

必要かつ適切な場合には、分析結果は回収率補正に基づき表現すべきであり、補正した場合にはそのように明示しなければならない。

結果を回収率で補正した場合には、回収率を考慮した方法も明示すべきである。可能な場合には常に回収率を引用する必要がある。測定の不確かさには、回収率補正に伴う不確かさも含め、又は明示された回収率と併せて引用すべきである。

規格に関する規定を定める場合には、適合性確認における分析に使用された方法によって得られた結果が、回収率補正に基づき表現されているか否かを明示することが必要となるだろう。

9 参考資料

これらの参考資料は情報提供のみを目的として示されている。

測定の不確かさの推定に関するガイド

ガイド98、測定の不確かさの表現のガイド (GUM) ISO、ジュネーブ (1995年)

EURACHEM/CITAC分析的測定における不確かさの定量化ガイド(第2版)、EURACHEM 2000。 <http://www.eurachem.org>から無料でダウンロード可能

英国王立化学会分析法委員会「分析の不確かさ - 分析科学におけるその使用の影響」、Analyst, 1995, **120** (9), 2303-2308

ISO 21748:2010 測定の不確かさの推定における反復性、再現性、及び真度の推定値の使用に関する指針、ISO、ジュネーブ (2010年)

NISTテクニカルノート1297 (1994年版) : 「NISTの測定結果の不確かさを評価及び表現するためのガイドライン」

NMKL手順No. 5、第2版 (2003年) : 「化学分析における測定の不確かさの推定及び表現」

UKAS (英国認証機関認定審議会) 2000年 試験における不確かさの表現 第1版、UKAS 出版物 ref: LAB 12

EurolabテクニカルレポートNo. 1/2007。測定の不確かさの再検討：不確かさの評価への代替的アプローチ。 www.eurolab.orgから無料でダウンロード可能

NordtestレポートTR 537。環境試験所における測定の不確かさの計算ハンドブック。 www.nordtest.orgから無料でダウンロード可能 (このハンドブックは環境分析を対象としているが、記載されているアプローチと例は、食品及び飼料に関する試験の結果にも適用できる)

分析方法及び方法の性能のバリデーションに関する手順

「試験方法の精度」、ジュネーブ、1994年、ISO 5725、前版は1981年及び1986年に発行された。(コーデックスでは採用していない)

「方法性能研究の設計、実施、及び解釈に関するプロトコル」 ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 33 1-343 (コーデックスによって採用)

分析方法の性能及び結果の解釈に関する指令96/23/ECを実施するための欧州委員会決議2002/657/EC、Off J Eur Comm、L22 1 (2002) 8-36

化学分析方法のバリデーション。NMKL手順No 4、第4版、2010年

認定その他

ISO/IEC 17025:2005、試験及び校正研究所の能力に関する一般的勧告、ISO、ジュネーブ、(2005年)

EURACHEM指針書No. 1/WELAC指針No. WGD 2：「化学研究所の認定：GEN 45000規格シリーズ及びISO/IECガイド25の解釈に関する指針」

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001年 国立保健研究所でISO 17025を実施するためのツールとしての技能試験：効率を高めるための方法。Accreditation & Quality Assurance、6: 190-194

NMKL手順No. 3 (1996年) 「化学食品研究所の内部精度管理における管理図及び管理試料」Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed) 。2001年

分析化学、微生物学、及び臨床検査医学における技能試験 – 現状、問題点、及び今後の方向に関するワーキンググループ討議 Accreditation & Quality Assurance、6: 140- 146

適合性

EURACHEM/CITAC適合性評価における不確かさ情報の使用のガイド EURACHEM、2007年。http://www.eurachem.org/から無料でダウンロード可能

用語

ISO (第2版、1993年) VIM 「国際計量基本用語集」。ジュネーブ

ISOガイド99、国際計量基本用語集第3版、VIM3、ISO、ジュネーブ (2008年)

付属文書

緒言

ガイドライン文書CAC/GL 59-2006に記載の通り、分析データに伴う測定の不確かさ（MU）の推定は、ISO/IEC 17025に基づき認定された試験所への要求事項であり、優良試験所規範（GLP）に従い残留農薬分析を行っているすべての試験所に期待される。国内・国際を問わず、化学残留物及び汚染物質規格に対する食品の適合性の判定は、特定のロット又はコンサイメントの分析に関して試験所が報告する試験結果に伴う不確かさを考慮して行う必要がある。

試験所が分析に使用する試験方法は極めて類似しているという事実にも関わらず、技能試験（PT）で報告されるMUの推定値が大幅に異なることは珍しくない。この証拠が示唆しているのは、MUの推定が多く食品試験所にとってまだ発展途上の科学のように見えることである。本付属文書の目的は、試験所が測定の不確かさの推定に使用できるいくつかの選択肢、特に複数残留農薬分析法に関する内部分分析法バリデーション、精度管理、及び長期的精度データの使用について説明することである。また、残留農薬結果に伴うMUの推定に対するアプローチの調和を高めることで、MRLに近い残留レベルの適合性判定に議論が生じる可能性を最小限に抑えられるものと期待される。

MUの決定に一般的に使用されるアプローチは大きく二つに分類される。すなわち、いわゆるGUM（「測定における不確かさの表現のガイド」）、つまり「ボトムアップ」のアプローチと、分析精度及びバイアスの適用に基づく「トップダウン」の手順である。

GUMアプローチは、分析プロセスの個々のあらゆる要素の厳密な分析と、これらの手順に配分される偶然及び系統誤差の推定に基づいている。このプロセスは、当初は極めて労力を要するものであるが、分析者にプロセス上の分析手順への詳細な理解を持つこと、又は深めること、及びその方法の重要管理点を特定することを要求する。プロセスにおいてあらゆる手順を考慮しなければ、MUが過小評価される可能性がある。一方では、何らかの操作上の誤差が相殺される可能性があり、それが無視されると不確かさの過大評価を招きかねない。ボトムアップアプローチは一般に、分析化学活動、及び特に複雑性の高い複数残留農薬分析法に比べて、物理的計量に適していることが認められている。

