

輸入塩の品質判定に係るサンプリング手法
に関する調査研究

報 告 書

2020年3月31日

一般社団法人 日本海事検定協会

(検査第一サービスセンター)

目次

| | |
|---------------|---|
| 1. はじめに | 2 |
| 2. これまでの研究結果 | 2 |
| 3. 本年度事業の実施内容 | 2 |
| 4. 調査検証方法 | 3 |
| 5. 調査の結果 | 3 |
| 6. 結果の考察 | 5 |
| 7. おわりに | 6 |

1. はじめに

サンプリングとは、全量検査を行わずに母集団に関する正確な情報を効率的に把握する為に用いられる統計手法だが、その精度や対象母集団の均一性の度合いの他、結果に影響するファクターとして、発生原因別に『サンプリング誤差』（サンプル数・サンプル量及びサンプリング方法に起因する誤差）、サンプルの『調製誤差』（粉碎、前処理等に起因する誤差）及び『分析誤差』（粉碎、前処理等の後の分析に起因する誤差）の三大誤差が知られており、作業環境的に比較的コントロールしやすい『調製誤差』や『分析誤差』に対し、フィールドワークに介在する『サンプリング誤差』を如何にコントロールするかが適切なサンプリング実施に極めて重要となる。

現在、一般的に用いられている輸入塩の品質判定に係るサンプリングの手法は、品種及び産地の分散化・多様化に伴い、必ずしも実態にそぐわなくなっている面があるとの指摘がある。そこで、本事業に於いては、輸入塩の品位を廉価で迅速かつ正確に判定するために用いるサンプリング手法について、輸入商社、需要家等の協力を得て実証実験を行なうとともに、その結果に基づいて、より合理的な代替サンプリング手法について検討し、その研究成果を関係者に公表することを目的としている。

2. これまでの研究結果

輸入塩の品質判定に係る現行通りのサンプリング手法を用いて採取／調査してきた 6 銘柄 20 ロットのインクリメント毎の水分測定値を用いて、インクリメント数を 2 分の 1 と 3 分の 1 に減じた場合の標準偏差の変化を比較検討した結果、50 インクリメント以上でサンプリングされたロットに関しては、銘柄を問わず全ロットに於いてインクリメント数を半減させても正規分布グラフの挙動が一致しており、品位のばらつきが発生しなかった。この事実より、精度に影響を与えないインクリメント数の減数を実現する可能性が得られた。

次に、インクリメント個数を減じてでもサンプリング精度を維持するには 1 インクリメント当たりの採取質量が重要なファクターとなってくると予測されることから、妥当性のある最少インクリメント質量について調査/検証を今後のテーマと定め、より合理的な代替サンプリング手法について更に検討を進めていく事となった。

3. 本年度事業の実施内容

2017 年度に引き続き、最少インクリメント質量に関する基礎データとなる輸入塩の粒度別の含有水分の傾向や関係性についての調査検証を継続して実施する予定であった 2018 年度は、7 月初旬に発生した「平成 30 年 7 月豪雨（西日本豪雨）」による広域災害や交通網への影響等より、広島県呉市での輸入塩試験試料のサンプリングを長期間自粛した結果、検証に十分な検体数は得られなかった。そこで、検体数を補うために本年度も引き続き、同調査検証を継続して実施する事とした。

4. 調査検証方法

本年度は、別船便(全5便)で海上輸送されてきた同一産地(メキシコ)輸入塩より水揚げ荷役全期間を通して採取した各大口試料(10インクリメント分、合計約20kgs)を水分変化に留意しつつ粒度別に仕分けた。次に各粒度別試料を粉砕機(Retze製RM200)により粉砕した後、水分試験試料を約100g分取し、500Wのマイクロ波照射装置にて5分間加熱。その加熱前後の質量減量を測定する事により、試験試料の水分値を求めた。

また、成分指標の参考として、本年度の2検体(No.2019-1及びNo.2019-3)に限定して、試験的に各粒度区分のマグネシウム(Mg)含有量をキレート滴定法で測定した。

