

### 実際に検査されるサンプル

N=60  
n=6の場合、  
できあがる  
可能性のある  
サンプルの数は、  
50063860

ロット

一回抜き取り検査  
であれば、  
分析されるのは  
1/50063860の  
サンプル

サンプリング

不適なアイテムを含まない サンプル 50063860個の1つ1つがサンプル。どのサンプルも確しい確率でできあがる。サンプルは約半数しかありません。

### ロットや一次サンプルの解釈を誤ってはいけない

青枠内が一回で送付された貨物 (コンサイメント)

### ロットや一次サンプルの解釈を誤ってはいけない

赤枠内が同じ条件下で生産・製造された食品の一群 (ロット)

### ロットや一次サンプルの解釈を誤ってはいけない

ロットを区別して検査する。(ロットごとにサンプリング、分析、適合判定)  
このコンサイメントを「ロット」と捉えてしまうと、その分布は不均一 (GL50の対象外。統計的な品質管理手法が適用できない。)

ロット1      ロット2      ロット3

### ロットや一次サンプルの解釈を誤ってはいけない

このロットでサンプリングのために識別可能な単位は「箱」、一次サンプルは「箱」  
サンプルサイズは「箱の数」

単位である「箱」の中に、さらに識別可能な単位があり、かつその1単位がサンプリングで規定された重量を満たしている場合には、そのうちどれを採取するかはランダムにすべきでしょう。(この1箱1箱に由来するより小さい単位が一次サンプル。)

ロット1

結果1  
結果2  
結果3

ロットサイズ 12  
サンプルサイズ 3

### コンポジットサンプルの調製とその分析結果

コンポジットサンプルを複数回分析すれば

混合・均質化して1つのコンポジットサンプルを調製

離散量の場合

コンポジットサンプル内で新たに二項分布

例えは袋詰めされた穀粒中の赤米のGMO

Cからは分析結果1しか得られない(AとBからは分析結果1~4が得られる可能性があります。)

連続量の場合

全一次サンプル濃度の平均値となる濃度 (分布はない)

いずれにしてもアイテムとしての不良率は分らなくなります。 Aからは1, Bからは2, Cからは3の分析結果しか得られません。3回の分析から得られる結果は同じになります。(MUを無視すれば)



## 設問6

ロットサイズが6のロットから、サンプルサイズを3としてサンプリングを実行した場合、理論上いくつのサンプルができるでしょうか。

## サンプリング —統計学的品質管理の基礎—

### ロットの品質の水準 その1 ; AQL

CAC GL50による「AQL」の定義

Acceptable Quality Level(AQL):

ある与えられたサンプリング計画にとってのAQLとは、低い確率(通常5%)で不合格となるロットに含まれる不良アイテムの比率である。

AQLは連続ロットに適用される指標であり、ロット中の不良アイテムの比率の最大許容値(もしくは100アイテム中の不良アイテムの数)に相当する。AQLは専門家により定められる品質目標である。

AQLは特別な生産者危険であり、一般には $P_{95}$ とは異なる\*。

\*生産者危険と消費者危険は連動している。消費者危険でのロットの不良率(LQ)を合意できる水準まで下げると、生産者危険で棄却されるロットの不良率(AQL)が極めて小さくなる事があります。またより低い不良率で生産できる食品もあります。そのため、このような説明になっているのではありません。

### ロットの品質の水準 その2 ; LQ

CAC GL50による「LQ」の定義

Limiting Quality (LQ):

ある与えられたサンプリング計画にとってのLQとは、低い確率(通常10%)で受け入れられるあるロットに含まれる不良アイテムの比率である。

LQは孤立ロットと見なされるロットに適用される。LQは、不良アイテムの率がLQであるロットをある特定の比較的低い確率で合格とする、その合格率に対応する品質水準である。(例としては、ロット中の不良アイテムのパーセンテージで表現される。)

LQは特別な消費者危険であり、一般には $P_{10}$ に対応する\*。

\*消費者危険は通常10%( $P_{10}$ )と決められており、この確率で誤って受け入れられるロットの不良アイテムの率が考慮される(考慮されて、サンプルサイズが決定される)。そのため、このような表現になっているのではありません。

### サンプリングによる誤りの確率; 生産者危険

CAC GL50による「生産者危険」の定義

生産者危険:

あるサンプリング計画のOC曲線上、生産者危険は不良アイテムの比率が $P_1$ (一般的に低い)である、あるロットを不合格とする確率に対応する。

言い換えれば、生産者危険とはロットを誤って不合格とする確率である。

一般に生産者危険は $P_{95}$ で表現される。 $P_{95}$ は、95%の確率で合格となるロット中の不良アイテムの比率である。(つまり、不合格となる確率は5%)

### サンプリングによる誤りの確率; 消費者危険

CAC GL50による「消費者危険」の定義

消費者危険:

あるサンプリング計画のOC曲線上、消費者危険は不良アイテムの比率が $P_2$ (一般的に低い)である、あるロットを不合格とする確率に対応する。

言い換えれば、消費者危険とはロットを誤って合格とする確率である。

一般に生産者危険は $P_{10}$ で表現される。 $P_{10}$ は、10%の確率で合格となるロット中の不良アイテムの比率である。(つまり、不合格となる確率は90%)

**サンプリング計画の型**

**計数規準型**

ロットの特性値が定性的(離散量)である場合。  
 ・不良率(P)を保証する。

**計量規準型**

ロットの特性値が定量的(連続量)である場合。  
 ・平均値(μ)を保証する。  
 ・判定基準となる量を超えるアイテムの数(不良率:P)を保証する。



**計数規準型サンプリング計画**

ロット中の不良品(規格に合わないアイテム)の率(ロット不良率)を保証するサンプリング計画。

ロット不良率が $p_0$ 以下なら、なるべく合格させたい(合格率95%)  
 →生産者の視点(生産者危険 5%)  
 ロット不良率が $p_1$ 以上なら、なるべく不合格にしたい(合格率10%)  
 →消費者(購入者)の視点(消費者危険 10%)

ロット中のアイテムは、良品(O)か不良品(X)かのどちらかであり、その特性値が計量値であっても数値として取り扱いけません。  
 ロットの品質は、不良率 $p$ のみで記述されます。  
 従って、数値としての分布の形(正規分布、対数正規分布etc.)の前提もありません。



**計数規準型サンプリング計画**

$p$ : ロット不良率  
 $n$ : サンプルサイズ  
 $c$ : 合格判定個数と定義し

ロットから $n$ 個のアイテムを抜き出し、そのうち不良品が $c$ 個以下なら、そのロットを合格させることを考えると

不良品の数が $0 \sim c$ である確率(合格率) $P_A$ は二項分布に従う。

$$P_A = P[x \leq c] = \sum_{i=0}^c C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$



**計数規準型サンプリング計画**

二項分布の補足

二項分布: 事象Eが起こる確率を $p$ とすると、 $n$ 個の標本のうちの $i$ 個に事象Eが起こる確率 $P$ を記述

$$P_i = P[x \leq c] = \sum_{i=0}^c C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

例えば、あるロットの中に不良品が5%含まれている(これが生起確率 $p$ )  
 そのロットからサンプルを10個とる(これが標本数 $n$ )  
 10個のサンプルのうち2個のサンプルが不良品(これが $i$ 個)