トップダウンアプローチの支持者は、MUに関するより確実な情報は内部バリデーション、長期的精度、及び分析精度管理（QC）から収集された試験データによって得られる可能性が高い、と指摘する。利用可能な場合には、PTデータもMUの推定に使用でき、推定の唯一の基準とされる場合もあるが、内部データと併せて使用される場合が多い。また試験所間の再現性に関するPT研究からのデータによって、単一試験所の推定に有用な「ベンチマーク」が得られることもある。

MUの推定に際してはあらゆる選択肢を考慮すべきである。初期目標は、利用可能な情報を役立てて可能な限りの最良推定値を得ることに置かれるべきである。試験所の最初の推定値は、代替的方法、文献報告と照合することや、PT研究と比較することによって検証すべきである。さらに、測定の不確かさを推定及び検証する場合には、専門的判断が重要な役割を果たす。推定値は、例えば分析プログラムの過程で日常的に生み出されるバッチ内QCデータなど、利用可能な精度データの増加に伴い見直すべきである。

本付属文書の焦点は、さまざまな供給源から得られるデータに基づくトップダウンアプロ

一斉を使用したMUの推定に置かれている。

食品中の残留農薬に関するMUの初期値の適用

EU加盟国は、EUに輸入される食品コンサイメントの残留農薬に関して $\pm 50\%$ のMU「初期」値を採用している。この初期値はEUを基盤とした多くのPT研究の統計的結果に基づくもので、これらの研究には果実及び野菜に関する数々の複数残留物研究に参加している適格な残留物試験所が含まれていた。これらの多くの研究からは20～25%の平均相対標準偏差が報告され、50%に近い不確かさが得られた。

10 国際計量基本用語集、ジュネーブ、1993年。

その他の統計データが存在しない場合には、EUの農薬MRL規制への適合性に関して食品を検査する試験所は、EU又は同様のPT研究への参加を通してその分析技能を証明できること、及び/又は許容可能な長期的精度とその試験結果に伴うバイアスを明示できることを条件に、50%のMU初期値を採用できる。しかし長期的には、試験所は内部精度及びバリデーションデータに基づきMUを独自に推定することにより、自らのMU初期値の採用を検証する義務を負うべきである。

Horwitzの関係の使用によって得られる精度データ

特定の方法に関する試験所間研究からのデータが存在しない場合には、再現性の標準偏差、つまりMUを、再現性の標準偏差を分析対象物質の濃度と相関させたHorwitzの式から決定できる。Horwitzによる変動係数(CV)と分析対象物質の濃度の関係は、文献に報告されている食品に基づく多数の共同試験の結果に基づいている。発表されている試験所間研究から得られる期待値と内部MU推定値を比較する上でも、Horwitzの式は有用なツールである。

試験所間研究(共同研究及びPT研究)から得られる精度データ

試験所間研究のために報告される結果は、不正確さとバイアス双方の影響を受けている。このような研究が十分な数の試験所を参加させ、実際の試験条件(分析対象物質とマトリックスの範囲)に対応すべく設計されている場合には、得られる再現性の標準偏差は実際に生じる可能性が高い典型的な誤差を反映したものとなる。PT研究データはしたがって、測定の不確かさの妥当な推定値を得るために使用できる。

方法に関する共同研究は一般に明確に定義され、分析プロセスに関する詳細な指示を伴い、通常は残留物分析に優れた実績を持つ専門試験所のみが参加する。このような条件下では、方法を再現性の条件下で適用した場合には、特に均一の試料からの誤差の寄与を無視できる可能性が高いため、分析の分散が得られる可能性が最も高くなる。試験所が特定の共同研究と関連した分析性能を達成する能力を証明できれば、その研究に関して得られた再現性の標準偏差は、MUを推定するための優れた基準となるはずである。しかし適格な試験所は、試験所内の再現性の条件下で方法を実施する場合には、試験所間の方法の精度を上回ること、したがってMUを減少することが可能であるべきである。

共同研究に認証標準試料(CRM)を使用する場合には、研究報告に「認証」値に対する方法のバイアス推定値を示すべきであり、MUの推定に際してはこれを考慮する必要がある。

PT研究においては、試験所が分析に独自の試験方法を使用することが一般的である。それは標準方法、修正された標準方法であることもあれば、内部で開発及びバリデーションされた方法であることもある。また一般に、共同研究の場合に比べて参加する試験所の分析能力のばらつきが大きい。これらの要因のために、PT研究に関して得られる再現性の標準偏差は、方法に基づく共同研究から予測されるものに比べて大きくなる可能性が高い。こ

のようなデータに基づくMUは、多くの参加試験所が報告する推定値よりも大きい可能性がある。とは言え、さまざまな専門知識を持ち、多様な方法を使用している試験所が参加するPT研究に基づくMUの推定値は、国際貿易における残留農薬に関して食品の適合性を判定する上でより実用的かつ有用な場合がある。EU加盟国が適用している50%のMU初期値は、さまざまな農薬及び食品マトリックスに関するPTデータに基づいている。

試験所がMUの推定にPTデータを使用しているか否かを問わず、PT研究からの情報は、内部バリデーション又は精度管理実験などのデータに基づく推定値を比較及び検証する上で有用である。

内部バリデーション及び精度管理データから得られるMU

化学物質の計量者の間には、分析プロセスに関する不確かさデータの最良の供給源は、試験所の分析法バリデーション及び/又は検証研究と長期的精度管理データである、との総意が存在する。これは、試験所はバリデーション及び/又は検証研究を行っており、適切な精度管理（QC）試料、CRM、標準試料（RM）、又はマトリックススパイクに関して長期的バイアス及び再現性データを蓄積する十分な経験がある、との前提に基づいている。

食品マトリックス中の残留農薬に対するCRMの利用可能性が限定されていることは通常、試験室が内部精度管理のためにスパイクされた、又はその他の方法で適切に特徴付けられた試料を重視することを要求する。残留物を含ませた試料、PT研究の余剰試料、残留物を含まないスパイクされた試験所試料など、マトリックスに基づくQC試料の使用は、バイアスと精度の双方に関する情報を収集しながら、方法（及び分析者）の性能を監視及び管理する能力を試験所に与える。管理図は長期的精度を評価し、分析プロセスの統計的管理を監視するための優れたツールである。