得られた結果を粒度別にグラフ表示させ、粒度毎の含有水分の傾向や関係性を比較検証した。

5. 調査の結果

〈表1 2016年度(平成28年度)先行調査分 粒度別水分測定結果〉

| 粒度区分 | H28 TRY-1 | H28 TRY-2 | Average |
|---------|-----------|-----------|---------|
| +20mm | 1.09% | 1.06% | 1.07% |
| 10-20mm | 1.39% | 1.75% | 1.57% |
| 5-10mm | 2.03% | 1.97% | 2.00% |
| 1-5mm | 1.40% | 1.44% | 1.42% |
| -1mm | 0.75% | 0.75% | 0.75% |

〈表2 2017年度(平成29年度) 粒度別水分測定結果〉

| 粒度区分 | H29-1 | H29-2 | H29-3 | H29-4 | H29-5 | H29-6 | Average |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| +20mm | 0.13% | 0.65% | 0.29% | 0.11% | 0.20% | 0.22% | 0.27% |
| 10-20mm | 1.62% | 1.55% | 1.54% | 1.65% | 1.63% | 1.55% | 1.59% |
| 5-10mm | 1.80% | 1.97% | 1.95% | 1.97% | 1.98% | 1.76% | 1.90% |
| 1-5mm | 1.44% | 1.53% | 1.65% | 1.51% | 1.57% | 1.19% | 1.48% |
| -1mm | 2.43% | 2.24% | 2.16% | 1.95% | 2.62% | 1.13% | 2.09% |

〈表3 2018年度(平成30年度) 粒度別水分測定結果〉

| 粒度区分 | H30-1 | H30-2 | Average |
|---------|----------------------|-------|---------|
| +20mm | 1.22% ^{*1)} | 0.69% | 0.96% |
| 10-20mm | 1.06% | 1.39% | 1.23% |
| 5-10mm | 1.40% | 1.54% | 1.47% |
| 1-5mm | 1.15% | 1.27% | 1.21% |
| -1mm | 0.41% | 0.18% | 0.30% |

*1) H30-1では、粒径+30mmでも水分計測されているが、その他測定結果と統一し、+20mmに合算した。

〈表 4 2019 年度 粒度別水分測定結果〉

| 粒度区分 | 2019-1 | 2019-2 | 2019-3 | 2019-4 | 2019-5 | Average |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|
| +20mm | 0.97% | 1.00% | 0.59% | 0.56% | 0.39% | 0.70% |
| 10-20mm | 1.96% | 1.37% | 1.27% | 1.55% | 1.56% | 1.54% |
| 5-10mm | 2.15% | 1.82% | 1.72% | 1.55% | 1.59% | 1.77% |
| 1-5mm | 1.60% | 1.58% | 1.59% | 1.23% | 1.43% | 1.49% |
| -1mm | 3.07% | 1.68% | 1.86% | 1.04% | 1.31% | 1.79% |

水分(%)

