

機関 C

試料調整日: 2009/5/12 測定日: 2009/6/25

試料名	試料:マンゴー				試料:パイナップル				糖 0.05kG	糖 0.5kGy	糖 5kGy
	22	31	39	63	21	33	56	88			
試料重量mg	68.00	73.11	86.02	80.85	133.90	133.50	157.80	118.20	245.0	109.0	112.0
試料高さmm	12	12	14	13	22	22	21	23	20	10	10
Mnの相対強度	3.215	3.215	3.215	3.215	3.151	3.151	3.151	3.151	3.151	3.151	3.151
サンプルの強度: S	1.914	1.954	0.6	2.876	12.42	12.531	15.142	17.286	11.04	11.66	15.6
Mnの強度: Mn	1.828	1.758	1.215	2.016	3.775	5.675	3.478	3.784	11.118	2.286	2.379
サンプル強度比	1.05	1.11	0.47	1.43	3.29	2.21	4.35	4.57	0.99	5.10	6.57
サンプル強度比(補正後)	2.48	2.44	0.88	2.84	3.87	2.61	4.35	6.09	0.64	7.37	9.25
Sample信号のg値	2.00465	2.0048	2.0048	2.0046	2.0047	2.0047	2.0045	2.0046			
信号の線幅(ΔHpp)	2.846	2.928	2.928	2.798	2.784	2.784	2.768	2.816			

機関 E

試料調整日: 2009/5/12 測定日: 2009/6/30

試料名	試料:マンゴー				試料:パイナップル				糖 0.05kG	糖 0.5kGy	糖 5kGy
	26	67	79	90	29	58	64	90			
試料重量mg	37.43	35.88	40.09	32.39	40.00	35.94	41.44	37.22	48.13	48.03	46.90
試料高さmm	10	9	11	10	12	11	11	12	5	5	5
Mnの相対強度	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034
サンプルの強度: S	84807	79178	109723	86300	359281.0	535647	315875	471729	41707	325108	1725676
Mnの強度: Mn	42519	34041	41197	40919	86518	88759	81382	85760	48685	43014	47357
サンプル強度比	1.99	2.33	2.66	2.11	4.15	6.03	3.88	5.50	0.86	7.56	36.44
サンプル強度比(補正後)	2.75	3.35	3.43	3.37	5.37	8.68	4.84	7.64	0.92	8.14	40.17
Sample信号のg値	2.0045	2.0047	2.0046	2.0044	2.0047	2.0045	2.0047	2.0045	2.0044	2.0045	2.0045
信号の線幅(ΔHpp)	2.68	2.79	2.71	2.76	2.74	2.68	2.71	2.71	2.68	2.71	2.65

機関 F

試料調整日: 2009/6/18 測定日: 2009/7/22

試料名	試料:マンゴー				試料:パイナップル				糖 0.05kG	糖 0.5kGy	糖 5kGy
	2	28	37	57	76	98	2	80			
試料重量mg	162.00	203.00	119.00	134.00	77.00	123.00	147.00	144.00	296.00	222	254.0000
試料高さmm	25	24	30	24	18.524	27	20	18	25	20	23
Mnの相対強度	2.266	2.266	2.266	2.266	2.101	2.101	2.101	2.101	2.270	2.255	2.255
サンプルの強度: S	1260	2496	1109	2682	2667	1740	4421	5577	2629	1655	8341
Mnの強度: Mn	1045	905	1279	1207	1563	954	1060	1170	1802	196	197
サンプル強度比	1.21	2.76	0.87	2.22	1.71	1.82	4.17	4.77	1.46	8.44	42.34
サンプル強度比(補正後)	0.84	1.54	0.83	1.88	2.33	1.56	2.98	3.48	0.56	4.29	18.80
Sample信号のg値	2.0039	2.0038	2.0038	2.0037	2.0041	2.0039	2.0040	2.0039			
信号の線幅(ΔHpp)	2.70	2.69	2.62	2.70	2.68	2.67	2.70	2.69			

機関 G

試料調整日: 2009/5/12 測定日: 2009/7/17

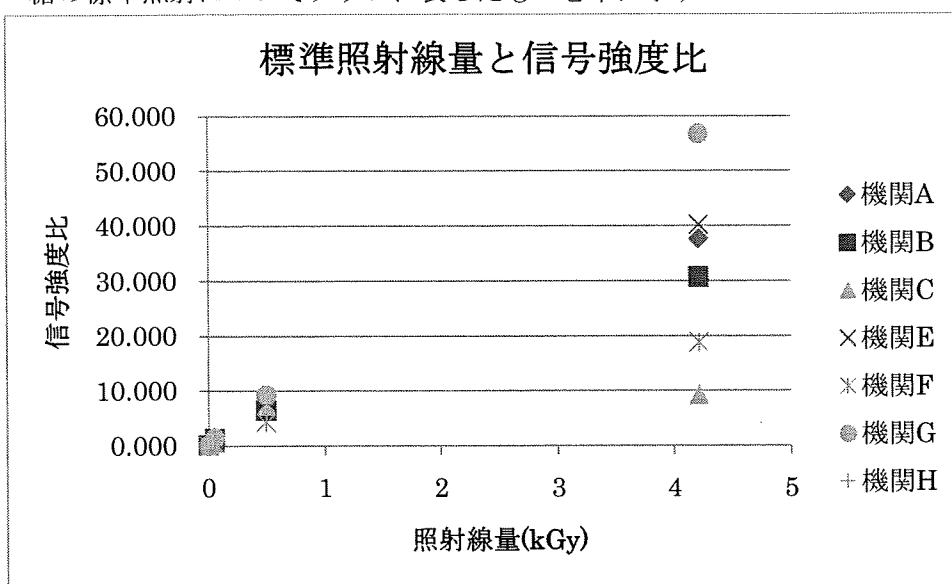
試料名	試料:マンゴー				試料:パイナップル				糖 0.05kG	糖 0.5kGy	糖 5kGy
	50	72	83	98	32	44	51	61			
試料重量mg	67.70	49.90	43.80	66.50	46.80	72.40	61.80	62.50	50.40	50.30	50.80
試料高さmm	12	12	9	14	12	13	16	14	6	5	6
Mnの相対強度	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034	1.034
サンプルの強度: S	48249	138708	52130	71929	150412	193183	152406	205407	70903	512912	2746343
Mnの強度: Mn	26497	40388	40899	19478	42678	34970	38997	43668	50476	56637	49839
サンプル強度比	1.82	3.43	1.27	3.69	3.52	5.52	3.91	4.70	1.40	9.06	55.10
サンプル強度比(補正後)	1.39	3.56	1.50	2.87	3.89	3.94	3.27	3.89	1.44	9.31	56.08
Sample信号のg値	2.0047	2.0046	2.0047	2.0047	2.0047	2.0047	2.0047	2.0047	2.0045	2.0046	2.0048
信号の線幅(ΔHpp)	2.76	2.71	2.74	2.71	2.74	2.74	2.68	2.71	2.71	2.63	2.61

機関 H

試料調整日: 測定日:2009/7/2

試料名	試料:マンゴー				試料:パイナップル				糖 0.05kGy	糖 0.5kGy	糖 5kGy
	13	29	69	96	39	46	63	79	50.6	52.1000	48.6000
試料重量mg	49.70	49.40	52.20	47.90	48.90	53.90	50.6	50.30	6	6	6
試料高さmm	17	21	22	14	13	17	12	16	6	6	6
Mnの相対強度	2.162	2.162	2.162	2.162	2.065	2.065	2.065	2.065	1.728	1.728	9.305
サンプルの強度: S	3265	2045	1724.0	2026	3697	929	3764	925	1046	8553	4224
Mnの強度: Mn	1127	1089	1050	1005	1040	1709	1175	2919	2185	2229	1857
サンプル強度比	2.90	1.88	1.64	2.02	3.55	0.54	3.20	0.32	0.48	3.84	2.27
サンプル強度比(補正後)	6.30	4.11	3.40	4.56	7.51	1.04	6.54	0.65	0.82	6.36	21.78
Sample信号のz値	2.0049	2.0049	2.0049	2.0049	2.0049	2.0049	2.0048	2.0046	2.00484	2.00491	2.00497
信号の線幅(ΔHpp)	2.704	2.731	2.681	2.760	2.720	2.750	2.713	2.724	2.714	2.705	2.623

