

図9 モニタリング計画により指示されるサンプリング計画と CAC/GL33 により推奨されるサンプリング計画との OC 曲線による比較

母標準偏差 0.2、分析精度(RSD%)20

上2段：個別にサンプルを分析した場合、下2段：コンポジットサンプルを1回分析した場合

Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLS

CAC/GL33-1999

(残留農薬等が MRLs に適合していることを決定するための推奨サンプリング法)

目次

目的	page 1
原則	page 1
サンプリング手順	page 1-3
適合判定のためのクライテリア	page 3-9
Table 1. ロットから採取される一次サンプルの最小数	
(a)肉及び家禽肉	
(b)その他の食品	page 4
Table 2. 適合しない濃度の農薬がロットに残留する率が与えられている場合に、少なくとも一つの不適合サンプルがロットに含まれていることを設定された確率で発見するために必要となるランダムに選択される一次サンプルの数(肉並びに家禽肉)	page 5
Table 3. 肉及び家禽肉製品：一次サンプルおよび試験室サンプルの最小量の説明	page 6-7
Table 4. 植物性製品：一次サンプルおよび試験室サンプルの最小量の説明	page 8
Table 5. 卵及び乳製品：一次サンプルおよび試験室サンプルの最小量の説明	page 9
ANNEX I. 用語の定義	page 10-13
ANNEX II. A サンプリングスキーム：肉及び家禽肉	page 14
ANNEX II. B 肉及び家禽肉以外の食品製品	page 15
ANNEX III. 例証	page 16-17
REFERENCE	page 17

残留農薬等が MRLs に適合していることを決定するための推奨サンプリング法

1. 目的

これらのサンプリング手順の目的は、コーデックスで定められる農薬等の最大残留限界(MRLs)に適合していることを決定するために行われる分析のために、ロットからの代表サンプル採取を可能とすることである。

2. 原則

- 2.1 コーデックスで定める MRLs は、適正農業規範(Good Agricultural Practice)のデータに基づいており、個々の MRL に適合している原材料から製造された食品が毒性的に許容できるものになるよう意図されている。
- 2.2 植物性食品、卵及び乳製品に関するコーデックス MRL は、農薬等を処理された複数のユニットから調製されるコンポジットサンプル中に生じることが予想される最大濃度を考慮しており、ロット中の平均残留濃度を代表することを意図している。肉及び家禽肉に関するコーデックス MRL は、農薬等を処理された動物あるいはとり個体の組織に含まれると予想される最大濃度を考慮している。
- 2.3 結果的に、肉及び家禽肉に対する MRLs は単一の一次サンプルに由来するバルクサンプルに適用されるのに対し、植物性製品、卵及び乳に対する MRLs は 1～10 の一次サンプルに由来するコンポジットバルクサンプルに適用される。

3. サンプリング手順

ノート (a)使用される用語は Annex I に定義しており、サンプリング手順は Annex II A 並びに Annex II B にスキームを示してある。
(b)必要であれば、穀粒、あるいはバルクで船積みされるその他の原材料に関する ISO の推奨法が準用されるだろう。

3.1 実施に当たっての注意

分析結果に影響する可能性があるため、すべての段階を通じてサンプルのコンタミネーションや変質は予防されなければならない。適合を確認される各ロットは、個別のサンプルとしなければならない。

3.2 一次サンプルの採取

ロットから採取される一次サンプルの最小数は Table 1 に従って決定する。不適合が疑われる肉及び家禽肉に関しては Table 2 に従う。実行可能な限り、各一次サンプルはロット中においてランダムに選択された箇所から採取されるべきである。またロットに応じて、必要とされる試験室サンプルをまかなうのに十分な量の試料として採取されなければならない。

ノート (a) 穀粒、豆類、茶のサンプリングに必要となる機器については ISO の推奨事項となっており、乳製品に必要となる機器については、IDF によって示されている。

3.3 バルクサンプルの調製

3.3.1 肉及び家禽肉を対象とした手順(Table 3)

個々の一次サンプルを区別されたバルクサンプルと考える。

3.3.2 植物性製品、卵及び乳製品を対象とした手順(Table 4 並びに 5)

実行可能であれば複数の一次サンプルを合わせよく混ぜ、バルクサンプルを調製する。

3.3.3 バルクサンプルを調製するために混合することが不適切あるいは実行不可能な場合に関する代替的手順

混合の過程あるいはバルクサンプルを小分けにする過程において、ユニットが損傷する可能性(そのようにすることで残留農薬等が影響を受ける可能性)が考えられる場合には、ユニットは、一次サンプルを採取する時点において、複数の複製試験室サンプルにランダムに分配されるべきである。ユニットが大きく、残留農薬の分布がより均一になるように混合できない場合にも同様である。この場合、使用される結果は、分析された複数の試験室サンプルから得られた妥当な分析値の平均値であるべきである。

3.4 試験室サンプルの調製

バルクサンプルが要求される試験室サンプルに比べ大きい場合には、これを代表するポーションを得るために分割すべきである。そのためにサンプリング機器、四分機を用いたあるいは、それ以外の適切な縮分操作が行われるであろうが、生鮮野菜や全卵のユニットは切断及び分割すべきではない。必要があれば複数の複製試験室サンプルはこの段階で調製すべきである。あるいは、3.3.3 に示された方法によって調製する。試験室サンプルに要求される最少サイズは Table 3、4、5 に示してある。

