

令和元年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

食品衛生検査を実施する試験所における品質保証システムに関する研究

研究分担報告書

新規技能試験プログラムの開発及び統計学的評価に関する研究

研究分担者 松田 りえ子 国立医薬品食品衛生研究所

研究代表者 渡辺 卓穂 （一財）食品薬品安全センター秦野研究所

研究要旨

食品衛生に関わる多くの検査においては、有害物質の定量結果を規格に定められた値（規格値）と比較することによって、検査対象となった食品ロットの適合を判定している。従って、誤った判定を避けるためには、検査に携わる試験所が正しい分析結果を得ることが必要である。消費者からの検査への信頼性を確保するため、また国際的な食品の輸出入にあっては、検査の結果が正しいことを示すためには、分析結果の品質保証が必須である。

試験所間比較による技能試験は、分析結果の品質保証において必須である。それぞれの試験所が実施する試験の分析対象と食品の組合せによる技能試験に参加できることが理想であるが、現実には、限られた組合せの技能試験スキームが提供されているに過ぎない。そこで、本分担課題では新規技能試験プログラムの開発を促進することを目的とし、試料開発の課題と協力して、魚加工品を基材とした試料を用いたヒスタミン及び一般生菌数分析技能試験のパイロットスタディを実施した。

研究協力者 荒川 史博 日本ハム株式会社中央研究所品質科学センター

渡邊 敬浩 国立医薬品食品衛生研究所

井部 明広 実践女子大学

A. 研究目的

厚生労働省は、食品による健康危害リスクを管理すること目的に、有害物質等の上限濃度を規定した食品規格を策定し、規格への適合を判断するための検査を

実施している。多くの検査においては、有害物質の定量結果を規格に定められた値（規格値）と比較することによって、検査対象となった食品ロットの適合を判定している。従って、誤った判定を避ける

ためには、検査に携わる試験所が正しい分析結果を得ることが必要である。消費者からの検査への信頼性を確保するため、また国際的な食品の輸出入にあっては、検査の結果が正しいことを示すためには、分析結果が正しいことの根拠となる品質保証システムが必須である。

分析結果の品質保証では、妥当性を確認 (validate) された分析法を採用すること、それが正しく実施できることを確認 (verify) すること、試験に関わる手順の文書 (SOP) 化し、SOP の手順通りに行われたことを確認し記録することが必要である。これらの結果として、分析結果がある一定の範囲に納まるような管理状態が達成される。さらに継続して管理状態にあることは、内部品質管理によって確認される。以上の手順は試験所内において実施されるが、分析結果の妥当性を客観的に評価するためには、他の試験所との比較により評価される技能試験への参加が必須であり、食品分野も例外ではない。

それぞれの試験所が実施する分析の分析対象と食品の組合せによる技能試験に参加できることが理想であるが、現実には限られた組合せの技能試験スキームが提供されているに過ぎない。技能試験スキームを計画する際には、分析対象、試料のマトリクスを選定するだけでなく、予想される参加者数、技能試験試料の作製法、試料の均質性及び安定性、参加試験所の報告結果処理に使用する統計方法とパフォーマンス評価方法を考慮しなくてはならない。これらの中で、新規の食

品技能試験プログラムの開発を困難にしている大きな要因として、技能試験での使用に耐えうる均質性と安定性を備えた試料開発の困難さが挙げられる。食品分析の技能試験に必要な試料のマトリクスは当然食品であるが、多くの食品は均質化することが難しく、また生物由来のため安定性にも乏しい。

本分担課題では、食品分析を対象とした新規技能試験プログラムを計画し、パイロットスタディを行うことにより、上記の問題点の解決法を探ることを目的とした。初年度の平成 29 年には、最初のパイロットスタディの対象として、二枚貝中の下痢性貝毒を選択し、技能試験を行った。二年目は、実際に動物用医薬品を投与した動物の筋肉から調製した試料を用いた技能試験のパイロットスタディを実施した。最終年度である本年は、魚加工品中のヒスタミン技能試験パイロットスタディと魚すり身中の一般生菌数技能試験のパイロットスタディを実施した。

魚加工品中のヒスタミン技能試験パイロットスタディ

B. 研究方法

試料の作製

2種類の試料を作製した。試料 1 は市販さば味噌煮缶、試料 2 は市販さば水煮缶を基材とした。それぞれを粗く粉碎し、10 mL の純水に溶解したヒスタミン二塩酸塩 (Code:087-03553, 富士フィルム和光株式会社製) 2.25 g を添加し、さらに混合・均質化し、小分けして製缶した。

均質性確認に使用する分析法の性能確認

試料 ヒスタミンを含まないサバ水煮試料5 gに、ヒスタミン100 µg/g相当添加し、30分放置した。

分析方法

試薬

ヒスタミン二塩酸塩は和光純薬工業(株)製特級を使用した。

装置

LC-MSは(株)アジレント・テクノロジー製6460 Triple Quad LC/MSを使用した。

前処理方法

試料5 gに20 %トリクロロ酢酸5 mL及び蒸留水50 mLを加えて3分間ホモジナイズし、蒸留水を加えて100 mLに定容した。30分間静置した後 0.45 µmのフィルターに通液し、この流出液をアセトニトリル・水(9:1)を用いて適宜希釈し試験溶液とした。

測定条件及び測定方法

カラム：TSKgel Amide 80 , 2.0×150 mm , 3 µm (東ソー(株))

カラム温度：50

移動相：移動相A ; 30 mmol/Lギ酸アンモニウム及び0.1 %ギ酸含有水溶液

移動相B：アセトニトリル

グラジエント条件：

時間(分) 移動相A (%) 移動相B (%)

