

プレートの洗浄はウォッシャーを使用した機関とそれ以外の機関数が共に 21 機関であった。なお、図 11 で検量線の併行精度に問題が認められた機関番号 9、17、18、21、27、28、29 はいずれもウォッシャーを使用していたことから、これらの機関ではウォッシャーが適正に使用されていない可能性も考えられた。

ELISA 計算ソフトウェアは通知通り 4-パラメーター解析 (4PL) を使用した機関が最も多く 30 機関であった。また、平成 21 年度報告書で問題を指摘し、平成 23 年 10 月 23 日、消費者庁食品表示課から業務連絡が発出されているソフトウェア (マイクロプレートマネージャー Ver. 5) を使用した 9 機関は、全て業務連絡に従って 5-パラメーター (5PL) 解析を実施していた。一方、通知とは異なり、4 次多項式を使用した機関が 3 機関あった。このうち 2 機関は ELISA 解析専用ではないソフトウェアを使用していると考えられ、試料の濃度によっては 4PL により再解析した結果と乖離が認められた。

このほか、ろ過の有無、ELISA 試薬の添加方法、抽出液の保存期間、試料溶液の分注時間、操作中の室温に関しては測定結果への影響は明らかではなかった。

5. 検査実績のまとめ

参加機関における検査実績をまとめて表 8 に示した。

特定原材料検査の件数は、卵、乳、小麦がいずれも約 1100 件と多く、そば、甲殻類がともに約 580 件であった。一方、落花生は試験数、実施機関数とも少なかった。

なお、表には示さなかったが、参加機関の特定原材料検査の経験年数は平均 6.3 年、

5 年以上の経験を持つ機関は 42 機関中 30 機関であった。

E. 結論

卵添加試料を用いて外部精度管理調査を試験的に実施した。実施に先立って行った事前調査では案内状を送付した 73 機関のうち半数を超える 42 機関が参加を申し込み、特定原材料検査の外部精度管理に対する需要が大きいことが明らかになった。しかし、現行の人員および機材では 1 試料につき 100 検体の作製が限度である。今後、広く外部精度管理を実施するためには、試料の調製規模をさらに拡大するため、人員および機材の拡充を図る必要があることが明らかになった。

調製した試料は均一性および試験期間内の安定性が確認され、プロトコールおよび試料の配布、報告書の回収に関しては特に問題は認められなかった。

また、卵タンパク質の測定結果はいくつかの機関を除いておおむね適正と考えられたが、ELISA の吸光度の相対標準偏差が著しく大きい機関がいくつか認められ、これらの機関ではピペット注入精度、プレートの洗浄操作、プレートリーダーの位置調整等について再度確認する必要があると考えられた。

さらに、ELISA 解析ソフトウェアに通知に指定されている 4PL 解析 (マイクロプレートマネージャー Ver. 5 の 5PL を除く) 以外の解析法を使用している機関があることが判明し、試料の濃度によっては 4PL により再解析した結果と乖離が認められたことから、適切な ELISA 解析ソフトウェアを用意することが必要と考えられた。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

1) Adachi R., Sakai S., Akiyama H.,
Teshima R., Food Allergen Labeling
Regulation: a Japanese Perspective,
International Association for Food
Protection 2012.

2) Adachi R., Sakai S., Akiyama H.,
Teshima R., Official Detection
Methods for Monitoring the Food
Allergy Labeling System in Japan,
126th AOAC Annual Meeting &
Exposition

H. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし

表1 調査試料の均一性

	試料1			試料2			試料3		
	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム
平均値	9.246	7.784	9.154	8.379	8.963	7.811	5.678	5.206	5.058
標準偏差	0.619	0.451	0.322	0.531	0.711	0.338	0.378	0.281	0.204
相対標準偏差(%)	6.69	5.79	3.52	6.34	7.94	4.33	6.66	5.40	4.04
F値	0.294	0.278	0.239	0.571	0.310	0.246	0.417	0.267	0.196
F境界値	3.02	3.02	3.02	3.02	3.02	3.02	3.02	3.02	3.02
添加量		9.53			8.56			5.71	
回収率(%)	97.0	81.7	96.1	97.9	104.7	91.3	99.4	91.2	88.6
	平均値、標準偏差、添加量の単位: $\mu\text{g/g}$			回収率: 平均値/添加量 $\times 100$					

表2 調査試料の安定性

	試料1			試料2			試料3			
	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム	
配付前	平均値(A)	9.772	8.144	9.376	8.777	9.504	8.031	5.377	5.408	4.997
	標準偏差	0.299	0.187	0.222	0.255	0.469	0.271	0.276	0.177	0.224
	相対標準偏差(%)	3.06	2.30	2.37	2.90	4.94	3.37	5.13	3.27	4.49
試験 期間 終了後	平均値(B)	9.252	9.164	9.711	8.635	8.985	8.697	5.744	5.427	5.649
	標準偏差	0.286	0.119	0.184	0.191	0.705	0.162	0.214	0.185	0.182
	相対標準偏差(%)	3.09	1.30	1.89	2.21	7.85	1.87	3.73	3.42	3.22
安定性(%)		94.7	112.5	103.6	98.4	94.5	108.3	106.8	100.4	113.0
平均値、標準偏差の単位: $\mu\text{g/g}$				安定性: $B/A \times 100$						

表3 精度管理調査報告値の平均値、相対標準偏差および回収率

	試料1			試料2			試料3		
	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム	モリナガ	日本ハム	プリマハム
データ数	39	31	4	39	31	4	39	31	4
平均値 (μg/g)	9.919	8.127	9.840	8.918	9.506	7.974	5.924	5.728	5.031
相対標準偏差 (%) (従来方式)	9.12	21.32	13.99	10.49	11.20	15.69	11.55	8.12	10.36
添加量 (μg/g)		9.53			8.56			5.71	
回収率(%)	104.1	85.3	103.3	104.2	111.1	93.2	103.7	100.3	88.1

回収率: 平均値/添加量×100

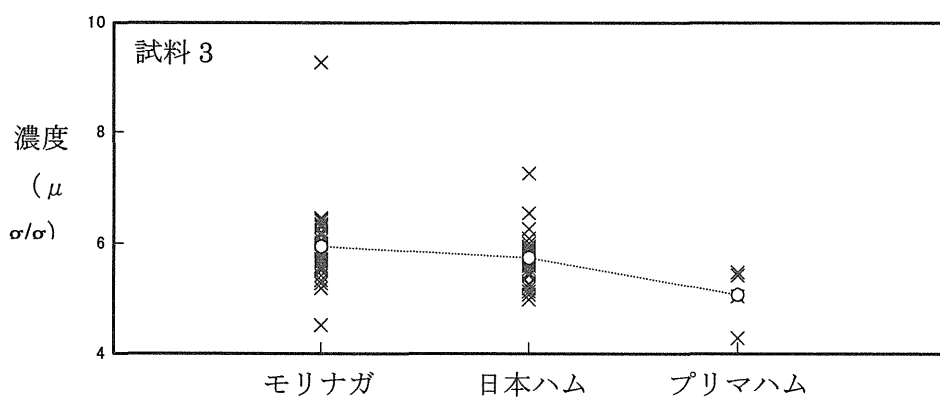
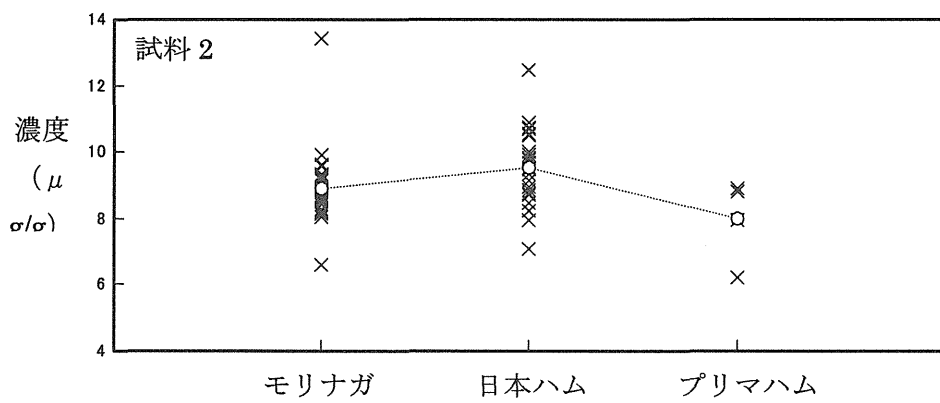
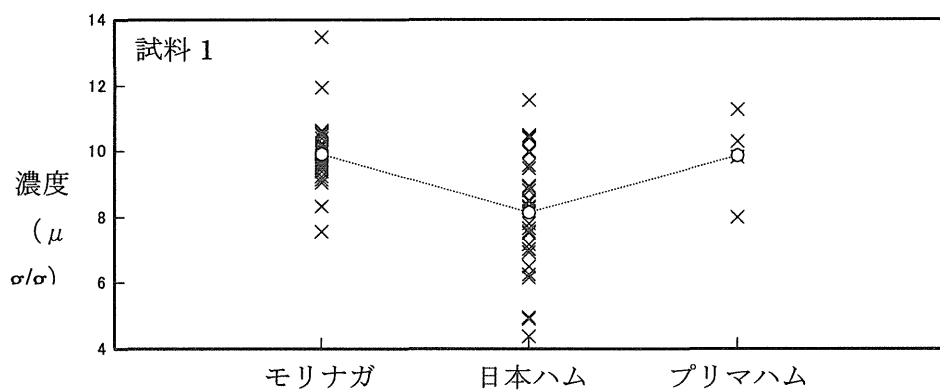


