

公定法分析における外部精度管理（技能試験）の成績について（第8報）

1. 目的

分析業務を行う試験所が分析結果を科学的に保証するためには、内部精度管理の他に定期的な外部精度管理を行うことが重要であり、適切な技能試験（外部QC）スキームに参加することは、試験所の技術的能力を監視する最善の方法といわれている。技能試験による相互比較分析は、国内及び国際レベルで品質を監視する重要な手段として受入られており、試験所間の繰返し性及び再現性だけでなく、系統誤差、すなわち偏りを明確にすることも役立つ¹⁾。

ISO/IEC 17025 試験所認定における審査機関である（公財）日本適合性認定協会（JAB）が示している指針では、年1回の技能試験への受検頻度を推奨している²⁾。本会においても乳成分測定機を校正するための化学分析（参照法分析）について、Fera（The Food and Environment Research Agency, 英国食料環境研究所）が行う食品化学検査分野の技能試験であるFAPAS（Food Analysis Performance Assessment Scheme, 食品化学分析技能評価スキーム）に2009年度から毎年参加し、定期的な分析技術の確認を行っている。今年度の技能試験の評価結果について報告する。

2. 方法

1) 技能試験

Feraの食品化学分析技能評価スキームであるFAPASを、平成21年から2019年までの間、年1回受検した。なおMatrixについてはいずれの回も粉乳で受検した。FAPASへの試験結果の報告には、試験者2～3名による平均値を採用した。

2) 試験項目および方法

本会が参加した技能試験の試験項目および方法については、表1に示すとおりである。水分は国内標準、たんぱく質、脂質、および炭水化物（乳糖）については、国際標準を採用している。

表1 試験項目および方法

試験項目	試験方法
水分	平成27年3月30日消食表第139号消費者庁次長通知 別添 5炭水化物 イ水分 (4)常圧加熱乾燥法
たんぱく質	ISO 8968-3 (IDF 20-3) (2004)
脂質	ISO 1211 (IDF 1) (2010)
炭水化物（糖類）	ISO 22662 (IDF198) (2007)

3) 分析結果の評価

① Z-score 評価

本会の実施した分析結果については、以下に示す基準に基づき、FAPAS から評価を受けた。

ISO/IEC Guide 43-1 A.3.1.1 c)に規定された評価 a) z スコアについて 2)、

$$Z=(x-X)/\sigma$$

ここで

x : 試験所の値 (参加者の結果)

X : 付与 (された) 値 (通常平均値又はメディアン)

σ : 室間標準偏差 (技能試験のもの又は規格などで規定された値)。

x を示す試験所は

$$\begin{aligned} |z| \leq 2 &: \text{満足} \\ 2 < |z| < 3 &: \text{疑わしい (どちらともいえない)} \\ |z| \geq 3 &: \text{不満足} \end{aligned}$$

② J-Chart 評価

J-Chart による評価法は、単発的な Z-score 評価では見逃されがちな、分析システムの大きな不測の変動と、継続的な小さな偏りを検出することが可能である 3)。下記のルールに従い Z-score を J-score に変換し、是正措置を必要とする限界点である J-score が 8 を超えるまで累積を行っていく。是正措置を行った後、もしくは Z の新しい値がその前の値と反対の符号であるか正確に 0 の場合、累積が再開される前に累積値はリセットされる。

$$\begin{aligned} |Z| \geq 3 &\Rightarrow J=8 \\ 2 \leq |Z| < 3 &\Rightarrow J=4 \\ 1 \leq |Z| < 2 &\Rightarrow J=2 \\ |Z| < 1 &\Rightarrow J=0 \end{aligned}$$

3. 結果および考察

1) 技能試験の年次別成績

参加した全 10 回の Z-score 評価の成績については表 2 に示すとおりで、各年次のいずれの試験項目についても Z-Score で $|z| \leq 2$ であった。今年度については全ての試験項目で、 $|z| \leq 0.5$ と、良好な成績であった。

