

食品試験の信頼性確保のための技能試験

斉藤 陽

Saito Yo

(株)GSIクレオス

はじめに

食の安全に対する意識が消費者において広く一般的になった中、食品分析を行うラボにおいては、分析データの信頼性を保証することが一層要求されるようになってきた。分析データを保証するには、ISO/IEC17025の試験所認定を取得することが最も良いが、その前提として、自ら精度管理を行っていくことが重要である。精度管理には、大きく内部精度管理と外部精度管理に分かれ、内部精度管理は、ラボ内で分析法の精度を確認し、その維持・向上を目指すものである。一方、外部精度管理は、他のラボと分析結果を比較し、分析法の有効性やラボの技能を評価するのが目的となる。外部精度管理は、技能試験を指すことが多い。技能試験とは、多数のラボが同一種の検体を一斉に分析し、分析値が平均からどの程度乖離しているのかをチェックすることで、ラボの分析技能を評価するものである。精度管理は、分析のバリデーションにおいて必須であるため、ほとんどの機関が実施しているものと考えられるが、国内においては、財団法人食品薬品安全センター秦野研究所が食品検査技能試験として行っている食品衛生外部精度管理調査が一般的に知れわたっている。海外では、英国食料環境研究庁(The Food and Environment Research Agency)が実施しているFAPAS® (Food Analysis Performance Assessment Scheme)があり、1990年に開始されて以来、全世界で年間200ラウンド以上が実施され、1,000ヶ所以上ものラボが参加している。規模やラウンドの豊富さからわが国におけるラボの技能評価にも非常に有用であると考えられる。本稿では、

FAPAS®の概要や流れを紹介すると共に技能試験への参加の重要性について説明する。

FAPAS®の概要

技能試験は、1940年代に米国で行われたのが始まりとされており、現在では、食品、環境、臨床、電気、物性等のあらゆる分野において、年間相当数の技能試験が行われているものと考えられる。技能試験は、その運営手順を規定した標準的なプロトコルであるIUPAC/ISO/AOACの「(化学)分析試験室における技能試験の国際調和プロトコル」に基づいているのが通常であり、FAPAS®も例外ではない。FAPAS®は、1990年に当時の英国農漁食料省(MAFF)傘下のFood Science Laboratoryによって始められ、その後1992年にCentral Science Laboratory (CSL)が独立行政法人化したのを機にFood Science Laboratoryを吸収し、運営を行っていたが、2009年にCSLが英国環境食料農村地域省(DEFRA)のPlant Health Division, Plant Variety Rights Office and Seeds Division, The UK Government Decontamination Serviceと統合し、新しく食料環境研究庁(略称Fera)を立ち上げたため、現在ではFeraが行っている。

FAPAS®は、食品中の化学分析技能試験スキームであり、Feraが実施する技能試験の中では最も参加者数が多く、歴史も古い。食品中の栄養成分、残留農薬、カビ毒の他、魚肉の種類を報告するラウンドやプラスチックの溶出量を報告するラウンドもあり、ラウンド豊富さが魅力の一つでもある。表1にFAPAS®プログラムの一部を載せる。

Feraでは、中心的存在のFAPAS®の他に、技能試験スキームを三つ実施している。わが国では、

表1 FAPAS® ラウンド

出荷日 (yy/mm/dd)	ラウンド 番号	種別	Matrix	Analyte	送付量	ラウンド 申込み	追加 サンプル	ペーパー コピー
栄養成分								
09/05/01	0162	郵	食肉缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ナトリウム, 塩化物	150g			
09/08/04	0163	郵	食肉ペースト缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ナトリウム, 塩化物	150g			
09/09/25	0164	郵	食肉缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ヒドロキシプロリン	150g			
09/11/26	0165	郵	食肉缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ヒドロキシプロリン	150g			
10/01/26	0166	郵	食肉ペースト缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, 澱粉, ナトリウム, 塩化物	150g			
09/05/22	2434	郵便	小麦粉	水分, 灰分, 窒素, AOAC法による総食物繊維	150g			
09/08/21	2435	郵	ポリッジオート	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, AOAC法による総食物繊維, Englyst法による繊維中の非澱粉性多糖	150g			
09/10/23	2436	郵	シリアル	130°Cにおける水分, 灰分, 窒素, AOAC法による総食物繊維	150g			
10/02/05	2437	郵	パン粉	水分, 灰分, 窒素, 澱粉, AOAC法による総食物繊維	150g			
09/04/24	2568	郵	粉乳	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素	50g			
09/05/07	2569	郵	とうもろこしベースのスナックフード	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ナトリウム, 塩化物	50g			
09/05/28	2570	郵	魚肉ペースト缶詰	水分, 灰分, 総脂肪, 窒素, ナトリウム, 塩化物	150g			

