



Central Analytical
Laboratory of FAMIC



JAB
Testing
RTL03860

信頼性の高い試験結果を提供するために

ISO/IEC17025に基づく品質保証について

平成30年1月12日

於：埼玉県衛生研究所

FAMIC 有害物質等分析調査統括チーム

(認定試験所：FAMIC中央分析室トップマネジメント)

原 弘幸



FAMICについて

Food and Agricultural Materials Inspection Center



独立行政法人 農林水産消費安全技術センター

- ▶ 農林水産省所管の3つの独立行政法人を統合



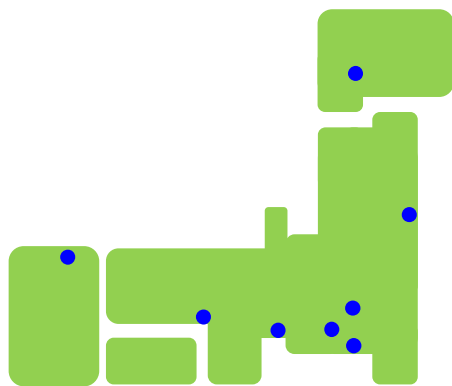
Food and Agricultural Materials Inspection Center

<http://www.famic.go.jp/>



平成19年4月設立

農林水産消費安全
技術センター
FAMIC



札幌センター(札幌市)
仙台センター(仙台市)
さいたま本部(さいたま市)
横浜事務所(横浜市)

農薬検査部(東京都小平市)
名古屋センター(名古屋市)
神戸センター(神戸市)
福岡センター(福岡市)



FAMICの行動理念

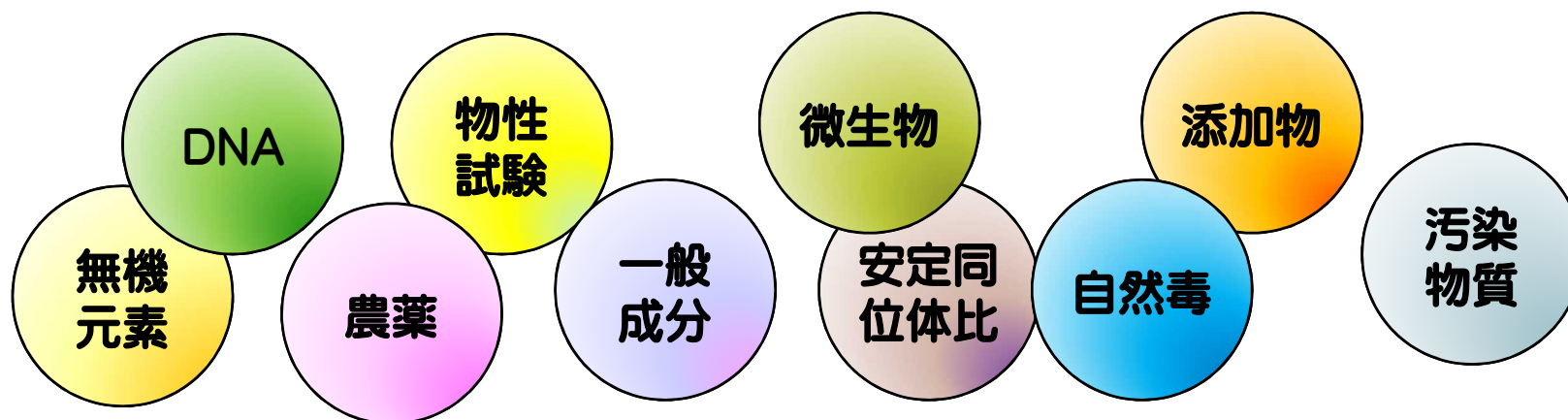
- ▶ 私たち農林水産消費安全技術センター（FAMIC）は、科学的手法による検査・分析により農場から食卓までのフードチェーンを通じた食の安全と消費者の信頼の確保に技術で貢献することを使命とします。
- ▶ このため、FAMICは
 - 食品や生産資材の検査・分析を法令に基づいて的確に実施します。
 - 検査・分析で得た情報をもとに、食の安全などに関する情報を分かりやすく提供します。
 - また、法令遵守を徹底し、高い使命感と倫理観を持って行動します。



法令に基づく検査と政策に基づく調査

▶ FAMICの多岐にわたる分析試験分野

- ▶ **肥料**の安全性と品質の確保
- ▶ **飼料等**の安全性確保と品質改善
- ▶ **農薬**登録制度上の安全性、品質の確保
- ▶ **ペットフード**の安全性の確保
- ▶ **食品表示**の適正化
- ▶ **食品**のJAS規格関係検査
- ▶ **木材**のJAS規格関係検査
- ▶ 農林水産省が行う**食品安全**に関するリスク管理への協力



農林水産省の施策

農場から食卓までの安全管理の徹底を通じた食品の安全性の向上



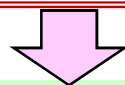
リスク管理 (問題や事故を防ぐ取組)

- ▶ 人の健康に悪影響を及ぼす可能性とその程度(リスク)を事前に把握し、問題発生を未然に防止したり悪影響の起こる可能性を低減するための政策・措置を検討し、必要に応じて実施すること

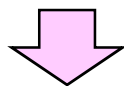


サーベイランス・モニタリング

優先的にリスク管理を行うべき
有害化学物質・有害微生物リスト



サーベイランス・モニタリング中期計画
食品や飼料の汚染実態を知る必要がある危害要因について、
5年間で実施すべき調査を計画する。



サーベイランス・モニタリング年次計画
中期計画に基づき、毎年、調査対象、調査点数
等を具体的に定め、実態調査を分析機関等に委
託する。



民間分析機関



FAMIC



有害物質分析法の取組状況

物質名	対象食品	使用機器
アクリルアミド	ポテトスナック、ビスケット、パン類、米菓、 麦茶、レトルトカレー、ほうじ茶、コーヒー	GC-MS/MS GC-MS
アフラトキシン	落花生、含みつ糖、麦類、玄米、精米	FLD-HPLC LC-MS/MS
オクラトキシン	ワイン、ブドウ果実飲料	LC-MS/MS
無機ヒ素、形態別ヒ素	玄米、精米	LC-ICP-MS HYD-AAS
ピロリジジン アルカロイド	フキ、フキノトウ 茶、ハーブティー	LC-MS/MS
フザリウムかび毒 DON配糖体	小麦、大麦	LC-MS/MS
パツリン	りんご果汁	GC-MS

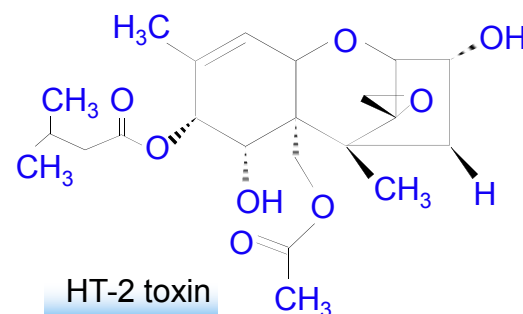
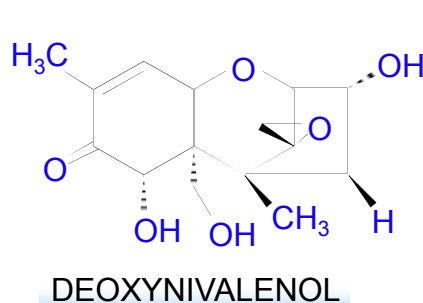


有害物質等分析調査統括チーム

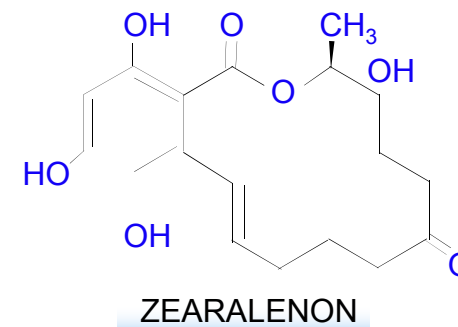
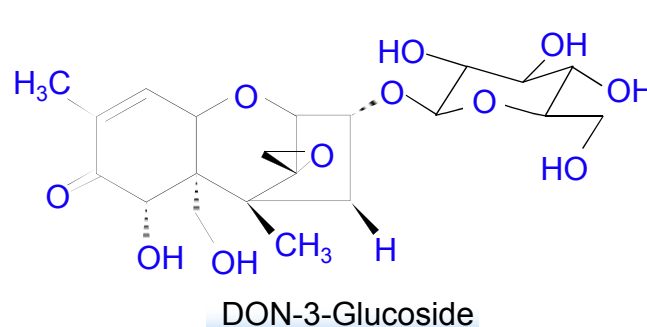
「LC-MS/MSによるフザリウムかび毒の定量試験」

JAB:RTL03860、2014/1/24認定

FAMIC中央分析室



Central Analytical Laboratory of
FAMIC



見学できます

<http://www.famic.go.jp/>

日時	平日(土曜日、年末年始等の閉庁日を除く)の 10時～17時までの間で2時間程度
場所	さいたま新都心合同庁舎検査棟(さいたま市中央区新都心2-1)
見学	センター業務概要説明及び理化学検査施設の見学
受入人数	15名程度
募集締切	見学希望日の1ヶ月前までに見学予定者の人数、代表者の氏名及び連絡先を電話もしくは電子メールで広報室までお伝え下さい。後ほど当方から以後の手続き等を代表者の方にご連絡します。 なお、業務の実施状況によってはご希望に添えない場合もございますので、ご了承ください。

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 企画調整部 広報室 まで

〒330-9731

さいたま市中央区新都心2-1 さいたま新都心合同庁舎検査棟

電話:050-3797-1829

FAX :048-600-2377

E-mail:koho@famic.go.jp

JRさいたま新都心駅から徒歩10分



本日の講演内容

- ▶ 分析値の信頼性の要件
- ▶ GLPとISO/IEC 17025
- ▶ 管理上要求事項への対応
- ▶ 技術的要求事項への対応
- ▶ マネジメントの構築と実践



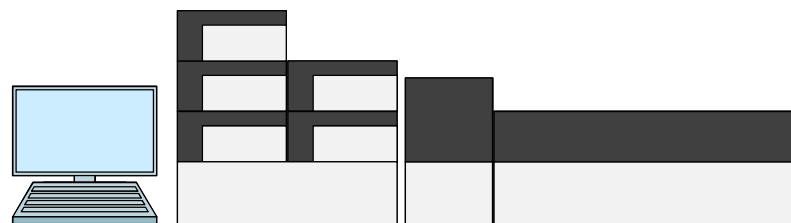
分析値の信頼性の要件

Quality assurance for analytical values

分析値は正しいが

▽ 分析すれば分析値が得られる

⇒ 12.3 mg/kg



この1回の分析について、唯一の結果である

→ おそらく正しい分析値である

- ▶ 正しい分析値 = 信頼できる分析値 ではない
- ▶ 信頼するための合理的な根拠(品質保証)が必要



分析値（試験データ）の品質

- ▶ 品質の高い分析値とは、信頼性の高い分析値
- ▶ 高品質な分析値に基づく判断は、誤る確率が低い

高品質な分析値に基づき判断されるべき例：

- ❖ 血液検査での健康状態
- ❖ 農産物の品質による等級分け
- ❖ スポーツでのドーピング
- ❖ 輸入検査での合否判断
- ❖ 水質基準への適合 などなど



試験データの品質保証の必要性

行政にかかわる分析試験機関

- ◆ 提供する試験データが最終的に規制措置の根拠として用いられる可能性がある
- ◆ 安全性評価や基準値の検討が行われる場合など、試験データを外部機関に提出することがある



信頼できる試験所の要件

CAC/GL 27

GUIDELINES FOR THE
ASSESSMENT OF THE COMPETENCE OF TESTING LABORATORIES
INVOLVED IN THE IMPORT AND EXPORT CONTROL OF FOOD
CAC/GL 27-1997

- ▶ **食品の輸出入規制にかかわる試験所の能力評価（備えるべき要件に関する）のガイドライン**
 - ① **ISO/IEC 17025に適合したマネジメントを行う**
 - ② **適切な(ISO/IEC17043適合)技能試験プログラムへ参加**
 - ③ **妥当性が確認された分析法を使用**
 - ④ **適切な内部質管理を行う**

