

201426003A
201426003B

厚生労働科学研究費補助金
食品の安全確保推進研究事業

輸入食品のすり替え防止ステルスコードの開発

平成26年度 総括研究報告書

平成24年度～26年度 総合研究報告書

研究代表者 河野 俊夫

(高知大学 教育研究部自然科学系農学部門)

平成27(2015)年 5月

厚生労働科学研究費補助金
食品の安全確保推進研究事業

輸入食品のすり替え防止ステルスコードの開発

平成24年度～26年度 総合研究報告書

研究代表者 河野 俊夫

(高知大学 教育研究部自然科学系農学部門)

平成27(2015)年 5月

目 次

総合研究報告

I. 輸入食品のすり替え防止ステルスコードの開発 (研究代表者 河野俊夫)

A. 研究目的	1
B. 研究方法	3
C. 研究成果	6
D. 考察	8
E. 結論	8
F. 研究発表	9
G. 知的財産権の取得状況	9
図および表	10

厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）
（総合）研究報告書

輸入食品のすり替え防止ステルスコードの開発

研究代表者 河野俊夫 高知大学教育研究部自然科学系農学部門 教授

研究要旨

冷凍ものの多い輸入食品の、内容物すり替えを防止することを目的として、食品自体に直接貼り付け可能な食用暗号コード（食用ステルスコードと呼ぶ）について研究を行った。食用ステルスコードは、非破壊検出による検査時間の短縮化と全数検査、検査費用の大幅コストダウンが期待できる。DNA 鑑定の前段階として、プレ・スクリーニングなどに利用することで、検査対象の拡大と検査スピードのアップにつながる輸入食品の「直接識別管理法」である。我が国に輸入される食品を水際で「全数スクリーニング」し、輸入食品の安全を確保する技術の一つとして、国民の食の安全・安心に対する期待に応えるものとする。

平成 24 年度から 26 年度までの研究計画で、主として冷凍食肉（牛肉、豚肉、鶏肉）を対象として、その表面に食用ステルスコード（Edible Stealth Code=ESC）を埋め込み、これを光センシングによって非破壊、非接触で読み取り、ステルスコードのデザインを読み取り（解読する）手法について研究した。

平成 24 年度は、ESC の素材として役立つ食品添加物を探索する試験を行い、消費者の忌避反応が少ないと考えられる、身近な食品にも添加されている食品添加物について調査し、冷凍食肉に含まれる成分と区別することのできる、ESC の種類ごとの近赤外スペクトル上の識別波長の候補を求めることができた。

平成 25 年度は、ESC の候補素材を冷凍食肉にプリントする 6 種の方法について検討した。また、プリントした ESC の存在域と非存在域とを、近赤外二次微分値から識別するための閾値について調査した。その結果、ESC をマイクロインジェクション法と呼ぶプリント法が理想的ではあるが、水分の影響を受けにくい、脂肪部に ESC を埋め込む方法が適当であることが分かった。

最終年度の平成 26 年度では、ESC 候補物質ごとに決定した識別固有波長での近赤外二次微分値情報を利用して、ESC コードの読み取り（解読）を試みた。ESC 候補物質として 9 種の食品添加物を利用して、4 パターンのデザイン化コードを試作し、それぞれのパターンにつき、5 通りの異なった ESC 候補物質を組み合わせた読み取り試験を行った。前年度までの試験と異なり、実際の運用を勘案して、プリントした ESC 候補物質によるデザイン化コードの表面を擦過し、ESC 候補物質の剥落も想定した上での読み取り評価を行った。前年度の研究結果を受け、デザイン化コードは脂肪部に限定した。

その結果、ESC コードを構成する一点一点までの正確な復元のためには、ESC コードを擦過から保護する必要性もあるが、その対策がとられれば、脂肪部へのコードの埋め込んだコードを読み取り（解読）することが原理的に可能であることが分かった。

A. 研究目的

原材料の調達価格や生産・加工コストの関係で、食材の多くを海外に依存する我が国においては、輸入冷凍食材の比率はきわめて高い。そのような状況下、2008 年初頭に発生した、輸入冷凍食品の中毒事件は、国内に流通する冷凍食品の安全神話を脅か

し、国民を震撼させたことは記憶に新しい。

昨今、これに限らず、食品の流通管理において、産地不明な海外産の冷凍食品を、国産の、取引価格の高いブランドにパッケージ偽装する事件が起これ、国民の食の安全に対する不安をさらに煽っている。国内