3.5 サンプリングの記録

サンプリング係官はロットの特性及び産地を記録しなければならない。内容は以下の項目となる。ロットの所有者、卸業者あるいは運送者。サンプリングされた場所と日時。及びそれらに係る必要な情報。推奨されたサンプリング方法からの逸脱についても記録しなければならない。署名付き記録のコピーは複製試験室サンプルのそれぞれに添付させなければならない。コピーのうちの一通はサンプリング係官が保管すべきである。試験室サンプルに添付されているかどうかに関係なく、サンプリング記録のコピーのうちの一通は、ロットの所有者、あるいは所有者代理人に渡されるべきである。サンプリング記録がコンピュータ化された様式で作成されている場合にも、当該記録は上記と同じ受取人に渡

されるべきであり、類似の方法により事後検証を可能にしておかなければならない。

3.6 試験室サンプルのパッケージング並びに移送

試験室サンプルはコンタミネーション、損壊及び漏出を防ぐために厳重に保護された不活性容器に入れて清潔に保存しなければならない。容器は密封の上、正確にラベルし、サンプリング記録を添付しなければならない。バーコードが使用される場合には、文字・数字の情報も付記させることが推奨される。実行可能な限り速やかにサンプルを試験室に送付する。輸送中の腐敗は避けなければならない。たとえば、生鮮品のサンプルは冷蔵すべきであり、冷凍品のサンプルは冷凍状態を保たなければならない。腐敗する以前に試験室に輸送される場合を除き、肉並びに家禽肉のサンプルは、送付前に凍結すべきである。

3.7 分析サンプルの調製

試験室サンプルには、単一の識別子をふり、受領日時とサンプルサイズに併せて、これらをサンプル記録に付け加えるべきである。分析に供される試料の一部すなわち分析サンプルは、実行可能な限り速やかに採取されるべきである。分析に供されない残りの試料も含めて、残留農薬の濃度を計算しなければならない場合には、その重量を記録しなければならない。

3.8 分析ポーシヨンの調製と保存

代表する分析ポーシヨンを採取するために、適切であれば、分析サンプルを粉碎しよく混合すべきである。分析ポーシヨンのサイズは、分析方法及び混合の効率によって決定すべきである。粉碎と混合の方法は記録すべきであり、またその方法が分析サンプルに含まれている残留農薬に影響を与えてはならない。適切であると判断される場合には、望ましくない影響を最小に抑えるため、このような処理は、特別な条件下たとえば氷点下などで行うべきである。

調製のための作業が残留農薬に影響を与える可能性がある場合及びその他に実行可能な代替法がない場合には、ユニットの全量を分析ポーシヨンとするか、あるいはユニットの全量から分割した一部を分析ポーシヨンとする。このように分析ポーシヨンが少ないユニットあるいはユニットの全量から分割された一部として調製された場合には、分析サンプルを代表することが難しく、平均値の不確かさを明らかにするために十分な数の複製ポーシヨンを分析しなければならない。分析までの期間、分析ポーシヨンが保存される場合には、保存方法や期間が含まれる残留農薬の量に影響するようであってはならない。要求があれば、複製と確認分析を目的に、追加分の分析ポーシヨンを採取しなければならない。

4. 適合判定のためのクライテリア

- 4.1 ロットから採取され、分析の目的に適した状態で受け取られたひとつもしくはそれ以上の試験室サンプルから分析結果を得なければならない。分析結果は十分と認められる精度管理データ(例えば、機器の校正、農薬の回収率などのコーデックス規格 vol.2 Section4.2 “Guidelines on good laboratory practice in pesticide residue analysis”により要求されている事項)によって担保されていなければならない。分析結果は回収率によって補正されるべきではない。残留濃度が MRL を超えるような場合には、その由来といった事実を確認するとともに、もとの試験室サンプル採取しておいたひとつもしくはそれ以上の数の分析ポーション分析することによって、判定に使用された分析濃度の妥当性を検証しなければならない。
- 4.2 コーデックス MRL はバルクサンプルに適用される。
- 4.3 分析結果が MRL を超過しない場合には、当該ロットはコーデックス MRL に適合している。
- 4.4 バルクサンプルに対して得られた分析結果が MRL を超過していた場合、ロットを不適合であると決定する際には、以下について考慮する。(i)判断に使用できる分析結果として、ひとつもしくはそれ以上の試験室サンプルからえられた結果があること、(ii)真度と精度について、精度管理データによって担保されていること。

Table 1 ロットから採取される一次サンプルの最小数

	ロットから採取される一次サンプルの最小数
(a)肉並びに家禽肉	
疑わしくないロット	1
疑わしいロット	Table 2に従って決める
(b)その他の食品	
(i)よく混合されているあるいは均一であると想定可能なパッケージングされたあるいはバルクとなっている食品	1 Annex 1にあるロットの定義下では(d)を参照
(ii)よく混合されていないあるいは均一でない可能性のあるパッケージングされたあるいはバルクとなっている食品	ノート(i)を参照
下記のいずれか:	
ロット重量(kg)	
<50	3
50-500	5
>500	10
あるいは	
ロットに含まれる缶、カートン、その他の容器の数	
1-25	1
26-100	5
>100	10

ノート (i) A 分類の場合に限り、大きなユニットで構成された製品に関しては、一次サンプルの最小数は試験室サンプルとして必要とされる最小ユニット数(Table 4)に一致させるべきである。

Table 2. 適合しない濃度の農薬がロットに残留する率が与えられている場合に、少なくとも一つの不適合サンプルがロットに含まれていることを設定された確率で発見するために必要となるランダムに選択される一次サンプルの数(肉並びに家禽肉)

