

平成26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26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）は水質試料中のアルミニウムと鉄の定量、理化学検査（Ⅱ）は水質試料中の陰イオン界面活性剤の定量、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）は細菌数の測定、細菌検査（Ⅱ）は模擬食材中のA群溶血性連鎖球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25機関、理化学検査（Ⅱ）は10機関、食品化学検査は6機関、細菌検査（Ⅰ）は19機関、細菌検査（Ⅱ）は7機関でした。参加機関の合計はのべ67機関でした。

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）（Ⅱ）では、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は、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27年2月

福島県試験検査精度管理委員会

委員長 笹原賢司

# 目 次

平成26年度福島県試験検査精度管理事業実施方針	1
平成26年度福島県試験検査精度管理事業実施経過	2
平成26年度福島県試験検査精度管理事業実施経過表	3
平成26年度福島県試験検査精度管理事業参加機関	4
平成26年度福島県試験検査精度管理実施要項	5
平成26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26年度福島県試験検査精度管理委員及び幹事名簿	37
平成26年度福島県試験検査精度管理事業担当者名簿	39

# 平成26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12日（木）  | 第1回幹事会（実施方針案、実施項目案の検討） |
| 6月23日（月）  | 第1回委員会（実施方針、実施項目の決定）   |
| 6月25日（水）  | 精度管理事業実施通知発送           |
| 7月9日（水）   | 参加申し込み締切               |
| 7月28日（月）  | 検体配布                   |
| 8月29日（金）  | 検査結果の提出締切              |
| 10月3日（金）  | 第2回幹事会（検査結果集計・検討）      |
| 11月11日（金） | 試験検査技術発表会の発表演題募集       |
| 11月14日（金） | 部門別検討会（実施区分ごとに結果検討）    |
| 12月12日（金） | 試験検査技術発表会の発表演題締め切り     |
| 12月17日（水） | 第3回幹事会（委員会提出議案の検討）     |
| 1月16日（金）  | 試験検査技術発表会の発表要旨の締め切り    |
| 1月23日（金）  | 第2回委員会（本年度実施結果の承認）     |
| 2月5日（木）   | 試験検査技術発表会              |

## 平成26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26年6月12日(木)	平成27年1月23日(金)
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26年7月22日(火)
参加区分	参加機関数(34機関)
理化学検査Ⅰ	25機関
理化学検査Ⅱ	10機関
食品化学検査	6機関
細菌検査Ⅰ	19機関
細菌検査Ⅱ	7機関

### 3 精度管理部門別検討会

実施日	平成26年11月14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	68名(実人数) (理化学Ⅰ参加者40名) (理化学Ⅱ参加者28名) (食品化学参加者21名) (細菌Ⅰ参加者40名) (細菌Ⅱ参加者24名)

### 4 試験検査技術発表会の開催

開催日	平成27年2月5日(木)
発表演題数	5機関 6演題
特別講演の実施	講師：日本大学工学部 名誉教授 中村 玄正 氏
出席者数	100名(予定)

平成26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		<ul style="list-style-type: none"> <li>・第1回幹事会（12日） （方針案・項目案の検討）</li> <li>・第1回委員会（23日） （方針・項目の決定）</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・事業実施の通知（25日）</li> </ul>
7	<ul style="list-style-type: none"> <li>・参加申込み締切り （9日）</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>・精度管理調査検体の配布 （各機関へ）（28日）</li> </ul>
8			<ul style="list-style-type: none"> <li>・精度管理調査結果報告の 提出締切（29日）</li> </ul>
9			
10	<ul style="list-style-type: none"> <li>・第2回幹事会（3日） （精度管理結果集計・検討）</li> </ul>		
11		<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験検査技術発表会の 発表演題募集（11日）</li> <li>・部門別検討会（14日） （実施区分ごとに結果検 討）</li> </ul>	
12		<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験検査技術発表会の 発表演題の締切（12日）</li> <li>・第3回幹事会（17日） （委員会提出議案の検討）</li> </ul>	
1		<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験検査技術発表会の 発表要旨の締切（16日）</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・第2回委員会（23日） （本年度実施結果の承認）</li> </ul>
2	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験検査技術発表会 （5日）</li> </ul>		
3			

## 平成26年度福島県試験検査精度管理事業参加機関

衛研支所・環境センター等	上下水道事業者
衛生研究所本所（微生物課）	郡山市水道局
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	メタウォーターサービス（株）
衛生研究所会津支所	福島地方水道用水供給企業団
環境センター	会津若松地方広域市町村圏整備組合
郡山市保健所	いわき市生活環境部下水道施設課
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	福島県環境検査センター（株）
（株）日本化学環境センター	新日本電工（株）郡山環境計量所
（株）クレハ分析センター	（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	一般財団法人新潟県環境分析センター
（株）福島理化学研究所	平成理研（株）
常磐開発（株）	（一社）福島県薬剤師会 医薬品試験検査センター
（公財）福島県下水道公社県北浄化センター	日曹金属化学（株）会津環境分析センター
（公財）福島県下水道公社県中浄化センター	日本化成（株）技術開発センター
（株）江東微生物研究所環境分析センター	保土谷化学工業（株）パーオキサイド事業部
（株）江東微生物研究所食品分析センター	

## 平成26年度福島県試験検査精度管理実施要項

1 実施期間 平成26年7月28日（月）～平成26年8月29日（金）

2 実施項目区分および試験方法

(1) 理化学検査（Ⅰ）

[実施項目] アルミニウム、鉄

[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] アルミニウム、鉄を含む模擬試料  
（各機関において20倍希釈して測定する）

(2) 理化学検査（Ⅱ）

[実施項目] 陰イオン界面活性剤

[試験方法] 平成15年厚生労働省告示第261号別表第24に定める方法

[試料] 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム（LAS）を含む模擬試料

(3) 食品化学検査

[実施項目] 二酸化硫黄

[試験方法] 「食品中の食品添加物分析法2000（（社）日本食品衛生協会）」、「食品衛生検査指針 食品添加物編2003（（社）食品衛生協会）」「衛生試験法・注解2010（日本薬学会編）」又は各検査機関のGLPに対応した方法。

[試料] 市販品のジュースに亜硫酸水素ナトリウムを添加した模擬試料

(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にあっては、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っては、上水試験方法2011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] A群溶血性レンサ球菌

[試験方法] 試料10gに滅菌生理食塩水等90mLを加え1分間ストマッカーで処理後、100 $\mu$ Lを血液寒天培地に直接塗抹し、37 $^{\circ}$ C 1夜培養する。また、処理液1mLをBHIブイヨン10mLに加えて37 $^{\circ}$ C 1夜増菌培養する。

分離培養以降の検査は、各検査機関において通常行っている検査方法又は微生物検査必携第3版に記載されている方法とする。

ただし、菌数の算定は行わない。

[試料] 模擬食材（マッシュポテト等）

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26年8月29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 26 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) アルミニウム(低濃度、高濃度)
- (2) 鉄(低濃度、高濃度)

### 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

- ①アルミニウム：和光純薬工業株式会社 アルミニウム標準液(1000mg/L)を使用した。
- ②鉄：関東化学株式会社 鉄標準液(1000mg/L)を使用した。

#### (2) 精度管理試料の調製

##### ①低濃度試料

アルミニウム標準液 7mL 及び鉄標準液 14mL を採り、硝酸(有害金属測定用)70mL 及び超純水を加え 7L とした。この試料は 20 倍希釈して試験用試料とするため、設定濃度はアルミニウム 50.0 $\mu$ g/L、鉄 100 $\mu$ g/L となる。

##### ②高濃度試料

アルミニウム標準液 30mL 及び鉄標準液 132mL を採り、硝酸(有害金属測定用)60mL 及び超純水を加え 6L とした。この試料は 20 倍希釈して試験用試料とするため、設定濃度はアルミニウム 0.250mg/L、鉄 1.10mg/L となる。

### 4 参加機関

#### (1) 低濃度

行政検査機関 2 機関、上下水道事業者 4 機関、  
環境計量証明事業者等 11 機関 計 17 機関

#### (2) 高濃度

行政検査機関 3 機関、上下水道事業者 1 機関、  
環境計量証明事業者等 12 機関 計 16 機関(鉄のみ参加の 1 機関含む)

### 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、さらに参考として Z-スコアの算出を行った。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：別紙資料参照）。

#### (1) アルミニウム（低濃度）

表 1 に各機関の測定結果、表 2 に統計値、図 1 に測定結果の分布図を示す。Grubbs の棄却検定により 1 機関が外れ値を示した。その 1 機関を除いた後の平均値は 51.0 $\mu$ g/L、標準偏差は 1.64 $\mu$ g/L、室間変動係数は 3.22%であった。室内変動係数はすべての機関で 10%以内とおおむね良好な結果であった。表 3 に測定方法別の統計値を示す。平均値について、測定機器による大きな差は見られなかった。

棄却された 1 機関にその原因について回答を求めたところ、希釈をはじめとする前処理操作、検量線作成、計算方法等を確認し再測定を行ったが、報告値と同程度の結果となり、明確な原因が確認できない。今回の結果を受け、標準試薬を使用して内部精度管理を実施し、一連の分析操作等を点検確認するとの回答があった。