に流通する食品への国民の信頼が大きく損なわれ、食の安全を担保する行政に対し、国民の期待がこれまで以上に高まっている。

輸入冷凍食品の検査は現在、食品の一部をサンプリングした検体を化学分析することが主体である。この方法は、確かに精密な検査方法で、特定の化学物質をターゲットとした分析精度さえも可能であるが、分析に時間がかかる。化学分析の性質上、分析室での検査が前提で、検査室外の現場で、物流の流れをとめることなく、リアルタイムに検査するわけにはいかず、国内流通の水際で検査時間確保のための、物流の滞留時間が必要となる。

また、あくまでも「全体の一部」をサンプリング検査した結果にもとづき、「サンプル品を含んでいた全体の状況を推定」する手法であることから、「サンプルした冷凍食品以外のもの」の安全性と信憑性を完全に保証できるわけではない。

リアルタイムに検査可能な機器があれば、安全性の疑わしい冷凍食材の篩い分け(スクリーニング)を広範囲に、かつ、検査現場で迅速に行うことができる。その上で、この初期スクリーニングにかかる、疑わしい冷凍食材に対して従来の化学分析を行えば、物流の流れを遅くすることなく、安全性や内容物の信憑性に疑いのある冷凍食品のみを摘発、輸入防止でき、我が国国民の食の安全を守ることができるものと考えられる。

輸入食品のほとんどは、食品の品質維持・管理を目的として、なんらかのパッケージ化(包装)が施されている。パッケージに印刷したラベルにより、品種や産地など、商品としてのブランド性にかかわるその他の情報を含む、内容物の詳細情報を管理している。これは、いわゆる「トレーサビリティ」^{1),2)}と呼ばれる食材の流通履歴を管理する手法であるが、この手法は、「良識ある流通」を前提とした管理法であり、ラベルの張り替えや、正規ラベルのコピーなどの違法な人為操作によって、上記事件のように、物流管理情報を破られる可能性を排除できない。

工業製品であれば「IC タグ」^{1),2)}と呼ばれる、電波を発する小さなチップを、製品

に直接に固着させることによって違法な製品を排除・摘発することができるが、食品の場合は、梱包パッケージに IC タグを貼り付けることは可能であっても、食品自体に貼り付けることは、食用でない IC タグでは不可能である。それゆえ、梱包内容物である食品をすり替えさえすれば、違法なものを、正規品やブランド品として容易に流通させることが可能となってしまう。

したがって、輸入食品を安全に流通管理するには、基本的に「食品自体」を管理する方法を採らざるを得ない。「食品自体」を管理する方法には、大きく二つの方法が考えられる。一つは、食品の個体ごとに異なる固有の情報を管理する方法で、もう一つは、「食品に直接貼り付け可能なラベル」で管理する方法である。

前者の代表的な方法は、DNA 鑑定法である。様々な分野で真贋判定に活用されている DNA 鑑定は、判定精度は高いものの、1)検査費用が高いことから全数検査は行えない(サンプリング検査)、2)判定結果が出るまでに時間がかかる(流れ作業のある現場では判定できない)、3)「加工調理して DNA を破壊した食品」の真贋判定が難しい、などの点で、輸入食品を「流れ作業で」「全数検査」する検査方法としては向かない。

一方、後者の「食品に直接貼り付け可能なラベルによる管理法」は、食用物質の応用によって作成し、ラベルへの情報付加、および非接触でのラベルの読み取り方法を確立することができれば、食品を個別・迅速に全数管理し、かつ、リアルタイム判定により物流の滞留を起ささない点で、DNA 鑑定法の弱点を補完する、有用性の高い流通管理法として期待できるが、これまでのところ、その報告例がない。

そこで本研究では、こうした国内外における悪意ある者の起こす輸入偽装や産地偽装を防止するための新しい食品管理技術として、後者の食品に直接貼り付け可能なラベルによる管理法について研究を行う。

この食品管理法は、すり替え偽装を防止しようとするターゲット食品に対して特殊な食用暗号コードを付与するもので、その暗号化コードの作成法、付与方法および解

読法に対して技術上のノウハウを必要とする。このコード(食用ステルスコード)は、認可された食品添加物を材料として作成するため食品に直接貼り付け可能で、かつ、コード自体の組成や混合比率を秘匿することにより、第三者によるコピーに対するプロテクト性を高める。また、コードの形状(デザイン)を工夫することで、コードの示す内容の高度情報化を図ることができる点に特徴がある。

「食用ステルスコード(ESC=Edible Stealth Code)」は、非破壊検出による検査時間の短縮化と全数検査、検査費用の大幅コストダウンが期待でき、DNA鑑定の前段階としてのスクリーニングなどに利用することで、検査対象の拡大と検査スピードおよびその精度を上げることができる、ハイテクラベルによる輸入食品の「直接識別管理法」である。従来のパッケージラベルによる安全管理を脱却し、我が国に輸入される食品の安全を水際で「全数スクリーニング」するための技術として活用できる。これにより、厚生労働行政の重要課題である「輸入食品の安全管理施策」と「食品の安全確保推進」に貢献できる。

