



# 食品衛生外部精度管理調査について

**ISO/IEC 17043認定取得**

**技能試験提供者**

**(認定範囲: 重金属検査、微生物学検査全項目)**

**一般財団法人食品薬品安全センター 秦野研究所**

**公益事業部 食品衛生外部精度管理調査室**

**高坂 典子**

# 本日のお話

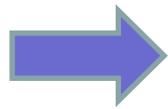
- ◆ いわゆる食品GLP
- ◆ 秦野研究所が実施する外部精度管理調査
- ◆ 外部精度管理調査結果の活用

# 食品衛生外部精度管理調査について

平成8年 食品分野にGLP導入



平成9年4月1日 厚生省(現厚生労働省)が  
「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理  
の実施について」を通知

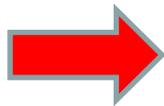


精度管理

外部精度管理



規定 → 実施を周知



**食品の分析データの信頼性を確保**

食品薬品安全センターが厚生省の適合性の確認を受けてスタート

**「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」 衛食第117号、平成9年4月1日**



精度管理



「**精度管理の一般ガイドライン**」により実施

外部精度管理調査



「食品衛生検査施設等の外部精度管理調査の実施機関について」により通知



**(一財)食品薬品安全センター**の実施する外部精度管理調査を検査項目群ごとに年一回以上受けること



局長より確認書



食衛法に規定する外部精度管理を実施する機関が具備すべき要件に適合

検査項目:細菌・食品添加物・残留農薬・重金属・残留動物用医薬品

# 食品表示法について

**食品衛生法**

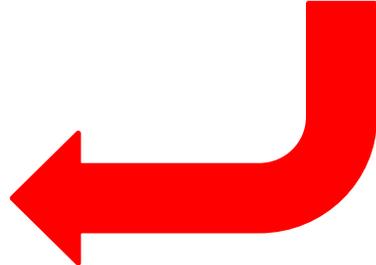
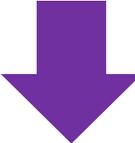
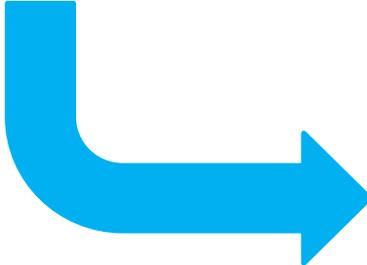
衛生上の危害発生を防止  
食品安全の確保

**JAS法**

品質に関する適正な表示  
品質

**健康増進法**

国民の健康の増進  
栄養表示



**食品表示法**

食品の表示の一元化  
平成27年4月1日施行

# 食品の栄養表示について

表示値

適正？

- たんぱく質
- 脂質
- 炭水化物
- ナトリウムの量
- 熱量

義務

収去試験

内閣総理大臣

都道府県知事

国立健康・栄養研究所

食品衛生検査施設等

収去試験における栄養成分等の分析方法

「栄養表示基準における栄養成分等の分析方法等について」(公定法)

分析値の信頼性確保が重要(品質保証)

## 「食品表示基準について」の一部改正について

「別添 栄養成分等の分析方法等」に基づく試験検査

「別添 アレルゲンを含む食品の検査方法」に基づく試験検査

➔ **適切な業務管理を実施**

精度管理の一般ガイドラインに準拠

## ➔ 栄養成分等検査の外部精度管理の実施について

消食表第225号、平成29年4月20日

- ◆ 国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所  
国立健康・栄養研究所
- ◆ 一般財団法人食品薬品安全センター

## ➔ アレルゲンを含む食品の検査の外部精度管理の実施について

消食表第186号、平成31年4月23日

- ◆ 国立医薬品食品衛生研究所
- ◆ 一般財団法人食品薬品安全センター

➔ **共同による外部精度管理の実施体制が整えられた**

➔ **外部精度管理の実施を周知**

## 検査機関における検査結果の信頼性を確保するための前提要件

- ◆ 試料が適切であること(検体管理)
- ◆ 分析法が妥当であること(分析法の妥当性確認)
- ◆ 設備及び機器が適切であること(校正、機器管理)
- ◆ 技能を有していること(トレーニング、技能評価)
- ◆ 試薬及び標準品が適切であること(試薬管理)
- ◆ 組織体系が整備されていること(組織)
- ◆ 品質を保証する仕組みがあること(手順)

## 分析の信頼性確保

- 試験所の組織的な管理体制の確立 (GLP)
- 技能試験 (外部精度管理) への参加
- 内部品質管理 (内部精度管理) の実施
- 用いる分析法の妥当性確認

ISO/IEC 17025、JIS Q 17025 (試験所認定)  
食品の輸出入に係わる試験所の要件

# 食品衛生検査の信頼性確保のための 精度管理の位置づけ

## 外部精度管理

- ・検査技術レベル
- ・検査精度の確認  
(平均値、結果のばらつき)
- ・検査手法の確認

## 内部精度管理

- ・検査技術の研鑽
- ・GLP実施の研修
- ・検査法のバリデーション
- ・機器の点検、整備



実施状況の確認

内部点検

他検査機関との比較が可能

# 本日のお話

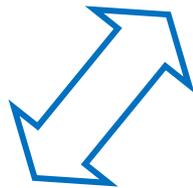
◆いわゆる食品GLP

◆秦野研究所が実施する外部精度管理調査

◆外部精度管理調査結果の活用

# 食品衛生外部精度管理調査の流れ

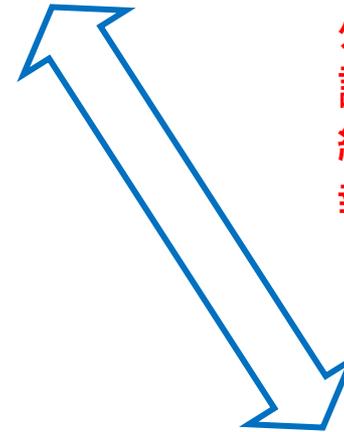
(一財)食品薬品安全センター  
秦野研究所



## 参加機関

検疫所  
地方衛生研究所  
保健所  
市場衛生検査所  
食品衛生検査所  
食肉衛生検査所  
食品衛生登録検査機関  
民間の検査機関他

検査の実施  
結果の確認と改善



外部精度管理調査の計画  
調査試料の作製と配布  
統計解析  
報告書の作成

厚生労働省健康・生活衛生局食品監視安全課  
食品衛生外部精度管理調査成績評価委員会

調査結果の評価

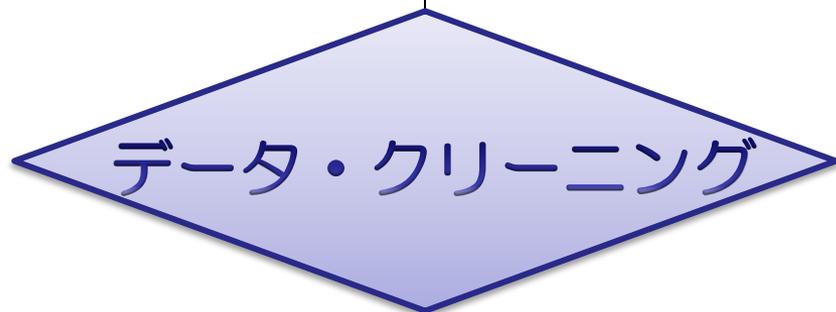
# 食品衛生外部精度管理調査における 結果集計、統計処理および解析の流れ

データ回収

該当項目の検査結果の返送

データ入力

定性的判断



結果平均値のデータセット作成

## レンジチェック

理化学調査

上限：添加量の10倍

下限：添加量の1/10

微生物学調査

上限：暫定値の100倍

下限：暫定値の1/100

動物を用いる調査

上限：暫定値の10倍

下限：暫定値の1/10

# 食品衛生外部精度管理調査における 結果集計、統計処理および解析の流れ

結果平均値に基づく  
z-スコア算出



## 解析の方法

- ①  $\bar{X}$ - $R$  管理図を代用する方法
- ② z-スコア

- 基本統計量
- 順序統計量
- ヒストグラム
- 正規確率プロット

必要に応じて2シグマ処理

- ロバスト方式による解析

z-スコアの判定

一覧表作成（判定表）

参加機関への報告書送付

報告書の作成

# 外部精度管理調査結果の解析にあたっての比較基準

## 付与値の基準

- ◆ 添加量(明らかな場合のみ)
- ◆ 認証参照値(認証標準物質(CRM)を使用)
- ◆ 参照値(認証標準物質を用いて値付けする)
- ◆ 熟練試験所による合意値
- ◆ 参加試験所による合意値



