

令和2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・サンプリング部会及び残留農薬部会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 渡邊敬浩

国立医薬品食品衛生研究所安全情報部

研究要旨

WHO がパンデミックを宣言した 2020 年 3 月以後、Codex 委員会の活動は COVID-19 拡大防止の観点から様々に制限され、多くの部会の開催が中止された。物理的な会合が中止される一方、設置済み電子作業部会(EWG)や文書の回覧を通じて、種々の課題への議論は継続された。2020 年 9 月に開催された Codex 委員会総会での合意を踏まえ、2021 年には、いくつもの部会がバーチャル会議として会合を持つことが決定している。

本研究では、Codex 分析・サンプリング法部会、及び Codex 残留農薬部会が設置した EWG が 2020 年 4 月以降に行った、サンプリングの一般ガイドライン(CXG 50)等の各種 Codex 文書の改訂や開発、またその他討議文書の作成に関する議論を研究対象として、詳細を解析しわが国の対応を検討した。その他に、Codex ガイドラインの翻訳や Food Safety Day の周知活動にも取り組んだ。

CXG 50 は、Codex 委員会が採択する様々なサンプリングの基礎となる重要な文書であるが、付託事項に沿わない改訂が議論されており、同じ懸念を持つ他国と共同し手続き上の観点からも意見する必要があると考える。WHO が Food Safety Day の周知のために作成したリーフレットの日本語翻訳版を開発し、本翻訳版が FAO のウェブサイトに掲載された。

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

甲斐健一

公益社団法人日本食品衛生協会食品衛生研究所

井上 誠

一般財団法人東京顕微鏡院食と環境の科学センター

平井 誠

一般財団法人日本穀物検定協会

森田剛史

一般財団法人日本食品分析センター

杉本敏明

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

横峯真吾

一般財団法人化学研究評価機構
アジレント・テクノロジー株式会社

早川雅人
瀧川義澄

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

A. 研究目的

食品はヒトの生存に不可欠である。必要な量を生産等して確保することに加え、科学的根拠に基づき安全性を保証することが現在は求められている。また食品の流通は、加工や貯蔵、輸送等技術の発達を背景にグローバル化しており、新たな価値の付加も伴って、経済産品としての重要性が増している。そのため、公正な貿易に資する取組の実施が求められている。

上記した、食品の安全性の保証すなわち消費者に起こる可能性のある健康危害の未然防止と公正な貿易への取組は、一国だけではなく各国に共通する国際的な課題である。FAO/WHOにより設置された国際政府間組織であるCodex委員会は、まさにこの食品に関する2つの国際的な課題に取り組むために様々に議論をし、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。

2019年末頃に発生したと考えられているCOVID-19は、Codex委員会の活動にも影響を与えた。WHOがパンデミックを宣言

した2020年3月以後もCOVID-19はその勢いを弱めることなく拡大し続け、本報告書を作成している2021年3月時点においても収束していない。COVID-19拡大防止の観点からCodex委員会の活動は様々に制限され、2020年の4月と5月にそれぞれ予定されていたCodex残留農薬部会(Codex Committee on Pesticide Residues; CCPR)第52回会合とCodex分析・サンプリング法部会(Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling; CCMAS)第41回会合を含む多くの部会の開催が中止された。しかし、主催国が指定する議場に加盟各国代表団が集まり開催される物理的な会合は中止されたが、電子作業部会(Electronic Working Group; EWG)や文書の回覧を通じて、種々の課題への議論は継続された。2020年9月にWeb会議システムを利用してバーチャルに開催されたCodex委員会総会(Codex Alimentarius Commission; CAC)において、例外措置として、会合にはバーチャルな設定も含まれるとする解釈が示された。それ以後、実際にCodex執行部会などいくつかの部会がバーチャルで開催され、2021年4月以降もCCMAS並びにCCPRを含むいくつかの部会のバーチャル開催が決定している。

本研究では、CCMAS及びCCPRにより

設置された EWG により、2020 年 4 月以降に行われた議論を中心として、各種 Codex 文書の改訂や開発またその他討議文書の作成に関する議論を解析し、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。その他にも、Codex 委員会の活動、並びに Codex 委員会へのわが国の取組を国内関係者に周知し還元することを目的に、複数の Codex ガイドラインの翻訳を進めた。また、より安全な食品のための国際的な啓発活動でもある Food Safety Day の周知にも取組んだ。さらに、Codex 委員会を含む国際交渉の場において実際に活動する可能性のある厚生労働省担当職員による基礎的な知識(Codex 委員会における手続き上の知識、交渉上の知識、また特に科学的知識)の習得を目的とした研修の企画と実施に協力した。

B. 研究方法

B-1 CCMAS を対象とした研究の方法

CCMAS における議論については、① CCMAS 第 40 回会合報告書(REP19/MAS)の解析、②第 40 回会合により設置が決められた EWG における議論の解析と討議文書作成プロセスへの関与を主たる研究方法とした。2020 年 5 月に予定されていた第 41 回会合の開催は延期となり、2021 年 5 月にバーチャルで開催されることとなった。2021 年 2 月には、同年 5 月 11 日及び 12 日に分析・サンプリング法承認のための作業部会を開催し、5 月 17 日~21 日の 5 日間にわたり各議題を討議し、5 月 25 日に報告書の採

択を行う予定であることが示された。いずれの討議日も、会合開催時刻は 12:00~15:00 (CET)とされている。議題は、2020 年 5 月の開催を予定し示されていた内容(CX/MAS20/41/1)とほぼ同一であるが新たな文書(CX/MAS21/41/1)により示されているため、必要な修正を加え改めて表 1 に示す。

本年度の研究においては、Codex 委員会により採択される多くのサンプリングプランの基礎として機能するため重要である「サンプリングの一般ガイドライン」(CXG 50)の改訂を目的とした EWG おける議論に注目して検討を進めた。その他、「測定の不確かさに関するガイドライン」(CXG 54)の改訂、「情報提供文書:測定の不確かさに関するガイドライン」の開発、「複数の Type III 分析法の中から Type II 分析法を選択するための規準に関する討議文書」に関する EWG による議論も検討した。さらに、不確かさの推定との関連性も高い「分析法の性能スタディのデザイン、実施及び解釈のプロトコル(Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies)」(CXG 64)の翻訳に取組んだ。

本研究の遂行に必要な関連情報には、AOAC、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 HP 等、ISO といった標準化のための組織が発行する規格を用いた。その他、CCMAS による新たな取組として 2020 年 11 月 23 日~25 日の 3 日

間にわたり開催されたウェビナー「Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling (CCMAS) Webinar Series」にも参加した。本ウェビナーに取り上げられた課題を表2に示す。

B.-2 CCPR を対象とした研究の方法

CCPR における議論の全般を通じて、CCPR 第 51 回会合報告書(REP19/PR)並びに、関連する Codex 文書(ガイドライン等)を解析した。2020 年 4 月に予定されていた CCPR 第 52 回会合の開催は延期となり、2021 年 7 月にバーチャルで開催されることとなった。本報告書執筆時の 2021 年 3 月末には、詳細なスケジュール及び仮議題は示されていない。2020 年 4 月の開催が予定されていた 2020 年 1 月頃に示されていた議題(CX/PR 20/51/1)の一覧を、昨年度報告書から抜粋して表3に再掲する。

本年度の研究においては、EWG により継続議論された「CXLs の設定から除外される可能性のある、公衆衛生上の懸念が低い化合物を対象としたガイダンスの開発に関する討議文書」、並びに「定期的なレビュープログラムにおけるデータ提供等において、製造事業者等のサポートが得られない化合物の管理に関する討議文書」の議論に特に注目して検討を進めた。その他、CCPR がこれまでに開発した文書のうち、残留農薬検査に高い関連性を有するガイドライン「農薬残留物の MRL への適合を判定するための推奨サンプリング法 (Recommended methods of sampling for the determination of

pesticide residues for compliance with MRLs)」(CXG 33)の翻訳に取り組んだ。

Codex 手続きマニュアル、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は、CCPR と CCMAS 両部会における議論の解析に共通して用いた。CCPR と CCMAS 以外の各 Codex 部会の情報は、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、CCPR と 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/>

B.-3 厚生労働省職員研修に関する研究方法

これまでの研究に引き続き、厚生労働省担当職員の食品安全行政に係る国際的な対応能力の向上に必要な、分析とサンプリングに関する重要事項の研修に使用する教材を、新たに入手した知見また特定した課題を踏まえて更新した。更新した教材と Web 会議システムを使用したウェビナーにおいて、厚生労働省が主催する研修の講師を務めた。

B.-4 Food safety day 周知に関する取組等

6 月 7 日を「Food safety day (世界フードセーフティデイ)」とすることが 2018 年の国連総会で採択された。2020 年 6 月 7

日の世界フードセーフティデイに向けて「Food safety, everyone's business」のキャッチコピーが掲げられ、FAO と WHO は共同して、啓発活動のためのリーフレット「A guide to world food safety day 2020」を作成した。本研究班において、このリーフレットを翻訳し厚生労働省と協力して、わが国の公式翻訳版として普及活動に努めた。

C. D. 結果及び考察

C. D. -1 CCMAS におけるサンプリングの一般ガイドライン (CXG50-2004) の改訂に関する議論

C. D. -1-1 第 40 回会合以後、回付文書(CL 2020/27/OCS-MAS)が回付されるまでの経緯

サンプリングの一般ガイドライン(CXG 50-2004、以下 CXG 50 とする。)は、Codex 委員会において採択される様々なサンプリング法(サンプリングプラン並びにサンプリング手順)の基礎となるため、CCMAS が開発したガイドラインの中でも特に影響が大きく、重要な文書である。CXG 50 は、Codex の枠組みすなわち、輸出入時検査において必要とされるサンプリングの目的を踏まえ、抜き取りサンプリング(acceptance sampling)を主に取り扱っている。透明性や合理性の確保あるいは、合意されていることが重要となるため、関連する ISO が策定する国際規格との整合にも配慮し、実行可能性を踏まえた比較的単純なサンプリング法が、CXG 50 には収載されている。

理論上の背景となるため、サンプリングを理解しようとするれば、統計学に関する最小限の知識が必要となる。従って、CXG 50 を理解しさらに活用しようとするならば、統計学の知識が必要となる。本来 CXG 50 は、上記のようなサンプリングを理解するために必要な専門知識を有する適格者によって、もしくは適格者から提供される助言に基づき、活用されるべきガイドラインであると考えられる。しかし、CXG 50 に含まれる内容が難しすぎるとの意見が、Codex 個別食品部会から提出されたことを契機に、読者にとってよりわかりやすい文書への改訂が検討されることになった。

2016 年に開催された第 37 回会合において、ニュージーランドを議長国とする EWG が設置され議論が開始された。その後 2017 年開催の第 38 回会合を経て、2018 年の第 39 回会合開催までの間、同じ体制での議論が継続された。第 39 回会合では、CXG 50 の改訂を作業とする新規作業提案文書が最終化され、同年に開催された CAC 第 41 回会合により採択された。これにより CXG 50 の改訂は、ステッププロシージャに沿って進められる Codex 手続き上の正式な作業として、検討されることになった。第 40 回会合に向けて設置された EWG においても引き続きニュージーランドが議長国を務め検討が進められた。しかし、会合ではその成果が文書として示されず、ニュージーランドから作業に関する簡単な説明がされただけであった。

第 40 回会合に至るまでの間、ニュージー

ランドは CXG 50 の改訂案とその補完を目的とした e-book の開発を検討していた。また、統計学的な背景が無くてもサンプリングプランが設計可能なツールとして、サンプリング Apps (無償の統計学ソフトウェア R を利用し web 上で動作するプログラム。以下、Apps とする。)の開発を進め、EWG に提示していた。Apps に関しては、ハイパーリンクが設定されており、e-book の一部であると説明されていた。なお、e-book は、Codex の枠組みの中では使用することのできない多様なサンプリングの説明、並びにそれらサンプリングに対応する Apps を含んでおり、実用性に乏しい、できの悪い教科書のようなものであった。このようなニュージーランドの取組と説明に対して、国際規格 (ISO)を参照することにより維持されてきたサンプリングプランの整合が失われることや、本来はサンプリングプランを設計する能力を持たない人(あるいは個別食品部会)による安易な利用が懸念された。第40回会合の議場において、わが国は、e-book の Codex の枠組みにおける取扱についてその正当性の検証や CXG 50 との関連性の整理、また保守管理について意見を述べている。この意見を踏まえ、改訂後の CXG 50 の理解と使用を容易にするための補足文書として、Codex ウェブサイトへの e-book の掲載方法等について Codex 事務局とニュージーランドが協議することにもなった。議場全体としては、サンプリングプランの設計が容易になると考え、ニュージーランドの取組を支持する国もあったように思う。しか

し一方で、わが国と同様に、ニュージーランドの取組そのものあるいは取組の方向性に懸念を感じる国もあるように感じられた。さらに、EWG に提出される意見が特定の国に偏っていた点からは、多くの国が現在の議論の状況を把握することができていないあるいは、態度を保留しているようにも思えた。第40回会合において、EWG の再設置が決められたがこれと同時に、これまで議長国を務めてきたニュージーランドに加えてアメリカが共同議長国を務めることとされた。このことは、アメリカがわが国と同様の懸念を持ち、名乗り出た結果であると理解される。しかし、第40回会合以後もニュージーランドは実質的に単独で CXG 50 改訂案と e-book の開発を進めた。

2020年1月に、ニュージーランドが開発を進めた CXG 50 改訂案と e-book が EWG 内で回覧された。しかし、ニュージーランドは、回覧した CXG 50 改訂案と e-book には共同議長国であるアメリカの意見が反映されていないと説明した。その後、上記 EWG 内で回覧されたものとほぼ同一内容の CXG 50 改訂案と e-book が、2020年3月に回付文書 CL2020/27/OSC-MAS としてステップ3で回付された。アメリカは、この回付文書の付属文書(Appendix III)として、現在の CXG 50 の構造を維持し必要な改訂だけを行うこと等、わが国とも共通する多数の意見を提出した。アメリカが提出した意見の詳細は、下記の前研究班による報告書の別添6を参照していただきたい。

以上、CXG 50 改訂議論の発端から 2020

年 3 月に CL2020/27/OSC-MAS が回付されるまでの経緯について概略を述べた。詳細については、前研究班による報告書(令和元年度厚生労働行政推進調査事業費補助金食品の安全性確保推進研究事業「国際食品規格策定プロセスを踏まえた食品衛生規制の国際化戦略に関する研究」研究分担課題「分析・サンプリング部会及び残留農薬部会における国際規格策定の検討過程に関する研究」報告書。)を参照していただきたい。

C. D. -1-2 CL 2020/27/OCS-MAS 回付後の検討

先に述べたとおり、第 40 回会合以後に行われた EWG による検討の結果(実質的にはニュージーランドによる単独検討の結果)として、CXG 50 改訂案と e-book が、2020 年 3 月にステップ 3 で回付された。この回付に対してわが国は、CL2020/27/OSC-MAS の Appendix III に示されたアメリカの意見を支持することを柱として、新規作業提案文書により合意された方針に沿った作業を促すために、厳しい指摘を含む以下のコメントを提出した。

「Japan would like to thank New Zealand and the United States for all of effort in preparing the discussion documents about revising CXG 50-2004. To our knowledge, the aim of revising GXG 50-2004 is to improve user friendliness, not to review the full content of existing CXG 50. The efforts for revising CXG 50 should be made to provide a simpler more understandable guideline in line with the new work proposal

(REP18/MAS-Appendix V). If a full review of CXG 50 from the viewpoint of statistical sampling plan was proposed as new work, it might not be sure whether the proposal was approved in CCMAS.

In the EWG for CCMAS40, Japan suggested that the structure of draft revised CXG 50 should be the same as that of the existing CXG 50 as much as possible in order to be user friendly. However, the proposed draft CXG 50 is an entirely different document that misses much of the practical guidance and useful information as mentioned by the US. Japan suggests that further discussion will be held with due consideration of US proposal and that the US proposal "US proposed CXG50 revision Top-level Outline" shown in Appendix III to CX/MAS 20/41/9 will be appropriate structure of revised CXG 50.」

2020 年 5 月に予定されていた CCMAS 第 41 回会合が延期となったことを受け、本 EWG は継続して検討を進めることとなった。継続検討の 1 つめの成果として、CL2020/27/OSC-MAS への各国意見の要約とそれに対するニュージーランドの対応をまとめた報告書が、2020 年 9 月に EWG 内で回覧された。本報告書の一部を抜粋して別添 1 に示す。本報告書の付属書 1 として示された改訂ドラフトガイドラインの構造は、上記した CL2020/27/OSC-MAS の Appendix III に示されたアメリカの提案に基づいてはいるが多くの修正や変更を含む。

別添 1 の報告書は web 上に開設されたフ

オーラムにおいて配付されたが、ニュージーランドは、配付時に以下の通り述べている。

・CL2020/27/OSC-MAS には、14 加盟国及び3つのオブザーバー組織から意見が提出された。

・ニュージーランドは、EWG の議長国として、適切な場合には EWG 議長としての対応並びに技術的な説明とともに、各国の意見を含む報告書を作成した。改訂されたドラフトガイドラインが基礎とすることになるであろう修正された文書構造を附属させた。

・改訂作業の基本方針として、適合性試験に関するセクションのように削除への幅広い支持が無い限り、様々に異なる意見の調整を試みると同時に、科学的な妥当性についても考慮に加えた。

・EWG には以下を心にとめておくことが求められる。

a. この報告書は完成したものであり、あなたのための情報に加えられること。

b. ニュージーランドはこの報告書を改訂されたドラフトガイドラインを準備するための基礎として使用すること。

c. 第 41 回会合の前には、改訂されたドラフトガイドラインが事務局に送付され、意見募集のための回付文書となるであろうこと。

ニュージーランドによる予告の通り、新たな CXG 50 改訂案が CL 2021/10/OCS-MAS として 2021 年 3 月末に回付された。

C. D. -2 CCMAS における測定の不確かさの一般ガイドライン (CXG54-2004) の見直し、情報提供文書の開発、Type II 分析法選択規準に関する議論

第 41 回会合の開催延期を踏まえ、各種課題の検討を EWG によって継続するために、2020 年 5 月には回付文書 (CL2020/31/OCS-MAS) により、①CXG 54 改訂案、②測定の不確かさの推定方法に関する情報提供文書案、③複数の Type III 分析法の中から Type II 分析法を選択するための規準に関する討議文書を対象とするコメントが募集された。

①測定の不確かさの一般ガイドライン (CXG 54-2004) の見直し

CCMAS 第 37 回会合での議論を契機に、測定の不確かさの一般ガイドライン (CXG 54-2004、以下 CXG 54 とする) の改訂作業が開始された。第 40 回会合開催後の 2019 年 7 月には、CXG 54 改訂案へのコメントがステップ 6 で求められた。その後開催予定であった第 41 回会合は延期されたが、EWG において検討を継続することになった。

CXG 54 の改訂に関する議論については、本研究においても継続して取り上げ検討してきた。EWG への参画や会合への参加を通じて、わが国の考え方や助言が多数のコメント等として CCMAS に提出されもしてきた。今後、適合性評価における不確かさの利用等に関して繰り返された議論のように、不用意に議論が蒸し返されることが無く、得られた結論が尊重されれば、次回

会合において CXG 54 の改訂は完了する可能性が高いと考えられる。わが国も、次回会合による作業完了(ステップ 8 で CAC による採択を諮ること)を、基本的には支持している。

②測定の不確かさの推定方法に関する情報提供文書の開発

CXG 54 の改訂に合わせ、測定の不確かさの推定方法の事例共有が有用との意見が提出され、第 40 回会合において、情報提供文書の作成が合意された。CL2020/31/OCS-MAS により回付された情報提供文書案の暫定訳を別添 2 に示す。なお、別添 2 において、本情報提供文書に対する簡単な解説やコメント検討のためのメモを示した(一部は赤字としてある)。これらのメモは、わが国の政府コメント(CL2020/31/OCS-MAS への回答として、2020 年 6 月末に提出)を作成する際の参考とされた。

③複数の Type III 分析法の中から Type II 分析法を選択するための規準に関する討議文書

CXS 234 の点検及び更新作業、及び情報提供文書「Comprehensive guidance for the process of submission, consideration and endorsement of methods for inclusion in CXS 243」の開発を通じて、Type III に分類される分析法が複数ある際に、その中から唯一の分析法を選択し Type II に分類するための規準の必要性が認識されるようになった。この課題に取り組むために、第 40 回会合により EWG が設置され、議長国を務めた

スイスが作成した討議文書が CL2020/31/OCS-MAS により回付された。回付された討議文書の暫定訳を別添 3 に示す。なお、別添 3 において、コメント検討等のためのメモを赤字で示した。これらのメモは、わが国の政府コメント(CL2020/31/OCS-MAS への回答として、2020 年 6 月末に提出)を作成する際の参考とされた。

C. D. -3 CCMAS ウェビナーへの参加結果

COVID-19 拡大防止の観点から人の移動や集合が制限される中、web 会議システムを利用したバーチャルな会議や情報発信への注目がにわかにより高まり、利用が急速に拡大した。CCMAS もまた、Zoom 会議システムを利用したウェビナーの開催を企画し、Codex 委員会の HP を通じて 2020 年 11 月 3 日に開催を案内した。特別な参加要件は設定されず、情報を入力し登録をすれば誰でも参加可能であった。CCMAS ウェビナーの開催期間は 2020 年 11 月 23 日から 11 月 25 日までの 3 日間であった。各日のウェビナーは、日本時間の 20:00 あるいは 22:00 に開始され、約 2 時間で終了した。本ウェビナーの目的は、「EWGs と文書準備国による作業進捗状況の提供」であった。開催案内リーフレットには、以下の通り記載されていた。「作業を先導している国の専門家による説明とともに、参加者は、次回会合に先立ち、各課題の状況、解決すべき中心的な課題、EWGs あるいは改訂作業実施国により行われている作業について知ることができるでしょう。EWGs のセッ

ジョンに先立ち、1 日目には、規格策定機関(SDOs)により、方法開発分野における最新の作業について更新があるでしょう。ウェビナー前のアンケートやライブの質疑応答を通じて、専門家とやりとりする機会にも各課題についてさらに学ぶ機会にもなるでしょう。」本ウェビナーの課題(スケジュール)を表 2 に示す。

開催日ごとの参加者数は、180 人から 200 人程度であり、ウェビナー開催中の参加者数の変化は少なかった。このことから、参加者の関心の高さがうかがわれた。インフォーマルな取組であるとの説明がされていたが、Codex 事務局担当者(Ms Verna Carolissen-Mackay)の他、CCMAS 議長(Dr Attila Nagy)、並びに分析・サンプリング法承認作業部会議長(Dr Gregory Noonan)も参加しており、議場さながらの雰囲気があった。また課題によっては、特に Dr Gregory Noonan が説明した、承認を検討している分析サンプリング法に関する課題等に関しては、議場での議論を想起させるような具体的な相談や提案もされていた。一部の課題については、説明者の発言が一方的に発信されるだけでなく、相談や提案が事前準備されたアンケートあるいは質問として web 上に表示され、参加者は同じく web 上に表示された回答を選択することで自らの考えを示すことが可能であった。参加者から得られた回答は即時に集計され、回答数の多少等がグラフで示される等した。参加者が (web 会議システムによる画面表示はあるものの) 匿名である点が議場での

やりとりとは大きく異なるが、上記のような新しいツールを利用したコミュニケーションの成立により、議題に関する参加者の理解が深まるものと考えられた。その一方で、主催者(説明者)にとっては、参加者(各国)の動向を予測するために利用可能な情報を入手する機会になるのかも知れない。

このようなウェビナーを使用した情報発信やコミュニケーションは、現在の限定された状況下での実施に限らず、今後も合意形成のためのツールとして活用される可能性も考えられる。そのため、そのような機会が今後もあれば、わが国からも積極的に参加すべきと考える。また、議場での合意形成に影響を与える可能性についても考えが及ぶため、Codex 手続きマニュアル上の扱いも含めて、新しい情報発信・コミュニケーションツールとして一般的にどのように扱うか、Codex 委員会として議論がされてもよいのではないかとも思われた。

C. D. -4 CCPR 第 52 回会合における議論が予定されている 2 つの議題に関する検討

2020 年 3 月 30 日から 4 月 4 日に予定されていた CCPR 第 52 回会合の開催は、COVID-19 拡大防止の観点から延期された。延期された直後の 2020 年 5 月には、2021 年 4 月に第 52 回会合を物理的に開催する旨、早々に案内された。しかし本報告書を作成している 2021 年 3 月末の時点では、第 52 回は物理的な参集による会合とはせ

ずバーチャル会議として、2021年7月の開催が新たに予定されている。この会合開催予定の変遷からは、COVID-19の流行を世界的な規模でモニターし、その結果を主として様々な要素を踏まえて検討し、会合開催の時期と方法を模索するFAO/WHO並びにCodex委員会事務局そして、部会主催国(CCPR 主催国;中国)の姿が想像される。第52回会合の開催が延期される一方で、2020年4月以降もEWGによる議論や検討は継続されることになった。本年度の本研究においては、第52回会合における議論が予定されている議題の中から、①「CXLs*の設定から除外される可能性のある、公衆衛生上の懸念が低い化合物を対象としたガイドランスの開発に関する討議文書(以下、「懸念の低い物質のガイドライン」とする。))」、並びに②「定期的なレビュープログラムにおけるデータ提供等において、製造事業者等のサポートが得られない化合物の管理に関する討議文書(以下、「サポートが得られない化合物の管理」とする。))」を特に取り上げ検討した結果を報告する。

*CXLs; Codex MRLs

①「懸念の低い物質のガイドライン」の検討

第50回会合において、生物農薬の規制に関する国際的なガイドラインが存在しないために、各国による独自規制につながり、貿易上の問題になる可能性が指摘された。この指摘を踏まえ、チリを議長国、インドとアメリカを共同議長国とするEWGが設置され検討が進められた。第51回会合にお

いて、「CXLsの設定から除外される可能性のある、公衆衛生上の懸念が低い化合物を対象としたガイドランス」の開発を新規作業提案することが承認され、CAC第42回会合において採択された。これにより、Codex委員会における手続き上の正式な作業として、検討が開始された。第51回会合後も、チリを議長国、インド並びにアメリカを共同議長国とするEWGが設置され、第52回会合に向けてガイドライン案の開発が進められた。

第52回会合のために準備された討議文書CX/PR20/52/12のAppendix Iとして、ガイドライン案が示された。先述の通り、2020年に予定されていた第52回会合の開催は延期されたが、2020年6月に回付されたCL2020/14-PRにより、上記ガイドライン案へのコメントがステップ3で募集された。その後、各国から提出されたコメントの整理結果を踏まえてガイドライン案は改訂され、2020年10月に、コメント募集のためにEWG内で回覧された。配布された改定ガイドライン案の暫定訳を別添4に示す。

本ガイドラインの開発に当たっては、特定の化学物質の不要な規制等につながらないようにするために、あくまで該当する化学物質の選択規準を示す文書となることを十分考慮して検討が進められるべきと考える。SPS協定上の効力を持つ可能性があり定期的な見直しの必要にもつながるため、CXLsの設定が不要な特定化学物質のリスト作成を作業としないように留意すべきでもある。なお、本ガイドライン

案においても取り扱われている、農薬としての有効性を持つ植物や昆虫等に由来する化学物質に関して、下記の OECD のガイダンス文書が存在することを補足しておく。

OECD ガイダンス文書：

「Guidance document on botanical active substances used in plant protection products (Series on Pesticides No. 90)；植物保護製品において使用される植物性有効成分に関するガイダンス文書 (農薬シリーズ No. 90)」。

「Guidance document on semiochemical active substances and plant protection products (Series on Pesticides No. 93)；体外分泌情報伝達物質並びに植物保護製品に関するガイダンス文書 (農薬シリーズ No. 93)」。

②「サポートが得られない化合物のガイドライン」の検討結果

第 50 回会合で議論された、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議(JMPR)が評価する農薬の優先順位付けリストとスケジュールについて、サポートが得られない複数の化合物がリストされていることについて、検討を行った EWG の議長国であるオーストラリアから報告された。ここで、「サポートが得られない」とは、技術的及び経済的な理由から、JMPR の評価に必要なデータを該当農薬の製造事業者あるいは国が提出しないことを意味する。この報告を踏まえて、サポートが得られない化合物の JMPR による評価に関する戦略について、オーストラ

リアを議長国、カナダ、チリ、ケニヤを共同議長国とする EWG を設置し検討することとなった。第 51 回会合では、EWG の共同議長国のチリから、サポートが得られない化合物の管理に関する提案が検討結果として説明された。サポートが得られない化合物は、「健康への悪影響が懸念される化合物」と「健康への悪影響が懸念されない化合物」とに大別された。前者の「健康への悪影響が懸念される化合物」については、再評価に必要な十分なデータが提出されない場合には、該当する農薬の全ての CXLs を取り下げることが確認された。その一方で、後者の「健康への悪影響が懸念されない化合物」の管理に関する懸念が確認され、管理に関するいくつかのオプションが提示された。提示された管理オプションについて議論を進める内に、4 年間サポートがされなかった場合に CXLs を削除することを決めた、いわゆる 4 イヤーズルールを支持する先進国と、CXLs の削除に伴い当該農薬の国内使用ができなくなることの不利益を避けたい後進国とで、意見が分かれた。わが国は他の先進国とともに、4 イヤーズルールの適用を支持した。これは、15 年以上の長期にわたり毒性また MRL 設定の両方の観点からの再評価が行われていない農薬については、現在の科学的な水準に基づき必要なデータを追加して再評価しなければ安全性を担保することができないという考えに基づく。また、CCPR が従うべきリスクアナリシスの原則に沿った考え方でもある。一方で、多くの途上国は、各国ある

いは1つの国にでも登録がある限りはCXLsを維持することを支持した。途上国には、CXLsを自国のMRLsとして利用する国が多くある。また、それらの国々においては、経済的理由等から、使用可能な農薬等の選択肢が少ない場合がある。そのため、CXLsの削除に連動して自国MRLsの見直しの必要に迫られ、結果的に当該農薬が使用できなくなり農業に影響が出ることへの強い懸念があるものとする。このような懸念を背景として、再評価へのサポートが得られなくてもCXLsを維持することが強く支持されているのであろうと考える。先進国からは、途上国が支持する管理オプションについて、科学的データにより支持されるものではなく、登録が確認されない農薬のCXLsの維持につながり、ひいてはALARAの原則に反し、農薬の違法使用規制の妨げになるとの見解も示されている。

第52回会合の議場での議論は膠着し、結論には達しなかった。そこでCCPRは上記管理オプションへの合意が困難であることを踏まえ、チリを議長国、オーストラリア、インド及びケニアを共同議長国とするEWGを設置して、議論を継続することに合意した。設置されたEWGのTORは以下の通りである。

TOR(i) : JMPR による定期的再評価に必要なデータ提出等について農薬等製造事業者等によるサポートがされない化合物についてそのようになった状況、及びサポートの妨げとなる障害の調査

TOR(ii) : 効率的なデータサポートに関する

オプションの探索

TOR(iii) : CCPR51により勧告されたオプション2bとオプション3から生じる利点と課題の探索

オプション2b: 国の登録データベース(NRD)に掲載された登録がある農薬/作物を対象としたCXLsのみ維持する。

オプション3: Codex加盟国及びオブザーバーは、データへの要求が満たされるまでの4年間は、CXLsを維持することを承諾している(4年間ルール)。もし、加盟国あるいはオブザーバーがデータへの要求を満たすことができないのであれば、全てのCXLsは廃止される。

TOR(iv) : 上記の考察に基づき、第52回会合による検討のために提案を示す。

2020年6月末には、第52回会合用討議文書(CX/PR20/52/17)のAppendix Iとして、EWGの検討結果が示され、回付文書(CL2020/40-PR)により、本検討結果へのコメントが募集された。その後2020年11月に、各国から提出されたコメントに基づき修正された文書がEWG内で回覧されコメントが募集された。CX/PR20/52/17のAppendix Iとされた文書の暫定訳を別添5に、また本文書を各国コメントに基づき修正した文書の暫定訳を別添6に示す。なお、両別添ともに、コメント検討等のためのメモを赤字で示した。本議題は、社会的経済的背景の異なりが原因となるため、先進国と発展国との合意形成が困難ではあるが、開発された討議文書によって提案されているような実際的な折衷案の検討も通じて、科

学的に妥当で、消費者の健康保護にも十分配慮された結論に至るべきと考える。

C. D. -5 厚生労働省職員研修及び国内への情報発信に関する研究

C. D. -5-1 厚生労働省職員研修

2020年9月2日～9月4日の3日間にわたり開催された、厚生労働省職員を対象としたサンプリングと分析の基礎と応用をテーマとした研修において、各2時間の講義(計6時間)を行った。本年度の研修は、COVID-19 拡大防止の観点からウェビナーとして行われた。物理的に参集する必要が無いことが利点として作用したのかと想像するが、例年に比べて受講者数が多かった。霞が関の担当者の他に、全国の検疫所等から参加した受講者もおり、サンプリングと分析を実際に行う(可能性のある)担当者に向けても講義をすることができたことは有用であった。

C. D. -6 国内に向けた情報発信

C. D. -6-1 Food safety day 周知に関する取組

毎年6月7日は、国際連合により認められた「Food safety day (世界フードセーフティデー)」である。WHO、FAO、Codex 委員会そして各国が、世界フードセーフティデーを1つの契機として、人々に食品の安全性に関心をもってもらえるように取組を進めている。2020年6月7日の世界フードセーフティデーのキャッチコピーは「Food safety, everyone's business」とされ、啓発活動用リーフレット「A guide to world

food safety day 2020」が FAO と WHO により共同作成された。Web 上で無料配付されていた本リーフレットを入手し、本研究班は厚生労働省と協力して翻訳を進めた。翻訳したリーフレット「フードセーフティデー 2020 へのガイド」は、以下に示す FAO のサイトに他国による他言語翻訳版と同じく掲載された。また、厚生労働省の HP においても紹介されている。図3に、リーフレットの表紙を示す。

今回の取組のように、人々の関心が食品の安全性に正しく向けられるようにするための社会に向けた情報発信は、研究班単独で検討するのではなく、他機関・組織と共同し、発信力や拡散力をより高めて実施することが効果的であると考え。今後も、機会を捉えて、同様の取組を続けていきたいと考えている。

FAO の web サイト : <http://www.fao.org/publications/card/en/c/CA7815JA>

厚生労働省の web サイト : https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryous/hokuhin/codex/index.html

C. D. -6-2 より安全な食品のための啓発ビデオの公開

本研究班事業として開発した、WHO が製作した普及啓発ビデオ「Five Keys to Safer Food」の日本語吹き替え版「食品をより安全にするための5つの鍵」が、2020年11月に食品安全委員会の公式 YouTube^{JP}において公開された。本ビデオはそのタイトル

の通り、食中毒予防等に資する家庭でもできる基本的な取組について、CG アニメーションを使用して平易に説明する内容であり、男女を問わず子供を含む幅広い年齢層の方々に視聴していただける内容となっている。

食品安全委員会の web サイト：
https://www.youtube.com/channel/UCHnQF9MyO0Zd_jsYdj73jaw

3. 厚生労働省の担当職員を対象とした研修会において、3つの講義、計6時間を担当

C. D. -6-3 Codex ガイドラインの翻訳

本年度研究事業の一環として、CCMAS が開発した文書「Protocol for the design, conduct and interpretation of methods performance studies (CXG 64-1995)」、並びに CCPR が開発した文書「Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs (CXG 33-1999)」を翻訳した。翻訳したそれぞれの文書を別添 7 並びに別添 8 に示す。

E. 研究発表

1. 論文発表

松尾真紀子, 扇屋りん, 渡邊敬浩, 食品安全確保の強化を目指して-WHO の食品安全決議を踏まえた日本の取り組み, 食品衛生研究, 71(4), 33-40(2020).