#### (2) 鉄（低濃度）

表 4 に各機関の測定結果、表 5 に統計値、図 2 に測定結果の分布図を示す。Grubbs の棄却検定により、1 機関が外れ値を示した。その 1 機関を除いた後の平均値は 100 $\mu$ g/L、標準偏差は 2.12 $\mu$ g/L、室間変動係数は 2.12%であった。室内変動係数はすべての機関で 10%以内とおおむね良好な結果であった。表 6 に測定方法別の統計値を示す。平均値について、測定機器による大きな差は見られなかった。

棄却された 1 機関はアルミニウム（低濃度）で棄却された機関と同一であり、その原因及び対応についても同様となっている。

#### (3) アルミニウム（高濃度）

表 7 に各機関の測定結果、表 8 に統計値、図 3 に測定結果の分布図を示す。Grubbs の棄却検定により、3 機関が外れ値を示した。その 3 機関を除いた後の平均値は 0.251mg/L、標準偏差は 0.00505mg/L、室間変動係数は 2.01%であった。室内変動係数はすべての機関で 10%以内とおおむね良好な結果であった。表 9 に測定方法別の統計値を示す。平均値について、測定機器による大きな差は見られなかった。

棄却された 3 機関にその原因及び改善策について回答を求めた。1 機関は、酸分解後にろ過しメスアップする際の洗いこみを多く行うことに加え測定に使用する水をイオン交換水から超純水に変え再測定を行った結果、ブランクの発光強度が報告値の半分程度となり、測定結果は全機関の平均値に近い値になったとのことであった。改善策として、酸分解の際の汚染や酸分解後ろ過しメスアップする際の洗いこみ等に注意を払うとの回答であった。またブランクの汚染原因については現在も引き続き確認中とのことであった。1 機関は、測定機器に不具合が確認されないこと及び同様の希釈により測定した鉄ではばらつきが生じていないことから、前処理、特に加熱処理やろ過中の汚染が原因と考えられるとの回答があった。今回の測定において加熱処理は精度管理の検体以外の検体と一緒に操作していたことに加え、ろ過に用いたろ紙は十分に洗浄を行ったがクリーンベンチ外で処理しておりこの際に汚染があったと考えられることから、改善策として、加熱処理については 1 検体ごとの処理を行い、ろ過については、クリーンベンチ内での

処理を徹底するとの回答があった。1 機関は、使用機器は本年（H26）1月から導入しており、機器の特性の把握が十分ではなかったことが原因と思われるとの回答があった。改善策として、他の分析方法での結果と比較等を行い、機器の特性把握と練度を向上させていきたいとしている。

#### (4) 鉄（高濃度）

表 10 に各機関の測定結果、表 11 に統計値、図 4 に測定結果の分布図を示す。Grubbs の棄却検定により外れ値を示した機関はなかった。全機関の平均値は 1.09mg/L、標準偏差は 0.0296mg/L、室間変動係数は 2.71%であった。室内変動係数はすべての機関で 10%以内とおおむね良好な結果であった。表 12 に測定方法別の統計値を示す。平均値について、測定機器による大きな差は見られなかった。

#### (5) 検量線の点数について

水道水質検査については、平成 24 年 2 月 28 日付健水発 0228 第 4 号において、検査方法告示の一部が改正された。その中で信頼性確保に係る改正が行われ、様々な試験操作が規定され、明確化されている。「検量線の点数及び濃度範囲」はその中の一つであり、「検量線を作成する場合には、各別表の試験操作の項に示す検水の濃度範囲で 4 段階以上に調製した濃度既知の溶液を用いることとする」とされた。

図 5、6 に低濃度試料測定機関における検量線の点数の集計結果を示す。今回、水道水質検査機関ではなかったが、アルミニウム（低濃度）、鉄（低濃度）ともに 1 機関においてこの規定を満たさない機関があった。

水道事業者や登録検査機関等に限らず、それ以外の機関でも信頼性確保のため検量線の点数に配慮することが望ましい。

## 6 まとめ

アルミニウムと鉄についてそれぞれ低濃度、高濃度の 2 種類の濃度について試料を製作、配布した。Grubbs の棄却検定によりアルミニウム（低濃度）で 1 機関、鉄（低濃度）で 1 機関、アルミニウム（高濃度）で 3 機関が外れ値を示した。

アルミニウム、鉄両項目において変動係数が 10%を超えていた機関はなく、おおむね良好な結果であった。

表1 アルミニウム（低濃度）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					
2	52.8	51.7	55.4	50.5	52.6	52.6	1.810	3.44	1.28	4
4	49.4	49.9	47.8	48.4	48.6	48.8	0.832	1.70	-0.83	4
5	51.4	52.5	52.9	52.9	53.0	52.5	0.666	1.27	1.22	4
6	50.8	51.1	49.3	50.2	47.2	49.7	1.567	3.15	-0.33	2
7	53.6	54.7	53.6	55.1	53.7	54.1	0.709	1.31	2.11	4
8	50.5	50.0	50.5	49.1	51.0	50.2	0.719	1.43	-0.06	2
10	51.4	51.3	50.6	50.5	51.4	51.0	0.451	0.88	0.39	3
11	49.9	49.3	50.7	50.6	49.7	50.0	0.598	1.20	-0.17	3
14	54.5	52.3	54.6	55.2	52.5	53.8	1.33	2.47	1.95	4
15	50.5	50.1	50.2	48.7	48.8	49.7	0.844	1.70	-0.33	3
16	51.0	51.5	51.5	52.0	52.0	51.6	0.418	0.81	0.72	3
17	50.0	49.8	50.7	50.3	49.7	50.1	0.406	0.81	-0.11	4
20	52.8	52.8	51.8	51.7	51.9	52.2	0.552	1.06	1.06	4
21	50.7	50.6	50.5	50.5	49.9	50.4	0.313	0.62	0.06	4
23	51.4	49.3	47.4	48.9	47.8	49.0	1.57	3.21	-0.72	3
24	88.2	89.6	89.6	90.0	89.7	89.4	0.701	0.78	—	2
25	49.9	49.7	50.6	49.3	49.8	49.9	0.472	0.95	-0.22	3

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

表2 アルミニウム（低濃度）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 (%)			
51.0	1.64	3.22	48.8	54.1	50.3

表3 アルミニウム（低濃度）測定法別統計値（棄却後）

分析法	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 (%)
フレイム原子吸光法	0	—	—	—	—	—
フレイムレス原子吸光法	2	50.0	49.7	50.2	0.354	0.71
ICP 発光分光法	6	50.2	49.0	51.6	0.940	1.87
ICP 質量分析法	8	51.8	48.8	54.1	1.87	3.61

表4 鉄（低濃度）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					
2	101	103	103	102	101	102.0	1.000	0.98	1.44	4
4	96.4	98.7	96.2	96.3	95.0	96.5	1.344	1.39	-2.52	4
5	98.6	99.0	99.3	99.3	99.3	99.1	0.308	0.31	-0.65	4
6	96.3	96.5	95.2	96.3	95.1	95.9	0.672	0.70	-2.95	2
7	103	103	103	103	104	103.2	0.447	0.43	2.30	4
8	104	102	101	101	102	102.0	1.225	1.20	1.44	2
10	101	97.1	101	96.9	99.9	99.0	1.869	1.89	-0.72	3
11	101	100	99.2	99.9	100	100.0	0.642	0.64	0.00	3
14	99.3	99.9	101	100	100	100	0.535	0.53	0.00	4
15	102	101	101	98.2	98.5	100	1.688	1.69	0.00	3
16	96.5	99.5	101	101	102	100.0	2.152	2.15	0.00	3
17	99.6	99.2	99.3	99.5	99.9	99.5	0.274	0.28	-0.36	4
20	104	106	105	102	103	104	1.58	1.52	2.88	4
21	101	101	101	101	99.1	100.6	0.85	0.84	0.43	4
23	99.4	100	101	101	101	100	0.743	0.74	0.00	3
24	66.4	70.0	66.0	68.2	71.7	68.5	2.410	3.52	—	2
25	99.6	99.2	98.5	97.7	98.1	98.6	0.779	0.79	-1.01	3

※分析方法 1: フレーム原子吸光 2: フレームレス原子吸光 3: ICP-OES 4: ICP-MS

表5 鉄（低濃度）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 (%)			
100	2.12	2.12	95.9	104	100

表6 鉄（低濃度）測定法別統計値（棄却後）

分析法	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 (%)
フレーム原子吸光法	0	—	—	—	—	—
フレームレス原子吸光法	2	99.0	95.9	102.0	4.31	4.36
ICP 発光分光法	6	99.6	98.6	100.0	0.632	0.63
ICP 質量分析法	8	101	96.5	104	2.42	2.40

