2016.1.28　第三回　STQ法を考える会（福岡市）

技能試験の活用
～当社の場合～

株式会社アイスティサイエンス

AiSTI SCIENCE

Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

本日の内容

AISTI SCIENCE

Beyond your Imagination

1. 技能試験について

2. 過去における当社の参加状況と結果

3. 結果からの調査・対応

4. まとめ

技能試験や外部精度管理とは

- 対象化合物が含有されたもの、または、添加したサンプルを主催者が用意し、試験参加機関がそれぞれ定量・報告の後、主催者が統計処理を行う。

- 一般的にはZスコアで評価される。（中央値：Z=0）

  $|z| \leqq 2$　　分析技能は満足

  $2 < |z| < 3$　分析技能は疑わしい

  $|z| \geqq 3$　　分析技能は満足しない

  ※一般的には、 $|z| > 2$の場合改善が必要とされている。

技能試験参加の目的

- 他機関との定量結果と比較することで、自社の試験精度や技術、管理方法に至るまで客観的に評価できる。

- 評価が良好な場合には、自社の精度に自信が持て、満足できなかった場合には今後の改善に生かせる。

当社が提案している分析法を客観的に検証するため

**普及している分析法の把握と、
当社開発分析法との数値差を確認**

当社の分析及びシステムの客観的評価

技能試験で評価できる範囲

試験にかかわる全工程について客観的に評価できる

例：検査機関の場合

検体搬入　→　受付　→　検体保管→
→　前処理　→　試験　→　測定　→　解析
→　報告書作成　→校正　→報告

技術だけではいい結果は出せない

本日の内容

AISTI SCIENCE

Beyond your Imagination

1. 技能試験について

2. 過去における当社の参加状況と結果

3. 結果からの調査・対応

4. まとめ

当社参加技能試験結果

2012年：産業総合研究所主催（産総研）　大豆　結果良好

2013年：産総研　玄米　結果良好

2014年：産総研　玄麦　結果良好

2015年：産総研　玄米　結果良好

食品関連団体　かんきつ類　結果×

調査開始

調査方法

①担当者からの事実確認

②悪い数値となった直接的な原因を調査

③悪い結果が提出された流れの調査

④悪い結果に至った環境（システム）の調査

犯人捜しではなく組織全体で調査

本日の内容

AISTI SCIENCE