MUの推定に際しては、有意であればバイアス、及びバイアスの不確かさを考慮すべきである。このことは、セクション5.4で検討する例に説明されている。

バイアスはCRMを使用することで最も正確に決定できる。しかし、食品中の農薬に対するCRMが乏しいこと、及び通常は複数残留物のスクリーニングに多数の農薬が組み込まれることを考えれば、方法バイアスに関する情報を得るには一般にスパイクされたマトリックス試料の回収率に頼らざるを得ない。

またPT研究における試験所の性能が、合意された値に対する個々の試験所のバイアス、及び場合によってはPT試料のスパイクレベルに関して有益な示唆を与えることもある。しかし、バイアスは情報としてMUの推定に使用する前に、多くのPT研究からの結果に基づき、又はそれによって確認されるべきである。

計算例

以下の計算例では、内部バリデーションデータ、内部精度データ、及び試験所間データのさまざまな組み合わせに基づきMUを推定するための許容可能な手順を説明している。Horwitzの式とPT研究からの結果はまた、内部MU推定値と比較するための有用なベンチマークも提供する。

以下の計算例では、典型的な残留農薬としてのクロルピリホスに関する仮説的データを使用し、主としてテクニカルレポートNo 1/2007及びNordtestレポートTR537に示された例を利用している。

5.1 Horwitzの式を使用したMUの推定

Horwitzの式では、再現性の標準偏差を分析対象物質の濃度の関数として表現する。

$$u' = 2^{1-0.5 \log c}$$

次の場合 u' = 再現性の相対標準偏差

c = 分析対象物質の濃度 (g/g)

相対拡張MU、 U' (95%の信頼度で) は次により推定できる

$$U' = 2u'$$

Horwitzの式は分析対象物質の濃度の関数であるため、次の表に示された農薬濃度に応じて異なったMU値が得られることになる。

濃度 (mg/kg)	u' (%)	U' (%)
1.0	16	32
0.1	22.6	45
0.01	32	64

例1 :

ある試験所がトマトの試料中に0.40 mg/kgのクロルピリホスを測定する。

Horwitzの式は、濃度0.40 mg/kgでの再現性の相対標準偏差を18.4%と予測する。

$$u' = 18.4\%$$

$$U' = 2u' = 37\%$$

試験所はしたがって、結果を0.40 ± 0.15 mg/kgと報告することになる。

試験所の報告には、報告された不確かさが信頼度を約95%にするための包含係数2を伴う拡張不確かさであることを明記すべきである。別段の記載がない限り、これは一般に拡張不確かさを伴って報告された結果とみなされる。

裏付けとなるデータが存在しない場合には、Horwitzの式はある程度慎重に、試験結果に伴う推定不確かさを示すに過ぎないものとして使用すべきである。分析手法、特に機器技術の進歩によって、Horwitzの式で予測されるよりもはるかに小さな不確かさで極めて低い定量限界を達成できるようになっている。Thompson及びLowthianは、低い濃度では試験所がHorwitzの関数を超える性能を発揮する傾向があることを報告している。しかしThompsonの概念は、0.1 mg/kg未満の濃度に関する u' の最大値をその濃度とは関わりなく22%に限定していることに注意すべきである。

5.2 EUの50%の初期値を適用することによるMUの推定

試験所はMU初期値を適用する前に、自らが初期値以下の不確かさを日常的に達成できることを保証すべきである。

例2 :

ある試験所がトマトの試料中に0.40 mg/kgのクロルピリホスを測定する。測定結果には±50%の合意された初期値が適用される。

したがって、試験所は結果を 0.40 ± 0.20 mg/kgと報告することになる。

5.3 試験所内QC及びPT研究からのデータに基づくMUの推定

5.3.1 PT研究から割り当てられた（又は合意された）値を使用

$$U' = 2u' \quad \text{式1}$$

$$u' = \sqrt{u'(Rw)^2 + u'(bias)^2} \quad \text{式2}$$

次の場合

U' = 相対拡張不確かさ

u' = 相対合成標準不確かさ

$u'(Rw)$ = 試験所内の不確かさによる相対標準不確かさ（試験所内の再現性の相対標準偏差）

$u'(bias)$ = バイアスによる相対標準不確かさの要素

例3：

この例では、 $u'(Rw)$ は試験所内のQCデータから得られ、長期的QCデータ及び $u'(bias)$ はPTデータから推定することが望ましい。

トマト中のクロルピリホスに関する試験結果 = 0.40 mg/kg。

0.5 mg/kgのクロルピリホスでスパイクされたトマトのバッチ内QC試料（それまでの3カ月間にわたり週に1回スパイクされた試料）の分析からの相対標準偏差 = 15%。

試験所は6件のPT研究に参加し、これらの研究ではさまざまな野菜及び果実マトリックス中の分析対象物質にクロルピリホスが含まれていた。これらの研究に関しては、試験所の結果と割り当てられた値の相対的差異は-15%、5%、-2%、7%、-20%、及び-12%であった。各PT研究には平均16の試験所が参加した。6件の研究でクロルピリホスに関して報告された再現性の平均相対標準偏差（ S_R ）は25%であった。

$$u'(bias) = \sqrt{RMS'_{bias^2} + u'(C_{ref})^2} \quad \text{式3}$$

次の場合

RMS'_{bias} = 相対バイアス値の二乗平均平方根

$u'(C_{ref})$ = 6件の研究でクロルピリホスに関して割り当てられた値の平均相対不確かさ

$$RMS'_{bias} = \sqrt{\frac{\sum (bias)^2}{n}} \quad (n = \text{PT研究の数}) \quad \text{式4}$$

$$= \sqrt{\frac{(-15)^2 + (5)^2 + (-2)^2 + (7)^2 + (-20)^2 + (-12)^2}{6}}$$

$$= 11.9\%$$

$$u'(C_{ref}) = \frac{S_R}{\sqrt{m}} \quad \text{式5}$$

次の場合

S_R = 6件の研究からのクロルピリホスに関する平均相対標準偏差

$$\begin{aligned}
 m &= \text{研究当たりの平均参加試験所数} \\
 &= \frac{25}{\sqrt{16}} \\
 &= 6.3\%
 \end{aligned}$$