10個のうち、不良品が2個以下である確率は、0個、1個、2個のサンプルが不良である確率の総和となる。



**計数規準型サンプリング計画**

二項分布の補足

命題: ロットの不良率( $p$ )と、1個以上の不良品を発見する確率( $P_A$ )が与えられている。この関係を達成するのに必要な標本数 $n$ を求めよ。

1個以上の不良品を発見する確率は、 $i$ が $1 \sim n$ の時の確率の総和

$$P_A = \sum_{i=0}^c C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

これを解いても $n$ は求められるが、計算が難しい

1個も不良品が発見されない(背反事象)の確率は、 $1 - P_A$ になる。

つまり、 $i=0$ となる確率が $1 - P_A$ となる $n$ を求めれば、命題の解となる。

$i=0$ を代入すると  $C_n^0 p^0 (1-p)^{n-0} = (1-p)^n = 1 - P_A$

$$n \times \log(1-p) = \log(1 - P_A)$$

$$n = \frac{\log(1 - P_A)}{\log(1-p)}$$

	$P_A$	0.9	0.95	0.975	0.99
0.01	230	298	367	453	
0.025	91	118	146	182	
0.05	45	58	72	90	
0.1	22	28	35	44	



**計数規準型サンプリング計画**

計数規準型のサンプリング計画例

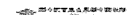
まず、ロットの品質への要求を明確にする。  
 例:  $p_0=4\%$ ,  $p_1=25\%$ となるようにしたい(ロットの品質への要求)

$n=10$ ,  $c=1$ のサンプリング計画を想定し、この計画に従った場合に $p_0=4\%$ のロットが合格する確率を計算してみます。

$$P_A = P[x \leq c] = \sum_{i=0}^c C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

$$= C_{10}^0 \times 0.04^0 \times (1-0.04)^{10} + C_{10}^1 \times 0.04^1 \times (1-0.04)^9$$

$n=10$ ,  $c=1$ のサンプリング計画では、 $p_0=4\%$ のロットの合格率は94.2%となりました。つまりこのサンプリング計画では、不良率が $p_0$ であるときの合格率(95%)を達成できません。



計数規準型サンプリング計画

計数規準型のサンプリング計画例

同様に、 $n=10, c=1$ のサンプリング計画に従った場合に  $p_1=25\%$ のロットが合格する確率を計算してみます。

$$P_d = P[x \leq c] = \sum_{i=0}^c C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

$$= C_{10}^0 \times 0.25^0 \times (1-0.25)^{10} + C_{10}^1 \times 0.25^1 \times (1-0.25)^9$$

$n=10, c=1$ のサンプリング計画では、 $p_1=25\%$ のロットの合格率は24.4%となりました。つまりこのサンプリング計画では、不良率が  $p_1$ であるときの合格率(10%)を達成できません。

計数規準型サンプリング計画

計数規準型のサンプリング計画例

$n=10, c=0$ とすると、 $p_1=4\%$ のロットの合格率は66.5%、 $p_1=25\%$ のロットの合格率は5.6%となります。  
このサンプリング計画の性能だと、なるべく不合格にしたい(合格率10%)ロットを合格させないことは可能ですが、合格させたいロットも合格できないことになります。

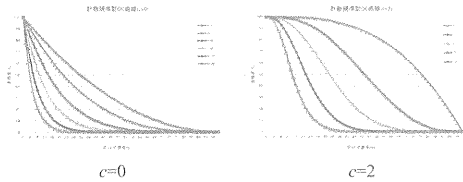
$n=20, c=1$ とすると、 $p_1=4\%$ のロットの合格率は81.0%、 $p_1=25\%$ のロットの合格率は2.4%となります。  
このサンプリング計画の性能も上記同様です。

$n=20, c=2$ とすると、 $p_1=4\%$ のロットの合格率は95.6%、 $p_1=25\%$ のロットの合格率は0.1%となり、ロットへの品質要求を保證するのに適切な性能のサンプリング計画となります。

計数規準型サンプリング計画

計数規準型サンプリング計画のOC曲線

あるサンプリング計画で、ロット不良率 $p$ を変化させて合格率 $P_d$ を計算しプロットしたものがOC曲線です。



計数規準型サンプリング計画

計数規準型サンプリング計画のOC曲線

ちなみに、計算結果をそのまま示すようになります。

ロット不良率 p	n=2	n=3	n=5	n=8	n=13	n=20
0.05	100	100	100	100	100	100
1.25	97.5	96.5	93.8	90.4	84.9	77.8
2.5	95.1	93.7	88.1	81.7	72.0	60.3
3.75	92.6	89.2	82.6	73.7	60.8	46.6
5	90.3	85.1	77.4	66.3	51.3	35.4
6.25	88.0	82.4	72.4	59.7	43.8	27.3
7.5	85.6	79.1	67.7	53.6	38.5	21.0
8.75	83.3	76.0	63.3	48.1	34.4	16.0
10	81.0	72.9	59.0	43.0	30.4	12.2
11.25	78.8	69.8	55.1	38.4	27.2	9.2
12.5	76.6	67.0	51.3	34.4	24.6	6.9
13.75	74.4	64.2	47.7	30.6	21.6	5.2
15	72.3	61.4	44.4	27.2	19.1	3.9
16.25	70.1	58.7	41.3	24.2	16.9	2.9
17.5	68.1	56.2	38.3	21.5	14.9	2.1
18.75	66.0	53.6	35.4	19.0	13.1	1.6
20	64.0	51.2	32.8	16.6	11.5	1.2

ただし、ロット不良率は20%まで  $c=0$ の計算結果

計数規準型サンプリング計画

OC曲線は

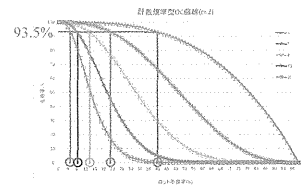
- $n$  を大きくすると左(不良率の小さい側)に移動し、傾きが急になる。  
→サンプリング計画の性能が良くなります。
- $c$  を大きくすると右(不良率の大きい側)に移動し、傾きは緩くなる。  
→サンプリング計画の性能が悪くなります。

ロットサイズが小さい場合は、式1が成り立ちません。  
GL50のTable 10はロットサイズとAQL( $p_1$ )に対応した  $n$  と  $c$  を示しています。サンプリング計画の厳しさ(ゆるい、なみ、きつい)は、 $p_1$ の大きさに対応します。  
きついサンプリング計画では、 $p_1$ に小さな値を想定しており、不良率の高いロットは合格できません。

計数規準型サンプリング計画

OC曲線の読み方 ( $c=2$ の場合)

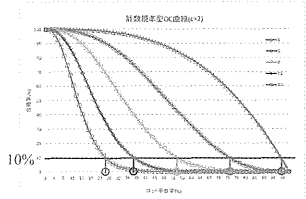
AQL(6.5%)でのサンプルサイズと不良率の関係



計数規準型サンプリング計画

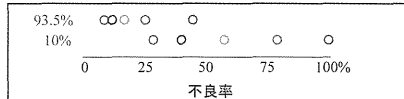
OC曲線の読み方(c=2の場合)

LQ (10%)でのサンプルサイズと不良率の関係



計数規準型サンプリング計画

ロット不良率の比較 (AQL vs LQ) OC曲線の読み方



不連続ロットの場合には、LQが指標になります。しかし、ロットの品質の高さ(不良率が低いこと)をLQを指標に保証するためには、相当に大きなサンプルサイズが必要になります。

ある国から輸出されるある食品といった区分において、該当するロットは連続ロットとみなせるほど品質が高く安定していることを、検査とは別の方法で保証しておき、AQL指標のサンプリング計画を採用するというのが現実的ではないかと考えます。