糖の標準照射についてグラフに表したものを下に示す



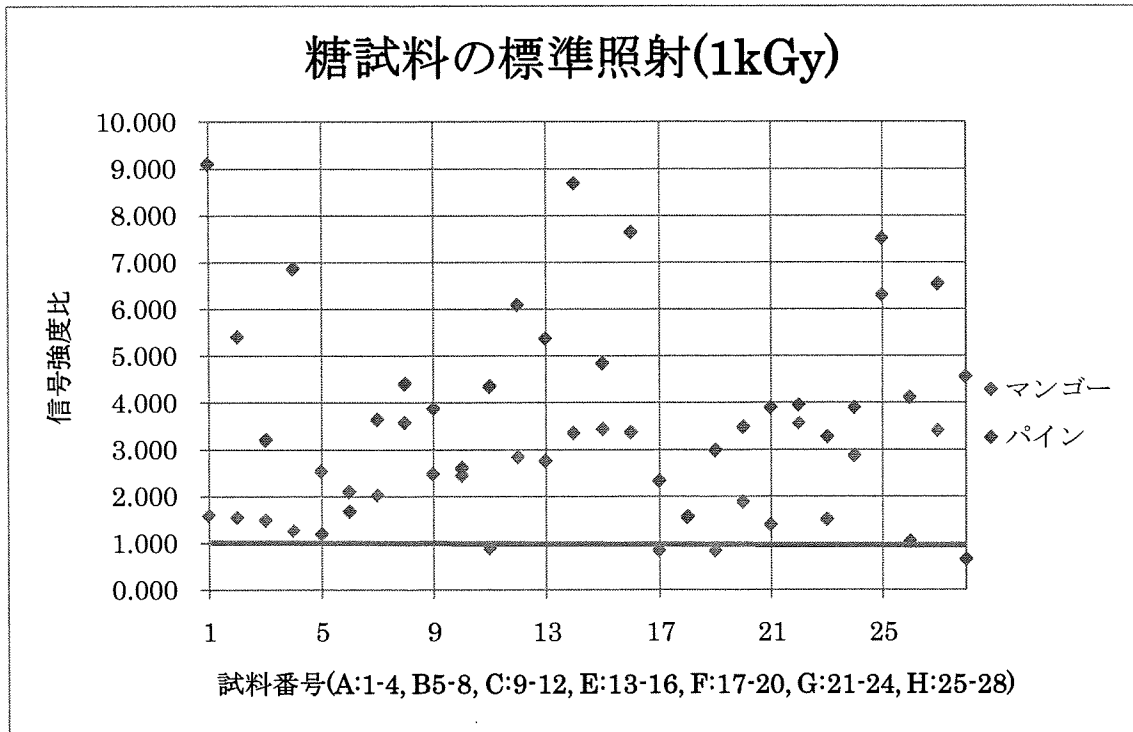
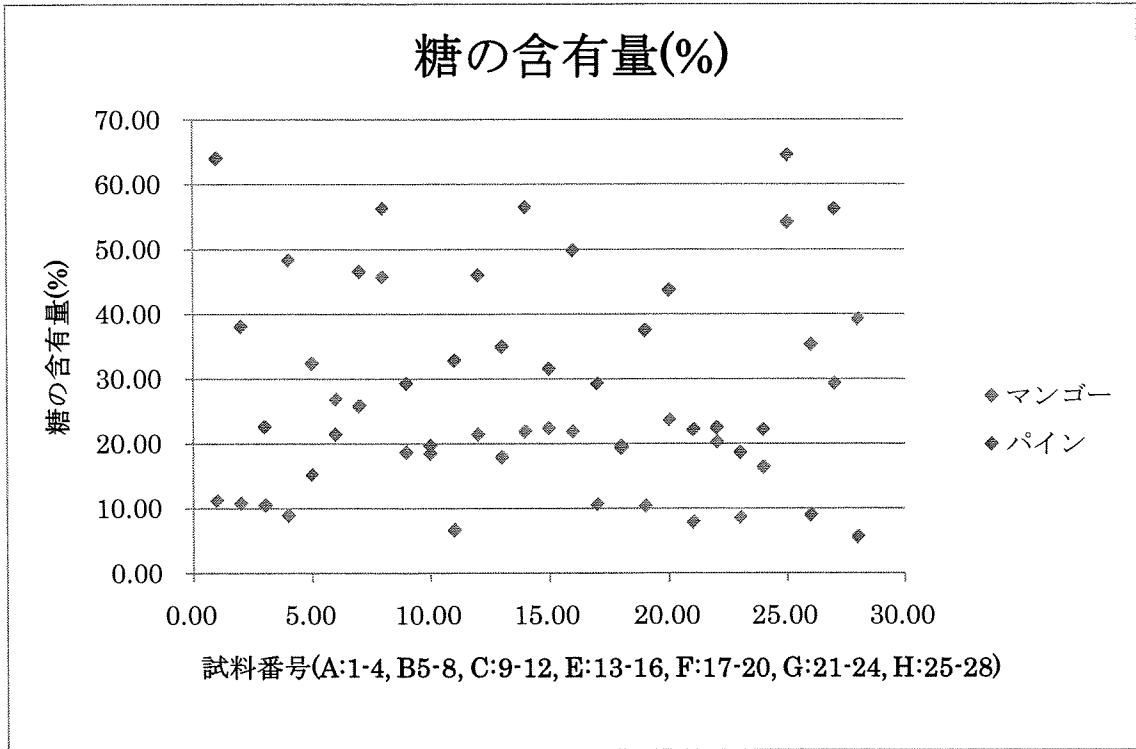
標準試料にもかかわらず、糖の信号強度比はばらつきが多かった。特に高線量ではばらつきが目立った。原因は不明であるが糖の試料は水分を含みやすいことが原因の一つと考えられる。また高線量では明らかに信号強度が飽和していることが観測された。この3点のデータをもとに2次回帰でフィッティングして試料の糖の量を見積もった。各機関の2次回帰の結果は以下のとおりである。

- A  $y = -1.6049x^2 + 15.644x + 0.1632$
- B  $y = -0.431x^2 + 8.1549x + 0.1111$
- C  $y = -3.4946x^2 + 16.961x - 0.2207$
- E  $y = -1.8015x^2 + 17.114x + 0.0485$
- F  $y = -1.0627x^2 + 8.9143x + 0.1064$
- G  $y = -1.1488x^2 + 18.207x + 0.5108$
- H  $y = -1.9799x^2 + 13.476x + 0.1328$

非照射試料の信号強度比と、糖の基準照射から求めた糖の含有量を以下の表に示す。

	糖の含有率(%)		信号強度比	
	マンゴー	パイン	マンゴー	パイン
A	11.18	64.05	1.587	9.096
	10.82	38.06	1.537	5.406
	10.46	22.59	1.486	3.208
	8.87	48.30	1.260	6.860
B	32.3	15.21	2.534	1.192
	26.8	21.43	2.099	1.679
	25.8	46.48	2.020	3.642
	45.7	56.26	3.579	4.408
C	18.69	29.23	2.475	3.871
	18.45	19.67	2.444	2.606
	6.68	32.82	0.884	4.347
	21.41	45.97	2.836	6.089
E	17.93	34.94	2.755	5.367
	21.82	56.51	3.352	8.681
	22.36	31.52	3.435	4.842
	21.92	49.74	3.366	7.641
F	10.60	29.25	0.843	2.328
	19.34	19.57	1.539	1.558
	10.37	37.45	0.826	2.980
	23.61	43.69	1.879	3.477
G	7.91	22.16	1.391	3.893
	20.25	22.45	3.558	3.945
	8.56	18.61	1.504	3.269
	16.34	22.15	2.871	3.891
H	54.18	64.56	6.301	7.507
	35.33	8.96	4.109	1.042
	29.24	56.22	3.400	6.538
	39.20	5.59	4.559	0.651
AVR	21.29	34.41	2.52	4.29
std	11.80797	16.550012	1.268376	2.289826
CV	55.4605	48.098028	50.42522	53.42336

