

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

平成 20 年度～22 年度 総合研究報告書

研究代表者

国立医薬品食品衛生研究所食品部第三室長

渡邊敬浩

研究分担者

国立医薬品食品衛生研究所食品部部長

松田りえ子

(独)水産大学校教授

花岡研一

(独)農業・食品産業技術総合研究機構

食品総合研究所研究員

塚越芳樹

平成 23 年(2011 年) 5 月

目 次

I. 総合研究報告書

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 1

研究代表者 渡邊 敬浩

サンプリング手順や検査結果に影響を与えうる化学汚染物質の局在に関する調査研究

花岡 研一

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

塚越 芳樹

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

サンプリングに起因する不確かさの推定方法の検討

渡邊 敬浩

不均一分布からのサンプリングのシミュレーションによる最適化
松田りえ子

II. 研究成果の刊行に関する一覧表 103

III. 研究成果の刊行物・別刷 105

総合研究報告書

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

渡邊 敬浩

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

平成 20 年度～22 年度 総合研究報告書

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

研究要旨

国内で実施されている検査の信頼性向上や検査結果の不一致による問題を回避するため、サンプリング計画並びに手順の効率化及びハーモナイゼーションを目的とし、サンプリングに関連する国際動向を踏まえた種々の研究を実施した。

サンプリング手順や検査結果に影響を与えうる化学汚染物質の局在に関する調査研究では、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。

平成 20 年度に実施した、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では、我が国のサンプリング計画並びに手順を国際的な水準に整合させるため、入手可能なサンプリング計画等の文書を国内外から幅広く収集・整理した上で種々の性能について比較検討を行った。平成 20 年度には、生鮮野菜を対象としたコーデックスガイドラインとモニタリング計画で採用されるサンプリング計画の性能比較、平成 21 年度には、JAS 法等国内法に関連するサンプリング計画や米国法に規定されるサンプリング計画の信頼水準の解析、平成 22 年度には、収集済みのサンプリング計画に EC 規則等に係る計画を追加し、ロットサイズとサンプリングサイズとの相関解析を行った。その成果としてまず、サンプリング計画の性能を OC 曲線により比較解析する手法を確立した。またサンプリング計画の信頼水準として AQL が 6.5 に設定される場合が多いこと、及びロットサイズとサンプルサイズにはべき乗型の関数で説明可能な相関が認められることを明らかにした。

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では、指標の運用の前提となることから、平成 21 年度に国内で実施されているサンプリングの現状をアンケートにより調査した。その結果、検査という行為そのものに関する理解の不一致が明らかになったことから、平成 22 年度には、食品衛生法による検査の定義を整理しサンプリングとの関係について考察した。

サンプリングに起因する不確かさの推定方法の検討では、国際的な議論が活発化しているサンプリングの不確かさについて、その推定方法を確立し、効率的なサンプリング計画の策定や実行されたサンプリング計画の性能評価に活用することを目的に、種々の食品と分析対象物との組み合わせについて、サンプリング及び分析を実行し得られた実データに基づく検討を行った。平成 20 年度には生鮮野菜中の各種残留農薬、平成 21 年度には各種生鮮野菜中の亜硝酸塩、平成 22 年度には、食肉加工食品中の食品添加物及び汚染穀類中のデオキシニバレノールを対象とした。それら研究の結果、実測値のばらつきを母分散と仮定することで、サンプリングの不確かさを推定する方法を確立した。また、サンプリングの不確かさの性質は、母分散に大きく依存し変化することを明確に示した。

