

り小さなサンプルサイズにしても不確かさの幅が同程度に保たれることが期待される。

3. 塚越分担研究

3.-1) 植物検疫での検査に採用されるサンプリング計画

植物検疫所では、植物防疫法に基づく検疫業務を行っている。検査要綱のうち、輸入食品に関係する物は、輸入青果物検疫要項と輸入穀類等検疫要項に纏められている。このうち、輸入青果物検疫要項のなかでは、ロットの大きさとサンプルの関係が示されている。その特徴としては、多くのサンプリング計画と同様に、ロットの大きさによってサンプル数が増える。母標準偏差の推定精度とロットの大きさには、有限補正による変動があるが、これは、ロットが十分大きければ殆ど差がない。寧ろ、ロットが大きい場合には多くの人が口にする確率が影響増加することによって決められている可能性が高い。

輸入青果物検疫要項の特徴としては、多くの品目において、ロットサイズが1000kg(キウイ等除く)、2000kg、5000kg、10000kg、20000kg、60000kg、120000kgにサンプル数が変わるポイントがあることがある。おおよそ2倍から3倍程度の開きを持ったレンジで変化していることが分かる。

また、青果物についてロットサイズが

小さい場合のサンプル数は、ロットサイズの20パーセントとなっている。後述する輸入穀類等検疫要項中、精米、モルト等では5%、その他穀類では10%となっており、やや多く採取していること分かる。

採取量は、品目によって異なり、オレンジ等が最も多くなっている。以下順を追って少なくなるように示すと、かぼちゃ、スイカ、メロンがほぼ同じ(最大ロットが違う。)、次があんず、いちじく、うめなどで、オレンジ等の約半分である。エンダイブ、かぶ、キャベツ、きゅうり、さといも、しょうが、セロリー、たまねぎ、トマト、なす、にんじん、にんにく、はくさい、ばれいしょ等の野菜でも、同様のサンプリング計画が用いられている。さらに、あさつき、アスパラガス、アーティチョーク、うど、はなやさい、ブロッコリー、まだけ、みょうが、らっきょう、リーキ等では、やや少なくなる。アボカド、パパイヤ、マンゴウ、りゅうがん、れいし等では、その、3分の2になり、いちご、えんどう、おくら、とうがらし、しそ、チコリ、芽キャベツ等及び細断された野菜類では、やや少なくなる。最も少ないのがキウイフルーツ、こけもも、すぐり、ブルーベリー等及び細断された生果実で、オレンジ等の約6分の1である。オレンジ等では最小が200kg以下のロットか

ら、360000kgまで、じつに1000倍以上のロットサイズに渡って、採取量が分けられている。しかし、採取量の違いは40kgと500kgと10倍にとどまっている。他の品目を見ても、最小の固定値と最大の固定値の差が一番大きな物は、30kgと600kgの栗、クルミ等で、その差は20倍となっている。概観すると、ロットサイズが10倍になると、採取量が2倍になっている。

輸入穀類等検査要項では、その名の通り穀物を扱っている。穀物は、大量に輸入され、青果物と比べるとロットサイズが1~2桁大きくなる。境目は50kg、2000kg、5000kg、10000kg、20000kg、60000kg、120000kgとなっている。また、嗜好品香辛料のウコン、コーヒー豆、こしょう等では青果物よりはだいぶ少ない。

厚生労働省のアフラトキシン及びパツリンの検査では、袋数で定義されているが、30kgで換算すれば、米では、45kg、750kg、2700kg、4500kg、8400kg、15000kg、36000kg、300000kg、1050000kg、4500000kg、15000000kgに境がある。他では、8400kg、15000kg、36000kg、96000kgとなっている。EUの農薬では、1500kg、4500kg、15000kg、96000kg、1050000kgに境がある。

殻果類の種子であって、栽培の用に供さないものに関しては、別のサンプリング計画が定められている。

また、食品輸出の際の計画は、輸出国と品目によって異なったサンプリング法となっている。米国向けに輸出される「なし」の検査実施要綱では、選果後の果実から、選果日及び生産者毎に6%を抽出するとしている。台湾向け生果実検査実施要綱では、生産地(都道府県)、登録選果こん包施設、品目及び品種の同じものを一つの検査単位とし、5000果以上の検査荷口については、2%以上、5000果未満の検査荷口については、最低100果について、3箱以上(3箱に満たない場合は全箱)から無作為に抽出して検査を行うこととしている、個のようにして採取されたサンプルの分析結果として、1つでも異常が認められれば不合格とする。中華人民共和国向け精米の輸出検査実施要綱では、検査荷口0.12トン以下の範囲から10000トン以上の範囲までが選ばれている。最低量が5%となっており、最大量が80kgとなっている。家畜伝染病予防法に基づく家畜に対しての検査は、畜産物の輸入検査要領に規定されている。ここで、書類検査に合格したものの内、限られた対象について抜き打ちによる現物検査を行う。抜き打ち検査の率は、肉、臓器、脂肪については相申請数のおおむね60%。その他、骨等及び、ソーセージ等に関しては、30%とされている。食用生鮮殻付卵の輸入検査要領に

ついて条件を満たし、勝つ家禽の伝染性の病原体を広げるおそれがないと認められる場合には検査が不要であるが、そうでない場合は精密検査を行う。このためのサンプリング計画は、1 トン未満に対し 20 個、1-5 トンに対し 30 個、5 トン以上に対し 40 個を基準としている。

