

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用試料の開発に関する研究

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

研究分担者 井部 明広 実践女子大学

研究要旨

厚生労働省は、食品の安全の担保と品質の向上に加えて食品に起因する健康危害リスクを管理することを目的に、有害物質等の上限濃度を規定した食品規格を策定し、その実効のために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(基準値)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に適合したアナライト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。新規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は、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。

本分担課題では、上記の課題を解決し、新規技能試験プログラムの開発を進めるにあたり、魚加工品を基材としたヒスタミン試験用ならびに一般生菌数の技能試験用試料の開発を行った。また、一般生菌数の技能試験においては輸送方法の検討についても行った。

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

松田 りえ子 国立医薬品食品衛生研究所

A. 研究目的

厚生労働省は、食品の安全の担保と向上に加えて食品による健康危害リスクを管

理することを目的に、有害物質等の上限濃度を規定した食品規格を策定し、その実効のために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(基準値)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、分析結果の品質保証が必須である。

分析結果の品質保証では、妥当性を確認(validation)し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(verification)すること、試験に関わる手順の文書化、手順通りに行われたことの確認と記録が必要である。これらの結果として、分析結果が一定の範囲に納まるような管理状態を達成する。さらに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。これら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、試験所間比較による技能試験への参加が必須である。それぞれの試験所が通常実施している試験のアナライズ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。

新規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は、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。

本分担課題では、本研究で実施されている課題「新規技能試験プログラム開発及び統計学的評価に関する研究」と連携して、新規技能試験を行うに際し、必要な試験試料の開発を行うことを目的とした。

本研究初年度の平成 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、試料開発を行った。さらに、動物薬を投与した豚を用いて技能試験用試料の作製を検討した。平成 30 年には、実際に動物薬を投与した豚の筋肉から調整した技能試験用試料の作製および下痢性貝毒、動物薬の検討試料について1年後の安定性試験を行った。また、最終年度にあたる本年度は、魚加工品中のヒスタミン技能試験用試料と魚すり身中の一般細菌数技能試験用試料の開発を行った。以下、これら2つの内容を分けて報告する。

I. さばを基材としたヒスタミン技能試験のための試料開発

ヒスタミンを多く含む食品を摂食した場合、食後数分で頭痛、顔面の紅潮、発熱等のアレルギー様症状を引き起こすことから、海外では魚類やその加工品中のヒスタミン濃度の基準値が設定されている。一方国内では、食品中のヒスタミン濃度の基準値は設定されていないものの、製造、流通段階における温度管理、製造時の工程管理検査などその適切な管理が求められている¹⁾。しかし、国内には検査の信頼性を担保する手段の

一つとなる技能試験が実施されていない。

そこで本分担研究ではヒスタミン技能試験パイロットスタディに供する試料の開発を行った。

B.研究方法

加熱殺菌後に目的の濃度となる試料を調整するために、予備検討としてヒスタミンの熱安定性を確認した。次に実際に市場に流通しているさばの缶詰には調味されているものがあり、この調味成分が測定値に影響を及ぼさないかを確認するために、技能試験の試料としてみそ煮と水煮の2種類の缶詰を調整した。

ヒスタミンの熱安定性

ヒスタミンの加熱安定性を確認するために50, 100, 150 µg/g の試料を作製し、121、15 分間の条件で殺菌した際にそれぞれの濃度における残存率を確認した。50 µg/g の試料は 9.94 kg のさば水煮に対して 0.8363 g のヒスタミン二塩酸塩(富士フィルム和光株式会社製; Code:087-03553)を添加した。100 µg/g の試料は 9.98 kg のさば水煮に対して 1.6557 g のヒスタミン二塩酸塩、150 µg/g の試料は 10.08 kg のさば水煮に対して 2.5090 g のヒスタミン二塩酸塩を添加してよく混合した。混合後の試料を平3号缶に約 50 g ずつ小分けし、ミニシーマ MS4S(木村エンジニアリング株式会社製)を用いて製缶した。得られた試料数は、50 µg/g は 149 缶、100 µg/g は 150 缶、150 µg/g は 165 缶であ

った。

技能試験試料の作製

添加するヒスタミンの濃度は Codex 委員会で設定されているマグロ、イワシ等の腐敗基準である 100 µg/g とした。

試料 1 として市販のさばみそ煮缶詰 13.70 kg をサイレントカッター(KILIA 社製)の攪拌モードで約 1 分間運転することで粗く粉碎した。その後、10 mL の純水に溶解したヒスタミン二塩酸塩 2.25 g を低速で回転させながら添加し、さらに約 3 分間高速モードで混合・均質化した(Fig.1)。試料 2 は市販水煮缶詰 13.94 kg を試料1と同様の手順で混合・均質化した。添加するヒスタミンはヒスタミン二塩酸塩 2.27 g を純水 10 mL に溶かし、試料 1 と同様の手順で添加した。

混合後の試料を平3号缶に約 90 g ずつ小分けし、ミニシーマ MS4S(木村エンジニアリング株式会社製)を用いて製缶した。製缶した缶詰を 121、15 分の条件でレトルト殺菌を行った。レトルト殺菌には熱水循環式レトルト殺菌装置(UHR-W70, (株)神垣鉄工所製)を用いた。