ばらつきは多いが、平均するとマンゴーでは糖の含有量が約 21%、パインでは 34%であり、マンゴーと比較して、パインは糖の含有量が約 1.5 倍であった。このことはパインの方が約 1.5 倍感度良く測定出来ることを意味する。糖含有量、及び、信号強度比のグラフを以下に示す。



非照射と判断された試料の標準照射に対する判定であるが、糖の基準照射から糖の含有量を求めることは誤差が大きいと思われるため、試料の信号強度比で閾値を求めることが適当と考える。マンゴー、パイナップル共に信号強度比 1 以上が適当と考える。

## 5. 検討事項

### 5.1 Mn/アラニンの測定条件について

Mn とアラニンの信号強度比は判定基準となる信号強度比の標準化及び、装置間の相関を得るためにも非常に重要な測定である。よって、十分な SN が取れる条件でかつ、装置間で差の出にくい条件を選ぶべきである。十分な SN を取るには積算時間のほかにはマイクロ波強度及び変調強度を強くするとよいが、アラニンは飽和しやすいためにあまりマイクロパワーをかけると飽和してしまい、共振器等の違いによって、同じ測定条件でも強度比に差が出てしまう恐れがある。よってマイクロ波強度はおさえ、変調強度によって SN を稼ぐのがよいと考える。マイクロ波パワーを 1mW 程度、変調強度を 0.4mT 程度が適当と考える。例として e-scan での測定パラメーターを記す。今回、測定マイクロ波パワーが各機関まちまちであったので、標準 Mn 強度比に多少の違いが考えられる。きちんと標準化し、その条件で測定すべきである。

測定装置	ブルカー・バイオスピン社製 e-scan
中心磁場	348.5 mT
掃引磁場	15 mT
マイクロ波周波数	9.788 GHz
マイクロ波パワー	1 mW
変調周波数	86 kHz
変調強度	0.4 mT
時定数	20.48 ms
掃引時間	5.2 s
スキャン回数	48 回

## 5.2 判定基準について

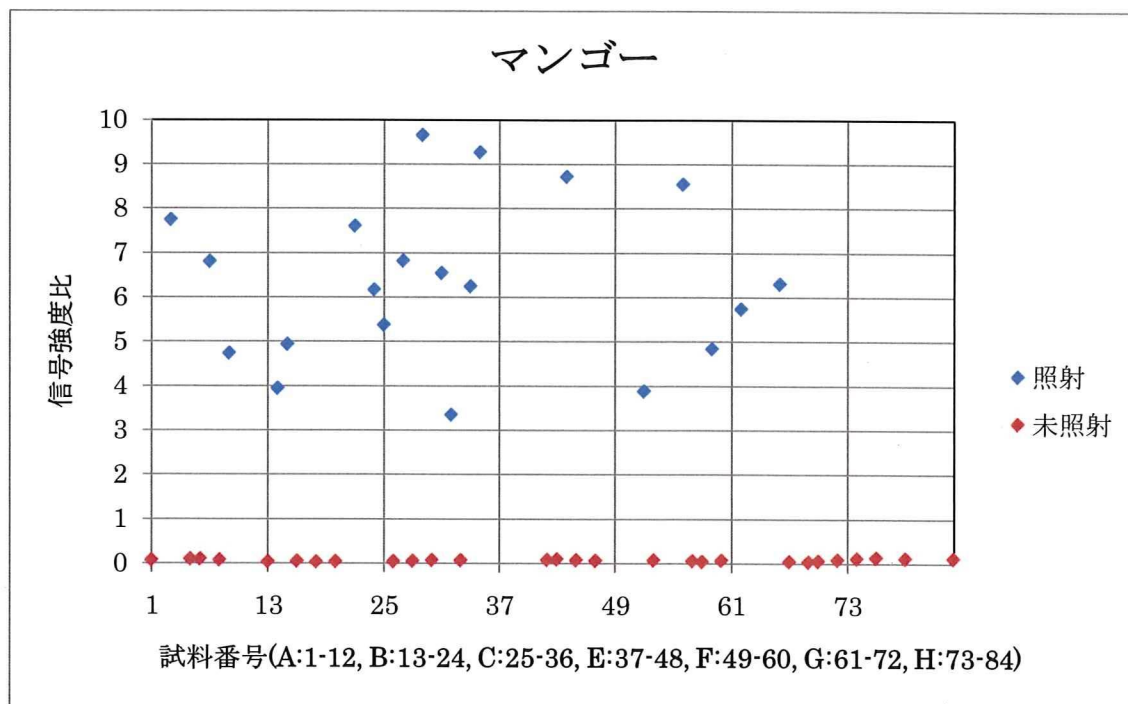
観測信号の信号強度比の判定基準について検討する。今回の観測では非照射の試料に対して若干のバックグラウンド信号が観測された。各装置、機関間での誤判定を防ぐために、未照射のバックグラウンド信号に対して少なくとも SN 比で 2 倍以上は必要と考える。機関 A,B,E,F,G ではバックグラウンド信号はあまり大きくなかった（信号強度比 0.1 程度）が、機関 C,H では比較的大きく、機関 C では Mn との信号強度比が 0.2 ほどにも及んだ。一方パインについては照射したものの信号強度比は 0.2 程度からであり、基準値の設定が困難である。今回、未照射の試料は低信号強度比から数えて判定すると、判別可能ではあったが、閾値を決めることは困難である。たとえばパインの試料において C 機関では非照射の信号最大値が 0.20 であるのに対し、機関 F の照射の最小値は 0.09 であり、統一した判定基準は設定できない。この原因は、糖試料のサンプリングの場所や、参照 Mn 信号の強度比の違いの影響があるかもしれないが、実際の判定基準ではもう少し、判定基準を大きくする必要があると考える。SN が 2 以上を考えると、パインにおいては非照射の最大値 0.2 の 2 倍程度以上、つまり 0.4 程度が照射信号の下限に設定すべきと考える。その場合、照射最小値 0.09 の約 4 倍となるため、今回の 0.1kGy に対して 4 倍の 0.4kGy をパインの検出限界（推定最大線量）と設定するのが適当と考える。