食品衛生外部精度管理調査では

- 調査試料を作製した際の添加量
- 各参加機関から返送された報告値の全体の平均値

# zスコアの算出と正規分布曲線

zスコアの算出式

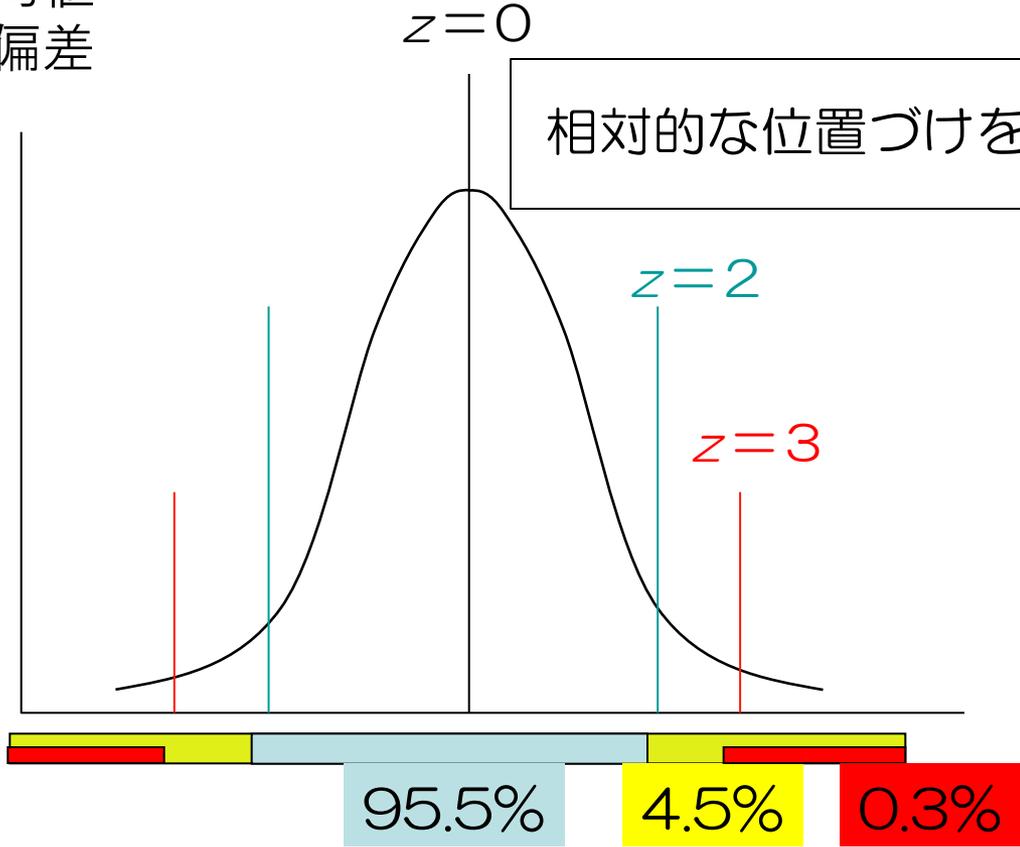
$$z = (X - Xbar) / \sigma$$

- X : 報告値 (n = 5で実施)
- Xbar : 全報告値の平均値
- σ : 報告値の標準偏差

**前提条件**  
正規分布に近似している

z=0  
相対的な位置づけを示す

報告値のヒストグラム



正規分布における比率

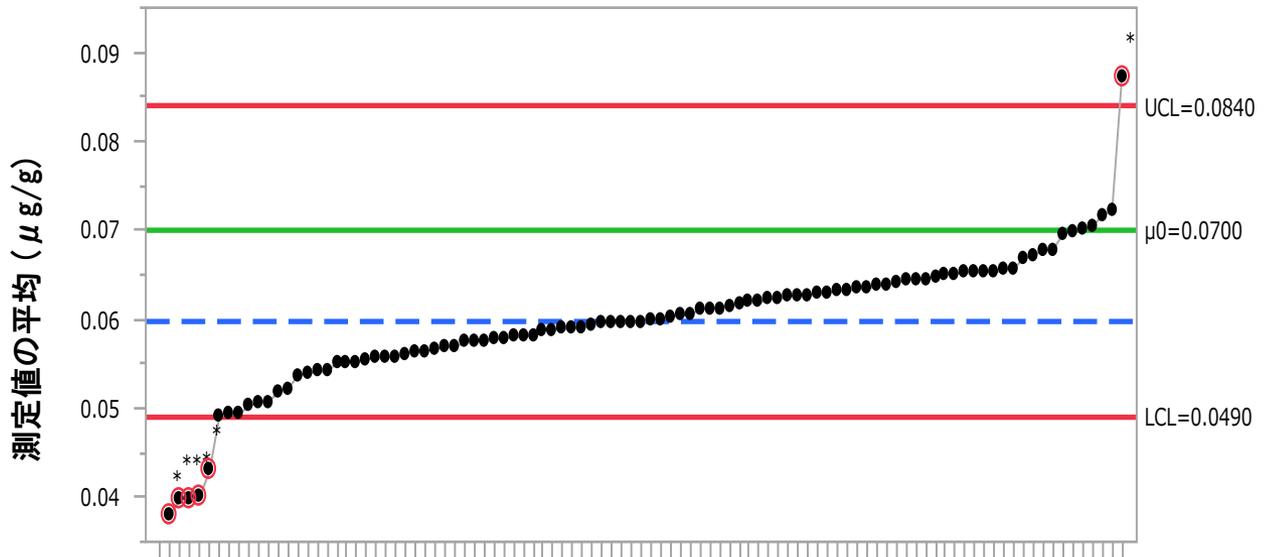
# Xbar-R 管理図を代用する比較法

## Xbar 管理図

各検査機関の測定値の  
 平均値 ( $\bar{X}$ ) を管理基  
 準線と比較

理化学調査：  
 添加量(重金属は付与  
 値)の**70~120%**

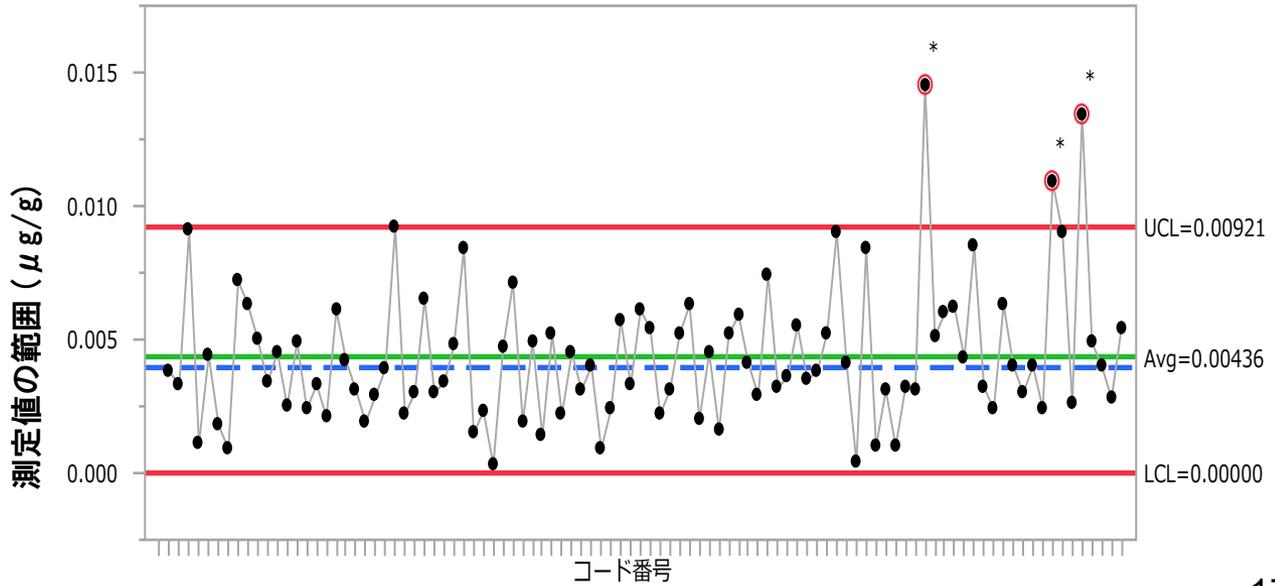
微生物学調査：  
 平均値の**30~300%**



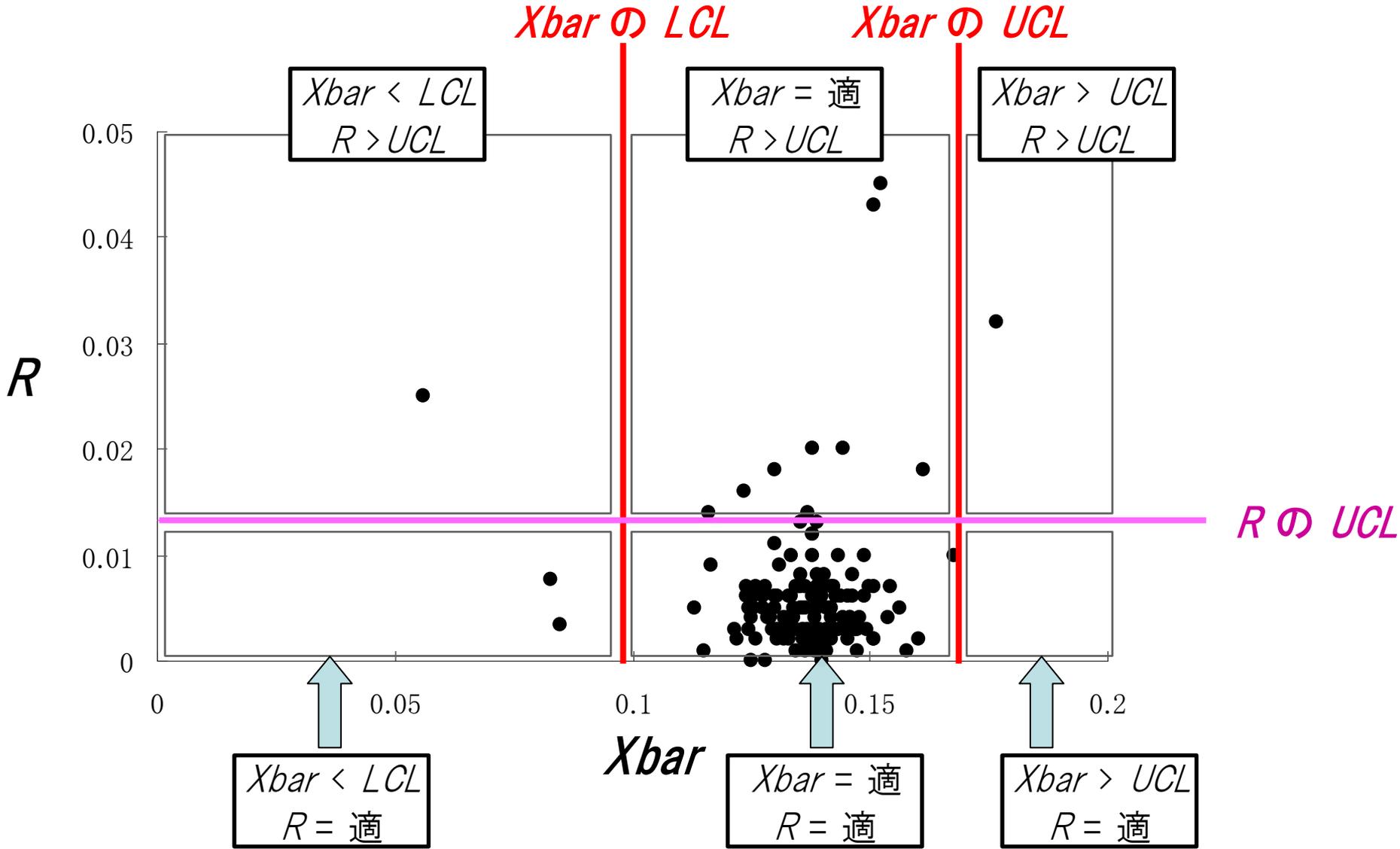
## R 管理図

各検査機関の測定値  
 間の範囲について管  
 理基準線と比較

JISに記載の係数か  
 ら管理線を算出する



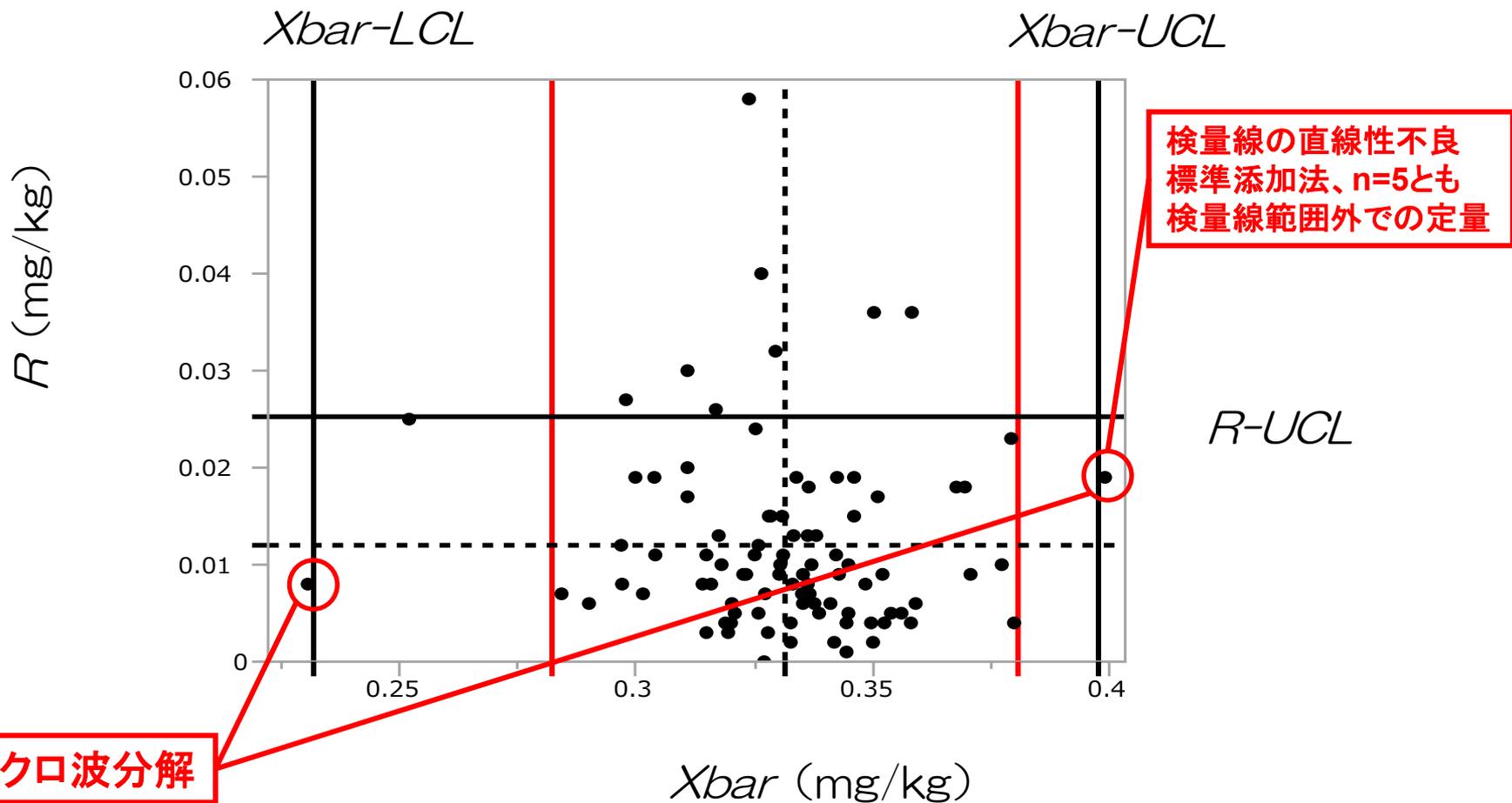
# 各報告値の分布と $\bar{X}$ - $R$ 管理図



# 理化学調査における調査項目と添加量

|                        |          |                     |
|------------------------|----------|---------------------|
| 重金属<br>(玄米)            | カドミウム    | — mg/kg             |
| 食品添加物Ⅰ<br>(果実ペースト)     | 着色料の定性   | 食用赤色3号、黄色5号<br>青色1号 |
| 食品添加物Ⅱ<br>(果実ペースト)     | ソルビン酸    | 0.35 g/kg           |
| 残留農薬Ⅰ<br>(ほうれんそうペースト)  | クロルピリホス  | 0.050 μg/g          |
|                        | ダイアジノン   | 0.20 μg/g           |
| 残留農薬Ⅱ<br>(かぼちゃペースト)    | クロルピリホス  | 0.12 μg/g           |
|                        | チオベンカルブ  | 0.080 μg/g          |
|                        | フルトラニル   | 0.030 μg/g          |
| 残留動物用医薬品<br>(豚肉ももペースト) | スルファジミジン | 0.12 μg/g           |

