

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。

D. 結論

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. 研究発表

1. 論文発表
なし
2. 学会発表
なし

G. 知的財産権の出願・登録状況

1. 特許取得
なし。
2. 実用新案登録
なし
3. その他
なし

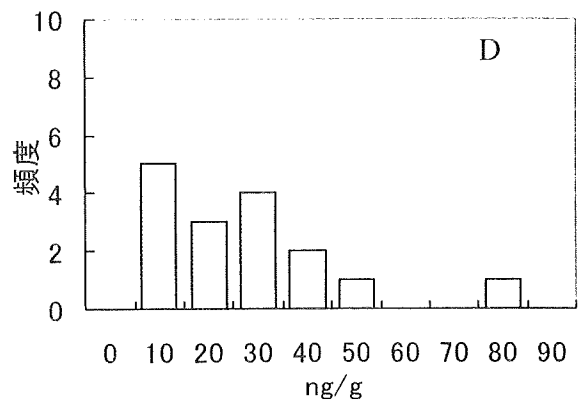
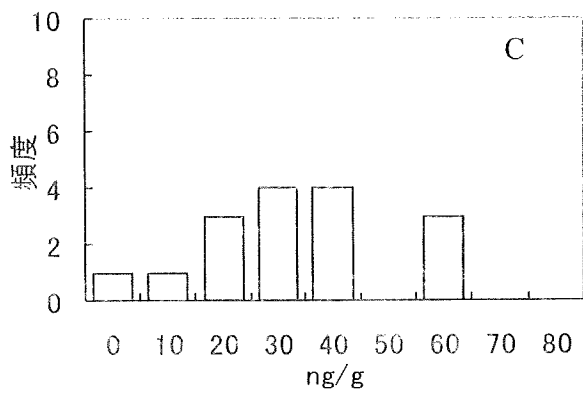
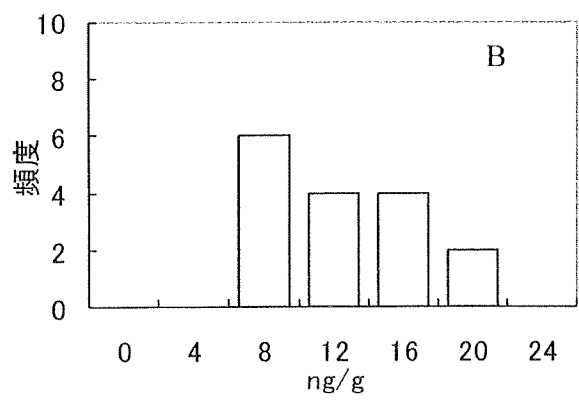
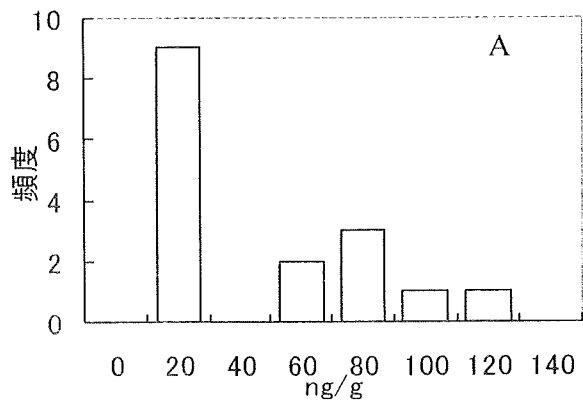