0	10	90
12	60	40
14	60	40
16	10	90
20	10	90

注入量：2 µL

質量分析計条件

測定モード 多重反応モニタリング法(MRM)

イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法(ESI)

ヒーター温度()：350

ネブライザガス(psi)：50

シースガス温度(i)：350

シースガス(psi)：11

キャピラリー電圧(V)：3500

モニターイオン：m/z ; 112 95

極性 ; Positive

性能確認方法 試料を1日に2併行分析し、5日間実施した。

試料の均質性確認

試料の均質性を確認するために、作製した試料からランダムに10個を抜き取り、それぞれの内容物を均質化し、それぞれから2試験試料を採取し、性能確認した分析法によりヒスタミン濃度を測定した。

パイロットスタディ

国内の試験所から参加者を募集し、魚加工品中ヒスタミン分析技能試験のパイロットスタディを実施した。参加試験所には試料1と2を宅配便により送付した。分析回数は1回とした。同時に使用した分析法の概略も報告することとした。

分析法によるヒスタミン定量結果の比較

均質とみなされる試料を、LC-MS法、LC-蛍光法、キット法の3分析法で分析し、結果を比較した。

試料 サバの水煮にヒスタミン 100 μ g/g 相当添加した。

分析法

LC-MS 法 均質性確認に使用した方法と同じ。

LC-蛍光法 試料 10 g を採取し、20 % トリクロロ酢酸 10 mL 及び蒸留水 150 mL を加えて 3 分間ホモジナイズし、蒸留水を加えて 200 mL に定容した。この溶液の一部を 3000 rpm 5 分間遠心分離した後、上清を 5A のろ紙でろ過し、ろ液を 5 mL を正確に採取し、0.1 mol/L オクタンスルホン酸ナトリウム溶液 5 mL を加えて混和した。この溶液をあらかじめメタノール 10 mL、蒸留水 5 mL および 0.05 mol/L オクタンスルホン酸ナトリウム溶液 5 mL でコンディショニングしたオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに負荷し後、流出液を捨て、次いで蒸留水 20 mL を負荷した後、流出液を捨てた。次いでメタノール・蒸留水 (6:4) を 10 mL 負荷し、溶出液を採取し、40 以下で 1 mL 程度になるまで減圧濃縮した。濃縮液を褐色試験管に移し、内部標準溶液を正確に 0.5 mL、無水炭酸ナトリウム 0.2 g および 2 % ダンシルクロライド・アセトン溶液 2 mL を加えて混和した後、室温で一晩反応させた。反応終了後、これに 10 % プロリン溶液 0.5 mL を加えて振とうし、10 分間静置した。さらにトルエンを 5 mL 正確に加えて 1 分間振とうし、上層 5 mL を採り、45 以下で減圧濃縮し溶媒を留去した。この残留物にアセトニトリル 1 mL を正確に加えて溶解し、試料溶液とし、HPLC-FL にて測定した。

カラム : Inertsil ODS-3 , 4.6 \times 250 mm , 5 μ m (GL サイエンス株)

カラム温度 : 35

移動相 : アセトニトリル・水 (65:35)

流速 : 1.0 mL/min (アイソクラティック)

測定時間 : 60 分

注入量 : 10 μ L

検出波長 : 励起波長 325 nm , 蛍光波長 525 nm

キット法

チェックカラーヒスタミン (キッコーマンバイオケミファ株)) を使用した。

試料 1 g を採取し、抽出用溶液を 24 mL 加えて 10 秒間ボルテックスし、沸騰水中で 20 分間加熱した。その後氷中で 20 以下になるまで冷却した後、沈殿物をかき混ぜ、さらに氷中で 5 分間静置した。これを 5C のろ紙でろ過し、ろ液を試験溶液とした。なお、器具およびバイアルは PP 製を用いた。

標準溶液及び試験溶液に発色液等の試薬を加えて混合し、37 \pm 15 分間遮光条件下で反応し、それぞれ測定溶液を調製した。測定溶液の 470 nm の波長における吸光度をそれぞれ測定した。

C.D. 結果と考察

ヒスタミン分析法性能確認結果

試料を 2 併行で 5 日分析した結果を Table 1 に示す。性能確認結 10 個の総平均の添加量に対する比を真度とした。また、一元配置分散分析を行い、併行精度と室内精度を推定した。結果を Table 2 に示す。真度は 94.3%、併行精度は RSD 2.1%、室内精度は RSD 2.9% であった。Codex

Procedural Manual¹⁾に示された真度の規準は、ヒスタミン添加量の0.1 mg/mLでは、80-110%である。性能確認で得られた真度はこの規準を満足していた。Horwitz式のThompson修正式^{2,3)}(以下Horwitz式)により予想される室間精度は、RSDとして16%である。得られた室内精度はこれらの値の1/2以下であり、試料の均質性確認に使用可能と判断された。

試料の均質性確認

作製した試料からランダムに10個を抜き取り、ヒスタミンを2回分析した結果を分散分析し、繰り返しの分散と試料間の分散を求め、それぞれから標準偏差を計算した。

The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories⁴⁾に示されているRecommendation 7及び8により試料の均質性の評価を行った。Recommendation 7は、均質性試験に使用された分析法の繰り返しの標準偏差 s_{an} がHorwitz式から予測される室間精度 $\sigma_p \times 0.5$ 以下であれば、妥当と評価される。

