

## 平成 28 年度厚生労働行政推進調査事業費補助金 食品の安全確保推進研究事業

### 国際食品規格策定プロセスを踏まえた食品衛生規制の国際化戦略に関する研究 研究分担報告書

#### 分析・サンプリング部会における国際規格策定の検討過程に関する研究

研究代表者 豊福肇 国立大学法人 山口大学共同獣医学部  
研究分担者 渡邊敬浩 国立医薬品食品衛生研究所食品部

#### 研究要旨

2016 年 2 月に開催された第 37 回 Codex 分析・サンプリング法部会(CCMAS)において設置が決まった 6 つの電子作業部会(EWG)のうち、取り扱う議題の我が国への影響の大きさと、国際的な議論の進み方を考察するための適正を踏まえて選択した 3 つの EWG について、討議文書等を詳細に解析し、我が国がとるべき対応について検討した。

本研究班の今期 3 年間を通じ、厚生労働省担当職員の食品安全行政に係る国際的な対応能力の向上を目的とした研修のあり方や研修用教材の開発を検討した。本分担課題が対象とする CCMAS への対応能力の養成に必須となる、分析とサンプリングの原理原則を取り扱った教材を元に、とりまとめとなる文書を作成した。

#### 研究協力者 (CCMAS 連絡協議会構成員)

一般社団法人 食品衛生登録検査機関協会	甲斐健一
公益社団法人日本食品衛生協会食品衛生研究所化学試験部	井上 誠
一般財団法人東京顕微鏡院食と環境の科学センター	平井 誠
一般財団法人日本穀物検定協会	森田剛史
一般財団法人日本食品分析センター	杉本敏明
一般財団法人千葉県薬剤師会検査センター	田辺進吉
一般財団法人食品環境検査協会	平川佳則
一般財団法人化学研究評価機構	早川雅人
一般財団法人マイコトキシン検査協会	西岡聖子

## A. 研究目的

分析とサンプリングは、食品の安全性の検証並びに、安全な食品の公正な取引に必須の科学的根拠を得るために、欠くことのできない手段である。具体的には、食品に含まれる有害物質の特定や濃度の調査、食品摂取による曝露量の推定を目的に分析とサンプリングが実行される。その結果を科学的根拠として、必要に応じ、リスク管理の指標となる食品規格値等が設定される。食品規格が設定されれば、取引される食品の適合判定を目的に、分析とサンプリングが実行される。食品の取引では、安全性だけではなく品質も同じく課題となり、合意された品質への適合判定に必要な科学的根拠を得る目的からも分析とサンプリングが実行される。

Codex 分析・サンプリング法部会 (CCMAS)では、Codex の目指す「消費者の健康保護と公正な食品取引」の達成に横断的にまた基礎として関与する、分析とサンプリングに関連する諸課題が議論される。現在も、CCMAS の主務とされる Codex 分析法の承認の他、分析とサンプリングに関連した多数の課題が議論されている。2016年2月に開催された第37回 CCMAS では、下記する6つの電子作業部会(EWG)\*が設置され、2017年5月に開催予定の第38回会合に向け、約1年間にわたり議論が進められた。本研究では、各 EWG が取り扱う議題の我が国への影響の大きさと、国際的な議論の進

み方の考察における適正を踏まえ、3つの EWG を選択し、討議文書等を詳細に解析し、我が国がとるべき対応を検討することを目的とした。また、本研究班では、厚生労働省担当職員の食品安全行政に係る国際的な対応能力の向上を目的とした研修のあり方や研修用教材の開発を検討してきたが、そのうち分析とサンプリングに係る内容について、とりまとめとなる文書の作成を目的とした。

\*第37回 CCMAS において、EWG の設置が決められ検討された6課題を以下に示した。

- ・EWG1「サンプリングの一般ガイドライン(CAC/GL502004、以下 CAC/GL50)の改訂」
- ・EWG2「測定値の不確かさのガイドライン(CAC/GL54-2004、以下 CAC/GL54)の改訂」
- ・EWG3「分析対象となる化学物質が複数あり、それらを成分として総量を求める分析法へのクライテリアアプローチの拡張」
- ・EWG4「化学物質の検出に生物学的要素を用いる分析法の性能規準の設定」
- ・EWG5「適切なサンプリングプランの選択のための実践的事例に関する情報提供文書」
- ・EWG6「分析・サンプリング法規格(Codex STAN 234-1999)における分析法のレビューとアップデート」

## B. 研究方法

第37回 CCMAS において設置が決められた6つのEWGの中から、各EWGが取り扱う議題の我が国への影響の大きさ及び、国際的な議論の進み方を考察する良例であることを踏まえ、EWG1「サンプリングの一般ガイドライン(CAC/GL50)の改訂」、EWG2「測定値の不確かさのガイドライン(CAC/GL54)の改訂」、EWG3「分析対象となる化学物質が複数あり、それらを成分として総量を求める分析法へのクライテリアアプローチの拡張」を検討対象として選定した。討議文書等作成のために各EWG内で回覧された文書及び、回覧文書に関連する情報を適宜収集し、検討に用いた。関連情報の入手には、AOAC、AOCS、NMKL、IUPA、CEURACHEM といった分析に関する国際的な組織が発刊する書籍、分析法集、ガイドライン、インターネット上に公開されているHP等、ISOといった標準化のための組織が発行する規格、Codex手続きマニュアル、Codex委員会が発行する各種規格及びガイドライン、国内の規格やガイドライン、各国政府機関のHPや公開文書、その他学術論文や専門書を用いた。また、CCMAS以外の各部会の情報は、国内に組織されているCodex連絡協議会への出席や傍聴を通じても入手した。なお、CCMASを含むCodex委員会下の各部会が作成する各種文書は、下記URLから入手可能である。

<http://www.codexalimentarius.org/>

厚生労働省担当職員の食品安全行政に係る国際的な対応能力の向上に必要な、分析とサンプリングに関する内容のとりまとめとして、研修用教材としてこれまでに開発したパワーポイント資料から核となるものを抽出し、概論となる文書の作成を試みた。

## C. D. 結果及び考察

### EWG1「サンプリングの一般ガイドライン(CAC/GL50)の改訂」

個別食品部会から、「サンプリングの一般ガイドラインを理解し利用することが難しい」との意見が提出されたことを発端として、本EWGの設置が決められた。ニュージーランドが議長国を務め、以下の3つをTOR(Term Of Reference)とすることも併せて決められた。

#### EWG1のTOR

- ・現在のCAC/GL 50が、宣言する「根拠と目的(Rational and Purpose)」に沿った内容となっているかを検証する。もし必要であれば、改訂されるCAC/GL50の内容に合致するように、「根拠と目的」を更新する。
- ・サンプリングを取り扱うその他Codexガイドラインとの整合をより確かなものにするためにどの様な構造をとるべきかの検討を含む、「根拠と目的」に沿った内容とするための改善点を特定する。
- ・新規作業提案文書を作成する。

CAC/GL50 の 開 発 は 、 第 18 回 CCMAS(1992年)において検討が開始され、第25回CCMAS(2004年)において完了した。開発作業完了と同じ年に開催されたCodex総会において採択され、CAC/GL50はCodexガイドラインとして発効した。また、この開発期間以前の第15回CCMAS(1986年)、第4回CCMAS(1968年)においても、サンプリングの一般ガイドライン開発に関連する議論がされたと記録されている。この開発開始から発効までの期間だけを見ても、本ガイドラインの開発に相当の困難が伴ったことが想像される。さらに、開発のために複数の作業部会が設置されるとともに、統計学の専門家を含むコンサルタントやFAO及びCodex事務局によって、特別作業が実施されたとも記録されている。これらのことも、開発の困難さの裏付けといえるだろう。

CAC/GL50の開発では、よりわかりやすく単純で、利用者にとって使いやすいガイドラインとすることが目指され、全般的な意見を踏まえた適切な構造と用語の使用が検討された。サンプリングは、pragmaticあるいはempiricalといった形容詞で修飾される“経験的な”あるいは、“慣習とされている”サンプリングを除き、統計学の理論に基づく。単純化した説明を試みるならば、「特定の集団におこる事象にある確率を想定し、その集団から抜き取られた標本(サンプル)にはどのように観察されるか」を取り扱うのがサンプ

リングであるといえるだろう。期待あるいは目的という視点から捉え直せば、標本に観察された事象から、その標本を採取した集団における事象を推定するために必要な行為がサンプリングである。

統計学の理論に基づくサンプリングは、数理的に表現することができる。複数の集団の集合や特殊なゆがみを持った分布といった、複雑な状況を想定しなければ、サンプリングを表現するための数理は、二項定理を含むいくつかの数式や関数に集約される。しかし、何が課題(事象)として取り扱われているのかを正確に把握し、いくつかの数式や関数を知らなければ、サンプリングを理解することはできない。サンプリングを理解することができなければ、サンプリングのための計画を策定することができない。CAC/GL50は、各国政府(職員)や食品の取引に携わる人(輸入者並びに輸出者)、食品の生産者また、Codexの個別食品部会(の出席者)によって利用されることを想定して開発された。しかし、これらの想定に含まれるすべての利用者が統計学の知識を有するとは限らない。そのような利用者を想定することが、Codexガイドラインの開発方針として正しいことには疑いの余地がない。しかし、統計学の専門家等が加わった開発においては、食品またその輸出入という取り扱う対象や状況がもつ複雑さもあり、理論の世界の常識を現実の世界の有用な知識と実践に落とし込むことに、相当の困難があっただろうと想像される。開発

後、一度も改訂をされてこなかった現在のCAC/GL50では、複雑な状況を扱わず、単純なケースをモデルとする基礎的なサンプリング理論の説明に焦点が当てられている。説明は簡潔だが、丁寧あるいは親切とは言いがたく、想定する利用者のすべてにとって理解しやすいと考えることは難しい。また具体的なケースの例示がないことは、最低限のサンプリング理論への理解を利用者に要求する。

多様な状況が想定される食品の輸出入に関わるサンプリングの「一般」を取り扱うガイドラインとして、基礎的なサンプリング理論に限定し説明を試みようとした基本方針には共感できる。しかし、このガイドラインに対して、「本ガイドラインを理解し利用することが難しい」という意見が挙げられることは、統計学が日常的に学ばれる学問でないことから、無理からぬこととして理解できる。サンプリングの一般的な利用者には、理論への理解が不要で自ら検討せずとも使える、これを使えばよいとオーソライズされたサンプリング計画あるいは、穴埋め方式のように、自分たちが持っている情報を順に埋めていけば自動でサンプリング計画が策定されるような手順が求められるのだろう。

EWG1には、13加盟国、EU(欧州共同体)、3国際組織から30名が参加した。EWG1での作業は、議長国であるニュージーランドが作成した討議文書案と同時に回覧された質問状に対し、各国が意見を提出す