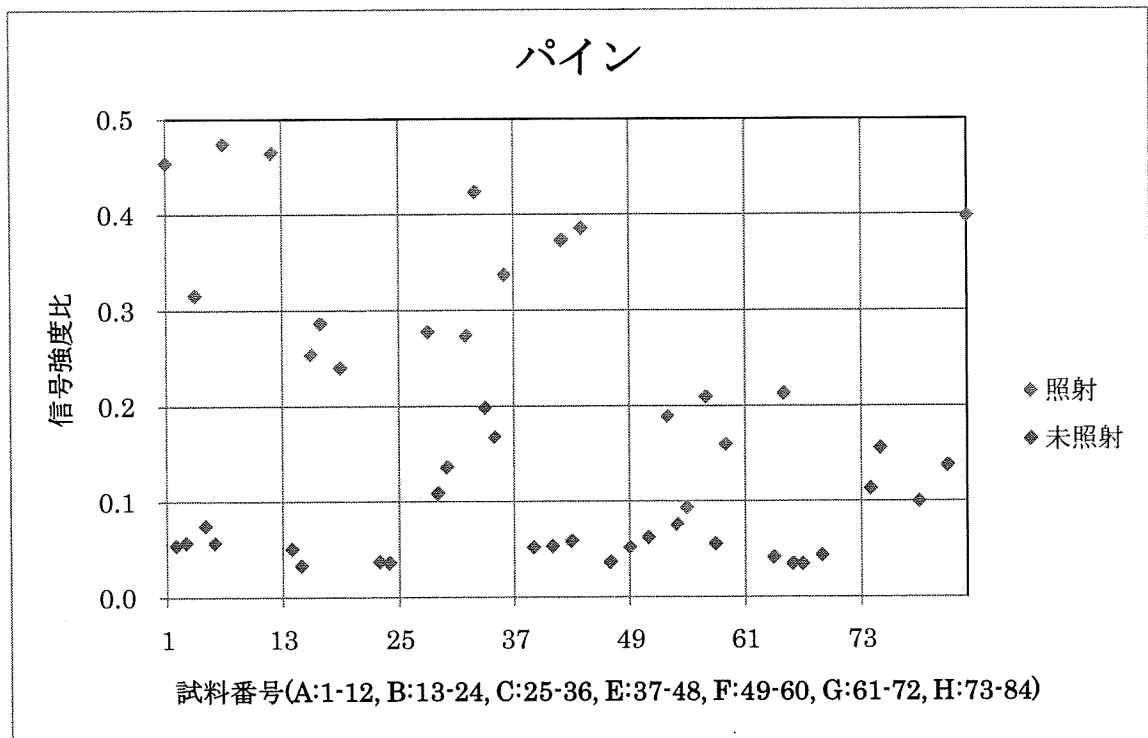
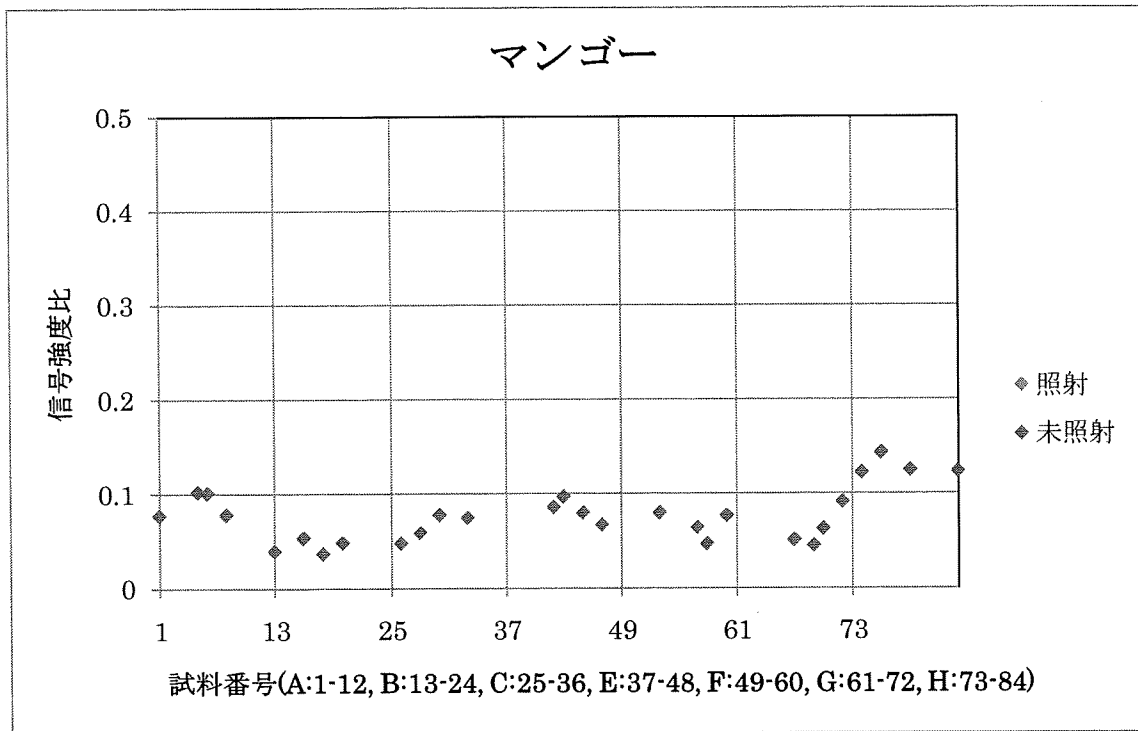
同様にマンゴーについて評価すると、非照射の最大値 0.14、照射最小値 3.35 であるので非照射の最大値 0.14 の 2 倍、つまり約 0.3 を閾値とすると、糖の信号がこの領域で線形応答をすると近似して、今回のマンゴーの低照射線量 4kGy に対して検出限界推定最大線量）は 0.3kGy 程度となる。

糖の含有量に関してはパインの方が、マンゴーより約 1.5 倍多く含まれる結果となった。このことはパインの方がマンゴーより 1.5 倍感度がよく（最低線量も 1.5 倍低く）測定出来ることを示す。しかしながら実験結果ではパイン 0.1kGy に対して最低信号強度比 0.94 であり、マンゴー 4kGy に対して最低信号強度比 3.35(0.1kGy 換算では 0.84)とほぼ同程度であった。これはたまたま切り出した試料がマンゴー、パインとも糖含有量が同程度であったものと考えられる。

マンゴーのバックグラウンドをパインのバックグラウンドの最大値程度あるとした時、バックグラウンド最大、信号強度比最少、SN2 以上で検知基準を決めた場合、検出限界はマンゴーパインとも信号強度比で 0.4 となる。信号強度比 0.4 の時の推定照射線量を実験結果から逆算すると、マンゴーでは約 0.15kGy、パインでは 0.1kGy となる。マンゴーとパインで約 1.5 倍の差がみられるが、これはマンゴー及びパインに含まれる糖の含有量の差とほぼ一致する値である。また全ての照射試料で信号強度比で 0.4 以上となる線量（推定最大線量）はマンゴー及びパインで約 0.4-0.5kGy と推定される。

	マンゴー			パイナップル		
照射線量	0 kGy	4 kGy	7kGy	0 kGy	0.1 kGy	1kGy
信号強度最小値	0.037	3.354	4.843	0.033	0.094	0.504
信号強度最大値	0.143	24.567	74.514	0.198	1.006	8.511
信号強度平均値	0.077	10.578	18.611	0.075	0.432	3.159
標準偏差	0.028	6.225	13.440	0.046	0.222	1.986
信号強度 0.4 に対する推定照射線量	-	0.15kGy	0.15kGy	-	0.09kGy	0.127kGy
信号強度最小値 = 0.4 とした時の推定線量	-	0.48kGy	0.58kGy	-	0.42kGy	0.79kGy