Recommendation 8は試料間の均質性の評価である。試料数10、繰り返し分析数2であれば、試料間の分散を s_{sam}^2 、 $\sigma_{all} = 0.3 \times \sigma_p$ とするとき、

$$s_{sam}^2 < 1.88 \times \sigma_{all}^2 + 1.01 \times s_{an}^2$$

を満たせば試料は均質と判断される。

均質性試験結果をTable 3に示す。いずれの試料のヒスタミン濃度も、

Recommendation 7と8の条件を満足したため、両試料は技能試験に適切な均質性を有すると評価した。

技能試験パイロットスタディ

99か所の試験所から参加の申し込みがあり、95試験所から結果が報告された。分析方法は、各試験所が日常的に行っている方法とした。

参加試験所から報告された結果のヒストグラムをFig.1に示す。報告された試料1及び試料2のヒスタミン濃度の報告数、平均値、ロバスト平均値、標準偏差、ロバスト標準偏差、推定標準偏差を求めた。ロバスト平均値およびロバスト標準偏差はAlgorithm Aにより計算した。さらにロバスト平均値からThompsonによるHorwitz式の修正式を用いて求めた室間標準偏差を、推定標準偏差とした。以上の結果をTable 4に示す。

ロバスト平均値とロバスト標準偏差から計算した、それぞれの試料の報告値のz-スコアを昇順に並べたバーチャートをFig.2に示す。 $|z| \leq 2$ で満足と評価された試験所数は試料1では81、試料2では82、 $2 < |z| < 3$ で疑わしいと評価された試験所数は試料1では4、試料2では5、 $|z| > 3$ で不満足と評価された試験所数は、試料1では10、試料2では8であり、試料間に大きな違いは見られなかった。

Fig.3に2つの試料のz-スコアのプロットを示す。左は全ての試験所、右はz-スコアが-5~5の範囲を示した。多数の点が

原点付近に集中しているが、大きく離れたスコアとなった試験所が7か所認められた。これらの試験所では、両方の試料のz-スコアが5以上あるいは-5以下となった。一方、-5～5の範囲では2試料のスコア間には相関性が認められなかった。

分析方法の影響

参加試験所が採用したヒスタミン分析法をTable 5に示す。LC-蛍光法を使用した試験所が最も多かった。蛍光誘導体化試薬としてオルトフタルアルデヒドを使用した試験所が12か所、ダンシルクロライドを使用した試験所が16か所、フルオレスカミンを使用した18か所、AccQ-Tagを使用した試験所が1か所であった。

キット法を使用した試験所数は2番目に多く、25試験所中22試験所が、キッコーマンバイオケミファ社製チェックカラーヒスタミンを使用した。その他に、2試験所がMBL社製ヒスタミンEIAキットを、1試験所がR-Biopharm社製RIDAスクリーンヒスタミンを使用した。

LC-MS法を採用した試験所数は16で、10試験所が誘導体化せず測定、ダンシル誘導体化した試験所が2か所、Py-Tag (2,4,6-トリエチル-3,5-ジメチルピリリウムトリフルオロメタンスルホン酸塩)誘導体化を行った試験所が1か所あった。また、条件の記載が不足しているため誘導体化の有無が不明な試験所が2か所あった。

上記の他に、UV検出器によるLC法を採用した試験所が5か所あり、その内の1試

験所はLC-TOF-MSによる確認を実施していた。オルトフタルアルデヒドで誘導体化する蛍光法を採用した試験所は2か所あった。

使用した試験所数の多かったLC-蛍光法、LC-MS法、キット法で得られたヒスタミン濃度報告値の統計量をTable 6に示す。大きく外れた値を含む、LC-蛍光法とLC-MS法では標準偏差がキット法よりも大きかったが、ロバスト標準偏差には大きな違いは認められなかった。ロバスト平均を比較すると、LC-蛍光法が他の2つの方法よりもやや大きい、有意の差とは認められなかった。

一か所の試験所で、LC-蛍光法、LC-MS法、キット法によって得られた結果をTable 7に示す。LC-蛍光法は蛍光化試薬としてダンシルを使用している。技能試験報告結果と同様に、LC-蛍光法の結果の平均値は96.97 $\mu\text{g/g}$ 、キット法は89.41 $\mu\text{g/g}$ で、LC-蛍光法の結果が10%程度大きかった。しかし、試行数が少なく、LC-蛍光法の結果の標準偏差が大きかったため、その差は有意ではなかった。

魚肉すり身中の一般生菌数技能試験パイロットスタディ

B. 研究方法

試料の作製

市販の魚肉すり身(原材料は、ぐち、いとより、卵白、でん粉、砂糖、食塩、みりん、酒精、調味料(アミノ酸等)、リン酸ナトリウム)約15 kgをサイレントカッタ

ーで均質化した。均質化した試料をポリプロピレン製の遮光瓶(ASONE;1-6137-03)に約70 gずつ小分けし、ナイロン製の袋(旭化成製、コーパック、品番 ST1525)に入れ、真空包装し送付まで-20 で冷凍保管した。

試料の均質性確認

試料の均質性を確認するために、作製した試料からランダムに10個を抜き取り、それぞれの内容物を均質化し、それぞれから2試験試料を採取し、一般生菌数を測定した。

一般生菌数測定方法

使用培地：標準寒天培地

培養条件：35 ± 1.0 、48 ± 3時間

希釈液：生理食塩水

接種量：1 mL/plate

パイロットスタディ

国内の試験所から参加者を募集し、一般生菌数分析技能試験のパイロットスタディを実施した。鍵のかかる容器に試料とドライアイスを入れ、参加試験所には宅配便(冷凍)により送付した。試料温度の変化を記録するためのロガーも同梱した。分析回数は1回とし、使用した分析法の概略も報告することとした。