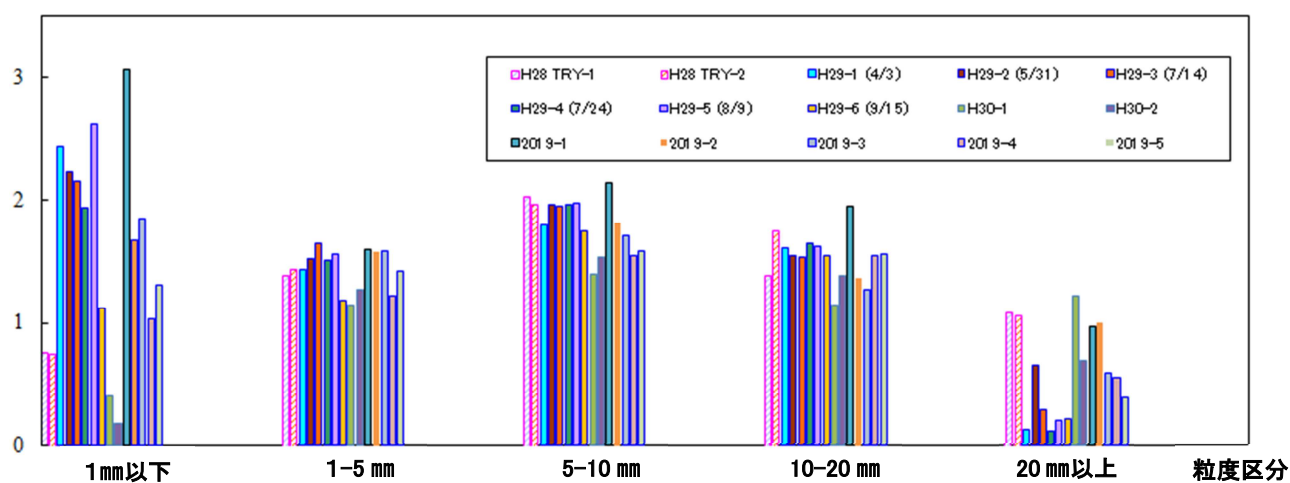


図1 粒度別水分測定結果(ロット別比較)

水分(%)

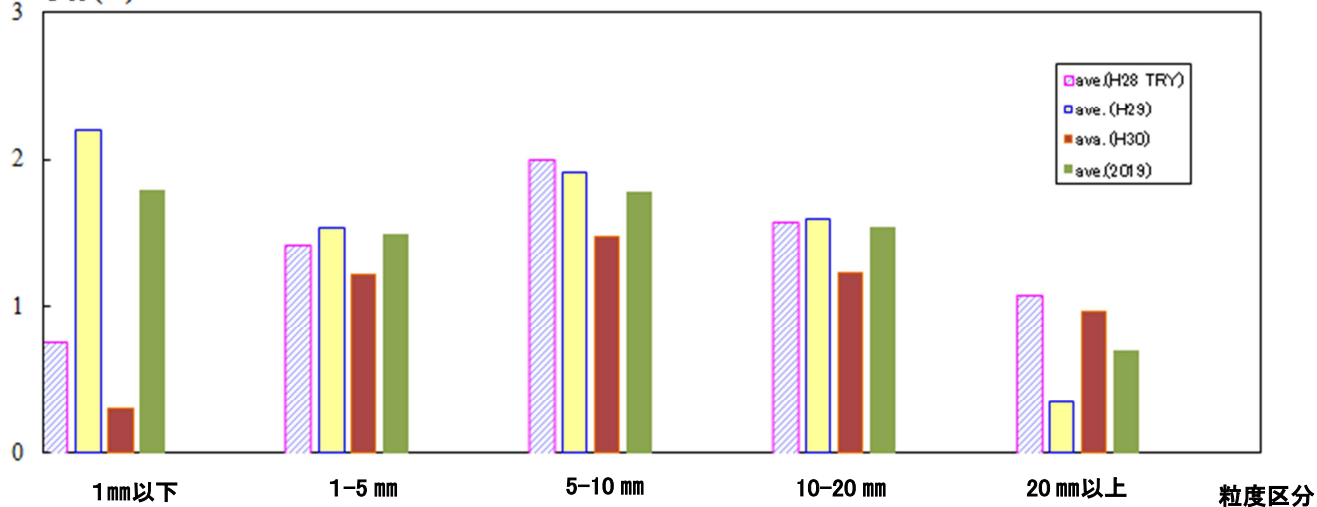


図2 粒度別水分測定結果(年度別平均値比較)

〈表 5 2019 年度 粒度別マグネシウム (Mg) 含有量〉

| | 1mm 以下 | 1-5mm | 5-10mm | 10-20mm | 20mm 以上 |
|--------|--------|-------|--------|---------|---------|
| 2019-1 | 0.035 | 0.019 | 0.023 | 0.022 | 0.016 |
| 2019-3 | 0.028 | 0.022 | 0.023 | 0.02 | 0.015 |