Fig.1 農産物中の農薬濃度分布

- A ナス中のピリダリル； B ナス中のクロルフェナピル；
 C キャベツ中のインドキサカルブ； D 白菜中のエトフェンプロックス

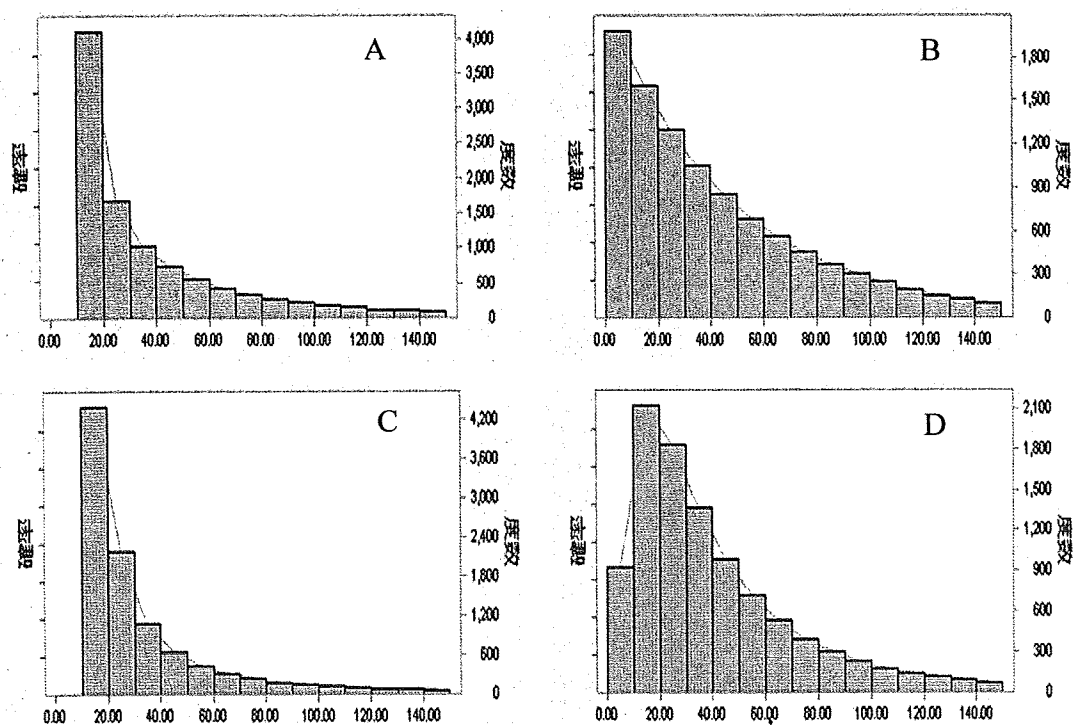


Fig.2 ピリダリル濃度分布に適合した分布

A ガンマ分布 ; B 指数分布 ; C パレート分布 ; D 対数正規分布

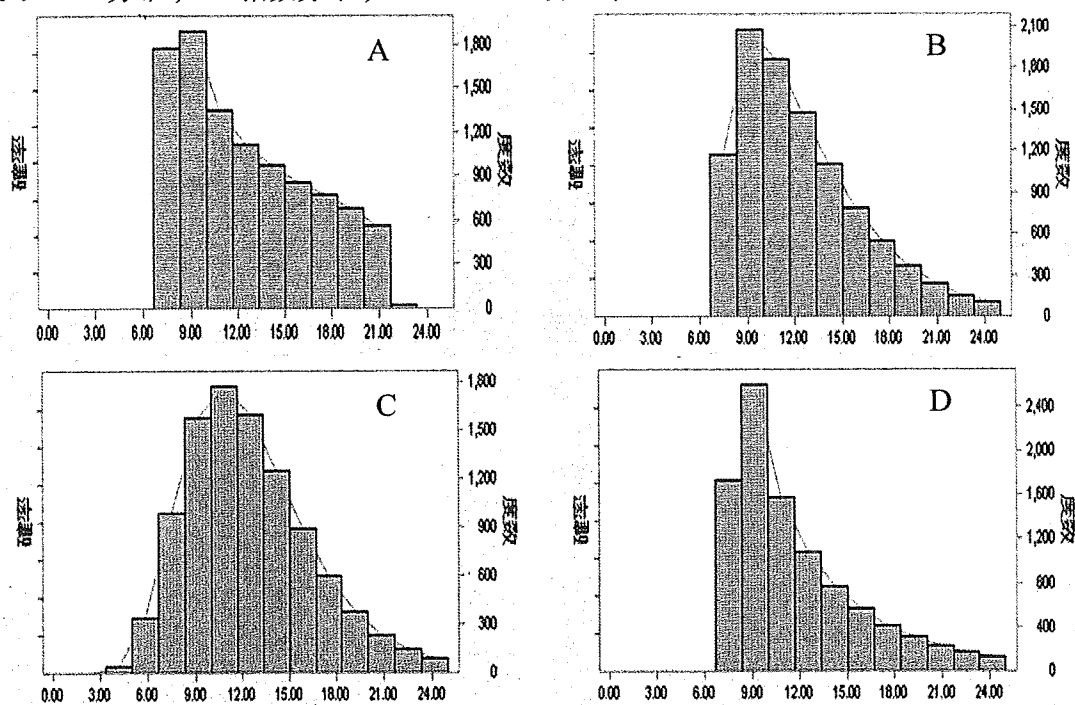


Fig.3 クロルフェナピル濃度分布に適合した分布

A ベータ分布 ; B ワイブル分布 ; C 対数正規分布 ; D ガンマ分布