図 1 参加機関の測定値の分布

× : 各機関の測定値 (n=2 の平均)、○ : 総平均値

表4 モリナガキットによる測定結果の統計量一覧

試料名		試料1			試料2				試料3			
解析対象	統計量の種類	従来方式		ロバスト方式	従来方式		ロバスト方式		従来方式		ロバスト方式	
			2 σ 処理 (2回)			2 σ 処理		メジアン クリーニング		2 σ 処理		メジアン クリーニング
2 測定 の 平均 値	データ数 (有効機関数)	39	35	39	39	37	39	38	39	37	39	38
	平均値	9.919	9.874	9.874	8.918	8.859	8.853	8.831	5.924	5.871	5.873	5.857
	標準偏差	0.904	0.433	0.553	0.935	0.454	0.521	0.503	0.684	0.350	0.413	0.402
	相対標準偏差	9.12	4.39	5.61	10.49	5.13	5.89	5.69	11.55	5.96	7.03	6.86
	歪度	1.261	-0.035	—	2.645	0.095	—	—	2.993	-0.020	—	—
	尖度	6.538	-0.756	—	14.659	-0.630	—	—	15.448	-0.764	—	—
	最少値	7.540	9.065	9.054	6.600	8.030	8.081	8.087	4.525	5.180	5.261	5.262
	最大値	13.450	10.635	10.693	13.425	9.900	9.625	9.575	9.285	6.460	6.485	6.451
	範囲	5.910	1.570	1.639	6.825	1.870	1.544	1.488	4.760	1.280	1.223	1.189
	メジアン	9.880	9.880	9.880	8.835	8.835	8.835	8.828	5.855	5.855	5.855	5.848
	メジアンの50%	4.940	計算せず	計算せず	4.418	計算せず	計算せず	計算せず	2.928	計算せず	計算せず	計算せず
メジアンの150%	14.820	13.253			8.783							
2 測定 の 差	データ数	39			39			39				
	Rの平均	0.410			0.288			0.217				
	Rのメジアン	0.270			0.210			0.150				
	上部管理限界	1.340			0.940			0.710				

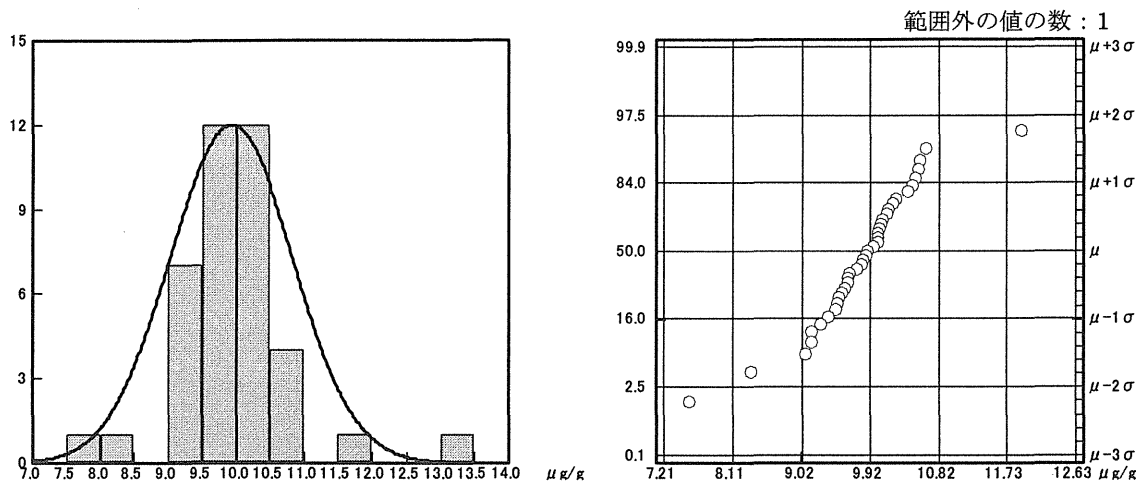


図2 試料1のモリナガキットによる測定におけるヒストグラムおよび正規確率プロット

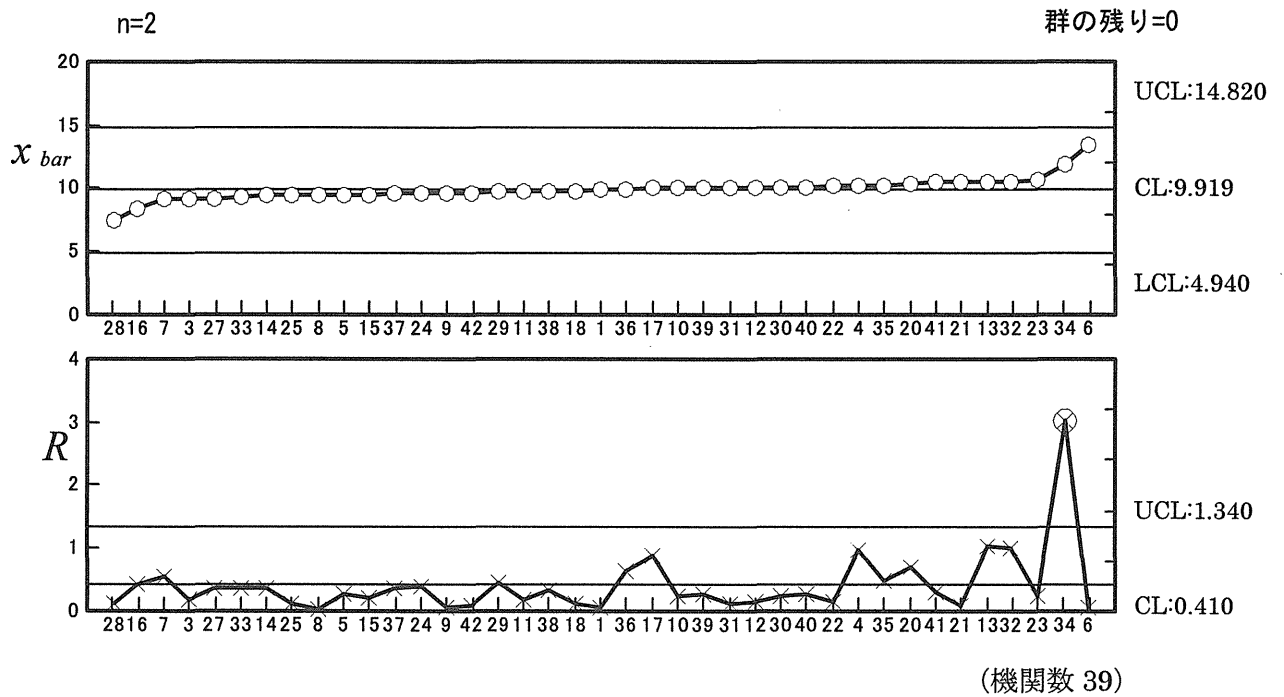


図3 試料1のモリナガキットによる測定における Xbar-R 管理図

Xbar 管理図において上部管理限界線 (UCL) はメジアン (9.880) の 150%、下部管理限界線 (LCL) はメジアンの 50% に設定した。また、中心線 (CL) は平均値線である。R 管理図における上部管理限界線 (UCL) は R の平均値と JIS ハンドブックの係数 D_4 から算出される値である。