計量規準型サンプリング計画

ロット平均もしくはロットの不良率を保証するサンプリング計画。

合格させたいロットと、合格させたくないロットの2つのロットの分布を考察する点に特徴があります。

計量規準型サンプリング計画は、この2つのロットを意図する確率で区別するための指標値とサンプルサイズを決めています。

計量規準型サンプリング計画

標準偏差が既知の計量規準型サンプリング計画

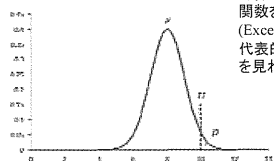
$\mu$  : ロット平均  
 $\sigma$  : ロットSD  
 $U$  : 規格値  
 $k$  : 合否判定係数と定義し

サンプル平均が  $U - k\sigma$  以下となった場合を合格とする。サンプル平均を  $U$  (規格値) と比較し、判定しているのではないことに、注意が必要です。

計量規準型サンプリング計画

計量型のサンプリング計画の前提

ロット内のアイテムの値が正規分布しているなら  $U$  と  $\sigma$  が決まれば、ロット平均  $\mu$  と不良率  $p$  は一対一の関係となる。



計算には、正規分布の確率密度関数を使います。(Excelならば[NORMDIST]) 代表的な値ならば、正規分布表を見れば分かります。

$$\frac{U - \mu}{\sigma} = 1.645$$

ならば、 $p = 0.05$

計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画の例(不良率の保証)

まず、ロットの品質への要求を明確にする。例:  $\sigma=1$ 、 $U=10$  のとき、 $p_0=4\%$ 、 $p_1=25\%$  となるようにしたい (ロットの品質への要求)

$p_0=4\%$  のロット平均  $\mu$  は 8.25 です。

ロット平均とロットSDだけ考えると、ロット平均が 8.25 以下の場合に合格とすればよいことになります。

しかし、サンプリングで得られるサンプル平均  $m$  は、ロット平均を中心として分布します。

サンプル平均  $m$  の標準偏差は、サンプル数を  $n$  とすれば  $\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$  となります。

計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例  
(不良率の保証)

サンプル平均 $m$ の標準偏差は、サンプル数を $n$ とすれば  $\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$  となります。

$p_0=4\%$ ( $\mu=8.25$ )のロットから抜き取った5個のサンプルのサンプル平均 $m$ の90%信頼区間\*は  $8.25 \pm \frac{1}{\sqrt{5}} \times 1.64$  すなわち、7.52-8.98の範囲となります。

\*片側の $P$ は0.05



計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例  
(不良率の保証)

まず、ロットの品質への要求を明確にする。  
例:  $u=1$ ,  $U=10$ のとき、 $p_0=4\%$ 、 $p_1=25\%$ となるようにしたい  
(ロットの品質への要求)

同様に、 $p_1=25\%$ のロット平均 $\mu$ は9.33です。

$p_1=25\%$ のロットから抜き取った5個のサンプルのサンプル平均 $m$ の90%信頼区間\*は8.60-10.06となります。

\*片側の $P$ は0.05



計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例  
(不良率の保証)

$p_0=4\%$ ( $\mu=8.25$ )のロットから抜き取った5個のサンプル平均の90%信頼区間が7.52-8.98ですから、サンプル平均が8.98以下のロットを合格させれば、 $p_0=4\%$ のロットの合格率は95%\*となります。

一方、 $p_1=25\%$ ( $\mu=9.33$ )のロットから抜き取った5個のサンプル平均の90%信頼区間は8.60-10.06ですから、サンプル平均が8.98以下になる確率は22%あります。

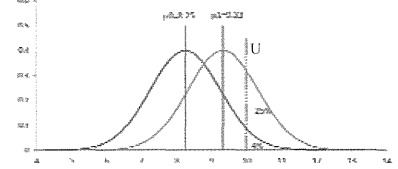
つまりこの計画ですと、 $p_1=25\%$ のロットの合格率が22%になってしまいます。



計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例  
(不良率の保証)

$p_0=4\%$ 、 $p_1=25\%$ をロット品質への要求とすると、それぞれのロット不良率に対応するロット平均 $\mu_0$ 、 $\mu_1$ は8.25と9.33となります。

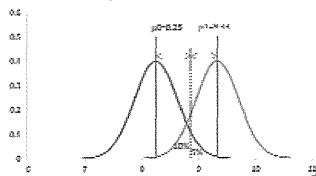


計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例(不良率の保証)

計量規準型のサンプリング計画は、これら二つのロットを区別するための指標値とサンプルサイズを決めています。

具体的には、 $\mu_0=8.25$ のロットからのサンプル平均分布の上側5%と $\mu_1=9.33$ のロットからのサンプル平均分布の下側10%に相当する値が一致するように、 $X_c$ とそれが得られる $n$ を決めます。



計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例(不良率の保証)

$$X_U = \mu_0 + K_{0.05} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (1) \quad X_L = \mu_1 - K_{0.1} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (2)$$

$$(1)-(2)$$

$$\mu_1 - \mu_0 = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} (K_{0.05} + K_{0.1})$$

$$n = \left( \frac{K_{0.05} + K_{0.1}}{\mu_1 - \mu_0} \right)^2 \sigma^2$$

$$K_{0.05} = 1.64 \quad K_{0.1} = 1.28$$

$$n = \left( \frac{1.64 + 1.28}{9.33 - 8.25} \right)^2 = 7.3$$

$$X_U = \mu_0 + \frac{K_{0.05}}{\sqrt{n}} \sigma = \mu_0 + 0.6\sigma = 8.25 + 0.6 = 8.85$$

サンプル数 $n$ を8とし、  
サンプル平均が8.85以下を合格とする。



### 計量規準型サンプリング計画

計量規準型のサンプリング計画例(不良率の保証)

$$X_U = U - K\sigma$$

例に示した計算や統計学的考察をせずに、規格値とロットSDから  $X_U$  が求められるように、GL50のTable 17には  $K$  が示されている。

表17 標準偏差が未知な場合の計量規準型サンプリング計画

ロットサイズ (N)	規格値 (U)	不良率		
		0.1%	1%	5%
5	0.01	2.148	2.174	2.182
	0.05	2.150	2.179	2.183
10	0.01	2.151	2.181	2.187
	0.05	2.152	2.182	2.188
20	0.01	2.153	2.183	2.189
	0.05	2.154	2.184	2.190
50	0.01	2.154	2.184	2.190
	0.05	2.155	2.185	2.191
100	0.01	2.155	2.185	2.191
	0.05	2.156	2.186	2.192
250	0.01	2.156	2.186	2.192
	0.05	2.157	2.187	2.193
500	0.01	2.157	2.187	2.193
	0.05	2.158	2.188	2.194
1000	0.01	2.158	2.188	2.194
	0.05	2.159	2.189	2.195

表中、 $K$ はサンプルサイズ( $n$ )とともに示され、ロットサイズとAQLに対応して変化している。

### 計量規準型サンプリング計画

#### 計量規準型サンプリング計画(平均値の保証)

なるべく合格させたい(合格率95%)ロットの平均値 $\mu_0$ となるべく不合格にしたい(合格率10%)ロットの平均値 $\mu_1$ を決め、後は不良率の場合と同様に決める。