3.-2) JAS 法によるサンプリング計画の整理とその統計的特性

JAS 法に基づく農林物資規格について検査を行う際のサンプリング計画は、品目によって異なる方法が用いられる。最初に、飲食料品及び油脂についての検査方法(制定昭和 51 年 11 月 19 日農林省告示第 1074 号 最終改正平成 20 年 1 月 23 日農林水産省告示第 93 号)を取り上げる。この検査方法は、以下の品目に対して用いられる。

- 1 異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖
- 2 植物性たん白
- 3 削りぶし
- 4 ハンバーガーパティ
- 5 チルドハンバーグステーキ
- 6 調理冷凍食品
- 7 醸造酢
- 8 トマト加工品
- 9 食用精製加工油脂
- 10 豆乳類
- 11 マーガリン類
- 12 乾めん類

- 13 農産物漬物
- 14 チルドミートボール
- 15 ジャム類
- 16 ぶどう糖
- 17 ショートニング
- 18 精製ラード
- 19 煮干魚類
- 20 にんじんジュース及びにんじんミックスジュース
- 21 生タイプ即席めん
- 22 食料缶詰及び食料瓶詰
- 23 パン粉

上記のとおり区分された食品の各品目ごとに、第 1 方式検査方法と第 2 方式検査方法が定められている。このうち、後者は、認定製造業者の工場の製品で、製造業者の認定の技術的基準に規定する大量製造ラインによるものの検査として行われる。

まずは第 1 方式検査方法について検討する。ここでは、ロットの履歴によってゆるい検査、なみ検査、きつい検査が切り替わる。この内なみ検査は、検査荷口の不良率が平均して、AQL と同一水準であると考えられるときに適用するように設計されている。また、告示上にある AQL の定義は、95% の確率で検査荷口が合格になる場合の最大の不良率を言うとしている。このなみ検査については、食品衛生法等に示されている他のサンプリング計画と同様、検査荷口の大きさによって、

サンプル数を変えられている。小型容器の場合には、検査荷口の大きさが、35000 以下の場合と、それを超えて 240000 以下の場合、さらにそれを超える場合の 3つの場合分けにより、それぞれ異なるサンプル数が設定されている。これらのサンプリング計画における、生産者危険(AQL=6.5%)は、2項分布で計算した場合、それぞれ 2.3%、5.3%、9.1%となっている。

また、きつい検査は、検査される製品の品質が AQL よりも低いと考えられる場合に、用いられる検査方法である。なみ検査からきつい検査への移行は、過去 5 回にさかのぼった試験における累積不良品数に基づいている。その数は、同告示別表 4 に与えられている。

小型容器の枠組みでは、ゆるい検査、なみ検査、きつい検査が、それまでの検査結果によって使い分けられる。良好な結果であるときは、緩い検査、そして、不良品が多発しているときは、きつい検査が用いられる。この切り替えについても同告示に示されている。そこで、製品の不良率が一定の場合に、不良品の割合によって、緩い検査、なみ検査、きつい検査が使い分けられる確率について検討した。ただし、告示第 3 条三のハは無視するとする。この検査の切り替えの条件も、検査荷口の大きさによって変動する。殆ど不良品

がない場合には、きつい検査が用いられる確率が支配的になる。不良率が 10%程度の時は、なみ検査となり、不良率が、40%を超えるような場合は、きつい検査が適用される。検査荷口が 35000 を超えて、240000 以下の場合には不良率が 25%程度であれば、殆どきつい検査が適用される。検査荷口の大きさが 240001 以上の場合には、上記の 35000 を超えて 240000 以下の場合と同様の検査精度となる。ゆるい検査、なみ検査、きつい検査の何れもロット荷口が大きくなることによって、OC 曲線の傾きが鋭くなる。このことは、不良品の見逃しを防ぎ、見逃した場合の影響が大きい、大きなロットの安全性を向上させることに繋がっていると考えられる。

これまでは小形容器について見てきたが、内容量が 1kg 又は 11 kg 以上であって、30 kg 又は 301 kg 未満の場合は、大型容器として分類される。この場合は、検査荷口の大きさが 1000 以下、1000 を超えて、5000 以下、5000 を超える場合と言った 4 の場合分けになっている。このうち最も検査荷口の小さい場合(1000)以下の OC 曲線は、不良率が低い場合にも十分低くはなっていない。これでは、それほど不良率が高くない場合にも、ロットが拒否される場合がある。一方で、ロットが小さい場合に多数の検査を行うこと

はコストの面から見て割に合わないため、このバランスが重視されていると考えられる。さらに、5000を超える場合は不良率が10%程度である場合の合格率が高くなっている。このことによって、AQL6.5により近いサンプリング計画になっていると考えられる。さらに検査荷口の大きさが5001以上となると、今度は、不良率が20-30%近辺での傾きがより急峻となっている。これは、サンプル数の増加によるものであるが、検査の手間の増加というデメリットがある。しかし、不良率の大きいロットを検出することが出来る。35001以上の場合は、基本的には5001と同様であるが、なみ検査の厳しさが上がっていることにより、AQL近辺での曲線の傾きが、やや急峻になっている。

