

る記載があることは、混乱を招くと考えられ、前項の試料量と同様に、試験成立条件として合理的にまとめるべきである。

4. 精製方法

精製手順に関して、

- ・ポリタンクスチレン酸ナトリウムの代替にタンクスチレン酸等が使用できないかとの質問があったが、その後の操作に影響があるため困難であるとの意見が示された。

・通知に記載されている遠心分離でなく、静置により鉱物を沈殿させても良いかとの質問には、問題ないと考え方が示された。

5. 試料皿の規格

通知に規定されている試料皿は、規格が定められているが、そのサイズが EN1788 と重なりがないこと、また入手が困難なことが指摘された。サイズの規定については、厚生労働科学研究班の検討結果に基づき決められたと説明されたが、EN1788 と異なるサイズとなった経緯については説明されなかつた。

6. 試料の輸送

試料の輸送温度が 15°C 以下とされている点について、発光の減少を防ぐためと説明されたが、50°C 以下であれば影響はないとの見解もあった。

通知では第一発光及び第二発光測定後の鉱物量により発光量を補正している。これは EN1788 ではなく、標準照射のための輸送が必要であり、その間での鉱物の損失を補正するために設けられたと思われる。これに対して、

- ・採取される鉱物は均一ではないので、重量による補正はできない。厳密に言えば、試料皿上の位置が変わっても、発光量に

影響するので、大きな減量があった場合は補正するのではなく、試験をききやくすべきである

という意見が示された。

また、EN1788 では認められているシリコンによる鉱物の固定については、多くの賛成意見と反対意見が示された。今後、発光に影響を与えないシリコンの使用法についての、データの蓄積が必要であると考えられた。

7. 標準線量の照射

通知に記載されているコバルト 60 及び電子線以外の線源（セシウム 137、X 線等）の利用について、意見が交わされた。EN1788 では他の線源も満足であれば使用を認めているが、満足であることを判定する基準は示されていない。他の線源を導入するためには、判定基準を定めることが第一であると思われる。

通知では、標準照射線量にトレーサビリティや変動 5% の規定があり、他の手順に比較して高い厳密さが要求されている。これについて、このような厳密さが必要かという疑問が示された。

8. 測定条件

EN1788 では 150-250°C が発光を積分する範囲として推奨されており、この推奨温度範囲で測定した TL 発光比が 0.1 を超えることにより照射の判定が行われる。通知では EN1788 より遙かに広い 70-490°C が積分温度範囲とされているが、判定基準は EN1788 を踏襲して TL 比 0.1 である。この点について、多くの意見が示された。

特に、

- ・未照射試料では積分温度範囲が広いと TL 比が増加するため、このままで EN1788

と同等の方法とは言えないことが指摘された。これに対し、通知法作成者から、

- ・通知発出前には標準試料を用いてどちらの積分範囲で判定しても同じ結果が得られたという根拠から、このように規定されているが、新たなデータが得られていくのであれば、更に検討し修正を図ることも考える

との方針が示された。

9. 判定

通知では、照射を判定するためのピーク温度の基準温度が、TLD100 のピーク温度 +29°C とされている。参加者から 29°C を加算することについての説明を求められ、TLD100 のピーク V とピーク VI の差から一義的に決めた、あるいは機器のばらつきを考慮したと説明があった。

EN1788 では照射された食品で現れるピークの温度は 150-250°C とされている。一方、TLD100 のピーク温度は 230°C 付近であり、29°C を加えるとおよそ 260°C となるため、EN1788 の規定を 10°C 超過する。このため、EN1788 では照射ピークと判定されないピークが、通知では照射ピークと判定される可能性がある。

TLD100 のピーク V とピーク VI の差は 60°C 程度で 29°C とは異なっている。さらに、EN1788 ではピーク V とピーク VI の温度差をピーク V の温度から引いた温度から、ピーク V までを積分温度範囲として設定する方法が Annex に示されているが、通知のようにピーク V の高温側に設定する事の根拠とはならない。また、同一機器の日間のバラツキを考慮することには意味があるとしても、異なる機器間でのバラツキを判定基

準に含めることは、誤判定の元となる。バラツキがあるならば、基準を設けて機器を調整することが必要であるという意見も出された。

以上の議論の結果から、通知におけるピーク判定温度の基準には正当な根拠がなく、早期に改正する必要があると考えられる。

通知では、基準温度に関して標準岩石の使用も記載されているが、その規格、入手先は明らかにされておらず、不備が指摘された。さらに、EN1788 にはコンタミを防ぐために、粉末状の鉱物の使用を割けるように記載されていることも指摘された。

ピーク判定基準として、 $S/N > 3$ が示されている。これについて、

- ・TL 法で得られるピークは幅が広く判定が困難である
- ・スペイクノイズがあるため N の値が安定せず評価が変わりやすい

との意見が示された。また、EN1788 ではバックグラウンドとして最小検出レベルの考え方(MDL)を採用しており、通知と判定基準が大きく異なる点が指摘された。

10. 適用範囲と信頼性保証

・適用できる食品を拡大する際に、その判断基準と確認法が必要である

ことが指摘された。また、参加者から

- ・指摘された現行通知の問題点を改めないと、今後問題が起こる

という懸念が示された。

試験の成立を判断するための基準設定、ブランク試験の導入、定性法である TL 法の内部精度管理のあり方等の信頼性保証についても整備していく必要性が指摘された。

D. 結論

上記の討論の大部分は、通知法と EN1788 が整合していないことが話題となつた。通知法は EN1788 を土台にして検討されたとされているが、多くの点で異なる規定が設けられている。

共同試験実施時に設定された条件が通知に規定されているが、EN1788 には規定がない、あるいはより幅広い規定がされている場合がある。これには、検体採取量、鉱物量、試料皿の規格、試料の輸送温度、アニーリング温度、標準照射線量の規定が含まれる。これらの規定により、検査実施が煩雑になっているが、最終的な判定が大きく変わることはないと考えられる。