不良率を保証するための計画との違いは、上記 $\mu_0$ と $\mu_1$ が不良率に関連付けられているかどうかだけであり、基本は同じです。

### 計量規準型サンプリング計画

#### 標準偏差が未知の計量規準型サンプリング計画

- $\mu$  : ロット平均
- $s$  : ロットSDの推定値
- $p$  : 不良率
- $U$  : 規格値
- $k$  : 合否判定係数

この計画では、どのように $s$ を推定するかが問題でありまた、 $s$ の分布を考慮する必要があるので、計画策定のための計算は、より複雑になります。

## サンプリング —まとめ—

### サンプリングを突き詰めれば合意

サンプリングの根幹は、

- 1) ロットの品質をどのような水準で保証するか
- 2) 判定の誤りの確率をどのくらいまで許容するか
- 3) 採用した計画・手順からの逸脱のない実行にあります。

サンプリングを輸出入国間で議論する際には、上記1)2)に合意を得ることが主題です。

合意に至るためには、両者が同じ言葉を共有し、お互いに納得できる保証水準、誤りの確率について議論できることが必須です。

統計学的な考察の透明性は、議論に効果的に機能します。(統計学的な裏付けのない主張では議論になりません。)

### 規格値の桁

食品成分規格(規格値)は、合意される品質(規格値を満たす食品を食品として認めること)を決めた明示的な指標です。

規格値に設定する値の桁数は、その桁数に意味があるのかを考えて決めなければなりません。

有効桁数を2桁(例えば0.15)あるいは、1桁(例えば0.2)とした場合で、

→あるシナリオにおける対ADI比が大きく変化するか?

→実態調査データから、違反率が大きく変化するか?

など。

体重を、65.65 kgの桁数で測定することの意味を説明できますか?



### サンプリングの国際的な整合に向けて

- 1) サンプリングの分野で使用される用語を正しく理解する。
- 2) サンプリング統計学の基本を学ぶ。
- 3) 現在の国内サンプリングの内容を正確に把握する。
- 4) GL 50に従ってサンプリングが議論されたときに、どのような計画や手順が合意のための俎上に載せられるか、提示案を想像できるようにする。
- 5) 国内サンプリングの内容と提示案とのギャップを明らかにする。
- 6) 主張すべきサンプリングの計画や手順がある場合には、GL50に即した内容となっていることを慎重に判断しつつ、提示案を準備する。

 国際統計局 国連経済社会部

## 分析の目的と実行 (2) —分析法への要求と分析結果の 品質保証—

国立医薬品食品衛生研究所  
渡邊敬浩

岡サハ 食品技術センター  
National Institute of Health and Nutrition  
1-1-1 Higashi 1-chome, Shinjuku-ku, Tokyo 162-8601, Japan

### 前回のおさらい

分析には、必ず目的があります。  
分析結果には、必ず品質があります。

「分析結果の品質」とは、実際に得た分析結果が、知りたい値に一致している程度といえます。

品質の高い分析結果であれば、知りたい値によりよく一致していますから、判定(判断)を誤る確率は小さくなります。

どのくらいの品質が達成できるか、品質への要求(合意)水準はどのくらいか、またそれにかかる労力・時間・費用がどのくらいかといったことが現実的な問題となります。

国立医薬品食品衛生研究所

### 前回のおさらい

分析の目的に応じて、分析結果の品質への要求水準が異なります。

分析結果の品質は、

- 1) サンプルング法
  - 2) 分析法の性能
  - 3) 試験所の品質保証(QA)への取り組み
- によって決まります。

QAは、その名の通り、品質を決める要素というよりもむしろ、品質を証明し保証するための取り組みです。

### 前回のおさらい

品質の高い分析結果であっても、どのような分析結果であるのか、その品質も含めて明確に把握し、適切に解析しなければ知りたいことを知ることはできません。

適切に解析しなければ、分析結果は単なる数字にすぎません。

解析が不適切だったために、結論を誤ることさえあり得ます。

国立医薬品食品衛生研究所

### 前回のおさらい

#### 食品安全行政のもとで行われる分析の細分化

##### A. 調査

- ・サーベイランス
- ・モニタリング

- ・摂取量推定 (暴露評価)

##### B. 検査

その他の評価や管理に特化して行われる分析もあるでしょう。

国立医薬品食品衛生研究所

### 前回のおさらい

(科学的根拠に基づき)

食品の品質は合意によって決められています。

同様に、ある食品(ロット)が、規格値に適合しているかを判定する行為である検査の内容もまた、合意によって決められます。

検査が行わなければ、規格値設定の実効はありません。規格値設定の際には、検査の実行可能性が大きな要素になります。

規格値と検査(サンプルング、分析、判定基準)は連動して設定される必要があります。

CAC/GL 50 1.2 Target audience of the guidelines

国立医薬品食品衛生研究所

#### 前回のおさらい

食品衛生法に基づく検査の対象は、ロットです。  
対象としたロットの特性値(ロット平均、ロットの不良率)が、規格値等を満たしているかを判定します。

絶対に間違いのない検査はありません。

ここでいう「間違い」とは、適合しているロットを誤って不適合と判定してしまうこと、また適合していないロットを誤って適合と判定してしまうことを意味します。

人為的な誤りとは別に、どんな検査にも判定を誤る確率があります。



#### 前回のおさらい

なぜ、「判定を誤る確率がある」のか？

検査対象のロットから、分析するためのサンプルを採取し、採取したサンプルを分析する以上、必ず、それらの行為(サンプリングと分析)を原因として、分析結果は、知りたい値(ロット特性値)から乖離しばらつきます。

ロット特性値から分析結果が乖離しばらつき以上、判定を誤る確率をなくすことはできません。

判定の誤りの確率をどのくらい許容するか、その水準に合意して初めて、検査は成立します。



#### 前回のおさらい

検査の実施で大事なことは

- 1)判定を誤る確率があることの認識
  - 2)合意された水準の判定を誤る確率のもとで、検査が実施されていることの保証
- です。

合意された水準の判定を誤る確率のもとで検査が実施されていることを保証するためには

- 1)サンプリング計画に従ったサンプリングの確実な実行
- 2)分析結果の品質保証  
(要求される分析結果の品質を達成していることの証明)

が不可欠です。



分析結果の品質  
-そもそも分析とは-

#### 分析とはなんでしょう

単純に言えば、  
「対象の知りたい特性を知るために必要な行為」が分析(analysis)です。

食品分析の場合の対象:食品

食品は、一言に「食品」と言うことができないほど、科学的にも多様です。

- ・生鮮野菜(葉もの、根菜)、穀類、畜乳産品(肉、卵、乳)、水産品
- ・加工食品:発酵、塩蔵、抽出精製物、単一原材料、複合原材料

- ・直接消費されるもの
- ・加工原材料とされるもの



#### 分析とはなんでしょう

単純に言えば、  
「対象の知りたい特性を知るために必要な行為」が分析(analysis)です。

知りたい特性

- 1)分析対象 (analyte)
  - ・狭義では、化学物質(chemical substances)
  - ・広義に捉えれば、カドミウム等重金属を含む元素類、微生物や生体高分子(DNAやタンパク質)等も含まれます。

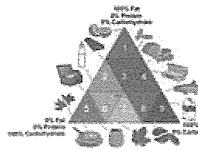
2)分析対象の

- ・有無
- ・含有数
- ・含有量



## 食品分析の多様性

分析の視点からみると、その食品がどのような成分(タンパク質や脂質、炭水化物、また二次代謝物)と量比で構成されているかが重要な要素になります。  
水分含量や、アーキテクチャが要素になる場合もあります。