得られた試料は、試料 1 は 139 缶、試料 2 は 150 缶であった。

試料の作製は日本ハム株式会社中央研究所で行った。

均質性評価の概略

均質性試験は公益社団法人日本食品衛生協会 食品衛生研究所で実施した。

作製した試料の均質性を確認するために、試料1の139缶、試料2の150缶から、それぞれランダムに10缶を抜き取り、均質性の評価

試料とした。

均質性の評価は課題4「新規技能試験プログラム開発及び統計学的評価に関する研究」において実施した。

安定性評価

均質性評価と技能試験に用いた残りの試料からそれぞれランダムに10缶を抜き取り、安定性の評価を行った。安定性評価の実施時期は試料調整から2ヶ月後の技能試験パイロットスタディ終了時に行った。

C. D. 結果と考察

ヒスタミンの熱安定性

ヒスタミンの加熱による安定性は50, 100, 150 µg/gの3つの濃度帯で確認した。添加したヒスタミン二塩酸塩の量から計算される理論値はそれぞれ、50.79, 100.16, 150.29 µg/gであった。Table 1に示す通り、均質化、製缶、加熱と一連の処理を行った試料を測定した結果は、それぞれ48.09, 93.62, 141.20 µg/gであった。以上より、均質化処理と121 で15分間の加熱操作を行った試料のヒスタミン残存率は94.7, 93.5, 94.0 %であり、濃度による差は確認されなかった。

技能試験試料の作製

試料1は市販のさばみそ煮缶詰 13.70 kgを基材とし139缶、試料2は市販のさば水煮缶詰 13.94 kgを基材とし150缶の試料を得た。ヒスタミン二塩酸塩の添加量から計算される試料1のヒスタミン理論値 99.01 µg/g、試料2のヒスタミン理論値 98.50 µg/gに対して、実際の測定値はそれぞれ 93.66, 99.74 µg/gであった(Table 2)。

試料の安定性評価

安定性の評価は技能試験に用いた残試料(試料1は30缶、試料2は41缶)からランダムに10缶抜き取りそれぞれ2回の繰り返し試験を行い均質性試験と同様に The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories に示されている Recommendation 7, 8 に従って行った。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 s^2_{sam} 、 $s_{all}=0.3 \times s_p$ とするとき、 $s^2_{sam} < 1.88 \times s^2_{all} + 1.01 \times s_{an}^2$ を満たせば試料は均質と判断される。Table 3に示すように試料1, 2ともに上記評価基準を満たしており、試料の均質性は維持されていた。一方、Table 4に示す通り試料1のヒスタミン濃度は安定性試験時には均質性試験時から平均値が3 µg/g程度減少し、有意な差が見られたが Horwitz 式から予測される試験所間の標準偏差が7 µg/g程度、技能試験の室間標準偏差は10 µg/g程度であることから、技能試験の結果の評価には影響が小さいと考えられた。試料1については基材にみそ煮を使用しているため、調味料の影響によりヒスタミンが減少したことも考えられるが、残試料数が少なかつたため、さらに長期の安定性試験が実施できず十分な原

因追及には至らなかった。

II. 魚肉すり身を基材とした一般生菌数技能試験のための試料開発

B. 研究方法

微生物定量試験の実施を困難にしている主な理由に輸送方法の困難さとアナライトが生き物であるため安定性が担保できない点が挙げられる。そこで本分担研究では、昨年度の予備検討において一般生菌の安定性が確認された魚すり身を用いて試料の作製を行い。さらに、「感染症発生動向調査事業等においてゆうパックで検体を送付する際の留意事項」(平成 24 年 3 月 15 日付 健感発第 0315 第 1 号)に従って試料の輸送方法を検討した。

試料作製

微生物の定量試験用試料は、アナライトの性質から過度な冷凍条件では微生物が冷凍損傷を受け、時間の経過とともに定量値が低くなる。一方で、十分な低温状態が保てていないと、低温で増殖可能な微生物が増え、時間の経過とともに定量値が高くなる。このように長期の安定性を確保できない事が試料開発の妨げの要因となっている。そこで昨年度の予備検討において良好な結果を得た添加物入りの魚すり身(柳都入船製)を用いて 130 機関を対象とした技能試験パイロットスタディ試料の作製を行った。用いたすり身の原材料は、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)、リン酸塩(Na)であった。

魚すり身 15 kg をサイレントカッター(KILIA 社製)の低速運転で約 1 分間かけて粗く粉碎した。その後、高速運転で 5 分間粉碎し、均質化試料とした。この均質化した試料を一次容器としてポリプロピレン製の遮光瓶(ASONE; 1-6137-03)に約 70 g ずつ充填して(Fig.2)、二次容器であるポリエチレン製の袋(旭化成製、コーパック; 品番 ST1525)に入れ真空包装し、使用時まで-20 で冷凍保管した。

試料の作製は日本ハム株式会社中央研究所で行った。

均質性評価

均質性試験は公益社団法人日本食品衛生協会 食品衛生研究所で実施した。

作製した試料からランダムに 10 個を抜き取り、容器内でよく混合し各容器から 25 g を 2 回採取し、一般生菌数の測定を行った。試料 25 g に対して 225 mL の生理食塩水を加えストマッカーで 1 分間混合し、1 mL をシャーレに播種し、標準寒天培地を注ぎよく攪拌したのち、倒置して 35 で 48 時間の培養を行った。均質性の試験は 12 月 21 日に行った。

