

表3 各試料による発光極大温度

番号	試料名	照射量 (吸収線量) [kGy]	発光極大温度 T1[°C]	番号	試料名	照射量 (吸収線量)	発光極大温度 T1[°C]
1	アニスシード	0.0	338	4	オールスパイス	0.0	326
		0.5	○ 183			0.5	○ 194
		1.0	○ 183			1.0	○ 189
		5.0	○ 179			5.0	○ 183
2	ブラックペッパー	0.0	340	5	タイム	0.0	355
		0.5	○ 201			0.5	○ 183
		1.0	○ 208			1.0	○ 185
		5.0	○ 219			5.0	○ 175
3	フェンネル	0.0	315	6	ウーロン茶	0.5	○ 187
		0.5	○ 183			0.5	○ 185
		1.0	○ 180			1.0	○ 181
		5.0	○ 179			1.0	○ 183
						5.0	○ 150
						5.0	○ 149

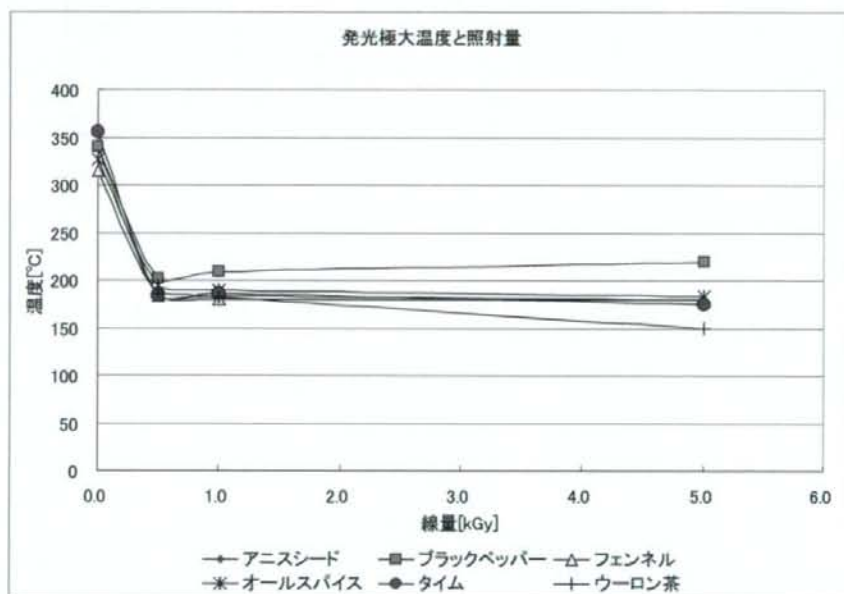


図54 線量 [kGy] と発光極大温度 [°C] の関係

C.3.2 発光量とTL比について

表4は測定された各試料についての一次発光量G'1、二次発光量G'2、試料の重量で規格化した値G1、G2、及びG1とG2から求められるTL比(G1/G2)についてまとめた結果である。

図55は線量(kGy)と第一発光G1(nC/mg)との関係を示す。

TL比は通知に従い次の計算式(式1)から求めた。

$$TL \text{ 発光比} = G1/G2 \cdots \cdots \cdots (式1)$$

$$G1 \text{ 第一発光} = (G'1 - B1) / (B1W - DW) \quad [nC/mg]$$

$$G2 \text{ 第二発光} = (G'2 - B2) / (B2W - DW) \quad [nC/mg]$$

G'1 : Glow1の発光量 [nC] B1 : Glow1測定後のバックグラウンド [nC]

B1W : B1測定後の試料を載せた試料皿重量 [mg]

DW : 試料皿の重量 [mg]

G'2 : Glow2の発光量 [nC]

表4 各試料の発光量Glow1及びGlow2、第一発光G1と第二発光G2

試料名	線量	Glow1	G1	Glow2	G2	TL比 (G1/G2)
		[nC]	[nC/mg]	[nC]	[nC/mg]	
アニスシード	0.0kGy	70.25	52.82	2098.70	1602.06	0.03
	0.5kGy	755.84	609.55	1493.63	1204.54	○ 0.51
	1.0kGy	1573.09	1165.25	2150.82	1605.09	○ 0.73
	5.0kGy	6522.24	4498.10	2271.09	1577.15	○ 2.85
ブラックペッパー	0.0kGy	6.15	9.76	217.59	339.98	0.03
	0.5kGy	75.71	83.20	168.36	185.01	○ 0.45
	1.0kGy	153.59	174.53	335.40	381.14	○ 0.46
	5.0kGy	305.67	339.63	102.20	118.84	○ 2.86
フェンネル	0.0kGy	26.23	18.09	7855.99	5417.92	0.00
	0.5kGy	3322.38	2636.81	6887.52	5510.02	○ 0.48
	1.0kGy	7535.27	5886.93	7003.36	5514.46	○ 1.07
	5.0kGy	35560.67	24027.48	13964.52	9564.74	○ 2.51
オールスパイス	0.0kGy	5.97	20.59	250.43	863.55	0.02
	0.5kGy	116.07	246.96	412.74	878.17	○ 0.28
	1.0kGy	154.13	327.94	216.36	432.72	○ 0.76
	5.0kGy	445.93	1061.74	216.92	529.07	○ 2.01
タイム	0.0kGy	35.80	24.19	1419.85	952.92	0.03
	0.5kGy	648.32	453.37	1217.36	845.39	○ 0.54
	1.0kGy	482.20	434.41	759.23	744.34	○ 0.58
	5.0kGy	2561.40	2016.85	1057.28	832.50	○ 2.42
ウーロン茶	0.5kGy	1296.20	1283.37	5236.08	5236.08	○ 0.25
	0.5kGy	1386.14	1091.45	4175.42	3287.73	○ 0.33
	1.0kGy	1902.23	1474.60	4851.58	3760.91	○ 0.39
	1.0kGy	2765.58	2095.14	6641.14	5031.17	○ 0.42
	5.0kGy	11095.86	9996.27	5467.07	4925.29	○ 2.03
5.0kGy	11777.10	10065.90	5840.63	5035.03	○ 2.00	

B2 : Glow2 測定後のバックグラウンド [nC]
 B2W : B2 測定後の試料を載せた試料皿重量 [mg]