# 重金属検査(カドミウム)における $\bar{X}$ と $R$ の関連性



平均値±標準偏差：0.331346±0.024555 mg/kg

点線は総平均値を示す

$\bar{X}$  限界外：2

$R$  限界外：8

## 残留農薬検査Ⅱにおける調査結果(定性検査)

---

### 検出できなかった機関数

---

|         |   |
|---------|---|
| クロルピリホス | 0 |
|---------|---|

|         |   |
|---------|---|
| チオベンカルブ | 0 |
|---------|---|

|        |   |
|--------|---|
| フルトラニル | 0 |
|--------|---|

---

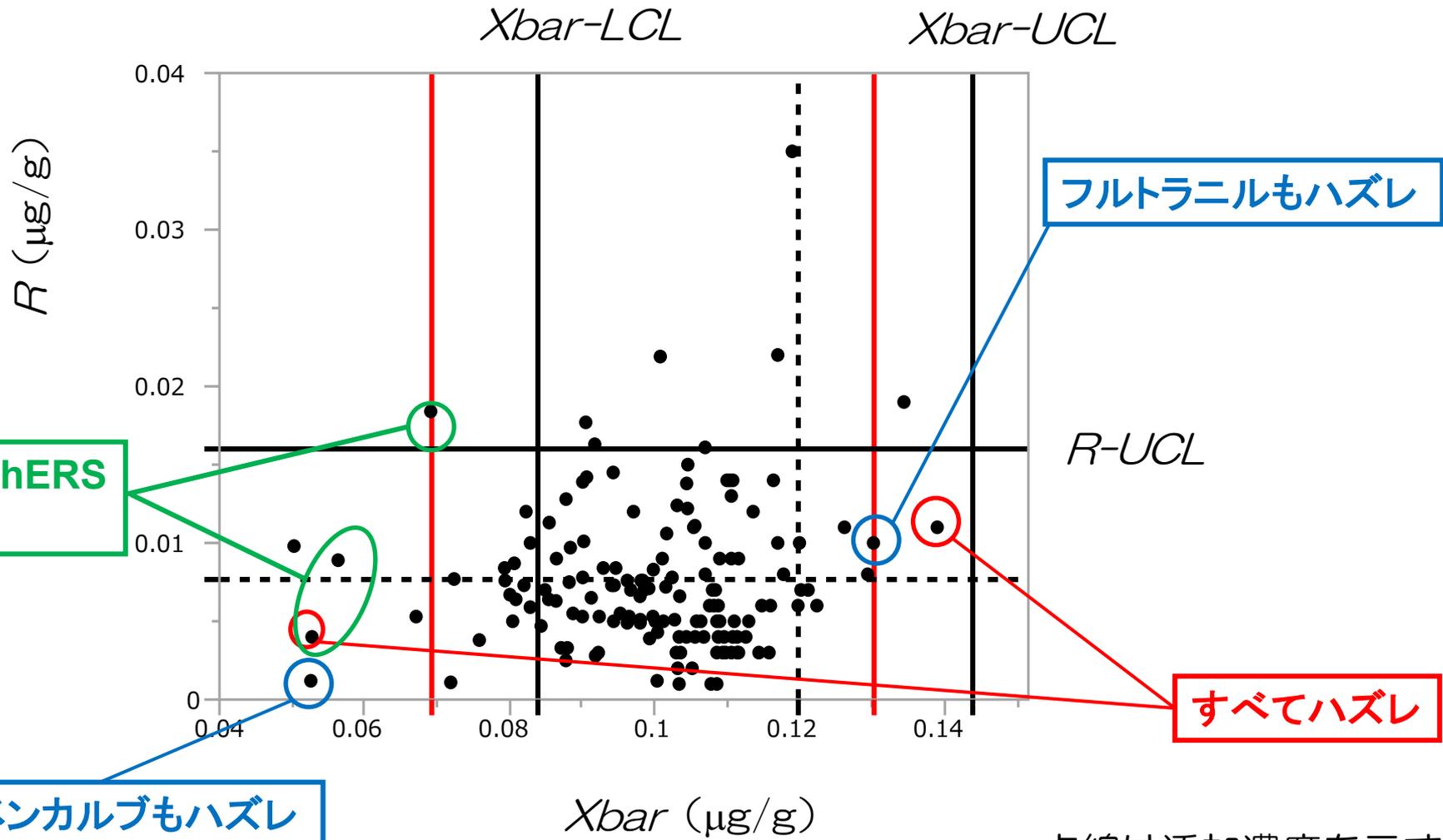
6機関でアトラジンを定性不可

2機関でチオベンカルブを定性不可

2機関でフルトラニルを定性不可



# 残留農薬検査Ⅱ (クロルピリホス)における $\bar{X}$ と $R$ の関連性

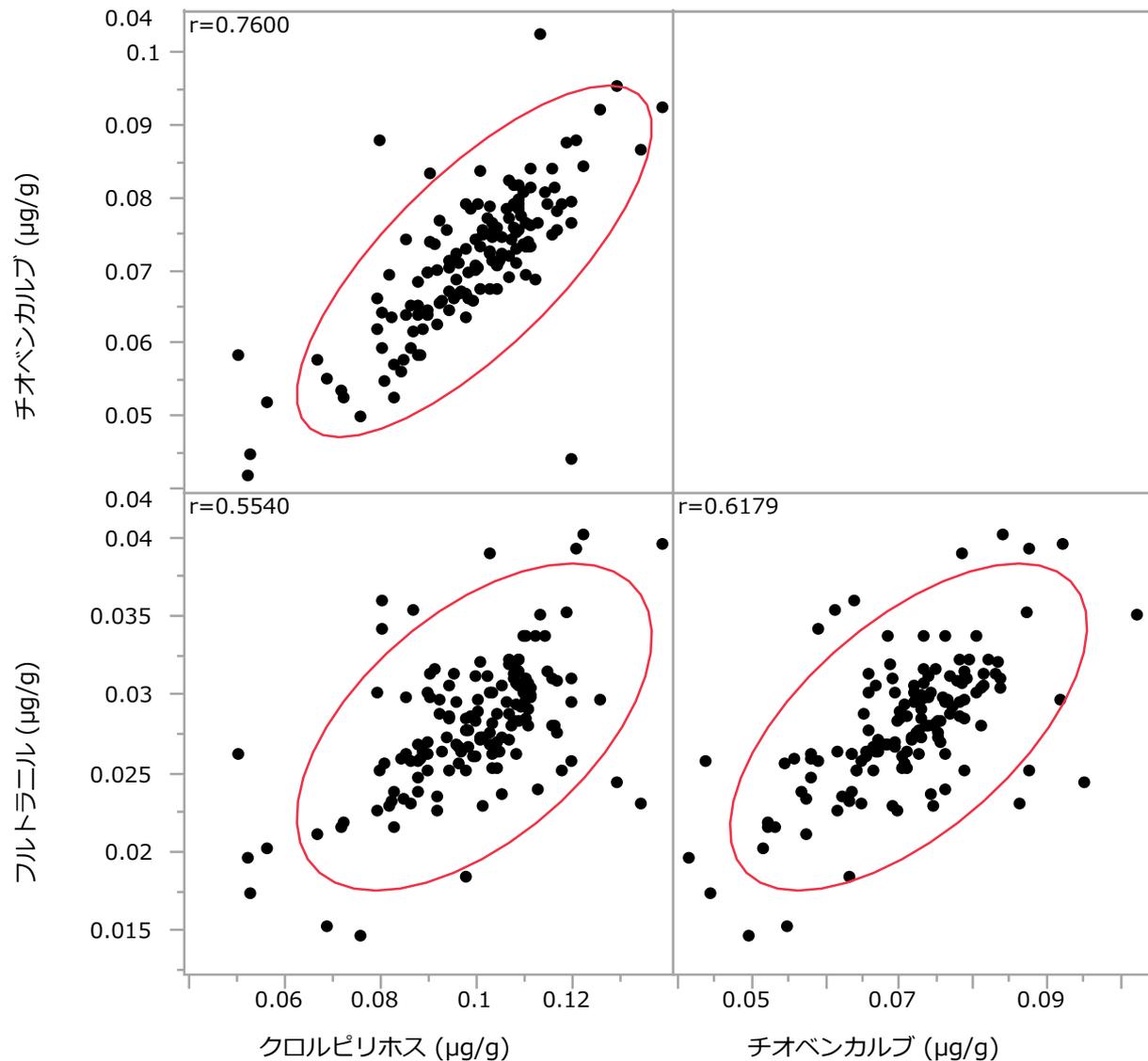


平均値±標準偏差：0.099829±0.015221  $\mu\text{g/g}$

点線は添加濃度を示す

$\bar{X}$  限界外：19  
 $R$  限界外：8

# 残留農薬検査Ⅱにおける各農薬の測定値の相関性



図中の楕円は2変量正規分布と見なしたときの信頼度95%の確率楕円を示す。

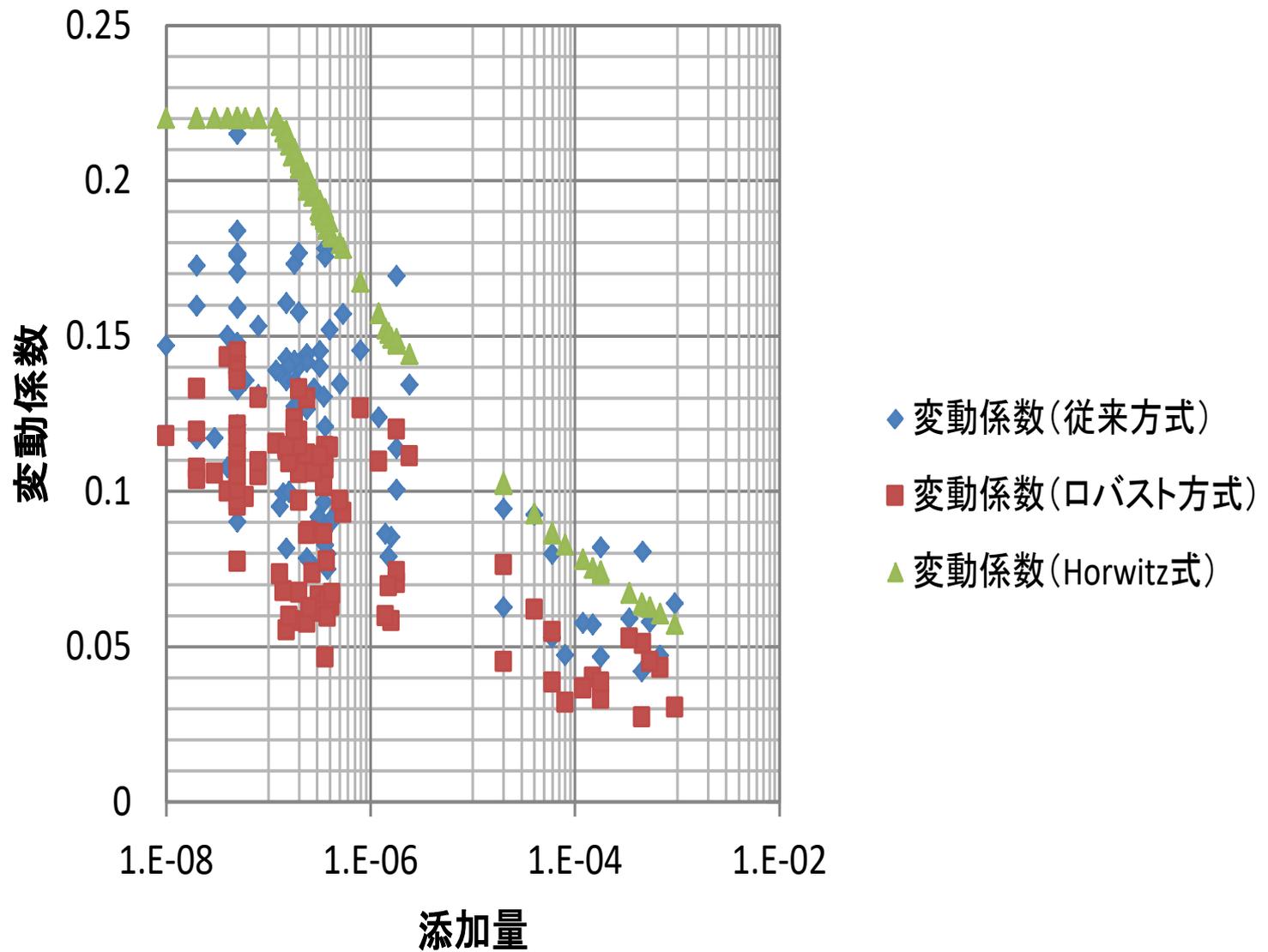
# 従来方式とロバスト方式での解析結果の比較

| 項目           | 添加量        | 平均       | 相対標準偏差(%) |
|--------------|------------|----------|-----------|
| 重金属 カドミウム    | - mg/kg    | 0.331346 | 7.410764  |
|              |            | 0.332017 | 5.866938  |
| 食添Ⅱ ソルビン酸    | 0.35 g/kg  | 0.321294 | 5.825383  |
|              |            | 0.320284 | 3.032326  |
| 残農Ⅰ クロルピリホス  | 0.050 µg/g | 0.046721 | 15.171077 |
|              |            | 0.046510 | 12.426181 |
| ダイアジノン       | 0.20 µg/g  | 0.182930 | 16.505118 |
|              |            | 0.180620 | 11.002923 |
| 残農Ⅱ クロルピリホス  | 0.12 µg/g  | 0.099829 | 15.247325 |
|              |            | 0.100667 | 13.378273 |
| チオベンカルブ      | 0.080 µg/g | 0.071235 | 13.847861 |
|              |            | 0.071484 | 12.339485 |
| フルトラニル       | 0.030 µg/g | 0.027936 | 15.203443 |
|              |            | 0.027940 | 13.170649 |
| 残動薬 スルファジミジン | 0.12 µg/g  | 0.106227 | 15.714397 |
|              |            | 0.106362 | 12.589863 |