均質性の評価は課題 4「新規技能試験プログラム開発及び統計学的評価に関する研究」において実施した。

安定性評価

作製した試料からランダムに 3 個を抜き取り、容器内でよく混合し各容器から 25 g を 2 回採取し、一般生菌数の測定を行った。試

験の実施方法は均質性評価と同様に行った。安定性試験は技能試験開始時の 1 月 22 日と試験終了時の 2 月 3 日に行った。

試料の梱包と輸送

「感染症発生動向調査事業等においてゆうパックで検体を送付する際の留意事項」(平成 24 年 3 月 15 日付 健感発第 0315 第 1 号)に従って試料の梱包を行った。梱包方法は以下に示す 4 重構造で行った。一次容器に試料を充填し、試料漏洩防止のためにポリエチレン製の二次容器で一次容器を真空包装し、発泡スチロール製の三次容器に真空包装済の試料、ドライアイスおよび温度ロガーを入れた基本 3 重包装を行ったうえで鍵付きの 4 次容器に入れた。

試料はすべての技能試験参加者に 1 月 23 日に届くよう、航空便を使用する地域にある 15 の試験所には 1 月 21 日に、その他の地域にある 114 の試験所には 1 月 22 日に発送した。1 機関のみ参加試験所の都合により、22 日に届くように手配した。

輸送時の温度上昇により技能試験試料に問題が生じないかモニタリングするために、発送時から 10 分間隔で温度をモニタリングし全ての機関が試料を受領するまでの期間の温度をモニタリングした。

C. D. 結果と考察

試料作製

食品衛生法に従い 25 g のサンプリングを 2 回行えるよう、1 容器あたりに 70 g 以上試

料を充填した 186 個の一般生菌数技能試験試料を得た。技能試験用の試料は作製時の 12 月 12 日から試験所に送付する 1 月 21 日まで二次容器の状態で -20 で保存した。

均質性評価

均質性の評価は作製した試料 186 個からランダムに 10 個抜き取りそれぞれ 2 回の繰り返し試験を行い The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories に示されている Recommendation 7, 8 に従って行った。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 $s^2_{sam}, s_{all}=0.3 \times s_p$ とするとき、 $s^2_{sam} < 1.88 \times s^2_{all} + 1.01 \times s_{an}^2$ を満たせば試料は均質と判断される。Table 7 に示すように上記評価基準を満たしており、試料は均質であると評価した。

安定性評価

安定性試験は技能試験開始時の 1 月 22 日と試験終了時の 2 月 3 日に、それぞれランダムに 3 個の試料を抜き取り、2 回の繰り返し試験を行い、微生物試験の一般的な標準偏差と言われている 0.25 を判断基準として採用した。Table 6, 8, 9 に示す通り、試料調整時から試験開始時、試験終了時の常用対数値はそれぞれ 4.635, 4.438, 4.115 と試

験開始時から試験終了時の2週間においても常用対数値で0.323減少しており、試料は安定ではないと評価された。昨年度実施した予備検討においては約1ヵ月間安定であったことから考えると、使用したすり身の自然汚染菌の種類、性質による影響ではないかと考えられる。大規模な技能試験を実施するにあたり安定性が担保された試料を供給するには、意図的に特定の食中毒菌を添加するなどの改善を行う必要がある。

試料の梱包と輸送

今後食中毒菌の定量試験を実施する事も視野に入れ、「感染症発生動向調査事業等においてゆうパックで検体を送付する際の留意事項」(平成24年3月15日付 健感発第0315第1号)に従って試料の発送作業を行った。

4重包装までの梱包段階は問題なく行うことができた。しかし、試料の輸送に関しては日本郵便株式会社と打合せを重ね発送の準備までは整えたが、最終的にはドライアイスを満たした郵送物は受け入れてもらうことができず、ヤマト運輸株式会社の冷凍便により試料を輸送することとなった。微生物の大規模な技能試験を行うに当たっては、試料調整に加えて、輸送方法等のインフラについても十分に検討しなければならないことが確認された。

試料は1月23日に参加者の手元に届くように、航空便を利用し翌々日に配達予定の地域にある試験所には1月21日発送、

翌日に届く試験所には1月22日に発送した。Table 10に示す通り、すべての試験所に1月23日に試料は到着した(参加者の都合により1月22日に受け取り希望であった試験所番号119は除く)。1月21日発送の16の試験所で最も遅く試料が届いたのは試験所番号42、1月22日発送の114の試験所で最も遅く試料が届いたのは試験所番号14であった。試験所番号42は1月23日の11時24分に試料の配達完了し、試験所番号14は1月23日の16時50分に試料の配達完了した。1月21日発送の16試験所の温度モニタリング結果をFig. 4に1月22日に発送の114試験所の温度モニタリング結果をFig. 6に示した。また、それぞれの発送日において最も配達が遅かった試験所番号42、14の試料輸送時の温度モニタリング結果をFig. 5, 7に示した。全ての試験所ともTable 10に示す試料配達完了時間までは温度の上昇がなく、トラックの積み替え時も含めて試料の輸送は問題なく実施されていることが確認できた。