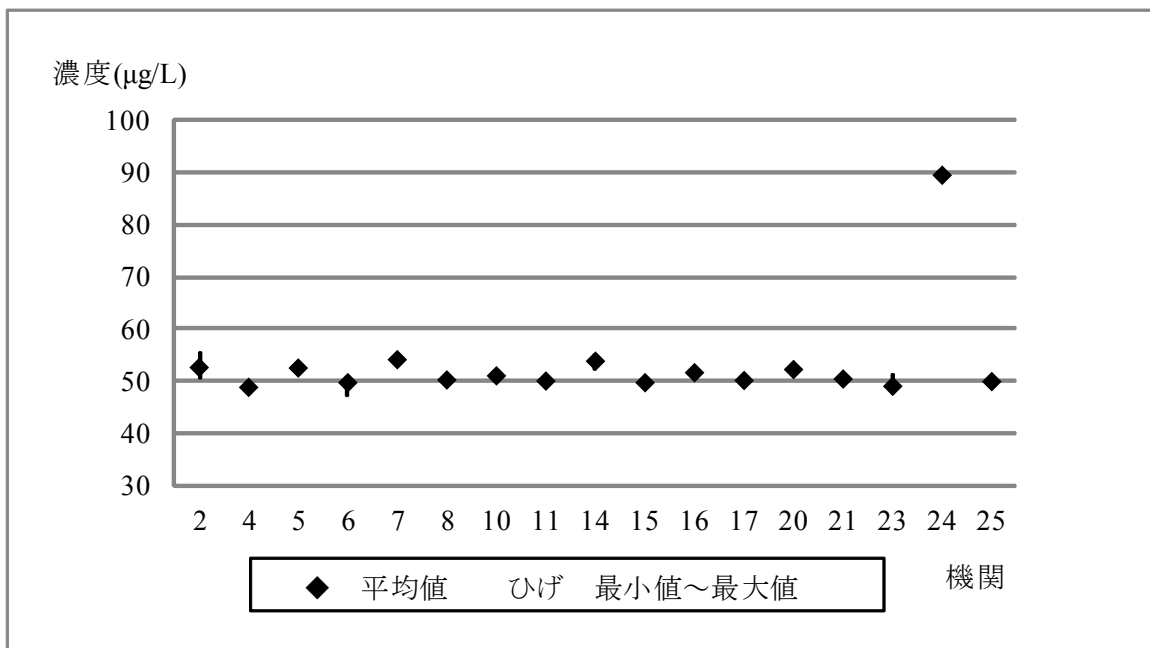


図1 アルミニウム（低濃度）濃度分布図

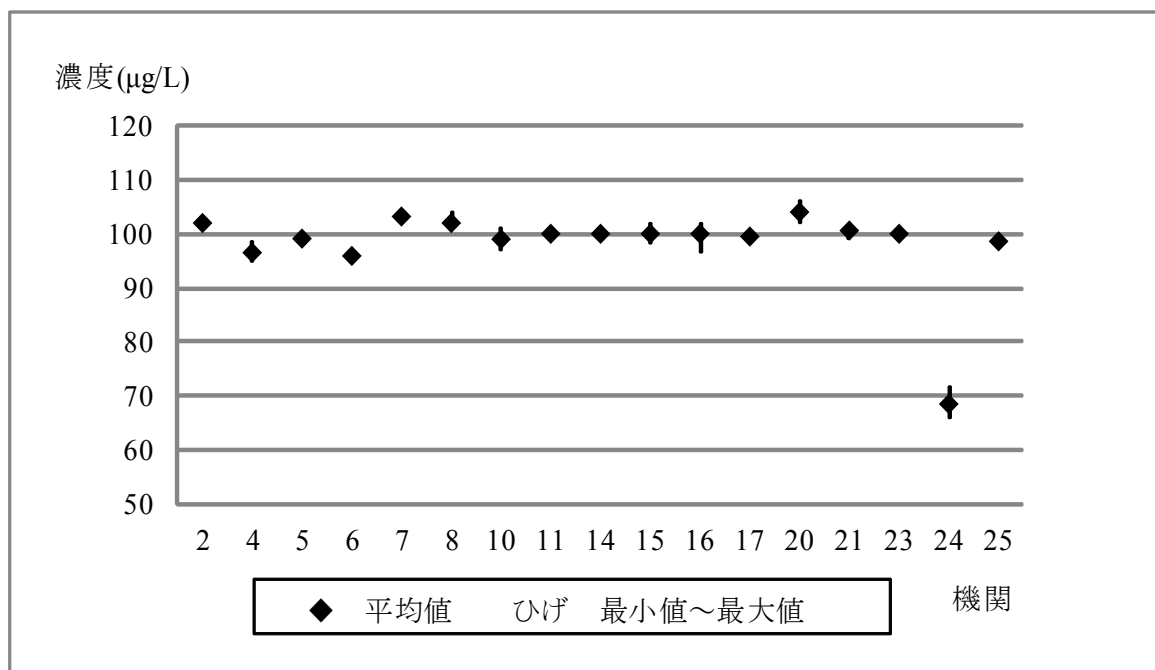


図2 鉄（低濃度）濃度分布図

表7 アルミニウム（高濃度）測定結果

機関 番号	測定結果(mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Z スコア	分析 方法※
	1	2	3	4	5					
1	0.218	0.208	0.209	0.241	0.218	0.219	0.0133	6.08	—	3
3	0.345	0.316	0.3	0.319	0.36	0.3	0.024	7.35	—	3
4	0.250	0.256	0.260	0.248	0.244	0.252	0.006	2.54	0.71	4
10	0.253	0.256	0.249	0.261	0.256	0.255	0.004	1.73	1.56	3
11	0.246	0.247	0.246	0.247	0.246	0.246	0.001	0.22	-0.99	3
12	0.253	0.248	0.248	0.249	0.246	0.249	0.003	1.04	-0.14	3
13	0.236	0.252	0.246	0.236	0.242	0.242	0.00684	2.82	-2.13	3
14	0.251	0.260	0.263	0.260	0.257	0.258	0.00462	1.79	2.41	4
17	0.247	0.247	0.248	0.250	0.249	0.248	0.001	0.53	-0.43	4
18	0.249	0.247	0.248	0.253	0.251	0.250	0.002	0.96	0.14	4
19	0.262	0.260	0.260	0.261	0.256	0.260	0.002	0.88	2.98	3
20	0.252	0.251	0.252	0.252	0.251	0.252	0.000548	0.22	0.71	3
22	0.291	0.281	0.276	0.291	0.296	0.3	0.008	2.86	—	2
23	0.250	0.247	0.244	0.249	0.249	0.248	0.00239	0.96	-0.43	3
25	0.248	0.249	0.249	0.248	0.249	0.249	0.001	0.22	-0.14	3

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

表8 アルミニウム（高濃度）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 (%)			
0.251	0.00505	2.01	0.242	0.260	0.250

表9 アルミニウム（高濃度）測定法別統計値（棄却後）

分析法	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 (%)
フレイム原子吸光法	0	—	—	—	—	—
フレイムレス原子吸光法	0	—	—	—	—	—
ICP 発光分光法	8	0.250	0.242	0.260	0.00554	2.22
ICP 質量分析法	4	0.252	0.248	0.258	0.00432	1.71

表10 鉄（高濃度）測定結果

機関 番号	測定結果(mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Z スコア	分析 方法※
	1	2	3	4	5					
1	1.05	1.01	1.02	1.01	1.00	1.02	0.0192	1.89	-5.40	3
3	1.07	1.1	1.08	1.07	1.09	1.1	0.013	1.21	-1.35	3
4	1.04	1.05	1.07	1.05	1.04	1.05	0.012	1.17	-3.37	4
9	1.15	1.15	1.15	1.15	1.16	1.152	0.00447	0.39	3.51	1
10	1.09	1.10	1.10	1.10	1.09	1.10	0.005	0.50	0.00	3
11	1.09	1.10	1.10	1.10	1.09	1.10	0.005	0.50	0.00	3
12	1.08	1.08	1.08	1.08	1.09	1.08	0.004	0.41	-1.35	3
13	1.11	1.12	1.12	1.11	1.11	1.11	0.00548	0.49	0.67	3
14	1.07	1.07	1.08	1.10	1.09	1.08	0.0110	1.02	-1.35	3
17	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	0.000	0.00	0.00	4
18	1.10	1.11	1.10	1.09	1.09	1.10	0.008	0.76	0.00	3
19	1.09	1.09	1.09	1.10	1.09	1.09	0.004	0.41	-0.67	3
20	1.10	1.09	1.10	1.09	1.10	1.10	0.00548	0.50	0.00	3
22	1.1	1.11	1.09	1.11	1.1	1.1	0.008	0.76	0.00	1
23	1.14	1.13	1.12	1.12	1.12	1.13	0.00894	0.79	2.02	3
25	1.09	1.09	1.09	1.09	1.09	1.09	0.000	0.00	-0.67	3

※分析方法 1: フレーン原子吸光 2: フレーンレス原子吸光 3: ICP-OES 4: ICP-MS

表11 鉄（高濃度）統計値

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 (%)			
1.09	0.0296	2.71	1.02	1.152	1.10

表12 鉄（高濃度）測定法別統計値

分析法	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 (%)
フレーン原子吸光法	2	1.13	1.1	1.152	0.0368	3.27
フレーンレス原子吸光法	0	—	—	—	—	—
ICP 発光分光法	12	1.09	1.02	1.13	0.0263	2.41
ICP 質量分析法	2	1.08	1.05	1.10	0.0354	3.29