ロットに適合しない残留がある、その率	与えられた確率(下記)で適合しない残留を検出するために必要となる最小試料数(n_0)		
%	90%	95%	99%
90	1	-	2
80	-	2	3
70	2	3	4
60	3	4	5
50	4	5	7
40	5	6	9
35	6	7	11
30	7	9	13
25	9	11	17
20	11	14	21
15	15	19	29
10	22	29	44
5	45	59	90
1	231	299	459
0.5	460	598	919
0.1	2302	2995	4603

ノート (a)表はランダムサンプリングを想定している。

(b)Table 2 に示されている一次サンプルの数が全ロットを構成するユニットの10%を超える場合には、一次サンプルの数はより少なくすることができる場合があり、次式によって計算する。

$$n = \frac{n_0}{1 + (n_0 - 1) / N}$$

ここで n = 採取される一次サンプルの最小数

n_0 = Table 2 に示された一次サンプルの数

N = ロット中で一次サンプルとすることが可能なユニットの数

(c)一次サンプルが一つだけ採取される場合には、そのサンプルから不適合な濃度の残留農薬が検出される確率は、ロット中での不適合な農薬残留の存在率に等しい。

(d)Table 2 に示された確率及びその他の確率について、または不適合な農薬残留

の存在率を変えた場合について、一次サンプルの数は次式によって計算することができる。

$$1-p = (1-i)^n$$

ここで、pは不適合残留農薬の検出確率、iはロットにおける不適合残留農薬の存在率(いずれも百分率ではなく小数)、そしてnは一次サンプルの数である。

Table 3.肉並びに家禽肉：一次サンプルの説明と試験室サンプルの最小サイズ

食品分類	例	採取される一次サンプルの特徴	各試験室サンプルの最小量
Class B: 動物性一次食品			
1 哺乳類の肉: type06, group030 ノート: 脂溶性農薬のMRLs適合に係るサンプリングを実行する場合には、下記セクション2に従うこと			
大型哺乳類			
1.1 通常10 kgもしくはそれ以上の畜肉の全量もしくはは半量	牛、羊、豚	必要であれば、首の筋肉の付随した横隔膜の全部もしくは一部	0.5 kg
1.2 小型哺乳類畜肉の全量	うさぎ	畜肉の全量もしくは後部四半身	骨と皮を除いて0.5 kg
1.3 哺乳類の肉部位(生鮮、チルド、凍結、パッケージングされたようなもの)	四半身、チョップ、ステーキ、ショルダー	ユニットの全量あるいは、大きなユニットの一部	骨を除いて0.5 kg
1.4 哺乳類の肉部位(バルク凍結品)	四半身、チョップ	容器につまった凍結肉を斜め切りしたもの。あるいは、個々の肉部位の全量または一部	骨を除いて0.5 kg
2 畜肉の脂肪を含む哺乳動物の脂肪: type06, group031 ノート: 2.1、2.2、2.3に記載の方法によって採取された脂肪サンプルは、対応するMRLsに照らして、脂肪あるいは製品全体の適合を決定する目的で使用される場合がある。			
2.1 屠畜の時点で大型であった哺乳類の畜肉の全量もしくは半量(通常10 kgもしくはそれ以上)	牛、羊、豚	一頭の動物の腎臓、腹部あるいは皮下脂肪	0.5 kg
2.2 屠畜の時点で小型であった哺乳類の畜肉の全量もしくは半量(<10 kg)		一頭もしくはそれ以上の動物の腹部あるいは皮下脂肪	0.5 kg
2.3 哺乳類の肉部位	脚、チョップ、ステーキ	ユニットから切り取られた視認可能な脂肪、あるいは脂肪を切り取ることでできない場合にはユニット全量もしくはユニットの一部	2.0 kg
2.4 哺乳類由来の脂肪組織のバルク		少なくとも三か所の部位からサンプリング機器を用いて採取したユニット	0.5 kg