Beyond your Imagination

1. 技能試験について

2. 過去における当社の参加状況と結果

3. 結果からの調査・対応

4. まとめ

悪い数値となった直接的な原因

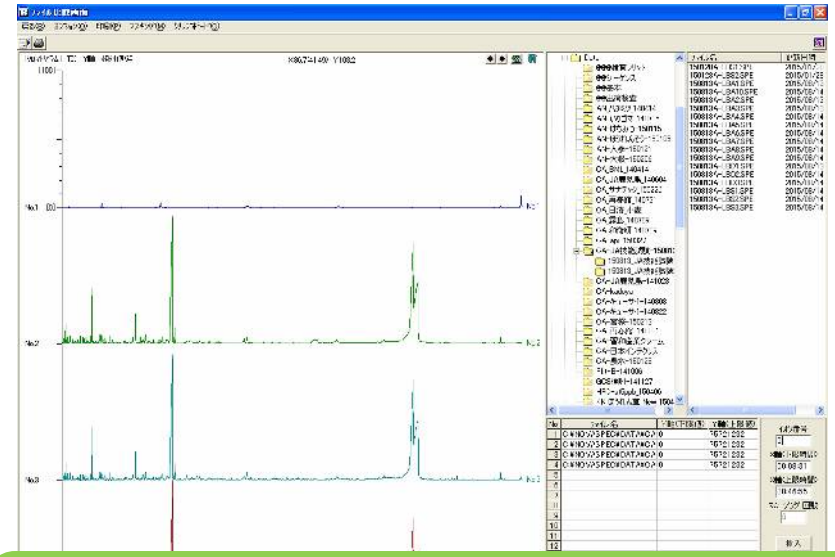
予想原因①　検量線の作り間違い？

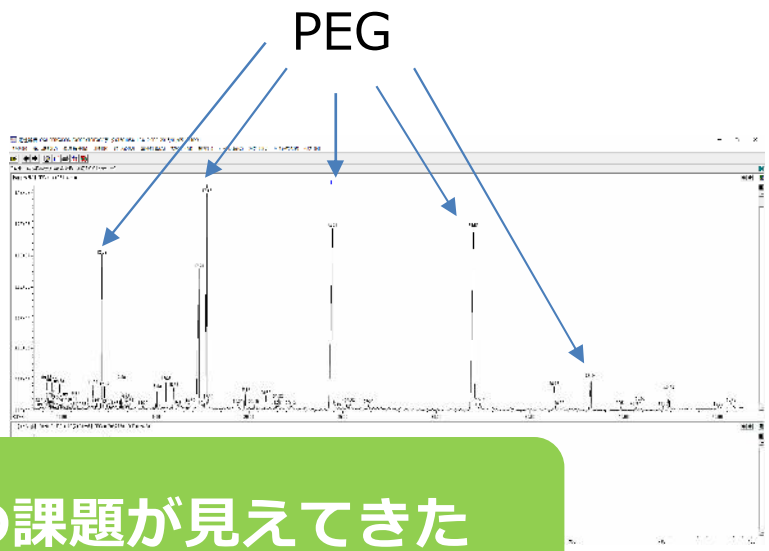
→　計算間違い？

予想原因②　注入口昇温条件が適切でなかった？

→　PEG(300)のピークが見られないことに後から気づいた。

→　記録が残っていなかったため測定条件などの確認ができなかった。





調査を行うにつれ、システム全体の課題が見えてきた

環境・システムの調査と対策

～検体搬入・保管～

現状調査結果（検体搬入、保管）

【検体搬入→検体保管】

①特にルール無し

②記録なし

③保管場所の規定なし

試験担当者が不在の場合、保管まで時間があく事例もあった。

対策１　（検体搬入、保管）

①原則、受領者が試験担当者に手渡しとする。

②担当者が社内に不在の場合は、

常温…試験担当者の机の上に置き、メール等で連絡

冷蔵…冷蔵庫一時保管場所に保管（保管場所規定）

冷凍…冷凍庫一時保管場所に保管（保管場所規定）

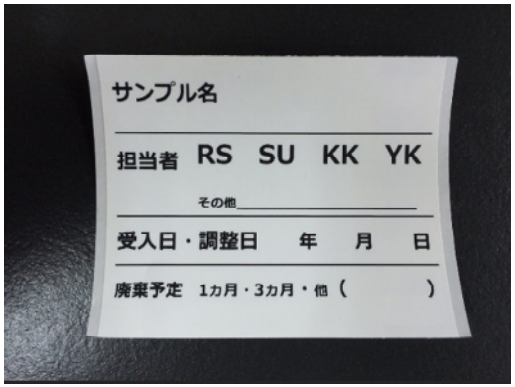
対策2（検体搬入、保管）

①サンプルの保管場所を定義

左側
上段：着手前
中段：着手中
下段：着手後

右側
上段：一時保管
中段：予備スペース
下段：予備スペース

②サンプル用シールを作成
受入れ・サンプル調整・溶媒調整時に記入、容器に貼付



備考　溶媒に関して

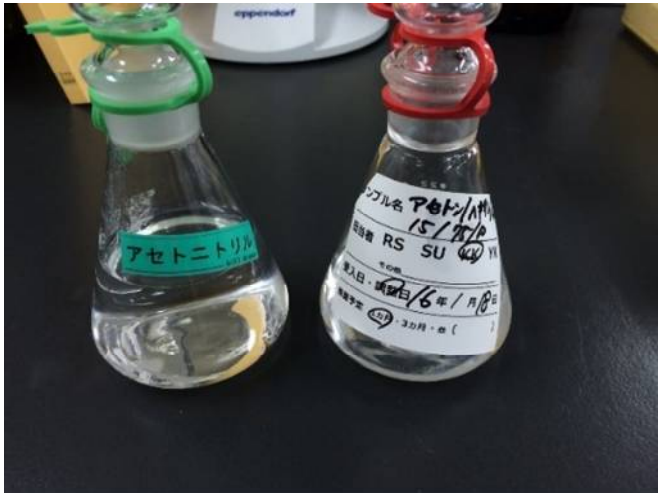
溶媒の種類ごとに色分けで管理していたが、
調整者や調製日時の記述はなかった。

例）

アセトニトリル	アセトン	アセトン-ヘキサン	水	メタノール
緑色	黄色	赤色	青色	白色

⇒サンプル用シールを色分けと組み合わせて使用する。
普段使わない溶媒は調製シールで溶媒名を記録する。

※単一溶媒であれば調製日時等の記述はしない。



環境・システムの調査と対策

～前処理（粉砕）・試験・測定・解析～

調査結果（前処理・試験・測定・解析）

【前処理（粉砕）】
　記録なし
　試験品に対する対象部位等の指定なし（都度通知を確認）

【試験】
　記録なし
　担当者の記憶で操作。試験変更時も記憶頼み。
　試験法の種類は多くないが、思い出すのが困難な場合もあった。
　検量線の計算間違いが起こることがあった。

