

**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

2021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. 調査の結果	3
4.1. 輸入塩サンプリング方法の変革	3
4.2. 輸入塩サンプリング方法の年代別改正内容	4
5. 結果の考察	8
6. おわりに	8

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1/2と1/3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

昨年度までは、最少インクリメント質量に関する基礎データとするべく、輸入塩の粒度別含有水分の傾向や関係性について、同一産地(メキシコ)輸入塩に限定して調査検証を実施してきたが、本年度は、その調査対象を他産地/他銘柄の輸入塩にも拡大して実施する予定であった。しかしながら、前年度後期から世界的に感染拡大しつつあった新型コロナウイルス感染症が国内でも広がりを見せ始めた事を受け、感染拡大防止の観点及び本事業に協力頂く各地の輸入塩取扱い現場への配慮から、試料採取等の現場作業を伴う検証試験は自粛する事とした。

従って、他産地/他銘柄の輸入塩に対する調査検証を次年度以降に繰り越す事とし、本年度は、本事業での最終目的であるサンプリング手法の見直しを検討する上で検証を要する、1950年代に始まり現在に至る輸入塩のサンプリング手法の変革履歴を、過去の資料文献等から調査する事とした。

4. 調査の結果

4.1. 輸入塩サンプリング方法の変革

過去の文献を精査した結果、輸入塩サンプリング方法は、以下の変革を辿っている事が確認された。

1954年(昭和29年)10月に現行の輸入塩サンプリング要領の原型となる日本専売公社の「輸入塩成分分析試料採取要領」が制定され、その3年後の1957年(昭和32年)に、日本科学技術連盟が主催し、日本専売公社や見本採取機関の他、ソーダメーカーや輸入商社などの関係者が参画して1952年(昭和27年)に発足したサンプリング研究会の研究結果を基に改訂が加えられ、本船ハッチ・サンプリング法に加えてベルトコンベア・サンプリング法も取り入れられた。その後、1961年(昭和36年)にも改訂を経たらしいが、その詳細に関する記録は確認できなかった。

1968年(昭和43年)になって、縮分方法等の改正を機に、日本専売公社によって「輸入塩成分分析試料採取要領」は「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」に改められ、その2年後の1970年(昭和45年)には、輸入塩のロット量増大を受け、ハッチ・サンプリング法、ベルトコンベア・サンプリング法共にインクリメント数を若干減じる改正が行われた。しかしながら、その後も輸送船の大型化は続き、それに伴い1船あたりのロット量も更に増大化した事から、従来法では大口試料量が激増し、結果的に縮分作業に時間を要する等で縮分誤差の増大を招き、延いては全体誤差の増大に繋がるおそれが懸念された為、1977年(昭和52年)の改正で、1船あたりのロット量が2万トン以上となる場合のインクリメント総数の決定方法が、ロット量に比例する変動方式から最大インクリメント数固定方式へと変更された。更に、1979年(昭和54年)には、サンプリング、縮分及び分析誤差管理を目的に「デュプリキットサンプリング手法」が導入された上、大口試料の作成並びに小口試料の調製方法やハッチ・サンプリング法、ベルトコンベア・サンプリング法に於けるインクリメントの大きさも改正され、現在に至る。

尚、1956年(昭和31年)にサンプリング研究会が散会した後、工業技術院の委託を受けた日本科学技術連盟によってJIS原案が作成され、1963年(昭和38年)9月にJIS K 1051「工業塩試料採取方法および分析方法」というJIS規格が制定されたが、ハッチ・サンプリング法に矛盾がある等で余り実用される事は無く、2002年(平成14年)に廃止規格となった。

【輸入塩サンプリング方法の変革年表】

- 1952年： 日本科学技術連盟主催のサンプリング研究会発足。（～1956年まで活動）
- 1954年： 日本専売公社「輸入塩成分分析試料採取要領」の制定。
- 1956年： 日本科学技術連盟サンプリング研究会「研究報告書－塩専門部会」を発表。
- 1957年： サンプリング研究会の研究成果を基にした「輸入塩成分分析試料採取要領」の改訂。ベルトコンベア・サンプリング法の導入。
- 1961年： 「輸入塩成分分析試料採取要領」の第2回改訂。
- 1963年： JIS K 1051「工業塩試料採取方法および分析方法」の制定。（～2002年に廃止）
- 1968年： 日本専売公社「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」の制定。縮分方法の改正。
- 1970年： 「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」のサンプリング方法の第1回部分改正。
- 1977年： 「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」のサンプリング方法の第2回部分改正。2万トン以上の大型ロットのインクリメント数が固定化された。
- 1979年： 「デュープリキットサンプリング法」の導入による大口試料の採取方法と小口試料の調製方法の改正。且つ、ハッチ・サンプリング法とベルトコンベア・サンプリング法に於ける各々のインクリメント質量の見直し。