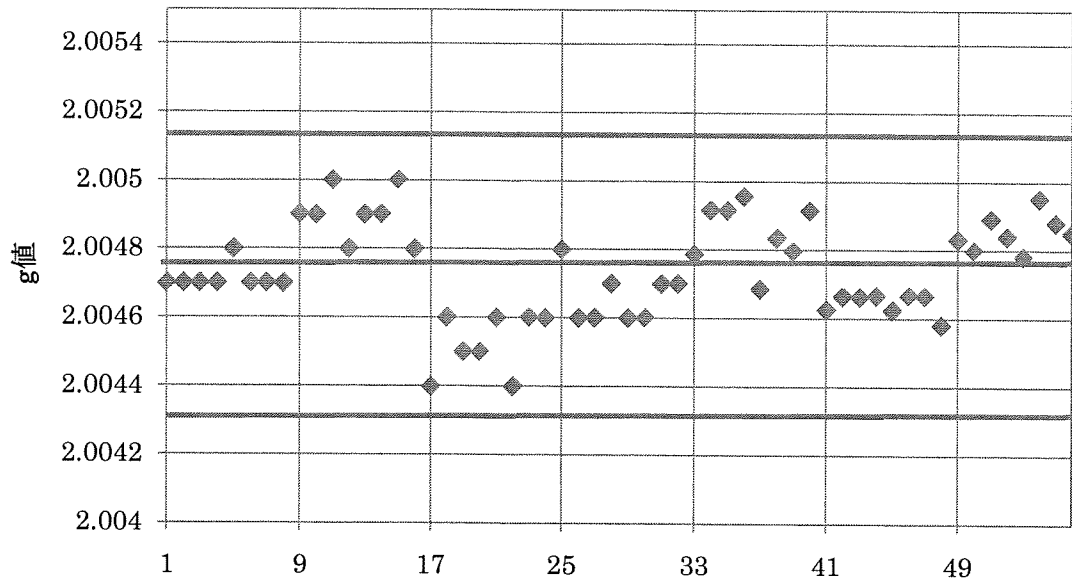




g 値及び線幅のばらつきについて

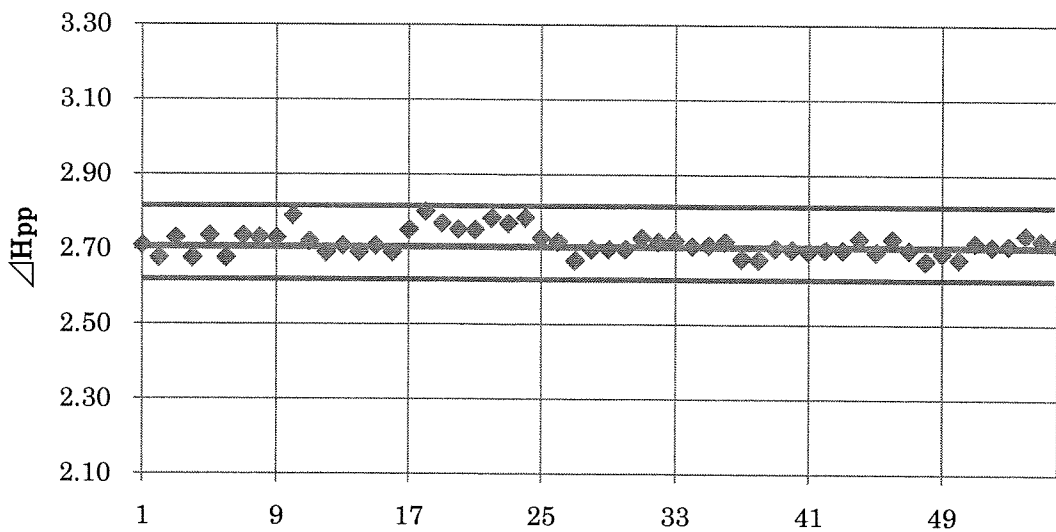


### マンゴーg値

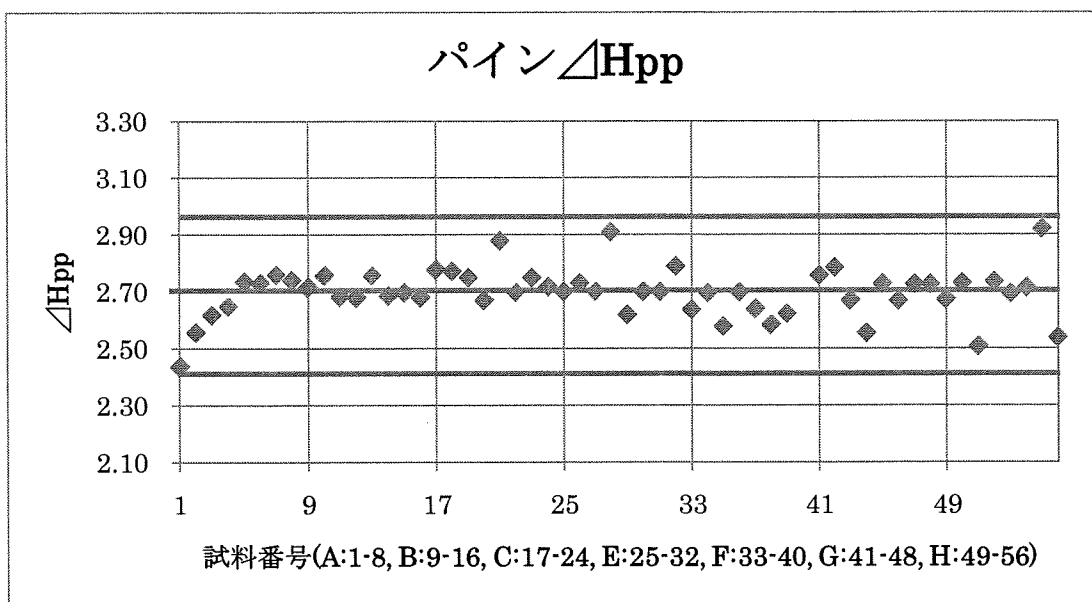
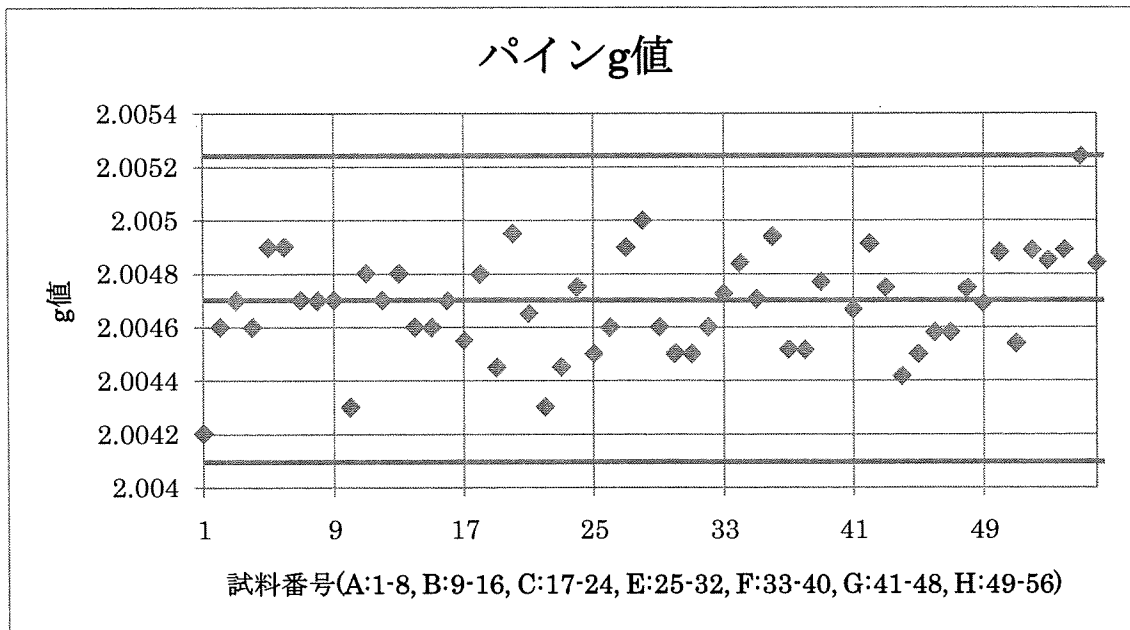


試料番号(A:1-8, B:9-16, C:17-24, E:25-32, F:33-40, G:41-48, H:49-56)

### マンゴー $\Delta$ Hpp



試料番号(A:1-8, B:9-16, C:17-24, E:25-32, F:33-40, G:41-48, H:49-56)



g 値及び線幅のばらつきについて、マンゴーにおいては g 値及び線幅ともにばらつきは少なかった。パインにおいてはばらつきが全体に大きくなり、判定値を外れる機関も見られた。これは全体に SN が悪かったので、測定条件を改善することによって、ばらつきを改善することができると思われる。マンゴー及びパインの g 値および線幅の平均値および標準偏差は以下の表のようになる。

	マンゴー		パイン	
	平均値	標準偏差	平均値	標準偏差
g 値	2.00474	0.00014	2.00468	0.00019
線幅	2.72	0.03	2.70	0.09

グラフには、それぞれ標準偏差の 3 倍の値( $3\sigma$ )の値を記した。上記の結果より検出基以上検出された信号に対する線形の判定基準を以下のように定めた

信号中心 g 値	2.0047±0.0005
信号幅 (peak-peak 幅)	2.7±0.3

## 6. 結論

今回 7 機関で乾燥マンゴー、パインについてコラボを行った結果、すべての機関で照射、非照射の区別ができた。(正解率 100%) しかしながら低線量照射を行ったパインについては今回の 0.1kGy での照射では、すべての機関に共通の SN の閾値を求めることは困難であった。マンゴーについては今回の線量 4kGy では明確に照射、非照射の判定は可能である。