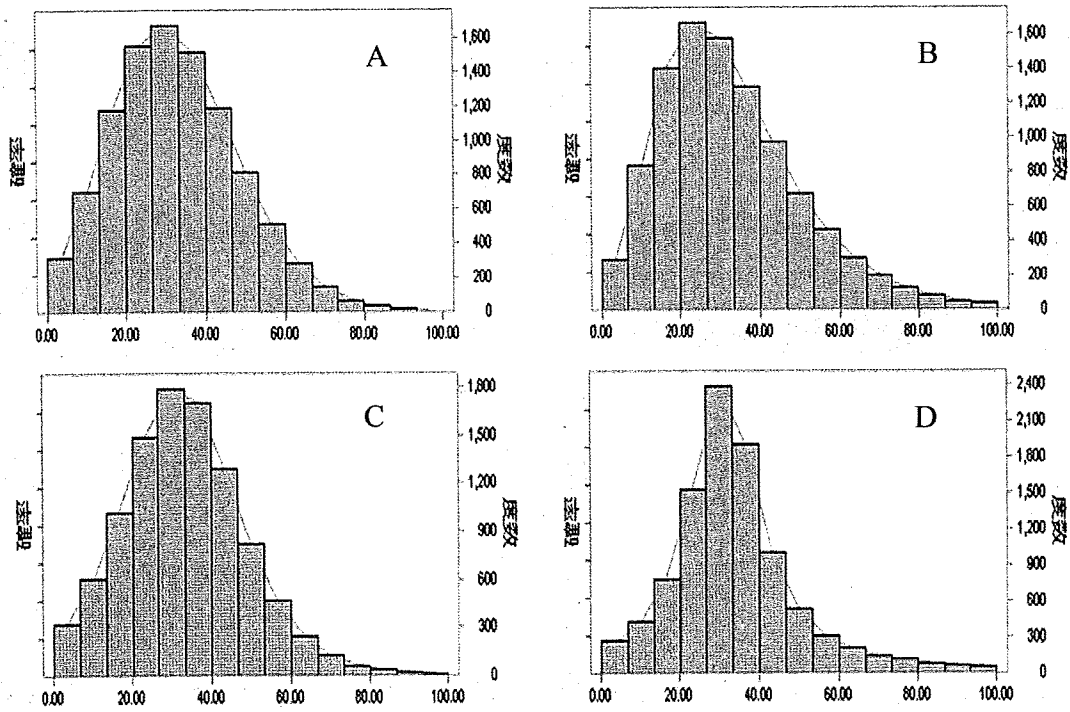


Fig.4 インドキサカルブ濃度分布に適合した分布
 A ガンマ分布 ; B 最大極値分布 ; C ロジスティック分布 ; D Student t 分布

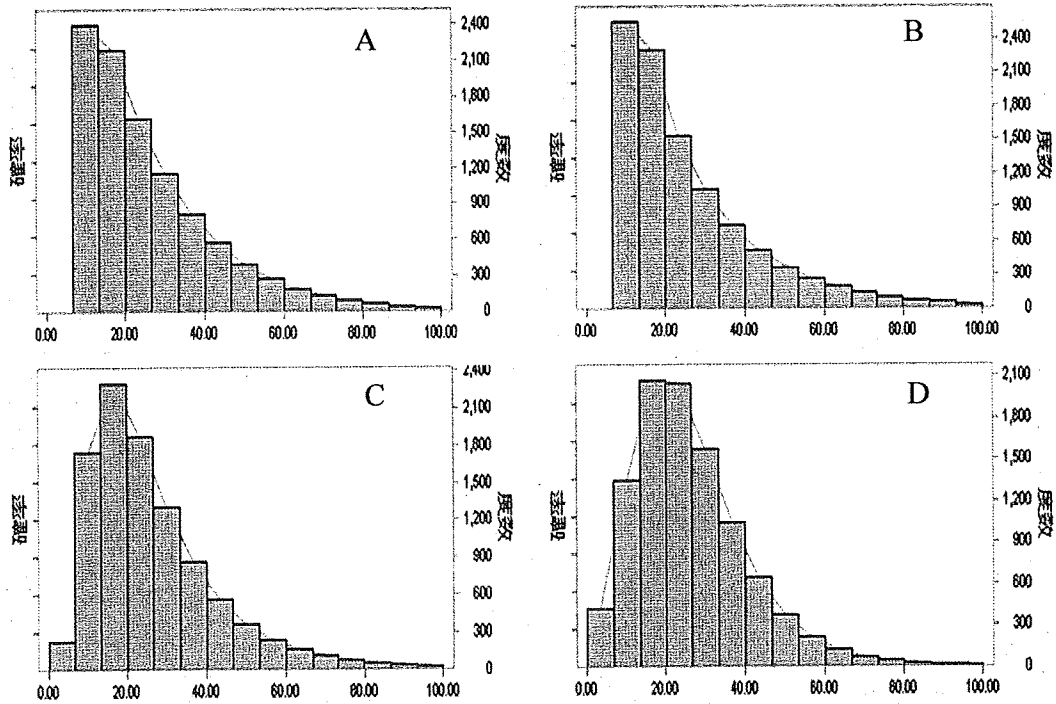


Fig.5 エトフェンプロクス濃度分布に適合した分布
 A ワイブル分布 ; B ガンマ分布 ; C 対数正規分布 ; D 最大極値分布

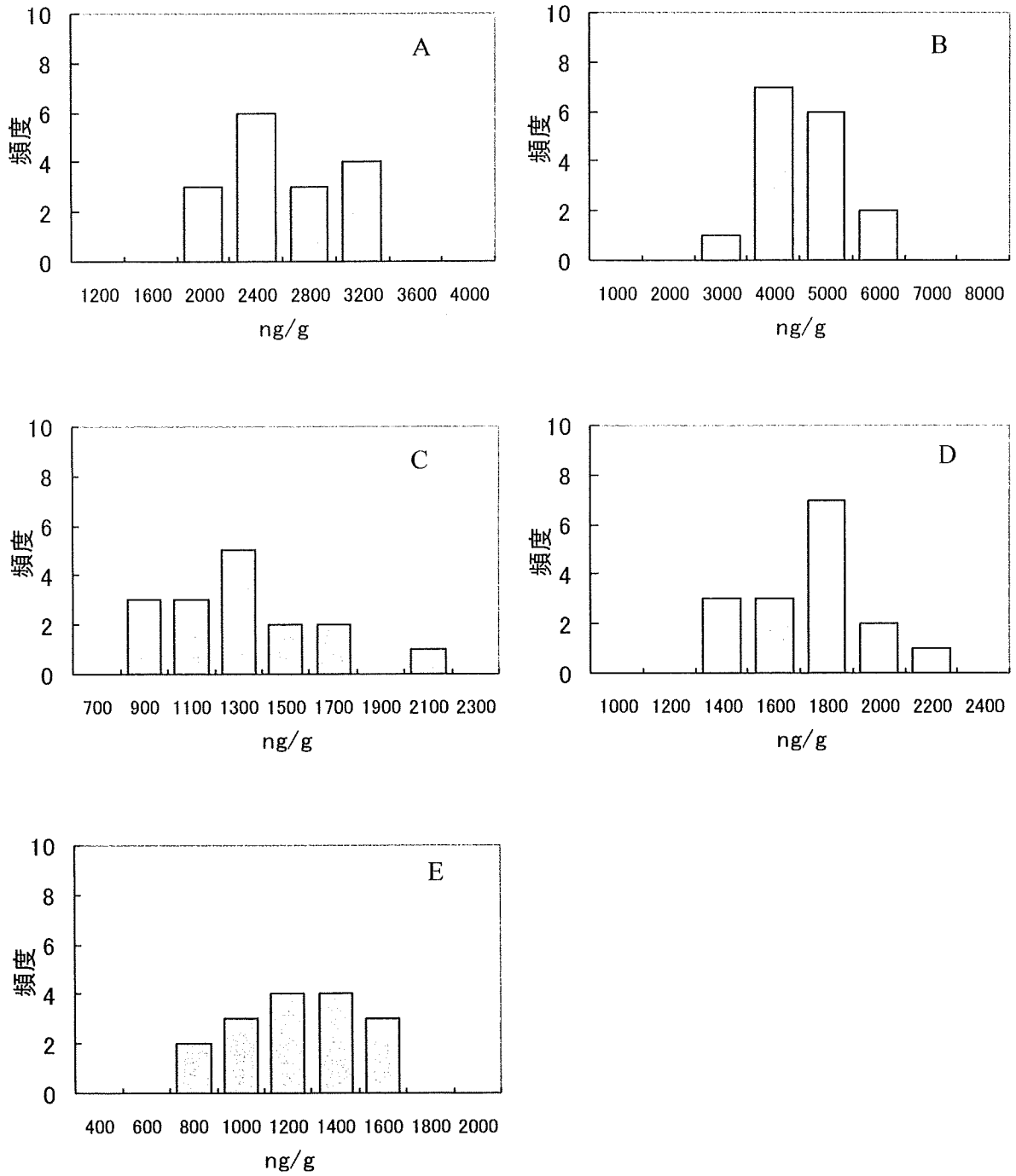


Fig.6 農産物中の硝酸塩濃度分布