一方、発光量を積分する温度範囲、照射による発光ピーク判定基準温度、ピーク判定、試料重量による補正は、判定そのものに係わっており、EN1788 と通知法で判定が変化する可能性がある。

TL 比は発光量を積分する温度範囲に従って変化し、未照射試料では積分終了温度を高くすると共に TL 比が増加することが知られている。EN1788 で定められた TL 比 >0.1 という判定基準は 150-250°C を想定して設定されており、通知での設定では未照射であってもこの値を超える可能性がある。

さらに、基準温度が 260 度に設定されていることから、照射によらない発光ピークを判定に加える可能性がある。また、250°C 以下のピークであっても、 $S/N > 3$ というピークの判定基準がある。この基準に従うと、ノイズレベルを僅かに超えるような小さなピークも照射ピークと見なされる。これらの三点から、通知では EN1788 よりも未照射食品を照射と誤って判定する確率が高いと考えられる。

試料重量による補正は、一見精度を向上させるように見える。しかし、標準照射後の重量が照射前よりも増加している場合もある。このような重量測定の誤差を TL 比補正に使用することは、あまり望ましくない。また、重量が大きく減量した場合は、同一の鉱物の発光を測定しているとは見なしがたく、試験結果の正当性に疑義が生じる。以上のことから、発光量を積分する温度範囲、基準温度、ピーク判定、試料重量による補正については、速やかに通知の見直しが必要と考えられる。

E. 研究発表

1. 論文発表

なし

第一回 照射食品検知法評価会 議事録

1. 日 時 平成 21 年 5 月 27 日(水) 14:00～17:15

2. 場 所 国立医薬品食品衛生研究所 講堂

3. 出席者 (敬称略)

等々力節子、関口正之、坂部寛、小木曽基樹、加藤毅、鈴木剛、川上宏之、佐藤信彦、須永博美、川島郁男、廣庭隆行、武川哲也、野口憲太郎、喜多村誠、佐川岳人、宮下隆、矢島辰雄、小野浩、新井卓、空増昇、日田充、小笠原邦敏、平岡研佑、武田寿、小嶋拓治、小林泰彦、宮原誠、堤智昭、渡邊敬浩、松田りえ子

4. 内容

(1) 開会挨拶

松田座長から、現行の通知試験法に関する忌憚ないご意見を頂戴したいとの、評価会の趣旨説明があり、続いて日田専門官から挨拶があった。

(2) 配布資料確認

渡邊室長により配布資料の確認が行われた後、出席者の自己紹介が行われた。
<農林省水産消費技術センター>を<農林省水産消費安全技センター>へ修正要請があった。

(3) 議事

【現行通知法の評価】

資料 2 (現行の TL 法の問題点と改善に資する提案事項/コメント集)に基づき、項目ごとに評価・意見交換が行われた。

① 全般について

現行の通知法と Codex 法である EN1788(CEN 法)が整合しておらず、整合すべきではないか。

- ・食品の流通に関わる検査においては、分析値の信頼性をいかに保証するかが重要であり、特に他国との係争に陥った場合には、分析法の妥当性について科学的な証拠が要求される。
- ・Codex 分析サンプリング法部会で、分析値の違いに起因する係争を解決するためのガイドライン作成が検討されている。現行通知法に妥当性確認済みの CEN 法からの変更が加えられているのであれば、その正当性を示すために科学的なデータを証拠として準備する必要がある。

- ・過去に他国(ドイツ)との間で係争に陥った事例があるが、その際にも当該国が現行通知法はCEN法と同等の方法であると認めたことから、CEN法との整合性は取れている。

② 分析法(前処理)について

検体の採取量に上限が設けられていない。

- ・通知では検体量の上限値が記載されていないため、必要量の鉱物が得られるまで処理をくり返さなくてはならない。
- ・CEN法には試料(検体採取)量の上限記載がないので、分析に要求される量の鉱物が得られるまで無限に繰り返すと解釈できる。
- ・CEN法では重量ではなく、規定の発光量が得られる試料の量として制限されている。
- ・TL法が適用できない食品がある事を認識することが前提となる。試料量に限らず、試験の棄却基準についての設定が現行通知法には欠けている。
- ・試料(検体採取)量の規定について考える際の一例とするため、検疫所でのモニタリング検査で規定されるサンプリング計画ではどのくらいの量のサンプルを採取するとされているか？
- ・上記への回答：現在は500gとされている。従前は300gであったが、鉱物採取のために抽出操作が繰り返される事が多く、保管試料を確保する目的からも500gに変更することになった。
- ・検査不能となった事はあるか？
- ・上記への回答：鉱物が採れず検体が無くなつたことがある。
- ・検体から分離される鉱物の量に関しては、経験からある程度の予想がたてられるのではないか。
- ・試料(検体採取)量については、SOPのレベルで決めていただきたい。また分析依頼者との契約により、試料検体100gから2回の抽出操作を行って必要量の鉱物が分離できない場合はTL法の適用範囲外である、といった契約を結ぶというのが良いのでは。
- ・CEN法はそもそもとして、鉱物が採取される試料検体に適用する方法とされており、現実的な量の検体から十分な鉱物がとれなければスコープ外である。十分な発光が得られる鉱物が採れなければ他の方法を採用すべき。

粒状検体においては、鉱物が得られるまで操作を繰り返し行う旨の内容がないが、鉱物が必要量採取できなくとも抽出操作を繰り返さなくても良いと解釈できるか。

- ・粉末検体と同様の内容を追加記載することとなった。

脚注 23) に関して、鉱物量が 0.1mg 以上であれば Glow2 から S/N>100 の発光ピークがえられれば試験結果の担保がとれるとの解釈をして良いか。