バックグラウンド最大、信号強度比最少、SN2 以上で検知基準を決めた場合、検出限界は信号強度比で 0.4 程度と見積もられた。この時の推定照射線量はマンゴーでは約 0.15kGy, パインでは 0.1kGy となる。また全ての照射試料で信号強度比で 0.4 以上となる線量 (推定最高線量) はマンゴー及びパインで約 0.4-0.5kGy と推定される。このときの線形の判定基準を以下のように定めた。

検出基以上検出された信号に対する線形の判定基準

信号中心 g 値	2.0047±0.0005
信号幅 (peak-peak 幅)	2.7±0.3

g 値についてはパインにおいて規定値を外れるものが見られた。これはパインの照射線量が低いために SN が十分でないためと思われる。誤差については標準偏差の  $3\sigma$  の値を参考に定めた。

また、サンプリングによる糖の含有量が大きく異なるために、非照射と判定された試料に対して標準照射による確認が必須であると思われる。マンゴー、パイン共に標準照射後の信号強度が 1 未満の場合は再度サンプリングする必要があると考える。また、試料の切り出しには細心の注意をはらいできるだけ糖が多くなるように調整すべきである。

今回決定された信号強度比 0.4 の値に対してマンゴーの試料は低線量を 4kGy の照射線量で測定を行ったために、マンゴーの信号強度比 0.4 の時の推定照射線量約 0.15kGy の値と大きくかけ離れている。よってマンゴーの信号強度比 0.4 の時の推定最高線量 0.4kGy で追

加実験を行った。その結果、最低信号強度比は 0.37 であり平均は 1.54 であった。最低信号強度比 0.37 は 0.4kGy 照射の場合の推定最低信号強度比約 0.4 とほぼ一致する値であり、今回求めた基準値が妥当であることを示す結果となった。

## 追加事項

0.4kGy の照射を行ったマンゴー試料を各機関 3 試料ずつ測定を行った。

### 機関A

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	32.70	40.70	42.30
試料高さmm	12	13	13
Mnの相対強度	1.020609	1.020609	1.020609
サンプルの強度: S	66736	45669	68820
Mnの強度: Mn	40994	40238	42335
サンプル強度比	1.628	1.135	1.626
サンプル強度比(補正後)	2.54	1.42	1.96
Sample信号のg値	2.0049	2.0049	2.0049
信号の線幅(ΔHpp)	28.40	27.80	28.00
判定	1	1	1

### 測定条件

中心磁場	349.7 mT
掃引磁場	10 mT
データポイント	512 point
マイクロ波周波数	9.82 GHz
マイクロ波パワー	4.576 mW
変調周波数	86 kHz
変調強度	0.417 mT
コンバージョン時間	10.24 ms
時定数	40.96 ms
掃引時間	5.243 s
スキャン回数	24

### 機関B

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	87.3	67.1	85.2
試料高さmm	8	7	8
Mnの相対強度	1.136	1.136	1.136
サンプルの強度: S	2789	1937	2917
Mnの強度: Mn	1015	1115	1743
サンプル強度比	2.75	1.74	1.67
サンプル強度比(補正後)	1.79	1.47	1.12
Sample信号のg値	2.0048	2.0047	2.0049
信号の線幅(ΔHpp)	2.76	2.76	2.794
判定	1	1	1

### 測定条件

中心磁場	336mT
掃引磁場	±7.5mT
データポイント	4095
マイクロ波周波数	9.2GHz
マイクロ波パワー	4mW
変調周波数	0.4mT
変調強度	100kHz
コンバージョン時間	
時定数	0.1s
掃引時間	2min
スキャン回数	1

### 機関C

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	53.70	54.60	84.80
試料高さmm	10	12	13
Mnの相対強度	0.964	0.964	0.964
サンプルの強度: S	1.263	2.653	2.136
Mnの強度: Mn	1.14	1.597	0.988
サンプル強度比	1.108	1.661	2.162
サンプル強度比(補正後)	0.99	1.47	1.23
Sample信号のg値	2.0049	2.0047	2.0049
信号の線幅(ΔHpp)	2.912	2.816	2.890
判定	1	1	1

### 測定条件

中心磁場	339 mT
掃引磁場	16 mT
データポイント	1001
マイクロ波周波数	9.52GHz
マイクロ波パワー	2 mW
変調周波数	100 kHz
変調強度	0.3 mT
コンバージョン時間	-
時定数	100 ms
掃引時間	60 s
スキャン回数	5

機関E

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	77.30	67.10	50.30
試料高さmm	12	11	10
Mnの相対強度	1.020609	1.020609	1.020609
サンプルの強度: S	90372	64839	60023
Mnの強度: Mn	27911	28536	37008
サンプル強度比	3.24	2.27	1.62
サンプル強度比(補正後)	2.14	1.73	1.65
Sample信号のg値	2.0051	2.0049	2.0049
信号の線幅(ΔHpp)	28.02	27.8	28.2
判定	1	1	1

測定条件

中心磁場	349.7 mT
掃引磁場	10 mT
データポイント	512 point
マイクロ波周波数	9.82 GHz
マイクロ波パワー	4576 mW
変調周波数	86 kHz
変調強度	0.417 mT
コンバージョン時間	10.24 ms
時定数	40.96 ms
掃引時間	5.243 s
スキャン回数	24

機関F

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	91.96	198.74	215.44
試料高さmm	7	10	9
Mnの相対強度	1.992	1.992	1.992
サンプルの強度: S	1048	1380	1065
Mnの強度: Mn	3100	912	1115
サンプル強度比	0.34	1.51	0.96
サンプル強度比(補正後)	0.37	0.76	0.44
Sample信号のg値	2.0043	2.0043	2.0045
信号の線幅(ΔHpp)	2.71	2.65	2.73
判定	1	1	1

測定条件

中心磁場	335.528mT
掃引磁場	15mT
データポイント	65536 point
マイクロ波周波数	9425.255kHz
マイクロ波パワー	5mW
変調周波数	100kHz
変調強度	0.4mT
コンバージョン時間	
時定数	0.03sec
掃引時間	2min
スキャン回数	1

機関G

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/25

試料名	1	2	3
試料重量mg	47.20	47.00	55.20
試料高さmm	13	12	14
Mnの相対強度	1.020609	1.020609	1.020609
サンプルの強度: S	88347	24240	44565
Mnの強度: Mn	39083	34479	36137
サンプル強度比	2.26	0.70	1.23
サンプル強度比(補正後)	2.44	0.76	1.14
Sample信号のg値	2.0049	2.0051	2.0051
信号の線幅(ΔHpp)	27.80	28.00	28.00
判定	1	1	1

測定条件

中心磁場	349.7 mT
掃引磁場	10 mT
データポイント	512 point
マイクロ波周波数	9.82 GHz
マイクロ波パワー	4576 mW
変調周波数	86 kHz
変調強度	0.417 mT
コンバージョン時間	10.24 ms
時定数	40.96 ms
掃引時間	5.243 s
スキャン回数	24

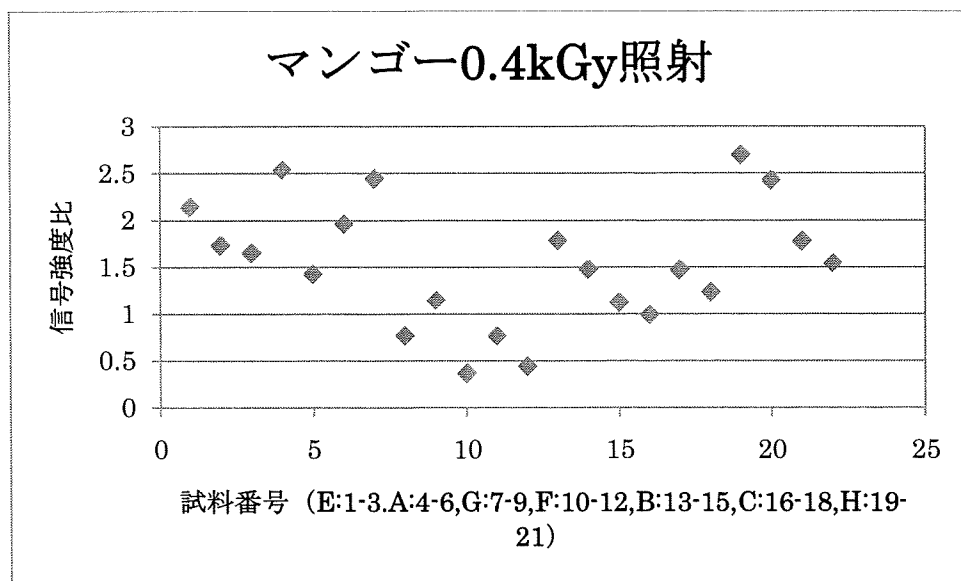
機関H

試料:マンゴー  
試料調整日:2010/1/23 測定日:2010/1/28

試料名	マンゴ-1	マンゴ-2	マンゴ-3
試料重量mg	52.00	52.90	49.10
試料高さmm	13	9	13
Mnの相対強度	1.551	1.551	1.551
サンプルの強度: S	3869	2071	2268.0
Mnの強度: Mn	2139	1251	2018
サンプル強度比	1.809	1.655	1.124
サンプル強度比(補正後)	2.70	2.43	1.78
Sample信号のg値	2.00461	2.00453	2.00449
信号の線幅(ΔHpp)	2.7389	2.74342	2.76903
判定	1	1	1