表2 FEPAS® ラウンド

菌数測定試験	10g × 1個	配布番号	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150
乳製品												
Matrix	出荷日	09/04/06	09/05/11	09/06/01	09/07/06	09/09/07	09/10/05	09/11/02	09/11/30	10/02/08	10/03/08	
Pseudomonads	粉乳								M1325			
Coagulase Positive Staphylococci	粉乳			M0850					M0852			
Clostridium perfringens	粉乳							M0542				
Enterobacteriaceae	粉乳					M1823					M0331	
Coliforms	粉乳								M1726			
E. coli	粉乳											
Aerobic Plate Count	粉乳					M0951					M0964	
Bacillus cereus/Aerobic Plate Count	粉乳									M2217		
Enterococci	粉乳									M1425		
Matrix												
検出試験 25g × 2個 (ただし, ベビーフードは10g × 2個)												
Salmonella spp.	粉乳											
Campylobacter spp.	粉乳											
E. coli O157	牛乳								M1042			
Yersinia enterocolitica	粉乳				M2510							M2511

FAPAS[®] に次いで参加者数が多いFEPAS[®] (Food Examination Performance Assessment Scheme) は、食中毒菌の検出・菌数測定を行う技能試験である。対象菌種としては、ウェルシュ菌、腸内細菌、大腸菌群、大腸菌O157、ビブリオ、酵母・カビ、サルモネラ、リステリア、カンピロバクター、エルニシア等である。参加者は、FAPAS[®] と同様に、日常検査している項目に合わせて、好きなラウンドに参加できる。表2は、FEPAS[®] のラウンドの一部である。

GeMMA[®] (Genetically Modified Material Analysis Scheme) は、GMO中の組み換え遺伝子の定性・定量試験スキームである。例として、とうもろこし粉中のMON810maizeやBt11maizeの分析等が用意されている。参加者は試料を分析し、GM-DNAの比をw/w (%)またはhaploid genomesで報告する。近年、GMOの分析を行っているラボが多くなっているにもかかわらず、技能試験を提供している団体が少ない中、貴重な技能試験である。

LEAP[®] (Laboratory Environmental Analysis Proficiency Scheme) は、水質検査の技能試験である。スキーム自体が水質検査に係わる多くのカテゴリーを網羅しているため、規模が大きく、カテゴリーが五つに分かれている。第一は、飲料水中の化学分析である。無機化合物や金属、残留塩素といった項目を分析し、報告する。他のスキームとは異なり、試料が年間数回にわたって送付され、参加者は年間を通して技能試験に参加することになる。第二は、微生物分析であり、大腸菌、一般生菌、腸球菌、緑膿菌やレジオネラ等の定性・定量試験を行う。第三は、同じ生物を対象としているが、寄生虫の技能試験である。クリプトスポリジウムやジアルジアの懸濁液が送られ、参加者は、蛍光顕微鏡法やフローサイトメトリー等で定量試験を行う。第四は、飲料水ではなく、廃水を対象とした化学分析である。分析種として、金属、pH等の検査項目がある。最後は、他のラウンドとスタイルが異なる緊急事態を想定した技能試験である。事件や事故により、飲料水中に未知の化学物質が混入したというシナリオに基づき、短期間(サンプル発送日から6日以内)のうちに試料を分析し、報告を行うものである。

Feraでは、以上の他に植物病理関係の技能試験(PhytoPAS[®])を行っているが、日本では未実施

である。FAPAS[®], FEPAS[®], GeMMA[®] については、国際標準ISO/IECガイド43-1に基づく技能試験であり(LEAP[®] は取得準備中)、技術的に十分に信頼をおける技能試験である。