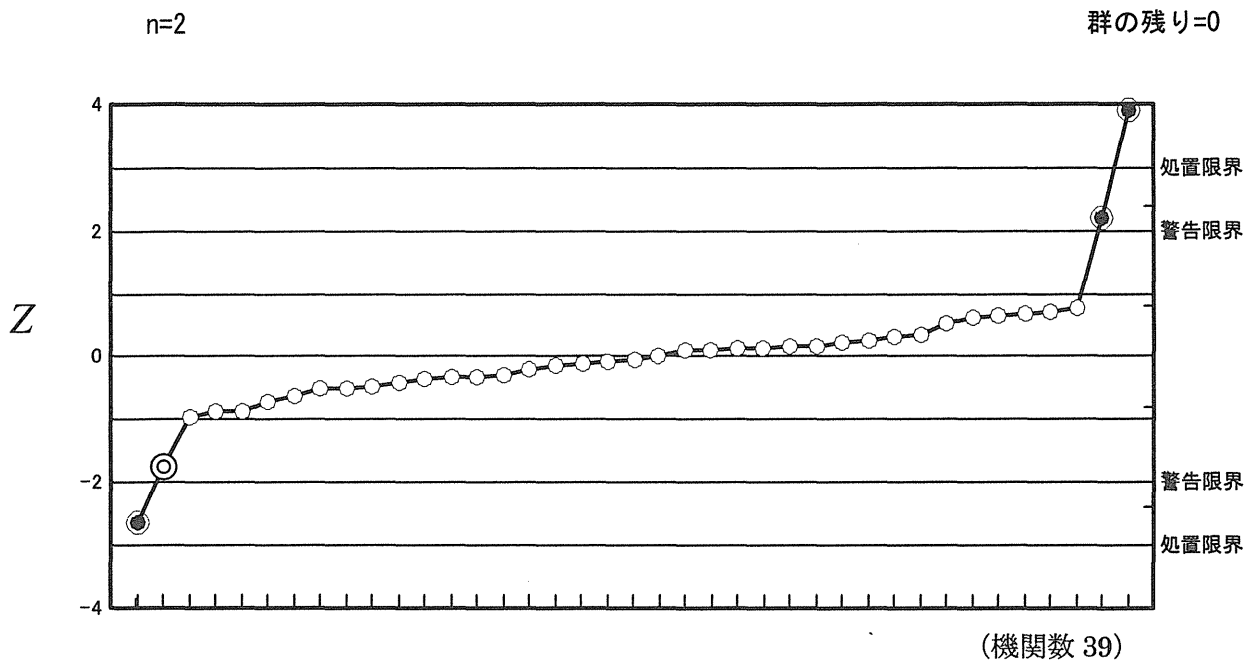


図4 試料1のモリナガキットによる測定におけるzスコアの順位

y軸の値は従来方式統計、2σ処理前のzスコア

◎ いずれの統計方式でもzスコアの絶対値が2以上となった測定

◎ 従来方式(2σ処理2回後)およびロバスト方式による統計でzスコアの絶対値が2以上となった測定結果

結果

絶対値が2以上のzスコアと順位

統計方法		従来方式		ロバスト方式
zスコア	順位		2σ処理(2回)	
-2以下	1	-2.63	-5.39	-4.22
	2	-	-3.55	-2.78
2以上	1	3.91	8.26	6.46
	2	2.21	4.71	3.69