CAC: Codex Alimentarius Commission (国際食品規格委員会)



科学的に信頼できる分析結果を得るために

「食品中の放射性物質に係る 自主検査における信頼できる分析等について」

農林水産省食料産業局長通知(平成 24 年4月 20 日付け 24 食産第 445 号)

1 分析法の要件

- ▶ いつ、どこで、誰が分析しても同様の分析結果が得られることが客観的・科学的に検証された 分析法を使用

➡ 妥当性が確認された分析法

2 分析者に求められる事項 ➡ ISO/IEC 17025 適合

① 組織管理、分析者の教育、測定手順等の文書化、内部での分析の精度管理などのマネジメント体制を構築

② 定期的に外部の技能試験を受け、自らの技能を評価

➡ 適切な内部品質管理

↓
技能試験に参加



ISO/IEC17025試験所認定の意義

▽ 組織外ニーズへ対応

- 法的な規制処置の根拠や政策の基礎データとして使用に耐える信頼性の確保
- 用途に見合った品質のデータの提供

◆ 組織内メリット

- 目的に合った合理的なマネジメントの構築
- 試験の信頼性に関する意識の向上
- 試験業務管理レベルの向上
- 継続的な業務の改善(PDCA)
- 試験所として社会的な評価、信用の向上
- 認定外試験についても信頼性の向上



ISO/IEC17025認定の社会的必要性

- ▶ WTO-TBT協定 (Agreement on Technical Barriers to Trade)において、加盟国は自国と同等であると認める適合性評価を行う機関(認定機関)の認定する技術的能力(試験所・校正機関の能力)を受け入れると規定(6.1項):WTO加盟国・地域 164
- ▶ EU各国で輸出入に関する食品試験所にISO/IEC17025認定を要求、義務づけ
- ▶ 新JISマークの表示には、登録認証機関(JIS Q17025認定試験所)での製品試験が必須
- ▶ 農林水産省では、サーベイランス等の分析試験の受託条件(入札要件)がISO/IEC17025認定を取得すること
- ▶ ISO/IEC17025認定は、試験所のステータスからスタンダードになりつつある



主要国の試験所／校正機関認定状況（件数）

北米、南米、他		ヨーロッパ		アジア、オセアニア	
アメリカ	7,413	イギリス	2,098	日本	774
カナダ	510	フランス	1,805	中国	6,556
ブラジル	1,113	ドイツ	2,715	韓国	664
南アフリカ	565	スウェーデン	359	台湾	1,639
				シンガポール	319
				インド	2,118
				オーストラリア ニュージーランド	2,867

2016年5月
IAJapan調査結果



GLP と ISO/IEC17025

Good Laboratory Practice and
General requirements for the competence
of testing and calibration laboratories

国際的な信頼性確保の仕組み

GLP (Good Laboratory Practice: 適正試験所基準)

- ▶ 法律や規則で、試験機関に一定の試験組織体制と品質保証体制を求め、国が監視する

ISO/IEC 17025 (試験所の能力に関する一般要求事項)

- ▶ 特定の試験について妥当な結果が出せる能力を、共通の基準で第三者機関が認める



経緯と概要

GLP

- ▶ 医薬品の副作用試験が不十分で起こった事故がきっかけ
- ▶ **試験組織体制**を認定する
- ▶ 試験方法はほぼ決まっている
- ▶ OECD原則に準拠(国ごと)
- ▶ **国又は国が定める機関**が認証する
- ▶ **安全性**の根拠となるデータが信用できること

ISO/IEC 17025

- ▶ 貿易の技術的障害(製品試験)を排除することがきっかけ
- ▶ **特定の試験能力**を認定する
- ▶ 試験方法は妥当であること
- ▶ 世界共通(相互認証協定)
- ▶ **第三者機関(認定機関)**が認定する
- ▶ **取引**に用いる根拠のデータが信用できること



GLP原則（OECD:経済協力開発機構）

- ▶ OECD (Organization for Economic Co-operation and Development) が化学物質の国際貿易の障害となるような異なる制度の実施を避けるため試験方法と試験実施基準の国際的調和を追求し作成。
- ▶ 医薬品、農薬、化粧品、動物用医薬品をはじめ食品添加物、飼料添加物、工業用化学物質等に含まれる被験物質の非臨床安全性試験
- ▶ 加盟国(34カ国)は、医薬品、農薬等について有害性評価等の試験を行う施設についての基準(GLP)を定める。
- ▶ この他に、化審法(化学物質の毒性、分解性等の試験)、食品衛生法(登録検査機関の行う試験)、労働安全衛生法(新規化学物質、変異原性試験)などで定められる。



ISO/IEC 17025:2005

試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

作成 ISO(国際標準化機構)/IEC(国際電気標準会議)

- ▶ 試験所及び校正機関が**特定の試験又は校正を実施する能力**があるものとして、認定を受けようとする場合の一般要求事項を規定したもの。
- ▶ **管理上の要求事項**と**技術的要求事項**とに大きく分けて規定。技術的要求事項は、この規格特有のもの。

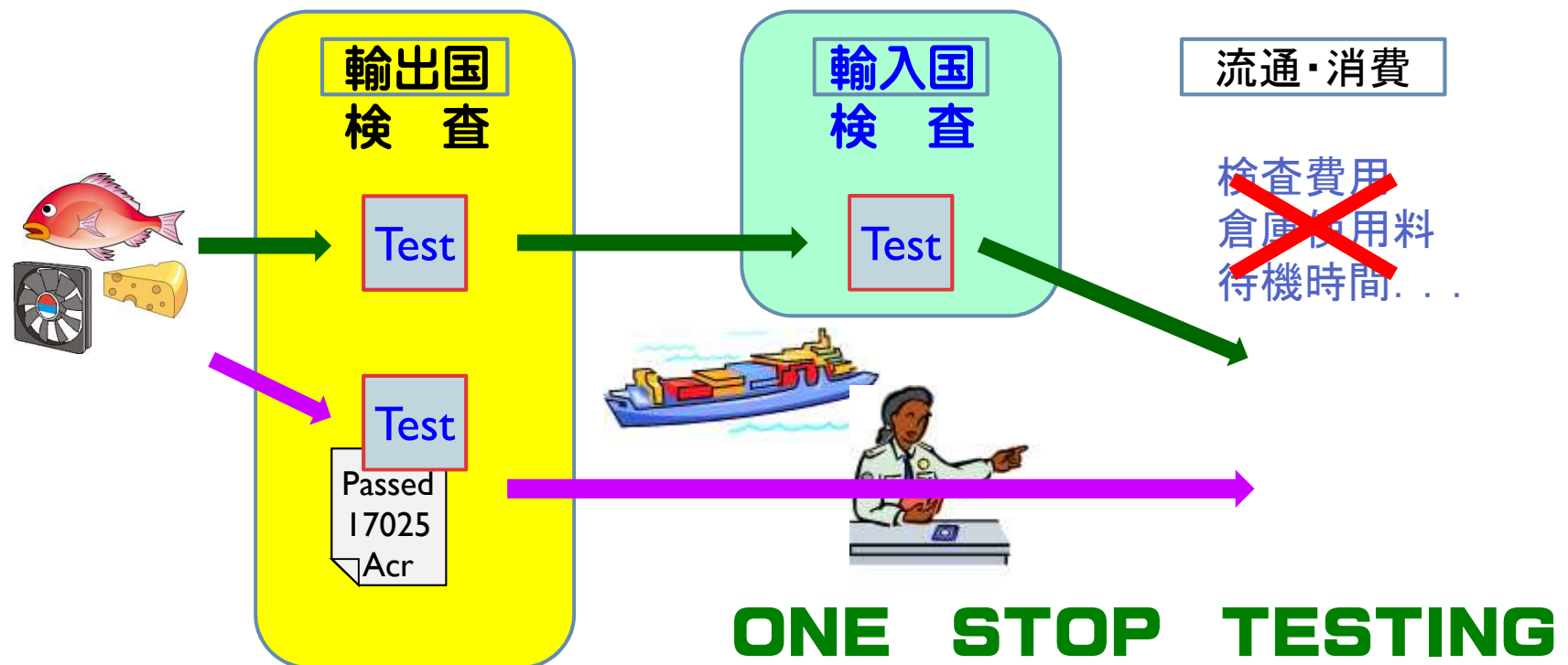
(IAJapan HPより)

- ▶ **2017年11月に改訂版ISO/IEC17025:2017が発行された**
- ▶ JIS Q17025(日本語翻訳版)は、2018年夏頃に発行予想

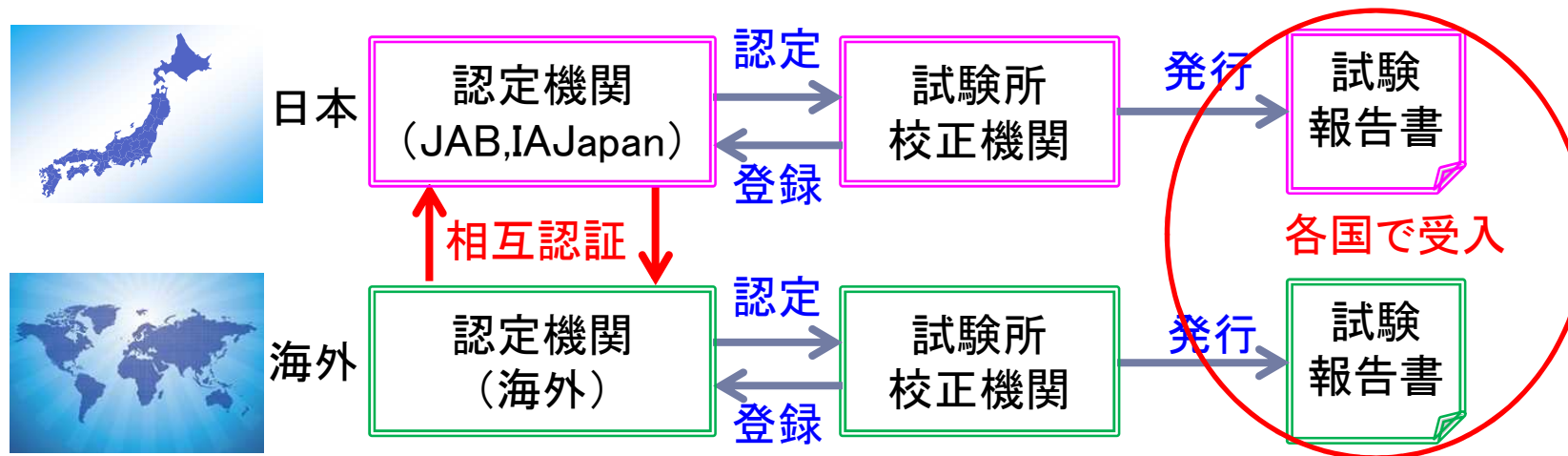


ISO/IEC17025の背景と認定の必要性

- ▶ WTO-TBT協定 (Agreement on Technical Barriers to Trade)において、加盟国は自国と同等であると認める適合性評価を行う機関(認定機関)の認定する技術的能力(試験所・校正機関の能力)を受け入れると規定(6.1項)



認定機関の国際相互認証協定 (MRA)



相互認証協定: ILAC/APLAC-MRA

- ▶ **ILAC:** 国際試験所・校正機関認定協力機構 (87カ国・地域 90機関*)
The International Laboratory Accreditation Cooperation
- ▶ **APLAC:** アジア太平洋試験所認定協力機構 (23カ国・地域 37機関*)
Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation
- ▶ 認定機関の相互認証により, 国際的に試験結果を受入
(MRA: Multilateral Recognition Arrangement) *:2016年6月現在



ISO/IEC17025:2005の構成

- ◆ 序文
- ◆ 箇条1 適用範囲
- ◆ 箇条2 引用規格
- ◆ 箇条3 用語及び定義
- ◆ 箇条4 管理上の要求事項
 - 健全なマネジメントに関する要求事項を規定
- ◆ 箇条5 技術的要求事項
 - 試験所・校正機関が請け負う試験・校正の種類に応じた技術能力に関する要求事項を規定
- ◆ 付属書A ISO9001:2000との項目対照表
- ◆ 付属書B(参考) 特定分野に対する適用を確立するための指針