不均一分布からのサンプリングのシミュレーションによる最適化では、実測値により

特性を明らかにすることが困難な母集団からのサンプリングについて、シミュレーション手法による特性解析手法の確立と、確立した手法を用いたサンプリングの最適化を目的に、平成 20 年度には、対数正規分布型の母集団からのサンプリングのモンテカルロシミュレーション、平成 21 年度には生鮮野菜中の対象化学物質の実測濃度また、仮想する不均一分布を対象としたシミュレーション、平成 22 年度には、デオキシニバレンール濃度の実測値を仮定した非ランダムサンプリングを対象とするシミュレーションを実行した。これら研究の成果として、実測値に基づき特性を明らかにすることが困難な母集団からのサンプリングについて、その不確かさを推定するために拡張したモンテカルロシミュレーションの有効性を示唆した。

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

松田りえ子 国立医薬品食品衛生研究所食品部長

花岡研一 (独)水産大学校教授

塚越芳樹 (独)農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所研究員

研究概要

食品衛生法は、その第 1 条にあるとおり、食品の安全性の確保のために公衆衛生の見地から必要な規制その他の措置を講ずることにより、飲食に起因する衛生上の危害の発生を防止し、もって国民の健康の保護を図ることを目的としている。この目的を達成するための措置の 1 つとして検査は実行される。食品衛生法における検査は、法第 25 条により規定されており、さまざまな食品と対象化学物質等との組み合わせごとに設定される食品成分の規格・基準への適合判定を目的としている。個々の食品の適合判定は、それにかかる労力や費用また、分析が行われること

により当該食品は失われること等により、現実的に不可能である。そのため、検査の対象は、同一の性質を有すると見なすことが可能な一群の食品(ロットやコンサインメント)であり、これは統計学上の母集団である。検査の中で実行される分析の結果には、適合判定の科学的根拠とするに足りるだけの信頼性が要求される。それを保証するのが、分析の性能であり、サンプリングである。サンプリングの信頼性は、検査対象である母集団の特性を正しく反映した試験試料が、合意に基づき調製されることによって保証される。そのような適切な試験試料を調製するためには、統計理論に基づいたサンプリ

ング計画及び、計画を正確に実行するための手順が必要となる。サンプリング計画については、国際標準化機構(ISO)により定められた国際規格や、WHO/FAO 合同食品国際規格計画(CodexX 委員会)が発行するガイドライン(CAC/GL50)など、国際的にハーモナイズされた重要な複数の文書が存在する。しかし、サンプリング計画の性能は、検査の目的に応じて設定されるべきであり、一様に高い必要はない。この観点から、ある検査において採用されているサンプリング計画が、その宣言される目的に鑑みて適切か、つまりは要求される性能を満たしているかを多角的に比較・評価した例は少ない。また、労力や場所及びそこでの食品の物流といった複数の要因によって、実行可能なサンプリングの内容が制限される場合がある。法第 28 条に規定される「収去」はその一例かと思われる。

本研究は、検査の前提にあるサンプリングについて、国際的な動向や実際上の制限も踏まえ、より効率的かつ実行可能な内容としてハーモナイズすることを目的に

・サンプリング手順や検査結果に影響

を与えうる化学汚染物質の局在に関する調査研究(平成 20 年度)

・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(平成 20～22 年度)

・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(平成 21～22 年度)

・サンプリングに起因する不確かさの推定方法の検討(平成 20～22 年度)

・不均一分布からのサンプリングのシミュレーションによる最適化(平成 20～22 年度)

を実施した。

サンプリング手順や検査結果に影響を与えうる化学汚染物質の局在に関する調査研究では、分析対象物質が個体内や集団内において偏在している例として、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、ホルムアルデヒド等に関する文献調査を実施した。その結果、国際的にも、多くの食品と分析対象物質との組み合わせについて、局在あるいは偏在が懸念されていることが示唆された。なお、本研究課題は、同年度に実行した「サンプリングに起因する不確かさの推定方法の検

討」の成果として、実際にサンプリングし分析した結果として分析対象物質の局在あるいは正規分布とならない分布についての情報を収集することが可能であったことから、H20年度に終了した。