さらに、大型容器よりも大きな場合には特殊容器が想定されている。特殊容器は、さらに30トン又は30kL未満の場合と、それ以上の場合によって分けられている。このうち、30トン又は30kL以上の場合の方が、サンプルの大きさが小さくなっている。

先ほどの23品目以外にJAS法の対象になっている食品については、個別に検査方法が決められている。多くの場合は、よりシンプルな検査方法が使われている。具体的には以下に示す。

果実飲料についての検査方法は制

定昭和三七年三月二二日農告第360号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号に基づけば、2個のサンプルを調べている。5回連続で、合格した場合は、第2種検査方式へ移行している。この2つの差は、検査荷口が2日間であるか、15日間であるかの違いである。すなわち、不良率が高い場合には依り頻繁に検査を行うことを指示している。

炭酸飲料については、制定昭和49年8月7日農告第759号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号にあり、同様に2箱を取り出し、1日と30日となっている。

ベーコン、ハムについては、制定昭和37年4月12日、最終改正平成18年2月28日農水告210号に示されている。

即席めん類についての検査方法は制定昭和47年9月25日農告第1722号、最終改正平成18年2月28日農水告知第210号で、1日あたり1つ分析を行うとしている。5回連続手適合した場合は、10日に1回とする。

マカロニ類についての検査方法は制定昭和40年10月19日農告第1247号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号50gの試料を1日1箱分析する。第2種への移行は、5回連続合格した場合に行われる。移行後は15日に一度となる。

ドレッシングについての検査方法では、制定昭和50年12月24日農告第1217号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号に記載があり、200gまたは200mLのドレッシングを、マカロニと同じ回数分析検査を行う。

風味調味料についての検査方法は、制定昭和50年6月4日農告第606号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号に記載されており、100gを1日あたり2個で、両方適合の場合はOKになる。5回連続で合格することにより、検査頻度が、15日に1度になる。

食用植物油脂についての検査方法は、昭和44年4月23日農告第561号、並びに最終改正平成18年2月28日農水告第210号にある。梱から1日あたり500g採取する。タンク車の場合は、タンク毎に500gとする。また、5回連続して合格した場合は、15日を検査荷口とする。

乾燥スープについての検査方法は、制定昭和50年10月6日農告第957号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号に記載され、200gを2個分析する。5回連続で第2種へ移行する。第2種は検査荷口が30日間となっている。

ウスターソース類についての検査方法は制定昭和49年8月1日農告第726号、最終改正平成18年2月28日農水

告第210号にある。200mLのソースを1日1つ、10回連続で合格した場合、第2種へ移行し、10日で2つ、両方とも合格のシステムとなる。不良の場合は、その製品と同じ物のみ、第1種へ移行する。

しょうゆについての検査方法は、制定昭和38年1月30日農告第81号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号となっている。200mLの醤油を1日1つサンプリングし検査を行う。5回合格した場合には、30日に1つ検査を行うサンプリング計画へ移行する。

熟成ハム、熟成ソーセージ類及び熟成ベーコン類についての検査方法としては、制定平成8年1月22日農水告第68号、最終改正平成18年2月28日農水告第210号がある。

ここで指示されているものは、1日当たりの抽出個数である。全てが合格の場合、検査荷口が合格となる。また、7回連続合格で第2種検査方法へ移行する第2種の検査方法では、15日間が検査荷口になり、1つのみを抽出して検査する。

3.-3) 7CFRにおけるサンプリング計画の整理

国連邦法規集の7章Part43において、サンプリング関連の一般的な原則が記載されている。定義から始まり、AQL、消費者危険、消費者保護、限界

品質などの用語が定義されている。さらに AQL の設定の方法としては、以下を考慮に入れるとしている

- (1) 大きな欠陥は、小さな欠陥よりも低い AQL が必要になる。
- (2) また、良い製造法が守られた場合の欠陥率
- (3) 消費者の要望
- (4) サンプルング及び検査に掛かる時間と費用

さらに、あるロットサイズにおけるサンプルング計画の決定法としては、

- (1) 利用可能な AQL (AQL によって最小のサンプルサイズが変わる)
- (2) サンプルング計画の判定力
- (3) サンプルングに掛かる時間とコスト
- (4) そのロットの消費者保護への価値
- (5) ロットに関する知識、均一性
- (7) ロットのこれまでの記録

Part 42 においては、欠陥が致命的の場合には、AQL を 0.25、大きい場合には 1.5、総合的な場合には 6.5 とすることが示されている。

セクション 42.108 には以下の使い分けが示されている。

- 1) なみからゆるい検査への移行
 - i) それまでの 6 ヶ月以内に行われた 10 回の検査において一度も不合格になっていないこと。そして
 - ii) それまでの 10 回の検査におけるサンプル中の欠陥の数が一定値以下で

あること。

- 2) ゆるいからなみへ移行するのは、以下の内何れかの状況が起きたときとなる。

- i) ロットが不合格になった場合
または

- ii) 製造が不規則になった場合

- 3) なみからきつい検査へ移行するのは、5 回の内、2 回検査に引っかかった場合である。

- 4) きついからなみの検査へ移行するのは、5 回連続で合格した場合となっている。

3.-4) EU におけるサンプルング計画の整理

ヨーロッパにおけるサンプルングは、マイコトキシンについて、Commission Regulation (EC) 401/2006 がある。また、重金属、3-MCPD、無機スズ、そしてベンゾピレンについては、Commission Regulation (EC) No 333/2007、ダイオキシンについては、Commission Regulation (EC) No 1883/2006、硝酸については Commission Regulation (EC) 1882/2006 が存在する。