- ・上記への回答：その解釈で問題ない。

鉱物の重量の規定

- ・通知本文には 1mg とあり注には 0.1 mg でも可能と書かれている。注も本文と同等と見なしてよいか？
- ・上記への回答：注も判断基準と解釈される。
- ・S/N>100 の第 2 発光が認められる場合は 0.数ミリグラムの鉱物でも評価が可能であるとある。
- ・鉱物重量の減少に注意が必要である。
- ・1 回目の測定後に重量減少が認められる場合は、鉱物試料に有機物が含まれている可能性が高い。
- ・有機物のみを測定した場合でも発光が観測されることがある。
- ・明らかな減重の場合は試験が成立しないとして棄却するべきである。
- ・このような測定後の重量の減少に関する注意事項を通知に記載するべきである。
- ・試験の成立に関する棄却基準を通知に明記すべきと考えるが、これは可能か。
- ・上記への回答：必要量の鉱物が回収されたことを前提とした評価方法のみが記載されており、その条件についてはすでに注釈等に記載済みである。
- ・試料重量以外の操作段階での判定基準も記載した方が良い。

精製方法

- ・通知法に規定されているポリタンクスチレン酸ナトリウム溶液の代替品としてタンクスチレン酸等の使用は可能か。
- ・上記への意見 1 : pH が異なるため、その後の操作が変わる。
- ・上記への意見 2 : 操作段階での噴きこぼれが懸念される。
- ・遠心分離の代わりに静置することに関しては、実施者の判断に任せる。遠心あるいは静置のいずれを選択するための判定基準が必要か。

試料皿の規格について

- ・サイズが規定されていることは分析値のばらつきに影響する要因を減らすことになるため良いことだと考えるが、CEN 法に規定されたサイズの範囲に含まれるべきである大きさとするべきである
- ・試料皿の試作を検討したいが、材質や仕上げの方法が重要な要素となるため、そのための情報を提供していただきたい。

- ・試料皿のアセトン洗浄は作成時に使用される可能性のあるオイルの除去を目的として記載されている。
- ・現行通知に記載の試料皿の規格については、検討班の検討結果に基づき決められた。

試料の輸送

- ・輸送の温度が 15 度以下に設定されているのは発光量を減少させないためである。
- ・室温で 2 週間以上放置した状態と同等の状態にする処理としてアニーリングするのであって、輸送時の温度の影響は少ないと考えられる。
- ・50°C以下の輸送であれば問題とはならない。
- ・輸送に関しては温度よりも輸送時に試料が損失することと、第二発光測定後の重量で発光を補正することの方が問題である。
- ・CEN 法ではシリコンオイルを用いて鉱物を固定する方法が示されている。また、CEN 法では標準照射のために鉱物を輸送することは発想すらしてない。
- ・通知でシリコンオイルの使用を認めていないのは、スプレー噴霧した際に鉱物が損失する恐れや、シリコンの素材そのものが発光量に影響を与える懸念を払拭できないためである。
- ・低濃度のシリコン溶液を規定量使用することとすれば、鉱物を損失せずに固定が可能である。
- ・ブランクを取って発光量に影響を与えないシリコンを選択することが可能である。
- ・シリコンオイルの導入を検討するには、試料皿の熱容量の変化等に関する実験結果が必要である。
- ・発光温度に差がないことは確認されている。
- ・シリコンオイルの種類によっては、発光ピークが見られる場合がある。

標準線量の照射

- ・コバルト 60 の購入が困難であること、また食品照射がセシウムで実施されている現状や将来的にはセシウムでの分析が主流になると予想される点を考慮し、トレーサビリティが確保されれば校正線源として現行通知規定以外の線源を用いることを認めていただきたい。
- ・他の線源を使用する事の妥当性を確認する必要性がある。
- ・X 線照射時の線量測定法の妥当性が問題となる。
- ・2MeV 以上の電子線、ストロンチウム 90 の β 線、セシウムとコバルトは同等であるという論文が発表されている。

- ・X線を線源として使用することについて
 - ・低エネルギーのX線では浸透性に問題がある。
 - ・通常のTL法の適用範囲において、照射量が同じであれば相互作用も発光量も変わらない。
 - ・X線装置毎に性能が異なる。
 - ・汎用性という観点からみると、X線を線源としていくことに考慮の余地がある
 - ・X線によって分析に必要とされる線量を安定して照射可能か、その標準照射についての検証が必要性である。
 - ・標準照射線量には、トレーサビリティや変動5%の規定が設けられており、分析法の他の手順に比べ高い厳密性が要求されているが、これは必要か。
 - ・高線量照射された鉱物はその照射前歴が記憶され、その前歴を消去するには標準線量照射前のアニーリングが有効。
 - ・陽性の判定には影響はない。

③ 分析法（測定）について

照射ピークを判定する基準温度の設定

- ・基準温度とは、照射の判定に使われる上限の温度のことであろうか。通知通りに計算すると、260°Cになる。 T_{100} に29°Cを加算することに通知法が改正された理由を知りたい。
- ・TLD100のピーク5とピーク6の温度差を基に一義的に決めた。基準が定められていることが重要。
- ・標準岩石とはどのようなものか。
- ・地質調査所が出している標準鉱物の一つ。使用できる標準鉱物の種類には多数ある。
- ・通知に記載するならば、標準鉱物の規格等を明らかにすべきである。
- ・高線量で校正に使える標準鉱物があれば望ましいが、現状では、TLD100を使うのが合理的である。
- ・粉末状の標準鉱物を使用する事は避けるべきである。これはコンタミの原因になるため避けるようにとCEN法に書かれている。適切な鉱物が調製できるのであれば別だが、現状はTLD100を使用するのが良い。
- ・TLD100に照射することが規定されている0.5kGyの照射線量を精確に管理可能な施設が限られているため、標準品の供給体制を整える事が必要である。
- ・試料皿の厚さは、現行通知法に比べCEN法のほうが厚く、従って温度の上昇が遅くなると考えられるのに、通知法で10°C高い基準温度が設定されていることの根拠はどのようなものか。

