

残留農薬については、食品個体内での分布の不均一性に関心もたれ、それを考慮して、分析対象部位が各農産物に対して示されていた。同じ食品でも対象農薬により分析対象部位が異なる場合も多く見られた。なお、今回具体的な情報が入手できなかったが、食品中の動物用医薬品を規制するためのコーデックスガイドラインが示されており、その中でサンプリングについても述べられているようである。なお、コーデックスではサンプリングに関する一般ガイドライン「GENERAL GUIDELINES ON SAMPLING (CAC/GL 50-2004)」を2004年6月に採択しているが、このガイドラインは「分布が不均一な場合(アフラトキシンなど)」や、「残留農薬・残留動物用医薬品」には適用できないと、注が付けられているものである。魚介類中の有害金属については、特定の臓器に集まりやすいことはよく知られている。たとえば2006年7月に開催された第29回コーデックス総会において、海産二枚貝と頭足類中のカドミウムの基準値がステップ8として最終採択されたが、その際には海産二枚貝においては中腸腺にカドミウムを蓄積するカキとホタテガイが対象から除かれ、また、頭足類の規制値においてはカドミウム濃度が高い内臓を除去した試料に適用されることになっている。なお、わが国においては、米がカドミウムの1日摂取量の約4割を占めており、米以外の品目については寄与率が低いため、検査をしてもカドミウム暴露の低減に大きな効果は期待できないとして、当面は規格を設定しない方針となっている。

## E. 結論

### 1. 渡邊分担研究 1

モニタリング計画で指示されているサンプリング計画及びコーデックスガイドラインCAC/GL33で規定されているサンプリング計画を整理し、その比較によって妥当性を検討した。その結果、少なくとも母標準偏差を0.2、分析精度をRSD 20%と想定して行ったシミュレーションからは、両サンプリング計画の妥当性(誤判定率の高さ)に違いがあるとは考えられなかった。しかし、母標準偏差については実際の検査対象となるロットにおいて、より大きな値となる可能性を否定できない。今後、母集団の分布型を十分考慮して、より効率的かつ効果的な検査が実行可能になるよう、適切なサンプリングサイズ及びサンプリング手順についても検討する必要があると考えられた。

### 2. 渡邊分担研究 2

規定したサンプリング計画と手順に基づき、圃場から生鮮野菜を採取し、そこに含まれる各種農薬の濃度を測定した。その結果、個々のサンプル間での測定値の変動は、分析による測定値のばらつき(併行精度)に比べ約1.5~8.0倍と非常に大きく、総標準偏差への寄与割合を考えた場合には主たる要因になることが明らかとなった。また、サンプリングの不確かさを推定し、測定値による適合判定の際に考慮することは分析の実効性を損う、現実的ではない行為であると考えられた。また、本研究ではその推定の際に分析精度を含めたが、何をサンプリングに起因する不確かさであるとするかは十分に議論した上で定義することが必要であると考えられた。

### 3. 松田分担研究

非対称性の高い対数正規分布からのサンプリングをモンテカルロ法によりシミュレーションし、サンプル平均値の標準偏差及びOC曲線を評価した。サンプル平均値は、対数正規分布からサンプリングした場合も、正規分布からのサンプリングと同様な挙動を示すことが明らかとなった。

一方、対数正規分布からのサンプリングのOC曲線は、サンプリング数Nを増加しても傾きが緩やかであり、効率的なサンプリングのためには、非常に大きいNが必要となる。

SDの小さい正規分布からサンプリングした場合、分析による変動の影響が大きく、特にコンポジットサンプルを使用すると、Nを大きくした効果が失われた。これに対して、対数正規分布では、Nを大きくしてコンポジットとする事が比較的有効であった。

#### 4. 花岡分担研究

分析対象物質が個体内やロット内において偏在している食品/分析対象化合物の組み合わせの例について調査した結果、野菜や果実中の残留農薬、穀類中のマイコトキシン、魚介類中の自然毒、有害金属、動物用医薬品、ホルムアルデヒドの情報が得られた。以前から不均一が注目されている項目もあり、コーデックスにおいてもサンプリング法について、すでにガイドライン等が示されている場合もあった。

#### 5. 各分担研究成果に基づく総合的な結論

サンプリング計画や手順を標準化するためには、その前提として分析の目的を明確にすべきである。そのためには、消費者危険と生産者危険、分析対象とする化学物質のリスク、分析に要するコストなど

を総合的に考慮し判断することが必要とされる。また、内容に関しては統計学的に規定されるものであり、現在運用されているサンプリング計画や国際的なガイドライン等についての情報を引き続き収集し、十分に検討することが必要である。また、サンプリング計画と手順の策定においては、検査対象とする母集団中での化学物質の分布型が重要な要素となることが明確に示された。この事から、今後も未検討の分布型を想定した種々の検討を継続することにより、分析結果を効果的且つ科学的に担保することを可能とするサンプリング計画並びに手順の標準化が進められるものと期待される。

サンプリングに起因する不確かさについては、理論研究が先行しそれに基づきCodex等において国際的な標準化が進められようとしている。この現状において、実データに基づいた推定方を確立し、分析における影響を明らかにすることは、学術的にもまた国際商取引等において疑義が生じた場合に備える上でも非常に有効であると考えられる。

#### F. 健康危険情報

なし

#### G. 研究発表

##### 1. 論文発表

塚越芳樹、渡邊敬浩(2008)「食品のサンプリングを取り巻く状況」食包研会報, 119, 1-11.

##### 2. 学会発表

渡邊敬浩、高附巧、小山陽子、松田りえ子;日本薬学会第129年会(2009年3月26~28日;京都府)

#### H. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得  
なし
2. 実用新案登録  
なし
3. その他  
なし

## II. 研究分担報告

1. 国内で実施されているサンプリング計画及び手順の  
現状把握と妥当性の検証

渡邊 敬浩

平成 20 年度厚生労働科学研究補助金 食品の安心・安全確保推進研究事業

検査におけるサンプリング計画並びに手順のハーモナイゼーションに関する研究

研究分担報告書

国内で実施されているサンプリング計画及び手順の現状把握と妥当性の検証

研究代表者 渡邊敬浩 国立医薬品食品衛生研究所食品部第三室長  
研究分担者 渡邊敬浩 国立医薬品食品衛生研究所食品部第三室長

研究要旨

本分担課題では、国内で実施されている検査に採用されているサンプリング計画及び手順の現状把握と妥当性の検証を目的とする。本年度は、厚生労働省所管の検疫所により実施されているモニタリング検査において指示されているサンプリング計画並びに、サンプリングに関する国際ガイドラインの一つである CAC/GL33(Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLS)を取り上げ、検査の目的や信頼水準に視点をおき整理した。次いで、対応するサンプリング計画に従うことで得られる Operating Characteristic 曲線(OC 曲線)について、モンテカルロシミュレーションにより検討し、比較することでその妥当性を検証した。