この TL 比は照射検知の判断基準の主要な要素であり、通知では TL 比が 0.10 以上のものについては照射されていると判断される。表 4 では TL 比が 0.10 以上の結果に○印を付けている。TL 比は非照射試料では 0.00 ~ 0.03 となり、線量 0.5 (kGy) では 0.25 ~ 0.54、1.0 (kGy) では 0.39 ~ 1.07 程度、(5.0kGy) では 2.0 を超える結果となった。

C. 3.3 S/N 比について

通知では抽出試料が約 1mg に満たない場

合でも $S/N > 100$ の条件を満たせば照射を検知できることがあるとされており、測定に供した試料量が 1mg に満たなかったオールスパイスについて S/N を調べた。ここではグローカーブにおけるパルス状のノイズは除いた。その結果、表 5 に示した結果が得られ、0.5kGy 照射試料においても S/N は 100 より十分大きな値となり、照射を判定することができるグローカーブが得られたことが確認できた。

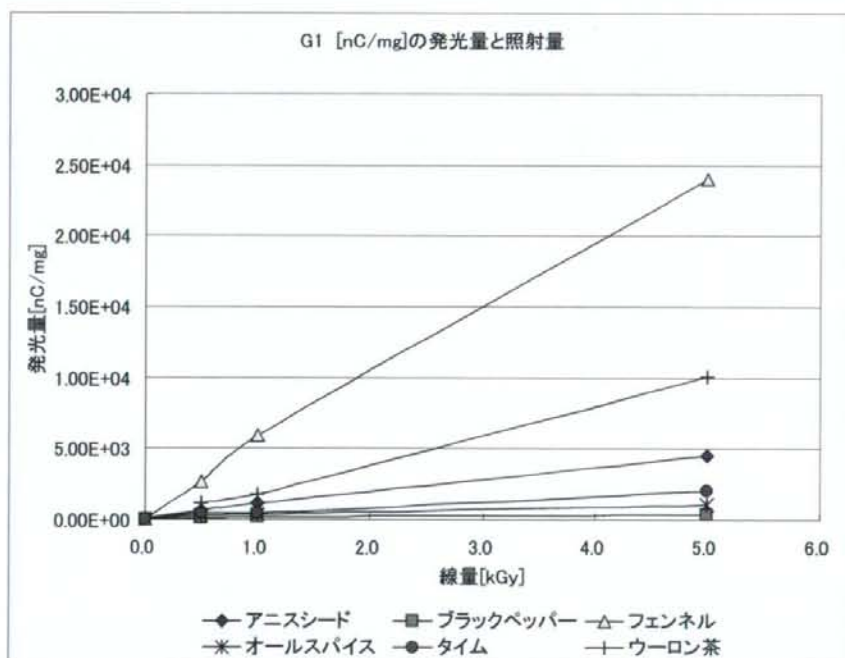


図 55 線量 [kGy] と発光量 G1 [nC/mg] の関係

表5 オールスパイスについて S/N の値

照射量 (吸収線量)		試料搭載量	S[nA]	N[nA]	S/N 比
0.0kGy	Glow1	0.44mg	0.1379	0.0350	5.9
	Glow2		13.5799	0.0085	1593.9
0.5kGy	Glow1	0.50mg	5.7471	0.0140	411.7
	Glow2		20.5917	0.0092	2229.9
1.0kGy	Glow1	0.79mg	10.9012	0.0166	655.1
	Glow2		8.3721	0.0317	263.9
5.0kGy	Glow1	0.56mg	25.7396	0.0162	1593.4
	Glow2		10.8284	0.026	857.1

D. 考 察

まず、発光極大温度については全試料について未照射試料と照射試料で大きく変化し、未照射試料では全て 315 (°C) 以上となるが、0.5 (kGy) から 5 (kGy) 照射した香辛料では 175 (°C) ~ 219 (°C)、ウーロン茶では 149 (°C) ~ 187 (°C) となり、ウーロン茶は香辛料より僅かに低い値を示した。また、0.5 (kGy) から 5 (kGy) 照射した試料の範囲では変化が少なく、試料毎の温度変化をみると大部分の香辛料では 4°C ~ 11 (°C) と極めて小さく、5 (kGy) 試料が他の照射試料に比べグローカーブの形に大きな変化が生じたブラックペッパーとウーロン茶では極大温度も変化が大きくなっている。しかし、いずれもこの極大温度は通知法における判定基準の発光極大温度 X (°C) 以下、または CEN 標準分析法の判定基準の 150 (°C) ~ 250 (°C) の範囲内であり、放射線照射された Glow1 の発光極大温度として妥当な値であると言える。100 (g) の検体量より抽出した鉍物試料

についての単位重量当たりの発光量については、試料により傾きは異なるが線量の増加とともにほぼ比例的に増大している結果を示し、照射判定を行うための鉍物に基づく測定はできていると考えられる。

今回の結果ではフェネルが線量に対する発光量の増加が最大で次にウーロン茶、アニスシード、タイム、オールスパイス、ブラックペッパーの順となっている。フェネルやウーロン茶、アニスシードでは十分な鉍物が採取できたことと、発光し易い鉍物が含まれていたと考えられ、照射量に対し発光量が増加する関係が確認できる。

標準線量照射後の発光量 G2 については Glow1 の測定により鉍物中の当初の放射線照射に基づく発光エネルギーは消滅し、全試料は標準照射 1 (kGy) による発光を示すことになる。香辛料フェネルは照射処理 5 (kGy) のものが大きく発光し、またアニスシード、ブラックペッパーでは照射処理 0.5 (kGy) のものが

他の照射試料と比較し、ばらつく結果となった。これらの結果は抽出試料中の鉍物の量と種類に基づいた結果と考えられ、フェネルの場合は単位重量当たりの鉍物が多く、また発光しやすい鉍物が含まれていたと思われる。アニスシード、ブラックペッパーで発光量がばらついた原因としては試料間で鉍物の採取量が少なく、かつばらつき、したがって単位重量当たりの発光量におけるばらつきも大きくなったことによるものと思われる。通知法では約 100 (g) の検体量を用い(粒状試料の場合)、鉍物の付着量が多いことがわかっている場合は減らすことができるとされているが、今回は各試料とも全て 100 (g) を検体量として実験を行い、試料の種類や産地によりどの程度の鉍物が付着して、測定可能になるかを立証することとした。