2. 学会発表

食品分析実施試験所における品質保証への国際的な要求, 第 43 回残留農薬分析研究会, 2020.11.6

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)
4	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)
4.1	乳製品を対象とする分析法の作業用パッケージ (Dairy workable package)
4.2	油脂類製品を対象とする分析法の作業用パッケージ (Fats and oils workable package)
4.3	穀類、豆(種子)と豆類製品を対象とする分析法の作業用パッケージ (Cereals, pulses and legumes workable package)
5	測定の不確かさに関するガイドライン(CXG 54-2004)の改訂 (Revision of the Guidelines on Measurement Uncertainty)
6	情報提供文書: 測定の不確かさに関するガイドライン (Information document: Guidelines on Measurement Uncertainty)
7	サンプリングに関する一般ガイドライン(CXG 50-2004)の改訂-CL2021/10-MASへの対応 (Revision of the General Guidelines on Sampling (CXG 50-2004))-Replies to CL2020/4-MAS
8	複数のType III分析法の中からType II分析法を選択するための規準に関する討議文書 (Discussion paper on criteria to select Type II methods from multiple Type III methods)
9	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)
10	その他の事項及び今後の作業 (Other Business and Future Work)
11	次回会合の日程及び開催地 (Data and Place of Next Session)
12	報告書の採択 (Adaption of Report)

表 1 CCMAS 第 41 回会合の議題(CX/MAS 21/41/1)

	課題	
1日目	規格策定機関からの更新情報	
2日目	測定の不確かさのガイドラインの改訂 情報提供文書 サンプリングのガイドラインの改訂 複数のType III分析法の中からType II分析法を選択するための規準	ドイツ ニュージーランド スイス
3日目	CXS 234に収載された方法の見直し 方法の承認 乳製品のパッケージ 油脂類製品のパッケージ 穀類	アメリカ オランダ AACC International Cereals and Grain Association

表 2 CCMAS ウェビナーで取り上げられた課題

議題	内容
1	議題の採択 (Adoption of the Agenda)
2	報告者の選任 (Appointment of Rapporteurs)
3	Codex総会及び他の部会からの付託事項 (Matters referred to CCPR by CAC and/or other subsidiary bodies)
4(a)	FAO並びにWHOからの関心事項 (Matters of interest arising from FAO and WHO)
4(b)	他の国際機関からの関心事項 (Matters of interest arising from other international organizations)
5(a)	2019JMPRの臨時並びに定期会合による一般検討事項の報告 (Report on items of general consideration arising from the 2019 JMPR extraordinary and regular meetings)
5(b)	CCPRから挙げられた特定懸念事項に対する2019JMPR定期会合による回答の報告 (Report on responses to specific concerns raised by CCPR arising from the 2019 JMPR regular meeting)
6	食品並びに飼料における農薬の最大残留基準値案(step 7)及び原案(step 4) (Proposed MRLs for pesticides in food and feed (at step 7 and 4))
7	食品及び飼料のCodex分類(CXM4/1989)の改定 (Revision of the Classification of Food and Feed (CXM 4/1989))
8	CXLsの設定から除外される可能性のある、公衆衛生上の懸念が低い化合物を対象としたガイダンスの開発に関する討議文書 (Discussion paper on the development of guidance for compounds of low public health concerns that could be exempted from the establishment of CXLs)
9	農薬残留物の同定、確認及び定量に関する質量分析(MS)の使用に関するガイドライン(CXG 56-2005)の改訂の可能性に関する討議文書 (Discussion paper on the opportunity to revise the Guidelines on the use of mass spectrometry for the identification, confirmation and quantitative determination of pesticide residues (CXG 56-2005))
10	長期保存期間中の、多種農薬の認証参照物質の純度と安定性のモニタリングに関する討議文書 (Discussion paper on monitoring the purity and stability of certified reference material of multi-class pesticides during prolonged storage)
11	IESTI計算式の見直しに関する討議文書 (Discussion paper on the review of the IESTI equations)
12	新規化合物の国際レビューへのJMPRの参画に関する機会と課題に関する討議文書 (Discussion paper on opportunities and challenges for the JMPR participation in an international review of a new compound)
13	定期的なレビュープログラムにおけるデータ提供等において、製造事業者等のサポートが得られない化合物の管理に関する討議文書 (Discussion paper on the management of unsupported compounds)
14	各国の農薬登録に関する情報 (National registrations of pesticides)
15	CL 2020/5-PRへの返答として提出された意見基づく、Codexのスケジュールと農薬の優先リストの策定 (Establishment of Codex Schedules and Priority Lists of Pesticides (Based on comments submitted in reply to CL 2020/5-PR))
16	その他の事項及び今後の作業 (Other Business and Future Work)
17	次回会合の日程及び開催地 (Data and Place of Next Session)
18	報告書の採択 (Adaption of Report)

表 3 CCPR 第 52 回会合の議題 (CX/PR 20/52/1)



図1 CCMAS ウェビナー開催のアナウンスメント

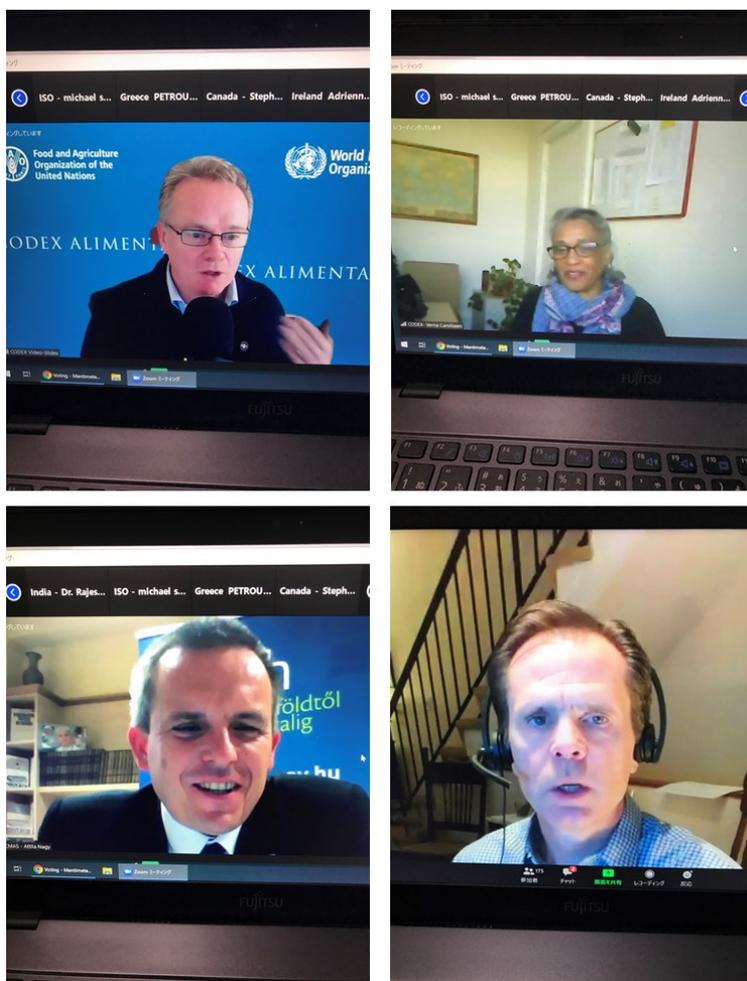


図2 ウェビナー司会(上段左)及び Codex 事務局担当者(上段右)
CCMAS 議長(下段左)及び分析・サンプリング法承認作業部会議長(下段右)



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations



World Health
Organization



2020年6月7日

世界フードセーフティーデー
(World Food Safety Day)

フードセーフティー はみんなの仕事



世界フードセーフティーデー2020へのガイド



図 3 A guide to world food safety day 2020 の日本語翻訳版

回付文書 CL 2020/27/OCS-MAS への対応に関する報告

ニュージーランドは EWG の議長国として、適切な場合には EWG 議長としての対応並びに技術的な説明とともに、各国の意見を含む報告書を作成した。改訂されたドラフトガイドラインが基礎とすることになるであろう修正された文書構造を、本報告書に附属させた。

改訂作業の基本方針として、適合性試験に関するセクションのように削除への幅広い支持が無い限り、様々に異なる意見の調整を試みると同時に、科学的な妥当性についても考慮に加えた。

目次

アプローチ

構造と内容

単純化/容易な使用(user-friendly;ユーザーフレンドリー)

その他の関連する点-特別なサンプリングプラン

生産者のリスク品質(Producer's Risk Quality; PRQ)と

消費者のリスク品質(Consumer's Risk Quality; CRQ)

Fractional Non-Conformance (FNC:非適合の割合)プラン

優先順位付けリスト

計量規準型サンプリングプラン

測定のエラー

微生物のサンプリングプラン

再検査

ISO 規格への参照

その他の関連トピックス

実効的な例

e-book/apps

物理的なサンプリング

適合性試験

付属書

付属書 1: 改訂ドラフトガイドラインの基礎とされる修正された構造

変更表

付属書 2: 優先順位付けリスト

(本研究において抽出した特定の項目の翻訳及び付属 1 のみを以下に示す。報告書の全文では無いことに留意すること。)

構造と内容

背景

改訂ドラフトは優先順位付けリスト並びに EWG による進捗に基づいていた。改訂ドラフトは、優先順位付けリストを含む合意されたプロジェクト文書に従った。

回付文書への対応

オーストラリア、カナダ、日本、モーリシャス、メキシコ、ノルウェー、ニュージーランド、ペルー、タイ、そしてアメリカが、アメリカとニュージーランドにより提示された 2 つのアプローチと課題に対してコメントした。

カナダは、ニュージーランドにより改訂された文書を、以下の様に表現した。「より幅広いサンプリングプランに関するより多くの情報を提供する」しかし、そうすることで「教科書とするのがより適切であり実際には適用されないかもしれない提案が含まれている。……適切/不適切な状況において、十分なガイダンスにはならないかもしれない」

アプローチに関するアメリカの提案は異なっている。カナダはアメリカのアプローチを、以下の様に表現した。「現在の取組で使用されている特定のクライテリアに焦点を合わせている。……特定の生産者に向けてサンプリングプランを進めるための、一連の指示が明確に示されている。しかしそうすることで、「現在の食品に関して最も広く使用されているサンプリングプランに焦点が合いすぎており、異なる状況下で近い将来に取り扱われる課題を対象としたサンプリングプランを反映しないかも知れない」。

オーストラリアは、「これらは内容の観点から、必ずしもお互いに矛盾している訳ではないが、文書に対する異なるアプローチは、その使用に関して、明らかに異なる課題を対象としている」。

カナダ、日本、ノルウェー、モーリシャス、ペルー、そしてアメリカが、アメリカが提案した構造/概要を支持した。

EU、エルサルバドル、イラク、ニュージーランドそしてタイが、ニュージーランドが作成した現在の改訂ガイドラインの構造を支持した。

日本は、既存の CXG 50 をより使用者に利用しやすくするための更新を基本とする三番目のアプローチについてコメントした。

推奨される方向性

プロジェクト文書並びに優先順位付けリスト、今日までの CXG 50 の EWG と CL の協議に基づき、アメリカが提案した top-level outline によりよく一致するように、改訂ドラフトガイドラインの構造を修正する。

必要に応じて、改訂ドラフトガイドラインの概要への内容の追加及び又は削除を行

う。

内容が追加及び又は削除された場合、あるいは内容が含まれることが無かった場合には、理由を提供する。

適用できる場合には、消費者と生産者両方の観点からの受入可能なリスクの仕様によって決められる、サンプリングプランに対して受け入れられている標準的な統計学のアプローチに改訂ドラフトガイドラインの焦点を合わせ続ける。

単純化/容易な使用(user-friendly)

背景

改訂ドラフトのアプローチは、「ユーザーフレンドリー」になるよう、意図されていた。ユーザーフレンドリーになることは、統計学的なサンプリングプランを開発し理解するためのより単純な方法を提供した。

e-book は、様々な種類のサンプリングプランを設計し評価するためまた、サンプリングに関する原理を示すための apps を含む。これらの apps は、サンプリングプランの設計や評価のプロセスを大幅に簡単にする。統計学の理論に関する知識を持たなくても、基礎的な原理を理解すれば、サンプリングプランの設計と評価ができるようになる。

エクセルスプレッドシートの推奨される使用は、改訂 CXG 50 に示されるサンプリングプランのオプションが、エクセルにおける実行を可能とする単純なケースに限定されることを仮定としている。改訂ドラフトの 4.1.1 と 4.1.2 項に示されているロードマップとフローダイアグラムは、様々な状況下でサンプリングプランに関する適切なオプションをユーザーが同定することを助けるために含まれた。

回答文書への対応

カナダ、日本、モロッコ、ノルウェー、そしてアメリカが、理解するためにより「ユーザーフレンドリー」及び又はより単純な、(改訂ドラフトに対する)代替アプローチの支持について特に言及した。ノルウェーは、プロセスベースとして、アメリカのアプローチを支持した。

EUMS、エルサルバドル、NZ は、「単純化された/ユーザーフレンドリー」としての現在の改訂ドラフトのアプローチを支持した。

いくつかの国が、追加の改良点に言及した。

推奨される方向性

プロジェクト文書並びに優先順位付けリスト、今日までの CXG 50 の EWG と CL の協議に基づき、アメリカが提案した top-level outline によりよく一致するように、改訂ドラフトガイドラインの構造を修正する。

その他の関連する点-特別なサンプリングプラン

背景

優先順位付けリストには、FNC プランとバルクマテリアルからのサンプリングプランとを含む「その他のタイプのサンプリングプラン」が含まれていた。

回答文書への対応

オーストラリアが、改訂ドラフトに導入されていた2つの主要で新しいコンセプトに言及した。

i. 生産者のリスク品質(PRQ)と消費者のリスク品質(CRQ)

ii. 非適合の割合プラン (Fractional Non-Conformance; FNC プラン)

これらの主要で新しいコンセプトがなぜ必要で、どのようにサンプリングプロセスを改善するのか、説明を求める国があった。

アメリカは、彼らの見解として、ISO の方言、例えば AQL/LQ と PRQ/CRQ 等の混乱に言及した。

「生産者のリスク品質(PRQ)とは、あるサンプリングプランの設計において特定されたあるロットにおける品質水準(例えば、適合しないパーセンテージ)であり、特定の、通常は低い、受入れ拒否の確率に伴う、生産者のリスクに対応している。」

「消費者のリスク品質(CRQ)とは、あるサンプリングプランの設計において特定されたあるロットにおける品質水準であり、特定の、通常は低い、受入の確率に伴う消費者のリスクに対応している。」

サンプリングの設計過程の外でも PRQ と CRQ は、特定のサンプリングプランの使用に起因する特定の品質水準における生産者と消費者のいずれか一方あるいは両方に対するリスクを表現するために使用することができる。

推奨される方向性

改訂ドラフトガイドラインでは、生産者のリスク品質(PRQ)と消費者のリスク品質(CRQ)の用語を参照する。

何のために

ISO はすでに、これまでの用語 AQL と LQ/LQL を、PRQ と CRQ のそれぞれによって置き換えており、この新しい用語は既に、その他いくつかの ISO 規格において使用されている。ニュージーランドは、ISO がサンプリング規格においてこれらの定義の更新を進めている最中であり、おそらくそれら文書の次の改訂まで続くだろうと考えている。

どのように

生産者のリスク品質(PRQ)と消費者のリスク品質(CRQ)という用語の、改訂ドラフトガイドラインにおける使用を標準とする。

(上記の)定義を含む。

非適合の割合プラン (Fractional Non-Conformance; FNC プラン)

「非適合の割合(Fractional Non-Conformance; FNC)は、最近発見された技術であり、サンプリングにおける測定エラー調整の単純な方法を提供する。FNCは、試験されたそのサンプルの真の値が限界に適合しなかった確率として考えることができる。FNCの原則に基づくサンプリングプランは、測定エラーを許容するためにデザインすることができる」

推奨される方向性

非適合の割合(Fractional Non-Conformance; FNC)プランを改訂ドラフトガイドラインに含める。

何のために

CXG 50 の発行後、査読付きの統計論文誌に発表された新しい科学。

この方法は、各試料に伴う、非適合の割合の測定に基づいている。これは、試料の真値が限度を超える確率として考えることができる。

非正規性を許容するために、計量型の方法によって検査を拡張することに比べて、その他の(非正規の)測定エラーの分布をより単純に許容可能とする点が FNC の追加利点である。

ある国は、広範なユーザー受け入れ試験(extensive user acceptance testing)のない境界での国際的な食品取引における適合性について我々が懸念してきた特別なサンプリングプランであると言及した。この方法は、査読付き統計学雑誌に発表されており、そのコピーが情報源パックに含まれるだろう。論文は、その方法の理論的正当性を含んでおり、つまり、ユーザー受け入れ試験は不必要となる。

どのように

発表論文のコピーとともに、実例が提供される。e-book の一部とすることが提案される。

FNC プランは、測定エラーに対する調整法の一つを提供するため、測定のエラーの項に含まれるかも知れない。

FNC プランへの参照は、この項に含まれるだろう。

e-book と同じように、独立した項に、測定エラーの調整に関する方法を含める。

測定のエラー

「測定のエラーは、試験結果の不正確さを指す—試験されたサンプルの真の値と結果がどのくらい違うかである。状況によっては、適切に考慮されない限り、測定のエラーがサンプリング検査の結果に、過度の影響を及ぼす可能性がある。」

背景

優先順位付けリストに測定のエラーが含まれている。

回答文書コメント

ニュージーランドとペルーそして Eurachem が測定のエラーを含めることを支持し

た。測定の不確かさを含めることへの言及もあった。

チリが校正上の変更を勧めた。

ノルウェー、タイ、アメリカは、全般的なコメントを提供した。

カナダとアメリカは、測定のエラーを含めることを支持しなかった。

推奨される方向性

サンプリングにおける測定のエラーの調整に関する情報を含める。

改訂ドラフトガイドラインにおいて、「測定のエラー」の用語使用を標準とする。

何のために

測定のエラーは、本質的に、サンプリングにおけるリスク管理を異なるものにする可能性を持ち(APP 15 において言及)、そして常に無視することはできない。測定のエラーを許容しないことが、妥当でなく、不公平になり得る。

測定のエラーに対する認識は限定されており、結果は限界に対して合格あるいは不合格として分類されるのが一般的である。これは、取引における分析の認証書の広範な使用によって支援されている慣行である。

測定のエラーに対するアロワンス設定に関する知識は限定されており、それにはある程度の統計学の知識を必要とする。いくつかの apps は、測定のエラーを調整するための直接的な方法を提供する。

Eurachem のコメントの参照「測定の不確かさへのアロワンスは必要ではないという、アメリカにより EWG に提出された Appendix III に含まれる助言は、明らかに逆行するものであり食品バッチの誤った分類につながりかねない。サンプルユニット間の変動に比べれば、一般に測定のエラーは顕著ではないという主張は、多くの異なるセクターにまたがる 67 食品/分析対象の組合せを対象とした測定の不確かさのメタアナリシスから得られた証拠を無視している。そのメタアナリシスは、拡張不確かさの平均が 57% としてまた、不確かさの分析成分が単独で 21% であると報告している。この大きさの測定の不確かさは明らかに顕著でない訳はなく、平均として、総変動の約 33% に相当する(バッチ間の変動を含む)。」

どのように

改訂ドラフトガイドラインに測定のエラーに関するガイダンスを含める。

App 15 は、測定のエラーの効果を示し、測定のエラーの調整を可能にする。

ガイドラインでは、測定のエラーの用語使用を標準化する。

再検査

「再検査あるいは、再サンプリングは、(その名前が示すとおり)、同一のあるいは異なるサンプリングプランを使って、同一のロットを繰り返し検査することである。再検査は、あるロットの受入に関する係争を解決するために使用することのできる、1 つのオプションである。」

背景

これは、優先順位付けリスト中の「説明」に含まれていた。

この手順は、何らかの理由によって、検査の結果が疑わしいと考えられた場合にのみ、使用される。回数を決めた上で再検査することができる。読者の中には、ロットが合格するより多くの機会を与えることになるため、再検査が妥当でないとすぐに反応する人がいる。しかし、実際には、低品質のロットは再検査で不合格になりやすいため、生産者危険と良質なロットが不合格となることを、よりよく管理することになる。

再検査は、消費者危険を増加させるだろう。App 6 は、再検査スキームに関する消費者危険の増加と生産者危険の減少についての評価を可能にする。

再検査の使用は、スイッチングルール付きの一連のサンプリングプラン、すなわちサンプリングスキームが単回のサンプリングプランの使用を超えて望ましいのと同じように、正当化される。比較的少ない数のサンプルを用いて行われた検査では誤った決定がされるリスクが高いため、あるロットの受入あるいは拒否の正しい決定により大きな確からしさを与えるために、再検査が実施されてきた。

e-book に含まれる App6 は、ロットの評価に異議が唱えられ、そのロットからの再サンプリングを行うことに合意されている場合において、再サンプリング(再検査)オプションを評価するために使用することができる。あるいは、取引開始前の両者の合意の一部として、再サンプリングオプションの評価に App 6 を使用することができる。

回答文書コメント

カナダ、チリ、ニュージーランド、ペルー、アメリカが再検査に関連して全般的な意見を提出した。

推奨される方向性

再検査の説明をレビューする。

何のために

CXG 50 には、サンプリングに関連して係争が起こった際に、とるべき手段に関する助言が欠けているため、このセクションは含める。

どのように

改訂ドラフトガイドラインにより多くの説明を含める。

e-book に含まれる App 6 は、ロットの評価に異議が唱えられ、そのロットからの再サンプリングを行うことに合意されている場合において、再検査オプションを評価するために使用することができる。あるいは、取引開始前の両者の合意の一部として、再サンプリングオプションの評価に App 6 を使用することができる。

ISO 規格への参照

背景

これは、優先順位付けリスト中の「説明」に含まれていた。

食品安全に関連するもの以外の、食品の欠陥やマクロ組成の検査への適用のような両方のリスクを考慮すべき状況において、明白に消費者リスクと生産者リスクを管理できるようにするために、そのアプローチが CXG 50 の中で使われていない理由を説明するためだけに、ISO プランの資料は改訂ドラフトに含まれている。

回答文書コメント

アメリカは、ISO 規格への参照の削除を推奨した。

モーリシャスとペルーは、その項を含めることを推奨した。

オーストラリア、チリ、EU、ニュージーランド、ノルウェー、ペルー、アメリカは、ISO 参照への全般的なコメントを提出した。

主要でない校正上の修正を推奨する国もあった。

推奨される方向性

食品安全に関するもの以外の、例えば食品の欠陥やマクロ組成の検査のための適用において、消費者リスクと生産者リスクの両方を明白に管理できるようにするために、CXG 50 においてそのアプローチが使用されてこなかった理由の説明として、改訂ドラフト中の資料は、ISO プラン(ISO2859 と ISO3951)との関係においてレビューされるだろう。

科学的なサポートの一部となる場合の ISO 規格。

物理的サンプリングに関連する様々なISO規格の参照。

何のために

現在の CXG 50 が ISO 規格並びに関連する内容を参照する。

どのように

改訂ドラフトガイドラインにおいて必要となる場合に、該当するISO規格と内容への参照を含む。

上記のISO 2859とISO 3951の他に、CXG 50に参照されているISOの(統計学的な)サンプリング規格が2つある。

—ISO3951-2 Annex Oは、繰り返し精度タイプの測定のエラーに関する調整である。この文書は、AQL (PRQ)により指標化されたサンプリングプランを扱っていないが、調整技術は極めて一般的であり、どのように設計されたものであるかの基礎に関係なく、あらゆる計量規準型の検査プランに適用することができる。App 15は、サンプリングにおける受入確率に対する測定のエラーの効果に関する検討を可能にする。

—ISO 3951-6 計量値検査のためのサンプリング手順—Part 6：限界品質(すなわちCRQ)により指標化された単回サンプリングプランのための規格。

物理的なサンプリングへの関連において、ISO文書への参照もある。

e-book/apps

背景

e-book は、改訂 CXG 50 を支援するための実際的で便利なリソースを提供するために開発されている。e-book には、情報、実例、そして apps が含まれている。apps を使用することは、よりモダンなアプローチであり、統計学的な教育をあまり受けていないユーザーが、Excel では容易に計算することのできない、より複雑なタイプのその他のサンプリングプランを評価することを可能にする。

回答文書コメント

エルサルバドル、EUMS、ニュージーランド、ペルーが、CXG 50 に対してリンクされた情報源としての e-book を支持した。

校正上の変更を推奨する国もあった。

モーリシャス、タイ、アメリカが、e-book に対して一般的なコメントをした。

推奨される方向性

e-book の開発を継続する。

何のために

e-book は、改訂 CXG 50 を支援するための実際的かつ便利なリソースを提供する。e-book には、情報、実例、そして容易にアクセスすることのできる apps が含まれている。apps を使用することは、よりモダンなアプローチであり、統計学的な教育をあまり受けていないユーザーが、Excel では容易に計算することのできない、より複雑なタイプのその他のサンプリングプランを評価することを可能にする。

どのように

apps を含むために、e-book の開発が続けられるだろう。

付属書 1: 改訂ドラフトガイドラインの基礎とされる修正された構造

Preamble (Brief aspects of revision, e.g. understandable to audience with limited statistical training)

Key terms and definitions (Brief definitions)

1. Introduction

- a. Prerequisite Codex documents (Procedural Manual, CXG 83)
- b. Target audience: Codex committees, governments, industry
- c. Scope
 - i. Food safety, suitability and quality
 - ii. Border inspection and other receiver-oriented situations
 - iii. Receiving finished products or raw materials
 - iv. Does not cover statistical process control (SPC)
 - v. Does not cover multiple, sequential, or switching sampling schemes

2. Basic concepts

- a. Reasons for sampling
 - i. HACCP and GMPs control food safety, suitability, and quality
 - ii. Acceptance sampling
 - 1. Acceptability of lots with unknown control history
 - 2. Sample size limitations generally preclude reliable assessment of lot performance criteria
 - 3. Routine (lot-by-lot) sampling
- b. Performance criteria based on food safety/quality objectives
 - i. Fraction or percentage of non-conforming units that determines an unacceptable lot – defined by CRQ
 - ii. Definition of a non-conforming sample unit
 - 1. Maximum/minimum level (continuous variable, count, proportion)
 - 2. Presence/absence
 - iii. Sample unit amount (weight, volume, count) (“decision unit”)
 - 1. Amount affects observed variance (heterogeneity, ‘averaging out’)
 - 2. Amount is based on risk assessment
 - a. Acute health hazard (e.g. single serving)
 - b. Chronic health hazard (e.g. average in larger amount)

c. Quality defect (user awareness, e.g. retail package)

c. Probability and plan performance

- i. Sampling estimates a lot parameter based on a subset
- ii. Can calculate probability of accepting an unacceptable lot (based on performance criteria and sample size)
- iii. Can calculate the probability of rejecting an acceptable lot (based on an allowed fraction of non-compliant units)
- iv. Operating characteristic curve (OC curve) plots the probability of rejecting (or accepting) a lot versus the fraction (or percentage) of non-compliant units in the lot.