モンテカルロシミュレーションによる検討では、母集団の分布型が正規分布であると想定され、かつ上記 2 つのサンプリング計画に共通して含まれていることを理由に、生鮮野菜中に残留する農薬を検査することを目的とした計画を選択した。シミュレーションでは、母集団での農薬濃度平均の標準偏差、分析精度、および採取するサンプル数(サンプルサイズ)をパラメータとし、種々の条件下で試行した。さらに、個別にサンプルを分析する場合並びに個別サンプルを混合均一化することでコンポジットサンプルを調製し、これを 1 回分析する場合とについて検討した。その結果、少なくとも母標準偏差を 0.2、分析精度を RSD 20%と設定して行ったシミュレーションの結果からは、両サンプリング計画の妥当性(誤判定率)に違いがあるとは考えられなかった。

母標準偏差については実際の検査対象となるロットにおいて、より大きな値となる可能性を否定できない。今後、多様な母集団の分布型と合わせて十分考慮して、より適切なレベルで効率と効果を兼ね備えた検査が実行可能になるよう、適切なサンプリングサイズ及びサンプリング手順についても検討する必要があると考えられた。

研究協力者 松田りえ子 国立医薬品食品衛生研究所食品部  
研究協力者 塚越芳樹 (独) 農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所

A. 研究目的

食品成分や意図せずそこに含まれる有害物質など、様々な化学物質について基準値が設定されている。また、この基準値と分析により得られる測定値の平均との比較によって、対象としたロット(母集団)が基準に適合しているかを判定するために検査が行われる。検査においては、母集団の全てを分析することは不可能で

あるため、この一部から代表する試料(サンプル)を採取(サンプリング)することになる。ここで、採取されたサンプルが母集団を代表し、その分析により得られた測定値の平均(母平均推定値)の分布の幅が設定した大きさとすることを保証する目的から、サンプリング計画並びに手順が規定されている。サンプリング手順では、実際の食品流通を想定し、その運

搬方法やアイテムとされる一単位の違いに応じて、サンプルの抜き取り方法並びに調製方法が様々に規定されている。一方、サンプリング計画では、母集団から抜き取るサンプルの数(サンプルサイズ)を、統計学に基づくことを基本として母集団中での対象化学物質の分布を考慮した上で決定している。統計学的に言えば、サンプルサイズが大きければ大きいほど、母平均推定値の分布の幅は狭くなり母平均の推定精度は高くなる。つまり、ロット中の対象化学物質濃度をより確からしく推定できるようになる。しかし実際は、サンプリングを含め分析等に係るコストや分析対象物質のリスク等を合わせて考慮の上、検査の目的に見合うようにサンプルサイズは設定される。検査の実効性が損なわれないよう担保されていることが肝要であるが、コストやリスクに対する考え方の違いから異なるサンプリング計画が決定される可能性は十分に考えられる。

本分担課題では、国内で実施されている検査に採用されているサンプリング計画及び手順の現状把握と妥当性の検証を目的とする。同一の化学物質を対象とする場合でも、実施主体により設定される検査の目的や目標の異なりまた、コストやリスクに対する考え方の違いに応じて、採用されるサンプリング計画に差異があると想像される。また、その中には、検査の実効性を担保し得ない計画が含まれる恐れも考えられる。本研究課題の成果として、検査の実効性を損なわずより効果と効率の高いサンプリング計画を提案することとこれへのハーモナイゼーションの促進が期待される。しかし、そのためにはどのような計画に実効性があり、ハーモナイズすべきかをまず検討しなければならない。そこで本年度は、サンプリング計画が公開されている検査の一例として、厚生労働省所管の検疫所により実施されているモニタリング検査を取り

上げる。まず、本検査において採用されているサンプリング計画を検査の目的や信頼水準に視点をおき整理する。次いで、対応する点について国際的なガイドラインの一つである CAC/GL33 と比較する。さらにこれらの計画に従うことで得られる Operating Characteristic 曲線(OC 曲線)についてモンテカルロシミュレーションにより検討し、比較することでその妥当性を検証する。

## B. 研究方法

### B-1. サンプリング計画の調査・整理

国内で実施されている検査の代表例として厚生労働省所管の検疫所で実施されているモニタリング検査を取り上げ、この検査におけるサンプリング計画を精査し、検査の目的や信頼水準に視点をおいて整理した。具体的には、厚生労働省 HP において公開されている「輸入食品監視指導計画」及び、平成 20 年 3 月 31 日付け輸入食品安全対策室長通知(食安輸発第 0331004 号)を参考に検査の目的やそこで指示されるサンプリング計画について整理した。Codex ガイドライン「Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs ; 残留農薬等が MRLs に適合していることを決定するための推奨サンプリング法」(CAC/GL33)は、Codex 総会 HP を通じて入手し検討した。全文訳を別添資料として本報告書に添付する。

### B-2. モンテカルロシミュレーション

モンテカルロシミュレーションは Crystal Ball 7(Decisioneering Inc.)により行った。試行回数は全て 20,000 回とした。

母集団には、母平均が 1、母標準偏差が 0.1、0.2、0.3 の 3 通りを想定した。サンプルサイズは 3、4、5、8、10、13、20、32 とした。また分析による変動を相対標準偏差(RSD%)として、10、20、30 の 3 通りとした。さらに、サンプルを個別に分析した場合と、混合均一化によりコン

ポジティブサンプルとした上で1回分析した場合についてシミュレーションを行った。

以上のシミュレーションにより得られた結果の判定基準を1とし、測定値の平均が1以下の場合に合格するものとして合格率を求め、OC曲線としてプロットした。

#### C.D. 研究結果および考察

##### C.D.-1. モニタリング検査(計画)の性質とそこに規定されるサンプリング計画

食品衛生法の第28条には、食品等(食品、添加物、器具もしくは容器包装)の検査に係る規定が盛り込まれている。本検査の目的は、主として食品等の安全性を確保することによる危害の防止であり、品質表示の適正さの判定や格付けを主目的とするJAS法の趣旨とは若干異なる。また、同法律に基づく検査を実施箇所に従い大別すれば、輸入食品流通の窓口となる検疫所で実施されるモニタリング検査と流通後に各都道府県等で実施される収去検査に大別することができる。このうち、モニタリング検査は、毎年策定され公表される「輸入食品監視指導計画」の一環として実施される。

輸入食品監視指導計画には、「重点的、効率的かつ効果的な監視指導の実施を推進し、これをもって輸入食品等の一層の安全性確保を図ることを目的とする」ことが明示されている。また、「監視(モニタリング)」を前提としている。これらの目的及び前提を満たすために検査(モニタリング検査)は実施され、その内容はモニタリング計画により規定されている。モニタリング計画の策定にあたっては、「統計学的に一定の信頼度で違反を検出することが可能な検査数を基本として、食品群ごとに、違反率並びに輸入件数及び輸入量、違反内容の健康に及ぼす影響の程度等を勘案し、検査件数及び検査項目を定める」とされている。