- ・CEN 法では判定基準温度が 250°C とされており現行通知法との間に隔たりがある。
- ・通知に記載されている第一発光曲線の発光極大温度(T1)を定める目的から、TLD100 の測定により得られた測定値の解析に使用するとされている注釈 25 の算術式の定数項(29°C)は、ピーク 5 と 6 の温度差に基づき、実験データから 29°C と定めた。また、機器（固体）間での T1 値のばらつきについてはメーカーにその評価をお願いしているところであるが、このばらつきを吸収させるという意図もある。
- ・機器の校正は、TLD100 を測定した場合に 230°C 付近が発光極大温度となるため、これから 10°C 程度異なった場合を目安に行うとしている。
- ・判定基準温度は必要であるが、これを 230°C+29°C とするのは高すぎるので反対。
- ・判定基準が(第一発光曲線の発光極大温度と TL 比の)2 つあるので誤判定の可能性は限りなく低い。しかし、明確な判定をするためには判定基準温度を下げるべき。これは、現在の判定基準温度であると、自然放射線由来のピークを高頻度で拾うためである。
- ・経験則になるかもしれないが、共同試験時には、TLD100 で得られるピーク 5 よりも低い温度で判定することで正解が得られている。
- ・CEN 法の理解が違っているようだが、250°C と 260°C に大きな違いはないと考えている。
- ・TL 比で判定できるからよいという発想だと思うが、TL 比の設定にも今までは問題があるので、両方を合わせて判定した場合、抜け穴の誤判定ができると思う。また、現行通知法では、重量補正や積分範囲の設定が不適切であるため、TL 比を過大評価する可能性が大きい。
- ・CEN 法と現行通知法が違うことについてその正当性を証明しなければならない。
- ・CEN 法と現行通知法は同じである。
- ・判定基準温度が CEN 法では 250°C、現行通知法では約 260°C であり明らかに違う。
- ・29°C をプラスすることで、230 から 259°C との間に多くのピークが含まれてしまう。
- ・判定基準温度が異なることで、CEN 法と現行通知法を用いて同じ試料を分析しても判定が分かれる可能性がある。
- ・現行通知法で設定されている約 260°C は機器間での計測のばらつきを考慮したものである。
- ・分析法の中に機器由来のばらつきを含めた判定基準を設定することは誤りのも

ととなる。明確な判定基準をまず設定し、これが満たせるように機器を調整していくべき。

- ・TLD100 を標準鉱物と信じているにかかわらず 29°C を足す事の論理がわからない。TLD100 で校正後の各機器は規定温度で同じように発光していると仮定している。そうであるならば、29°C を足すのではなく、CEN 法に合わせるためにも 250°C にすることを目的に加算するべきである。

測定温度範囲と積分範囲

- ・測定温度範囲が広いと機器の性能としてチャンネル数が固定であるためにデータが粗くなる。合理的に考えればおおよそ 400°Cまでを測定温度と設定すれば、照射されているかいないかの傾向をつかむには十分である。また、高温まで上げてしまうと、自然放射線由来のピークが生じてしまい、意図的に照射されたか否かの判定を目的とした分析法の目的に合わない。現行通知法の修正を軽微なものにするという意図があるのであれば、測定温度範囲は変えずに、積算範囲をもっと柔軟にしてはいかがか。
- ・未照射試料のデータでは積算温度範囲を広げると TL 比は大きくなる。
- ・現行通知法開発時に用いた TLD100 ではそのようなことはなかった。新しい根拠があるならば、修正するべきである。
- ・自然放射線由来の発光を消去するために、高温までの測定が必要である。
- ・実際に照射された食品を 70~400°C の温度範囲で測定した場合に、バックグラウンドに Glow1 の発光がのった状態で観察されることはない。
- ・上記へのコメント：私も経験したことはないが、たまたまなかつただけ。
- ・過去の厚生労働科研費の報告書では 400°C としていた。
- ・照射前歴の消去が必要となる標準鉱物を計測するのであれば別であるが、食品試料についても同じような広範囲かつ高温度までの計測をする必要はないのではないか。
- ・温度範囲を 490°C までにする事については過去の厚生労働科研費の研究班において決められた。
- ・上記へのコメント：そんなことはなく、報告書には 400°C で検討された結果がまとめられている。
- ・実際に計測されている方も 400°C までしか上げられない方、現行通知でも 400°C までに変更していただきたいと要望している方が多い。その方がデータポイントが粗くならず、精度も向上する。
- ・CEN 法に規定された積分範囲を根拠として TL 比が 0.1 であることを判定基準に設定されている。積分範囲の変更は重大であり TL 比を 0.1 に設定することの正当性が不明となる。また、現行通知法と CEN 法が同等でないとするのに

十分である。積分範囲を変更してもなお同等性が維持されるとするのであれば、そのことについてデータにより示す必要がある。また、より適切な判定基準について考え直すことあるいは CEN 法の規定に戻すことも含めて検討が必要である。

- ・現行通知法は発出時までに得られていたデータに基づき作成されているので、その時点でデータが足りなかつたので不備があるかもしれない。ただし、前述のように標準試料を用いて、どちらの積分範囲で判定しても、同じ結果が得られたという実験的な根拠をもとに、通知としている。しかし、新たなデータが得られているのであれば、更に検討し、それに従い修正を図ることも考える。