1. 'Consumer risk-point'

2. 'Producer risk-point'

d. What is a lot? (see FAO/WHO 2016, Part 2)

- i. How defined
- ii. Why not redefined after sampling
- iii. Why invalid to re-sample

3. Two-class attribute sampling plans

Introduction

General two-class Attributes Sampling Plans designed from PR & CR

Plans for small lots based on hypergeometric distribution

ZAN Plans (including hypergeometric)

Three-class attribute plans

Attribute Plans for Multiple Characteristics

- a. Widespread use, distribution-free, universally applicable, simple, reliable
 - i. Applicable to lots containing product from different production lines, dates, and raw material sources
 - ii. Applicable to economic fraud (mixed quality)
- b. Binomial distribution
 - i. Characteristic present or absent in sample unit
 - ii. Characteristic under or over the limit in sample unit
- c. Zero-acceptance number plans (ZAN)
 - i. Applicable in most situations; efficient
 - ii. Design
 1. Sample size not limiting (use required number of samples)
 - a. OC curve passes through 'consumer's risk point'
 - b. 'Consumer's risk point' – fraction of non-compliant

units that should be rejected most of the time (e.g. 95%)

2. 'Producer's risk point'

a. Level of non-compliant units that should be accepted most of the time (e.g. 95%) due to limitation of industry control systems, or food security

b. Generally met by default when sample size is limiting

iii. General formula, hypergeometric formula, table, app link

d. Two-class attribute plans using acceptance numbers

i. Use when 'producer's risk point' is not met using ZAN plan

ii. Increases discrimination, steepens OC curve

iii. Requires many more samples to maintain 'consumer's risk point'

iv. Formula, table ($c = 1, 2$), app link

e. Three-class attribute sampling plans

i. Trinomial ('compliant units', 'non-compliant units', 'marginal units')

ii. 'marginal units' – indicate inadequate GMPs/HACCP; still comply with health limit

iii. App link

4. Variables sampling plans (based on known distribution)

a. Discussion/Intro

b. Advantages and disadvantages

i. Require fewer samples (presuming conditions are met)

ii. In variables plans the decision is based on the acceptance criterion " $\text{mean} \pm k \cdot \text{standard deviation}$ " relative to the specification limits.

iii. Lots may be rejected when all sample units are compliant (can cause confusion)

c. Plans based on normal distribution (unknown and known standard deviation (SD))

iv. Used when SD known and stable from "in-control" process

1. Continuous series, one facility, uniform raw material

2. Would not normally be applicable for inspection on receipt

v. For unknown SD, estimated from results of lot sampled

d. Plans for provisions based on the average in the lot

e. Plans based on beta distribution (maybe here, maybe with BMs)

vi. App links

5. Measurement Error

a. Introduction

b. Attributes plans misclassification errors

- c. Variables plans
 - i. normally distributed characteristics and significant normally distributed repeatability error
 - ii. normally distributed characteristics and significant normally distributed reproducibility error
 - iii. characteristics with significant non-normally distributed measurement error (FNC)
 - iv. non-normally distributed characteristics with significant measurement error (FNC)

6. Bulk Materials

- a. Introduction
- b. Attributes Plans (to be investigated)
- c. Plans for Compositional proportions (based on beta distribution)
- d. Overview of General Plans for Bulk Materials

7. Random sampling

- a. Methods for packaged goods

8. Composite samples

- a. Use with attributes sampling plans
 - i. Reduces analytical cost when lots are regularly acceptable
 - ii. Analytical method suitable for reduced decision limit
 - iii. Importance of composite homogeneity
- b. Use with variables sampling plans
 - i. With a known or presumed known SD
 - ii. Reduce analytical cost
 - iii. Importance of composite homogeneity

9. Sample handling

- a. Drawing analytical sub-samples and importance of homogeneity
- b. Holding conditions (environment, time)
- c. Traceability

10. References

- a. 'Standard plans'
- b. 'Special plans'
 - i. FAO/WHO Statistical Aspects of Microbiological Criteria Related to Foods
 - ii. FAO/WHO Public Health Risks of Histamine and other Biogenic Amines from Fish and Fishery Products

iii. Recommended Methods of Sampling for the Determination of Pesticide Residues for Compliance with MRLS CAC/GL 33-1999

Draft Information Document on Procedures for the Estimation of Measurement Uncertainty

2020年5月開催・第41回会合において議論される予定であった議題。Agenda Item 6として仮議題*提案されていた。文書番号はCX/MAS20/41/8。第41回会合の延期を受けEWGによる議論継続が指示され、CL2020/31/OSC-MASにより以下のコメントが求められた。提出期限は2020年6月30日。

*仮議題のタイトルが“Guidelines on Measurement Uncertainty”とされており、情報提供文書である本文書の性質を誤解させるため注意が必要。

・求められたコメント (CL 2020/31OCS-MAS)

CXG 54-2004の改訂を踏まえた情報提供文書。この情報提供文書がCXG 54改訂支援の目的を果たしているかまた、CXG 54がCACにより採択された後、その実効支援の目的を果たしているかについてもコメントする。

・本文書の性質(本文書により提供されるべき情報。本情報の位置づけ。)

CL2020/31OCS-MASにおいて、本文書はCXG 54-2004の改訂を踏まえた情報提供文書であるとされている(過去の議論からそうであったか、確認が必要)。目的に沿った情報提供文書が開発されているかを検証するために、REP18/MAS-Appendix IVに示されたCXG 54-2004改訂新規作業提案文書の該当箇所を以下に抜粋する。

規格の目的とスコープ

内容を改善し明確にするためにCXG 54-2004を改訂すること。改訂されたCXG 54-2004は、ロット評価への勧告を除き、測定の不確かさの全般的な特徴をカバーする。改訂されたCXG 54-2004は、

- ・測定結果の解釈における測定の不確かさの使用
- ・測定の不確かさと、ある特定のサンプリングプランとの間の関係

について、説明する。

本文書の基本的な役割は、上記の目的とスコープに沿って改訂されたCXG 54-2004の実効を支援する情報提供である。この役割にそった内容となっているかについて中心的に検証すべきである。CCMAS内には議論を求める声があるが、CXG 54-2004の改訂において、サンプリングに起因する不確かさは取り扱わないことで合意されている点に注意すべきである。(適合判定時の考慮とサンプリングに含まれる要因は、CCMASにおける不確かさの議論において必ず取り上げられる。しかし、国内においては検討されていないため、現在の国際動向を考慮すれば不具合を生じ、今後対応を迫られることも容易

に想像できる。)

情報提供文書の役割が、CXG 54-2004 に示されるべきことの理解を助けることであることは新規作業提案文書に以下の通り明記されている。「This should be supported by an information document including practical examples, referring to corresponding international standards」.

CXG 54-2004 に示されるべきことについては、以下の言及がある「A large measurement uncertainty might have an effect on the number of samples of a sampling plan as well as on the number of test samples per composite sample of the lot. Since it is essential for the responsible authorities to understand the above mentioned relationship, the corresponding amendment of the guidelines is of great importance. A general illustrated introduction into that field is recommended, because the responsible authorities might not be as familiar with measurement uncertainty as the laboratories.」

REP19/MAS Para 65

情報提供文書の作成は、CXG 54-2004 改訂の新規作業提案時に計画されていた。しかし CXG 54-2004 改訂案が step 4 で議論された第 40 回会合には提示されていない。第 40 回会合報告書には、以下の説明とともに次回会合にて情報提供文書案が提示されると書かれている。

「情報提供文書は、測定の不確かさ推定のための手順に関するいくつかの例と全般的事項に関する参照を提供する。今次会合において CXG 54 の改訂に加えられた変更を考慮すべきであるために、現時点まで情報提供文書は考慮されていない。」

以下に、情報提供文書の暫定訳を示す。

測定の不確かさ推定手順に関する情報提供文書(ドラフト版)

1. 導入

すべての測定にはエラーがある。そのため、ある 1 つの測定結果には常にその不確かさに関する情報が伴っているべきである。不確かさに関する情報は、その測定結果の品質の指標となり、他の測定結果あるいは参照値との意味ある比較を可能にする。測定の不確かさの宣言なしには、ある測定の結果は本質的に不完全であり、適切に解釈することができない。

本文書は、試験室そのものに由来する、すなわち、試験室試料に始まり測定値で終わる手順と条件に付随した不確かさのソースに関するガイダンスを提供する。サンプリングの不確かさと試験室試料がロットを代表する程度への疑問は、扱われていない。その

ような疑問は、CXG 50-2004 において扱われている。

CXG 50 において、サンプリングの不確かさという用語が明示的に扱われている箇所はない。サンプリングの不確かさに関しては EURACHEM が策定したガイドが存在するが、国際的な合意事項になっているとはいえない。一方で、CXG 50 において取り扱われている計量規準型サンプリングプランにおいて、ロット内標準偏差を踏まえてサンプルサイズを変えろという基本的な考え方には、実質的にサンプリングの不確かさが考慮されている。また、ISO/IEC 17025-2017 が必要事項とする測定不確かさの評価では、サンプリングを不確かさの寄与成分の 1 つと捉えている。そのため、ISO/IEC 17025 による測定不確かさへの必要事項は、GUM や VIM による測定不確かさの定義と乖離している。

サンプリングの不確かさを議論すべきという意見は、古くから CCMAS にある。しかし、そのような意見を持つ国が、何をサンプリングの不確かさと捉え、輸出入時検査におけるサンプリングにおいてどのように取り扱うべきと考えているかは不明である。これら不明な意見のままに、現在作業中の CXG 50 の改訂においてサンプリングの不確かさを新たに議論することになると、改訂の目的であるより理解しやすい文書の開発から外れることが危惧される。非現実的なサンプルサイズが必要であるといった主張につながり検査の実効性が失われる恐れもある。専門的な議論を実効性の有無の観点からも確実に検証することで、適正に議論が進むよう方向性への注意が必要である。

[コメント案：本文書の目的は、測定の不確かさの推定手順に関する情報の提供でありガイダンスの提供ではない。本文書の目的から外れるため、本パラグラフの削除を提案する。特に、少なくとも Codex の枠組みにおいてサンプリングに起因する不確かさを明示的に取り扱った文書はないため、サンプリングに起因する不確かさへの言及並びに参照は不要である。なお、本文書の目的は、次の段落に明示されている。]

測定の不確かさは、“測定量に合理的に帰属させることのできる値のばらつきを特徴付ける”パラメータとして定義されている。GUM 2.2.3 をみよ。この文書の目的は、この定義の意味を明確にすることであり、測定の不確かさを評価するための異なるアプローチが互いにどのように関係しているのかを理解するために必要な情報を提供することである。それにより、特定の場合において採用するのに最適な手順に関する情報に基づく決定を行うことができるようになる。

従って、この文書は、背景となる情報及び、測定の不確かさの正しい評価と解釈の中心となる基本的な概念を明確にする。第一に、トップダウンアプローチとボトムアップアプローチについて述べ、比較する。次いで、トップダウンアプローチのための基礎的なモデルを示す。それにより簡便な枠組みが構築され、その中で、測定の不確かさの基本概念上の特性のいくつかが明確にされる。議論が進むにつれ、測定量の特定に何が関

与しているのかを理解することがどれだけ重要であるかがますます明らかになるだろうし、明確な説明が与えられるだろう。不確かさのソースのより一般的な分類に基づき、トップダウンアプローチとボトムアップアプローチの関係がさらに明確になるだろう。標準偏差の値のような、ばらつきのパラメータを推定する際の、統計学的な不確かさの疑問も扱われるだろう。また、この統計学的な不確かさに対する観測値の数の効果もまた、検討されるだろう。トップダウンアプローチの異なる成分の評価に関する特定のデザインが提供され、それには、サブサンプリングとマトリクス効果の評価に関するデザインが含まれる。最終的に、測定の不確かさがどのようにサンプリングプランに影響を与えるかが例示されるだろう。

測定の不確かさをサンプリングプランの設計において考慮しなければならないのは、計量規準型サンプリングプランの設計において、ロット内での特性値のばらつきが測定の不確かさに比べて十分に小さく、ロットの適合判定への測定の不確かさの影響が無視できない場合のみである。そのような場合、第一に考えることは測定の不確かさを小さくすることである。分析により得られる連続量の値を計数に置き換え取り扱うサンプリングプランや、計数規準型サンプリングプランと測定の不確かさとの関連は明確ではない。CXG 54 の改訂において、測定値の不確かさのサンプリングプランへの影響を検討することで合意されているため、この情報提供文書においても言及があることは認められる。しかし、本段落において、そのことが本文書の最終目的であるように書かれていることは正しくない。

[コメント案：測定の不確かさがサンプリングプランにどのように影響を与えるかを記述することが本文書の最終目的ではない。そのように誤解されないように、以下の文書を書き改めるべきである。“Finally, examples will illustrate how measurement uncertainty influences sampling plans.”]

2. トップダウン対ボトムアップアプローチ

“ボトムアップアプローチ”の用語は、測定の不確かさを入力変数と測定結果との関係を表現する数式に基づいて計算するアプローチを表すために使用される。不確かさの表現ガイド(GUM)のセクション 4.1.1 にはこのように書かれている。“多くの場合、測定量 Y は直接測定されず、 N の入力量 X_1, X_2, \dots, X_N の関数関係 f を通じて決定される”

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

このアプローチにおいて、測定結果 Y は入力変数 X_1, X_2, \dots, X_N から計算されるということを強調すべきである。分析対象の濃度は、ある測定結果の一例である。吸光度、ピークエリア、信号強度は入力変数の例である。

例えば EURACHEM/CITAC ガイド CG4 や ISO21748 に記載されている代替アプローチは、利用可能な妥当性確認データを利用する。EURACHEM ガイドのセクション 7.6.1

には、“分析法の妥当性確認を目的に実施された共同実験は、不確かさの推定値を支援するためのデータの有用なソースである”と述べている。このアプローチにおいて、入力変数と測定結果との間に“関数関係”はない。むしろ、異なる測定条件下で結果は得られ、観察されたすべてのばらつきは、個々の成分に分割される。このアプローチは、トップダウンアプローチと呼ばれることが多い。

トップダウンアプローチに従い、“不確かさの推定値の支援”に引き続き使用される精度の値を得るために、2つの主要なタイプの実験が実施可能である。それらは単一試験室(試験室内)と多試験室(試験室間共同)実験である。これら2つのタイプの実験により得られた精度の値は、常に比較可能ではないことを強調しておくべきであろう。それにもかかわらず、関連する不確かさのソースが考慮されていない場合には、共同実験により得られた情報を単一試験室の実験により得られた情報により補完することが、しばしば好都合になる。

2つのアプローチの主たる違いは、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スタートするのに対し、トップダウンアプローチは異なる測定結果間のばらつきを直接観察可能なデータセットからスタートすることである。この点からは、ボトムアップアプローチが論理的である一方、トップダウンアプローチは経験的であるといえることができる。

関連する違いとして、ボトムアップアプローチでは測定結果と入力変数との関係が発点であるのに対し、トップダウンアプローチではトータルのばらつきとばらつきの個々の成分との関係が発点であることが挙げられる。

最後に、トップダウンアプローチの成分の数が通常少ない¹のに対し、ボトムアップアプローチの入力変数の数は非常に多くなる可能性があるということが、2つのアプローチのもう1つの違いとして挙げられる。このことが理由となり、ボトムアップアプローチでは、すべての入力変数に付随する不確かさの推定値を確実に得ることが可能な実験の実施が実際的ではなくなることがある。事実、ボトムアップアプローチは各ソースに関連して発生すると予想可能なエラーの大きさに関する事前情報を含めることを明らかに認めている(タイプBの評価)。

ボトムアップアプローチの場合(並びに異なる入力変数の間に相関がない場合)には、標準偏差として表される結合(すなわちトータル)測定不確かさが下式により得られる。

¹ 成分の数は、直接的に、分析法の妥当性確認試験の実験設計に従う。

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

ここで u_c は結合不確かさを表す。 u_i は入力変数 i に付随する不確かさを表し、 C_i は対応する感度係数を表す。感度係数は通常、偏微分 $\left(c_i = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2\right)$ により得られる。GUM の 5.1.2 並びにセクション 5.1.3 をみよ。

トップダウンアプローチの場合、トータルの測定不確かさは、試験室間の分散と併行の分散のような異なる分散成分を足し合わせることによって得られる。複製測定の数はいくつでも考慮すべきである。例えば、最も単純な場合では、トータルの標準不確かさは以下のように得られる。

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

ここで s_L は、試験室間標準偏差を、 s_r は併行標準偏差を、 m は最終的な測定結果としての平均値を得るのに使用した併行数をそれぞれ表す。詳細は、ISO21748 を参照のこと。

3. トップダウンアプローチのための基礎モデル

このセクションでは、トップダウンアプローチのための基礎モデルについて説明する。このモデルは、バリデーションのための試験室間共同実験のデータが利用可能であるとの想定を前提にしている。試験室間共同実験は、分析法の性能を特徴づけるために行われる。特に、分析法の精度²の特徴付けが、“不確かさ推定値の支援”のために使用可能である。ISO 5725 シリーズ、特にパート 2 を参照のこと。

基礎モデルは以下の通りである。

$$Y = \text{真値} + \text{バイアス(試験室とマトリクスをまたぐ平均)} \\ + \text{マトリクスに特異的なバイアス} + \text{試験室のバイアス} \\ + \text{併行精度のエラー}$$

引用も示されておらず、この情報提供文書作成者の発案かもしれないが、この基礎モデルの信頼性(Authenticity)は不明である。

² 精度は、特定条件下で得られた独立した測定結果間の一致の程度として定義されている。例えば、再現精度は、異なる試験室から得られた結果間の一致を特徴付け、併行精度は、同じ試験室内での、同一に近い(near-identical)条件で得られた結果間の一致の程度を特徴付ける。精度は、測定の不確かさの推定値を導出するために使用可能であるが、決して測定の不確かさと混同してはいけない。

以下に、この基礎モデルの個々の用語を説明する。

真値

一般に、真値は知られていない。真値は、例えば方法、試料そして試験室をまたぐ平均化によって推定することができる。しかし、GUMにおいて、測定の不確かさは、真値を参照することなく、“測定量に合理的に結びつけることが可能な値のばらつきを特徴づける”あるパラメータとして定義されていることは重要である(GUM セクション 2.2.3 をみよ)。この定義は、その他の関連する規格やガイダンス文書(EQRACHEM, VIM)のすべてにおいて採用されている。このことは、測定の不確かさの評価において、すでに真値の役割がなくなったことを意味してはいない。真値と測定結果との間の(利用することのできない)違いではなく、バイアス補正の不確かさは、測定の不確かさの評価において考慮しなければならない。言い換えると、焦点が、(利用することのできない)真値そのものから、バイアス推定の不確かさに移っている。参照不確かさの値が付随した認証参照値が利用可能な場合には、参照不確かさの値をバイアス補正の不確かさに含めることができることに注意すべきである。

分析方法のバイアス(試験室とマトリクスをまたぐ平均)

試験室とマトリクスの両方にまたがる分析法のバイアスは、試験室とマトリクスをまたぐ平均化によって推定することができる。真値に関する記述において説明したとおり、測定の不確かさの計算に対応する寄与は、このバイアスの推定における不確かさに帰着するだろう。

マトリクスに特異的なバイアス

多くの場合、分析法のバイアスはサンプルに依存する。言い換えると、バイアスはサンプルごとに異なる。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る場合に起こり、そのため、アナライトの一部は回収されない。あるいは、アナライトとともにマトリクスの一部が抽出され、測定の物理化学的機構に干渉することで、バイアスを生じる。トータルの変動に対応する成分は、マトリクス標準偏差と呼ばれる。セクション7に挙げたすべての不確かさのソースが、基礎モデルのこの項に寄与していることに注意することが大事である。

試験室バイアス

多くの場合、分析法のバイアスは、測定を実施する試験室に依存している。言い換えると、バイアスは試験室ごとに変わる。トータルの変動に対応する成分は、試験室標準偏差と呼ばれる。

併行精度のエラー

この用語は、併行測定(すなわち、ほぼ同一の試験環境下で実施される独立した測定)間の変動を表す。

4. 測定量の特定

“測定量”という概念は、測定の不確かさの定義において明らかに中心的役割を果たしており、妥当性確認データと測定の不確かさとの間のつながりに、さらに光を当てる。

測定量の定義の専門性はともかく³、測定量の規定には3つの区別された成分が含まれていることに注意を向ければ十分である。

- 特性の規定、例えば平均ヒ素濃度。“アナライト”の概念は、測定量の規定のこの部分に相当していることに注意する。
- 特性が付随している現象、対象、物質の規定、例えばリンゴジュースの特定のバッチ。前のセクションで使用された“マトリクス”の概念は、測定量の規定のこの部分に相当していることに注意する。
- 特性の規定方法に関する参照枠の規定、例えば[ng/mL]。

大まかにいうと、測定量の特定には、(1)何ををはかるのか、(2)はかられるもののうちそれが何なのか、(3)その他の測定結果あるいは関連する値と確実に比較するためにどのように測定結果を表現すべきなのかが、含まれる。

特に、測定量の特定には、アナライトの濃度が、試験室試料について測定されるのか、あるいは“より大きな試料”について測定されるのかあるいは、コンテナ中の製品バッチについて測定されるのかに関する情報を含めるべきである。最後の場合のみ、サンプリングの不確かさが該当する(不確かさの異なるソースを概観したセクション7をみよ)。同様に、いくつかの試験室試料から得られた測定結果がコンテナから採取されたバルクマテリアルの適合評価に使用される場合には、個々の試験室試料に対応する結果全体の平均値の測定の不確かさが関連することになる。

この段落においても、サンプリングの不確かさへの言及がある。しかし、本文書は測定の不確かさ推定手順に関する情報提供文書であるため、スコープから外れており、かつ明確な定義のないサンプリングの不確かさへの言及は、国際的な合意の観点からも不適切と考える。[コメント案: 定義の曖昧なサンプリングの不確かさは、本情報提供文書

³ VIM では、測定量は“測定が意図された量”と定義されている。続いて量は、“ある数とある参照として表現することができる大きさを持った、現象、対象、物質の特性”と定義されている。この定義下に直接ある例は、“ワイン試料におけるエタノール濃度の物質質量”である。“参照”の用語は、“参照とは、測定単位、測定手順、参照物質あるいはそれらの組み合わせであり得る”と定義されている。

のスコープ外であるため、該当文書の削除が適当である]

より一般的には、常に試験室試料に基づき測定の不確かさが決定される一方で、測定の不確かさの評価では試験室試料に関する利用可能な情報のすべてを含めることが重要である。例えば、

- ・どこからマテリアルが来たのか (例えばコンテナ)
- ・来歴が同一のほかのサンプルが試験されたことがあるか
- ・測定結果の使用目的は何か(個々の試験室試料あるいはコンテナの適合性評価)?

例えば、マテリアルの不均質性に起因する不確かさの寄与(例えば根本的な変動、セクション 9.4 をみよ)を決定するためには、アナライト、濃度そして粒/粒子の大きさに依存して、極めてたくさんの検証が必要になるかもしれない。マテリアルの起源が既知である場合、新たな推定をする代わりに、すでに得られている不確かさへの不均質性の寄与に関する結果を使用することができるかもしれない。

測定量の規定は、バイアス/回収率補正が必要か否かまた、どのように補正すべきかを決定できるようにするはずである。例えば、測定量が回収されたアナライトの量に関連して規定されている場合、回収率補正をすることは適正でないかもしれない。一方で、測定試料に含まれているアナライトの総量として測定量が規定されている場合、回収率補正が必要とされるかもしれない。

最後に、測定量を詳細に規定することは実際的でないあるいは不可能かもしれない。この理由から、測定量の規定における不明瞭さ(“有限量の詳細”)を説明するために、“定義による不確かさ”と呼ばれる測定の不確かさの追加成分(VIM の 2.27 定義をみよ)を含める必要があるかもしれない。しかし、多くの場合、定義による不確かさは無視できると考えることができる。

測定量の規定(Specifying the measurand)の説明を見るのは珍しい。これほどの説明がされることに違和感があるが、サンプリングの不確かさ取り扱いへの意図が前提にあるものと想像する。測定の不確かさ(measurement uncertainty)は、「測定結果に付随し、合理的に測定量に結びつけられ得る値のばらつきを特徴付けるパラメータ (parameter, associated with the result of a measurement, that characterizes the dispersion of the values that could reasonably be attributed to the measurand)」と定義される(ある 1 回の測定の結果に不確かさは付属する)。本情報提供文書作成者は、この定義に含まれる測定量の解釈を「ロット平均」に拡張することで、サンプリングも不確かさの寄与要因の 1 つにすることができると考えているのだろう。しかし、そのように解釈することは本来の不確かさの概

念からは適当ではなく、合意され、共通認識になっているとはいえない。

補足：GUM(Evaluation of measurement data -Guide to the expression of uncertainty in measurement: JCGM 100:2008)のセクション3.基本概念の一部として、「測定」は以下の通り説明されている。「測定の目的は測定量の値、すなわち測定される特定の量の値を決定することである。従って、測定は測定量、測定の方法*及び測定手順**を適切に明示することから始まる」(The object of a measurement is to determine the value of the measurand, that is, the value of the particular quantity to be measured. A measurement therefore begins with an appropriate specification of the measurand, the method of measurement, and the measurement procedure)。この説明に従えば、測定の行為にサンプリングは含まれておらず、従って測定量の解釈をロット平均に拡張することはできない。当然、定義上もサンプリングが測定の不確かさの寄与要因(成分の一つ)とは考えることができない。

*測定の方法：一般的に記述され、測定の実行に用いられる論理的な一連の作業 (logical sequence of operations, described generically, used in the performance of measurements)

**測定手順：具体的に記述され、ある方法に従って特定の測定を実行する際に用いられる一連の作業(set of operations, described specifically, used in the performance of particular measurements according to a given method)

5. 測定量と妥当性確認データとの関係

測定の不確かさを決定するために妥当性確認実験の結果が利用できる場合には、その実験が同一の測定量を参照していることを確実にしなければならない。

例 1: 分析試料におけるアナライト濃度に対して規定された測定量に対して、ある特定の試験室において、測定の不確かさが評価されている。分析法は同一のアナライトを対象に妥当性確認されているが、分析試料ではなく抽出物に基づいた妥当性確認である。言い換えると、妥当性確認実験のための測定量は抽出物におけるアナライト濃度である。測定の不確かさが評価されなければならない測定量が、妥当性確認実験の測定量とは異なっている。従って、妥当性確認実験により得られた測定結果のばらつきの特徴付けを元に、測定の不確かさを評価することはできない。

例 2:ある一定範囲のマトリクスに対して規定された測定量に対して、ある特定の試験室において、測定の不確かさが評価されている。分析法は同一のアナライトを対象に妥当性確認されているが、マトリクスのうち、1つのみしか妥当性確認はされていない。測定の不確かさが評価されなければならない測定量が、妥当性確認実験の測定量とは異なっている。従って、妥当性確認実験により得られた測定結果のばらつきの特徴付けを元に、測定の不確かさを評価することはできない(マトリクスバイアスの部分がない)。

測定の不確かさの推定値を支持するために妥当性確認データが使用可能な状況は、以下の通り述べることができる。

もし....

妥当性確認された分析法を用いて測定結果が得られており、

妥当性確認の範囲に測定量が含まれており

測定の不確かさを評価している試験室内での精度が妥当性確認実験において特徴付けられた方法の精度と比較可能であれば

その場合には、

→妥当性確認実験により得られた精度の推定値を測定の不確かさの計算に使用することができる。

測定の不確かさの推定における妥当性確認データの使用に関するさらなるガイダンスは EURACHEM ガイドのセクション7を参照のこと。

6 経験的方法と理論的方法

測定量の定義において、特性の規定には、適切な参照(VIM 1.1 をみよ)の選択を許すための十分な情報が含まれていなければならない。特に、以下を区別することは重要である。

- ・ 経験的な分析法 (Codex システムにおける Type I 法)
- ・ 理論的な方法 (Codex システムにおける Type II-IV 法)

EURACHEM のセクション 5.4 には、以下の説明がある。“分析の測定において、使用する方法とは独立した結果を生み出すことが意図された測定と、それが意図されていない測定とを区別することは特別に重要である”。後者はしばしば経験的な方法あるいは、操作上の定義法と呼ばれる。

同じ文書のセクション 5.5 には、経験的でない方法は時々、論理的方法と呼ばれると説明されている。この区別は、ISO ガイド 35 のセクション 9.2.3 に書かれている操作上で定義された方法と定義されていない方法との区別に密接に関連している。化学測定における計測学上のトレーサビリティに関する EURACHEM ガイドセクション 3.1 も参照のこと。

測定の不確かさの評価を考察する限り、この区別には、以下の重要な意味がある。経験的な方法(操作上で定義される測定量)について、セクション 3 で述べたトップダウンアプローチに関する基礎的モデルにおいて、方法のバイアスの項はない(ボトムアップア

アプローチは、その他のバイアスの成分に対して区別された方法を許可しないことに注意すること)。

7 トップダウンアプローチとボトムアップアプローチにおける不確かさのソース

トップダウンアプローチでは、データセットに観察されたトータルの変動を異なる成分に分割する。ボトムアップアプローチでは、トータルの不確かさが個別の入力変数に付属する不確かさの値から得られる。そこで以下の疑問がおこる。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ている不確かさのソースとの関係はなに？

この疑問に答えるために、アプローチとは独立して、異なるタイプの不確かさのソースの概要が今は提供される。不確かさのソースの幅広いカテゴリーを区別することが意図である。トップダウンアプローチとボトムアップアプローチの関係にさらなる光を当てることとは別に、この概要は、特定の場合においてどのソースが関連するかまた、すべての関連するソースが測定の不確かさの評価に含まれているかを定める上で役立つ。

不確かさのソースは便宜上大きく 6 つに分類される。

- ・ サンプルング(この文書ではサンプルングの不確かさの疑問は取り扱わない。CXG 50-2004 を参照のこと)

(これまでの解釈、コメントに同じ)サンプルングの不確かさの定義がない。CXG 50 の改訂においてサンプルングの不確かさを取り扱うことは合意されてない。そもそも、測定の不確かさをサンプルングに拡張することについて、十分な議論や合意がない。

- ・ 保存/輸送
- ・ サブサンプルング
- ・ 測定条件
- ・ 測定手順
- ・ 計算上の効果

不確かさのソース 測定の不確かさにおける役割

サンプルング

コンテナにおけるあるいは製品バッチにおけるアナライトの濃度に関連して測定量が規定されているならば、サンプルングが必要であり、サンプルングの測定の不確かさに対する寄与を評価すべきである。ISO17025 のセクション 7.6 をみよ。

ある単一の試験試料(試験室試料)に関連して測定量が規定されているならば、サンプリングによる不確かさへの寄与はない。しかし、サブサンプリング(すなわち、試験室試料から分析試料を採取すること)の寄与はあるかもしれない。

根本的な変動はサンプリングの不確かさの“副成分”の 1 つである。セクション 9.4 の説明をみよ。

ISO17025 セクション 7.6 に見られる記述 : 7.6.1 ラボラトリーは、測定不確かさへの寄与成分を特定しなければならない。測定不確かさを評価する際、サンプリングから生じるものを含み、重大なすべての寄与成分を、適切な分析方法を用いて考慮しなければならない。(Laboratories shall identify the contributions to measurement uncertainty. When evaluating measurement uncertainty, all contributions that are of significance, including those arising from sampling, shall be taken into account using appropriate methods of analysis.)

