL)	20	-	-	20	5	20
	メスアップ後の体積 (mL)	20	20	20	20	10	20
発色操作	試料液採取量 (mL)	5	5	1	5	2	5
	スルファニルアミド濃度	0.5g/100mL	0.5g/100mL	0.005g/mL	0.5%	0.5g/100mL	0.5g/100mL
	上記の添加量 (mL)	1	1	1	1	1	1
	塩酸 (1 → 2) (mL)	1	1	-	-	-	-
	N-1-ナフチルエチレンジアミン濃度	0.12g/100mL	0.12g/100mL	0.0012g/mL	0.12%	0.12g/100mL	0.0012g/mL
	上記の添加量 (mL)	1	1	1	1	1	1
	メスアップ後の体積 (mL)	25	25	10	10	10	10
	放置時間 (分)	20	20	80	20	20	20
	希釈の有無	有 (4倍)	有 (4倍)	有 (5倍)	無	無	有 (5倍)

## 細菌検査（I）

### 1 実施項目 細菌数測定

### 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 2001 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 として実施すること。

### 3 試料

生菌数測定内部精度管理用枯草菌芽胞液 1mL 入りバイアル 6 本

#### 規 格 等

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：04002

枯草菌芽胞数： $1.1 \times 10^7$  cfu/mL

### 4 参加機関

行政検査機関等 5 機関、上下水道事業者 2 機関、環境計量証明事業者等 10 機関  
計 17 機関

## 5 結果

(1) 各機関の測定結果を表1に、基本統計量等を表2、表3に示す。

表1 各機関の測定結果(cfu/mL)

機関番号	1回	2回	3回	平均値( $\bar{X}$ )	最大値と最小値の差(R)
1	$6.1 \times 10^6$	$8.1 \times 10^6$	$8.1 \times 10^6$	$7.4 \times 10^6$	$2.0 \times 10^6$
2	$1.2 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$2.0 \times 10^6$
3	$9.8 \times 10^6$	$7.9 \times 10^6$	$6.5 \times 10^6$	$8.1 \times 10^6$	$3.3 \times 10^6$
4	$9.1 \times 10^6$	$9.1 \times 10^6$	$9.2 \times 10^6$	$9.1 \times 10^6$	$1.0 \times 10^5$
5	$9.1 \times 10^6$	$8.5 \times 10^6$	$1.0 \times 10^7$	$9.2 \times 10^6$	$1.5 \times 10^6$
6	$1.1 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.0 \times 10^6$
7	$9.4 \times 10^6$	$9.4 \times 10^6$	$1.1 \times 10^7$	$9.9 \times 10^6$	$1.6 \times 10^6$
8	$9.6 \times 10^6$	$9.9 \times 10^6$	$1.0 \times 10^7$	$9.8 \times 10^6$	$4.0 \times 10^5$
9	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$9.9 \times 10^6$	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^6$
10	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	0
11	$9.7 \times 10^6$	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.3 \times 10^6$
12	$9.0 \times 10^6$	$9.8 \times 10^6$	$9.4 \times 10^6$	$9.4 \times 10^6$	$8.0 \times 10^5$
13	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$1.0 \times 10^6$
14	$6.9 \times 10^6$	$7.1 \times 10^6$	$6.9 \times 10^6$	$7.0 \times 10^6$	$2.0 \times 10^5$
15	$8.0 \times 10^6$	$8.2 \times 10^6$	$8.3 \times 10^6$	$8.2 \times 10^6$	$3.0 \times 10^5$
16	$8.7 \times 10^6$	$8.8 \times 10^6$	$9.5 \times 10^6$	$9.0 \times 10^6$	$8.0 \times 10^5$
17	$1.2 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$1.1 \times 10^7$	$2.0 \times 10^6$

表2 各機関の測定結果 (基本統計量)

データ数	17
測定値の平均値の平均値( $\bar{\bar{X}}$ )(cfu/mL)	$9.5 \times 10^6$
測定値の平均値の最大値(cfu/mL)	$1.1 \times 10^7$
測定値の平均値の最小値(cfu/mL)	$7.0 \times 10^6$
測定値の平均値の標準偏差(cfu/mL)	$1.3 \times 10^6$
変動係数(%)	13