る方式で進められた。

ニュージーランドが作成した討議文書案には、CAC/GL50発行までの経緯、現在のCAC/GL50のスコープや特徴、CAC/GL50の発効後にCodex法として承認されたサンプリング法、CAC/GL50以外のサンプリングを扱ったCodexガイドラインとCAC/GL50との関係がよく整理されていた。また、個別食品部会から提出された「サンプリングの一般ガイドラインを理解し利用することが難しい」という意見を踏まえ、わかりやすさのためにどのような検討が必要かあるいは可能かが、多くの提案とともに示されていた。提案の多くは(少なくとも提案の内容だけを見れば)、食品の国際貿易上のサンプリングの当事者となる輸出入国のいずれか一方に、偏った利益をもたらす内容ではなく、科学的に感じるべき疑問とそれに対する取り組みが正しく記述されており、高い公平性が感じられた。具体的には、pragmaticなサンプリング法への統計学的な解釈の試み、孤立ロット時に適用されるLQの見直し、サンプリングに起因する不確かさの検討、audit systemをサンプリングプラン策定の考慮材料とすることなどが、提案には含まれていた。いずれもサンプリングに関連する課題であり、これまでにCCMASで議論された別の議題において言及されたことのある内容も含まれている。しかし提案内容はいずれも複雑であり、議論するのであれば個別の課題(議題)として慎重に

取り扱う必要がある。また、CAC/GL50が「サンプリングの一般ガイドライン」であることに立ち戻れば、必ずしも「一般」として取り扱うべき課題ではない。さらに、CAC/GL50のわかりやすさの向上を目指した改訂という本EWGの主旨に立ち戻れば、より特異な状況を取り込むために特殊化した、高度な論理的説明の追加につながりかねないこれらの提案は、明らかに主旨に反している。

議題の性質並びに回覧文書の解析と考察の結果を踏まえ、我が国からは、回覧文書全体に対して以下の意見が提出された。なお、意見中で引用されているinformation document(情報提供文書)とは、Codex内部あるいは国際組織等から現在使用(規定)されているサンプリングに関する情報を収集し、規格やガイドラインといったステータスを与えずに、HP上での公開を目的に今現在、CCMASが準備を進めている文書である。

#### GENERAL COMMENTS

The Guidelines contain the purpose and explanation of sampling and provide sufficient amount of theoretical information readily understandable for statisticians but it is not the case for many of government officials other than statisticians, importers and exporters. Therefore, we do not believe that adding new or specific theoretical information in the current Guidelines would not help those who have difficulty in

understand them but would further confuse them by supplying too much information.

To help Codex members and commodity committees, we propose that a number of concrete and typical examples of sampling plan should be included in the information document being elaborated by the CCMAS, with the clear and easy-to-understand explanation about target analytes/commodities, background/objective and processes/steps of the development of sampling plans.

Explanation for each sampling plan should include:

- Characteristics of the commodity (e.g. Control measure of production, economic value) and analyte (hazard or quality factor);
- Statistical parameters (the rate of defective items, mean, variance of the lot etc.);
- Rationale to select attribute or variable sampling plan;
- Rationale to select AQL or LQ;
- How to set a numerical value for AQL/LQ;
- How to set a sample size for the developed AQL/LQ; and
- Communication needed for agreement between exporter and importer.

Practical examples of sampling plan should be collected from Codex members.

各国からの意見収集後、討議文書は修正され、手続きに従ってCodex事務局から

加盟各国政府に正式回覧された (CX/MAS 17/38/9)。CX/MAS 17/38/9 は Codex HP から入手することができる。

議論すべき点が多様でありEWG内での議論も十分でなく、結論に至らなかったことを理由として、TORの1つであった新規作業提案文書は準備されなかった。

2017年5月に開催される第38回CCMASの議場での議論の結果によって、今後の作業が決まると考えられる。基本的に、ガイドラインの見直しにより、より最近に発行されたCodex文書との整合を図る目的において文書が更新されるべきであるとは考える。また我が国の意見にもあり、具体的事例を用いた丁寧な説明によって、サンプリングへの理解を促すための説明を加える必要はあるだろう (CAC/GL50ではなく、別途作業されているサンプリングの実例集/情報提供文書が説明を加える文書として適当と考える。)。しかし、より特異な状況を取り込むために特殊化した、高度な論理的説明の追加は、先に言及したとおり、サンプリングへの理解を今以上に困難するのではないかと懸念されるほか、各国が実施するサンプリングを大きく制限することにもなりかねない。例えば、十分に実際的な議論がされないままサンプリングに起因する不確かさの推定やその考慮が一般ガイドラインの要素となれば、より多数のサンプルを採取するかあるいは、余程大きな逸脱がない限り規格への適合を判定できなくなる。検査の実効に本質的な影響

を与えるため、今後の議論を注視し、必要な意見を提出しなければならない。

## **EWG2「測定値の不確かさのガイドライン(CAC/GL54-2004、以下 CAC/GL54)の改訂」**

### **-1 EWGのこれまでの経緯**

本EWGが行っている検討には、複雑な経緯があるため振り返り、整理することから始める。

後述するTORとは別に、「不確かさを推定するための手順」の開発は、その発端を2014年に開催された第35回CCMASにさかのぼる。第35回CCMASでは、Codexガイドライン「食品の国際貿易におけるサンプリングと分析の使用原則(CAC/GL83-2010)」に説明文(explanatory note)を追加することを主題とした改訂作業が進行していた。この作業に付随する作業として、サンプリングの実例集の作成と、サブサンプリング、サンプル調製そして分析に起因する不確かさの推定手順の開発を検討することが決められた。この決定のもと、ドイツを議長国、ニュージーランドとオランダを副議長国とするEWGが設置され検討が進められた。その成果として、2015年に開催された第36回CCMASにおいて、本文と説明文を統合することでCAC/GL83の改訂作業は完了した。一方、付随作業として進められたサンプリングの実例集作成と、不確かさの推定手順の開発は完了せず、ドイツを議長国、二

ユージーランドを副議長国として EWG を再設置し、継続検討することになった。この第 36 回 CCMAS の段階で、サンプリングの実例集を情報提供文書とすることは明確にされていた。不確かさの推定手順に関する文書も同様に、情報提供文書とすることが議場合意されたように認識していたが、明確ではなかった。2016 年に開催された第 37 回 CCMAS では、EWG が作成した具体的な不確かさの推定手順をまとめた討議文書が提示された(その元となったEWGでの回覧文書の仮訳を昨年度報告書に示した)。EWG の議長国であるドイツは、討議文書に示された案を CAC/GL54 の付属文書とするもしくは、サンプリングの実例集と同じく情報提供文書とすることを提案した。しかし、Codex 事務局から、codex の手続き上、いずれの提案にそった文書の取り扱いも不適切であることが説明された。これにより、開発を進めてきた不確かさの推定手順を Codex 文書として収載するための方法を改めて検討することになった。

## **-2 EWG の TOR と検討の結果**

上述の経緯をへて検討が続けられてきたが、その成果となる文書の取り扱いが手続き上の観点から白紙となった。第 37 回 CCMAS は、文書の帰着点を模索するためにも、再度ドイツを議長国とする EWG を設置し、以下を TOR として継続検討することを決めた。

### *EWG2 の TOR*

・CAC/GL 54 の改善と修正が必要な箇所の特定

・もし必要ならば、サブサンプリング、サンプル調製そして分析に起因する不確かさを推定するための手順を CAC/GL54 に加えることを勧告する。

・CAC/GL59-2006(残留農薬の分析に起因する不確かさを取り扱ったガイドライン)とのいかなる重複も避ける。

しかし上記がTORであるにもかかわらず、EWGの議長国であるドイツは、現在のCAC/GL54の構成を大きく変え、そこに多数の不確かさ推定の手順を推奨法として追記することを基本とした修正文書をEWGに回覧した。

現在のCAC/GL54は、主に原理原則を取り扱った本文と、本文を補足説明する説明文書(explanatory note)によって構成されている。説明文書の位置づけは、本文に対する付属文書である。このような構成がとられるに至った背景には、これまでのCAC/GL54の改訂作業中に行われた議論と合意がある。CAC/GL54は当初、本文だけで構成されており、2004年に発効した。その後、本文だけから測定の不確かさを理解することが難しいとの意見が他の部会から伝えられたため、説明文を追加する作業が開始され、2010年に改訂版が発効した。この改訂作業においては、説明のための具体的内容(特に、適合判定における不確かさの考慮に関する内容)



が本文に追記されることへの影響が慎重に議論され、本文を修正するのではなく、追加説明文を付属文書とする構成に合意がされた。

現在の構成に至った過去の議論を踏まえれば、本EWGの議長国が「議論を再開すると長い時間がかかる」と説明しているにせよ、議論し、部会として合意を形成しなければならない。開発された不確かさ推定の手順は、ISO規格やEURACHEMガイドからの引用であるため、その内容は国際的にも受け入れていると考えてよい。しかし具体的な数値を扱った計算例といった内容ではなく、あくまである状況下で想定される不確かさ推定のためのモデルを、数式として示しているに過ぎない。サンプリングの議論と同じく、数式を理解するための知識を有する読者・利用者には当然のこととして理解できる。しかし、理解しやすい文書の開発という目的に照らせば、そのような数式だけを示すことの効果は低い。十分な知識を持たない読者・利用者にとってもわかりやすい文書とするためには、分析対象の濃度等の情報の伴った具体的な計算例を含めることが有効と考えられた。

以上の解析と考察を踏まえ、我が国からは以下のコメントが提出されている。

The first item in the TOR of the EWG established by the 37th CCMAS was to identify areas for improvement and

amendments for GL 54. You kindly made many amendments in the draft document and merged the texts and concept in the annex into the main text. We also understand that once the EWG starts discussing areas for improvement and amendments, it will be difficult and take long time to reach agreement. However, we think it necessary to indicate the amendments you made and the reason for these changes.

The main body of the original GL54 consists of 3 sections, introduction, terminology and recommendations, with explanatory notes for further explanation in an annex. In the draft document, the structure is different from that of the original. We propose to request opinions of EWG members on which structure is more user-friendly.

The original GL54 contains theoretical explanations, mostly in the annex. It was expressed at the 36th CCMAS that these theoretical explanations are not sufficient or helpful for estimating measurement uncertainty as they are too complex. In order for the GL to be of use, we strongly recommend to include practical examples of estimation of measurement uncertainty as indicated in REP15/MAS, for different cases: based on analytes, matrices, range of concentrations.

Despite the importance of measurement uncertainty, some laboratories have not been in a position to implement it. We also propose to include at the beginning of the document (if an annex is to be used, at the beginning of the annex) the following texts explaining why measurement uncertainty is necessary for laboratories and users of the analytical results.

It is well established that it is impossible to obtain the “true” value from analysis due to uncertainty associated with analysis. Statistically the true value exists with the range between the analytical value minus expanded measurement uncertainty and the analytical value plus expanded measurement uncertainty. Measurement uncertainty is available only when adequate information on performance characteristics is available for the analytical method.

It should be noted that there are several ways to estimate measurement uncertainty. As each way has pros and cons depending on matrix, analyte, method of analysis and target concentration, it is important to consider which way is the most appropriate. The way to estimate measurement uncertainty should be agreed by both the analytical laboratory and the user of the analytical results.

