令和 7 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

食品行政における国際整合性の確保と食品分野の国際動向に関する研究
研究分担報告書
分析・サンプリング法部会等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・分担者　渡邉敬浩　　国立医薬品食品衛生研究所安全情報部

研究要旨

Codex 分析・サンプリング法部会(CCMAS)第 44 回会合は、当初、ハンガリーのブダペスト市において対面開催されることが周知されていたが、2025 年 3 月に議長の Attila Nagy 氏が急遽バーチャル開催への変更を発表した。予想しなかった経済状況の変化が変更理由とされている。

本研究では、2025 年 4 月 29 日及び 4 月 30 日の事前会合(バーチャルワーキンググループ:VWG を含む)、2025 年 5 月 5 日から 5 月 8 日の本会合、5 月 14 日の報告書採択の日程でバーチャル開催された CCMAS の議論を主に解析し要点を整理するとともにわが国がとるべき対応について検討した。

CCMAS 第 44 回会合においては、Codex 魚類水産部会(CCFFP)、Codex 栄養特殊用途食品部会(CCNFSDU)、Codex アフリカ地域調整部会(CCAFRICA)、Codex 表示部会(CCFL)、Codex 食品添加物部会(CCFA)、Codex 北米・南西太平洋地域部会(CCNASWP)から付託された分析法・サンプリングプランの承認等が議論された。また、Codex 委員会が推奨する分析・サンプリング法規格(CXS 234-1999)に収載されている分析・サンプリングプランの点検結果として、個別品目規格にのみ収載され CXS 234-1999 に収載されていなかったために点検されていない分析法の存在が明らかになった。また、CXS 234-1999 に収載されているフルーツジュース及びネクターを対象とした分析法規格策定機関が散会したことや品質並びに真正性を対象とした数的規準が欠如していること等が明らかになった。カカオ製品及びチョコレートを対象とする分析法の点検に関しては検討が不十分であったため議論できる分析法が少なく、検討を継続することとなった。

サンプリングの一般ガイドライン–サンプリングプランアプリケーションを含む e-book に関しては、わが国の主張に基づき修正等がされた後に、情報提供文書として Codex Web サイトにて公表されることとなった。アフラトキシン検査のためのバルクロットを対象としたサンプリングプランについて、再設置する電子的作業部会で検討

することは合意されたものの、同時に、対応するサンプリングプランに責任と権限を有する Codex 汚染物質部会(CCCF)との密接な連携を取ることが必要であるとされた。その他、食品マトリクスにおける硝酸・亜硝酸分析法に関する検討結果が CCFA に回答されることとなった一方、CCFL から付託されていた予防的アレルゲン表示のための分析法についてはほぼ議論がされず、次回会合に結論が持ち越されることとなった。

CCMAS 第 44 回会合における議論の解析に加え、CCCF 第 18 回会合に参画する等し、スパイス・ハーブ類に含まれる汚染物質を対象とした分析・サンプリング法の議論等情報を収集し整理した。本分析・サンプリング法は CCMAS 次回会合において承認のための議論に諮られることとなる。

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	温泉川肇彦
公益社団法人日本食品衛生協会食品衛生研究所	井上　誠
一般財団法人日本穀物検定協会	森田剛史
一般財団法人千葉県薬剤師会検査センター	山口考幸
一般財団法人食品環境検査協会	榎田　剛
一般財団法人化学研究評価機構	早川雅人

研究協力者

国立医薬品食品衛生研究所安全情報部	松田りえ子
国立医薬品食品衛生研究所食品部	山崎由貴

A. 研究目的

食品は、ヒトの生存と健康で豊かな生活に不可欠である。その流通はグローバルなものとなった。わが国の食卓にも様々な国で生産された食品が日常的に並ぶ。しかしその一方で、ある国による食品供給が滞れば、その影響は複数の国に及び食品価格の高騰等によって顕在化する。わが国も含め世界の国々は、食品がグローバルに流通することによる恩恵を受けていることに加え、それが途絶えた場合のリスクについても再認識していることであろう。

安全な食品の公正な取引を通じて消費者に豊かな食を提供し、その健康を保護することは、各国政府における食品安全行政の基礎となる課題である。また、食品がグローバルに流通する産品とな

った現在であるからこそ、各国は自国の食品安全行政の目標を達成するためにも、世界的な調和を強く意識しその達成にコミットしなければならない。

FAO/WHO により設置された国際政府間組織である Codex Alimentarius Commission(以下、Codex 委員会という)は、消費者の健康保護と公正な貿易という 2 つの目標に向けて国際的な調和を目指して様々に議論をし、国際食品規格を含む各種 Codex 文書を策定する場である。わが国も Codex 加盟国として、食品の安全性と公正な貿易に関する国際整合を推進させるため、また国内の実態や状況を国際的な枠組みにおいて反映させるために積極的に議論に加わる必要がある。

本研究では、2025 年 4 月 29 日及び 4 月 30 日の事前会合(バーチャルワーキンググループ:VWG を含む)、2025 年 5 月 5 日から 5 月 8 日の本会合、5 月 14 日の報告書採択の日程でバーチャル開催された Codex 分析・サンプリング法部会(Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling; CCMAS)第 44 回会合により取り上げられた議題から選択し、各種分析法やサンプリング法の承認、Codex 文書の改訂や新規開発、及びその他討議文書の作成に関する議論を解析し論点を明らかにすることを通じて、わが国がとるべき対応について検討することを目的とした。

その他の関連研究として、CCMAS による承認が付託されるであろう分析・サンプリング法の情報を入手・整理し、より適切な承認のための議論に活用するため、Codex 汚染物質部会(CCCF)第 18 回会合に参画し、議論に臨んだ。

B. 研究方法

CCMAS を対象とした研究では、CCMAS 第 44 回会合時に使用された討議文書並びに提出された各国コメントや議場配布文書(Conference Room Document: CRD)を含む関連文書、また会合報告書(REP25/MAS)等の収集と解析、さらにわが国のコメント案等の作成に係る過程の検討を主たる研究方法とした。

本研究の遂行に必要な関連情報として、AOACI、IDF、AOCS、NMKL、IUPAC、EURACHEM 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情報等に加えて、ISO といった標準化を任務とする組織が発行する規格を用いた。

その他、Codex 手続きマニュアル(30 版)、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。CCMAS 以外の各 Codex 部会の情報は、Codex ウェブサイト等を通じて入手するとともに、国内に組織されている Codex 連絡協議会への出席と傍聴を通

じても入手した。なお、CCMAS を含む Codex 委員会の下に設置される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/

翻訳した「測定の不確かさ推定手順」(原題：Procedure for the Estimation of Measurement Uncertainty)は、2025 年 5 月 21 日付けで Codex ウェブサイト (https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/inf-doc/en/)に公開された文書を入手した。

本年度の研究においては、CCMAS 第 45 回会合において承認が議論されるスパイス・ハーブに含まれる汚染物質検査のための分析・サンプリング法の情報を事前入手し、承認の議論に活用することを目的に、2025 年 6 月に開催された CCCF 第 18 回会合に参画して議論に加わるとともに討議文書等の解析を行った。そのうち、CCMAS との関連性の強い 2 課題の解析結果について併せて報告する。

C.D. 結果及び考察

C.D.-1 CCMAS 第 44 回会合で行われた議論の解析

本年度の研究対象となり得る議題の確認を可能とするために、REP25/MAS による記載を翻訳の後に参照し、CCMAS 第 44 回会合の議題一覧として表 1 に示した。

本年度研究においては、基本的に表 1 に示した議題に沿ってまたそれらの中から抽出して、今後の CCMAS による議論やわが国の施策への影響を考慮し、特に必要と判断した議論について解析して論点をまとめるなどした。その結果を以下に示す。

C.D.-1-1 議題 1 議題の採択

仮議題をそのまま議題として採択した。また、議場配付文書(CRD)21 及び CRD07 により示された、これまでの見直しあるいは承認作業において見逃されていた分析法に関しても、議題 3(Codex 規格における分析条項に係る分析法並びにサンプリングプランの承認)において検討することとされた。なお、わが国からは、会合開催前 1 ヶ月の時点で討議文書等が未達である状況に対して、「手続きマニュアルに従い、会合開催の 3 ヶ月前には文書を公開すること」とする意見を述べ、次回会合に向けて設置されたすべての電子的作業部会(EWG)について、会合の少なくとも 3 か月前までに報告書を提出すべく努力するよう要請すると議長が返答した。

C.D.-1-2 議題 2 Codex 総会その他部会からの付託事項

第47回Codex総会(CAC)、Codex執行委員会(CCEXEC)第86回会合並びに第87回会合、Codex魚類水産部会(CCFFP)第36回会合、Codex栄養特殊用途食品部会(CCNFSDU)第44回会合、Codexアフリカ地域調整部会(CCAFRICA)第25回会合で取り上げられたCCMASに関連する議

題の情報提供があった。その他、CCFFPが策定するフィッシュソースの規格(CXS 302-2011)におけるアミノ酸窒素に関する分析条項の意図的な使用、CCAFRICAが策定する乾燥肉の地域規格(CXS 350R-2022)における塩化物(chloride)の定量、Codex表示部会(CCFL)が検討している予防的アレルゲン表示のための分析法、Codex食品添加物部会(CCFA)第55回会合から要望された食品グレード塩の規格(CXS 150-1985)における塩化ナトリウムの分析法について、事前のバーチャル作業部会(VWG)並びに会期内VWGにおいて議論されたことが報告された。加えて、Codex北米・南西太平洋地域部会(CCNASWP)第17回会合において、CCMASの要請に応じて、水と混合し飲料とするカバ製品の地域規格(CXS 336R-2020)における品質維持のためにカバの品種を定性的に評価するための暫定標準作業手順の見直しが進められているとの報告もあった。

後述する、分析・サンプリング法規格(CXS 234-1999)に収載されている分析・サンプリング法の点検に併せて検討されていた窒素含有量からタンパク質含有量を求めるための窒素換算係数を分析者の利便性向上のために集約してCXS 234の別添とすることについては、第47回CACによる採択が見送られた。この結果を受け、今次会合においては個別食品規格に示された窒素換算係数の値との一貫性を保つことまた、CCNFSDUから要請されたフォローアップフォーミュラーを対象とした窒素換算係数を含めることなどを踏まえて再検討が行われ、その結果を第48回CACの採択に諮ることとなった。なお、窒素換算係数の値については、議論されるごとに様々な意見が提出されるが、わが国は一貫して、決定の責任は個別品目部会にありCCMASにおいて議論すべきではないと意見している。今次会合においてもダイズ製品間で窒素換算係数に不整合があることが議論されたが、わが国は、個々のダイズ製品規格を策定した部会あるいは地域調整部会に議論を差し戻すよう提案した。Codex事務局はわが国の提案を支持し、植物たんぱく質部会(CCVP)のように休会中の部会については事務局が確認方法を検討するとした。

C.D.-1-3 議題 3 Codex 規格に含まれる Codex 分析法条項並びにサンプリングプランの承認

<u>フィッシュソース規格に関連するアミノ酸窒素の定量分析法について</u>

Codex 分析・サンプリング法規格 CXS 234-1999 の点検と見直しの作業に伴い、フィッシュソースの規格(CXS 302-2011)に含まれるアミノ酸窒素の定量分析法の維持について CCMAS 内で議論された。本件に関して、当該規格を策定した CCFFP に確認を求めたところ、現在のまま承認を継続することが要望されたことから、CCMAS はそれ以上議論することなく、当該分析法(AOAC 920.04 並びに AOAC 920.03)を CXS 234 に維持することに合意した。

<u>乾燥肉に含まれる塩化物(chloride)の定量分析法について</u>

CCAFRICA 第 25 回会合により提案された、塩化物を塩化ナトリウムとして定量する分析法(AOAC 935.47 並びに AOAC 937.09B)を CCAFRICA の提案の通り Type III に分類(Typing)し追加承認した。

食品グレードの塩に含まれる塩化ナトリウムの定量分析法について

CCFA 第 55 回会合において、食品グレードの塩の規格(CXS 150-1985)の見直しに伴い、当該規格に含まれていた塩化ナトリウムの定量分析法とサンプリングプランを CXS 234-1999 に移行させることが要請された。今次会合において CCMAS は、CCFA の要請に応じて当該分析法並びにサンプリングプランを CXS 234-1999 に移行させることに合意した。なお、当該塩化ナトリウムの定量分析法に関しては、分析法とサンプリングプランの詳細が CXS 234-1999 に収載されることになる。ただし、サンプリングプランに関しては本規格に対して適切な内容ではないとして後日見直すこととされた。

C.D.-1-4 議題 3.1 Codex 他部会から提出された分析並びにサンプリング法

CCNFSDU から提案された分析条項分析法の承認

・フォローアップフォーミュラー

フォローアップフォーミュラーを対象とした各種成分(ビタミン A、ビタミン E、ビタミン D、チアミン、リボフラビン、ナイアシン、ビタミン B_6、ビタミン B_{12}、パントテン酸、葉酸、ビタミン C、ビオチン、鉄、カルシウム、リン酸、マグネシウム、ナトリウム、塩化物、カリウム、マンガン、ヨウ素、セレン、銅、亜鉛、総核酸、コリン、ミオイノシトール、カルニチン、総アミノ酸、トリプトファン、総脂肪酸、粗タンパク質)を対象とする新たな分析法を Typing した上で承認するとともに、対応する既存分析法については Typing をし直すもしくは廃止することに合意した。これら分析法承認の結果を第 48 回 CAC による採択に諮ることとされた。

また、CCMAS は CCNFSDU に対して、年長乳児並びに年少幼児を対象としたフォローアップフォーミュラーの規格(CXS 156-1987)並びに乳児用調製乳規格(CXS 72-1981)に関して、分析法の性能規準の設定を求めるよう勧告することに合意した。ただし、CCMAS 第 40 回会合においても同様の合意があり、CCNFSDU について一連の元素類の分析法について性能規準の設定が勧告されたが CCNFSDU はそれに同意せず、個別分析法の承認が維持された。今次会合においては、過去の経緯も考慮した上で改めて勧告するものとして合意された。

・食物繊維

当該分析法の規格を策定した AOAC Int.が、食物繊維分析法の更新の必要性について説明した。CCMAS は CCNFSDU が提案した AOAC 2022.01/AACC 32-61.01/ICC standard No.191 を承認するとともに、CCNFSDU が分析法に付属させることを提案した

以下の注釈について議論した。“Isolated, purified, and/or synthetic fibres captured by AOAC 2022.01/ICC Standard 191/AACC 32-61.01 that do not meet the Codex definition of dietary fibre in the Guidelines on nutrition labelling (CXG 2-1985) should be subtracted from the final measurement, where deemed appropriate by competent authorities.”(AOAC 2022.01/ICC Standard 191/AACC 32-61.01 により測定される単離・精製され、また/あるいは合成された繊維のうち、CXG 2-1985 における食物繊維の Codex 定義に合致しないものについては、規制当局が適切であると判断する場合、最終測定値から差し引くべきである)。この注釈を AOAC 2022.01/AACC 32-61.01/ICC standard No.191 にのみ適用すべきものか、あるいは CXS 234-1999 Table 6 に挙げられた食物繊維分析法の全てに適用すべきものなのかが論点となった。既存の注釈があるため新たに提案された注釈は不要であるとの意見が提出された一方で、新たな注釈を加えるのであればその対象が全ての分析法であることを明確にし、上記 Table 6 の修正が必要であるとの意見も出された。CCMAS は最終的に、CCNFSDU により提案された注釈をもとに Table 6 の既存の注釈(複数ある注釈のうちの 2 番目)を修正することを CCNFSDU に提案し、CCNFSDU の合意が得られた場合に注釈を修正することに合意した。なお、新規提案された分析法の承認に伴い、既存の AACC Intl 32-50.01、AOAC 2011.25 を廃止することも合意された。

要点：食物繊維の分析法は、“Guidelines for use of nutrition and health claims”(栄養並びに健康強調表示の使用に関するガイドライン)(CXG 23-1997)に関連して承認されている。食物繊維は、それを分析する方法により様々に定義されるという特徴を有しており、2010 年から 2012 年にかけて開催された CCMAS 第 31 回会合から第 33 回会合において長い時間をかけて議論された。その結果として承認された Type I、Type II、Type IV という 3 種の Codex 分類にまたがる 18 種の分析法が CXS 234-1999(最終改訂 2024 年)の Table 6 に収載されている。上記の通り、食物繊維の定義に直結するため、それらを対象とする分析法の承認や更新の議論は複雑になりやすく、今後も慎重に取り扱われるべきと考える。