包括的なものとしては、Commission Directive 98/53/EC がある。品目ごとに、特定のサンプルング計画が立てられている。

3.-5) 穀物検査に関するサンプルング計画

穀物の検査に関する団体としては、

アメリカの学会が国際化した AACC インターナショナルと、ヨーロッパを中心とした ICC が存在し、それぞれ異なる分析法を出している。しかしこのような状況は余り好ましくないということで、近年になり、AACC インターナショナルと ICC は、分析手法の共通化を図っている。

水分の測定においては、AACC インターナショナル N0. 44-15A と ICC No. 110-1 がある。ここでも共通化が計られている。たとえば、前処理のサンプルサイズが、ICC の 100 g から、AACC インターナショナルで用いられてきた 25 g に変更された。また、一段でのサンプルサイズが、5 g から 2-3 g に変更された。これらの変更に関しては、緩い方へ統一される傾向にある。

4. 松田分担研究

4.-1) 野菜中の農薬及び硝酸塩分布からのサンプリングシミュレーション

H20 年度の本研究班成果として得られた、実際に圃場から採取した生鮮野菜に残留する農薬濃度をデータとし、シミュレーションを実施した。まず、ナス中のピリダリル及びクロルフェナピル、キャベツ中のインドキサカルブ、白菜中のエトフェンプロックスの 16 個の測定値をヒストグラムにより解析した。その結果、ピリダリル、

クロルフェナピル、エトフェンプロックスは、低濃度側に極大があり、高濃度側に裾を引いた非対称の分布を示すが、インドキサカルブは中央に極大があり、他の 3 農薬よりは対称に近い分布を示した。次に、これらのデータに連続分布を適合し、アンダーソン-ダーリング検定により適合度が良い分布 4 種類を選択した。

また、本年度の研究成果として得られた生鮮野菜に含まれる硝酸塩濃度についても同様の解析を行った。大根の葉及び根、ホウレンソウ、白菜、キャベツ中の硝酸塩濃度の測定値をヒストグラムにより解析した。その結果、農薬濃度の分布と比較して、硝酸塩はいずれの作物においても偏りが少なく、対称性の良い分布を示した。さらに、これらのデータに連続分布を適合し、アンダーソン-ダーリング検定により適合度が良い分布 4 種類を選択した。

正規分布ではない母集団であっても、そこから採取した十分多数のサンプル平均値は正規分布することが知られている。そこで、歪みの大きい農薬濃度分布からサンプリングしたサンプル平均値と、対称な硝酸塩濃度分布からサンプリングしたサンプル平均値の分布を比較し、どの程度のサンプルサイズにおいて平均値の分布が対象となるかを検討した。

上記の検討により明らかになった、それぞれの実測値分布に適合した分布から、サンプリングをくり返し、平均値を計算するシミュレーションを実施した。その結果の一例として、エトフェンプロックスの濃度分布に対数正規分布を適合した場合と、大根葉中の硝酸塩濃度分布に対数正規分布を適合した場合とについて以下述べる。硝酸塩のシミュレーションではサンプル数3あるいは5で、その平均値はほぼ対称な分布となったが、エトフェンプロックスのシミュレーション結果では25サンプルの平均値でも非対称な分布を示した。

歪度は分布の対称性の指標となり、対称分布では0となる。大根中の硝酸塩濃度では、仮定した対数正規分布の歪度は0.518、エトフェンプロックス濃度分布に仮定した対数正規分布の歪度は1.89であった。サンプル数を増加させると、どちらの場合もサンプル平均値分布の歪度は低下し、対称性が向上した。しかし、元々歪度の大きいエトフェンプロックスの濃度分布からのサンプリングでは、サンプル数を25としても平均値分布の歪度は0.376で、硝酸塩の分布においてサンプル数を3とした場合と同程度であった。

正規分布からのサンプリングでは、平均値の標準偏差は母集団の標準偏

差／サンプル数の平方根となることが知られている。エトフェンプロックスについて計算した結果から、非対称な分布からサンプリングしても、その平均値のRSD%は正規分布を仮定した場合にほぼ一致することが明らかとなった。

エトフェンプロックスの平均濃度は0.03 µg/gであり、Thompsonの修正式に従えば、分析の室内精度は11-14 RSD%と予測される。サンプリングによる平均値の変動を、分析による測定値の変動レベルと同等とするためには、16個以上の抜き取りが必要となる。この個数であれば、分布の対称性も改善され、正規分布仮定による統計的な推定が適用可能となる。

硝酸塩濃度は野菜により1000-5000 µg/gの範囲であり、分析の室内精度は2.2-3.8 RSD%と推定される。エトフェンプロックスと同じように、サンプリングによる平均値の変動を、分析の変動レベルと同等とするためには、16個以上の抜き取りが必要となると考えられた。

4.-2) 不均一な分布からのサンプリングシミュレーション

前項では、実測した結果から分布を推定し、そこからサンプリングした結果の平均値の分布をシミュレーションで推定した。このシミュレーションでは、ロット内には単一の連続分布が