(参考) ISO/IEC 17025:2017

1. Scope (適用範囲)
2. Normative references (引用規格)
3. Terms and definitions (用語と定義)
4. General requirements (一般要求事項)
公平性、機密保持
5. Structural requirements (組織構成の要求事項)
6. Resource requirements (資源の要求事項)
要員、施設、設備
7. Process requirements (プロセスに関する要求事項)
試験法、技術的記録
8. Management system requirements (管理上の要求事項)
マネジメントシステム





ISO/IEC17025:2005 管理上の要求事項への対応

Management requirement

箇条 4 管理上の要求事項

- ▶ 4. 1 組織
- ▶ 4. 2 マネジメントシステム
- ▶ 4. 3 文書管理
- ▶ 4. 4 依頼, 見積仕様書及び契約の内容の確認
- ▶ 4. 5 試験・構成の下請負契約
- ▶ 4. 6 サービス及び供給品の購買
- ▶ 4. 7 顧客へのサービス
- ▶ 4. 8 苦情
- ▶ 4. 9 不適合の試験・校正業務の管理
- ▶ 4. 10 改善
- ▶ 4. 11 是正措置
- ▶ 4. 12 予防措置
- ▶ 4. 13 記録の管理
- ▶ 4. 14 内部監査
- ▶ 4. 15 マネジメントレビュー



4.1 組織

◆ 責任権限、相互関係を明確に

トップマネジメント、品質管理者、技術管理者、監督者、試験担当者などそれぞれの職務、責任権限を明確に

(全員に役割、責任権限があることを認識する)

◆ 貢献認識

試験所組織内のすべての人々が、どのように貢献するか(しているか)の認識を確実に

(させるのではなく、それぞれが主体的に)

◆ 内外圧を回避

試験業務や結果に影響を与える可能性のある内外の圧力を回避する体制を確実に

(公正な試験を行うことを根拠を示して)



4.1 組織：試験所の概要

4.1.1 試験所・校正機関又はそれを一部分とする組織は、法律上の責任を保持できる存在であること

◆ 申請時に必要な書類

▶ 登記簿謄本(履歴事項証明書)

- ▶ 名称、主たる事業所、資本金、代表役員等

▶ 定款(業務方法書)

- ▶ 法人の目的・組織・活動・構成員・業務執行などについての基本規則

▶ 事業概要書

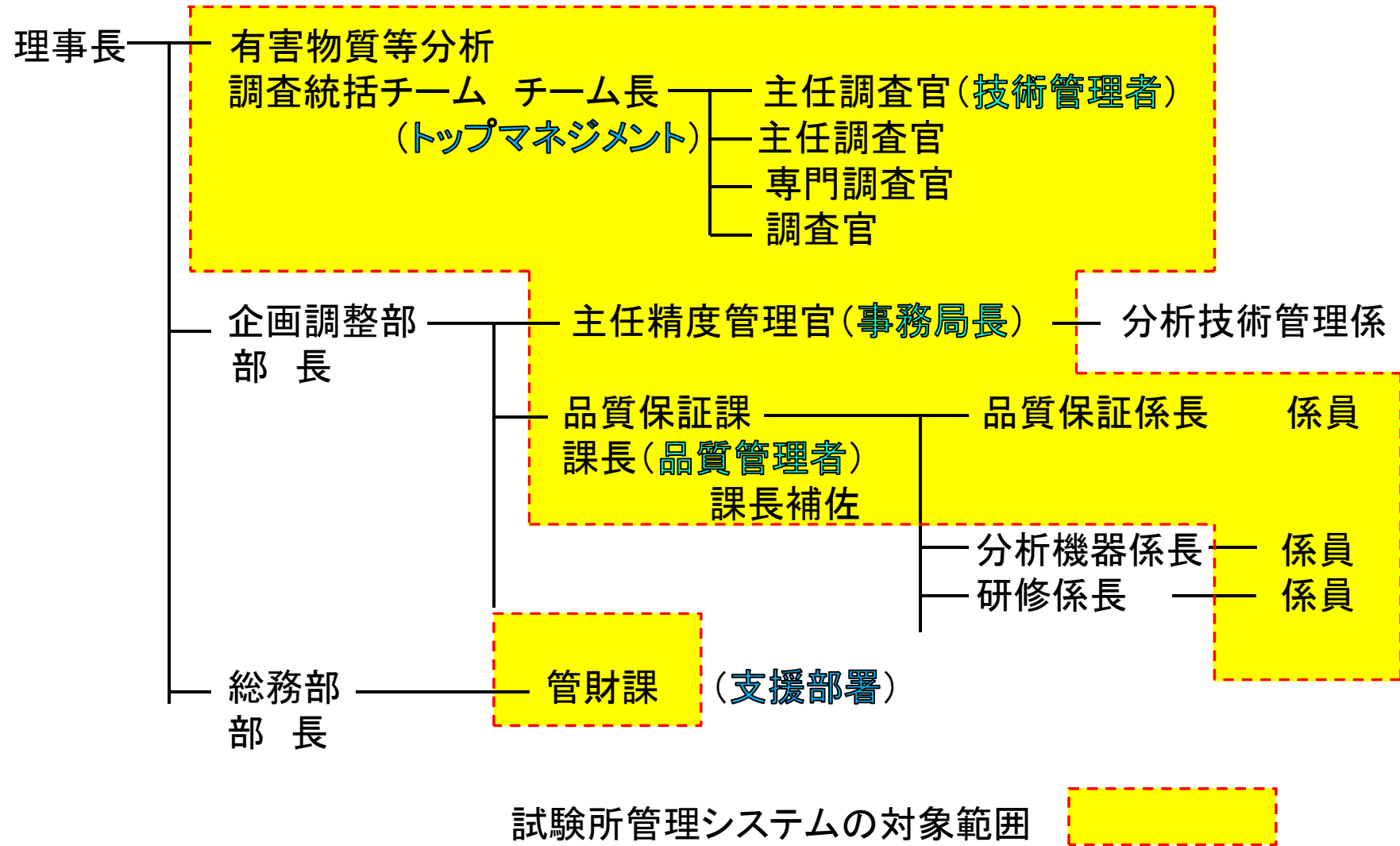
- ▶ 年度業務報告

▶ 組織図

- ▶ 試験所の構成、親組織との関係など(品質マニュアルに含める。個別文書とする。)



FAMIC本部の組織図



4.1.5 代理者を明らかに

f) 試験・校正の品質に影響する業務のマネジメント，実施又は検証に当たるすべての要員の責任，権限及び相互関係を明確に規定する。

- ▶ 主要な要員の不在時に、その責任権限により業務にあたる代理者を明記する。
- ▶ 役職を指定した一覧表を作成するとわかりやすい

試験所役職	FAMIC内役職	氏名	代理者役職	FAMIC内役職	氏名
トップマネジメント	有害物質等分析調査統括チーム長	〇〇〇〇	技術管理者	主任調査官	〇〇〇〇
品質管理者	品質保証課長	〇〇〇〇	事務局長	主任精度管理官	〇〇〇〇
技術管理者	統括チーム主任調査官	〇〇〇〇	技術管理者が指名した者	統括チーム主任調査官	〇〇〇〇
事務局長	主任精度管理官	〇〇〇〇	Top.M.が指名した者	品質保証課係長	〇〇〇〇



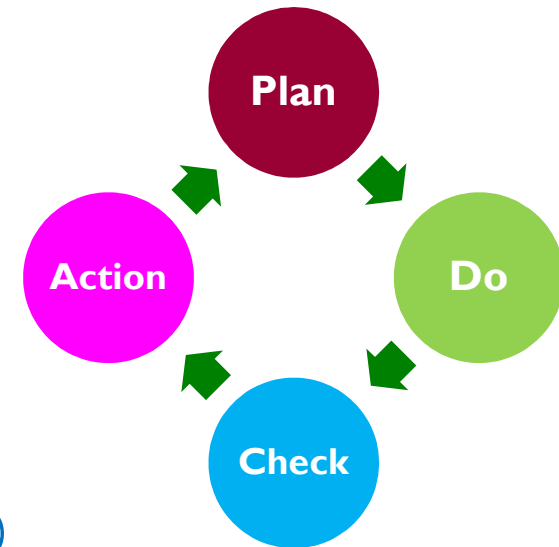
4.2 マネジメントシステム

▶ 良い状態を継続して、将来もより良い状態に



- ▶ 良い状態を明確にして(プロセスを明確に)
- ▶ 関係者にわかるように(手順の文書化)
- ▶ 時々確認して(経過、結果の監視)
- ▶ 実績を確認、評価して(内部監査、MR)
- ▶ うまくいかないところは直して(是正、改善)
- ▶ より良い状態を明確にして(継続的な改善)

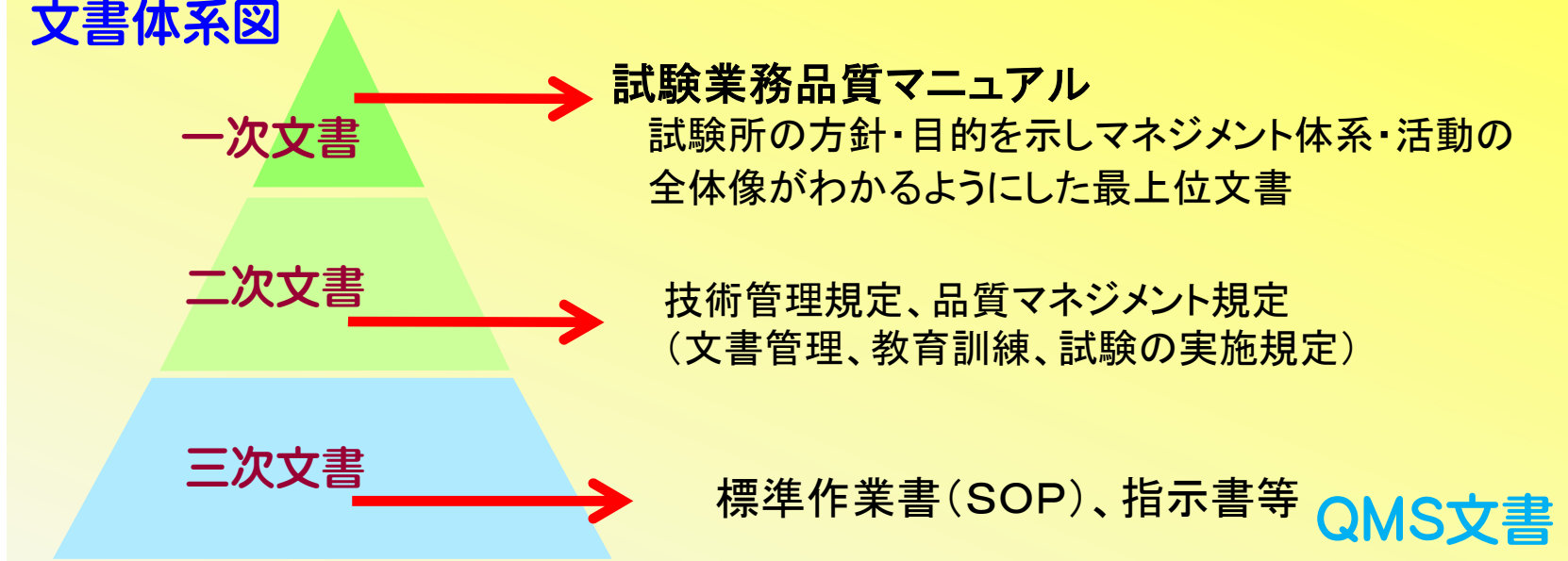
PDCAサイクル



4.2.1 システムの文書化（プロセスの可視化）

- ▶ 試験・校正結果の品質を保証するために必要な程度まで、方針、システム、プログラム手順及び指示を文書化すること

文書体系図



管理記録, データ,
その他、活動により
発生する記録

4.2.1 システム文書作成上の注意点

- ▶ **読みやすく、平易な表現で、**
～するものとする。～なければならない。
- ▶ **引用、条項参照を多用しない**
～の3.2.1の規定に合致しない場合には、4.3.2.1に規定する
処置を、5.4.3.2にしたがって実施しなければならない。