<u>その他の分析条項分析法の承認(CXS 234-1999 の見直しと点検により生じた関連事項)</u>

・Codex 事務局からの依頼

CXS 234-1999 の点検と見直し作業は、これまでに乳・乳製品、油脂、穀類・豆類、水産品等を対象とする分析法について完了しており、現在はココア製品・チョコレートを対象とする分析法の見直しがされているところである。この現在の見直しの状況を踏まえて Codex 事務局が点検をした結果、CXS 234-1999 には含まれておらず個別品目規格にのみ含まれている分析法が複数あり、それらの見直しが行われていないことが明らかとなった。そのため、フィットネスフォーパーパスの確認や必要に応じた

Typing あるいは削除について検討することがCCMASに依頼された。この依頼に対して①分析原理(Principle)の記述とTypingは次回会合までに検討すること、②分析法の記述等がされており可能な場合にはフィットネスフォーパーパスの観点からの点検が必要との注釈を付けた上で、特定された分析法を個別品目規格からCXS 234-1999に移行すること、③乳脂肪製品に含まれる銅、フィッシュソースに含まれる塩化ナトリウム及び塩、塩漬けニシン並びにスプラウトに含まれる塩化ナトリウム及び塩の分析法に関して性能規準を提案すること等が議論された。

C.D.-1-5 議題 4 第 43 回会合からの継続事項

議題 4.1 キノアにおけるたんぱく質の分析法

CCMAS 第 43 回会合(2024 年)において、キノアにおけるたんぱく質の定量分析法として、ISO 1871 が Type IV に分類された上で承認された。この承認については、分析に使用する触媒や溶媒及びその濃度等の分析条件の詳細情報が得られた際にはTypingを見直すことが注記されていた。本分析法について、Codex 事務局が発出した回付文書(CL 2024/91-MAS)に応じてアルゼンチン、ボリビア、ペルーが情報を提供していたが、今次会合においてラテンアメリカ地域調整部会(CCLAC)に属する加盟国(チリ、アルゼンチン、コロンビア、ペルー、ウルグアイ等の 7 ヵ国)は連名で CRD 19 を提出し、ISO 1871 の分類を Type IV から Type I に変更することを求めて試験室間共同実験の結果を共有した。しかし、会合に先立ち開催された分析法承認のための VWG においてはISO 1871 のTypingの見直しに関する結論は得られず、その一方で、ISO 1871 ではなく ISO 20483 を Type I として承認することの選択肢も示された。また、CRD 19 の提出が遅かったことから、本 CRD により提供された試験室間共同実験に関する情報を解析するには時間が不足した。

議場においても引き続き、CCLACに属する加盟国、特にチリ、ウルグアイ、ペルーが承認済みのISO 1871の分類をType Iとすることを強く求めた。これに対してオーストラリアや AOCS は反対し、ISO 20483 を Type I とすることも含めて ISO の判断に任せるべきであると主張した。議論の結果、今次会合においてはISO 1871 を Type IV のまま維持することが合意されたが、この合意に対してペルーは留保の意思を示した。次回会合の直前に開催される分析法承認のための物理的作業部会において、CCLAC が提出した試験室間共同実験データを再度詳細に検討し、ISO 1871 の Typing の変更等について議論することになる。

要点: 本議論の第一のポイントは、たんぱく質分析法は定義分析法であり Type I に分類されるということである。一方で、ISO 1871 “Food products-General guidelines for the determination of nitrogen by Kjeldal method”は、食品を対象にケルダール法を用いて窒素量を測定する

ための一般ガイドラインである。対象食品を特定しておらず、食品に特化した分析法の詳細な記述は含まれていない。また、その結果として、個別品目を対象とする妥当性確認データも付属していない。そのため、CCMAS 第 43 回会合においては、本規格をキノアにおけるたんぱく質分析法として Type I の分類で承認することができなかった。第 43 回会合の後、CCLAC に属する加盟国は本ガイドラインに沿って試験室間共同実験を行ったと主張し、分析法の記述とともに性能評価データを今次会合に提供した(CRD 19)。しかし、提供された分析法の記述には多くの不整合が認められ、単一の分析プロトコルを使用するという試験室間共同実験の要件が満たされておらず、そのために得られた結果を解析し妥当性を確認することも困難であった。なお、CCLAC が Type I 分析法として ISO1871 の承認を求めた背景には、Codex 近東地域調整部会(CCNE)が作成した規格“Regional standard for tehena”(CXS 259R-2007)に含まれるたんぱく質の分析法条項に対して ISO 1871 が Type I として承認されていることがあるものと推測される。今次会合の議論において新たに Type I としての承認を検討する可能性が示唆された ISO 20483 “Cereals and pulses - Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content - Kjeldahl method”はその名称に含まれているとおり、穀類・豆類を対象としたたんぱく質定量分析法規格である。当然、本分析法は、穀類・豆類を対象としたたんぱく質分析法として Type I に分類の上承認されている。しかし、擬穀類であるキノアを対象とした妥当性確認が行われていないため、現時点では、当該分析法をキノアにおけるたんぱく質定量分析法として Type I に Typing の上承認することはできない。今後、ISO が新たに妥当性確認を実施し、ISO 20483 のスコープを拡大すること、あるいはキノアを対象とした別の分析法規格を策定することも考えられる。近年、CCLAC は CCMAS における活動を活発化させており、自国の取組が不利にならないように積極的に議論に加わっている。分析法の承認についても、その適正に加えて CCLAC の今後の動向にも留意する必要がある。

<u>議題 4.2 ホエイパウダーにおける水分の定量分析法</u>

CCMAS 第 43 回会合(2024 年)において、ウルグアイをはじめとする CCLAC に属する加盟国が Type IV 分析法として承認された常圧加熱乾燥法(加熱温度 102±2℃)をラクトース含量が高いホエイパウダーに適用することを強く主張し、これに反対する世界酪農連盟(IDF)等と意見が対立して議論が膠着した。この状態を打開するために、CCMAS 議長が指名した有志の加盟国並びにオブザーバーが集まり、試験室間共同実験データを共有するなどして検討することとされた。今次会合においては、前回会合の後に解析されたデータに疑念が生じるなどして一時、常圧加熱乾燥法をホエイパウダーに適用可能であると

は判断できないとの意見も提出されたが、最終的には、下記の注釈をつけ Type IV に分類した上での承認を CAC に諮ることが合意された。CAC により採択されれば、CXS 234-1999 を修正し、適用可能な粉乳製品にホエイパウダーが加えられるとともに、今次会合で合意した注釈が付けられることになる。

“Due to accessibility to equipment and calibration of the method ISO 5537 | IDF 26, the method as described in Appendix XI is listed as Type IV. In a dispute situation, the Type I method shall be used. This 102ºC method is less precise, and results may not be consistent with results obtained with ISO 5537 | IDF 26, in particular for powders with high natural lactose such as whey powders”(機器の入手可能性並びに ISO 5537| IDF26 法の校正の観点から、Codex 委員会が推奨する分析法の規格である CXS 234 の付属文書 3 に記載された分析法はタイプ IV 分析法として分類される。しかし係争時にはタイプ I 分析法を使用しなければいけない。102 ℃の分析法の精度はやや劣るため、特にホエイパウダーのような天然ラクトースを多量に含む粉乳については、ISO 5537| IDF26 法で得られる分析値と一致した分析値が得られない可能性がある)。

要点：Codex 委員会は、4 つの粉乳規格を策定している。これら規格には、「ミルクパウダー並びにクリームパウダー(Standard for milk powders and cream powder)」(CXS 207-1999)、「脱脂乳及び植物性脂肪の混合粉末(Standard for a blend of skimmed milk and vegetable fat in powdered form)」(CXS 251-2006)、「ホエイパウダー(Standard for whey powders)」(CXS 289-1995)、「デイリーパーミエイトパウダー(Standard for dairy permeate powders)」(CXS 331-2017)が含まれる。これら 4 つの規格には、cream powder、whole milk powder、partly skimmed milk powder、skimmed milk powder (CXS 207-1999) 、 blend of skimmed milk and vegetable fat in powder form、reduced fat blend of skimmed milk powder and vegetable fat in powder form(CXS 251-2006) 、 whey powder 、 acid whey powder(CXS 289-1995)、daily permeate powder、whey permeate powder、milk permeate powder (CXS 331-2017)の計 11 種類の粉乳製品が含まれている。これら粉乳製品を対象とした水分分析法についてウルグアイをはじめとする CCLAC 加盟国が、現在 Type I 分析法として CXS 234-1999 に収載されている水分分析法(ISO 5537|IDF 26)の実用性等に疑義を呈し、汎用性の高い常圧加熱乾燥法(ウルグアイ法)への置き換えを強く主張した。

2018 年に開始された議論はその後難航し、4 年後の第 42 回会合(2023 年)において、既存の分析法を Type I として維持しつつウルグアイ法を Type IV として追加承認することで決着した。しかし、ラクトース含量の高いデイリーパーミエイトパウダー並びにホエイパウダーに関しては、承認に必要なデータが十分ではないとして、一部加盟国並びにオブザーバー(ニュージーランド、

ブラジル、ウルグアイ、EU、IDF)からなる有志のグループにより追加検討が進められていた。

今次会合においては、ウルグアイが提出した試験室共同実験データの解析結果に食い違いが生じていること等が指摘され一時はウルグアイ法のホエイパウダーへの適用に反対の意見もあった。しかし、ウルグアイは承認を強く求め続けた。そこでわが国は、粉乳のCodex 規格にはラクトース結晶水を測り込まないことが注釈として示されているため、この注釈に基づけばウルグアイ法の使用は適切ではないものの、ウルグアイ法により得られる分析値は既存の Type I 分析法に比べ原理的に高値となり粉乳における水分が上限規格であることを考慮すればスクリーニング法として認めることが可能である旨、適宜 CXS 83-2013“Principles for the use of sampling and testing in international food trade”も引用しつつ説明し、ウルグアイやブラジルの支持を得た。わが国の意見に続いて、IDF 並びに EU、米国が意見を提出し、最終的には上記の注釈付きで Type IV としての承認が認められた。

C.D.-1-6 議題 5 CXS234-1999 に収載されている分析・サンプリング法の点検

<u>議題 5.1 フルーツジュースを対象とする分析法の作業用パッケージ</u>

EWG の議長国であるドイツにより、CXS 234-1999 に収載されているフルーツジュース及びネクターを対象とした分析法の点検について、CXS 234-1999 と品目規格である“フルーツジュース及びネクターの一般規格”(CXS 247-2006)、EWG における作業の進展及び論点、CL2025/16-MAS に応じて提出された意見や疑問との関連を踏まえて説明された。国際果実・野菜ジュース協会(International Fruit and Vegetable Juice Association: IFU)の支援を受け、VWG での議論に基づき作成された CRD 37 が提示され、当該文書をもとに議場で議論された。主な議論は以下の通りである。

・CXS 234-1999 に収載されているフルーツ・野菜ジュース及びネクターを対象とする EU 規格(EN)分析法(全 30 方法)を設定していた技術部会(TC)である CEN/TC 174 は、欧州標準化委員会(CEN)により 2023 年に解散された。これらの品目を対象とする EN 規格を引き継ぐ技術部会は CEN には無い。そのため、これらの分析法はすでに CEN によってサポートされていない。

・CXS 247-2005 のセクション 3.2 に記載の品質基準、セクション 3.3 に記載の真正性に関連した水の水素同位体比を求めるヨーロッパ予備規格 ENV 12142 及び同じく酸素同位体比を求める ENV 12141 が廃止された。そのため、フルーツジュースとネクターの品質及び真正性に関する分析条項について現在利用可能な分析法がない。IFU は近日中にも CEN 分析法に基づく分析法を策定する予定である。CCMAS は分析条項を削除すること、IFU 分析法が公開されるまで保留にすること、あるいは承認プロセスを経て新たな分析法を承認することについて判断しなければならない。

・CXS 247-2005 のセクション 4 に記載の添加物、セクション 5 に記載の加工助剤に関連した二酸化炭素の定量分析法は、既に利用できない。CCMAS は分析条項の削除、あるいは承認プロセスを経て新たな分析法を承認することについて判断しなければならない。

・複数の分析対象が同一の方法により分析される場合には、それらは個々の分析対象としてリストされ、扱われるべきである。

・CXS 247-2005 において品質並びに真正性に対する数的規準が欠如している点については、各分析法の定量下限(LOQ)の推定並びに LOQ により支持される“推定される最低水準あるいは閾値水準”の導出により扱わなければならない。

・利用できない分析法を新たな分析法により置き換えるとともに、正式に承認しなければならない。

・分析法の中には、その性能(例えば LOQ や適用可能濃度範囲)をフィットフォーパーパスの考え方に基づき検証すべきものがある。

・あるマトリクス/品目について妥当性確認された、あるいは限定されたスコープは、フィットフォーパーパスにより検証されるべきである。

・分析条項(例えば、リンゴ酸-D、クエン酸、グルコース-D、フルクトース-D)の中には、商業的で特許により保護された分析法(すなわち酵素法)を使用せざるを得ないものが含まれる。

・サッカロースという用語はより汎用的なしょ糖という用語で置き換えるべきである。

・二酸化炭素の分析法である IFU42 は削除すべきである。

以上の議論や意見を踏まえ、EWG の議長国であるドイツは以下の通り説明した。

・CXS 234-1999 に収載されているフルーツジュース並びにネクターを対象とした分析法を評価するために必要な品質並びに真正性に関する数的規準が CXS 247-2005 には欠如していたため、EWG においては、分析法の承認に関する合意形成に至らなかった。

・CXS 234-1999 がフルーツ並びに野菜ジュース及びネクターに使用される食品添加物に関する分析法を参照しているため、食品添加物の一般規格(GFSA, CXS 192-1995)において、分類 14.1.2.1 フルーツジュース、分類 14.1.2.2 野菜ジュース、分類 14.1.2.3 濃縮フルーツジュースを対象に設定されている上限規格と関連づけて考慮すべきである。

・CXS 247-2005 において対応する数的規準が示されていないが CXS 234-1999 に収載されている品質並びに真正性に関する残りの分析法については、分析法の専門家グループにより点検を行うことが勧告される。(該当する分析法は CRD 37 の Annex2 にまとめてある)

以上の説明並びに議論を踏まえて、CCMAS 第 44 回会合においては以下が合意された。

・EWG 並びに VWG による検討及び議場での議論を通じて合意に至った分析法については、第 48 回 CAC による承認あるいは廃止の採択に諮ること。

・今次会合において承認あるいは廃止への合意に至らなかった分析法については、今後参集される専門家グループによる検討のために判断を保留すること。
・専門家グループの付託事項(Terms of Reference:ToR)は以下の通りとすること。
・品質と真正性に関連するパラメータの範囲を決めること。
・測定範囲もしくは検出下限(LOD)の上限を決めること。
・CXS 234-1999 並びに CXS 247-2005 に収載されている承認済み分析法の現在のリストを評価すること。
・現在承認されている方法が、フルーツジュースの品質と真正性の管理という目的に現在も適っており適切であるかを決定/検討すること。
・ジュースの一般規格としての品質及び真正性のために、将来的に CXS 234-1999 に追加することを CCMAS の承認作業グループにより検討可能な新しい分析法があるかを評価すること。
・将来的に CCMAS が検討することのできる新しい分析法の妥当性確認データを収集すること。

要点:フルーツジュース及びネクター類の規格を策定するために Codex 委員会内に設置されたタスクフォースは既に散会している。また、タスクフォースが設定した規格を引き継ぐこととされた部会は休会している。CXS 234-1999 の点検を行うにあたりそれらの現況が明らかとなり、かつ承認済み分析法を規格化した CEN により該当規格が 2023 年には廃止され、今後は更新されないことも明らかとなった。このような状況の中で CXS 234-1999 に収載されている分析法の点検をするにあたり、IFU が新たな分析法の承認検討等を提言した。分析法承認の観点からは、承認すべき分析法が不在である現在の状況は大きな課題に直面していると考えられる。その一方で、現在の状況に至るまで特にフルーツジュース及びネクターの貿易において特段の問題が無かったことは、規格の見直しにもつながる考慮材料であるともいえる。特にフルーツジュース及びネクターの規格が策定された背景にそれらの品質並びに真正性の担保があったことを考えると、製造事業者らの倫理観が向上していわゆるまがい物が製造・貿易されなくなったとするならば、今後、特段の貿易上の問題が発生する恐れは少なく、分析法の更新や新規承認への要求の水準は低いと考えることもできる。IFU のように、フルーツジュースやネクターの品質や真正性の検証に強い意見をもつステークホルダーにとっては、議論の場や主体が不明になることや必要と考える検討のリソースに見込みが立たないことが大きな懸念となるであろうことも理解することができる。