A 大根の葉； B 大根の根 ； C ホウレン草； D 白菜； E キャベツ

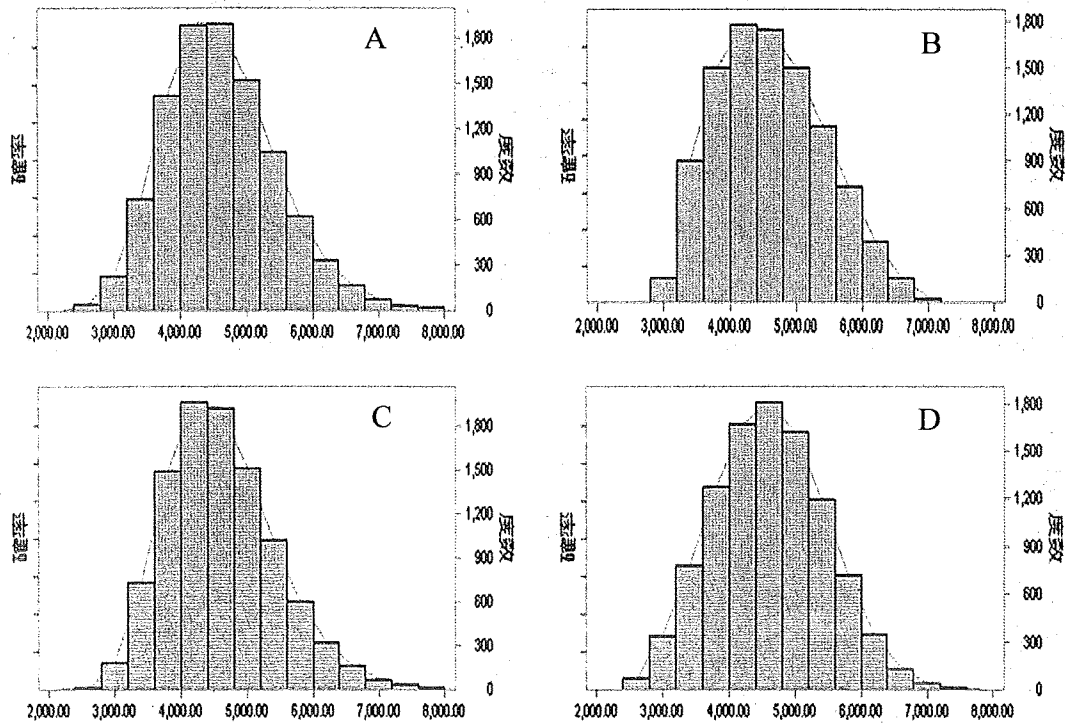


Fig.7 大根の葉中の硝酸塩濃度分布に適合した分布
 A 対数正規分布 ; B ベータ分布 ; C ガンマ分布 ; D ワイブル分布

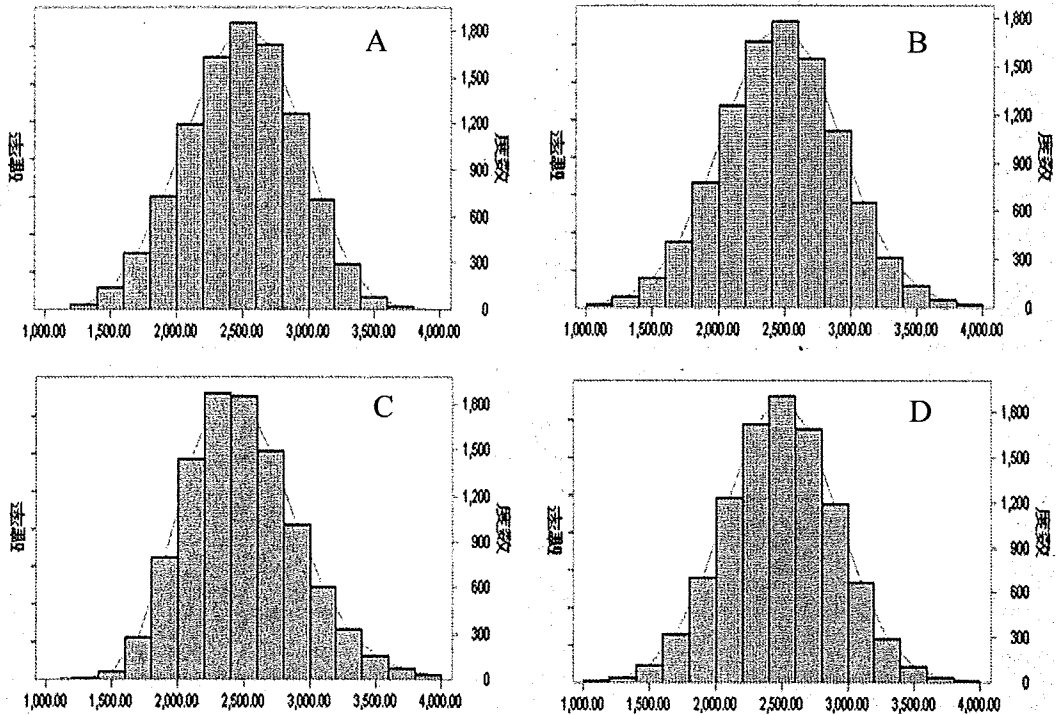


Fig.8 大根の根中の硝酸塩濃度分布に適合した分布
 A ワイブル分布 ; B Student t分布 ; C 対数正規分布 ; D 正規分布

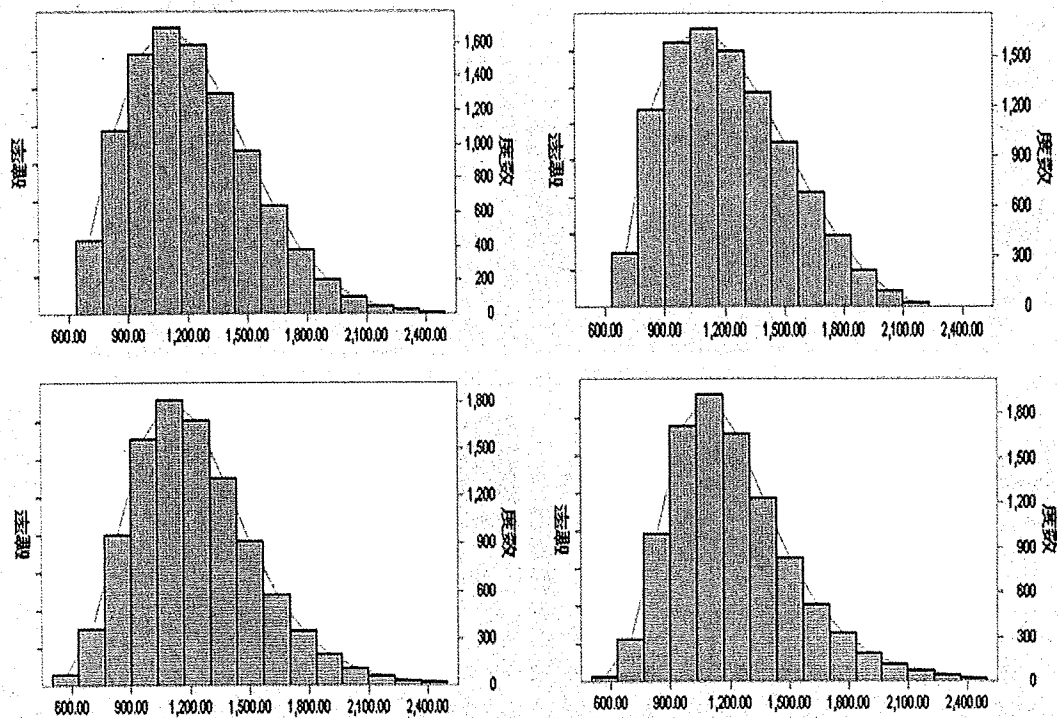