④ 測定値の補正と判定について

ピーク判定基準

- ・ピークとはなにか？どのようにしてピークとして認めるのか？
- ・TL 法で得られるピークはガスクロマトグラフのピーク形状とは異なり、非常に幅が広いため判定が困難である。
- ・現行通知法でピークの判定基準として設定されている $s/n=3$ をガスクロマトグラフ等他の理化学分析で設定されているピークの判定基準に照らせば、その濃度は検出限界レベルであり、これを以て照射と判定することは厳しすぎる。
- ・特定範囲のピーク平均と SD をとり、その SD を noise とするのがよいのではないか。
- ・一つ一つのノイズピークの最大・最小値の差を s/n 算出時の n と定義とすると、スパイクノイズが含まれる事があるため、安定した評価になり得ない。このようなノイズの規定は、機械的に生じるノイズの評価にしかなり得ない。またこの方式は、CEN 法でのバックグラウンド評価(MDL)の考え方と全く異なる。CEN 法では、皿がのらない状態、皿がのった状態、試料が載った状態といった計測の各段階におけるバックグラウンドを識別して評価している。
- ・現行通知法のピーク判定基準に従った場合、通常の倍率ではピークと認識できず、発光曲線を拡大する必要に迫られる場合が多くある。しかし、拡大によつてもピークと認識することが難しく、第三者を説得する根拠にも乏しい。目視でピークと判定できるような基準であることが分析者には望ましい。
- ・共同試験実施時に、ピーク幅をノイズとして $S/N=3$ と規定した。
- ・独自の判定基準を導入するより CEN 法に合わせた方がよいのではないか。
- ・基本的に CEN と通知法では考え方方が異なるので、CEN に基準を合わせるとなると試験法をはじめから作製し直す必要がある。
- ・試料を計測して得られるピークには不明瞭なものが多く、いずれをピークとす

るかを決める方法は現行通知法には記載されていない。このため、分析の現場ではいくつかの方法で試行することになる。また、そのような現状がある一方で、ピーク判定基準(s/n)が明確に設定されていることの不具合は大きい。ピークをピークとして明確に認める事が前提となるので、メーカー等の協力を仰ぎたい。

- ・ピークを判定するためのアルゴリズムが定義されれば、メーカーは協力可能である。

照射判定基準

- ・検疫所での疑義照会は、TL 比が判定基準値を上回る若しくはそれに近い値であり、かつピーク判定が困難である場合が主である。明確に陽性判定できる場合もある。
- ・判定基準となる TL 比が 0.1 から 0.10 に変更となつたが、これは、測定値の桁を丸めることに関する要望からの変更である。
- ・TL 比の桁の丸めに関しては、そもそも CEN 法の規定が「TL 比が 0.1 を超えた場合」と読むべきである。
- ・疑義照会には、TL 比が 0.1 を超えていなくても、ピークの有無を根拠に判定を求められる事例が含まれる
- ・上記コメントに対するコメント：そのような事例はなく、疑義照会にかけられる分析結果では、TL 比は必ず 0.1 を超えている。
- ・TL 比が 0.1 を超えていても判定の根拠とならず疑義照会される事例の多くで、積分温度範囲が広いことが原因となり TL 比としては 0.1 を超えるがピーク認定が不能となっている。
- ・照射と非照射が混合されている試料では、TL 比が 0.1 を下回っても明確なピークが認められる場合はある。実際我が国に輸入されてきている試料に関してはわからないが、少なくとも実験上は再現できる。また、国際商取引されているサンプルで 0.1 を下回ったにもかかわらずイギリスが陽性判定をした事例については論文として報告されている。

⑤ 分析法の適用範囲と信頼性保証

適用可能な食品

- ・厚労科研費で検証されたことを根拠に通知法の適用範囲を拡大したい。
- ・適用範囲の拡大が行政上求められる事項であることは十分に理解しているが、「どのような場合に適用可能とするか」についての判断基準と確認の方法が必要であろう。

- ・適用可能な食品の種類を増やしていくことは望ましい。しかし、現行通知法に規定された重量補正やバックグラウンドの考え方を改めないと、様々な問題が生じる事が懸念される。ポリタンクステンにより精製され、鉱物として重量測定される「鉱物試料」にも多くの有機物が含まれており、これが測定後の減重の要因となり、またある場合には発光を生じるためである。重量に関してさらに言えば、第一発光量の測定前後の重量、再照射後の重量の3回を測定すれば良いのではないだろうか。
- ・鉱物重量の減重もそれに係る重要な要件の一つであるが、試験の成立を判断するための明確な基準を定めるべき。また、第二発光量の s/n に 100 を設定するのは不十分でありより大きくすべき。
- ・通知法には記載していないが、運用管理上、ブランク試験を行うべきである。
- ・検査機関では、標準的な試料が定められておらず入手ができないことからも、ブランク試験は行っていない。また、厚生省の理解も得られている。
- ・精度管理が整備されていないため自主管理に依存している現状では、他国と競争に陥った場合に問題となるので、管理用試料の設定と合わせて今後準備していかなければならない。
- ・定性試験である本法の精度管理とは具体的にどうするのか？ 標準試料の作成が極めて困難であることや測定器の校正が細かくできないことなど、結果の再現性に乏しい現状に留意が必要であろう。 基本的な品質管理基準は通知の中に示されており、これを逸脱しない限りは試験が正しく行われていると判断すべきだろう。
- ・管理項目の選定については、イギリスの公的研究所がアウトソーシングを依頼する場合に要求する 16 項目が設定されているので参考資料となる。
- ・分析の妥当性評価について、各機関の意見を反映（参考に）していく。

⑥ 今後について

- ・炭化水素法とアルキルシクロブタノン法は検討段階である。
- ・スクリーニング法として PSL の導入を考慮して頂きたい。
- ・PSL 法は数分で結果が得られるため簡便である。また、PSL 法の結果と TL 法の結果はおおむね一致しており、スクリーニング法といった区別を設けることは必要だが、有効な分析法であると考える。
- ・PSL 法は偽りの陰性結果を与えることが知られているだけでなく、陽性・陰性の判断基準の設定法が試験者の恣意にゆだねられており、客観性に乏しい試験方法である。
- ・照射食品の検知法として、厚労科研費によりシクロブタノン法と ESR 法が検