CCMAS は分析法とサンプリングプランの承認に責任を負う。しかし、その必要性の前提となる個別品目規格の設定や更新について意見することはできない。今回のフルーツジュース及びネクターを対象とする分析法の見直しは、まさにそのような CCMAS の ToR に関係するもののマージナルなあるいは ToR 外の事案を含むため、手続き上の判断が困難な課題である。しかし、同様の事案

は国際食品規格の必要性が時間の経過とともに変化していく中で、いわば定点観測のようにして、分析・サンプリング法という科学的な観点から経緯を把握し判断をしなければならない CCMAS にとっては唯一ではなく、むしろ今後向き会う頻度が増加する新たな課題が抽出されたようにも考えられる。なお、今次会合において結論とされた専門家グループによる検討は IFU の主導の下に行われ、CCMAS 第 45 回会合において報告することを目的として活動する。これは穀類・豆類を対象とした分析法の点検において、アメリカ穀物化学者国際協会(AACCI)が基礎検討を行い、その後カナダが EWG 議長国を務めて作業を完了させたことをモデルとしている。今後、どのような専門家が集まり議論することになるかに注目すべきである。

議題 5.2 カカオ製品及びチョコレートを対象とする分析法の作業用パッケージ

セルビアを議長国、米国を共同議長国として、CXS 234-1999 に含まれるカカオ製品・チョコレートを対象とした分析法を点検するための EWG の設置が CCMAS 第 43 回会合において合意され、今次会合においては当該 EWG による検討結果が報告された。会合前に開催された VWG においてもカカオ製品・チョコレートの規格内容に付随する分析法点検の課題が指摘されていたが、議場においても同様の困難さが説明された。例えば、議論された課題にはカカオ製品に含まれる脂肪を対象とした分析法の非選択性や、無脂乳固形分定量分析法のフィットフォーパーパスに関連した疑問等が挙げられる。このような疑問や課題がありつつも、共同議場国である米国は、いくつかの分析法の点検結果については合意が得られており、それら合意の得られた分析法の手続きを先に進めることを提案した。以下、明らかにされた課題のいくつかを示す。

・カカオ製品に含まれる脂肪分析法に関する課題

チョコレート及びチョコレート製品規格(CXS 87-1981)により規定されているチョコレート製品に含まれるココアバターを対象とした分析法について議論された。AOAC 963.15/ICA No.14 が該当する分析法として特定されたが本分析法には水分量の測定と補正が含まれていなかったため AOAC 997.10/ICA No.26 とともに使用することとされた。なお、AOAC 963.15/ICA No.14 は脂肪の分析法であってココアバターの分析法ではない。そのため分析対象とするチョコレート製品に含まれる脂肪は全てココアバターに由来することが前提となる。仮に乳脂肪等のココアバター以外の脂肪を含むチョコレート製品を分析する場合には、それら脂肪を選択的に分析可能な方法の追加が必要になると考えられる。そのため、今次会合においては当該分析法を承認せず、検討を継続することとされた。

・ココアバター以外の植物性油脂の分析法に関する課題

ココアバター以外の植物性油脂を対象に、AOCS Ce10-02 を Type IV に Typing

した上承認することが VWG により勧告された。しかし、チョコレートに含まれるココアバター等量としての脂肪を対象とする ISO 分析法が Type I として承認されていることから不整合を生じる可能性が考えられた。そのため今次会合においてはこれら分析法を承認せず、検討を継続することとされた。

・水分分析法に関する課題

現在の CXS 234-1999 には、常圧加熱乾燥法とカールフィッシャー法の 2 つの分析法が、いずれも Type I に分類された上で承認されていることが明らかとなった。上記 2 つの方法はいずれも定義分析法であり、同一の品目と分析条項との組み合わせについて併存することはない。この状況を踏まえて、VWG は分析法の Typing の変更を提案したが合意には至らず、継続して検討されることとされた。

以上のような個別課題ごとの長時間の議論の末、CCMAS 第 44 回会合においては、以下について合意された。

・合意された分析法に関しては、第 48 回 CAC の採択/廃止に諮ること。

・セルビアを議長国、米国を共同議長国とする EWG を再設置すること。EWG においては、カカオ製品・チョコレートを対象とする分析法の点検を継続すること。また、EWG の検討結果を報告書にまとめ、少なくとも会合開催の 3 ヶ月前には Codex 事務局に提出すること。

要点：Codex 委員会下に設置された多くの部会に共通する課題として考えることができるが、EWG の議長国等の重要な役割は、特定少数の先進国によって果たされている。近年、このような偏りの解消、並びに増加傾向にある議題を分散して取り扱うことにより議長国の経験が無い国のキャパシティーを構築すると同時に、特定先進国の負担軽減を目的とする動きがある。本 EWG の議長国を務めたセルビアは、これまで議場においてほぼ発言等することなく、その点からも CCMAS における経験は少ないと判断することができる。今般、本 EWG の議長国として立候補した背景は不明であるが、今次会合に提出された検討結果を見る限り準備が十分とは言えず、良質な議論のための材料は提供されなかった。次回会合に向けて設置される EWG の議長国もセルビアが継続して務めることとなるが、わが国にもセルビアの検討を支援するような取組が望まれるところであろう。ただし、検討対象がカカオ製品・チョコレートであることから、他国以上の意見をわが国から提出することは困難かもしれない

その他、ウルグアイを議長国として、砂糖・蜂蜜を対象とした分析法の点検作業を開始することに合意した。

C.D.-1-7 議題 6 サンプリングプラン

<u>議題 6.1 情報提供文書：サンプリングの一般ガイドライン-サンプリングプランアプリケーションを含む e-book</u>

本情報提供文書の開発検討のために設置された EWG の議長国であるニュージーランドが、文書開発の背景並びに経緯について説明した。また、本情報提供

文書は、Codex 委員会の公式文書(Codex text)ではないため、CAC の承認もステッププロシージャーに沿って進めることも不要である一方、CCMAS や各部会による内部文書として使用されかつ web サイトへの掲載を通じて社会に示されるものであることが説明された。

本文書には、CXG 50 の改訂に併せて開発が進められている、必要な情報(例えば、生産者危険、消費者危険、ロットに要求する品質水準等)を入力することで統計学的な根拠を有し評価されたサンプリングプランを作成するためのツールである、複数のサンプリングアプリケーション(App)へのリンクが含まれる予定であるが、現在版には均質なロットを対象とした App 1 へのリンクのみが収載されている。その他の App は開発途中であると説明されている。このような状況も踏まえ、本文書は必要に応じて更新される「a living document」であるとされている。

CXG 50 のスコープ外であるベイズサンプリングを本情報提供文書で扱うことが議論となった。収載を強く主張するニュージーランド並びにドイツは、CCMAS 第 42 回会合並びに第 43 回会合において、より小さなサンプルサイズのサンプリングプラン作成への強い要望がありそれに応えるためであるとした。一方で、わが国は、情報提供文書開発の目的に立ち返り、その内容は CXG 50 のスコープに留めるべきであるとして、ベイズサンプリングに関する記述の全てを削除するよう求めた。このわが国からの求めに応じて、文書は part 1 から part 3 に分割された上で再構築され、ベイズサンプリングプランのみが part 3 として切り出されることとなった。なお、2014 年に開催された第 37 回 CAC において「情報提供文書は部会において実施されている検討の副産物でなければならない」とされており、情報提供文書の作成が検討の目的とされることはない。つまり、本情報提供文書に関しては CXG 50 改訂の副産物として作成されるものでなければならない。そのため、CXG 50 のスコープ外の内容の情報提供文書への収載は、手続きの観点からも認められるべきことではない。なお、この文書構造の修正に加えて、わが国からは後述する文章のイントロダクションへの追加を求め、認められた。

CCMAS 第 44 回会合における結論は以下のとおりである。

・修正した情報提供文書を発行し各 Codex 部会に知らせることに合意した。

・新たな情報提供文書の発行に伴い、既存の情報提供文書“Practical examples of sampling plan”(サンプリングプランの実例集)を Codex web サイトから削除することに合意した。

・その他の App が開発され次第 Codex 事務局に送られ情報提供文書に含まれることになるとともに、その際には CCMAS に知らされること。

・ウェビナーのようなその他の支援策についても CCMAS web サイト上で利用可能になるであろうこと。

要点：2018 年に開催された CCMAS 第 39 回会合において新規作業提案された「サンプリングの一般ガイドライン」

(CXG 50-2004)の改訂作業が CCMAS 第 42 回会合(2023 年)までに完了し、第 46 回 CAC による最終採択を経て、CXG 50 改訂版が発行した。CXG 50 改訂版は、当初の目的であった“読者にわかりやすい文書”とはならず新たな統計学的理論も追加された。また、新たなコンセプトとして、CXG 50 改訂版には App の使用が導入された。本議題において議論された本情報提供文書は、上記の App の使用方法、及び CXG 50 の背景にある統計学的な理論を説明することを目的として開発が進められてきたものであり、前回会合において今次会合による最終化の予定が示されていた。わが国は、CXG 50 において取り扱われておらず難解で読者に不要なサンプリング理論等を本情報提供文書には含めるべきではないと一貫して主張しており、前回会合報告書には、以下のコメントが記録されている。“現在の情報提供文書は、サンプリングプランを設計する情報源として有益である。しかし、CXG 50 の範囲を超えたコンセプトが含まれている。情報提供文書の主たる読者は、特定の分析条項と品目の組み合わせを対象とする受け入れサンプリングプランの設計に責任を負う Codex 委員会の各部会である。そのため、これらのユーザーにとっては、数ある組み合わせを対象に App を使用して適切なサンプリングプランをどのように開発するのかに特化した、よりユーザーフレンドリーなアプローチのほうが有益であろう”。特に、今次会合においては、実行可能性に乏しく輸出入時検疫の大きな負担になることが明らかなベイズサンプリングに関する記述の削除を求めて主張を繰り返した。わが国の主張を事前に共有したウルグアイやブラジルからも支持が表明された。しかし、ベイズサンプリングプランの収載に前向きな意見もあり、最終的には文書の構造を改めることにより、情報提供文書の付属書のような位置づけとし、「単なる情報提供」あることを強調して文書には残すこととされた。さらに、わが国からは、以下の一文を本情報提供文書のイントロダクションに含める事を求め認められた。この一文の追加により、本情報提供文書によらずとも、輸出入国間の合意の下でサンプリングプランを策定可能であることが明確にされた。“It should be noted that CXG 50 does not request to use a specific sampling plan. For import/export quarantine, it is important for the government to choose an appropriate sampling plan for commodity/provision combinations taking into account the feasibility, scientific information, and administrative necessity.”(CXG 50 は特定のサンプリングプランの使用を求めているのではない。輸出入時の検疫に関しては、実効可能性、科学的な情報、そして行政上の必要性を考慮して、品目と分析条項との組み合わせに対して適切なサンプリングプランを選択することが、政府にとっては重要である)

<u>議題 6.2 CXS 234-1999 に収載されているサンプリングプランの点検</u>

第 43 回会合(2024 年)において、サンプリングに関する情報提供文書の開発

を検討するEWGの議長国であるニュージーランド及び共同議長国であるドイツにより CXS　234-1999 に収載されているサンプリングプランの点検が作業提案され、CCMAS による合意に従いEWG を設置し検討することとなった。

今次会合においてニュージーランドは、EWG の ToR として明記された CXS 234-1999 に含まれるサンプリングプランの点検に加え、マイコトキシン検査のためのバルクロットからのサンプリングプランを開発するための討議文書について検討したと説明した。後者について議論することには CCMAS の合意が得られておらず、本来、議場報告されるべきことではない。しかし、ニュージーランドはそのように説明したため、事案を 2 つに分けて整理する。

CXS 234 に収載されているサンプリングプランの点検

EWG は、CXS 234-1999 にサンプリングプランを収載するための現在の手続きの点検、及び CCMAS が承認したサンプリングプランを CXS 234-1999 に収載するにあたり含まれる可能性のあるサンプリングプラン情報の検討を目的に設置された。EWG の検討結果として要約される意見は以下の 4 つである。

・現在の様式の点検が必要である一方、CXS 234-1999 にサンプリングプランの情報を含める。

・個別の Codex 規格のそれぞれにサンプリングプランの情報を含める。

・サンプリングプランの情報だけを含む、(CXS 234 と対になる)新たな規格を策定する。

・品目グループごとに、それらに適用されるサンプリングプランをまとめた規格を策定する。

その他、各サンプリングプランに関する情報は一貫して提供されるべきとされ、また、今次会合で決定する必要は無いが次回会合における議論に向けて、種々検討が進められるべきであり、そのためにEWGの再設置が必要であるとされた。

議場での議論においてはまず、Codex 事務局が、サンプリングプランの集約等の検討は慎重に行うべきと注意を促した。その一方でブラジルは、CXS 234-1999 のように、サンプリングプランも単一規格に集約させるべきと意見した。単一規格を新たに作成するか、CXS 234-1999 への収載を進めるかに依らず、承認されたサンプリングプランを 1 箇所に集約することは、不整合をなくし、今後予定されている電子化に向けた準備としても有効であるとされた。一方で、サンプリングプランの集約は CCMAS にとって望ましいのであって、Codex 委員会全体の利益に最も適っているとは限らないとの指摘もあった。形式の決定以前に機能の明確化が重要であり、予め決められた文書構造に単純に合わせるのではなく、特定の品目と分析条項の組み合わせに基づく適切なサンプリングプランの同定という、実際の必要性に基づき進めるべきであるとする意見も提出された。その他、サンプリングプランを開発するための情報を誰が提供すべきなのかという疑問も提示された。さらにこの疑問に関しては、サンプリングプ

ランの点検を考えた場合、既に散会あるいは休会している部会があることが課題として指摘された。

CCMAS 第 44 回会合において得られた本件に関する合意は以下の通りである。

・CXS 234-1999 に収載されているサンプリングプランの点検を行うための討議文書の作成を継続すること。特に、サンプリングプランの収載場所、様式、必要な情報、そして既存の品目と分析条項との組み合わせに対して適切なサンプリングプランの選択を決定するパラメータの評価に関する責任の所在について慎重に検討すること。

・各部会によるサンプリングプランの点検を CCMAS が支援する可能性があること。

<u>マイコトキシン検査のためのバルクマテリアル/不均質ロットを対象としたサンプリングプランの開発</u>

設置された EWG の ToR には含まれていない、(マイコトキシン検査のための)バルクマテリアル/不均質ロットを対象としたサンプリングプランの開発理由について、EWG 議長国であるニュージーランドは、前回会合においてバルクロット/不均質ロットを対象とした受け入れサンプリングへの強い関心が示されたためと説明している。またアフラトキシンが対象の一部となっていることについては、CXG 50 の改訂並びに情報提供文書の開発を通じて“General standard for contaminants and toxins in food and Feed”(CXS 193-1995)を点検した結果であり、これら品目と分析対象との組み合わせを対象とする別のサンプリングプランについても考察がされたためであるとしている。CXS 193-1995 に収載されているサンプリングプランについて点検すべき点の一部として、具体的に以下が挙げられてもいる。

・CXS 193-1995 に示されたインクリメント数では、健康危害につながる可能性のある汚染を見逃す可能性がある。

・通常、単一のコンポジットサンプルが分析されており、これはロットにおけるマイコトキシン濃度の平均化を意味する。ロットの中に高濃度汚染された部分があったとしても、分析結果は上限濃度未満や検出限界未満になる可能性がある。

・リスクに基づく方法に比べ、ベイズアプローチに基づく方法がより適切である。

CCMAS 第 44 回会合において本件に関して得られた合意は以下の通りである。

・マイコトキシン検査のためのバルクマテリアル/不均質なロットを対象としたサンプリングプランの開発を目的とした討議文書の作成を継続すること。次回会合において検討するためのサンプリングプランの提案を含み、本決定を Codex 汚染物質部会(CCCF)に知らせること。

・マイコトキシン検査のためのバルクマテリアル/不均質なロットを対象としたサンプリングプランの開発は CCCF との密接な連携の下で行うべきこと。

第 44 回会合において再設置が合意さ

れた EWG の ToR は以下の通りである。
・第 44 回会合における合意事項に沿って検討すること。
・CCMAS 第 45 回会合に提示するために、マイコトキシン検査のためのバルクマテリアル/不均質なロットを対象としたサンプリングプランに関する討議文書を作成すること。
要点：CCMAS 第 43 回会合(2024 年)において、議題 6.1 としてとりあげられた情報提供文書の開発を検討する EWG の議長国であるニュージーランド並びに共同議長国であるドイツが、突如として CXS 234-1999 に含まれるサンプリングプランの見直し並びにそれに関連する討議文書の作成を提案した。これは、現在、分析法に関して行われている CXS 234-1999 の点検の対象をサンプリングプランに拡張することを意図してのことと想像される。また、CXG 50 並びに情報提供文書では十分に検討することのできなかったバルクロットを対象とした標準的なサンプリングプランを設定しようとする思惑を感じ取ることもできる。