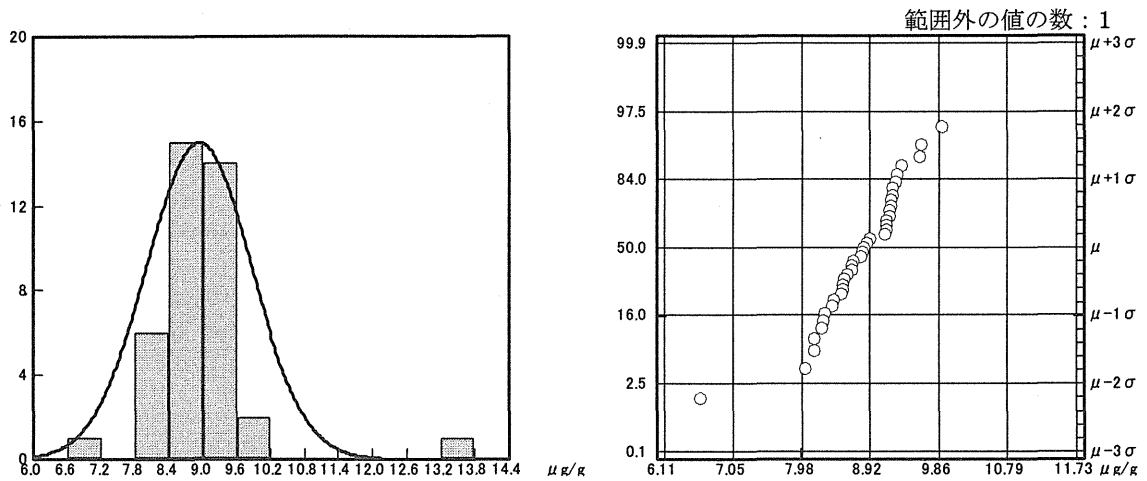


図5 試料2のモリナガキットによる測定におけるヒストグラムおよび正規確率プロット

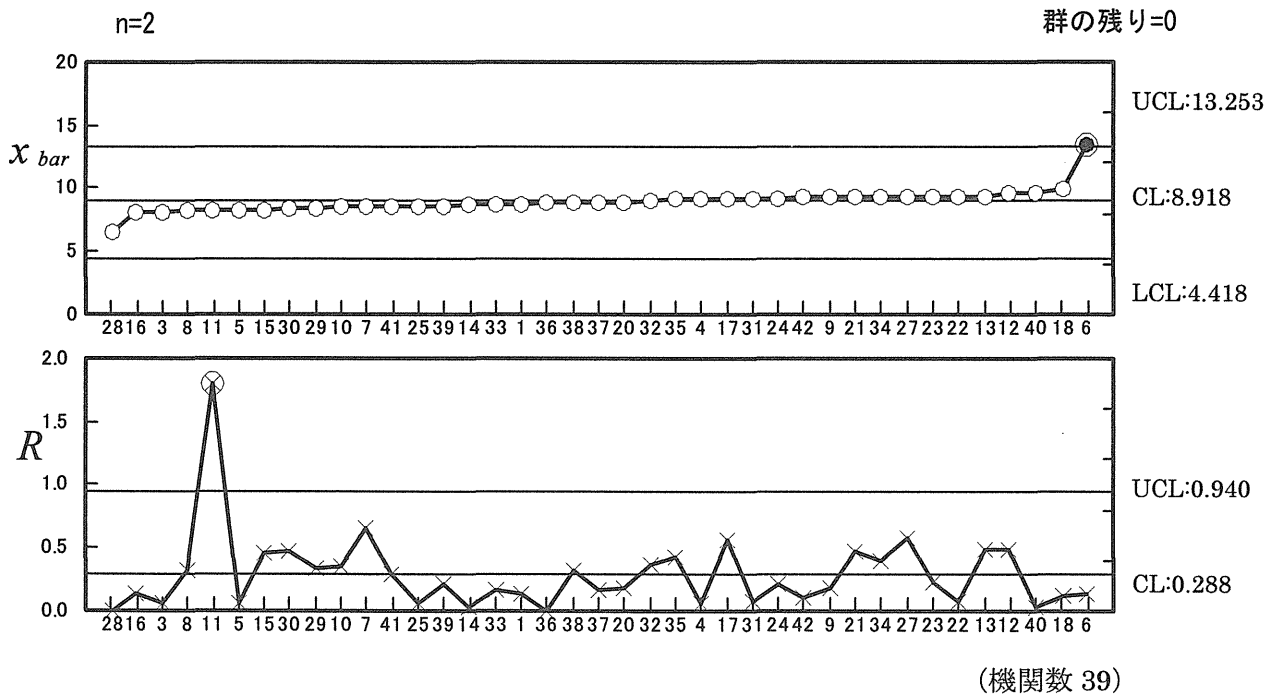


図6 試料2のモリナガキットによる測定における Xbar-R 管理図

Xbar 管理図において上部管理限界線 (UCL) はメジアン (8.835) の 150%、下部管理限界線 (LCL) はメジアンの 50% に設定した。また、中心線 (CL) は平均値線である。R 管理図における上部管理限界線 (UCL) は R の平均値と JIS ハンドブックの係数 D_4 から算出される値である。

n=2

群の残り=0

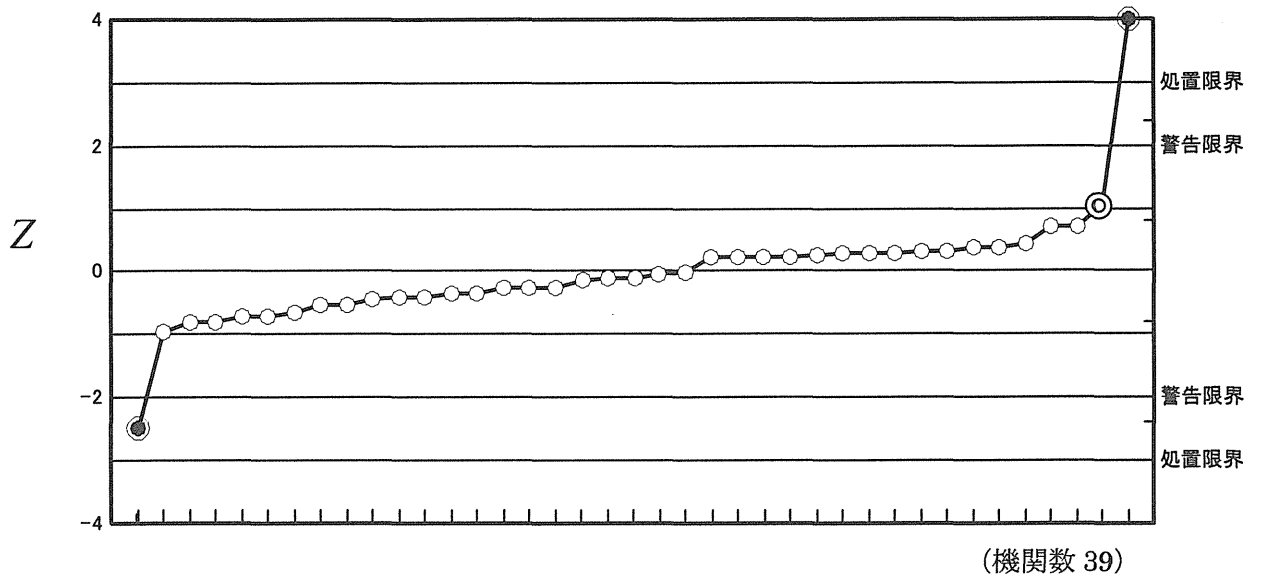


図7 試料2のモリナガキットによる測定におけるzスコアの順位

y軸の値は従来方式統計、2σ処理前のzスコア

◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿

結果

◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿

絶対値が2以上のzスコアと順位

統計方法		従来方式		ロバスト方式	
zスコア	順位		2σ処理		メジアンクリーニング ^①
-2以下	1	-2.48	-4.97	-4.32	-4.44
2以上	1	4.82	10.05	8.77	9.14
	2	-	2.29	2.01	2.13