食品はコーデックス委員会の取り決めに従って分類している
要求される一次サンプルの数を決める際には、Table 1を参照のこと。

食品分類	例	採取される一次サンプルの特徴	各試験室サンプルの最小量
Class B: 動物性一次食品			
3 哺乳類の内臓: type06, group032			
3.1 哺乳類由来の肝臓(生鮮、チルド、凍結)		肝臓の全量もしくは一部	0.4 kg
3.2 哺乳類由来の腎臓(生鮮、チルド、凍結)		一頭もしくはそれ以上の個体由来する、一側または両方の腎臓	0.2 kg
3.3 哺乳類由来の心臓(生鮮、チルド、凍結)		心臓全量もしくは、大型の場合には心室部分のみ	0.4 kg
3.4 その他の内臓(生鮮、チルド、凍結)	腸、脳	一頭もしくはそれ以上の個体由来するユニットの一部もしくは全量。あるいは、凍結したバルクサンプルを斜め切りしたもの。	0.5 kg
4 家禽肉: type07, group036 ノート: 脂溶性農薬のMRLs適合に係るサンプリングを実行する場合には、下記セクション5に従うこと			
4.1 大型のとり畜肉 >2 kg	七面鳥、ガチョウ、成長したにわとり	脚やその他の赤身肉といったもの	骨と皮を除いて0.5 kg
4.2 中型のとり畜肉 500g-2 kg	カモ、ほろほろちゅう、幼鶏	少なくとも三個体分の脚やその他の赤身肉といったもの	骨と皮を除いて0.5 kg
4.3 小型のとり畜肉 <500g	うずら、はと	少なくとも6個体分の畜肉	筋肉部位を0.2 kg
4.4 とりの一部肉(生鮮、チルド、凍結、小口あるいは全量パッケージ)	脚、四半身	パッケージングされたユニットもしくは個々の部位	骨と皮を除いて0.5 kg
Class B: 動物性一次食品			
5 家禽の脂肪(畜肉の脂肪を含む): type07, group037 ノート: 5.1, 5.2に記載の方法によって採取された脂肪サンプルは、対応するMRLsに照らして脂肪、あるいは製品全体の適合を決定する目的で使用される場合がある。			
5.1 屠畜の時点でとりであった畜肉の全量もしくは半量	にわとり、七面鳥	少なくとも三個体分の得られた腹部脂肪のユニット	0.5 kg
5.2 とりの肉部位	脚、むねにく	ユニットから切り取られた視認可能な脂肪 あるいは脂肪を切り取ることができない場合にユニットの全量もしくはユニットの一部	0.5 kg 2.0 kg
5.3 バルクとなっているとり脂肪組織		少なくとも三か所の部位からサンプリング機器を用いて採取したユニット	0.5 kg
6 家禽の内臓: type07, group038			
6.1 ガチョウやアヒルの高脂肪肝臓といった高価な製品を除く摂取可能なとりの内臓		少なくとも6個体由来するユニットもしくは容器の斜め切り	0.2 kg
6.2 ガチョウやアヒルの高脂肪肝臓といった高価な製品		1個体あるいは容器由来するユニット	0.05 kg
Class E: 動物性加工食品			
7 動物性の二次食品: type16, group080: ほしにく, type17, group085: 動物性加工脂肪, type18: 単一原材料由来の動物性製造製品, type19: 複合原材料由来の動物性製造製品			
7.1 細粉、調理、缶づめ、乾燥、溶解等の加工を受けた哺乳類あるいは、とり類製品	ハム、ソーセージ、ミンチ牛肉、鶏肉のペースト	包装単位、あるいは容器を斜め切りした代表試料。(もし肉汁などが含まれているのであれば)サンプリング機器により採取されたユニット	0.4 kg

食品はコーデックス委員会の取り決めに従って分類している
要求される一次サンプルの数を決める際には、Table 1を参照のこと。

Table 4. 植物性製品：一次サンプルの説明と試験室サンプルの最小サイズ

食品分類	例	採取される一次サンプルの特徴	各試験室サンプルの最小量
Class A: 植物性一次食品			
1 全ての生鮮果実 : type1, group001- すべての生鮮野菜 : type2, group009-019 (group 15: 乾燥豆類を除く)			
1.1 小型生鮮製品: 通常ユニットは < 25 g	いちご, えんどう, オリーブ	ユニットあるいはパッケージの全量, あるいは, サンプルング機器によって採取されたユニット	1.0 kg
1.2 中型生鮮製品: 通常ユニットは 25-250 g	リンゴ, オレンジ	ユニットの全量	1.0 kg (ユニットの最小数は10)
1.3 大型生鮮製品: 通常ユニットは > 250 g	キャベツ, うり, ブドウ(ぶさ)		2.0 kg (ユニットの最小数は5)
2 豆類: type02, group 015	大豆		1kg
穀物穀粒: type3, group 20	米, 小麦		1kg
木の实: type4, group022	ココナッツをのぞく		1kg
木の实: type4, group022	ココナッツ		5ユニット
搾油用種子: type4, group 23	ピーナッツ		500g
飲料及び甘味料用種子: type4, group024	コーヒー豆		500g
3 ハーブ類: type 5, group 027	生鮮バセリ	ユニットの全量	0.5 kg
	その他の生鮮		0.2 kg
乾燥ハーブについては, 本表class D type12を参照			
香辛料: type 5, group 28	乾燥品	ユニットの全量あるいはサンプルング機器により採取されたユニットの全量	0.1 kg (ユニットの最小数は10)
Class C: 動物用一次飼料			
4 植物性一次飼料: type 11			
4.1 マメ科の動物用飼料あるいは, そのたのかいばやまぐさ		ユニットあるいはサンプルング機器で採取されたユニットの全量	1.0 kg (ユニットの最小数は10)
4.2 わら, 干し草およびその他の乾燥製品		サンプルング機器で採取されたユニット	0.5 kg (ユニットの最小数は10)
Class D: 植物性加工食品			
5 植物性の二次食品: type12: 乾燥果実, 野菜, ハーブ, 粉砕穀物製品			
植物を原料とする製品: type13: お茶, 野菜油, ジュースおよび動物用飼料やその他の製品の原料となる副産物			
単一原材料由来の動物性製造食品: type14: 乾燥果実, 野菜, ハーブ, 粉砕穀物製品			
複合原材料由来の動物性製造食品: type15: 植物原材料量が優性である場合には, 動物性原材料を含む製品を含む。Group 78, パン			
5.1 ユニットあたり単価が高い製品		一包装単位あるいはサンプルング機器により採取されるユニット	0.1 kg*
5.2 パルク密度の低い固形の製品	ホップ, お茶	パッケージングされたユニットあるいは, サンプルング機器により採取されるユニット	0.2 kg
5.3 その他の固形製品	パン, 小麦粉, りんごの搾りかす, 乾燥果実	一包装単位, あるいはその他のユニットの全量, サンプルング機器により採取されるユニット	0.5 kg
5.4 液状製品	野菜油, ジュース	パッケージングされたユニットあるいは, サンプルング機器により採取されるユニット	0.5 L あるいは0.5 kg
*非常に高価な製品からはより少ない試験室サンプルを採取する必要があるかもしれないが, この場合にはその理由をサンプルング記録に明記しなければならない。			