表3 衛生研究所の測定結果(cfu/mL)

試験法	1回	2回	3回	平均値( $\bar{X}$ )
食品衛生法	$1.2 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$
上水試験方法	単層法	$1.2 \times 10^7$	$1.3 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$
	二重層法	$1.2 \times 10^7$	$1.3 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$
	三重層法	$1.2 \times 10^7$	$1.3 \times 10^7$	$1.2 \times 10^7$

(2) 各機関の検査実施期間を表4に示す。

表4 各機関の検査実施期間

機関番号	検査開始日	検査終了日
1	7月12日	7月13日
2	7月13日	7月15日
3	7月13日	7月15日
4	7月15日	7月16日
5	7月13日	7月15日
6	7月12日	7月13日
7	7月14日	7月15日
8	7月12日	7月13日
9	7月14日	7月15日

機関番号	検査開始日	検査終了日
10	7月14日	7月16日
11	7月14日	7月15日
12	7月12日	7月13日
13	7月12日	7月13日
14	7月12日	7月13日
15	7月13日	7月14日
16	7月13日	7月14日
17	7月19日	7月20日

(3) 各機関の培養温度・培養時間・希釈水および試験方法を表5に示す。

表5 各機関の培養温度・培養時間・シャーレ枚数・希釈水・試験方法及び混積法

機関番号	培養温度	培養時間	枚数	希釈水	試験方法	混積法
1	35.0℃	24時間	2枚	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	食品衛生法	
2	35℃	23時間	2枚	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	食品衛生法	
3	35±1℃	22.5時間	2枚	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	食品衛生法	
4	35℃	24時間	2枚	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	食品衛生法	
5	35℃	24時間	2枚	滅菌リン酸緩衝液	食品衛生法	
6	36℃	24時間	2枚	リン酸塩緩衝希釈水	上水試験方法	二重層法
7	36℃	24時間	2枚	リン酸塩緩衝希釈水	上水試験方法	二重層法
8	35℃	24時間	2枚	滅菌ペプトン加生理食塩水	食品衛生法	
9	36℃	24時間	2枚	滅菌ペプトン食塩緩衝液	食品衛生法	
10	36℃	22時間	2枚	リン酸塩緩衝希釈水	上水試験方法	単層法
11	35℃	24時間	3枚	滅菌リン酸緩衝液	上水試験方法	単層法
12	36℃	24時間	2枚	滅菌希釈水	上水試験方法	単層法
13	36℃	24時間	2枚	滅菌リン酸塩緩衝希釈水	上水試験方法	単層法
14	36℃	24時間	2枚	滅菌リン酸塩緩衝希釈水	上水試験方法	単層法
15	36℃	24時間	2枚	リン酸緩衝液	上水試験方法	単層法
16	35±1℃	24時間	2枚	リン酸緩衝液	食品衛生法	
17	35℃	24時間	2枚	滅菌生理食塩水	食品衛生法	

(4) 検査手順について

検査は、各検査機関とも試験方法に基づいて実施されていた。

(5) 結果の評価方法及び解析

① 評価方法

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。

a) データ・クリーニングで大幅な外れ値を除外する。

(暫定的に衛生研究所の測定値の 1/100 以下と 100 倍以上値を除外)