測定条件

中心磁場	336.372 mT
掃引磁場	10 mT
データポイント	65536 point
マイクロ波周波数	9435.328 MHz
マイクロ波パワー	5 mW
変調周波数	100 kHz
変調強度	0.4 mT
コンバージョン時間	
時定数	0.3 s
掃引時間	4 min
スキャン回数	1



#### 学会発表

2008年 電子スピンスサイエンス学会 10月1日(水)～3日(金) 九州大学

ESRによるアラニン線量及び照射食品測定

(ブルカー・バイオスピン(株)<sup>1</sup>、(社)日本アイソトープ協会<sup>2</sup>、原子燃料工業(株)<sup>3</sup>、崇城大学<sup>4</sup>、国立医薬品食品衛生研究所<sup>5</sup>)

○原英之<sup>1</sup>、荒木力太<sup>1</sup>、

廣庭隆行<sup>2</sup>、吉田哲生<sup>3</sup>、増水章季<sup>4</sup>、宮原誠<sup>5</sup>

2009年 電子スピンスサイエンス学会 11月10日(火)～12日(木) 神戸大学

放射線照射食品のESR検知法(糖)に関する研究

(<sup>1</sup>ブルカー・バイオスピン株式会社、<sup>2</sup>(株)コーガアイソトープ、<sup>3</sup>崇城大学、<sup>4</sup>国立医薬品食品衛生研究所)

○<sup>1</sup>原英之、<sup>2</sup>廣庭隆行、<sup>3</sup>増水章季、<sup>4</sup>宮原誠

### 資料 3

厚生労働科学研究 食品の安心・安全確保推進研究事業

#### 放射線照射食品の ESR 等検知法の試験に関する研究報告書

—セルロースを含む食品（生イチゴ、ピスタチオ、フェネグリーク）—

廣庭隆行 株式会社 コーガアイソトープ

##### 研究要旨

前年度より、セルロースを含む食品に対する放射線照射検知法の作成に向けて、検討を重ねてきた。今年度は、前年度作成された検知法原案に基づき、7機関にてコラボ試験を実施した。3種類のセルロースを含む食品試料（イチゴ(種)、フェネグリーク(粒)、ピスタチオ(殻)）について、実際に用いられていると考えられる線量、その半分の線量、未照射の3水準のガンマ線照射を行い、試験者には番号だけを記した試験品として、9個から12個を配布した。本検知法における判定方法としては、一定線量照射したアラニン線量計に対するセルロースラジカルの比率を用いた判定値と、セルロースラジカルの同定結果の両方を満たしたとき、照射されたものと判断した。ただし、試験を進める上で、セルロースラジカルの同定方法に改善を行い、同定についてはその両方の判定方法を比較した。

その結果、6機関においては、正解率98-100%とすることができた。しかし、1機関においては、ESR測定装置が本試験方法の測定条件に合致しなかったため、判定結果からはずした。また、判定値については、本コラボ試験結果に基づき原案では見直しを行った。

これらの結果、本コラボ試験にて修正された検知法原案を用いることで、精度良くセルロース含有食品の放射線照射検知を行うことができた

##### A.研究目的

平成20年度「放射線照射食品の ESR 検知法（セルロース）の試験に関する研究」において、ESRを用いたセルロースを含む食品への放射線照射検知法原案が作成された。これに基づき、7機関でのコラボ試験を行い、その結果に応じて必要な修正を行って、公定法手順書を作成することを目的とする。

## B.実験方法

### B-1.供試材料

平成 20 年度の「放射線照射食品の ESR 検知法（セルロース）の試験に関する研究」を受けて検討を行い、生イチゴ(種)、ピスタチオ（殻）、フェネグリーク（粒状）をコラボ試験に採用した。

### B-2.使用機器及び器具（機器詳細については(株)コーガ アイソトープで使用した例）

- ・ガンマ線照射装置 MDS ノーディオン社製 JS-7500 Co-60 5TBq(H21年9月現在)
- ・弊社製アラニン線量計 弊社で所有する電離箱線量計を、国家基準を持つ産業技術総合研究所にて校正し、この電離箱線量計にて、アラニン素子を校正することで、日本の国家基準にトレーサビリティのある線量計を使用した。
- ・標準アラニンペレット線量計  
30 Gy の標準照射された市販のアラニンペレット線量計
- ・ESR測定装置 日本電子株式会社製 JES-FR30EX（マイクロ波出力変更版）
- ・日本電子株式会社製マンガンマーカ―（以下 Mn マーカ―という）  
本試験では、6本ある Mn シグナルのうち、低磁場から3番目のシグナルを M3、4番目を M4 と表す。
- ・電子天秤 MettlerToledo 製 AG204DR（0.1mg まで測定可能）
- ・真空乾燥機（検体直接測定型 アズワン株式会社製 AVO-250N）
- ・真空ポンプ（油回転真空ポンプ SW-150 佐藤真空機械工業製）
- ・5mm φ 石英製試料管(内径 4.0mm φ Wilmad 製天然石英管、ラボテック販売 LST-5HS)
- ・竹串

### イチゴ関連

- ・マグネットスターラー
- ・ミキサーまたはホモジナイザー
- ・カッターまたはメス
- ・ステンレス製茶漉し
- ・アルミホイール
- ・500 または 1000ml ビーカー
- ・蒸留水
- ・五酸化リン
- ・デシケーター
- ・冷凍庫

### ピスタチオ及び香辛料



- ・剪定ばさみ
- ・目開き 1 mm の篩

### B-3. 試験方法

#### B-3.1 放射線照射試料の作製

弊社が所有するコバルト 60 を用いた MDS ノーディオン社製 JS-7500 型ガンマ線照射装置にて各試料に放射線を照射し、国家基準とトレーサビリティのある、弊社所有のアラニン線量測定システムにて線量測定をおこなった。照射線量は、実際に用いられていると思われる照射線量を参考に、イチゴが未照射・1.5kGy・3kGy、ピスタチオ、フェネグリークは未照射・4kGy、7kGy を照射した。

#### B-3.2 試料の配布

試料は、ランダムな番号を付加して管理し、コラボ試験者には照射の有無が分からないようにして、イチゴ 9 種類、その他 12 種類が配布された。

#### B-3.3 試料の調整

各試料は、食品中のセルロースを含む部分を、試料管に入るように粉碎などの作業をおこなった。

##### B-3.3.1 生イチゴ(種)

生イチゴの照射履歴はイチゴの種に残っており、これらを集める作業を行なった。

イチゴを 3 時間以上冷凍し、その後、表面部分を種と果肉をあわせて、カッターで剥ぎ取り、ホモジナイザーに移して 50ml 程度の蒸留水を加え、5000 回転/分で 2 分間処理した。その後、ビーカーに移して、300ml の蒸留水を加え、マグネットスターラーで 5 分間攪拌し、3 分間ほど静置したあと、沈んだ種を残し、浮いた種やその他の浮遊物を捨てて、さらにもう一度種の残ったビーカーに蒸留水等を加えて繰り返す。これを蒸留水等で洗いながら、ステンレス製の茶漉しに全て移し、アルミホイルで蓋をして、水気を切った。