したがって、 $u'(\text{bias}) = \sqrt{(11.9)^2 + (6.3)^2} = 13.5\%$

式2より、

$$u' = \sqrt{(15)^2 + (13.5)^2} = 20\%$$

式1より、相対拡張不確かさ（95%信頼） = 40%。

試験所は、結果を $0.40 \pm 0.16 \text{ mg/kg}$ と報告すべきである。

注：

1. $\text{RMS}'_{\text{bias}}$ の値はバイアス及びバイアスの不確かさの双方から成る。
2. PTデータはさまざまなマトリックスとさまざまなクロルピリホス濃度に関するものであるため、計算されたMUは最良推定値に過ぎない。
3. 可能であれば、MUは例えばコーデックスのMRLなどの最大限界濃度、又はその近くで生み出されたデータに基づき計算すべきである。

5.3.2 認証標準試料（CRM）によるPT研究

PT研究における試料としてクロルピリホスを含む適切なCRMを配布すれば、PTの結果から $u'(C_{\text{ref}})$ を計算する必要がなくなることになる。

この場合、 $u'(C_{\text{ref}})$ は認証濃度に関する所定の不確かさであり、相対標準偏差に変換される。

例えば、CRM中のクロルピリホス認証値の95%信頼範囲が $0.489 \pm 0.031 \text{ mg/kg}$ である場合、

$$u(C_{\text{ref}}) (\text{標準偏差}) = 0.031/2 = 0.0155 \text{ mg/kg, 及び}$$

$$u'(C_{\text{ref}}) (\text{相対標準偏差}) = 0.0155 \times 100 / 0.489 = 3.17\%$$

可能性は低いですが、PT研究の異なった回にクロルピリホスを含む複数のCRMが配布された場合には、Uは $u(C_{\text{ref}})$ の平均を用いて計算される。

どちらの場合も、 $\text{RMS}'_{\text{bias}}$ は式4を用いて計算される。

例4：

研究番号	CRM	相対バイアス	$u'(C_{\text{ref}})$
1	A	-12%	2.3%
2	B	-15%	1.7%
3	C	-3%	2.0%
4	C	5%	2.0%

5	C	-20%	2.0%
6	A	0%	2.3%

$$\text{平均}u'(C_{\text{ref}}) = 2.05\%$$

式4より、 $\text{RMS}'_{\text{bias}} = 11.6\%$

式3より、 $u'(\text{bias}) = 11.8\%$

注：

4. CRMに伴う相対不確かさは、割り当てられた、又は合意された値に伴う相対不確かさに満たない可能性が高い。

分析の不正確さによる試験所の相対標準不確かさ $u'(R_w)$ が同じ、すなわち15%のままであれば、式1及び2より、

$$u' = 19\%$$

$$U' = 38\%$$

試験所は、結果を $0.40 \pm 0.15 \text{ mg/kg}$ と報告できる。

5.4 試験所内QCデータを使用したMUの推定

例5：

- トマト中のクロルピリホスに関する試験結果 = 0.40 mg/kg 。
- スパイク溶液を作るために使用されるクロルピリホス校正試料の所定の純度 = $95 \pm 2\%$ (分析証明書)。
- 過去3カ月にわたり 0.5 mg/kg のクロルピリホスをスパイクされたバッチ内QC試料に関して記録された14の回収率 (%) は90、100、87、89、91、79、75、65、80、82、115、110、65、73で、平均回収率は86%、相対標準偏差は15%となった。

標準試料に関する所定の不確かさが拡張不確かさ U (95%信頼範囲) であるとすれば、

$$u'(C_{\text{ref}}) = 2/2 = 1\%$$

注：

5. これは、スパイク溶液の作成とトマトのスパイクに伴う不確かさが双方ともに有意でないことを前提としている。その可能性が高いがそうでなかったとしても、 $u'(C_{\text{ref}})$ は全体的な不確かさに極めてわずかに寄与するのみとなる。

$$u'(R_w) = 15\% \text{ (試験所内の再現性の相対標準偏差)}$$

式4を用い、バイアスを100 - %の回収率とすると、

$$\text{RMS}'_{\text{bias}} = 20\%$$

式3より、 $u'(\text{bias}) = 20\%$

式2より、 $u' = 25\%$

式1より、 $U' = 50\%$

試験所は、結果を $0.40 \pm 0.20 \text{ mg/kg}$ と報告できる。

注：

6. この不確かさは回収率で補正されていない結果に適用される。分析プログラムの終了時に結果を3カ月の分析期間に得られた平均回収率で補正すると、 $u'(\text{bias})$ には必然的に平均回収率に伴う不確かさのみが反映されることになる。その場合、 $u'(\text{bias})$ はスパイク濃度の相対標準不確かさ $u'(C_{\text{ref}})$ と合成して適用された回収率の相対標準不確かさ（平均回収率の相対不確かさ）として計算できる。

平均回収率の相対標準不確かさは、

$$u' \overline{\text{Rec}} = \frac{u'(R_w)}{\sqrt{n}} \quad \text{式6}$$

次の場合

$n =$ 反復数、そこから平均回収率を計算

$$u' \overline{\text{Rec}} = \frac{15}{\sqrt{14}} = 4\% \quad \text{式7}$$
$$u'(\text{bias}) = \sqrt{u'(\overline{\text{Rec}})^2 + u'(C_{\text{ref}})^2}$$

したがって、 $u'(\text{bias}) = \sqrt{(4)^2 + (1)^2} = 4.1\%$

その場合、式2及び1より、先に計算した15%の $u'(R_w)$ 値を用いると、

$$u' = 15.5\%、\text{及び}$$
$$U' = 31\%$$

結果を回収率で補正した場合、結果は次のように報告すべきである。

$$0.40 \pm 0.12 \text{ mg/kg}$$

注：

7. この例は、高い確実性で純度が知られている標準試料を用いて、分析プログラムの過程で行われる9回以上の反復回収率実験に基づく平均回収率で結果を補正すれば、試験所内の再現性の標準偏差のみから測定の不確かさの妥当な推定値を計算できることを示している。

CAC/RCP 33-1985

2011年改訂

ナチュラルミネラルウォーターの採取、加工、及び販売に関する衛生実施規範
(CAC/RCP 33-1985)

緒言

1. 本規範では、安全、健全、及び有益な製品を保証するため、直接消費用のナチュラルミネラルウォーターの採取、処理、ボトル充填、包装、保管、輸送、流通、及び販売に関する適切な衛生規範を勧告する。通常ボトル入りの水に適用される衛生管理手段の一部はナチュラルミネラルウォーターに使用できないことから、本衛生規範は特に重要である。