存在しており、そこから完全にランダムに試料を採取したと仮定した。シミュレーションに用いた分布は、単一の圃場から採取した野菜の測定値分布から推定されており、この仮定は現実的である。しかし、実際の検査対象となる生鮮品のロットでは、複数の圃場から採取されたものが混合されている事も多い。本項では、ロット内に複数の分布が存在する場合のサンプリングを考える。

最も簡単な場合として、ロット内に2つの正規分布がある場合を想定した。分布 A の平均値は 0.5、分布 B の平均値は 2 とし、標準偏差はいずれの分布も 0.1 とした。分布 B(平均値=2)の全体に占める割合が、10%、20%、30%、40%、50%となる場合の、ロット全体の平均値は 0.65、0.8、0.95、1.1、1.25、標準偏差は 0.46、0.61、0.69、0.74、0.76 である分布からのサンプル平均値の分布を考えた。

上記の 5 種類の分布から、サンプルを 3、5、8、10、16 個抜き取り平均した値の分布をシミュレーションで求めた。その結果、2つの分布が重なった不均一ロットからサンプリングした平均値は、複数の極大を持つ分布を示した。例えば、分布 A と B からサンプルを 3 個採取するとき、どちらの分布からいくつのサンプルが採られるかには

A	B
3	0
2	1
1	2
3	0

の 4 種類の場合がある。図に示した分布に現れる極大の数はこれに対応しており、それぞれの極大の位置は元の 2 つの分布の平均値から、相対的な大きさは元の二分布の存在割合から計算される。

2 つの分布の割合が等しいロットから 3 個をサンプリングした場合の平均値分布には、4 つのピークが認められ、極大の位置は $0.5(=0.5 \times 3/3)$ 、 $1(=(0.5 \times 2 + 2 \times 1)/3)$ 、 $1.5(=(0.5 \times 1 + 2 \times 2)/3)$ 、 $2(=0.5 \times 3/3)$ である。相対強度は二項分布に従い、低濃度側から 1:3:3:1 の比率となる。分布 B の存在確率が 10% の場合には、相対強度が 729:243:27:1 となり、B から 3 個がサンプリングされた場合に対応する、極大位置が 2 であるピークはほとんど認められない。

ランダムサンプリングが行われる限り、このような不均一な分布からのサンプリングでも、サンプルサイズによらずサンプル平均値の分布の平均値は変化しない。また、サンプル平均値の標準偏差も元の分布の標準偏差とサンプルサイズから予測される値と一致している。しかしながら、この

ような分布から抽出した個々のサンプルにおける標準偏差の範囲は非常に広い。例えば、分布 B の存在確率が 10%の分布の標準偏差は 0.46 である。この大きさの標準偏差を持つ正規分布から、3 サンプルを採取したときのサンプル標準偏差の 95% 区間は 0.073-0.883、16 サンプルでは 0.299-0.534 である。一方、B が 10%の不均一分布からサンプルサイズを 3 として 50 試行した時の、サンプル標準偏差の範囲は 0.024-0.962 であった。サンプルサイズを 16 とした場合には 0.063-0.695 の範囲となり、正規分布よりも大きな範囲となった。また、16 個のサンプルに分布 B からのサンプルが 1 つも含まれない確率は 20%程度、10 個のサンプルでは 35%程度である。従って、採取したサンプルをコンポジットとせず個別に分析したとしても、存在確率の小さい分布の存在を見逃す可能性がある。また、サンプル中に存在確率の小さい分布からの試料が含まれていても、連続な非対称分布と解釈される可能性が高く、サンプル測定値から元の分布の不均一性を推定することは難しい。

分布 B が 10%含まれる場合の平均値は 0.65 であり、基準値が 1 ならばこのロットは基準適合である。20%含まれる場合の平均値は 0.8 であるので、やはり適合ロットである。分布 B が

50%であるロットの平均は 1.25 であるので、不適合である。

分布 B が 10%であるロットからランダムに 1 サンプルを採りその値で判定した場合の合格確率は当然 90%である。ところが 3 サンプルの平均値で判定した場合は 85%が合格となり、1 サンプルで検査した場合よりも誤判定の確率が増加した。8 個をサンプリングした場合には 96%の合格率となった。一般の正規分布からのサンプリングでは、サンプル数が多いほど誤判定率は小さくなる。サンプル数を増加させた時に誤判定率が高まるのは、特異な現象である。分布 B が 20%含まれるロットでは、この現象が顕著であり、8 以下のサンプル数での合格率は、1 サンプルを用いた合格率である 80%以下であった。また、16 サンプルを用いても合格率は 90%で、10%の誤判定率となった。

母平均が 0.8 で変動が 30%程度の正規分布ロットでは、16 サンプルの平均値で判定すれば 99%合格するが、2 つの分布が存在する不均一なロットでは、誤判定の確率も大きくなった。逆に、分布 B が 40%あるいは 50%含まれるロットは不合格であるが、サンプル数が 10 付近で合格率が上昇する、つまり誤判定率が高くなる現象が見られた。

E. 結論

1. 渡邊分担研究 1

サンプリング計画や手順を策定するにあたり感じている問題点について求めた自由な回答への考察を持って本年度当研究課題の結論とする。

第一に、サンプリング計画や手順を策定しようとしても、その参考にすべき適切な文書が不在であることが意見として挙げられた。自治体の「収去」において実行されるサンプリングには多くの制限があり、それについての実情を訴える意見も多い。収去において実行されるサンプリングの指針となるような文書を策定するに際しては、実態への十分な配慮が必要と考えられる。