なお、第 43 回会合において合意された EWG の ToR は以下の通りであった。
・含めるべき情報、その情報の様式を決定するために、CXS 234-1999 に含まれる全てのサンプリングプランを点検するための討議文書を作成する。
・討議文書では、CXS 234-1999 にサンプリングプランを収載するための現在の手続きを点検する。
・CXG 50-2004 に沿って開発された、またその他の由来を持つサンプリングプランに関して、CXS 234-1999 に収載される可能性のあるサンプリング情報について検討する。

EWG では、これらの付託事項を検討することになっていたが、提出された討議文書に含まれた情報は不十分であり、議場においても実質的な議論は行われなかった。ただし、(アフラトキシン検査のための)バルクロットを対象としたベイズアプローチに基づくサンプリングプランの検討が必要であるといった ToR 外の事案の提案がされたことから、各国から様々な意見が提出された。わが国からは、アフラトキシン検査のためのサンプリングプランについては CCCF において、汚染実態データに基づく統計学的検討の結果として実行可能性を考慮した合理的なサンプリングプランへの合意が得られているところであり、そのサンプリングプランに対して CCMAS が何らかの検討を行うのであれば、CCCF との密接な連携が必要である旨を意見し、EU が支持を表明した。EWG からどのようなサンプリングプランが提出あるいは課題が抽出されるか現時点では不明であるが、これまでの合意を反故にし、食品の国際貿易を混乱させるような提案がされないように注視し、必要に応じて意見を述べることが重要である。なお、今次会合のために作成された討議文書は、EWG 内で回覧・議論等されることなく、会合開催直前に公開された。本来は、そのような手続き上の問題を Codex 事務局が指摘すべきとも考える。場合によっては、わが国から事務局説明を求めるような発言をすべ

きである。

C.D.-1-8 議題 7 食品マトリクスにおける硝酸並びに亜硝酸イオン定量のための数的性能規準

CCFA 第 51 回会合(2019 年)において、硝酸並びに亜硝酸の投下量並びに残留濃度を食品添加物の一般規格(the General Standard for Food Additices; GFSA, CXS 192-1995)において設定することが決められたこと、及び CCFA 第 52 回会合(2021 年)が CCMAS に対して、乳製品(チーズ)、肉類、そして魚介類における代表的な分析条項に対して提案される残留濃度を定量するための方法開発を含む、分析法に関連する具体的な質問に回答することを要請したことを受け、CCMAS 第 42 回会合(2023 年)において米国を議長国とする EWG が設置された後、継続して検討が進められてきた。

今次会合においては、議長国である米国に加え共同議長国を務めたオーストラリアが、特定の食品マトリクスにおける硝酸及び亜硝酸を対象とする分析法の数的性能規準の設定、与えられた上限基準(ML)及び最低残留濃度の両方に適用可能な分析法情報の提供、分析法の分析対象に関する情報の明確化について引き続き検討が行われたことを報告した。

議場での議論の後に、CCMAS 第 44 回会合においては以下への合意が得られた。

・特定の食品マトリクスに含まれる硝酸及び亜硝酸を定量するための分析法に対して数的性能規準を設定すること。

・合意した数的性能規準及びそれを満たす分析法に関する情報等を CCFA に送付すること。

要点：CCFA による硝酸と亜硝酸の管理は、意図して添加された際の投下量と残留濃度の両方を対象に、様々な食品マトリクスに対して行われる。この目的を達成するために必要な分析法の数的性能規準の設定と、設定された数的性能規準を満たす分析法の例示が CCMAS に付託された。CCMAS は回付文書を送付し、各国から硝酸と亜硝酸を対象とする分析法の情報を集め、性能評価データを解析して数的性能規準を導出した。検討の過程において、一部の品目については妥当性確認が行われておらず数的性能規準を満たす分析法が存在しないことが明らかになったため、その情報も併せて CCFA に回答することとなった。わが国においても、特に亜硝酸の摂取に関する懸念が社会にはあることから、今後の CCFA の動向を注視するとともに今回の CCMAS による検討結果を有効に活用することが期待される。

C.D.-1-9 議題 8 予防的アレルゲン表示のための分析法

CCFL 第 47 回会合に(2023 年)おいて、予防的アレルゲン表示に関連して標準化された分析法並びにサンプリングに関する助言を CCMAS に求めるとされたことを受け、CCMAS 第 42 回会合において米国を議長国、英国を共同議長国とする EWG を設置し、各種アレルゲンを対象とする分析法の情報収集、並びに

近年発行された妥当性確認のためのガイダンス文書の解析等が進められてきた。前回会合においては、世界中で使用されているアレルゲン分析法のリストが示された一方で、使用される分析法へのコンセンサスがないことや、Codex 委員会の枠組における分析法の Typing システムにおいてアレルゲン分析法をどのように扱うのかといった課題も抽出された。さらに、CCFL からの要求を十分に満たしていないとの結論から、米国を議長国、英国を共同議長国とする EWG を再設置し検討が継続されていた。しかし、作成された討議文書が公開されたのは CCMAS 第 44 回会合の直前(4 月 25 日)であり、十分な議論ができていないとして議場での議論は行われず、米国を議長国、英国を共同議長国とする EWG を再設置し、以下を ToR として継続検討することだけが合意された。

・これまでに収集された分析法の情報を、利用可能な妥当性確認ガイドライン及び性能規準に照らして点検する作業を完了させること。

・分析法並びに分析法の妥当性確認に関する記述を単純化すること。

・CCMAS 第 45 回会合において検討するために、CCFL 第 49 回会合への返答案を作成すること。

・少なくとも会合開催の 3 ヶ月前には、Codex 事務局に報告書を提出すること。

要点:議場において議論されなかったため、特に抽出すべき課題はない。分析法が有する特性のため、CCMAS が特定のアレルゲン分析法を承認することはないと考える。しかし、そのことが CCFL が検討している予防的アレルゲン表示においてどのように考慮されるかは、わが国の表示制度や食品の輸出入への影響を評価する上でも重要であるため、引き続き本議論の動向を注視すべきと考える。なお、CCFL からはサンプリングプランに関する助言提供も要請されているが、再設置された EWG においては取り扱わないことが確認されている。

C.D.-1-10 議題 9 CXS 234-1999 において同定される分析原理の名称並びに様式の整合

CXS 234-1999 における分析法は、現在、①品目名、②分析条項、③分析法名(分析法の規格番号)、④分析原理、⑤分析法の Typing により記述されている。しかし議題 4 として報告した CXS 234-1999 の点検を進める中で、分析原理の名称やその記述様式の不整合が課題として抽出された。そこで CCMAS 第 42 回会合において、本課題の討議文書をブラジルが作成することに合意した。第 43 回会合(2024 年)においては、分析結果に直接関連する技術に即した名称を分析原理に付けるべきことや、分析条項の名称は品目規格の記載に一致させるべきこと等が議論された後、ブラジルを議長国、チリを共同議長国とする EWG を設置し引き続き討議文書を作成することで合意した。

今次会合においては、まずブラジルが EWG における検討結果を要約するとともに、分析法に関する用語の整合や分析原理や分析条項名称の様式開発が、今後 Codex ウェブサイト上での公開が予定

されている分析法のデータベースを構築する上でも役立つことを説明した。

EWG が作成した討議文書には、以下の別添文書並びに付属文書が添えられていた。

・別添文書 I : CXS 234-1999 における分析原理及び分析条項の名称並びに様式の整合に関する討議文書

・付属書 A:分析原理

・付属書 B:分析原理に関する頭字語及び略語

・付属書 C:標準分析法参照元の頭字語のリスト

・付属書 D:分析条項のリスト

ブラジルは上記の別添文書 I 並びに付属書 A から付属書 C までを既存の情報提供文書“Comprehensive guidance for the process of submission, consideration, and endorsement of methods for inclusion in CXS 234”に含めることを提案し、米国はそれを支持した。今次会合においては、まず、別添文書 I 及び付属書 A から付属書 C について議論し、さまざまな修正を行った。その結果、付属書 A については点検が不十分であり、公開の準備ができていないとされた。

付属書 D は分析条項のリストである。本来、分析条項は規格策定の権限を有する個別品目部会が設定するものであり、CCMAS にはそれを修正等する権限はない。そのため、付属書 D の検討を先に進めるためには、個別品目部会やその他の関連部会との協働が必要であることが確認された。また、休会中あるいは散会した部会等があることに関して Codex 事務局は、CCMAS が分析条項の修正を必要とする場合には、CAC に意見を求めなければならないと説明した。最終的に、今次会合では以下が合意された。

・討議文書の別添文書 I の表題を“Harmonization of names for principles in CXS 234-1999”(CXS 234-1999 における分析原理の名称の整合)に改め、付属書 A から付属書 C を含め、将来的には“Comprehensive guidance for the process of submission, consideration, and endorsement of methods for inclusion in CXS 234”に含めることを目的として、継続検討すること。

・付属書 D の分析条項のリストに関しては、その対象を①校正のみ必要あるもしくは修正が必要ないもの、②活動中の個別品目部会等に権限があるもの、③休会中あるいは散会した部会に権限があるものに区別して議論を継続し、対応する勧告を行うこと。

・上記検討のために、ブラジルを議長国、チリを共同議長国とする EWG を再設置すること。

要点：本議論においては、分析条項は、それを含む食品規格等を策定した部会にしか設定や修正ができないことが重要な要素となる。これは、その規格により意図された物質等を分析条項として設定するためであり、CCMAS がいかに分析の観点からは正しく整合が必要だと考えたとしても、規格策定の意図を確認せずに修正等することはできない。仮に、CCMAS による今後の分析法の承認において、分析条項の記述やその設定意図に分析上の疑問が生じるのであれば、

その時点において、個別品目部会等に照会することが大事であると考える。本件は、どのような食品規格の策定においても共通する基礎的な事項であるため、わが国における食品規格の策定においても留意すべきである。

C.D.-2 Codex ガイドライン等の翻訳

本研究においては、国内における Codex 文書の利活用の促進を期待し、これまでにも複数の Codex ガイドライン等の翻訳や解説を行ってきた。今年度研究においては 2025 年 5 月 21 日付けで Codex ウェブサイト上に公開された情報提供文書「測定値の不確かさ推定手順」(原題：Procedure for the Estimation of Measurement Uncertainty)を翻訳した。翻訳した情報提供文書を別添 1 に示す。

当該情報提供文書は、分析値の品質を表現するための不確かさの具体的な推定方法を説明している。食品規格への適合判定を分析目的として想定して良く、その目的に沿った分析値の不確かさをどのように推定すべきか具体例が示されている。

やもすると机上の空論として説明されがちな不確かさについて、実用性や実行可能性も踏まえた記述がされており、食品分析を実施する試験所が不確かさを推定する際の参考にされることが期待される。

C.D.-3 CCCF 第 18 回会合において扱われた議題のうち、CCMAS との関連性が高い 2 つの議題

CCCF 第 18 回会合の議題のうち、CCMAS への付託が予想される分析・サンプリング法に係る 2 議題について整理・解析した結果を以下に示す。

議題 7. 特定のスパイス類中の総アフラトキシン及びオクラトキシン A に関するサンプリングプラン(ステップ 7)

CCCF 第 12 回会合(2018 年)において、スパイス類のかび毒汚染の防止及び低減に関する実施規範(CXC 78-2017)に沿った取組を実施し、実施 3 年後に新たに収集する実態調査データ等に基づき、スパイス類中の総アフラトキシン及びオクラトキシン A の最大基準値(Maximum Limit; ML) の設定について議論を再開することに合意した。この合意を受け、CCCF 第 14 回会合(2021 年)以降に乾燥トウガラシ及びナツメグ中の総アフラトキシン、並びに乾燥トウガラシ、パプリカ及びナツメグ中のオクラトキシン A の ML 設定について議論を進め、CCCF による合意の得られた ML 案が 2023 年に開催された第 46 回 Codex 総会(CAC)で最終採択された。続く CCCF 第 17 回会合(2024 年)では、策定された ML に関連するサンプリングプラン原案が検討され、概ね合意に至ったことから、ステップ 5 で CAC の予備採択に諮ることとされた。また、サンプリングプランの最終化に向けて、インドを議長国とする EWG においては、粉末スパイスのサンプリングプランの修正及び分析法の数的性能規準(Numerical Performance Criteria; NPC)の開発を検討することが確認されていた。

今次会合において EWG/PWG 議長国であるインドは、EWG 及び会合前日に

開催された PWG での議論を踏まえ、CRD32 として配布されたサンプリングプラン改定案について、CCMAS に承認を求めた上で CAC の最終採択に諮るよう提案した。CRD32 により示された議論の要点及び変更点は下記の通りである。

・香辛料の貿易価格が高いことを考慮し、大粒香辛料(whole のナツメグ、乾燥とうがらし及びパプリカ)に対するインクリメントサンプルの重量は 100 g とする(CCCF 第 17 回会合において合意された値を維持)。

・ロット重量範囲の定義の重複を避けるため、粉末香辛料におけるインクリメントサンプルの重量を 80 g とする。それに伴い、対応する合一サンプル重量を修正する。

・Codex 委員会の慣行に従い、世界各国の検査機関が達成可能なように、分析法の数的性能規準を国際標準に整合させる。

・ML は総アフラトキシンのみに設定するとする CCCF 第 11 回会合(2017 年)の決定に従い、EWG で提案された AFB_1 に対する個別の ML 設定提案を削除する。

議場では、提案されたサンプリングプランは概ね支持された。一方 EU は、過去に合意された木の実に対する総アフラトキシンのサンプリングプランにおいてインクリメントサンプルの重量は 200 g に設定されていること、また、大粒香辛料の汚染パターンは木の実と同様に不均一と予想されることから、大粒香辛料のインクリメントサンプルの重量を 100 g ではなく 200 g とすることを主張し、インドネシア、トルコ等もこれを支持した。本会合では、香辛料が高価であることを考慮し、最終的にインクリメントサンプルの重量を 100 g に維持することに合意した。

また、わが国の提案を受けて、ロットの適合判定の規則を「試験結果がコーデックスの ML 以下であればロットを受け入れ、それ以外はロットを拒否する」と修正することに合意した。これは General standard for contaminants and toxins in food and feed (GSCTFF, CXS 193-1995)で現在使用されているサンプリングプランの適合判定規則と整合させるための修正であり、当該修正はセクション B 及び C にも適用されることとした。

今次会合で行われた変更を含めて広く支持が得られたことから、CCCF は本サンプリングプランについて、CCMAS 第 45 回会合(2026 年)による承認、第 49 回 CAC(2026 年)による最終採択及び CXS 193-1995 への収載の準備が整っているとして合意した。

以上の議論を踏まえ、CCCF は本サンプリングプランについて、CCMAS 第 45 回会合による承認を求め、第 49 回 CAC による最終採択に諮ることに合意した。

要点：議論が紛糾した大粒香辛料に対するインクリメントサンプルの重量については、最終的に 100 g とすることで合意が得られた。大粒香辛料は流通ロットが小さく、かつ単価が高いことから、インクリメントサンプルの重量を 200 g とした場合、ロットから採取する

サンプル量が大きくなり経済に大きな影響を与える。インクリメントサンプルの重量を 100 g とすることの妥当性を示す明確な科学的根拠はないものの、200 g とした場合の経済的影響の大きさが考慮され、100 g とすることで合意された。

議題 15. 関連するサンプリングプランにおいて、構成成分の総量という概念を用いた総アフラトキシンの分析法に関する数的性能規準のレビュー

CCMAS 第 42 回会合(2023 年)より、General standard for contaminants and toxins in food and feed (GSCTFF, CXS 193-1995) に収載されている総アフラトキシンの分析法の既存の数的性能規準に代えて、構成成分の総量(sum of components)という概念を用いた数的性能規準を策定するよう要請を受けた。これを受け、CCCF 第 16 回会合(2023 年)においては、乳幼児用製品を含む特定の穀類及び穀類製品中の総アフラトキシン分析法の数的性能規準が検討され、CCMAS 第 42 回会合(2023 年)による修正を経て、第 46 回 CAC (2023 年)で最終採択された。なお、当該数的性能規準は、4 つのアフラトキシン分子種(AFB_1, AFB_2, AFG_1 及び AFG_2) の存在比を 1:1:1:1 と仮定した上で導出された。

本検討の有志国であるブラジルは、CCMAS の助言に従って採用されたアプローチ及び手続きマニュアルに記載された Guidelines for Establishing Numeric Values for Method Criteria に基づく数的性能規準設定のガイドラインについて説明した。その上で、加工用落花生、直接消費用木の実類及び加工向け木の実類、並びに乾燥イチジクについて、既に最終採択されている乳幼児用製品を含む特定の穀類及び穀類製品中の総アフラトキシン分析法の数的性能規準に準拠した数的性能規準案を提案した。また、CCCF に対し、本数的性能規準案を検討し、CCMAS に承認を求めた上で分析・サンプリング法規格(CXS 234-1999)へ収載することを提案した。