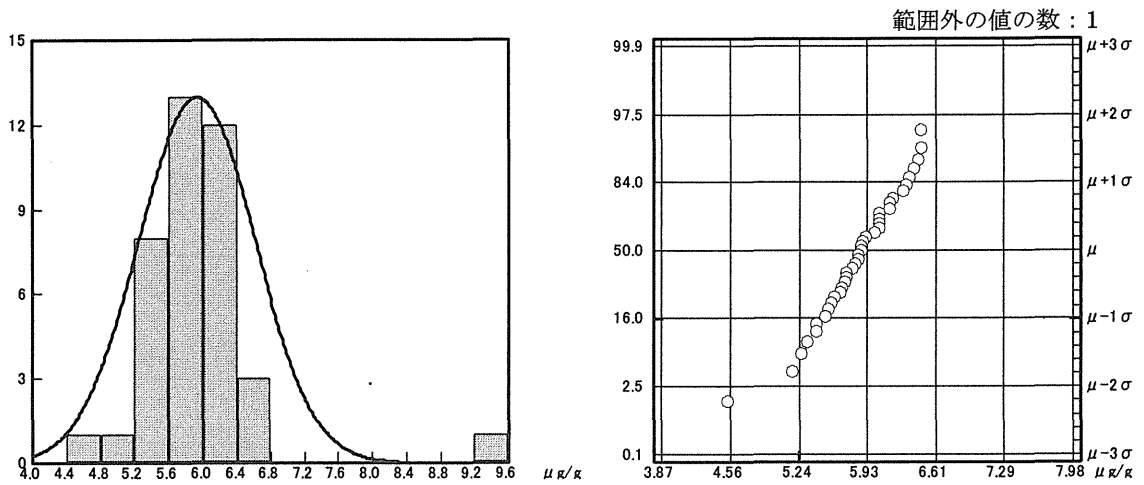


図8 試料3のモリナガキットによる測定におけるヒストグラムおよび正規確率プロット

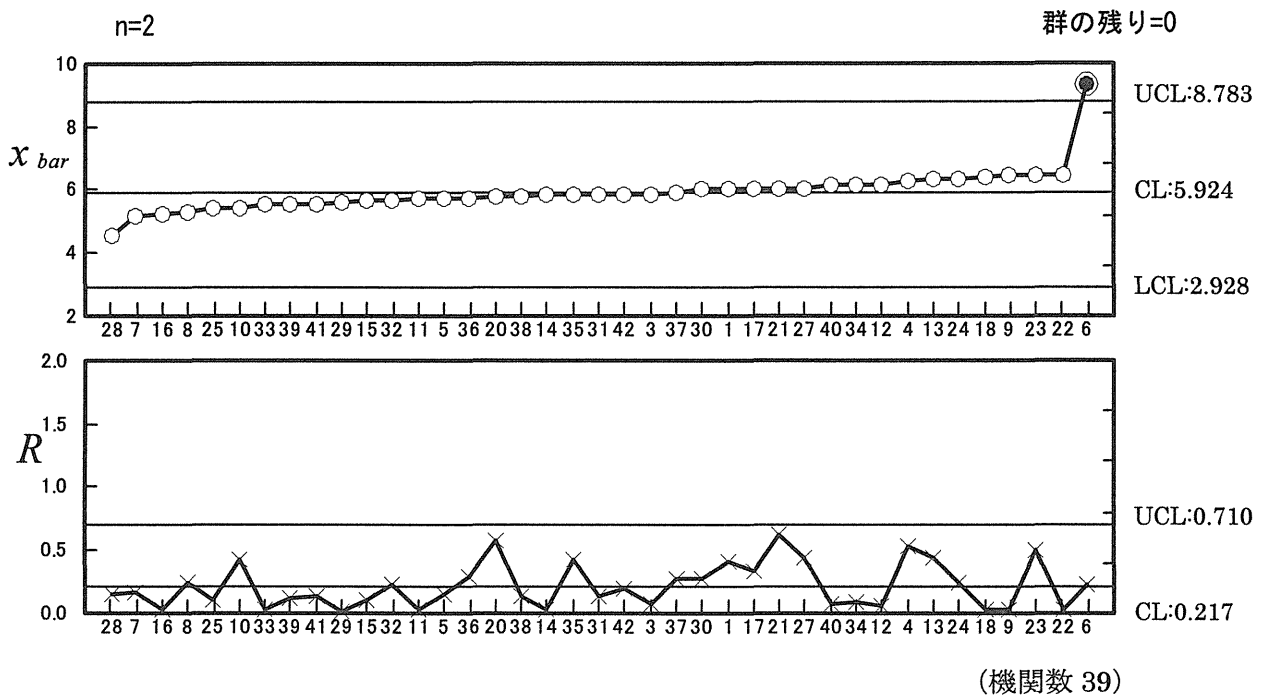


図9 試料3のモリナガキットによる測定における Xbar-R 管理図

Xbar 管理図において上部管理限界線 (UCL) はメジアン (5.855) の 150%、下部管理限界線 (LCL) はメジアンの 50% に設定した。また、中心線 (CL) は平均値線である。R 管理図における上部管理限界線 (UCL) は R の平均値と JIS ハンドブックの係数 D_4 から算出される値である。

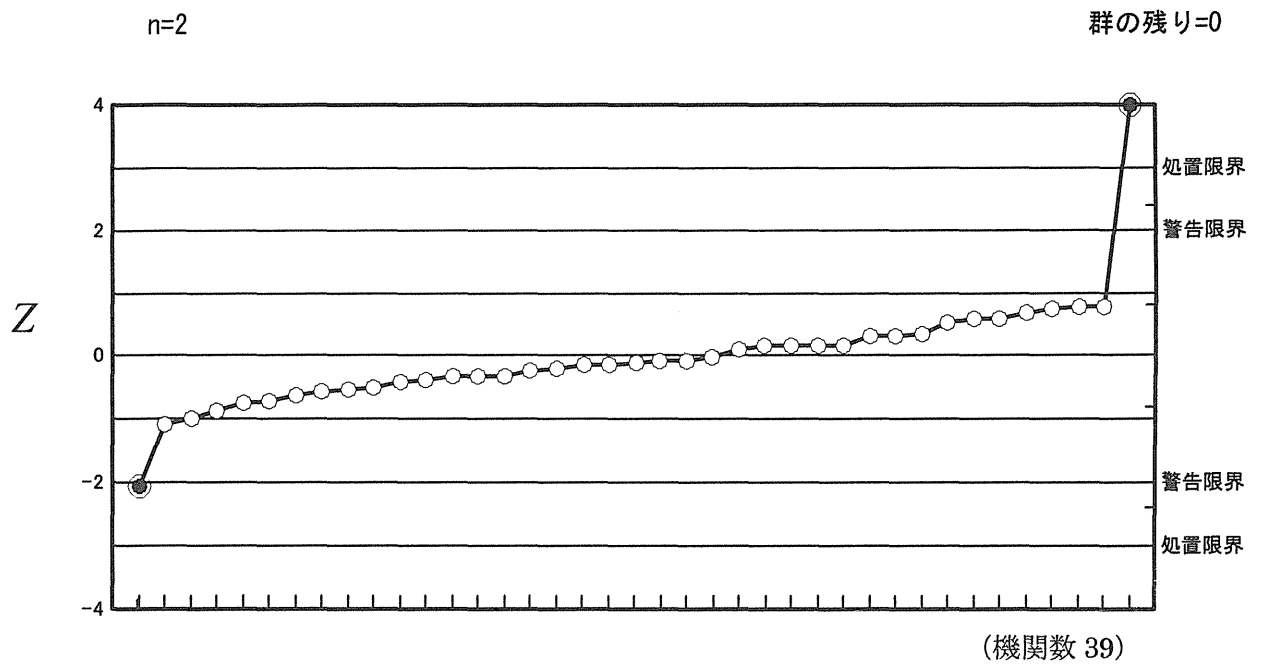


図 10 試料 3 のモリナガキットによる測定における z-スコアの順位

y 軸の値は従来方式統計、 2σ 処理前の z-スコア

◎ いずれの統計方式でも z-スコアの絶対値が 2 以上となった測定

結果

絶対値が 2 以上の z-スコアと順位

統計方法		従来方式		ロバスト方式	
z-スコア	順位		2σ 処理		メジアンクリーニング [®]
-2 以下	1	-2.05	-3.84	-3.26	-3.32
2 以上	1	4.92	9.75	8.26	8.54

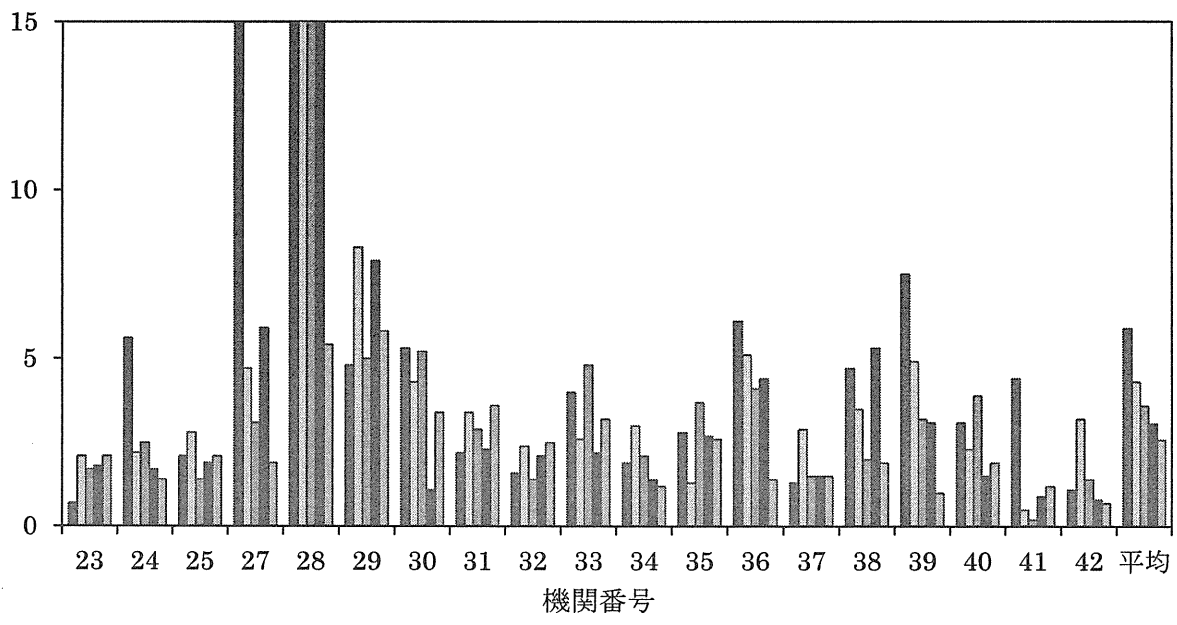
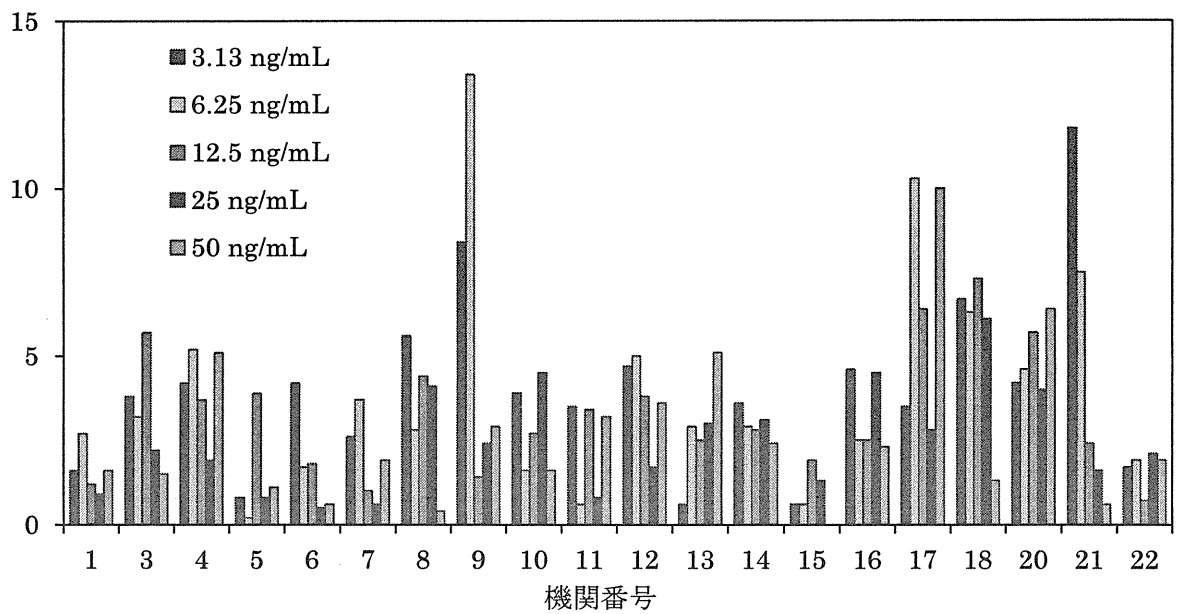