C.D. 結果と考察

試料の均質性確認

作製した試料からランダムに10個を抜き取り、一般生菌数を2回分析した結果(cfu/g)の常用対数を分散分析し、繰り返

しの分散と試料間の分散を求め、それぞれから標準偏差を計算した。

ヒスタミン技能試験パイロットスタディ試料と同じく、The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories⁴⁾に示されているRecommendation 7及び8により試料の均質性の評価を行った。一般生菌数分析結果にはHorwitz式が適用できないため、微生物試験の一般的な室間精度とされている0.25を σ_p として使用した。均質性試験結果をTable 8に示す。試料の一般生菌数の常用対数はRecommendation 7と8の条件を満足したため、試料は技能試験に適切な均質性を有すると評価した。

技能試験パイロットスタディ

130か所の試験所から参加の申し込みがあり、全ての試験所から結果が報告された。分析方法は、各試験所が日常的に行っている方法とした。

報告された試料の一般生菌数(cfu/g)を常用対数に変換した値を報告値とした。Fig.4に報告値の常用対数のヒストグラムを示す。1試験所から低値側に離れた値が報告された以外は、やや低値側に広がった単一と見られる分布を示した。

報告値の平均値、ロバスト平均値、標準偏差、ロバスト標準偏差を求めた。ロバスト平均値およびロバスト標準偏差はAlgorithm Aにより計算した。Table 9に報告数、平均値、ロバスト平均値、標準偏差、ロバスト標準偏差を示す。報告値の

平均値は3.77、ロバスト平均値は3.79であり、ロバスト平均値と平均値はほぼ一致した。報告値の常用対数の標準偏差は0.39、ロバスト標準偏差は0.36であり、ロバスト標準偏差は標準偏差よりやや小さくなった。標準偏差ロバスト標準偏差とともに、微生物試験結果を常用対数化した際の一般的な室間標準偏差と言われている0.25を大きく上回った。

報告値、ロバスト平均値、ロバスト標準偏差から計算した報告値のz-スコアを昇順に並べたバーチャートをFig.5に示す。 $|z| \leq 2$ で満足と評価された試験所数は123、 $2 < |z| < 3$ で疑わしいと評価された試験所数は6、 $|z| \geq 3$ で不満足と評価された試験所数は1であった。

参加試験所が採用した試験条件をTable 10に示す。

Fig.6に、到着時の状況別の報告値を示す。到着時に試料が半解凍であった結果は少数(6)であるが、凍結していたと報告された結果との平均値の違いは見られなかった一方、分布の幅が大きかった。同梱したロガーで測定した温度は、全ての試料で試料到着まで0℃以下であった。

Fig.7に、試料採取量別の報告値を示す。試料採取量の平均値への大きな影響は見られなかった。

Fig.8に希釈水別の報告値を示す。ペプトンを加えた希釈水による平均値(3.82)は、生理食塩水を希釈水としたときの平均値(3.65)よりやや高く、有意の差があった。一方、希釈水を生理食塩水とした場

合と、リン酸緩衝液とした場合の平均値(3.80)には有意の差はみられなかった。

Fig.9に、使用した培地別の報告値を示す。標準寒天培地を使用した結果とフィルム等の培地調整を行わない方法で得られた結果に、平均値の違いは認められなかったが、培地調整を行わなかった結果の方が分布の幅が小さかった。

E. 研究発表

1. 論文発表

特になし

2. 学会発表

1) ホタテガイ中オカダ酸分析技能試験プログラムの開発及び統計学的評価、松田りえ子、荒川史博、納谷隆行、大城直雅、AOAC Japan section シンポジウム(2019年、7月)

2) 豚肉中エンロフロキサシン分析技能試験プログラムの開発、松田りえ子、荒川史博、畝山智香子、日本食品衛生学会第115回学術講演会(2019年10月)

参考文献

1) Codex Alimentarius Commission, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization, Codex procedural manual

2) W. Horwitz, L. R. Kamps and K. W. Boyer, J. Assoc. Off. Anal. Chem., 63,

1344 (1980)

3) Thompson M., *Analyst (Lond.)*, 125, 385-386, 2000

4) Thompson M, Ellison L. R., Wood R, *Pure Appl. Chem.*, 78, 145-196, 2006

Table 1 ヒスタミン分析法性能確認分析結果

1	90.12	92.53
2	96.07	100.05
3	94.97	100.88
4	91.71	92.89
5	91.28	92.43

Table 2 ヒスタミン分析法(LC-MS 法)性能

真度(%)	94.3
併行精度 RSD%	2.1
室内精度 RSD%	2.9

Table 3 ヒスタミン技能試験パイロットスタディ試料の均質性確認結果

	試料1 (g/g)	試料2(g/g)
c	9.4.E-05	1.0.E-04
S_{an}	1.1.E-06	1.4.E-06
S_{sam}	6.8.E-07	1.0.E-06
σ_p	7.6.E-06	8.0.E-06
$\sigma_p \times 0.5$	3.8.E-06	4.0.E-06
S_{sam}^2	4.6.E-13	1.0.E-12
$1.88 \times \sigma_{all}^2 + 1.01 \times S_{an}^2$	1.1.E-11	1.3.E-11