【測定】
　記録なし
　期間が空くと、どの測定メソッドを使用したか不明の場合があった。

【解析】
　記録なし
　期間が空くと、どの解析メソッドを使用したか不明の場合があった。

対策（前処理・試験・測定・解析）

①試験手順書兼メモ（野帳）を実際の試験用に作成し、全行程において記録を実施。
測定メソッド、解析メソッド、クロマト、スペクトルを記載、添付。
検量線作成方法は添加濃度などから自動計算されるようにした。

②使用溶媒瓶には、調製日、期限を貼付。
月頭に点検、期限の過ぎた溶媒は廃棄、必要に応じて調製する。

③混合標準液はパソコンにて調整日時を管理

④解析時にPEG(TIC)、ﾌｪﾅﾝﾄﾚﾝd-10(SIC)を確認し、測定間違いを早期発見する。

⑤前処理装置の使用時チェックリストを作成

混合標準液管理画面

	標準液名	社内管理番号	作成日時	使用期限	作成者	濃度	溶媒	使用試薬	保管場所
	LC用標準溶液MIX-林純薬	H-LCmix-1511	2015/11/26	2016/11/26	小西-AISTI	2ppm	アセトニトリル	PL2005 農薬LC/MS MIX4 Lot.J130410001 PL2005 農薬LC/MS MIX5 Lot.J131107001 PL2005 農薬LC/MS MIX6 Lot.J140304001 PL2005 農薬LC/MS MIX7 Lot.J111012001 PL2005 農薬LC/MS MIX8 Lot.J091217041 PL2005 農薬LC/MS MIX9 Lot.J140723001 PL2005 農薬LC/MS MIX10 Lot.J091217043	冷凍庫小
	GC用標準溶液MIX-林純薬	H-GCmix-1511	2015/11/26	2016/11/26	小西-AISTI	2ppm	アセトン	PL2005農薬GC/MS MIX I Lot.J150601001 PL2005農薬GC/MS MIX II Lot.J081204037 PL2005農薬GC/MS MIX III Lot.J081107038 PL2005農薬GC/MS MIX IV Lot.J100309061 PL2005農薬GC/MS MIX V Lot.J150916001 PL2005農薬GC/MS MIX VI Lot.J150601001 PL2005農薬GC/MS MIX7 Lot.J090819029	冷凍庫小

環境・システムの調査と対策

～報告書作成・校正・報告～

調査結果（報告書作成・校正・報告）

【報告書作成】
　実際に運用されている共通の報告書様式が無く、
　担当者が都度作成

【校正】
　決まった校正ルール無し

【報告】
　試験終了後、担当者が直接報告

対策（報告書作成・校正・報告）

【報告書作成】

共通の報告書様式作成。試験野帳を参考に報告書を作成。

【校正】

確認者、承認者の各一名の校正を実施。

【報告】

承認の後、担当者が報告とする。

対策まとめ

予想原因①　検量線の作り間違い？

→Excelで自動計算により計算間違いを予防する。

予想原因②　注入口昇温条件が適切でなかった？

→解析時にPEG(TIC)、ﾌｪﾅﾝﾄﾚﾝd10(SIC)を確認して測定の正しさを確認。

→当時の測定条件の見直しができるように記録を残す。

その他

- 検体受け入れ規則を制定。
- 検体保管場所の確保、場所で分類。
- サンプルシールによりサンプル・溶媒調製日時の記載のルール化。
- 野帳により操作間違いを予防。
- 野帳に沿った報告書を規定。
- 報告書に確認者、承認者の署名欄を設ける。

本日の内容

AISTI SCIENCE

Beyond your Imagination

1. 技能試験について

2. 過去における当社の参加状況と結果

3. 結果からの調査・対応

4. まとめ

まとめ

①技能試験に参加することにより、課題が見つかり、対策をとることができた。

②一度の参加では分からなかった。継続して参加することで見直しにつながった。

③犯人探しではなく、組織全体で調査改善を行うことできた。

メーカーではありますが
今後も継続して参加予定です