議場では、複数の国及び機関から、数的性能規準の開発アプローチに関して懸念が示された。総アフラトキシンは分析対象物質ではなく、通常は AFB_1, AFB_2, AFG_1 及び AFG_2 の合計として定量される。このため、総アフラトキシンを対象とした LOQ の数的性能規準を設定することにより、実際には個別のアフラトキシン分子種が定量されているにも関わらず、総アフラトキシンとしての定量結果は LOQ 未満と報告される可能性があると指摘された。また、総アフラトキシンの数的性能規準がどのように設定されたのか説明を求める意見もあった。

ブラジルからは、本アプローチは乳幼児用食品を含む特定の穀類及び穀類加工品に対して CCMAS が適用したアプローチと同じ手法である旨改めて説明がなされた。これを受けて、構成成分の総量に対する数的性能規準の設定は複雑な問題であり、Codex ウェブサイトに掲載された情報文書 Information document on criteria approaches for

methods which use a‘sum of components’では、数的性能規準はケースバイケースで設定すべきとされていることが確認された。また、今後の数的性能規準の開発及び見直しに向けて、本アプローチに関する CCMAS からの明確な説明が有用であるとの意見が提出された。さらに、LOQ は分析値が LOQ 未満の場合の GEMS/Food database への必須入力項目の 1 つであり、採用されるアプローチはデータ提出にも影響を及ぼす可能性があるため、構成成分の総量に対する数的性能規準の設定について明確な指針が必要であることが指摘された。

上記の議論を経て、CCCF は数的性能規準を CCMAS に送付して検討及び承認を求めることについて概ね合意した。あわせて、議場で表明された懸念も踏まえ、数的性能規準を総アフラトキシンに対して設定すべきか、もしくは個別のアフラトキシン分子種に対して設定すべきか、また、総アフラトキシンに対して数的性能規準を設定する場合、分析結果をどのように報告するかについて、CCMAS からの助言を求めることに合意した。

Codex 事務局からは、数的性能規準の承認及び採択手続きについて説明がなされた。CCMAS により承認された数的性能規準は CXS 234-1999 に収載されること、また、それに伴い、CXS 193-1995 に収載されている現在の数的性能規準及び関連する記述を削除し、CXS 234-1999 への参照に置き換える形で修正されることが説明された。

以上の議論を踏まえて、CCCF は以下について合意した。

・数的性能規準を CCMAS 第 45 回会合(2026 年)に送付し、本数的性能規準について承認及び CXS 234-1999 への収載を求める。

・Codex 事務局に対し、CCMAS が新たな数的性能規準を承認した後、現在の数的性能規準及び関連する記述を CXS 234-1999 への参照に置き換えることにより CXS 193-1995 内の関連する記述を修正し、CAC に通知するよう要請する。

・数的性能規準を総アフラトキシンに対して設定すべきか、もしくは個別のアフラトキシン分子種に対して設定すべきか、また、総アフラトキシンに対して数的性能規準を設定する場合、分析結果をどのように報告するかについて、CCMAS 第 45 回会合(2026 年)に助言を求める。

要点：CCCF 第 16 回会合(2023 年)において、乳幼児用製品を含む特定の穀類及び穀類製品中の総アフラトキシン分析法の数的性能規準が検討された際には、AFB_1 とそれ以外の 3 つの分子種との存在比を 50:50 と仮定した上で数的性能規準を設定する旨合意がなされた。しかし、その後の CCMAS 第 42 回会合(2023 年)において、各分子種の存在比は 1:1:1:1 に修正され、全ての分子種について同一の数的性能規準が設定されることとなった。この修正は、分析の実効性等を考慮して行われたものである。前述の通り、乳幼児用製品を含む特定の穀類及び穀類製品中の総アフラトキシン分析法の数的性能規準は第 46 回 CAC において既に最終採択されてい

るが、各分子種の存在比を 1:1:1:1 として数的性能規準を設定することについて、CCCF における理解が十分に深まっていないものと思われる。今後、CCMAS より本アプローチに関する明確な指針が示されれば、今回提起された懸念については一定の整理がなされるものと期待される。なお、2027 年に JECFA でリスク評価が行われる予定の有機フッ素化合物 (Per- and Polyfluoroalkyl Substances; PFAS) についても、構成成分の総量に対して ML が設定された場合には今回と同様の議論が生じる可能性があり、今後の動向を注視する必要がある。

E. 研究発表

1. 論文発表

Yuan X, Matsuda R, Hayashi K, Toda M, Watanabe T: Pesticide residues in Japan's food supply: insights from 2013–2023 monitoring data. Food Addit Contam Part A. 42(10), 1365-1379, (2025).

渡邉敬浩:食品規格の実効に必要な分析の国際整合, 食の安全と微生物検査第1回講演会, 微生物検査,115(1), 5-18 (2025)

渡邉敬浩, 岩崎司:渡邉さんに聞いてみた, 乳業技術, 75, 2025, 78-84, (2026)

渡邉敬浩:安全で安心な乳・乳製品を消費者に届けるためにーなぜ、乳等命令理化学分析法の見直しが必要なのかー分析法の妥当性確認と国際整合が果たす役割, 乳業技術, 75, 2025, 1-26, (2026)

渡邉敬浩:有害物質等分析法の妥当性確認ガイドラインの改正について, 食品衛生研究, 76(3), 19-25 (2026)

2. 学会発表

渡邉敬浩:食品規格の実効に必要な分析の国際整合, NPO 法人　食の安全と微生物検査シンポジウム_食のリスクマネジメントにおける国際整合性, (2025. 6.12)

吉成知也, 渡邉敬浩, 木村浩也, 栗原龍, 佐藤英子, 後藤麻美子, 福光徹, 朝倉敬行, 原有紀, 谷口賢, 鳥井昭良, 石田和暁, 榎田剛, 川西美穂, 中田俊芳, 七戸八重子, 座間俊輔, 大西貴弘: 小麦と大麦中のオクラトキシン A 分析法の検討, 日本食品衛生学会第 121 回学術講演会 (2025. 10.23)

渡邉敬浩: 食品分析試験所のこれからのために-品質保証の振り返りと国際整合を踏まえた乳等命令理化学分析法の見直しについて, (公)日本乳業技術協会生乳検査技術者連絡会 (2025. 12.19)

表 1 CCMAS 第 44 回会合の仮議題(CX/MAS 25/44/1)を参照し作成

議題	内容
1	議題の採択 (Adoption of the Agenda)
2	Codex総会及び他の部会からの付託事項 (Matters referred to the Committee by the Codex Alimentarius Commission and other subsidiary bodies)
3	Codex規格に含まれるCodex分析法条項並びにサンプリングプランの承認 (Endorsement of methods of analysis provisions and sampling plans in Codex standards)-Comments in reply to CL 2024/08/MAS
3.1	Codex他部会から提出された分析並びにサンプリング法 (Methods of analysis and sampling submitted by Codex subsidiary bodies)
4	CCMAS第43回会合からの継続事項 (Matters pending from CCMAS43)
4.1	キノアにおけるたんぱく質分析法 (Comments in reply to CL 2024/91-MAS)
4.2	ホエイパウダーにおける水分の定量分析法 (Determination of moisture content in whey powder)
5	CXS 234に収載されている分析・サンプリング法の点検 (Review of methods of analysis in CXS 234)
5.1	フルーツジュースを対象とする分析法の作業用パッケージ (Fruit juices workable package)
	CL 2025/16-MASに対するコメント
5.2	カカオ製品及びチョコレートを対象とする分析法の作業用パッケージ (Cocoa products and chocolate workable package)
	CL 2025/17-MASに対するコメント
6	サンプリングプラン
6.1	情報提供文書:サンプリングの一般ガイドライン−サンプリングプランアプリケーションを含むe-book (Information document:General Guidelines on Sampling (CXG 50-2004)-e-book with sampling plans applications)
	CL 2025/18-MASに対するコメント
6.2	CXS 234に収載されているサンプリングプランの点検
7	食品マトリクスにおける硝酸並びに亜硝酸イオン定量のための数的性能規準 (Numeric performance criteria for the determination of nitrate and nitrite ions in food matrices)
8	予防的アレルゲン表示のための分析法 (Methods of analysis for precautionary allergen labelling)
9	CXS 234において同定される分析原理の名称並びに様式の整合 (Harmonization of names and format for principles identified in CXS 234)
10	分析法に関する国際機関間会合の報告 (Report of an inter-agency meeting on methods of analysis)
11	その他の事項及び今後の作業 (Other business and future work)
12	次回会合の日程及び開催地 (Data and place of next session)
13	報告書の採択 (Adaption of report)

測定値の不確かさ推定手順　(Codex website に公表)

緒言

測定の結果はその不確かさに関する情報を伴うべきである。その情報は、測定結果の品質を示し、他の測定結果あるいは参照値との比較を意味あるものにする。測定値の不確かさの表明がなければ、測定結果は必然的に不完全であり、適切に解釈できない。

本文書は、試験所自体に由来する不確かさの原因、つまり試験所サンプルから始まり測定結果に終わる手順と条件、に関わる情報を提供する。サンプリング不確かさの問題、および試験所サンプルがコンテナ中の内容を代表する程度については、本情報文書では言及しない。それらの問題は、General Guidelines on Sampling (CXG 50-2004) [13]で扱われる。

測定値の不確かさは、“測定量に合理的に帰属しうる値のばらつきを特徴づける”パラメータと定義される、GUM　2.2.3 [1]を参照。本文書の目的は、この定義が意味することを明確にし、測定値の不確かさ評価のための異なるアプローチが互いにどのような関係にあるか、を理解するために必要な情報を提供することである。従って、この文書では背景にある情報を示し、測定値の不確かさの正しい評価と解釈の中心となる基本的概念を明らかにする。第一に、トップダウンとボトムアップアプローチを記述して比較する。次に、トップダウンアプローチの基本モデルを示す。これにより、測定値の不確かさの基本的概念の側面のいくつかを解明する。議論の途上において、測定量という用語が説明され、不確かさ要因のさらに一般的な分類を基礎として、トップダウンとボトムアップアプローチの関係がより明確となる。標準偏差の値のような、ばらつきのパラメータ推定における統計的不確かさの問題にも言及する。さらに観測値の数の統計的不確かさへの影響も考察する。サブサンプリングとマトリクス効果の評価デザインを含む、トップダウンアプローチにおける異なるコンポーネント評価に特有のデザインを示す。最後に、測定値の不確かさがどのようにサンプリングプランに影響するかを示す例を図示する。

2　トップダウンアプローチとボトムアップアプローチ

用語“ボトムアップアプローチ”は、インプット変数と測定結果の関係を示す式を基礎として測定値の不確かさを計算するアプローチ全般を示すために使用される。測定における不確かさの表現のガイド(GUM)[1]4.1.1 には次のように記載されている：多くの場合、測定量 Y は直接測定されず、他の N 個の量　X_1、X_2・・・X_Nから、関数関係 f(モデル)により決定される。

$$Y = f(X_1, X_2, \ldots . X_N)$$

このアプローチでは、入力変数 X_1、X_2・・・X_Nから測定結果 Y が計算されることを強調せねばならない。アナライト濃度は測定結果の一例であり、吸光度、ピーク面積、信号強度は入力変数の例である。

他方のアプローチは、EURACHEM/CITAC Guide CG4 [2]および ISO 21748 [4]に記述されており、分析法バリデーションデータを利用する。EURACHEM Guide [2]7.6.1 には、“分析法のバリデーションのために実施され、公表されたコラボラティブスタディ[…]は、不確かさ推定値を支持するためのデータの貴重な供給源である”と書かれている。このアプローチでは、入力変数と測定結果の間の“関数関係”は存在しない。むしろ、異なる測定条件下で得られた結果と観測された全体の変動が、個々のコンポーネントに分配される。このアプローチはしばしばトップダウンアプローチと呼ばれる。

トップダウンアプローチにおいて、“不確かさ推定値を支持する”ために使用できる精度の測定値を得るためには、2 つの主要な実験、単一試験所(インハウス)と複数試験所(コラボラティブ)スタディ、が行われる。これら 2 つのタイプの実験で得られる精度の測定値は、常に同等とは限らないことを強調すべきである。それでも、適切な不確かさ要因が考慮されない場合、複数試験所スタディからの

情報を、それに続く単一試験所実験で補うことが有用なことは多い。

2 つのアプローチの大きな違いは、ボトムアップアプローチが実際の測定メカニズムの物理化学的考察から始まるのに対し、トップダウンアプローチは異なる測定結果間の変動が直接観察可能なデータセットから始まる点である。この観点から、ボトムアップアプローチは理論的である一方、トップダウンアプローチは経験的であると言えるだろう。

これに関係して、ボトムアップアプローチにおける出発点は入力変数と測定結果の関係であり、トップダウンアプローチの出発点は総分散と個々のコンポーネントの分散の関係であることが特徴である。

通常のトップダウンアプローチにおけるコンポーネントの数は小さい[1]のに対して、ボトムアップアプローチにおける入力変数の数は極めて大きくなり得ることが、両アプローチ間の最終的な違いである。この理由から、ボトムアップアプローチにおいては、すべての入力変数に伴う信頼できる不確かさを推定する実験の実施は現実的でないことが多い。実際のボトムアップアプローチでは、それぞれの要因に関連して起こると予想される誤差の大きさに関する事前情報を含めることが、明示的に許容されている(タイプ B 評価)。

ボトムアップアプローチの場合、結合(全)不確かさの計算に 2 つのオプション、線型近似とモンテカルロ法(MCM)、がある。

1 コンポーネントの数は、分析法バリデーションスタディの実験計画に直接従う。

ボトムアップアプローチ：線型近似

第一のオプションは、しばしば不確かさの伝播則と呼ばれる。異なる入力変数間に相関がなければ、標準偏差として表される結合不確かさは、次式で得られる。

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_i \cdot u_i^2}$$

u_cは結合不確かさ、u_iは入力変数 i に伴う不確かさ、c_iは対応する感度係数で、通常は偏微分$c_i = (\frac{\partial f}{\partial x_i})^2$である。GUM [1]の 5.1.2 および 5.1.3 を参照。

ボトムアップアプローチ：モンテカルロ法

第二のオプションはモンテカルロ法(MCM)の適用である。この方法は線型近似より望ましく、線型近似により得られた測定値の不確かさ推定値の確認に用いることができる。モンテカルロ法は、簡単に言えば測定過程のコンピュータシミュレーションであり、また(統計的用語では）“Xi の確率密度関数からの繰り返しサンプリングとそれぞれのケースのモデルの評価”である。[3]の 5.9.1 を参照。このオプションは分布の伝播とも呼ばれる。実際には、シミュレーションランの数(それぞれの入力変数がサンプリングされる数）は 10^6 オーダーであるため、このオプションの実施にはソフトウェアが必要である。関数 f が極度に非線型であるならば、MCM の使用が推奨される。たとえば、標準添加法のモデルは

$$Y = \frac{a}{b}$$

となる。このモデルにおいて、b は

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}$$

として計算される傾きのパラメータであり、x_i は添加された標準の濃度(平均$\bar{x}$)、y_i は対応する応答値(平均$\bar{y}$)、aは

$$a = \bar{y} - b \cdot \bar{x}$$

により計算される切片である。

個々の x_i 変数の値の不確かさは、参照標準物質の認証値から得られるが、変数 y_i の値の不確かさは回帰分析 [2](残差の標準偏差)から得られる。

2　厳密には、x 軸と y 軸両者の観測に伴う誤差を考慮した線型回帰アプローチ(デミング回帰)を適用すべきである。

このようなモデルでは、線型近似により得られた結果と MCM により得られた結果が、かなり異なることがありうる。MCM 計算では、測定量の分布が非対称かどうかも示される。例えば、標準添加法の場合の測定量 $Y = \frac{a}{b}$ の分布は、通常右に歪んだ形となる。