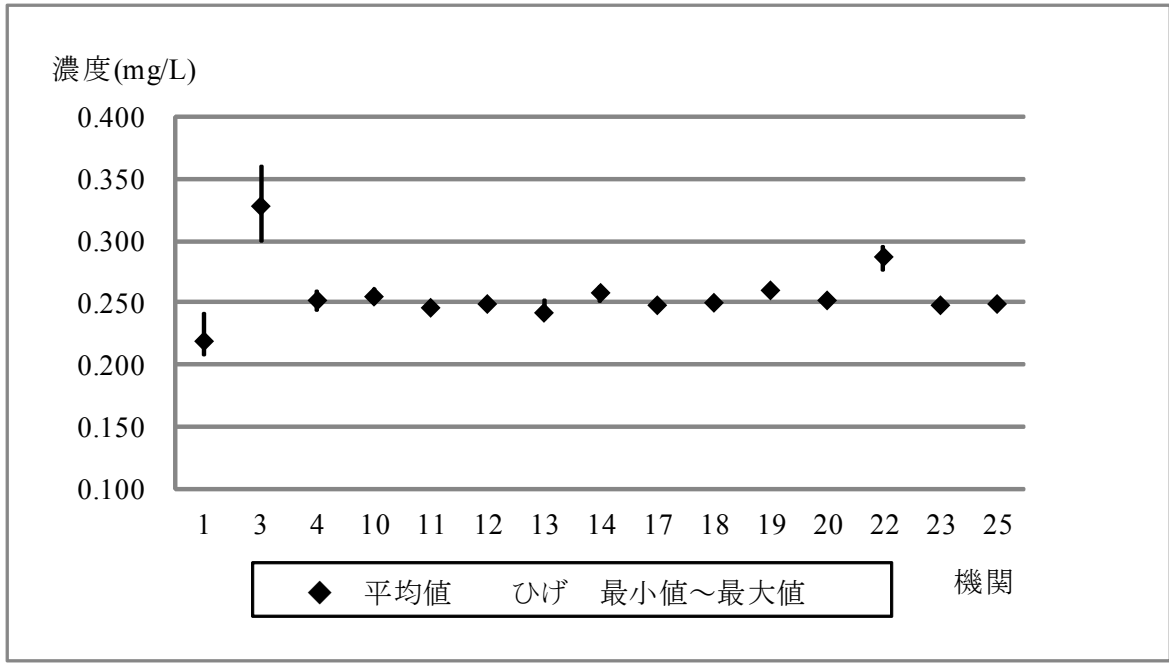


図3 アルミニウム（高濃度）濃度分布図

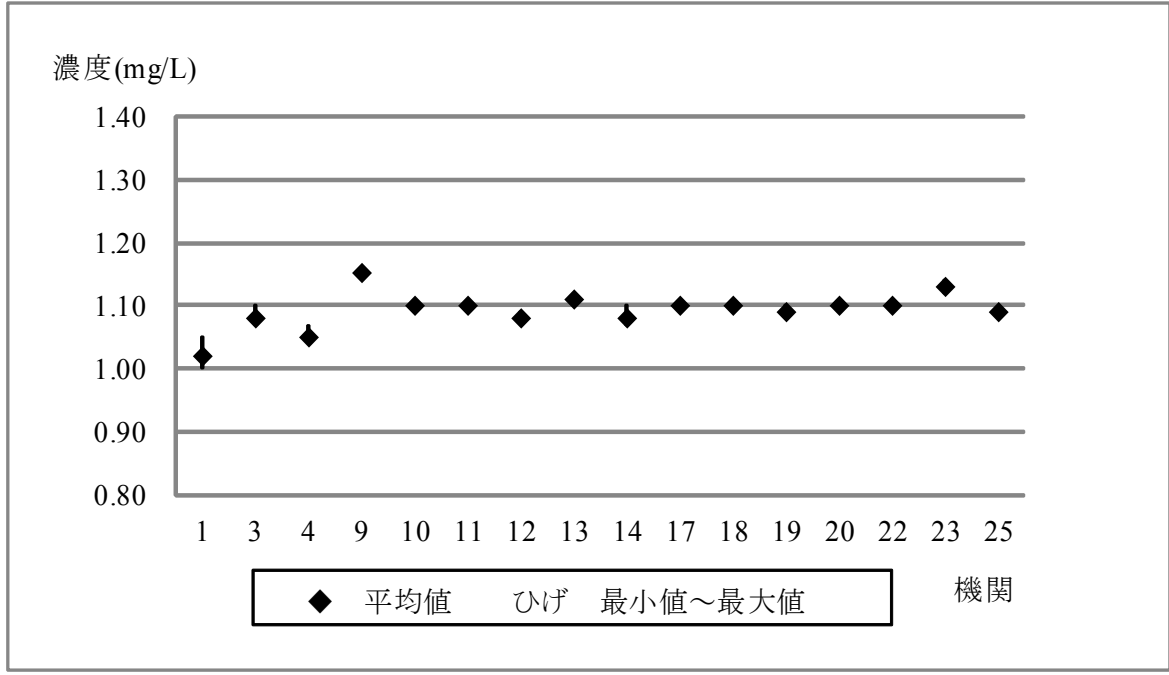


図4 鉄（高濃度）濃度分布図

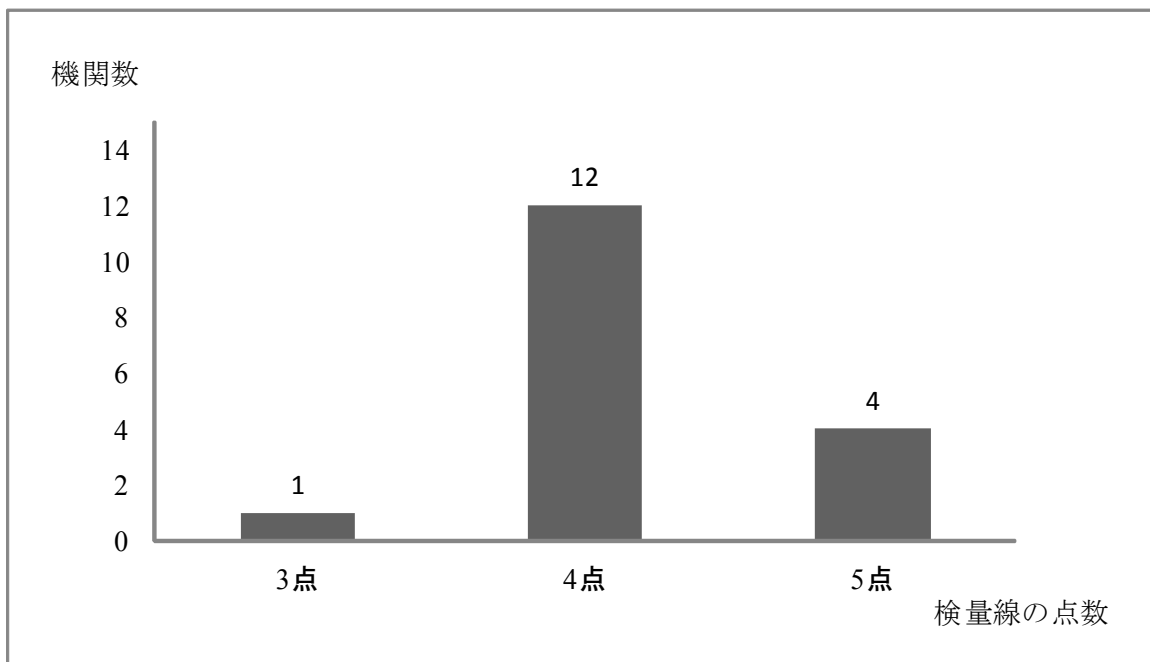


図5 アルミニウム（低濃度）検量線の点数

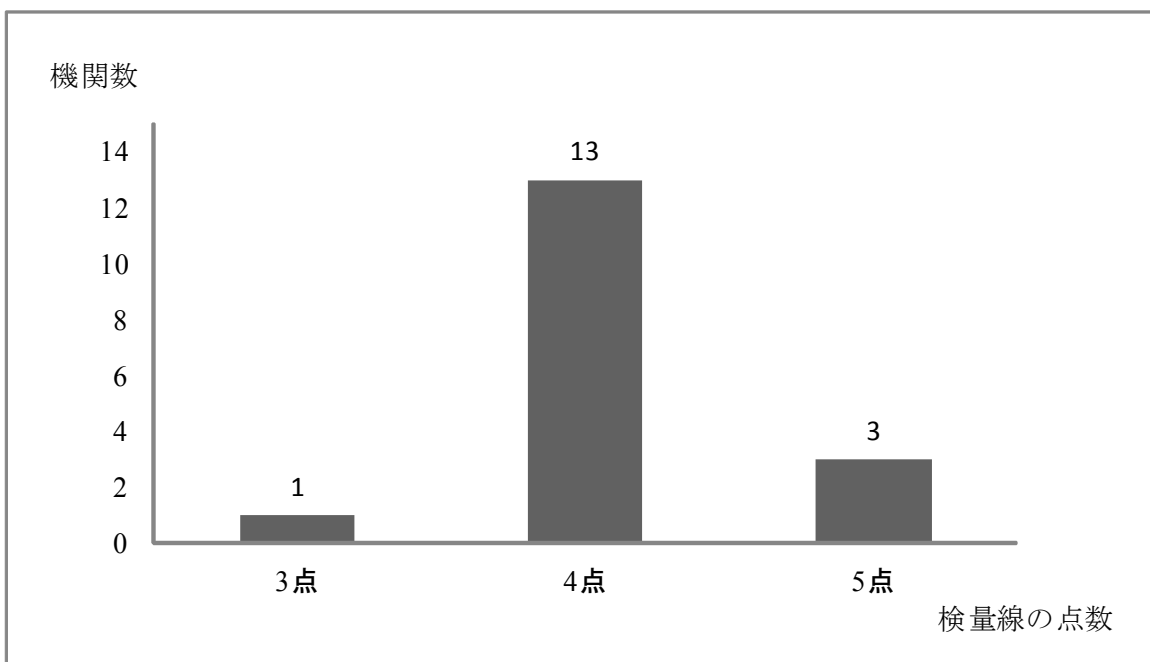


図6 鉄（低濃度）検量線の点数

(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）

$s = 0.7413 \times (\text{データの第2四分位数} - \text{データの第1四分位数})$

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))