本作業においては、どの様な内容で修

正されるかもさることながら、文書の構造が大きく変更される可能性や仮に変更された場合の影響についても、十分注視するとともに、必要に応じて意見を提出すべきである。また、既存とはいえガイドラインの大きな修正につながる作業が予想されるため、手続き上は、部会が新規作業とすることに合意したのち、step procedureに沿った討議が必要と考えられる。そのため、適正な手続きに沿って尚早でない十分な討議がされることにも注意し、意見を提出する必要がある。

#### **分析対象となる化学物質が複数あり、それらを成分として総量を求める分析法へのクライテリアアプローチの拡張」**

本議題は、第34回CCMASで議論の開始が決定されており、toxic analogue(類似の毒性をもち構造に共通する部分を持つが別の化学物質)を対象とした理化学分析法の性能規準に関する議論を発端としている。Toxic analogueに限らず、もちろんそうすることの蓋然性があるものの、複数の化学物質を定量し、その総和となる値を規制に用いている場合がある。例えば、毒性の強さが異なるとともに食品を汚染する程度も変動することが示唆されているB1、B2、G1、G2の4つの化学物質の総量が(総)アフラトキシン量として規制に用いられている。ダイオキシン類の様に、明らかに毒性が異なる多数の化学物質の一群を規制対象とする場合に、そ

それぞれの化学物質の毒性を考慮し、総量を求めるために毒性等価係数(TEQ:Toxic Equivalent Factor)が用いられる場合もある。このような、「分析対象となる化学物質が複数あり、それらを成分として総量を求める分析法」へのクライテリアアプローチへの適用が本EWGでは検討された。これまでに、現在のCodex手続きマニュアルに収載されている性能規準の策定に関するガイドラインが、分析対象が単一の分析法を想定したものであり、複数成分の総量を求める分析法には適当でないことが確認された。また、そのことを明示するためのCodex手続きマニュアルの改訂が合意されている。第34回CCMAS後、第36回CCMASまでの間にも、英国を議長国とするEWGが設置され、複数成分を分析した場合の分散の合成に関する基礎的な議論等が進められてきた。しかし本作業の成果をCodexの手続き上どのように取り扱うかも含めて結論には至らなかった。そのため、第37回CCMASにおいて、引き続き英国を議長国とするEWGを再設置し、検討することされた。現在設置されているEWGのTORは以下のとおりである。

#### EWG3のTOR

- ・Codex各部会またCCMASを対象としたガイダンス形式の文書を開発する。
- ・化学物質を対象とした分析法のみに検討を集中させる。
- ・前回部会までにEWGが準備を進めた文書を初発点として、最大基準値と分析法

に複数の成分が関与している場合に、どのように分析法の性能規準への変換が可能かを検討する。

- ・ガイダンスには、case-by-caseでの使用が必要であることを注記する。また、現時点で可能性のある有効なアプローチのいくつかを含める。
- ・アプローチが問題なく適用できているあるいはカバーすることができているTEQ/TEFsや分析対象の重みづけを含む分析法の例示を含める。また、最大基準値が単一の分析対象と複数の成分の両方を含む事例を含む。
- ・Codexの枠組みの外にある、複数成分の和を取り扱った実践的な事例を探す。

このTOR下で検討が進められた結果、以下を結論とし、各成分に等しく重みづけする場合と、成分ごとに重みづけを変える(天然での存在量や成分の構成比がわかっている)場合とに分けた2つの事例を示した討議文書(CX/MAS 17/38/4)が回覧されている。

#### [討議文書に示された結論]

- ・複数の成分が関わる分析法と最大基準値を分析法の性能規準に変換可能な、多数の方法がある。しかし、性能規準への変換は、採用する分析法の原理を十分に理解した分析者によって、case-by-caseに行われなければならない。
- ・成分の加算を採用する分析法が、成分の和をもとに試験室間共同試験によって

性能評価されるならば、そのような分析法は、直接に性能規準に変換することができる。

・TEQs/TEFsあるいはその他の毒性上の潜在力(potencies)を含む最大基準値は、それ自身を性能規準に変換することが推奨されない。そのような場合には手続きマニュアルに詳細が示されている2番目のアプローチ(すなわち、性能規準の値を確立するための特定の分析法の変換)が適当だろう。その場合には、変換する前の分析法の性能データが性能規準の値の確立のために使用されるだろう(すなわち、TEQsに変換される前の生データが使用されるだろう)もちろん、分析法が適切に妥当性確認されていることを想定している。このアプローチは、Standard for Live and Raw Bivalve Molluscs (CODEX STAN 292-2008)の改訂の際に使われた。その際には、重みづけしていない性能規準の値(すなわち、TEFsが適用されていない値)が、承認された様々な分析法に基づき確立された。

・単一の物質と複数成分の和の両方に対する最大基準値を含む規格(例えば、Standard for olive oils and olive pomace oils; CODEX STAN 33-1981)については、アプローチを組み合わせることが適当だろう。例えば、手続きマニュアルに含まれる単一の化学物質を対象としたアプローチと成分の加算を含む最大基準値に対する成分の和のアプローチとを組み合わせ用いる。

本EWGでは、対処すべき分析法が具体的に想起されるためか、横断的でなく個別のかつ複雑な議論がされてきた。しかし、現在における分析法の性能規準策定に不可欠な要素は、分析対象の特定、分析対象を含む食品(マトリクス)の特定、分析しようとする濃度範囲の特定に整理される。また、規制のための指標である最大基準値の設定内容と、分析対象とが必ずしも直接の関係を持つ必要はないとも考えられる。つまり、最大基準値は分析の実行可能性を考慮して設定されるべきであるが、分析結果と直結する値ではなく、健康危害の未然防止や公平な取引という目的が達成可能な値であればよいと考えることもできる。一方で、先にまとめた通り、分析法の性能は分析法に直結していなければならない。このことを踏まえ、我が国からは、EWGにおいて求められた質問への回答のほか、以下の全般的な意見が提出されている。

#### GENERAL COMMENTS

The most important in the criteria approach is that the competent authority (government, commodity committee) should specify the range of concentrations for each analyte. If information on the range is available, it is easy to convert the information into criteria.

The ratio of components, toxicity, and properties of matrices (commodities) are outside of the TOR of CCMAS, but rather

fall in the responsibilities of Codex commodity committees or individual governments.

The recommendations 1 (case-by-case basis) and 2 (validated methods can be converted into criteria) are helpful for conversion from method to criteria and within the remit of CCMAS so Japan agrees with these two recommendations.

In the recommendation 3, we propose to expand from TEQs/TEFs to other types of toxicological potencies.

**謝辞)**農林水産省顧問山田友紀子博士には、本報告書の作成にも関わる多くの事柄をご教示いただいた。この場を借りて、深謝する。

## **E. 研究発表**

### 1. 論文発表

なし

### 2. 学会発表

なし

### 3. 厚生労働省の担当職員を対象とした研修会

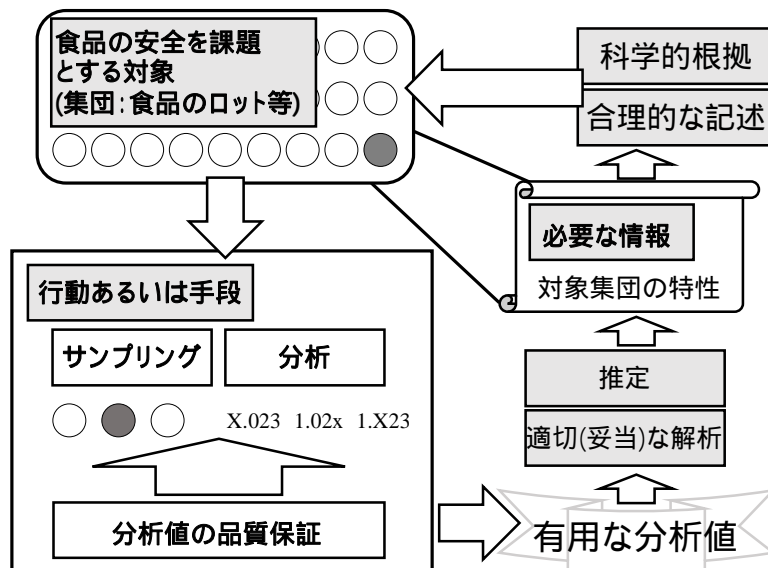
3つの講義、計4時間半を担当。

CCMASへの対応能力の養成に必須となる、分析とサンプリングの原理原則を取り扱った教材のとりまとめとなる文書を別添に示した。

## 食品の分析の目的と実行

### 1. はじめに

本章では、食品の安全に係わるサンプリングと分析また、分析値の品質保証について、Codex 委員会に設置された一般問題部会の1つである分析・サンプリング法部会（CCMAS）などが作成した文書の内容を基礎として概説する。原理・原則や方法論への理解を促すため、一部一般化した例を挙げて説明する。食品安全行政が取り扱う事案は千差万別であり、それら事案に取り組むためには、原理・原則に沿った思考に加え、各事案に適切な方法論の適用を



判断する能力も必須となる。本稿が、原理・原則を知り、方法論適用の判断能力を養うきっかけとなることを願う。

図1には、食品安全の課題と、課題への取り組みの基礎となる科学的根拠、さらにサンプリング、分析、分析値、分析値の品質保証との関係を一般化して示した。食品安全

図1

の課題における対象は、意図する特性によってくくられる特定の集団である。例えば、成分規格として、ある食品  $A_i$  に対して農薬 a の最大残留基準値を設定しようとする時、適正農業規範（GAP）に従い栽培された作物から生産された個々の食品  $A_{i, 2, 3, \dots}$  をくくった集団が仮想されている。この仮想的集団がもつ「農薬 a の残留濃度」という特性に対して、成分規格は設定される。この仮想的集団のモデルとなる集団を得るための方法論が、作物残留試験である。作物残留試験では、農薬 a の投与を含む GAP 条件を明らかにして、食品  $A_{i, 2, 3, \dots}$  が栽培、生産される。別の例として、食品のロットを取りあげる。ロットは、「同じ条件下で生産または製造されたある食品の規定された量」と定義される。この定義は、「ある共通する特性をもった個々の食品をひとくくりとした、有限の集団」と理解することができる。食品の検査の対象は、このロット（集団）であり、個々の食品ではない。2つの例を挙げたが、食品安全の課題では、一般に集団が対象であると理解することが大事である。集団を代表するサンプル

ルを抽出する行為がサンプリングである。集団を対象とするからこそ、サンプリングが行われる。抽出されたサンプルがもつ意図した特性を知るための行為が分析である。分析の結果として分析値が得られる。サンプリングと分析という行為によってしか得る事のできない分析値は、意図する特性の真の値から乖離しはらつく。そのため、乖離やばらつきの程度を一定の水準で管理し、管理されていることを証明するために、分析値の品質保証に取り組む。品質の保証された分析値のみが有用であり、それが十分な数集まれば必要な情報をもったデータとなり、解析の対象となる。統計的な原理に基づくなど、妥当と判断される（認められる）解析によって、特定集団がもつ意図した特性の値を推定する。得られた推定値そのものや、推定値に基づく合理的な考察の記述が、科学的根拠となる。上記の通り、食品安全行政が基礎とする科学的根拠は、特定集団からのサンプリングと分析という行為および、分析値の品質保証への取り組みを通じて、有益な分析値を得なければ準備することができない。言ってみれば、食品衛生行政は、それらの行為と取り組みを基礎としている。

## 2. 食品分析の目的の多様性

食品安全の課題の一例として、ある物質の有害性が新たに明らかとなった場合について考えてみる。目的は、健康危害の未然防止に集約されるだろう。この目的を達成するためにはまず、対策を講じるべきかの判断が課題となる。これを判断するための科学的根拠には、その物質の物理化学的特性や毒性の程度、食品の汚染実態、食品を介した摂取量などが挙げられる。対策を講じると判断された後には、実行可能かつより効果的な対策の選択が課題となる。対策には、製造方法の変更による低減や成分規格の設定、食事指導などが考えられる。複数の対策の中から最も効果的な対策を選択するために、追加の科学的根拠を準備する必要もあるだろう。対策として成分規格の設定が選択されれば、その実効を確実にするために、適合判定（検査）が実施されることになる。この検査では、判定の科学的根拠を準備することになる。