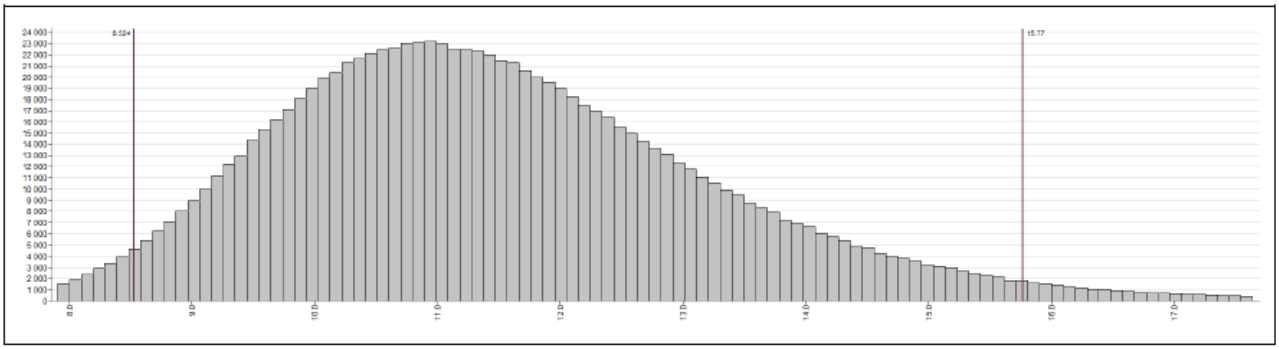


Figure 1 10^6 回の MCM ランにより得られた標準添加の測定量$Y = \frac{a}{b}$ の右に歪んだ分布

すべての関連する不確かさの寄与がモンテカルロモデルに含まれると確信できないならば、この後に説明するトップダウンアプローチに頼ることが提案される。

トップダウンアプローチ

トップダウンアプローチの場合、試験所間分散、および併行分散のような、異なる分散成分を足し合わせて、全体の測定値の不確かさが得られる。繰り返し測定の数は考慮すべきである。例えば、最も簡単な場合、全標準不確かさは下式で得られる。

$$u = \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{n_r}}$$

s_L は試験所間の標準偏差、s_rは併行の標準偏差、n_rは最終的測定結果となる平均値を得るための繰り返し数である。 これ以上の情報は ISO 21748 [4].を参照。

3　トップダウンアプローチの基本モデル

本セクションでは、トップダウンアプローチの基本モデルを議論する。このモデルは試験所間バリデーションスタディ(コラボラティブスタディとしても知られている)のデータが得られるという前提に立っている。このようなスタディは分析法の性能の特性を示すために行われる。特に、分析法の精度 [3] の特性が、“不確かさ推定値を支持する”ために使用される。背景となる情報については ISO 5725 シリーズ、特に Part 2[5]を参照。

3　精度は特定の条件下で得られる独立した測定結果間の一致の程度と定義される ([8]の 2.15 の書き換え)。例えば、室間精度は異なる試験所の結果間の一致を特徴づけ、併行精度は同じ試験所において同一に近い条件下で得られた結果間の一致を特徴づける。測定値の不確かさ推定の導出に精度を使用できる。しかし、精度と測定値の不確かさを混同してはならない。

基本モデルを以下に示す

測定値 Y
　　= 真の値 ＋ 分析法バイアス(試験所およびマトリクスにわたる平均値)+ マトリクス特有のバイアス
　　＋　試験所バイアス　＋　併行誤差

詳細については[6]および[7]を参照。インハウス法の場合は、バイアス項が中間効果(異なる日に行われた測定から、あるいは要因計画から得られる)で置き換えられる。ISO TS 23471 [20]および 9.1 を参照。

以下に、基本モデルの個々の項を議論する。

真の値

通常は真の値は未知である。分析法、サンプル、試験所間の平均によって推定できる(単なる近似に過ぎない結果となることも多い)。しかしながら、GUM [1]においては、測定値の不確かさは真の値を参照することなく定義され、“測定量に合理的に帰属されうる値のばらつきを特徴づける….”パラメータと定義されていることに注意することが重要である。これ以降、関連するすべての規格およびガイダンス文書(EURACHEM [2], VIM [8])において、この定義が採用されている。このことが、測定値の不確かさの推定における真の値の役割がなくなったことを意味するものではない。

しかし、測定値の不確かさの評価において考慮すべきは、真の値と測定結果の(使用できない)違いではなく、バイアス補正の不確かさである。言い換えれば、(使用できない)真の値自体からバイアス推定の不確かさへ、注目すべき点が移動している。参照標準値とともに参照不確かさの値が得られれば、バイアス補正の不確かさに後者を含められることに注意すべきである。

分析法バイアス(試験所とマトリクスに亘る平均値)

分析法バイアスは、試験所とマトリクスを平均して推定できる。参加する試験所それぞれにおいて、適切な装置と訓練された要員により、適切な条件で測定が行われることが前提である。(認証)参照物質から得られる情報を考慮すべきである。真の値の議論において説明したように、測定値の不確かさの計算への個々の寄与は、このバイアスの推定における寄与と一致する。

マトリクス特有のバイアス(マトリクスの不一致)

多くの場合、分析法バイアスは試験したマトリクスに依存する。言い換えれば、あるマトリクスと他のマトリクス間でバイアスが変動する。そのような効果は、アナライトの抽出がマトリクスの影響を受け、そのためアナライトの一部が回収されないとき、あるいはマトリクスの一部がアナライトとともに抽出され、測定の物理化学的機構で相互作用が起こりバイアスとなるときに現れる。変動全体において対応する成分はマトリクスの不一致成分と称される。基本モデルのこの項に、セクション 7 でリスト化された不確かさ原因のすべてが寄与することに注意することが重要である。

試験所バイアス

多くの場合、分析法バイアスは、その測定を実施する試験所による。言い換えれば、バイアスは試験所ごとに変化する。試験所バイアスの推定と、試験所バイアスの補正の実施は、非現実的あるいは不十分なことが多い[4]。従って、測定値の不確かさ推定で試験所バイアスを考慮するために、試験所の標準偏差(室間精度の成分の一つ)で特徴づけられる試験所バイアス範囲の期待値を、便宜的に利用することが多い。バリデーションスタディに参加する試験所において、適切な条件で、適切な装置と訓練された要員により測定が行われることが前提である。

4　主たる原因は、適切な標準物質がない、中間精度がバイアス推定値に影響する、試験所バイアスがあるマトリクスと次のマトリクスで変わる、という事実である。

併行誤差

この用語は併行測定(つまり、同一に近い試験条件下で行われる独立した測定)の変動を示す。

精度が濃度レベルに依存する場合の注意点

測定値の不確かさにおいて、バイアスを考慮する 2 つの異なる方法がある。

ケース 1：バイアス補正の不確かさ

(認証)標準物質が使用できるなら、バイアスの推定値が得られバイアス補正を行える。バイアス補正を行うならば、測定値の不確かさにバイアス補正の不確かさを含めるべきである。最も簡単な場合は、バイアス補正の不確かさに 2 つの成分が含まれる：実験で得られた平均値$\bar{y}$の不確かさと、参照値xの不確かさである。(この最も簡単なケースではバイアスの推定値は$\bar{y}-x$である。)参照値xの不確かさは証明書から得られる可能性がある(認証標準物質の場合)；しかし、バリデーションスタディで得られる精度データから導くこともできる。

ケース 2：バイアス範囲の予測値

バイアスの推定値がいくつか得られるなら、バイアスの期待幅を測定値の不確かさ推定値に含めることができる。通常は、共同試験の精度データから測定値の不確かさ推定値を導く、トップダウンアプローチで実施される。

実際には、個々の試験所平均値と全平均の差を試験所バイアス推定値と考えれば、試験所間標準偏差s_Lは試験所バイアスの範囲の期待値を特徴づける。同様に、数種のマトリクスから得られたデータがあれば、マトリクスによる試験所バイアスの変動も求められる。このようなアプローチでは、(認証)標準物質の使用は必須ではなく、バイアス補正の実施も必要ない。(バイアス変動の解釈は、すでに補正がなされているかと、参照値に関連して変動が計算されているかに依存する)

4　測定量の特定

測定値の不確かさの定義において、“測定量”の概念は中心的役割を果たしており、バリデーションデータと測定値の不確かさ間のつながりをさらに明らかにするだろう。

測定量の定義の専門性はさておき[5]、測定量の特定には以下の 3 つの成分があることを知れば充分である。

- ヒ素の平均濃度のような性質の特定。測定量の特定のこの部分には、“アナライト”の概念が対応することに注意する。
- 性質が伴う現象、実体あるいは物質の特定。例えば、りんごジュースのあるバッチ。前のセクションで使用された“マトリクス”の概念が、測定量の特定のこの部分に対応する。
- 性質を表現する方法についての参照の枠組みの特定、例えば[ng/ml]。

5　VIM [8]では、測定量は“測定を意図される量”と定義する(定義 2.3)。一方、量は“数値あるいは参照により表される大きさを持つ、現象、物体、物質の性質”と定義される(定義 1.1)。この定義で直接示される例は、“ワインサンプル *i* のエタノールの物質量”である。この定義での“参照”は注 2 で次のように説明されている。“参照は測定単位、測定手順、標準物質、またはそれらの組み合わせでありうる。”

大雑把に表せば、測定量の特定には(1)何が測定されるか？、(2)測定されるものは何の中にあるか？、(3)他の測定結果あるいは関係する値との相互比較を確実にするために測定の結果をどのように表現すべきか？の表明が含まれる。

特に、アナライト濃度の測定が、試験所サンプル、“より大きなサンプル”、あるいはコンテナ中の製品のバッチに対して行われるのか、に関わる情報を測定量の特定に含めるべきである。後者の場合のみ、サンプリング不確かさが関係する(不確かさの異なる原因の概要についてはセクション 7 を参照)。同様に、いくつかの試験所サンプルの測定結果がコンテナ中のバルクの適合評価に使用される場合、個々の試験所サンプルに対応する結果全体の平均値の測定値の不確かさが関係する。

より一般的に言えば、測定値の不確かさは常に試験所サンプルにおいて決定されるとしても、測定値の不確かさの評価では試験所サンプルについて得られるすべての情報を含めることが重要である。例えば

- どこから来たのか？(コンテナなど)
- 同じところからの他のサンプルは試験されたことがあるか？
- 測定結果の使用意図は何か？(適合評価は、個々の試験所サンプルあるいはコンテナに対して行われるか)

例えば、物質の不均質性(根本的変動、セクション 9.4 を参照)による不確かさの寄与を決定するには、アナライト、濃度、粒のサイズにより、かなりの量の作業が必要となる。起源が分かっていれば、不確かさへの不均質性の寄与の新しい推定値を一から得る代わりに、以前に得られた結果を使うことが可能なことがある。

測定量の特定により、バイアス／回収率補正が必要か、そしてどのような形式で補正すべきかを、決定することが可能になる。測定量が回収されたアナライトの量として特定されていれば、回収率の補正は適切ではないだろう。一方、テストサンプル中に存在するアナライトの総量として測定量が特定されているならば、回収率補正は必須となるだろう。

最後に、測定量の徹底的な特定を与えることは、非現実的あるいは不可能かもしれない。この理由から、測定量の特定における曖昧さ(詳細事項の量が限られている)を説明するために、“定義の不確か

さ”(VIM[8]の定義 2.27 参照）と呼ばれる追加の不確かさ成分を含める必要があるだろう。しかし、多くの場合、定義の不確かさは無視できると考えられる。

5　測定量とバリデーションデータの関係

測定値の不確かさの決定にバリデーションスタディの結果を使うならば、そのスタディが同一の測定量を対象にしていることを確実にすべきである。

例 1 : テストサンプル中のアナライト濃度に特定された測定量の測定値の不確かさが、特定の試験所で評価される。使用される分析法は、同一のアナライトでバリデートされたが、試験試料ではなく抽出物ベースである。言い換えれば、バリデーションの測定量は抽出物中のアナライト濃度である。測定値の不確かさを評価するべき測定量は、バリデーションスタディの測定量と異なることになる。したがって、バリデーションスタディの測定結果のばらつきの特徴に基づいて、測定値の不確かさを評価できない。

例 2 : 一連のマトリクスに特定された測定量の測定値の不確かさが、特定の試験所で評価される。使用される分析法は、同一のアナライトで 1 種のマトリクスのみでバリデートされた。測定値の不確かさを評価するべき測定量は、バリデーションスタディの測定量と異なることになる。したがって、バリデーションスタディの測定結果のばらつきの特徴に基づいて、測定値の不確かさを評価できない(マトリクスの不一致項が欠けている、セクション 9.2 参照)。

測定値の不確かさ推定値の支持に使用できるバリデーションデータの条件を以下に示す：

> バリデートされた分析法により測定結果が得られ
>
> バリデーションのスコープに測定量が含まれ
>
> 測定値の不確かさを評価する試験所内の精度(特に室内再現性標準偏差)が、バリデーションスタディで示された分析法の精度と同等

ならば

> バリデーションスタディによる精度推定値を測定値の不確かさの計算に使用できる

注記：この精度推定値は、分析法バイアス補正の不確かさ推定値導出のみに使用可能である。

測定値の不確かさを評価する試験所の分析法実行能力の証拠を与え、その試験所の精度が確実に十分であることのチェックには、ベリフィケーションスタディの実行が必要だろう。

測定値の不確かさ評価におけるバリデーションデータの使用に係るガイダンスのためには、EURACHEM [2]のセクション 7 を参照されたい。

6　経験法と合理法

測定量の定義において、適切な参照を選択できるような十分な情報を、性質の特定に含めなければならない。

- 経験法(Codex におけるタイプ I 分析法)
- 合理法(Codex におけるタイプ II-IV 分析法)

の区別は特に重要である。

EURACHEM [2]のセクション 5.4 に次のような説明がされている。“分析測定において、使用された方法によらない結果を与えることを意図した測定値と、それを意図していない測定値の区別が、特に重要である。後者は経験法あるいは操作により定義される方法と言われることが多い。”

同じ文書のセクション 5.5 では、経験法でない方法は合理法と呼ばれることがあると説明されている。この区別は、ISO Guide 35 [9]のセクション 9.2.3 に見られる、操作による定義と操作により定義されない測定量の区別と、緊密に関連する。EURACHEM 化学測定における計測のトレーサビリティのガイド[21]のセクション 3.1 も参照されたい。

測定値の不確かさ評価に係る範囲内では、以下に示す重要な意味がこの区別に含まれる：経験法(操作により定義される測定量)では、セクション 3 に記述されたトップダウンアプローチの基本モデルに分析法バイアス項は存在しない。(ボトムアップアプローチは分析法と他のバイアス成分を区別しないことに注意されたい)

7　トップダウンおよびボトムアップアプローチにおける不確かさ要因

トップダウンアプローチでは、データセットで観測される全変動を異なる成分に分解する。ボトムアップアプローチでは、個々の入力変数に伴う不確かさから全不確かさを得る。ここで次のような疑問が生じる：トップダウンモデルの成分と、ボトムアップモデルに含まれる不確かさ要因は、どのように関係しているか？

この疑問に答えるため、アプローチに依存しない不確かさ要因の異なるタイプをここで概説する。その意図は、不確かさ要因の大きなカテゴリーの識別である。トップダウンとボトムアップアプローチの関連をより明らかにすることとは別に、ある状況においてどちらの要因が適切か、そして測定値の不確かさ推定に関連する要因すべてが含まれたかを決定する際に、この概説は役に立つだろう。

便宜的に、不確かさ要因を以下に示す６つの項目に分類する

- サンプリング(サンプリング不確かさの問題は本文書で扱わない。CXG 50-2004 [13]を参照）
- 保存／運搬
- サブサンプリング
- 測定条件
- 測定手順
- 計算の影響

不確かさ要因	測定値の不確かさにおける役割
サンプリング	例えば、測定量がコンテナあるいは製品バッチ中のアナライト濃度として定義されているなら、サンプリングが必要となり、その測定値の不確かさへの寄与を見積もらなければならない。 ISO 17025 [10]セクション 7.6 参照 １個の試験マテリアル(試験所サンプル)について測定量が定義されているならば、サンプリングによる不確かさの寄与はない。しかし、サブサンプリングの寄与はあるだろう(試験所サンプルからテストポーションを得るなど) 根本的変動はサンプリング不確かさの“部分的要因”の一つである。セクション 9.4 の議論を参照
保存／運搬	保存あるいは運搬の異なる条件が測定結果に影響するならば、

	全不確かさにおける対応する寄与を考慮しなければならない。
サブサンプリング	この用語は試験所サンプルからテストポーションを採取することを示している。後者が均質(固体の場合は細かく粉砕されている、液体あるいは半固体の場合は混合あるいは激しく混ぜられている)でないと、サブサンプリングの不確かさが無視できると保証できない。従って、この不確かさ要因を小さくするために、サブサンプリング前に適切な均質化が必要である。 根本的変動はサブサンプリング不確かさの“部分的要因”の一つである。セクション 9.4 の議論を参照
測定条件	ここで使用される測定という用語はすべてのサンプル調製とクリーンアップ手順を含むことを強調せねばならない。 異なる測定条件(異なる季節、異なる要員、異なる試薬、異なる装置など)が測定値の不確かさに寄与するならば、この要因を考慮しなければならない。
測定手順	この用語は、測定手順(サンプル調製とクリーンアップ手順を含む)に含まれる物理的／化学的／生化学的メカニズムに伴う、抽出効率のような、本質的あるいは低減できない不確かさ成分を示す。ボトムアップアプローチの入力変数は、ここに属すると考えられる。
計算の影響	不正確な検量モデルと計算方法、ピーク積分方法、そして丸めも測定値の不確かさに寄与するだろう。