食品分析は、食品と分析対象の組合せの数だけあるといってもいいほど多様です。

食品分析のための方法(分析法)もまた、食品と分析対象の組合せの数だけあるといってもいいほど多様です。

食品安全委員会

## 分析(法)は多様であっても分析結果の品質が重要な事は同じ

分析(法)は多様であっても、分析の目的が検査である限り、その目的に応じた水準の品質が、分析結果には求められます。

しかし分析分野によっては品質の捉え方が異なり、そのことに起因して品質保証の手段(品質保証への考え方)も異なる様です。  
本来的には同じように品質を捉え、その保証には同じ手法をとるべきところを、分析分野の「文化」が邪魔をしているようなこともあるようです。

この資料では、理化学分析(化学物質を分離・精製・測定するための理化学的手法及び装置を用いて分析する)を取りあげ、以後、説明します。

食品安全委員会

## 分析するためには

分析は、「知りたい特性」を明確にすることから始まります。「知りたい特性」が不明確では、分析することができません。

「分析対象は化学物質Aである」や、「分析対象は化学物質Aとその代謝物A'」であるといったように、分析対象を明確にすることから、分析は始まります。

また、分析対象の  
・有無を判別するのか(定性分析)  
・量を明らかにするのか(定量分析)  
も、分析開始前に決めることになります。

食品安全委員会

## 分析するためには

定量分析の場合には、測定量(measurand)\*を考える事になります。

測定量は概念的な量ですが、真値(true value)\*\*に  
つながり、分析法の性能を評価する上でも大切な量です。

実際の分析によって知ることのできる値(分析値)は、  
測定量の推定値です。

CAC/GL 72 Guidelines on analytical terminologyより

\*Measurand: Quantity intended to be measured

\*\*True value: Quantity value consist with the definition of a quantity

食品安全委員会

## 分析するためには

対象食品から調製された「適切な分析用試料があること」  
が、分析の前提となります。

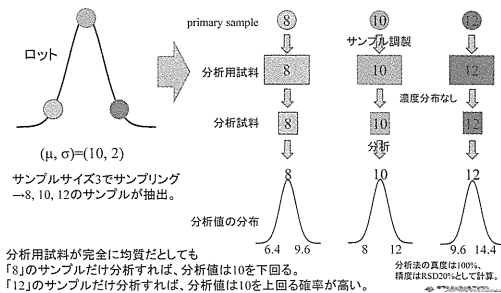
「適切な分析用試料」とは、サンプリングの確実な実行により、ロット等から抜き取られ、代表性を維持したまま十分均質になるよう調製された試料です。

分析用試料が適切でなければ、どんなに精確に分析をしても、意味のない分析結果しか得られません。

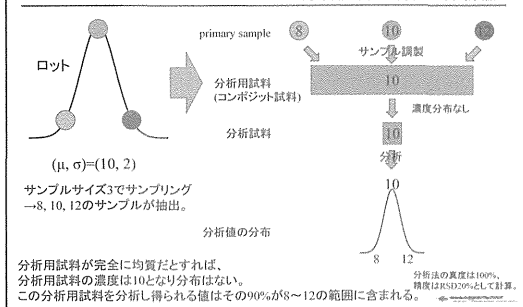
分析においては、分析用試料の特性値(濃度等)が真値となります。

食品安全委員会

## 分析試料の濃度と分析値



### 分析試料の濃度と分析値

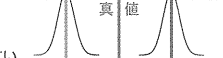


### 分析試料の濃度と分析値～その実際は？～

・Primary sampleの濃度はロットの分布に従っており、ランダムサンプリングではどのprimary sampleも等しい確率で抜き取られる。  
→低(or高)濃度のprimary sampleだけが抜き取られることもあり得ます。

・分析試料が均質であることは分析の前提だが、必ずしも保証はない。  
→分析試料にも濃度の分布があると考えるのが自然でしょう。  
→場合によっては、分析試料の均質性についても根拠となるデータを持つことが必要かも知れません。

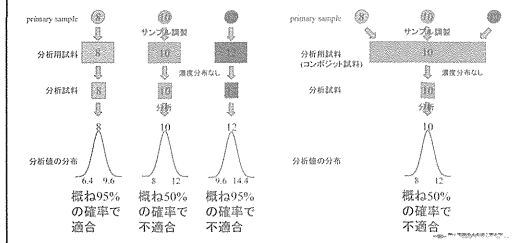
ある分析値の平均値  
真値  
ある分析値の平均値



・濃度が低いほど分析値はばらつきやすい。  
分析法の精度だけでなく、真度も評価しなければならない。  
→評価するだけでなく、真度(あるいは回収率)の利用に関するCodexガイドもあります。

### 分析値に基づく判定～その実際は？～

適合判定の基準(decision criteria)を「10を超えた場合に不適合とする」と決めた場合、



### 分析値(適合判定に使う数値)の桁

現在の測定結果の多くは、コンピューターによって数値化されます。その数値の桁数は非常に大きいですが、ある桁数までしか意味はありません。

解析の過程では、まるめの誤差をさけるために、得られた数値の全ての桁を使うことが有効です。  
しかし解析を完了して得た分析値の桁数は、通常多くても3桁(場合によっては4桁)にまらめず。

→例えば定量下限が0.001の分析法を用いて得られた測定値の、それ以下の桁の値に意味はありません(信用できません)。0.05215123...という測定値が得られても、分析値は0.05にまるめるのが適切です。

### 規格値の桁

食品成分規格(規格値)は、合意される品質(規格値を満たす食品を食品として認めること)を決めた明示的な指標です。

規格値に設定する値の桁数は、

・その桁数に意味があるのかを考えて決めなければなりません。

有効桁数を2桁(例えば0.15)あるいは、1桁(例えば0.2)

とした場合で、

→あるシナリオにおける対ADI比が大きく変化するか？

→実態調査データから、違反率が大きく変化するか？

など。

体重を、65.65 kgの桁数で測定することの意味を説明できますか？

### 規格値の桁

・規格値の桁に相当する桁数で分析値の品質を保証できるのかを考えなければなりません。

例えば、規格値が0.15に設定されていれば分析法には、小数点以下第3位の値が正しいことの保証が求められます。

具体的に言えば、定量下限が0.001であることの証明が必要になります。

意味のない(実効のない)桁数で、規格値を定めることは、不要(不当)に分析法の性能(分析結果の品質)への要求水準を高く設定することを意味し、効果的・効率的な検査にとって、マイナスです。

体重が65.66 kgと65.67 kgであることに意味ある違いがありますか？  
体重を65.660 kgの桁数で測定できる体重計がありますか？

## 分析結果の品質 -そもそも分析法とは-

### 分析法とは

分析に用いる方法が「分析法」です。

理化学分析では、分析法の要素(工程)を、

- 0) 試料の処理 (抽出できるように試料を処理すること)
- 1) 抽出
- 2) 精製
- 3) 誘導体化等 (分析対象を測定できるようにすること)
- 4) 測定と定量

に大きく分けることができるでしょう。

西が野製菓食品衛生研究所

### 分析法とは

分析法が、どのような工程を採用するかは、

- ・食品と分析対象との組合せ

にまず、大きく依存します。

さらに、

- ・分析結果に要求される品質 (分析法の性能)
- ・分析の実行可能性 (機器・試薬、労力、費用、管理等)

を考慮して決めることになります。

西が野製菓食品衛生研究所

### 目的にあった分析法の選択

私たちは、日常生活の中でも目的を考えて、手段(方法)を選択しています。

たとえば、

東京から大阪まで移動する。

ことを目的としましょう。

西が野製菓食品衛生研究所

### 目的にあった分析法の選択

移動手段は、それぞれに特徴を持ちます。

移動手段	乗車人数	コスト(維持費・燃料費)	快適性	時間	定額につけること
自転車	1	低	×	長	×
JR(近郊)電車	40	中	△	中	△
飛行機	250	高	○	短	○
新幹線	1300	高	○	短	○
Fi car		高	○	短	○