第二に、本アンケートの全設問を通じた回答から明らかであるが、サンプリングという行為及びその目的に関する理解を促進、共通させるような教育的措置が、指針等が策定されたにせよ、その正しい運用には不可欠と考える。意見の中にも、「輸入食品と違い、国内の小売店で販売される食品については流通量が把握できず、よってサンプリング計画の策定が難しい。」という意見がある。輸入量に基づき策定されている計画はモニタリング計画であり、これは「輸入される食品のうち、規格基準に適合しない食品が〇〇%含まれていると仮定し、それが〇〇%の信頼水準で検出可能な数」を決

めているのであって、サンプリング計画ではない。

第三に、分析結果に基づく判定及び判定に基づき執られる措置についても一定の基準が示されるべきかと考える。「どのような措置を講じるかはその措置を命じる者が決定すべきであるが、判定に明確な根拠がなければ、措置を命じられた事業者等から疑義が提出される」と私見を述べた。命じられた事業者に時として大きな経済的損失をもたらすことから、措置内容の妥当性については、十分な注意が必要である。判定が正しくなければ妥当な措置を執ることはできない。判定の正しさは、実施したサンプリング及び分析の内容を科学的根拠とし自ずと決まってしまう。サンプリングや分析に起因し、分析値に付随する不確かさを判定の正しさを評価するための指標とすることも考えられる。「収去」及びそれに伴う分析に多くの制限があることも明らかとなった。まずは、そのような制限下でなされるサンプリング及び分析に起因する分析値の不確かさについて整理することが必要かもしれない。

実行可能なサンプリングの指針と一組となるよう、判定する上で満たすべき基準が策定されることにより、実施者間でのサンプリングの内容、判定及び措置のハーモナイゼーションが

図られるものとする。また、この基準の中には、母集団を想定できない場合には、重篤な健康危害が生じる恐れがある場合を除き、規格基準適合判定を行わず、よって措置もしないことを含める事についても検討が必要と考える。

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、圃場から複数の生鮮野菜を採取し、そこに含まれる硝酸塩の濃度を測定した。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。しかし、Thompson修正式を用いて一般に推定される測定値の不確かさを指標とすれば、3~10といった現実的なサンプルサイズにより、十分な精度で母集団中の濃度の平均を推定することが可能であると考えられた。

3. 塚越分担研究

サンプリング法は、食品別、調査物質別に様々な物が用いられている。食品の種類は多岐にわたっており、それに応じて、サンプリング法も多岐にわたっている。本報告書では、その中のいくつかを示したが、きわめて、複雑かつ細分化されている。その中に共通点を見つけようとするならば、AQL の設

定が6.5とされることが多い事が挙げられる。しかし、同様の食品に対しても、国内と国外ではロットサイズとサンプルサイズの関係に相違点が数多くあり、今後整理していくことが大切である。また、サンプリング法は対象とする食品や対象化合物の別に議論されているようであるが、Codexでは多くのサンプリング法が、分析サンプリング法部会(CCMAS)を経由している。基本的な決定権は個々の部会にあるため、サンプリング法のハーモナイゼーションのためのシステムとして十分に機能しているとは言い切れないものの、一定の効果があることは否めない。サンプリング法の情報を一箇所に集積していくことは、ハーモナイゼーションのための第一歩であると考えられる。

4. 松田分担研究

生鮮野菜中に残留する農薬濃度及び硝酸塩濃度の分布から、サンプリングしたサンプル平均値の分布とサンプリング個数の関係を検討した。農薬濃度は非対称の分布を示し、その相対標準偏差も大きい。サンプル数を増加させることによりサンプル平均値分布の対称性は向上し、正規分布に近づいた。サンプリングによる分析結果の変動を分析による変動と同程度とするためには、農薬、硝酸塩共に、16程度の抜き取りが必要であった。

ロット内に平均値が異なる 2 つの分布が存在している場合、サンプル平均値は多数のピークを持つ複雑な分布を示した。ランダムサンプリングされている限り、このような場合もサンプル平均値の期待値は母平均に一致した。一般に検査結果によって判定を誤る確率は、サンプリング個数の増加と共に減少するが、複数分布が共存するロットにおいては、検査の結果の誤判定率がサンプリング個数増加に伴い増加する現象が見られた。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

Yoshiki Tsukakoshi; Takahiro Watanabe; Sampling plans for Japanese food inspection, 2009 AACC International Annual Meeting (2009年9月13～16日米国バルチモア)

Yoshiki Tsukakoshi; Takahiro Watanabe; Rieko Matsuda, Food sampling plans to insure safety, The 57th session of the International Statistical Institute (2009年8月16～22日;南アフリカ ダーバン)

Takahiro Watanabe, Yoshiki Tsukakoshi, Satoshi Takatsuki, Rieko Matsuda; 123th

AOAC INTERNATIONAL Annual meeting (2009年9月12～17日;米国フィラデルフィア)

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

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

II. 分担研究報告書

分担課題 1.