討されている。今後、照射の検知法が確立されていくであろう。

(4) その他

松田座長から、出張費の申請用紙の提出要請があった。

(5) 閉会挨拶

宮原室長の、新しい科学的知見に基づき現行通知法をよりよくしていきたい旨の発言を閉会の挨拶に代え、評価会が終了した。

以上

評価会事前意見

	項目	問題点	提案
1 全般		<p>基本的に海外で実際に行われる製品又は国内メーカーが海外の原材料を輸入して輸出する場合にその結果を解決して行く必要があります。現実に海外では色々な食品を対象とした検査がT1法でなされていますが、対象食品を瓶詰める場合には事前に十分な試験研究が必要であることを感じております。</p> <p>現通知法、今後、開発される可能性がありますので、輸出国との係争が起きないよう注意が必要かと思います。</p>	
	2 分析法(前処理)		
	試料量	<p>一般的に試料量を増やし分離に多様な手順をかけるほど器具や試薬、環境から汚染によりバックグラウンドの発光量も増加する傾向にある。</p> <p>試料(食品検体)供試量の上限値の記載が無い</p> <p>上限について明記する</p>	<p>あくまでも目安としての重量としていかがでしょうか。CEN法では、ProcedureのGeneralの部分に、サンプリング重量の範囲を1~5mgとされています。試料(試料検体中に損失があることを考慮すると、試料検体)重量を1mg以上とするこはある程度納得できますが、あくまで目安よいのではないかと思います。</p>
		<p>通知法では、1~1.5mgと規定されているが、1mg以上では発光が飽和する試料(試料)もある。1mg以下でもGlow1は、測定可能である。</p> <p>発光量が測定レンジを上回ると、フォトマルに負担が掛かる(1週間程度使用不能またはノイズが増大)又フォトマルの発光量に対するリニアリティが失われる(飽和)可能性がある。</p> <p>・0.1mg程度試料でも分析可能な方法であるが、試料量1mgを必要とする試料の分離に多くの労力を要する。</p> <p>・多くの試料量を求めるほど有機物も載せたくなるが、経験的には少量でも有機物の混入の少ない試料のほうが精度が良いと思われる。</p>	<p>0.1mgでも測定できるものもあるので、重量の規定ははずし、0.1mg以上とする。</p> <p>「測定には1mg程度の試料を載せること」、の原則が通知本文にあり、脚注では0.1mgでもS/N>100以上のGlow2ピークが確認できる場合の記述があるのです0.1mgでも測定可能と解釈されますが、実務者は不明瞭です。</p>
	重量		<p>EN1788のように0.1mg~5mgくらいの広範な重量で測定可能を考えます。また、試料ごとに発光量が大きいため1mgに満たない量を搭載した方が測定精度が上がる場合あります。いずれにせよ以前の通知法のように試料重量を細かく規定する必要は無いと思います。</p> <p>0.1~5mg(EN規格) この重量はあまでGlow2の発光量がMDLの10倍という点で下限値が設定されている。</p> <p>現行通知法での試料(試料)量を減らす場合は、その下限値についての合理的な解釈が必要となると言えます。</p> <p>通知法では、試料(試料検体)によっては比重量2.0のSPTで充填剤でも回収できる試料(試料)量が1mgと大きいのでバックグラウンドの影響は無視できるという考え方で立っています。しかし、試料(試料検体)によっては比重量2.0のSPTで充填剤の場合は発光量が小さくなるのでバックグラウンドを無視できません。そのような場合、試料(試料検体)が持つ真の試料(試料)量とそれが示す発光量に応じた方法論が必要になると思います。</p>
	試料		

粒状検体においては試料が得られるまで繰り返し抽出を行う旨の内容がありませんが、これは試料が充分量とれなくても繰り返す必要がないという解釈でよいのでしょうか？

通知の脚注29において「GW' 2の量が約0.5mg以上ある限り、距離結果の担保がされるといつて紙でよいのでしょうか？」

現行通知法では、比重分離にはボリタンクスチン酸ナトリウム溶液のみを使用するところになります。ボリタンクスチン酸ナトリウムは高価ですし、重金属ナトリウム、溶液や炭酸カリウムの使用も出来る旨を方法に盛込んでいたいと思います。

精製

全ての操作に遠心分離が指定されていますが、精製が進んでくれば、静置するだけで問題ない試料も見られます。また、ウコンなどの有機物が多く採取されがちなものは、遠心分離がかえって精製の度合いを妨げる点です。

通知法では、試料皿の形状や重量がかなり厳密に規定されておりますので、実質的には国内での入手先は1社のみとなってしまうように考えます。

試料皿の厚さ、サイズ→EN法は0.25～0.5mm、通知法 0.2mm)

TLの試料皿につきましては、形状・重量に制限を緩和しただけないでしょうか。試料皿は、材質と、皿底面がTLDの加熱ヒーターに密着する形状であれば、問題ないと考えます。

TL試料皿については国内では同じものを使用している方が余計なフタマーを入れなくて済むのでそれはよいことだと思います)どうせならEN法の範囲に入るものを規定するのが望しい。

TL試料皿を入手し易いように製作図面や購入する際の問合せ先などを記載した資料の準備が必要だと思います。試料皿に入手し易いようにこの試料皿を入手し易いように、内径6mm、高さ2mm、重量105.91～108.1mgなど製作図面、購入方法を紹介する資料が必要だと思います。

試料皿

2. 注3)「試料皿は次の仕様のものが入手可能である」として、重量と厚さが記載されているが、本文3、「試薬・試液など」の項目の試料皿では内径ではなく内径や高さ、重量、底面の形状など多くの条件が定められ、汎用品ではない。