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では、厚生労働省がモニタリング計画の一部として実行する検査に併せて示されているサンプリング計画や、コーデックスガイドラインCAC/GL33、CAC/GL50、米国連邦法規集、JAS法、植物防疫法、EU規則等に関連するサンプリング計画について収集・整理の上、種々の角度からその性能について検証し、その性質や国際的に認められる信頼性の水準について明らかにした。なお、平成20年度の研究は渡邊が、平成21～22年度の研究は塚越が実行した。

国内で実施されている検査として、食品衛生法に準じた収去検査が挙げられるが、この検査の実施に係るサンプリング及び、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。平成21～22

年度に実施した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では、収去検査等を前提としたサンプリング計画や手順及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ことを目的とし、アンケート調査による実態の把握及び、明らかになった問題の根本的な原因であった「検査」という行為の法による規定の整理とサンプリングとの関係について考察した。

コーデックス等の場を中心に、サンプリングに起因する不確かさに関連して、その運用も含む議論が高まりを見せている。しかしながら、サンプリングの不確かさの定義は不明確な状態にあり、その性質の解明や推定方法の確立に係る研究は十分に成されていない。そこで平成20～22年度に実施したサンプリングに起因する不確かさの推定方法の検討では、規定の計画に従い、実際に圃場あるいは工場等から、生鮮野菜、食肉加工品、汚染穀類をサンプリングし、それらに含まれる各種農薬、亜硝酸塩、食品添加物、デオキシニバレノール濃度の実測値を得、それら実測値に基づく不確かさの推定方法の確立及び性質の解明について検討した。

推定方法の確立に当たっては、得られた実測値のばらつきから母分散を推定し、それを元に不確かさを推定することを論理基盤とした。さらに、性質解明の一端として、推定されるサンプリングの不確かさに対するサンプルサイズの影響についても検討した。それら研究の成果として、サンプリングの不確かさ推定方法を確立するとともに、推定された不確かさは対象母集団と分析対象化合物との組み合わせにより大きく変化するとともに、その類型化についても示唆が得られた。

平成 20～22 年度に実施した不均一分布からのサンプリングのシミュレーションによる最適化では、想定はされるが実測値に基づく推定が極めて困難な母集団の特性について、シミュレーションの手法を用いて明らかにし、そのような想定のもと実行されるサンプリングの最適化を可能とすることを目的に検討を進めた。その成果として、対数正規型等、通常想定されている正規型ではない分布を持つ母集団からサンプリングした場合の不確かさについて、モンテカルロシミュレーションによる推定方法を確立した。また、ロット中に

複数の分布型が混在する状態(不均一分布)からのサンプリングや、非ランダムサンプリングの実行についても、モンテカルロシミュレーションの拡張と応用の有用性を示した。

サンプリング手順や検査結果に影響を与える化学汚染物質の局在に関する調査研究

A. 研究目的

ある食品が規格基準に適合するかを調べるために、定められた分析法により試験が行われるが、検証された試験法を用いて分析した場合においても、分析結果はある程度のバラツキを示す。バラツキに寄与する要因はいろいろ考えられる。ある食品の集団において、調査する分析対象化合物や特性が集団全体にわたり、ある確率分布にしたがって分布していれば、その集団は、少なくともその化合物ないしは特性に関して均一と考えられる。その場合には、試料採取量及び検体数を規定すれば、バラツキを抑えることができる。

一方、分析対象化合物がある食品の集団において、ロット間、ロット内、個体内で不均一性を示す場合には、サンプリング法が非常に重要な要因になる。食品は動植物由来のものがほとんどであるため、食品中の分析対象化合物はその代謝経路や化合物の特性により食品個体においても偏在していることが多い。また、マイコトキシンのように、集団が不

均一に汚染されている場合もある。

そこで本分担課題においては、分析対象物質が個体内や集団内において偏在している場合として、今後考慮にしておくべき食品と分析対象物質の組み合わせの例について、検討することにした。

B. 研究方法

「サンプリング法」、「不均一」、「局在」、「食品中の個々の対象物質」などをキーワードに、データベースとしてMEDLINE、JDream、Googleを用いて検索した。