タイムについては見かけ上多くの鉍物が採取されたが、採取試料には鉍物以外の不純物である有機物を多く含み、発光量の少ない結果になったと言える。この有

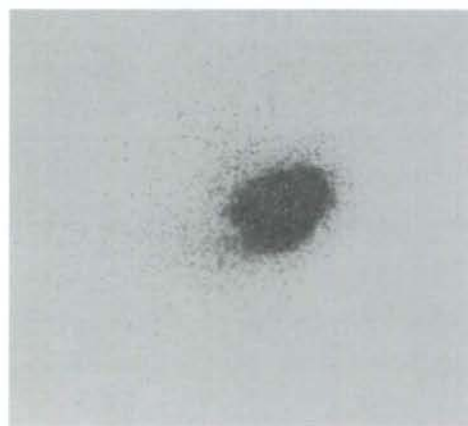


図 56 タイムに含まれる不純物

機物は鉍物に類似した形状、色、密度を有しており、鉍物との区別が困難なものであった (図 56)。

次に G1 (nC/mg) と G2 (nC/mg) の比、すなわち TL 比 (G1/G2) についての線量との関係を図 57 に示す。TL 比が 0.1 に満たない場合は放射線処理が行われていないこととされるが、この TL 比を求めするために用いられる Glow2 の発光量 G_2 (nC) が極端に小さい場合は G2 (nC/mg) の算出に大きな誤差を生じ易く、また、その結果 TL 比を大きく算出する可能性が生じる。これは鉍物が極めて少ないことを示し、この場合には TL 比に大きな誤差を生じやすく、照射処理の有無を判断するのは難しくなる。

しかし、TL 比は、同じ鉍物の種類と量を有する同一試料の照射条件を変えて TL 測定を行った結果に基づくものであり、その照射条件のみを反映させた結果を示すことになり、抽出された鉍物が少ないときなどかなり厳しい条件の場合でも一定量の抽出が確保できれば検知は可能になるといえる。

また、通知では測定に供する抽出試料が 1 (mg) に満たない場合でも $S/N > 100$ の条件を満たせば照射を判定できることがあるとされており、今回の実験におけるオールスパイスの場合は 0.5 kGy 照射試料でも十分に検知できることが確認できた。

実際の検知においては 100g の検体量を準備できない場合があることは大いに考えられることであり、通知における S/N の値に関する指示の有用性が確認で

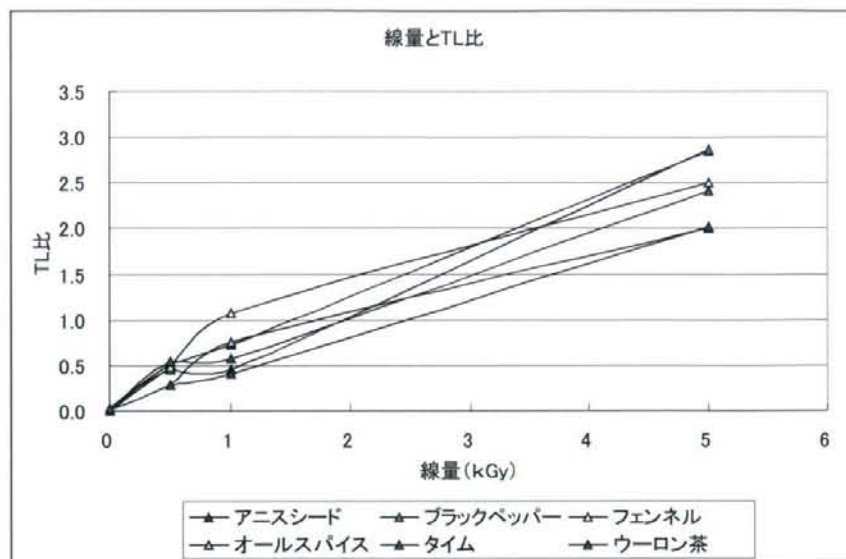


図 57 線量とTL比との関係

きた。

E. 結 論

アニスシード、ブラックペッパー、フェンネル、オールスパイス、タイムの香辛料 5 種類及びウーロン茶について γ 線を 0.5 (kGy) ~ 5.0 (kGy) 照射した試料について 100 (g) の検体量で TL 法による検知を試みた結果、発光量 G1 (nC/mg) の測定ではそれぞれ傾きは異なるが線量とともにほぼ比例的に発光量が増加し、TL 比が大きくなることが確認できた。発光極大温度については未照射試料では 300 (°C) を超えるものが 0.5 (kGy) 照射試料では 180 (°C) ~ 200 (°C) に急激に下降し、それから少なくとも線量 5 (kGy) まではその温度変化は少なく、非照射、照射を明確に判別できることになったことが確認できた。

しかし、今回実施した実験ではブラックペッパー、オールスパイスなどの試料については採取された鉱物が少なく、また鉱物以外の不純物が含まれていたことも考えられた。

通知においてはこのような場合でも S/N 比が基準を満たしていれば、判定可能なことを述べており、今回は測定に用いた鉱物量が 1 (mg) 未満であったオールスパイスについて、この適用により判定可能となったことが確認できた。

精度、再現性の高い結果を得るためには十分な鉱物量が必要であり、そのためには十分な検体量と優れた鉱物抽出技術が望まれるが、検体量が不十分な場合もあり、グローカーブを注意深く観察することにより対応できることがある。

以上の結果から、今回試験を実施した

試料については0.5 (kGy) 以上照射された全試料において、検体量100 (g) を用いて、発光極大温度 ($^{\circ}\text{C}$) $< X$ ($^{\circ}\text{C}$) (269.4 $^{\circ}\text{C}$)、及びTL比 > 0.1 の両条件を満たす結果が得られ、検知が可能であることが確認できた。

参考文献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長、食安発第1211001号“放射線照射された食品の検知法 (TL試験法) ”、平成20年12月11日