Fig.9 ホウレンソウ中の硝酸塩濃度分布に適合した分布

A ワイブル分布 ; B ベータ分布 ; C 対数正規分布 ; D 最大極値分布

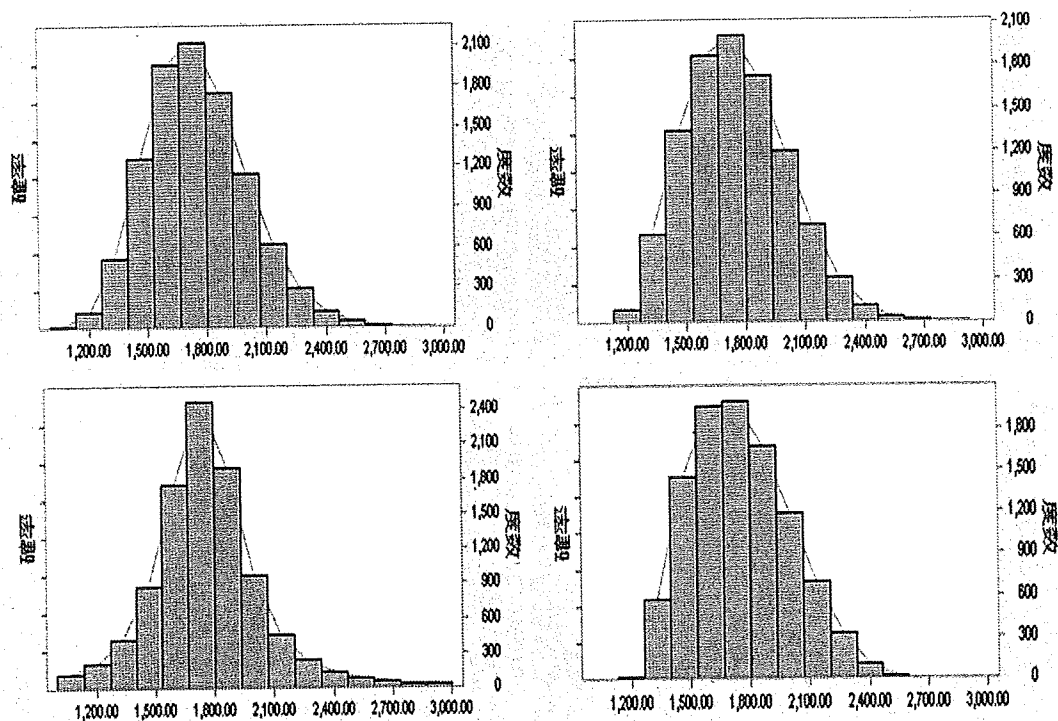


Fig.10 白菜中の硝酸塩濃度分布に適合した分布

A 対数正規分布 ; B ワイブル分布 ; C Student t 分布 ; D ベータ分布

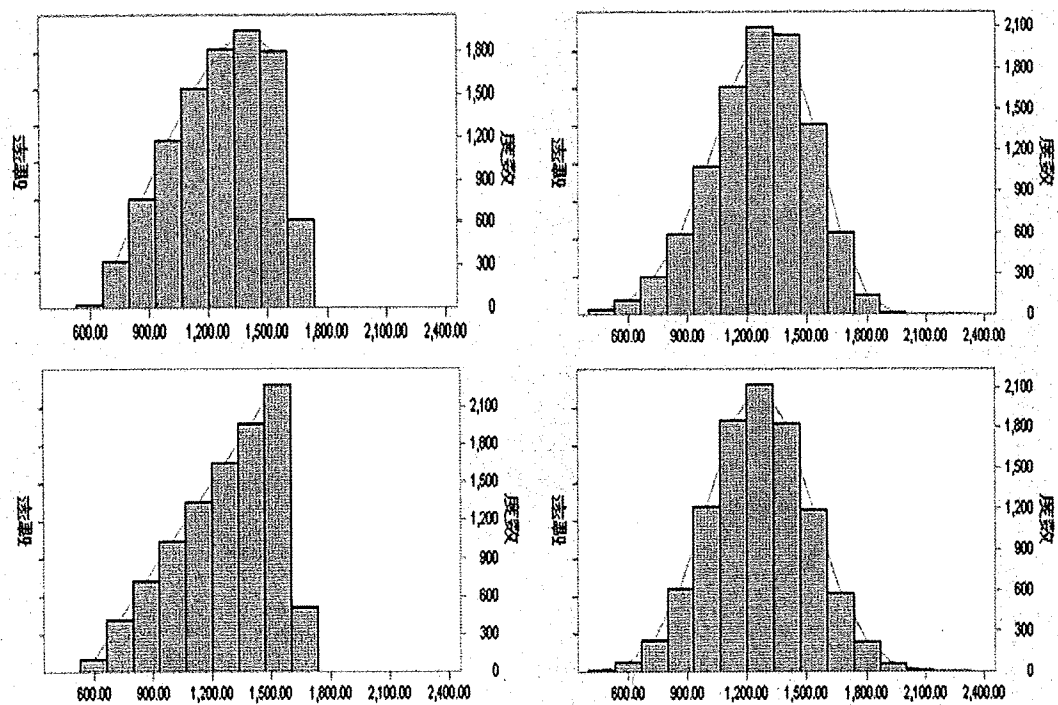


Fig.11 キャベツ中の硝酸塩濃度分布に適合した分布

A ベータ分布 ; B ワイブル分布 ; C 三角分布 ; D 正規分布