## 理化学検査（Ⅱ）

### 1 実施項目

陰イオン界面活性剤

### 2 試験方法

平成 15 年厚生労働省告示第 261 号別表第 24 に定める方法

### 3 試料

#### (1) 標準液

- ①デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(以下 C10)
  - ②ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(以下 C12)
  - ③テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(以下 C14)
- 和光純薬工業株式会社 各 1000mg/L

#### (2) 精度管理試料の調製

C10 標準液を 900 $\mu$ L、C12 標準液を 600 $\mu$ L、C14 標準液を 900 $\mu$ L 採り、超純水により 60L とした。各成分の設定濃度は理論値として、それぞれ C10 が 15 $\mu$ g/L、C12 が 10 $\mu$ g/L、C14 が 15 $\mu$ g/L であり、陰イオン界面活性剤として 40 $\mu$ g/L となる。

### 4 参加機関

上下水道事業者 3 機関、環境計量証明事業者等 7 機関 計 10 機関

### 5 結果及び考察

#### (1) 実施結果

表 1 に各機関の測定結果、表 2 に統計値、図 1 に測定結果の分布図を示す。Grubbs の棄却検定により 1 機関が外れ値を示した。外れ値を示した 1 機関を除いた後の平均値は 29.6 $\mu$ g/L、標準偏差 2.96 $\mu$ g/L、室間変動係数 10.0%であった。外れ値を示した機関にその原因について回答を求めたところ、 $\mu$ g/mL から  $\mu$ g/L に単位を変換する際の計算ミスであり、改善策等として結果の確認を徹底するとのことであった。報告された結果について単位を正しく直した場合の結果の平均値は 29.8 $\mu$ g/L であり、全機関の平均値に近い値であった。また各機関の室内変動係数は 1.16 ～ 8.97%と 10%未満であり良好な結果であった。

平均値が 29.6 $\mu$ g/L であり設定値とした 40 $\mu$ g/L の 74%となったが、各検査機関の室内変動係数および室間変動係数は 10%を超えることはなく、検体によるばらつきは見られないと判断されたため、統計処理を行う上で影響はないと考えられた。原因として、陰イオン界面活性剤の炭素数が増加するほど固相抽出における回収率の低下やばらつきが大きくなる傾向があるとされており、また設定した濃度が低濃度であったことから、使用したポリ容器等への吸着の影響を強く受けたことが考えられた。

## (2) 固相カラム、分析カラムについて

固相カラムについては、ポリマー系を使用していたのが 5 機関、シリカゲル系を使用していたのが 5 機関であった。ポリマー系とシリカゲル系カラムでの平均値は、ポリマー系では 30.7 $\mu\text{g/L}$ 、シリカゲル系では 28.7 $\mu\text{g/L}$  であり、大きな差は見られなかった。

分析に使用されるカラムは、各成分を複数のピークとして検出するものと各成分を 1 つのピークとして検出するものの 2 つに分けられる。複数ピーク検出カラムを使用していた機関が 8 機関、単一ピーク検出カラムを使用していた機関が 2 機関であった。それぞれの平均値は、複数ピーク検出カラムでは 29.5 $\mu\text{g/L}$ 、単一ピーク検出カラムでは 29.9 $\mu\text{g/L}$  であり大きな差は見られなかった。複数ピーク検出カラムを使用していた機関の室内変動係数は 3.29 ~ 8.97% であり、単一ピーク検出カラムでは 1.16 ~ 1.32% と若干の差が見られた。単一ピーク検出カラムを使用していた機関が 2 機関だけであったため有意な差が示されたとはいえないが、ピークの本数が少ないことでピークの分割が明瞭になること、また定量処理が簡略になることなどが影響し、精度が向上した可能性が考えられた。

## (3) 試験開始日

各機関の試験開始日について、告示法では 72 時間以内に試験を行うこととされているが、72 時間以内に試験を開始していた機関は 6 機関であり、4 機関がそれ以降に試験を開始していた。なお、4 機関のうちの 1 機関は、測定機器の故障、修理のために、速やかに測定が行えなかった旨の連絡があった機関であった。検体配布から 1 週目に行っていた機関が 6 機関、2 週目が 2 機関、3 週目、4 週目以降に行っていた機関がそれぞれ 1 機関ずつであり、結果について比較をしたが大きな差は見られなかった。

## (4) 窒素ガスによる濃縮

告示法では、固相カラムからメタノール 5mL による溶出を行った後に、窒素ガスを緩やかに吹き付け 2mL とし試験溶液とするとされている。濃縮操作を行っていた機関が 7 機関であり、3 機関が濃縮操作を行っていなかった。濃縮操作を行っていない機関でも測定結果に大きな差は見られなかった。しかし、特に複数ピーク検出カラムを使用している場合には、低濃度の分析を行う際にピークの分割や定量処理に影響が出る可能性があるため、告示法により試験を行っている検査機関については、本法に沿って検査を行うべきである。

## 6 まとめ

Grubbs の検定により 1 機関が外れ値を示したが、その他の機関では各機関の室内変動係数も 10%未満であり、おおむね良好な結果であった。今回の調査では、試料送付時の破損等を考慮して試料を作製、送付したところ、吸着とみられる回収率の低下が認められた。今後はガラス瓶を使用することが望ましいと考えられる。

固相カラムや分析カラムの種類、また分析条件等による結果の差は見られなかったが、試験開始日や前処理について告示法とは異なる条件で試験を行っていた機関があった。

告示法で試験を行っている検査機関については、本法に沿って検査を行うべきである。

表1 陰イオン界面活性剤測定結果

機関 No.	測定値(μg/L)					平均値 (μg/L)	標準偏差 (μg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
1	30.4	30.6	30.5	29.6	30.3	30.2	0.40	1.32
2	28.4	31.9	30.6	28.3	32.6	30.4	1.76	5.81
3	24.2	23.9	26.9	25.9	24.3	25.0	1.30	5.19
4	34.0	28.8	28.2	32.9	33.9	31.6	2.83	8.97
5	29.2	29.5	30.1	29.3	29.4	29.5	0.34	1.16
6	0.0000292	0.0000302	0.0000284	0.0000302	0.0000309	0.0000298	0.000000981	3.29
7	25.9	28.4	29.8	27.2	27.8	27.8	1.44	5.19
8	36.4	32.0	36.6	33.2	36.7	35.0	2.22	6.34
9	32.2	31.2	28.4	28.6	31.9	30.5	1.83	5.99
10	25.4	29.2	24.7	25.5	26.6	26.3	1.80	6.84

表2 統計値(棄却後)

平均値 (μg/L)	標準偏差 (μg/L)	室間変動係数 (%)	中央値 (μg/L)	最小値 (μg/L)	最大値 (μg/L)
29.6	2.96	10.0	30.2	25.0	35.0

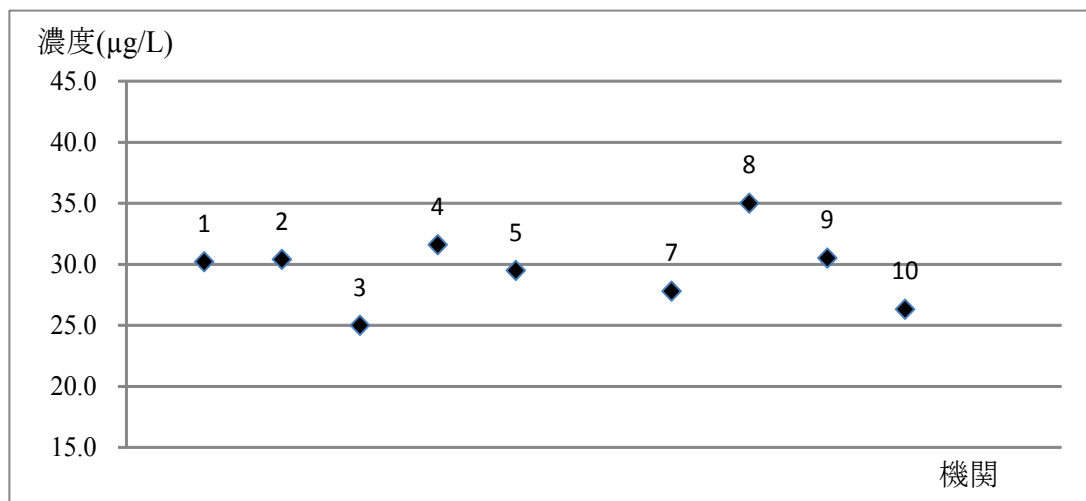


図1 測定結果分布図(No. 6除く)