香辛料の2次加工品及び乾燥野菜、並びに生鮮野菜等を用いる
放射線照射食品検知法（TL法）の実用性検証研究

研究協力者 佐藤信彦、竹歳史紀、豊留敏郎
財団法人 日本冷凍食品検査協会

要旨

本研究では、乾燥野菜、生鮮野菜、加工食品等に TL 法を適用の可否を調べ、必要に応じて、分析法の検討を行った。鉱物の回収ができた試料は、乾燥食品等で 20/34（34 品目中 20 検体）あり、生鮮野菜等では 9/10（10 品目中 9 検体）であった。回収が困難であった物のうち、乾燥野菜において粉末試験法適用した試料で、SPT 溶液を試料に加えると凝固し、通知法による鉱物の分離が不可能なものがあつた。乾燥食品では商品パッケージには添加物が表示されていなかったが、水に溶解した状態で粘度が高く、添加物が含まれていることが推察された。通知法の鉱物分離操作の限界があり、水で希釈、水洗するなどの追加処理が必要と考えられた。

鉱物を回収することができた試料について TL 測定を実施した。測定の結果、ほぼすべての試料は問題なく TL 測定できたが、乾燥コーンとゆずは G' 2 の値から沈殿物のほとんどが有機物であったと考えられる。有機物主体の沈殿では放射線照射の判定を誤る可能性があり、有機物除去を追加処理する必要があると考えられた。

キムチなどの加工食品は脱脂-水洗-ナイロンメッシュろ過を行い、鉱物を分離抽出する事ができた。

1. 業務の目的

「放射線照射された食品の検知法（TL 試験法）」（平成 19 年 7 月 6 日付け食安発第 0706002 号（最終改正：平成 20 年 8 月 12 日付け食安発第 0812002 号）。以下「通知法」という。）に従って、野菜等 57 品目について、TL 測定を実施し、通知法に適用可能な品目を調べる。また、

加工食品 8 品目について、特殊な前処理を実施し、通知法への応用の可能性を調べ、食品衛生の向上に寄与する。

2. 試料

2.1 試料の数量

サンプルリストを表 1 に示した。

表1 サンプルリスト

No.	分類	試料名	試料番号	試料の形状等 粒状=○ 粉末=▲	照射条件 kGy	
1	香辛料	黒胡椒 MG-1	-	○	非照射	
2		黒胡椒 YELLOW	-	○		
3		黒胡椒(ベトナムスペシャル)	-	○		
4		白胡椒GREEN	-	○		
5		パプリカ(スペイン)	-	▲		
6		フェヌグリーク	-	○		
7		コリアンダー(モロッコ)	-	○		
8		コリアンダー(インド)	-	○		
9		ジンジャーホール 豊南	-	○		
10		ジンジャーホール (インド)	-	○		
11		ターメリックフィンガー 中国	-	○		
12		ターメリックフィンガーマドララージ	-	○		
13	乾燥野菜等	乾燥キャベツ	01-08-CA-AS-001	○	5	
14		乾燥白菜	02-08-HA-AS-001	○	5	
15		乾燥コーン	03-08-CO-AS-001	○	5	
16		乾燥味付け野菜	04-08-MN-AS-001	○	5	
17		乾燥りんご	05-08-AP-AS-001	○	5	
18		乾燥いちご	06-08-ST-AS-001	○	5	
19		乾燥梅フレーク	07-08-UM-AS-001	○	5	
20		乾燥味付けグリーンピース	08-08-GP-AS-001	○	5	
21		乾燥豆腐	09-08-TF-AS-001	○	5	
22		ほうれん草粉末	10-08-HRP-MK-001	▲	5	
23		にんじん粉末	11-08-NJP-MK-001	▲	5	
24		かぼちゃ粉末	12-08-KBP-MK-001	▲	5	
25		れんこん粉末	13-08-RKP-MK-001	▲	5	
26		ごぼう粉末	14-08-GBP-MK-001	▲	5	
27		小松菜粉末	15-08-KNP-MK-001	▲	5	
28		アヤマラサキ芋粉末	16-08-MIP-MK-001	▲	5	
29		スイートコーン粉末	17-08-SCP-MK-001	▲	5	
30		ゆず皮粉末	18-08-YZP-MK-001	▲	5	
31		発芽玄米粉末	19-08-HMP-MK-001	▲	5	
32		黒米粉末	20-08-KMP-MK-001	▲	5	
33		乾燥ほうれん草	21-08-HRF-KD-001	○	5	
34		乾燥青しそ	22-08-ASF-KD-001	○	5	
35		乾燥ねぎ	23-08-NGF-KD-001	○	5	
36		乾燥大根菜	24-08-DNF-KD-001	○	5	
37		乾燥にら	25-08-NRF-KD-001	○	5	
38		乾燥キャベツ	26-08-CAF-KD-001	○	5	
39		乾燥人参	27-08-NJF-KD-001	○	5	
40		乾燥ごぼう	28-08-GBF-KD-001	○	5	
41		乾燥大根	29-08-GKF-KD-001	○	5	
42		乾燥玉ねぎ	30-08-TNF-KD-001	○	5	
43		乾燥トマト	31-08-TMF-KD-001	○	5	
44		乾燥南瓜	32-08-KBF-KD-001	○	5	
45		乾燥ゆず	33-08-UZF-KD-001	○	5	
46		乾燥まわさび	34-08-WSF-KD-001	○	5	
47	その他	マカ加工食品	35-08-MKT-ST-001	(タブレット)	?	
48	生鮮野菜等	市販	しいたけ	-	○試料調製した	0.5
49			しょうが	-	○試料調製した	0.5
50			大根	-	○試料調製した	0.5
51			玉ねぎ	-	○試料調製した	0.5
52			長ねぎ	-	○試料調製した	0.5
53			ほうれんそう	-	○試料調製した	0.5
54			レタス	-	○試料調製した	0.5
55			レンコン	-	○試料調製した	0.5
56			小ねぎ	-	○試料調製した	0.5
57			土饅	ジャガイモ	50-08-150PTW-001-R	-
58	加工食品	市販	バジリコドレッシング	61-08-BD-MT-001-N	液状	5
59			焼肉のたれ	62-08-YD-HM-001-N	液状	5
60			コチジャン	63-08-KJ-YK-001-N	半固形	5
61			おろしニンニク	64-08-GRG-IM-001-N	半固形	5