食品安全の課題に取り組むために準備すべき科学的根拠は多様である。この準備すべき科学的根拠の多様性はデータの多様性であり、食品分析の目的の多様性にも等しい。分析の目的に応じたデータしか得られず、データに応じた科学的根拠しか準備することができないと言い換えることもできる。目的に応じて、サンプリングや分析、分析値の品質保証への取り組みの内容は異なる。判断や選択、判定において、何が科学的根拠となるかが異なるため当然である。以下の項では、分析の目的を検査に限定し、サンプリング、分析、分析値の品質保証に関連した原理・原則を概説する。

### 3. 検査

サンプリング、分析、分析値の品質保証について概説する前に、分析の目的として限定した、検査を概観する。

検査という用語は日常的にも使用される。身体検査や学力検査、病理検査や製品検査など、様々な用法もある。日常のいろいろな場面で「検査」の用語が区別されることなく使われるが、実際にはその意味や要素が異なる。本稿では、ある食品（正確にはある食品のロット）の成分規格への適合判定を、検査として定義する。このように定義する検査には、サンプリング、分析、判定の3つの要素が含まれる。検査結果は、判定結果と言い換えることもできる二値を性質とするものであり、適合もしくは不適合のいずれかとなる。後述するサンプリングや分析の他、判定の規準と判定結果に対応した措置を事前に明確にすることも、より確実な健康危害の防止、発生する可能性のある係争の回避、また施策の一貫性を保つために重要である。係争回避の観点からは、食品ロットの保有者（輸出入時検査であれば輸入先国）との間で、検査内容を合意しておくことも重要となる。合意形成には、輸出入国双方の立場から、科学的根拠に基づく合理的な解釈と調整が必要である。

サンプリングと分析という行為によってロットの特性値を観察（推定）することが原因となり、検査では、誤った判定がされる確率（誤判定率）が不可避に存在する。サンプリングと分析、また分析値の品質保証の内容や取り組みは、この誤判定率が許容される範囲（合意された水準）にあることを担保できるように、実行可能性を考慮しながら決められていく。従って、ステークホルダー間での合意形成においては、許容する誤判定率や、それを担保するためのサンプリングや分析などの内容を意識し議論や調整を進めるべきである。サンプリングと分析の誤判定率への寄与の仕方については、後述する。

健康危害の未然防止が集約される目的であるため、検査では不適合の発見に注力されるかも知れない。しかし食品には、その生産と製造時にも、GAPや実施規程（COP）、適正製造規程（GMP）に沿った管理が求められている。そのため検査には、これら管理が正しく実行されていることの検証という側面もある。正しい管理が行われていれば、検査結果が適合となることが期待される。検査により適合を明らかにすることは、不適合の発見と同様に重要である。さらに、上記管理が確実に実行されており、不適合となる蓋然性が低いと判明した食品の検査に労力を費やすことは、食品衛生の全体にとって効果的とは言えない。蓄積した検査結果を解析し、その結果から不適合の蓋然性や傾向を把握し、不適合の発見と適合の検証のバランスを考慮して検査計画の策定や見直しにつなげることが、総合的な食品衛生への取り組みとして効果的であると考えられる。



## 4. サンプリング

### 4. (1) サンプリングの概観

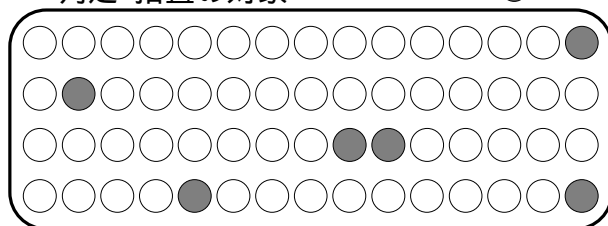
繰り返しになるが、検査の対象は、個々の1つ1つの食品ではなく、同じ条件下で生産または製造された食品の集団(ロット)である。検査対象となるロットを代表させるために、そのロットを構成する食品の規定される数(場合に依っては量)を抜き取る行為をサンプリング

#### ロット：サンプリングの対象

ロット:サンプリングの対象  
= 判定・措置の対象

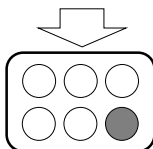
○ 適合するアイテム

● 不適合なアイテム



保証したい品質(不良率)の設定がサンプリング計画には必須。

抽出した一次試料の集合(全て)が「サンプル」と表現されることもある。



識別・抽出可能なアイテム(一次試料)をサンプリング計画に規定される数(サンプルサイズ)で抽出する。

という。(図2)

サンプリングを理解するための一例として、100個のitemによって構成されたロットを仮定する。Itemは、1つ1つの食品であることも、複数の食品をまとめて包装した1つ1つの箱であることもある。一般には、識別や抜き取りが可能な最小単位をitemと呼ぶ。ロットからの抜き取り数(サン

図2

プルサイズ)は、itemに対して決められる。また、ロットがいくつのitemで構成されているかを表現するために、ロットサイズという用語を使用する。このように、何をitemとするかは、サンプリングを考える上で重要な要素である。なお、itemは、後に説明する一次試料と同義と

なる。

#### 実際に検査されるサンプル

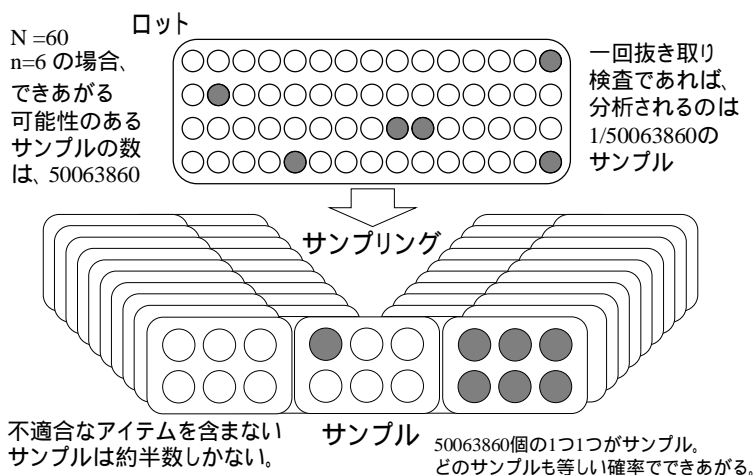


図3

ロットを代表するように、事前に決められた数のitemを抜き取る行為がサンプリングである。サンプリングの原則として、集団からのitemの抜き取りは無作為(ランダム)でなければならない。抜き取りが無作為ということは、上述の例を使うならば、100個のitem全

## サンプリングのイメージ

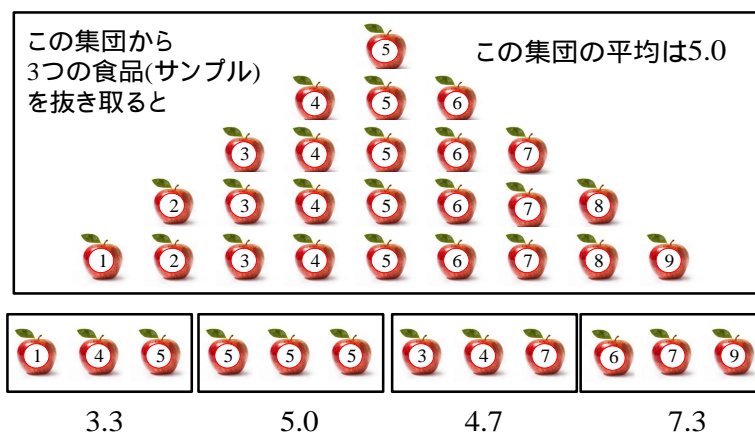


図4

item 1 ~ item3)の連続した抜き取りは恣意的である。無作為とは言えず、サンプリングの原則に反している。「ロットを代表する」とは、抜き取った item にロットの特性が反映されているということである。無作為に抜き取られた item は、ロットを代表する。隣り合った3個の item の連続抜き取り例では、1番目の item が抜き取られる確率は、全ての item が抜き取られる確率と等しい。しかし、隣り合った2番目、3番目の item を抜き取るとは、1番目の item に隣り合っていたことで決まってしまう。そのため、無作為に抜き取られたとはいえず、抜き取られた item がロットを代表しているともいえない。

### 4.2 サンプリング計画

抜き取る item の数が多いほど、ロットの特性値をよりよく推定可能であることの想像は、難しくない。論理的には、中心極限定理と呼ばれる統計学の定理によって実証される。サンプリングにおいて、サンプルサイズ (n) を決める計画を「サンプリング計画」、実際に抜き取るための方法や抜き取ったサンプルの調製や管理などを規定する手順を「サンプリング手順」と呼ぶ。検査対象となるロットの特性にどのような値(不良率や平均値)を想定するか、またその想定をどの程度信頼できる結果によって検証するかを考察し、サンプリング計画は決められる。例えば、ロットサイズ (N) が 60 のロットからサンプルサイズが 6 のサンプリングを行うことを仮定する。このサンプリングによって、50063860 組みのサンプルができあがる。一回抜き取りの検査であれば、このうちの 1 つのサンプルが分析に供されることになる。(図3)

より具体的に、図4を使って、サンプリングを繰り返すことを考える。1回のサンプリングごとに抜き取られる3つのサンプルの平均値(サンプル平均)は、ロットの特性値(ロット平均)に必ず一致はせず、ロット平均を中心としてばらつく。

てについて、抜き取られる確率が等しいということである。ロットを構成する item に 1 ~ 100 までの番号を割り当てるとするならば、item 1 ~ item100 のいずれの item が抜き取られる確率も 1/100 となり、等しいことを意味する。隣り合った3個の item (例えば、

## サンプルの細分化と分析との関係

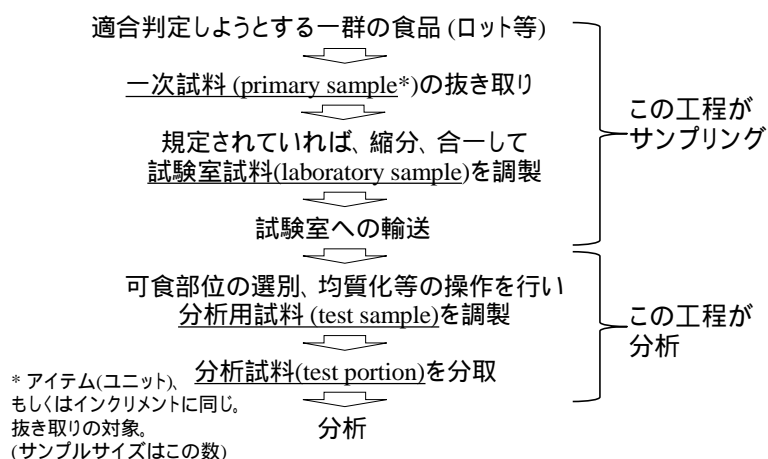


図5

このばらつきが小さければ、よりよくロット平均が推定されることになる。検査における判定は、サンプル平均に基づき行われる。そのため、ロット平均をよりよく推定したサンプル平均に基づき判定がされる場合に、誤りの確率は小さくなる。サンプル平均がロット平均に必ずしも一致せず、