技能試験の流れ

1. 技能試験用試料の調製と発送

本章では、FAPAS[®] がどのように進行するのかをステップ毎に説明する。技能試験用試料は、Feraから委託を受けたラボ(ほとんどが試験所認定を取得している)によって調製される。試料は、分析種を人為的に添加する他、自然汚染の食材をそのまま試料として用いることもある。なお、調製後に必ず均質性確認を行い、各参加者に届けられる試料が均質であることが確かめられる。この手順としては、10のポーションを母集団からランダムに取り出し、それぞれについて分析を行った後、Cochran's testによって検定を行い、分散分析(ANOVA)を用いて、ポーション間のばらつきが計算される。この数値から、試料の均質性が確認される。十分な均質性があると認められれば、技能試験用の試料として提供されることになる。均質性試験で試料が均質でないと判断された場合、代替物を準備できるまで、技能試験が延期されることがある。

均質性確認がパスされると、サンプルは容器に入れられ、各参加者へと送付される。長期間安定するような試料は、国際郵便で発送されるが、対象が微生物であったり、分析種の分解が著しい場合は、輸送時間を短縮し、クーリエと呼ばれる国際宅急便で送られる。国際郵便の場合、英国から日本に届けられる期間は、およそ二週間であるが、クーリエの場合は、通常3~4日で日本に到着する。輸送中の気温変化が試料の質に影響を与えるようなことが想定される場合、試料と共に冷却材が同梱される。なお、クーリエの場合に限るが、

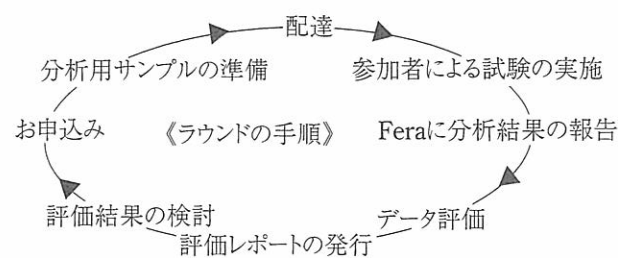


図1 技能試験の流れ

ウェブ上で荷物のトラッキング（追跡確認）が行えるので、現在どこに荷物があるのかを把握することができる。図1は、技能試験の流れを示す。

2. 参加者による分析の実施

試料が参加者に届けられると、参加者は、早速分析に取りかかる。参加者は、技能試験ということで、特別扱いをせずに、通常ラボで使用している方法を用いて、試料の分析を行うことが重要である。これによって、ラボの技能評価が正しく行え、分析上の問題点等を見つけるきっかけになる。送付されたサンプル量では十分に分析ができない場合、サンプル量を増量することができる。また、バックグラウンドレベルの把握や回収率試験等に分析種が混入されていないブランクサンプルも購入することができる。

3. Feraへの分析結果の報告

分析を終えたら、Feraへ結果の報告を行う。FAPAS® と GeMMA® では試料の出荷日から約6～8週間、FEPAS® は約3週間、LEAP® では約2～3週間で報告期日がかかるため、各参加者は、それまでに分析を終える必要がある。なお、FEPAS® は、対象が微生物であるので、報告期限とは別に分析期限が設けられている。報告は、インターネット経由で行うが、分析結果の他に分析法も報告することもできる。インターネット環境がない場合は、別途ファックスでも受付けてくれる。

4. データ評価

各参加者から送られたデータ解析が行われ、最

終的にZスコアが算出される。統計解析は、外れ値を除外してから、ロバスト平均が計算される。ほとんどの技能試験では、ロバスト平均が付与値として採用されるが、データ分布が多峰性であったり、分布の裾が長い等非正規分布様になるケースでは、メジアンやモードが採用される。また、過去のコラボラティブ・スタディーでの協定値や、リファレンスラボの分析値が採用されるケースもある。標準偏差は、データ群からは計算されず、Horwitsの修正式によるターゲット標準偏差を用いている。この理由は、Fit for purposeの立場から、「満足」の評価を受けるラボの割合を限定しないためである。図2にZスコアの計算式を載せる。Zスコアは、次の基準で評価される。-2～2では、技能が「満足」、-2～-3または2～3であれば、「疑わしい」、-3以下又は3以上であれば、「不満足」と評価される。