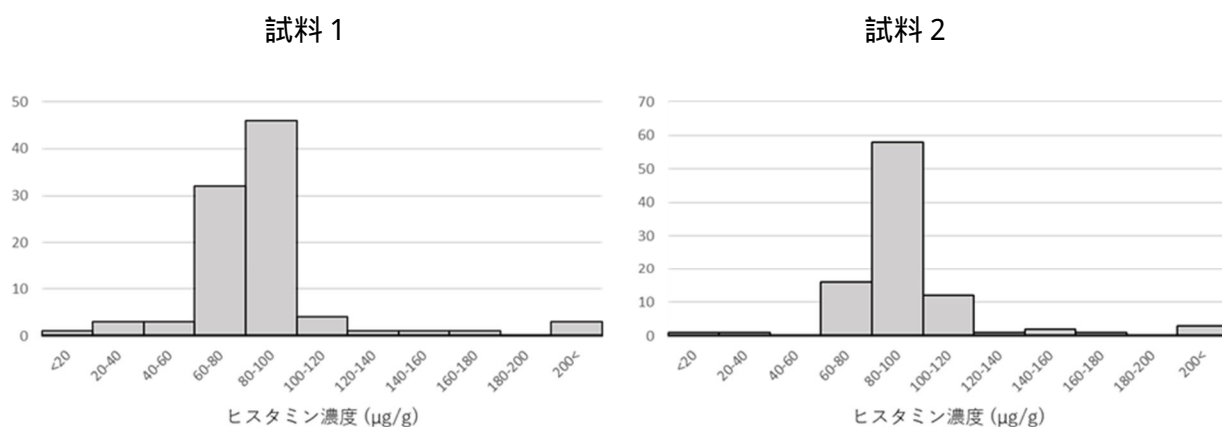


Fig.1 技能比較試験参加試験所からのヒスタミン報告結果のヒストグラム

Table 4 技能比較試験参加試験所からのヒスタミン報告結果の統計パラメータ

	試料 1	試料 2
報告数	95	95
最小値 (µg/g)	8.81	9.25
最大値 (µg/g)	624	440
平均値 (µg/g)	92.2	98.6
標準偏差 (µg/g)	67.3	52.3
RSD (%)	73.0	53.0
ロバスト平均値(µg/g)	82.9	90.4
ロバスト標準偏差(µg/g)	13.5	12.1
ロバストRSD (%)	16.3	13.3
推定標準偏差(µg/g)	6.8	7.3

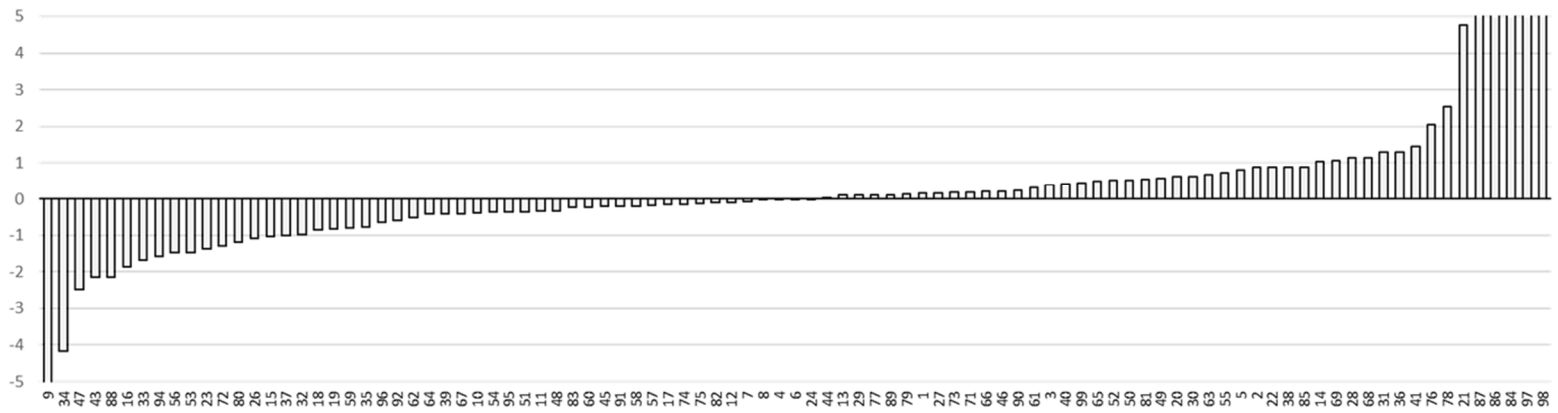
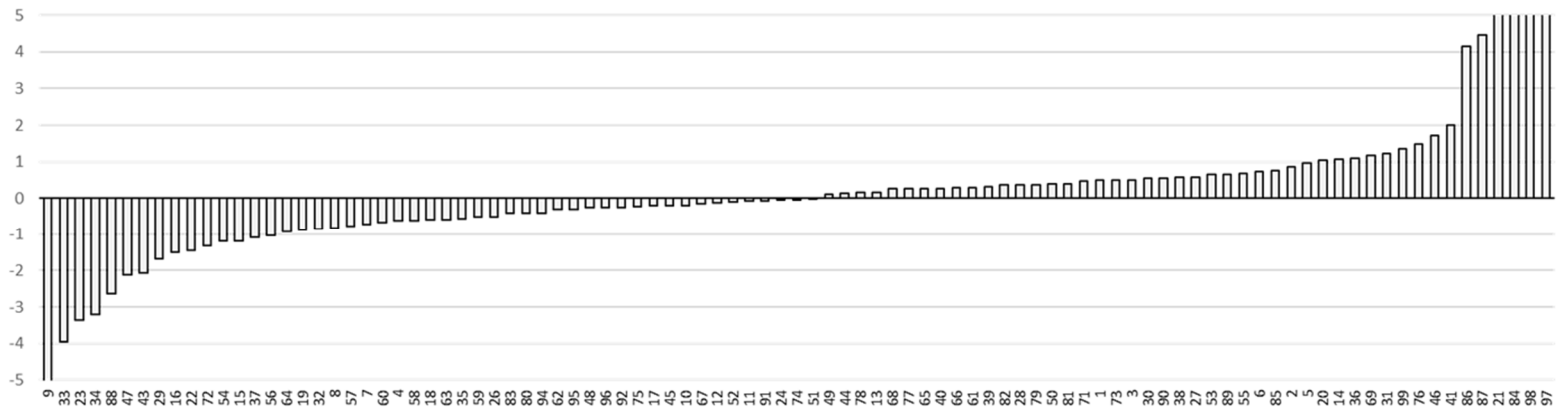


