

## 試験法の妥当性評価手法について

1

## 分析法バリデーションの必要性

CAC/GL27 (1997)

*Codex Guidelines for the Assessment of the Competence of Testing Laboratories Involved in the Import and the Export of Food*

ISO/IEC Guide25を遵守している

技能試験に参加する

バリデートされた方法を使用している

内部精度管理を実施している

2

## JIS Q17025 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 (2005)

5 技術的要求事項

5.4 試験・構成の方法及び方法の妥当性確認

5.4.5 方法の妥当性確認

5.4.6 測定の不確かさの推定

3

## 分析法の性能パラメータ

真度

選択性

検出限界

定量限界

直線性

範囲

頑健性

精度

併行精度

室内再現精度

室間再現精度

4



## 真度と精度

**真度** (=バイアス, 回収率)

分析結果の平均値と真値の差(比)

誤差: 1つの分析結果と真値の差

**精度**

1つ1つの分析値が一致する程度

5

## 精度の種類

併行精度      repeatability

試験者、試験日、試薬、機器が全て同じ

室内精度

色々なレベルの精度

intermediate reproducibility

室間再現精度      reproducibility

試験者、試験日、試薬、機器が全て異なる

6

## In-house validation

- 正式なcollaborative trial の前に正当性を保証する.
- すでにバリデートされた方法が正しく実施されていることを保証する.
- collaborative studyの実施が困難な場合に, 分析法の信頼性の証拠を示す.

7

## 食品中に残留する農薬等に関する 試験法の妥当性評価ガイドライン

8



## ガイドライン設定の目的

- ・試験室が農薬の試験法を採用する際に行う  
single-laboratory validation方法の標準化
- ・試験法採用基準の設定  
基準を満たすための試験方法の修正
- ・測定値の不確かさ推定方法の標準化

9

## ガイドラインで想定した分析目的

食品中の残留農薬レベルが基準値に適合しているかどうかを正しく判定すること。

スクリーニング、モニタリングは目的としていない

10

## 2. 本ガイドラインの対象

通知で示している試験方法以外の方法によって試験を実施するために、通知の別添の第1章の5.の(1)に基づき、各試験機関において開発した試験法とする。

=同等以上の方法

11

## 評価するパラメータ

選択性

真度(回収率)

室内精度

定量限界

12



## 4. 評価の方法

食品毎に、妥当性を評価する試験法の分析対象である農薬等を添加し、測定結果から評価パラメータを求め、それぞれの目標値等に適合していることを確認する。

認証標準物質を分析し、回収率を求める。

認証標準物質、金属を含有する試料、添加試料を分析し、精度を求める。

13

## 真度と精度の目標値

濃度 (ppm)	試行回数 (回)	真度 (回収率) (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
$\leq 0.001$	5	70 ~ 120	30 >	35 >
$0.001 < \sim \leq 0.01$	5	70 ~ 120	25 >	30 >
$0.01 < \sim \leq 0.1$	5	70 ~ 120	15 >	20 >
$0.1 <$	5	70 ~ 120	10 >	15 >

14

## 真度と精度の目標値

濃度 (mg/kg)	試行回数 (回)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.01 < ~ ≤ 0.1	5	80 ~ 120	15 >	20 >
0.1 < ~ ≤ 1	5	80 ~ 110	10 >	15 >
1 < ~ ≤ 10	5	80 ~ 110	10 >	15 >
10 < ~ ≤ 100	5	90 ~ 110	10 >	15 >
100 <	5	90 ~ 110	10 >	15 >

15

## 単一試験室でバリデートした分析法選択のための 一般基準 (Codex procedural manual)

- i. 国際的に認められたプロトコルに従っている
- ii. ISO/IEC 17025に適合した品質システム下で行われるべきである
- iii. 精確さに関する情報を補完する  
技能試験への参加, CRMの使用  
回収率の確認  
他のバリデートされた方法との比較

16