b)  $\bar{X}$  - 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。

② 解析

a)  $\bar{X}$  管理図および R 管理図を図 1、図 2 に示す。

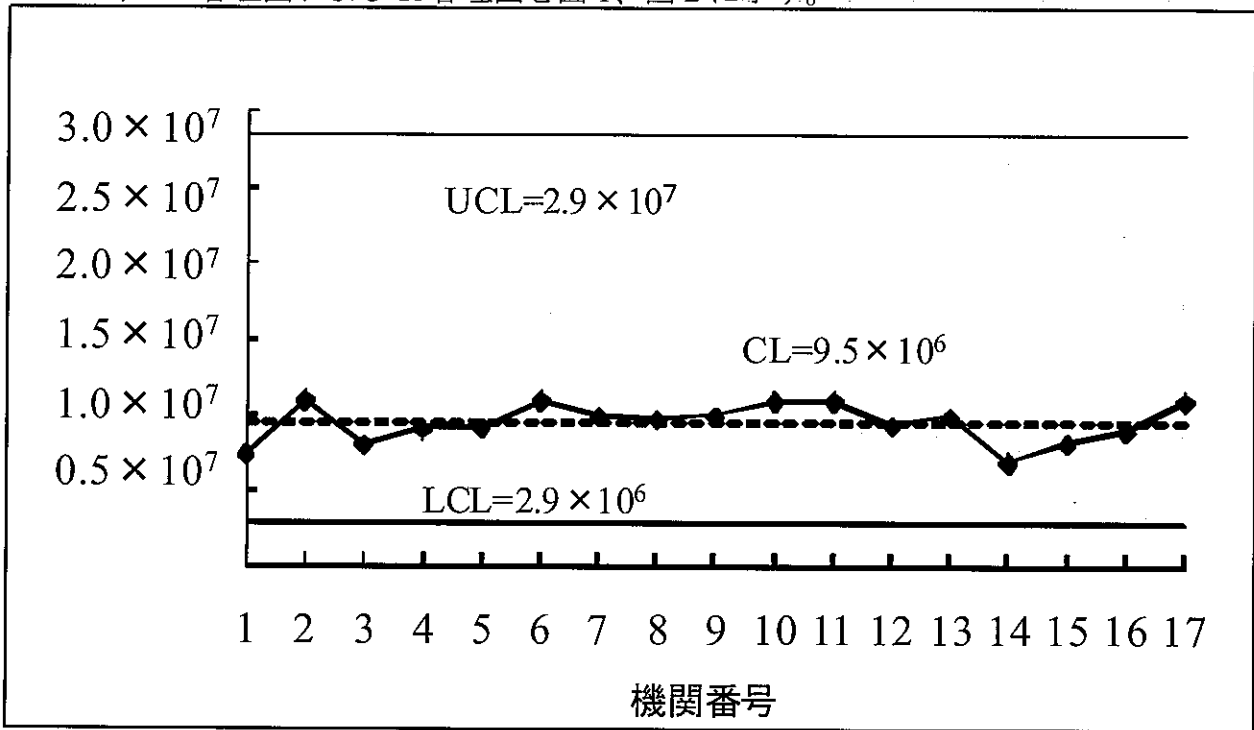


図 1  $\bar{X}$  管理図

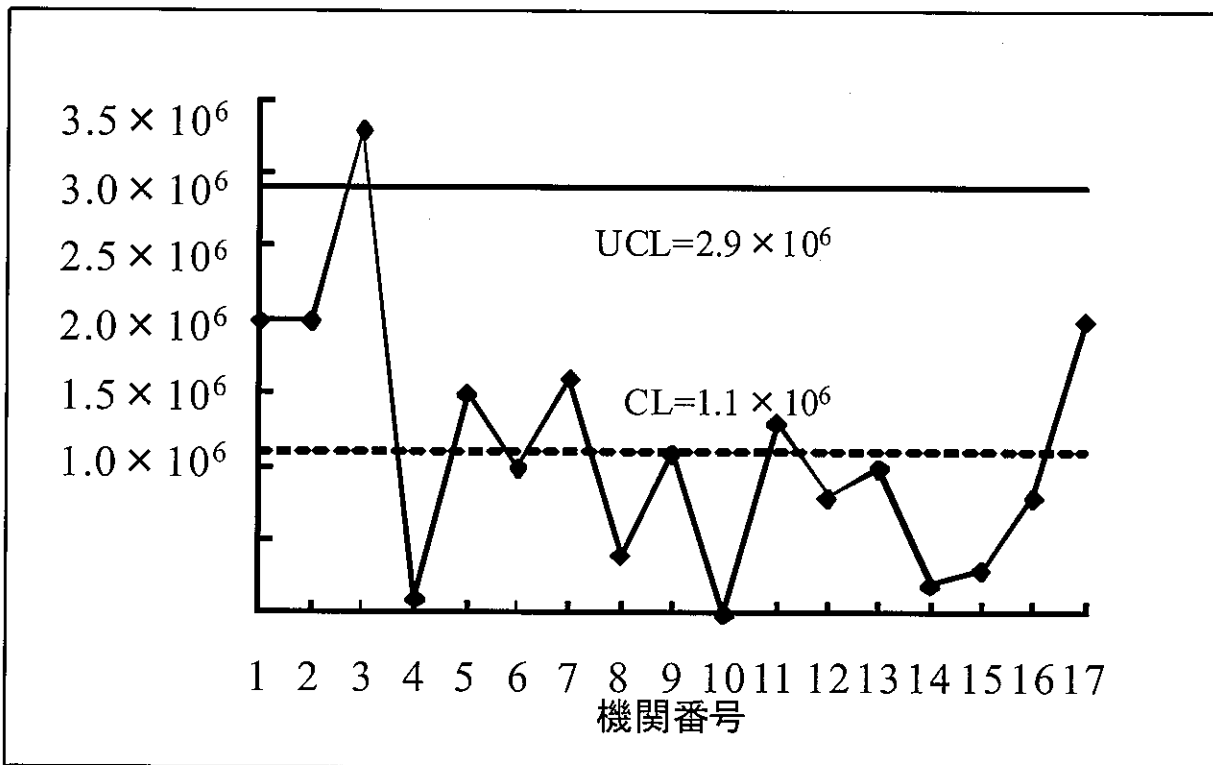


図 2 R 管理図

## 6 まとめ

- (1) データ・クリーニングで解析から除外された検査機関はなかった。
- (2)  $\bar{X}$  管理図 (図 1) では、各機関の検査結果が管理線内にあった。
- (3) R 管理図 (図 2) では、上部管理限界 UCL を上回る機関が 1 機関あった。
- (4) 今回、配布の精度管理用芽胞液の測定結果の平均値は、表示されていた芽胞数より低い値を示した。

## 細菌検査（Ⅱ）

### 1 実施項目

サルモネラ属菌

### 2 試験方法

平成 10 年 11 月 25 日付け生衛発第 1674 号厚生省生活衛生局長通知「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」で示された、サルモネラ属菌試験法。

### 3 試料

(1) 模擬食材（マッシュポテト）に試験菌を加えたもの（検体 1）及び加えないもの（検体 2）。

(2) 使用菌株

*Salmonella* Abaetetuba

(3) 試料の作成

#### ① 菌液

継代した上記菌株を TSA 培地で 35 °C 24 時間培養し、菌を滅菌生理食塩水に浮遊させ  $10^6 \sim 10^7$  cfu/mL の菌液を作製する。