「東京から大阪まで移動する。」という目的を達成するのであれば、Fi carを除く4つの手段が選択可能です。

しかし、目的に、

- 要求事項1:「できるだけ安価に」が付随すれば 自転車が、
- 要求事項2:「40人がより安価に」が付随すれば JR(近郊)電車、
- 要求事項3:「1300人が1度に」が付随すれば 新幹線が

選択されます。

西が野製菓食品衛生研究所

### 目的にあった分析法の選択

東京から大阪に移動する手段の選択と基本的には同じで、より目的に合致した分析法を選択することが基本です。

より目的に合致した分析法を選択するためには、第一に目的が明確でなければなりません。

目的が明確になって初めて、分析法がもつ多くの要素を検討し、選択することが可能になります。

分析法を検討する(開発する、選択する)ためには、分析法の詳細を知らなければなりません。

西が野製菓食品衛生研究所

### 目的にあった分析法の選択

目的を「食品中の農薬等を分析する」に置き換えましょう。

分析法(カテゴリ)	対象農薬数	コスト(維持費・消耗品費)	労働安全性	時間	分析結果の品質
真い	数えることに意味が薄い (多いがするほど濃度低)	低	?	短	性能の証明が なければ分からない
GC-FFD法	中 (有機リン系)	中	使用する設備等 による	抽出や 精製等にかか る時間による	
LC-PL法	少 (無生物質)	中			
GC/MS-MS/MS法	多 (イオン化できる物質)	高			

「農薬等」というだけでは分析法は選択できません。  
 ・どのような農薬(分析対象)、化学物質Aとその代謝物Aといったように、測定できる具体的な化学物質として明確に決めなければなりません。  
 ・分析対象と併せて、どのくらいの濃度を分析するかによって、カテゴリー(検出原理)が変わってきます。

### 目的にあった分析法の選択

目的を「食品中の農薬等を分析する」に置き換えましょう。

「食品中の」というだけでは分析法は選択できません。  
 ・食品によって、測定に必要な抽出や精製が異なります。  
 ・抽出や精製に応じて、労働安全性や分析に要する時間は変わります。  
 ・コストは測定機器や抽出・精製の内容によって変わります。

「食品中の農薬等を分析」というだけでは分析法は選択できません。  
 ・「検査のために」と目的が明確になることで、分析結果の品質への要求水準が決まります。  
 要求水準の品質で分析結果が得られるかは、分析法の性能の証明(性能評価結果)から考える事になります。

### 目的にあった分析法の選択

「食品中の農薬等を分析する」では、目的とはいえない。

検査の(規格基準への適合を判定する)ために、白菜(生鮮)のクロロピリホス濃度を分析する。

この分析を、試験所(分析者)に依頼するのであれば  
 ・ISO 17025認定を取得していること。  
 ・内部品質管理を実施していること。  
 ・技能試験に参加していること。  
 ・妥当性確認された分析法を使用すること。  
 といった、具体的な要求事項を示す必要があります。

また、要求を示すだけでなく、要求通りのQAがされていることをデータから確認できる能力が必要です。

### 分析依頼者と分析者

分析を依頼する人間(分析依頼者)は、「判断の正当性の根拠になる適切な品質をもった分析結果を報告可能な試験所」に分析を依頼しなければなりません。  
 分析者に正しく依頼するためには、分析依頼者も分析法の選択をはじめとする、分析結果の品質保証に関する相応の知識を持つ必要があります。

分析者は、分析依頼者の求めに応じて、自らの分析結果の品質を証明し、証明した内容を維持するように、試験所内で品質保証に取り組むことになります。

### 分析依頼者と分析者

分析者だけで品質が保証できるか？

分析結果の品質を保証できるのは、分析結果の生産者である分析者だけ。

品質の要求水準を決められるのは、分析結果の利用者である分析依頼者だけ。

分析依頼者にも分析結果の品質を見極める能力が必要です。この能力に欠けていれば、試験所を選定することも、分析者との間で不可欠な調整をすることもできません。

### 分析依頼者と分析者

分析依頼者が依頼前にしなければならないこと(分析依頼者に必要な能力)

- ・分析結果の品質への要求水準の明確化
- ・要求に見合った品質の分析結果が得られることの確認
- ・確実なサンプリングが実行されることの確認
- ・適切な分析法が採用されていることの確認
- ・品質保証への取り組みが実施されていることの確認(できれば)第三者機関による認定状況の確認

店を選ばずにはいって、「とりあえず、一杯」と注文したら、何をだされても文句は言えません。本当は、評判の良い、衛生管理のしっかりした店に入って、よく冷えた生ビールが飲みたかったのに.....

分析結果の品質  
-品質保証に関するガイドライン等-

分析結果の品質保証に関するガイドライン等1

JIS Q17025 「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」  
ISO/IEC 17025:2005

大きく、「管理上の要求事項」と「技術的要求事項」に分けられています。  
技術的要求事項の一般として、「多くの要因が、試験所・校正機関によって実施された試験・校正の正確さ及び信頼性を決定する」と明記されており、これらの要因には

- ・人間の要因
- ・施設及び環境条件
- ・試験・校正の方法及び妥当性確認
- ・設備
- ・測定の特長及び再現性
- ・サンプリング
- ・試験・校正品目の取り扱い

が挙げられています。

分析結果の品質保証に関するガイドライン等1

JIS Q17025  
ISO/IEC 17025:2005

5.4.5 方法の妥当性確認

5.4.5.1 妥当性確認とは、意図する特定の用途に対して個々の要求事項が満たされていることを調査によって確認し、客観的な証拠を用意することである。

5.4.5.3 妥当性が確認された方法によって得られる値の範囲及び精確さ(たとえば、結果の不確かさ、検出限界、方法の選択性、直線性、繰り返し性及び/又は再現性の限界、外部影響に対する頑健性又は試料・試験対象のマトリクスからの干渉に対する共相関感度(cross-sensitivity))は、意図する用途に対する評価において顧客のニーズに適すること。

分析結果の品質保証に関するガイドライン等2

CAC/GL27 (1997)

GUIDELINES FOR THE ASSESSMENT OF THE COMPETENCE OF TESTING LABORATORIES INVOLVED IN THE IMPORT AND EXPORT CONTROL OF FOOD

「食品の輸出入管理に関連した試験所の能力を保証するためのガイドライン」として策定されており、その主たる要求事項は、

- 1)ISO/IEC 17025に挙げられる試験所の能力に関する一般的なクライテリアを遵守すること
  - 2)食品分析のための適切な技能試験スキームに参加していること
  - 3)利用できる場合には、Codex委員会が示す原則に基づき妥当性確認された分析法を使用すること
  - 4)内部品質管理を行っていること
- の4点です。

分析結果の品質保証に関するガイドライン等3

業務管理要領

登録検査機関における製品検査の業務管理について  
(平成8年に通知。)

ISO/IEC 17025の前身にあたるISO/IEC Guide25を基本とし、我が国の食品衛生に関わる分析にあうように作成されました。

「食品衛生法に基づく登録検査機関における製品検査の業務管理について細則を定め、製品検査の信頼性を確保すること」が目的とされています。



分析結果の品質保証に関するガイドライン等3

業務管理要領

登録検査機関における製品検査の業務管理について

個々の管理事項が非常に細かく規定されています。また、標準作業書の準備を要求しています。(試験室、機器や機具、試薬等)