表2 試料調製方法

分 類		試料調製方法
一般的事項		<p>”・試料（生鮮野菜等を除く。）を穏やかに混合し、均一化した。</p> <p>・粒状の試料は、粉碎しない。</p> <p>・操作に支障がある粗大な試料は、1 L容ビーカー水中で攪拌可能な大きさに切断した。”</p>
香辛料		<p>”・試料を穏やかに混合し、均一化した。</p> <p>・粒状の試料は粉碎しない。”</p>
乾燥野菜等		<p>”・試料を穏やかに混合し、均一化した。</p> <p>・粒状の試料は粉碎しない。”</p>
	乾燥いちご	・試料を粉碎し、均一化した。
その他	マカ加工品	・タブレット状の試料を粉碎し、均一化した。
生鮮野菜等		・「生鮮野菜の調製方法」参照
加工食品	液 状	・油層と水層が分離しやすく、原材料が均一ではないため、秤量前によく振とう混合し、均一な状態で秤量した。
	半固形	・試料をよく混合した

。

表3 生鮮野菜の試料調製方法

分類			品名の例	試料調製、試験部位及び試料量 ○記録
X	“土壌の付着が 明白なもの（い わゆる泥付の野 菜）”		泥ネギ	・付着部の葉、皮 ・1個体分～ ○寸法及び全重量、試験部位の重量を記録する。 ”
A	“外皮 又は 外葉”	鱗 茎	玉ねぎ、にんに く	・外皮（保護葉）、根の部分を試験に供する。 ・1個体分～ ○寸法（直径）及び全重量、試験部位の重量を記 録する。”
A'		葉 球	“レタス、キャ ベツ、 はくさい、”	・茎（芯）及び外葉を2～3層分（4～5枚程度） ・1個体分～ ○根から葉の先端までの寸法及び全重量、試験 部位の重量を記録する。”
B	根菜類	“根菜類のう ち葉付で 流通するもの ”	大根、カブ	・葉部分は1個体分全量 ・根部分（胚軸含む。）は、表面の皮を試験に供 する。 ・1個体分～ ○寸法及び全重量、葉部分の重量、皮部分の重 量を記録する。”
B'		根菜類、地下 茎等	“イモ類、レン コン、 しょうが、大根 ”	・根部分は、表面の皮を試験に供する。 ・レンコンは、適当に細断（輪切り、乱切り） ・1個体分～ ○寸法及び全重量、試験部位の重量を記録する。 ”
C	その他の葉菜類		ほうれん草、ネ ギ類	・根部を含めて全量を試験に供する。 ・100g程度又は1束～ ○根から葉の先端までの寸法及び全重量、株数 を記録する。”
D	きのこ類		しいたけ、きく らげ	・適当（1cm程度）に細断 ・100g～ ○寸法及び全重量、（かさの数）を記録する。”
備 考	・下線は、本試験対象品目（大根は、葉付であった。）			
	”・分類凡例は、次のとおり。 X：泥付き部を供するもの（品種共通）、A：外皮、外葉を供するもの、B：根菜類、C：葉菜類、 D：きのこ類”			

試験対象試料数は、野菜等 57 品目（香料：12、乾燥食品等：34、生鮮野菜等：10、その他：1）、加工食品 8 品目（4 品目×2 水準）の全 65 品目。

なお、加工食品の試験水準は、市販の加工食品を用いて前処理の検討を行うもの（水準 1：試験の検討）、検討の結果を踏まえて既照射の加工食品（水準 1 と同じ商品）を用いて TL 法の試験を実施するもの（水準 2：実試験）の二つの水準であり、水準 1 は発光量等の測定データを得ていない。

サンプルリストでは、水添加前の状態で目視観察による形態によって、粒状、粉末、液状、半固形及びその他（タブレット）に分類した。また、粒状にはフレーク状のものも含まれる。

試験の試行回数は、 $n=1$ とした。鉍物分離の可否判断は、最大で 5 回までの繰り返し操作で、1 mg 以上沈殿物を回収することとした。2 回の操作で回収した量から、5 回まで追加操作することでも 1 mg 以上の沈殿物を回収する見通しが無い場合は、2 回の操作で中止し、「鉍物分離が不可能」と判断した。

2.2 試料の調製

鉍物分離操作の秤量前の試料調製方法は、以下のとおり（表 2）。

基本的な試料調製方法は、

- ・ 混合均一化し、秤取する。
- ・ 粗大な試料については、攪拌可能な大きさに切断する。
- ・ 粒状試料は、粉碎しない。

であるが、試料の特性を考慮し変更を加えたものがある。

生鮮野菜については、鉍物付着部分及び操作性を考慮し、表 3 の試料調製を行い秤取した。

鉍物回収が目的であるため、いわゆる葉もの野菜、葉付の根菜類等以外では、土壌、粉塵等が付着する外表面を主体に試験に供した。

試験供し量を増やす場合に内部を増やすよりは、試験用個体を追加し外表面を試験したほうが有効であると考えた。また、一般的には、市販生鮮野菜は、流通、販売の状況によって、鉍物捕集量の差は大きいと考えられる。

3. 試薬

3.1 試薬等

- (1) アセトン JIS K8034 に規定するもの、試薬特級。
- (2) アンモニア水 JIS K8085 に規定するもの、試薬特級。
- (3) 1 mol/L アンモニア水 アンモニア水 6.8 ml を水に加えて 100 ml とした。
- (4) ポリタングステン酸ナトリウム溶液（比重 2.0）（以下「SPT 溶液」という。）TC-Tungsten Compounds 社製、ポリタングステン酸ナトリウム（ $3\text{Na}_2\text{W}_04 \cdot 9\text{W}_03 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、CAS:12333-13-0）250 g を水 150 ml に溶解した。
- (5) 塩酸 JIS K8180 に規定するもの、試薬特級。
- (6) 1 mol/L 塩酸 塩酸 8.8 ml を適