ロット平均を中心としてばらつきをもつことが、サンプルングの誤判定率への寄与の仕方である。先に述べたとおり、よりよくロット平均を推定するためには、サンプルサイズを大きくする以外にない。しかし、サンプルサイズを大きくすることには労力などの現実的な制約がかかる。そのため、ロットの経済的価値やロットの特性(例えば有害物質の濃度)により発生するかも知れない健康危害の重篤度などを考慮に加え、許容可能な誤判定率に合意し、合意した誤判定率となるようサンプルサイズなどを決め、サンプルング計画とすることになる。

### 4. (2) サンプルング手順

ロットから抜き取られた item は、分析に係る労力も考慮しその後取り扱われる。分析までの間、必要と合意に応じ、item は合一、縮分、混合、分取などの他、輸送、保管をされる。このロットからの item の抜き取りから、分析までの間の行為の手順を規定するのが「サンプルング手順」である。なお、図5に示した通り、各過程にある試料(サンプル)を明確に区別するために、異なる用語が定

義されている。合一や混合の目的は、item の集合を、分析部位などを考慮し、1つの試料(分析用試料)に調製することである。分析用試料の理想は、特性値(有害物質の濃度など)の分布がない、試料として均質な状態である。理想的に調製された分析用試料から分取した分析試料間の濃度は等しくなる。ロットからのサンプルの採取や分取、合一や混合に使用する機具や機器、輸送の条件、試料の保管条件(温度や期間)は、サンプルング手順の一部として明確に規定しなければならない。規定では、特性値のサンプル間での移行(クロスコンタミネーション)やサンプルの変質が起こらず、分析対象となる物質の増減が起こらないよう十分考慮されていることが大事である。

穀物（穀粒）といった農産物が箱や袋に詰められることなく集積された集団（ロット）がある。このようなロットをバルクロットといい、バルクロットから規定のサンプリング機器（スコップなど）の一回の操作により抜き取られる規定量をインクリメントと呼ぶ。インクリメントは、先に説明したitemと同じく、一次試料となる。サンプリングの理論上は、個々の一次試料を分析し、サンプル間での特性値の変動の情報も得つつ、ロットの特性値を推定することが理想である。しかし、抜き取られた一次試料を個別に扱い分析すると、得られる情報量が多いことの代償に、労力や費用が大きくなる。そこで現実には、一次試料を合一した aggregate sample の調製が、サンプリング手順によって指示される場合がある。Aggregate sample は全ての一次試料を合一した試料である。そのため、aggregate sample の量が多量となり、混合によって均質な試料が調製できない、輸送や保管などの取り扱いに係る費用が多額になるといった現実的な問題が発生する場合もある。この現実的な問題の解決策として、aggregate sample の減量が指示されることもある。この減量は縮分と呼ばれる。ただし、縮分は単に量を減らすことを意味しない。縮分では、取り扱い可能な量になるまで、試料の二分割を繰り返すことが操作となる。そのため、二分割の出発点となる大元の aggregate sample がロットを代表していることが、縮分的前提となる。Aggregate sample における分布が、ロットの分布を反映しており、かつ均質であるということがロットを代表するということである。実際には、ロットから無作為に抜き取られた一次試料がもつ、共通した特性に対する異なる分布がそのまま、aggregate sample で不均質に存在する状態を解消してからでなければ、縮分を行う事はできない。そのために、一次試料を単純に合一しただけの集合を aggregate sample としてはいけない。合一された集合を分布が均質になるよう混合した後始めて aggregate

## サンプルの縮分

縮分の目的：一次試料を合一した aggregate sample の量が、その後の分析にとって多量に過ぎる場合、取り扱いにかかる労力や経費を低減させるため、サンプルの量を少なくすること。

分布が均質になるように、良く混合して aggregate sample を調製することが必要。縮分を原因とするサンプル誤差には、粒度が大きく影響するため、可能であれば、粉碎したインクリメントを合一・混合して、aggregate sample を調製するとよい。

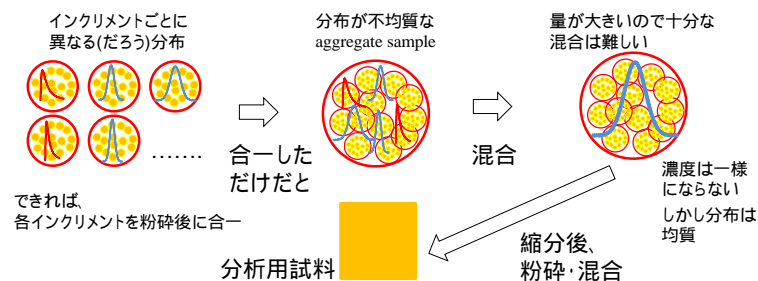


図6

sample とし、縮分の出発点としなければならない。Codex 委員会が策定した、サンプリングの一般ガイドライン（CAC/GL 50）の取り扱い範囲も分布が均質なロットに限定されている。分布が均質とは、ある集団において異なる型の分布が複数存在するのではなく、集団内のどこにおいても分布型が同

じ状態を意味する。

#### 4. (3) サンプルング計画の分類と背景となる論理

サンプルング計画はまず、推定しようとするロットの特性が連続量であるか離散量であるかにより大別される。連続量とは、身長や体重のように連続する性質を持つ量であり、離散量とは一人、二人といったように数え上げられる性質をもつ量である。サンプルング計画で取り扱う連続量は、食品に含まれるある有害物質の濃度などであり、管理の対象はロット平均である。例えば、あるロットにおける有害物質濃度の平均値が〇〇  $\mu\text{g}/\text{kg}$  未満であることを保証することが課題となる。このように平均値を保証するためのサンプルング計画を計量規準型と呼ぶ。一方、サンプルング計画で取り扱う離散量は、規格に適合しない不良な item がロットに含まれる率(不良率)である。例えば、あるロットの不良率が〇〇%未満であることを保証することが課題となる。このように不良率を保証するためのサンプルング計画を計数規準型と呼ぶ。なお、基本的な計量規準型サンプルング計画では、ロットの特性値に正規分布を仮定しており、不良率を課題とすることもできる。

サンプルング計画の検討においては、まず、保証したいロットの特性値がロット平均なのか不良率なのかを明確にし、計量規準型あるいは計数規準型のサンプルング計画の何れを採用するかを決める。計量規準型のサンプルング計画では、適合するロットと不適合となるロットの2つのロットの分布について考察する。この2つのロットを見誤る確率を生産者と消費者双方の視点から決め、その確率を満たすための指標値とサンプルサイズを導く。一方の計数規準型のサンプルング計画では、あるロットに許容する不良率を生産者と消費者双方の視点から決め、出現しても許容する不良な item の数とあわせて、見誤る確率を満たすサンプルサイズを導く。上記説明中、生産者と消費者という2者が登場する。これは、先に説明したとおり、サンプルングという行為が、保証しようとするロットの品質に対して誤った判定がされる確率を生むために、この誤判定率をロット取引の当事者である生産者と消費者とがそれぞれの立場から許容しなければならないことを意味する。生産者にとっての誤りとは、適合しているロットが不適合と判定されることであり、その確率を生産者危険と呼ぶ。一方、消費者にとっての誤りとは、不適合であるロットが適合と判定されることであり、その確率を消費者危険と呼ぶ。

誤判定率の許容に関して、生産者危険と消費者危険に通じる考え方に Acceptable quality level (AQL) と Limiting quality (LQ) がある。AQL と LQ は、ロットの品質を主題としている。AQL は、低い確率で不適合となるロットに含まれる不良品の比率を意味する。ある不良率までは、品質に問題がないとして許容し、ロットは適合していると考える。許容する品質のロットが誤って不適合となる確率を課題とするため、その点において生産者危険に通じる。

また、許容する品質でロットが生産され続けていることを前提としている。特定品質での生産に連続した情報があるロットを連続ロットという。一方の LQ は、低い確率で適合となるロットに含まれる不良品の比率を意味する。ある不良率以上のロットは品質に問題があるとして拒否し、ロットは不適合であると考え。拒否する品質のロットが誤って適合となる確率を課題とするため、その点において消費者危険に通じる。特定品質での生産に連続した情報がないロット（孤立ロット）を前提とする場合には、LQ をサンプリング計画策定の指標とする。

ある製品を製造する事業者が、品質が安定していることを製造ロットごとに確認することが目的であれば、AQL を指標とするサンプリング計画が利用できる。一定の品質を保つように製品の製造は管理されており、その管理の結果が連続した情報になる。一方、輸出入時検査では、連続した情報をもたない、その時々で異なるロットからサンプリングを行うことが基本となるだろう。そのために、LQ を指標とするサンプリング計画の使用が基本となる。しかし、LQ を指標とするサンプリング計画では、誤判定率を満たすために必要なサンプルの数が、AQL を指標とするサンプリング計画に比べ大きくなる。そのため、検査の実行性を考え、AQL を指標とするサンプリング計画が使用できるように、ロットの品質に関する連続した情報を別途入手するなどの対策が必要となるだろう。

計量規準型、計数規準型の何れにおいても、保証したいロットの特性値の明確化、特性値に応じたモデルと数理の選択、数理上取り扱われる生産者危険や消費者危険と言ったパラメータの設定により、必要とするサンプルサイズなどを解として導く。理論的な破綻もなく、透明性も高い。しかし、統計学の専門的な知識、素養がなければ理解することはできないだろう。これが、codex 委員会の場においても、CAC/GL50 が難解だと個別食品部会などから意見される理由であろう。リスク管理に携わる誰しもが、サンプリング計画を策定できる能力をもたずとも、必要に応じて統計学やサンプリングの専門家に検討を依頼、あるいは助言を求めれば良いと考える。しかしそれら専門家に依頼し助言を求めるためには、保証したいロットの特性を明確にし、生産者危険や消費者危険の数値を設定するなど、管理する特性の対象と水準を決めることができなくてはならない。数理の紹介や演算は本稿で行わない。サンプリングの性能（サンプルサイズの変更に応じた生産者危険と消費者危険の変化）を、視覚的にも確認することのできる operating characteristic curve（OC 曲線）の説明も割愛する。成書を参考にされたい。

ここまでに説明したサンプリング計画は、数理により導かれる。そのため論理的であり透明性も高い。生産者危険と消費者危険という設定すべきパラメータに合意の要素を含むが、新たな合意が形成されれば合理的に見直すことが容易である。そのため、食品や知ろうとす

る特性の違いに依らない、サンプリング計画策定の一般的な基本となる。これに対し、経験的に実施されてきたことや実際に実施可能であることを根拠に、数理によらず合意のみよって成立しているサンプリング計画がある。基本的に、決められている内容を論理的に説明することはできない。このようなサンプリング計画は、他のサンプリング計画と区別するために、pragmatic な (empirical な) サンプリング計画と呼ばれることもある。

既に決められているサンプリング計画があれば、それには合意が含まれるため、着実に実行する以外に正しい行動はない。自国への影響を踏まえ合意形成のプロセスに関与することが、サンプリング計画の国際整合を考える上で重要である。特に、pragmatic なサンプリング計画の変更理由は数理などにより説明することができないため、より注意が必要となる。