5. 評価レポートの発行

報告期日から約五週間後に評価レポートが発行され、各参加者は、Feraのウェブサイト上で閲覧できる。レポートは、PDFファイルで発行されるため、保存したり、印刷できる。レポートの内容は、技能試験の分析種に関する情報の他、均質性

$$Z = \frac{\chi - \hat{\chi}}{\sigma_p}$$

χ : 参加者からの報告値
 $\hat{\chi}$: 付与値
 σ_p : ターゲット標準偏差

図2 Zスコアの計算式

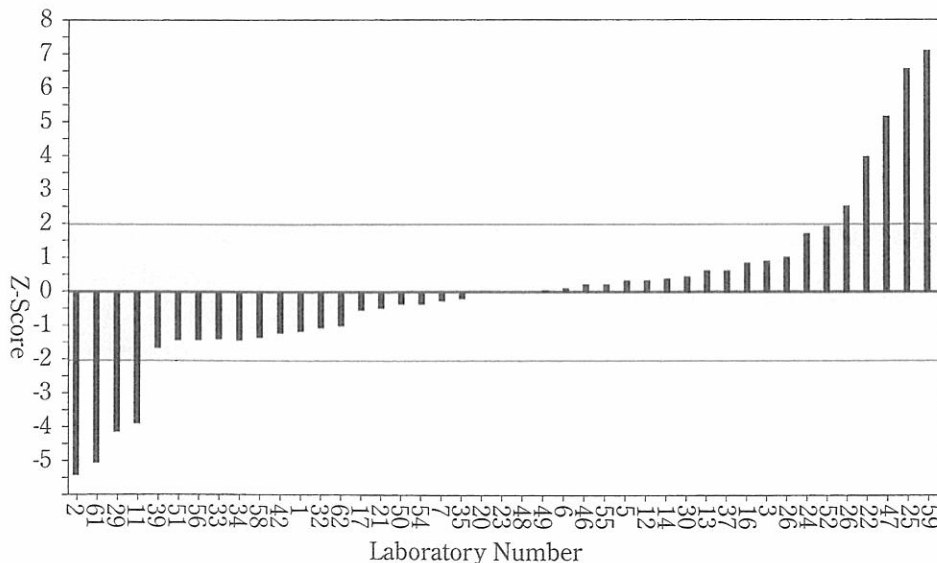


図3 Zスコアのヒストグラム

試験の結果、各参加者の分析結果、Zスコアが掲載され、また巻末には各参加者が使用した分析法・分析条件もあり、非常に充実したものとなっている。参加者は、すべてコード番号で表現され、ラボ名を特定することはできない。Zスコアのヒストグラムを図3に載せる。

6. 評価結果の検討

ラボのZスコアが「不満足」である場合、分析上、何らかの問題があったと考えるのが自然であるので、社内調査を迅速に行うことが推奨される。技能試験は、ラボの分析技能を評価するものであるから、そのときだけ参加すれば良いというものではなく、定期的に参加することで、分析精度をチェックしていただきたい。なお、過去のラウンドの余剰試料を内部精度管理用として販売することがある。余剰試料は、認証標準物質の供給ができないときの重要な代用物であり、しかも安価であるため、技能試験に参加できないときに有効なツールになる。

最後に

これまでFAPAS®の具体的な流れを述べてきた。Feraでは、昨年からメラミンの技能試験を行う等、世界情勢に見合うラウンドに力を入れており、ますます本技能試験の利用性が高くなってきている。FAPAS®に参加したことがないラボは、ぜひFAPAS®のウェブサイト (<http://www.fapas.com>) か当社のウェブサイト (<http://sid.gsi.co.jp>) をご覧いただき、検討していただきたいと思う。ご質問があれば、当社までお願いしたい。

(株)GSIクレオス 化成品部 理化学課
東京都台東区三筋1-17-12長沼ビル1F
電話：03-5833-2570
ファックス：03-5820-0145

さいとう・よう



(株)GSIクレオス化成品部 理化学課
1999年 東京農工大学工学部生命工学科卒業
2001年 東京農工大学大学院工学研究科生命工学専攻博士前期課程修了

同年、(株)GSIクレオス理化学機器部(現・化成品部)に入社