サンプリングと分析の不確かさを考慮した
分析値の運用指標の検討

渡邊敬浩

平成 21 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なら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

サンプリングと分析の不確かさを考慮した分析値の運用指標の検討

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

国内の各自治体等で実施されている検査として、食品衛生法に基づく収去検査が挙げられる。しかし、この検査の実施に係るサンプリング(サンプリング計画ならびに手順)および、判定とそれに伴い講じられる措置(分析値の運用)については、参照可能な文書等が示されておらず、各検査実施者に一任されているのが現状である。本研究では、収去検査等を前提としたサンプリング計画や手順およびそれを通じて得られる分析値の運用指標について検討するため、この検討に不可欠な現状把握を目的に、自治体担当者を対象としたアンケート調査を実施した。92 の自治体から得られた回答を集計した結果、サンプリングに関する理解の違いや運用指標(判定の基準とそれに伴いされる措置の内容)の不明確さと共に、収去検査の性質上の制限について明らかとなった。

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

A. 研究目的

検査の特徴は、「基準に適合しているかを判定する」ことにある。多くの検査では、判定の対象は個々のアイテムではなく、目的の特性を持つアイテムの集団(母集団)である。食品の規格基準適合判定を目的とした検査では、ロットやコンサインメント等が母集団

に相当する。食品中に含まれるある物質の濃度に基準値が定められていれば、その基準への適合を判定するために、あるロット中の濃度平均(母平均)の推定値となる分析値を得る。正しい判定が可能かは分析値の確からしさに依る。また、多くの場合、母集団を構成する個々のアイテム全てを分析することは

不可能であるため、代表するサンプルを採取(サンプリング)し、分析する。従って分析値の確からしさは、採取したサンプルが母集団を代表する程度とその数および分析の精確さにより決まる。判定結果如何によっては、何らかの措置が講じられることもあるため、その措置を講じることの妥当性を担保するためにも、正しく判定をしなければならず、その科学的根拠となる分析値が得られたことを保証しなければならない。

本研究では、サンプリングと分析に起因する不確かさを考慮した分析値の運用指標の検討に必要な、収去検査等の現状把握を目的とした。

B. 研究方法

別添として示す、「収去検査等に伴う食品採取(サンプリング)に関するアンケート」調査を厚生労働省を通じ、各自治体担当者を対象に実施した。調査用紙に記入された回答を、電子メールもしくは郵送にて国立医薬品食品衛生研究所に回収の上、集計した。調査では、項目ごとに複数の選択肢を提示し、重複回答を認めた。主要な調査項目は以下の通り。「サンプリングの目的」、「サンプリングの実施場所」、「サンプリングの対象」、「採取するサンプルの個数と分析試

料の調製」、「分析結果に基づく判定」、「判定に基づく措置方法」。

C.D. 調査結果および考察

調査の結果、92の自治体担当者からの回答が得られた。以下、調査項目ごとに、集計結果と考察を述べる。

C.D.-1. 設問 1 「食品採取(サンプリング)の目的」

設問1では、サンプリングの目的について調査した。本調査が収去検査等に伴うサンプリングに関するアンケート調査として実施されているため、設問に伴う選択肢は、1)行政措置を伴う検査、2)実態調査(措置を伴わない分析)とした。表1に示したとおり、本設問に対し、行政措置を伴う検査との回答が88件、実態調査との回答が49件、その他との回答が11件得られた。その他の回答の中には、「製造工程の確認」、「先行調査等」、「インターネット流通品の買い上げ調査」などが含まれていた。調査用紙を回収した92機関のうち、2機関からは本設問に対する回答が得られず、有効回答数は90となった。本設問に、行政措置を伴う検査と回答した場合には、さらに「単年度あたりの検査頻度」および「1件の検査あたり採取されるサンプルの数」について尋

ねた。しかし数量としての回答を求めたことに加え、その解釈が回答者間での異なるためと考えられる多数の質問を受けた。質問者から寄せられた共通した意見は、「分析対象ごとに検査の頻度および採取される検体数が異なるため、一概に回答することは難しい」というものであった。また、収去した単一のサンプル(あるいは複数の同製品)を分割して、複数の対象の分析に使用する場合があることも回答を困難にした要因の1つと考える。質問に対しては「分析対象の異なる検査の延べ件数を頻度として、また1件の検査につき採取される平均的なサンプルの数」を回答していただく旨、返答した。しかし、最終的に回答された数量には個々の回答者による明らかな解釈の違いを含むと考えられるばらつきが見られ、正誤の判別が不能であることから集計はしなかった。

本設問を通じて行われたやりとりからは、「検査」および「サンプル」への認識あるいは理解の程度、もしくは実施内容(特にサンプリングの方法およびサンプルの取り扱い)が必ずしも一律ではないことが伺われる。検査とは、「ある母集団の目的とする特性を何らかの基準に照らして判定すること」であり、「ある母集団の目的とする特性

を推定するために必要な代表サンプルを得る事」がサンプリングである。サンプリングでは、母集団の特性を設定した精度で推定するためにサンプルの数を計画する。定量分析を仮定すれば、複数のサンプルを分析して得られる測定値の平均値は、母平均の推定値である。分析によるばらつきを一定と仮定すれば、サンプル数の増加に伴い推定精度も向上する。すなわち、より確からしい母平均の推定値が得られる事になる。極論を言えば、母集団を構成する全てのアイテムを分析すれば最も正しく母平均を推定できる。しかし破壊分析の場合の実行は不可能であるから、採取・分析可能なサンプル数の制限を受けながら、設定した精度を満たす数のサンプルを採取する。検査には判定の正しさを保証することが求められ、どのようなサンプリングを計画するかはその要である。実行可能性による制限はあるにせよ、これらの事をまず正しく認識しなければならない。