E. 研究発表

1. 論文発表

特になし

2. 学会発表

AOAC International Japan section 第22回
年次大会

2019年7月12日

一般生菌数の技能試験を行うにあたっての
予備検討

荒川 史博, 松田 りえ子, 井部 明広

参考文献

- 1) 食品安全委員会:ファクトシート(ヒスタミン)(平成 26 年 3 月 26 日更新)

https://www.fsc.go.jp/sonota/factsheets/140326_histamine.pdf



Fig.1 ヒスタミン試料作製(左上:攪拌時、右:低速モードでの粉碎時、左下:高速モードでの粉碎後)

Table 1 試料作製時のヒスタミンの残存率

| 缶番号 | 50 µg/g | | 缶番号 | 100 µg/g | | 缶番号 | 150 µg/g | |
|-----------|---------|-------|-----|----------|--------|-----|----------|--------|
| | 測定1 | 測定2 | | 測定1 | 測定2 | | 測定1 | 測定2 |
| 11 | 47.54 | 48.21 | 28 | 90.47 | 95.32 | 6 | 134.81 | 138.10 |
| 81 | 49.64 | 48.17 | 122 | 93.21 | 95.11 | 29 | 140.49 | 137.90 |
| 91 | 49.18 | 49.94 | 158 | 98.07 | 95.91 | 113 | 144.75 | 143.30 |
| 117 | 47.54 | 47.26 | 212 | 95.90 | 96.68 | 146 | 140.17 | 139.81 |
| 201 | 47.96 | 46.43 | 268 | 90.97 | 98.20 | 176 | 138.53 | 143.19 |
| 257 | 48.95 | 46.86 | 325 | 91.15 | 95.14 | 266 | 145.06 | 140.70 |
| 317 | 47.97 | 47.84 | 382 | 89.79 | 89.81 | 329 | 145.77 | 139.11 |
| 387 | 48.26 | 47.71 | 425 | 92.85 | 88.23 | 359 | 144.11 | 137.70 |
| 397 | 46.32 | 49.30 | 482 | 93.03 | 91.83 | 483 | 146.26 | 145.55 |
| 487 | 48.94 | 47.83 | 498 | 97.38 | 93.33 | 543 | 136.80 | 141.85 |
| 総平均(µg/g) | | 48.09 | | | 93.62 | | | 141.20 |
| 添加量(µg/g) | | 50.79 | | | 100.16 | | | 150.29 |
| 残存率(%) | | 94.7 | | | 93.5 | | | 94.0 |

Table 2 ヒスタミン試料調整時の均質性試験結果

| | 試料1(みそ煮) | | 試料2(水煮) | |
|-----------|----------|-------|---------|--------|
| | 測定1 | 測定2 | 測定1 | 測定2 |
| 1 | 93.57 | 94.27 | 96.02 | 100.34 |
| 2 | 93.84 | 94.61 | 97.41 | 98.28 |
| 3 | 91.68 | 93.98 | 101.43 | 100.09 |
| 4 | 92.92 | 92.79 | 97.52 | 97.11 |
| 5 | 94.71 | 92.64 | 99.63 | 101.88 |
| 6 | 94.72 | 96.87 | 100.90 | 99.49 |
| 7 | 92.58 | 93.91 | 99.37 | 100.68 |
| 8 | 92.99 | 95.21 | 99.41 | 101.20 |
| 9 | 94.49 | 93.43 | 101.66 | 100.79 |
| 10 | 91.53 | 92.44 | 99.68 | 101.83 |
| 総平均(μg/g) | | 93.66 | | 99.74 |

Table 3 ヒスタミン試料調整時の均質性試験結果の評価

| | 試料1(みそ煮) (μg/g) | 試料2(水煮) (μg/g) |
|---|--------------------|-------------------|
| s_{an} | 1.1E-06 | 1.4E-06 |
| s_{sam} | 6.8E-07 | 1.0E-06 |
| σ_p | 7.6E-06 | 8.0E-06 |
| $\sigma_{all}(0.5\sigma_p)$ | 3.8E-06 | 4.0E-06 |
| s_{sam}^2 | 4.6E-13 | 1.0E-12 |
| $1.88 \times \sigma_{all}^2 + 1.01 \times s_{an}^2$ | 1.1E-11 | 1.3E-11 |

Table 4 ヒスタミン技能試験終了時の均質性試験結果

| | 試料1(みそ煮) | | 試料2(水煮) | |
|------------------------|----------|-------|---------|--------|
| | 測定1 | 測定2 | 測定1 | 測定2 |
| 1 | 86.20 | 86.97 | 97.22 | 96.44 |
| 2 | 91.32 | 93.45 | 98.11 | 100.20 |
| 3 | 90.85 | 94.31 | 98.12 | 100.47 |
| 4 | 91.57 | 94.77 | 100.86 | 99.42 |
| 5 | 87.79 | 90.07 | 97.14 | 96.58 |
| 6 | 88.90 | 88.90 | 100.42 | 100.21 |
| 7 | 89.99 | 91.62 | 99.18 | 98.74 |
| 8 | 88.97 | 89.19 | 99.70 | 101.25 |
| 9 | 92.30 | 93.63 | 99.88 | 97.26 |
| 10 | 86.26 | 88.71 | 96.24 | 99.00 |
| 総平均($\mu\text{g/g}$) | | 90.29 | | 98.82 |

