

分析値の信頼性確保のために

神本 真紀

食品の分析は、品質や安全性の保証、さらには有効性の評価などさまざまな目的に対して行われる。酒類の分析においても、表示、申告、安全性の評価など、その目的は多岐にわたる。目的によって求められる分析の精度は異なるため、試験室では目的に応じた適切な分析法を用いて分析を実施し、値を得ることが重要である。酒類を含む食品分野において、たとえば、食品衛生法などで定められる基準に照らし合わせて分析を実施する場合には、信頼性が高く、真の値に近い分析値を得ることが求められる。よって、分析を実施する試験室では、常に正確で精度のある分析結果が得られるように分析精度を適切に維持・管理していくことが重要となる。このように、分析値の信頼性を確保する取組みのことを「精度管理」といい、その方法には内部精度管理と外部精度管理の二つの手法が知られている。本稿では試験室単位での精度管理を中心にその概要について紹介する。

精度管理を実施するには、まず、妥当性が確認された方法で分析を実施する必要がある。分析法の妥当性を単一の試験室で確認する場合には、IUPAC（国際純正応用化学連合）、ISO（国際標準化機構）、AOAC International（分析法の妥当性確認の活動を中心に置いた団体）によって作成された国際的なガイドライン¹⁾が参考となる。これは、分析法の特性（選択性、検量線と直線性、真度、回収率、精度、範囲、検出限界、定量限界など）について必要項目を選択して検証し、目的に適合しているかを判断するものである。分析法を新たに設計したり、既存の方法を改良したりした場合や、妥当性が確認された分析方法を新たに試験室に導入する場合は、これらの項目に適合しているか確認し、分析を開始する必要がある。分析法の妥当性を確認後、標準業務手順書（Standard Operating Procedure：SOP）を作成または修正し、以降SOPに従い分析を実施する。

試験室において妥当性が確認された方法で分析を実施し、得られた分析結果の精度が一定の品質で保てるよう維持していく取組みを内部精度管理という。内部精度管理の方法も、国際的なガイドライン²⁾に記されている。具体的な手法としては、ブランク試験、回収率試験、認証標準物質を使用した分析法の真度の確認などがあり、実施する試験の特徴に合わせ、それぞれの手法を組み合

わせて実施する。

たとえば、振動式密度計を用いて、酒類のアルコール分を測定する場合、①試料を分析する前に精製水を用いて測定し、アルコール分が“ゼロ”であることを確認後、②JCSS（計量法校正事業者認定制度）認定の密度標準液を用いて測定するという操作は、それぞれ①ブランク試験、②認証標準物質による確認という管理手法に該当し、内部精度管理の一環の取組みとなっている。このように、内部精度管理は特別な活動ではなく、通常の手順として組み込まれていることが多い。このような操作で異常が発見された際には、SOPや分析装置の状態を確認し、信頼性の高い分析値が得られるように改善していくことが重要である。

一方、内部精度管理は試験室内での活動のため、客観性に欠けるといえる面がある。そこで外部精度管理により、この欠点を補うことが重要となる。外部精度管理とは、国内外の外部機関が実施する精度管理プログラム（技能試験）に参加し、他の測定機関と比較を行うことである。利点は、内部精度管理では発見できない自室の試験室の誤差要因の存在を知ることができる点にある。技能試験参加者の結果は、zスコアと呼ばれる数値で表される。zスコアは2以下であれば、「満足」とされ、2～3の間で「疑わしい」、3以上で「不満足」となる。この数値を基に、試験室での分析値の精度を確認し、問題があった場合には、より精度の高い分析結果を得られるように、分析法の妥当性確認や、内部精度管理を通して改善を図ることが重要である。

以上のような取組みによって精度管理は行われる。実際に精度管理を行う場合には、測定の不確かさやトレーサビリティ、精度確認のためのデータの統計処理など、本稿では紹介できなかった項目についても考慮する必要がある。詳細については、「食品分析法の妥当性確認ハンドブック」³⁾などの文献を参照されたい。

- 1) Thompson, M. et al.: *Pure Appl. Chem.*, **74**, 835 (2002).
- 2) Thompson, M. and Wood, R.: *Pure Appl. Chem.*, **67**, 649 (1995).
- 3) 永田忠博ら：食品分析法の妥当性確認ハンドブック、株式会社サイエンスフォーラム (2007).