皿の加工精度は試験室で確認できないし、業者から保障値をいただけません。

3. 項目3の上記の「試料皿」は項目2の「装置」へ入れるべきではないか。またこの項目には「輸送容器」についても記載すべきではないか。

試料皿をアセトンで洗浄する旨の記述は不要では。

仕様を限定するのは良いが、EN規格の範囲に入る試料皿との整合性を持たせた方がよい。
(試料皿の溶媒の確認)クリーニングスクリーン(ODBK)の評価洗浄した試料皿を1kg照射後発光量を測定し、汚染のないことを確認する必要がある。(装置のプランク(TLBK)測定値の平均値+3SD(SDTL)を超えないこと)
機器の仕様を統一するのは試料皿の熱伝導によるラグタイムを一定にする上で望ましい。しかし、ENが示す試料皿の厚さのものを使用するのがより望ましい。熱伝導によるビーカーのシフトに風では、装置の熱電対による表示値では評価できないが、標準発光素子によりある程度補正は可能。

page 4	温度	標準綫型照射のためにサンプルを移送する際は温度の記録を行う。データロガーの利用もどとの対象試料は室温で保管されているものため、不要ではないでしょうか。
	輸送	試料の移送は15℃以下となっています。 試料試料が、試料皿押さえの部品に付着し、重量減少の原因となるいる。このため、通知法では重量測定を規定しているが、TL比の計算にも重量因子が加味され、誤差の原因となる。 容器では試料皿上の試料を固定できず、輸送中に試料皿上の試料は移動する可能性がある。 試料が移動すると、glow1と測定した試料と同じとは言えず、glow2の値は異なり、TL比の誤差の原因となる。
	方法	試料皿の輸送方法につきましては、通知法には記載がありません。 試料皿の輸送方法につきましては、通知法には記載がありません。
	輸送	試験室の温度が、真冬は17度以下、真夏は27度を超える恐れがあるため。 検体送付の際の温度管理について、「15℃以下であれば冷凍でもよいのでどうか?」 通常、冷蔵で輸送をしていますが、輸送業者の冷蔵庫の故障で冷凍になつたことがあります。また、15℃を超えた場合の取り扱いはどうすればよいのでしょうか?
	温度管理	試験室の温度が、可能な限り損失しない手段として、手前快適ではあります、弊社で開発いたしました輸送器をご検討ください。特許出願中ですが、この試料搬送器具を通知法に一例として記載していくことは可能でしょうか。

<p>照査施設があり、TL測定ができる機関は次の三ヶ所だけである。(私見)</p> <p>財団法人 放射線利用振興協会 所 独立行政法人 農業・食品産業技術総合研究所 食品総合研究所 東京都立産業技術研究所</p> <p>墨林水産省の食品プロジェクト研究で、TL法における再照射の線源として用いられる線の代替として、比較的管理の容易なX線を利用する分析技術を確立し、その妥当性確認を行っている。</p> <p>標準線量の再照射に用いる線源ごと線を用いる方法では、X線照射装置が必要になるが、労働基準監督署に設置届出書の提出だけで利用可能である。したがって、検査機関や食品メーカーでも設置可能であり、試料の輸送の問題もなく、検査日数も最短3日間で済み、検査可能数も大幅に多くなる。通知法として難しければ、スクリーニングとしての利用が期待できる。</p>	<p>通知法では、再照射線源としてコバルト60及び10MeVの電子線が規定されている。線源はこれ以外にもあるので、限定しないほうがよいのでは。</p> <p>4. 項目7「熱リミテセンス測定」の「b. 標準線量の照射」の「…照射できる機器2(1)…」となつていて標準線量の照射は線量測定の観点から現行の標準などとなっておるど理解しているますが、さらにエネルギーが高い放射線を標準線量とした場合は発光バーンが異なるために使用できないということですか?</p>	<p>2(1)は22)とともに「…放射線を照射2(1)22)…」の位置とすべきではないか。</p>	<p>線量測定(アランニなど)で良好な結果が保証されれば、10MeV以外の電子線、ヤンツウム137のガンマ線も利用可能にすべきかと思ひます。また、エックス線については、墨水のプロジェクトで、本年までの計画で妥当性確認(複数ラボ)までの試験を計画しています。エックス線管の再現性や線量測定の難しさはあるものの、照射の疑いの無いものにからんで、再照射での植物確認には十分利用可能と考えられますので、使い方を考えてTL試験の効率化を測ることも可能かと思います。</p>	<p>追加照射の必要性</p> <p>TL法の場合、分離された試料(試験物)が本当に発光する物質なのかを検証するため、群2として標準照射した試験物を再度測定することには非常に重要な検証であるが、そこ求められている線量範囲$\pm 5\%$は、線量測定の立場から見るところかなり厳しいレベルである。例えば、JIS規格では、基準線量計を校正する再照射線量が$\pm 5\%$でルーチン線量計においては$\pm 7\%$である。このTL法は、半定量的な扱いであり、通常の分析での定量試験で求められているようなものが需要かどうかについて疑問を待っている。試験においては、必要な精ほどの程度を見極め、必要な労力はもっと重要な部分にあてるべきと考える。</p>	<p>高線量照射された試験物はその照射前歴が記憶され、その前歴を消去するには標準線量照射前のアニーリングが有効と書かれた文献がありますが、それは特に必要ないのでしょうか?</p>
---	--	---	---	---	---