モニタリング計画の検査件数算出時に

想定されている母集団は、世界中に存在する検査対象になりうる食品の全て(無限母集団)であると考えられる。この母集団での不良率(違反率)を想定し、ある信頼水準を設定した場合には、いくつのロット(等)を検査すれば、1件の法違反を発見できるかを基本的な考え方にしている。信頼水準をP、想定する不良率をv、検査するロットの数をnとすれば、次式で表される。 $P=1-(1-v)^n$ 。例えば、不良率を1%と想定するならば、95%信頼水準で1件の違反品を発見するためには、299件の検査を実施しなければならないというように、検査件数が決められる。その一例として、平成20年度に策定されたモニタリング計画から具体案を抜粋する。本計画では、冷凍食品(野菜加工品)中の残留農薬の検査件数が2995件であるのに対し、トウモロコシ加工品中の遺伝子組換え食品の検査件数は59として計画されている。この検査件数は、信頼水準を変えず95%に設定し、不良率をそれぞれ0.1%と5%と想定した場合に算出される数に合致する。昨年度、冷凍のハウレンソウ等に残留する農薬等に関する法違反が相次いだ一方で、遺伝子組換えトウモロコシの混入に関する法違反が数年間にわたり発見されていないことを勘案し、この状況を監視の程度に反映させた検査の実施主体(厚生労働省)の意図の反映であろう。先述の通り、モニタリング計画における検査件数は、世界中に流通する全食品を母集団として策定されている。全世界に流通する食品の中で、不良な食品がどのくらいの率でどのように分布しているかは不明であるが、生産管理や輸出国側での検査が実施されている状況を考えれば日本国内に偏って多くが輸入されてくるとは考えにくく、想定する不良率を過去の検出状況等に鑑みて適切に変更し、また95%の信頼水準で計画されるモニタリング計画は、総合的に判断して検査件数の算出根拠として妥当であると

思われる。また、想定した不良率を超える高い頻度で不適合な食品が輸入されている実態が本モニタリング検査で明らかとなった場合には、輸入事業者等自ら検査を行うよう命令するといった措置が講じられる(命令検査への移行)。このような検査水準の移行スキームが設定されている点からも、モニタリング計画の目的は達せられていると考える。

ここでモニタリング計画とサンプリング計画について整理をする。一般的に検査の目的は、「対象とするロットが規格基準に適合しているかを判定すること」であるため、母集団はロットとして想定される。モニタリング計画が「検査件数」を扱うのに対し、サンプリング計画は「ある特定のロットからのサンプル抜き取り数(サンプルサイズ)」を取り扱う。モニタリング計画に従い実施される検査で採用するサンプリング計画についても、検査件数とは別に、モニタリング計画の実施通知(平成20年度の計画については、平成20年12月19日付け輸入食品安全対策室長通知、食安輸発第1219001号)の別添付属の別表に食品及び検査対象となる化学物質ごとにまとめられている。

#### C.D.-2. サンプリング計画とその決定に影響を与える事項

検査において、規格基準値並びに分析により得られる測定量が計量である場合には、母集団を代表するサンプルから得られた測定値の平均(母平均推定値)を母集団中の対象化学物質濃度の平均(母平均)と照らして、判定は行われる。ここで、母平均推定値の分布の幅は、サンプルサイズが大きくなるにつれ狭まり(中心極限定理)、母平均の推定精度は高くなる。つまり、より厳密な判定を可能とする分析結果を得ることができる。判定に関して言えば、真に適合しているロットを不適合と判定することや、真に不適合なロットを適合していると判定する率(誤判定率)が問題であり、サンプルサイズが大

きくなればこの率を低減させることが可能であるといえる。しかし実際には、サンプリングや分析の労力やコスト、また対象化学物質の健康危害上のリスクや母集団中での分布等を考慮することが必要となる。例えば、汚染する恐れが少ない食品や汚染により健康危害等回避すべき事象の起こる可能性が極めて低い化学物質について、より多数のサンプル採取を計画することが食品の安全を担保する上で重要とはいえない。逆に、食品の安全を担保する目的から言えば、汚染頻度の高い食品や汚染により重篤な健康影響を生じる可能性が高い化学物質については、コストや労力、貿易上の問題を考慮しつつも、より多数のサンプルを採取する計画が策定されるべきであろう。このように、サンプリング計画の策定には、統計学的に求められるサンプル数と検査の実効性を損なわずに採取可能なサンプル数との間にどのくらいの誤判定率を許容するかの決定を伴う。ここで、コストやリスクまた許容する誤判定率の設定に対する考え方の違いにより、検査実施主体ごとに作成されるサンプリング計画の内容が異なる可能性が考えられる。

以下、モニタリング計画及びCodexにより示された国際的なガイドライン(CAC/GL33)のそれぞれにより指示、あるいは推奨されているサンプリング計画について概要をまとめる。その上で、両者間で比較可能な一例として、農産物中の残留農薬分析を目的としたサンプリング計画を取り上げ、その妥当性についてシミュレーションとOC曲線により比較検討する。

#### C.D.-3. モニタリング計画で指示されるサンプリング計画

モニタリング計画により検査件数が決められ、その件数分だけサンプリングが行われる。食安輸発第1219001号別添付属の別表に示されたサンプリング計画においては、対象ロットごとに「分布の均



一性)、「包装形態」、「ロットサイズ」を考慮して「開梱数」が決められている。この開梱数がサンプルサイズとなる。先述の考察通り、全般的には、分析により得られる測定値の平均(母平均推定値)の分布の幅がサンプルサイズの増加に伴い狭くなるため、より多くのサンプルを採取することで母平均をより確からしく推定し、誤判定率を低下させることができるといえる。しかし、母集団の分布型が正規分布でありこれが均一である場合には、ある一定数のサンプルが採集されていれば、それを越えた数を採取する労力に見合った効率で誤判定率の低減は見込めないのも事実である。これに対し、母集団の分布型が正規分布ではなくかつ複数の分布が重なるような不均一なものであった場合には、母平均推定値の分布の幅を狭めるのに要するサンプルサイズが均一な正規分布の場合に比べ増大するとともに、母集団の各所からまんべんなくサンプルを採取することで分布の不均一性により母平均の推定が不確かになることを避けなければならない。ロットを構成するアイテム数の大小(ロットサイズ)によりサンプルサイズを変化させるよう計画が策定される点については、母平均推定値の分布の幅を狭めるという理由以上に、母集団の分布の不均一性により母平均の推定が不確かになることを避ける意味合いが強い。