上段:従来法

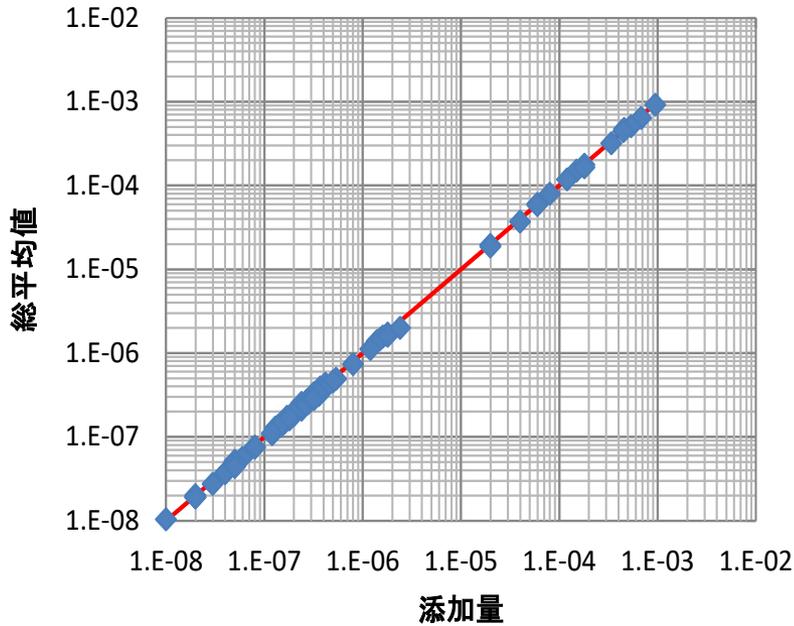
下段:ロバスト法

# 従来方式とロバスト方式における添加量と変動係数の関係

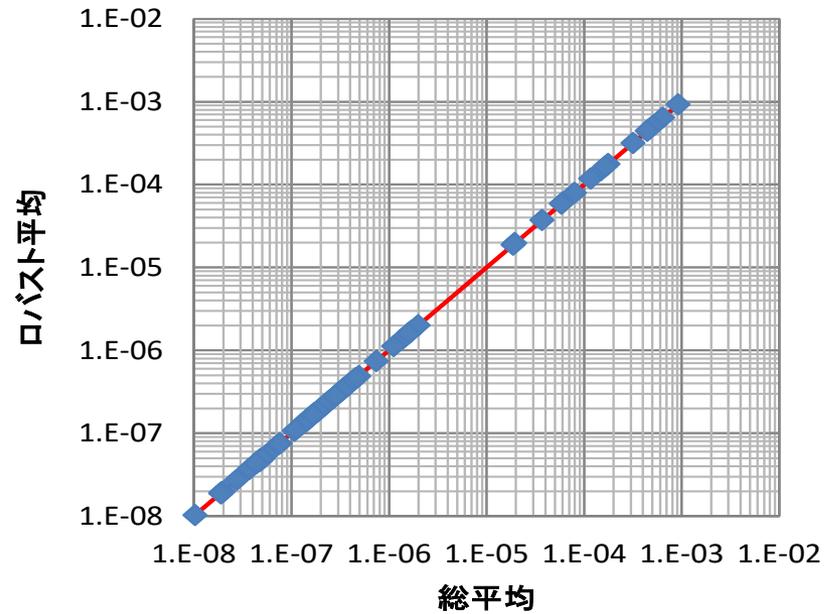


# 従来方式とロバスト方式における添加量と平均値の関連

従来方式

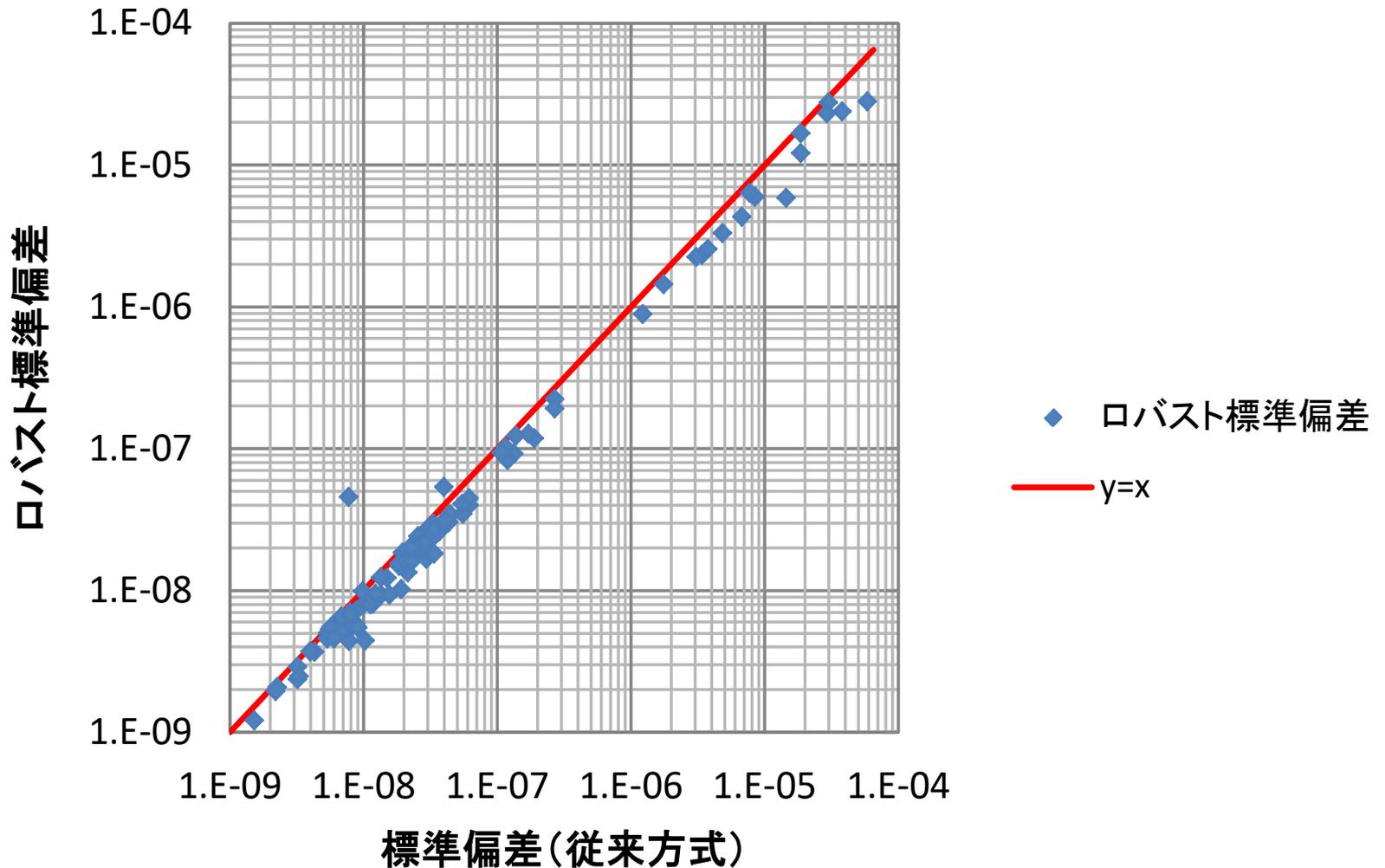


ロバスト方式



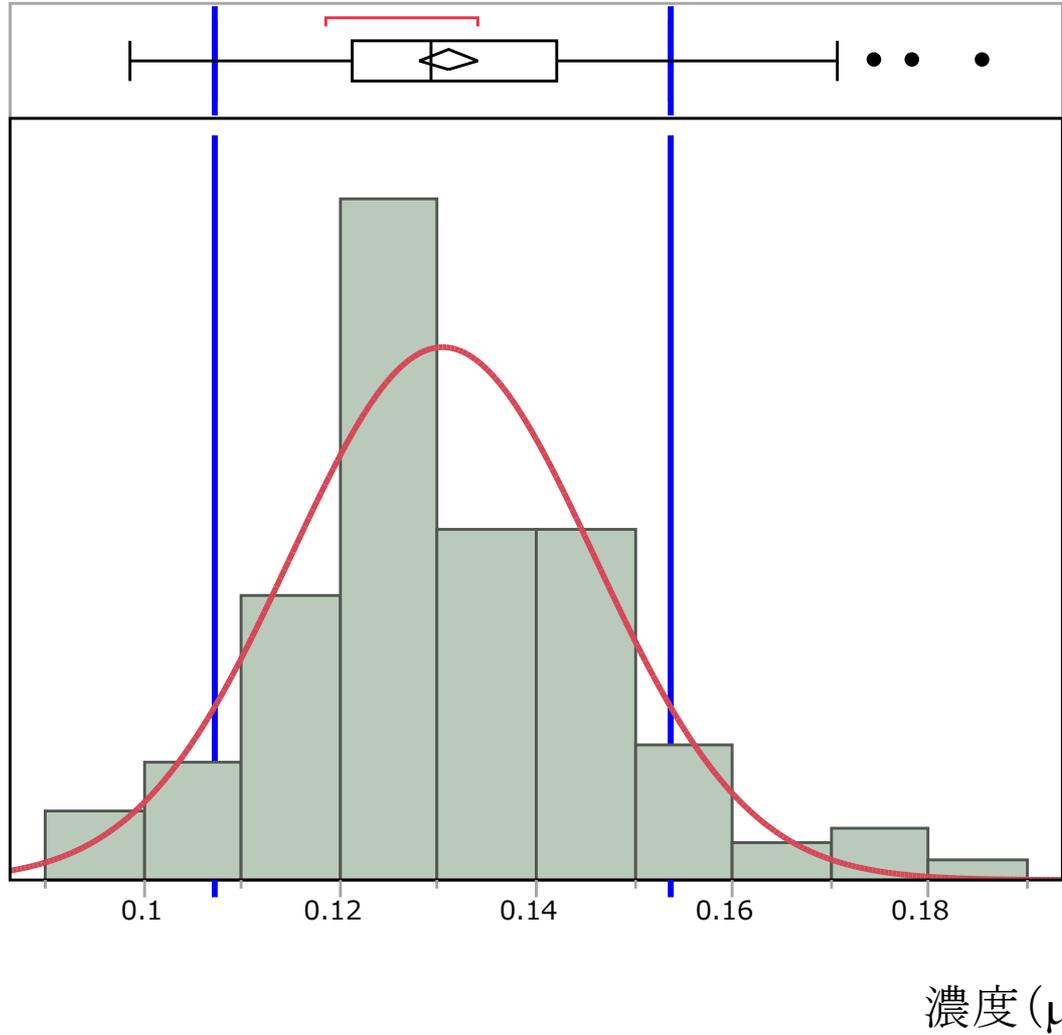
従来方式とロバスト方式で平均値は同等となっている

# 従来方式とロバスト方式における標準偏差の関連



ロバスト方式では従来方式に比べて標準偏差が小さくなる

# ともろこしペースト中のクロルピリホス検査における ロバスト方式でのヒストグラム



図中の実線は置換を行う最小値および最大値を示す。

# 食品衛生外部精度管理調査において観察された事例

理化学調査における事例（検査結果が限界外となった原因）

## ◆計算ミスまたは入力ミス

希釈倍率の間違い、誤った値を用いて定量計算

## ◆転記ミス

桁数の間違い、単位の間違い、順番の間違い

## ◆カラムの分離能

保持時間の近接に伴うピーク帰属の間違い

ピークに大きくショルダーが認められるにも係わらず

定量計算を実施

## ◆テフロンチューブへの吸着の可能性

パラオキシ安息香酸エステル類のチューブへの吸着に関する報告あり

## ◆前処理不足

重金属の前処理が不完全