保存/輸送

保存や輸送の異なる条件が測定結果に影響を与える場合には、トータルの不確かさに対して該当する寄与を考慮しなければならない。

サブサンプリング

This term denotes taking test portions from the laboratory sample. If the latter is not homogeneous (finely ground in case of solid matter, mixed or agitated in case of liquids and semi-solids), then it cannot be ensured that the subsampling uncertainty is negligible. Accordingly, appropriate homogenisation is required before subsampling in order to reduce this uncertainty source.

この用語は、試験室試料から分析試料を採取することを意味する。もし試験室試料が均質でなければ(固形物の場合にはよく粉碎され、液体あるいは半固体の場合にはよく混合されていなければ)、サブサンプリングの不確かさが無視できる大きさであることを確実にすることはできない。従って、この不確かさのソースを減らすために、サブサンプリングの前に適切な均質化操作を行うことが必要である。

根本的な変動はサンプリングの不確かさの“副成分”の 1 つである。セクション 9.4 の説明をみよ。

測定条件	<p>ここで使用している測定という用語には、試料調製と精製手順が含まれていることを強調しておかなければならない。</p> <p>異なる測定条件(例えば、分析年の違い、分析者の違い、試薬の違い、機器の違い)が測定の不確かさに寄与している場合には、それらソースを考慮しなければならない。</p>
測定手順	<p>この用語は、測定手順(試料調製と精製手順を含む)に含まれている、抽出効率のような、物理的/化学的/生物学的機構に付随した本質的なあるいは減らすことのできない不確かさ成分を意味している。ボトムアップアプローチにおける入力変数は、この項目に属するものと考えることができる。</p>
計算上の効果	<p>不正確な校正モデルと校正方法、ピーク積分手順、数値の丸めもまた、測定の不確かさに寄与する可能性がある。</p>

8 データサイズに関連する必要事項

一連の測定結果に基づき標準偏差が計算される場合、その値の実際の乖離をどの程度特徴付けることができるのか。実際、一連の測定のいくつかが行われ、それぞれについて別々の標準偏差の値が計算された場合、計算された標準偏差の値は異なるだろう。言い換えると、経験的なデータに基づき得られたある標準偏差は、“真の”標準偏差の推定値を表しているに過ぎない。ある測定結果の測定の不確かさの場合とちょうど同じように、ある標準偏差の不確かさは信頼区間との関連において特徴付けることができる。CXG 59 の表 3 は、 N (観測数)の値が異なる経験的なデータから計算された標準偏差の値に対する信頼区間を提供している。すなわち、 $N = 5$ であれば、標準偏差の信頼区間は $[0.35 \cdot s, 1.67 \cdot s]$ であり、ここで s は利用可能なデータに基づき計算された標準偏差を表す。 $N = 7$ であれば、標準偏差の信頼区間は、 $[0.45 \cdot s, 1.55 \cdot s]$ となり、依然として非常に大きい。

従って、標準偏差は最低でも $N = 12$ の値(標準偏差推定のための自由度としては11)に基づき計算することが勧告される。その場合、標準偏差の信頼区間は $[0.59 \cdot s, 1.41 \cdot s]$ となる。

情報提供文書であるため、勧告(recommendation)が含まれるべきではない。[コメント：情報提供文書に勧告が含まれることは適切ではないため、事実のみを表現した文章に改めるべきである。]

例えば、試験室間(マトリクス間)の標準偏差と併行精度標準偏差の同時推定を考えると、この勧告は、最低 12 の試験室(あるいはマトリクス)から得た測定結果が利用可能であり、最低でも試験室あたり(マトリクスあたり)2 つの併行分析がされている必要があることを意味する。

最低 8 試験室からのデータが必要とされており(ISO 5725-1 セクション 6.3.4 をみよ)、8-15 試験室が“通常の”数とされている。

ボトムアップアプローチで言われているように、異なる不確かさのソースが同時に考慮される場合には、サタスウェイト式を介してデータサイズに関する要求を適用することができる。より具体的に、2 つの異なる不確かさのソースが結合不確かさの計算に含まれている場合の u_1 と u_2 を挙げる。それぞれが n_1 と n_2 の測定結果に基づく標本標準偏差に対する式を適用して得られたとする。結合不確かさの自由度は以下によって計算することができる。

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

結合不確かさに対して自由度 11 を確実にすることが勧告である。

事前情報がある u_i の値として使用され(Type B の変数)そしてデータサイズに関する情報がない場合、 $n_i = 7$ の使用が示唆される。このデータサイズに相当する約±50%の不確かさには、Type B 変数の場合、分布の仮定が“知識や経験に基づいたもの”に基づくという事実を反映することが意図されている。

サタスウェイト式の適用

以下の関数関係に基づき測定の不確かさが評価されなければならない場合を取り扱う。ここで測定結果 Y は、4 つの入力変数の関数として表現される。

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

表 1 入力変数のデータサイズと不確かさの値

入力変数	Type	n	u^2
X_1	A	3	4
X_2	B	30	15
X_3	B	30	15
X_4	B	適用不可	5

		$n_4 = 7$ とする	
--	--	---------------	--

サタスウェイト式を適用すると

$$\text{結合不確かさの自由度} = \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2 + u_3^2/n_3 + u_4^2/n_4)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1} + \frac{(u_3^2/n_3)^2}{n_3 - 1} + \frac{(u_4^2/n_4)^2}{n_4 - 1}} = 9.4$$

9 不確かさの成分を評価するための基本的な手順

妥当性確認データが不完全な場合(すなわち、関連する不確かさのソースのいくつかが特徴付けられていない場合)、トップダウンアプローチを適用する前に、追加実験を実施しなければならない。

例えば、試験室間共同実験において、理想的には、各参加試験室は様々なマトリクスと様々なアナライト濃度を代表する試料を受け取るべきである。しかし、利用可能なマテリアルの制限によって、試験室間共同実験はしばしば、参加者あたり単一試料をもとに実施される。そのような場合、マトリクス効果の影響に関する結論をほとんど得ることができない。そのため、基礎モデルに含まれるマトリクスに特異的なバイアスの項を特徴付けるために別実験を行わなければならなくなる。

以下に、マトリクス特異的バイアスのような、変動の様々な成分を特徴付けるための基本的な手順を示す。

複数の変動の成分を同時に推定するためのより洗練された手順は文献 11 に示されている。CD ISO 5725-3 と DTS 23471 も参照される。

9.1 試験室内の変動を特徴付けるための手順

分析法が試験室内で開発された方法(インハウスメソッド)であれば、インハウスでの妥当性確認(単一試験室による妥当性確認)が行われる。妥当性確認データが不完全あるいは利用できない場合には、変動のインハウス成分を追加実験(または、そのようなデータが利用可能かつ適切な構造を持っていれば QC データ)に基づいて特徴付けることができる。

トータルの試験室内変動は中間精度と呼ばれ、マトリクスバイアスを除く⁴関連するすべての不確かさのソースを反映すべきである。特に、試験室内での様々な測定条件(すなわちオペレータ、試薬のバッチなど)に起因する変動が併行精度とともに反映されて

⁴ 定義によると、中間精度はマトリクスバイアスを含まない。VIM の 2.22 をみよ。もしマトリクスバイアスを含む場合は、インハウス再現精度の用語を使用する。

いるべきである。

実験データあるいは QC データの構造は、試験室内の併行精度条件と中間精度条件 (異なる日、異なる操作者、異なる試薬のバッチなど) とを区別させるものでなければならない。不確かさは以下のように計算することができる。

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

ここで s_I は中間精度の標準偏差、 $s_{r,inhouse}$ は併行精度の推定値、そして k は測定の最終結果として平均値が計算されたときの繰り返しの数を表す。

セクション 8 で説明したとおり、最小数として $N = 12$ の異なるインハウス測定条件 (例えば異なる日) をデータセット中に示すことが勧告される。

以下の例では、20 日分の QC データが利用可能なケースを取り上げる (適切な QC データが利用できない場合やさらに実験が必要になる場合には、 $N = 12$ 日あれば十分である)

表 2 中間(室内)並びに併行標準偏差の値を計算するための、室内 QC データ

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

18 日目	8.85	11.15
19 日目	11.93	10.17
20 日目	8.50	8.29

日間と併行精度の標準偏差は以下のように計算される。

まず、日は $i = 1, \dots, m$ で区別されている(この例では、 $m = 20$)。各分析日内での複製は、 $j = 1, n$ (この例では $n = 2$) で区別されている。各測定結果は、 x_{ij} で区別されている。総平均の値 \bar{x} と、各日ごとの平均の値 \bar{x}_i を計算する。次に、日間の平方和を計算する。

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

そして日内の平方和を計算する。

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

インハウス併行精度標準偏差 $s_{r,inhouse}$ は、以下により得られる

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

日間標準偏差 s_D は、以下により得られる

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

(平方根内の値がマイナスの場合には、 $s_D = 0$)

最終的に、中間(インハウス)標準偏差は以下の通り計算される

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

表 2 のデータを計算した結果は以下の通り

表 3 室内 QC データに基づく SSB と SSW の計算

総平均 \bar{x}	日平均 \bar{x}_i	差 $\bar{x}_i - \bar{x}$	SSB	差 $\bar{x}_{ij} - \bar{x}_i$	差 $\bar{x}_{ij} - \bar{x}_i$	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	
	7.27	-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		0.10	-0.10	

以下の精度の推定値が得られる

表4 インハウス QC データから得られた精度の推定値

$S_{r,inhouse}$	S_D	S_L
1.22	2.59	2.86

9.2 マトリクス間の変動を特徴付けるための手順

このセクションでは、試験室試料間の不均質性は無視できるものであり、測定量はいくつかのマトリクスと関連付けて規定されており、そのマトリクスの中から N マトリクスが選択された⁵と仮定している。マトリクスの選択は、分析法の用途やスコープに基づくべきである。セクション8に説明されているとおり、最低で $N = 12$ のマトリクスを含むことが勧告される。

注釈5も含めて考察すると、例えば、ある化合物を対象とする分析法をリンゴに適用する場合、種々の品種のリンゴから得られる分析値のばらつきに注目し、その大きさを12以上の異なる品種のリンゴを用いて不確かさとして検討すべきことを述べている。注釈5がなければ、より広い範囲のマトリクス間での分析結果のばらつきを扱った記述と想像した。分析法の頑健性をどの程度と捉えるかにもよるが、これほど厳密な不確か

⁵ 例えば、異なるリンゴの品種のいくつかあるいは、異なる品種の牛のいくつか

さ推定が必要かは疑問である。(意味のある寄与があるかは疑わしい。)

マトリクス間の変動を特徴付けるための基本的なアプローチは、単一試験室内で各マトリクスに対してスパイクをして、二重測定結果を得ることである。このようにすれば、マトリクス間の変動(マトリクス特有のバイアス)を、各マトリクス中の変動(併行精度のエラー)と区別することができる。この手順では、ランダム効果としてマトリクスはモデル化されており、結果は、測定量の規定に含まれるすべてのマトリクスを通じた変動を特徴付ける標準偏差である。

例

表 5 マトリクスバイアス計算のための実験で得られたデータ

	MV1	MV2
マトリクス 1	114.51	112.24
マトリクス 2	120.25	111.59
マトリクス 3	88.46	86.62
マトリクス 4	118.93	102.35
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	96.05	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	76.56	109.79

セクション 9.1 と同一の計算手順を適用する。それにより、以下の精度推定値が得られる。

表 6 マトリクスバイアスの計算に対する精度推定値

s_r	s_{matrix}
9.53	12.24

9.3 試験室間変動の特徴付けのための手順

手順 1: 最低でも $N = 12$ の試験室を集め各試験室内で二重測定を行うことで、試験室間妥当性確認実験を実施する。試験室試料の不均質性が無視できることを確実にする必要がある。そうすることで、試験室間の変動(ラボバイアス)を試験室内での変動(併行精

度エラー)と区別することができる。この手順では、ランダム効果として試験室がモデル化されており、結果は試験室間の変動を特徴付ける標準偏差である。

例

表 7 試験室バイアスを計算するための実験により得られたデータ

	MV1	MV2
試験室 1	0.981	1.238
試験室 2	0.182	0.601
試験室 3	1.107	0.994
試験室 4	1.471	1.532
試験室 5	1.169	0.674
試験室 6	0.491	1.271
試験室 7	1.717	0.970
試験室 8	0.931	1.171
試験室 9	1.017	1.248
試験室 10	0.909	0.723
試験室 11	0.812	1.312
試験室 12	1.375	1.719

セクション 9.1 と同一の計算手順を適用する。それにより、以下の精度推定値が得られる。

表 8 試験室バイアスの計算に対する精度推定値

s_r	s_{lab}
0.30	0.23

手順 2: 技能試験データが利用でき、(理想的には最低 12 の)同一の分析法を使用した十分な数の参加者がいた場合には、これらのデータを試験室間の変動を特徴付けるために使用することができる。データ評価の中立性を確実にし、利益相反を避けるために、規制当局により実施された PT スキームのデータを利用すべきである。

PT はスペルアウト(Proficiency Testing)すべき。EURACHEM guide に記載された PT データの利用方法とは異なる。また、PT における分析法の選択は基本的に自由であり、同一の分析法を採用した試験室であることの確認に関してその方法が不明瞭かつ現実的に可能か疑問。

9.4 根本的な変動を特徴付けるための手順

根本的な変動は、セクション3の基礎モデルにおける併行精度エラー項の副成分であり、均質性が最も高い状態であってもそこに残る、減らすことのできないサンプル間の変動を意味する。根本的な変動は、試料を構成する粒子のレベルでの不均質性を反映する。対象となるアナライトがキャリアとなるパーティクルの分布に低密度に存在していた場合に測定結果の不確かさに影響を及ぼす。根本的な変動は、サンプリング時と、試験室内でのサブサンプリングすなわちホモジナイズされた試験室試料から分析試料を採取する時との2回にわたって現れる。実際的には、無視することのできない大きさの根本的な変動は、2つの点において試験手順を修正することで減少させることができる。1つは試験用マトリクスをよりよく粉碎混合することであり、もう1つは分析試料の採取量を増やすことである。

理論上は、サンプリング、サブサンプリングそしてその他の不確かさ成分との間で、観察される変動を正しく分割することができるが、根本的なエラーが顕著に大きい場合には、そのようにすることは現実には難しい。このことには注意すべきである。特定のコンテナからいくつかの試験室試料が採取されるケースを扱い、試験室試料中でキャリア粒子の数が0~10の間でランダムに変化することを仮定する。サブサンプル(分析試料)の間の根本的な変動は、サブサンプルがどの試験室試料から採取されたかに依存する。そのような状況では、根本的な変動の正しい特徴付けは非常に複雑になる。試験室試料間のキャリア粒子の数に関連した変動が無視できるほどに小さいことを確実にすることがより効果的である。言い換えると、すべての試験室試料がコンテナあるいは製品のバッチを代表するように確実にすることがより効果的であり、それによって、サンプリングの根本的な変動が疑問とならなくなる。このことは、しばしば、試験室試料のサイズを増加させることによって達成することができる。しかし、より一般的なポイントは、根本的な変動の正しい評価には、サンプリングの段階を適切に含めることが必要、すなわちサンプリングから分析までの様々な段階を1つの工程⁶として検討するこ

⁶ 以下の仮想例を考える。5tのコンテナが、コンテナにおける平均濃度1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ となる5mgの量のキャリア粒子1つを含んでいるとする。コンテナからは、5kgの試験室試料が採取される。そうすると、99.9%の確率で、試験室試料はキャリア粒子を含まず、サブサンプリングの段階でも根本的な変動はなくなる。しかし、0.1%の確率で、試験室試料は1つのキャリア粒子を含むことになる。そのような場合、試験室試料から500gの分析試料が分取されたならば、分析試料におけるアナライト濃度は0mg/kg(10回中9回)あるいは10mg/kg(10回中1回)となる。このことはサブサンプリングの段階に対する3mg/kgの根本的な標準偏差に相当する。一方で、サンプリングとサブサンプリングの完全な工程に対する実際の根本的な標準偏差は、0.1mg/kgである。この結果は、分析試料におけるアナライト濃度が0mg/kg(99.99%の確率で)もしくは、10mg/kg(0.01%の確率で)のいずれかになる事実由来する。

この例は、基本的な変動の計算をサブサンプリングの工程に限定することが、どのように全体としての誤推定につながる可能性があるかを示している。

とが必要だということである。

試験室サンプルの代表性はサンプリングの課題であり、測定の不確かさの推定手順に関する情報を提供する本文書で扱われるべきではない。また、キャリア粒子の数を要因とした論旨から展開がずれてしまっている。試験室試料のサイズ増加に言及されているが、これはサンプリングプランもしくはサンプリング手順変更への言及に他ならない。CXG 54 改訂のスコープとの整合でいえば、本情報提供文書のスコープはサブサンプリング以後、測定までの範囲である。(ただし、注釈 6 でサブサンプリングには限定することができないことを主張している)

最終的に一般論として、サンプリングから分析までを 1 つの工程として不確かさを推定することが必要といった趣旨に収束している。国際貿易に影響を与える可能性があるため、この趣旨に沿って議論を進めるためには、それに関する国際的な合意があることを重要視すべきである。(知る限り、そのような国際合意事項はない。)

ここで疑問が生じる。根本的な変動が顕著であることをどのように決めればいいのか。ISO13528 や Guide 35 に記載されている標準的な設計のような古典的な均質性実験によって、根本的な変動を特徴付けることはできない。事実、これらの設計において、サンプルの不均質性から根本的な変動を区別することはできず、よって、それらは誤認される可能性がある。

ある試験室が採用する試料調製方法が、その他の要因に起因する不確かさに比べて、無視できるほど小さな不確かさのソースにしかならないのであれば、そのことをもって、不確かさの推定・評価において考慮しなくてもよいことを判断可能と考える。ここで議論しているような、試料の均質性と根本的な変動(明らかなのは試料を構成する粒子の大きさのみか?)を区別できないことが問題になるとは考えない。

Uhling(2020)によって提案された以下の手順によって、根本的な変動を特徴付けることができる。

手順 1

以下の規準の 1 つが適合しているかを確認する。

規準 1: インハウス併行精度標準偏差が、予想される値の 3 倍よりも大きい。

規準 2: インハウス併行精度標準偏差が、Horwitz 標準偏差よりも大きい。

規準 3: 明らかに“高い”外れ値が QC データに含まれている。例えば表 2(セクション 9.1)に示した QC データのうち、7 日目の 14.54 の値は、そのような“高い”外れ値と考えることができる。そのような外れ値の存在は、予期されない大きな観察された変動が根本的な変動に起因するさらなる可能性を示唆している。

少なくともこれらの規準の 1 つを満たしている場合、手順 2 に進む。

手順2

以下の実験を実施する。

1. 併行条件下で、20 の分析結果を得る。対応する分散 s_1^2 を計算する。
2. 係数 k 倍(例えば試料量の三倍。 $k = 3$)で分析試料量を増加させる。分析試料量の増加が不可能もしくは実際的でない場合には、規定量の分析試料を採取する前に、分析試料量の k 倍に相当する量の粉碎と混合を行うことが別のオプションになる。
3. よく粉碎した分析マテリアル/増量した分析試料を併行条件下で分析し、20 の分析結果を得る。相当する分散 s_2^2 を計算する。
4. 比 $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ が 2.17 よりも大きい場合には、根本的な変動を特徴付ける標準偏差を下式に従い計算する

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

試料の粉碎の程度が不確かさの要因になることを明確にするには有効。しかし要因になることが明確になった後は、その要因を除いた粉碎や混合法に手順を変えればよく、わざわざ不確かさを推定する(不確かさの要因を残しておく)必要はないと考える。

例

表9 根本的な変動の計算のための実験から得られたデータ

	実験 1:元々の分析試料量	実験 2:3 倍の分析試料量
試料 1	14.0	15.1
試料 2	11.9	13.8
試料 3	10.5	11.8
試料 4	14.9	14.0
試料 5	13.1	11.4
試料 6	9.5	15.7
試料 7	15.6	12.4
試料 8	18.3	11.5
試料 9	12.5	12.1
試料 10	16.4	13.7
試料 11	18.0	15.8
試料 12	14.0	12.5
試料 13	13.0	12.8
試料 14	20.8	15.1

試料 15	10.2	11.8
試料 16	21.5	10.6
試料 17	13.9	11.1
試料 18	17.8	12.9
試料 19	7.7	11.4
試料 20	12.2	16.3

実験 1 では、明らかに大きな値がいくつか得られており、このことは根本的な変動が無視できるほど小さくはないことを示唆しているため、注意する。

以下の分散と対応する比が得られる

表 10 分散と分散比

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

分散比は 2.17 を超えている。よって、根本的な変動は以下の通り計算される。

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

10 測定の不確かさのサンプリングプランへの影響：例

サンプリングの一般ガイドラインには、“Codex のサンプリング法は、食品が特定の Codex 食品規格に適合しているかを検査される場合に用いられる、公正で妥当なサンプリング手順を確実にするために設計されている”と宣言されている。計数/計量による検査のためのサンプルサイズと許容数/許容定数は、ISO 規格並びに/あるいは Codex ガイドラインに記載されている手順とサンプリングプランに基づき決定される。計数による検査については関係がないと考えられる場合がある一方で、計量による検査については、測定の不確かさの影響を考慮しなければならない。

ISO 3951-1:2013 の導入には、“ISO 3951 のこの部分では、測定のエラーは無視できることを仮定している”と書かれている。それにもかかわらず、ISO3951-1 の別添 B や ISO3951-2 の別添 P には、測定の不確かさが無視できない大きさの場合にサンプルサイズを増加させるための手順が提供されている。これらの手順は、“測定方法がバイアスを持たないすなわち、測定のエラーに期待される値がゼロの場合”にのみ適用可能であることに注意することは重要である(ISO 3951-2:2013 別添 P をみよ)。そのような場合には、トータルの変動は以下のように表現される。

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

ここで σ は、工程の標準偏差(process standard deviation)を表し、 σ_m は測定の標準偏差を表す。

σ_m が無視できない大きさである場合には(すなわち、サンプリングの標準偏差 s あるいは工程の標準偏差 σ の 1/10 よりも大きい場合)には、サンプルサイズ n を以下のいずれかまで増加させなければならない。 $n^* = n \cdot (1 + \gamma^2)$: ここで工程の標準偏差 σ は既知であり $\gamma = \sigma_m/\sigma$ 。あるいは、 $n^* = n \cdot (1 + \tilde{\gamma}^2)$: ここで工程の標準偏差は未知であり、 $\tilde{\gamma}$ は $\gamma = \sigma_m/\sigma$ について推定された上限。許容可能定数 k は変えずに維持する。詳細は ISO3951-2:2013 の別添 P をみよ。

トータルの変動が、工程(Process)分散と分析による分析値のばらつきの和とされている。工程の分散は、ある集団の分散ひいてはロットの分散を意味する。

例

包装されたミネラルウォーター500 製品で構成されたあるロットが、Na の含量について評価される。測定の不確かさが考慮されない場合には、合意された AQL2.5%(上限濃度は 200 mg/L)のために、なみの検査レベル II(規定レベル)が実施され、そこでは 30 アイテムが評価のために採取される(ISO 3951-2 別添 A。表 A1 並びに別添 B。表 B1)。製造工程の管理は良好であり、管理チャートは工程の標準偏差 σ が 2 mg/L であることを示している。測定の不確かさの標準偏差 σ_m は 1mg/L であり、無視することができない。 $\gamma = \sigma_m/\sigma$ が 0.5、 $1 + \gamma^2$ が 1.25 となるためサンプルサイズは 38 に増加する。

バイアスがある場合には、上記手順は修正しなければならない。1つの可能性として、以下が挙げられる⁷。 n の測定結果を通じた平均、 \bar{x} の標準偏差は、以下で表される。

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

ここで、 σ は工程の標準偏差、 σ_0 は測定の不確かさの併行精度の成分(ロットから採取された n 個のアイテムから計算する)、 σ_b はバイアス項を推定するために使用される代表的な有用情報(例えば、分析法の妥当性確認実験から得られた試験室間標準偏差)をそれぞれ表す。

修正手順は以下の通りとなる。

- 1.測定のエラーがないことを想定し、サンプルサイズを増加する

⁷ この修正手順は、現在開発中の ISO/WD ISO 3951-6 から引用されたものである。

$$2. d = \frac{1}{n} - \frac{\sigma_b^2}{\sigma^2}$$

3. $d \leq 0$ の場合、バイアスのために拡大した変動をサンプルサイズの増加によって保証することができない

4. $d \leq \frac{1}{2n}$ の場合、必要なサンプルサイズが大きくなるために、サンプルサイズの増加によってバイアスを保証することが適切でないだろう。

5. $d \geq \frac{1}{2n}$ の場合、以下の式に従い新たなサンプルサイズを計算する

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

例

分析法のバイアスがあると仮定されており、 σ_b の推定値として0.2 mg/Lが利用できるとする。事前計算されたサンプルサイズ $n = 38$ の値を用いて、 $d = 0.016$ と計算される。

$d > \frac{1}{2n} = 0.013$ であるため、あらたなサンプルサイズは $n^* = 77$ と計算される($\sigma_0 = \sigma_m = 1$ mg/L)

バルクサンプリングのための手順は、ISO 10725:2000によって提供されている。包装されたアイテムで構成されたロットからのサンプリングの場合と同様に、バルクサンプリングのための手順もまた、分析法のバイアスがないと想定できる場合にのみ、妥当である。分析法のバイアスがある場合を対象とした修正手順は、現在開発されているところである。これまでのところ、説明はバイアスがない場合に限定されている。

Codex 食品規格のためのサンプリングと分析の目的は、輸出入時検査である。このスコープに、食品の製造工程管理は、基本的に含まれていない。製造工程管理により得られた情報を元に策定されたサンプリングプランの適用は、その情報が得られたロットに限定され、一般化することはできない。食品が同一であっても、世界中で取引される異なるロットの製造工程が同一に管理される保証などない。製造工程管理の異なる個々のロットごとにサンプリングプランを策定することは、Codexのタスクとして現実的ではない。

(より大きな上記の問題があるため、その問題がないことを前提として展開する以下の考察の解釈には相応の注意が必要)

考え方の一つとして、分析に起因する分析値のばらつきの大きさと、母集団の分布の

幅(母標準偏差)が比較されている。比較によって、分析値のばらつきの値が母標準偏差の値の 1/10 を超えた場合に、トータル標準偏差に無視することのできない影響があると判断し、サンプルサイズを増加させることによって、分析に起因するばらつきがない場合と同様のトータル標準偏差の推定を保証しようとしている。しかし、そもそもとして上記の判断基準に抵触するほど分析値のばらつきが大きくなった場合、可能であれば分析法の性能を向上させることの方が、サンプリングや検査にかかる負担が恒久的に増加することに比べれば現実的である。また、そのようなケースに該当する実例がどのくらいあるのかも疑問である。

分析法のバイアスを明らかにすることは簡単ではない。上記例では試験室間での分析のばらつきを分析法のバイアスに起因するばらつきのように扱っているが、これは単に試験室のバイアス(そのばらつき)であることは否定できない。また、通常の理化学分析の場合、定義分析法を除けば、分析法にバイアスのない状態を想定するほうが不健全である。分析値がばらつく以上、バイアスは生じるし、その値は変動する。

測定の不確かさが優位な場合、分析試料あたりの測定数 n_m と同様に、コンポジット試料あたりの分析試料数 n_T が影響を受ける。サンプリングインクリメントの標準偏差 σ_I と分析試料間の標準偏差 σ_p の両方が、既知であり安定である必要がある測定の標準偏差 σ_M (すなわち測定の不確かさ)に比べて十分に小さい(1/10 以下)場合、測定の不確かさは優位である。ISO 10725 の付属 B をみよ。測定の不確かさが優位か否かに寄らず、コンポジット試料あたりのサンプルインクリメントの数 n_I は変わらない。根本的な変動を相殺するためには、インクリメントの質量は十分に大きくなければならない。

例

小麦のバルクロットが、カドミウム含量(上限濃度、例えば 0.1 mg/kg)に対して評価される。この例において、ロットにおけるカドミウム濃度は、均質であると想定され、その結果、標準偏差 σ_I と σ_p はそれぞれ 0.0015 mg/kg と 0.002 mg/kg と推移され極めて小さくなる。濃度は極めて低いため、相対的に高い測定の不確かさ $\sigma_M = 0.025$ mg/kg が得られた。区分幅 D (合意されたリスクベースの受け入れと拒否の水準)が 0.02 mg/kg である。そのため、測定の標準偏差 $\sigma_M = 0.025$ mg/kg は優位である(d_1 は 0.075 と計算される)。コンポジット試料あたりのインクリメントの数は、 $n_I = 6$ であり、コンポジット試料あたりの分析試料の数は $n_T = 2$ であり、分析試料あたりの測定数は $n_M = 2$ である($n_T \cdot n_M = 4$ の分析値が得られるが分析作業量の一つの単位として解釈することができる)。結合した総標準偏差 σ_0 は、 $\sqrt{\frac{n_T \cdot n_M}{n_I} \sigma_I^2 + n_M \sigma_p^2 + \sigma_M^2} \approx 0.03$ と計算され、相対標準偏差 $d_0 = \sigma_0 / D \approx 1.26$ を得るために区分幅 D で除す。ISO10725 別添 B の表 B1 に示された方法により、この相対標準偏差が調製されたコンポジット試料あたりの分析試料の数 $n_T = 2$ (す

なわち、 n_T の数は変わらない)、分析試料あたりの測定数 $n_M=3$ を決定するために使用され、この場合では $n_T \cdot n_M=6$ となる。

この例において、明らかな疑問がある。それは σ_I と σ_P の由来である。これらの値は分析によらないのであろう。分析による推定値であるならば、分析法の不確かさが $\sigma_M=0.025 \text{ mg/kg}$ と示されている以上、その推定に疑問を抱かざるを得ない。(極めて多数のインクリメント、分析試料が併行分析されたとかであろうか)

参照

- [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] ISO 21748:2010, Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.
- [4] ISO 5725-2:1994, 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.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2012.
- [8] ISO Guide 35, Fourth edition (2017), Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [9] ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- [10] CXG 59-2006, Guidelines on estimation of uncertainty of results.
- [11] 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.
- [12] CXG 50-2004, General guidelines on sampling.
- [13] ISO 3951-1:2016, 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.

[14] 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.

CX/MAS 20/41/8 18

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

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

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

[18] 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.

[19] DTS 23471, Experimental designs for the evaluation of uncertainty – Use of factorial designs for determining uncertainty functions.

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

[21] ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.