Fig.2 ヒスタミン技能試験パイロットスタディ参加試験所の z-スコア

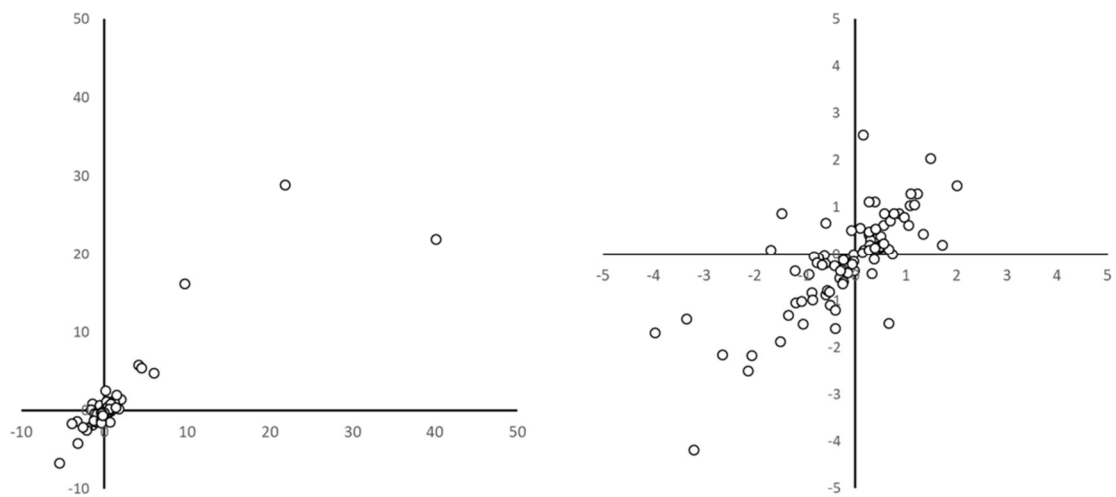


Fig.3 ヒスタミン技能試験パイロットスタディ 2 試料の z-スコア

Table 5 技能試験パイロットスタディ 参加試験所が使用したヒスタミン分析方法

ヒスタミン分析方法	使用した試験所数
LC-蛍光法	47
LC-MS法	16
LC-UV法	5
キット法	25
蛍光法	2

Table 6 LC-蛍光法、LC-MS 法、キット法で得られたヒスタミン技能試験報告値の統計量

	LC-蛍光法		LC-MS法		キット法	
	試料1	試料2	試料1	試料2	試料1	試料2
報告数	47	47	16	16	25	25
最小値 (μg/g)	8.81	9.25	54.2	60.3	29.3	40
最大値 (μg/g)	378	440	624	356	106	115
平均値 (μg/g)	93.9	103.8	111.5	103.0	77.1	87.0
標準偏差 (μg/g)	51.8	61.9	137.0	68.2	19.0	15.0
RSD (%)	55.2	59.6	122.9	66.2	24.6	17.3
ロバスト平均値(μg/g)	84.7	91.9	79.0	88.0	79.5	87.9
ロバスト標準偏差(μg/g)	14.7	13.2	11.9	10.7	14.9	13.1
ロバストRSD (%)	17.3	14.3	15.1	12.1	18.8	14.9

Table 7 一試験所内で LC-蛍光法、LC-MS 法、キット法で得られたヒスタミン濃度の統計量

試行	試料中残留濃度 (μg/g)		
	LC-蛍光法	LC-MS法	キット法
1	81.50	92.15	89.42
2	103.56	91.88	88.35
3	93.59	90.33	89.64
4	105.83	95.95	88.82
5	100.37	98.45	90.80
平均値	96.97	93.75	89.41
標準偏差	9.80	3.34	0.93
RSD%	10.1	3.6	1.0

Table 8 一般生菌数技能試験パイロットスタディ試料の均質性確認結果

S_{an}	0.059
S_{sam}	0.050
σ_p	0.25
$\sigma_p \times 0.5$	0.13
S_{sam}^2	2.5.E-03
$1.88 \times \sigma_{all}^2 + 1.01 \times S_{an}^2$	1.4.E-02