Table 5 ヒスタミン技能試験終了時の均質性試験結果の評価

| | 試料1(みそ煮) | 試料2(水煮) |
|---|---------------------|---------------------|
| | ($\mu\text{g/g}$) | ($\mu\text{g/g}$) |
| s_{an} | 1.5E-06 | 1.2E-06 |
| s_{sam} | 2.2E-06 | 1.0E-06 |
| σ_p | 7.3E-06 | 7.9E-06 |
| $\sigma_{all}(0.5\sigma_p)$ | 3.7E-06 | 4.0E-06 |
| s_{sam}^2 | 4.7E-12 | 1.1E-12 |
| $1.88 \times \sigma_{all}^2 + 1.01 \times s_{an}^2$ | 1.1E-11 | 1.2E-11 |



Fig. 2 一般生菌数試料作製(左:高速運転での粉碎後、右:ポリプロピレン容器に重点後)



Fig. 3 試料を輸送する際の基本的3重包装と4次容器

(左上:1次容器 ポリプロピレン製遮光瓶、左下:2次容器 ポリエチレン製フィルム、
右上:3次容器 発泡スチロール製、右下:4次容器 鍵付きケース)

Table 6 一般生菌数技能試験試料調整時の均質性試験結果

| 試料番号 | 測定1 | 測定2 |
|------------|-------|-------|
| 40 | 4.708 | 4.658 |
| 45 | 4.525 | 4.544 |
| 67 | 4.505 | 4.703 |
| 69 | 4.732 | 4.605 |
| 72 | 4.618 | 4.585 |
| 87 | 4.602 | 4.618 |
| 105 | 4.748 | 4.712 |
| 109 | 4.748 | 4.712 |
| 141 | 4.623 | 4.550 |
| 147 | 4.618 | 4.580 |
| 総平均(常用対数值) | | 4.635 |

Table 7 一般生菌数技能試験試料調整時の均質性試験結果の評価

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

Table 8 一般生菌数技能試験開始時の安定性試験結果

| 試料番号 | 測定1 | 測定2 |
|------------|-------|-------|
| 155 | 4.498 | 4.450 |
| 166 | 4.365 | 4.368 |
| 171 | 4.498 | 4.450 |
| 総平均(常用対数値) | | 4.438 |

Table 9 一般生菌数技能試験終了時の安定性試験結果

| 試料番号 | 測定1 | 測定2 |
|------------|-------|-------|
| 157 | 4.104 | 4.176 |
| 164 | 4.099 | 4.188 |
| 185 | 4.039 | 4.086 |
| 総平均(常用対数値) | | 4.115 |

Table 10 一般生菌数試験試料の配送状況(グレーの網掛けは21日発送の16試験所)