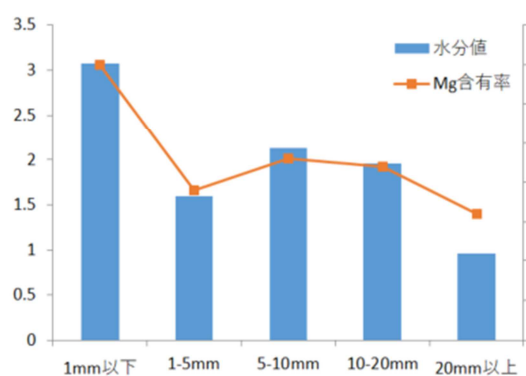


図 3 検体 No.2019-1 水分値と Mg 含有量

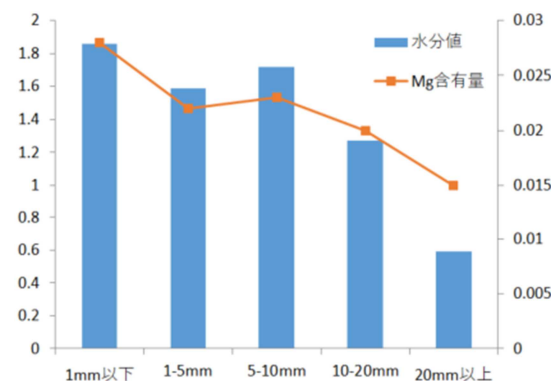


図 4 検体 No.2019-3 水分値と Mg 含有量

例年通り、本年度の各検体も 1mm 以下，1-5mm，5-10mm，10-20mm，20mm 以上の五つの粒度区分で篩い分けられ、水分値が測定された。

尚、本年度の検体 No. 2019-1 の 5-10mm の試料に対し、通常 n=1 で行われる水分測定を n=2 で実施し、得られた結果 2.13 g /100 g，2.17 g /100 g に再現性が認められる事から、水分値測定方法の妥当性が確認された。

6. 結果の考察

2016 年度(平成 28 年度)の先行調査のデータから本年度データを総合的に見た結果、1 mm から 20 mm までの水分含有量は概ね安定した傾向を示す事が判明した。そして、中間粒度である粒度区分 5-10mm の含有水分率が相対的に高くなる特徴も確認された。この件に関して、今回は、水分測定方法の妥当性も検証/確認されている事から、分析誤差が関与している可能性は低い。

一部検体での分析結果である為、参考値でしかないが、粒度別の水分値とマグネシウム (Mg) 含有率に相関関係が見ることが出来た。一見すると、水分量とマグネシウムの含有量が関与している様だが、200 mm 以上の粒度区分では、水分値の減少とマグネシウムの含有量が、他粒度区分程の追従を見せていない事から、200 mm を境に何らかの粒径依存がある可能性は否定できない。しかしながら、粒度区分 5-10mm に特異的に検出された訳ではなく、粒度区分 5-10mm の含有水分率が高くなる要因とは言えない。

7. おわりに

メカニズムの解明には至らなかったが、本調査検証の結果、粒度区分 5-10mm は、特徴的にその他粒度域よりも高めの水分含有傾向を示す事が確認された。また、粒度区分 5-10mm を含む 1 mm から 20 mm までの中間粒度域は、水分含有量が比較的安定する事実も確認された。一方で、1 mm 以下の粒度域の水分含有量がロット毎に大きくばらつく事も認められた。これら事実より、輸入塩のサンプリングに於いて、採取試料中の 1 mm 以下の粒度域が占める割合が、当該ロット全体の水分含有量に影響を及ぼす可能性があるかと推測された。

現行の輸入塩の試料採取は、輸送船より陸揚げされる全量(ロット)からハッチサンプリングかベルトコンベアサンプリングで実施する様に規定されているが、何れの手法に於いても粒度偏析は起こり得る為、サンプリング誤差の一因となる粒度偏析を如何に採取試料に介在させないかが適切なサンプリングにとって不可欠となる。

サンプリング精度を維持したままインクリメント個数を減じる為に、1 インクリメント当たりの採取質量も重要なファクターとなってくるとの予測から、妥当性のある最少インクリメント質量についての基礎データとすべく実施した粒度別の含有水分値の調査検証であったが、上記の本調査検証を踏まえ、より合理的な代替サンプリング手法について更なる研究を進めていく。