4.2. 輸入塩サンプリング方法の年代別改正内容

次に、「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」の1968年(昭和43年)制定時から1970年(昭和45年)と1977年(昭和52年)の改正を経て1979年(昭和54年)に至るまでの輸入塩サンプリング法の改正内容を示す。尚、1979年(昭和54年)以降、輸入塩サンプリング方法に大きな改正無く現在も用いられている。

【共通事項】

W ：1船の積載見込塩量（トン）＝ロットの大きさ

w ：当該ハッチの積載見込塩量（トン）

n ：当該ハッチから抽出する層数（原則5層）

4.2.1. 1968年(昭和43年)制定時のサンプリング内容

4.2.1.1. ハッチ・サンプリング（各ハッチ各層から採取するインクリメント個数）

(イ) $w \div 100n$ …… ロット(W) $\geq 5,000$ トンの場合

(ロ) $50w \div nW$ …… ロット(W) $< 5,000$ トンの場合

* 1インクリメントの大きさ：1kg（大塊が在れば破碎した上で採取する）

4.2.1.2. ベルトコンベア・サンプリング（1船単位のインクリメント個数）

- (イ) $W \div 200$ …… ロット(W) $\geq 5,000$ トンの場合
(ロ) 25 …… ロット(W) $< 5,000$ トンの場合

* 1インクリメントの大きさ：2 kg 以上

《検証 1》

判り易くするため、 $W=w$ 、 $n=1$ と見做して1船単位（ロット全体）のインクリメント総数に置き換えると、ハッチ・サンプリングの場合、5,000 トン未満のロットでは、インクリメント総数は一律 50 個と規定され、5,000 トン以上のロットでは、100 トンにつき 1 個のインクリメントを採取する内容で規定されていたと判る。

一方、ベルトコンベア・サンプリングの場合、5,000 トン未満のロットでは、インクリメント総数は一律 25 個と規定され、5,000 トン以上のロットでは、200 トンにつき 1 個のサンプルを採取する内容で規定されていたと判る。

従って、何れのサンプリング方法も、5,000 トン以上のロットでは、数量に比例してインクリメント総数が多くなる数量比例方式である為、ロット量の増大に伴い大口試料の量も増加する内容であった訳だが、当時のロット量は平均 7,000 トン前後で推移していた為、余り影響が無かった。

4.2.2. 1970 年(昭和 45 年)改正時のサンプリング内容

4.2.2.1. ハッチ・サンプリング（各ハッチ各層から採取するインクリメント個数）

- (イ) $w \div 200n$ …… ロット(W) $\geq 5,000$ トンの場合
(ロ) $25w \div nW$ …… ロット(W) $< 5,000$ トンの場合

* 1インクリメントの大きさ：1 kg（大塊が在れば破碎した上で採取する）

4.2.2.2. ベルトコンベア・サンプリング（1船単位のインクリメント個数）

- (イ) $W \div 400$ …… ロット(W) $\geq 8,000$ トンの場合
(ロ) 20 …… ロット(W) $< 8,000$ トンの場合

* 1インクリメントの大きさ：2 kg 以上

《検証 2》

ハッチ・サンプリングを1船単位のインクリメント総数に置き換えると、5,000 トン未満のロットのインクリメント総数が一律 25 個に改正され、5,000 トン以上のロットでは、200 トンにつき 1 個のサンプルを採取する内容に改正された。改正前のサンプリング法との単純比較で、改正後、インクリメント個数が 50%減少された事になる。

一方、ベルトコンベア・サンプリングの場合、インクリメント数の決定方法を切り替える境界ロット量を 5,000 トンから 8,000 トンに引き上げられた上、8,000 トン未満のロットのインクリメント総数が若干減じた一律 20 個に改正され、8,000 トン以上のロットでは、400 トンにつき 1 個のサンプルを採取する内容に改正された。改正前のサンプリング法と比較して、改正後のインクリメント個数は、8,000 トン以上のロットでは 50%、5,000～8,000 トンロットでは、50～20%、8,000 トン未満のロットで 20%減少された事になる。

但し、何れのサンプリング方法も、改正後、8,000 トン以上のロットのインクリメント個数の増加率は改正前の半分となったが、依然として、ロット量の増大に比例して大口試料の量の増加を伴う内容であった。因みに、1970 年(昭和 45 年)当時の平均ロット数は 12,000 トン程度まで増大しており、その後も増大が続いた。