## 食品化学検査

### 1 実施項目

二酸化硫黄

### 2 試験方法

「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）、「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」（日本薬学会編）又は各検査機関の食品G L Pに対応した方法による。

### 3 試料

市販果汁飲料に亜硫酸水素ナトリウムを添加した模擬試料

#### (1) 添加用標準溶液

二酸化硫黄標準液 (0.0130g/mL)

亜硫酸水素ナトリウム(和光純薬・特級)2.1114g(二酸化硫黄 1.300g 相当)を秤量し、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液に溶解し 100mL に定容。

二酸化硫黄として 0.0130g/mL

#### (2) 模擬試料調製

添加用標準液 50mL を市販果汁飲料に加え、総重量 5000g とした。

模擬試料中の添加濃度（設定値）は、二酸化硫黄として 0.130g/kg となる。

### 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

参加 6 機関の報告では添加量の 1/10 以下および 10 倍以上の報告値はなく、除外される機関はなかった。

(1) 表 1 に各機関の二酸化硫黄の分析報告値、表 2 に統計値を示した。

総平均値 0.117g/kg、標準偏差 0.00452g/kg および室間変動係数 3.86%であった。

室内変動係数は 2.16%という機関があったが、全機関とも 5%以内であった。

表 1 二酸化硫黄の報告値

機関 No.	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	0.121	0.120	0.119	0.118	0.119	0.119	0.00114	0.95
2	0.114	0.113	0.109	0.113	0.109	0.112	0.002	2.16
3	0.122	0.122	0.121	0.121	0.123	0.122	0.000837	0.69
4	0.117	0.118	0.118	0.118	0.118	0.118	0.000	0.38
5	0.123	0.120	0.121	0.119	0.121	0.121	0.001	1.23
6	0.113	0.111	0.111	0.111	0.112	0.112	0.000894	0.80

表 2 二酸化硫黄の統計値

添加濃度 (g/kg)	総平均値 (g/kg)	室間精度		最大値 (g/kg)	最小値 (g/kg)	中央値 (g/kg)
		標準偏差	変動係数(%)			
0.130	0.117	0.00452	3.86	0.122	0.112	0.119

(2) 図 1 に  $\bar{X}$  管理図を示した。添加回収試験における回収率の目安である添加量の 70 ~ 120%を管理線として設定した。管理線を越える機関はなく良好であった。

(3) 図 2 に各機関の報告値の平均及び最大値、最小値を図示した。いずれの機関もほぼ  $\pm 1SD$  の範囲にあり良好であった。

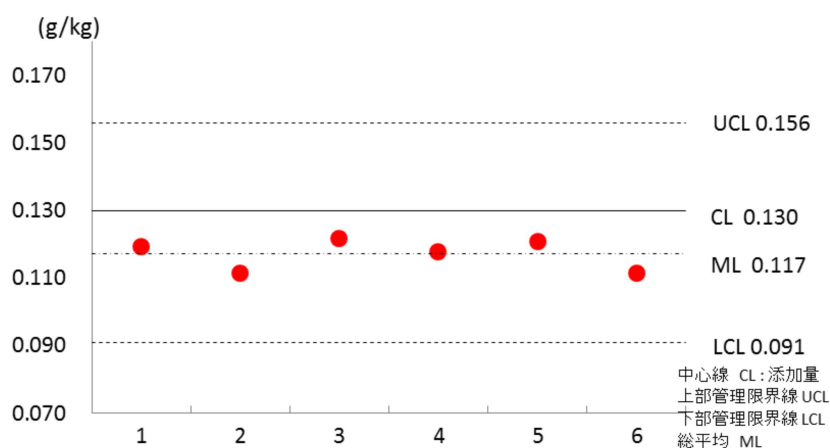


図 1  $\bar{X}$  管理図

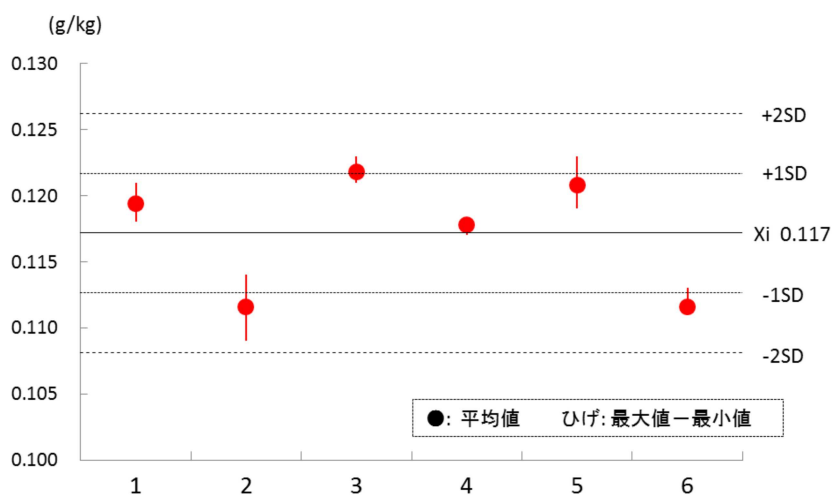


図 2 各機関の二酸化硫黄測定値

(4) 表 3 に測定条件等の一覧を示した。

分析方法は、すべての機関が通気蒸留-アルカリ滴定法により実施していた。試料採



取量は 2g とする機関が 1 機関あり、この機関の室内変動係数が 2.16%と他機関に比べやや大きかった。

分析開始時期について試料配布(H26.7.28)後、数日中に着手した機関が 3 機関、翌週が 3 機関であり、最も遅い機関は、10 日後であった。

滴定に使用する 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液については、1 機関のみ自家調整、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。

蒸留時の通気ガスの種類については、「窒素ガスに代わり空気を用いても良い」旨、食品衛生検査指針の[注]に記載がある。今回の調査では窒素使用 4 機関、空気使用 2 機関であった。

試料中濃度を経時的に確認し、その結果を図 3 にを示した。試料は、配布時と同様の褐色ボトル入りを冷蔵保存した。測定法は、通気蒸留-アルカリ滴定法、通気は空気とし n=5 で実施した。調整時濃度 0.126g/kg であったが、試料配布二週間後 0.112g/kg、1 ヶ月後 0.105g/kg と減少した。

表 3 各機関の測定条件等

	1	2	3	4	5	6
年間実施件数	0	11	0	0	15	0
試験開始日	7/30	7/29	8/ 5	7/29	8/ 4	8/ 7
試験終了日	7/30	7/29	8/ 5	7/29	8/ 5	8/ 7
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
0.01mol/L NaOH	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	自家調整	市販 容量分析用
試料量 (g)	20	2	20	20	20	20
使用水	脱気	脱気	脱気	脱気	脱気	脱気せず
エタノール規格	特級	特級	HPLC 用	HPLC 用	HPLC 用	HPLC 用
通気ガス種類	空気	空気	窒素	窒素	窒素	窒素
ガス流量 (ml/min)	600	500 ~ 600	500	500 ~ 600	600	500

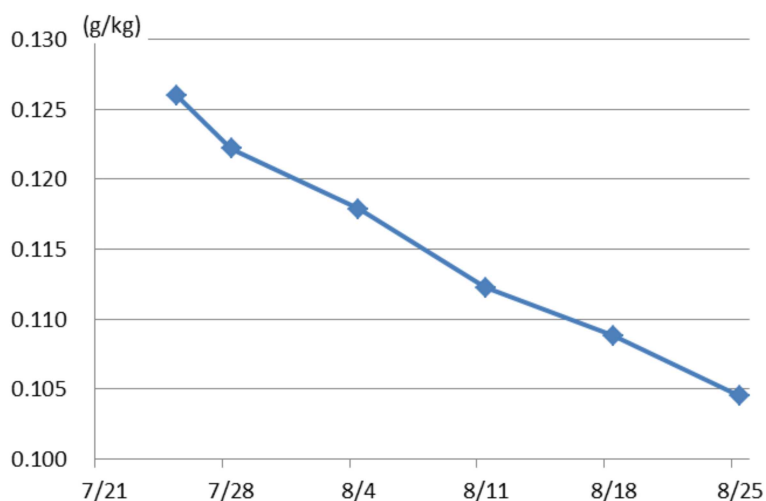


図 3 試料中二酸化硫黄の濃度経時変化

## 6 まとめ

今回の精度管理事業(食品化学)では、試料濃度が二酸化硫黄として 0.130g/kg となるようジュースに亜硫酸水素ナトリウムを添加した。

二酸化硫黄の測定方法として通気蒸留後にアルカリ滴定する方法と比色する方法等があるが、この濃度の場合、通気蒸留ーアルカリ滴定法での実施が基本となる。今回参加した全機関が通気蒸留ーアルカリ滴定法で測定していた。

報告結果の全平均は 0.117g/kg であり、すべての機関が± 2SD の範囲にあり良好な結果であった。室内変動係数 0.38 ~ 2.16%、室間変動係数 3.86%と低く、特に問題なかった。