このような考察に基づき食安輸発第1219001号別添付属の別表第2を見ると、ロット中に添加物が均一に分布していることを想定して策定されているサンプリング計画が、最も単純な良例であるということがわかる。この計画では、ロットサイズや包装形態によらず抜き取られるサンプルの数は1と規定されている。設定される誤判定率の許容幅も合わせて考慮された上でのことと思われるが、「食品製造の過程で人為的に添加される添加物については、ロット中での分布が均一で

幅の狭い正規分布であるから、1つの測定値でも母平均をより確からしく推定可能である」という意図を読み取ることができる。また、これとは対照的に、アフラトキシン及びパツリンを対象とする場合には、包装形態が細分化されており、かつサンプルサイズの大きなサンプリングを複数回繰り返し実行し、その結果得られる複数の検体を分析することが規定されている。これはアフラトキシン及びパツリンに起因する健康危害へのリスクの大きさ及び、ロット中の分布の均一性が低くその程度が包装形態によっても変わりうることを強く意識した計画であると理解される。

#### C.D.-4. CAC/GL33の概要とそこで推奨されるサンプリング計画

サンプリングに関する国際的なガイドラインとして、Codexにより示されたCAC/GL33(Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs; 残留農薬等がMRLsに適合していることを決定するための推奨サンプリング法)が挙げられる。このガイドラインは、Codex Committee on Pesticide Residues(CCPR)で進められた作業の成果として発行されたものであり、肉、野菜等の植物性農産品、卵及び乳製品に残留する農薬等の濃度が、コーデックスで定められている農薬等の最大残留限界(MRLs)に適合していることを決定するための分析に適した代表サンプルの採取を可能とすることを目的としており、サンプリング計画と手順の両方を含んでいる。本ガイドラインの原則につき、以下に翻訳の上抜粋する。

#### 2.原則

2.1 コーデックスで定めるMRLsは、適正農業規範(Good Agricultural Practice)のデータに基づいており、個々のMRLに適合している原材料から製造された食品が毒性学的に許容

できるものになるよう意図されている。

2.2 植物性食品、卵及び乳製品に関するコーデックス MRL は、農薬等を処理された複数のユニットから調製されるコンポジットサンプル中に生じることが予想される最大濃度を考慮しており、ロット中の平均残留濃度を代表することを意図している。肉及び家禽肉に関するコーデックス MRL は、農薬等を処理された動物あるいはとり個体の組織に含まれると予想される最大濃度を考慮している。

2.3 結果的に、肉及び家禽肉に対する MRLs は単一の一次サンプルに由来するバルクサンプルに適用されるのに対し、植物性製品、卵及び乳に対する MRLs は 1~10 の一次サンプルに由来するコンポジットバルクサンプルに適用される。(用語の定義について補足すると、ここで一次サンプルと呼ばれるサンプルがロットから採取されるサンプルであり、その数がサンプルサイズとなる。また、バルクサンプルとは、一次サンプルから調製されるサンプルを指し、複数の一次サンプルの混合均一化により調製される場合にはコンポジットバルクサンプルと呼ばれる。分析検体数は、バルクサンプル数に一致する)。

まず、本ガイドラインの対象範囲が農薬等に限定されていることから、これらの中で個別に健康危害上のリスクをサンプルサイズの決定に考慮するような場合は含まれていない。あくまで、対象とするロットが MRL へ適合していることを判定するために必要な代表サンプルを得る目的で計画は策定されている。対象食品は、大きく肉類とそれ以外の農産食品とに分けられている。肉類について限定してみると、まずロットを適合が疑われるロットと、疑われないロットに区別し、そのそれぞれにサンプリング計画を示しており、この点でモニタリング計画により指示されるサンプリング計画と大

きく異なる。疑われるロットに関して指示されている計画は、モニタリング計画における検査件数決定に使用される算術式  $P=1-(1-v)^n$  に従いサンプルサイズを決定するというものであり、そこにおける信頼水準や想定される違反率は検査実施者が任意に設定をする。また、疑いのないロットに関しては、サンプルサイズを 1 としている。肉類以外の農産品に関しては、ロット中での農薬等の分布が均一である可能性によって選択する計画を変えており、ここでも均一と考えられる場合のサンプルサイズは 1 である。均一でない可能性がある場合には、ロットサイズに応じてサンプルサイズを変更することが指示されているが、どれほどロットサイズが大きくとも、サンプルサイズの上限は 10 と設定されている。

#### C.D.-5. モンテカルロシミュレーションと OC 曲線によるサンプリング計画の妥当性の検証

これまでに概要をまとめた 2 つのサンプリング計画の妥当性について、シミュレーションと OC 曲線を用いて検討した。シミュレーションには、本研究班分担課題の成果としてその正当性が支持されたモンテカルロシミュレーションを採用した。シミュレーションの際には母集団中の対象化学物質が正規分布していることを前提とした。食安輸発第 1219001 号別添付属の別表第 2 中の農薬を分析項目とし、キャベツ、ハクサイ(サンプルサイズ 4)を含む生鮮野菜(簡易な加工を含む)について指示されているサンプリング計画について検討するものとした。この計画で規定されているサンプルサイズは、ロットサイズが 50 以下、51~150、151~500、501~3,200、3,201~35,000、35,001 以上の 6 段階に区分されており、それぞれの場合ごとに決められたサンプルサイズは 3、5、8、13、20、及び 32 である。また、CAC/GL33 によりロット重量が 500 kg を超える場合に規定されているサンプルサ

イズ 10 についても検討した。よって、全体として 3、4、5、8、10、13、20、32 のサンプルを採取する計画についてシミュレーションを行った。シミュレーションの際、母平均は 1 とし、サンプリングサイズに加え母標準偏差を 0.1、0.2、0.3 と変えた場合及び分析による変動を相対標準偏差(RSD%)として 10、20、30%に変えた場合についてもあわせて検討した。さらに、サンプルを個別に分析した場合と、混合均一化によりコンポジットサンプルとした上で 1 回分析した場合についても検討した。以上のシミュレーションにより得られた結果の判定基準を 1 とし、測定値の平均が 1 以下の場合に合格するものとして合格率を求め、OC 曲線としてプロットした。その結果を図 1~8 に示す。OC 曲線は、ロットの平均値に対してそのロットが合格する確率をプロットした曲線である。そのためロット平均値が基準値に対して十分低い場合の合格率は 100%、十分高い場合の合格率は 0%であり、それぞれを末端とした右下がりの曲線となる。検査において理想的なのは、基準値をわずかでも下回っている場合には合格、逆にわずかでも上回っている場合には不合格とできる状態である。OC 曲線は、基準値を変曲点として左右対称となり、そこでの曲線の傾きが急であるほど、誤って合格あるいは不合格としてしまう割合が低い理想的な検査が実施されていることの証明となる。