1. セクションI- 目的

2. ナチュラルミネラルウォーターの採取、加工、及び販売に関する本衛生実施規範では、

- 安全で人間の消費に適したナチュラルミネラルウォーターの流通を保証するために実行すべき要件を特定する。
- 「食品衛生の一般原則に関する国際実施規範勧告」（本書では「食品衛生の一般原則」と略）の原則に基づくアプローチを勧告する。
- HACCPなどの原則をナチュラルミネラルウォーターの生産に適用するという全体的な背景から、詳細な危害分析の実施を勧告する。
- ナチュラルミネラルウォーターと特異的に関連した条件を含む指針を提供する。

2. セクションII- 範囲、使用、及び定義

2.1 範囲

3. 本規範は、食品として販売に供されるあらゆる包装ナチュラルミネラルウォーターに適用され、その他の目的で販売又は使用されるものには適用されない。

2.2 本書の使用

4. 本規範は「食品衛生の一般原則」を補完するものであり、それと併せて使用すべきである。
5. 多くの場合、管理手段は食品安全に関する全体的な戦略の一環として、「食品衛生の一般原則」に一般的な方法で明記されている。本規範の設定は、「食品衛生の一般原則」が実施されていることを前提としたものである。
6. 本規格の使用に当たっては、特定の環境的及び水文地質学的条件による地域差などの要素を考慮し、その変更又は修正が必要となることがある。

2.3 定義

7. 本規範においては、「食品衛生の一般原則」に記載の定義が適用される。
8. さらに、以下の定義も適用される。

ナチュラルミネラルウォーター - 「ナチュラルミネラルウォーターに関するコーデックス規格」(CODEX STAN 108 - 1981) セクション2の定義を満たすあらゆる水。

適切な - 本規範の意図する目的を達成する上で十分であること。

帯水層 - 通常の水利条件下で十分な量の水を生む地表下の飽和した地質学的単位。

集水域 - 地下水資源の上流の表面域で、その中で降水が直接又は間接的に地下水系に流入し、帯水層の涵養に寄与することが可能となる。

容器 - ナチュラルミネラルウォーターを満たすために食品用の包装材で構成されたあらゆる容器。

地下水 - 地表下の帯水層に由来する湧水、被圧地下水、井戸水などの水。地下水は、保護された地下水と保護されていない地下水に大別できる。保護された地下水とは、地表水又は地表環境による直接の影響を受けないものである。

ナチュラルミネラルウォーターの取扱い - ナチュラルミネラルウォーターの採取、処理、充填、包装、保管、流通、及び販売に関するあらゆる取扱い。

包装材 - 例えばホイル、フィルム、金属、紙、ワックスペーパーなど、食品用であるか否かを問わずあらゆる材料。

保護区域/保護ゾーン - 水を汚染から保護するために人間と動物の活動の監視及び管理を必要とするエリア。

害虫 - ナチュラルミネラルウォーターを直接又は間接的に汚染する能力を持つあらゆる動物。

涵養 - 断層、亀裂、又は直接吸収によって水が地下の帯水層に流入するプロセス。

涵養率 - 帯水層を補給又は再補充する単位時間当たりの水量。

タンク - 本書においては、タンクとは貯蔵タンクを指す。

安全揚水量 - 水源をその自然補充能力を超えて枯渇させることなく泉から流出し、又は井戸あるいは掘削孔から継続的に揚水される単位時間当たりの持続可能な水量。

泉 - ナチュラルミネラルウォーターが地面から自然に湧き出す地下形成。

3. セクションIII - 一次生産

9. 「食品衛生の一般原則」セクションIIIを参照する。

3.1 環境衛生 - 帯水層の保護

3.1.1 認可

10. ナチュラルミネラルウォーターの採取を目的としたあらゆる泉、井戸、又は掘削については、正式な管轄当局による承認を受けるべきである。

3.1.2 ナチュラルミネラルウォーターの起源の確認

11. いずれの場合にも方法論的に可能な限り、ナチュラルミネラルウォーターの起源、採取される前に地中に存在していた期間、並びに化学的及び物理的品質を正確に分析すべきで

ある。

3.1.3 保護区域

12. ナチュラルミネラルウォーターがその中で汚染される、又はその他の形で化学的、物理的、放射線学的、及び生物学的品質が劣化する可能性のあるエリアを確認すべきである。水文地質学的条件及び汚染リスクの検討によって示唆された場合には、範囲の異なるいくつかの区域を設定すべきである。

13. 集水域を確認及び説明するため、適格な専門家が水文地質学的研究を行うべきである。

14. 水文地質学的研究には以下を含めるべきである。

- 抽水地点の位置
- 地下水資源を含む帯水層の範囲及び特性の確認
- 集水域の位置及び範囲
- 汚染に対する自然保護の程度及び性質
- 地下水資源と相互作用している地表水の特徴を特定
- 同じ地下水資源を利用している他の取水者を特定
- 地下水資源の化学構造及び品質
- 地下水の涵養率及び安全揚水量の確認
- 涵養ゾーンと抽水地点の間を地下水が移動する時間

3.1.4 保護手段

15. ナチュラルミネラルウォーターの汚染又は化学的、物理的、放射線学的、及び微生物学的品質への外的影響を防ぐため、保護区域内では可能なあらゆる予防策を講じるべきである。液体、固体、又は気体廃棄物の処分やナチュラルミネラルウォーターを劣化させる恐れのある物質の使用（例えば農業により）に関して、また水文地質学的条件の変化などの自然な出来事によってナチュラルミネラルウォーターが偶発的に劣化する可能性に関して、規定を設けることが勧告される。潜在的汚染物質、すなわち細菌、ウイルス、原生動物、肥料、炭化水素、洗剤、農薬、フェノール化合物、有毒金属、放射性物質、及びその他の可溶性有機物又は無機物に配慮すべきである。一見自然が地表の汚染を十分に保護している場合にも、採鉱や建設など、汚染をもたらす可能性が特に高い活動を考慮すべきである。

16. 潜在的脅威が給水の量と品質に及ぼす悪影響を評価すべきである。この評価には、通常以下を含めるべきである。

- 保護区域の土地所有権及び土地利用（現在及び過去）の再調査
- 汚染物質、汚染事故、及び汚染から水を保護するために適用できる法的管理に関するデータの収集
- 個々の土地利用又は活動の評価