3 分析法(測定)	
page 6	装置
	<p>EN 1788では本加熱量高温度が350°C以上、速度約6°C/secで昇温させ出来る装置、通知では、記載はないが最高温度490°C以上の装置が必要とされています。</p> <p>通知法は、TLD100と試料を温度の標準に考えています</p> <p>現在国内では2社の装置が使用されているが、欧洲では4社以上、同一社製でも型式の異なる装置でも測定が行われている。CE/N規格では装置の多様性を考慮して測定温度範囲に幅を持たせた記載がされている。</p> <p>上限温度値(X°C)を換算する場合、$X = PV + (PV_1 - PV) \times k$</p> <p>(例えば衡試PVI(T100)=231.1とすると X=260.1°C)</p> <p>しかし、現実には装置毎に昇温速度やリニアリティに多少の違いがあります。TLD100の2つのピークVとPVIからX°Cを算出する計算による誤差をさけることができます。</p> <p>$PV < X < PVI$</p> <p>$X = PV + (PV_1 - PV) \times k$</p> <p>(例えば衡試PV(T100)=231.1°C, PVI=300°C で X=260.1°Cとなるためには)</p> <p>二つのピーク間温度に $k = 0.727$ を掛けて比例計算からX°Cを算出します。</p> <p>このような方式により、装置間の特性による誤差をさけることができます。</p> <p>できれば追加でより低温で安定な発光ピークを持つ素子があれば望ましいと考えています。</p>
	<p>TLD100のVIIはピークが不明瞭であることをまた、TLD100に正確に0.5Gyを照射できる施設は限られるので他の素子でより高線量を照射して適切なピークを持つものを代替として使用するのが望ましいと考えています。</p> <p>TLD100を使用する場合は、その規格を統一する。</p> <p>上限温度付近の判定が困難な場合には、上限温度値を当該Tl装置で確認できるような標準発光素子(TLD-100)の使用等について考えた方が良いように思います。</p> <p>ピーク温度の読みとり(ピーク温度について装置の表示値を記載する点)</p> <p>照射判定の基準温度が、当初はTLD100の発光極大温度T100でしたが、食安発第08-2002号で発出された通知法からT100+29に変更されております。この理由につきまして、教えていただけますと幸いです。</p> <p>TLD100を用いて極大温度の基準を設定していますが、品質にばらつきが大きいため、発光量や極大温度がかなり変動します。</p> <p>発光極大温度が、機器によって変わる? 精度がどれくらい? ? 校正が必要か</p> <p>注(25):「発光極大温度既知の標準物などでXを決定することもできる。」とある。この標準物の入手先を確認したい。</p> <p>基準温度を規定する温度補正について、標準岩石を採用しているが、その標準岩石に関する情報及びその根拠データが明瞭ではない。(照射品のピーク温度と関係、及び標準岩石の発光特性)</p> <p>アーニング温度</p> <p>アーニングの温度管理について、現時点では50±1度という範囲になっていますが、当所ではカート型自動記録計を用いて温度記録を残しています。これを外れた場合の試験結果の妥当性について教えて下さい。</p>

<p>判別の基準としてCENと同様に「TLD比0.1を超える」を採用しているが、積分温度範囲・基準温度・抽出試料の重量補正等について多くの独自の考え方を探用。しかしながら、判別基準値に関する根拠となる実験・参考文献が乏しい。</p> <p>現行のTLD-100のピークV温度+29°Cは、高すぎる(=自然放射線のピークを照射品することではないかと思います)。</p> <p>通知法では、70~490°Cと規定されているが、この根拠となる理由を示した文獻等があるのでしょうか。400°C以上になるとハックグラウンドが大きくなり、誤りの認定と両方の条件が揃わないと照射判定にはならないので、TLD比が0.1以上でもいいかの場合は誤認判定は免れます。しかし、TLD比を判断基準に入れる場合は積分範囲を狭くした方が判断は明瞭かと思います。</p> <p>現行の積分温度範囲は、照射ピークの発光とは無関係な高温域を仄し含むされるため、非照射品のD/T比はEN1788に比べて非常に高くなります。ピーク温度TLD-100などの温度基準素子で規定するか、現在日本国内で流通・使用されているTL測定装置の表示温度のずれが少なければ、便易的な温度範囲の設定(150~250°C)を決めても良いかと思います。</p> <p>加熱温度範囲で、最高温度を490°Cに限定する必要はないかと考えます。特に、400°C以上では照射熱による擬似発光が出現しますので、最高温度は400°C付近まででも十分と考えます。</p> <p>発光量の積分温度範囲については、現行法によるいいのではないかと考えます。CEN法では(PV-IS)°C~PV°Cの狭い範囲でより精度高く検出する工夫がなされています。</p> <p>CENの規格では、通知法で示されるハックグラウンド(B1, B2)を差引かないG'及びG'2によりTLD比を計算する。積算温度範囲を550°Cより高い温度範囲に広げるほど黒体放射によるハックグラウンド発光量が増加する。G'の発光ピークの発光量が高溫側の発光量に比べ小さい場合、TLD比の算出にはTLD-100素子等によりG'及びG'2の積算温度範囲をハックグラウンド発光が小さくかつ照射品に特有な発光ピークが認められる温度範囲(約170~230°C)で設定することができる。</p> <p>測定 温度範囲おおよび積分 温度範 囲</p> <p>CENの規格では、通知法で示されるハックグラウンド(B1, B2)を差引かないG'及びG'2によりTLD比を計算する。積算温度範囲を550°Cより高い温度範囲に広げるほど黒体放射によるハックグラウンド発光量が増加する。G'の発光ピークの発光量が高溫側の発光量に比べ小さい場合、TLD比の算出にはTLD-100素子等によりG'及びG'2の積算温度範囲をハックグラウンド発光が小さくかつ照射品に特有な発光ピークが認められる温度範囲(約170~230°C)で設定することができる。</p> <p>照射由来ピークは概ね150~250°Cに出現するので、350°Cまで測定すれば十分である。</p> <p>G'及びG'2については、ハックグラウンド測定B1, B2の測定をしない方がよい場合がある。発光量が少ない場合に、ネットの発光量がマイナスの値をとりTLD比もマイナスとなる可能性もある。</p> <p>発光曲線の性にG'が1においておけるピークトップの温度の決め方を示していただきたいと思います。(発光ピークがながらかな場合、試験者ごとにピーカップとする温度が若干異なることがあると思われるため。)</p>
--