まず、図 1~8 を概観すると、コンポジットサンプルを 1 回分析した場合に比べて、サンプルを個別分析した場合に曲線の傾きは急となる。ただしロット中での化学物質濃度平均の標準偏差が大きくなるにつれてその差が小さくなるのがわかる。また、分析による変動が大きい場合には、曲線の傾きが緩やかになり、特にコンポジットサンプルを 1 回分析した場合での変化が著しい。逆に、分析による変動が小さい場合には、ロット中での化

学物質濃度平均の標準偏差(母標準偏差)の影響が支配的となり、特にサンプルサイズが小さい場合には、コンポジットサンプルを分析した場合と個別サンプルを分析した場合とで曲線の傾きは変わらず緩やかとなる。さらにサンプルサイズについて言えば、この増加に応じて OC 曲線の傾きは急になるが、これが 8 若しくは 10 を超えるとその変化が緩やかになる。

ここでモニタリング計画に指示されるサンプリング計画と CAC/GL33 に従い得られる OC 曲線を比較する。比較に当たっては、母標準偏差を 0.2、分析精度を RSD として 20%に固定し、サンプルサイズを変更した。また、個別分析の場合とコンポジットサンプルを分析する場合とに分けてまとめた(図 9)。その結果から、母標準偏差が 0.2、分析精度が RSD として 20%という想定に基づきシミュレーションを行えば、コンポジットサンプルを分析する限り、サンプルサイズが 3 であっても 32 であっても誤判定率に大きな変わりはないと考えることができる。モニタリング計画で指示されたサンプリング計画では、コンポジットサンプルの調製が指示されている。また、CAC/GL33 では、可能であればコンポジットサンプルを調製すると指示されている。これらの事を考慮すれば、両サンプリング計画で規定されているサンプルサイズや手順によって、誤判定率に大きな違いは生じないと考えられる。また、サンプリングサイズを 32 とする必然性がない場合があることも想像される。さらに、両サンプリング計画ともに個別にサンプルを分析することを指示していないが、そのように分析する場合には、サンプルサイズが大きくなるに従って、誤判定率が小さくなることがよくわかる。ただし、母集団の分布型については正規分布を仮定した場合にもその標準偏差の大きさについては十分に考慮すべきである。分析精度

として設定した20%のRSDは、Thompson修正式から算出される1 ppb濃度での室内再現精度とほぼ等しく、分析法の妥当性評価における性能要件として示されている併行精度に比べても妥当な設定であると考えられる。一方、母標準偏差については、検査で対象とするロットごとに様々であると考えられ、あくまで一例として想定したに過ぎない。実際には、母標準偏差がより大きなロットが検査対象となる可能性もあり、そのような場合には先に考察したとおり、コンポジットサンプル分析を手順とする場合でも、十分に多数のサンプルを採取することが誤判定率の低減に効果的に作用するものと考えられる。

#### E. 結論

モニタリング計画で指示されているサンプリング計画及びコーデックスガイドラインCAC/GL33で規定されているサンプリング計画を整理し、その比較によって妥当性を検討した。その結果、少なくとも母標準偏差を0.2、分析精度をRSD 20%と想定して行ったシミュレーションからは、両サンプリング計画の妥当性(誤判定率の高さ)に違いがあるとは考えられなかった。しかし、母標準偏差については実際の検査対象となるロットにおいて、より大きな値となる可能性を否定できない。今後、母集団の分布型を十分考慮して、より効率的かつ効果的な検査が実行可能になるよう、適切なサンプリングサイズ及びサンプリング手順についても検討する必要があると考えられる。

#### F. 健康危険情報

なし

#### G. 研究発表

##### 1. 論文発表

塚越芳樹、渡邊敬浩(2008)「食品のサンプリングを取り巻く状況」食包研会報, 119, 1-11.