#### 4. (4) サンプリング実行上の注意、現実的な困難

実際にサンプリングを実行する上での課題の幾つかについて、言及する。

#### 4. (4) ランダムサンプリング

対象となる集団 (ロット) からの無作為 (ランダム) な item の抜き取りが、サンプリングの原則であると述べた。このランダムサンプリングを実際に行おうとすると、様々な困難にであう。多くの場合、困難の原因は、サンプリングを実施する場所とロットの荷姿にある。輸出入時検査において、サンプリングは港など、輸送機が我が国に到着する場所において行われる。輸送機となる船に、トモロコシなどの穀粒がバルクで積まれており、サイロなどの貯蔵場所にそのまま移送させられる場合、一定間隔でサンプリングをするように設計された自動機器を移送の間に稼働させることなどにより、ランダムサンプリングを実施することができる。一方、荷姿がバルクではなく袋であった場合、パレット上の複数の列にわたって袋が重なって積まれたりする。一例として、縦横 10 列にわたり 10 袋が 1 つのパレットに積み、このパレット 20 個が 1 つの集団となっている場合を想像する。この荷姿では、袋が item であり、ロットサイズは 20000 である。サンプルサイズが 8 と規定されたサンプリング計画に従うならば、20000 袋の中から無作為に 8 袋を抜き取ることになる。荷姿が明かであれば、その荷姿に応じて item に番号を振り、乱数表を使って指定することで、ランダムサンプリングを指示することはできる。しかし、実際にその指示に従いサンプリングをしようとするれば、整然と積まれた袋の中から指示された袋を抜き取ることになる。当然、指示される袋は複数のパレットにまたがっているであろうし、一番上に積まれたものばかりとはならない。貨物には荷主があり、輸入時貨物からのサンプリングには荷主の協力が不可欠である。また、協力が得られたとしても、サンプリング実施者の労力も相当となる。抜き取りが指示された item への到達の可能性も考え、より理想に近いランダムサンプリングが実行できるよう取り組むと表現する以外にない。ただし、取り組む以前からランダムサンプリングを放棄しては

いけない。例えば、サンプルサイズが3と規定されているにもかかわらず、1つのitemが、サンプリング計画を通じて採取すべきサンプルの総量に十分な量の食品で構成されているからといって、1つのitemからサンプルサイズ3に相当する食品の総量を抜き取ってはいけない。

流通段階にある食品からのサンプリングでは、ロットの特定が最大の問題になるだろう。サンプリング場所に小売店を想定すれば、店頭に並ぶ食品は、あるロットの一部かもしれないし、複数ロットの一部で新たに構成された集団かもしれない。輸入時に比べれば、対象として視認される集団も小さく、抜き取りは容易かも知れない。しかし、集団が特定されていなければ、分析の結果がどうであったとしても措置はとれない。製品に付属する情報などからロットを特定し、特定したロットからサンプリングすることが、流通段階にある食品をサンプリングする上での最大の課題とも言えるだろう。

#### 4. (4) ロットとコンサインメント

これまでの説明において、常にサンプリングの対象はロットであった。しかし、輸出入時に港などの荷揚げ場所で行われるサンプリングの実際を考えると、複数のロットが一括して一時に荷揚げされることで、あたかも1つの集団を形成しているように見える場合が想像される。このような一括して一時に荷揚げされる貨物はコンサインメントと呼ばれる。コンサインメントは、複数のロットから構成される。そのため、これを1つのロットと誤認すれば、複数の分布が混在したロット（不均質なロット）がサンプリングの対象となり、CAC/GL 50の取り扱い範囲から外れる。一例として、適合しているロットと不適合なロットがコンサインメントを構成しており、このコンサインメントを1つのロットと誤認した場合を考える。誤認したロットの全体に対してサンプリングを実行する。誤認ロットの特性値はロットと の特性値が重なったものとなるが、誤認ロット中の特性値は局在している。しかし、ロットと を通じて、誤認ロット中の全itemの抜き取り確率は等しくなる。そのため、誤認ロットの特性値がどのような値として推定されるかまた、その結果として誤判定率がどのくらいになるかは容易に予測できない。そもそも、ロットとロットは、独立して判定されるべきであるため、どのような結果であろうとも、誤った判定が行われることには間違いがない。ロットが不適合と判定されれば、その所有者から疑義が呈されても合理的に説明する根拠を一切持てなくなる。

#### 4. (4) aggregate サンプルの調製が意味すること

数理的な側面からサンプリングをとらえれば、抜き取ったitemの独立性を維持したまま分析することが前提である。itemごとに得た分析結果の全てに基づきロットの適合を判定する。一方で、現実には、抜き取ったitemを合一・混合し調製した1つの試料（aggregate サンプルもしくはコンポジットサンプル）を分析し、1つだけ得られる分析値に基づきロットの適合を



判定するのが通常かも知れない。抜き取った全ての item の独立性を保ったまま分析することには、多額の費用と労力がかかる。費用と労力を軽減し、よりたくさんの検査を実施することで食品衛生に資する高い効果が得られると期待されていると考えれば当然とも思える。aggregate サンプルは均質であるため、調製に含めた個々の item の情報は失われる。唯一、aggregate サンプルの特性値(例えばある物質の濃度)があるのみである。この aggregate サンプルの特性値には、ロット平均を代表した値であることが期待されている。失われるのは、ロット平均を中心とした特性値のばらつきに関する情報である。本来、策定されるサンプリング計画には、特性値のばらつきが要素として考慮されている。しかし現実的に行われる試料調製の結果として、その情報が失われるのであれば、aggregate サンプルの分析結果をロット平均(規格値)と比較して適合を判定するといったように、判定の基準を明確にしておく必要もある。また可能な限り、aggregate サンプル調製前の個々の item の一部を複製として適切に保管し、立ち戻って分析することを可能にする対処を講じておくべきであろう。なお、連続量を取り扱うサンプリングでは、上記の注意と措置が必要であるが aggregate サンプルの分析結果からロットの適合を判定することができる。しかし、離散量を取り扱うサンプリングでは不可能である。離散量を取り扱う場合には、抜き取った item を合一・混合してはいけない。

## 5. 分析と分析値の品質の保証

### 5. (1) 分析の概観

検査における分析は、サンプリングに引き続いて実施される、ロットの特性を推定するための一連の行為である。サンプリングでも重要な要素であったが、分析においても同様に、何を観察しようとするのか(分析の対象)をまず明確にしなければならない。もちろん、推定しようとしているロットの特性を、サンプリングから連続して維持しなければならない。また、ロットから適切に抜き取られたサンプルが、抜き取られた時の状態から変わる事なく分析者に引き継がれていることが、分析の前提となる。

食品を破壊する必要性の有無によって、分析を大きく 2 分することができる。非破壊分析で観察することができる特性には、食品そのもの色や形、重さなどが挙げられる。これらの特性は、規定の色や形、重さを満たさない食品がロットにどのくらいの率で含まれているかというロットの特性に繋がる。機械による自動化も進められているが、基本的には人により観察される。適正な分析の実施には、観察者の技能訓練が重要となる。本稿では、このような非破壊分析についてはこれ以上取り扱わない。

一方の破壊分析によってしか、つまり分析用試料の調製後にしか観察することができない

特性には、食品を構成する成分に関する特性（水分、タンパク質、脂質の量など）や、食品の構成成分以外で、食品を食べるまでの間に付随する可能性のある特性（残留農薬、微生物、汚染物質などの有無や量）が挙げられる。適切な分析用試料の調製は、分析の一部である。分析用試料の調製では、均質に混合できることの他、決められた分析部位の正しい選別や特性値が変化していないことの保証が重要である。分析用試料を保管する場合には、保管中に特性値が変化しないことの保証も必要となる。ここでいう特性値の変化とは、例えば分析対象（アナライト）とする化学物質の分解や揮散、環境からの持ち込みなどによって、濃度が変化することを意味する。

分析のための方法（分析法）を特定し選択や開発するために、分析する食品とアナライトの組合せを明確にする。食品の明確化では、ダイズなどの油料作物、デンプンの多いコメなどの穀類、葉緑体の多いホウレンソウなどあるいは、硫黄分の多いキャベツなどの葉物野菜など、分析の原理上考慮すべき科学的特性によった類型化が有効となる場合もある。アナライトは、先に述べた非破壊検査における色や形と同様、ロットの特性値に繋がる。そのため、ロットの特性を知るという観点からの有効性や、分析の実行可能性などもあわせて考慮する。例えば、化学物質 A を単独でアナライトとするあるいは、化学物質 A とその代謝物 B をあわせてアナライトとするといったように、可能な限り明確にする。GAP に従い農薬が使用されていることの確認を目的とした検査において、ロットの特性を知るという観点からの有効性や分析の実行可能性を踏まえたアナライトの明確化について例を挙げる。GAP では農薬 A の適正使用が認められており、食品に残留する農薬 A に最大濃度が設定されているとする。この例において、サンプリングと分析を通じて推定しようとするロットの特性値は、農薬 A 濃度の平均値である。一方で、農薬 A は散布後作物によって代謝され、食品には農薬 A とその代謝物 A と B が残留することが分かっているとす。ただし、残留物の 99% が農薬 A であることも分かっているとす。さらに、農薬 A の分析は、その他数十種類の農薬と同じ分析法を用いて一斉に行えるのに対し、代謝物 A と B はそれぞれに特化した個別の方法でしか分析できないとする。極端な例ではあるが、ロットの特性を知るという観点からの有効性や分析の実行可能性を踏まえれば、当然、農薬 A を単独でアナライトとするのが正しい。

アナライトを明確にした上で、それらアナライトの有無を知ろうとするのか、量を知ろうとするのかを決めて行く。アナライトの有無を知るだけならば定性的な方法（定性分析法）、量を知ろうとするならば定量的な方法（定量分析法）を、選択や開発することになる。

## 5. (2) 分析法選択あるいは開発の要素

食品とアナライトとの組合せが明確になれば、分析法に含まれる要素（抽出・精製・測定など）がもつ物理化学的な原理・原則やこれまでに開発された分析法を材料として、概ねど

のような分析法を選択、開発すれば良いかが見えてくる。さらに、分析法にどの程度の性能を求めるか、汎用性や経済性、さらには分析実施者の健康への配慮など、検査の実効に資する要素に優先度をもたせて検討し、最終的に分析法が選択あるいは開発(改良)される。分析の簡便さや迅速性も可能であれば考慮する。しかし、先の要素に比べれば優先度は低い。簡便さや迅速性を優先させ、達成すべき性能が達成できず、分析実施者の健康を損なうようなことがあってはならない。

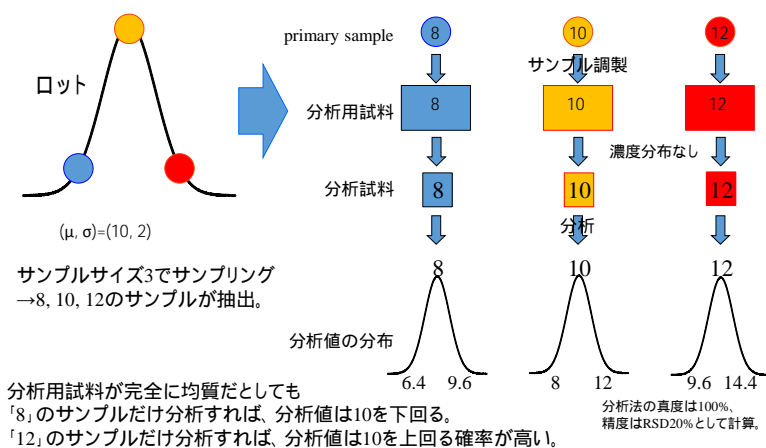
上記でも最初に挙げたが、分析法が最優先して満たすべきは性能である。これは、分析法の性能によって、分析値の品質が概ね決定するためである。