[22] S Uhlig, B Colson and P Gowik (2020) A procedure for estimating fundamental variability, submitted for publication

Agenda Item 8**CX/MAS 20/41/10****DISCUSSION PAPER ON CRITERIA TO SELECT TYPE II METHODS FROM MULTIPLE TYPE III METHODS**概要

1. Codex 分析法の CXS 234-1999 への収載に関連し、複数の Type III 法(代替承認法)の中から適切な Type II 法(参照法)を選択するための規準の明確化が必要である。
2. CCMAS40 において、複数の Type III 法から Type II 法を選択するための規準に関する討議文書を、次回会合にむけてスイスが準備することに合意された。
3. 本討議文書では、Type III 法が複数存在する場合に、Type II 法の選択を促すためのいくつかの規準に関するスイスによる提案を示す。

勧告

4. 部会は、情報提供文書「CXS234 に収載するための、分析・サンプリング法の提案、検討そして承認過程に関する包括的ガイダンス」に収載するために、Appendix I に示された規準案を検討すること。

Appendix I

多数の Type III 法の中から Type II 法を選ぶための規準に関する討議文書導入

ある単一の食品と規格の組合せに対して、いくつかの分析法が提案されることはあり得ないことではない。しかし、これらのうちの 1 つだけを、参照法(Type II 法)を指定することができる。以下に、多数の Type III 法の中から 1 つだけの Type II 法を選択するためのガイダンスを示す。

Codex 分析法

手続きマニュアルによれば、Codex 分析法には、Codex 規格に含まれる分析条項を検証するための国際的な方法であることが一義的に意図されている。Codex 分析法は、参照用として、使用する分析法の校正用として使用されるべきでありあるいは、日常的な試験と管理目的のために導入されるべきである。

参照法(Type II 法)の目的

手続きマニュアルによる定義：Type II 法は、Type I 法が適用されない場合に指定される 1 つの参照法である。Type II 法は、Type III 法(以下に定義)の中から選択されるべきである。係争時や校正の目的において、Type II 法の使用が推奨される。

承認済み代替法(Type III 法)の目的

手続きマニュアルの記載によれば、Type III 法は CCMAS により分析法に対して要求される規準を満たした、ある分析法であり、管理、検査あるいは規制目的に使用される可能性がある。

同一の分析条項と個別食品との組合せに対して、多数の Type III 法がある場合、それらの分析法は異なるアプローチを使用するかもしれないが、同等の決定(適合あるいは不適合)に到達すべきことが期待されている。

現在の状況

現在は、Type II あるいは Type III として分析法を分類するために唯一の一般ガイドンス(手続きマニュアル)が利用可能である。このため、以下にあげる追加規準の設定が提案される。

Type III に分類される化学的物理的方法を対象とする包括規準

- i. Type III 法に分類される可能性のある分析法は、分析法選択のための一般規準 (手続きマニュアル p.76) に加えて、以下の規準を満たすべきである。
- ・容易に入手することができる (例えば SDO のウェブサイトから)
 - ・国際的なプロトコルに従って妥当性確認されており、妥当性確認データが公開されている。
- ii. 全ての分析法の分析対象化合物が同一であること (化学物質)
- iii. 分析条項に対する分析の範囲が妥当性確認されている (例えば、MRL)
- iv. 同一のマトリクスに対して妥当性確認されていることが望ましい。
- v. 分析法が異なる分析工程(例えば、ビタミン B6 を酵素分解するあるいは、しない)を含んでいる場合には、なお同一の分析条項を測定しているかを検証する。
- vi. 分析法間の系統的な違いを検出するために、技能試験の結果を確認する (例えば NIST)

コメント)規準(criteria)と前提(prerequisite)、要求(requirement)が混同されているように感じる。上記には規準(規範となる数値設定可能な特性)が含まれていないと感じる。よって前提若しくは要求である。ii と v は前提、i, iii, iv は要求であろう。vi は良いアイデアのように思えるが、技能試験において各試験所が採用する分析法の選択は基本的には任意であり、必ずしも宣言されている分析法が忠実に実施されている保証はない。そのため、分析法間で得られる分析値の差を検証するには確証に乏しい。

多数の Type III 法の中から、最適な方法(Type II 法)を選択するための決定規準

- i. 宣言されている個別食品を対象に明示的に妥当性確認されている方法が優先される。例えば、インファントフォーミュラーに含まれる銅に対する分析法が求められて

いる場合、この食品を対象として特異的に妥当性確認されている方法は、粉乳を対象として妥当性確認されている方法よりも優先されるべきである。

- ii. より多くのマトリクスを対象に妥当性確認されている分析法が優先されるべきである。
- iii. なるべくならば分析法のスコープに含まれるマトリクスに類似したマトリクスの認証参照物質 (CRM) を妥当性確認時に使用している分析法が優先されるべきである。
- iv. 特異性によりすぐれた分析法が優先される。
- v. よりよい精度データの得られている分析法(この精度の違いがたずねられている質問に該当する場合)を優先すべきである。

複数の Type III 法が上記の規準を満たしていた場合に、Type II を選択するための追加検討事項。

- ・より安全性への懸念が少ない(すなわち有害な溶媒や試薬を使用しない)分析法を優先すべきである。
- ・倫理上の懸念が最も少ない(すなわち、動物実験をとらぬ)分析法を優先すべきである。

経済的なコストが最も小さな分析法が優先されるべきである。

コメント 1)タイトル : **Decision criteria**(決定規準)とあるが、**Decision rule**(決定規則)とするのがより適当では。(分析法の分野では **performance criteria** の用法へのなじみが深く、必要とされる性能が数値として示され、それを指標として規準を満たす(満たさない)というように表現される。ここでの対象は数値設定ができず、上記分析法の性能規準と区別するためにも、規則(rule)とするのが適当ではないか **Japan would like to propose the use of term “rule” instead of “criteria” for more clarity of the sentence**)

コメント 2)iii : CRM を分析することで方法の偏り (method bias) を正しく推定することができる。しかし、分析法の妥当性確認時に CRM が利用可能(入手可能)であるとは限らず、あくまで限定的な条件となる。(測定値によって値づけする CRM の場合、その測定値を得るための分析法が必要とされる。卵が先か鶏が先か。ちなみに CRM の定義は、「試料が持つ特性値の 1 つ以上が、トレーサビリティが確立された手順により認証されている。また、認証された各値に、宣言された信頼水準での不確かさが付随している。」)

コメント 3)iv : 記述が具体性を欠いており、文意を正確に把握することができない。分析法の特異性は性能規準の一項目であり、そこに設定された数値目標を満たすこと以上に“より”特異的であることを求める必要は無いと考える。

コメント 4)v : 上記特異性へのコメントと共通。

コメント 5)トータルとして、i~iii には合意。iv と v には若干の疑問(より高いレベル

での性能比較を求めているようでもあり、その必要性に疑問)

分析法の安全性の高さと倫理上より問題のないことに関しては、より望ましい方法を選択するために比較することへの疑問を感じる。現状は、安全性が懸念される分析法や動物実験を伴い倫理上の懸念がある分析法は、法的な要件の観点からも、基本的に承認されない(すべきではない)ため、使用順位は低いものの、これらが選択の要素に挙げられることに疑問を感じる。仮にこれらの選択肢を残すにしても、すでに承認済み分析法の見直しの際などといった制限を設けるべきであろう。また、動物実験を伴う分析法選択の優先度を下げること、それを使用する国々から異論がでる可能性もあり、注意が必要になる。Prefer という表現ではなく、例えば **Could be considered** といった表現にすることを提案することができるかもしれない。

汎用性(Practicability)の考慮は決定規則に含まれていないが、国際法にとっても重要な観点なのではないかと考える。経済的なコストが小さいことが要素として取り上げられてはいるが、例えば、高額で高度な機器を使用しないことは汎用性に影響する一要因になる。

提案した選択規準を検討するために、CXS-234 に記載された多数の Type III 法が承認されている下記の個別食品と分析条項の組合せを使用した。

- ・乳脂肪製品に含まれる銅 (1つの Type II、2つの Type III、1つの Type IV 法)
- ・インファントフォーミュラー中のナトリウムとカリウム(1つの Type II と 3つの Type III 法)

表 1 Type III/II 法の選択規準

				Type III							additional considerations for selection Type II among multiple Type III methods			Type II					
				method easily accessible	validated according to international recognized protocol	measure same analytes	validation covers analytical range provision	validated on same matrices	different analytical steps	Proficiency test results available	safety concerns	lowest ethical concerns	lowest economic costs	validated for commodity	validated for larger panel matrices	certified reference material included pref. Similar matrix scope	better selectivity / specificity	better precision data	
sodium/potassium infant formula	AOAC 2015.06	ICFMS	Type II	x	x	x	x	yes		?					x	x	x		x
	AOAC 2011.14	ICPOES	Type II	x	x	x	x	yes		?					x	x	x		
	ISO 8070 IDF 119	FAAS	Type II	x	x	x	x	no	option dry ashing	?				no, milk products only	x	yes, milk powder			
	AOAC 985.24	ICPOES	Was Type II	x	x	x	?	no	no internal standardization	?	x					?			
Copper in milkfat products	AOAC 2013.06	ICFMS	Type II	x	x	x	x	yes		?				yes, butter	x	yes, infant formula	x		
	ISO 5738 IDF 76	photometry	Type II	x	x	x	x	no		?				yes, butter, butterfat	x	no		x	
	AOAC 2011.14	ICPOES	candidate Type III	x	x	x	no	yes	no	?				yes, butter	x	yes, infant formula			
	AOAC 960.40	Photometry	Type IV	x	?	?	NA	NA						?	scope not specified for butter or milk fat		?		

インファントフォーミュラー中のナトリウム/カリウムを対象とする Type II 分析法

の選択に関する考察

・ AOAC 986.24 は、他の Type III 法と比較すると、分析結果に影響する可能性のある異なる分析工程を含んでいるために Type II と考えることはできない。加えて、この分析法には安全性上の懸念がある(過塩素酸による分解)。分析法は SDO により正当に CXS234 から削除される。

・ ISO 8070|IDF119 は、ナトリウム定量には適切ではない、試料調製のための湿式灰化をオプションとして行う。加えて、この分析法はインファントフォーミュラーを対象として妥当性確認されていない。結論として、この方法はその他 2 つの候補となる方法に比べるといくつかの欠点がある。

・ AOAC 2015.06 と AOAC 2011.14 を比較すると、両方ともに同一の試料に対して妥当性確認されており、AOAC 2015.06 の方がより精度データが優れているため、Type II とすることが望ましい。

乳脂肪製品中の銅を対象とした Type II 分析法の選択に関する考察

・ AOAC 2011.14 の妥当性確認では、分析条項の範囲がカバーされておらず、結果として、Type III 法と考えることはできない。

・ 吸光法を原理とする ISO5738|IDF76 はより精度が良好なように見えるが、ICP-MS を原理とする AOAC2015.06 はより選択性/特異性に優れており、そのため Type II とすることが望ましい。

結論

提案した規準は、複数の Type III 法が存在する場合に適切な Type II 法を選択するために適切であり、そのため、CCMAS による CXS234 に収載する分析法の検討と承認を支援するだろう。

Codex 最大残留基準値(CXLs)の設定が免除される公衆衛生上の懸念が低い、有効成分あるいは有効成分の認められた使用に関するドラフトガイドライン

目次	段落
前書き	1-8
第1章 適用範囲	9-12
第2章 定義	13-31
第3章 Codex 最大残留基準値(CXLs)の設定が免除されると考えられている公衆衛生上の懸念が低い有効成分あるいは有効成分の使用を認識するためのクライテリア	32-36
クライテリア 1. 同定された有害な特性がない有効成分	37-39
クライテリア 2. 農薬として使用された場合の暴露と、自然に起こりえる曝露量あるいはフードチェーンにおけるその他の使用とを区別することのできない有効成分	40-42
クライテリア 3. 使用方法に関連して消費者が暴露されることが予想されない有効成分	43
クライテリア 4. 病原性でなく、哺乳類の毒あるいは人の健康懸念につながる潜在的な毒性がある二次代謝物を作らない微生物	44
化合物の例	ANNEX

前書き

1. 農薬は、作物に影響する生物要因の予防と管理を通じて、作物を健全に品質の高いものにするために農業において使用される化合物である。農薬には特に、殺虫剤、防黴剤、除草剤、ダニ駆除薬、成長調整剤、セミオケミカル(体外分泌情報伝達化学物質)、忌避薬が含まれる。
2. 農薬は、化学由来あるいは生物由来のいずれでもあり得る有効成分を含む。
3. 化学由来の農薬の中には、合成された物質と天然の無機物質とがある。
4. 生物農薬として知られる、生物由来の農薬の中には、このガイダンス文書の目的において、微生物に由来する有効成分(微生物農薬)、植物抽出物のように植物に由来する化合物(植物性農薬)、フェロモン(セミオケミカル)のように動物に由来する物質が含まれるものとする。そのため、昆虫や線虫、その他の微生物類同様、生物肥料や生物調整剤

あるいはバイオススティミュラントと呼ばれる化合物は、このガイダンス文書によってカバーされていない。

5. 食品となる作物に、認められた方法で使用しても時折残留することがある。Codex 委員会は、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議(JMPR)の勧告に沿って、消費者の健康を守るために、国際的に取引される特定の食品あるいは食品グループを対象に農薬の最大残留基準値(MRLs)を設定してきている。国のあるいは地域のリスク評価機関により行われた評価の結果に基づき、自前の MRLs を設定する国もある。

6. Codex MRLs(CXLs)は、JMPR による勧告に基づき採択されており、適正農業規範(GAP)のデータに一致している。MLRs に適合した農産品から得られた食品は、毒性学的に許容できるものである(消費者にとって安全であると考えられる)。CXLs の設定から物質を除外することを目的とする 1 つ以上のクライテリアを、ある有効成分が満たすか否かの問題は、毒性学的な評価及び残留の挙動の結果である。

7. 承認された農薬の使用が残留物を生じないあるいは食品に元々含まれている成分と同一あるいは区別できないあるいは、毒性学的な重要性が低いあるいはないと考えられる場合、いくつかの規制は、MRL の設定が要求されないことを明確に承認しているあるいは、その有効成分またはその認められた使用方法については MRL を必要としないことを宣言している。しかし、MRL を免除するための、ハーモナイズされたあるいは国際的に認識されたクライテリアは存在せずさらに、免除することが適切であろう有効成分のハーモナイズされたリストもない。

8. このガイドラインは、公衆衛生上の懸念が低い有効成分あるいはその承認された使用方法の MRLs 設定に対する要求からの免除に対する規準の、ハーモナイゼーションあるいは国際的な認識に向けた第一歩を示している。

第一章 スコープ

9. このガイドラインは、食品における農薬の MRLs を設定する Codex 総会(CAC)のいかなる条項も妨げることなく、適用される。

10. このガイドラインは、リスクが低いあるいは公衆衛生上の懸念が低いと考えられる場合に、有効成分あるいはその承認された使用に対し MRL 設定を除外することに関連して、いくつかの国や国際組織によって使用されている異なる規準の利用を目的としている。

11. これらの規準は、どのような場合に、有効成分あるいはその承認された使用方法が Codex MRLs の設定を免除されるのかについて決定するための一貫したそしてハーモナイズされたアプローチの提供を試みるために、示されている。

12. このガイドラインは、自前の法律に有効成分とその承認された使用に関する MRLs 免除についての確立された規準を持たない国々の規制当局により使用されることが意図されている。

第二章 定義

訳注)一部の定義は、<http://www.fao.org/waicent/faostat/Pest-Residue/pest-e.htm> からの引用

13. 許容一日摂取量(ADI): 化学物質の許容一日摂取量とは、評価が行われたその時点の全ての知見に基づき、一生涯にわたって、消費者に対する目に見える健康リスクが現れない一日の摂取量である。ADIは、体重 kgあたりの化学物質質量 mgとして表現される。
14. 急性参照用量(ARfD): ARfDとは、消費者にとって目に見える健康リスクがない24時間あるいはそれより短い時間のうちに摂取される可能性のある、食品あるいは飲料水中の化学物質質量を体重あたりで表現した推定量である。ARfDは、評価が行われたその時点の全ての知見に基づき導出される。ARfDは、体重 kgあたりの化学物質質量 mgとして表現される。
15. 有効成分: 直接的あるいは間接的に(代謝後)、農薬の作用を与える製品の成分。
16. 承認された使用: 承認された使用とは、国のレベルで決められた使用基準に基づく、農薬の安全な使用をいう。承認された使用には、公衆と使用者の健康及び環境への安全性を考慮した、国内において承認された、登録された、あるいは推奨された使用方法が含まれる。
17. 塩基性物質: 塩基性物質は、懸念される物質ではない有効成分である。内分泌攪乱、神経毒性のあるいは免疫毒性の効果を本来持たない。植物保護の目的では主に使用されていないが、それにもかかわらず直接あるいは、その物質と単一の希釈剤で構成される製品において、有用である。農薬としては市販されていない(例えば、水酸化カルシウム、レシチン)。
18. 生物農薬(Biological pesticides or Biopesticides): ペストを寄せ付けないようにするため、駆除あるいは管理するためあるいは、植物の生長を制御する(例えば、*Bacillus amyloliquefaciens* strain FZB24, *Trichoderma atroviride* strain SC1)ために意図された、細菌、藻類、原虫、ウイルスそして菌類のような、活着しているあるいは死んでいる微生物から作られた活性物質(微生物農薬を見よ)あるいは、フェロモンやその他のセミオケミカル(セミオケミカル農薬を見よ)及び、植物あるいは植物の一部(植物性農薬を見よ)。
19. 植物性農薬: 植物中に発見される1つ以上の成分から構成された有効成分。植物あるいは同種の植物の一部を圧縮、製粉、粉碎、蒸留並びに/あるいは抽出のように加工することで得られる。成分の化学的性質が、化学的な並びに/あるいは微生物による加工によって、意図的に修飾/変更されない場合に限り、加工工程には、さらに濃縮、精製並びに/あるいは混合が含まれるかもしれない(例えばバンレイシ spp. (Annonins, Squamocin)、ニーム (*Azadirachta indica*))。
20. 飼料: 食品になる家畜に直接給餌することが意図された、加工された、半加工されたあるいは生の、単一あるいは複数のマテリアル。
21. 食品グループ/作物グループ: 共通するグループ MRLを設定することが可能な、類

似した特徴(例えば、核果)と、残留物に対する類似の可能性を持つ、MRLの対象となる食品/作物のある集まり。

22. 適正農業規範：農薬使用に関する適正農業規範(GAP)には、効果的で信頼できるペスト管理のために必要な実際の状況下における、国によって承認された農薬の安全な使用が含まれる。農薬使用に関する GAP は、実用的な最小量の残留物を残すやり方で適用される、承認された使用としての最高濃度まで、農薬投与の濃度の幅を含む。承認された安全な使用は国のレベルで決められており、公衆及び使用者の健康と環境安全性を考慮した、国に登録されたあるいは推奨される使用を含む。実際の状況には、食品となる产品及び家畜用飼料の生産、貯蔵、輸送、流通のどの段階も含まれる。

23. FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議 (JMPR)：合同残留農薬専門家会議 (JMPR)は、国連食糧農業機関と世界保健機関によって合同で管理されている専門家によるアドホックな組織である。JMPR は、食品における農薬残留物の化学的な評価を行うために、1963年から毎年開かれている。JMPR は、国際的に取引される食品における農薬残留物の許容可能な濃度に対して助言を提供する。JMPR は、国の政府の代表としてでなく、個人としての立場において活動する、独立し、国際的に認識された専門家として参加する専門家によって構成されている。

24. 最大残留基準値 (MRL)：最大残留基準値(MRL)は、食品となる產品並びに家畜用飼料において法的に認められることが Codex 総会によって勧告されている、農薬残留物の最大濃度である(mg/kgにより表現する)。MRLsは適正農業規範(GAP)のデータに基づいており、該当する MRLs に適合した農産品に由来する食品は、毒性学的に許容可能であることを意味する。Codex MRLs は、一義的に、国際貿易において適用されることが意図されており、以下に示す JMPR による推定を通じて導出される

a)農薬とそれが対応する代謝物との毒性学的評価

b)作物残留試験により得られたデータ及び国における食品・農業の規範を反映している管理された使用のレビュー。レビューには、国として推奨、承認あるいは登録されている最大投与量を与える使用法によって実施された作物残留試験によって得られたデータが含まれる。国によるペスト管理の必要性に関する変動を包括するために、Codex MRL は、そのような作物残留試験において生じることが示されたより高い濃度を考慮しており、そのことは、効果的なペスト管理の実施を代表させることを考慮している。ADI と ARfD との比較において、種々の食事を通じた摂取量推定値を考慮し、国内そして国際レベルの両方で決定することにより、Codex MRLs に適合した食品はヒトの消費にとって安全であることを示さなければならない。

25. 微生物農薬：細菌、原虫、菌類そしてウイルスのような微生物から作られ、無脊椎動物のようなペスト、雑草あるいは、作物の病原性微生物の管理を目的に使用される有効成分。微生物農薬には、完全な生物体(生き死にを問わない)、生物のオルガネラ、生物が生産する代謝物、生物の芽胞あるいは顆粒体が含まれる。

26. 自然暴露：どのように暴露レベルが変化したか(例えば、農業)が考慮されている環境においてまた、それぞれの環境区分に該当する状況において存在する物質のレベル。
27. 自然物質：自然に由来する1つ以上の成分によって自然物質は構成される。以下を含むが限定されない。植物、藻類/微細藻類、動物、鉱物、細菌、菌類、原虫、ウイルス、ウイロイド、マイコプラズマ。自然物質は、自然に由来することも、微生物(micro-organisms)によって合成あるいは生産された自然と同一のものであることもある。この定義からは、セミオケミカルと微生物性の物質が除外される。
28. ペスト：ペストとは、植物及び植物産品や植物性マテリアルあるいは、環境にとって有害な植物、動物あるいは病原体のいかなる種、系統、あるいはバイオタイプを意味し、寄生のベクターあるいはヒトや動物の病原体及び公衆衛生上の迷惑を引き起こしている動物を含む。
29. 農薬：農薬とは、食品、農産品あるいは家畜飼料の生産、貯蔵、輸送、流通そして加工の間に、植物あるいは動物の望まれない種を含むいかなるペストも防御、破壊、誘因、近寄らないようにするあるいは管理することを意図した物質を意味する。場合によっては、外寄生虫を管理するために家畜に投与されることもある。この用語には、植物生長調製剤、枯れ葉剤、乾燥剤、摘果剤としての使用が意図された物質あるいは、出芽阻害剤や貯蔵や輸送期間中の劣化から農産品を守るために収穫前後のいずれでも作物に投与される物質が含まれる。本ガイドラインにおいて、農薬の用語からは、肥料、植物並びに動物用養分、食品添加物、そして動物用医薬品は除外される。
30. 農薬残留物：農薬残留物とは、ある農薬の使用の結果、食品、農産品あるいは家畜飼料に含まれるいかなる特定の物質をも意味する。農薬残留物の用語には、変換産物、代謝物、反応産物のような、農薬に派生するいかなる物質及び、毒性あるいは生態毒性上重要だと考えられる不純物が含まれる。“農薬残留物”の用語には、知られているだけでなく、未知のあるいは不可避の由来からの(例えば、環境汚染)残留物、また化学物質の承認された使用からの残留物を含む。
31. セミオケミカル：同種あるいは異種の個体に、行動あるいは物理的反応を引き起こす、植物、動物及びその他の生物により放出される有効成分あるいは物質の混合物。異なるタイプのセミオケミカルが含まれる。
- ・ある種の個体によって産生されるアレロケミカルは、異なる種の個体の行動に変化をもたらす(すなわち、種間効果)。アレロケミカルには、アロモン(放出種の利益になる)、キロモン(受信種の利益になる)、シノモン(両方の種の利益になる)が含まれる。
 - ・ある種の個体によって産生されるフェロモンは、同種他の個体の行動に変化をもたらす(すなわち、種内効果)
 - ・直鎖チョウ目フェロモン(SCLPs)は、3つまでの二重結合とアルコール、酢酸塩、あるいはアルデヒドの官能基の末端を含む、9~18の炭素鎖をもった分岐のない脂肪族炭化水素で構成されたフェロモンのグループである。この構造上の定義は、チョウ目に属す

る昆虫によって産生される既知のフェロモンの大部分を包括している。チョウ目に属する昆虫には、チョウと蛾が含まれる。

第三章 Codex 最大残留基準値(CXLs)の設定から免除されると考えられる公衆衛生上の懸念が低い有効成分あるいは有効成分の承認された使用を見分けるための規準

32. ある有効成分及び/あるいはその承認された使用に対する MRLs の設定からの免除を許すためには、有効成分は規準 1 に示された要求事項を義務として満たさなければならず、必要に応じてその他の規準のうちの最低でも 1 つに示された要求事項も満たさなければならない。

33. MRL の設定免除が、ある特定の農薬の GAP 使用に関連している場合は、その状況について特別に考慮しなければならない。

34. 残留物が予測されるか否かは GAP に依存する可能性があるためあるいは、どのくらいの残留濃度が予測されるか及び可能性のあるバックグラウンドの暴露に比較してどのくらいのレベルにあるかは GAP に依存する可能性がある。

35. そのため、毎回新しい使用基準が求められ、この新しい使用基準が MRLs の設定免除と関連付けて評価されるべきである(MRL 設定から既にその有効成分が免除されているか否か)

36. 以下に提案される規準に従い、リスク評価のプロセス後に、直接あるいは飲料水、食品を通じてあるいは蓄積された効果を通じて、ヒトあるいは動物の健康に直接あるいは遅れた有害な効果を与えないと結論された有効成分あるいはその承認された使用は、MRLs の設定から免除されるかもしれない。

規準 1. 特定された有害特性を持たない有効成分

37. リスク評価によって、ヒトの健康に関するガイダンス値(ADI/ARfD)を設定する必要がないと考えられた有効成分及びその関連代謝物。遺伝毒性物質であるためあるいは、値設定のためのデータが欠如しているために、ADI/ARfD が確立されていない有効成分があることを考慮すべきである。または、

38. とりわけ環境のバックグラウンドレベルで、生物蓄積されないあるいは、精神をむしばむ(corrosive)、敏感にさせる(sensitizing)、神経毒性の、免疫毒素の、発がん性の、変異原性の、生殖性の、発達性のあるいは内分泌攪乱作用のような、重大な毒性効果を引き起こす能力を持たない有効成分及び関連代謝物。

39. 塩基性の物質及び、そのものが、食品の成分であるあるいは、公衆衛生の懸念とはならない低い毒性を持つ(毒性のエンドポイントを設定する必要のない)その他の物質。それ自身が食品の成分であるが、食品に比べるとより高い濃度で使用される可能性があるあるいは、アレルギー反応を引き起こす可能性があることが知られている自然の物質は、慎重に検討すべきである。

規準 2. 農薬としての使用に伴う暴露と自然に起こる暴露あるいは、フードチェーンにおけるその他の使用とを区別することのできない有効成分

40. 食品に含まれる物質に伴う自然の暴露が農薬としての使用に関連した暴露と区別することができない有効成分。あるいは、
41. 植物性農薬、自然の化学物質(とりわけミネラル類)。アレルゲンとして知られている食品及び/あるいは飼料アイテムは、注意して検討すべきである。
42. この規準の使用を決定する際には、測定可能なバックグラウンドレベルを注意して評価し考慮すべきである。

規準 3. 投与方法に伴う消費者暴露が予期されない有効成分

43. 投与されるレベルからの消費者暴露がその物質の天然暴露レベルに類似している場合、この規準には、交尾の攪乱目的でディスペンサーを用いて噴霧されるフェロモンやセミオケミカルのような物質が含まれる。

規準 4. 病原性でなく、哺乳類に対する毒素あるいはヒトの健康上の懸念につながる有毒である可能性がある二次代謝物を産生しない、微生物

44. この規準には、微生物の有効成分が含まれる。毒素を産生するヒトの病原体に密接に関連する微生物については、毒素/代謝物が最終的な農薬製品に含まれないために、それらがその微生物によって産生されないであろうことを証明しなければならない。そして、その微生物は製品中に存在すべきである。これらの毒素/代謝物は、投与後に、自然のバックグラウンドレベルを超えるあるいは、公衆衛生に対して潜在的な有害作用を引き起こすようなレベルで、処理された作物の可食部に存在してはいけない。微生物によって産生されるいかなる哺乳類の毒素あるいはヒトの健康への懸念につながる潜在的な毒性を有する二次代謝物には、注意を払うべきである。

訳注) 文意をとりにくい。また、毒素/代謝物が産生されないであろうことの証明を求め一方で、農薬投与後の作物可食部に、毒素/代謝物が存在しないことを求めることに論理的矛盾を感じる。

45. 一義的に哺乳類の病原体である微生物あるいは、一義的な哺乳類の病原体に分類学的に密接な関係を持つ微生物は、この規準から除外される。

別添(別添 4)

化合物の例

例となる化合物のリストは、国際的なハーモナイゼーションのために、徹底されたものでもなければ、推奨される合意リストを示すものでもない。このリストは、ガイドライン中の条項をよりよく理解するために提示されるものであり、CACによってガイドラインが採択された際には、削除される(may not remain)。

規準	化合物の例
<p>規準 1. 特定された有害特性を持たない有効成分(毒性への懸念が極めて低いもしくははない)</p>	1. 水酸化カルシウム
	2. フルクトース
	3. 過酸化水素
	4. 塩化ナトリウム
	5. 炭酸水素ナトリウム
	6. ショ糖
	7. 酢
	8. L-アスコルビン酸 (ビタミン C)
<p>規準 2. 農薬としての使用に伴う暴露とフードチェーンにおけるその他の使用とを区別することのできない有効成分</p>	<p>9. <u>植物油(Plant oils/Vegetable oils)</u> ナタネ油、ヒマシ油、コーン油、コム糖油、綿実油、ごま油、亜麻仁油、オリーブオイル、ピーナッツオイル、ティーツリーオイル、ニームオイル、キャリアオイル、Mahua(Madhuca)オイル</p>
	<p>10. <u>植物性エッセンシャルオイル</u> クローブオイル、シトロネラオイル、オレンジオイル、スペアミントオイル、シトラスオイル、フェンネルオイル、シダーウッドオイル、レモングラスとローズマリーオイル、ターメリックオイル、タイムオイル、ペチバーオイル、キャトニップオイル、ユーカリオイルと抽出物</p>
	<p>11. <u>エッセンシャルオイルの成分</u> Geraniol, eugenol, linalool, limonene, citronellal, thymol, carvone, 1,8-cineole, p-cymene, ar-turmerone, gingerols, pinene, terpine-ol</p>
	12. バンレイシ属類 (Annonins, Squamocin)
	13. インドセンダン (ニームの葉と種、カーネルオイル)
	14. ブラシノリド

規準	化合物の例
	15. アカザオイルと抽出物 16. ニンニク抽出物 17. ジベレリン (GA3) 18. カランジン 19. リアニア属類 (リアノジン類) 20. オオイタドリ抽出物 21. アグライア属類 (ロカグラミド類) 22. 石けん (脂肪酸塩) 23. クララ (マトリン、オキシマトリン) 24. 硫黄 25. トリアコンタノール
規準 3. 投与方法に伴う消費者暴露が予想されない有効成分	26. フェロモン類 27. (Z)-8-Dodecen-1-yl-acetate 28. (E)-8-Dodecen-1-yl-acetate 29. (Z)-8-Dodecen-1-ol 30. (E/z)-8-Dodecen-1-yl-acetate 31. (E, E)-8,10-Dodecadien-1-ol 32. 1-Dodecanol 33. (E)-11-Tetradecen-1-ol 34. Gossyplure 35. 9-Hexadecenal, 11-Hexadecenal, and Hexadecenol 36. Hexadecadienyl acetate 37. Rescalure 38. (E)-11-Tetradecen-1-yl-ol acetate
規準 4. 病原性でなく、哺乳類に対する毒素あるいはヒトの健康上の懸念につながる有毒である可能性がある二次代謝物を産生しない、微生物	39. <i>Trichoderma asperellum</i> (formerly <i>T. harzianum</i>) strains ICC012, T25 and TV1 40. <i>Trichoderma atroviride</i> (formerly <i>T. harzianum</i>) strains IMI 206040 and T11 41. <i>Trichoderma gamsii</i> (formerly <i>T. viride</i>) strain ICC080 42. <i>Trichoderma harzianum</i> strains T-22 and ITEM 908 43. <i>Trichoderma polysporum</i> IMI-206039