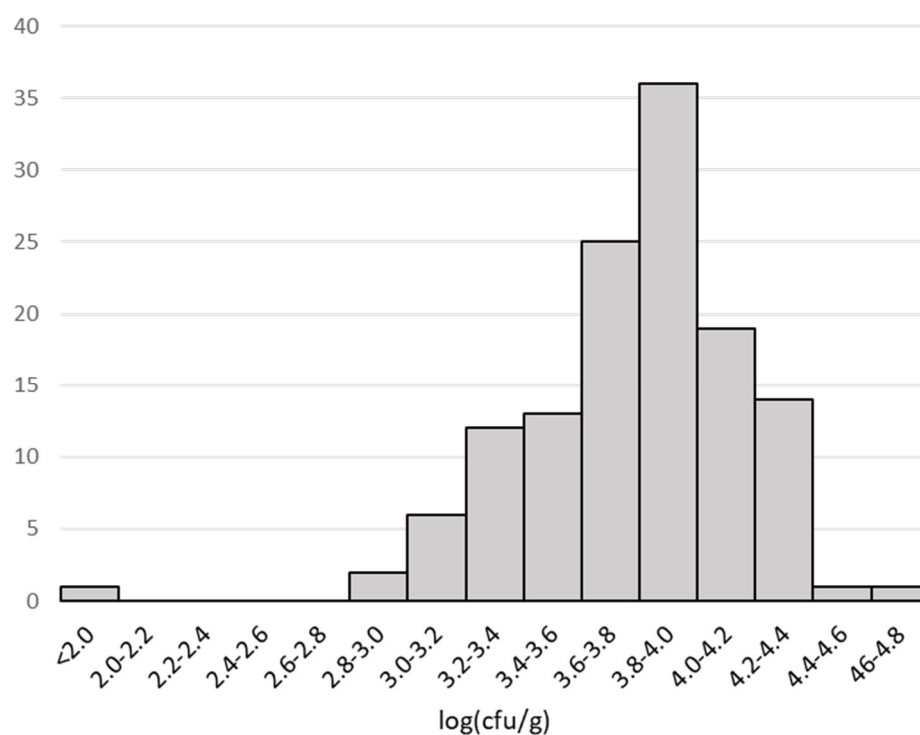


Fig.4 技能比較試験参加試験所からの一般生菌数報告結果のヒストグラム

Table 9 技能比較試験参加試験所からの一般生菌数報告結果の統計パラメータ

報告数	130
最小値	1.7
最大値	4.7
平均値	3.8
ロバスト平均値	3.8
標準偏差	0.39
ロバスト標準偏差	0.36

Table 10 一般生菌数技能試験パイロットスタディ参加試験所が採用した試験条件

条件等		試験所数	条件等		試験所数	
試料到着時の状態	凍結	120	試料採取量(g)	1	2	
	半解凍	6		5	5	
	確認せず	4		7	1	
試験実施日	1月21日	1		8	1	
	1月22日	3		10	40	
	1月23日	13		15-18	2	
	1月24日	8		20	1	
	1月25日	4		25	74	
	1月26日	2		30	2	
	1月27日	47		60	1	
	1月28日	31		不明	1	
	1月29日	17		希釈水	生理食塩水	28
	1月30日	2			リン酸緩衝液	73
	1月31日	1			ペプトン添加	26
	2月1日	1	その他		3	
				培地	標準寒天培地	117
			その他(フィルム等)		13	