4.2.3. 1977 年(昭和 52 年)改正のサンプリング内容

4.2.3.1. ハッチ・サンプリング (各ハッチ各層から採取するインクリメント個数)

- (イ) $100w \div nW$ …… ロット(W) \geq 20,000 トンの場合
- (ロ) $w \div 200n$ …… 5,000 トン \leq ロット(W) \leq 20,000 トンの場合
- (ハ) $25w \div nW$ …… ロット(W) $<$ 5,000 トンの場合

* 1 インクリメントの大きさ : 1 kg (大塊が在れば破碎した上で採取する)

4.2.3.2. ベルトコンベア・サンプリング (1 船単位のインクリメント個数)

- (イ) 50 …… ロット(W) \geq 20,000 トンの場合
- (ロ) $W \div 400$ …… 8,000 トン \leq ロット(W) \leq 20,000 トンの場合
- (ハ) 20 …… ロット(W) $<$ 8,000 トンの場合

* 1 インクリメントの大きさ : 2 kg 以上

《検証 3》

ハッチ・サンプリング法、ベルトコンベア・サンプリング法ともに、1 船単位のインクリメント総数の数量比例方式の適用上限がロット量 20,000 トンに定められ、それ以上のロット量に於けるインクリメント個数は固定化された (ハッチ・サンプリング法では 100 個、ベルトコンベア・サンプリング法では 50 個)。何れのサンプリング法も、20,000 トン以下のロットのサンプリング内容は、前改正内容を踏襲している。1975 年(昭和 50 年)には、最大 60,000 トンの巨大ロットも現れるようになったが、前改正では、ハッチ・サンプリング法の場合、300 インクリメント (約 300 kg) であった大口試料が、改正後では、100 インクリメント (約 100 kg) と大口試料の量が大きく減じられるようになった。

4.2.4. 1979年(昭和54年)改正のサンプリング内容

* デュープリキットサンプリング手法の導入

4.2.4.1. ハッチ・サンプリング (各ハッチ各層から採取するインクリメント個数)

1977年(昭和52年)改正のサンプリング内容 4.2.3.1. と同じ。

- * 1インクリメントの大きさ : JIS M 8100 (粉塊混合物-サンプリング方法通則) に規定されるスコップ番号 20 以上とし、大塊があれば破碎した上で採取する。

4.2.4.2. ベルトコンベア・サンプリング (1船単位のインクリメント個数)

1977年(昭和52年)改正のサンプリング内容 4.2.3.2. と同じ。

- * 1インクリメントの大きさ : 1 kg 以上

《検証 4》

ハッチ・サンプリング法, ベルトコンベア・サンプリング法ともに, 前改正から大きな変更はなされていないが, 各々のサンプリング法に於けるインクリメントの大きさ(質量)が見直され, ハッチ・サンプリング法のインクリメント質量は凡そ 1/3 に, ベルトコンベア・サンプリング法のインクリメント質量も 1/2 に減じられた。その結果, 《検証 3》で例示したロット量 60,000 トンでのハッチ・サンプリング法の大口試料の量は, 前改正時の約 100 kg から約 30 kg まで更に減じられる事となった。

