

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
玄米

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査（2002年）

試料採取場所	収穫適期である1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から200gの玄米が採取できるよう100穂程度を刈り取り、速やかに脱穀し1kgの玄米を採取した。（ただし、収穫地において脱穀ができない場合は、刈り取ったものを分析機関に送付した。） 各試料採取地点から15cmの深さまでの土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を確認した。

(b) 収穫後調査（1997～1998年）

試料採取条件	全国の水田を対象として、水稻の作付け面積50haあたり1点の比率で試料が採取できるように採取地区を選定し、1997年と1998年の2年をかけて試料採取を行い、全国で37,250点の試料を採取した。 玄米の試料採取は、収穫後、乾燥・調整した出荷用の米を保管している施設において、採取地区に居住する生産者の水田から収穫された米のみを含む米袋（30kg）の中から任意に1袋を選定して行った。 試料は、当該米袋から100gを採取した。
--------	---

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、玄米を保管庫（10 ）で保存した。
採取試料を粉砕して、粉砕した試料のうち10gを分析試料とした。

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。

分析の精度管理は、内部精度管理により行われている。

要求があれば、精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
小麦

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査（2000年～2002年）

試料採取場所	小麦の収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から200gの小麦粒が採取できるよう100穂程度を刈り取り、速やかに脱穀・乾燥し、1kgの小麦粒を採取した。 （ただし、収穫地において脱穀・乾燥ができない場合は、刈り取ったものを分析機関に送付した。） 各試料採取地点から15cmの深さまでの土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

(b) 収穫後調査（2002年）

試料採取条件	小麦の試料は、小麦を乾燥・調整する工程において、立毛（収穫前）調査を行った圃場から収穫された小麦を含むバッチから採取した。 試料採取は、5回繰り返し、1回ごとに800gを採取し、合計4kgとした。
--------	---

注1) 2002年の立毛（収穫前）調査における試料採取は、小麦を生産する県において行った。その際、県ごとの試料採取点数は、各県の小麦の作付面積の割合に応じて定めた。2000年及び2001年の調査（プレ調査）は、数県の圃場から試料を採取した。試料採取の圃場は、各県の農業試験場の協力により選定した。

2) 収穫後調査においては、乾燥・調整施設が大きい場合、収穫後調査の試料を採取したバッチの中に、立毛（収穫前）調査を行った2箇所以上の圃場からの小麦が含まれる場合がある。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、小麦粒を冷蔵庫（4℃）で保存した。試料のうち、200gを分取して、分析試料とした。

小麦の水分含有量を測定し、分析結果の水分補正ができるようにした。

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。

要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
その他穀類（大麦、裸麦、そば）

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査（2000年～2002年）

試料採取場所	穀類の収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から200gの穀粒が採取できるように100穂程度を刈り取り、速やかに脱穀・乾燥し、1kgの穀粒を採取した。 （ただし、収穫地において脱穀・乾燥ができない場合は、刈り取ったものを分析機関に送付した。） 各試料採取地点から15cmの深さまでの土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

注）立毛（収穫前）調査の圃場は、都道府県の農業試験場の協力により選定した。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、穀粒を冷蔵庫（4℃）で保存した。
試料のうち、200gを分取して、分析試料とした。
穀類の水分含有量を測定し、分析結果の水分補正ができるようにした。

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。
要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
大豆

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査（2000年、2001年）

試料採取場所	大豆の収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から乾燥した豆のみ200gを採取し、合計1kgとした。乾燥した莢や茎などは圃場で除去した。 各試料採取地点から15cmの深さまでの土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

(b) 収穫後調査（2001年）

試料採取条件	大豆の試料は、大豆を乾燥・調整する工程において、立毛（収穫前）調査を行った圃場から収穫された大豆を含むバッチから採取した。 試料採取は、5回繰り返し、合計1kgとした。
--------	---

注1) 2001年の収穫前（立毛）調査における試料採取は、大豆を生産する県において行った。その際、県ごとの試料採取点数は、各県の大豆の作付面積の割合に対応して定めた。2000年のプレ調査は、数県の圃場から試料を採取した。試料採取の圃場は、各県の農業試験場の協力により選定した。