☹ **読みにくい → 読まない → 理解できない → 使わない**

☹ 4.2.1 このシステム文書は、担当の要員に周知され、理解され、いつでも利用できる状態におかれ実施されていること～



不適合！



4.2.1 文書は理解され、実施されること

▽ 試験手順書が読みにくい、わかりにくい



◆ 試験担当者が自分なりのフローを作成して実施



◆ フローは確認も承認もされていない文書である

× QMS文書に基づく試験が行われていない

➡ 不適合（無効文書の使用、文書の不理解、未実施）



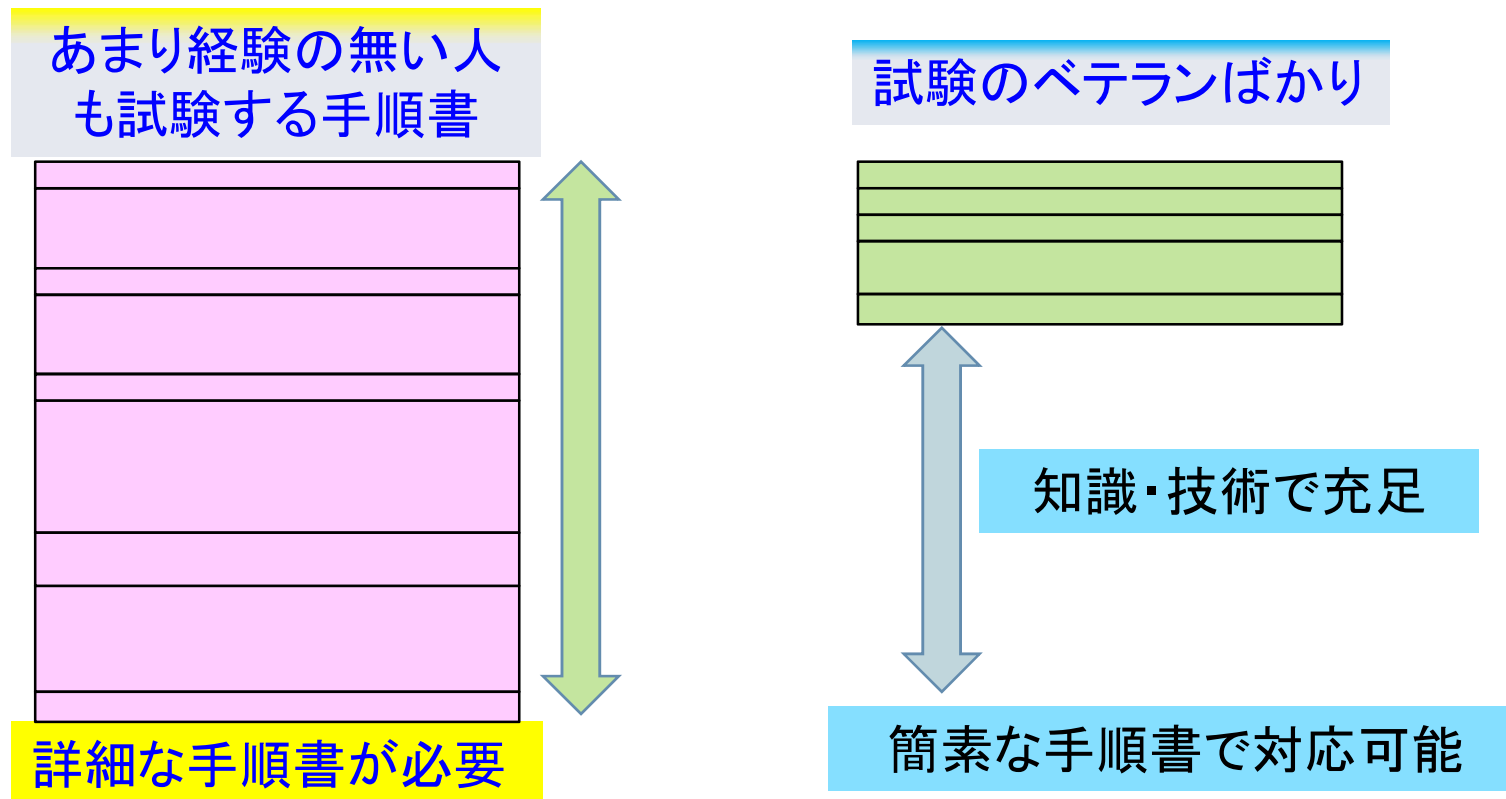
◆ 手順書にわかりやすいフローを付けておく

◆ 分析の指示書にフローを付けておく



4.2.1 必要な程度までの文書化

- ▽ 試験所・校正機関は、試験・校正結果の品質を保証するために必要な程度まで、試験所・校正機関の方針、システム、プログラム、手順及び指示を文書化すること。



4.3.2 既存文書の利用

▶ 現在の決まりごとを利用



Point ISO/IEC17025専用の規定をなるべく作らない。

- ▶ ダブルスタンダードは混乱と不履行の原因
- ▶ たとえば、冷蔵庫の点検票が2種類・・・
- ▶ 一般用と認定試験用(同じメタノールなのに・・・)

▶ 試験設備や機器の管理手順書

- ▶ 今使用している管理手順書を改訂する
- ▶ 「誰が責任を持って」を明確に、天秤、標準物質・・・
- ▶ 写真、イラストを使ってわかりやすく

▶ 機器類の取扱説明書、JIS規格等

- ▶ 外部作成のシステム文書として登録



4.3.2 システム文書の確認、承認

確認・承認の両方のプロセスが要求されている

▽ 文書の確認 (review)

- ◎ 内容が適切か、目的に合致するか、期待する成果が得られるか等を確認すること

▽ 使用の承認 (approve)

- ◎ その文書の内容に同意し、使用されることによって得られる結果に対して責任を持つこと

承認	確認	作成
印	印	印



4.3.2.1 マネジメントシステム文書リスト

4.3.2.1 最新版の文書についての識別と無効文書、廃止文書の使用を排除するため、いつでも利用できる状態にする

- ▶▶ 現在の改訂状況(制定日、改訂日、最新版数)
- ▶▶ 配布状況、旧版の取り扱い
 - ▶ 文書の一覧表を印刷しておくだけでは使いにくく、いつでも利用できる状態とはいいがたい

▽ 使う理由と意味があるリストにする

- ▶▶ ノーツにアップしてアクセスが簡単になるように
- ▶▶ EXCELを使ってジャンル別にシートを作成
- ▶▶ 情報の追加
 - ▶ 閲覧できる場所(文書の収納フォルダ)を記載
 - ▶ 外部文書(JABの文書など)は、内容を簡単に記載



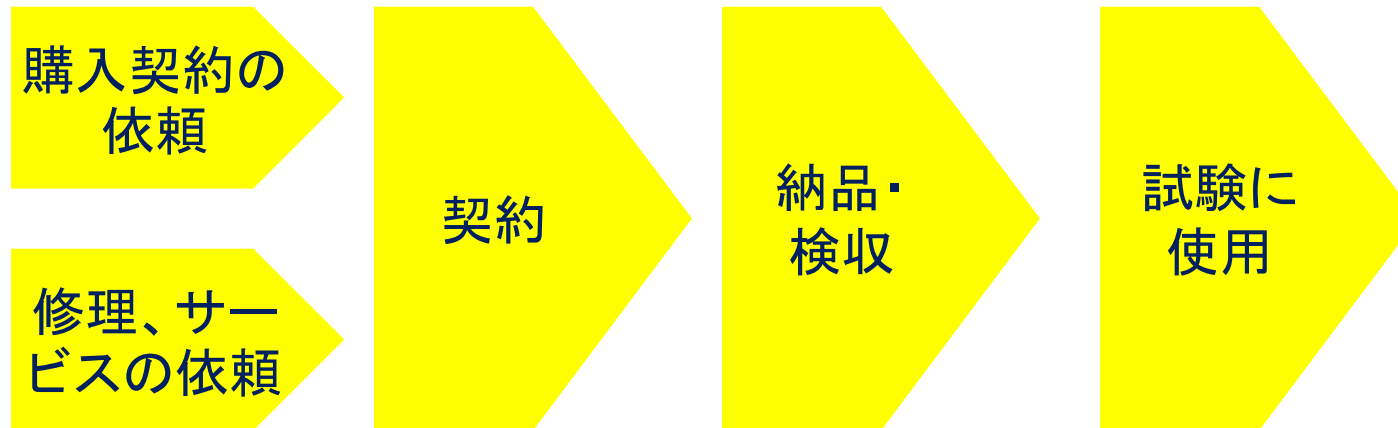
(例) 文書マスターリスト

1. 内部文書 (1/2)

紙媒体の文書原本及び旧版の保管場所		5F事務室品質保証課書棚						
NOTESの保管場所	文書番号QM-01	さいたま本部・地域センターファイル共有>本部>企画調整部品質保証課>品質管理係関係>各種文書類>ISO/IEC17025 かび毒システム文書>試験業務品質マニュアル						
	文書番号PJQから始まる文書	さいたま本部・地域センターファイル共有>本部>企画調整部品質保証課>品質管理係関係>各種文書類>ISO/IEC17025 かび毒システム文書>品質文書						
	文書番号PITから始まる文書	さいたま本部・地域センターファイル共有>本部>企画調整部品質保証課>品質管理係関係>各種文書類>ISO/IEC17025 かび毒システム文書>技術文書						
共有フォルダ上の取納フォルダの階層	原本ファイル	\\Honbu\共有フォルダ\AN保存用_ISO認定\02_文書\03_正式版\ノート掲載用						
	旧版ファイル	\\Honbu\共有フォルダ\AN保存用_ISO認定\02_文書\03_正式版\ノート掲載用\PDF化後ファイル\古い						
文書分類	文書番号	文書名	制定(登録)年月日 改訂(更新)年月日	(改訂番号)	文書の概要	管理コピーの配付先及び配付数	旧版の処置	
内部文書 試験所品質管理	試験所 QM	QM-01	試験業務品質マニュアル	2012年 07月 05日制定 2017年 11月 02日改訂	(改訂 11 版)	試験業務の範囲、品質方針、品質目標、職務の責任・権限、マネジメントシステムの体系等を規定する最上位文書	技術部門 1	保管
		PJQ	PJQ-01	文書管理手順書	2012年 07月 05日制定 2017年 08月 30日改訂	(改訂 8 版)	内部及び外部文書に係る確認・承認等権限、作成、改訂、廃止、修正、管理等の手順について規定	技術部門 1
	PJQ-02		苦情処理手順書	2012年 08月 28日制定 2017年 02月 21日改訂	(改訂 4 版)	苦情の対応、原因調査、原因に応じた処置等の手順を規定する文書	技術部門 1	保管
	PJQ-03		不適合是正等手順書	2012年 08月 28日制定 2017年 02月 21日改訂	(改訂 5 版)	不適合業務に係る責任・権限、重大さの評価、対応、是正処置、予防措置等の手順を規定する文書	技術部門 1	保管
	PJQ-04		記録管理手順書	2012年 07月 05日制定 2017年 06月 19日改訂	(改訂 4 版)	品質記録及び技術的記録の形態、保管、修正、閲覧、廃棄等について規定する文書	技術部門 1	保管
	PJQ-05		内部監査手順書	2012年 08月 28日制定 2017年 11月 02日改訂	(改訂 7 版)	内部監査の実施、結果の報告及び是正処置等の手順を規定する文書	技術部門 1	保管

4.6 サービス及び供給品の購買

- ▶ 現状で、総務、会計部門を通じて試験に必要なものを購入する手続き、仕組みができていれば良い



- 使用する供給品で、試験結果に影響するものは、性能を評価した後、どこの製品を購入するのか、メーカーのリストを作っておく。
- 同様に修理などの委託先もリスト化するが、連絡先を入れておくと便利。

供給者リスト

- ◆ 試験の品質に影響する重要な消耗品、供給品及びサービスの供給者の評価を行い ~ リストを維持する

番号	登録年月日	供給品又はサービスの別	供給者又はサービス提供者名	連絡先	評価結果
1	2016/7/1	供給品、点検、修理	日本ウォーターズ(株)	email: JP_Support@waters.com 0120-800-299	適合
2	2016/7/1	供給品、点検、修理	アジレント・テクノロジー(株)	email: japan@agilent.com 0120-477-111 042-656-7884	適合
3	2016/7/1	供給品、点検、修理	(株)島津製作所	048-646-0095(北関東支店) 078-331-9665(神戸支店)	適合
4	2016/7/1	点検、修理	(株)島津アクセス	03-5820-3271(東京支店) 078-335-2085(神戸営業所)	適合