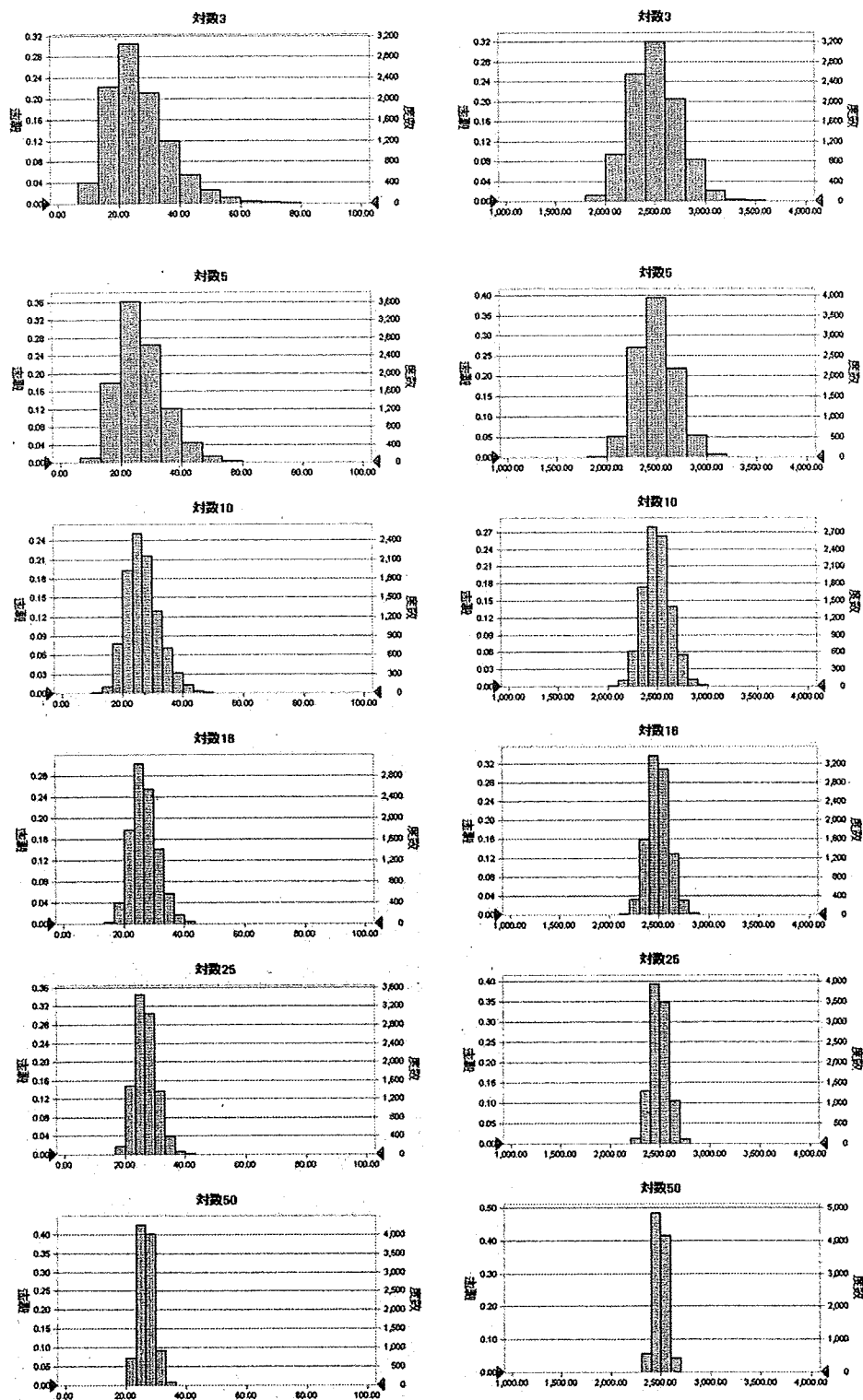


Fig.12 白菜中エトフェンプロックス濃度分布及び大根根中の硝酸塩の濃度分からのサンプル平均値の分布
 サンプル数 上から 3, 5, 10, 16, 25, 50

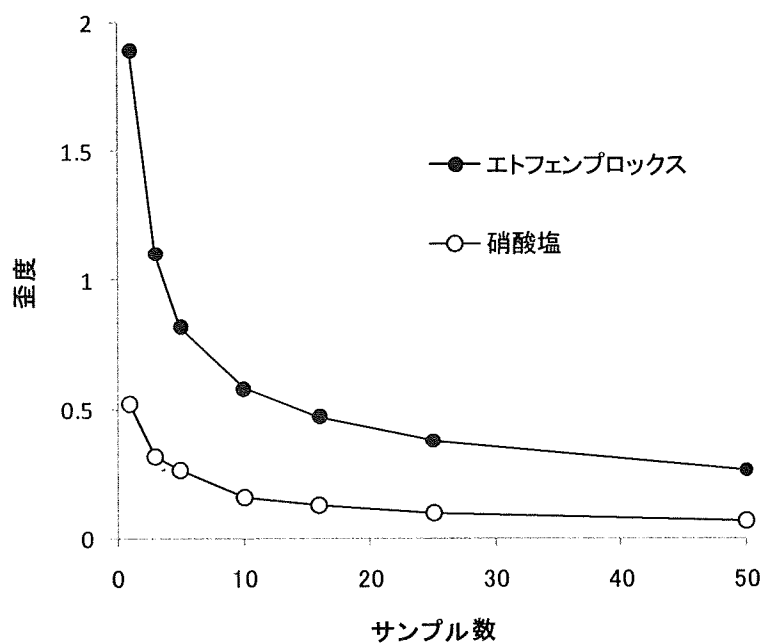


Fig. 13 サンプル数とサンプル平均値分布の歪度

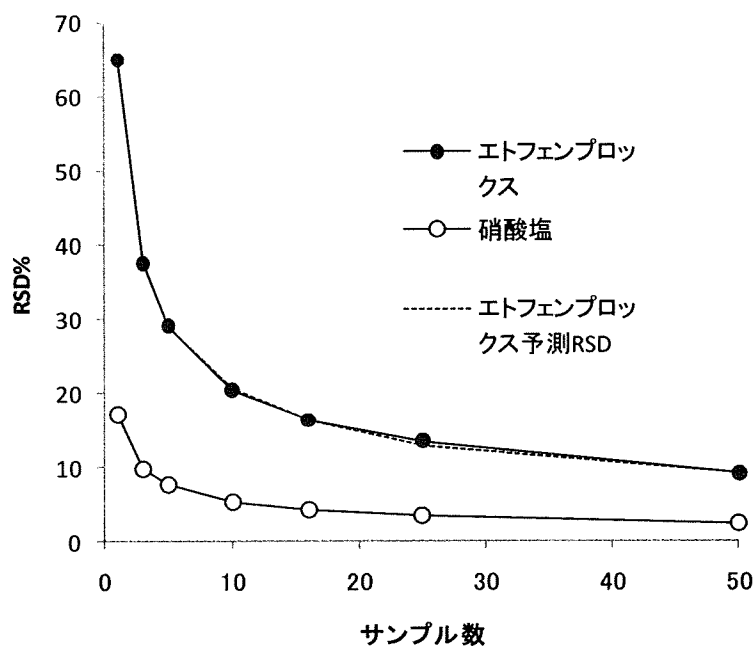


Fig. 14 サンプル数とサンプル平均値分布の相対標準偏差(RSD%)