17. 評価の結果を役立てて、保護ゾーン及びモニタリングプログラムを定義すべきである。保護ゾーンは少なくとも生産者が所有する施設を含むべきであるが、合理的に可能な限り

において、その支配を超えた他のエリアにも拡大できる。水源への近接性と潜在的リスクに応じて異なったレベルの保護が必要とされる。

3.2 ナチュラルミネラルウォーターの衛生的な抽水及び採取

3.2.1 抽水

18. (泉、天然又は掘削された井戸からの) ナチュラルミネラルウォーターの抽水は水文地質学的条件に応じて、ナチュラルミネラルウォーター以外の水が流入しない方法で、又は揚水設備が存在する場合には、供給の減少による外部の水が流入しない方法で行うべきである。採取及び揚水されるナチュラルミネラルウォーターはこのように、自然な出来事、行為、怠慢、悪意などの原因を問わず、汚染される恐れのない方法で保護すべきである。

19. 抽水設備は、洪水の水や浅部への浸透水など、その他の水が流入しないよう管理すべきである。また、自然又は人為的な汚染を防ぐ衛生的な方法で管理すべきである。

3.2.2 抽水エリアの保護

20. 泉及び井戸の近辺では、抽水エリアに汚染が入り込まないように保証するため、予防手段を講じるべきである。抽水エリアには適切な手段(柵など)を設けることで、権限を持たない者の立ち入りを制限すべきである。このエリアでは、ナチュラルミネラルウォーターの採取を目的としない活動を許してはならない。

21. 道路、車輪交通用のエリア、及び施設のために境界内又は近隣に存在するエリアは、車輪交通に適した固い舗装面を持つべきである。適切な排水路を設けるとともに、必要に応じて抽水エリアの保護に関する規定を設けるべきである。ナチュラルミネラルウォーター抽水エリアの存在に対する道路使用者の注意を促すため、適切な道路標識を設けてもよい。

3.2.3 機器及びタンク

22. ナチュラルミネラルウォーターの抽水に使用される機器及びタンクは、ナチュラルミネラルウォーターの汚染を防ぎ、本来の特徴が維持されるよう設計及び建設すべきである。

23. ナチュラルミネラルウォーターと接触し、その採取に使用されるパイプ、ポンプ、又はその他の可能な機器は、ナチュラルミネラルウォーターの本来の特徴と品質が変化しないよう保証するため、不活性物質で構成されるべきである。

3.2.4 ナチュラルミネラルウォーターの利用、モニタリング

24. 抽水設備、抽水エリア、及び保護区域の状態とナチュラルミネラルウォーターの品質は定期的に検査すべきである。自然変動を考慮しながらナチュラルミネラルウォーターの化学的及び物理的パラメータの安定性を監視するため、代表的な特徴を自動又は手動で測定及び記録すべきである。

25. 定期的なモニタリングには、以下の基本的パラメータを含めるべきである。

- 外見、香り、及び味
- 物理的：流量、温度、電気伝導性、静水位
- 物理化学的：pH
- 化学的：水の特徴によって、炭酸ガス含有量

26. 水源の微生物学的モニタリングは、本書の付属文書Iに含まれる表の基準を満たし、適切な衛生管理を可能にする頻度で行うべきである。

27. 万一設定された基準の限度を守れなかった場合には、直ちに必要な是正手段を講じ、記録するものとする。

3.3 包装用ナチュラルミネラルウォーターの取扱い及び保管

3.3.1 技術的側面

28. 取扱い及び保管設備の保守管理の方法と手順は衛生的であるべきであり、人間に健康危害を及ぼし、又はナチュラルミネラルウォーターの汚染源となることがあってはならない。衛生上の観点から、取扱い及び保管設備の点検に当たっては、包装又は処理に求められる基準と同じ基準を満たすべきである。

3.3.2 抽水地点での保管

29. 抽水地点で保管されるナチュラルミネラルウォーターは、可能な限り少量とすべきである。保管に関してはさらに、汚染又は劣化に対する保護を保証すべきである。

30. 汚染の可能性を最小限に抑え、水の停滞を防ぐため、水の保管は可能な限り短時間にすべきである。タンク的设计と操作によって、抽水地点から包装までの時間を最小限に抑えるべきである。タンクは環境汚染から水を保護するために密閉すべきである。タンクの上部空間に入る空気は、水の汚染を防ぐためにろ過又は処理すべきである。フィルターの細孔径は0.45 µm以下とすべきである。

3.3.3 配管及びタンク

31. 水源から包装設備に至るまでのナチュラルミネラルウォーターの処理に使用されるパイプ及びタンクは、後者を含めて正式な管轄当局が定める要件を満たすとともに、水、取扱い、点検、又は消毒による劣化を防ぐセラミックやステンレスなど、食品との接触を承認された不活性物質によって構成されるべきである。

3.4 一次生産段階での洗浄、保守管理、及び従事者の衛生

32. 抽水及び配水網は適切に管理及び保守管理し、化学的、物理的、及び微生物学的汚染リスクからすべての構成要素を保護するために洗浄又は消毒すべきである。抽水設備自体に関しては、消毒体制はリスク及びその運用体制を考慮して設計すべきである。例えば常に湧き出している泉の場合、衛生管理が必要とされるのは介入時のみと考えられる。

33. また、例外的な事態（例えば個々の立地に応じて地下水資源の汚染、地震、森林火災など）に可能な限り迅速に対応し、影響を最小限に抑えることができるよう、適切な専門家及び当局と協力して詳細な危機管理計画も策定すべきである。この計画は、事業会社の世界的な危機管理システムの一環であるべきである。

34. あらゆるタンクは、ナチュラルミネラルウォーターの汚染及びその本来の特徴の変化を招くことのないよう、適切に洗浄し、必要に応じて消毒し、良好な状態に保つべきである。

4. セクションIV - 施設：設計及び設備

35. 「食品衛生の一般原則」セクションIVを参照する。

4.1 立地

36. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

4.2 建物及び部屋

37. 充填機器（リンサー、フィルター、キャッパー）は、ろ過された陽圧空気下のキャビネット又は無菌ろ過された陽圧空気下の部屋によって保護すべきである。この特別なエリアでの作業は、容器を開けて行うすぎ、充填、及びキャッピングに限定することにより、最小限に制限することが望ましい。