#### ② 模擬食材

乾燥マッシュポテト 80g に対し、グリセリン、ゼラチン、寒天（それぞれ最終濃度 30 %、0.8 %、0.3 %）の水溶液 920mL 加え攪拌、検体用容器（500mL）に 100g ずつ分注し、121 °C 15 分間高圧蒸気滅菌し、これを模擬食材とした。

模擬食材 100g に①の菌液を 1mL 加え、攪拌棒で混和したものを「検体 1」とし、菌液を加えない模擬食材 100g を「検体 2」配付試料とした。

### 4 参加機関

行政検査機関等 5 機関、 環境計量証明事業者等 4 機関 計 9 機関

### 5 結果及び考察

(1) 結果

検査月日、検査結果を表 1 に示す。

陽性、陰性の判定については、すべての機関が適切な結果であった。

血清学的試験については、8 機関は適切な結果であったが 1 機関において正しく判定することができなかった。

(2) 検査方法及び実施状況

参加 9 機関中 8 機関は指定された検査方法により実施したが、1 機関において指定された検査方法によるサルモネラ属菌検査を通常実施していないため、自機関で通常実施している検査方法により検査を実施した。

検査の開始は 5 機関で配布当日、2 機関で配付翌日、2 機関が配付翌々日であり、いずれも速やかに開始されていた。

検査所要日数は、5～12 日間であった。

### (3) 考察

血清学的試験の結果を型別不能とした機関からの聞き取りを行ったところ、血清学的試験の際に調製した菌液が免疫血清の添付文書に記載してある調整法の濃度よりも低かったことと、血清学的試験のための純培養の際に添付文書で例示されたものと異なる培地を使用していたことが確認された。