Table 5. 卵並びに乳製品：一次サンプルの説明と試験室サンプルの最小サイズ

食品分類	例	採取される一次サンプルの特徴	各試験室サンプルの最小量
Class B: 動物性一次食品			
1 家禽の卵 : type7, group 039			
1.1 うずら及び類似のとり類の卵を除いた卵		全卵	鶏卵の場合には12個の全卵、ガチョウ並びにアヒルの場合には6個の全卵
1.2 うずら及び類似のとり類の卵		全卵	24個の全卵
2 乳 : type 6, group 033		ユニットの全量あるいはサンプリング機器により採取されたユニット	0.5 L
Class E: 動物性加工食品			
3 動物性の二次食品 : type16, group082: スキムミルク、濃縮乳及び粉乳			
動物性派生製品 : type17, group 86: 乳脂肪、group 087: バター、バターオイル、クリームパウダー、カゼインなど			
単一原材料由来の動物性製造製品 : type18, group 090			
複合原材料由来の動物性製造製品 : type19, group 092: 動物性原材料量が大部分を占める場合には、植物性原材料を含む製品を含む			
3.1 液状乳、粉乳、濃縮乳、クリーム、アイスクリーム、ヨーグルト		パッケージングされたユニットあるいは、サンプリング機器により採取されるユニット	液状の場合には0.5L、固形の場合には0.5 kg
<p>ノート(i)バルク中の濃縮乳や濃縮クリームについては、容器のふちや底に付着したものをかき落とし、サンプリングの前によく混合しなければならない。試験室サンプルを採取する前には、約2~3Lをあらかじめ採取し、再度よくかき回すべきである。</p> <p>(ii)バルク中の粉乳は、乾燥したボラーチューブを等間隔で差し込むことによって無菌的にサンプリングされるべきである。</p> <p>(iii)バルク中のクリームはサンプリングの前に、ブランジャーでよく混ぜるべきであるが、泡だてたりホイップしたり、強くかき回すことは避けなければならない。</p>			
3.2 バター並びにバターオイル	バター、ホエイバター、バター脂肪を含む低脂肪スプレッド、無水のバターオイル、無水の乳脂肪	パッケージングされたユニットの全量あるいは一部、サンプリング機器により採取されたユニット	0.2 kg あるいは0.2L
3.3 プロセステーズを含むチーズ			
0.3 kg以上のユニット		パッケージングされたユニットの全量あるいは一部、サンプリング機器により採取されたユニット	0.5 kg
ユニット< 0.3 kg		パッケージングされたユニットの全量あるいは一部、サンプリング機器により採取されたユニット	0.3 kg
<p>ノート 円形のチーズについては、中心から放射状に2つに切り分けサンプリングされるべきである。四角形のチーズについては、側面に対して平行になるよう2箇所を切断してサンプリングされるべきである。</p>			
3.4 液状、凍結あるいは乾燥させた卵製品		サンプリング機器により無菌的に採取されたユニット	0.5 kg

ANNEX I. 用語の定義

Analytical portion (分析ポーション)

分析サンプルから分取する代表的な量の試料であり、残留濃度の測定に適切なサイズのもの。

ノート 分析ポーションを分取することを目的にサンプリング装置がつかわれることがある。

Analytical sample (分析サンプル)

分析を目的として、試験室サンプルから調製される試料。分析対象となる製品からポーションを分取し、混合、粉碎、よく切断するなどして調製される。これはサンプリングエラーのすくない分析ポーションを分取するためである。

ノート 分析サンプルの調製はコーデックス MRLs の設定において用いられた方法に従わなければならない。そのため、分析に供される製品のポーションは通常食されることのない部位を含むかもしれない。

Bulk sample (バルクサンプル)

肉と家禽肉を除く製品について、ロットから採取された一次サンプルを合わせよく混合して統合したサンプル。肉と家禽肉については、一時サンプルがバルクサンプルに相当すると考える。

ノート (a)バルクサンプルからすべての試験室サンプルが分取可能となる十分な量を一次サンプルは与えなければならない。

(b)個々の試験室サンプルを一次サンプルの採取時に調製するような場合においては、ロットからサンプルを採取するその時点において、バルクサンプルは試験室サンプルの概念的な和となる。

Laboratory sample (試験室サンプル)

試験室に送付されるあるいは、試験室が受け取るサンプル。バルクサンプルから採取される試料の代表的な量。

ノート (a)試験室サンプルはバルクサンプルの全量もしくはその一部。

(b)ユニットの副分割が Table 3 に規定されている場合を除き、試験室サンプルを調製する目的で、ユニットは切断あるいは破砕されるべきではない。

(c)複製試験室サンプルとして同一のバルクサンプルから均質な複数のサンプルが調製されることがある。

Lot (ロット)

一度に輸送される食品原料の一定量であり、サンプリング係官によって産地、生産者、品種、包装者、包装形態、記載事項、荷主等の特性が同一であると認識あるいは想定されているもの。疑わしいロットとは、いかなる理由があっても、基準を超えた残留があることが疑われたものである。疑わしくないロット

とは、基準を超えた残留を疑ういかなる理由もないロットである。

ノート (a)コンサインメントが、異なる生産者に由来するなど、特定可能な複数のロットで構成されていた場合、各ロットは個別に考えられるべきである。

(b)コンサインメントは一つもしくは複数のロットで構成されることがある。

(c)大きなコンサインメントにおいて個々のロットのサイズや境界を容易に区別できない場合には、ワゴン、トラック、船着場といった一連のものの中の一つを個別ロットとして考えることがある。

(d)たとえば、ロットは等級分けや製造工程において混合される場合がある。

Primary sample(一次サンプル)