二酸化硫黄は不安定な化合物であるため、採取後の保存状況により減少が認められるので迅速に分析する必要がある(食品衛生検査指針、衛生試験法・注解等)とされるため、試料中の濃度を経時的に確認した。試料は冷蔵保存であったが徐々に減少し、配布 2 週間後には、添加濃度に対し 86%程度の濃度となった。不安定とされる化合物の分析では、速やかに測定を実施することが重要である。また、滴定に使用する 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液の力価は計算値に影響するため、使用試薬の管理にも注意が必要である。

## 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：栄研器材株式会社  
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：45003  
試験年月日：2014 年 5 月 19 日  
枯草菌芽胞数： $1.2 \times 10^7$  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 12 機関

計 19 機関

### 5 結果及び考察

(1) 各検査機関の検査実施期間を表 1 に示す。

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	検査開始日	検査終了日	所要日数	年間実施件数
1	8/4	8/5	2 日	0
2	8/19	8/20	2 日	160
3	8/14	8/15	2 日	120
4	7/28	7/29	2 日	410
5	8/5	8/6	2 日	302
6	7/28	7/29	2 日	600
7	7/28	7/29	2 日	1,193
8	7/28	7/29	2 日	7,900
9	7/30	7/31	2 日	100
10	7/28	7/29	2 日	50

11	7/28	7/29	2日	3,300
12	7/28	7/29	2日	2,000
13	7/29	7/30	2日	1,300
14	7/30	7/31	2日	20,000
15	7/30	7/31	2日	100,000
16	7/30	7/31	2日	2,500
17	7/28	7/29	2日	3,000
18	7/31	8/1	2日	500
19	7/28	7/29	2日	11,400

(2) 各検査機関の試験方法、使用希釈水および培養条件を表2に示す。

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	試験方法*	使用希釈水	培養温度	培養時間
1	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	23.5時間
2	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	23時間
3	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	24時間
4	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	35℃	24時間
5	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	34.8℃	24時間
6	②	滅菌リン酸緩衝希釈水	36℃	24時間
7	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
8	①	滅菌ペプトン加生理食塩水	35℃	24時間
9	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
10	①	滅菌リン酸緩衝生理食塩水	36℃	24時間
11	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	35℃	24時間
12	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	22時間
13	②	滅菌リン酸緩衝液	35℃	24時間
14	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
15	①	滅菌生理食塩水	35℃	24時間
16	②	リン酸塩緩衝希釈水	36℃	24時間
17	②	滅菌リン酸緩衝希釈水	36℃	24時間
18	①	滅菌リン酸緩衝希釈水	35℃	24時間
19	②	滅菌リン酸塩緩衝希釈水	36.2℃	24時間

※①は食品衛生法、②は上水試験方法2011年版を指す。

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

表 3-1 各検査機関の測定結果（試験方法：食品衛生法）

機関	1 回	2 回	3 回	平均値( $\bar{X}$ )	最大値-最小値(R)
1	$1.0 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$0.1 \times 10^{-7}$
2	$1.4 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$0.1 \times 10^{-7}$
3	$0.98 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$0.02 \times 10^{-7}$
4	$2.0 \times 10^{-7}$	$1.8 \times 10^{-7}$	$2.0 \times 10^{-7}$	$1.9 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
5	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.7 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$0.6 \times 10^{-7}$
8	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
10	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
11	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
15	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
18	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.0 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$0.1 \times 10^{-7}$

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	混釈法	1 回	2 回	3 回	平均値( $\bar{X}$ )	最大値-最小値(R)
6	二重層法	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$0.3 \times 10^{-7}$
7	二重層法	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$0.1 \times 10^{-7}$
9	単層法	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
12	二重層法	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.7 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$0.5 \times 10^{-7}$
13	単層法	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$0.2 \times 10^{-7}$
14	単層法	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	0
16	単層法	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	0
17	単層法	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	0
19	単層法	$1.6 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$1.3 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$0.3 \times 10^{-7}$

表 4 各検査機関の測定結果（基本統計量）

データ数	19
測定値の平均値( $\bar{X}$ )の平均値( $\bar{\bar{X}}$ )	$1.3 \times 10^{-7}$
測定値の平均値の最大値	$1.9 \times 10^{-7}$
測定値の平均値の最小値	$1.0 \times 10^{-7}$
測定値の平均値( $\bar{X}$ )の標準偏差	$0.22 \times 10^{-7}$
変動係数	17 %

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 試験検査課)	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$	$1.2 \times 10^{-7}$	$1.1 \times 10^{-7}$

(4) 検査手順について

すべての機関で、食品衛生法「食品、添加物等の規格基準」に規定する測定方法、または上水試験法に規定する測定方法に従った正しい検査手順によって試験が行われた。

(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 レンジチェックで大幅な外れ値を除外する。

(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)