図 11 モリナガキットの標準溶液測定における吸光度の相対標準偏差

縦軸は 3 ウェルの吸光度の相対標準偏差 (%)
 濃い方から 5 濃度のデータのみ解析

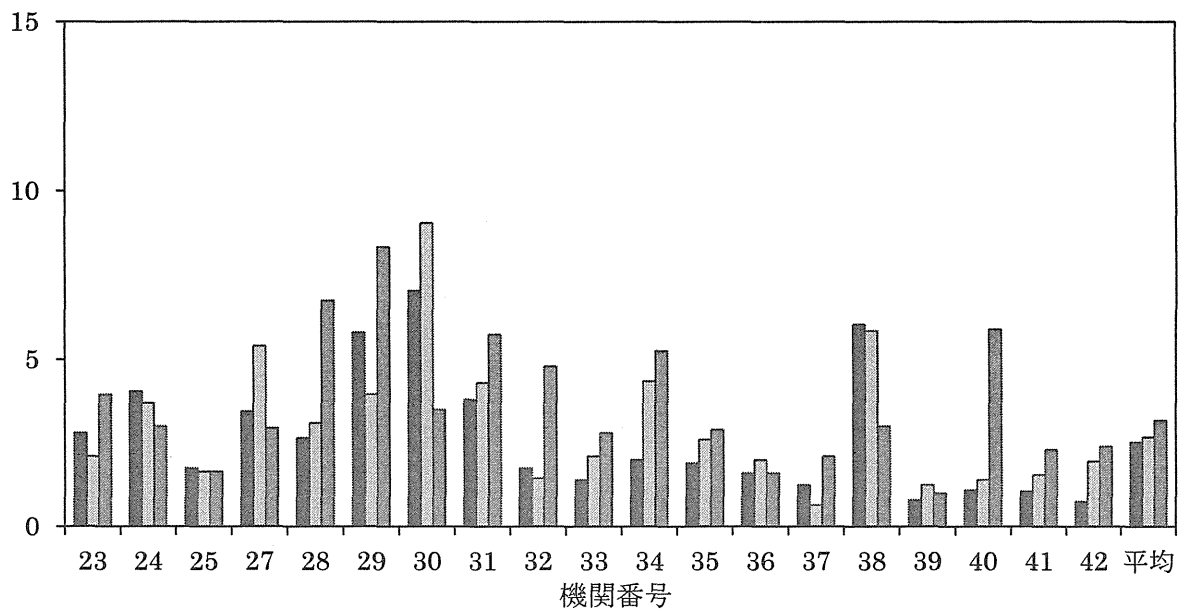
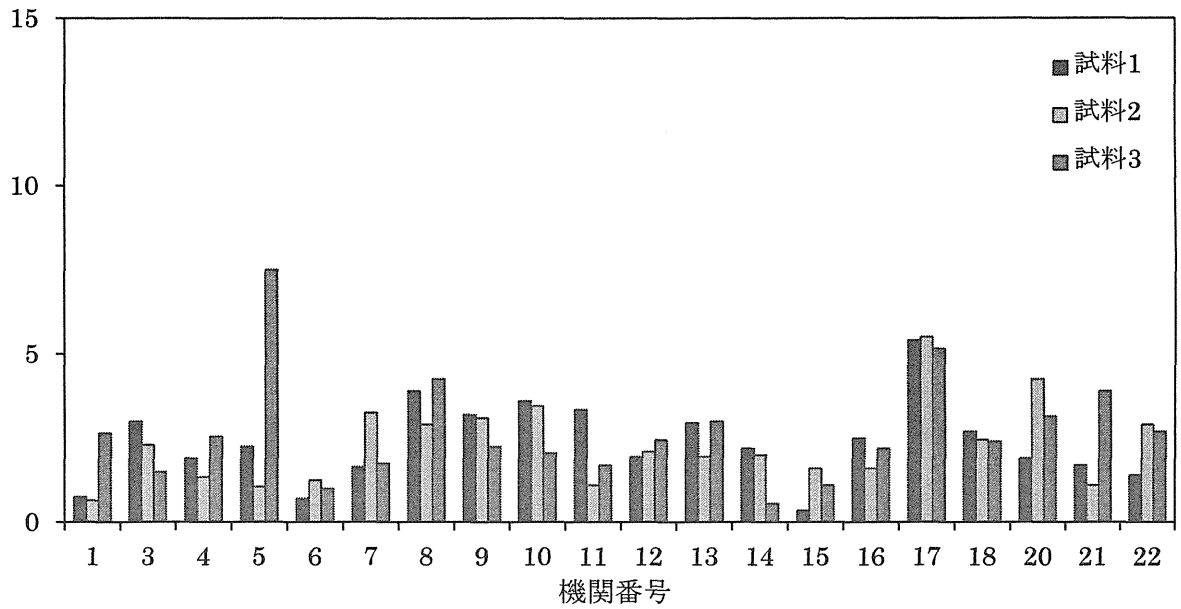


図 12 モリナガキットの試料測定における吸光度の相対標準偏差

縦軸は各抽出液について 3 ウェルの吸光度の相対標準偏差を算出後、試料ごとに平均した値 (%)

表5 日本ハムキットによる測定結果の統計量一覧

試料名		試料1			試料2			試料3		
解析対象	統計量の種類	従来方式		ロバスト方式	従来方式		ロバスト方式	従来方式		ロバスト方式
			2 σ 処理			2 σ 処理			2 σ 処理	
2 測定 の 平均 値	データ数 (有効機関数)	31	実施せず	31	31	29	31	31	30	31
	平均値	8.127		8.190	9.506	9.488	9.494	5.728	5.677	5.694
	標準偏差	1.733		1.718	1.065	0.833	0.996	0.465	0.375	0.411
	相対標準偏差	21.32		20.97	11.20	8.78	10.49	8.12	6.61	7.22
	歪度	-0.316		—	0.274	-0.070	—	1.081	0.087	—
	尖度	-0.163		—	1.132	-0.562	—	2.679	-0.259	—
	最小値	4.370		5.655	7.080	7.915	8.025	4.970	4.970	5.087
	最大値	11.530		10.724	12.455	10.860	10.964	7.255	6.535	6.301
	範囲	7.160		5.069	5.375	2.945	2.938	2.285	1.565	1.214
	メジアン	8.315		8.315	9.505	9.505	9.505	5.700	5.692	5.700
	メジアンの50%	4.158		計算せず	4.753	計算せず	計算せず	2.850	計算せず	計算せず
メジアンの150%	12.473	14.258	8.550	計算せず	計算せず	8.550	計算せず	計算せず		
2 測定 の 差	データ数	31		31		31		31		
	Rの平均	0.367		0.457		0.230				
	Rのメジアン	0.350		0.350		0.140				
	上部管理限界	1.197		1.493		0.750				