##### B-3.3.2 ピスタチオ (殻)

ピスタチオの殻をポリ袋にいれ、剪定ばさみにて、ポリ袋中でカットした。カットした破片が大きいときは、1 mm の篩にかけたものを使用した。

##### B-3.3.3 フェネグリーク(粒状)

フェネグリークは、2-3mm の粒状であり、そのまま試料管に入るため特に加工はおこなわなかった。

### B-3.4 乾燥

各試料は、乾燥しているものもあり、さらに乾燥する必要のないものもあったが、測定条件を合わせるため、海外公定法記載の 40°C で 2 時間の真空乾燥をすべての試料について行った。

### B-3.5 ESR 測定

#### B-3.5.1 試料の充填

試料管に各試料を 150mg 程度充填して、重量と試料の高さを記録した。

#### B-3.5.2 30Gy 標準アラニンペレットと Mn マーカー (M3) の比の測定

国家標準とトレーサビリティのある 30Gy 標準アラニンペレットを Mn マーカー (M3) (AL) のピーク高を同時に測定し、そのピークトッピークの比 (AL/M3 (AL)) を記録した。なお、Mn マーカー (M3) のピーク高はアラニンペレットと同等のピーク高に調整して固定した。

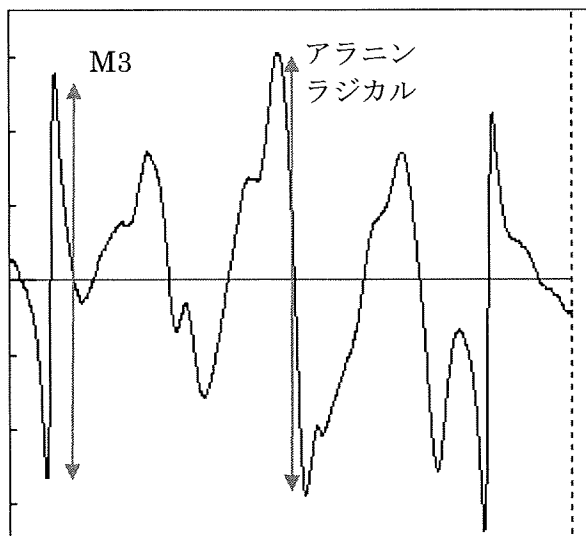


図 1 アラニンラジカルとマンガンマーカー (M3)

#### B-3.5.3 試料と Mn マーカー (M3) の測定

##### B-3.5.3.1 セルロースラジカル計測範囲の設定

B-3.5.2 で設定した Mn マーカー (M3) は固定したまま、数 k Gy 程度照射した食品試料を ESR 装置にセットし、Mn マーカー (M3) との同時測定を行った。測定したセルロースラジカルの出現位置 (磁場) より、セルロースラジカル計測範囲 (Pa,Pb) を決定し (図 2 参照)、Mn マーカー (M3) とカーボンラジカルの位置 (Pm,Pca) から比例計算することで、各試料測定ごとに測定範囲を算出した。

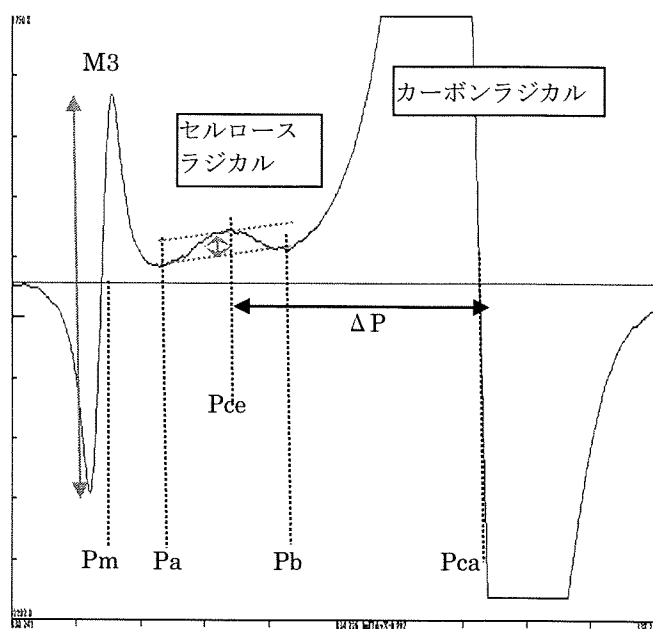


図 2 セルロースラジカル測定範囲の設定

#### B-3.5.3.2 ピーク高の算出

セルロース計測範囲の 2 点 Pa,Pb 間においてベースライン補正を行い、ピークトップまでの高さをピーク高とした。

#### B-3.5.3.3 信号強度比の算出

B-3.5.3.2 の試料のピーク高と同時測定した Mn マーカー (M3(sample)) との比 (Sample/M3(sample)) を算出した。さらに、B-3.5.2 の AL/M3(AL) で割り、150mg への重量補正を行って、測定試料ピーク高のアラニンとの比較値 Sample/AL (信号強度比) を求めた。

### B-3.6 放射線照射の有無の判定

#### B-3.6.1 信号強度比による 1 次判定

信号強度比 Sample/AL が、判定値を超えていた場合、1 次判定を陽性とし、2 次判定を行った。

表1 判定値

食品名	判定値
生苺	0.05
フェネグリーク	0.1
ピスタチオ	0.1

B-3.6.2 2次判定（カーボンラジカルを用いたセルロースラジカルの同定）

当初、下記方法1についてのみ実験を行う予定であったが、その後の内容検討により、方法1と合わせて方法2を追加し、結果について検討することとした。そのため、機関によっては、算出できなかったものもある。

B-3.6.2.1 方法1：特定スペクトル位置でのスペクトルの傾きによるもの

Mn マーカーを取り除き、カーボンラジカルスペクトルのベースラインとの交点を中心に、高磁場側に 3.2mT、低磁場側に 2.85mT の位置それぞれに着目し、カーボンラジカルスペクトルの裾野上にセルロースラジカル微分波形の中心がこの位置に存在する場合（カーボンラジカルスペクトルの傾きをベースライン補正した上で、指定位置のスペクトルの傾き係数が負になり、スペクトルが右下がりの場合）、セルロースラジカルと判定する。

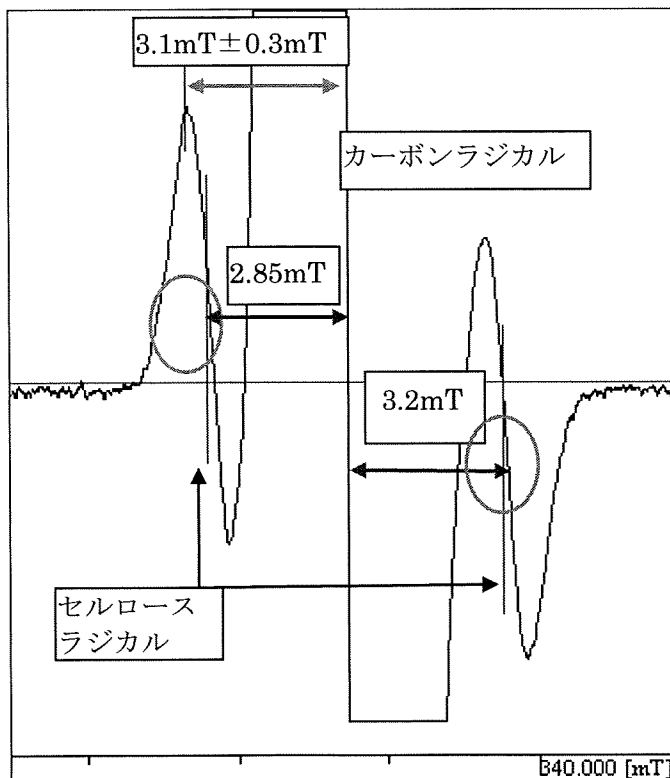


図3 特定位置のスペクトルの傾き