| 試験所番号 | 出荷日 | 到着日 | 到着時刻 | 試験所番号 | 出荷日 | 到着日 | 到着時刻 | 試験所番号 | 出荷日 | 到着日 | 到着時刻 | 試験所番号 | 出荷日 | 到着日 | 到着時刻 |
|-------|-----------|-----|------|-------|-----------|-----|------|-------|-----------|-----|------|-------|-----------|-----|------|
| 1 | 2020/1/21 | 123 | 1117 | 36 | 2020/1/22 | 123 | 945 | 71 | 2020/1/22 | 123 | 947 | 106 | 2020/1/22 | 123 | 914 |
| 2 | 2020/1/22 | 123 | 907 | 37 | 2020/1/22 | 123 | 940 | 72 | 2020/1/22 | 123 | 1507 | 107 | 2020/1/22 | 123 | 914 |
| 3 | 2020/1/22 | 123 | 1455 | 38 | 2020/1/22 | 123 | 940 | 73 | 2020/1/22 | 123 | 1532 | 108 | 2020/1/22 | 123 | 927 |
| 4 | 2020/1/22 | 123 | 947 | 39 | 2020/1/22 | 123 | 1036 | 74 | 2020/1/22 | 123 | 1406 | 109 | 2020/1/22 | 123 | 953 |
| 5 | 2020/1/22 | 123 | 855 | 40 | 2020/1/22 | 123 | 1451 | 75 | 2020/1/22 | 123 | 905 | 110 | 2020/1/22 | 123 | 1156 |
| 6 | 2020/1/22 | 123 | 951 | 41 | 2020/1/22 | 123 | 936 | 76 | 2020/1/22 | 123 | 1031 | 111 | 2020/1/22 | 123 | 1017 |
| 7 | 2020/1/22 | 123 | 859 | 42 | 2020/1/21 | 123 | 1124 | 77 | 2020/1/22 | 123 | 954 | 112 | 2020/1/22 | 123 | 1100 |
| 8 | 2020/1/22 | 123 | 1004 | 43 | 2020/1/22 | 123 | 1125 | 78 | 2020/1/22 | 123 | 914 | 113 | 2020/1/22 | 123 | 1043 |
| 9 | 2020/1/22 | 123 | 814 | 44 | 2020/1/22 | 123 | 1051 | 79 | 2020/1/22 | 123 | 936 | 114 | 2020/1/22 | 123 | 852 |
| 10 | 2020/1/22 | 123 | 934 | 45 | 2020/1/22 | 123 | 920 | 80 | 2020/1/22 | 123 | 845 | 115 | 2020/1/22 | 123 | 852 |
| 11 | 2020/1/22 | 123 | 1500 | 46 | 2020/1/22 | 123 | 1056 | 81 | 2020/1/22 | 123 | 1027 | 116 | 2020/1/22 | 123 | 910 |
| 12 | 2020/1/22 | 123 | 934 | 47 | 2020/1/22 | 123 | 1024 | 82 | 2020/1/22 | 123 | 1046 | 117 | 2020/1/22 | 123 | 933 |
| 13 | 2020/1/22 | 123 | 934 | 48 | 2020/1/22 | 123 | 1554 | 83 | 2020/1/22 | 123 | 843 | 118 | 2020/1/22 | 123 | 904 |
| 14 | 2020/1/22 | 123 | 1650 | 49 | 2020/1/22 | 123 | 1016 | 84 | 2020/1/22 | 123 | 933 | 119 | 2020/1/21 | 122 | 959 |
| 15 | 2020/1/22 | 123 | 1508 | 50 | 2020/1/21 | 123 | 1011 | 85 | 2020/1/22 | 123 | 1152 | 120 | 2020/1/22 | 123 | 1001 |
| 16 | 2020/1/22 | 123 | 1348 | 51 | 2020/1/22 | 123 | 1016 | 86 | 2020/1/22 | 123 | 1034 | 121 | 2020/1/22 | 123 | 847 |
| 17 | 2020/1/21 | 123 | 904 | 52 | 2020/1/22 | 123 | 950 | 87 | 2020/1/22 | 123 | 949 | 122 | 2020/1/22 | 123 | 904 |
| 18 | 2020/1/21 | 123 | 1022 | 53 | 2020/1/21 | 123 | 827 | 88 | 2020/1/22 | 123 | 949 | 123 | 2020/1/22 | 123 | 1039 |
| 19 | 2020/1/21 | 123 | 1056 | 54 | 2020/1/22 | 123 | 943 | 89 | 2020/1/22 | 123 | 1007 | 124 | 2020/1/22 | 123 | 944 |
| 20 | 2020/1/21 | 123 | 1056 | 55 | 2020/1/22 | 123 | 946 | 90 | 2020/1/22 | 123 | 1039 | 125 | 2020/1/22 | 123 | 945 |
| 21 | 2020/1/22 | 123 | 939 | 56 | 2020/1/22 | 123 | 954 | 91 | 2020/1/22 | 123 | 947 | 126 | 2020/1/22 | 123 | 858 |
| 22 | 2020/1/22 | 123 | 1431 | 57 | 2020/1/22 | 123 | 1003 | 92 | 2020/1/22 | 123 | 947 | 127 | 2020/1/22 | 123 | 910 |
| 23 | 2020/1/22 | 123 | 942 | 58 | 2020/1/22 | 123 | 1003 | 93 | 2020/1/22 | 123 | 944 | 128 | 2020/1/22 | 123 | 935 |
| 24 | 2020/1/22 | 123 | 1453 | 59 | 2020/1/22 | 123 | 937 | 94 | 2020/1/22 | 123 | 1017 | 129 | 2020/1/21 | 123 | 1014 |
| 25 | 2020/1/21 | 123 | 956 | 60 | 2020/1/22 | 123 | 943 | 95 | 2020/1/22 | 123 | 908 | 130 | 2020/1/21 | 123 | 939 |
| 26 | 2020/1/22 | 123 | 1055 | 61 | 2020/1/22 | 123 | 933 | 96 | 2020/1/21 | 123 | 1038 | | | | |
| 27 | 2020/1/22 | 123 | 1402 | 62 | 2020/1/22 | 123 | 1402 | 97 | 2020/1/21 | 123 | 853 | | | | |
| 28 | 2020/1/22 | 123 | 855 | 63 | 2020/1/22 | 123 | 1402 | 98 | 2020/1/21 | 123 | 853 | | | | |
| 29 | 2020/1/22 | 123 | 916 | 64 | 2020/1/22 | 123 | 905 | 99 | 2020/1/22 | 123 | 1111 | | | | |
| 30 | 2020/1/22 | 123 | 1027 | 65 | 2020/1/22 | 123 | 1147 | 100 | 2020/1/22 | 123 | 1025 | | | | |
| 31 | 2020/1/22 | 123 | 1108 | 66 | 2020/1/22 | 123 | 855 | 101 | 2020/1/22 | 123 | 908 | | | | |
| 32 | 2020/1/22 | 123 | 920 | 67 | 2020/1/22 | 123 | 1005 | 102 | 2020/1/22 | 123 | 930 | | | | |
| 33 | 2020/1/22 | 123 | 916 | 68 | 2020/1/22 | 123 | 1005 | 103 | 2020/1/22 | 123 | 908 | | | | |
| 34 | 2020/1/22 | 123 | 1449 | 69 | 2020/1/22 | 123 | 954 | 104 | 2020/1/21 | 123 | 1026 | | | | |
| 35 | 2020/1/22 | 123 | 1006 | 70 | 2020/1/22 | 123 | 947 | 105 | 2020/1/22 | 123 | 1117 | | | | |