ロットの一つの個所から採取されるひとつもしくは複数のユニット。

ノート (a)ロット中の一次サンプルが採取される個所は、ランダムかつ適切に選択されるべきである。しかし、物理的に実行することが難しい場合には、当該ロットの接近可能な部分のうちランダムな箇所とされるべきである。

(b)一つの一次サンプルに必要なユニットの数は、必要とされる試験室サンプルの最小量と数によって決定されるべきである。

(c)植物性の製品、卵並びに乳製品に関して、一つのロットから一つ以上の一次サンプルが採取される場合には、各一次サンプルの分量がバルクサンプルに対しておおよそ同じ割合とならなければならない。

(d)ユニットは、一次サンプルを採取する時点において、複数の複製試験室サンプルにランダムに配分されることがある。これは、ユニットが中程度あるいは大きなサイズであり、バルクサンプルを混合することで試験室サンプルの代表性が向上しない場合か、ユニット(卵や柔らかい果実など)が混合により損傷する場合にとられる手段である。

(e)一次サンプルがロットの積み込みあるいは積み出しの間隔にそって採取される場合があるが、この場合のサンプリング“箇所”は時間である。

(f)ユニットは、副分割が Table 3 に規定されている場合を除き、一次サンプルを調製するために切断もしくは分割されてはならない。

Sample (サンプル)

ユニットの集合から選択された一つあるいはそれ以上のユニット。あるいは、より大量の試料から選択された試料の一部。本ガイドラインの目的においては、代表サンプルは農薬の残留濃度についてロット、バルクサンプル、動物性食品

を代表することを意図しており、その他の成分については必ずしも重視していない。

Sampling (サンプリング)

サンプルを採取、構成するのに必要な手順。

Sampling device (サンプリング機器)

(i) バルク試料、パッケージ(ドラム缶、大きなチーズ)、あるいは一次サンプルとして扱うには大きすぎる肉あるいは家禽肉のユニットから、ユニットを採取するための、スコップ、ディッパー、ボーラー、ナイフ、スピアなどの道具。

(ii) バルクサンプルから試験室サンプルを調製する際あるいは、分析サンプルから分析ポーションを調製する際に使用されるリップルボックスのような道具。

ノート (a) 特定のサンプリング機器についてはISO及びIDFの規格にまとめられている。

(b) 糞や葉のようにもろい試料の場合には、サンプリング係官の手をサンプリング機器とする場合がある。

Sampling officer (サンプリング係官)

サンプリング手順について経験を積んだ人物であり、必要な場合には関係当局からサンプル採取に関する権限を与えられた人物。

ノート サンプリング係官は、試験室サンプルに関する調製、梱包、および送付を含むすべての手順に対する責任を有する。サンプリング係官は、規定されたサンプリング手順には首尾一貫性が必要であることを理解しなければならない。また、サンプルに関する完全な記録を残さなければならず、試験室と密接にやり取りをするべきである。

Sample size (サンプルサイズ)

サンプルを構成するユニットの数あるいは試料の量。

Unit (ユニット)

ロットに含まれる分割可能な最小の部位であり、一次サンプルの全体あるいは、一部を構成するために採取される。

ノート ユニットは以下の通り定義されるべきである。

(a) 生鮮果実及び野菜：果実あるいは野菜一個ずつ、あるいはブドウのようなひと固まりはユニットとすべきである。ただし、これらの状態が小さい場合を除く。小さな製品がパッケージングされたそのユニットについては、以下の通り(d)定義される場合がある。対象を傷つけることなくサンプリング機器が使用されるような場合には、ユニットはこの機器によって規定される場合がある。個々の卵、生鮮果実及び野菜はユニットを調製する目的で切断、分割してはならない。

(b) 大型動物及びその器官：特定の部位あるいは器官の一部もしくは

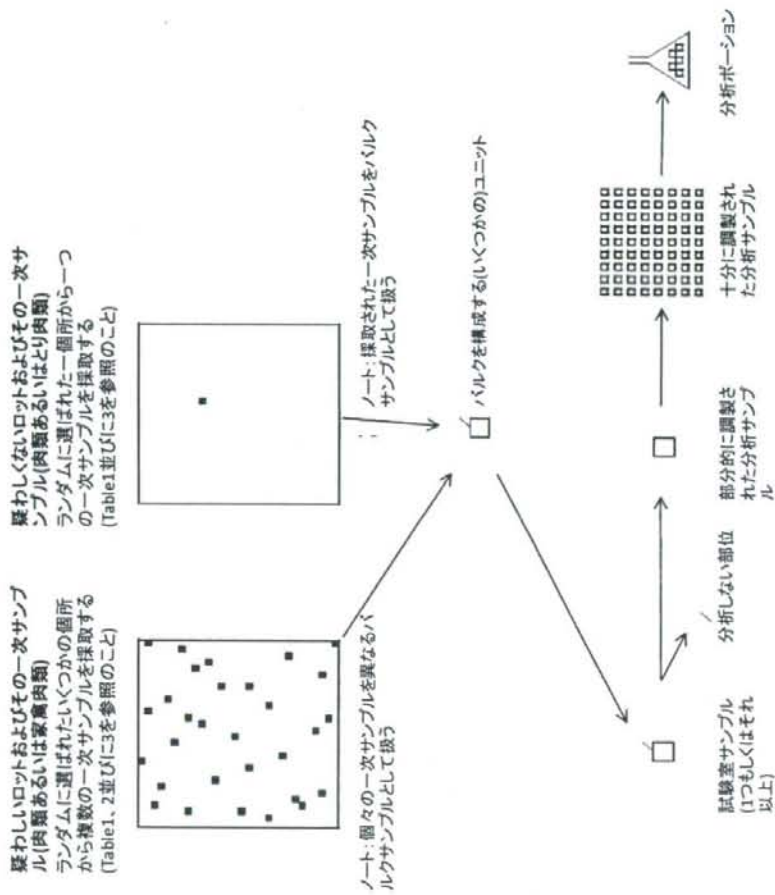
全体をユニットとすべきである。ユニットを調製する目的で、部位あるいは器官は切断される場合がある。