注記　定量的微生物学的分析法と測定値の不確かさ推定は ISO 19036 に従う。

ISO 19036 [24]では、トップダウンアプローチが記載されている。このアプローチにおいては、測定値の不確かさの 3 つの成分を区別する：技術的不確かさ、マトリクス不確かさ、および分布の不確かさである。技術的不確かさは、セクション 7 の測定条件と測定手順の項に述べられている不確かさ原因を代表する。このように、技術的不確かさは分析法実施そのものに起因する。試験所サンプルの不均質性による変動は、技術的不確かさに含まれない。このような変動はマトリクス不確かさで表される。このように、ISO 19036 で定義されるマトリクス不確かさは、セクション 7 に挙げられたサブサンプリング不確かさに対応する。概念上は、セクション 3 に記述したマトリクス特有のバイアス項(マトリクスの不一致)とは関連しない。最後に、試験所サンプルが完全に均質であったとしても、区別可能な細胞(コロニー形成単位)の数がテストポーション間で変動する事実から、不確かさが生じる。分布の不確かさは、セクション 9.4 で議論する根本的変動と関連する。ISO 19036 では、以下に示す不確かさ成分は扱われないことを述べておく

- 分析法あるいは試験所バイアス(微生物学的測定には“真の値”は存在しない)
- サンプリング

8　データサイズの必要事項

一連の測定結果に基づいて計算された標準偏差は、値の実際のばらつきをどの程度表すだろうか？実際に、いくつかの測定シリーズを実施したとき、それぞれ別個に計算した標準偏差は異なるだろう。言い換えれば、経験的データから得られる標準偏差の値は、“真の”標準偏差の推定値を示すだけである [6]。

6　結果の不確かさ推定のガイドライン(CXG 59-2006) [11]には、異なる *N*(観測数）の経験的データから計算される標準偏差推定値に期待される範囲が示されている。

期待される範囲と信頼区間を混同しないように注意されたい。

標準偏差の信頼区間は、以下の Excel 式で得られる：SQRT((N-1)/CHISQ.INV(p,N − 1))、p は確率の値(0.025 あるいは 0.975)、N は試験所の数、あるいは 1 試験所内の試験の数である。この Excel は、以下に示す標準偏差推定値 s の 95%信頼区間の下限と上限の数式に対応する。

$$\mathrm{LCL} = \sqrt{\frac{\mathrm{N-1}}{\chi^2_{(\mathrm{N-1},0.975)}}} \cdot \mathrm{s} \qquad \text{および} \quad \mathrm{UCL} = \sqrt{\frac{\mathrm{N-1}}{\chi^2_{(\mathrm{N-1},0.025)}}} \cdot \mathrm{s}$$

$\chi^2_{\nu,\ p}$ は、自由度νのχ^2分布の p 分位である。

少なくとも *N*=12(標準偏差推定の自由度ν＝11）の値から標準偏差を計算することが推奨される。この場合、$\chi^2_{(\mathrm{N-1},\ 0.975)} = \chi^2_{(11,\ 0.975)} = 21.92$、$\chi^2_{(\mathrm{N-1},\ 0.025)} = \chi^2_{(11,\ 0.025)} = 3.82$ であり、標準偏差の信頼区間は$[0.71 \cdot s, 1.70 \cdot s]$である。

試験室間(あるいはマトリクス間)と併行標準偏差の同時推定の場合、この推奨に従えば、少なくとも 12 試験所(あるいはマトリクス)で、試験所(あるいはマトリクス)毎に少なくとも 2 回繰り返しした測定結果を使用すべきである。

最小 8 試験所のデータが求められる(ISO 5725-1 [18]　セクション 6.3.4 では、“通常”の数として 8−15 試験所が提案されている)。

異なる不確かさ要因を同時に考える場合、ボトムアップアプローチでは、データサイズに関わる必要条件には、Welch-Satterthwaite 式が適用される。[1]　Annex G, G.4.1.参照。より特定するため、2 つの異なる不確かさu_1とu_2を含めた結合不確かさを計算する場合を考える。それぞれ、n_1およびn_2の測定結果から標本標準偏差の計算式で得られたとする。結合不確かさの自由度は以下の式で計算される

$$\text{結合不確かさの自由度} = \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2)^2}{\dfrac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1-1} + \dfrac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2-1}}$$

結合不確かさの自由度が少なくとも 11 であることを確実にすることが、推奨される。

個々のu_iの値に事前情報を使用し(タイプ B 変数)、データサイズの情報がないときは、$n_i = 7$の使用が提案されている。タイプ B 変数の場合、このデータサイズに対応する不確かさは、分布の仮定は“経験に基づく推測”に基づくという事実の反映を意図している。

Welch-Satterthwaite 式適用の例

測定結果 Y が 4 入力変数の関数で表される関係にあることに基づいて、測定値の不確かさを評価する場合を考える

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, X_4) = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

Table 1　入力変数のデータサイズと不確かさの値

入力変数	タイプ	*n*	u^2
X_1	A	3	4

X_2	B	30	15
X_3	B	30	15
X_4	B	得られない $n_4 = 7$とする	5

Welch-Satterthwaite 式を適用すると

結合不確かさの自由度

$$= \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2 + u_3^2/n_3 + u_4^2/n_4)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1} + \frac{(u_3^2/n_3)^2}{n_3 - 1} + \frac{(u_4^2/n_4)^2}{n_4 - 1}}$$

=9.4

Welch-Satterthwaite 式を使用する場合、式の議論と計算された自由度がどの範囲にあるべきかについて、GUM [1] Annex G を参照することを提案する。不正確な実施は往々にしてこの範囲外となる。

9 不確かさ成分評価の単純な手順

バリデーションデータが不完全(不確かさ原因のいくつかが数値化されていないなど)な時は、トップダウンアプローチを適用する前に、追加の実験を行わなければならない。

例えば、コラボラティブスタディでは、理想的には個々の参加試験所が異なるマトリクスと異なるアナライト濃度のサンプルを受け取るべきである。しかし、試料の使用の制限から、参加者毎に単一試料で実施されることも多い。そのような場合は、マトリクス効果の大きさに関して、ほとんど結論は導かれない。従って、基本モデルのマトリクス特異的バイアスのために、別途実験を行わなくてはならない場合が多い。

マトリクス効果バイアスのような異なる変動成分を数値化する単純な方法を、次に示す。

変動の複数の成分を同時に推定する、より精緻な手順は[12]に示されている。1 つの試験所で複数の濃度レベルから得られたデータの評価のデザインが得られる ISO TS 23471 [20]、および複数の試験所における 1 濃度データ評価のデザインを主とする代替デザインを記述する ISO 5725-3 [19]も参照されたい。

9.1 インハウスバリデーションの評価手順

分析法がインハウス法ならば、インハウス(単一試験所)バリデーションが行われる。バリデーションデータが不完全あるいは得られないなら、追加の実験(あるいは、適切な構造のデータが得られるならば QC データ)をもとにして、変動のインハウス成分を推定できる。

インハウスの全変動は中間精度と呼ばれ、マトリクスの不一致[7]を除いた関連するすべての不確かさ原因、併行精度に加えて、特に試験所内で異なる測定条件(分析者、試薬バッチなど)からの変動、を反映すべきである。

7 定義により、中間精度はバイアスとマトリクス間の変動(マトリクスの不一致)を含まない。VIM [8]の 2.22 を参照。マトリクスの不一致を含めるなら、in-house reproducibility の用語が使用される。

実験あるいは QC データの構造は、インハウス併行条件と中間条件(異なる日、異なる分析者、異なる試薬のバッチなど)間を区別しなくてはならない。不確かさは以下の式で計算される。

$$u = \sqrt{s_i^2 - s_{r,inhouss}^2 + \frac{s_{r,inhouse}^2}{k}}$$

s_i は中間標準偏差、$s_{r,inhouse}$は併行精度推定値、k は測定の最終結果とされる平均値を得るための繰り返しの数である。

セクション 8 で説明したように、最小 *N*=12 の異なるインハウス測定条件(異なる日など)がデータセットに含まれることが推奨される。

次の例で、20 の異なる日から得られた QC データを取り上げる。(適切な QC データがなく、追加の実験が必要な場合は *N*=12 日が十分な数となる)。

Table 2：中間(インハウス)および併行標準偏差の値の計算のためのインハウス QC データ

	Result 1	Result 2
Day 1	10.72	12.29
Day 2	4.56	0.90
Day 3	8.79	9.75
Day 4	10.08	6.51
Day 5	12.29	11.32
Day 6	7.95	6.79
Day 7	13.06	14.54
Day 8	11.23	12.09
Day 9	7.31	9.51
Day 10	5.85	5.08
Day 11	7.48	9.12
Day 12	12.59	10.65
Day 13	7.55	6.59
Day 14	12.05	11.15
Day 15	4.86	6.48
Day 16	6.99	7.10
Day 17	7.40	6.75
Day 18	8.85	11.15
Day 19	11.93	10.17
Day 20	8.50	8.29

日間と併行標準偏差は以下のように計算する

以下の表記を用いる：日の添え字は *I*=1,,,,*m*(この例では *m*=20) ; それぞれの日の繰り返しの添え字は *j* =1,*n*(この例では *n*=2)、個々の測定結果はx_{ij}

まず、全平均$\bar{x}$と日ごとの平均$\bar{x}_i$を計算する。そして日間の偏差平方和

$$SSB = n \cdot \sum_{i=1}^{m} (\bar{x}_i - \bar{x})^2$$

日内平方和

$$SSW = \sum_{i=1}^{m}\sum_{j=1}^{n}(\bar{x}_{ij} - \bar{x}_{i})^2$$

を計算する[8]。

インハウス併行標準偏差$s_{r,inhouse}$は次式で

$$s_{r,inhouse} = \sqrt{\frac{SSW}{m \cdot (n-1)}}$$

日間標準偏差s_Dは次式で得られる。

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n}(\frac{SSB}{m-1} - s_{r,inhouse}^2)}$$

(平方根内の値が負ならば$s_D = 0$ とする)

最後に、中間(インハウス)標準偏差を計算する。

$$s_I = \sqrt{s_D^2 + s_{r,inhouse}^2}$$

8 これらは、ランダム効果を伴う 1 元配置分散分析の標準式である。

Table 2 のデータからは、以下のように計算される

Table 3 インハウス QC データによる *SSB* と *SSW* の計算

全平均値	**日毎の平均値** $\bar{x}_i$	**差** $\bar{x}_i - \bar{x}$	***SSB***	**差** $x_{ij} - \bar{x}_i$	**差** $x_{ij} - \bar{x}_i$	***SSW***
8.91	11.51	2.60	283.05	-0.79	0.79	29.95
	2.73	-6.18		1.83	-1.83	
	9.27	0.36		-0.48	0.48	
	8.29	-0.61		1.79	-1.79	
	11.80	2.90		0.49	-0.49	
	7.37	-1.54		0.58	-0.58	
	13.80	4.90		-0.74	0.74	
	11.66	2.75		-0.43	0.43	

8.41	-0.50	-1.10	1.10
5.46	-3.44	0.39	-0.39
8.30	-0.61	-0.82	0.82
11.62	2.72	0.97	-0.97
7.07	-1.83	0.48	-0.48
11.60	2.69	0.45	-0.45
5.67	-3.24	-0.81	0.81
7.05	-1.86	-0.06	0.06
7.08	-1.83	0.32	-0.32
10.00	1.09	-1.15	1.15
11.05	2.14	0.88	-0.88
8.40	-0.51	0.88	-0.88

以下の精度推定値が得られる

Table　4　インハウス QC データから得られる精度推定値

$s_{r,inhouse}$	s_D	s_I
1.22	2.59	2.86

9.2 マトリクス間のバイアスの変動(マトリクスの不一致)を求める手順

このセクションでは、マトリクス間のバイアスの変動を求める手順を示す。このような推定が必要となるのは次のような場合である

- 分析法のスコープに多数の異なるマトリクス／サンプルタイプが含まれており
- 一方、バリデーションスタディには数種類のマトリクス／サンプルタイプのみが含まれている

どのマトリクスにおいても、試験所サンプル間の不均質性は無視でき、測定量は多くのマトリクスに特定されており、そこから *N* 種類のマトリクスが選ばれたと仮定する[9]。選択は分析法の所期の使用目的／スコープに基づくべきである。セクション 8 で説明したように、最小でも *N*=12 種のマトリクスを含めることが推奨される。

9　例えば、いくつかの異なるタイプのりんご、あるいはいくつかの異なる血統の牛

マトリクス間のバイアス変動を求める簡単な方法は、1 試験所において *N* 種類のマトリクスそれぞれに添加し、2 回測定結果を得ることからなる。こうすると、それぞれのマトリクス間のバイアスの変動(マトリクスの不一致)とマトリクス内の変動(併行誤差)とを区別できる。この手順のモデルでは、マトリクスはランダム効果であり、得られた結果は測定量の特定に含まれるすべてのマトリクス間の変動を表す標準偏差となる。

例

Table　5　マトリクスの不一致効果の計算のための実験データ

	MV1	MV2
マトリクス 1	114.51	112.24
マトリクス 2	120.25	111.69
マトリクス 3	88.46	86.62
マトリクス 4	118.93	102.36
マトリクス 5	74.06	80.91
マトリクス 6	117.50	102.69
マトリクス 7	120.96	109.35
マトリクス 8	99.05	92.92
マトリクス 9	98.43	87.09
マトリクス 10	107.99	117.42
マトリクス 11	117.34	126.87
マトリクス 12	73.56	109.79

セクション 9.1 と同じ計算手順を適用すれば、次のような精度推定値が得られる

Table 6 マトリクスの不一致の計算からの精度推定値

s_r	s_{matrix}
9.53	12.24

9.3　試験所間変動を求める手順

手順 1：最小 *N*=12 か所の試験所がそれぞれ 2 回併行測定を行う、試験所間バリデーションスタディを実施する。試験所サンプル間の不均質さが無視できることを確実にすることは必須である。この方式により、試験所はランダム効果としてモデルされ、結果として試験所間の変動を表す標準偏差が得られる。

例

Table　7　試験所バイアス計算のための実験データ

	MV1	MV2
試験所 1	0.981	1.238
試験所 2	0.182	0.601
試験所 3	1.107	0.994
試験所 4	1.471	1.532
試験所 5	1.169	0.674
試験所 6	0.491	1.271
試験所 7	1.717	0.970
試験所 8	0.931	1.171
試験所 9	1.017	1.248

試験所 10	0.909	0.723
試験所 11	0.812	1.312
試験所 12	1.376	1.719

セクション 9.1 と同じ計算手順を適用すれば、次のような精度推定値が得られる

Table 8 試験所バイアス計算の精度推定値

s_r	s_{lab}
0.30	0.23

手順 2 : 技能試験のデータが利用でき、十分な数(理想的には最小 12)の参加試験所が同一の分析法を使用(理想的には個々の試験所内で併行測定)していたなら、これらのデータは試験所間の変動を求めるのに使用可能である。中立的評価を確実にし、利害の衝突を避けるために、所轄官庁により運営される技能試験からのデータを用いるべきである。

9.4 試験所内のサンプル調製段階とサブサンプリングからの不確かさの寄与を求める手順

サンプル調製段階と試験所サンプルの不均質性からの寄与を求める手順

ISO 5725-2 に従って行われるコラボラティブスタディでは、次に示すものからの寄与は併行精度に反映することもしないこともある

- サンプル調製(試験所サンプルから始まりテストポーションを得るためのすべてのステップ)
- 試験所サンプルの不均質性によるサブサンプリング変動

特に、コラボラティブスタディが

- 均質であり
- サンプル調製段階が不要なテストポーションの状態で試験所に送付される

標準物質により行われると、併行精度推定値は、これら 2 つの不確かさ要因を反映しない。

この理由から、これらの不確かさが必要なら、バリデーションスタディで“実際の”サンプルを使わなくてはならない。これが現実的ではない(安定性による等)ため、その代わりに均質な試験試料を使用するならば、併行精度のサンプル調製とサブサンプリング成分を、別の実験で推定しなければならない。

注記 : サブサンプリング成分を、マトリクス間のバイアス変動(マトリクスの不一致)成分と混同してはならない。後者は試験所間で大きく変動し、(併行精度よりも)試験所間成分を大きくする。