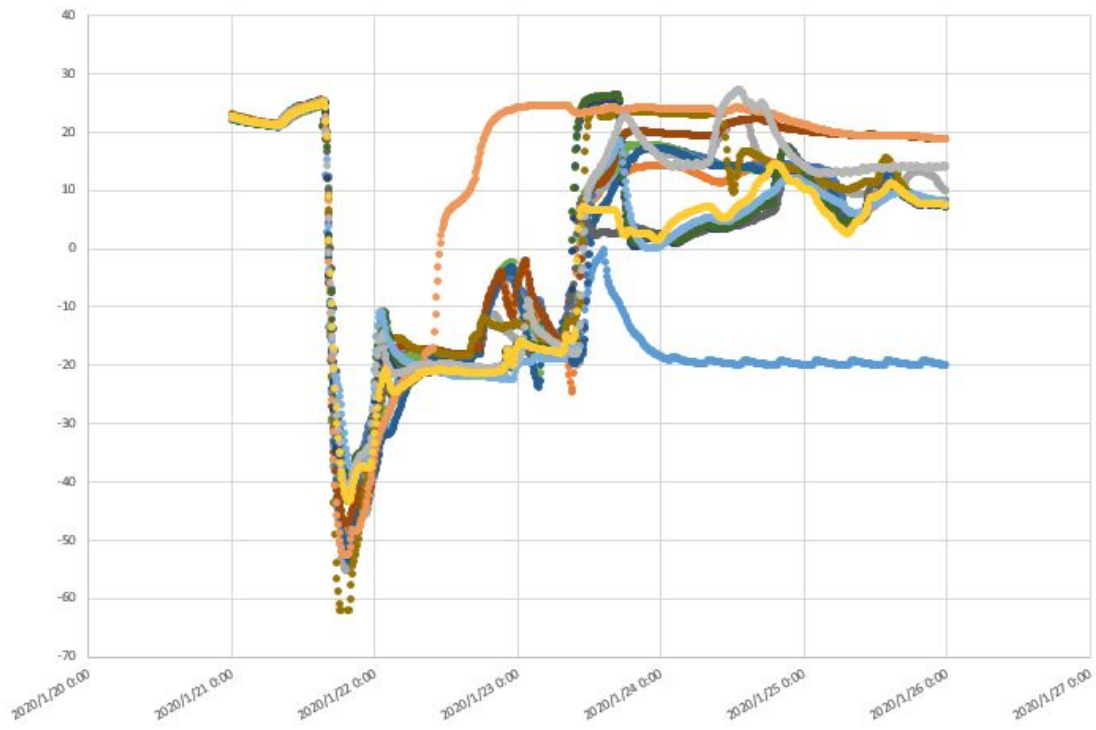


Fig. 4 1月21日発送試料の温度モニタリング

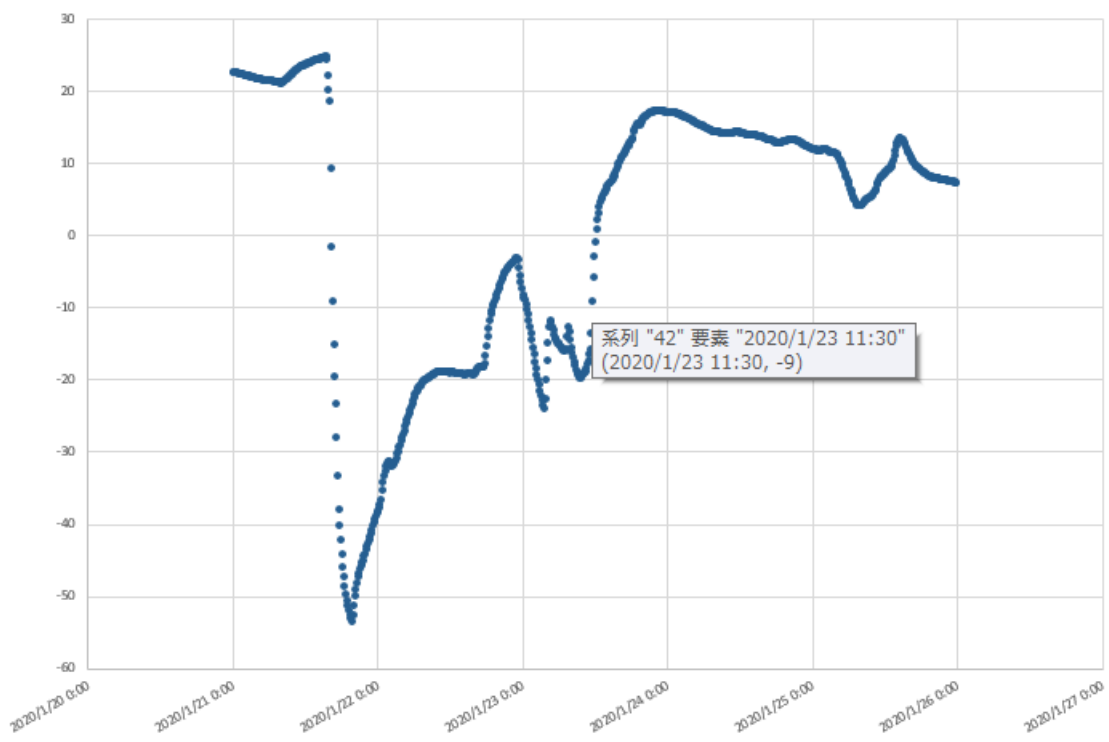


Fig. 5 試験所番号 42 の温度モニタリング