量の水に加え 100ml とした。

(7) ヘキササン JIS K8848 に規定するもの、試薬特級。

(8) エタノール JIS K 8101 (エタノール (99.5)) 又は JIS K 8102 (エタノール (95)) に規定するもの、試薬特級。

(9) メタノール JIS K8891 に規定するもの、試薬特級。

(10) 水酸化カリウム JIS K8574 に規定するもの、試薬特級。

(11) 1mol/L 水酸化カリウム溶液
水酸化カリウム 56g を 800ml 程度の水に少量ずつ溶解し、水で 1L とした。

3.2 標準物質

(1) TLD-100 Disk (LiF:Mg, Ti Dosimeter)

HARSHAW TLD DOSIMETER MATERIAL、サーモフィッシャーサイエンティフィック社製、 Φ 4.5mm \times 0.6mm、 \pm 5% グレードを使用した。

(2) アニールリング
TLD-100 を電気炉 (400°C に保持) に 1 時間熱処理した後、直ちに恒温槽 (100°C に保持) に 2 時間放置し、室温で保存した。

(3) X (°C)

アニール後の TLD-100 に 0.5Gy の放射線を照射し、試料と同じ条件で 10 回測定し、その平均値とした。

4. 器具及び装置

4.1 器具等

(1) ビーカー プラスチック製 (ポ

リプロピレン製)、300 又は 1000ml 容のもの。

(2) 鉱物分離用ナイロンメッシュ NYTAL (ニツタル) ナイロンメッシュクロス品番: 10 1/2XX-125、商品記号: PA-10 1/2 -125、目開き 125 μ m。(株) 田中三次郎商店 (福岡県小郡市) から入手した。

(3) 試料皿 底面が TL 測定装置の加熱板に密着するステンレス製のもの (内径約 6mm、高さ約 2mm、重さ: 約 107mg \pm 10%、底の厚さ: 0.193 ~ 0.200mm)。(株) 前田製作所 (東京都文京区) から入手した。

試料皿は、アセトンに浸漬して超音波浴で洗浄し、密閉容器に保存した。

(4) プラスチックスポイト

(5) マイクロチューブ ポリプロピレン製

(6) 遠沈管 BD FalconTM チューブ、15ml ポリプロピレン製コニカルチューブ (外径 17 mm、長さ 120 mm)、50ml ポリプロピレン製コニカルチューブ (外径 30 mm、長さ 115 mm)。

4.2 装置

(1) 熱ルミネッセンス測定装置

Thermo Harshaw TLD3500

(2) 電子天秤 (TL 測定用)

METTLER TOLEDO 社製、XS205

(3) 除電器 (株) 島津製作所製、静電気除去装置、イオナイザー STABLO

(4) 遠心分離器

(5) 恒温槽

(6) 超音波洗浄器

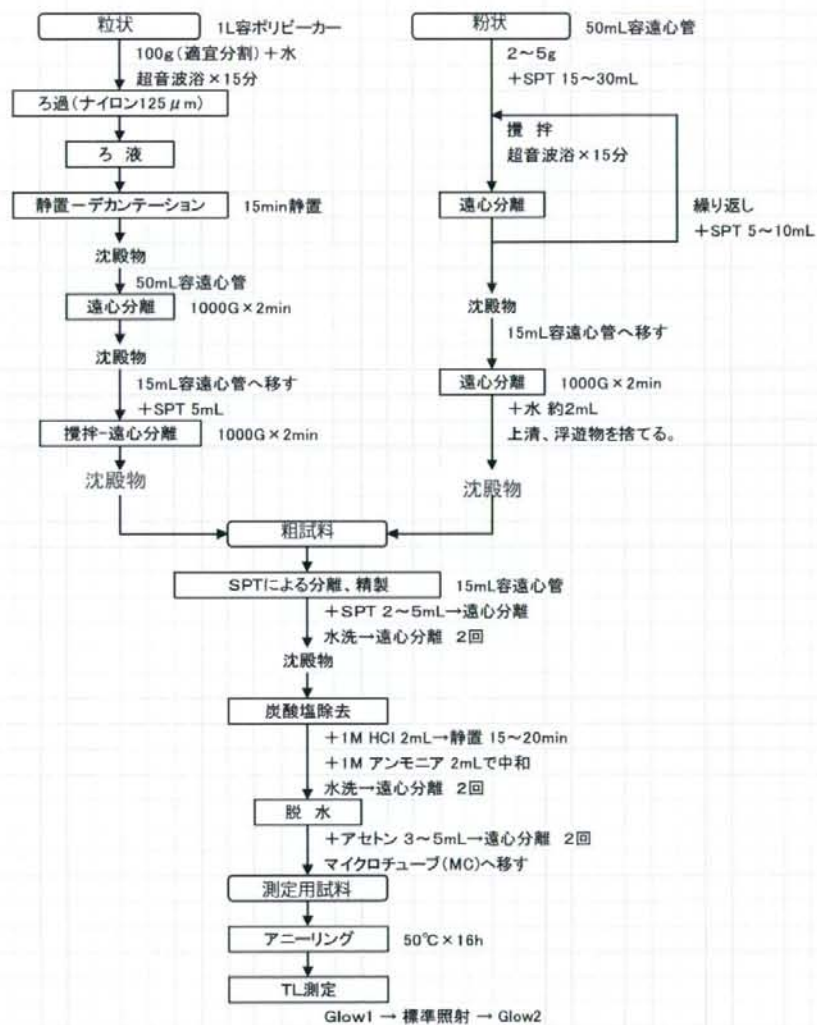


図1 鉍物の分離方法

(7) 電気炉 (マッフル炉)

II. 野菜等編

1. 試験方法

1.1 鉍物分離方法

1.1.1 鉍物分離方法の適用

鉍物分離操作の検討を行った加工食品を除き、野菜等の鉍物分離操作は、通知法を適用し試験を実施した (表4)。試料を目視観察し、粒状と粉末の抽出法適用を選択した。

表4 野菜等の鉍物分離操作の適用

品目分類	鉍物の分離方法
香辛料	通知法 (粒状又は粉末の抽出法)
乾燥食品等	通知法 (粒状又は粉末の抽出法)
マカ加工品	粉碎→通知法 (粉末の抽出法)
生鮮野菜	試料調製→通知法 (粒状の抽出法)