- せっかくリストを作るなら、ノーツ等に乗せて、連絡先も含めて普段使えるものにする
- ジャンル別にまとめると見やすい



4.9 不適合業務の管理

- ▶ 業務や結果が自身の手順又は顧客と合意した要求事項に適合していない場合 = 不適合 (NC: non conformity)

「不適合」は、「不適正」や「不良」ではない
NC ≠ NG

- ▶ 不適合を抽出する際は、どの規定や要求に適合していないかを明確にすること。 ・・基準がなければ不適合といえない
- ▶ 適切に原因を究明して処置することが、より良いシステム構築のきっかけとなる。 ・・人のせいにするのはお粗末

うやむやにすると、せっかくの改善のきっかけを失うことになりかねない



4.9 不適合業務事例

▶ 報告に間違いがあった。

[試験結果は、正確に明瞭に報告する 5.10.1]に不適合

☹ 試験者の不注意によるミスが原因です ……以上

何の改善にも結びつかない…☹

- ☹ 試験者の教育訓練に問題は無いか
 - ☹ 十分な知識を与えているか
 - ☹ 試験者として十分な訓練機会、経験は与えたか
- ☹ 試験担当者の技量を把握していたか
- ☹ 試験手順書に誤解される記述はないか
- ☹ 監督者の確認は適切だったか

不適合を「ダメなこと」にしない風土作りが必要



4.11 不適合の是正事例

× 不適合：誤った試験結果を報告した(5.10.1 に不適合)

◆ 問題の根本原因を特定するための検討から始める。

? なぜ誤った結果であることがわからなかったのか。

☹ 標準試薬溶液の濃度の転記ミスを確認できなかった。

? なぜ確認できなかったのか。

☹ 転記元は、年に2~3回しか作らない保存溶液の調製記録で、転記先は、分析ごとに作成するエクセルファイルだった。調製記録からの転記は調製時のみ。エクセルは毎回シートの上書きで作成。

転記元					転記先	
DON	NIV	3-Ac-DON	15-Ac-DON	4-Ac-NIV		
20.50	20.50	20.95	20.48	19.53	DON	20.95
					3-Ac-DON	20.95
					15-Ac-DON	20.48
					NIV	20.50
					4-Ac-NIV	19.53



4.11 是正処置と監視(monitring)

➤ 是正措置

- ☺ 試験結果確認標準作業書を改訂し、保存用試薬の調製記録と試験結果算出用ファイルの数字に齟齬が無いか確認することを明記
- ☺ 試験結果の報告の際には、保存用試薬の調製記録の写しを添付して監督者が確認できるようにする。
- ☺ 分析種の順番を転記元と転記先で整合

転記元

DON	NIV	3-Ac-DON	15-Ac-DON	4-Ac-NIV

転記先

DON
3-Ac-DON
15-Ac-DON
NIV
4-Ac-NIV

➤ 監視

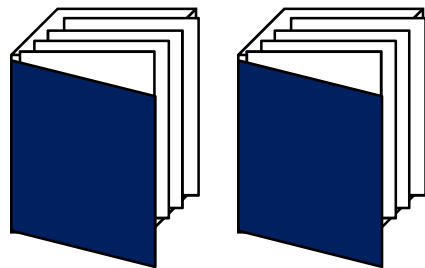
- ☺ 以降、現在まで同じ不適合は発生していない

不適合が発生したことから同様の不適合が発生しにくいマネジメント体制となった



4.13 記録の管理

- ▽ 試験業務で発生するクロマトグラム、計算結果、メモ等のすべてが管理対象となる
- ▽ 紙に書いたもの、電子ファイルを問わない
- ▽ **試験の記録は、試料取扱い記録書や指示書に書く**
 - ▶ 作業者の個人ノートのみには書き留めない
 - ▶ その人が異動した後に試験のトレースバックができない
 - ▶ 紙に印刷・記載したものはすべてファイリング
 - ▶ 電子ファイルは、関係者だけがアクセスできるフォルダに
 - ▶ 紙に印刷しておくことも大事(バックアップ)



4.14 内部監査

▽ 目的

1. 試験の運営がQMSに定めたことに適合するかのチェック
2. QMSが17025の要求事項を満足するかのチェック
3. システム文書で定めたことが適用されているかのチェック
4. システムの改善のきっかけとする

- ▽ 定期的に、計画したスケジュールに従って監査する
- ▽ すべてのマネジメントシステムの要素が対象
- ▽ 品質管理者の責任権限で行う
- ▽ 要求事項が満たされている客観的証拠を追求する
- ▽ 計画→調査→分析→報告→是正→フォローアップまで行う



4.14 内部監査

▽ 適合、不適合、改善推奨事項、観察事項を明確に

▽ 不適合

しなければならないのにしていない

- ▶ 6月までに教育訓練を行う・・・していなかった
- ▶ 天秤は試料を量る前に10gの実用分銅で点検する・・・していなかった

▶▶ 不適合は与える影響の大きさを評価する

▽ 改善推奨事項、観察事項

したほうがいい

- ▶ 冷蔵庫の管理基準が庫内温度だけである(庫内の状態は?)
- ▶ 検量線を作るのに毎回体積計が違っている(揃えたら?)

「軽微な不適合だから改善推奨にする」は間違い



4.15 マネジメントレビュー

▽直近のマネジメントレビューに関する記録が重要

▽PDCAサイクルが機能しているか評価するための資料

▶▶ トップマネジメントへのインプット(報告書)

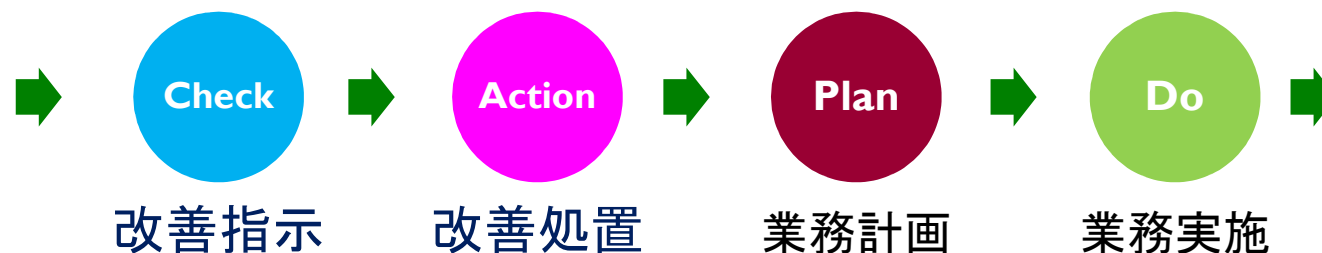
▶ 要求事項4.15.1の「レビューで考慮すべき事項」がインプットされていること

▶▶ トップマネジメントのアウトプット(レビュー記録)

▶ 総合的な目標がレビューされていること

▶▶ 改善指示への対処

▶ 指定された期限までに実施された改善処置の記録





ISO/IEC17025 技術的要求事項への対応

Technical requirement

「認定の基準」についての指針－化学試験－

▽ JABの発行する基準文書 JAB RL355:2017

- ▶ <https://www.jab.or.jp/files/items/6161/File/RL355R4.pdf>

▽ 化学試験分野での要求事項への適合性の判断基準

- ▶▶ ILAC(国際試験所認定機関協力機構)が化学試験分野の認定の基準に使用している CITAC/EURACHEM Guide 2002 の全訳(分析化学における品質の指針)が附属書になっている
- ▶ Guideが2016年に変更されたことから、**早急に対応が必要な附属書A**を先行して改訂し公表
- ▶▶ **現在認定されている試験所も適合させる必要がある**
- ▶▶ **変更内容は、天秤の内部校正、体積計の校正**

CITAC: The Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry
EURACHEM: A Focus for Analytical Chemistry in Europe



箇条 5 技術的要求事項

- ▶ 5. 1 一般
- ▶ 5. 2 要員
- ▶ 5. 3 施設及び環境条件
- ▶ 5. 4 施設・校正の方法及び方法の妥当性確認
- ▶ 5. 5 設備
- ▶ 5. 6 測定トレーサビリティ
- ▶ 5. 7 サンプルング
- ▶ 5. 8 試験・校正品目の取扱い
- ▶ 5. 9 試験・校正結果の品質の保証
- ▶ 5. 10 結果の報告



5.2 要員

- ▽ **すべての要員の力量があることを確実にする**
 - = 役割、役職に見合った教育訓練を行う
 - ▶ 試験の実施、特定機器の操作、結果の評価、
 - ▶ 設備の管理、文書の管理等
- ▽ 管理者は教育、訓練及び技量に関する目標を設定
- ▽ 「職員研修規程」、「年次職員技術研修計画」を利用
- ▽ 当該業務の経験に応じて力量を評価する

**どのように試験所の能力を向上させていくか
計画的に運用することが重要**



5.2 報告書署名者の経歴、力量を明らかに

5.2.1 注記2 試験報告書に含まれる意見及び解釈に責任をもつ要員は、実施された試験に関する適切な資格付与、教育・訓練、経験及び十分な知識に加えて～

- ▽ **報告書署名者**は、技術面で試験所を代表する人物として、試験に関して説明可能な力量を求められる
 - ▶ 17025及び関連試験規格、試験対象に関する知識
 - ▶ 品質システム及び施設、測定装置に関する知識
 - ▶ 試験方法、試験結果及び試験報告書の評価能力
 - ▶ 試験対象品目に関する知識

- ▽ 実際には**署名付き報告書を発行しなくても**、試験結果に責任を持つ人物として決めておくことが必要



5.3 施設

▽ 5.3.1 施設は、エネルギー源、照明、環境条件など(これらに限定されない。)を含め、試験・校正の適正な実施を容易にするようなものにする事

▽ 試験所平面図(建屋配置図)

▶ 使用する部屋の位置を示す施設配置図

▽ 施設配置図

▶ 室内の実験台、機器等の配置図

▽ 設備リスト

▶ 機器、設備の名称と使用するもののリスト

※ 「本試験所は、必要な電源、照明、水道を備え、試験を適切に行う・・・」
などと記述する必要はない



5.3 施設の管理

▽ 一貫して試験結果に影響を与えないことを求めている

5.3.2 環境条件の監視、制御、記録及び滅菌、ほこり、電磁障害、温度、湿度、音響・振動等に注意

- 湿度、気圧、室温など試験結果に影響があるものだけ監視、記録する

5.3.3 両立不可能な活動が行われている区域と効果的な分離、混入汚染(cross-contamination)の防止に配慮

5.3.4 試験の品質に影響する区域への立入、使用の管理

- 部屋や試験スペースを別に作る必要はない

5.3.5 良好な整理・整頓・清潔を確実にするための手段を講じること(taken to ensure housekeeping in the laboratory)

- 作業しやすい環境を維持することが第一



5.4 試験法の選定

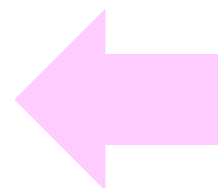
5.4.2 顧客ニーズを満たし、かつ適切な試験方法を選択する。
国際規格、地域規格又は国家規格として発行されている方法を優先的に使用する。

- ➔ 国際規格、地域規格、国家規格などで妥当性が確認され、広く使用されている試験方法を採用する場合には、特に妥当性確認の必要はない。

その試験が確実に実施でき、目的に合った結果が得られることを表明しておく。

試験法の目的適合性評価

試験法の採用について



このような文書を作成する



5.4 試験法の妥当性確認

▽ 試験所で開発した方法、改変した方法は妥当性を確認する必要がある

- 抽出を液液分配から固相抽出にした
- 穀類の試験法を加工食品に適用した
- ECD-GCからGC-MSに変更した
- 対象の分析種を増やした

▽ 5.4.5.2 試験所は、得られた結果、妥当性確認に用いた手順及びその方法が意図する用途に適するか否かの表明を記録すること

- ▶▶ 妥当性の評価結果を示し、目的に合致していることを表明する
- ▶▶ 試験法の性能が基準値に適合していることの確認、評価をする



5.4.5 試験法の目的と評価

ニーズを満たすために必要な程度まで幅広く評価する	
試験のニーズ(目的)	試験法に求める性能
常に存在する分析種の基準値への適合性を確認する	基準値付近の真度、精度が良好
存在するか、しないかを確認する	検出限界が低く、その付近の真度、選択性が良好
できるだけ正確に含まれる量を知りたい	目的濃度範囲での真度、精度が良好
広い濃度範囲での存在が想定される	低濃度から高濃度まで良い相関を得られること
いろいろな試料(マトリクス)を測りたい	適用マトリクスの範囲が広いこと