2) 収穫後調査においては、乾燥・調整施設が大きい場合、収穫後調査の試料採取群の中に、収穫前（立毛）調査を行った2以上の圃場からの大豆が含まれる場合がある。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、大豆を冷蔵庫（4℃）で保存した。試料のうち、200gを分取して、分析試料とした。
大豆の水分含有量を測定し、分析結果の水分補正ができるようにした。

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。

要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
あずき

2 試料採取の方法

(a) 収穫前（立毛）調査（2000年、2001年）

試料採取場所	あずきの収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から乾燥した豆のみ200gを採取し、合計1kgとした。乾燥した莢や茎などは圃場で除去した。 各試料採取地点から15cmの深さまでの土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

注）立毛（収穫前）調査の圃場は、都道府県の農業試験場の協力により選定した。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、豆類を冷蔵庫（4℃）で保存した。
試料のうち、200gを分取して、分析試料とした。
豆類の水分含有量を測定し、分析結果の水分補正ができるようにした。

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。
要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
野菜

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査

試料採取場所	野菜の収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から野菜200gないしは1個を採取し、合計で1kg程度とした。 各試料採取地点から土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

注1) 立毛（収穫前）調査の圃場は、都道府県の農業試験場の協力により選定した。

(b) 収穫後調査（1998年～2001年）

試料採取条件	市場に流通している市販品を買い上げた。 買い上げ量は、1kg以上かつ5個体以上である。（ただし、軽量の野菜の場合には1kg未満の場合がある。）
--------	--

注2) 同一品目で生産地域が偏らないよう全都道府県から採取するよう努めたが、対象品目を生産、流通していない県については採取できないものもあった。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、試料を冷蔵庫（約4℃）で保存した。試料から1kg以上かつ5個体以上をとり、下表の調製方法により、分析しない部分を取り除いた。

この全量、あるいは縮分により試料量を減らしたものを均質化した。

対象作物の調整方法

品目	調整方法	試料購入量
さやいんげん	花梗を除去したものの	1 k g 未満
えだまめ	花梗を除去したものの	1 k g 以上
グリーンピース	さやを除去したものの	1 k g 未満
さやえんどう	花梗を除去したものの	1 k g 未満
未成熟そらまめ	さやを除去したものの	1 k g 未満
葉菜類		
ちんげんさい	根及び変質葉を除去したものの	1 k g 以上
レタス	外側変質葉及びしんを除去したものの	1 k g 以上
ほうれんそう	赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉を除去した後、泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
こまつな	根及び変質葉を除去し、泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
しゅんぎく	根及び変質葉を除去し、泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
みつば	根及び変質葉を除去したものの	1 k g 未満
キャベツ	外側変質葉及びしんを除去したものの	1 k g 以上
はくさい	外側変質葉及びしんを除去したものの	1 k g 以上
ふき	葉及び葉柄基部を除去したものの	1 k g 以上
ゆりね	根及び根盤部を除去したものの	1 k g 未満
にんにく	外皮及びひげ根を除去したものの	1 k g 未満
たまねぎ	外皮及びひげ根を除去したものの	1 k g 以上
ねぎ	外皮及びひげ根を除去したものの	1 k g 以上
にら	変質葉を除去したものの	1 k g 未満
根菜類		
さといも(皮なし)	泥を水で洗い落とし、皮を除いたものの	1 k g 以上
かんしょ	泥を水で洗い落とし、さらに収穫後調査の試料については皮を除いたものの	1 k g 以上
ごぼう	葉部を除去し、泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
にんじん	泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
ばれいしょ	泥を水で洗い落とし、さらに収穫後調査の試料については皮を除いたものの	1 k g 以上
だいこん(根)	泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
やまのいも	泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
れんこん	泥を水で洗い落とし、節部を除去したものの	1 k g 以上
しょうが	葉を除去し、泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 未満
空芯菜	根及び変質葉を除去したものの	1 k g 未満
かぶ(根)	泥を水で洗い落とししたものの	1 k g 以上
アスパラガス	株元を除去したものの	1 k g 未満