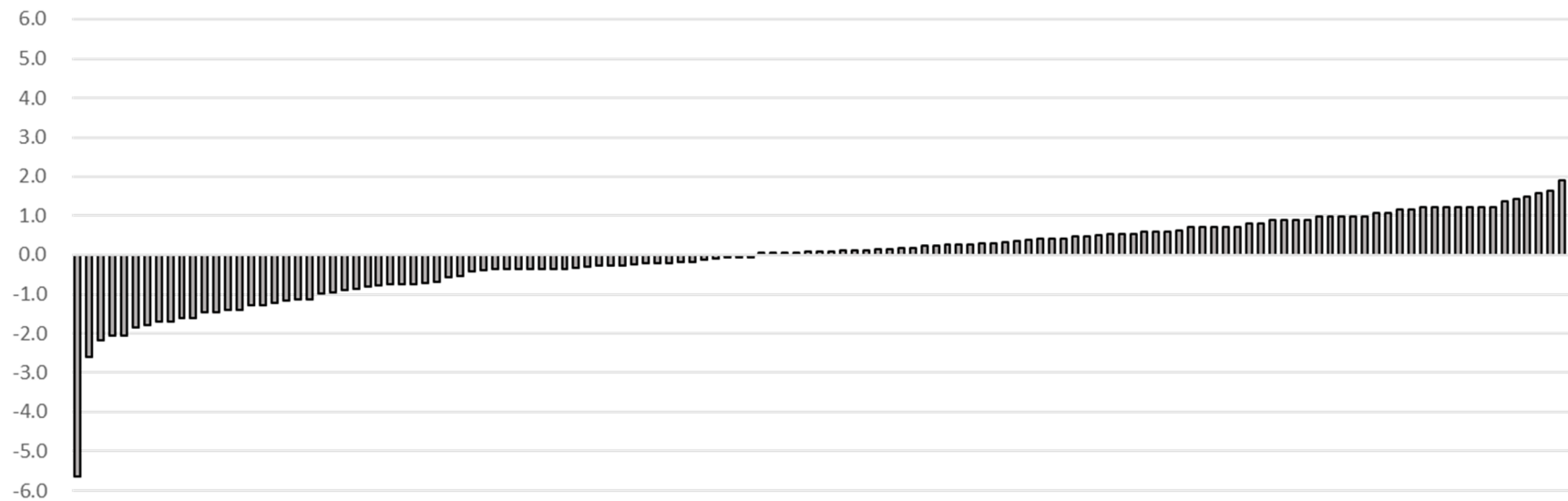


Fig. 5 一般生菌数技能試験パイロットスタディ参加試験所の z-スコア

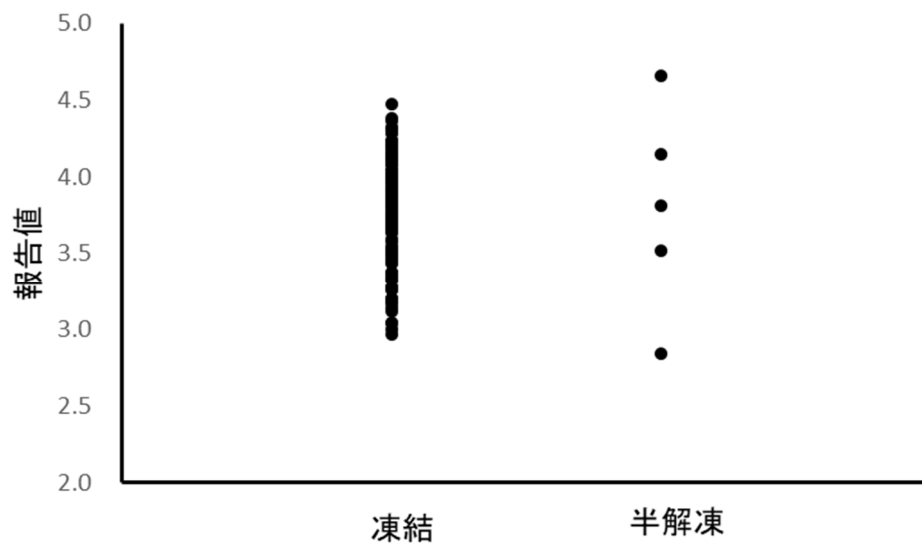


Fig.6 試料到着時状況別の報告値

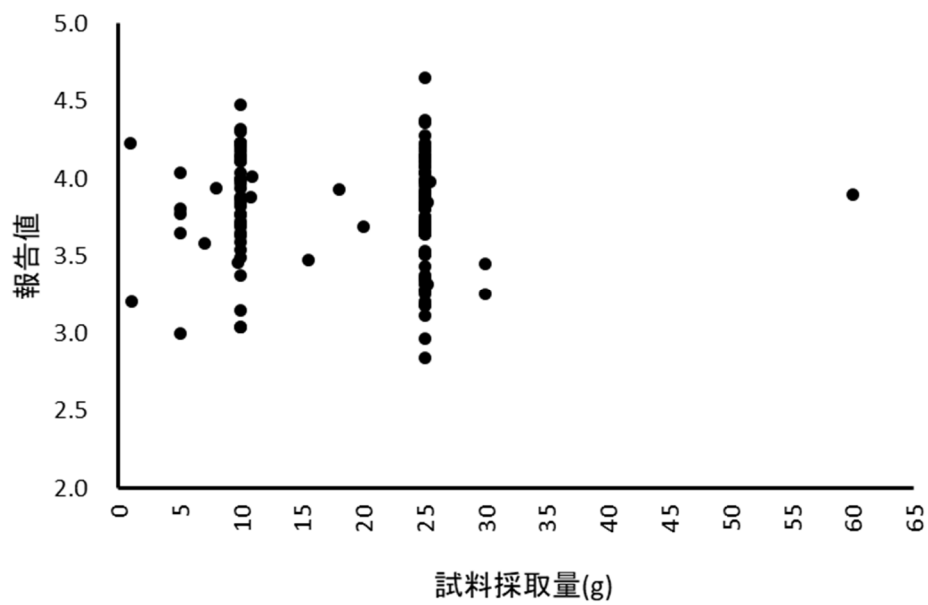


Fig.7 試料採取量別の報告値

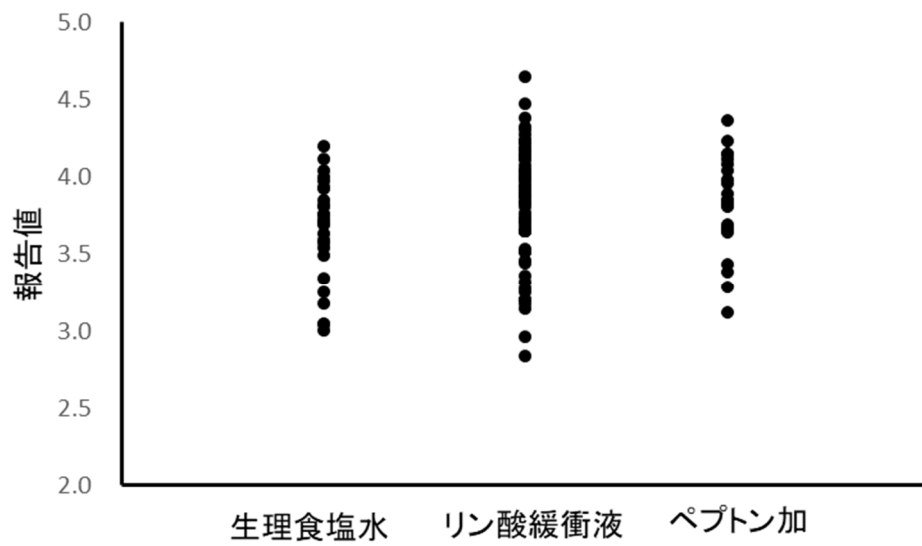


Fig.8 希釈水別の報告値

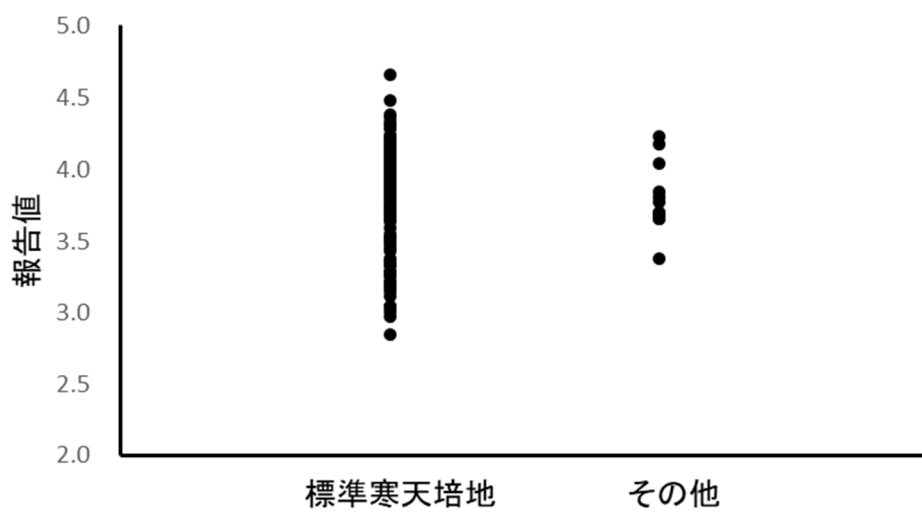


Fig.9 培地別の報告値