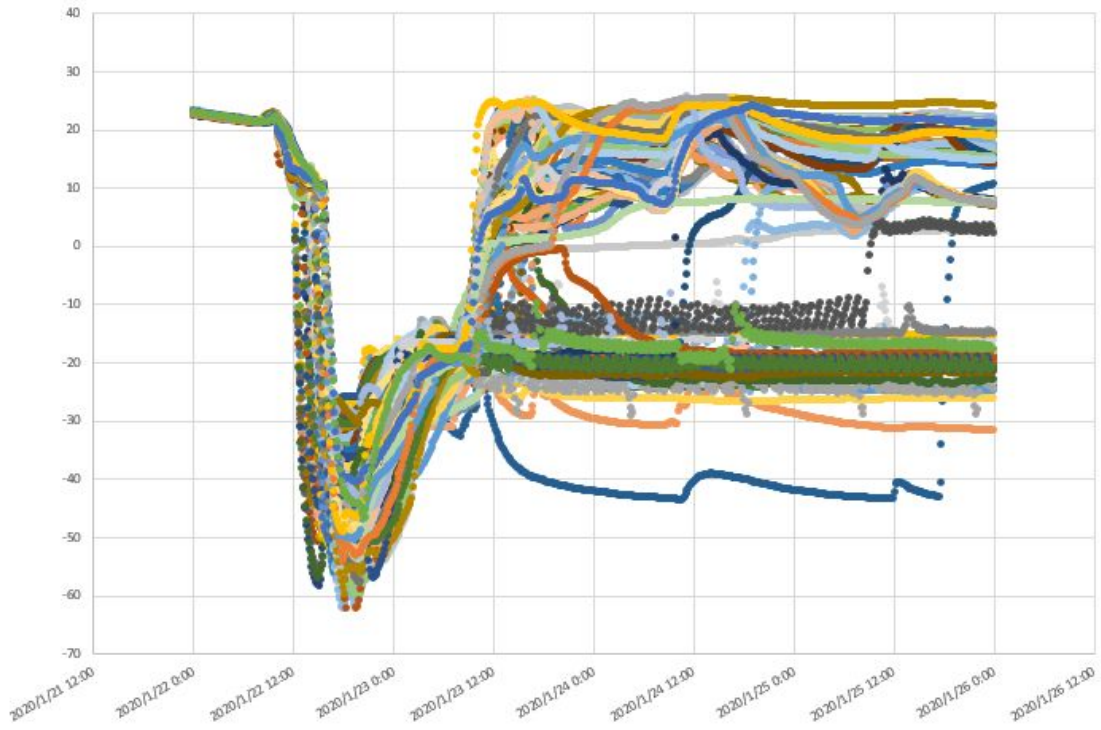


Fig. 6 1月22日発送試料の温度モニタリング

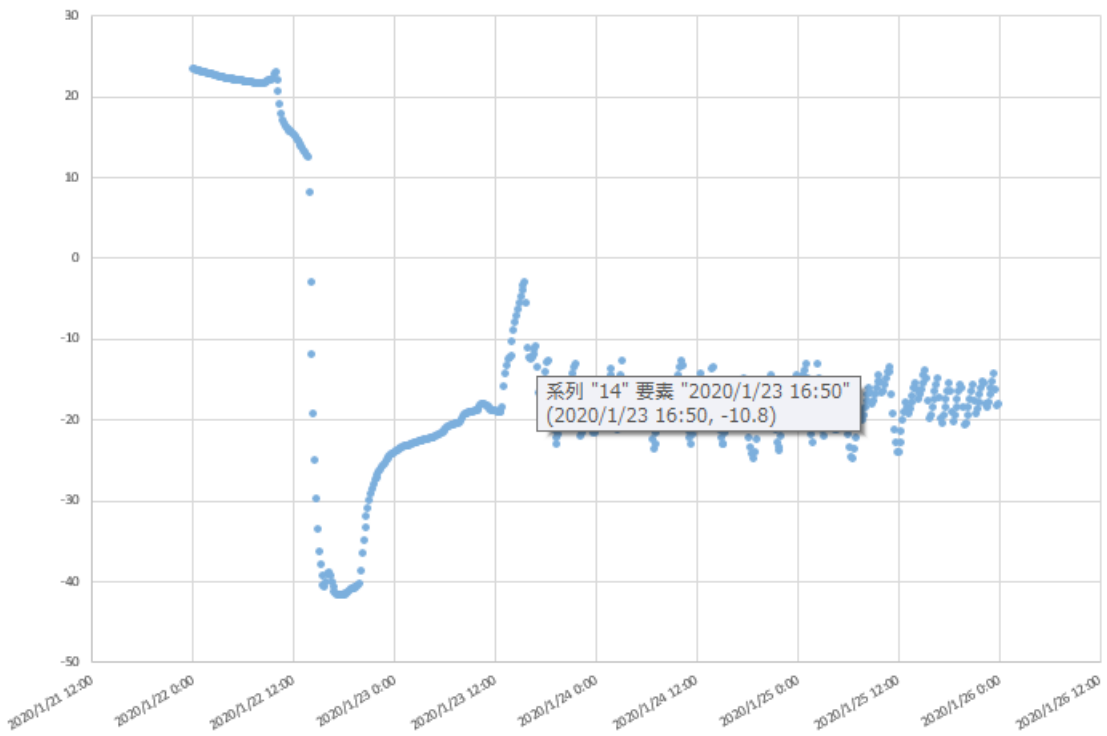


Fig. 7 試験所番号 14 の温度モニタリング