##### 2. 学会発表

なし

#### H. 知的所有権の取得状況

##### 1. 特許取得

なし

##### 2. 実用新案登録

なし

##### 3. その他

なし

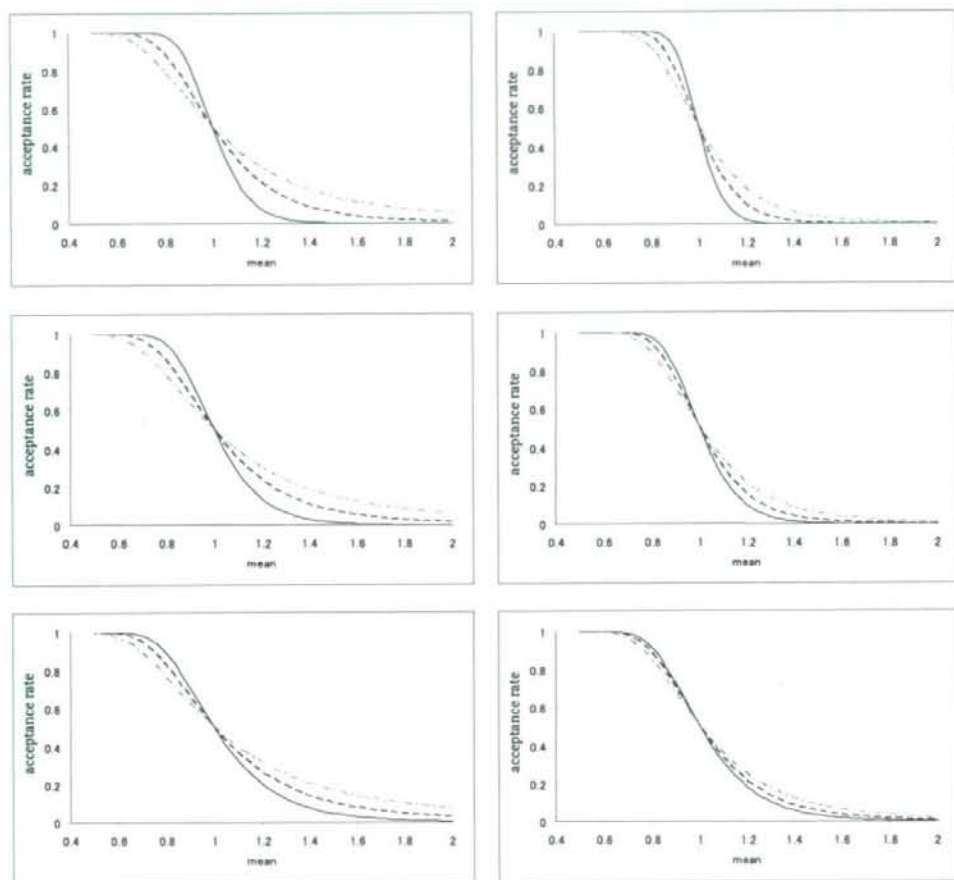


図1 サンプルサイズが3の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

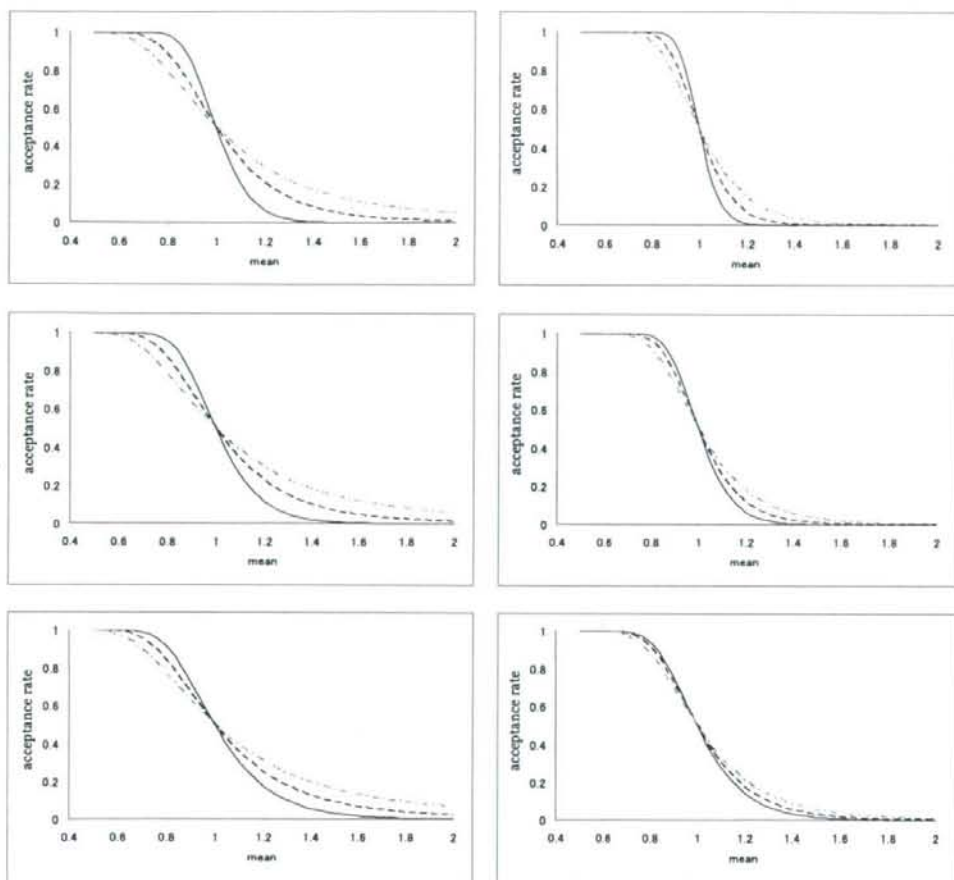


図2 サンプルサイズが4の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

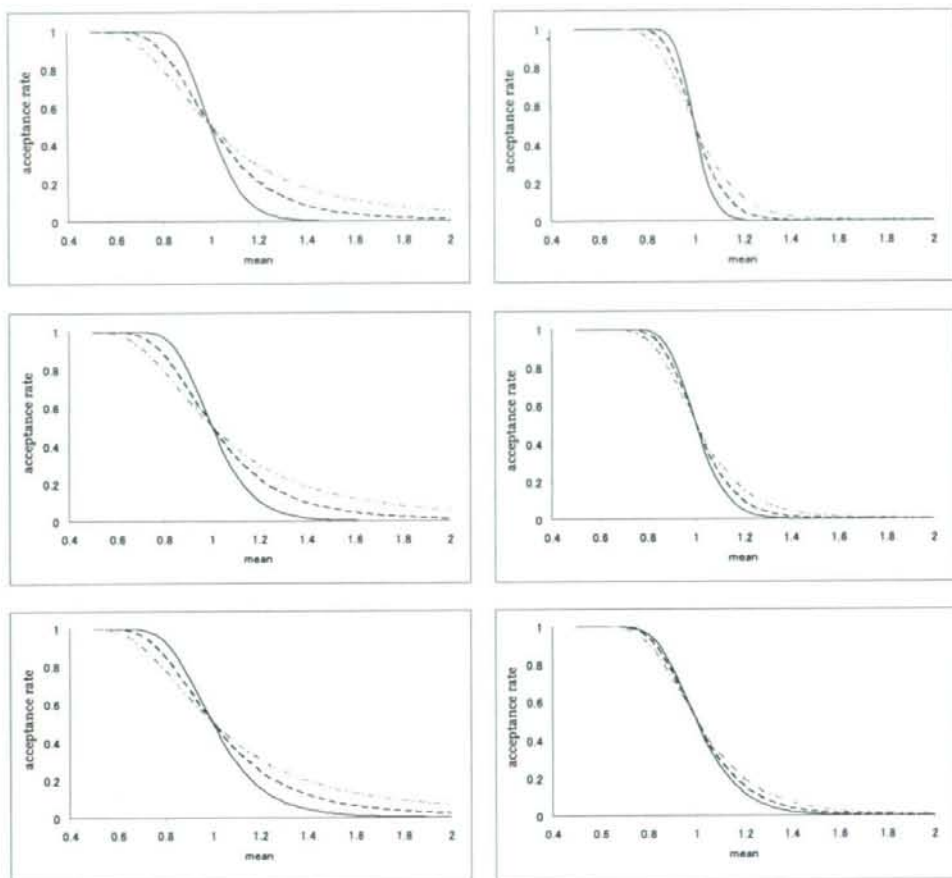


図3 サンプルサイズが5の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンポジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