1.1.2 鉍物の分離操作

鉍物の分離方法の概要を図1に示した。

(1) 粒状試料の鉍物分離

粒状試料の抽出法の場合、調製後の試料を100g又は適量をポリビーカーに秤量した。試料が十分浸る程度の水を加え、時々かき混ぜながら、超音波浴内で15分間処理した。懸濁液をナイロンメッシュ (目開き: 125 μ m) でろ過し、ろ液を別のポリビーカーに受け15分間静置した。上澄み液をデカンテーションで捨て、沈殿は50mL容遠心管に移して遠

心分離した。上澄み液を捨て沈殿物を15mL容遠心管に移して遠心分離し、上澄み液を捨て沈殿物を回収した。沈殿物に5mLのSPT溶液を加え攪拌した後、遠心分離し粗試料 (精製前の鉍物質沈殿) を得た。

(2) 粉末試料の鉍物分離

粉末試料の抽出法の場合、調製後の試料を2~5gを50mL容遠心管に秤量した。これに、SPT溶液を15~30mL加えよく攪拌し、均一に懸濁させ、超音波浴内で5分間処理した後、遠心分離した。遠心管下層から5mL吸い上げ、15mL容遠心管に移した。浮上層が残った50mL容遠心管にSPT溶液を適量加え、再び同様の処理を繰り返し、遠心分離し下層から5mL吸い上げ先の15mL容遠心管に合わせた。沈殿物を攪拌懸濁させた後、遠心分離し、約2mLの水を静かに加えた。上層から浮遊有機物→水→SPT溶液の順に吸い上げ、粗試料 (精製前の鉍物質沈殿) を得た。

(3) 粗試料の精製

粗試料は、SPT溶液で、有機物と鉍物質の分離をした。粗試料にSPT溶液を適量加え攪拌した後、遠心分離し沈殿物を残した。これに数mLの水を加え攪拌後に遠心分離する水洗処理を2回行った。この沈殿物に1mon/L塩酸を2mL加え攪拌した後、15~20分静置し、炭酸塩を溶解除去した。1mon/Lアンモニア水を2mL加え攪拌、遠心分離し中和した。水洗を2回行い、アセトンによって脱水した。

アセトンを加えたところで、ピペットによるポンピング操作で攪拌し沈降速度が遅い、有機物と思われる比較的軽い物質は取り除いた。残った沈殿物をマイクロチューブに移し測定用試料とした。

1.2 TL測定

(1) アニールング

マイクロチューブに移した測定用試料を50℃に保った恒温槽に入れ連続して16時間加熱し、アニールした。アニールング後、試料の重量 (EW1, mg) を測定した。試料を保存する場合は、遮光し15℃以下で冷蔵保存した。

(2) 試料皿への秤量

試料皿重量 (DW, mg) を測定した。アニールング処理後の試料をマイクロチューブから直接又はアセトン懸濁法のいずれかの方法により秤取した (G' 1W, mg)。

(3) 第一発光の測定

アニールング後の分析試料を試料皿に秤量し、下記の測定条件で第一発光量 Glow 1 (G' 1, nC) を測定した。この第一発光曲線から発光極大温度 (T1, °C) を記録した。続いて加熱板の温度が50℃以下になっ

てから、直ちに発光を再度測定し、バックグラウンド B1 (nC) を測定した。

TL測定後、試料を載せた試料皿の重量を測定し B1W (mg) を記録した。

(4) 標準線の照射

標準線量 (吸収線量: 1kGy) の照射は、原子燃料工業株式会社熊野事業所へ依頼した。

測定が終了した試料皿ごと、試料試物が飛散しない容器 (アシストチューブ) に梱包し、冷蔵 (15℃以下) で送付した。照射機関で10MeV電子線を用いて標準線量を照射した。照射後の試料は、送付同様に冷蔵で移送した。

(5) アニールング

返送受領後に、50℃に保った恒温槽に入れ連続して16時間加熱し、アニールングした。いずれの試料も標準線の照射の翌日に受領し、その日の夜間にアニールング処理を実施した。アニールング処理後の試料について、試料を載せた試料皿の重量 (G' 2W, mg) を測定した。

(6) 第二発光の測定

標準線照射後にアニールング処理した試料について、第一発光の測定と同じ条件で発光量を測定した。第二発光量 Glow2

表5 試験結果の概要

	数量	照射水準	非照射水準	試料回収 不可	1mg以上 試料回収	照射 判定	非照射 判定
香辛料	12	0	12	0	12	0	12
乾燥食品等	34	34	0	14	20	19	1
その他 (マカ加工食品)	1	1	0	0	1	1	0
生鮮野菜等	10	10	0	1	9	9	0
合計	57	45	12	15	42	29	13

SPT 溶液を試料に加えると凝固し、通知法による鉍物の分離が不可能なものがあつた。乾燥食品では商品パッケージには添加物が表示されていなかったが、水に溶解した状態で粘度が高く、添加物が含まれていることが推察された。通知法の鉍物分離操作の限界があり、水で希釈、水洗するなどの追加処理が必要と考えられた。

鉍物を回収することができた試料について TL 測定を実施した。測定の結果、乾燥コーンは照射水準試料であるが、放射線照射を検知することができなかった。

G' 2 の値からも分かるように沈殿物のほとんどが有機物であつたと考えられた。第一発光曲線の発光極大温度 (T1) は、ブロードピークの中にあり、第一発光量も 100nC 未満であつた。これと同様に、乾燥ゆずも G' 2 の値から沈殿物のほとんどが有機物であつたと考えられる。有機物主体の沈殿では放射線照射の判定を誤る可能性があり、有機物除去を追加処理する必要があると考えられた。