C.D.-2. 設問 2 「サンプリングを行う場所」

設問 2 では、サンプリングを行う場所について調査した。本設問の選択肢とした実施場所の具体例は、1)総合食料品店(スーパーなど)の店頭、2)総合食料品店(スーパーなど)のバックヤード、

3)専門店(鮮魚店、青果店といった)の店頭
の3例であり、これに当たらない場合を
その他とした。全機関から得られた回答
の集計結果を表2に示した。上記1)~4)
までの各回答数は、1)総合食料品店店
頭が90件、バックヤードが63件、専
門店店頭が85件、その他が66件とな
る。またその他の実施場所には、食品製
造施設、食肉加工場、海産物養殖場、
集荷場、卸売市場、集団給食施設、飲
食店等が含まれており、各機関が対象
とする母集団および明らかにしようとし
る特性の多様性を伺わせる結果であつた。

サンプリングの前提は、「対象とする母
集団を代表するようにランダムにサンプ
ルを採取する事」である。本設問は、実
施場所を知る事で上記の前提に沿った
サンプリングの実行可能性の程度を推測
する目的から行った。回答として得られ
た実施場所から、サンプリングの前提が
十分満たせるであろうと推測されるのは、
その他に挙げられた食品製造施設、集
団給食施設、飲食店等と思われる。これ
ら施設で製造あるいは調理される食品の
全てを母集団とし、その適合を判定する
ことが考えられる。逆に言えば、不適合
判定に伴う措置が講じられる場合に、そ
の対象となる母集団を該当する施設で製
造さ

れた食品群として説明することが比較的
容易である。

食品製造施設、集団給食施設、また飲
食店等をサンプリングの実施場所とし
た回答は全体のごく一部に過ぎず、多
くの場合は総合食料品店の店頭および
バックヤード、また専門店店頭におい
てサンプリングが実施されている。そ
のような場合に想定される母集団の一
つには、工業製品であれば、同じ製造
ロットの全製品が挙げられる。ただし、
店頭にはその一部が陳列されているこ
とになり、そこから十分な数のサンプ
ルを抜き取っても、その抜き取りがラ
ンダムに実行された保証はない。この
保証がないこと自体により、得られる
分析値に母平均からの偏りが生じてい
る可能性を否定できない。また、分析
対象が、店頭または食品の保管場所等
で変質するような場合には、同じ製造
ロットを母集団と想定すること自体が
誤りであろう。さらに、製造履歴等の
確認が難しく、外見上の判別もできな
い生鮮食品については、一度店頭に並
んでしまえば、真の母集団を特定する
ことは極めて困難となる。複数の生産
者が生産した生鮮食品が集められ、複
数の母集団が混在する集荷場や卸売市
場でも状況は同じである。母集団が
想定できなければ、適切なサンプリン

グは実行できず、判定の正しさは保証できない。また、措置が必要と考えられても、その対象は曖昧である。

C.D.-3. 設問 3 「サンプリングの対象」

設問 3 は、サンプリングの対象としてある母集団についての認識および、実際の想定について知る事を目的に回答を求めた。サンプリングでは、1) 個々の食品をアイテム、2) 同一の原材料から一回の製造により得られた多数のアイテムといった集団をロット、一時に受け渡されるロットの集団をコンサインメントとして区別をする。個々のアイテムを対象とする場合、母集団は想定されておらず、これを採取することはサンプリングに当たらない。ロットは、母集団の中で性質が等しいと見なされる部分と定義され、これを対象とし、母平均を推定しようとする場合には、設定した目的の精度が得られる数のサンプルをランダムに抜き取る。また、コンサインメントはロットの集合であるから、複数の母集団の特性値に基づきコンサインメント全体を判断する場合と、コンサインメント中の各ロットについて母平均を推定する場合が考えられる。後者は、区分された船倉に個々のロットが独立して荷積みされているような場合に有効である。前者

については、コンサインメントを母集団と想定することも考えられるが、本来は複数の母集団の集合であるため、分布が均一とはいえない。コンサインメントの平均値を推定するために必要なサンプル数はより多数になる。

表 3 に集計結果を示したが、「事前にサンプリングの対象を定めているか」の設問に対し、「定めている」とした回答が 68 件、「定めていない」とした回答が 22 件、「その両方」とした回答が 2 件であった。上述の通り、サンプリングの対象が事前に定められていなければ、サンプルをランダムに抜き取ることも、目的の精度で母平均を推定するためのサンプル数を決めることもできない。「定めていない」と回答した機関の意図が明確ではないが、収去の現状として「事前に」対象を定めることが困難なのかも知れない。また、サンプリング計画の策定が「○○食品について年あたり○○件」というようにされていた場合には、対象が「○○食品(具体的な食品名称;例えば「とうふ」や「牛肉」といったように)」と理解され、サンプリングにおいて不可欠な、母集団の想定自体がされない場合があるのかも知れない。「その両方」と回答した機関の注釈には、具体例が付記されていたが、規格基準適合判