(c) 小形動物及びその器官：動物の一個体、あるいは完全な部位、器官のそれぞれがユニットとなる場合がある。パッケージングされている場合は、ユニットは(d)のように定義される場合がある。農薬の残留濃度に影響がないようにサンプリング機器が使用される場合においては、ユニットはこの機器によって規定される場合がある。

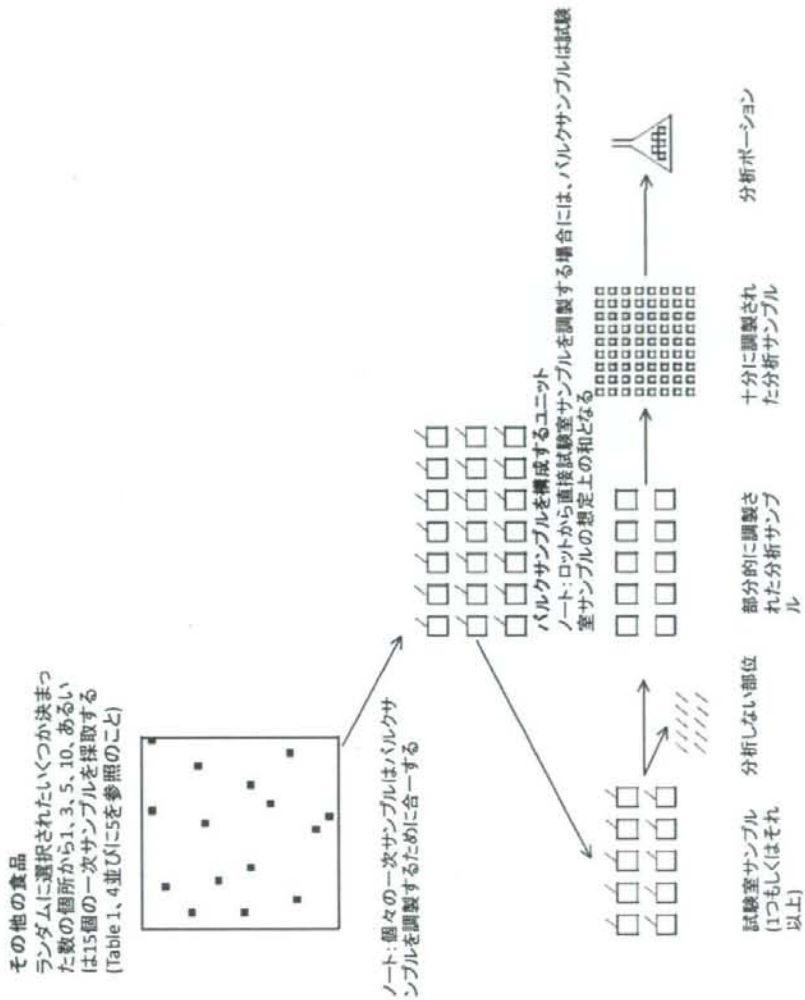
(d) パッケージングされた試料：分割可能な最小単位のパッケージについては、それをユニットとして扱うべきである。最小パッケージが非常に大きい場合には、(e)のようにバルクとして考えサンプリングされるべきである。最小パッケージが非常に小さい場合には、パッケージを取りまとめたものがユニットとなる場合がある。

(e) 個別に取り扱うには大きすぎるバルク試料並びに大きなパッケージ(ドラム缶やチーズなど)は一次サンプルとして取り扱う。ユニットはサンプリング機器によって規定される。

ANNEX IIA. サンプリングの模式図：肉類および家禽類類



ANNEX IIB. サンプリングの模式図：肉類およびとり肉類以外の食品



ANNEX III. 例証

ノート (i) これらの例証は単に例証に過ぎず、推奨事項の一部をなすものではない。(ii) MRL を超過しているかいないかの決定は、利用可能な分析データに基づいて行うべきであるが、結果に基づく措置は、関係当局によって決定されるものである。

例 A.

・想定される事項

1. 500 トンの凍結された畜肉(コンサインメント;一括送付貨物)が輸入されてきた。そのうち、300 トンは生産者 A のものであり、残り 200 トンは生産者 B のものであると表記されている。この 500 トンのコンサインメントに残留する農薬を検査する。
2. この貨物は、最近ペルメトリン(脂溶性)及びディフルベンズロン(非脂溶性)について MRL を超える残留のある製品を輸出した輸出業者によって送付された畜肉である。
3. ロット A(生産者 A による 300 トン)中の畜肉からは脂肪をかきとることができたが、ロット B(生産者 B による 200 トン)についてはかきとることができなかった。
4. サンプル計画は、10%の存在率で畜肉に基準を超過する残留があることを仮定し、これを 95%の確率で検出するためのものとされた。
5. 複製試験室サンプルを調製することに関し、なんら法的義務はない。
6. サンプル記録は紙様の形式である。
7. 脂質抽出のために脂肪組織を提出させることは国内法に基づき可能である。