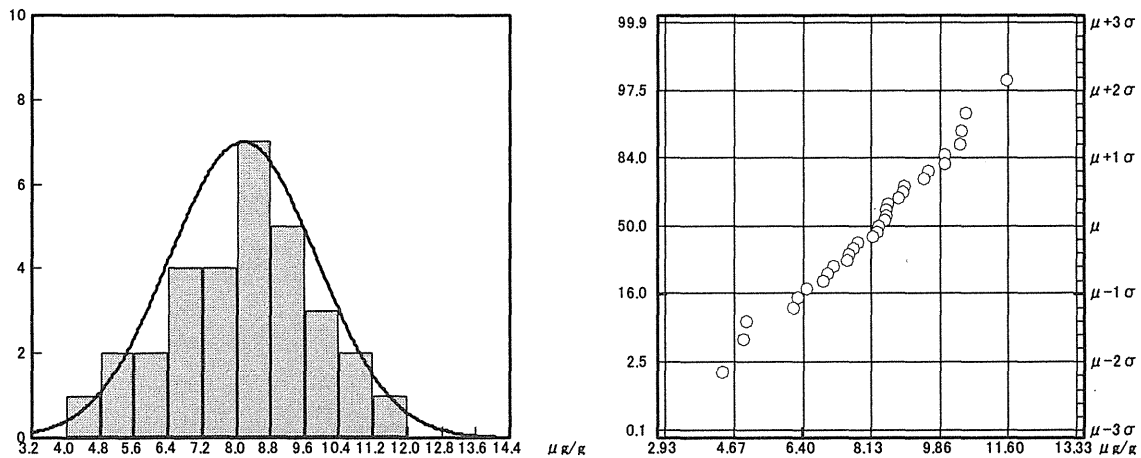
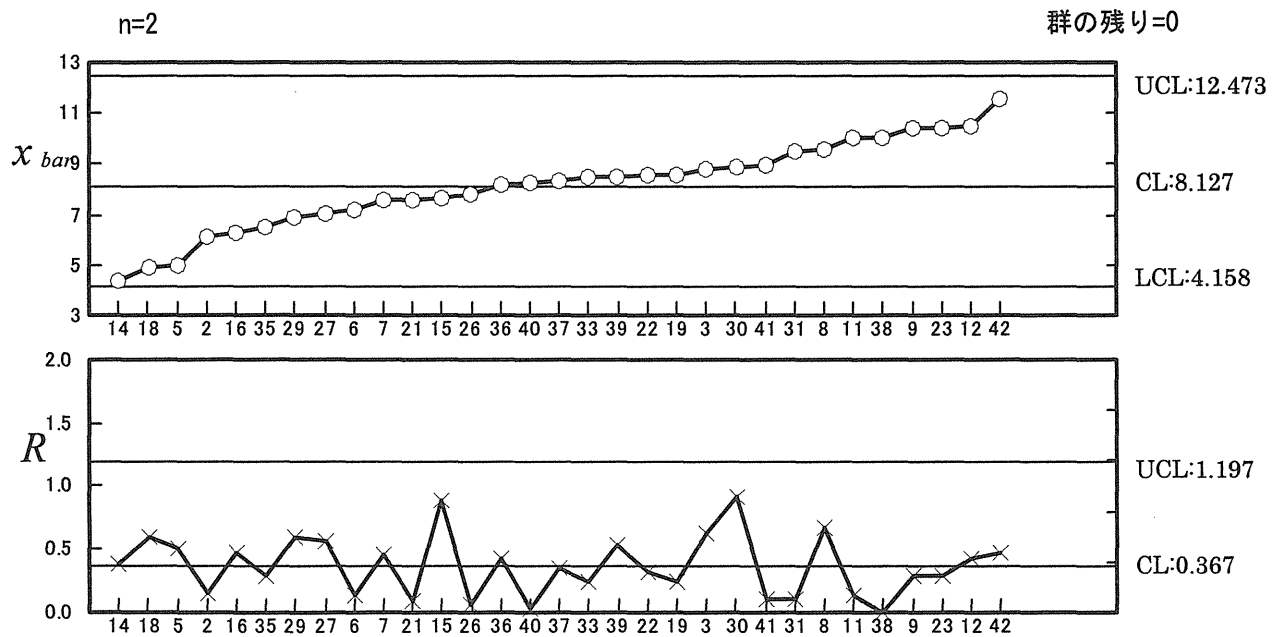


図 13 試料 1 の日本ハムキットによる測定におけるヒストグラムおよび正規確率プロット



(機関数 31)

図 14 試料 1 の日本ハムキットによる測定における Xbar-R 管理図

Xbar 管理図において上部管理限界線 (UCL) はメジアン (8.315) の 150%、下部管理限界線 (LCL) はメジアンの 50% に設定した。また、中心線 (CL) は平均値線である。R 管理図における上部管理限界線 (UCL) は R の平均値と JIS ハンドブックの係数 D_4 から算出される値である。