## ◆検量線外定量

直線性が保証されていないにもかかわらず回帰式から計算

## ◆検量線の引き方

原点を含めた二次曲線の検量線など

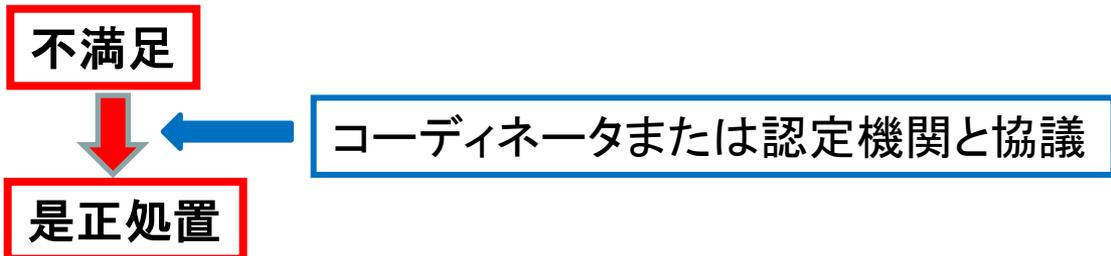


QCチェック、QAUチェック、機器、操作法 etc.

# 技能試験における不満足な結果に対する試験所による処置のガイダンス

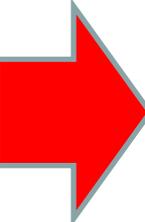
試験所が技能試験の結果、不合格となった場合  
⇒ 一般的に推奨される処置が存在する

ISO/IEC 13528  
JIS Z 8405



## 適切な是正処置候補

1. スタッフが測定手順を理解し、これに従っていることを確認する。
2. 測定手順の詳細がすべて正しいことを確認する。
3. 装置の校正、及び試薬の組成を確認する。
4. 疑わしい装置又は試薬を交換する。
5. スタッフ、装置及び試薬又はこれらの組み合わせを別の試験所と比較試験する。

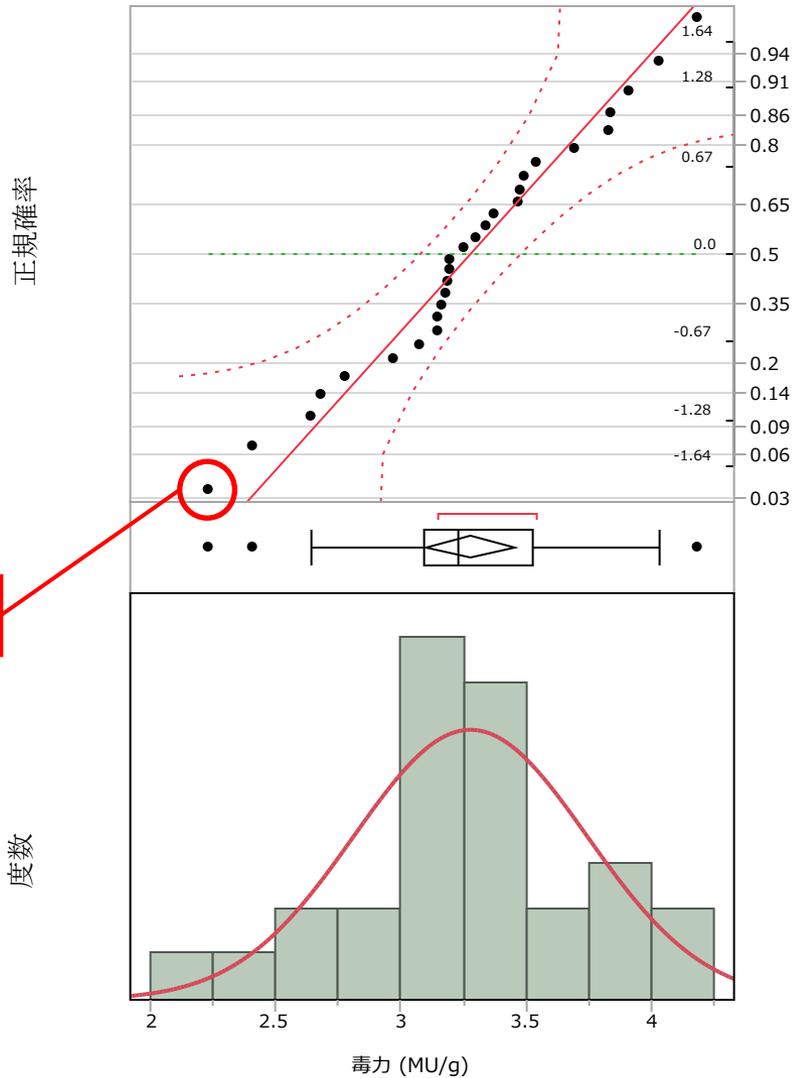


試験所は、それ以後も、是正処置の有効性を評価するために技能試験スキームに参加しなければならない。

## 2023年度食品衛生外部精度管理調査 微生物学調査

- 23MC 一般細菌数測定検査 定量スキーム
- 23CF 大腸菌群検査 定性スキーム
- 23ES E.coli検査 定性スキーム
- 23EB 腸内細菌科菌群検査 定性スキーム
- 23ST 黄色ブドウ球菌検査 定性・定量スキーム
- 23SL サルモネラ属菌検査 定性スキーム