38. ラベリング、コーディング、収縮包装などの作業では、相当の浮遊粒子が生まれる可能性があるため、すぎ、充填、及びキャッピングエリアから排除することが望ましい。充填室内で熱接着剤やインクジェット機を使用すると味や香りが変化する可能性があるため、充填室内のラベラーには効果的な排気システムを設けるべきである。

4.3 機器

39. 水は天然の最も効果的な溶媒の一つであるため、水と接触する材料を選択する際には配慮が必要である。これには、ポンプ、パイプ、充填機などの製造に使用される材料も含めるべきである。

40. 食品用のステンレスは、水と接触する機器の最も適切な材料である。代替材料は、食品との接触を承認され、水に香りや味を付けない、又はその組成を変えない不活化物質であるべきである。

41. 使用される潤滑剤の食品用途への適性を検証することが不可欠である。但し、潤滑剤がナチュラルミネラルウォーターに接触しないよう配慮すべきである。

4.4 設備

4.4.1 給水

42. 蒸気生産、冷却、又はその他に使用されるナチュラルミネラルウォーター、飲用水、非飲用水は、完全に分離されたラインで輸送すべきである。これらのラインは、例えば色分けなどによって区別することが望ましい。ナチュラルミネラルウォーターと直接接触する表面に使用される蒸気は、健康に危害を及ぼし、又はナチュラルミネラルウォーターを汚染する可能性のある物質を含んではならない。

4.4.2 排水及び廃棄物の処分

43. 保護区域内に存在するパイプ又は排水システム及び下水、並びに廃棄物を処分するごみ箱は、帯水層に汚染リスクを及ぼさないよう設置及び保守管理すべきである。不適合の容器、特に会社のロゴその他の識別記号を帯びた容器が許可なく再使用されることを防ぐため、効果的な手段を講じるべきである。変形し、破損し、又は許可された回収を待つ不適合の容器は安全に保管すべきである。

4.4.3 洗浄

44. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

45. 必要に応じて、稼働中の器具と機器を洗浄及び消毒するための適切な設備を設けるべきである。これらの設備は洗浄の容易な耐食材料で構築し、十分な量の冷温水を供給する適切な手段を備えるべきである。

4.4.4 従事者の衛生設備及びトイレ

46. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

4.4.5 温度管理

47. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

4.4.6 空気の質及び換気

48. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

4.4.7 照明

49. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

4.4.8 保管

50. 材料は、包装材、キャップ、ボトル別に、また可能であればガラス、PET、PE、PC、PVCなどのボトルのタイプ別に割り当てられたエリアに分けて保管すべきである。

51. 包装材は、清潔で乾燥したエリアにあらゆる化学物質の蒸気から離して、また効果的な害虫管理プログラムに基づき保管することが望ましい。

52. 廃棄物及び非可食材料については、施設から除去する前に保管する設備を設けるべきである。これらの設備は、廃棄物又は非可食材料に害虫が近づかず、またナチュラルミネラルウォーター、飲用水、機器、敷地内の建物又は道路が汚染されることのないよう設計すべきである。