これらの要因による試験への影響について免疫血清の製造販売業者に照会したところ、凝集が弱くなる可能性が示唆されたが確定的な回答ではなかった。

表 1 検査月日（所要日数）、検査結果（判定結果、血清学的試験結果、検体採取量）

機関	検査月日			検査結果					
	検査開始 月日	検査終了 月日	所要 日数	判定結果		血清学的試験結果		検体採取量	
				検体 1	検体 2	検体 1	検体 2	検体 1	検体 2
1	7月12日	7月16日	5日	陽性	陰性	O11 群		25.30g	25.02g
2	7月12日	7月23日	12日	陽性	陰性	O11 群		25.1g	25.0g
3	7月12日	7月16日	5日	陽性	陰性	O11 群		25.11g	25.08g
4	7月12日	7月16日	5日	陽性	陰性	O11 群		25.7g	25.3g
5	7月13日	7月21日	9日	陽性	陰性	O11 群		25g	25g
6	7月12日	7月22日	11日	陽性	陰性	O11 群		25.0g	25.0g
7	7月14日	7月19日	6日	陽性	陰性	O 群型別不能		25.0g	25.0g
8	7月13日	7月18日	6日	陽性	陰性	O11 群		25.0g	25.0g
9	7月14日	7月18日	5日	陽性	陰性	O11 群		25.0g	25.0g

## 6 まとめ

平成 16 年度から模擬食材による精度管理を実施している。今年度は、殺菌液卵のサルモネラ属菌試験を実施した。判定結果については、全機関から適切な回答が得られたが、検査方法の選定については、指定された検査方法により実施しなかった機関が 1 機関見られた。

また、血清学的試験について正しく検出することができなかった機関が 1 機関あったが、その原因は明確には分からなかった。

# 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2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。

## 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。

別 表

保健福祉部	健康衛生総室感染・看護室長 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	環境保全総室水・大気環境課長 環境センター所長
商工労働部	計量検定所長

平成22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	西田 茂樹	衛生研究所	所 長	
副委員長	力田 正二	健康衛生総室 薬務課	課 長	
委員	後藤 隆	健康衛生総室 感染・看護室	室 長	
委員	大島 正敏	健康衛生総室 食品生活衛生課	課 長	
委員	猪狩 良彦	環境保全総室 水・大気環境課	課 長	
委員	西方 薫	計量検定所	所 長	
委員	今野 金裕	県北保健福祉事務所	所 長	
委員	一ノ瀬秀一	環境センター	所 長	
委員	馬場 只明	いわき市（水道局）	水質管理センター所長	
委員	村山 伸一	福島県環境計量証明事業協会	精度管理部会長	
幹事長	大竹 俊秀	衛生研究所	副 所 長	
幹事	佐藤 弘子	衛生研究所	微生物課長	
幹事	大野 金男	衛生研究所	理化学課長	
幹事	鈴木 司	衛生研究所	試験検査課長	
幹事	鈴木 仁	環境センター	調査分析課長	
幹事	持立 隆司	健康衛生総室 薬務課	専門薬剤技師	
学識経験者	林王 克明	財団法人福島県保健衛生協会	分析課長	

平成22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	吉田加寿子	衛生研究所理化学課	専門医療技師
	伊藤翔也	衛生研究所理化学課	技 師
理化学検査（Ⅱ）担当	吉田加寿子	衛生研究所理化学課	専門医療技師
食品化学検査担当	神尾典子	衛生研究所理化学課	主任医療技師
	金成 徹	衛生研究所理化学課	主 査
細菌検査（Ⅰ）担当	小黒祐子	衛生研究所微生物課	専門医療技師
	菅野奈美	衛生研究所微生物課	医療技師
細菌検査（Ⅱ）担当	長沢正秋	衛生研究所試験検査課	専門薬剤技師
総合調整担当	風間秀元	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（Ⅱ）に分けて実施いたしました。

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の評価指標となるほか、県民の健康危機管理と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、本事業の実施にあたり専門的な見地から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より無事終了することができましたことを厚くお礼申し上げます。

幹 事 会