C.D. 研究結果及び考察

文献検索の結果、分布が不均一な例として、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、ホルムアルデヒドについての情報が得られた。

・野菜中の残留農薬

残留農薬は農産物中に均一に存在しているわけではない。表面部分と内部では濃度が異なるし、結球するかしないかによっても分布が異なってくる。農薬の分布の仕方は散布方法や散布時期、農薬の種類にもよる

が、噴霧したような場合には、一般に農作物の表面に大部分が残留する。そのため、キャベツやレタス等の結球する葉菜では、結球期後に散布すれば、外側の葉に多く残留し、内側の葉にはあまり残留しない。個体内において不均一に分布している典型的な例である。分析対象部位は、キャベツでは「外側変質葉及びしんを除去したもの個をそれぞれ4等分し、各から1等分を集めたもの」となっている。またレタスでは単に「外側変質葉及びしんを除去したもの」となっている。分析する場合の試料採取法としては、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法において、「果実、野菜及びハーブの場合は、検体約1kgを精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する。」とされている。

このように、たとえば同じレタスでも、結球レタス(単なるレタス、玉レタス)と非結球レタス(リーフレタス)では形状が大きく異なるため、使用する農薬についても違えるべきと考えられる。しかし、2003年3月10日の農薬取締法改正以前は、農薬登録の上では両者は区別されておらず、

リーフレタスで残留農薬基準値を超える農薬がいくつか確認されていた。一方、ほうれんそうの場合は、「赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉を除去したもの」が分析対象部位となっており、実際食する部分と一致している。その部分から、まんべんなく採取する必要がある。

・果実中の残留農薬

果実中の残留農薬は、一般に果皮に多く、果実に少ないと考えられる。そのため、当該果実が果皮を食するものかどうかを考慮して、食品衛生法では分析対象部位が、果実全体、果皮及び種子を除去したもの、可食部などと、具体的に指定されている。一般的には可食部分が分析対象部位とされているが、例外もある。たとえば「なつみかん」においては「果実全体」に残留基準値が設定されている農薬や、「果肉部」と「外果皮」にそれぞれ残留基準値が設定されている農薬がある。また、バナナでは可食部以外も分析対象となっている。国際的に「果柄部を除去したもの」が分析対象部位になっていることによる。

このように、食品衛生法で定められた食品の分析対象部位が一般に食

する部分と異なっていたり、農薬の種類によって異なる場合がある。そのため、摂取量に基づいて安全性評価を実施する際には、分析値が適当な値ではないことがあり、別途、日本人の食生活にあった分析個所のデータが必要となる。ただし、過大評価した場合においても目標を十分に下回っていればそれによしとする場合には、時間と労力をかけて再分析する必要はないであろう。

そのほかに、根や葉から吸収された農薬が果実に移行する場合におこる分布の不均一性についても、考慮が必要かもしれない。

・穀類中のマイコトキシン

マイコトキシンによる穀類の汚染は究極的には粒単位であり、さらに汚染濃度幅が大きいのが特徴である。そのためサンプリング法が分析結果に大きく寄与する例となっている。

生落花生のアフラトキシン検査は、1999年3月11日までは採取した試料の1kgのうちの粒の50gが分析試料であったが、アフラトキシン検査法の変更により、採取した1kgの全量を粉砕し、粉砕した50gを分析試料とすることになった。その結果、大粒種、小粒種を合わせたアフラト

キシシンB1の検出数と検出率は、1994～1998年においては8040検体中69検体(0.9%)から検出され、その内29検体(0.4%)が10ppb以上であり、またアフラトキシシンの検出濃度は4900ppbから0.2ppbであったが、1999～2000年においては、5108検体中355検体(6.9%)から検出され、その内145検体(2.8%)が10ppb以上であり、アフラトキシン検出濃度は760ppbから0.2ppbであったという。このように、サンプリング方法が変更されたことにより検出率が大幅に高くなり、検出濃度幅が狭まった結果が報告されている。アフラトキシン汚染の実態が変わったことも寄与しているかもしれないが、最初に全量を粉砕することにより均一化がはかられ、このような結果になったものと考えられる。