5.4 試験法の選定・評価・採用

5.4.2 方法を試験又は校正に導入する前に、自身がその方法を適切に実施できることを確認すること

▽ 目的適合性を対象品目について実際に試験して評価する

パラメータ	基準値	試験結果	評価
検出限界	0.010 mg/kg	0.003 mg/kg	適合
定量下限	0.05 mg/kg	0.010 mg/kg	適合
定量上限	1.0 mg/kg	2.0 mg/kg	適合
精度(室内精度)	≤ 15 % (0.05 mg/kg)	9.5 % (0.05 mg/kg)	適合
真度(平均値)	80 - 110 %	92.0 % (n = 5)	適合
検量線の相関	$r \geq 0.995$	$r = 0.9994$	適合

目的に合致していることが確認できたので採用する

〇〇年〇月〇〇日 技術管理者 〇〇 〇〇



5.4 測定の不確かさ

不確かさ(JIS Z8404-1 3.12 備考)

1. このパラメータは、例えば、標準偏差(データのばらつきの指標) (又はそのある倍数)であっても、又は信頼水準を明示した区間の半分の値(例:95%信頼区間の半分)であってもよい。
2. 測定の不確かさは、一般に多くの成分を含む。これらの成分の一部は、一連の測定の結果の統計分布から推定することができ、実験標準偏差(タイプA)によって特徴付けられる。その他の成分は、標準偏差によっても特徴付けられるが、経験又は他の情報に基づいて、確率分布を想定して評価される(タイプB)。
3. 測定の結果は、測定量の値の最良推定値であること、また、補正及び参照標準に付随する成分のような系統効果によって生じる成分も含めた、すべての不確かさの成分は、ばらつきに寄与することと理解される。



不確かさの評価

- ▽ 分析値の信頼性の尺度として必須要件
- ▽ 一般的にはボトムアップ法で推定する

不確かさの要因

- | | | |
|---|-----------|----------|
| 1 | 試料の秤量 | 天びんの不確かさ |
| 2 | 試液の量り取り | 作業の標準偏差 |
| 3 | 体積計の不確かさ | 公差の半分/√6 |
| 4 | 機器測定のはらつき | 測定の標準偏差 |
| 5 | | |
| 6 | | |
| 7 | | |

それぞれのばらつきを
求め合成して、
全体のばらつきを
評価する

不確かさの合成

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \dots}$$



5.4 測定の不確かさ

- ▽ 合理的な推定を行うことが求められている
- ▽ 不確かさを推定する手順をもつことは必須要件
 - ▶ 化学分析は、ボトムアップ法では対応困難な場合がある
- ▽ 化学分析における不確かさの推定についてのヒント
 - ▶ NITE JNLA 不確かさの見積もりに関するガイド
 - ▶ (繊維製品ーアゾ色素由来の特定芳香族アミン定量方法)
 - ▶ 繊維製品から抽出した特定芳香族アミンをGC-MSで測定
 - ▶ <http://www.nite.go.jp/data/000050643.pdf>

ここでの不確かさ推定の考え方

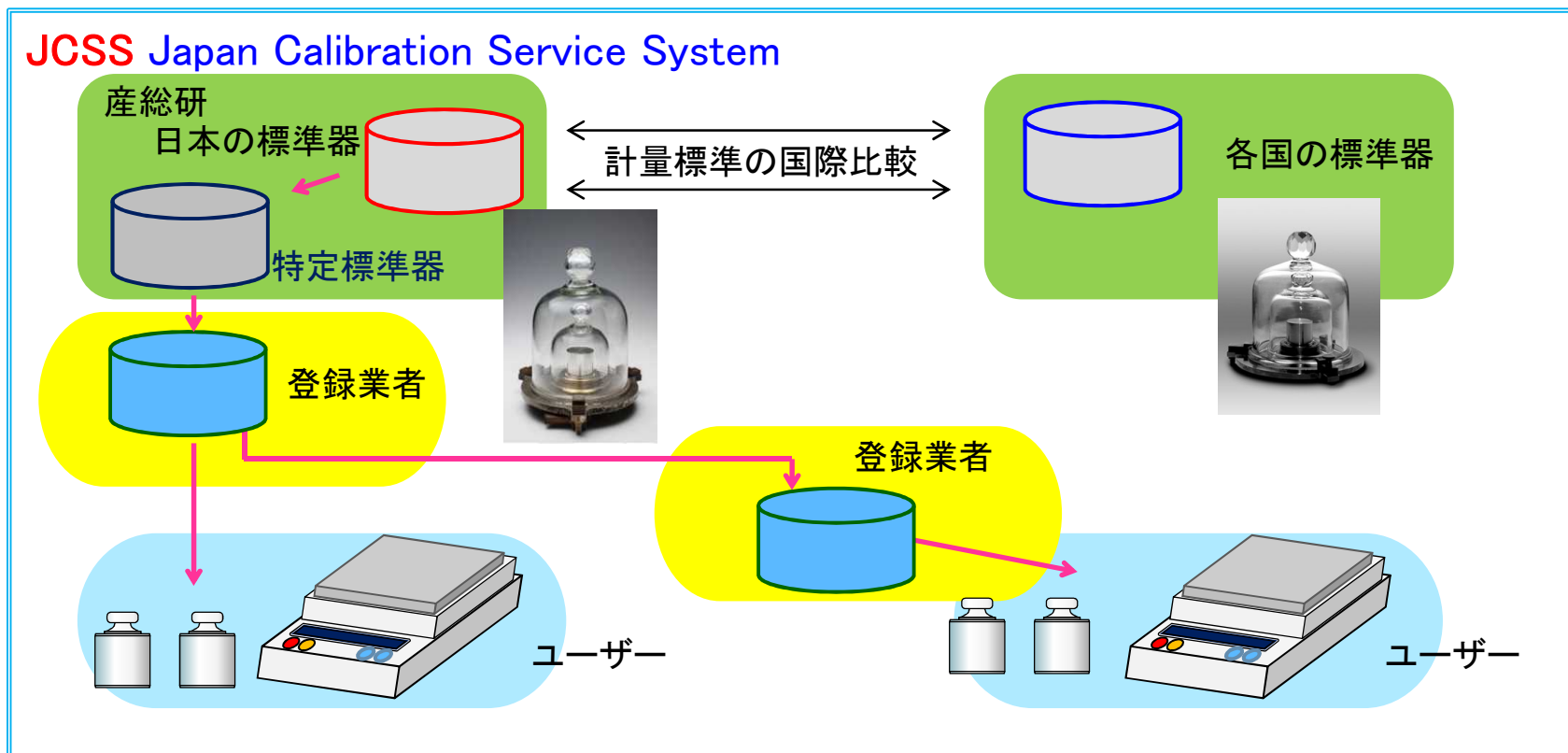
$$u_c = \sqrt{u(T_0)^2 + u(x_0)^2 + u(M_0)^2}$$

- u_c : 合成標準不確かさ
- $u(T_0)$: 前処理の不確かさ
- $u(x_0)$: 標準液濃度の不確かさ
- $u(M_0)$: 検量線から得られた濃度の不確かさ



5.6 トレーサビリティ

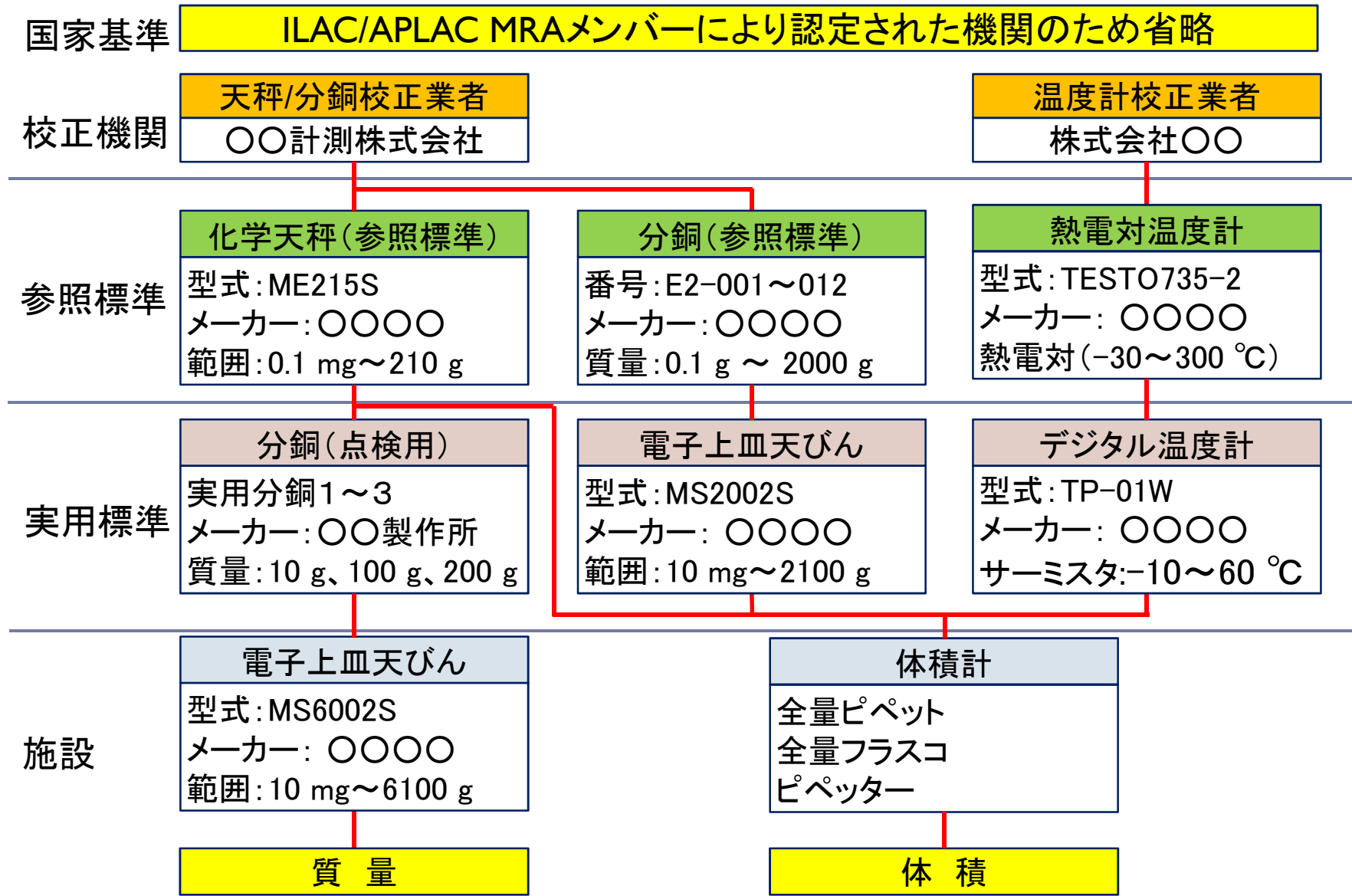
- ▶ 天秤や分銅は国際単位系(SI)へ、トレーサブルであること。
- ▶ 標準物質は信頼できる物理的特性(質量)を与える能力のある供給者から供給された認証標準物質を用いる。



JCSS: 計量法に基づく計量トレーサビリティ制度



トレーサビリティ体系図



物理的標準に関する要求（天秤、分銅）

校正間隔及び性能点検

EURACHEM /CITAC GUIDE Guide QAC 2016に対応

装置・器具の種類	要求事項	推奨される頻度
天秤	フルトレーサブルな校正*	最初の3年間は毎年 その後は満足できるパフォーマンスに基づき頻度を少なくできる
校正用分銅 (参照標準)	フルトレーサブルな校正	5年毎
点検用分銅 (実用分銅)	1) 校正された分銅(参照分銅)を用いた点検	2年毎
1)または2)	2) 校正直後の天秤を用いた点検	2年毎

*:フルトレーサブルな校正とは、認定された校正機関による校正とする。天秤は導入時に校正業者による校正を行い、それ以降は内部校正(参照標準分銅による校正)でもよい。