試験結果の詳細を別紙に示した。

・ 生鮮野菜 試料調製記録

表 6 加工食品のサンプルリスト

No.	試料番号	試料名	試料形態	照射条件 k Gy	内容量	商品名	メーカー 販売元	原材料
62	61-08-BD-MT-001-N	バジリコドレッシング	液状食品	5	1L	バッチョドレッシング バジリコ業務用	M	食用植物油脂 (なたね油、オリーブ油)、醸造酢 (醸造酢、ぶどう酢)、糖類 (果糖ぶどう糖液糖、砂糖)、レモン果汁、食塩、ガーリック、バジル、調味料 (アミノ酸)、増粘剤 (キサンタンガム)、紅花色素、香辛料、クチナシ色素
63	62-08-YD-HM-001-N	焼肉のたれ			1230g	焼肉のたれ にんにく	(株) H	醤油 (大豆、小麦)、砂糖、赤ワイン、にんにく、果糖ブドウ糖液糖、清酒、米味噌、発酵調味料、香辛料、調味料 (アミノ酸等)、保存料 (ポリリン)
64	63-08-KJ-YK-001-N	コチジャン	半固形		1kg	コチジャン 朝鮮宮廷料理用唐辛子 みそ業務用	U	米、こうじ、食塩、唐辛子、砂糖
65	64-08-GRG-IM-001-N	おろしニンニク			1kg	おろしにんにく (プロ仕様)	I	にんにく (中国)、食塩、酒精、酸味料

- ・ 試験結果一覧
- ・ 鉍物量一覧

3. 試験の品質管理

以下の記録を別紙に示した。

- ・ TLD日常点検表
- ・ 天秤作業点検表
- ・ TLD-100 測定記録

III. 加工食品の鉍物分離方法の検討

1. 鉍物分離方法検討のアウトライン

加工食品から鉍物を分離抽出する方法を「食品中の異物の試験法」を参考に検討した。鉍物の分離の操作法を選択する際のアウトラインを図2に示した。

鉍物の分離抽出の操作のポイントは、加工食品を溶媒に混合、攪拌し均一分

散（溶解）させたうえで、試料から鉍物を遊離させて沈降速度、比重又は粒径等の差異を利用して回収することにあると考えた。

溶媒には、水又は無機物の水溶液、有機溶媒を使用することが設定できる。消化酵素溶液は、今回検討しなかった。

2. 加工食品サンプルリスト

加工食品のサンプルリストを表6に示した。

3. 鉍物の分離方法の検討

3.1 試料を均一に分散（溶解）させる溶媒の検討

非照射試料を用いて、水、極性溶媒（メタノール、アセトン）、非極性溶媒（ヘキサン）に混合、溶解し、状態を観察した（表7）。

表7 溶媒による試料の分散、溶解性の違い

溶 媒		液 状				半固形			
				水希釈後				水希釈後	
		“バジル ドレッシング”	焼肉の たれ	“バジル ドレッシング”	焼肉のた れ	コチジャ ン	にんに く	コチジャ ン	にんに く
水		○ 2～5倍		5倍希釈		○ 10倍以上が 適当		10倍希釈	
極性有機溶媒	メ タ ノール	△変化な し	×混合、 分散性 が悪い	△変化な し	×エマル ジョン形 成	×凝縮？攪拌不可		×エマル ジョン形 成	△変化な し
	アセト ン	△変化な し	×混合、 分散性 が悪い	△変化な し	×エマル ジョン形 成	×凝縮？攪拌不可		×エマル ジョン形 成	△変化な し
非極性有機溶媒	ヘキサ ン	○分離 良、ヘキ サン層着 色	×混合、 分散性 が悪い	○分離良、 ヘキサン 層着色		×凝縮？攪拌不可		○分離良、 ヘキサン 層着色	○分離良
有機溶媒は、 10% (V/V) で添 加した。									

液体試料では、極性溶媒を試料に直接添加しても、顕著な変化は認められなかった。「焼肉のたれ」は、「バジリコドレッシング」に比して粘度が高く、溶媒を直接添加しても混合しにくく、水で希釈した後、有機溶媒を添加したほうが混

合しやすく、拡散状態も良好であった。固形試料では、直接有機溶媒を添加しても混合しにくく、混合するためには水で混合する必要があった。水の量は、攪拌しやすさ、操作性等から10倍程度(50gに対して、500mL程度)が適していた。

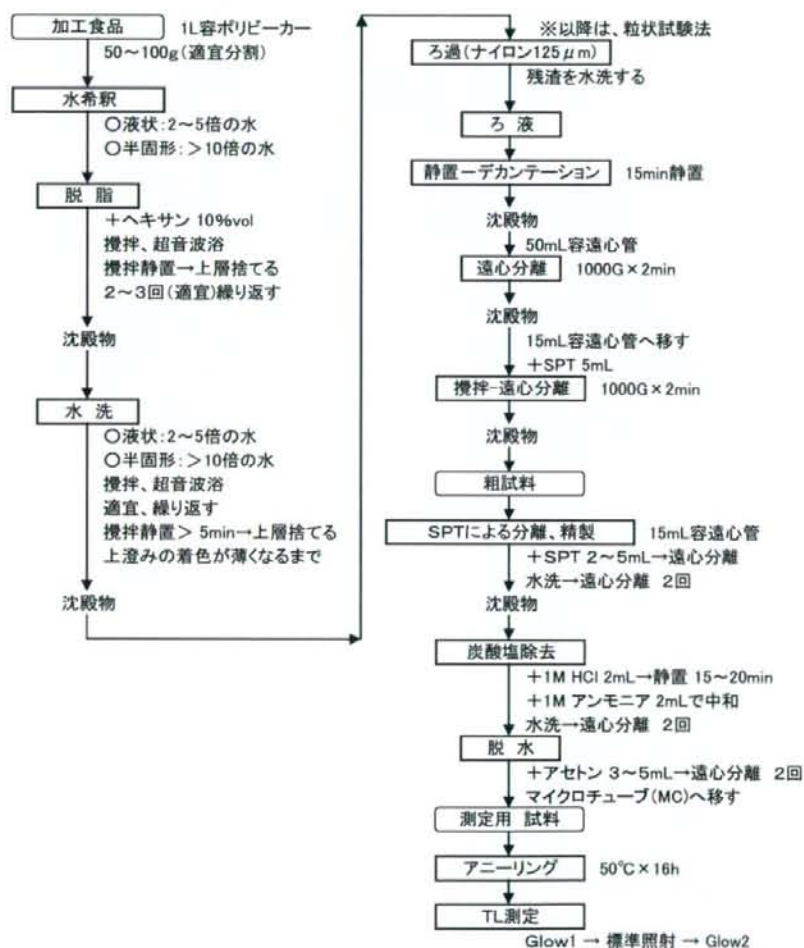


図3 脱脂-水洗-ナイロンメッシュろ過による鉍物分離の操作フロー