セルリー	根及び変質葉を除去したもの	1 k g 以上
その他野菜		
ブロッコリー	葉を除去したもの	1 k g 以上
カリフラワー	葉を除去したもの	1 k g 以上
メロン	果皮を除去したもの	1 k g 以上
きゅうり	つるを除去したもの	1 k g 以上
すいか	果皮を除去したもの	1 k g 以上
かぼちゃ	つるを除去したもの	1 k g 以上
なす	へたを除去したもの	1 k g 以上
オクラ	へたを除去したもの	1 k g 未満
ピーマン	へたを除去したもの	1 k g 未満
ししとう	へたを除去したもの	1 k g 未満
いちご	へたを除去したもの	1 k g 以上
トマト	へたを除去したもの	1 k g 以上
スイートコーン	包葉、めしべ及び穂軸を除去したもの	1 k g 以上

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。

要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
果樹

2 実態調査の結果

(1) 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査

試料採取場所	果樹の収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から果実200gを採取し、合計1kgとした。 各試料採取地点から土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

注1) 収穫前（立毛）調査の圃場の選定は、都道府県の農業試験場の研究者の協力により、任意の圃場を選定した。

(b) 収穫後調査

試料採取条件	果実の試料は、日本なし、みかん及びりんごについて、主産地の農家からそれぞれ20点ずつ提供を受けた。
--------	---

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、試料を冷蔵庫（約4℃）で保存した。試料から1kg以上かつ5個体以上をとり、下表の調製方法により、分析しない部分を取り除いた。

この全量、あるいは縮分により試料量を減らしたものを均質化した。

表 対象作物の調製方法

分析対象	
ぶどう	果梗を除去したもの
日本なし	花おち，しん及び果梗の基部を除去したもの
りんご	花おち，しん及び果梗の基部を除去したもの
もも	果皮及び種子を除去したもの
さくらんぼ	果梗及び種子を除去したもの
かき	へた及び種子を除去したもの
キウイ	果皮を除去したもの
いよかん	果実全体
ネーブルオレンジ	果実全体
はっさく	果実全体
ぽんかん	果実全体
みかん	外果皮を除去したもの

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。

要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

農水産物中のカドミウム実態調査について（試料の採取及び分析方法）

1 食品名
くり

2 試料採取の方法

(a) 立毛（収穫前）調査

試料採取場所	収穫が適期となっている1圃場を選定し、単一品種が栽培されていて、生育が通常で、均一な区画を選定した。
試料採取地点	試料採取は試料採取区画の5地点から行った。 試料採取地点は、試料採取区画の中心点を1点、その中心点から4方向に5m～10mの等距離に離れた点を4点、合計5地点を決定した。
試料採取条件	試料は、各採取地点から200gを採取し、合計1kgとした。 各試料採取地点から土壌を採取し、土壌中のカドミウム濃度を分析することにより、カドミウムの汚染地域で栽培されたものでないことを確認した。

注1) 収穫前（立毛）調査の圃場の選定は、都道府県の農業試験場の研究者の協力により、任意の圃場を選定した。

3 分析前の試料調整の方法

試料の受け入れ後、直ちに分析ができない場合、試料を冷蔵庫（約4℃）で保存した。試料から1kg以上かつ5個体以上をとり、検査しない部分を取り除いた。この全量、あるいは縮分により試料量を減らしたものを均質化した。

対象作物の調整方法

品 目	調整方法	試料購入量
くり	外果皮を除去したもの	1kg未満

4 分析法及び分析の精度の管理

分析法は、別添のフロー図に示される。分析法の評価（バリデーション）は行われている。分析の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。

要求があれば、分析法の評価及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

Annex 4

畜産物中（牛肉、豚肉、鶏肉及び馬肉）のカドミウム実態調査について

1. 試料の採取方法

試料の採取方法	試料は、2001年から2002年の間に、全国の主要なと畜場や小売店から、肉の種類毎に入手した。
---------	---

2. 試料の調製方法

試料を受け容れ後、-15℃で冷凍保存した。

分析に当たっては、凍結状態下で試料中央部から約50gを切り出し、裁断し分析試料とした。

分析試料	部 位
牛 肉	もも肉
豚 肉	もも肉
鶏 肉	もも肉
馬 肉	もも肉

3. 分析方法

分析方法を別添フローチャートに示す。高い濃度範囲においてのみ添加回収試験を行っており、定量下限値付近の値をカバーしていなかったため、定量限界が決定できなかった。検出限界については、S/N比から0.01 mg/kgとしている。また、検量線は0.02 mg/kgより小さい値をカバーしていない。

4. 分析結果

分析結果を添付した表に示す。必要であれば、この結果を電子ファイルで提供することは可能である。

魚介類試料の採取及び分析方法について

1 試料採取の方法

試料採取場所 (調査対象水域)	主に消費される魚介類について全国の沿岸域を中心とした主要な漁場を選定した。
試料採取条件	調査対象水域で採取された魚介類を関係都道府県，漁業協同組合を通じて購入するとともに，一部は直接市場より購入。

2 分析前の試料調整の方法

検体の均一性を考慮し，1種あたり複数個体を混ぜて1検体とし，分析に供する量が最低200g程度となるようにした。分析必要重量に達しない場合は数10尾をまとめて，1検体とした(下表参照)。

3 分析法及び分析の精度の管理

分析法は，別添のフロー図に示される。分析法の評価(バリデーション)は行われている。分析の精度管理は，外部精度管理を含めて行われている。要求があれば，バリデーション及び精度管理に関する情報の提供は可能である。

魚介類のカドミウム分析用検体の前処理（分析部位）について

分 類		名 称	前処理方法（分析部位）
魚類	小型	ワカサギ	全体
	中・大型	ヒラメ，カレイ類，マサバ，マアジ，コノシロ，マイワシ，フナ，コイ，アユ，マグロ類，シロザケ，スズキ，タイ類，コイチ，イシモチ，ハタハタ，タチウオ，マス類，ブリ，マハゼ，メバル，サメ類，カジキ類，ウグイ，スケソウダラ	筋肉部
	その他	ウナギ，マアナゴ，ヤツメウナギ	筋肉部（皮を含む）
甲殻類	小型	スジエビ	全体
	中・大型	ガザミ，ケガニ，クルマエビ，ベニズワイガニ，ホッコクアカエビ，テナガエビ	筋肉部(エビ背ワタを含む) ミソについては内臓として別途分析
イカ・タコ類	小型	イイダコ	全体
	中・大型	コウイカ，スルメイカ，マダコ	可食部（内臓を除く）
貝類	二枚貝	シジミ，マガキ，アカガイ，ハマグリ，アサリ	殻を除く全て
		ホタテガイ	殻，ウロを除く全て ウロは別途分析
	巻貝	サザエ(注1)，アワビ(注1)，アカニシ(注2)，	注1 殻，内臓を除く全て 内臓は別途分析 注2 殻を除く全て(内臓を含む)
棘皮動物		ウニ（注3），ナマコ（注4）	注3. 可食部（生殖巣） 注4 可食部（内臓除く）