表2 外部精度管理(技能試験)の評価

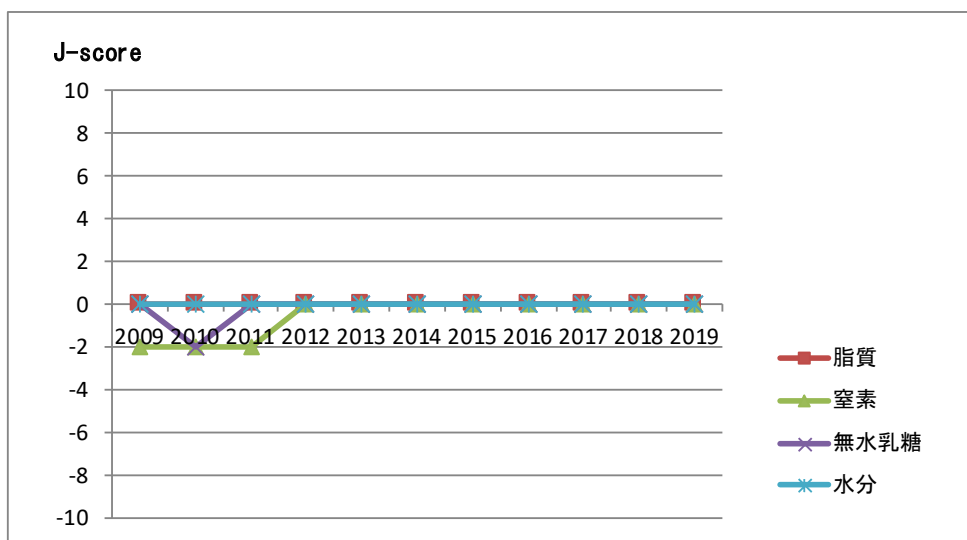
年	ラウンド 番号	Matrix	試験項目	標準値 (平均値)	分析値	z-Score	Z \leq 2 試験所数	割合	参加 試験所
				X, g/100g				%	
2009	2574	粉乳	水分	4.65	4.64	0.0	52	88	59
			脂質	19.11	19.37	0.6	49	92	53
			窒素	4.37	4.29	-1.0	52	88	59
			無水乳糖	40.9	40.09	-0.6	28	85	33
2010	2586	粉乳	水分	3.59	3.66	0.3	71	83	86
			脂質	21.12	21.26	0.3	77	88	88
			窒素	4.45	4.43	-0.3	67	84	80
			無水乳糖	39.39	38.15	-1.0	41	87	47
2011	2595	粉乳	水分	5.38	5.34	-0.1	68	89	76
			脂質	13.23	13.39	0.4	47	68	69
			窒素	3.97	3.94	-0.4	57	80	71
			無水乳糖	40.77	40.98	0.2	35	78	45
2012	25103	粉乳	水分	3.19	3.17	-0.1	67	83	81
			脂質	22.50	22.67	0.2	63	80	79
			窒素	4.36	4.36	0.0	68	84	81
			無水乳糖	39.49	38.59	-0.7	43	78	55
2013	25114	粉乳	水分	3.34	3.45	0.6	77	84	92
			脂質	21.35	21.24	-0.2	78	86	91
			窒素	4.44	4.44	0.0	81	83	98
			無水乳糖	39.45	38.78	-0.5	53	85	62
2014	25125	粉乳	水分	2.93	2.94	0.0	64	82	78
			脂質	21.17	21.40	0.4	66	86	77
			窒素	4.46	4.47	0.1	64	93	69
			無水乳糖	39.64	39.49	0.1	43	80	54
2015	25136	粉乳	水分	3.24	3.30	0.3	65	79	82
			脂質	18.91	19.08	0.3	60	83	72
			窒素	4.58	4.58	0.0	56	89	63
			無水乳糖	40.17	39.83	-0.3	35	67	52
2016	25147	粉乳	水分	3.29	3.44	0.8	67	82	82
			脂質	21.2	21.05	-0.2	60	80	75
			窒素	4.45	4.48	0.2	64	93	69
			無水乳糖	39.5	38.50	-0.8	39	80	49
2017	25158	粉乳	水分	3.94	3.99	0.2	97	84	116
			脂質	23.16	23.36	0.3	95	86	111
			窒素	4.35	4.37	0.1	88	93	95
			無水乳糖	38.13	37.21	-0.7	58	76	76
2018	25168	粉乳	水分	3.41	3.44	0.1	127	91	140
			脂質	20.81	20.82	0.0	111	89	125
			窒素	4.35	4.36	0.1	106	96	110
			無水乳糖	40.32	39.89	-0.3	61	82	74
2019	25178	粉乳	水分	2.89	2.92	0.2	128	83	155
			脂質	28.57	28.78	0.2	133	93	143
			窒素	4.02	4.04	0.1	113	88	129
			無水乳糖	35.88	35.57	-0.3	70	80	88

J-Chart による評価については、表 3 および図 1 に示したが、いずれの試験項目についても J-score は 2 以下を推移しており、特に 2012 年以降については J-score はいずれも 0 であった。

表3 J-Chartによる評価結果

年度	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	
ラウンド番号	2574	2586	2595	25103	25114	25125	25136	25147	25158	25168	25178	
脂質	Z-score	0.6	0.3	0.4	0.2	-0.2	0.4	0.3	-0.2	0.3	0.0	0.2
	J-score	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	J-score累積値	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
窒素	Z-score	-1.0	-0.3	-0.4	0.0	0.0	0.1	0.0	0.2	0.1	0.1	0.1
	J-score	-2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	J-score累積値	-2.0	-2.0	-2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
無水乳糖	Z-score	-0.5	-1.0	0.2	-0.7	-0.5	0.1	-0.3	-0.8	-0.7	-0.3	-0.3
	J-score	0.0	-2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	J-score累積値	0.0	-2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
水分	Z-score	0.0	0.3	-0.1	-0.1	0.6	0.0	0.3	0.8	0.2	0.1	0.2
	J-score	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	J-score累積値	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

図1 J-Chartによる評価結果



4. 参考文献

- 1) 「認定の基準」についての指針-化学分析-,公益財団法人日本適合性認定協会 JAB RL355-2007 改 3, P.37, ,2007
- 2) 技能試験の適用についての方針及び手順, 公益財団法人日本適合性認定協会 JAB RL230-2008, P.6, ,2008
- 3) M. Thompson, Proficiency testing: assessing z-scores in the longer term, Analytical Methods Committee, AMCTB No 16, 2007

(小坂英次郎、國川尚子、中野まどか)