細かな規定がされ、それが文書化されていることに安心して、本来の目的(分析結果の品質を保証すること)が見失われがちです。

規定された行為を、(それが目的に合致しているかを考える事なく)ただただ、そこから外れることなく繰り返せば良いといったような、無思考状態に陥りがちです。

金型にはめて大量生産するように、同質の分析結果を得る事はできません。



業務管理要領  
登録検査機関における製品検査の業務管理について

平成8年に通知された後、軽微な改訂はされてきましたが、根本は変わっていません。ISO/IEC 17025は1999年に発行後も2005年に大幅に改訂され、さらに現在も改訂作業が行われると聞いています。

- 業務管理要領はISO/IEC 17025に整合していません。
- 一部項目が欠落。(例えば、測定トレーサビリティ)
- 細かな規定がされることで、規定されていない項目は欠如。
- 構成や使用される用語の不一致。(用語の不一致は誤用につながる)

科学に基づく文書には、定期的な見直しが必要で、CAC/GL 27の要求にあわせるためにも、業務管理要領の改訂作業は早々に着手すべき課題でしょう。



分析結果の品質保証を前提とするガイドライン

CAC/GL 70-2009

GUIDELINES FOR SETTLING DISPUTES OVER ANALYTICAL (TEST) RESULTS

「分析結果に関して輸出入回間で生じた係争解決のためのガイドライン」です。

前提条件の中には、1)CAC/GL27の遵守、2)不確かさの報告、3)サンプリング計画の報告、4)Codex法もしくはCodexが示す性能規準を満たす分析法の使用等が挙げられています。

係争解決のための手順は段階的に記載されており、分析結果の品質に関する検討、不確かさに基づく許容差の設定とそれに基づく評価などが含まれています。



CAC/GL 70-2009  
GUIDELINES FOR SETTLING DISPUTES OVER ANALYTICAL (TEST) RESULTS

分析結果に基づく係争の原因は、必ずしも「同じ分析法を用いていない」ことではありません。

本質的には

- 分析対象の不一致
- 分析結果の品質が不明 (≡分析法の性能が不明)
- 分析結果の品質の不一致 (≡分析法の性能の不一致)
- 科学的根拠となるデータに基づく合理的説明の不足
- 分析結果の品質や判定に関する合意の欠如

にあると思います。



分析(輸出入時検査)の原則を示したガイドライン

CAC/GL83 (2013)

PRINCIPLES FOR THE USE OF SAMPLING AND TESTING IN INTERNATIONAL FOOD TRADE

「食品の国際取引に際し、使用するサンプリングと分析を含む検査の原則」を7つ規定しています。

Section 1 – Introduction Para 1

サンプリングと試験は、その他の手順とともに、取引される食品が特定の規格基準に適合しているかを評価するために用いられる手段である。これらの手順は、あるロットあるいはコンシグメントが誤って受け入れられるあるいは誤って拒否される確率に影響を与える可能性がある。そのため、これらの確率は評価されるべきであり、その結果として、損害や利益を受ける人々(affected parties)にとって許容可能な水準に管理することができる。科学的に妥当で決められた手順がないことは、緊急的な実施につながり、不一致な決定をもたらすとして、係争の機会を増加させることにつながる。



CAC/GL83 (2013)  
PRINCIPLES FOR THE USE OF SAMPLING AND TESTING IN INTERNATIONAL FOOD TRADE

- 原則1) 透明性の確保と取引開始前の合意
- 原則2) 製品の評価手順の要素
- 原則3) 誤った決定の確率
- 原則4) 適切なサンプリング及び試験手順の選択
- 原則5) 分析に起因する測定値の不確かさ
- 原則6) 目的への適合性
- 原則7) 手順の見直し



分析結果の品質  
-分析法の性能評価と妥当性確認-

**分析結果の品質に分析法が与える影響**

分析結果の品質に、分析法が与える影響は支配的です。

どんなに腕の良い狙撃手が、万全の体調で臨んでも使用するライフルがエアガンだったり、照準がずれていたりしたら、獲物は倒せません。

分析結果の品質を保証するためには、妥当性確認された分析法の使用が必須です。

**分析法が「妥当」とはどういうことか**

意図する特定の用途が要求する品質を満たす分析結果を得る能力(性能)をもっているということ。

分析の目的が検査の場合には、許容される誤りの確率を超えない判定を可能にする品質の分析結果を得る性能を持っているということ。

分析法には、「妥当な分析法」と「妥当でない分析法」しかありません。

**どの様にして分析法の妥当性を確認するのか**

分析法の性能には、各種のパラメータがあります。

**分析法を選択するために必要な一般性能特性**

- (a) 国際機関により念入りに作成され、ある食品あるいは一群の食品の分析に使用されている公的な分析法が望ましい。
- (b) 以下から選択された性能特性について、その信頼性が立証されている分析法が優先される。
  - (i) 選択性 (selectivity)
  - (ii) 精密さ (accuracy)
  - (iii) 精度: 試験室内での併行精度、試験室内および試験室間での再現精度 (precision: repeatability intra-laboratory (within laboratory), reproducibility inter-laboratory (within laboratory and between laboratories))
  - (iv) 検出限界 (limit of detection)
  - (v) 感度 (sensitivity)
  - (vi) 通常の試験室条件下での実用性と適用性 (practicability and applicability under normal laboratory conditions)
  - (vii) 必要に応じて選択される可能性のある他の性能特性 (other criteria which may be selected as required)
- (c) 分析法は実用性に基づき選ばなければならない。また、ルーチン分析への適用性のある方法が優先されるべきである。
- (d) 提案された全ての分析法は、それにより管理されるコーデックス規格への直接の関連性を有していなければならない。
- (e) 様々な種類の食品に一律に適用可能な分析法は、個別の食品にのみ適用可能な方法以上に優先されるべきである。

Codex PMから抜粋

**どの様にして分析法の妥当性を確認するのか**

- 1) 分析法の性能に関するデータを得る。
- 2) 得られたデータを適切に解析する。
- 3) 分析法の性能を明らかにする。
- 4) 明らかにした性能を性能規準 (Methods performance criteria) に照らして評価する。
- 5) 評価の結果として、妥当か否かを確認する。

**クライテリアアプローチ**

性能規準: 個々の要求事項であり、それが満たされていることを確認するために必要な指標となる数値。

**性能規準の一例**

検定	For ML = 0.1mg/kg, HorRat値 ≤ 2 For ML < 0.1mg/kg, the RSD <sub>rel</sub> ≤ 25% RSD <sub>rel</sub> ≤ 2 + 4RSD <sub>rel</sub> <sup>a</sup>			
	Concentration	Units	Limit	Recovery <sup>b</sup> (%)
回収率 (%)	100	g	100% (100g/100g)	98-102
	2.10	mg <sup>c</sup>	2.10% (21mg/100g)	98-102
	2.1	mg <sup>c</sup>	2.1% (21mg/100g)	95-105
	20.1	mg <sup>c</sup>	20.1% (201mg/100g)	95-105
	0.01	mg <sup>c</sup>	100mg/kg	98-102
	0.001	mg <sup>c</sup>	10mg/kg	100-110
	0.0001	mg <sup>c</sup>	1mg/kg	100-110
	0.00001	mg <sup>c</sup>	0.1mg/kg	100-110
	0.000001	mg <sup>c</sup>	0.01mg/kg	100-115
	0.0000001	mg <sup>c</sup>	0.001mg/kg	100-120
真実	特定の分析分野では、想定される回収率の範囲として他のガイドラインを適用することができる。回収率がパフォーマンスの関数として示されている場合には、他に決められた要求事項が適用されるべきである。			