規準	化合物の例
	44. <i>Streptomyces</i> strain K61 (formerly <i>S. griseovirides</i>)
	45. <i>Bacillus amyloliquefaciens</i> strain FZB24
	46. <i>Bacillus amyloliquefaciens</i> strain MBI600
	47. <i>Bacillus amyloliquefaciens</i> subsp. <i>Plantarum</i> D747
	48. <i>Bacillus firmus</i> I – 1582
	49. <i>Bacillus subtilis</i> str. QST 713
	50. <i>Beauveria bassiana</i> strain ATCC 74040
	51. <i>Beauveria bassiana</i> strain GHA
	52. <i>Helicoverpa armigera</i> nucleopolyhedrovirus
	53. <i>Bacillus sphaericus</i>
	54. <i>Chaetomium globosum</i>
	55. Entomopathogenic nematodes (EPNs)
	56. <i>Fusarium oxysporum</i> strain Fo47
	57. <i>Metarhizium anisopliae</i>
	58. <i>Paecilomyces lilacinus</i>
	59. <i>Pseudomonas fluorescens</i>
	60. <i>Trichoderma viride</i>
	61. <i>Trichoderma virens</i>
	62. Nucleopolyhedro virus (NPV) of <i>Spodoptera litura</i>
	63. <i>Verticillium lacanii</i>

Discussion paper on the management of unsupported compounds without public health concern scheduled for periodic review

(Codex 加盟国及びオブザーバーによる検討用)

第 1 章 TOR(i), (ii), (iii)に対する結論

TOR(i) サポートがされない化合物についてそのようになった状況及び、サポートの妨げとなる障害の調査

サポートされない化合物に至る経緯

1. 技術的及び経済的な理由から、多くの“古い”化合物について、定期的再評価のためのサポートデータが入手されない。経済的理由には、(それに限定されないが)“古い”化合物は既に特許によって保護されて居らず複数の会社によって生産される可能性があることが事実として含まれており、最初にサポートしていた企業にとっては、JMPR の定期的再評価をサポートするためのデータを開発するための経済的動機がない。最初にサポートしていた企業は、毒性がより低く、ペスト管理にとってより効果的な、より新しい化合物を開発しているためあるいは、市場の予測から別の利点を提案するために、後発の“古い”農薬をサポートしたいとは思わないかもしれない。
2. 一方で、データを示すことに関心を示しているかもしれない人たちが、要求されるデータの全てを取得するためのリソースを常に持っているとは限らない。
3. JMPR による定期的再評価を可能にする、要求されたデータの取得と提出と同様に、再評価に向けた化合物のスケジュール作成のための Codex の手続きに関連した詳細な知識が不足している Codex 加盟国及びオブザーバー組織もある。

サポートの妨げとなる障害

4. 定期的再評価を可能にするために、JMPR により要求されるデータの取得と提出のための技術的及び経済的なキャパシティが一部の Codex 加盟国及びオブザーバーに不足している。
5. 最初にサポートしていた企業が、新しい化合物を優先することそして、定期的再評価をサポートしないことをより望む場合には、これら化合物と市場競争への潜在的な要求は低くなる。

ある農薬の定期的再評価及び対応する CXLs をサポートするために必要とされる情報とデータ

6. 定期的再評価を実施するためのデータへの要求については一般的に理解されているものの、CCPR に出席しているすべての Codex 加盟国とオブザーバーが、ある農薬の定期的再評価をサポートするために必要とされるデータへの理解、取得そして提出について十分に知らされ、トレーニングされているわけではない。必要とされるデータの取得

に係るコストもまた、一部の加盟国のキャパシティを制限している。

7. 最善の知識を持っているのは、JMPR の専門家及びリスク評価を実施している国々であるため、FAO と WHO そしてその他の国際的な組織にとって、経験の少ない国々を強化し適切にサポートするための課題は依然として残されている。

ある化合物/使用のためのサポートデータが不足した場合の結果

8. CCPR にとってその問題が重要であることは一般に理解されている一方で、CCPR に参加している全ての Codex 加盟国とオブザーバーが、既存 CXLs の廃止や Codex 農薬リストからの化合物の削除が含まれるかもしれない、データサポートの不足の結果に、十分に気づいているわけではない。このグループには、全てのあるいはいくつかの使用基準のために、“古い”化合物を未だに使用あるいは市場流通させている加盟国が含まれる。

9. 全ての Codex 加盟国が、公衆衛生、貿易、そしてその後のキャパシティ強化の観点から、必要とされるデータの取得のコストと利点について、正しく理解しているわけではない。

TOR (ii). 効率的なデータサポートに関するオプションの探索

10. CCPR に参加する Codex 加盟国及びオブザーバーが、彼らの生産システムにとって重要な使用基準/化合物を独立してサポートする能力に現在は欠けているその他のメンバー等と効果的に協力できることについては、一般に同意されている。

11. CCPR に参加している Codex 加盟国とオブザーバー間のコラボレーション強化を目的とした既存の機会は Appendix II に特定されている。しかし、作業を明確にするためにはより大きな努力を必要とする。すなわち、MRLs の数に関する問題の範囲を規定する、特定の化合物に関心を持っている加盟国とオブザーバーを特定する、JMPR が定期的再評価を実施するために必要としているデータを記述する。

12. 上記を実施するためには、コラボレーションが効率的に実施されることを確実にするために、様々なケースに優先順位をつけることが重要になる。

コラボレーション活動の種類

13. JMPR 事務局あるいは FAO や WHO のようなその他の国際的な組織のサポートを受けた Codex 加盟国間や加盟国とオブザーバーとの間での特定のプロジェクト、コースそしてトレーニングに焦点を当てたコラボレーション活動。

14. このコラボレーションを実施するために、定期的再評価のためにスケジュールされた、公衆衛生上の懸念のないサポートされない化合物に関する問題の範囲及び、問題になる CXLs の数が明確に決められなければならない。特定の化合物への共通した関心があるか否か、どのデータがありどのデータがないのか、そのようなデータ収集をどのように実施することができるのかについて、特定する必要がある。そのような化合物の JMPR による再評価に必要とされるデータの削減が検討されることもある。

TOR (iii) CCPR51 により勧告されたオプション 2b とオプション 3 から生じる利点と課題の探索

オプション 2b: 国の登録データベース(NRD)に掲載された登録がある農薬/作物を対象とした CXLs のみ維持する。

利点

15. 一義的な毒性評価は未だ妥当であるため、公衆衛生を犠牲にすることなく、国際貿易の促進を助けるより多くの CXLs を維持するのにこのオプションが役立つこと及び、Codex 加盟国/オブザーバーによるサポートしている科学的情報へのアクセスを可能にすること、に関する一般的なコンセンサスがある。

訳注)毒性評価の方法また毒性に関する新たな知見が得られていた場合、**the primary toxicological assessment is still valid** とは言えない。

16. このオプションにより定期的再評価のための手順が簡素化され、主に JMPR だけでなく CCPR に係る作業量とコストも減少する。

課題

17. GAP (適正農業規範)が変更されているあるいは、毒性評価が時代遅れになっているかもしれないために、実施されたリスク評価の観点からいくつかの CXLs は時代遅れだと考えられるかもしれないし、そのために健康危害につながる可能性がある。特定された主たるポイントは、そのような事実に関連している。一方で、NRD を最新の状態に維持すること及び、情報を送るように Codex 加盟国のアウトリーチを改善することが不可欠である。

18. 最終的に、定期的再評価に伴う手続きは、このオプションを取り込むために採択あるいは修正されるべきである。

オプション 3: Codex 加盟国及びオブザーバーは、データへの要求が満たされるまでの 4 年間は、CXLs を維持することを承諾している(4 年間ルール)。もし、加盟国あるいはオブザーバーがデータへの要求を満たすことができないのであれば、全ての CXLs は廃止される。

利点

19. このオプションでは、定期的再評価において定期的に再評価された CXLs のみが維持される。そのため、再評価された CXLs は消費者にとって十分に保護的である。4 年間ルールは、定期的再評価に必要とされるデータを扱うための十分な時間を保証しており、CCPR により適用される最新のリスクアナリシスの原則の変更を意味していない。

課題

20. このオプションに関連して特定された主たるポイントは、もし必要なデータが取得されなければ、CXLs は失われ、農業と貿易のための農薬オプションの減少につながるということである。このオプションの下では、公衆衛生上の特定された問題のないサポ

ートされない化合物に対する CXLs が、Codex 総会によって廃止されることになる。

訳注)「公衆衛生上の特定された問題のない....。」とあるが、「定期的再評価前の運用期間中に健康危害事例が報告されることはなかった」「4 年間ルールに従えば、データのサポートがないことを理由に、CXLs が廃止されてしまう」といったニュアンスが含まれているように感じられる。ポイントが健康危害等事例の有無に移っているが、本来、そのような事例が生じてからでは遅く、それらを未然に防ぐ目的で評価が行われ、規制値が設定される。そのため、この主張には矛盾を感じる。

21. 4 年以内に JMPR に必要とされるデータを取得し、公衆衛生上の懸念が生じていないがサポートされていない化合物の CXLs を失わないためには、Codex 加盟国とオブザーバーとの間に、キャパシティと共同作業を作り出すことが、最初の課題である。

第 2 章 TOR (iv)に対する結論—定期的再評価のスケジュールに加えられた、公衆衛生に関する懸念のない、サポートされていない化合物の管理に関して提案された代案
オプション 2b 国の登録データベース(NRD)に掲載された登録がある農薬/作物を対象とした CXLs のみ維持する。

22. この変更を取り込むために、“定期的再評価”のセクション下で CCPR により適用されるリスクアナリシス原則に対する修正を導入すること。EWG は、CCPR52 (2021)で議論するために、Codex 加盟国及びオブザーバーから提出された提案をもとに、CCPR により適用されるリスクアナリシス原則の 該当するセクションの修正提案を準備することができる。

23. CCPR52(2021)において示されるであろう(議題 14 をみよ)NRD の適切な機能を促進するために、CCPR は NRD を最新の状態に確実に維持するために、例えば登録されている担当窓口に更新のリマインダーを送るといった適切なメカニズムを開発する必要がある。

オプション 3 Codex 加盟国及びオブザーバーは、データへの要求が満たされるまでの 4 年間は、CXLs を維持することを承諾している(4 年間ルール)。もし、加盟国あるいはオブザーバーがデータへの要求を満たすことができないのであれば、全ての CXLs は廃止される。

24. オプション 3 は、定期的再評価のセクションの下で、CCPR により適用されるリスクアナリシスの原則によって、適切にカバーされている。しかし、25 段落目に示されている優先順位に関する EWG 内における追加の取組を検討することによって、Codex 加盟国によるこのオプションの遵守について改善する余地があるかもしれない。これは、Table 2A 及び 2B に列記された定期的再評価のためにスケジュールされた化合物に対して、Codex 加盟国及びオブザーバーの注意を引くために、EWG 内で既に確立されている全ての取組に追加される。以下の代案を考えることができる。

25. 優先順位付けに関する EWG における取組を確立するために、定期的再評価のために必要とされるデータを提供する能力を持たない国々は、Table 2A と 2B に列挙された CXLs の中から関心があるものを特定する。これらの取組は、データの提出と取得のために、Codex 加盟国とオブザーバーとの間のコラボレーションを促進するための観点から、次回の CCPR において回答の要約を示すための Codex 加盟国からのコメント要請とそれらの提出締め切りに関する期限を、規定すべきである。
26. 必要とされる技術的試験の実施が困難な Codex 加盟国の人的資源の改善を促進するためのキャパシティビルディング活動を提供する。これらの活動には、試験の必要性を満たすためのまた、データ提出に関する正式な手続きを満たすための技術的サポートが含まれる。理想的には、これらの活動は政府、民間企業、研究機関あるいはその他の関連組織/機関の内外にかかわらず、様々なセクターの専門家を対象とすることができる。
27. 必要とされるデータを集めることの難しい Codex 加盟国を援助するために、様々な Codex 加盟国がデータあるいは試験の一部を提供することを可能にするための、フォーラムあるいは類似のプラットフォームを提供する。

CX PR 20 52/17 Appendix I 修正案

Discussion paper on the management of unsupported compounds without public health concern scheduled for periodic review CX/PR 20/52/17, Appnedix I

(定期的再評価のためにスケジュールされた公衆衛生上の懸念がないサポートされない化合物の管理に関する討議文書)

第一章 TOR(i), (ii), (iii)に対する結論**TOR (i). サポートがされない化合物についてそのようになった状況及び、サポートの妨げとなる障害の調査**サポートされない化合物に至る経緯

1. 技術的及び経済的な理由から、多くの“古い”化合物について、定期的再評価のためのサポートデータが入手されない。経済的理由には、(それに限定されないが)“古い”化合物は既に特許によって保護されて居らず複数の会社によって生産される可能性があることが事実として含まれており、最初にサポートしていた企業にとっては、JMPR の定期的再評価をサポートするためのデータを開発するための経済的動機がない。最初にサポートしていた企業は、毒性がより低く、ペスト管理にとってより効果的な、より新しい化合物を開発しているためあるいは、市場の予測から別の利点を提案するために、後発の“古い”農薬をサポートしたいとは思わないかもしれない。
2. 特許がとられた農薬またいくつかの後発化合物は、現在も小さな企業によって生産されている。それら特許のとられた農薬の元々の開発企業は、そのような製品のサポートに関心がない。小さな企業には、追加データを取得し/あるいは既存データ(リスク評価及び残留データ)の所有権を得るための技術的なキャパシティも経済資源もないだろう。
3. 一方で、データを示すことに関心を示しているかもしれない人たちが、要求されるデータの全てを取得するためのリソースを常に持っているとは限らない。それらサポートされない化合物を国のレベルで登録している国々は、そのような化合物を経済的及び技術的にサポートするリソースを持たない、一部の Codex 加盟国とオブザーバー(主に発展途上国)である。
4. JMPR による定期的再評価を可能にする、要求されたデータの取得と提出と同様に、再評価に向けた化合物のスケジュール作成のための Codex の手続きに関連した詳細な知識が不足している Codex 加盟国及びオブザーバー組織もある。

サポートの妨げとなる障害

5. 定期的再評価を可能にするために、JMPR により要求されるデータの取得と提出のための技術的及び経済的なキャパシティが一部の Codex 加盟国及びオブザーバーに不足している。

6. 最初にサポートしていた企業が、新しい化合物を優先することそして、定期的再評価をサポートしないことをより望む場合には、これら化合物と市場競争への潜在的な要求は低くなる。

7. もう一つの障害は、Codex 加盟国並びにオブザーバー(発展途上国の)が Codex の会議に欠席することである。

8. 全ての Codex 加盟国が、公衆衛生、貿易、そしてその後のキャパシティ強化の観点から、必要とされるデータを取得することのコストと利点について正しく理解しているわけではない。

ある農薬の定期的再評価及び対応する CXLs をサポートするために必要とされる情報とデータ

9. 定期的再評価を実施するためのデータへの要求については一般的に理解されているものの、CCPR に参加しているすべての Codex 加盟国とオブザーバーが、ある農薬の定期的再評価をサポートするために必要とされるデータへの理解、取得そして提出について十分に知らされ、トレーニングされているわけではない。必要とされるデータの取得に係るコストもまた、一部の加盟国のキャパシティを制限している。

10. 最善の知識を持っているのは、JMPR の専門家及びリスク評価を実施している国々であるため、FAO と WHO そしてその他の国際的な組織にとって、経験の少ない国々を強化し適切にサポートするための課題は依然として残されている。

ある化合物/使用のためのサポートデータが不足した場合の結果

11. CCPR にとってその問題が重要であることは一般に理解されている一方で、CCPR に参加している全ての Codex 加盟国とオブザーバーが、既存 CXLs の廃止や Codex 農薬リストからの化合物の削除が含まれるかもしれない、データサポートの不足の結果に、十分に気づいているわけではない。このグループには、全てのあるいはいくつかの使用基準のために、“古い”化合物を未だに使用あるいは市場流通させている加盟国が含まれる。

12. 全ての Codex 加盟国が、定期的再評価のプロセスがサポートされないことの結果について十分に気づいているわけではない。それは、ある化合物/使用に関する CXLs/MRLs が失われることであり、農家が重要な農薬を使用できなくなることであり、農薬の使用あるいは MRL が失われることは、ある輸出国にとって問題を生じる可能性がある。

TOR (ii). 効率的なデータサポートに関するオプションの探索

13. CCPR に参加する Codex 加盟国及びオブザーバーが、彼らの生産システムにとって重要な使用基準/化合物を独立してサポートする能力に現在は欠けているその他のメンバー等と効果的に協力できることについては、一般に同意されている。

14. CCPR に参加している Codex 加盟国とオブザーバー間のコラボレーション強化を目的とした既存の機会は Appendix II に特定されている。しかし、作業を明確にするため

にはより大きな努力を必要とする。すなわち、MRLsの数に関する問題の範囲を規定する、特定の化合物に関心を持っている加盟国とオブザーバーを特定する、JMPRが定期的再評価を実施するために必要としているデータを記述する。

15. 上記を実施するためには、コラボレーションが効率的に実施されることを確実にするために、様々なケースに優先順位をつけることが重要になる。

16. Codexのシステム並びにJMPRによる定期的再評価のプロセス、データパッケージ、ドシエに関する情報は、サポートされていない製品に関心のあるCodex加盟国及びオブザーバー同様に、後発製品を製造する企業に委譲されるべきである。

ある種のコラボレーション活動

17. JMPR事務局あるいはFAOやWHOのようなその他の国際的な組織のサポートを受けた、Codex加盟国間や加盟国とオブザーバーとの間での特定のプロジェクト、コースそしてトレーニングに焦点をあてたコラボレーション活動。

18. このコラボレーションを実施するために、定期的再評価のためにスケジュールされた、公衆衛生上の懸念のないサポートされない化合物に関する問題の範囲及び、問題になるCXLsの数が明確に決められなければならない。特定の化合物への共通した関心があるか否か、どのデータがありどのデータがないのか、そのようなデータ収集をどのように実施することができるのかについて、特定する必要がある。

Codex、FAO、WHO、国際的な組織、政府機関、産業界等の枠組みの中で、以下のコラボレーション活動を効果的に開発することができる

(a) Codex

19. CodexあるいはCodex/FAOは、見解、情報そしてデータを全ての関心のある関係者間で交換するための、コラボレーションポータル/プラットフォーム/フォーラムを提供することができる。そのような枠組みは共同する助けになるであろう。CODEX内部において、国の登録データベースと優先リストのTable 2A及び2Bとのリンクは、活動の焦点を当てるべき化合物を特定するための鍵である。

20. JMPRとCodexの事務局を通じて、手続きの各段階、要求、そして再評価のサポートに関心のある企業あるいは国により提出されるデータの詳細を含む、定期的再評価に関するワークショップを調整し実施する。そのようなワークショップは、参加を促しコストを低減するためにバーチャルで実施される可能性がある。

21. サポートされない化合物のEWGは、優先順位付けのEWGを補完するものとして、永続的に機能する可能性がある。議長は、関心のあるCodex加盟国が持ち回りで務める。

(b) FAO、WHOそしてその他の国際組織

22. FAOとWHOは、どのデータが利用可能でより重要であるかまたどのデータが欠けているのかに関する情報を提供することができる。誰が欠けているデータを提供するの

かのワークロードを規定する必要がある。

23. (a)項に挙げたワークショップを開催するための経済的支援、必要に応じて専門家の提供

(c) 該当する政府機関(すなわち Codex 加盟国との結合活動)

24. 該当する政府組織は、5年以内に評価が行われていた場合、彼らの最新の評価を可能な限り提供することができる。

25. 関心のある国は、(a)項に提案されたトレーニングを実施するために、母国語への翻訳資金を提供することができる。

(d) 産業/取引会社

26. 関心のある Codex 加盟国は、経済的支援/スポンサーシップを通じて、共有データの取得を促進させるために、化合物並びに/あるいは製剤を生産する興味のある中小企業 (SEM)を協働させるための努力を強化しなければならない。

27. 最初に化合物を登録した産業/スポンサーは、要求に応じて、再評価される農薬に関する毒性学的な及び残留物に関する背景を提供することができる。

28. 経済的並びに技術的な制約のために、個別の会社はデータを取得する能力を持たないが、その他の利害関係者(産業、取引機関、該当する政府機関)は、CXLs のサポートに必要なデータの取得を支援するために、キャパシティビルディングや研究施設について共通するインフラや経済的に支援するシステムを作り出すことができる。

(e) (もし存在するとすれば)、JMPR による定期的再評価に必要とされるデータパッケージを提供するために、彼らの生産システムにとって重要な、農薬/その使用を独立してサポートする能力が現在は不足している、Codex 加盟国を支援するその他の該当する人たち

29. その他の国際的な機関がキャパシティビルディングのプロジェクトを提供するかもしれないし、研究機関がある試験の実施を望むかもしれない。

30. 農家、国の機関そして主たる輸出国との間の情報の流れを確実なものにするために、貿易会社、貿易会社の集まり、食品会社の集まり、そして農業機関が、その他の該当する人たちである。

31. 見直された GAP をサポートするために必要となる作物残留試験の共同実施：Codex/FAO は、リソースを最大限に使用し、二重の努力を避けるようにするために、“コラボレーションファンド”を介して、関心のある Codex 加盟国(国の貿易組織/産業組合/作物研究組織)の間でのコラボレーションを促進するために活動することができる。

32. 最後に、TOR(ii)の別の結論として、Codex 加盟国の間には、JMPR による再評価のために必要とされる最小データがさらに削減されるべきではないという意見の一致がある。

TOR (iii) CCPR51 により勧告されたオプション 2b とオプション 3 から生じる利点と課

題の探索

オプション 2b: 国の登録データベース(NRD)に掲載された登録がある農薬/作物を対象とした CXLs のみ維持する。

利点

33. このオプションが、国際貿易の促進に役立つ、より多くの CXLs を維持するために役立つという一般的なコンセンサスがある。
34. このオプションは、Codex により確立された規格、勧告、そして実施規範への理解、実行及び有効性に関して先進国と開発途上国との間にあるギャップを減少させることができる。
35. このオプションにより、定期的再評価のための手順が簡素化され、主に JMPR だけでなく CCPR に係る作業量とコストも減少する。
36. GAP (適正農業規範)が変更されているあるいは、毒性評価が時代遅れになっているかもしれないために、実施されたリスク評価の観点からいくつかの CXLs は時代遅れだと考えられるかもしれないし、そのために健康危害につながる可能性がある。特定された主たるポイントは、そのような事実に関連している。
37. 一方で、NRD を最新の状態に維持すること及び、情報を送るよう Codex 加盟国のアウトリーチを改善することが不可欠である。
38. 最終的に、定期的再評価に伴う手続きは、このオプションを取り込むために採択あるいは修正されるべきである。

オプション 3: Codex 加盟国及びオブザーバーは、データへの要求が満たされるまでの 4 年間は、CXLs を維持することを承諾している(4 年間ルール)。もし、加盟国あるいはオブザーバーがデータへの要求を満たすことができないのであれば、全ての CXLs は廃止される。

利点

39. このオプションでは、定期的再評価において定期的に再評価された CXLs のみが維持される。そのため、再評価された CXLs は消費者にとって十分に保護的である。4 年間ルールは、定期的再評価に必要とされるデータを扱うための十分な時間を保証しており、CCPR により適用される最新のリスクアナリシスの原則の変更を意味していない。

課題

40. このオプションに関連して特定された主たるポイントは、もし必要なデータが取得されなければ CXLs は失われ、農業と貿易のための農薬オプションの減少につながるということである。このオプションの下では、公衆衛生上の特定された問題のないサポートされない化合物に対する CXLs が、Codex 総会によって廃止されることになる。
41. データを取得するため並びにデータの要求を最小限にするための実行可能なメカニズムを見つける。

42. 4年以内に JMPR に必要とされるデータを取得し、公衆衛生上の懸念が生じていないがサポートされていない化合物の CXLs を失わないためには、Codex 加盟国とオブザーバーとの間に、キャパシティと共同作業を作り出すことが、最初の課題である。

第2章 TOR (iv)に対する結論—定期的再評価のスケジュールに加えられた、公衆衛生に関する懸念のない、サポートされていない化合物の管理に関して提案された代案
オプション 2b 国の登録データベース(NRD)に掲載された登録がある農薬/作物を対象とした CXLs のみ維持する。

CCPR により適用されるリスクアナリシス原則の一部改訂

43. “定期的再評価”のセクション下で CCPR により適用されるリスクアナリシス原則に対する修正を導入すること。この修正に関して、Codex 手続きマニュアルのセクション 5.4 CXLs の廃止(段落 88)の a 項に、2つの代案(i, iii)を含めることが提案される。

i. 25年以上再評価がされておらず、公衆衛生上の懸念がない、Codex 加盟国/オブザーバーによるサポートがされていない農薬の CXLs を含む、定期的再評価手続きの結果として

ii. 25年以上再評価がされておらず、Codex 加盟国/オブザーバーによるサポートがされていないそして国の登録データベース (NRD)に挙げられた登録がない、農薬の CXLs を含む、定期的再評価手続きの結果として

訳注)Codex 手続きマニュアルに記載されている Risk analysis principles applied by the Codex committee on pesticide residues (CCPR により適用されるリスクアナリシスの原則)の 5.4 Revocation of CXLS (CXLs の廃止)には、CXLs are proposed for revocation in the following scenarios: (以下のシナリオに沿って、CXLs の廃止が提案される)と説明された後に、a~e のシナリオが示されている。この a のシナリオに、i と ii(iii とあるのはおそらく間違い)の代案を含めることが提案されている。なお、a のシナリオは以下の通りである。As a result of the periodic review procedure including CXLs of pesticides that have not been reviewed for more than 25 years and are not supported by any member/observer;(25年以上再評価がされておらず、Codex 加盟国/オブザーバーによるサポートがされていない農薬の CXLs を含む、定期的再評価手続きの結果として)

ii の代案は、事実上 NRD に登録があれば、CXLs が廃止されないことを意図しているのだろう。

国の登録データベース(NRD)の適切な機能

44. CCPR52(2021)において示されるであろう(議題 14 をみよ)NRD の適切な機能を促進するために、CCPR は NRD を最新の状態に確実に維持するために、例えば登録されている担当窓口に更新のリマインダーを送る並びに、NRD が最新の状態に維持されることを確実にするために Codex Web サイトからアクセスするといった適切なメカニズムを開発する必要がある。

オプション 3 Codex 加盟国及びオブザーバーは、データへの要求が満たされるまでの 4 年間は、CXLs を維持することを承諾している(4 年間ルール)。もし、加盟国あるいはオブザーバーがデータへの要求を満たすことができないのであれば、全ての CXLs は廃止される。

訳注)para 44 と 45 は重複しており、修正前文書である CX/PR20/52/17 から判断すると、para 45 を削除すべきと考える。

定期的再評価に適切な、優先順位付けの EWG により準備された JMPR による評価のための農薬のスケジュールとリストに関する情報の強調提示

46. table 2A に含まれる各化合物について、以下が注記されるべきである。

- i. 健康危害への懸念が示されているかの状況
- ii. 農産品と関連する CXLs
- iii. 現在の CXLs のそれぞれについて、再評価のためのデータを提出することに対するコミットメント
- iv. 各農産品に対する CXLs の将来の状況。例えば、“廃止される”あるいは“再評価される”
- v. 加えて、Table 3 により定期的再評価の時期が近づいている化合物をハイライトすることが推奨される。

CCPR 内で追加実施すること

47. 以下の手順について検討することができる。

- i. ある有効成分が期限である 15 年(リスクアナリシスの原則 54 段落)に達したらすぐに、優先順位を決める EWG の議長あるいは、あらたに設置された現在活動中のサポートされない化合物の EWG の議長が、(a)その有効成分をサポートすることまたは/あるいは、(b)承認された使用方法を提供することそして、そのような情報をいつ送信するかタイムテーブルを転送することについて、Codex 加盟国及びオブザーバーに依頼する。
- ii. サポートが示されていないが、承認された使用が Codex 加盟国による関心を示している場合には、優先順位付け EWG の議長の要請に基づいて、推薦を集めるための関心のあるグループが設置される。関心のある人たち、特にその有効成分及び/あるいは承認された使用について 5 年以内に評価した人たちが及び、その有効成分を Codex の枠組みに残すことに関心を持っている人たちは、その機会について議論するだろう。
- iii. 作業量を決めることになるため、毒性と残留の挙動をカバーした前回の JMPR の評価以降、何が変わったのかを決めることが重要なステップである。準備すべきドシエが不完全なものにならないようにすること及び不要な試験の繰り返しを避けることの両点において、この手続きの早い段階での JMPR の関与が必須である。

- iv. そのような作業を 15 年の期限時に始めることが、決定し必要なデータを取得するために、関心のある Codex 加盟国及びオブザーバーが総じて 10 年かけられることを確実にする。
- v. 25 年の期限内にデータが提供されるケースでは、CCPR は、JMPR による評価のための化合物のスケジュールに関する通常の手順を進めることができる。
- vi. 25 年の期限時には、化合物は JMPR による再評価のためにスケジュールされるべきである。
- vii. 25 年の期限までにデータが提供されないあるいは不十分なデータしか提供されないまま化合物が JMPR による再評価のためにスケジュールされている場合には、25 年期限に至った年に行われる次の CCPR において(リスクアナリシスの原則 74 段落)、全ての CXLs は廃止され、有効成分は Codex の化合物リストから削除される。
- viii. サポートがない場合には、削除が予定される年を示すためのカラムを追加することによって、毒性と残留の挙動をカバーした最後の JMPR による評価から 20 年以上が経過している、Table 2A と 2B に含まれる有効成分に、フラグを立てることを検討すべきである。さらに、削除が予定される 2 年前には、削除が差し迫っていることへの注記を、Codex MRLs のリストに含めるべきである。

オプション 3 の要求を満たせるようになるための、Codex 加盟国におけるキャパシティ強化のためのキャパシティビルディングの活動

48. 必要な技術的検討を行うことが困難な Codex 加盟国の人的資源の改善を促進するためのキャパシティビルディング活動を提供する。この活動には、試験の要求を満たすためのそして、データ提出時の正式な手続きを満たすための技術的支援が含まれ得る。理想的には、これらの活動は政府、民間企業、研究機関あるいはその他の関連組織/機関の内外にかかわらず、様々なセクターの専門家を対象とすることができる。キャパシティビルディングのためにいくつかの活動が提案される：

- i. 作物残留試験
- ii. 毒性試験
- iii. 定期的再評価手続きにおけるデータ提出

情報共有のためのフォーラムあるいは類似のプラットフォームの設置

49. 必要とされるデータを集めることの難しい Codex 加盟国を援助するために、様々な Codex 加盟国がデータあるいは試験の一部を提供することを可能にするための、フォーラムあるいは類似のプラットフォームを提供する

CAC/GL64

分析法性能スタディのデザイン、実施及び解釈のプロトコル

CAC/GL64 1995

Codex Alimentarius Commission により、次のプロトコルが食品を管理する試験所の品質保証の参照文書として採択された。

・ Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies, *Pure & Appl. Chem.*, 67(1995) 331-343.