5. セクションV - 施設：作業の管理

53. 「食品衛生の一般原則」セクションVを参照する。

5.1 食品危害の管理

54. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

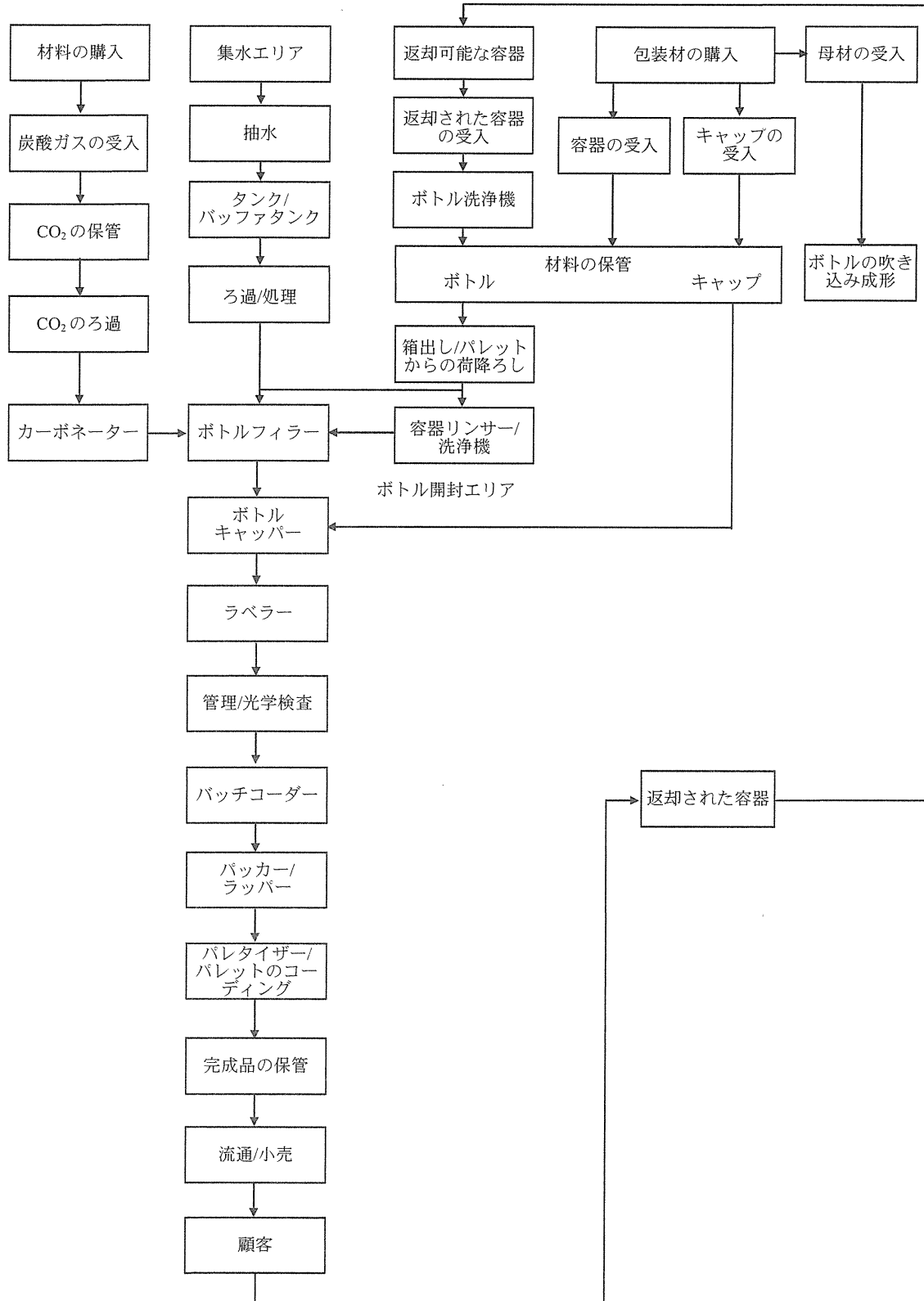
5.2 衛生管理システムの重要な側面

55. 包装用ナチュラルミネラルウォーターは、正式な管轄当局が定めるあらゆる規格（すなわち化学的、微生物学的、物理的、放射線学的）を満たすべきである。

56. HACCP原則に基づき、微生物学的、物理的、化学的、及び放射線学的危害を考慮した集水から流通に至るまでの危害分析を行うべきである。安全なナチュラルミネラルウォーターの生産に対するこれらの危害を必要に応じて削減、根絶、又は予防するため、この危害分析を基礎として管理手段の適切な組み合わせを決定すべきである。

5.2.2 個々の工程段階

ナチュラルミネラルウォーターに関する工程の例



5.2.2.1 バッファタンク

57. 製品は、水源から包装までの流れを一定にすることで最も良好に保存される。危害分析に基づく決定に従い、バッファタンクの設計と操作によって保管から包装までの時間を最小限に抑えるべきである。タンクの上部空間に入る空気は、製品の水の汚染を防ぐためにろ過又は処理すべきである。

5.2.2.2 処理

58. ナチュラルミネラルウォーターは、「ナチュラルミネラルウォーターに関するコーデックス規格」(CODEX STAN 108-1981)によって認められた処理以外の処理を受けてはならない。

59. 必要かつ管轄当局が承認する場合には、不安定成分及び健康に関連した物質を除去又は減少させるための処理には、表層フィルター(プリーツ膜フィルターなど)又はデプスフィルター(砂又は圧縮繊維カートリッジフィルターなど)によって得られる吸収及び微粒子(機械的)ろ過、酸素化(O₂)、及びエアレーションを含めることができる。

60. ナチュラルミネラルウォーターの処理はすべて、管理された状態で行うことであらゆる汚染を防ぐべきである。

61. ナチュラルミネラルウォーターの処理は、いずれも汚染の可能性をもたらす恐れがある。したがって、工程の一環として承認された処理はHACCPの原則に従うべきである。

5.2.2.3 容器リンサー/洗浄機

62. 再充填の可能な容器は、複数回の洗浄及び消毒を容易に行えるよう設計すべきである。効果的な洗浄機を設置すべきである。

63. 不適合の容器(汚染された、又は洗浄できない)は分離した上で、その容器が誤ってラインに戻されることのないよう管理すべきである。

64. 洗浄機の出口は適切に保護すべきである。洗浄機の出口から充填機までのコンベヤーには、容器を汚染から保護するためにカバーを付けるべきである。洗浄及び消毒された容器をコンベヤーや積載台などに載せる時には、常にカバーによって保護すべきである。コンベヤーのカバーは、粉塵その他の空中浮遊粒子から容器の上部と側面が保護されるよう設計すべきである。

5.2.2.4 ラベラー

65. 充填室内でのラベルングは推奨されない。作業又は人員構成上の制約により、充填室にラベラーを置く必要がある場合には、充填機から可能な限り遠ざけるとともに、フード付きの通気口を設けて(冷たい接着剤を使用する場合を除き)ラベラー、溶媒、及び接着剤からのあらゆる蒸気を適切に除去すべきである。そのような場合には、空気循環システムは蒸気による交差汚染が生じないように設計すべきである。

5.2.3 微生物学的及びその他の規格

66. 「微生物学的基準の設定と適用の原則」(CAC/GL 21-1997)を参照する。

67. ナチュラルミネラルウォーターの微生物学的モニタリングは、本書の付属文書Iに含まれる表の規格を満たし、適切な衛生管理を可能にする頻度で行うべきである。

5.2.4 微生物学的交差汚染

68. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

5.2.5 物理的及び化学的汚染

69. ガラスボトルを使用する場合には、特にガラスボトルの洗浄及び充填段階における定期検査要件及び破損した場合の明確な手順を設定すべきである。

70. ガラスボトルに炭酸水を充填する場合には、破裂を防ぎ、ガラスの破片から製品を保護するための特別な手段を講じるべきである。

71. ガラスボトルの口栓部と、内部にガラスの破片が入っていないかを監視するため、専用の光学装置を設置すべきである。欠陥のあるボトルは自動的にラインから除去されるべきである（検出/廃棄装置）。ガラスの破片を含む包装ナチュラルミネラルウォーターは一切許容されないと考えるべきである。

5.3 受入材料に関する要件

72. 原料（すなわちCO₂）及び加工剤（ろ過媒体など）は承認された供給者から購入し、互いに合意した規格に適合しているべきである。

73. 最終製品又はナチュラルミネラルウォーターの包装に使用される容器及びキャップのいずれについても、CO₂との接触によって官能的又は微生物学的汚染が生じないように保証するために配慮すべきである。

5.4 包装

74. 容器は、揮発性物質、空中浮遊汚染物質、害虫、及び悪意ある行為による汚染が生じない方法で保管すべきである。

75. 包装材は乾燥した場所に保管し、熱、粉塵、害虫、化学物質から保護すべきである。

76. 再生プラスチック包装材の使用については、正式な管轄当局による認可を受けるべきである。

5.5 水

77. 「食品衛生の一般原則」セクション5.5.1を参照する。

5.6 管理及び監督

78. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

5.7 文書化及び記録

79. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

5.8 回収手順

80. 「食品衛生の一般原則」を参照する。

6. セクションVI - 施設：保守及び衛生管理

81. 「食品衛生の一般原則」セクションVIを参照する。