根本的変動がない場合の、サンプル調製とサブサンプリング成分の簡単な推定手順は以下のようになる : “実際の”サンプル(ルーティンサンプル)でインハウス試験を行う。サンプルごとに、併行条件で 2 つの試験結果を得る。9.1、9.2、9.3 に示した評価スキームに従えば、不均質性あるいはサンプリング段階の不確かさは“サンプル内”推定値として現れる。

根本的変動を求める手順

根本的変動とは、セクション 3 に示した基本モデルの併行誤差の副成分であり、達成できる最高の均質性においても残存する、サンプル間の減少できない変動を表す。本来的変動は、サンプルを構成する粒子レベルの不均質性を反映する。対象アナライトがキャリヤーとなる粒子にまばらに存在していると、測定結果の不確かさに影響する[10]。根本的変動は 2 度にわたって出現する：最初はサンプリング、2 回目は試験所におけるサブサンプリング、つまり試験所サンプルの均質化後のテストポーションの抽出時である。実際には、まず試験マテリアルをより微細に粉砕、粉末化、混合すること、次にテストポーションのサイズを大きくするように、試験手順を変更することで、無視できない根本的変動を小さくすることが可能である。

10　根本的変動は Pierre Gy の基本的誤差に関連する。[23]を参照。

観測される変動のサンプリング、サブサンプリングおよび他の成分への正しい分割は理論的には達成可能だが、根本的変動が有意な場合の実行は困難である。製品コンテナあるいはバッチ中から採取される試験所サンプルのキャリヤー粒子の数が、0 から 10 の間でランダムに変動する場合を考える。サブサンプル間の根本的変動は、どの試験所サンプルからとられるかに依存する。このような状況で、根本的変動を正しく得ることは極めて複雑である。試験所サンプル間のキャリヤー粒子の数の変動を無視できる程度にする方が、より効率的である。言い換えれば、すべての試験所サンプルが製品のコンテナあるいはバッチを代表することを確実にすれば、サンプリングの根本的変動は式から抹消される。試験所サンプルサイズを大きくすれば、これが達成されることが多い；しかし、より普遍的な論点は、根本的変動の正しい解釈において、サンプリングステップを適切に含めること、つまりサンプリングから分析までの異なるステップを 1 つの過程として考えること、の必要性である[11]。

11　次のような例を考える：5 t の容器に 1 つのキャリヤー粒子が含まれており、アナライト濃度は 1 µg/kg である。コンテナから 5 kg の試験所サンプルを採取する。こうすると、99.9%の確率で、試験所サンプルにはキャリヤー粒子は含まれず、根本的変動も現れない。しかし、0.1%の確率で、試験所サンプルに 1 個のキャリヤー粒子が含まれる。このような場合に、試験所サンプルから 500 g のテストポーションを採取すると、テストポーションのアナライト濃度は 0 mg/kg(10 回のうち 9 回)あるいは 10 mg/kg(10 回のうち 1 回)となる。これは、(ポワソン)標準偏差 1 mg/kg に対応し、コンテナの状況とは明らかに不釣り合いな推定値となる。根本的変動の計算をサブサンプリングステップに限定することが、大きな推定の誤りにつながることを、この例は示している。

次のような疑問が生じる：根本的変動が大きいかどうかは、どのようにして決定できるのか？ISO 13528 [22]および Guide 35 [9]に記述されている標準デザインのような古典的均質スタディによっては、根本的変動は求められない。実際のところ、これらのデザインでは、サンプルの不均質性から根本的変動を区別することは不可能であり、逆も真である。そのため、前者を後者と誤ってとらえるかもしれない。

次に示す手順で根本的変動を求めることができる。

ステップ 1

以下の規準の 1 つに適合するかをチェックする

規準 1：室内の併行標準偏差が期待される値の 3 倍より大きい

規準 2：室内の併行標準偏差が Horwitz SD の値より大きい

規準 3：QC データに目立った“上側”外れ値がある。Table 2(セクション 9.1)に示した QC データで、7 日目の 14.54 という値はそのような“上側”外れ値と考えられる例である。このような外れ値が存在すると、観測された予想外の大きな変動は根本的変動による可能性を示唆する要素となる。

3 つの規準の少なくとも 1 つを満たしていれば、ステップ 2 に進む。

ステップ 2

以下に示す実験を行う。

1. 併行条件で 20 の試験結果を得る。対応する分散s_1^2を計算する。
2. テストポーションサイズをファクターk倍に増加する(k=3 ならテストポーションサイズは 3 倍)。テストポーションサイズの増加が不可能あるいは実際的でなければ、別のオプションとして、元の大きさのテストポーションを採取する前に、k倍のテストポーションに対応する量を粉砕および均質化する。
3. 微細に粉砕した試験マテリアル／増加したテストポーションサイズについて、併行条件で 20 の試験結果を得る。対応する分散s_2^2を計算する。
4. 比 $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ が 2.17 を超える場合、次の式で根本的変動の SD を計算する。

$$s_F = \sqrt{\frac{k}{(k-1)} \cdot (s_1^2 - s_2^2)}$$

5. 比 $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ が 2.17 未満の場合、根本的変動は大きくないことが示され、測定値の不確かさの評価に含める必要はない。

例 Table 9 根本的変動計算のための実験結果

	実験 1 元のテストポーションサイズ	実験 2 3 倍のテストポーション
サンプル 1	14.0	15.1
サンプル 2	11.9	13.8
サンプル 3	10.5	11.8
サンプル 4	14.9	14.0
サンプル 5	13.1	11.4
サンプル 6	9.5	15.7
サンプル 7	15.6	12.4
サンプル 8	18.3	11.5
サンプル 9	12.5	12.1
サンプル 10	16.4	13.7
サンプル 11	18.0	15.8
サンプル 12	14.0	12.5
サンプル 13	13.0	12.8
サンプル 14	20.8	15.1
サンプル 15	10.2	11.8
サンプル 16	21.5	10.6
サンプル 17	13.9	11.1
サンプル 18	17.8	12.9
サンプル 19	7.7	11.4
サンプル 20	12.2	16.3

実験 1 では、目立って大きな値がいくつかあり、無視できない根本的変動の存在を示している。

以下に示す分散が得られる。

Table 10　分散とそれらの比

s_1^2	s_2^2	s_1^2/s_2^2
13.54	3.05	4.44

見ての通り、比 s_1^2/s_2^2 が 2.17 より大きい。従って、根本的変動は以下のように計算される。

$$s_F = \sqrt{\frac{3}{2}\cdot(s_1^2 - s_2^2)} = 3.97$$

9.5　コラボラティブスタディから得た精度データによる測定値の不確かさ推定値が完全かを決定する手順

通常、測定値の不確かさ推定値が完全かどうかの信頼性ある定量的評価に伴う作業量は、実行不能なほど大きい。この理由から、以下の 2 つの質問からなる、定性的な評価を提案する。

併行精度推定値や室間精度推定値に、サブサンプリングとサンプル調製が寄与する不確かさが含まれているか？

サブサンプリングが含まれているかどうかは、試験所に提供されたサンプルマテリアル次第である。マテリアルが粉砕／均質化されていれば、サブサンプリングの不確かさは含まれない。

サンプル調製が完全に含まれているかどうかは、コラボラティブスタディの実施者によりサンプル調製がすでに行われているかによる。

これらの不確かさ原因がコラボラティブスタディで反映されていなければ、セクション 9.4 に示した追加実験が必要である。

室間精度推定値にマトリクスの不一致効果が反映されているか？

一般にこのような場合はない。マトリクスの不一致の影響は、参照値との比較か添加実験によってのみ決定できる。セクション 9.2 を参照。別の例は、ISO TS 23471 [20] Annex F にある。ここでは、ロットと保存条件の違いから生じるマトリクスの不一致効果とともに、装置と操作者の効果が、要因計画法により解析されている。

10　サンプリングプランへの測定値の不確かさの影響：例

サンプリング一般ガイドライン[13]では、“Codex 分析サンプリング法は、食品が特定の Codex 食品規格への適合を試験される際に、公正で妥当なサンプリング手順の使用が確実となるように計画されている”と謳っている。ISO 規格と Codex ガイドラインに示される手順とサンプリングプランに基づいて、属性／変量による検査のためのサンプルサイズと許容数／許容定数が定められている。属性による検査では測定値の不確かさの考慮は不適切と考えられるため、変量による検査への影響が説明されるべきである。

ISO 3951-1:2013 の序文では、“ISO 3951 のこのパートの本文では測定の誤差は無視できる・・・”と述べている。一方で、ISO 3951-1 [14]の Annex B と ISO 3951-2 [15]の Annex P では、測定値の不確かさが無視できない場合のサンプルサイズ増加手順が示されている。これらの手順は、“測定方法にバイアスがない、つまり測定誤差の期待値はゼロである”場合にのみ適用できることに注意することが

重要である(ISO 3951-2:2013 [15]の Annex P.1 を参照)。この場合、全変動は

$$\sigma_{total} = \sqrt{\sigma^2 + \sigma_m^2}$$

として表される。σ はプロセスの標準偏差、σ_mは測定の標準偏差である。

σ_m が無視できない(サンプリングの標準偏差 s あるいはプロセスの標準偏差 σ の 10 分の 1 を超える)なら、$\gamma = \sigma_m/\sigma$として、サンプルサイズ n を$n^* = n \cdot (1 + \gamma^2)$に増加させるか、$\hat{\gamma}$を$\gamma = \sigma_m/\sigma$(プロセスの標準偏差 σ は未知）の推定値の上限として、サンプルサイズ n を$n^* = n \cdot (1 + \hat{\gamma}^2)$に増加させなくてはならない。許容定数 k は変化させない。詳細は ISO 3951-2:2013 [15]の Annex P を参照。

例

包装済ミネラルウォーター500 アイテムのロットのナトリウム含量を評価する。測定値の不確かさを考えなければ、合意 AQL2.5%(最大濃度 200 mg/L）検査レベル II(既定レベル)では、評価のために 30 アイテムを抜き取ってサンプルとする(ISO 3951-2 [15], Annex A, Table A1 および Annex B, Table B1)。製造は管理下にあり、管理図からプロセス標準偏差 σ は 2 mg/L である。測定値の不確かさの標準偏差σ_mは 1 mg/L であって無視できない。$\gamma = \sigma_m/\sigma = 0.5$であり、$1 + \gamma^2 = 1.25$なので、サンプルサイズを 38 に増やさなくてはならない。

バイアスがあるならば、上記の手順を修正しなくてはならない。可能性の 1 つは以下の方法である[12]。n 個の結果の平均値 $\bar{x}$ の標準偏差は次式で表される。

$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{n} + \sigma_b^2}$$

σ はプロセスの標準偏差、σ_0は測定値の不確かさの併行精度成分(ロットから抜き取られた n アイテムから計算される)、σ_bはバイアス項の推定に使用できる情報(例えば、分析法バリデーションスタディからの試験所間標準偏差)を表す。

12　この修正された手順は、ISO/DIS ISO 3951-6 [16]の Annex B 開発の現在の段階から採用された。

修正法を以下に示す

1　測定の誤差はないと仮定してサンプルサイズを大きくする。

2　$d = \frac{1}{n} - \frac{\sigma_b^2}{\sigma^2}$　を計算する。

3　$d \leq 0$ ならば、バイアスにより増加した変動は、サンプルサイズの増加によって補償されない。

4　$d \leq \frac{1}{2n}$ ならば、必要なサンプル数が多いため、サンプルサイズの増加によるバイアスの補償は適切ではない。その場合は、バイアスの減少あるいは他の測定方法の使用が提案される。

5　$d > \frac{1}{2n}$　ならば、新たなサンプルサイズを計算する

$$n^* = \frac{1 + \frac{\sigma_0^2}{\sigma^2}}{d} = \frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{\frac{\sigma^2}{n} - \sigma_b^2}$$

例(先の例の続き)

分析法のバイアスσ_bが存在し、その推定値として 0.2 mg/L が得られているとする。したがって、先に計算された$n = 38$に基づいて d=0.016 と計算される。$d > \frac{1}{2n} = 0.013$であり、新たなサンプルサイズとして$n^* = 77$が得られる($\sigma_0 = \sigma_m = 1$ mg/L)。

バルクサンプリングの手順

バルクサンプリング手順は ISO 10725:2000 [17]に示されている。包装からのサンプリングの場合、分析法のバイアスがないという仮定のもとでのみ有効である。分析法のバイアスがあると仮定した場合の修正手順が最近開発された。現在のところ、議論はバイアスがない場合に限定される。

主要な測定値の不確かさは、コンポジットサンプル当たりのテストサンプル数n_Tにもテストサンプル当たりの測定数n_Mにも影響する。サンプリングインクリメントの標準偏差σ_iとテストサンプル間の標準偏差σ_Pの両者が、既知で安定している測定の標準偏差σ_Mよりもはるかに小さいときに、測定の不確かさが主要となる、ISO 10725 [17]の Annex B 参照。測定の不確かさが主要であってもなくても、コンポジットサンプル当たりのサンプルインクリメントの数は変化しない。根本的変動を相殺するためには、インクリメントの質量を十分に大きくするべきである。

例

小麦のバルクロットのカドミウム含量(最大濃度は 0.1 mg/kg)を評価する。この例では、ロット内のカドミウム濃度は均質で、標準偏差σ_Iおよびσ_Pの推定値はそれぞれ 0.0015 mg/kg および 0.002 mg/kg で非常に小さいと仮定する。濃度が極めて低いため、比較的大きい測定値の不確かさσ_M =0.025 mg/kg が得られる。識別距離 *D*(合意された許容レベルと拒絶レベルの差)は 0.02 mg/kg である。

このように測定の標準偏差σ_M =0.025 mg/kg が主要である。コンポジットサンプル当たりのインクリメントの数$n_i = 6$、コンポジットサンプル当たりのテストサンプルの数$n_T = 2$、テストサンプル当たりの測定の数$n_M = 2$とする(積$n_T \cdot n_M = 4$となり、分析の作業量の尺度と解釈される)。結合した全体標準偏差は

$\sqrt{\frac{n_T \cdot n_M}{n_I}\sigma_I^2 + n_M\sigma_P^2 + \sigma_M^2}$ ≈0.03mg/kg　と計算され、相対標準偏差を得るために識別距離 *D* で割ると $d_0 = \sigma_0/D$ ≈1.26 となる。ISO 10725 [17]の Annex B にある Table B1 を用いてこの相対標準偏差から調製したコンポジットサンプル当たりのテストサンプルの数は$n_T = 2$(n_Tは変わらない)、調製したテストサンプル当たりの測定の数$n_M = 3$となり、それらの積は $n_T \cdot n_M = 6$ となる。

参照文献

[1] Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement, JCGM 100:2008.

[2] S L R Ellison and A Williams (eds.) EURACHEM/CITAC Guide CG4: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Third Edition, QUAM:2012.P1.

[3] Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method, JCGM 101:2008.

[4] ISO 21748:2017, Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.

[5] ISO 5725-2:2019, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.

[6] B Jülicher, Petra Gowik and Steffen Uhlig (1998) Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept, The Analyst.

[7] B Jülicher, Petra Gowik and Steffen Uhlig (1998) A top-down in-house validation based approach for the investigation of the measurement uncertainty using fractional facToRial experiments, The Analyst.

[8] International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2012.

[9] ISO Guide 35, Fourth edition (2017), Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

[10] ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboraToRies.

[11] CXG 59-2006, Guidelines on Estimation of Uncertainty of Results.

[12] S Uhlig and P Gowik (2018) Efficient estimation of interlaboraToRy and in-house reproducibility standard deviation in facToRial validation studies, Journal of Consumer Protection and Food Safety.

[13] CXG 50-2004, General Guidelines on Sampling.

[14] ISO 3951-1:2022, Sampling procedures for inspection by variables — Part 1: Specification of single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL.

[15] ISO 3951-2:2013, Sampling procedures for inspection by variables — Part 2: General specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection of independent quality characteristics.

[16] ISO/DIS 3951-6:2019, Sampling procedures for inspection by variables — Part 6: Specification for single sampling plans indexed by limiting quality (LQ).

[17] ISO 10725:2000, Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials.

[18] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions.

[19] ISO 5725-3:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method. (A new revision is currently being prepared for publication.)

[20] ISO TS 23471:2022, Experimental designs for the evaluation of uncertainty – Use of facToRial designs for determining uncertainty functions.

[21] S L R Ellison and A Williams (eds.) EURACHEM/CITAC Guide: Metrological Traceability in Chemical Measurement (Second Edition 2019).

[22] ISO 13528:2022, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboraToRy comparison.

[23] Gy P M (1979) Sampling of particulate materials – theory and practice. Elsevier, Amstedam.

[24] ISO 19036:2019, Microbiology of the food chain – Estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations