

あるならば、公定法法としての素質がないことになる。

そこで本研究のなかで輸送方法を検討し、照射をそのまま可能とする容器に入れて試験を実行した。

測定は第一回目の TL を測定した後の重量と第二回目の TL 測定をする前の重量との差とした。その結果を表 C-5 に示す。

平均値は 0.03 ~ 0.1 でほとんどロスがない。信頼のおける方法と考えられるが、さらに改良が必要であるが当面は本法が使用できる。

3-1-6 強熱減量 2

第二回目の TL を測定する間に試料量が減少するか、あるいは吸湿等により重量が増えるのか確かめた。結果を表 C-6 に示す。平均値で見ると 0.03 ~ 0.01 でほとんど天秤の測定誤差の範囲であった。

しかし、赤唐辛子とパプリカのように同一の一機関における試料に問題があつて大きな数字を与えているので、おしなべて見ても、この時点での重量の増減はないと見ることができる。

微少な重量測定には熟練が必要である点は誰の目にも明らかだ。

3-1-7 最終重量

第 2 TL 測定後の試料重量を測定し、これを最終重量とした。これは第 2 TL を単位重量あたりに換算するために必要な操作である。各香辛料の平均は 0.77 ~ 1.28 と試験法案の要求を満たしている。(表 C-7) 最小量は黒胡椒の 0.16mg とパプリカの 0.11mg で 例によって特定機関の結果が反映している。しかし、この重量であっても、結果的に正しい判断ができたので、ここまでの重量ならば、その結果を採用せよとの要求が当該機関から出されているが、肉眼であるかない

表 C-6 強熱減量 2

強熱減量 2 (mg)	ターメリック	黒胡椒	赤唐辛子	オレガノ	パプリカ
n	53	54	54	54	54
X	0.03	0.02	0.01	0.03	0.01
σ	0.06	0.02	0.12	0.04	0.14
Max	0.42	0.07	0.38	0.24	0.22
Min	-0.03	-0.06	-0.74	-0.04	-0.98
R	0.45	0.13	1.12	0.28	1.20

表 C-7 最終重量

最終重量 (mg)	ターメリック	黒胡椒	赤唐辛子	オレガノ	パプリカ
n	53	54	54	54	54
X	0.77	0.94	1.09	1.28	1.16
σ	0.25	0.28	0.38	0.64	0.37
Max	1.24	1.64	2.44	4.82	2.26
Min	0.33	0.16	0.32	0.55	0.11
R	0.91	1.48	2.12	4.27	2.15

かわからない位の量では、その鉍物の発光を測定したかどうかかわからないのでこの要求は今後の問題としておきたい。

3-2 TL測定後のバックグラウンド

試料皿だけでも高温加熱することにより発光する。試料を測定するのと同じ条件で昇温をして、そのときの発光量をバックグラウンドとした。(表C-8、9)

測定器は3カ所に設置された異なる機体(ここではA,B,Cと呼ぶことにする)を用いた。A,Bは最近購入したもので、比較的新しい機体であるが、Cは5年以上使用した器械である。A,Bの機体は低いバックグラウンドを示しており、運転状況により、10°C前後の変動はあったが、試験期間中は安定してした。

高いバックグラウンドを示しているの

は、このCの機体で、A,Bのおよそ2倍くらいの強度を示した。Cの機器の調整不良と考えられるが、その機械の直線性等に問題はないようで、是正処置は執られず、バックグラウンドを差し引くことで、他の機関との整合性を保った。

今後TL装置を校正のための標準品等を準備する必要がある。

3-3 T2の範囲

標準線量を照射したときの発光を測定したもので、本来なら、鉍物質の種類や大きさなどの影響を受けるとされているが、表C-10に示すように試料による大きな差はなくいずれも165°Cから215°Cの範囲に収まっていた。標準偏差も5~6°Cであるから読み取り誤差を考えるとほぼ一定と考えられ、T2の温度は試料にほとんど依存しないことがわかった。

表C-8 TL1のバックグラウンド

B1	ターメリック	黒胡椒	赤唐辛子	オレガノ	パプリカ
n	53	54	54	54	54
X	92	92	94	95	95
σ	23	31	34	32	34
Max	175	189	199	193	202
Min	63	68	66	63	67
R	113	121	133	130	136

表C-9 TL2のバックグラウンド

B2	ターメリック	黒胡椒	赤唐辛子	オレガノ	パプリカ
n	53	54	54	54	54
X	90	91	94	93	97
σ	33	33	32	33	30
Max	197	191	203	198	200
Min	57	66	73	57	67
R	139	125	131	140	133

表C-10 TL測定後の発光極大温度 T2

T2 温度	ターメリック	黒胡椒	赤唐辛子	オレガノ	パプリカ
n	53	54	54	54	54
X	183	187	175	191	184
σ	6	6	6	5	5
Max	199	200	192	214	191
Min	172	170	166	180	171
R	27	30	26	34	20

赤唐辛子の平均値が低いのは機体Cを用いて0.3kGyの試料を測定したデータが、160°C台の極大温度を報告したためである。このCの機体は他の香辛料を測定したときは特に他の機関と異なった報告を行っていないので、このときだけ問題があったのかもしれない。いずれにしてもCの機体は安定して作動していない可能性がある。

このような問題が起きないように、AとBとは標準岩石を用いて温度校正を行い、極大温度とその面積に大きな差がないことを確かめた。

Cについては、メーカーの修理直後なので、最近補正されており、さらに補正の必要性がないとの立場のようだ。

3-4 TL1の発光量 (G1)

抽出鉱物を50°C、16時間処理の後第一回目のTLを測定するが、これを鉱物重量で割り、単位重量あたりの発光量にして全データをプロットしたのが図C-35である。発光量は照射線量とは基本的には無関係である。

同じ1kGyの照射量でも香辛料の種類が異なると全く異なった発光量を示した。

しかし、条件をある程度そろえると線量との関係がある場合がある。まず、非照射の香辛料ではいずれのものも全く発光が見られず、線量との関係は明白である。さらに、同じロットの香辛料だと、非照射、0.3kGy、1kGyの順に発光量が増大する傾向があり、線量との関係が全くないわけではない。

このため、定量性を持たせるために様々な取り組みが行われたが、結局うまく行かず現在の形に落ち着いたようだ。

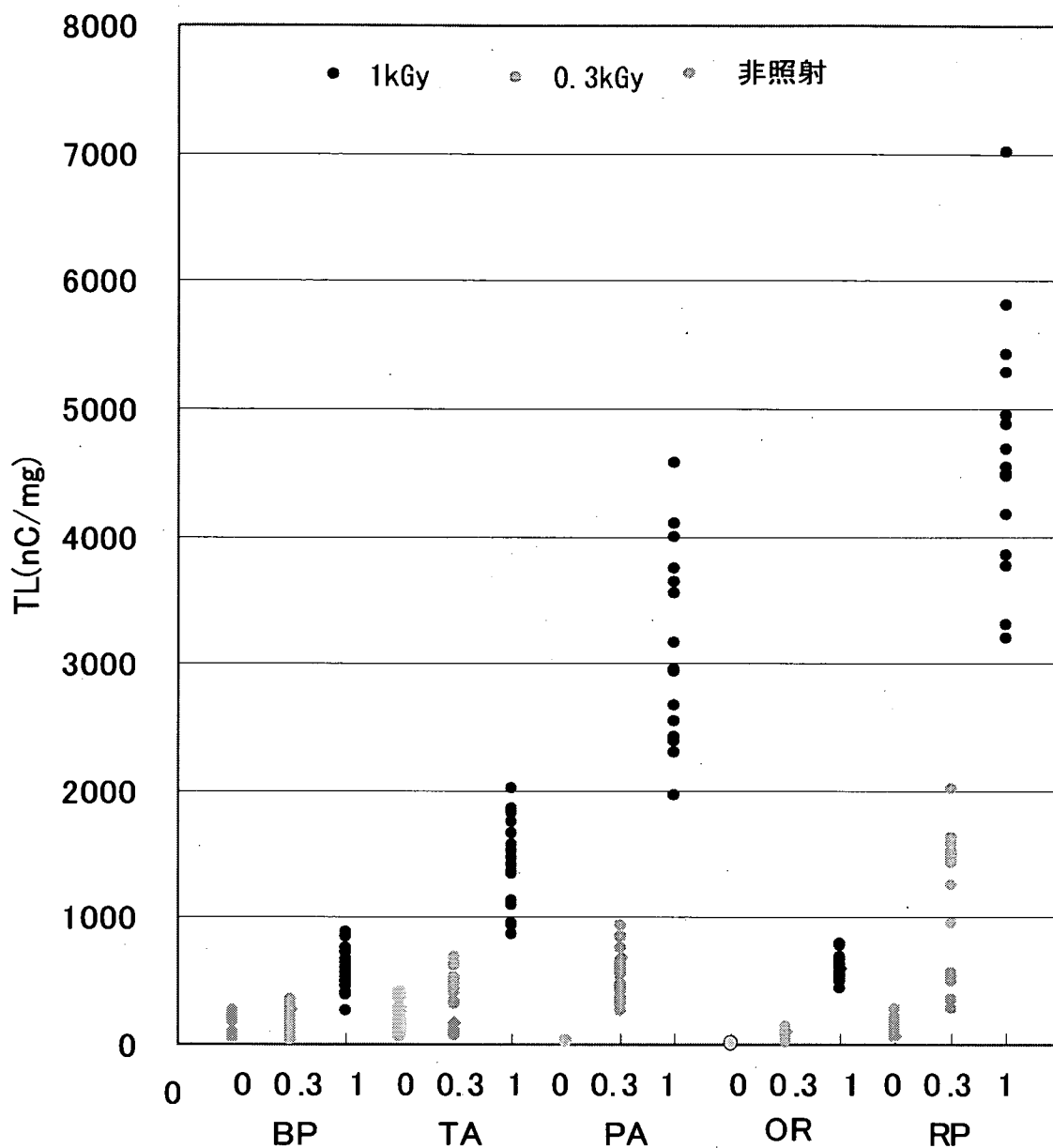
G1の発光量だけをもって、非照射・照射の判定は困難であることが、確認された。

この図から、発光量の多いものはばらつきが大きく、安定しないことがわかる。このことは、川砂などを照射して調べた結果と一致している。メッシュをそろえる必要があるのはこのようなばらつきを抑えるためであるといわれている。125 μ mで適切か再検討の余地があるかもしれない。

3-5 T1の値

第一発光を測定し、その発光曲線上の極大時の温度をT1とした。このT1をもとに、照射非照射の区別が可能である。

図C-36は今回調べた269検体につ



図C-35 GIの発光量

いてのT1についてのプロットである。極大を持たないものについては490°Cとしてプロットした。この図からもわかるように220°Cを境に明確に照射非照射は区別された。

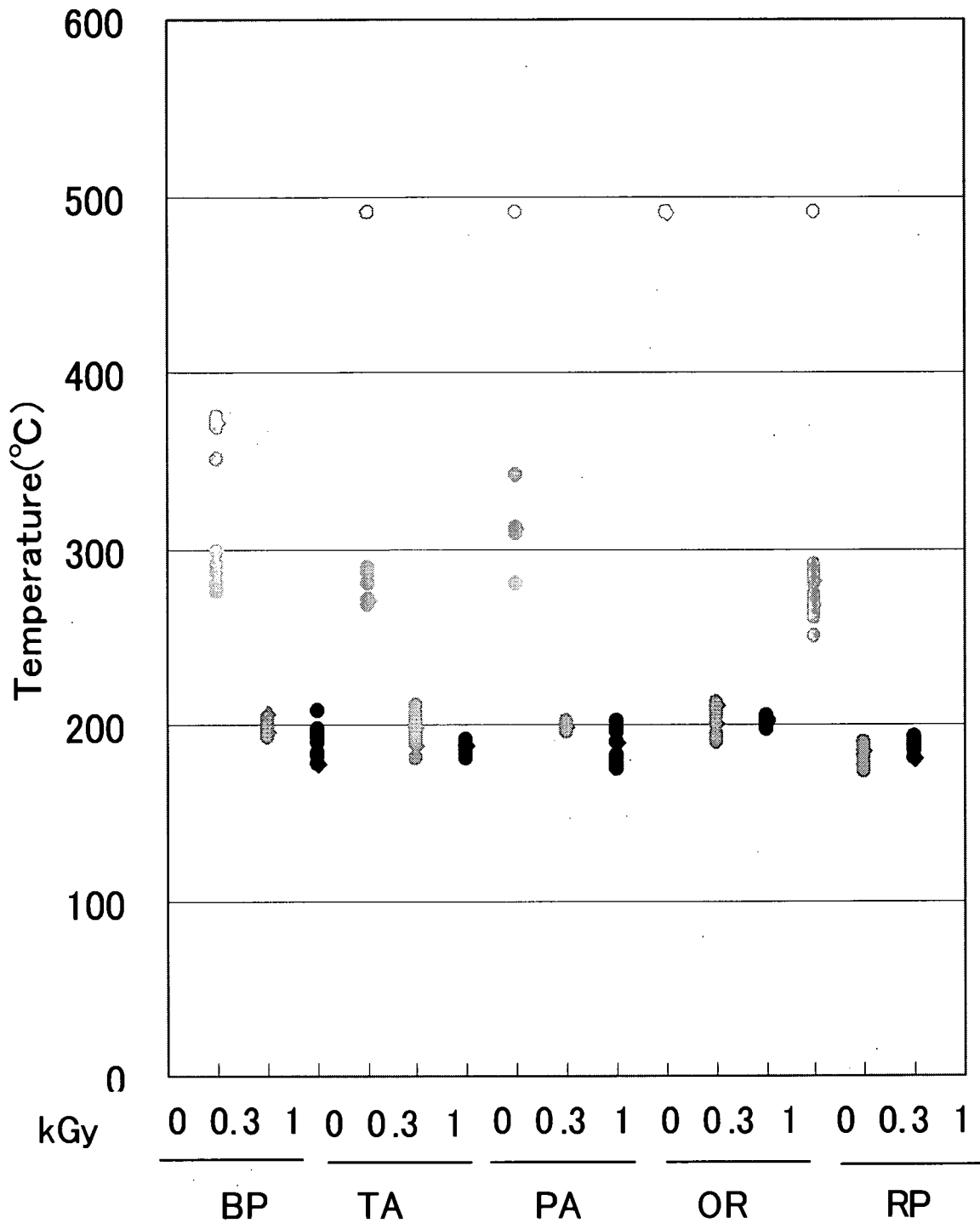
この判定方法の問題点は発光極大に位置を決める方法が現在では主観的な点にある。客観的な方法を決めてそれを用いて発光極大の決定を行い、そのときの温

度を求める必要がある。

また、極大発光を測定可能とする発光曲線のS/N比をどれ位とすればよいかを決めておく必要があるだろう。

S/Nを3とすれば、0.5 k Gy相当のTL発光曲線を参考にすることが考えられる。

さらに、極大が複数ある場合どのように判断すれば良いか基準を定めることが



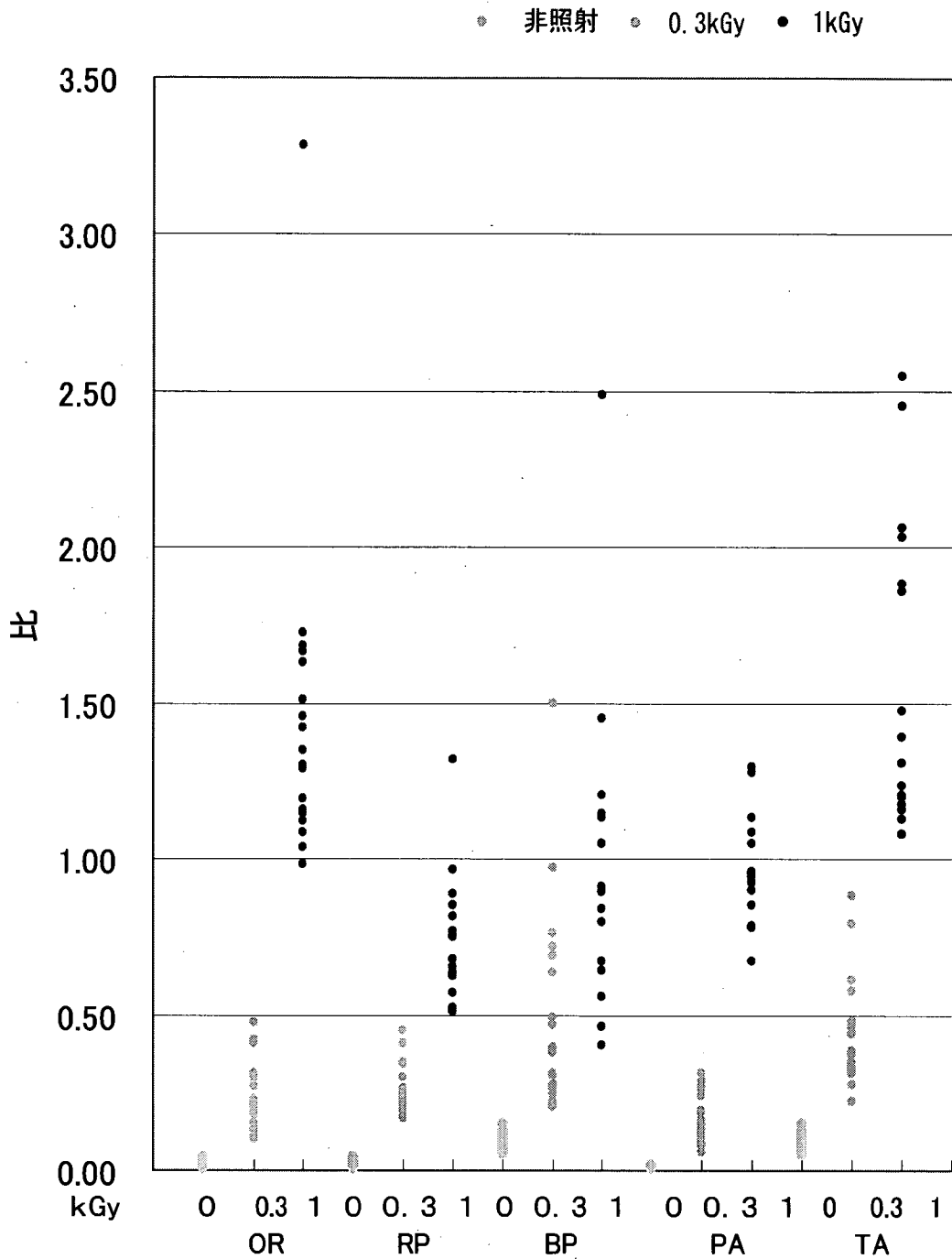
図C-36 T1の全プロット

困難である。

このような事情からT1の温度だけで判定を行うのは難しいだろうが、有力な決め手の一つであろう。

6 TL比

最初に本法を考え出した人々は、この比で照射の有無を判断することにした。そして、その判断基準は0.1以上で照射それ以下では非照射とした。本研究で



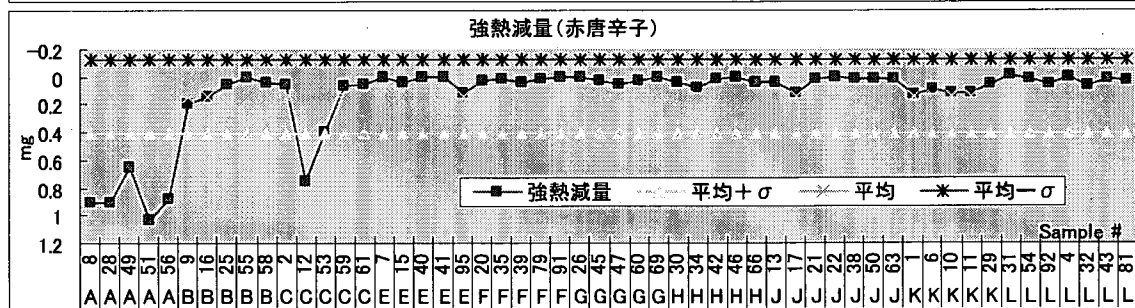
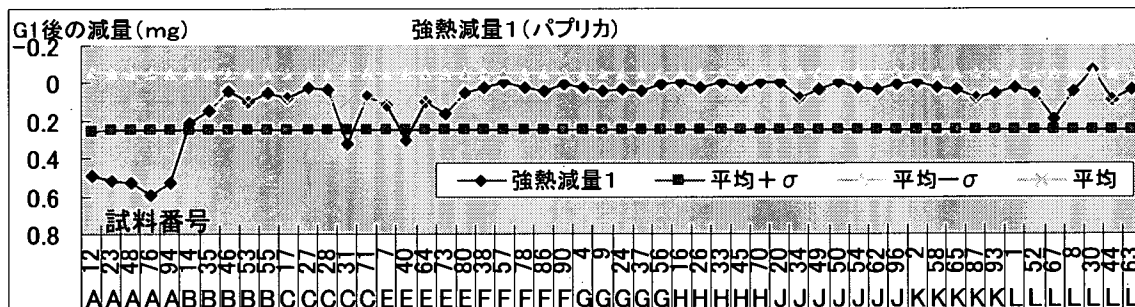
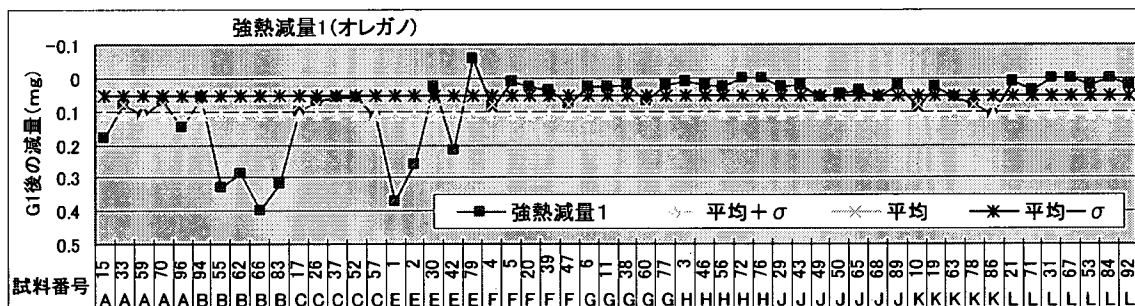
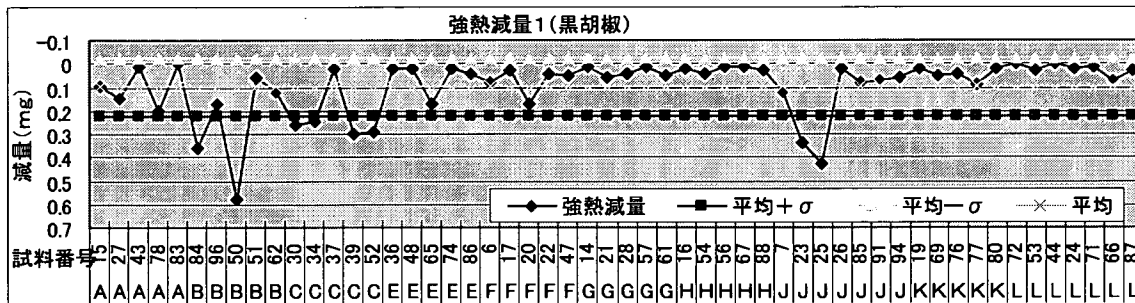
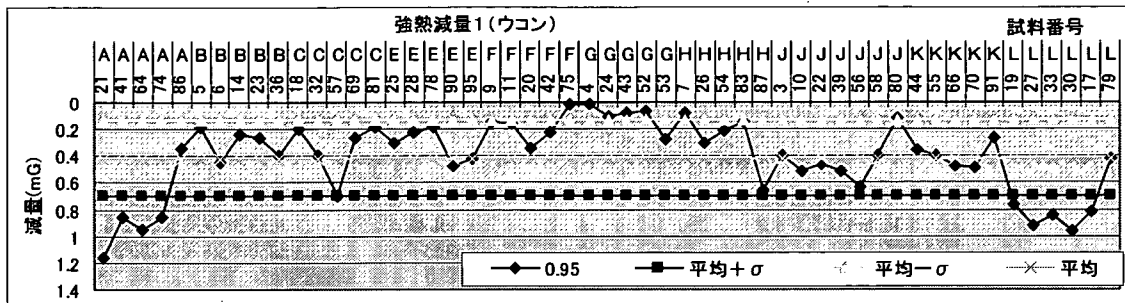
図C-37 TL比

調べた全TL比をプロットした(図C-37)。

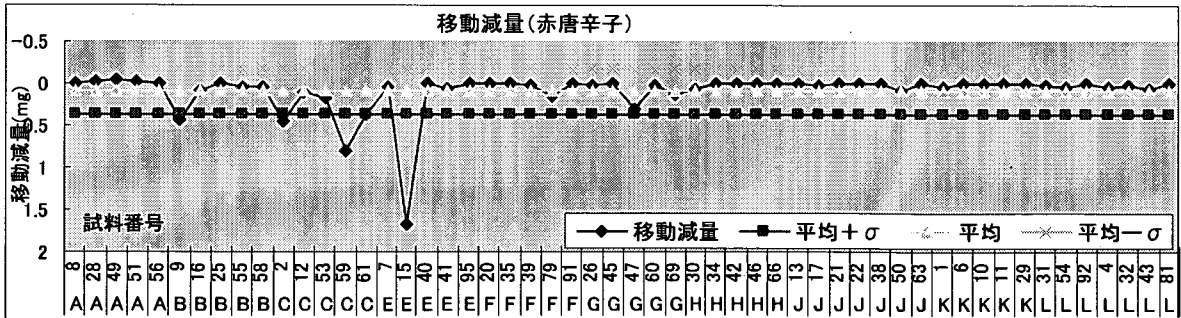
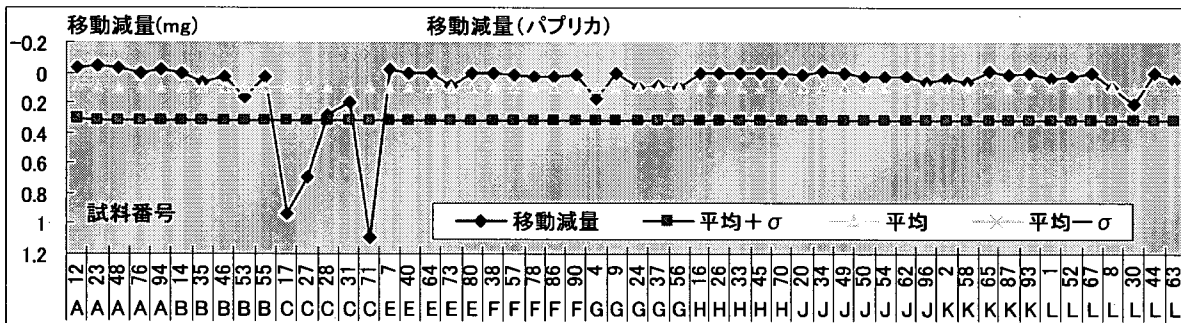
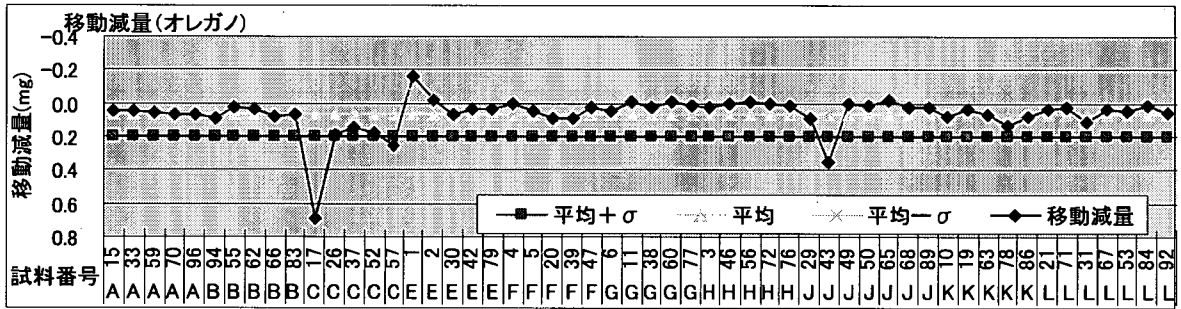
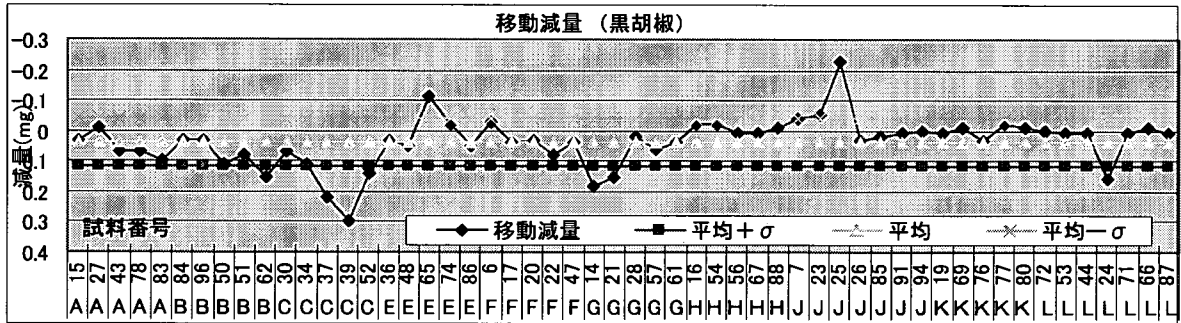
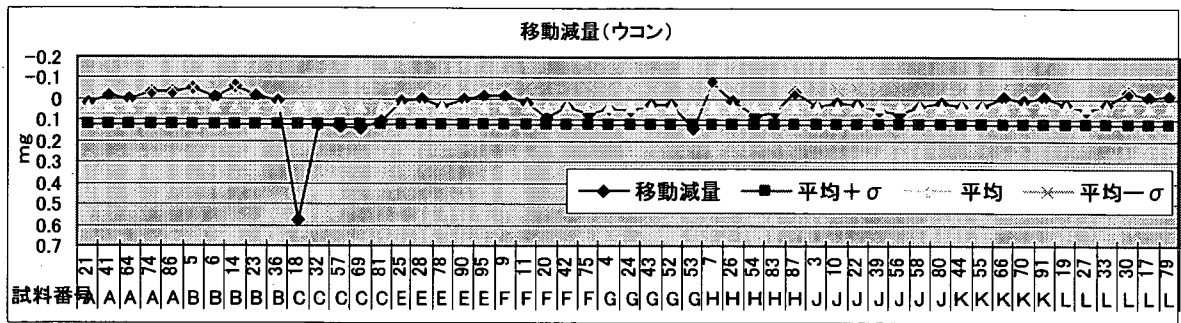
この基準で今回の結果を判断すると赤唐辛子については非照射の試料については0.1未満で、0.3kGy以上の試料についてTLは0.1以上であったので、照射・

非照射の判断が機械的にできた。

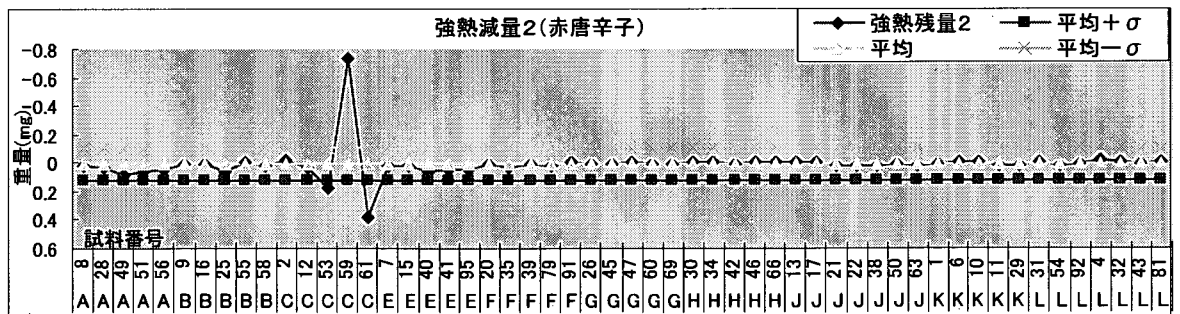
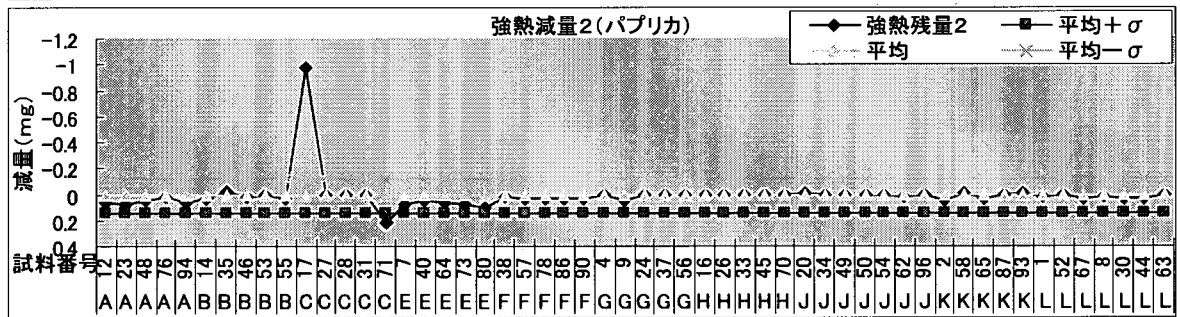
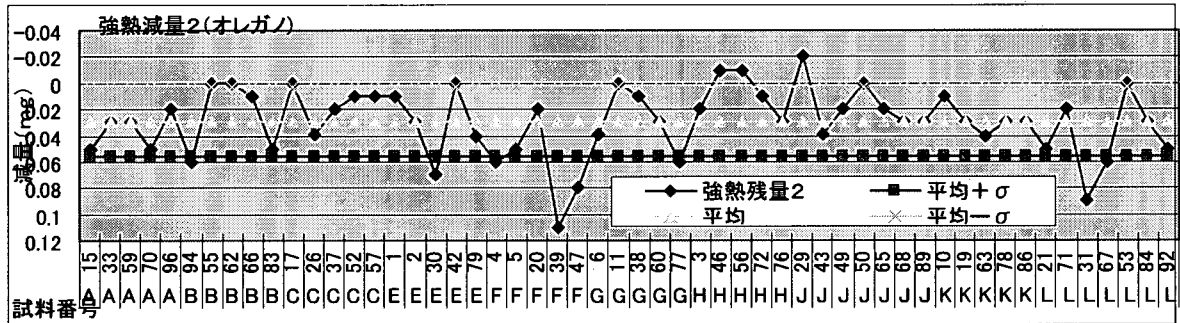
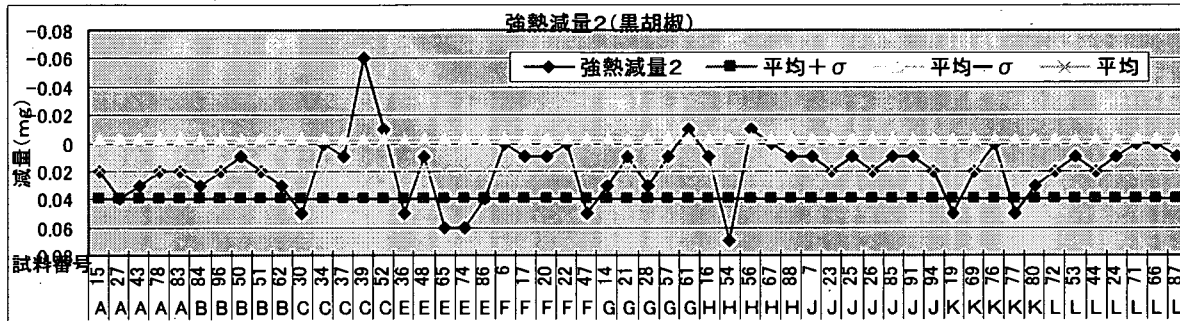
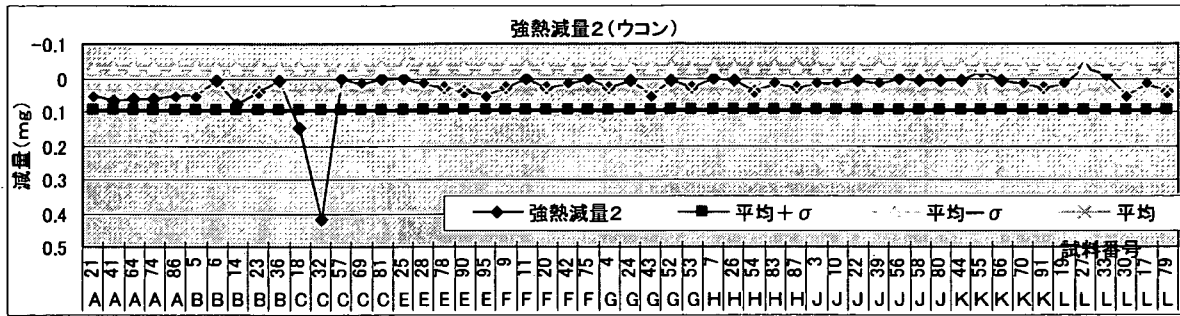
しかし、それ以外の黒胡椒、パプリカ、ターメリックはTL比からでは判断できなかった。黒胡椒とターメリックは非照射の試料のTL比が0.1を超えたものがあり、正しく非照射を判別できず、誤り



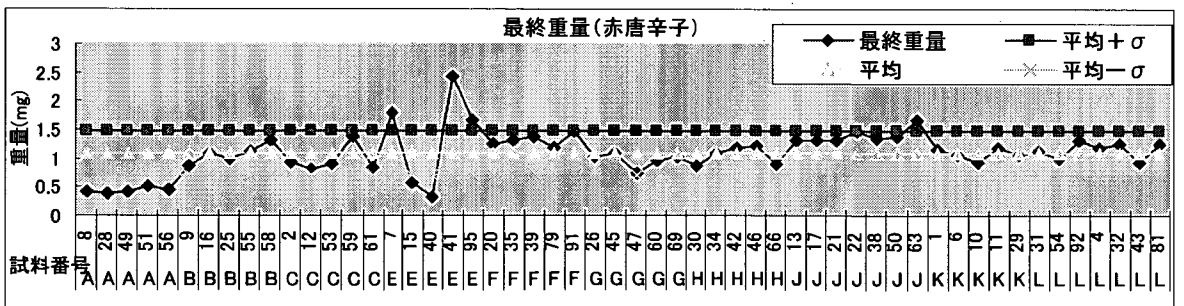
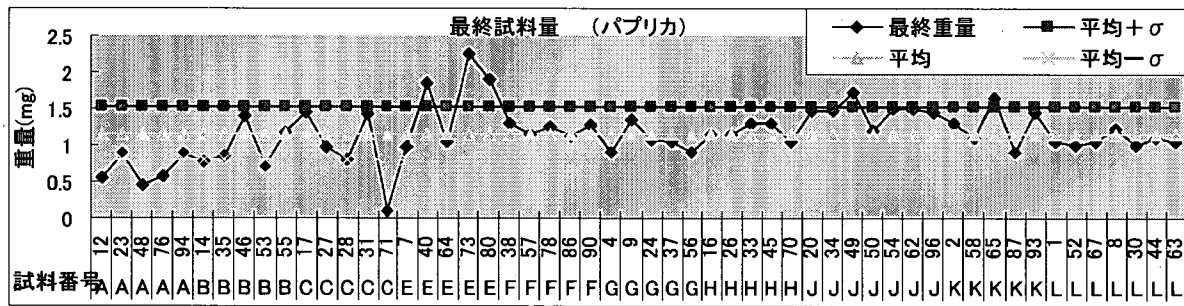
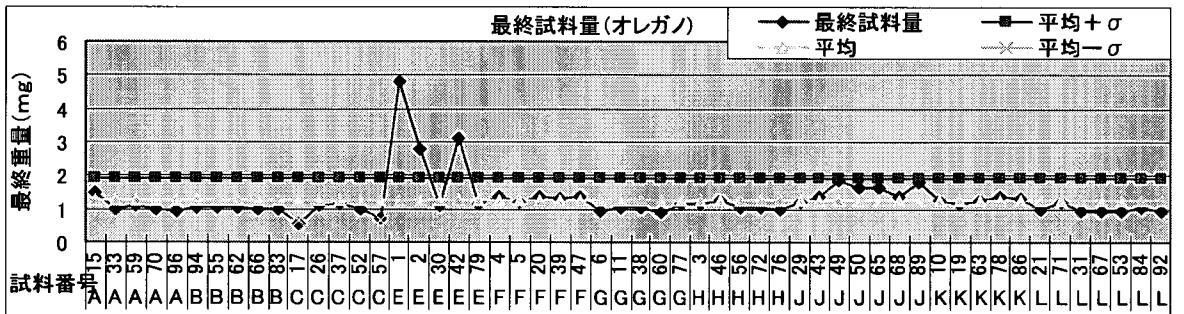
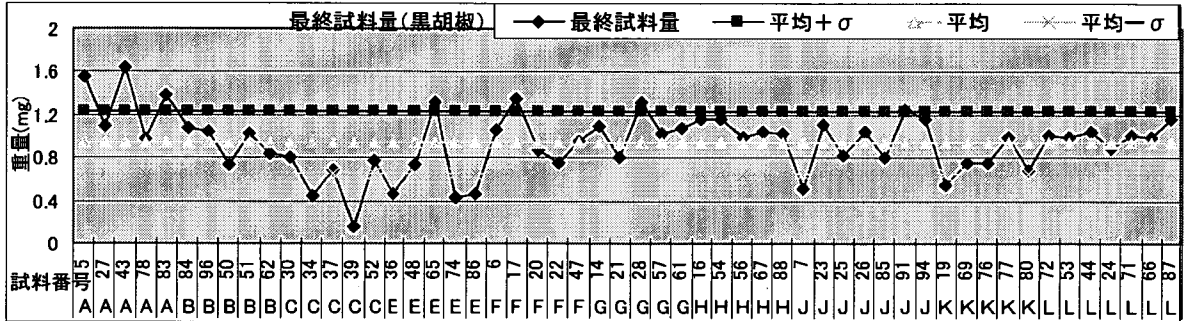
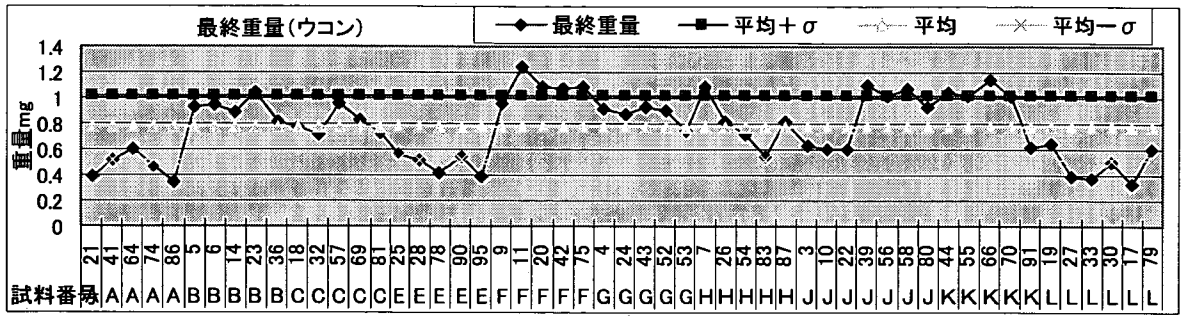
図C-40 強熱減量1



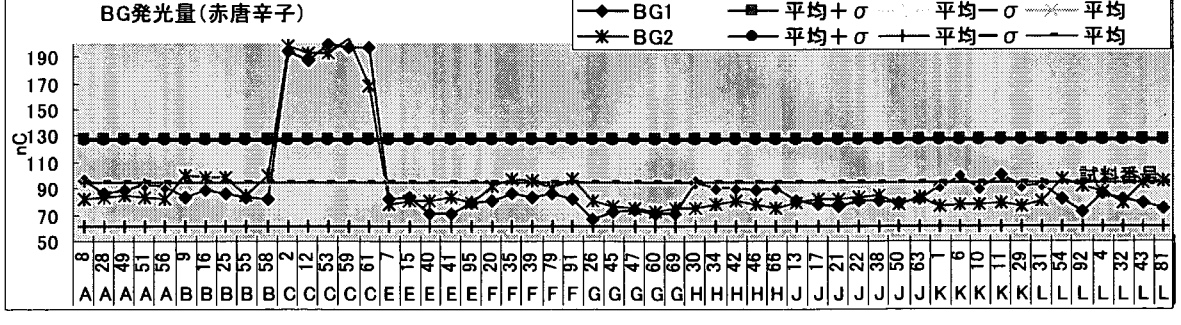
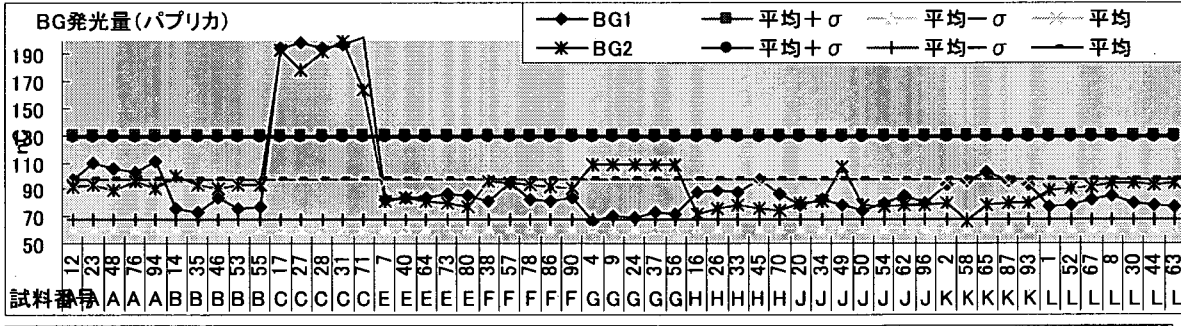
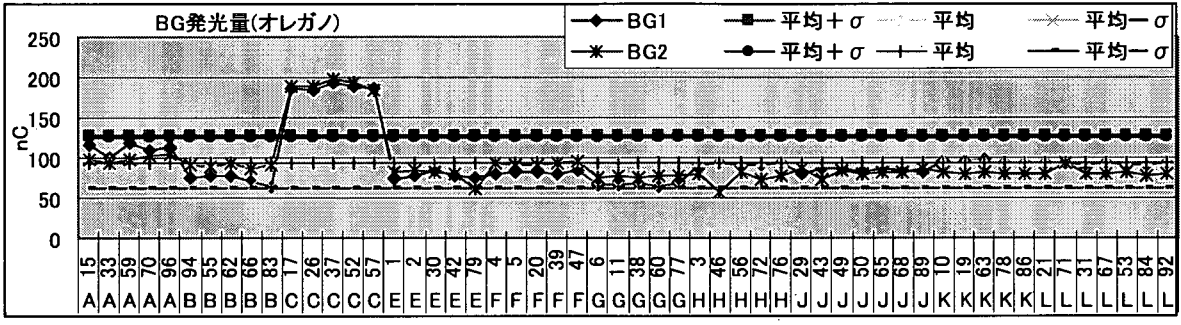
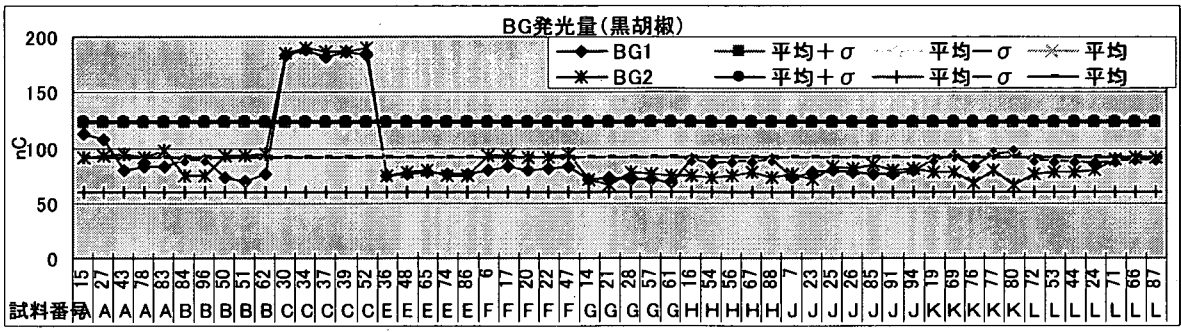
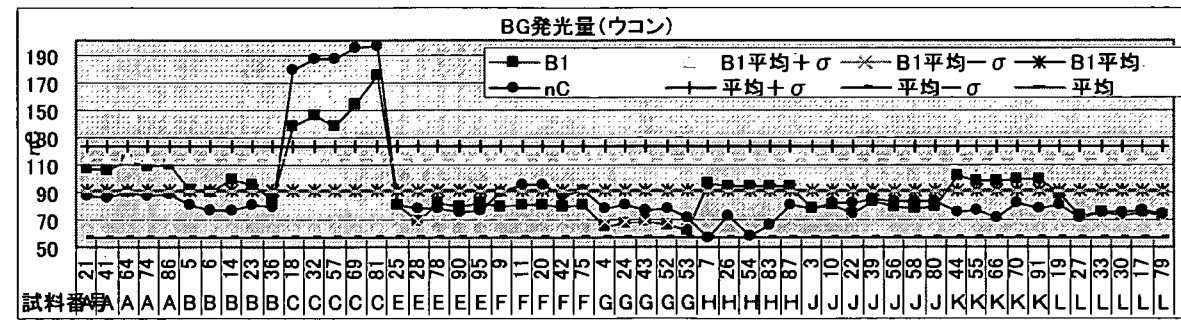
図C-41 移動減量



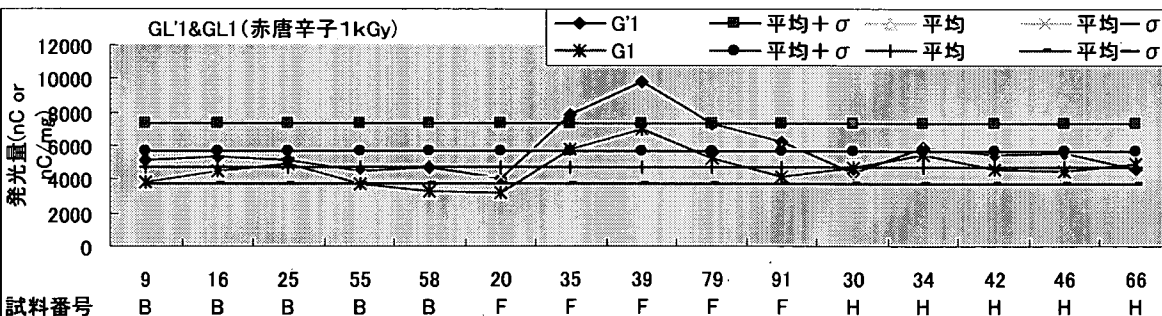
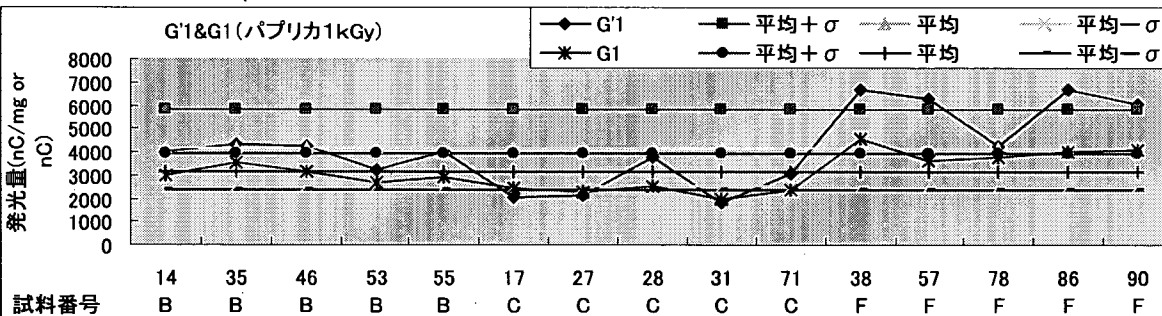
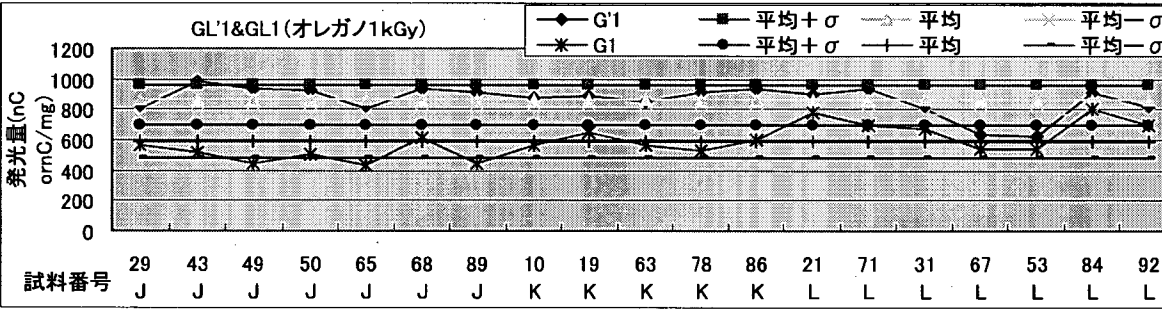
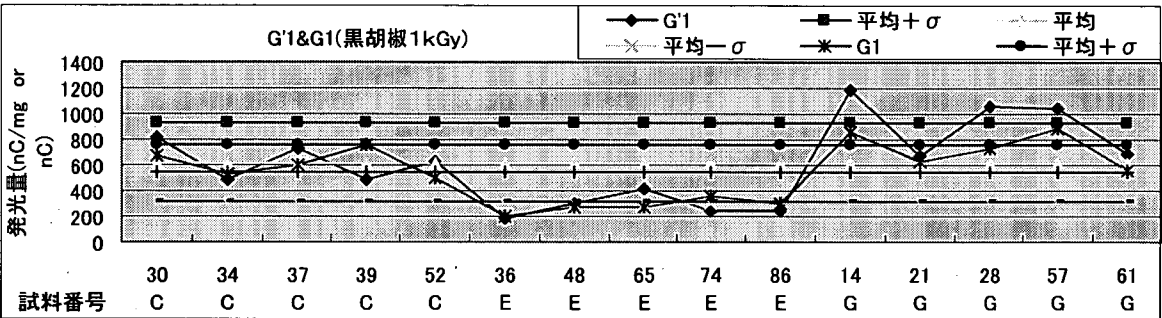
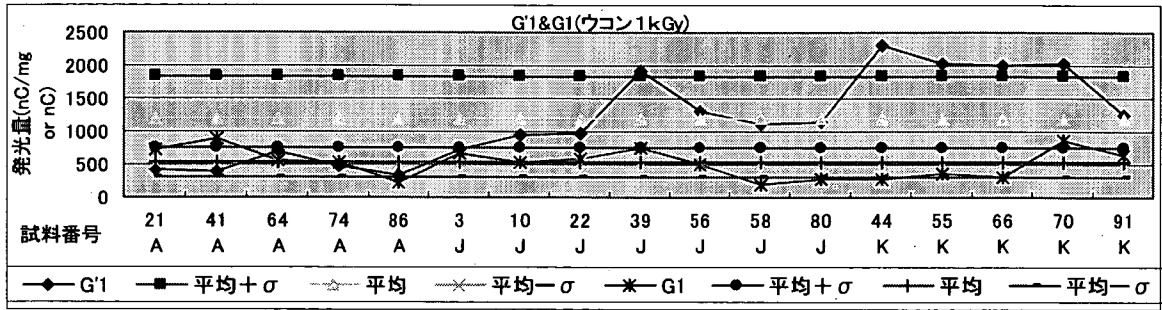
図C-42 強熱減量2



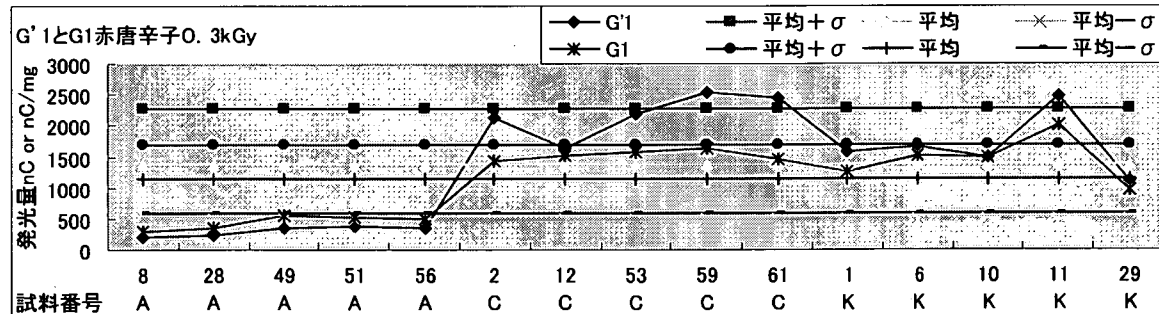
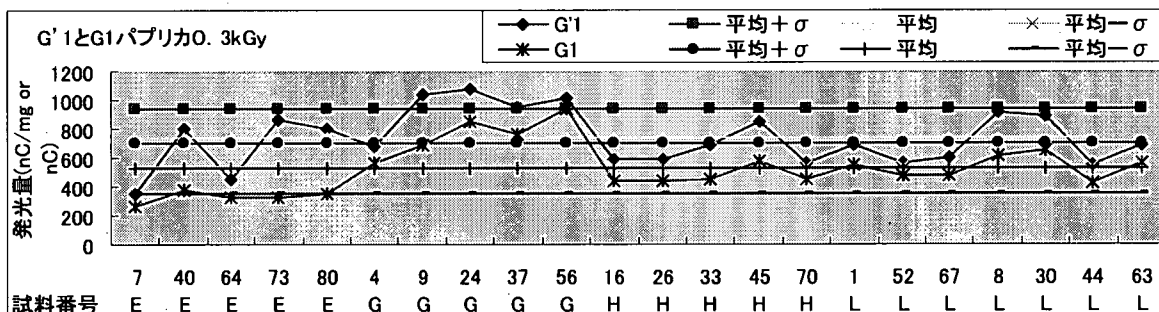
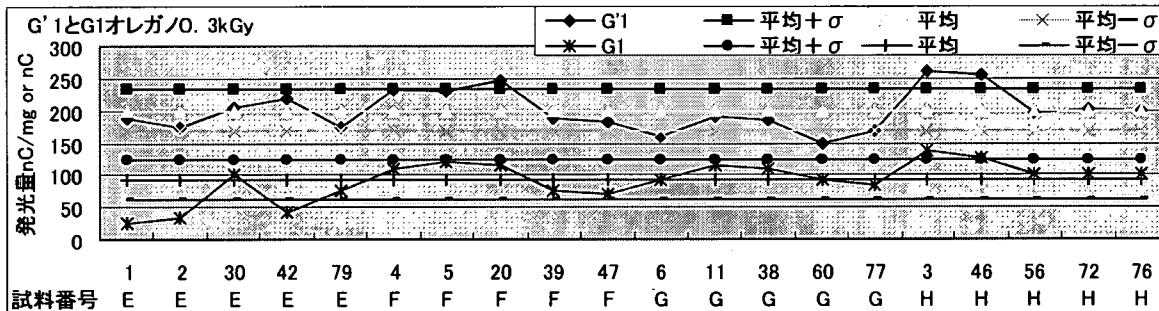
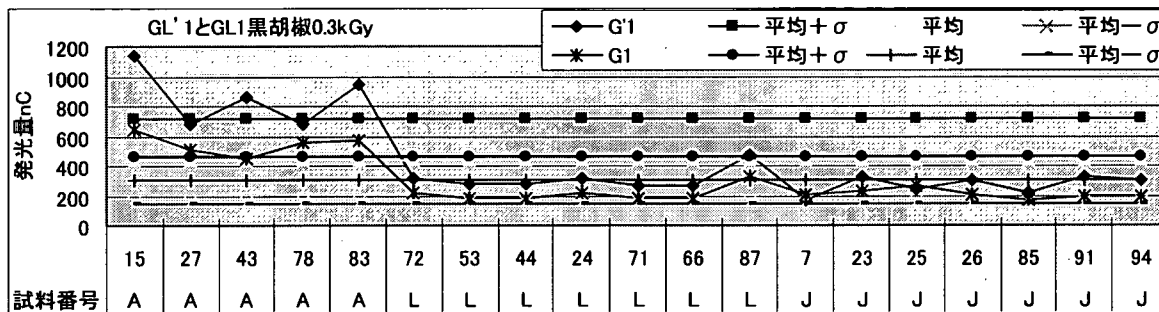
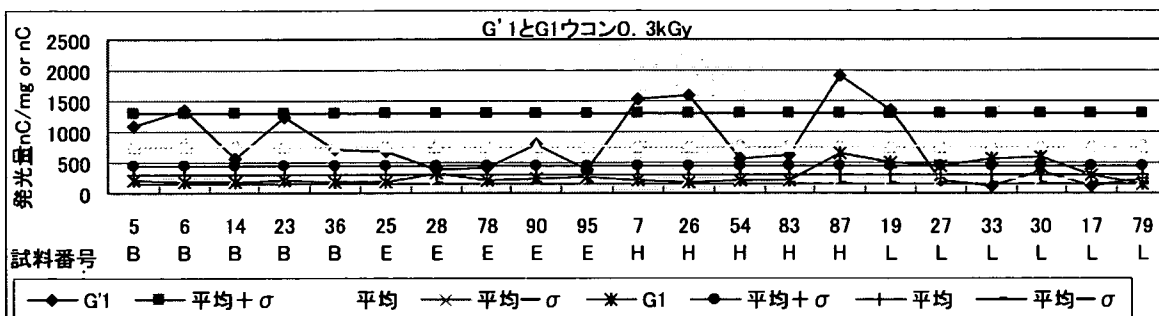
図C-43 最終重量



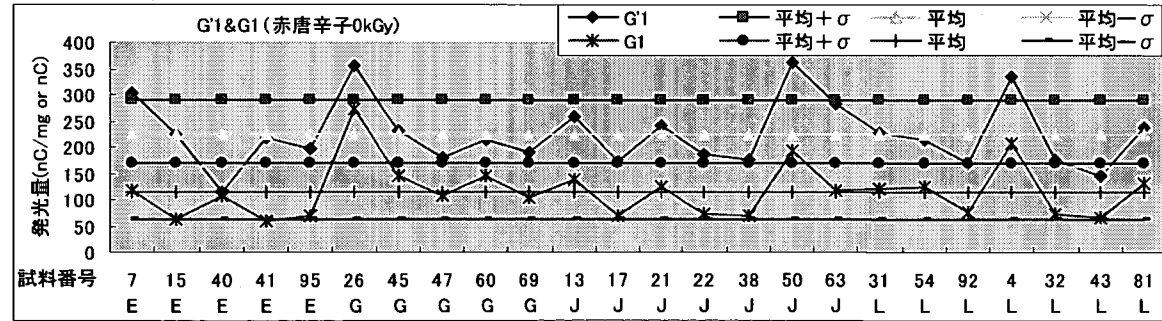
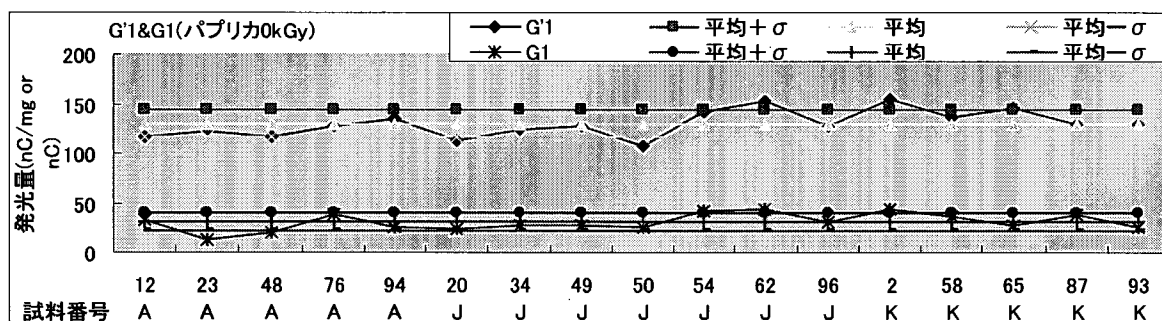
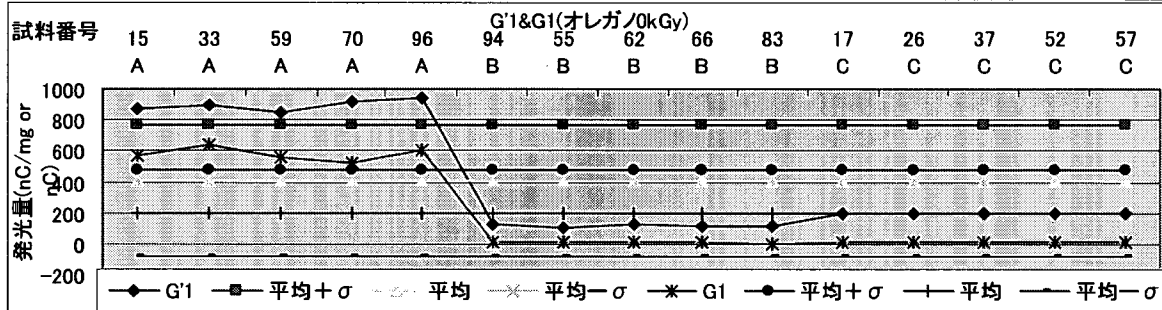
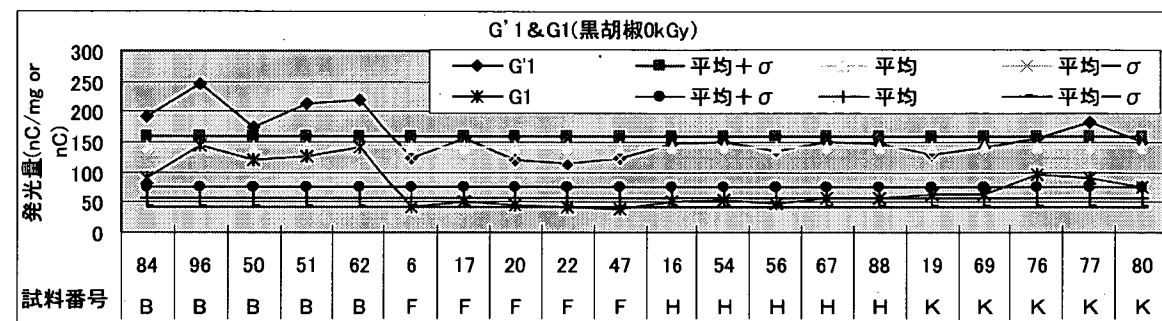
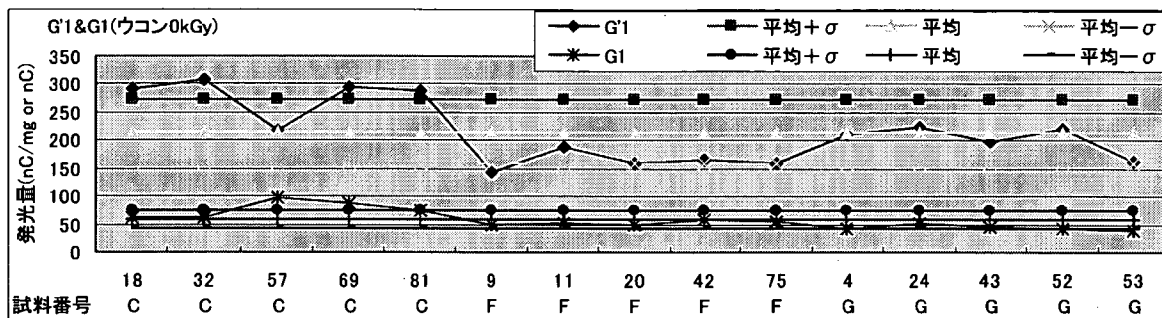
図C-44 BG量



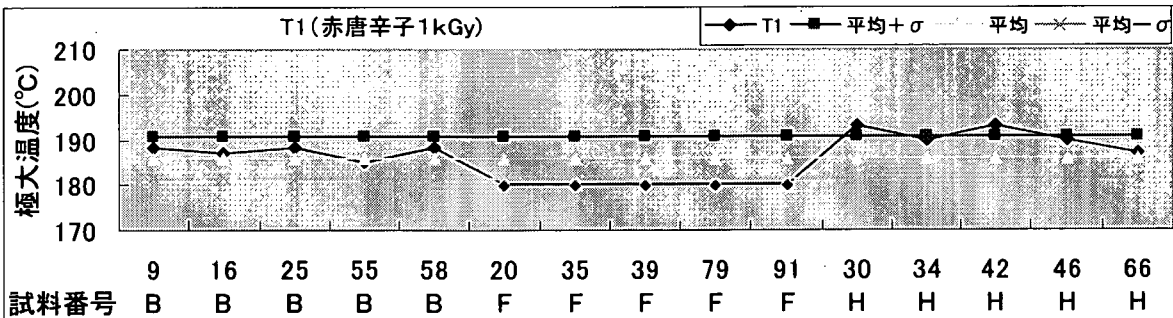
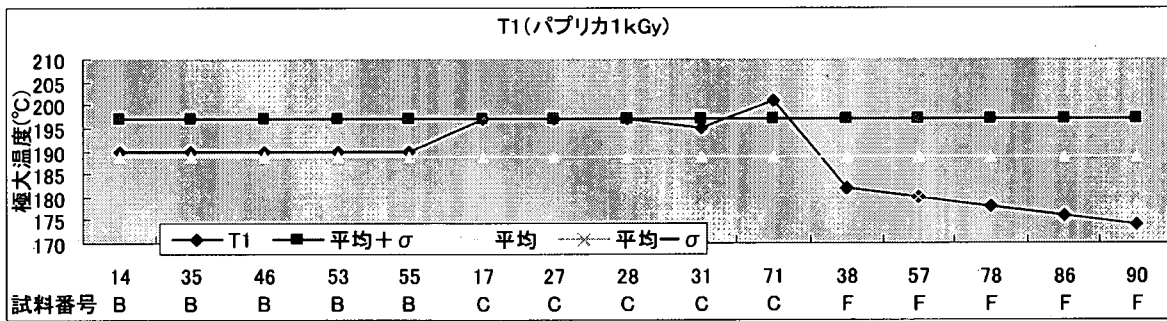
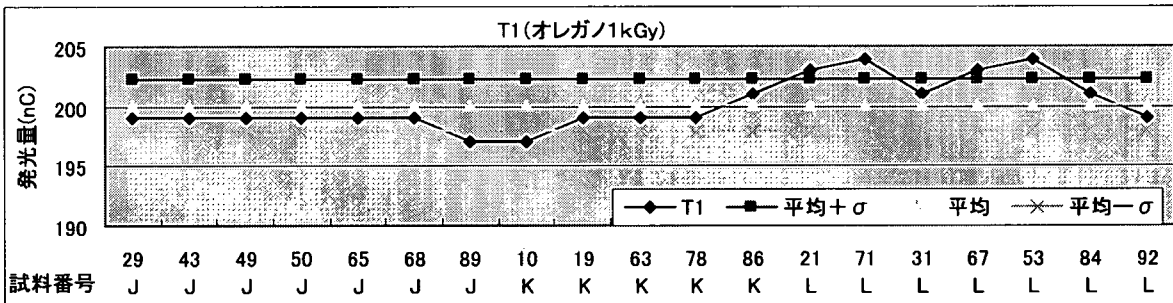
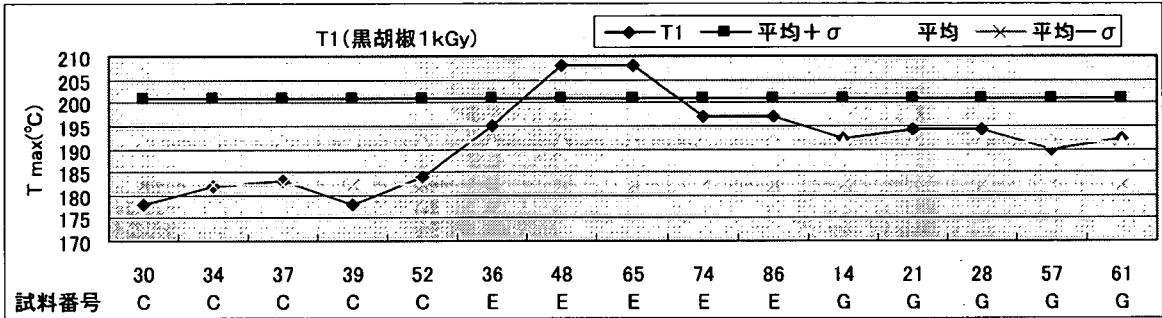
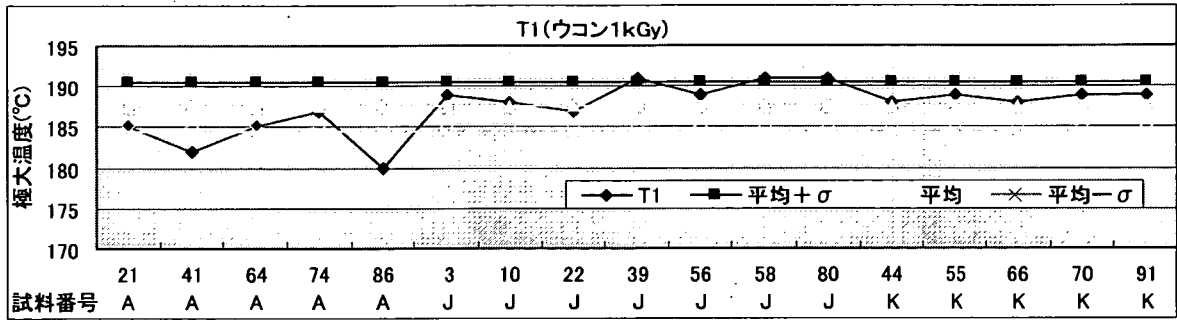
図C-45 1 k Gy の TL1 の発光量 (GL'1 と GL1)



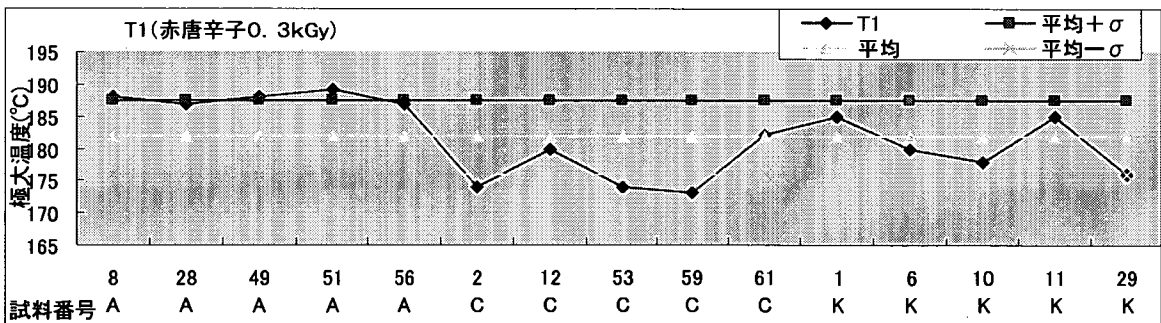
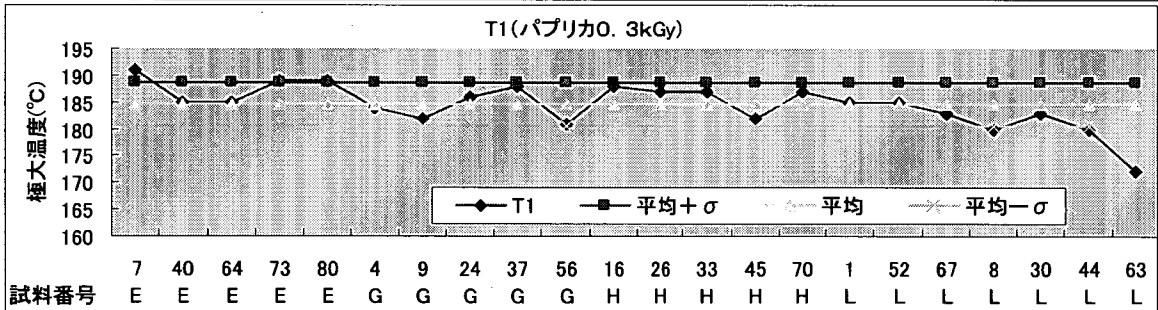
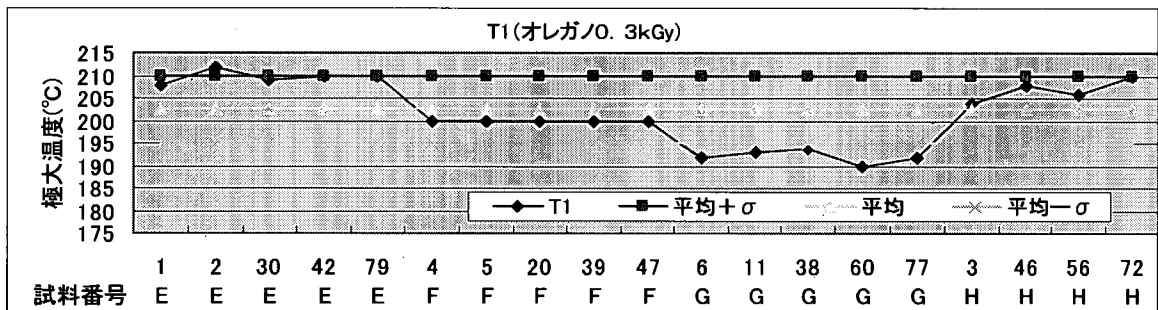
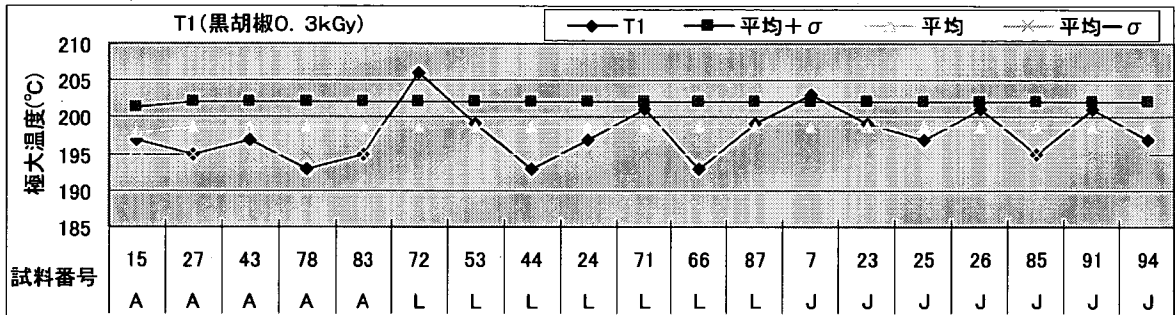
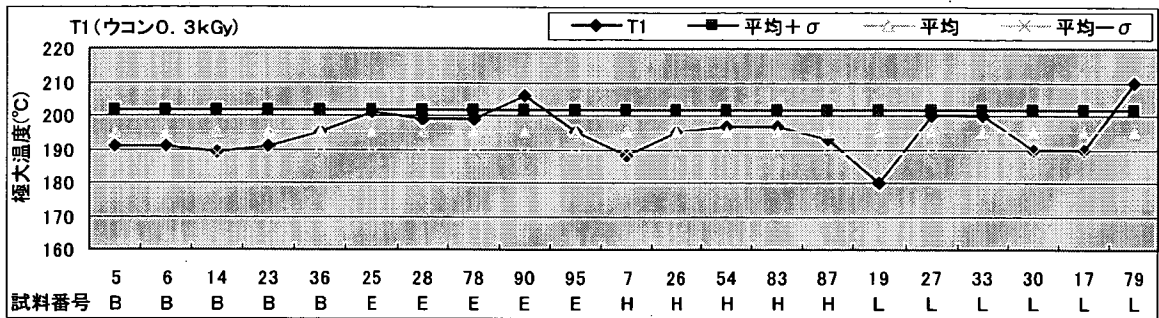
図C-46 0.3kGyのTL1の発光量(G'1とGL1)