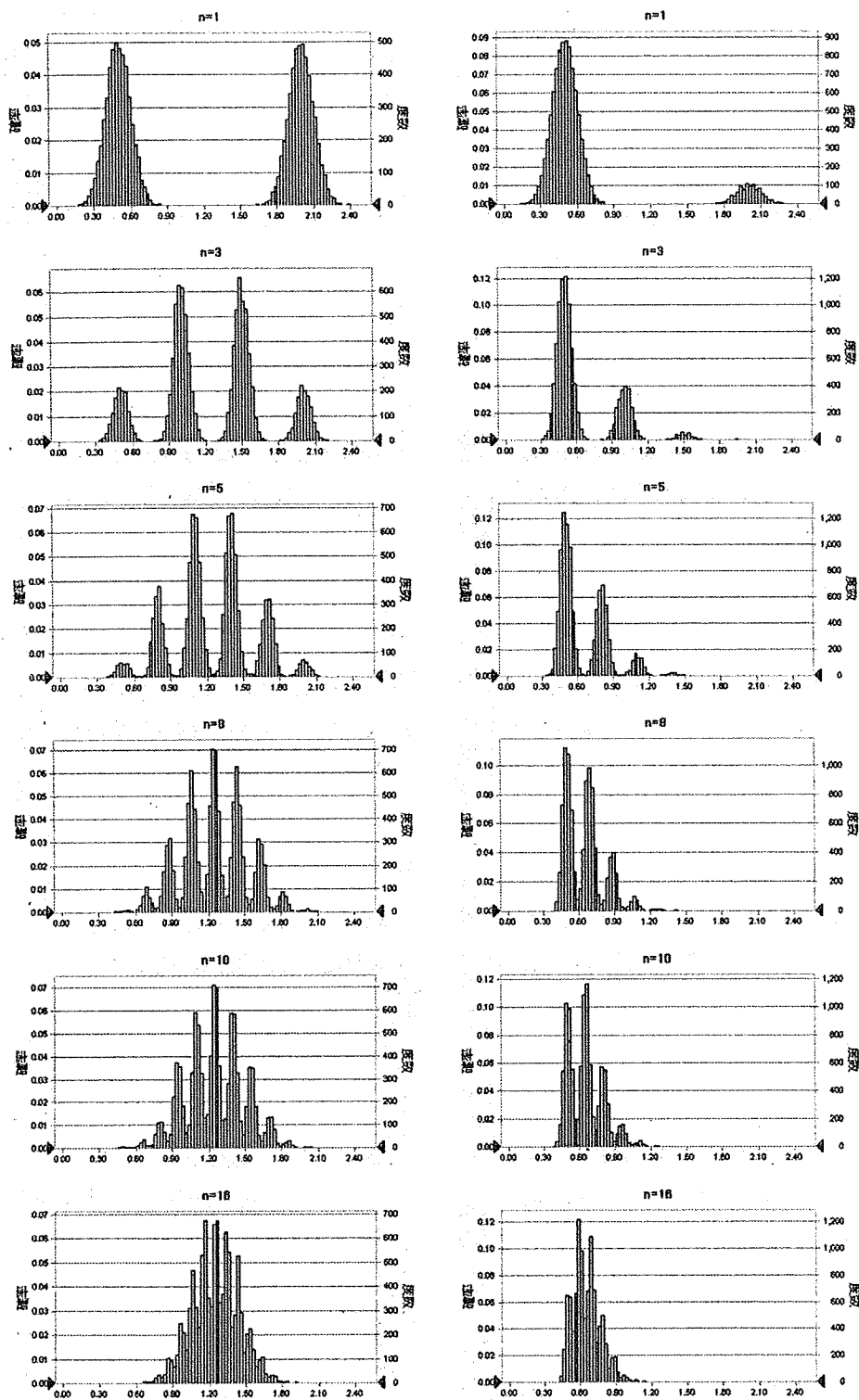


Fig. 15 高濃度側 (平均値=2) の分布の全体に占める割合を50% (左) 及び10% (右) としたときの、サンプル平均値の分布

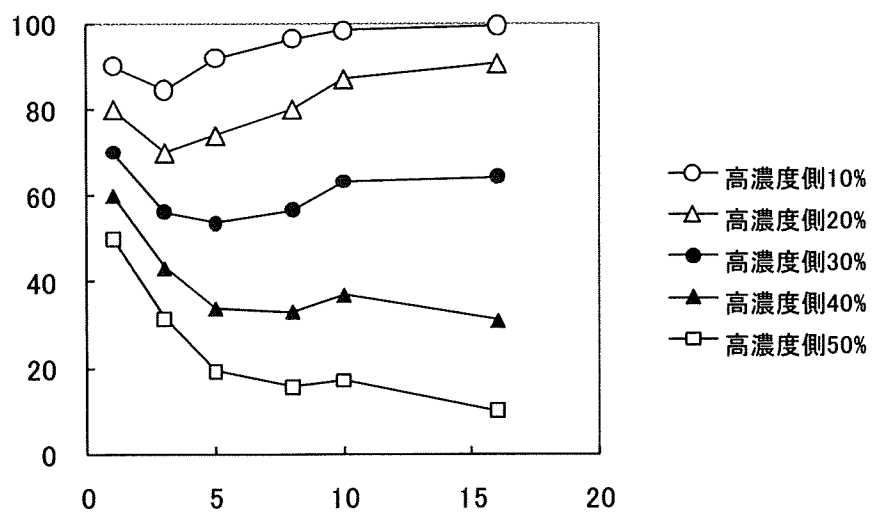


Fig.16 サンプル平均値による合格判定結果

Table 1 各農薬濃度分布に適合した分布

ピリダリル	ガンマ分布	位置=12.650,尺度=71.681,形状=0.45062
	指数分布	比率=0.021
	パレート分布	位置=12.016,形状=1.02074
	対数正規分布	平均=46.532,標準偏差=49.109
クロルフェナピル	ベータ分布	最小値=7.633,最大値=21.757, $\alpha=0.59969$, $\beta=1.11193$
	ワイブル分布	位置=7.169,尺度=5.852,形状=1.29104
	対数正規	平均=12.617,標準偏差=4.267
	ガンマ分布	位置=7.789,尺度=6.615,形状=0.72449
インドキサカルブ	ガンマ分布	位置=-52.035,尺度=3.117,形状=27.08896
	最大極値分布	最頻値=24.531,尺度=14.669
	ロジスティック分布	平均=31.894,尺度=9.442
	Student t分布	中点=31.244,尺度=9.625,自由度=1.05165
エトフェンプロックス	ワイブル分布	位置=7.419,尺度=19.894,形状=1.06694
	ガンマ分布	位置=8.751,尺度=20.738,形状=0.87115
	対数正規分布	平均=26.919,標準偏差=17.997
	最大極値分布	最頻値=19.481,尺度=11.316

Table 2 各作物中の硝酸塩濃度分布に適合した分布

大根の葉	対数正規分布	平均=4,617.21,標準偏差=846.23
	ベータ分布	最小値=2,922.24,最大値=7,447.40, $\alpha=2.34039$, $\beta=3.92621$
	ガンマ分布	位置=1,968.80,尺度=256.95,形状=10.2876
	ワイブル分布	位置=2,286.49,尺度=2,603.48,形状=3.0265
大根の根	ワイブル分布	位置=1,029.84,尺度=1,613.55,形状=3.95571
	Student t分布	中点=2,468.00,尺度=438.79,自由度=29.99927
	対数正規分布	平均=2,494.21,標準偏差=426.81
	正規分布	平均=2,491.44,標準偏差=414.19
ホウレンソウ	ワイブル分布	位置=617.56,尺度=681.63,形状=2.04274
	ベータ分布	最小値=671.68,最大値=2,361.53, $\alpha=1.94214$, $\beta=4.0276$
	対数正規分布	平均=1,223.96,標準偏差=314.05
	最大極値分布	最頻値=1,078.87,尺度=250.92
白菜	対数正規分布	平均=1,753.75,標準偏差=250.34
	ワイブル分布	位置=1,165.89,尺度=661.32,形状=2.50569
	Student t分布	中点=1,743.00,尺度=188.07,自由度=2.14974
	ベータ分布	最小値=1,228.51,最大値=2,704.40, $\alpha=2.65462$, $\beta=4.81978$
キャベツ	ベータ分布	最小値=615.13,最大値=1,669.56, $\alpha=2.18569$, $\beta=1.36783$
	ワイブル分布	位置=-45.83,尺度=1,409.72,形状=6.1424
	三角分布	最小値=557.22,最尤値=1,615.00,最大値=1,640.06
	正規分布	平均=1,263.69,標準偏差=248.32