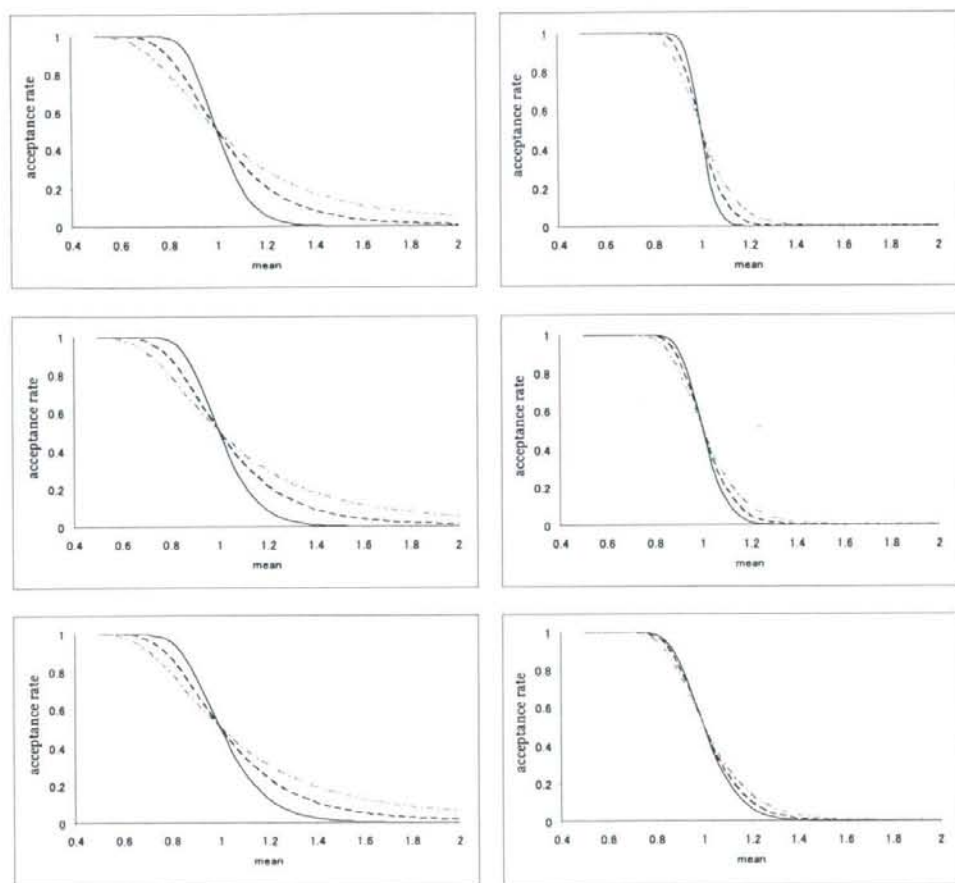


図4 サンプルサイズが8の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンポジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30