Codex PMから抜粋  
Guidelines for establishing numeric values for the criteria

**誰が性能規準や性能の評価法を決めるのか**

分析の目的(分析結果の用途、分析結果の品質への要求水準)、分析機器の整備状況、コスト、共同試験の実現可能性等を鑑み、当局といった基準の設定者あるいは、分析依頼者が基本的には設定します。

性能規準値は、まさに分析法の基準値。

どのような分析法を採用できるか(開発・運用すべきか)は、この性能規準値によって決まってしまう。

### Codexによる分析法の承認(Codex法の承認)

農薬等、食品添加物、微生物以外を対象とする分析法は、CCMASIにおける審議を経て、Codex法として承認される。

・定差分析法(Type I)

その方法であることで唯一到達しうる値を決定する方法。また、ある値を得るために唯一用いることのできる方法。この定義に従い、測定される対象での許容される値の設定について唯一機能する方法。

・参照法(Type II)

Type I法が適用できない場合に、一つの参照法として指定される方法。Type IIIの分析法の中から選ばれる。係争の際あるいは、校正の目的において使用することが推奨される。

・代替法(Type III)

CCMASIによって要求される性能規準(クライテリア)を満たした分析法。管理、検査、行政の用途に使用される。

・暫定法(Type IV)

慣例的に使用されてきた方法。あるいは、最近導入された方法で、CCMASIによるクライテリアが決定されていない方法。

### Codex法の提案

国際規格にしたい食品規格を提案することと、Codex法を提案することは基本的にセットです。

Codex法の提案自体が国際貢献であり、Codexにおけるプレゼンスを増加させます。  
分析法を自ら開発する余裕のない国にとっては、大きな助けになるでしょう。

Codex法として提案するためには、提案しようとする分析法の性能が、試験室間共同試験によって評価され、妥当性が確認されていない限りはなりません。

### Codex法の提案

Codex法として提案するためには、提案しようとする分析法の性能が、試験室間共同試験によって評価され、妥当性が確認されていない限りはなりません。

試験室間共同試験は、一定の能力を有する試験室による「分析法性能の値付け」あるいは「分析法の格付け」のようなものです。

分析法が格付けされることで、Codex加盟国は、初めてその方法を選択することができます。

一定の能力を有する試験室がCodex法を用いて得る分析結果の品質は、試験室共同試験により評価された性能から容易に予測できます。

### 分析法の妥当性確認に関するCodexガイドライン

**CAC/GL 64-1995**  
PROTOCOL FOR THE DESIGN, CONDUCT AND INTERPRETATION OF METHODS PERFORMANCE STUDIES

試験室間共同試験の計画・運営・得られたデータの解析等に関するガイドライン。試験室間共同試験のハーモナイズドプロトコルでもある。

推定される性能パラメーターとして最も重要なのは室間精度である。

**CAC/GL49-2003**  
HARMONIZED IUPAC GUIDELINES FOR SINGLE-LABORATORY VALIDATION OF METHODS OF ANALYSIS

Codex法としての承認には、GL64に準拠した試験室間共同試験の実施を通じ、分析法の妥当性が確認されていることが前提となる。

しかし、迅速性やコスト、また全ての分析法の性能を試験室間共同試験により評価することの現実性の観点から、本ガイドラインは策定された。

### 我が国の妥当性確認ガイドライン

「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」は、平成19年11月15日付けで医薬食品局食品安全部長通知として発出された(食安発第1115001号)。

平成22年12月24日付け、医薬食品局食品安全部長通知にて改正(食安発1224第1号)。

「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」は、平成20年9月26日付けで医薬食品局食品安全部長通知として発出された(食安発第0926001号)。

「食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性確認ガイドライン」として発出される予定。

### 通知で求めている妥当性確認の意味

Codexが試験室間共同試験結果に基づく妥当性確認を基本とするのに対し、通知では、単一試験室内による妥当性確認を基本としています。

Codex→分析法そのものの妥当性を確認すること目的。  
(加盟国のために、妥当性確認された分析法を示すことが目的)

通知→その分析法を採用する特定の試験室での運用も含めた妥当性を確認することが目的。  
(その他の試験室が運用して妥当性が確認できる根拠は薄い)

### 分析法性能評価のためのデータ解析例

#### 真度の推定

自由度を5(併行精度)及び4(室内精度)とする計画(1例;分析者1名が、1日あたり2併行の分析を、5日間実施)により得られた分析結果(添加濃度は10 ng/kg)

	実施者1				
	day 1	day 2	day 3	day 4	day 5
repeat 1	8.965	9.256	9.576	9.524	11.23
repeat2	9.275	9.854	8.978	9.876	10.25

全ての分析結果の平均値(n=10)の添加濃度に対する比率が真度

$$\text{真度} = 9.678/10 * 100 = 96.8 (\%)$$

### 分析法性能評価のためのデータ解析例

#### 精度の推定 1

### 分析法性能評価のためのデータ解析例

平均値: 9.678

変動要因	変動	自由度	分散	測された分散	P-値	F検定値
グループ間	3.2312424	4	0.8078106	4.2614765	0.071848	5.192168
グループ内	0.847806	5	0.1695612			
合計	4.1790484	9				

$$V_r = \sigma_r^2 \quad V_{RW} = \sigma_r^2 + N\sigma_d^2$$

各試験日の母平均の標準偏差を $\sigma_d$ 、併行標準偏差を $\sigma_r$ とすると  
 $\sigma_r^2 = V_r = 0.18956 \quad \therefore \sigma_r = 0.4354$  (併行精度; RSD%; 4.5)

$$\sigma_d^2 = (V_{RW} - \sigma_r^2) / N = (0.80781 - 0.18956) / 2 = 0.309125 \quad \therefore \sigma_d = 0.5560$$

$$\text{室内精度} = (\sigma_r^2 + \sigma_d^2)^{1/2} = 0.7062 \text{ (RSD\%; 7.3)}$$

### 分析結果の品質 -内部品質管理と技能試験-

- ・内部品質管理で管理する品質とは？
- ・どのような品質での管理が求められているのか
- ・品質に影響を与える要因の把握が重要
- ・時にはより客観的な評価も効果的

### 内部品質管理の目的

ある時点において得られた分析結果が、事前のデータ等から予測された変動の範囲(あるいは分析結果の品質に求められる水準)を超えて変動しているかを確認すること。

適切な水準で統計的管理状態にあることを確認し、その状態を維持し、その状態から逸脱する分析結果が得られた場合には原因を明らかにし、改善できる体制を築くこと。

### 分析結果をどのような品質で管理していくのか

- ・分析法の性能規準は、分析結果の品質への要求です。
- ・妥当と判断できる分析結果の変動範囲は、性能規準値から推定できます。

濃度が0.01 mg/kgに対して、室内精度(RSD)の規準値が20%の場合、室内精度を標準偏差で表すと、0.002 mg/kg。真度が100%であると仮定すると、  
 得られる分析結果の信頼区間は、信頼水準95%で0.006~0.014 mg/kg (0.01 ± 1.96 x 0.002 mg/kg)と推定される。

0.01 mg/kgのサンプルに対し、0.006~0.014 mg/kgの範囲にあれば、その分析結果の品質は妥当と判断はできます。しかし限界(最低)の水準となります。