### 5. (3) 分析値の品質

検査において分析は、サンプリングに引き続いて実施される。分析には、既に挙げた試料の調製や保管の他、分析法に従った操作、その結果として得られる測定値の解析、解析結果の記述や報告が含まれる。測定値の解析結果が分析値となる。

分析の産物は分析値である。食品に品質があるのと同様、分析の産物である分析値にも品質がある。狭義に捉えれば、ロット特性(値)の推定が分析の目的であるため、当然、分析値にはロット特性値の推定値となることが期待される。仮に、ロット特性値に一致した分析値が得られるならば、検査における誤判定率はなくなる。しかし実際に得られる分析値は、ロット特性値から乖離しばらつきをもつ。サンプリング後に調製される分析用試料にはロット特性値に繋がる濃度の真の値(真値)が想定されるが、分析値はこの真値に一致せず乖離しばらつく。これが分析の誤判定率への寄与の仕方である。サンプリングと分析の両方の誤判定率への寄与の仕方をまとめ、例となる具体的な数値とともに図7に示した。

#### 分析試料の濃度と分析値



ロットからサンプリングし、調製した試料を分析する以上、ロット特性値からの分析値の乖離やばらつきをなくすことはできない。現実的な課題は、検査において許容する誤判定率の設定と、その誤判定率を達成するための分析値の取得とその管理と保証である。検査における分析値の品質は、

図7

ロット特性値からの乖離やばらつきの程度として認識すべきであり、誤判定率に直結する重要な要素である。

#### 5. (4) 分析値の品質保証

理念あるいは概念的には、個々の検査で得られる個々の分析値の品質を保証すべきである。つまり検査するある特定のロットからサンプリングと分析を通じて得られた個々の分析値が品質保証の対象である。しかし、個々の分析値からは、その品質の証拠となる情報を得ることができない。そのため、検査に必須だが、検査とは独立した一連の取り組み(品質保証システム)によって情報やデータを蓄積し、個々の分析値の品質の証拠とする。また、品質の変化をモニタリングし、品質保証システムの見直しや改善に取り組む。これが分析値の品質保証の俯瞰である。分析値の品質保証に含まれる主要な取り組みである、分析法の妥当性確認、内部品質管理、技能試験について以下、説明する。

##### 5. (4) 1) 分析法の妥当性確認

採用しようとする分析法が、検査という分析の目的に対して妥当であることを確認する行為が、分析法の妥当性確認である。確認されるのは分析法が妥当か否かだけである。妥当性確認では、まず検査の実施主体(サンプリングや分析の実施主体ではない)が、分析法の性能への要求(性能規準)を示す。試験所は、候補とする分析法の性能を評価し、示された性能規準を満たす事を根拠として、妥当性を確認する。このような分析法の妥当性確認のスキームをクライテリアアプローチと呼ぶ。クライテリアアプローチに沿った妥当性確認において、試験所は候補とする分析法を選択(開発、改良)することから始める。ついで、候補とした分析法の性能を評価する。分析法の性能が正しく評価されていない場合は、適正に妥当性を確認する事はできない。分析法の性能評価は、分析法を明確に記述することから始まる。分析法の記述に曖昧さが残れば、いくら性能評価し妥当性を確認したとしても、その後、同一分析法の運用が怪しくなる。性能評価データを得るための実験計画と、実験により得られたデータの解析方法も事前に十分検討し、客観的な証拠として第三者に開示できるようにしなければならない。自らによる分析実施の実際に照らして、何が分析値に影響する要因になり得るのかを考察し、その要因の効果が現れるよう実験計画を策定する。実験に使用する試料は、マトリクスとアナライトの組合せや濃度が、実際に分析する試料を十分に反映するよう調製しなければならない。試料中でのアナライトのあり方についても熟慮し、可能な限り実際に分析する試料を模した試料となるよう調製の方法にも配慮しなければならない。明記した分析法に忠実に従い実施した実験によって得られた一連の結果(データ)の解析方法も、実験計画の策定とあわせ、統計学的に妥当な内容で事前に決めておかなければならない。基本的に、データを見てから解析方法を決めるようなことがあってはならない。

Codex 委員会は、その手続きマニュアル中に、一般的な性能規準や性能規準に付属させる具体的な数値の例を示している。マニュアルには、選択性、精確さ、室内精度\*と室間精度、検出限界、感度、実用性と適用性などが一般的な性能規準として挙げられている。また上記性能規準の一部と、最小適用範囲、検出限界、定量限界、精度、回収率、真度に対して具体的な数値の例が挙げられている。これらが国際的な整合を踏まえた性能規準設定の基本となる。理想的には、この基本に沿って全ての性能が評価され妥当性確認されることが望ましい。しかし、分析法の妥当性の捉え方や、得られる分析値によって可能とする行動への考え方によっては、全ての性能規準を選択し具体的な数値を設定する必要はない。例えば、個々の試験所が得る分析値の品質に直結する分析法の性能を考慮するのであれば、室内精度が有効であり室間精度は不要となる。分析の目的を厳密に検査に限定するのであれば、判定基準にもつながらる成分規格値に相当する濃度を分析する際の性能が規準を満たしていれば良く、検出限界をあえて設定する必要は無い。同様に、分析法を適用可能な濃度を範囲として保証する必要もない。

誤解のないように補足する。より多くの性能規準を満たし分析法の妥当性が確認されれば、その分析法を用いて得られる分析値の品質はより充実した内容で保証される。例えば、規格値に相当する濃度の他に、最小適用範囲の濃度に対しても分析法の妥当性が確認されていれば、規格値を下回るあるいは上回る程度の情報も、品質保証された分析値に基づき入手可能となる。規格値が変更になったとしても、妥当性が確認された濃度の範囲内であれば、改めて妥当性確認する必要がない。規格値を大きく下回る濃度で分析法の検出限界や定量限界が保証されていれば、判定では考慮されない、より低い濃度の分析値の情報も蓄積される。そのような情報が蓄積されれば、実際に流通する食品における濃度が規格値に比ベどのくらい低く維持されているかを明らかにすることや、実態を踏まえたより適正な管理の検討も可能となる。ただし、検査という目的において本来必要とされる分析値ではない分析値の品質を保証するよう要求することを意味する。

より多くの性能規準をもとに分析法の妥当性を確認し、より充実した内容で分析値の品質を保証しようとするれば、より多くの労力や費用がかかる。検査で採用する分析法の性能規準は、検査の実施主体である規制当局などがその要求として示す。その際には、分析法の妥当性確認後に取得可能になる分析値の特性や品質を左右することになるため、十分な検討と適切な判断が必要と考える。

\*中間精度の1つであり試験室内に含まれる要素を要因とする。室間精度の対義語ではない。

## 5. (4) 2) 国際的に認められる分析法

Codex 委員会が示した性能規準には室間精度が挙げられている。これに対して、「個々の試

験所が得る分析値の品質に直結する分析法の性能を考慮するのであれば、室内精度が有効であり室間精度は不要となる。」と述べた。このギャップには、公的な機関・組織が分析法を示すことの意味、分析の実施主体となる試験所の能力、分析値の品質保証の主体性に関する考え方の違いがある。

室間精度は、同一の試料を同一の分析法によって複数の試験所で分析して得られる分析値のばらつきを表す、分析法の性能パラメータである。Codex 委員会が性能規準の1つに室間精度を挙げている背景には、Codex 委員会はもちろんのこと、米国など先進国の政府機関などによっても、試験室間共同試験によって妥当性確認された分析法が公的に示されてきた歴史的経緯がある。単に歴史的な事実というだけではなく、試験室間共同試験により分析法の妥当性を確認する利点として、試験所に依らない分析値の品質の横断的な保証が考えられているのだろう（ただし、試験所が一定の能力を有すること\*が前提条件となる）。言い換えると、ある品質を満たす分析値を得ることが可能な方法であることを、試験室間共同試験による妥当性確認によって保証することが理念となっている。公的に示した分析法の採用を各試験所に促し、各試験所がその分析法を採用することをもって横断的に分析値の品質を保証しようとするならば、この考え方は合理的である。Codex 委員会は特に、加盟各国の置かれた経済的な状況などにも配慮しなければならない。加盟各国には後進国も含まれており、自ら分析法を選択したり開発したりする能力を持たない国もある。そのような国々への配慮として、試験室間共同試験によって妥当性確認された分析法を Codex 法として承認することが既定路線となっている。この意味合いにおいて、国際的に認められる分析法とは、試験室間共同試験によって妥当性確認がされた分析法ということになる。

一方で、試験室間共同試験には大きな労力と費用また時間が必要となるため、必要とされる分析法を迅速に提供できないこと、数多ある分析法の全てに実施することが現実的に困難であること、分析機器の高度化により分析法の画一的な記述が不可能であること、といった課題も指摘されてもいる。この課題への対処策として、Codex 委員会においても、一部分分析法については単一試験室による妥当性確認が推奨されている。また、妥当性確認された特定の分析法を承認するのではなく、性能規準が承認されるようになってきている。

試験室間共同試験により分析法の妥当性を確認する利点として、分析値の品質の試験所に依らない横断的な保証を指摘し、試験所が一定の能力を有することを前提条件に挙げた。このことから分かるように、ある品質の分析値を得ることが可能な方法であることが保証されていても、それを運用する試験所の能力が低ければ、当然分析値の品質は保証されない。妥当性確認された方法であっても、その方法の性能が発揮される操作などが行われることを、導入を検討する各試験所はまず保証しなければならない。分析法の性能が与える影響も大き

いが、詰まるところ、分析値の品質は、試験所の能力や取り組みによって決まる。試験所には、分析法の開発や改良以前に、選択の能力が求められる。想起されやすいこともあり、現在は、分析法の妥当性確認が議論の対象になりやすい。しかし今後は、適合判定への使用を目的に、個々の分析値の妥当性が議論されるようになるのかも知れない。後述する分析値の不確かさの議論の高まりは、そう思わせるに十分である。

\*ISO/IEC17025 などに準拠した品質保証に取り組み、その能力を証明している試験所

#### 5. (4) 3) Codex 委員会における分析法の承認と type

ここで、codex 委員会における分析法の承認と分類 (type) について説明しておく。所掌とする食品規格を策定する各個別食品部会は、規格の策定にあわせ、規格への適合判定 (検査) に使用する分析法の設定も検討する。検討された分析法は、分析・サンプリング法部会 (CCMAS) に諮られ、承認が検討される。CCMAS が承認した分析法は総会に諮られ、総会で採択されることによって codex 分析法となる。CCMAS には、各国政府代表者の他、分析に関する国際機関や規格策定機関の代表者が出席する。これら代表者によって分析法のスコープ、原理、性能評価データ、妥当性確認の状況に基づく議論がされ、分析法の承認が検討される。