天秤の使用時点検は、ゼロ点チェックと点検用分銅の読み取りが要求されている



天びん

▽ 定期点検として、JCSS校正業者による校正は毎年1回実施。

▽ 参照標準の天秤で点検用分銅(実用分銅)を値付け(2年に1回以上)

▽ 職員が点検用分銅で日常点検(使用日ごと)

日常点検項目(要求事項)

1. ゼロ点チェック
2. 点検用分銅の読み取り



物理的標準に関する要求（ガラス体積計等）

校正間隔及び性能点検

EURACHEM/CITAC GUIDE Guide QAC 2016に対応

機器の種類	要求事項	推奨される頻度
ガラス体積計	要求される公差に対する質量法による校正	毎年
ピペッター／ピペット	フルトレーサブルな校正*	毎年

ピペッター／ピペットの定期点検は、質量法による真度と精度のチェックが要求されている

*:フルトレーサブルな校正または内部校正（トレーサブルな天秤を使った校正）

※ガラス体積計は、ビューレット、比重びん、全量フラスコ等で、メスシリンダーは含まない



ガラス体積計の管理の例

- ▶ 使用する器具すべてについて、購入時に容量がJIS R3505:1994のCLASS-A許容誤差内にあることを確認する
- ▶ 許容誤差内に入らないものは使用しない
- ▶ 定期的に純水を用いて質量法で体積計を点検する
- ▶ 計算式は JIS R3505によること



JIS R3505 実体積の測定

$$V_{20} \doteq W + V_n(Z - 1) \quad \text{常温・大気圧で試験を行うときの近似式}$$

V_{20} : 20°Cでの実体積(ml)
 W : 容器内の水の重量(g)
 V_n : 体積計の表す体積

- 水を体積計で量り取り、その水の重量を化学天秤で秤量する

$$Z: \left(\frac{1}{\rho_W - \rho_A} \right) \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times (1 - 3r(t - 20))$$

ρ_W : t °Cの水の密度(g/cm³)
 ρ_A : 周囲の空気密度(g/cm³)
 ρ_B : 校正分銅の密度(g/cm³)
 t : 測定に用いた水の温度(°C)
 r : 体積計の線膨張係数(°C⁻¹)


- 校正された天秤を使用
- 精製水を室温にして使用
- 水温は正確に測定

単純に $V_{20} \doteq W / \rho_W$ (実体積 = 水の質量 / t °Cの水の密度) としないこと



ガラス体積計の受入検査の記録

ガラス体積計 受入記録

点検者: 

点検年月日: 2014年5月7日

使用天秤: 401061

全量ピペット

水温(°C) = 25		水の密度 = 0.997044		Vn(Z-1) = 3.95			
ホールピペット							
容量 (ml)	測定重量 (g)	水の体積 (ml)	誤差 (ml)	管理基準 (±ml)	判定	備考	
1.0	0.9936	0.99755	-0.00245	0.01	○		
1.0	0.9967	1.00065	0.00065	0.01	○		
1.0	0.9999	1.00385	0.00385	0.01	○		
1.0	0.9974	1.00135	0.00135	0.01	○		
1.0	0.9938	0.99775	-0.00225	0.01	○		
1.0	0.9968	1.00075	0.00075	0.01	○		
1.0	0.9991	1.00305	0.00305	0.01	○		
1.0	0.9970	1.00095	0.00095	0.01	○		
1.0	0.9980	1.00195	0.00195	0.01	○		
1.0	0.9957	0.99965	-0.00035	0.01	○		
1.0	0.9978	1.00175	0.00175	0.01	○		
1.0	0.9966	1.00055	0.00055	0.01	○		
1.0	0.9979	1.00185	0.00185	0.01	○		
1.0	1.0001	1.00405	0.00405	0.01	○		
1.0	0.9999	1.00385	0.00385	0.01	○		



ピストン式ピペット

- ▶ 参照標準天秤を使って毎年1回以上系統誤差と偶然誤差の定期点検を行う。

①系統誤差試験(可変容量)※

$$e_s(\%) = \frac{V - V_s}{V_0} \times 100$$

V = 10回の排出容量の平均値

V_s = 設定容量

V_0 = 最大設定容量

基準: 1000 μ lでは ± 0.8 %以内

②偶然誤差※

10回測定の相対標準偏差

基準: 1000 μ lでは ± 0.3 %以内



※試験方法は、JIS K0970:2013
に規定される方法とする



ピストン式ピペット定期点検（容量可変）

点検項目 2（系統誤差及び偶然誤差）

回数	公称容量(1000μL)		公称容量の1/2(500 μL)		下限値(100 μL)	
	排水質量(mg)	排水容量(μL)	排水質量(mg)	排水容量(μL)	排水質量(mg)	排水容量(μL)
1	999.6	1001.9	498.7	499.8	100.0	100.2
2	1002.0	1002.5	497.3	498.4	99.8	100.0
3	1000.4	1002.7	497.5	498.6	99.9	100.1
4	999.3	1002.6	496.9	498.0	99.5	99.7
5	999.5	1002.2	497.1	498.8	99.6	99.8
6	997.7	1000.0	497.6	498.7	100.0	100.2
7	1000.1	1002.4	497.8	498.9	99.6	99.8
8	999.6	1001.9	497.4	498.5	99.5	99.7
9	999.4	1001.7	498.1	499.2	98.2	98.4
10	998.6	1000.9	497.3	498.4	100.1	100.3
	排水容量の平均値	1001.9	排水容量の平均値	498.8	排水容量の平均値	99.9
	系統誤差(%)	0.2	系統誤差(%)	-0.1	系統誤差(%)	0.0
	系統誤差判定	○	系統誤差判定	○	系統誤差判定	○
	偶然誤差(%)	0.1	偶然誤差(%)	0.0	偶然誤差(%)	0.1
	偶然誤差判定	○	偶然誤差判定	○	偶然誤差判定	○

最大体積

1/2

最少体積

総合判定	<input checked="" type="checkbox"/> 適 <input type="checkbox"/> 不適	次回定期点検予定	2014年 6月
特記事項（総合判定で「不適」となった場合の経過等）			



試験品目（試料）の取扱い

- ▶ 5.8 試験品目の輸送, 受領, 取扱い, 保護, 保管, 保留及び／又は処分のための手順を持つこと。
- ▶ 受領したサンプルは直ちに識別(調査番号の採番、表示)して情報の記録。
- ▶ 試料の取り違いをしない手順を確実に。
- ▶ 原体から分析試料まで、識別した容器を用意する。
- ▶ 試料としての適性に疑義がある場合の対応方法を明確化。

- ▶ 処分のための手順:
 - ①試料を物理的・化学的に、環境に排出しても問題ない状態(産業廃棄物として処理できる状態)にする
 - ②所有、廃棄の権限を明確にしておく

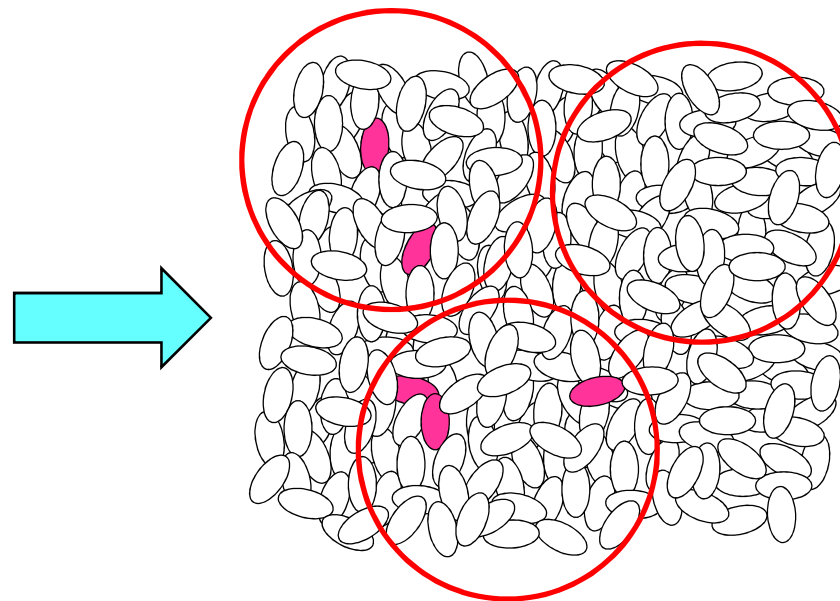


試料調製の重要性

- ▶ 産地からサンプリングされ、受領する麦類の試料は1 kg
- ▶ 一回の分析に使用する試料は 10 g
- ▶ かび毒を産生した麦粒は偏在していることが考えられるため、十分な均質化が必要



赤かび病が発生した小麦
農林水産省ウェブサイトより



かび毒を産生した麦粒は偏在が想定される



試料の均質化

- ▶ 送付された試料は全量(1kg以上)を粉碎



- ▶ 0.5 mmのメッシュスクリーンを通過するように細かく粉碎する。



混合確認試験

- ▶ 粉碎した小麦を食紅で着色。
- ▶ ポリ袋に入れ、空隙をつくって激しく振る。
- ▶ 規定した30回の振とうで全体が均質に混合されたことを視認。
- ▶ この他、管理試料を同様に調製し、分析して均一性を確認。



分析用標準品のトレーサビリティ

- ▶ 標準品溶液(メーカーの分析証明書付きで購入)
- ▶ メーカーが ISO 17034 または JIS Q0034 (標準物質生産者の能力に関する一般要求事項) に適合していること
- ▶ 認証値の不確かさの記載があることも要確認



3. Certified values and their uncertainties

Mycotoxin Mix 2 (B-Trichothecenes)		
Compound	Mass concentration ^a	
	Certified value ^b	Uncertainty ^c
Deoxynivalenol	100.4 µg/mL	± 0.8 µg/mL
Nivalenol	100.3 µg/mL	± 2.0 µg/mL
3-Acetyldeoxynivalenol	100.0 µg/mL	± 1.4 µg/mL
15-Acetyldeoxynivalenol	100.0 µg/mL	± 2.7 µg/mL

^a Values are based on preparation data and confirmed experimentally by HPLC-UV analysis
^b Mass concentration based on weighed amount, purity and dilution step
^c Expanded uncertainty U (k = 2) of the value u_c according to GUM [5]

3.1 Calculation of uncertainty

The uncertainty of each certified value was calculated on the basis of preparation [6].