・結果に基づく措置と決定

1. コンサインメントは、2つの疑わしいロット(A 並びに B)と区別してサンプリングされる。
2. Table 2 に示されているとおり、29 の試験室サンプルが採取されるべきである。そのため実行可能である限り、ロットごとに 29 の畜肉がランダムに選択される。
3. ロット A について、選択した畜肉に付着している最小で 0.5 kg の脂肪が(一次)試験室サンプルとして採取される。またこのサンプルとは別に、(骨を含まない)最小で 0.5 kg の肉が(一次)試験室サンプルとして採取される。
4. ロット B の畜肉からは脂肪は採取されず(採取不可能であることが前提)、2 kg の肉が 29 個がサンプルとして採取された。
5. 試験室サンプルを採取する際に、サンプルはポリエチレンのバッグに入れられ、慎重にラベルづけ、密封され、さらに完全な記録がつけられた。サンプルは試験室に送付され、溶けていないことが確認される。サンプル記録のコピーは、ロットの所有者/コンサインメントの保管者に供与される。コピーはサンプルとともに試験室に送付されるとともに、サンプリング係官の手元にも保管される。
6. ロット A から採取された脂肪組織試験室サンプルは送付され、脂質が抽出されたのち、等量(分析ポーション)が残留ペルメトリン分析に供された。結果は総脂肪組織重量当たりの濃度として示される。
7. もし必要であれば、骨は肉試験室サンプルから除かれる。また肉は、分析ポーション中のディフルベンズロン残留量を試験する前にミンチ状にされる。結果は骨を除いた全肉量当たりの濃度として示される。

8. 両方のロットから採取された肉サンプルに含まれるディフルベンズロン濃度が ≤ 0.05 mg/kg であり、ロット A から採取された全ての肉サンプルに含まれるベルメトリン濃度が < 1 mg/kg であった場合、ロット B は適合しており、ロット A はディフルベンズロン残留基準に関して適合している。
9. ロット A から採取された 29 の脂肪組織サンプルのうち、3 つが > 1 mg/kg の濃度でベルメトリンを含有していた場合には、これら 3 つの試験室サンプルから複製された複数の分析ポーションを分析する。分析の不確かさを考慮してなお、得られた結果により MRL を超過していることが確認されたならば、このサンプルの採取もとである 3 つの畜肉は MRL に適合していない。それに対して、残りの 26 の屠殺肉は MRL に適合している。
10. この結果に基づきロットの全体が不適合とされないのであれば、不適合の畜肉から適合している畜肉を分離するために、ロット A に残っている畜肉から脂肪組織試験室サンプルを改めて採取し分析する。

例 B.

・想定される事項

1. 12 kg 詰めのカートン(各カートンは約 100 個のリンゴを含む)の集合として総量 60 トンになるコンサインメントに残留する農薬を検査する(500 カートン)。
2. すべてのカートンには同一生産者コードと日付が記されている。
3. 国内法に基づき 3 つの試験室サンプルが要求される。
4. サンプルング係官にはバックングと等級付けの際に起こった混合の程度が判然としない。
5. サンプルング記録は紙様の形式である。
6. 判定試験室によって要求されるまでの期間、複製試験室サンプルはモニタリング試験室に保持されている。

・結果に基づく措置と決定

1. コンサインメントは、単一ロットとしてサンプルングされる。
2. 実行可能である限り、ランダムに 10 個のカートンを選択し、これらのカートンからリンゴを採取し 3 つの新しいポリエチレンバックにつめて試験室サンプルとする。
3. 各カートンから、(一個もしくは二個)のリンゴを採取して、3 つのバックのそれぞれに詰めていく。各バックには、最小数として 10 個、重量にして ≥ 1 kg のリンゴが詰められていることを確認する。
4. 二つの試験室サンプルをモニタリング試験室に送付し、三番目の試験室サンプルはロットの所有者/コンサインメントの保管者に供与される。
5. モニタリング試験室では、一番目の試験室サンプルを調製、処理した上で、分析ポーションを分析する。二番目の試験室サンプルは、それ以降の処理をせず保管する。
6. 結果によってイプロディオオンが MRL である 10 mg/kg を超過していることが確認された場合には、ひとつもしくはそれ以上の分析ポーションを分析する。
7. それら複数の結果によって MRL を超過していることが示されたならば、関係当

- 局はコンサインメントの所有者/保管者に対して通告をした上で、保管しておいた二番目のサンプルを判定試験室に送付する(コンサインメントの所有者・保管者は受け取っていた三番目の試験室サンプルを独自に分析することができる)。
8. 両方の試験室から得られた結果に含まれる分析の不確かさを考慮してなお、判定試験室によって得られた結果がイプロディオンの残留濃度が MRL であるところの 10 mg/kg を超過していることを支持している場合には、MRL を超過していると考ええる。

REFERENCES

1. International Organisation for Standardization, 1979. International Standard ISO 950: Cereals - Sampling (as grain).
2. International Organisation for Standardization, 1979. International Standard ISO 951: Pulses in bags - Sampling.
3. International Organisation for Standardization, 1980. International Standard ISO 1839: Sampling - Tea.
4. International Dairy Federation, 1995. International IDF Standard 50C: Milk and milk products - methods of sampling.
5. Joint FAO/WHO Food Standards Programme (1993). "Portion of commodities to which Codex Maximum Residue Limits apply and which is analyzed". Codex Alimentarius, Volume 2, Section 4.1, 389-404. FAO Rome. ISBN: 92-5-103271-8.
6. Joint FAO/WHO Food Standards Programme (1993). "Codex classification of foods and animal feeds". Codex Alimentarius, Volume 2, Section 2, 147-366. FAO Rome. ISBN: 92-5-103271-8.