Table 3 不均一分布からのサンプル平均値分布の統計量

高濃度分布の 存在率(%)	サンプル数	平均値	SD	5%tile	10%tile	90%tile	95%tile
10	1	0.65	0.46	0.34	0.38	0.85	2.00
	3	0.65	0.27	0.41	0.44	1.03	1.08
	5	0.65	0.21	0.44	0.46	0.87	1.09
	8	0.65	0.16	0.46	0.47	0.88	0.92
	10	0.65	0.15	0.47	0.48	0.93	0.94
	16	0.65	0.12	0.48	0.50	0.80	0.87
20	1	0.80	0.61	0.35	0.39	2.00	2.06
	3	0.80	0.35	0.42	0.45	1.42	1.51
	5	0.80	0.27	0.45	0.48	1.14	1.36
	8	0.80	0.21	0.48	0.51	1.08	1.19
	10	0.80	0.19	0.50	0.59	1.07	1.12
	16	0.80	0.15	0.57	0.60	1.00	1.07
30	1	0.95	0.69	0.35	0.39	2.04	2.10
	3	0.95	0.40	0.44	0.47	1.52	1.57
	5	0.95	0.31	0.48	0.51	1.40	1.45
	8	0.95	0.25	0.54	0.66	1.27	1.40
	10	0.95	0.22	0.62	0.66	1.25	1.31
	16	0.95	0.17	0.67	0.73	1.17	1.25
40	1	1.10	0.74	0.36	0.40	2.07	2.11
	3	1.10	0.43	0.46	0.49	1.57	1.95
	5	1.10	0.33	0.52	0.74	1.47	1.70
	8	1.10	0.26	0.68	0.75	1.45	1.57
	10	1.10	0.24	0.71	0.79	1.41	1.52
	16	1.10	0.19	0.79	0.86	1.35	1.42
50	1	1.25	0.76	0.37	0.42	2.08	2.13
	3	1.25	0.44	0.48	0.55	1.96	2.02
	5	1.25	0.34	0.75	0.79	1.71	1.75
	8	1.25	0.27	0.83	0.88	1.62	1.66
	10	1.25	0.24	0.87	0.94	1.56	1.67
	16	1.25	0.19	0.94	1.00	1.50	1.56

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並びに手順の
ハーモナイゼーションに関する研究

研究成果に関する刊行物
学会発表

Sampling plans for Japanese food inspection

Y. TSUKAKOSHI (1), T. Watanabe (2)

(1) National Agriculture and Food Research Organization, Tsukuba, JAPAN;

(2) National Institute of Health Sciences, Tokyo, JAPAN

Sampling plans for Japanese food inspection is studied, especially ones for cereal foods. In this poster, we summarize wide range of sampling plans. For rice inspection for grading by quality, each rice package with 30 kg seeds is inspected and sample is obtained there. Approximately, 25 g of rice grain is sampled at one motion of the sampler. It contains approximately from 1100 to 1200 rice seeds. In the sample, if the number of defect rice is 1 the rice in the package is graded as first. If the number of colored grain is 3, the grade is 2. If the number of colored grain is 7, grade is 3. Other characteristics will be also studied by the number of fault grains in the sample. For inspection for grain variety required to label the variety of rice, DNA analysis are used as secondary information. And quantities analysis was carried out by one grain method for 25 grains. Alternatively, 2, 48, 50 grains may be inspected. For qualitative analysis, 5~25 is set as limit of detection and studied for variety and blending. The ministry of agriculture, fishery and forest of Japan also studies several contaminants in rice. For cadmium, packages which contain 30 kg or 60 kg rice seed was studied and samples are randomly selected and the size is the square root of lot is randomly selected. In the General Guideline on Sampling ~28CAC/GL 50~29, such sample size does not improve precision but they are meaningful because greater sample is inspected more accurately. Thus selecting sampling plan may have to consider total exposure to the chemical or risk based approach may also be useful in the future. Those sampling plans are discussed for their statistical characteristics and validity by drawing OC curves and comparing them to other sampling plans using in foreign and international organization. We also compare the sampling plans to JAS grading system and the result of total diet study samples.

Food sampling plans to insure safety

Y. TSUKAKOSHI (1), T. Watanabe (2), R. Matsuda

(1) National Agriculture and Food Research Organization, Tsukuba, JAPAN;

(2) National Institute of Health Sciences, Tokyo, JAPAN

Food sampling plan is one of the key to insure quality inspection. Foods are accepted if a randomly selected n samples satisfies a certain criteria. Acceptance number and rejection number is often prescribed. In this paper, we discuss the operating characteristics curve (OC curve) for Japan Agricultural Standard and sampling plan submitted to Codex. Those plans use different acceptance number and rejection number by the size of lot. We found that stricter plans are used for lots with large samples. While liquid sample require less sample size for representative value of a lot, it is often the case that more samples are required for solid foods. Currently many sampling plans has been applied to control risks from food. In this study project, we are try to update the sampling plans used to control in other countries and harmonize the sampling plans.

Estimation of uncertainty arising from sampling in the case of residual levels of pesticides in fresh vegetables

Takahiro Watanabe¹, Satoshi Takatsuki¹, Yoshiki Tsukakoshi², Rieko Matsuda¹

(1) National Institute of Health Sciences, Tokyo, JAPAN

(2) National Agriculture and Food Research Organization, Tsukuba, JAPAN;

The variation of the analytical results sometimes makes the decision ambiguous and for the appropriate decision the reliability of the analytical results should be evaluated. One of the global measures of the reliability is the measurement uncertainty. Measurement uncertainty may derive from a number of procedures in both process of analysis and sampling. The distribution of analyte concentration in the lot mainly affects sampling uncertainty. In this study, we examined the distribution of pesticides concentration in a cultivated vegetables field and estimated the analytical and sampling uncertainty. Following are the defined sampling plan, 8 samples of fresh vegetables were taken from the field and the concentration of pesticides in each sample was measured twice. The data set, which consists of 16 data obtained by performing the procedure, was analyzed with one-way ANOVA to estimate the repeatability of the analysis and standard deviation of the concentration between samples. In addition, we repeated the whole procedures twice. The results of analyses revealed that 1) There was no significant difference in the average of 8 samples between two repeated samplings ; 2) The standard deviation of the concentration among samples was 1.5 to 8 times as large as the repeatability of analysis; 3) The sampling uncertainty was predominant factor of measurement uncertainty.