5.9 試験結果の品質の保証

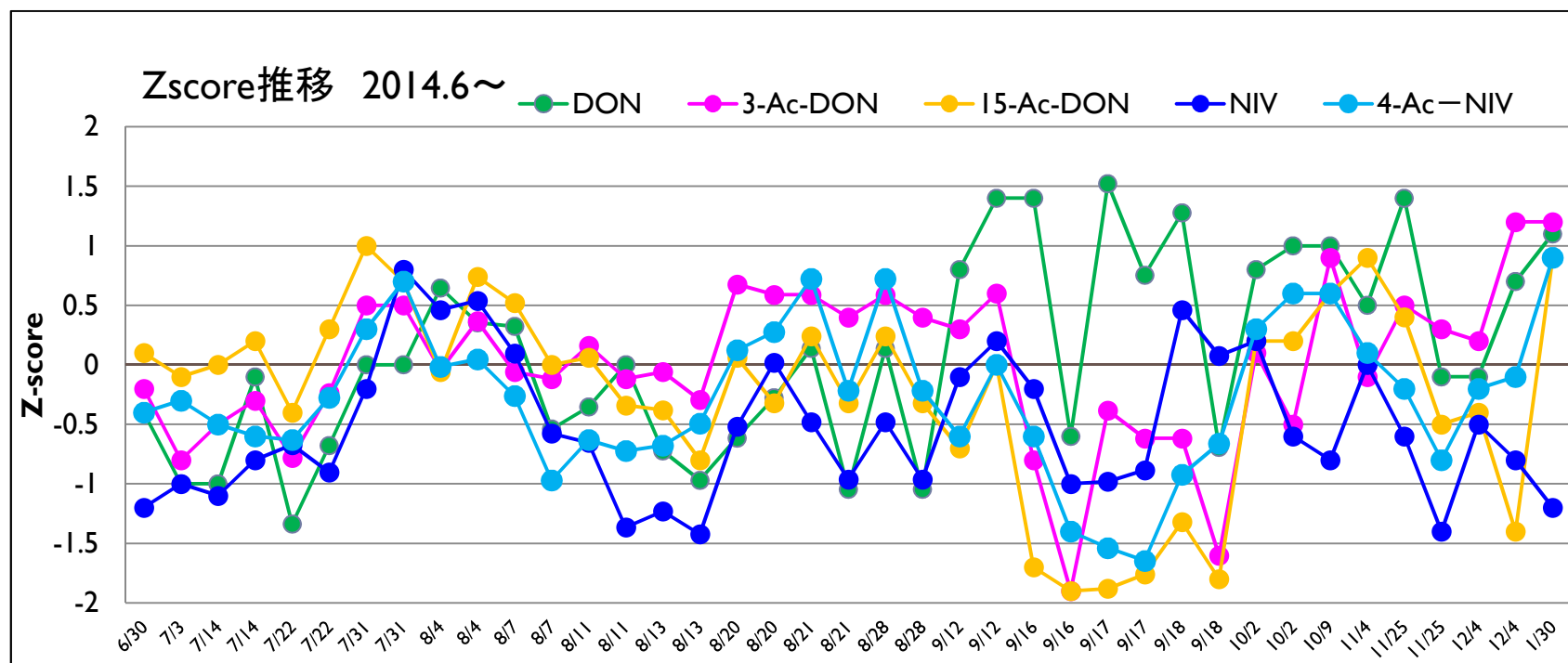
- ▶ 5.9.1 ～品質管理手順をもつこと。次の事項を含むのがよいが、これらに限定されない。
 - a. 認証標準物質の定期的な使用及び／又は二次標準物質を用いた内部品質管理
(既知濃度試料を用いた真度等の確認)
 - b. 試験所間比較又は技能試験プログラムへの参加
(試験所としての技能の確認)
 - c. 同じ方法又は異なる方法を用いた試験の反復
(再現精度の確認)
 - d. 保留された品目の再試験
(間隔をあけたときの再現性の確認)
 - e. ひとつの品目の異なる特性に関する結果の相関
(濃度とレスポンスの相関)



5.9 品質の保証

▽ 5.9.1 内部品質管理の記録

▶ 傾向が検出できるような方法での記録



試料と併行して行う添加回収試験の結果をグラフプロット



5.9 試験結果の品質の保証(a)

▽ 5.9.1 内部品質(精度)管理の記録

a) 認証標準物質又は2次標準物質を用いた管理

管理試料(例えば標準添加試料)を作成し、あらかじめ5回以上分析する

このときの平均真度(回収率) ⇒ 目標値 (μ_a)

このときのばらつき(標準偏差) ⇒ 目標精度 (s_a)

管理試料を試験品目と同時に試験した結果 (x_a)

回収率の評価方法

① $\mu_a \times 0.7 \leq x_a \leq \mu_a \times 1.2$ (精度管理の一般ガイドラインによる)

② $\left| \frac{\mu_a - x_a}{s_a} \right| \leq 2.0$ (JIS Q17043による)

※原則として試験対象物質すべてについて評価する必要がある



5.9 試験結果の品質の保証(b)

▽ 5.9.1 内部品質(精度)管理の記録

b) 直近の技能試験の結果

ISO/IEC 17043 (JIS Q17043) に適合している供給者のプログラムに参加することが望ましい。

- ▶ 改訂17025では、inter laboratory comparisons (試験所間比較) を要求しているので、該当する技能試験プログラムがない場合には、適切な試験所比較への参加が必要と思われる

※問題なし⇒リアクションなし ではなく、うまくいった手順を明確にして試験手順を見直すことが重要

技能試験結果で、z-scoreが2を超えた場合には、適切な原因究明と是正がされていることが必要。マネジメントの改善による再発防止が確認できれば問題ないと思われる。



5.9 試験結果の品質の保証(c)

▽ 5.9.1 内部品質(精度)管理の記録

c) 同じ方法での試験の反復

- ① 既知濃度の添加回収試験を5回以上繰り返し検査を行い、
z-スコアで評価する(精度管理の一般ガイドライン)
 $z_i \geq 2$ (ひとつ以上当てはまれば原因究明と改善処置)

- ② 毎回の試験で試験試料の同じものを同時に2重分析する

Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories.

結果の評価

- ▶ $|x_1 - x_2| \leq 2.8 \sigma_p$
- ▶ ここで $\sigma_p = 0.02C^{0.85} \times 0.66$

C : 2重試験の平均値

試験の反復により、妥当な試験結果が常に得られることを証明



5.9 試験結果の品質の保証(d)

▽ 5.9.1 内部品質(精度)管理の記録

d) 保留された品目の再試験又は再校正

- ▶▶ 内部品質管理に用いる管理用試料は、長期にわたって十分に安定的である(安定的に保存できる)ものであることが必要

- ▽ 間隔をあけて再試験を行い、結果の変動傾向や再現性を確認する

- ▽ 同時に試験手順が引き続き適切であること、設備、システムの適切性を確認する
 - ▶▶ 管理図や統計的手法(z検定等)で、常に適切な試験が行われていることを確認する



5.9 試験結果の品質の保証(e)

▽ 5.9.1 内部品質(精度)管理の記録

e) ひとつの品目の異なる特性に関する結果の相関

▶ 異なる特性とは

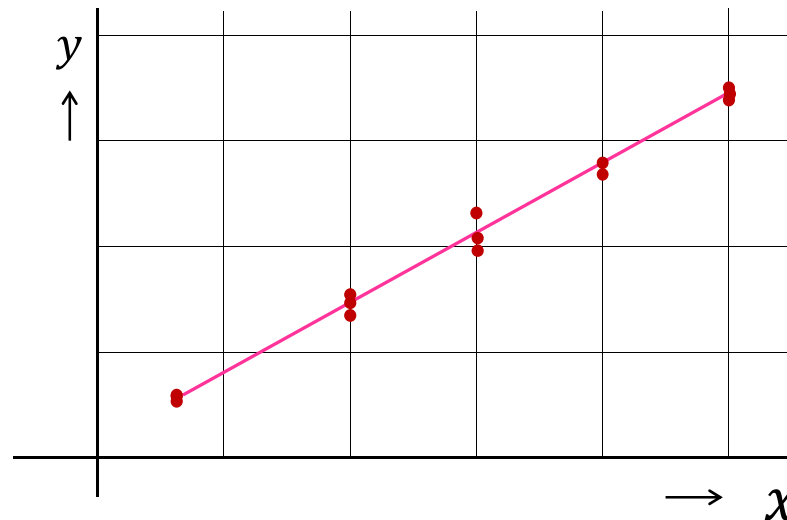
- ▶ 測定機器のレスポンス (y)
- ▶ 濃度 (x)

▶ 使用した検量線の相関を記録しておく

$$y = \alpha + \beta x$$

▶ 相関係数 (r)

定量試験では
0.99以上が目安



有効数字の目安

▽ 特に決まりがない時の有効数字の求め方

- ① 同じ試料を繰り返し分析し、標準偏差を求める
- ② 分析濃度の標準偏差を推定する
- ③ 標準偏差の2桁目と同じ位を有効数字の最終桁とする

① 実測値から求める

測定値 (mg/kg)

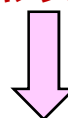
1:	85.013
2:	96.395
3:	95.739
4:	92.533
5:	83.765

標準偏差

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = 5.950 \text{ mg/kg}$$

2桁目

小数点以下1位



分析値 (平均値)

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i = 90.689 = 90.7 \text{ mg/kg}$$

分析値は小数点以下1位まで表記する

Pure & Appl.Chem., 67(2), 331-343(1995)



マネジメントの構築と実践

放置されやすい問題 (内部監査で指摘されない程度の問題)

業務開始に時間が掛かる

- 指示系統が機能していない(命令・指示の明確化)
- 業務計画が周知・共有されていない(コミュニケーション不足)
- 準備が不十分で開始できない(業務の理解不足)

業務がスムーズに運ばない

- プロセスを指示どおり行わない(指示、技量、手順に問題)
- チェックされない(監視、監督に問題)
- 手順以外の枠組みが複雑すぎる(方法、手続きの問題)
- 手順に対して設備等が適切でない(資源が不足)

結果のアウトプットに問題がある

- 転記ミスや計算ミスがある(手順、指示書が行き届いていない)
- 報告まで時間が掛かる(手順、指示が不適切)

不都合無く実施されていれば良しとされる。

改善されず繰り返される。むしろ、変えてはいけない雰囲気

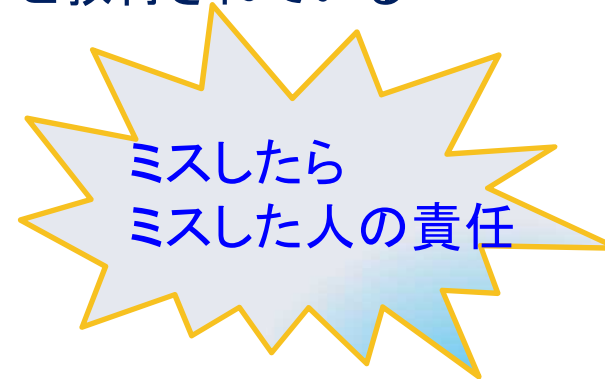
現場の「やらされている感」が強い → 硬直化、形骸化



現場主導とほど遠い

▽ やらされている感

管理職は今までできていたんだからそれで良いという考え
言われたとおりにやっていけば良いと教育されている
常に指示を待つ風土になっている
余計なことには口を出さない
関わらなくなる



試験担当者

少し変だが、これで良いらしい
問題に気づいていても言い出さない
変えようとする提案はもつてのほか

改善の提案を
却下する管理職



改善の機会が生まれない



理想的とするマネジメント

- ▽ 明確な方針を全員が認識
- ▽ 適切なシステム(無理、無駄のない手順の設定・実施)
- ▽ 明確な責任権限
- ▽ 分析担当者が自らマネジメント
 - パフォーマンスを自己評価する
 - 改善すべき点に気づく
 - 改善処置を主導できる
- ▽ 積極的なコミュニケーション
- ▽ 水平展開が行われる
- ▽ 現場主導で継続的にマネジメントの改良、改善が行われる



今やっていること

▽ 職員の意識の向上

- アンテナを高く情報収集
- 提案を反故にしない風土づくり
- 業務進行状況、突き当たった問題等を毎週のミーティング等で担当者が説明

状況の共有

他の試験への水平展開

打開方法の検討

経験からのアドバイス

▽ コミュニケーションの容易な風土づくり



現場主導の改善を行うため

- ▽【要求事項】マネジメントシステムの実施、維持、改善は試験所の責務である。関係者が認識をしっかりと

担当者の気づき
改善の提案



経験者のアドバイス・意見

- ▶【要求事項】管理者はコミュニケーションのための適切なプロセスを確立する。

日常的に双方向コミュニケーションが行われる風土を
管理者が醸成する

- ・貢献認識の向上
- ・担当者間の関係性の強化
- ・問題発見力の向上



PDCA

▽ 計画が適切であること

- 目的を確実に反映した計画
- 資源(人員、設備)、期間に無理がない

▽ 100%未満で適切に実施できること

- 若干の余裕を残し緊急に対応できる稼働状況

▽ 改善するための監査とマネジメントレビュー

- 不適合をネガティブとしない風土
- プロセスの全体像を捉えた監査
- 形骸化しないように、仕組みにとらわれず

▽ 是正が将来に結びつくアクション

- 是正ばかりに気を取られない
- どうすれば目的を達成できるかを視野に
- 必要なら仕組みを変えてみる



意識改革と環境改革（組織の管理）

- ▽ 達成するためのミッションを与え、とにかく動かす
- ▽ 自分たちで解決しないといけない問題であると認識させる
 - 自分の担当業務についてプレゼンさせる
 - 自ら動かなければ解決しない
 - 試験所の誰にでも責任と権限がある
- ▽ SOP作成（プロセスの見える化）はゴールでなくスタート
 - スタートがややこしかったらミスを誘発する
- ▽ 良い状態を見える化する
 - うまくいかなかったときの比較対象を確保する



本日の講演内容

- ▽分析値の信頼性の要件
- ▽GLPとISO/IEC 17025
- ▽管理上要求事項への対応
- ▽技術的要求事項への対応
- ▽マネジメントの構築と実践

ご清聴ありがとうございました