Codex 法は type I ~ type IV までに分類されている。そのため、どの type で承認するかもあわせて検討される。Type I は定義分析法、type II は参照法、type III は代替法、type IV は暫定法とされる。先述の通り、試験室間共同試験によって妥当性確認された分析法であることが、codex 法として承認に諮られる前提となる。妥当性確認されていない分析法が提案された場合には、妥当性確認されるまで承認が保留されることもある。妥当性確認の基本的スキームがクライテリアアプローチであるため、性能規準が設定されていないと妥当性確認ができない。そのような状況下であり妥当性確認ができない分析法であっても、高い有用性や緊急性、必要性が認められる場合には、慣例的に使用されてきた分析法と同じく Type IV として承認されることもある。Type I には、分析法に含まれる定義なしには分析値が得られないような分析法が分類される。原文の表現を使えば、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となる。例えば、食品をある決められた時間と温度で静置した後の重量の減少分を水分量とする方法などが type I に分類される。Type III と type II は、何れも妥当性確認されていることを前提として承認される分析法の分類である。これらの type に分類される分析法が複数ある場合、type II は type III の中から 1 つ選ばれ、係争の際あるいは校正の目的での使用が推奨される。Type III は、管理、検疫、行政用途での使用が推奨される。Type III から type II を選ぶ際の明確な規準はないが、より多くの異なる食品に適用できる点や、有害試薬や高度な機器などを使用せずより多くの試験所での運用が期待される点について、専門家からの助言を参考に議論され決められる。各分類に与えられている定義によって、分析の用途が限定されてい

のような印象を受ける。しかし、その定義を十分に解釈し、そもそも codex 法として承認されることの意義を考えれば、何れの type に分類される分析法であっても、codex 法として運用可能である。ただし、type I の分析法だけは特殊で、この分析法を分析に使用することが合意（指示）されている場合は、その他の分析法を使用する事は基本的にはできない。

#### 5. (4) 5) 内部品質管理と技能試験

内部品質管理と技能試験は、ある試験所内において得られる分析値の品質が、要求される水準を満たし維持されていることの確認を目的とする取り組みである。継続した取り組みはモニタリングとなり、分析値の品質に通常の管理状態ではまれな変化の発見に繋がる。そのような変化が発見されれば、分析の全体を通じて見直し、改善に取り組む。内部品質管理と技能試験に分析法の妥当性確認を加えた 3 つの取り組みは、試験所の品質保証システムを支える重要な 3 本の柱である。

内部品質管理では、通常分析する試料を模した管理用試料を、分析の頻度も考慮し適切な間隔を決め、通常分析と変わる事なく、継続して分析する。それらの分析結果が、統計学的に極めて低い確率でしか観察されない値となった場合に、分析に含まれるいずれかの工程に異常が発生したと考え、その発見と要因の特定、改善に取り組む。逆に、管理用試料の分析結果が、統計学的に極めて低い確率でしか観察されない値とならなければ、その試験所におけるその分析は統計的管理状態にあると言える。試験所内において達成されている統計的管理状態を客観的な結果によって自ら評価するために、技能試験に参加する。そのためには、目的に合った技能試験プログラムを選択し参加することが有益である。誤解を耳にするのであえて明記するが、技能試験は上記の目的の下で試験所が参加するのであって、試験所に属する分析者が個人として参加するのではない。従って、個人の技能を評価するという考え方は明かに間違いである。

内部品質管理の実行には、管理用試料として適切な試料、得られた分析値の適切な解析、統計的管理状態の維持に関する考察、異常が発見された場合の対処など、様々な課題と注意点がある。また、技能試験には、それを取りまとめる母体（提供者）があり、この提供者が満たすべき要件として、試料の提供から分析結果の回収、その解析と参加者への報告までが詳細に決められている。技能試験の提供者によって、試験の結果が変わってしまったら、参加の目的が達成できなくなるため当然である。詳細については、成書や章末に挙げる文書リストを参考にしていきたい。

#### 5.6 分析値の不確かさ

これまでに、分析値の品質を保証するための取り組みについて概説した。しかし、分析値の品質をどの様に表現するかについては説明していない。分析値の品質を定量的に表現し、1



つ1つの分析値に付随させ、1つ1つの分析値の品質を考慮しようとする考え方が、分析値の不確かさの概念である。品質保証への取り組みによって蓄積された各種データは、不確かさの推定にも活用される。

従来、分析しようとする特性値(測定量)の真の値を真値と捉え、この真値に対して得られた分析値とそのばらつきから、真度や精度、精確さといった分析法の性能を推定してきた。不確かさは、分析値がそもそも有するズレやばらつきを前提とし、その特性に立脚した概念である。分析値と分析に帰属する情報から、真値が存在する可能性のある範囲をどの程度の幅として表現可能かについて考える。先に、検査における分析値の品質は、ロット特性値からの乖離やばらつきの程度として認識すべきであると述べた。不確かさの概念では、分析値に付随する不確かさの幅の中に、ロットの特性値が含まれていると考える。

詳細な解説は成書に譲り、不確かさの推定、分析値への付随のさせ方、不確かさが付随する分析値の解釈について一例を挙げて説明する。

- 例 -

食品Aにおける化学物質Bの最大濃度に $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$ が設定されている。分析結果が $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$ を超える場合、食品規格に不適合とする判定基準が示されている。この食品規格への適合判定を目的として、妥当性確認された分析法を用いて試験所Cは日々分析を実施している。分析値の品質保証への取り組みの1つとして、食品Aをマトリクスとし、化学物質Bを $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$ の濃度になるよう調製した管理用試料の分析を続けており、異なる日に得られた20個の分析値が蓄積されている。この20個の分析値の標準偏差は $0.002\ \mu\text{g}/\text{kg}$ となった。ある日、検査を目的として分析した試料から得られた分析値が $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$ であった。

まずこの例では、管理用試料の分析値20個から計算された標準偏差 $0.002\ \mu\text{g}/\text{kg}$ を標準不確かさとすることができる。さらに、標準不確かさに係数2を乗じることで拡張不確かさが推定される。拡張不確かさの推定に使用する係数は、標準不確かさの推定に用いられた分析値の数に応じて変わりうる。この例では、20個を正規分布の仮定に十分な数とした上で、標準正規分布の95%信頼区間に相当する1.96の値を丸めた2を係数としている。計算の結果、拡張不確かさは $0.004\ \mu\text{g}/\text{kg}$ となる。

ある日の検査で分析した、食品とアナライト、その濃度の組合せであれば、管理用試料が模していると判断できるため、推定した拡張不確かさを分析値に付随させることは妥当である。その結果、ある日の検査で分析した食品Aにおける化学物質Bの濃度の分析値は、 $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $\pm 0.004\ \mu\text{g}/\text{kg}$ :拡張不確かさ)と表現される。 $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $\pm 0.004\ \mu\text{g}/\text{kg}$ :拡張不確かさ)と表現された分析値は、 $0.006\sim 0.014\ \mu\text{g}/\text{kg}$ の範囲に95%の確率で真値を含んでいると解釈する。この例では、丸めた数値が何れも $0.01\ \mu\text{g}/\text{kg}$ となり、拡張不確かさを考慮しても成分規

格に適合していると考える。

### すべての検査に一樣の労力をかけるのが正しいのか？

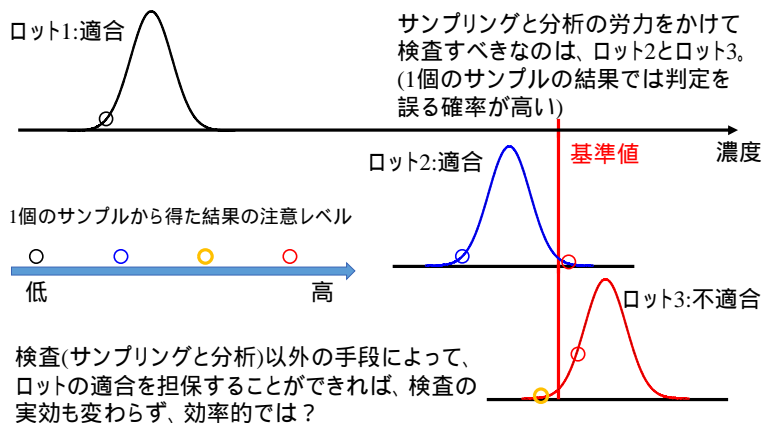


図8

ガイドライン(CAC/GL83)には、原則の1つとして不確かさを考慮することが盛り込まれており、今後、具体的な検討が必要な重要課題である。

## 6. おわりに

食品安全に係わるサンプリングと分析、また分析値の品質保証について概説した。多くの説明を割愛したため、本稿だけで十分な理解を得ることは難しいと思う。成書などを通じてさらに勉強するきっかけになる事を願う。また、本稿では、サンプリングや分析の従事者が、当事者として十分に検討し実践すべき原理・原則と方法論を多数扱った。従事者である方が、実感できるぶんだけ、理解が進むかも知れない。しかし、サンプリングや分析に従事していなくとも、分析値(科学的根拠)に基づき行政施策を検討するのであるから、取得しようとする分析値の特性を明確に把握し、適切な分析値が取得できるように、従事者に依頼できなければならない。そういう観点からも知識、経験を積み重ねていただけたらと思う。

最後に、サンプリングと分析の特性を踏まえて、全ての検査に同じ労力をかけることへの疑問を呈して終わりたい。図8に示した通り、十分な労力をかけ、誤判定率を合意の範囲で保証しつつ実施すべき検査の状況は限られている。単回の検査結果だけを結果とするのではなく、継続し積み重ねられた検査結果の活用を進め、食品の安全性の向上への効果がより大きくなるよう、合理的かつ効率的な検査について、今後の課題としていただけたら幸いである。

極めて単純な例をあげ、不確かさを説明した。そのため、現実には事案ごとに経験が必要になるだろう推定に利用できるデータセットの準備や選択、不確かさを付随させることが妥当かの判断については特に触れていない。しかし、Codex委員会が発行した検査を目的とする食品のサンプリングと分析の原則をまとめたガ

## 参考文献など

### ・全般

Codex Procedural manual

CAC/GL 72 「Guidelines on analytical terminology」

### ・サンプリング

CAC/GL 50 「General guidelines on sampling」

CAC/GL 33 「Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs」

JIS Z 9002: 1956 「計数規準型一回抜取検査（不良個数の場合）（抜取検査その2）」

JIS Z 9003-1979 「計量規準型一回抜取検査（標準偏差既知でロットの平均値を保証する場合及び標準偏差既知でロットの不良率を保証する場合）」

### ・分析と分析値の品質保証

CAC/GL 27 「Guidelines for the assessment of the competence of testing laboratories involved in the import and export control of food」

CAC/GL 28 「Food control laboratory management: recommendations」

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

ISO/IEC 17043 「Conformity assessment-General requirements for proficiency testing」

JIS Z 8405 「試験所間比較による技能試験のための統計的方法」

CAC/GL 64 「Protocol for the design, conduct and interpretation of methods performance studies」

CAC/GL 49 「Harmonized IUPAC guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis」

CAC/GL 70 「Guidelines for settling disputes over analytical (test) results」

CAC/GL 83 「Principles for the use of sampling and testing in international food trade」

CAC/G 54 「Guidelines on measurement uncertainty」

CAC/GL 59 「Guidelines on estimating of uncertainty of results」

Eurachem/CITAC Guide CG4 「Quantifying uncertainty in analytical measurement」