本事業研究は平成24年度より、1)すり替え防止ターゲット食品の表面特性調査およびステルスコード物質の探索、2)食用ステルスコードの試作とプリント法の検討、および3)光センシングによる食用ステルスコード解読法の開発を研究課題ポイントとし、三年間の計画で実施した。

まず、平成24年度は、1)すり替え防止ターゲット食品の表面特性調査およびステルスコード物質の探索について研究した。

平成25年度は、2)食用ステルスコードの試作とプリント法の検討について研究した。

そして、平成26年度は最終年度として、平成24年度および25年度に得た結果をもとに、ESCコードデザイン全体に対して光スキャンを行い、実際の検出に近い形式でコードの読み取り(解読)を試み、デザイン読み取りに有望な候補物質とその組合せを調査した。

なお、輸入食品のほとんどは冷凍保存したまま流通することから、すり替え防止の

ターゲット食品は、主として冷凍肉(牛肉、豚肉、鶏肉)とした。

以下、各年度の実施内容の中で、本技術のコアとなる部分を中心に、三年間に亘る研究成果を代表的図・表を使って総合して要約報告する。

B. 研究方法

(平成24年度)

食用ステルスコード(Edible Stealth Code、以下ESCと略す)の素材として役立つ可能性のある食品添加物を、認可されたリスト^{3)~5)}を参考に、消費者が身近な食品で目にし、ESCとして少量用いた際に不安を感じないものを中心に選び出した。

反射分光スペクトルの測定には、標準検出器ユニットとしてDLATGS(中赤外検出用)を装備するフーリエ変換赤外分光光度計(FT/IR)(日本分光製、Model: FT/IR-4100)をベースに、近赤外用InGaAs検出器ユニット(日本分光製)、を付加した装置を主として用いた。中赤外分光域についても同様に測定を試みたが、水分の影響が大きかったため、ピーク吸収が大きく、以降は近赤外域を中心に調査した。近赤外での測定可能波長域は、波長833.3nm~2,500nm(波数表示で $12,000\text{ cm}^{-1}$ ~ $4,000\text{ cm}^{-1}$)である。上記の測定システムに加え、顕微分光ユニット(日本分光製、Model: Irtron μ IRT-1000)に、微小域位置同定ステージ(シグマ光機製、IRT-1000専用特別加工品)を組み込み、ステージX-Y平面で $10\mu\text{ m}$ オーダーの位置制御(測定位置の精密確認)を電動により行いながら計測した。装置概要を図1に示す。

冷凍食肉のサンプルは、冷凍貯蔵前に、冷凍食肉表面の凍結状態や性状には手を加えず、大きさのみを縦横の長さ約5cm、厚さ約1cmに統一して切り出し凍結保存したものをを用いた。

冷凍食肉の場合は、赤身を主体とした表面領域と、脂肪を主体とした領域とに分けて分光反射測定を行った。また、ESC候補物質は、ベースとなる冷凍肉表面のスペクトルに含まれる水分のピークも重畳するた

め、純水のスペクトルを併せて測定を行い、解析の際に分離できるようにした。

これと並行し、ESCコード素材(候補)となり得る食品添加物単体の近赤外スペクトルを計測した。初年度に供試した食品添加物は、次の9種である。

- ①L-アスコルビン酸
- ②L-酒石酸水素カリウム
- ③リン酸一水素カルシウム
- ④クエン酸
- ⑤D-グルコース
- ⑥果糖(フルクトース)
- ⑦リン酸二水素ナトリウム
- ⑧ミョウバン
(硫酸アルミニウムカリウム)
- ⑨リン酸二水素カルシウム

これらの添加物の主要な用途は、食品添加物に関する資料⁹⁾によれば、①のL-アスコルビン酸は酸化防止剤、②のL-酒石酸水素カリウムと⑧のミョウバン(硫酸アルミニウムカリウム)は膨張剤、③、⑨のリン酸一水素カルシウムおよびリン酸二水素カルシウムは強化剤、⑦のリン酸二水素ナトリウムは製造用剤、④のクエン酸は酸味料であり、一般食品に使用され、食品パッケージでの表示によって、消費者にも一定程度認知されていると考えられる。また、⑤のD-グルコースおよび⑥の果糖(フルクトース)はいずれも甘味成分であり、コード素材として採用しやすいことによる。

(平成 25 年度)