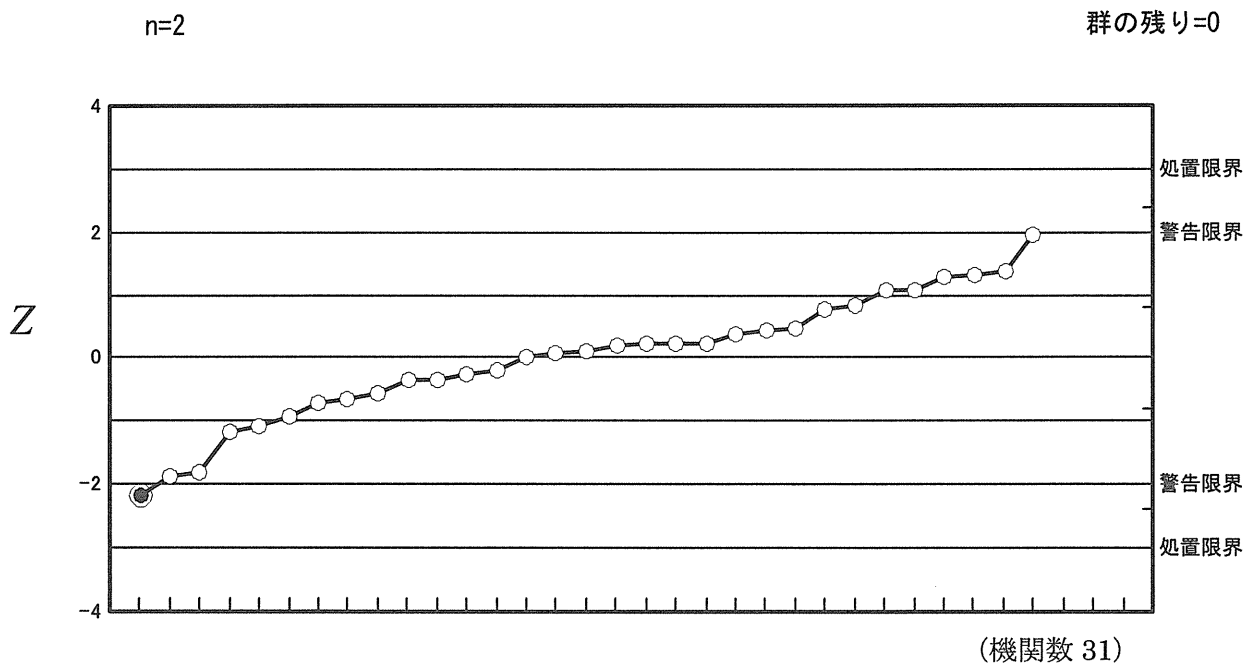


図 15 試料 1 の日本ハムキットによる測定における z スコアの順位

y 軸の値は従来方式統計の z スコア

◎ いずれの統計方式でも z スコアの絶対値が 2 以上となった測定

結果

絶対値が 2 以上の z スコアと順位

統計方法		従来方式	ロバスト方式
z スコア	順位		
-2 以下	1	-2.17	-2.22

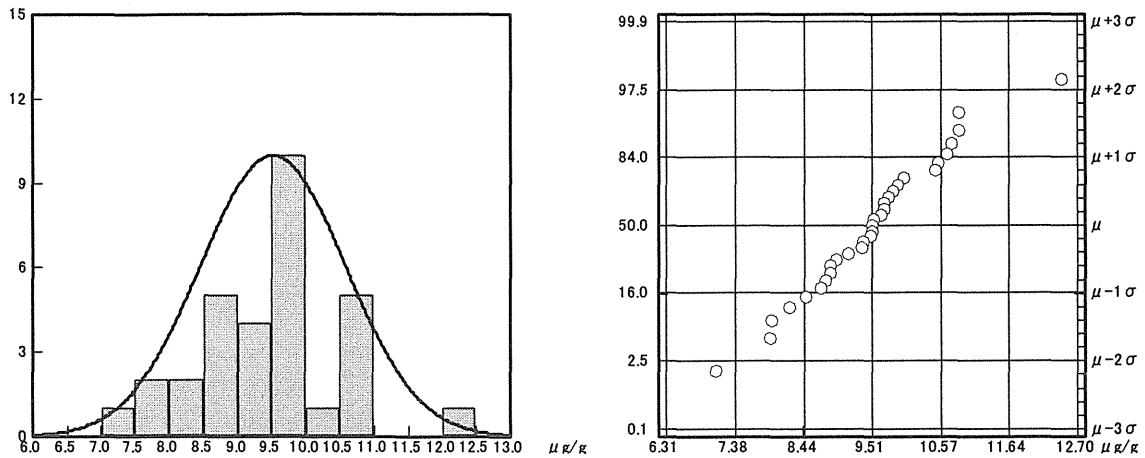
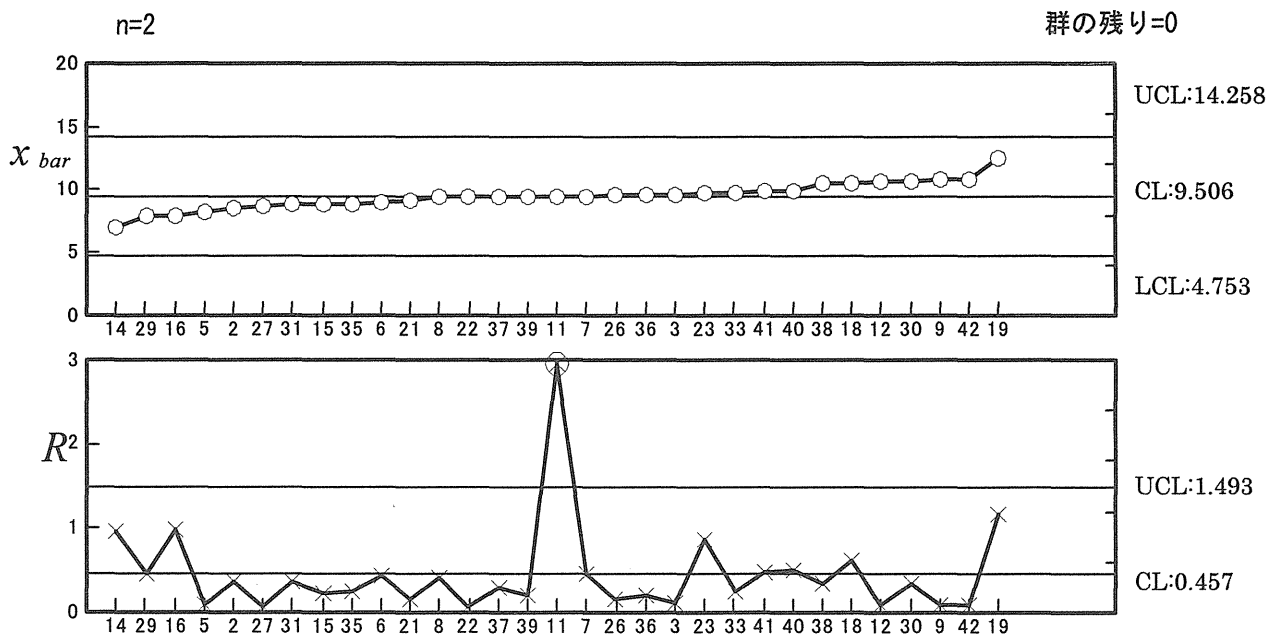


図 16 試料 2 の日本ハムキットによる測定におけるヒストグラムおよび正規確率プロット



(機関数 31)

図 17 試料 2 の日本ハムキットによる測定における Xbar-R 管理図

Xbar 管理図において上部管理限界線 (UCL) はメジアン (9.505) の 150%、下部管理限界線 (LCL) はメジアンの 50% に設定した。また、中心線 (CL) は平均値線である。R 管理図における上部管理限界線 (UCL) は R の平均値と JIS ハンドブックの係数 D_4 から算出される値である。

n=2

群の残り=0

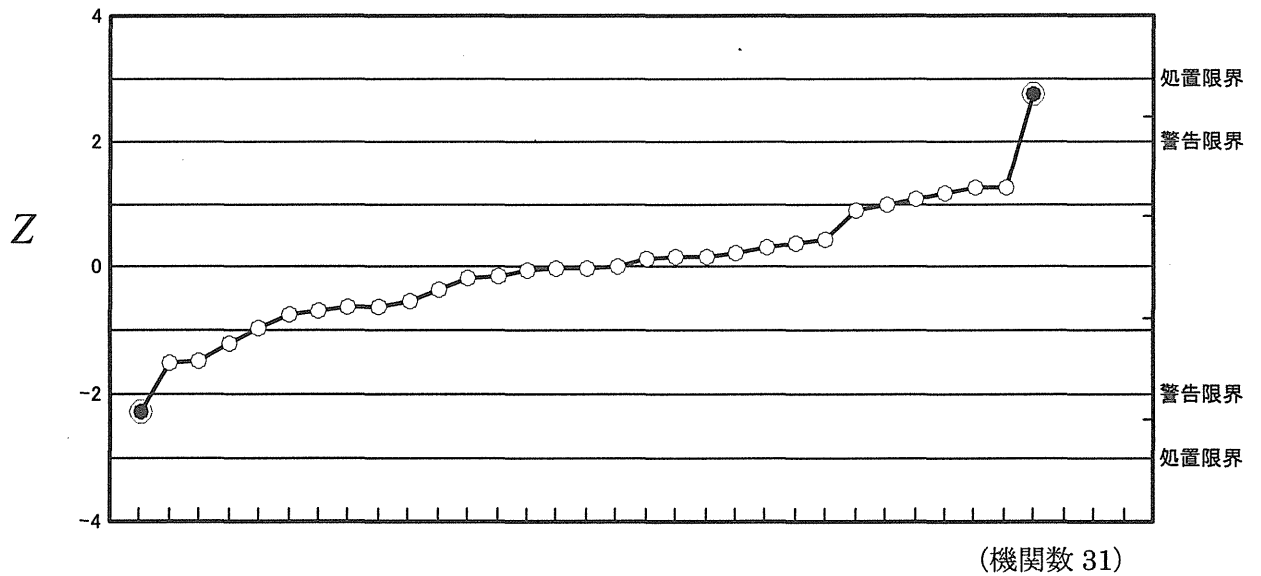


図 18 試料 2 の日本ハムキットによる測定における z-スコアの順位

y 軸の値は従来方式統計、2σ 処理前の z-スコア

◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ㊿
 ◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ㊿
 ◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ㊿
 ◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ㊿
 ◎ ① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿ ㊿

結果

絶対値が 2 以上の z-スコアと順位

統計方法		従来方式		ロバスト方式
z-スコア	順位		2σ 処理	
-2 以下	1	-2.28	-2.89	-2.42
2 以上	1	2.77	3.56	2.97