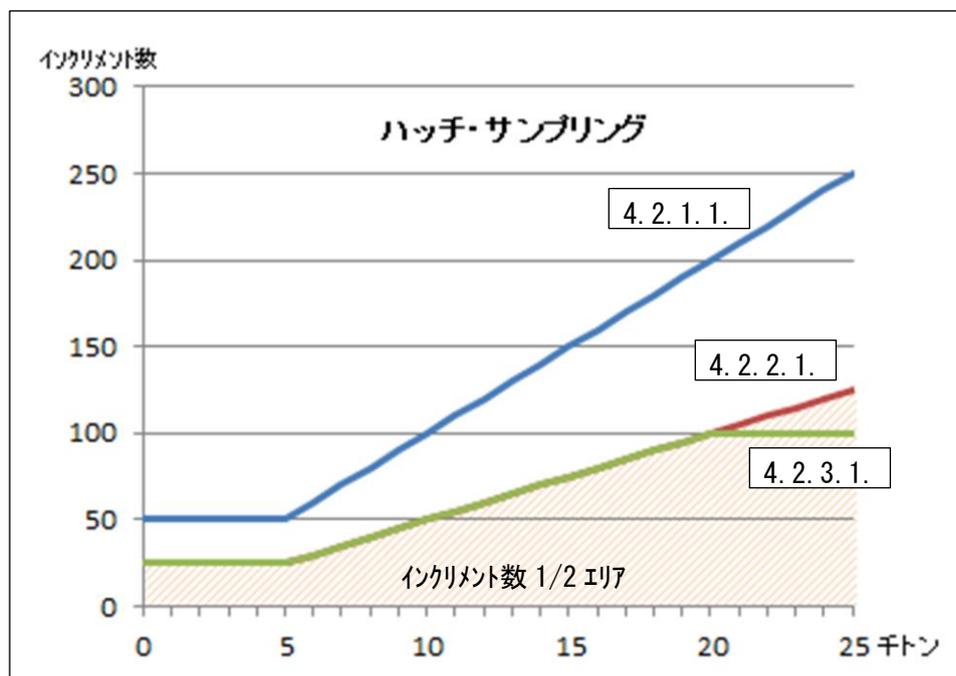


図-1 ハッチ・サンプリングの改正に伴うインクリメント数の変移

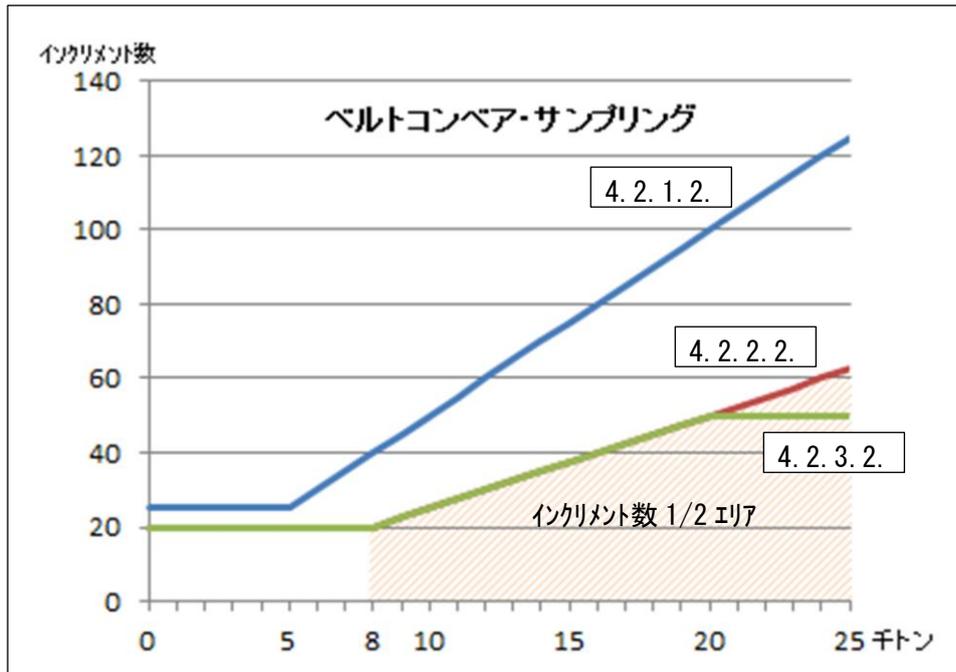


図 - 2 ベルトコンベア・サンプリングの改正に伴うインクリメント数の変移

5. 結果の考察

上記調査の結果、1968年(昭和43年)に制定された「輸入塩サンプリング方法および純度の決定方法」に規定されたハッチ・サンプリング法、ベルトコンベア・サンプリング法は、大口試料の総質量で比較した場合、既に1979年(昭和54年)の段階で、インクリメント個数の減数とインクリメントの大きさ(質量)の見直しに拠って、ハッチ・サンプリング法では17%以下、ベルトコンベア・サンプリング法では25%以下まで減量が図られている事が判明した。

また、サンプリング誤差や調製誤差並びに分析誤差の管理を目的にデュープリキットサンプリング手法が導入された経緯も明確となった。

6. おわりに

これまで、インクリメント個数を減じてもサンプリング精度を維持できる妥当性のある最少インクリメント質量について調査/検証を進めてきたのだが、ここ数年実施してきたメキシコ塩のサンプリングに於ける最大粒度の傾向から鑑みても、1979年(昭和54年)に見直され現在も用いられているハッチ・サンプリング法のインクリメントの大きさ(質量)の考え方(JIS規格のインクリメントスコープ番号20以上を用いるという規定)は妥当性が高く、また、ベルトコンベア・サンプリング法でのインクリメントの大きさ(質量)に関しても、ベルト幅を横切るように1インクリメントを採取する事から鑑みると1kg以上という設定も適切である可能性が高いと思われる。

今後は、他産地/他銘柄の輸入塩に対しても検証を行い、更なる研究を進めていく。