塩辛の試料の採取及び分析方法

1. 食品名

塩辛

2. 試料採取の方法

試料は小売店から2002年度に入手した。

3. 分析前の試料調整の方法

容器に入っている塩辛全てを取り出し、フードカッターで均一になるようにペースト状に細かくした後、試料とした。

4. 分析方法

分析方法は、別添のフロー図に示される。分析方法の精度管理は、外部精度管理証明を含めて行われている。要求があれば、精度管理に関する情報の提供は可能である。

分析の手順

玄米

試料 10 g

灰化

加熱して灰化する。



放冷

硝酸 5 ml

過酸化水素水 5 ml



加熱分解

塩酸 10 ml



分液ロートに移す

飽和硫酸アンモニウム水溶液 10 ml

B P B 指示薬



pH調整

50%アンモニア水を液の色が青色になるまで加える

2% APDC 水溶液 2 ml

4 - メチル 2 - ペンタノン (メチルイソブチルケトン : M I B K)
10 ml



振とう

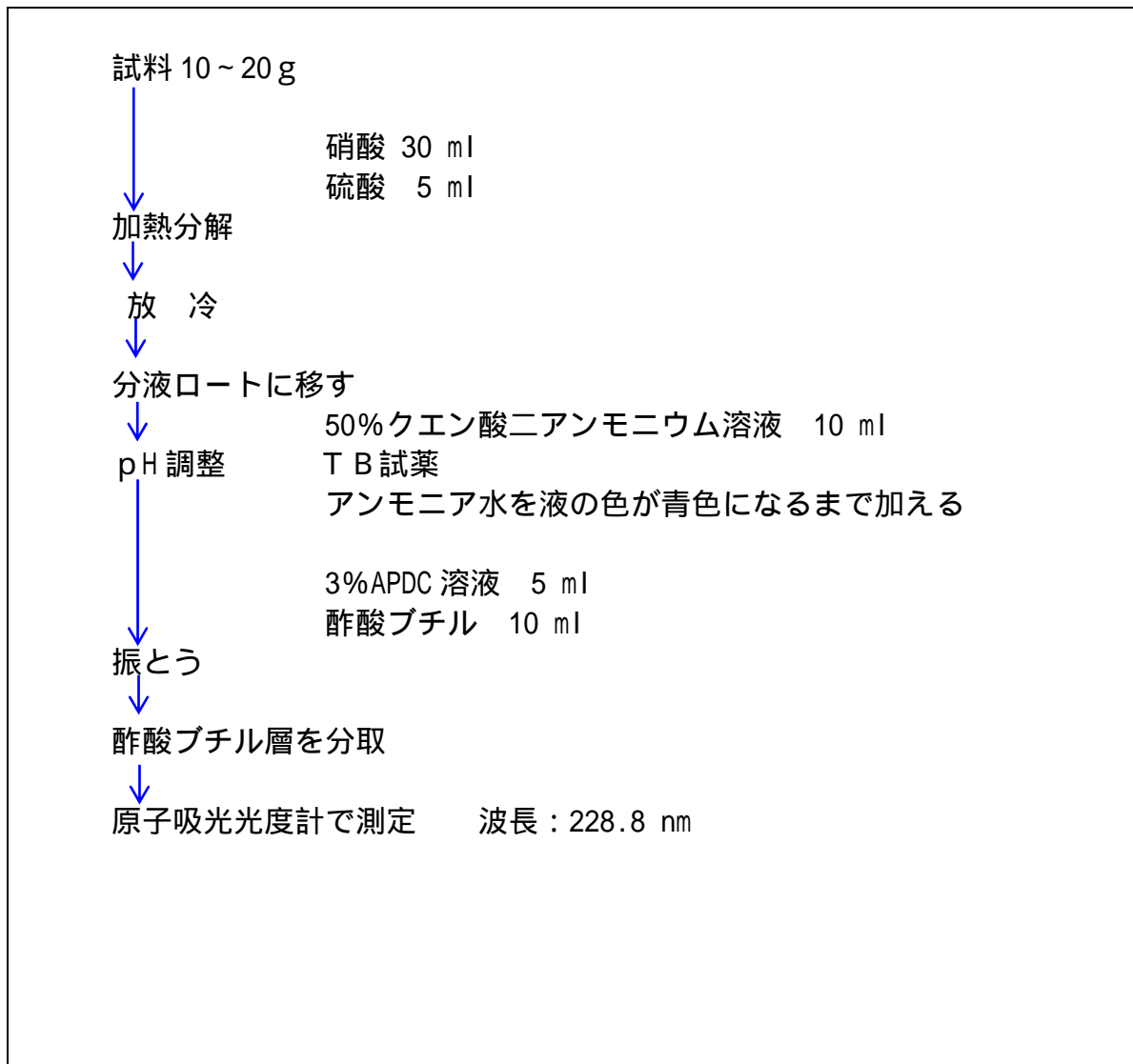


M I B K 層を分取

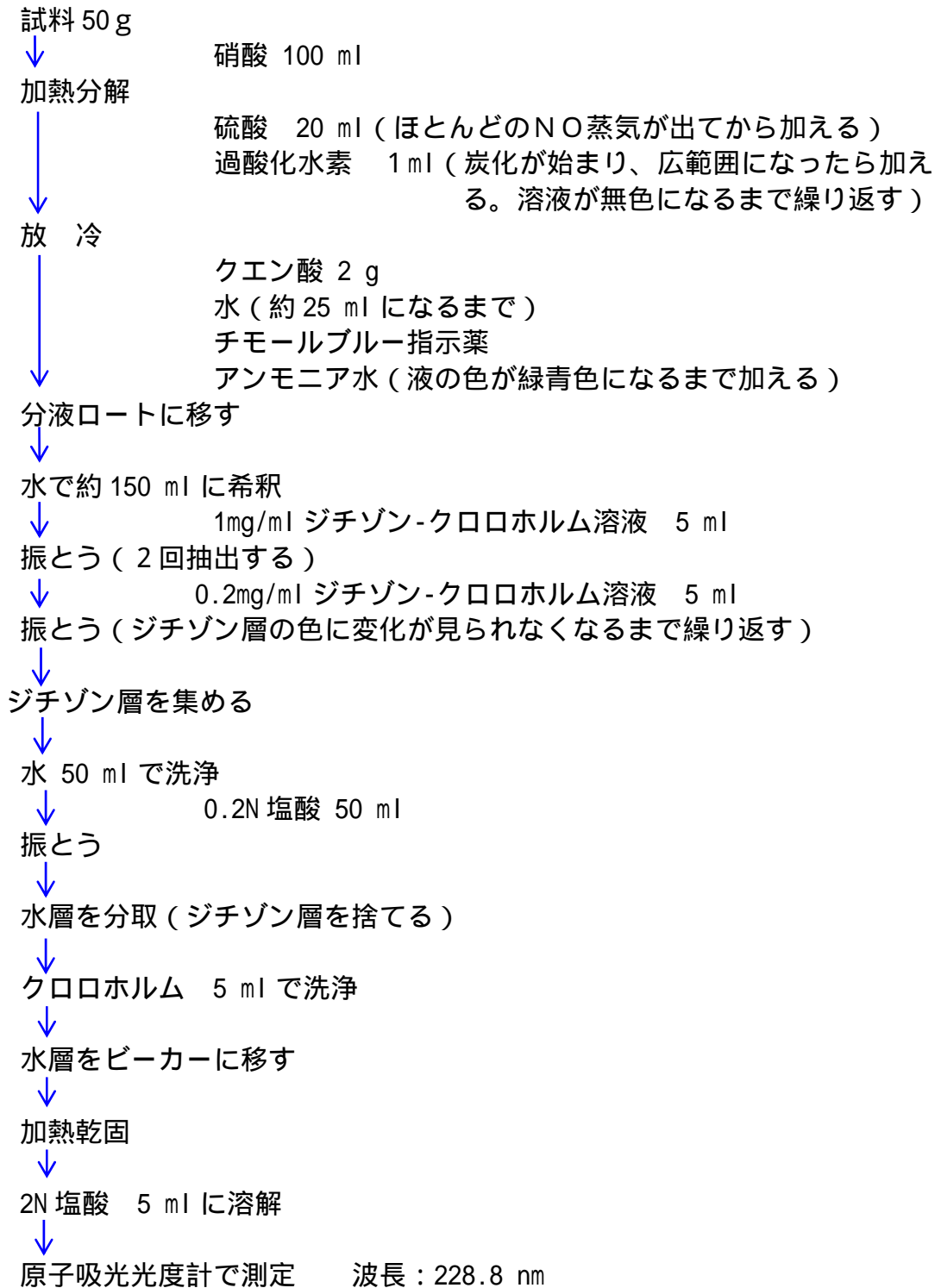


原子吸光光度計で測定 波長 : 228.8 nm

玄米以外の穀類、豆類、収穫前調査で採取した野菜及び果樹



収穫後調査における野菜及び果実



(別添)

分析のフロー

乾燥灰化

均質化した試料 1.0g
硬質一級ガラスビーカー
上から赤外線ランプ
ホットプレート

灰化

約 250℃ に加熱した電気炉
温度を 475 ~ 500℃、完全に灰化するまで加熱
(試料が炎を発生して燃えないように注意)
(灰化が不完全な場合：添加剤として硝酸(1+1) 2 ~ 5ml を
加え、同様に灰化を続け完全に灰化する。)

溶解

水
塩酸 2 ~ 4ml を加え、ホットプレート上で加熱溶解し、
放冷後不溶物が残存する場合にはろ過する。

転溶

メチルイソブチルケトン転溶
200ml 容分液漏斗
プロモチモールブルー試液 2 滴
アンモニア水で中和

5%ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液 5ml
混和、数分間放置
メチルイソブチルケトン 10ml

振とう

メチルイソブチルケトン層

カドミウム測定用試験溶液

定量

(別添)

< 塩辛中のカドミウム分析方法 >