・魚介類中の有害物質

魚介類中における有害物質の局在性については、自然毒と有害化学物質の両者について、多くの報告がされている。自然毒については、特定の臓器(組織)に多いことは当然であろう。有害化学物質については、ダイオキシン等の脂溶性化合物と有害金属について、脂肪組織や内臓部分

への蓄積がよく知られている。規格基準を設定する際に、分析対象部位を明確にしておく必要がある。たとえばカドミウムについては、頭足類や二枚貝などの海洋生物において、汚染とは無関係にカドミウムを体内に蓄積することが知られている。イカ肝臓中には湿重量あたり 100 ppm を超えるカドミウムが含まれること、ホタテガイにおいては中腸腺（通称“ウロ”）と貝柱側面に付着している腎臓にカドミウム等の重金属が蓄積すること、中腸腺に蓄積したカドミウムの大部分は、季節変化や海域差に関係なく、可溶性画分中に存在することなどが報告されている。また、近年、フグのホルマリン処理が問題となったが、この化合物はもともと天然魚介類の一部に存在する。このことは、マダラで初めて明らかにされた。その後、108 種の魚類のうち、5 種に、節足動物 37、棘皮動物 20 及びその他の無脊椎動物 29 種のうち 3 種の内臓に、腹足類 35 種においてはそのすべてに、11 種の二枚貝においては 3 種にホルムアルデヒドの存在を認めた。一方、これまで、魚類における種々の抗菌物質の体内残留性について調べられてきている。

すなわち、ニジマスに対するサルファ剤、アユに対するトリメトプリム・スルファドキシシン合剤、ハマチに対するエリスロマイシンあるいはアンピシリン、ウナギに対するクロラムフェニコール、オキシリン酸、Nifurprazine あるいはクロロテトラサイクリン、カタクチイワシに対するスルファモノメトキシシン、魚類に対するドキシサイクリン、エリスロマイシン、ピロミド酸あるいはスピラノマイシン等を投与あるいは薬浴させた場合の組織内濃度が報告されている。これらでは、可食部としての筋肉の他、肝臓など種々の組織が調べられており、その残留の不均一性は明らかである。

大型魚類の場合にはこの限りではない。たとえば、上記のダイオキシシンや水銀について、マグロ類筋肉における部位別の研究もなされており、ミナミマグロでは筋肉中の水銀分布はその脂質含量に逆相関すると報告されている。この脂質は、魚介類において最も種間変動の大きい成分であるのみならず、同一種でも環境条件、生理的条件や食餌状態その他で変動する。また、同一個体でも、その部位によって大きく変動すること

が報告されている。また、マグロ、カツオ、ブリ、タラ等魚類筋肉の場合、同一個体でも部位により脂質含量が異なる。たとえば、普通筋と血合筋で大きく異なるのをはじめ、普通筋の表層部と深層部、背側と腹側でも脂質含量が大きく異なる。したがって、蓄積性に脂質含量の影響を受ける化学物質の場合、大型魚、たとえばマグロのように部位別に消費されている種の場合には、基準値とサンプリング法に工夫が必要である。しかし、現実には、マグロのような大型魚の筋肉部のすべてから、部位別に目的物質を抽出することは極めて困難である。

・食品中での化学物質の局在を考慮したサンプリング

残留農薬においては食品個体内での不均一、マイコトキシンについては汚染が粒単位であるため、ロット内さらにはロット間で分布が不均一となる。そのため、サンプリング法に関しては国際的にも検討がなされ、コーデックスにおいてピーナッツ中のアフラトキシン分析用のサンプリングプランが決められていた。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