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。

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

R 管理図 (図 2) では、参加 19 機関中 2 機関が上部管理限界を上回る結果であった。

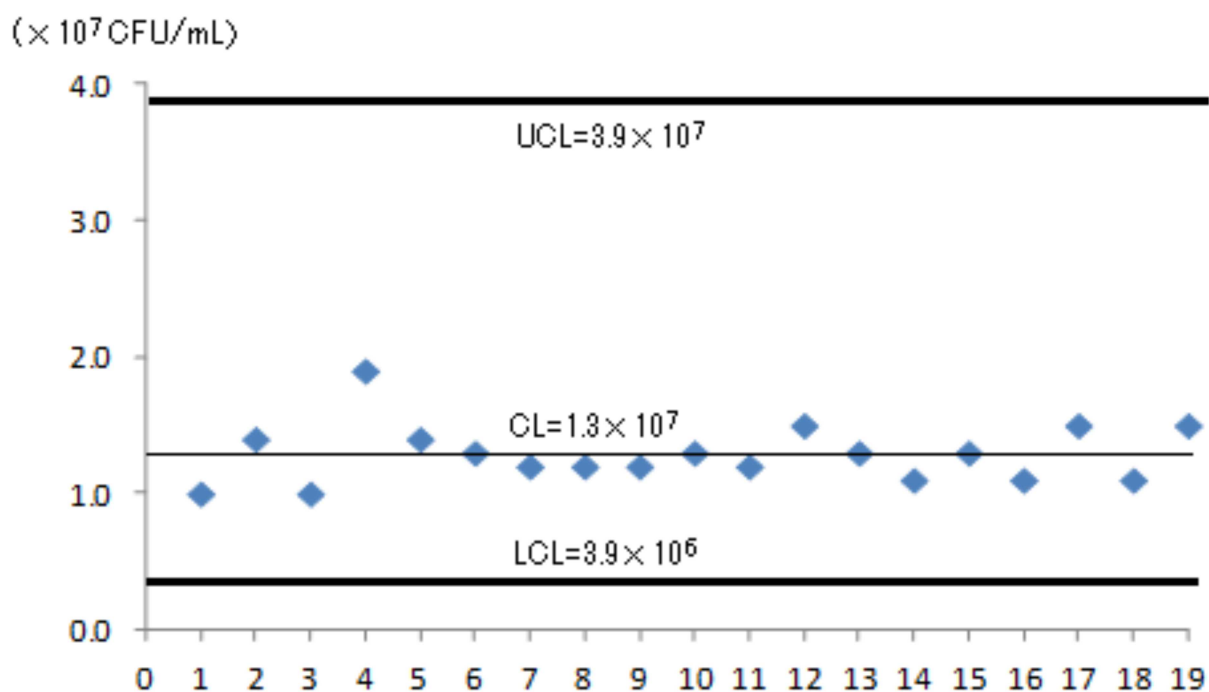


图 1  $\bar{X}$  管理图

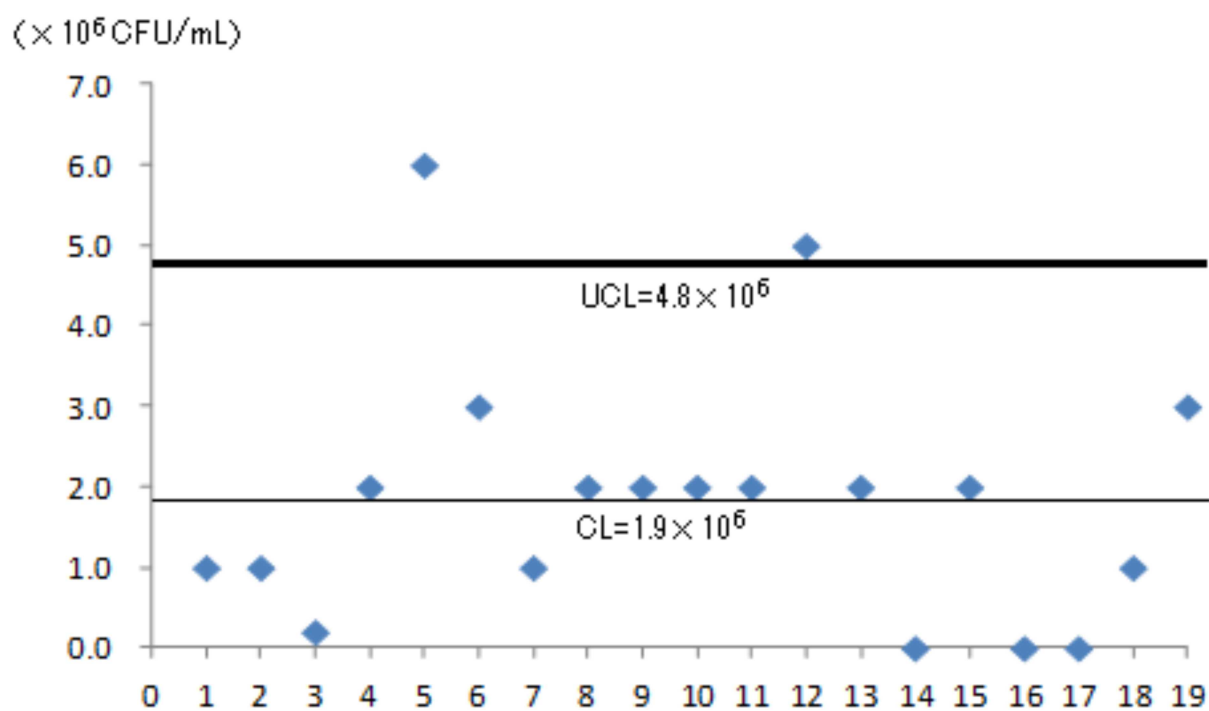


图 2 R 管理图

## 6 まとめ

参加した 19 検査機関全てにおいて、指定された試験方法に従い正しく測定が行われていた。また、本年度においてはレンジチェックで解析から除外される検査機関もなく良好な結果であった。



## 細菌検査（Ⅱ）

### 1 実施項目

A 群溶血性レンサ球菌

### 2 試験方法

試料 10g に滅菌生理食塩水等を 90mL 加え 1 分間ストマッカーで処理後、100  $\mu$  L を血液寒天培地に塗抹し、37  $^{\circ}$ C 1 夜培養する。また、処理液 1mL を BHI ブイヨン(10mL)に加えて 37  $^{\circ}$ C 1 夜増菌培養する。

分離培養以降の検査は、各検査機関において通常行っている検査方法又は微生物検査必携第 3 版に記載されている方法。ただし、菌数の算定は行わない。

検査開始は平成 26 年 7 月 31 日（木）までとする。

### 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と加えないもの。

(2) 使用菌株 A 群溶血性レンサ球菌

(3) 試料の作製

#### ① 菌液

継代した上記菌株を BHI ブイヨンに接種し 37  $^{\circ}$ C で 24 時間培養したものを菌液とした。

#### ② 模擬食材

乾燥マッシュポテト 10g に水を適量加えて攪拌した後、高圧蒸気滅菌したものを 1 検体とした。これを模擬食材として、①で作製した菌液 0.5ml を加えたものを「検体 1」、加えないものを「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 5 機関、環境計量証明事業所等 2 機関

計 7 機関

### 5 結果及び考察

(1) 検査月日、検査結果を表 1 に示す。

検査開始は 3 機関が配付当日に実施、4 機関が配布日から 2 ～ 3 日後に実施した。検査所要日数は 2 ～ 11 日であった。判定結果については、すべての機関で正しく判定され、適切に報告された。

表1 検査月日、検査結果

機関	検査月日			検査結果			
	検査開始日	検査終了日	所要日数	判定結果		検体採取量	
				検体1	検体2	検体1	検体2
1	7/28	8/1	5日	陽性	陰性	10.2g	10.0g
2	7/30	8/9	11日	陽性	陰性	10.5g	10.1g
3	7/30	8/5	7日	陽性	陰性	10.19g	10.05g
4	7/28	7/31	4日	陽性	陰性	10.0g	10.0g
5	7/29	8/1	4日	陽性	陰性	10g	10g
6	7/28	7/29	2日	陽性	陰性	10g	10g
7	7/31	8/9	10日	陽性	陰性	10.0g	10.0g

(2) 検査手順の概要と結果を表2に示す。

表2 検査手順の概要と結果

機関		1		2		3		4		5		6		7	
試料調製	検体	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
		検体量(g)	10.2	10.0	10.5	10.1	10.19	10.05	10.0	10.0	10	10	10	10	10.0
	試料調製液(滅菌)	生理食塩水		リン酸緩衝生理食塩水		生理食塩水		生理食塩水		生理食塩水		生理食塩水		リン酸緩衝希釈液	
増菌培養	培地	BHIブイヨン		BHIブイヨン		BHIブイヨン		BHIブイヨン		BHIブイヨン		BHIブイヨン		BHIブイヨン	
	培養条件	35~37℃ 18~24時間		35~37℃ 18~24時間		35~37℃ 20~24時間		37℃ 一夜		37℃ 一夜、CO <sub>2</sub> 培養		37℃ 一夜		37℃ 一夜	
分離培養	培地	TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地		TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地		TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地		TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地		自家製 5%馬血液寒天培地		TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地		TSA II 5% ヒツジ血液寒天培地	
	培養条件	35~37℃ 24~48時間		35~37℃ 24~48時間		35~37℃ 24~48時間		37℃ 一夜		37℃ 一夜、CO <sub>2</sub> 培養		37±1℃ 一夜		37℃ 一夜	
	β溶血	(+)		(+)		(+)		(+)		(+)		(+)		(+)	
	カタラーゼ試験	(-)		(-)		(-)		(-)		(-)		(-)		(-)	
	バシトランシ感受性	感受性		感性		感受性		感性		感受性					
	オプトヒン感受性	耐性		耐性		耐性		耐性		耐性					
	Lancefieldの血清群別(キット)													A群 (セロアイデンストレプト)	
	グラム染色	グラム陽性レンサ球菌		グラム陽性球菌		グラム陽性球菌		グラム陽性球菌		グラム陽性球菌		グラム陽性球菌		グラム陽性球菌	グラム陽性球菌連鎖形成
同定キット	アピストレップ20		アピストレップ20		アピストレップ20		バイテック2		バイテック2					クリスタルGP	
判定	陽性	陰性	陽性	陰性	陽性	陰性	陽性	陰性	陽性	陰性	陽性	陰性	陽性	陰性	

参加7機関のうち5機関が生理食塩水で試料調整を行い、2機関はリン酸緩衝生理食塩水、リン酸緩衝希釈液を使用した。また、分離培地は6機関が5%ヒツジ血液寒天培地を使用し1機関は自家製の5%馬血液寒天培地を使用した。

所要日数については2～11日と機関により異なっていたが、分離された菌株は同定キットや染色による形態観察、生化学的性状試験により、参加全機関が正しくA群溶血性レンサ球菌と同定した。

なお、1機関についてはLancefieldの血清群別を実施し、正しく判定されていた。

## 6 まとめ

一般的に食品を介して嘔吐や下痢等の急性胃腸炎を呈する症例としては、食中毒を連想するが、海外では食品を媒介して集団咽頭炎を起こすレンサ球菌による集団食中毒の報告が散見される。

一方、我が国においては、ほとんど発生報告がない状況であったが、近年A群溶血性レンサ球菌による食中毒が病原微生物検出情報(IASR)に掲載されている。いずれも患者の症状から本菌による食中毒と断定するまでに長時間を要し、大規模な事件となった。

今回は、本菌による食中毒発生時の検査対応を視野に入れ、検査法の技術の確保と維持を図ることを目的に実施した。なお、判定結果については、参加全機関で正しく判定され適切に報告された。

# 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。

この要領は、平成26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	環境共生総室水・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26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	笹原 賢司	衛生研究所	所長	(あて職)
副委員長	在原 登	健康衛生総室 薬務課	課長	(あて職)
委員	伊藤 剛	健康衛生総室 感染・看護室	室長	(あて職)
委員	渡部 勝彦	健康衛生総室 食品生活衛生課	課長	(あて職)
委員	引地 敬	環境共生総室 水・大気環境課	課長	(あて職)
委員	角田 良夫	計量検定所	所長	(あて職)
委員	遠藤 幸男	県北保健福祉事務所	所長	(あて職)
委員	小林 正人	環境センター	所長	(あて職)
委員	鈴木 祐一	いわき市(水道局)	水質管理 センター所長	
委員	村山 伸一	一般社団法人 福島県環境測定 ・放射能計測協会	理事	



平成26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	木村 隆弘	衛生研究所	主任専門薬剤技師 兼副所長	
幹事	吉田 学	衛生研究所	微生物課長	
幹事	大越 憲幸	衛生研究所	理化学課長	
幹事	渡部 正之	衛生研究所	試験検査課長	
幹事	渡邊 稔	環境センター	調査分析課長	
幹事	吉村 裕治	健康衛生総室 薬務課	専門薬剤技師	
学識経験者	阿部 純一	公益財団法人 福島県保健衛生協会	総合センター副所長 兼環境衛生部長 兼分析課長	

平成26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
	皆川真之	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
	石森英樹	衛生研究所理化学課	技 師
食品化学検査担当	神尾典子	衛生研究所理化学課	専門医療技師
細菌検査（Ⅰ）担当	菅野正彦	衛生研究所試験検査課	専門医療技師
細菌検査（Ⅱ）担当	小黒祐子	衛生研究所微生物課	専門医療技師
	菊地理慧	衛生研究所微生物課	医療技師
総合調整担当	伊藤 隆	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、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お礼申し上げます。

幹 事 会