# ホタテガイペースト中の麻痺性貝毒検査(毒力)における ヒストグラム及び正規確率プロット



不適切な希釈水準

平均値±標準偏差：3.278107±0.466256 MU/g

# 本日のお話

- ◆ いわゆる食品GLP
- ◆ 秦野研究所が実施する外部精度管理調査
- ◆ 外部精度管理調査結果の活用

# 食品衛生外部精度管理調査(技能試験)の目的

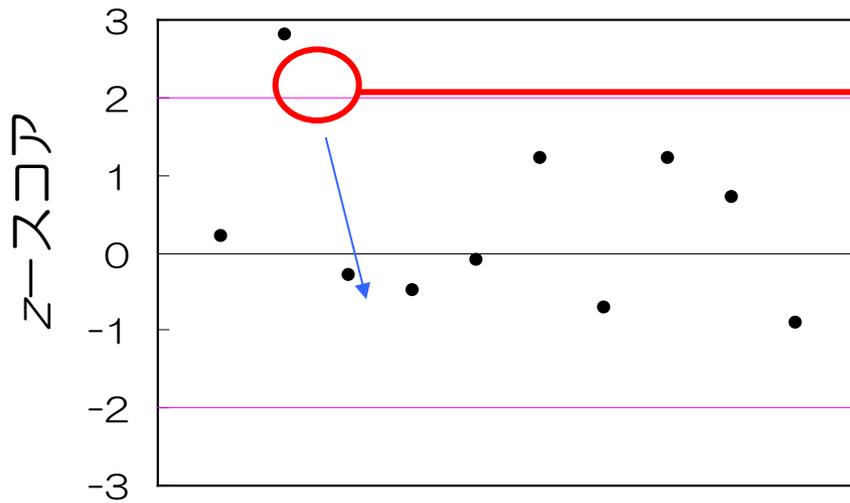
- 
- ◆ 試験所間差の特定
  - ◆ 試験所の継続的な能力の監視
  - ◆ 試験所の信頼性の提供

試験所の問題点の特定や改善処置の開始

- ✓ 不適切な試験又は測定手順
- ✓ スタッフの教育訓練の有効性及び監査
- ✓ 機器の校正

# 外部精度管理調査結果の経年的観察

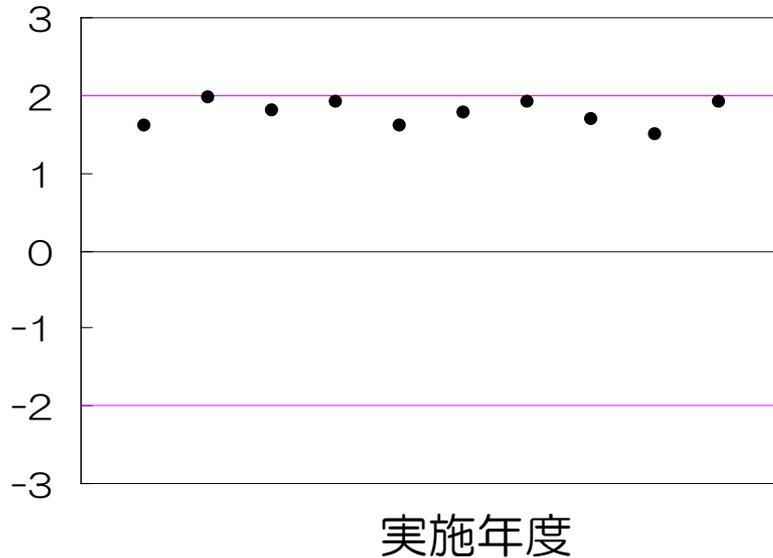
例1)



確認必要

- zスコア  $\geq 2$  となったときの確認が必要  
 $\Rightarrow$  次回の実施時に | zスコア |  $\leq 2$  であることを確認
- それ以外、zスコアとしては問題なし

例2)



- zスコアとしては満足
- 高めの値で安定している  
 $\Rightarrow$  高めとなる原因は？



予防策の検討が可能

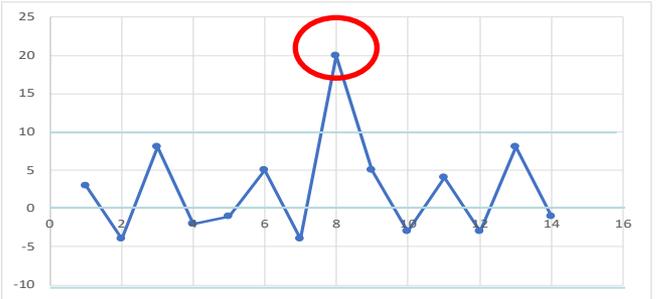
- 一貫した系統的影響(偏り)があるか
- 長期的に見て精度が低いことの証拠を示しているか

# 傾向分析

⇒ 起こる確率が極めて低い現象を見つける

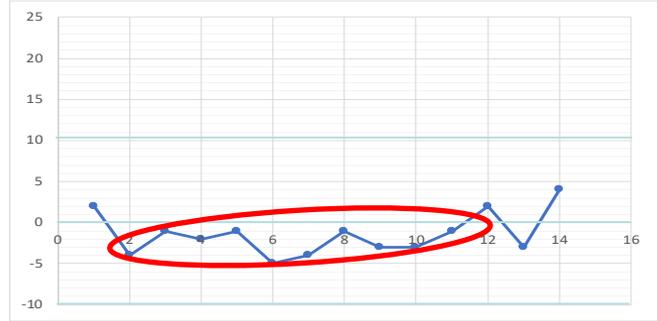
例1) 1点が中心線から3σを超える範囲にある

⇨ 異常値なので原因を調べて対策を打つ必要あり



例2) 管理限界内であるが、中心線の片側に連続して10点が並んだ

⇨ 工程の平均やバラツキが変化している



例3) 連続する6点がすべて増加、またはすべて減少している

⇨ 工程にそのような癖が入る要因がある原因を探る必要がある



# 外部精度管理調査結果の評価について

検査施設のパフォーマンスの合否判定をするのではなく、不合格となっても検査施設が悪いという判断にはならない



満足なパフォーマンスは、その試験の実施に関する能力の証拠となるかもしれないが、継続的な能力を示すものとは限らない。同様に、不満足なパフォーマンスは、参加者の能力が通常の状態から偶発的に逸脱していることを示すだけかもしれない。

[ISO/IEC 17043(2010) JIS Q 17043(2011) 適合性評価—技能試験に関する一般要求事項] ISO/IEC 17043(2023) 対応のJISが未発行のため旧版を引用

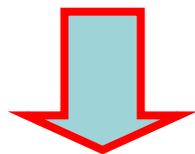
しかし、転記ミスなどは検査機関のマネジメントシステムが機能していないことを示している。秦野研究所の外部精度管理調査は、EQAプログラムとして試験プロセスだけでなく参加機関の業務の流れ全体を把握するように設計している。

# 外部精度管理調査結果の評価について

## 技能試験の計画及び解釈のための統計ガイドライン

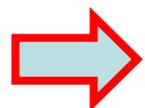
…優秀なスタッフがおり、運営が良好である試験所においても、異常な結果が発生することがある。さらに、標準化された測定方法が、精度評価実験によって実証された場合でも、数回の技能試験スキームの後に不具合が明らかになることがある。技能スキーム自体に不具合がある場合もある。これらの理由によって、ここに規定する基準を用いて、検討対象の測定方法を実施するのに不適格であるとして、**試験所を不良と判定してはならない**。技能試験を試験所判定に使用する場合には、その目的に合った適切な基準を設定しなければならない。

(ISO/IEC 13528 試験所間比較による技能試験のための統計的方法)



合否判定のためではない

重要なことは、その結果をどう判断し、どう活用したのか



測定のプロセス(マネジメントシステム)の改善の機会



# 一般財団法人食品薬品安全センター 秦野研究所

## ISO/IEC 17043認定取得 技能試験提供者

(認定範囲: 重金属検査、微生物学検査全項目)

ホームページ <https://www.fdsc.or.jp>

お問い合わせは、ホームページの「食品の  
外部精度管理・内部精度管理 (余剰試料)」  
よりお願いいたします。

ご清聴  
ありがとうございました !