INTERNATIONAL UNION OF PURE
AND APPLIED CHEMISTRY

ANALYTICAL, APPLIED AND CLINICAL CHEMISTRY DIVISIONS

INTERDIVISIONAL WORKING PARTY ON HARMONIZATION OF QUALITY ASSURANCE
SCHEMES FOR ANALYTICAL LABORATORIES

分析法性能スタディのデザイン、実施及び解釈のプロトコル
(技術報告書)

改訂

リスボン、ポルトガル、1993年8月4日

デルフト、オランダ、1994年5月9日

公表のための準備

WILLIAM HORWITZ

分析法性能スタディのデザイン、実施及び解釈のプロトコル:
1994年改訂版(技術報告書)

概要 分析法が厳密な専門的試験と法的要求の両者において有効であるためには、その妥当性が確認されなくてはならない。この修正プロトコルには、初版のプロトコルである、*Pure & Appl. Chem.*, 60(1988) 855-864 を、国際的に使用することで得られた経験に従って提案された変更が組み込まれている。初版のプロトコルの読みやすさを改善するための、編集上の軽微な修正も組み込まれた。

序文

27 組織からの代表者グループは、何回もの会合とワークショップの後に、「分析法性能スタディのデザイン、実施及び解釈のプロトコル」に合意して採択し、プロトコルは *Pure & Appl. Chem.*, 60(1988) 855-864 として公表された。多数の組織がこのプロトコルを受け入れ使用した。彼らの経験及び Codex 分析法サンプリング部会の勧告(Joint FAO/WHO Food Standards Programme, Report of the Eighteenth Session, 9-13 November, 1992; FAO, Rome Italy, ALINORM 93/23, Sections 34-39)により、元のプロトコルに3つの軽微な修正を行うことが推奨された。修正は

- (1) ダブルスプリットレベルから発生する相互作用項はレベルの選択に依存し、それが統計的に有意であったとしても物理的に解釈できないことから、ダブルスプリットレベルデザインが削除された。
- (2) 「マテリアル」の定義を拡大した。
- (3) 外れ値除去の規準を 1% から 2.5% に変更した。
である。

修正を組み入れた改訂版プロトコルを以下に示す。読みやすさを改善するため、軽微な編集上の修正も行われた。*Pure Appl. Chem.*, 66, 1903-1911 (1994) で公表された「試験所間スタディ用語(1994年の勧告)」の用語と定義がこの版に入れられると共に、さらに適切な ISO の用語を分析化学に適用できるように修正して、可能な限り使用した。

プロトコル

1.0 準備作業

分析法性能(コラボラティブ)スタディはかなりの努力を必要とするので、事前に十分な試験を行った分析法のみに実施されるべきである。そのような試験所内の検討には、適用できるなら、以下の情報を含めるべきである。

1.0.1 精度の予備推定

対象となる濃度範囲に亘る、分析結果の試験所内総標準偏差の推定値；最低限でも濃度範囲の上限と下限を含み、規格あるいは仕様の値を重視する。

注1：試験所内総標準偏差は、ISOの併行標準偏差（§3.3）と比較して、不精密さのより包括的な尺度である。この標準偏差は、分析法の性能から期待される試験所内の精度変数中最大である。少なくとも異なる日の変動を含み、異なる検量線間の変動を含むことが望ましい。試験所内総標準偏差はラン内（バッチ内）だけでなく、ラン間（バッチ間）の変動を含む。この観点から、試験所内総標準偏差は試験所内再現性の尺度と考え得る。この値が許容できる限度内になれば、試験所間標準偏差（再現標準偏差）がそれより良くなることは期待できない。この精度は本プロトコルに記載された最小限のスタディからは推定されない。

注2：試験所内総標準偏差は頑健性試行からも推定できるだろう。頑健性試行からは実験の要因をどのくらい厳密にコントロールすべきかと、それらの許容できる範囲はどれくらいかが分かる。これらの実験的に決められた範囲を、分析法の記述に含めるべきである。

1.0.2 系統エラー（バイアス）

対象となる濃度範囲と試料の分析結果の系統エラーの推定値；最低限でも濃度範囲の上限と下限を含み、規格あるいは仕様の値を重視する。適切な参照標準マテリアルに分析法を適用して得られた結果にも注目すべきである。

1.0.3 回収率

実際のマテリアル、抽出液、分解液、あるいは他の処理された溶液に加えられた「スパイク」の回収率

1.0.4 適用性

マテリアル中に存在する可能性のあるアナライトの物理的及び化学的形態を、マトリクス効果を考慮して同定及び測定する、分析法の能力

1.0.5 妨害

対象となるマトリクス中にかなりの濃度で存在し、定量を妨げる可能性のある、他の成分の影響

1.0.6 分析法比較

ある分析法と、それと同様の目的を意図した既存の分析法の適用を比較した結果

1.0.7 検量手順

検量及びブランク補正に特定された手順は、結果に重大なバイアスをもたらしてはならない。

1.0.8 分析法の記述

分析法は明確に、曖昧さがないように記述しなくてはならない。

1.1 有効数字

スタディを開始した試験所は、測定装置の出力に基づいて、報告する有効数字の桁数を指定すべきである。

注：報告されたデータに統計的計算をするときには、平均値と標準偏差の最終報告値に達するまでは、丸めや切り捨てをせず、計算機あるいはコンピュータの全ての能力を使用する。この時点で、標準偏差を有効数字 2 桁に丸め、平均値と相対標準偏差は標準偏差の有効数字に合わせて丸める。例えば、 $s_R=0.012$ であれば、 x は 0.1473 あるいは 0.15 ではなく、0.147 と報告し、 RSD_R は 8.2%と報告する。(シンボルは Appendix 1 に定義されている。) 各段階で標準偏差の計算が、中間値を使用しながら手計算で行われる場合には、2 乗した値の有効数字を、少なくともデータの数字の 2 倍 + 1 に保つ。

2.0 分析法性能スタディのデザイン

2.1 マテリアルの数

対象となる物質 (substance) のタイプが 1 つならば、最小 5 つのマテリアル (試験試料) を使用しなくてはならない。1 つのマトリクスに 1 レベルが指定されている場合のみ、マテリアルの必要最小数を 3 に減らすことができる。このデザインのパラメータでは、試験所毎に配布されるスプリットレベルの 2 個、及びブラインドのくり返しの 2 個を、1 つのマテリアルと考える。

注 1：マテリアルとは、分析法性能パラメータが適用される、アナライト/マトリクス/濃度の組み合わせである。このパラメータは分析法の適用性を決定する。多数の異なる物質に適用するならば、十分な数のマトリクスと濃度を選択し、潜在的な妨害と典型的な使用における濃度を含めるべきである。

注 2：ブラインドあるいは明示した繰り返しである 2 つ以上の試験試料は、統計的には 1 つのマテリアルである (それらは独立ではない)。

注 3：シングルスプリットレベル (Youden pair) がペアとして統計解析されるなら、1 つのマテリアルである。1 つの試験試料として統計解析され報告されるならば、2 つのマテリアルである。さらに、このペアにより試験所内標準偏差、 s_r 、を以下のように計算できる。

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{2n}} \quad \text{ブラインドあるいは明示された繰り返し}$$

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum (d_i - \bar{d})^2}{2(n-1)}} \quad \text{Youden pair}$$

d_i は試験所毎のスプリットレベルの2つの値の差であり、 n は試験所の数である。この特別の場合は、再現標準偏差 s_R は、スプリットレベルのそれぞれから計算される2つの s_R の平均であり、計算のチェックにのみ使用される。

注4：ブランクあるいはネガティブコントロールは、分析の通常の目的により、1つのマテリアルとしても、そうでないとしても良い。例えば、痕跡量の分析では、非常に低レベル（定量限界付近）が求められることが多く、ブランクもマテリアルと考えられ、「測定の限界」を定めるために必要である。しかし、ブランクが単にマクロ分析（チーズ中の脂肪など）における手順の管理に過ぎないのなら、これをマテリアルと考えない。

2.2 試験所数

それぞれのマテリアルについて、最小8試験所が結果を報告しなければならない。この数を得ることが不可能な時（非常に高価な機器あるいは特殊な試験所が必要な場合など）にのみ、より少ない数でスタディを実施しても良いが、絶対的な最小は5試験所である。スタディが国際的な使用を意図しているなら、異なる国の試験所が参加すべきである。特殊な機器の使用が必要となる分析法の場合は、利用可能な試験所全体が含まれることがある。このような場合、標準偏差の計算の分母として、 $n-1$ の代わりに n を使う。その分野に続いて参入する試験所は、元々の参加者と同様に実施する能力を示すべきである。

2.3 繰り返し数

以下に示すデザインのセットの1つ（望ましい順に並べられている）を用いて、併行精度パラメータを推定しなくてはならない。

2.3.1 スプリットレベル

スプリットレベルは、デザインと統計解析の目的では1つのマテリアルを形成する、スプリットレベル毎に、2つのほぼ同一でアナライトの濃度がわずかに異なる（ $<1-5\%$ ）2つの試験試料を使用する。試験所はそれぞれの試料を1回だけ分析する。

注：試験試料のペアがスプリットレベルを構成するために、適合すべき統計的規準は、1つのスプリットレベルの2つの部分の再現標準偏差が等しいことである。

2.3.2 ブラインドの繰り返しとスプリットレベル

いくつかのマテリアルはスプリットレベルとし、同じスタディの他のマテリアルはブラインドの繰り返しとする。（個々の試験試料から1つの値）

2.3.3 ブラインドの繰り返し

マテリアルごとに、ブラインドで繰り返す。データの検閲が不可能な場合（入力、計算、プリントアウトが自動で行われるなど）は、同一試料の明示的繰り返しを使用しても良い。

2.3.4 明示した繰り返し

マテリアル毎に明示的に繰り返す（同一の試験試料から2つ以上の試験部分を分析する）。上記のデザインがどれも実際的ではない場合のみに限る。

2.3.5 独立分析

スタディ中のそれぞれのマテリアルから、1つだけの試験部分を使用する（つまり、分析を繰り返さない）。しかし、併行精度パラメータを計算できない点を、分析法性能スタディとは独立して得られる、品質管理パラメータあるいは他の試験所内データにより、修正する。

3.0 統計的解析（フローチャート A.4.1 参照）

データを統計的に解析するには、以下に示す必要な統計手法を実施し、結果を報告しなくてはならない。補助的な手順の追加は妨げられない。

3.1 有効なデータ

有効なデータのみを報告し、統計処理の対象とすべきである。有効なデータとは、試験所の正常な分析実施から得られた結果として報告されるデータである。分析法からの逸脱、機器の不調、実施中の予期せぬ事故、あるいは事務的な誤り、誤字、計算間違いにより、データが損なわれてはならない。

3.2 一元配置分散分析

分散の成分及び併行精度と再現精度を推定するために、マテリアル（試験試料）毎に、一元配置分散分析と外れ値の処理を適用しなくてはならない。

3.3 初期推定

外れ値を除去せず、ただし有効なデータのみを用いて、平均値 \bar{x} (=試験所の平均値の平均値)、併行精度の相対標準偏差 RSD_r 、再現精度の相対標準偏差 RSD_R を計算する。

3.4 外れ値の取扱い

1994年のハーモナイズされた外れ値除去手順により検出された外れ値を初期データから全て除いて推定された、精度パラメータも報告しなくてはならない。この手順は、Cochran と Grubbs 検定（確率レベル(P)2.5%、片側 Cochran 検定、両側 Grubbs 検定）を、外れ値がなくなる、あるいは有効なデータを報告した試験所の 22.2% (2/9)が棄却されるまで、連続して適用することで構成されている。

注：疑わしい値を報告した試験所に直ちに意見を求めれば、誤りが修正される、あるいは無効なデータ（3.1）につながる条件が発見されるかもしれない。誤りと無効データを認識することは、外れた値を除去する統計検定に頼るより、はるかに望ましい。

3.4.1 Cochran 検定

最初に Cochran の外れ値検定（片側、P=2.5%）を適用し、Appendix A.3.1 の表にある、試験所

数と繰り返し数に対応する値を超過した試験所を除く。

3.4.2 Grubbs 検定

単一値(single value)の Grubbs 検定 (両側) を適用し、外れた試験所を除く。そのような試験所がなければ、対になった値(pair value)の Grubbs 検定(両側)により、同じ側の 2 つの値、両方の側から 1 つずつの値を検定する。これらの検定で、Appendix A.3.3 の表の対応するカラムの値を超過した試験所を除く。次の検定で、試験所数の 22.2% (2/9) を超えて除去されるときは、除去を停止する。

注: Grubbs 検定は、全試験所からの 1 つの材料のセットの平均値に適用すべきであり、繰返しデザインの個々の値には適用しない。その理由は、全ての値を一緒にした分布は Gaussian ではなく、多モードであるからである。つまり、その材料における、それぞれの値と総平均値との差は独立ではない。

3.4.3 最終推定

上記の手順により試験所を除いた後に、3.3 に従ってパラメータを再計算する。Cochran-Grubbs 検定の連続で外れ値が除かれなければ、検定を停止する。そうでない場合は、外れ値が見られなくなるまで、あるいは全体の 22.2% (9 中 2) が次のサイクルで除かれるまで、Cochran-Grubbs 検定の連続を再度適用する。A.3.4 のフローチャートを参照せよ。

4.0 最終報告書

全ての有効データを含めた最終報告書を公表すべきである。他の情報とパラメータは、適用できるならば、以下に示すフォーマットと同様の (報告される事項に関して) 形式で、報告すべきである。

[年] に、[組織] によって、国際的に実施された分析法性能試験[x]。[y 及び z] 箇所の試験所が参加し、それぞれが [k 回] 繰り返し分析し、以下に示す統計的結果を得た。

分析法性能パラメータの表
アナライト ; 結果は [単位] で表示する。

材料 [表頭に意義の大きさ順に並べる]

外れ値除去後に残った試験所の数

外れ値となった試験所の数

外れ値となった試験所のコード (あるいは識別)

受け入れられた結果の数

平均値

真値あるいは受容された値

併行標準偏差 (s_r)

併行相対標準偏差 (RSD_r)
併行精度限界 r (2.8 × s_r)
再現標準偏差 (s_R)
再現相対標準偏差 (RSD_R)
再現精度限界 R (2.8 × s_R)

4.1 シンボル

報告と公表物で使用するシンボルは Appendix 1 (A.1)にある。

4.2 定義

報告と公表物で使用する定義は Appendix 2 (A.2)にある。

4.3 その他

4.3.1 回収率

分析法あるいは試験所のバイアスのコントロールとして添加したアナライトの回収率は、以下のように計算すべきである。

$$\begin{aligned} & \text{[添加] 回収率 } \% \\ & = (\text{定量されたアナライト総量} - \text{元から存在したアナライトの量}) \\ & \quad \times 100 \ / \ (\text{添加したアナライト量}) \end{aligned}$$

アナライトは濃度または量のいずれで表現してもよいが、単位は一定でなくてはならない。アナライトの量が分析により決定されるときは、常に同じ方法で決定されなくてはならない。

分析結果は回収率を補正せずに報告すべきである。回収率は別途報告する。

4.3.2 s_Lが負になった時

定義により、分析法性能スタディの s_Rはs_rよりも大きい。時として、s_rの推定値がs_Rの推定値よりも大きくなることがある（繰り返しの平均が試験所平均のレンジより大きいと、s_L²が負になる）。このような場合は、s_L = 0とし、s_R = s_rとする。

5 参考文献

Horwitz, W. (1988) Protocol for the design, conduct, and interpretation of method-performance studies. Pure & Appl. Chem., 60, 855-864.

Pocklington, W.D. (1990) Harmonized protocol for the adoption of standardized analytical methods and for the presentation of their performance characteristics. Pure & Appl. Chem. 62, 149-162.

International Organization for Standardization. International Standard 5725-1986. 6 パート、改訂中；個々のパートは国家標準メンバー団体から入手可能である。

A. Appendices

A.1 Appendix 1 シンボル

分析法性能スタディにより求めたパラメータを表す時には、以下のシンボルと用語を使用する。

(試験所の平均値の) 平均値	\bar{x}
標準偏差	s (推定値)
併行精度	s_r
「純粋な」再現精度	s_L
再現精度	s_R
分散	s^2 (添え字 r, L, R)
$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$	
相対標準偏差	RSD (添え字 r, L, R)
最大許容差	
(ISO5725-1986 に定義されている)	
A.2.4 及び A.2.5 参照	
併行精度限界	$r = (2.8 \times s_r)$
再現精度限界	$R = (2.8 \times s_R)$
試験所ごとの繰り返し数	k (一般)
試験所 i の繰り返しの平均	\bar{k}_i (バランスデザインの場合)
試験所の数	L
マテリアル (試験試料) の数	m
1 アッセイの値の総数	n (バランスデザインの場合 = kL)
1 アッセイの値の総数	N (全体バランスデザインの場合 = kLm)

他のシンボルを使用するならば、推奨されたシンボルとの関係を、十分に説明すべきである。

A.2 Appendix 2 定義

以下の定義を使用する。最初の 3 つの定義は、IUPAC 文書「試験所間スタディ用語」(1994 年承認) を使用している。次の 2 つの定義は、ISO3534-1:1993 に与えられている内容を集めた。全ての結果は独立と仮定されている。つまり、「それまでの同一または同様の試験対象の結果に影響されないように得られる。精度の定量的な値は、規定された条件で決定される。併行条件と再現条件は、規定された条件の極端なセットである。」

A.2.1 分析法性能スタディ

全ての試験所が、同一の記述されたプロトコルに従って、同一の分析法を用いて、同一の試験品 (試験試料、マテリアル) のセット中の量を測定する、試験所間スタディ。報告された結果

は、その分析法の性能特性を推定するために使用される。通常、これらの特性は、試験所内と試験所間の精度であり、必要かつ可能な場合は、系統誤差、回収率、内部品質管理パラメータ、感度、定量限界、適用性のような、他の適切な特性もある。

A.2.2 試験所性能スタディ

試験所グループにより、それぞれの試験所が選択あるいは使用している方法により、1個以上の均質で安定な試験試料を、分析あるいは測定することによる、試験所間スタディ。通常は、試験所の評価あるいは改善を目的として、報告結果を、他の試験所の結果、あるいは既知または付与された参照値と比較する。

A.2.3 マテリアル認証スタディ

試験試料の量（濃度あるいは特性）の参照値（「真値」）を付与する試験所間スタディで、通常は不確かさを示す。

A.2.4 併行精度限界(r)

同一の試験所で、同一の分析者が同一の装置を使用し、短期間に、一致する試験試料に対し同一の方法を用いて決定した単一の定量結果2つから得られた平均値が、最終報告書、4.0、に示された平均値の範囲内にある時、2つの試験結果の絶対差は、併行精度限界 (r 、 $2.8 \times s_r$) 以下になるべきである。通常は報告書の s_r を線形補間して r が得られる。

注：この定義と、対応する再現精度限界の定義は、つながりのある5つの用語を集めている。これらの定義を適用する通常の場合は、元のパラメータの決定に使用された試料と試験試料は同一ではないが、補間することにより適用可能となるように、定義を拡張した。95%という確率を特定すれば、「併行精度（及び再現精度）限界」という用語は、 $2.8 \times s_r$ （または s_R ）となる。この統計的概念を、他の位置の尺度（中央値など）及び他の確率（99%など）に適用したときの一般的な用語は、「併行精度（再現精度）」限界差である。

A.2.5 再現精度限界(R)

異なる試験所で、異なる分析者が異なる装置を使用し、一致する試験試料に対し同一の方法を用いて決定した、単一の定量結果2つから得られた平均値が、最終報告書、4.0、に示された平均値の範囲内にある時、2つの試験結果の絶対差は、再現精度限界 (R 、 $2.8 \times s_R$) 以下になるべきである。通常は報告書の s_R を線形補間して R が得られる。

注1：試験所間試験の結果から可能となるならば、 r 及び R の値を、絶対値の代わりに相対値（決定された平均値に対するパーセントなど）として示してもよい。

注2：スタディの最終報告書の結果が、2個以上の値から得た平均値である、つまり k が2以上の場合には、以下の式により R を調節し、2つの試験所の単一のルーティン分析結果の比較には、 R' を使用しなくてはならない。

$$R' = \sqrt{R^2 + r^2 \left(1 - \frac{1}{k}\right)}$$

s_R 及び RSD_R の最終結果が繰り返し結果から得られており、これらが品質管理目的に使われるパラメータであるなら、同様の調節をしなくてはならない。

注3：併行精度限界、 r 、は試験所内の2つの定量値が95%の確率で一致する範囲と解釈できる。再現精度限界、 R 、は異なる試験所で得られた2つの別の測定結果が95%の確率で一致する範囲と解釈できる。

注4： s_R の推定値は、計画的に組織された分析法性能スタディのみから得られる。 s_r の推定値は、試験所内の管理図を用いたルーティンワークから得られる。臨時的分析で、管理図が存在しない場合は、試験所内精度は s_R のおよそ半分と概算できるだろう（Pure & Appl. Chem., 62, 149-162 (1990), Sec. 1.3, Note)

A.2.6 一元配置分散分析

一元配置分散分析は、マテリアル毎に、試験所内と試験所間の変動の推定値を得るための統計的手順である。1レベルと1スプリットレベルデザインの計算例が、ISO5725-1986に示されている。

A.3 Appendix 3 限界値

A.3.1 棄却レベル 2.5%の Cochran 最大分散限界値は、総分散に対する最大分散のパーセンテージとして示される。 r は繰り返し数である。

No. of Labs	$r = 2$	$r = 3$	$r = 4$	$r = 5$	$r = 6$
4	94.3	81.0	72.5	65.4	62.5
5	88.6	72.6	64.6	58.1	53.9
6	83.2	65.8	58.3	52.2	47.3
7	78.2	60.2	52.2	47.3	42.3
8	73.6	55.6	47.4	43.0	38.5
9	69.3	51.8	43.3	39.3	35.3
10	65.5	48.6	39.9	36.2	32.6
11	62.2	45.8	37.2	33.6	30.3
12	59.2	43.1	35.0	31.3	28.3
13	56.4	40.5	33.2	29.2	26.5
14	53.8	38.3	31.5	27.3	25.0
15	51.5	36.4	29.9	25.7	23.7
16	49.5	34.7	28.4	24.4	22.0
17	47.8	33.2	27.1	23.3	21.2
18	46.0	31.8	25.9	22.4	20.4
19	44.3	30.5	24.8	21.5	19.5
20	42.8	29.3	23.8	20.7	18.7
21	41.5	28.2	22.9	19.9	18.0
22	40.3	27.2	22.0	19.2	17.3
23	39.1	26.3	21.2	18.5	16.6
24	37.9	25.5	20.5	17.8	16.0
25	36.7	24.8	19.9	17.2	15.5
26	35.5	24.1	19.3	16.6	15.0
27	34.5	23.4	18.7	16.1	14.5
28	33.7	22.7	18.1	15.7	14.1
29	33.1	22.1	17.5	15.3	13.7
30	32.5	21.6	16.9	14.9	13.3
35	29.3	19.5	15.3	12.9	11.6
40	26.0	17.0	13.5	11.6	10.2
50	21.6	14.3	11.4	9.7	8.6

Table A.3.1 と A.3.3 は、R.Albert (1993 年 10 月) により、それぞれの値についておよそ 7000 サイクルを含むコンピュータシミュレーションとスムージングにより、計算された。厳密には、Table A.3.1 はバランスデザイン (すべての試験所が同じ数を繰り返す) にのみ適用されるが、逸脱がわずかならばアンバランスデザインに適用しても、誤差はそれほど大きくなるらない。

A.3.2 Cochran の外れ値の最大分散比の計算

それぞれの試験所の試験所内分散を計算し、最大の分散をすべての試験所の分散の和で割り、100 倍する。得られた商が Cochran 統計量であり、Cochran の表で特定した繰り返し数と試験所数として示された限界値を超えると、外れ値として除去できる値の存在を示す。

A.3.3 棄却レベル 2.5%（両側）及び 1.25%（片側）の Grubbs の極端に偏った外れ値検定の限界値。疑わしい値の除去による、標準偏差の減少パーセントとして示される。

No. of Labs	One highest or lowest	Two highest or two lowest	One highest and one lowest
4	86.1	98.9	99.1
5	73.5	90.9	92.7
6	64.0	81.3	84.0
7	57.0	73.1	76.2
8	51.4	66.5	69.6
9	46.8	61.0	64.1
10	42.8	56.4	59.5
11	39.3	52.5	55.5
12	36.3	49.1	52.1
13	33.8	46.1	49.1
14	31.7	43.5	46.5
15	29.9	41.2	44.1
16	28.3	39.2	42.0
17	26.9	37.4	40.1
18	25.7	35.9	38.4
19	24.6	34.5	36.9
20	23.6	33.2	35.4
21	22.7	31.9	34.0
22	21.9	30.7	32.8
23	21.2	29.7	31.8
24	20.5	28.8	30.8
25	19.8	28.0	29.8
26	19.1	27.1	28.9
27	18.4	26.2	28.1
28	17.8	25.4	27.3
29	17.4	24.7	26.6
30	17.1	24.1	26.0
40	13.3	19.1	20.5
50	11.1	16.2	17.3

A.3.4 Grubbs 検定値の計算

単一の Grubbs 統計量の計算では、それぞれの試験所の平均値を求め、得られた L 個の平均値の標準偏差(SD)を計算する (オリジナル s とする)。平均値の最大値を除いたセットの SD を計算する (s_H)。平均値の最小値を除いたセットの SD を計算する (s_L)。次のように、両者の SD の減少を計算する。

$$100 \times \left(1 - \frac{s_L}{s}\right)$$

$$100 \times \left(1 - \frac{s_H}{s}\right)$$

これら 2 つの減少パーセントの大きい方を、単一の Grubbs 検定統計量とする。この統計量が、Table A.3.3 の 2 番目にある単一値のカラムにある、オリジナル s の計算に用いた試験所平均値の数に対応する限界値を超過すると、両側 P=2.5% で除外すべき外れ値の存在を示す。

ペアになった Grubbs 統計量の計算では、高い方から 2 つの平均値を除いて得られる標準偏差の減少パーセントと、低い方から 2 つの平均値を除いて得られる標準偏差の減少パーセントを、上記のように計算する。標準偏差の大きい方の値と、表の 3 番目のカラムの値を比較し、(1)あるいは(2)に進む。

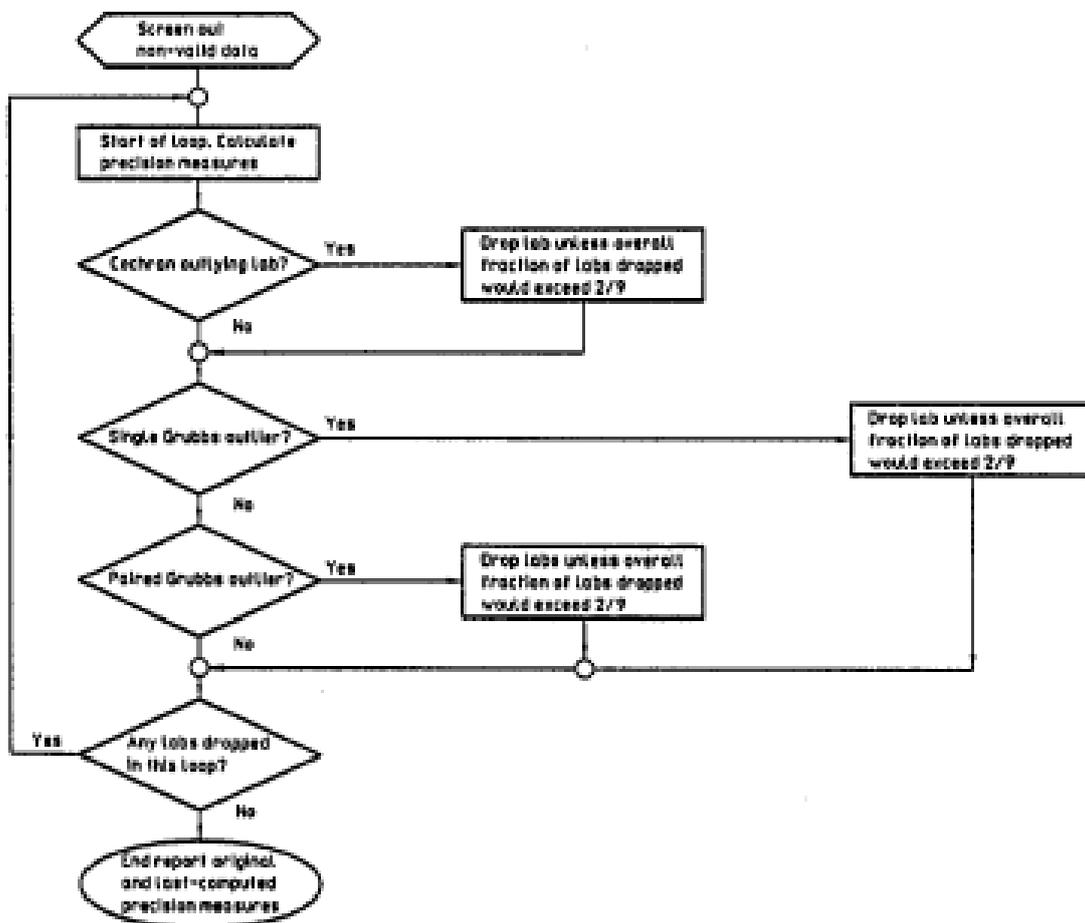
(1) 表の値を超過したら、対応するペアを除く。Cochran の分散の検定から始めて、Grubbs の極度に離れた値の検定、Grubbs の極度に離れた値のペアの検定、のサイクルを繰り返す。

(2) 除かれる値が無ければ、最大の値と最小の値の両方を除いて得られる、標準偏差の減少パーセントを計算し、Table A.3.3 の最後のカラムの値と比較する。表の値を超過したら平均値の最大と最小のペアを除き、値が除かれなくなるまで、Cochran 検定からのサイクルをくり返す。全ての場合において、平均値の 22.2%(2/9)が除かれたら、外れ値の検定を終了する。

A.4 Appendix 4

A.4.1 外れ値除去のフローチャート

IUPAC-1994 ハーモナイズ統計手順



農薬残留物の MRL への適合を判定するための推奨サンプリング法

CAC/GL 33-1999

目 次

目的

原理原則

サンプリング手順

適合判定手順

Table 1 ロットから採集する一次サンプルの最小数

(a) 畜肉及び食鳥肉

(b) 他の製品

Table 2 所与の不適合残留発生率の畜肉あるいは食鳥肉ロットから、所与の確率で最低 1 つの不適合サンプルを発見するのに必要な、ランダムに選択された一次サンプル数

Table 3 畜肉及び食鳥肉：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小数

Table 4 植物製品：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小数

Table 5 卵及び酪農製品：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小数

Annex I 用語の定義

Annex II.A サンプリングの図解：畜肉及び食鳥肉

Annex II.B サンプリングの図解：畜肉及び食鳥肉以外の製品

Annex III 事例

参考文献

農薬残留物の MRL への適合を判定するための推奨サンプリング法

1. 目的

本サンプリング手順の目的は、農薬の Codex 最大残留レベル(MRL)への適合を決定するため、ロットの代表的サンプルを確実に得ることである。

2. 原理

- 2.1 Codex MRL は適正農業規範(Good Agricultural Practice)に基づいており、それぞれの Codex MRL に適合する食品目に由来する食品が、毒性学的に許容できることを意図している。
- 2.2 植物、卵あるいは酪農製品の Codex MRL は、処理された製品の複数のユニットで形成された、ロットの平均残留レベルを代表すると意図されるコンポジットサンプルに予想される、最大レベルを考慮している。畜肉及び食鳥肉の Codex MRL は、個々の家畜あるいは鳥の組織で予想される最大レベルを考慮している。
- 2.3 結論として、畜肉及び食鳥肉の MRL は 1 つの一次サンプルに由来するバルクサンプルに適用され、植物、卵あるいは酪農製品の MRL は 1-10 個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

- 注 (a) Annex I には使用される用語の定義が示され、Annex IIA と IIB には手順が系統的に示されている。
- (b) 必要ならば、穀物¹、あるいはバルクとして輸送される他の食品目のサンプリングへの ISO の推奨手順を採用しても良い。

3.1 注意点

サンプルの汚染と劣化は分析結果に影響する可能性があるため、全ての段階で防止しなくてはならない。適合をチェックするロットは、それぞれ別にサンプリングしなくてはならない。