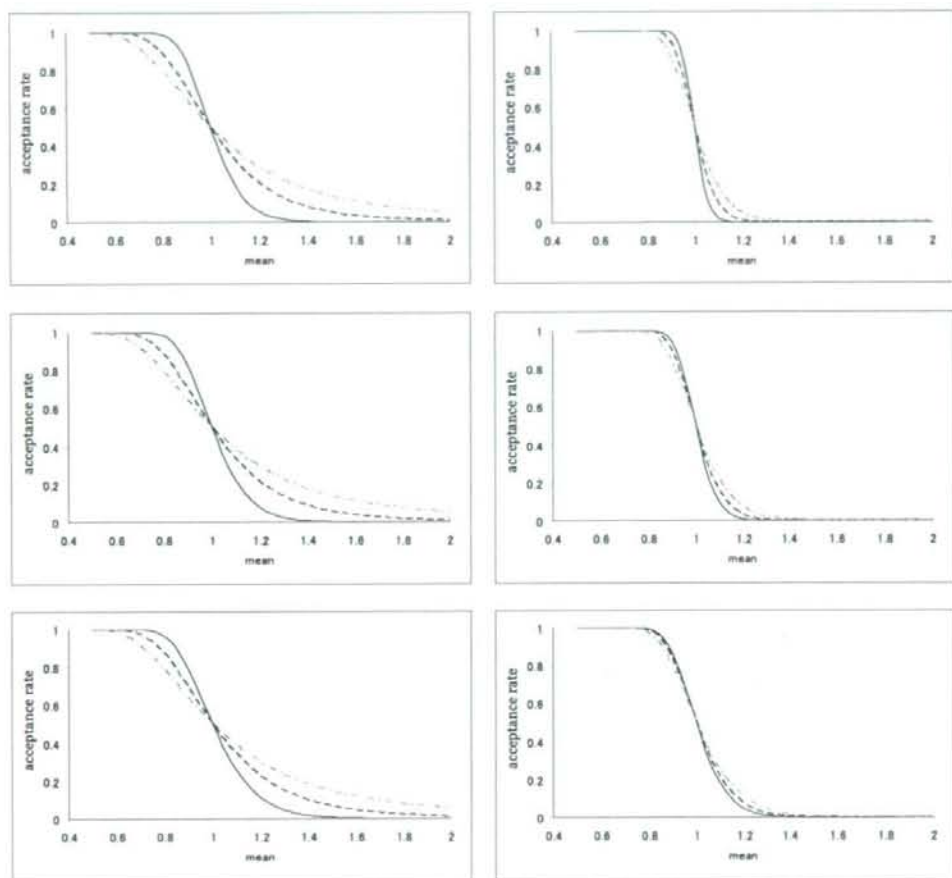


図5 サンプルサイズが10の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

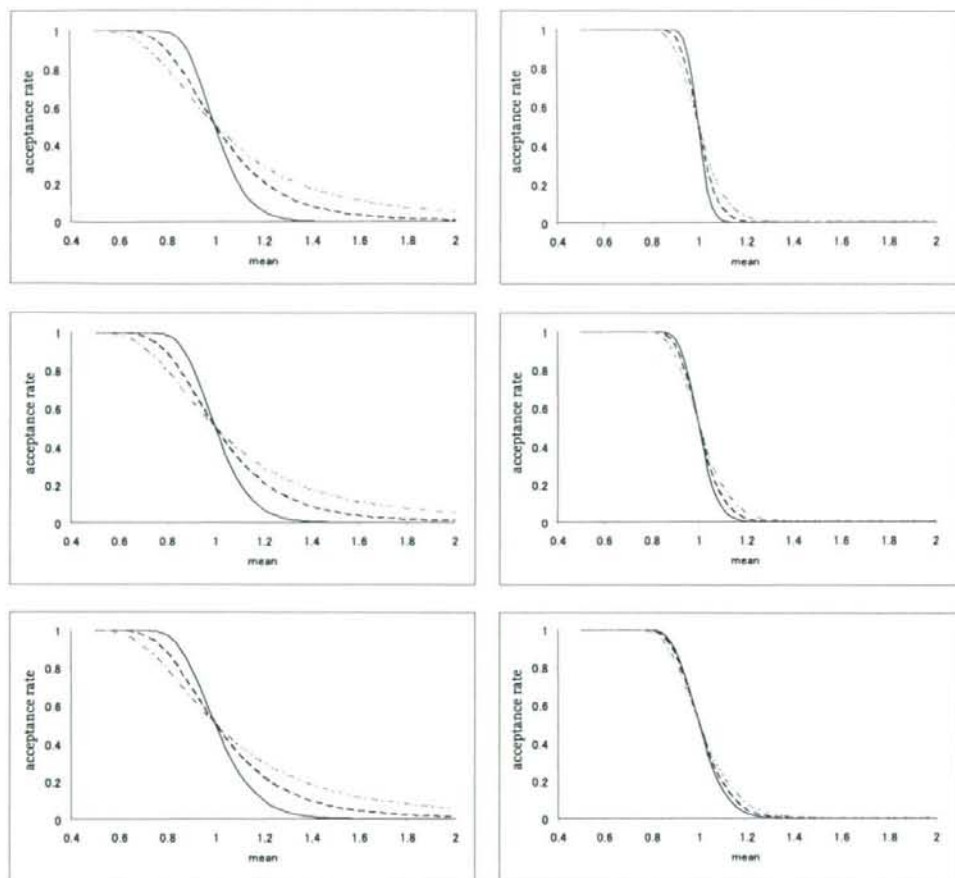


図 6 サンプルサイズが 13 の場合に得られる Operating characteristic (OC) 曲線

左：コンジットサンプルを 1 回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

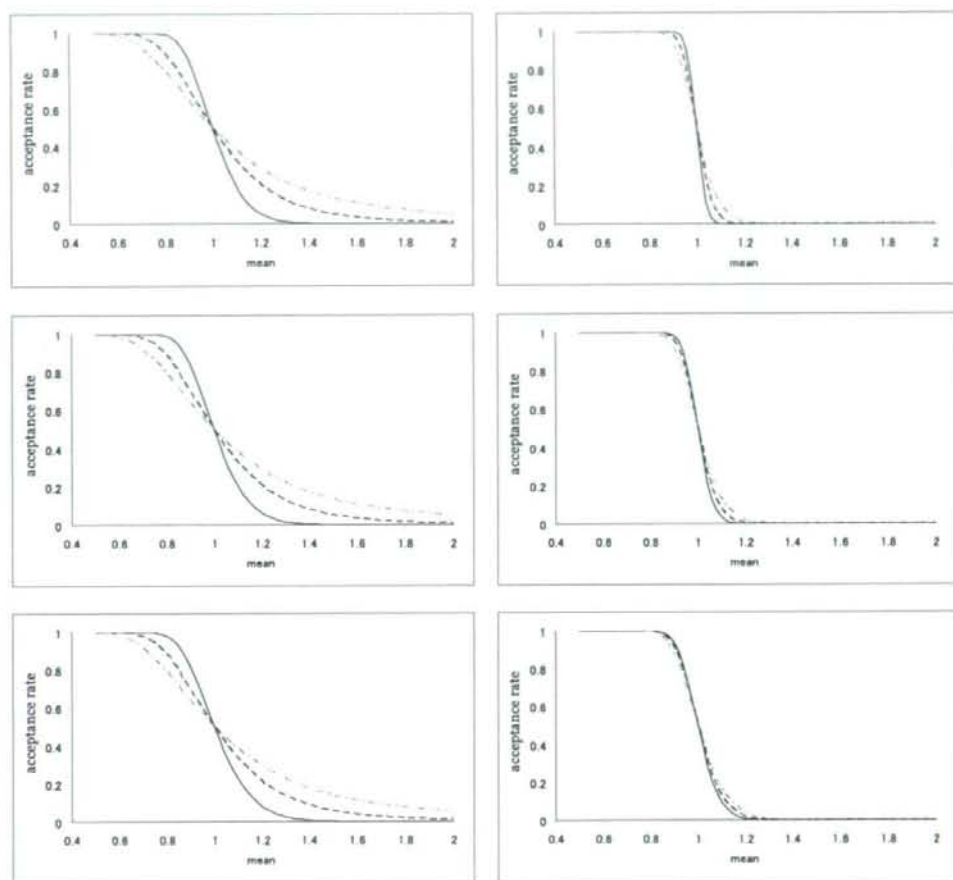


図7 サンプルサイズが20の場合に得られる Operating characteristic (OC)曲線

左：コンジットサンプルを1回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30

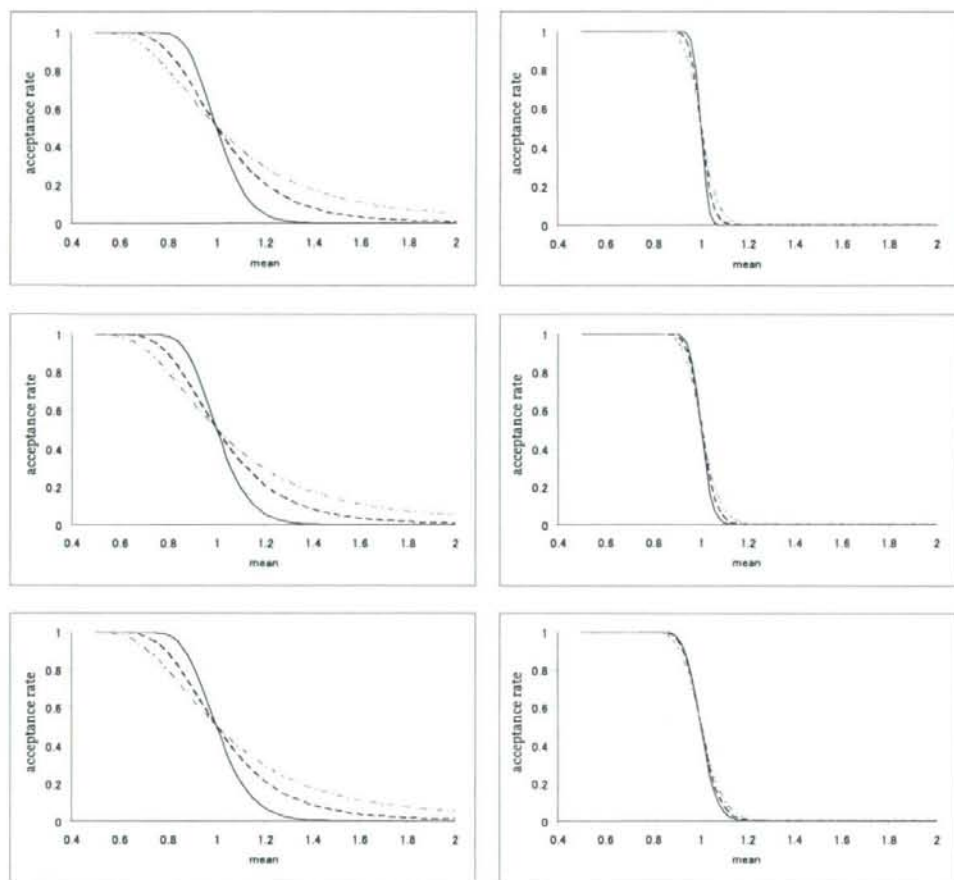


図 8 サンプルサイズが 32 の場合に得られる Operating characteristic (OC) 曲線

左：コンポジットサンプルを 1 回分析した場合

右：個別にサンプルを分析した場合

上段：母標準偏差 0.1、中段：母標準偏差 0.2、下段：母標準偏差 0.3

実線：分析精度(RSD%) 10、点線：分析精度(RSD%) 20、淡色点線：分析精度(RSD%) 30