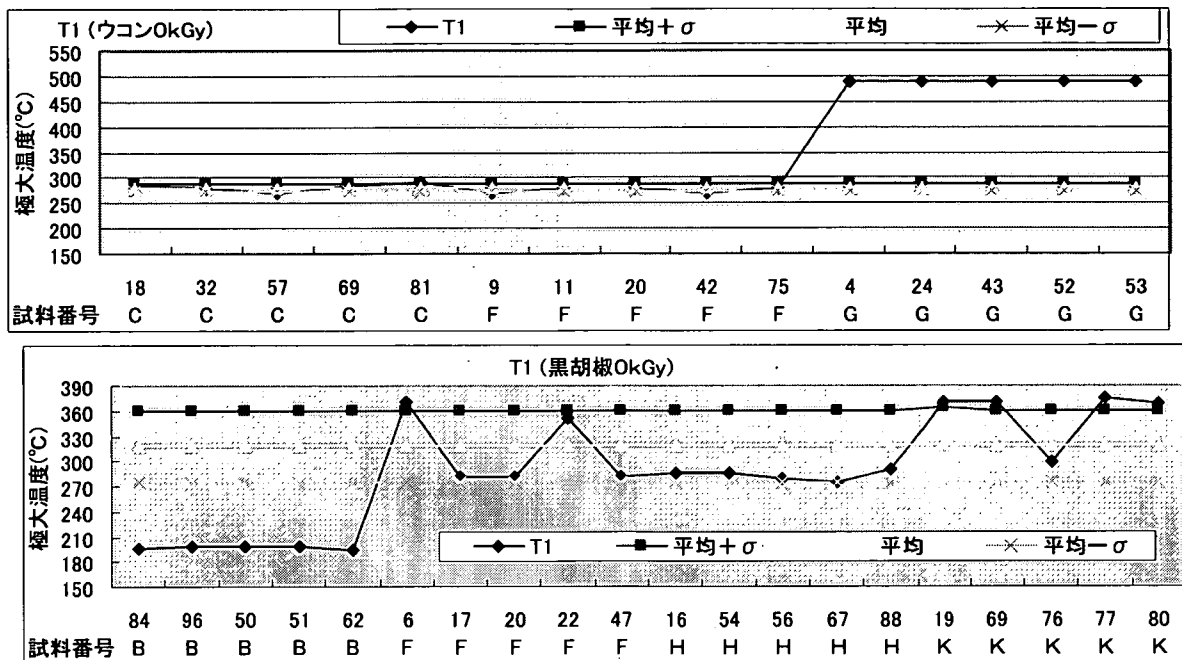
図C-47 非照射の TL 1 の発光量 (G1' と G1)



図C-48 1 k Gy 照射試料の T1



図C-49 0.3 k Gy 照射試料のT1



図C-50 0 k Gy 照射試料の T1

の陽性となった。オレガノ、パプリカは 0.3kGy の試料について 0.1 を割り込む試料があり、誤りの陰性となった。このように多くの試料について、TL 比だけでは十分な判定が不可能であることが明らかになった。

検出下限を 1 k Gy にして、TL 比を 2.5 にすれば十分な判定基準となるのだが、1 k Gy という検出下限は高すぎるかも知れない。今後、この指標を有効に使うための検討が必要であろう。

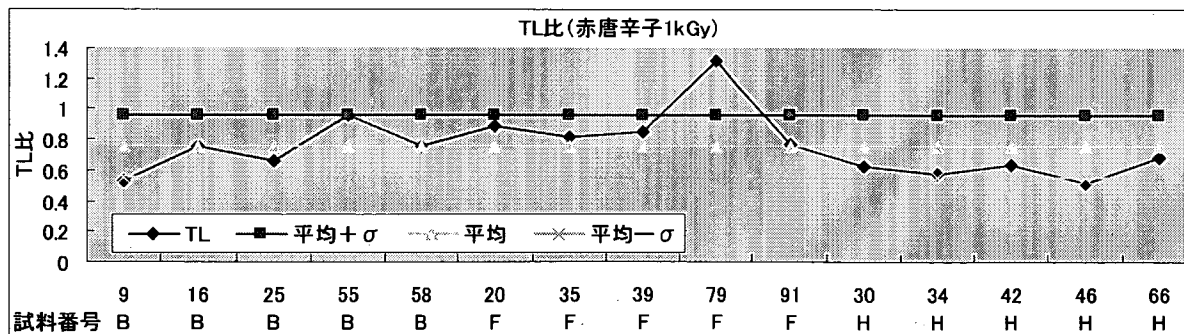
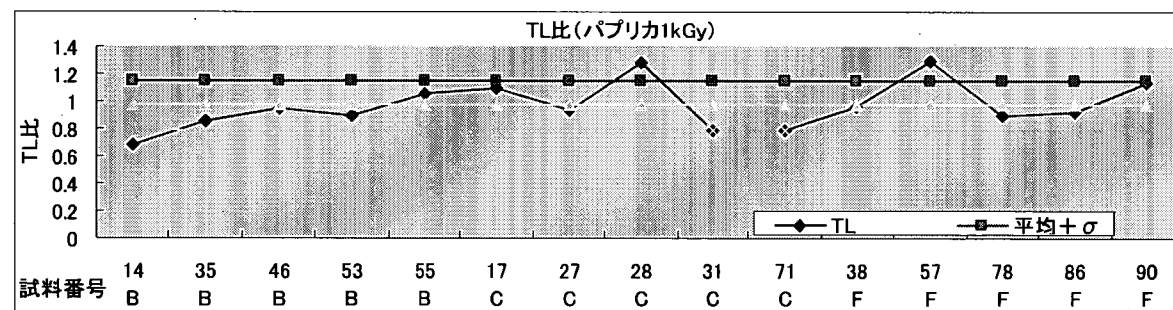
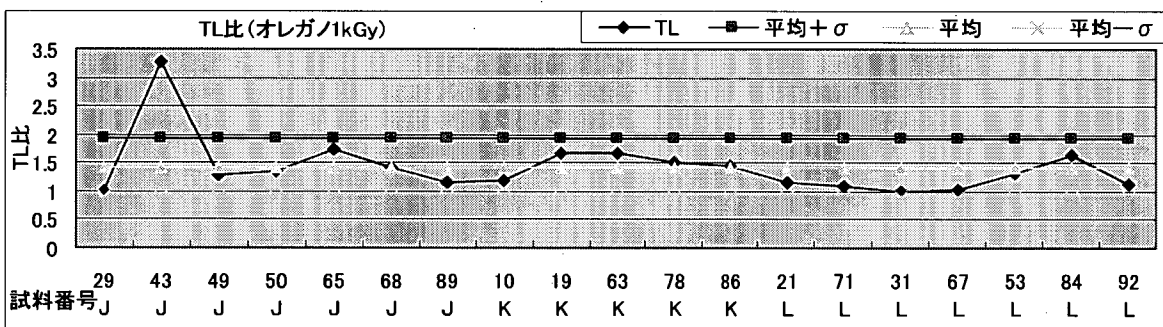
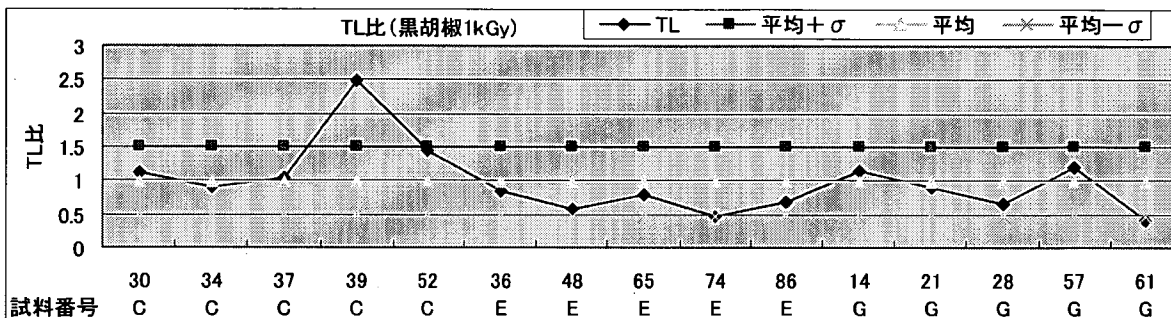
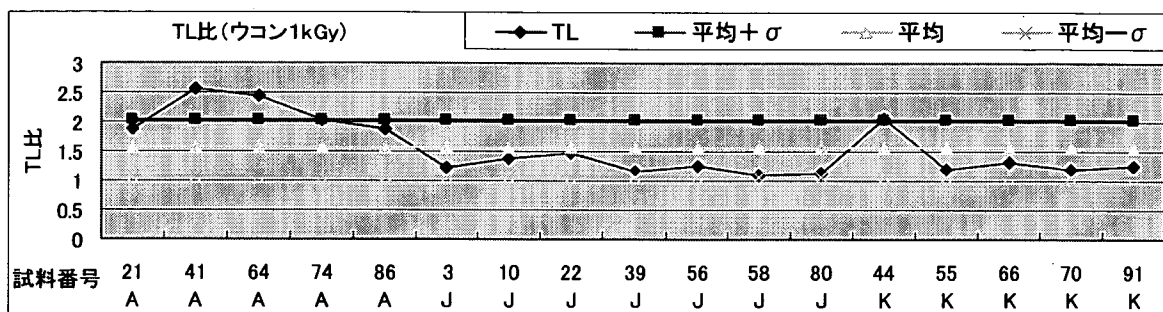
7 個別のデータ

試験法の検討するには基本的にはすべての機関の技量が十分満足すべき物である必要がある。しかし、現実的にはこれを満たすことは新しい試験法の検討にあたっては不可能に近い。そこで現実的には外れ値を出す機関のデータを排除して

試験法の妥当性を検証する方法がとられる。定量試験法については外れ値の除去手順がほぼ確立しているが、定性試験については十分でない。そこで本研究では数字的に報告されるデータについて、個々の試料の問題点と各試験機関の信頼性を論じることとする。

7-1 ラボ試料量

ラボ試料量は分析試料を抽出する時に用いる香辛料の量で、基準量としては 100g を試験法案では示した。しかし、粉末の試料においてはそのような量は通常不要で減量できるとした。この研究では特に減量した試料量を指定せず、各機関にその量を任せた。図C-38にある様に粉体の試料だったターメリック、パプリカ、赤唐辛子は 10g 以下の量であった。



図C-51 1 k Gy 照射試料の TL 比