3.2 一次サンプルの採取

ロットから採取する一次サンプルの最小数は、Table 1 により決定され、畜肉あるいは食鳥肉の疑わしいロットの場合は Table 2 により決定される。実施可能な限り、それぞれの一次サンプルをロット中のランダムに得られた場所から採取すべきである。一次サンプルは、試験室サンプルの作製に十分な量で構成すべきである。

- 注 (a) 穀物¹、豆²、茶³のサンプリングに必要な器具は ISO の推奨に示され、酪農製品⁴のサンプリング器具は IDF により示されている。

3.3 バルクサンプルの調製

3.3.1 畜肉及び食鳥肉の手順 (Table 3)

個々の一次サンプルが別々のバルクサンプルと考えられる。

3.3.2 植物、卵あるいは酪農製品の手順 (Table 4 と 5)

実施可能な限り、一次サンプルを集めてよく混ぜ、バルクサンプルを作るべきである。

3.3.3 混合によるバルクサンプル調製が不適切あるいは実際的でないときの代替手順

バルクサンプルの混合あるいは分割過程でユニットが損なわれる(それにより残留が影響され

る可能性がある)場合、あるいは大きなサイズのユニットを混合してもより均一な残留分布にならない場合は、一次サンプル採取時に、並行する試験室サンプルに、ユニットをランダムに割り当てるべきである。この場合、分析した試験室サンプルから得られた有効な結果の平均値を結果として使用すべきである。

3.4 試験室サンプルの調製

バルクサンプル量が試験室サンプルの必要量よりも大きい場合は、代表的部分が得られるように分割すべきである。4分割あるいは他の縮分過程のためのサンプリング器具を使用して良いが、生鮮植物あるいは全卵を切断したり割るべきではない。必要ならば、この段階で並行する試験室サンプルを抜き取るか、上記の3.3のように調製してもよい。試験室サンプルに必要な最小サイズはTable 3, 4, 5に示されている。

3.5 サンプリング記録

サンプリング担当者は、ロットの特性と起源を記録しなければならない。これには、所有者、提供者あるいは運搬者、サンプリングの日付と場所、その他の関連情報が含まれる。推奨されるサンプリング方法からの逸脱は、全て記録すべきである。それぞれの並行する試験室サンプルに署名付きの記録のコピーを付し、サンプリング担当者が1部を保持すべきである。ロットの所有者あるいは所有者の代理者には、試験室サンプルが提供されるか否かに拘わらず、サンプリング記録1部を提供すべきである。サンプリング記録がコンピュータにより作成される形式の場合も、同様の受領者に配付され、同様の確認可能な監査記録を保持すべきである。

3.6 試験室サンプルの包装と輸送

試験室サンプルを、汚染、損傷、漏れから安全に保護可能な、清浄で不活性な容器に入れなければならない。容器を封印し、ラベルを確実に貼付し、サンプリング記録を添付しなければならない。バーコードを利用する場合は、文字・数字情報も提供することが推奨される。サンプルは、実行可能な限り速やかに試験所に輸送しなければならない。輸送時の損傷を回避しなければならない。例えば、生鮮サンプルは低温に保ち、冷凍サンプルは冷凍状態を保たなければならない。畜肉及び食鳥肉を損傷が起こる前に試験所に輸送できないならば、発送前に冷凍すべきである。

3.7 分析サンプルの調製

試験室サンプルに固有の識別を付与し、サンプリング記録に、受領の日付とサンプル量と共にこの識別を追加すべきである。食品目の分析する部分^{5.6}、つまり分析サンプルを、実行可能な限り速やかに分離する。分析されない部分を含めて残留レベルが計算される^{††}場合は、分離した部分の重量を記録しなければならない。

^{††} 例えば、核果の種子は分析されないが、残留がないと仮定した種子を含めた残留レベルが計算される。

3.8 分析ポーションの調製と保存

適切な場合は、分析サンプルを粉砕して良く混合し、代表的な分析ポーションを採取できるようにする。分析法と混合効率によって、分析ポーションの量を決定すべきである。粉砕と混合の方法を記録すべきであり、方法が分析サンプル中の残留物に影響してはならない。適切ならば、有害な影響を最小にするために、氷点下温度のような特別な条件下で、分析サンプルを調製すべきである。調製操作が残留物に影響する可能性があり、代替法がない時には、ユニット全体あるいはユニット全体から取られた部分で、分析ポーションを作成してもよい。このように分析ポーションがユニットあるいは部分で構成されるときは、分析サンプルを代表しているとは言えず、平均値の不確かさを示すために、十分な数のポーションを併行して分析しなくてはならない。分析前に分析ポーションを保存するならば、存在する残留物のレベルに影響しな

い保存方法と時間とすべきである。必要に応じた繰り返しと確認分析のために、追加のポーションを採取しなくてはならない。

4. 適合決定の規準

- 4.1 ロットから抜き取られ、分析に適した状態で受領された 1 個以上の試験室サンプルから、分析結果を得なくてはならない。結果は受容できる品質管理データ(機器の検量線と農薬の回収率等—農薬残留分析の優良試験所規範のガイドライン(CAC/GL 40-1993)を参照)により、支持されなくてはならない。結果を回収率で補正すべきではない。残留が MRL を超過したときは、その同一性を確認し、元の試験室サンプルから採取した 1 つ以上の分析ポーションの追加分析で濃度を確認しなくてはならない。
- 4.2 Codex MRL はバルクサンプルに適用される。
- 4.3 分析結果が Codex MRL を超過していないとき、ロットは適合となる。
- 4.4 バルクサンプルの結果が MRL を超過した場合、ロットの不適合の決定は以下を考慮しなくてはならない：(i)適用可能な場合、1 つ以上の試験室サンプルから得られた結果である；(ii) 分析の真度と精度が品質管理データで示されている。

Table 1 ロットから抜き取る一次サンプルの最小数

	ロットから抜き取る一次サンプルの最小数
(a) 畜肉及び食鳥肉	
疑わしくないロット	1
疑わしいロット	Table 2 に従って決定する
(b) 他の製品	
(i) 包装されているかバルクであって、良く混合されている又は均質であると仮定できる製品	1 Annex I、ロットの定義下の注(d)を参照。
(ii) 包装されているかバルクであって、良く混合されていない又は均質でない可能性がある製品	下の注(i)を参照
下記のいずれか	
ロットの重量、kg	
<50	3
50-500	5
>500	10
または	
ロットの缶、カートン、容器の数	
1-25	1
26-100	5
>100	10

注(i) Class A に限り、大きなユニットで構成されている製品では、一次サンプルの最小数は試験室サンプルに必要とされる最小数に従うべきである。(Table 4 参照)

Table 2 所与の不適合残留発生率の畜肉あるいは食鳥肉ロットから、所与の確率で最低1つの不適合サンプルを発見するのに必要な、ランダムに選択された一次サンプル数

ロット中の不適合残留の発生率 (%)	下記の確率で不適合残留を検出するために必要な最小サンプル数(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
30	6	7	11
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

注 (a) この表はランダムサンプリングを仮定している。

(b) Table 2 に示された一次サンプルの数が、ロット内のユニットのおよそ 10%を超える時は、抜き取る一次サンプルの数を少なくしても良く、以下のように計算すべきである。

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

n = 抜き取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 = ロット中の、一次サンプルを採取できるユニットの数

(c) 一個の一次試料が抜き取られる場合は、不適合品を検出する確率は、不適合残留の発生率と同様である。

(d) 正確なあるいは代替の確率を求める、あるいは異なる不適合品の発生率の場合は、抜き取るサンプルの数は下式で計算できる。

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

p は確率、 i はロットの不適合品の発生確率（両者ともにパーセントではなく分率で示される）、 n はサンプルの数である。

Table 3 畜肉及び食鳥肉：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小量

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 注記：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		
1.1	大型哺乳類 通常 10 kg もしくはそれ以上の枝肉の全量もしくは半量	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

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
1.2 小型哺乳類 枝肉の全量	うさぎ	枝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	容器中の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 注記 : 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 屠畜時の大型哺乳類の枝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、腹部あるいは皮下の脂肪	0.5 kg
2.2 屠畜時の小型哺乳類の枝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の脂肪	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 3 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
Class B; 動物性一次食品			
3. 哺乳類の内臓 ; type06, group032			
3.1 哺乳類の肝臓(生鮮、チルド、凍結)		肝臓全体あるいは一部	0.4 kg
3.2 哺乳類の腎臓(生鮮、チルド、凍結)		1 頭以上の個体からの腎臓の片方あるいは両方	0.2 kg
3.3 哺乳類の心臓(生鮮、チルド、凍結)		心臓全体、あるいは大きい場合には心室部のみ	0.4 kg
3.4 哺乳類のその他の内臓(生鮮、チルド、凍結)	腸 脳	1 頭以上の個体からの一部または全体、あるいは凍結バルクサンプルの断面から	
4. 食鳥肉 type07, group036 注記 : 脂溶性農薬の MRL 適合を目的としたサンプルは、下の 5 項に従って採取しなくてはならない。			

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
4.1 大型食鳥全体 >2 kg	七面鳥、ガチョウ、成鶏	もも肉、脚、その他の赤身肉	皮と骨を除去した後 0.5 kg
4.2 中型食鳥全体 500 g - 2 kg	アヒルの子、ホロホロチョウ、幼鶏	3羽以上から採取したもも肉、脚、その他の赤身肉	皮と骨を除去した後 0.5 kg
4.3 小型食鳥全体 <500 g	ウズラ、ハト	6羽以上の全体	筋肉部分 0.2 kg
4.4 食鳥の一部 生鮮/チルド/凍結 小売りまたは卸売用に包装されたもの	脚、四半分	包装単位、あるいは個々の部分	皮と骨を除去した後 0.5 kg
Class B; 動物性一次食品			
5	内臓脂肪を含む食鳥の脂肪、type 07, group 037 注記：5.1 及び 5.2 に示す方法で採取された脂肪サンプルは、脂肪あるいは全体に対応する MRL への適合判定に使用可能である。		
5.1	と殺時の鳥全体あるいは一部 鶏、七面鳥	3羽以上から採取した腹部脂肪ユニット	0.5 kg
5.2	食鳥肉の部分 脚、胸肉	以下に示すいずれかユニットから切り取られた視認できる脂肪 あるいは脂肪が切り取れないユニットではユニットの全体あるいは一部	0.5 kg 2 kg
5.3	バルクの食鳥脂肪組織	3以上の部位からサンプリング器具で採取したユニット	0.5 kg
6.	食鳥の内臓、type 07, group 038		
6.1	ガチョウ及びアヒルの脂肪肝及び類似の高価な製品以外の食鳥の可食脂肪	6羽以上の鳥から採取したユニット、あるいは容器からの断面	0.2 kg
6.2	ガチョウ及びアヒルの脂肪肝及び類似の高価な製品	1羽以上の鳥あるいは容器から採取したユニット	0.05 kg
Class E, 動物由来の加工食品			
7	動物由来の二次食品、type 16, group 080 乾燥肉 動物由来の可食製品、type 17, group 085 動物脂肪加工品 動物由来の食用製品(単一原料)、type 18 動物由来の食用製品(複数原料)、type 19		

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
7.1 細切、調理、缶詰、乾燥、精製、または他の加工を受けた哺乳類あるいは食鳥。複数原料の製品を含む	ハム ソーセージ 牛ひき肉 鶏ペースト	包装単位、あるいは容器から採取した代表的断面、あるいは(肉汁が含まれていたら)サンプリング器具で採取したユニット	0.5 kg または 脂肪含量が 5%未満の場合 は 2 kg

食品目は Codex Alimentarius に従って分類される。
必要な一次サンプルの数の決定は Table 1 を参照せよ。

Table 4 植物製品：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小量

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 全生鮮果実； type 1, group 001-008 全生鮮野菜； type 2, group 009-019, group 015 (乾燥豆)を除く			
1.1 小型生鮮品 一般にユニット<25 g	ベリー エンドウ オリーブ	ユニットまたは包装全体、あるいはサンプリング器具で採取された複数のユニット	1 kg
1.2 中型生鮮品 一般にユニットは 25 - 250 g	りんご オレンジ	ユニット全体	1 kg (10 ユニ ット以上)
1.3 大型生鮮品 一般にユニット>250 g	キャベツ きゅうり ブドウ(房)	ユニット全体	2 kg (5 ユニ ット以上)
2 豆、 type 2, group 015 穀粒、 type 3, group 050 ナッツ、 type 4, group 022	大豆 米、小麦 ココナツ以外 ココナツ		1 kg 1 kg 1 kg
オイルシード	落花生		5 ユニ ット 500 g
飲料及び菓子用種子 type 4, group 024	コーヒー豆		500 g
3. ハーブ、 type 5, group 027 (乾燥ハーブはこの表の5項の Class D, type 12 を参照)	生鮮バセリ 他の生鮮品	ユニット全体	0.5 kg 0.2 kg
スパイス、 type 05, group 028	乾燥	ユニット全体あるいはサンプリング器具で採取	0.1 kg
Class C、一次動物飼料			
4. 植物由来の一次動物飼料、 type 11			
4.1 マメ科飼料、及び他の飼い葉、 まぐさ		ユニット全体あるいはサンプリング器具で採取	1 kg (10 ユニ ット 以上)

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
4.2	わら、干し草、及び他の乾燥製品	サンプリング器具で採取	0.5 kg (10 ユニット以上)
Class D, 植物由来の加工食品			
5.	植物由来の二次食品、type 12、乾燥果実、野菜、ハーブ、粉砕した穀粒製品 植物由来の派生製品、type 13、茶、植物油、ジュース、動物飼料用の副製品、及びその他の製品 植物由来の食用製品(単一原料)、type 14 植物由来の食用製品(複数原料)、type 15、植物起源の原料が主である場合は動物由来の原料を含む製品を含める、及び group 078、パン		
5.1	ユニットの価値が高い製品	包装あるいはサンプリング器具で採取	0.1 kg *
5.2	バルクの密度が低い固体製品 ホップ 茶	包装されたユニット、あるいはサンプリング器具で採取されたユニット	0.2 kg
5.3	他の固体製品 パン 小麦粉 りんご絞り粕 乾燥果実	包装または他の形態のユニット全体、あるいはサンプリング器具で採取されたユニット	0.5 kg
5.4	液体製品 植物油 ジュース	包装されたユニット、あるいはサンプリング器具で採取されたユニット	0.5 L または 0.5 kg
* 例外的に高価な製品からはより少ない試験室試料が抜き取られることがあるが、そのようにした理由をサンプリング記録に示すべきである。			

Table 5 卵及び酪農製品：：一次サンプルの形態と試験室サンプルの最小量

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	食鳥卵； type 7, group 039		
1.1	ウズラと類似種以外の食鳥卵	卵全体	鶏卵は 12 個、 ガチョウ又はアヒルの卵は 6 個
1.2	ウズラ及び類似種の卵	卵全体	24 個
2.	牛乳、type 6, group 033	全ユニット、あるいはサンプリング器具で採取したユニット	0.5 L
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 E 動物性加工食品			

3.	<p>動物由来の二次食品、type 16, group 082、脱脂粉乳、濃縮ミルク、粉乳 動物由来の派生製品、type 17, group 086、乳脂肪、group 087、バター、バターオイル、クリーム、 クリームパウダー、カゼイン等 動物由来の食用製品(単一原料)、type 18, group 090 動物由来の食用製品(複数原料)、type 19, group 092 (動物起源の原料が主である場合は植物由来の 原料を含む製品を含める)</p>			
3.1	<p>液体ミルク、粉乳、濃縮ミル ク及びクリーム、クリーム、 乳製品のアイスクリーム、ヨ ーグルト</p>	<p>包装されたユニット、あるいはサ ンプリング器具で採取したユニ ット</p>	<p>0.5 L (液体) 0.5 kg (固体)</p>	
<p>注記(i) バルクの濃縮ミルク及びクリームは、サンプリング前に、容器の側面と底に付着した部 分をこすり落としてからよく混ぜて、完全に混合しなくてはならない。およそ 2-3 L を分取し、 試験室サンプルを分取する前に再度よく混合すべきである。 (ii) バルクの粉乳は、乾燥したボーラー管を一定の速度で粉末中に差し込んで、無菌的に採取す べきである。 (iii) バルクのクリームは、サンプリング前にピストンで良く混合すべきだが、泡を生じたり、激 しく攪拌して泡状にしたり、攪乳することは避けなければならない。</p>				
3.2	<p>バター及びバターオイル</p>	<p>バター、ホエ イバター、低 バター脂肪を 含む低脂肪ス プレッド、無 水バターオイ ル、無水乳脂 肪</p>	<p>包装ユニットの全体または一部、 あるいはサンプリング器具で採 取したユニット</p>	<p>0.2 kg または 0.2 L</p>
3.3	<p>プロセスチーズを含むチーズ 0.3 kg 以上のユニット</p>	<p>ユニット全体、あるいはサンプリ ング器具で切り出したユニット</p>	<p>0.5 kg</p>	
	<p><0.3 kg のユニット</p>	<p>ユニット全体、あるいはサンプリ ング器具で切り出したユニット</p>	<p>0.3 kg</p>	
<p>注記：円形のチーズは中心から放射状に 2 つを切り出してサンプルとすべきである。長方形のチ ーズは、側面に併行に 2 つを切り出してサンプルとすべきである。</p>				
3.4	<p>液状、凍結、乾燥した卵製品</p>	<p>サンプリング器具で無菌的に採 取したユニット</p>	<p>0.5 kg</p>	

ANNEX I 用語の定義

分析ポーション(Analytical portion)

分析サンプルから採取された、代表性を有し、残留濃度の測定に適切な量の部分。

注 分析ポーションの採取にサンプリング器具を使っても良い。

分析サンプル(Analytical sample)

試験室サンプルから分析のために調製されたもの。最小のサンプリング誤差で分析ポーションを採取するために、分析すべき製品の一部を分離し、混合、粉碎、細切することで調製される。

注 分析サンプルの調製は Codex MRL 設定で使用された手順を反映しなくてはならず、分析される製品の通常は消費されない部分を含むことがある。

バルクサンプル(Bulk sample)

食肉及び食鳥肉以外の製品では、ロットから採取された一次サンプルを集め、よく混合したもの。

食肉及び食鳥肉では、一次サンプルはバルクサンプルと同等と考えられる。

注 (a) 一次サンプルは、全ての試験室サンプルをバルクサンプルから抜き取るのに十分な量でなくてはならない。

(b) 一次サンプル採取時に試験室サンプルが調製される場合は、ロットから抜き取られる時のバルクサンプルは、試験室サンプルの概念的な合計となる。

試験室サンプル(Laboratory sample)

試験室に送られ、あるいは試験室で受領されるサンプル。バルクサンプルから抜き取られた代表性を有する量。

注 (a) 試験室サンプルは、バルクサンプルの全体あるいは一部でありうる。

(b) Table 3 にユニットの分割が示されている場合を除き、試験室サンプルを作る際に、ユニットを切断あるいは壊してはならない。

(c) 試験室サンプルの複製を調製しても良い。

ロット(Lot)

同時に輸送され、産地、製造者、品種、包装者、包装のタイプ、表示、荷主等が同一であることを、サンプリング係官が知っているあるいは想定している食品の一定の量。疑わしいロットは、何らかの理由で過剰な残留を含むと疑われるロットである。疑わしくないロットは、過剰な残留を含むことを疑う理由のないロットである。

注 (a) 異なる生産者等に由来すると同定しうるロットから、コンサインメントが構成されている場合には、それぞれのロットを別々に考えるべきである。

(b) コンサインメントは1つ以上のロットから構成されることがあり得る。

(c) ロットそれぞれの大きさあるいは境界の区別が容易ではない場合には、一連のワゴン、トラック、船倉のそれぞれを、別々のロットと考えても良い。

(d) ロットは、等級付け、製造過程などで混合されることがある。

一次サンプル(Primary sample)

ロットの一か所から採られた1個以上のユニット。

注 (a) ロットから一次サンプルを採取する場所はランダムに選ぶことが望ましいが、これが物理的に現実的ではないときは、ロット中の接近可能な部分からランダムに選ぶべきである。

(b) 一次サンプルに必要なユニットの数は、必要な試験室サンプルの最小量と数から決定すべきである。

(c) 植物、卵、酪農製品では、1個以上の一次サンプルをロットから採取し、それぞれがバルクサンプルにほぼ同程度に寄与するようにすべきである。

(d) ユニットが中型から大型であって、バルクサンプルを混合してもより代表性のある試験室

サンプルが得られない、あるいはユニットが混合によって損傷される(卵、柔らかい果実など)場合には、一次サンプル作成時にユニットをランダムに配置して試験室サンプルを複製してもよい。

- (e) ロットの積み込み又は積み下ろし時に、間隔を置いて一次サンプルを採取する場合は、サンプリングの「場所」は時点である。
- (f) Table 3 にユニットの分割が示されている場合を除き、一次サンプルを作る際に、ユニットを切断あるいは壊してはならない。

サンプル(Sample)

ユニットの集合から選択された1個以上のユニット、またはより大量の試料から選択された一部。この推奨事項の目的により、代表性のあるサンプルとは、農薬残留濃度の観点から、ロット、バルクサンプル、動物等を代表することを意図しており、他の属性は必ずしも意図されていない。

サンプリング(Sampling)

サンプルの採取と構成に使用される手順。

サンプリング器具(Sampling device)

(i) バルク試料、容器(ドラム缶、大型チーズなど)から、あるいは一次サンプルとして扱うには大きすぎる畜肉または食鳥肉のユニットから、ユニットを採取するために使用される、シャベル、ひしやく、ボーラー管、ナイフ又はやりなどの器具

(ii) バルクサンプルからの試験室サンプル調製、あるいは分析サンプルからの分析ポーションの調製に使用される、リフルボックスのような器具

注 (a) ISO^{1,2,3} 及び IDF⁴ 規格に、特定のサンプリング器具の記載がある。

- (b) 束ねられていない藁や葉のような試料では、サンプリング係官の手がサンプリング器具と考えられる。

サンプリング係官(Sampling officer)

サンプリング手順の訓練を受け、必要な場合は適切な権限者からサンプル採取の権限を認められている人物。

注 サンプリング係官は、試験室サンプルの調製、包装、送付手順およびそれらにつながる手順全てに責任を有する。係官は規定されたサンプリング手順を常に遵守することは必須であることを理解し、サンプルの完全な文書を作成しなければならず、試験室と密接に共同すべきである。

サンプルサイズ(Sample size)

サンプルを構成する、ユニットの数あるいは試料の量

ユニット(Unit)

ロット中で区別できる最小部分であって、一次サンプルの全体あるいは一部から採取されるべきもの。

注 ユニットの識別は以下のように識別されるべきである。

- (a) **生鮮果実及び野菜。** 個々の果実、野菜あるいは自然の房(例えばブドウ)をユニットとすべきである。ただし、これらが小さい場合を除く。包装された小さい製品では、ユニットは下記の(d)のように識別される。試料を傷つけずにサンプリング器具が使える場合、この手段でユニットを作成しても良い。個々の卵、生鮮果実あるいは野菜は、ユニットを作るために切断あるいは壊してはならない。
- (b) **大型動物、その一部あるいはそれらの器官。** 器官の規定された部分の一部または全体をユニットとすべきである。器官の一部を切断してユニットとすることもある。
- (c) **小型動物、その一部あるいはそれらの器官。** 個々の動物全体、あるいはそこにある動物全部または器官がユニットとなる。包装されている場合、ユニットは下記の(d)のように識別

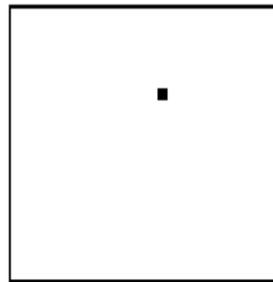
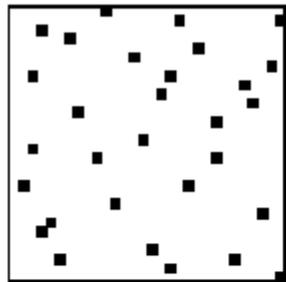
される。残留に影響しない方法でサンプリング器具が使用できる場合は、この手段でユニットを作成しても良い。

- (d) **包装されている試料**。区別できる最小の包装をユニットとすべきである。最小の包装が非常に大きい場合は、下記の(e)のようにバルクとしてサンプリングすべきである。最小の包装が非常に小さい場合は、包装をまとめたものをユニットとしても良い。
- (e) 一次サンプルとして採取するためには個々が大きすぎる、バルク試料および大きな包装(ドラム缶、チーズなど)。サンプリング器具によってユニットを作製する。

ANNEX II.A サンプリングの図解：食肉及び食鳥肉

疑わしい食肉または食鳥肉のロットと一次サンプル：ランダムに選択したいくつかの場所から一次サンプルを採取する。Table 1, 2, 3 参照

疑わしくない食肉または食鳥肉のロットと一次サンプル：ランダムに選択した1か所から一次サンプルを採取する。Table 1, 及び 3 参照



注 個々の一次サンプルは別個のバルクサンプルとして扱う

注 一次サンプルはバルクサンプルとして扱う



ユニットがバルクサンプルを構成する

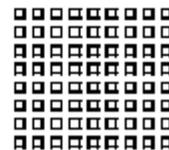


試験室サンプル
(1 個以上)

分析されない部分



部分的に処理された分析サンプル



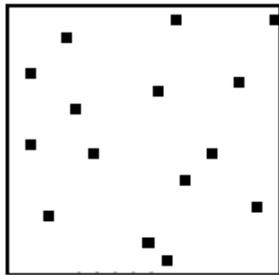
完全に処理された分析サンプル



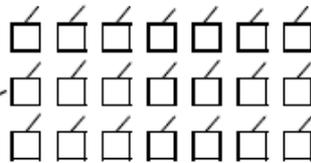
分析ポーション
(1 個以上)

ANNEX II.B サンプリングの図解：食肉及び食鳥肉以外の製品

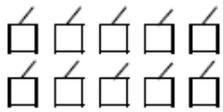
他の製品のロットと一次サンプル：1, 3, 5, 10 のランダムに選択した場所から同数の一次サンプルを採取する。Table 1, 4, 5 参照



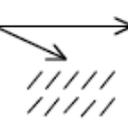
注 一次サンプルを混合してバルクサンプルとする。



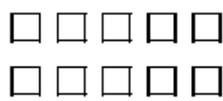
バルクサンプルを形成するユニット
注 ロットから直接試験室サンプルを調製する場合は、試験室サンプルの概念的総量がバルクサンプルとなる。



試験室サンプル (1 個以上)



分析されない部分



部分的に処理された分析サンプル



完全に処理された分析サンプル



分析ポーション (1 個以上)

ANNEX III 事例

- 注 (i) ここで提供する例は、単なる見本であり、提言の一部ではない。
- (ii) MRL を超過しているか否かの決定は利用できる分析データに基づくべきであるが、それに続く行動の決定は関連する権限者が行う。

例 A

事実として仮定される事項

1. 輸入冷凍動物枝肉の 500 t のコンサインメントがあり、その 300 t は製造者 A、200 t は製造者 B とラベルされている。この残留をチェックする。
2. これらの枝肉の輸出者の製品には、最近、ペルメトリン(脂溶性)とジフルベンズロン(非脂溶性)の過剰な残留があった。
3. ロット A の枝肉には除去可能な脂肪があるが、ロット B にはない。
4. サンプルングプランは、枝肉の 10% の過剰な残留を、95% の確率で検出する。
5. 試験室サンプルを併行して作製する法的要求はない。
6. サンプルング記録の様式はハードコピーである。
7. 国家の法により、脂肪抽出のために脂肪組織を融解することが許可されている。

その後の手順と判定

1. コンサインメントを疑わしい別々のロット A と B に分けて、サンプルングする。
2. Table 2 により、29 の試験室サンプルを採取すべきである。従って、実施可能であれば、それぞれのロットからランダムに 29 の枝肉を選択する。
3. ロット A から選ばれた枝肉から、最小 0.5 kg の付着脂肪組織を(一次)試験室サンプルとして採取し、0.5 kg の肉(肉には骨を含めない)を別々の(一次)試験室サンプルとして採取する。
4. ロット B の枝肉には除去できる脂肪がないので、2 kg の肉を採取する。
5. それぞれの試験室サンプルを採取したら、新しいポリエチレン袋に入れ、確実にラベルを貼って封をし、サンプルング記録を完了する。解凍しないことが確実な方法で、サンプルを試験所に送付する。サンプルング記録のコピーをコンサインメントの持ち主/管理者に渡す。コピーをサンプルと共に送付し、サンプルング係官もコピーを保存する。
6. ロット A の脂肪組織の試験室サンプルを融解し、脂肪を採取し、その一部(分析ポーション)のペルメトリン残留を分析する。結果は全脂肪組織中濃度として示される。
7. 肉の試験室サンプルに骨が含まれていれば除去し、分析ポーション中のジフルベンズロン残留定量の前に細切する。結果は骨を含まない肉中濃度として示す。
8. 両ロットの肉サンプルのジフルベンズロン濃度が ≤ 0.05 mg/kg であり、ロット A の全てのサンプルのペルメトリン濃度が < 1 mg/kg であれば、ジフルベンズロン残留の点からは、ロット A とロット B は許容される。
9. ロット A の 29 の脂肪サンプル中 3 サンプルのペルメトリン濃度が > 1 mg/kg であれば、これら 3 個の試験室サンプルから分析ポーションを作り分析する。分析の不確かさを考慮しても、結果が MRL 超過を確実にしたならば、3 個の枝肉は、他の 26 個が MRL に適合していても、MRL に適合しない。
10. この結果によって全ロットを不適合としないならば、ロット A の残りの枝肉から分析のための脂肪組織を採取し、適合の枝肉と不適合のものを分ける。

例 B

事実として仮定される事項

1. 12 kg のカートン(約 100 個のリンゴ)入りの 60 t のコンサインメントの残留をチェックする。
2. すべてのカートンに同一の生産者コードと日付がある。
3. 国家の法により、3 個の試験室サンプルが必要とされている。

4. サンプルング係官は、包装と等級付けにおいて発生した混合の程度について確証をもたない。
5. サンプルング記録の様式はハードコピーである。
6. 複製した試験室サンプルは、審判試験所による分析が必要になるまで、モニタリング試験所が保存する。

その後の手順と判定

1. コンサインメントを単一ロットとしてサンプルングする。
2. 実行可能な限り、ランダムに 10 カートンを選び、試験室サンプル用の新しいポリエチレン袋 3 枚を用意する。
3. それぞれのカートンからリンゴを採取し、袋にリンゴを入れ(それぞれ 1-2 個)、それぞれの袋に最小 10 個のリンゴが確実に入っており、総重量が >1 kg になるようにする。袋に確実にラベルを貼って封をし、サンプルング記録を完成して添付する。
4. 2 つの試験室サンプルをモニタリング試験所に送付し、3 番目をロットの持ち主/管理者に渡す。
5. モニタリング試験所において、1 番目の試験室サンプルを調製し処理し、分析ポーションを分析する。
6. その結果により、MRL である 10 mg/kg を超過するイプロジオンの存在が確認されたら、1 つ以上の分析ポーションを作成し分析する。
7. その結果が MRL 超過を支持したなら、権限者はコンサインメントの持ち主/管理者(提供された試験室サンプルの独立した分析を手配できる)に通知し、残っている封をした試験室サンプルを審査試験所に送付する。
8. 両試験所の分析不確かさを考慮して、審査試験所の結果が >10 mg/kg のイプロジオンの残留を示すならば、MRL を超過したと考える。