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。

F. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

なし

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

A. 研究目的

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。本研究は、国内で実施される検査に採用され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第一の目的とした。実行されているサンプリング計画の妥当性を検証することにより、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。そこで本研究では、国内で採用されている複数のサンプリング計画及び、コーデックス、米国、欧州等で採用されているサンプリング計画について収集・整理し、

多角的な解析と比較により、それらの性能を検証することを目的に、

平成 20 年度：モニタリング計画中で採用されている農作物を対象としたサンプリング計画と Codex ガイドライン (CAC/GL33)の比較検証

平成 21 年度：JAS 法、植物防疫法また米国連邦法規に関連するサンプリング計画の比較検証

平成 22 年度：ロットサイズとサンプルサイズの相関解析を実施した。

B. 研究方法

モニタリング計画中で採用されている農作物を対象としたサンプリング計画と Codex ガイドライン (CAC/GL33)の比較検証

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。また、性能の比較検証の手法としてモンテカルロシミュレーションの適用を試みた。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ット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。

JAS 法、植物防疫法また米国連邦法規に関連するサンプリング計画の比較検証

農林水産省の農林物資の規格化及び品質表示の適正化に関する法律(JAS 法)について調査を行った。当法律では、食品を所定の検査の結果に基づき格付けし、これを記載することを許可している。この所定の検査においては、食品の表示のためのサンプリング法が定められている。このサンプリング計画は対象食品ごとに異なり、それぞれ別個の通知で定められている。本課題では、それらの計画を概観し、その妥当性を調査した。また、外国で用いられているサンプリング法との比較のため、米国農務省による 7 CFR 51 の検査方法を当該法規において、キーワード検索並びに関係の条文を探し出し、サンプリング法に関する情報を収集した。さらに、動物検疫所、植物検疫所においては、国境を越えて病害虫が侵入・蔓延することを防ぐため、サンプリング検査を行っている。これらは、サンプリングと書類審査、及び生産圃場での検査によって成り立っている。同じように、それらのサンプリング法についても整理した。

サンプリング法の性能は OC 曲線によって表される。抽出個数と合格判定個数が示されている計数規準型サンプリング法について整理する際には、2 項分布で合格確率を計算した。さらに、JAS ではサンプリングがゆるい検査、なみ検査、きつい検査に分けられている。これらについては、ロットの不良率の変化によって当然使い分けられるものではあるが、その特徴の一端を明らかにするために、ある一定のロットの不良率を仮定した場合に、これらの検査がどのような確率で使い分けられるのかについて擬似乱数を用いてシミュレートすることによって算出した。

ロットサイズとサンプルサイズの 相関解析

収集したサンプリング計画について、ロットサイズとサンプルサイズの間関係を明らかにするため、関数近似を行い、そのパラメーターを調べることによって、その相関を明らかにすることを試みた。しかしながら、実際のサンプリング計画はロットサイズとサンプルサイズはなめらかな関数関係で与えられているのではなく、いくつかの区分として与えられ

ることが多い。そこで、関数近似の際には、ロットサイズの各区分の最小及び最大値それぞれにサンプルサイズを当てはめ、そのデータについて関数近似を行うこととした。すなわち、ロットサイズ 1 個以上 10 個未満という区分があった場合には、1 個と 9 個のところに、そのサンプルサイズを当てはめた。

関数系としては、指数近似 $y = a \cdot \exp(b)$ 及び、線形近似 $y = ax + b$ 、累乗近似 $y = ax^b$ の 3 つについて調査を行った。

C.D. 研究結果及び考察

モニタリング計画中で採用されている農作物を対象としたサンプリング計画と Codex ガイドライン (CAC/GL33) の比較検証

・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

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、いくつかのロット(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。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た。

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。

・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た。

・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。モニタリング計画で指示される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、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、一定数を超えたサンプル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(ロットサイズ)の大小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先述のサンプリング計画を見ると、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。

・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、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。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、