平成 24 年度の結果を受け、食用 ESC コードのプリント法を検討するとともに、ESCコード用の候補物質の存在する領域と、非存在域との境界を識別するため、プリント法ごとにラインスキャンを行い、閾値の試算を試みた。また、簡単なESCコードを試作し、ESCコードを構成する複数のESC部分を、それぞれの固有識別波長でスキャンし、識別できるか確認した。

ESC(食用ステルスコード)候補物質には、前年度の結果において、識別のための信号強度が弱かったリン酸二水素ナトリウム、ミョウバン、リン酸二水素カルシウムを除

外し、6種の候補物質

- ①L-アスコルビン酸
- ②L-酒石酸水素カリウム
- ③リン酸一水素カルシウム
- ④クエン酸
- ⑤D-グルコース
- ⑥果糖(フルクトース)

を利用した。

図2は、今年度行ったラインスキャンESC領域(検出)法の概要(模式図)である。顕微鏡視野で縦横1,000 μ mの区画(最大顕微測定範囲)で面平均したスペクトルを、その測定区画1箇所(点)のスペクトル測定値とした。

測定によって得たスペクトルデータは、スペクトル分析ソフト(Unscrambler、CAMO社、Norway)、およびスペクトルマネージャー(日本分光)により、スペクトルのスムージング(波形平滑化)、二次微分処理などの波形処理を行った。スペクトルのスムージング・アルゴリズムは、Savitzky-Golay法を採用し、スムージングに用いる区分近似曲線は3次式、1点に対するスムージング処理データ点数は、その点の前後12点、合計25点とした。

図3は、プリントアシスト顕微システムを用いて観察した、ESC存在域と非存在域の様子を15枚の画像ファイルで再構成した合成図である。このシステムによってESCの存在位置を確認した。

図4は、本研究で行ったラインスキャン(Line Scanning=LS)による、試行ESCプリント法の種類である。このうち、プリンター法では、予備実験によって圧力制御式ディスプレイペンサーでの点プリントを試みたが、ESC候補物質を用いた液体の粘度が高いため、ESCの形状制御が難しいことが明らかとなり、これ以外のプリント法でESCのプリントを行った。

1) 表面塗布法 厚さ0.5mmのテンプレートに開けた直径3mmの円形穴に、6種の食品添加物それぞれを、冷凍食肉3種(牛肉、豚肉、鶏肉)の赤身表面に塗布する方法。

2) 保護シート法 水分浸透の緩衝材としてビニル樹脂フィルムを主成分とする植

物製カプセル素材(A社)を3mm角に切り取り、ESC候補物質と冷凍食肉基材との間に挟みこんで、食肉部分の水分により植物製カプセル素材とESC候補物質および食肉表面とが密着した段階で再凍結する方法。

3) マイクロインジェクション法 工芸品の加工に用いるアートドリルによって、冷凍食肉サンプルの中心部に直径3mm、深さ3mmで窪みを彫り、その中に食品添加物を埋込み、再凍結させる方法。

4) カモフラージュ法 ESC候補物質に市販の赤色系食用色素(B社)を色調のカモフラージュ材料として加える方法。

5) オイルカバー法 冷凍食肉の表層氷の解冻によるESC候補物質へのスペクトルへの影響を抑制する目的で設定したもので、食用オイルでESC候補物質を表面カバーするプリント法。オリーブオイルをカバーオイルとして選んだ。

6) 脂肪内埋め込み法 各冷凍食肉の脂肪部分にESC候補物質を埋め込んでプリントする方法。

これらの結果をもとに、簡単なコードデザインをプリントして、ESC候補物質ごとの固有識別波長とその閾値を用いて弁別を試みた。L-酒石酸水素カリウムのほか、2種のESC候補物質を、1種は正規ESC、もう1種は正規でない付着物に見立て、二次元スキャンにより得られた二次微分値から、各ESCの閾値で判定する方法である。平成25年度は閾値を1つとし、二次微分値が閾値以上の場合をESC存在域、未満の場合をESC非存在域として判定した。

(平成26年度)

平成25年度に様々なESCプリント方法を試した結果として、冷凍肉の場合は脂肪部分にプリントすることが望ましいことが明らかとなったことから、今年度は、3種の冷凍肉(牛肉、豚肉、鶏肉)の脂肪部分に対してESC候補物質9種を、埋め込み法によりプリントした。従来、ESC候補物質をプリントした部分(ESC存在域)と、プリントしていない部分(ESC非存在域)とを、近赤外二次微分で識別する際の閾値を決めるに

あたり、ラインスキャンによるスペクトル取得を行ってきた。しかし、ラインスキャンによる方法では、前年度の測定結果を見ても、その閾値の値に幅があり、しかも、ESC存在域と非存在域とを一つの閾値で分けていたため、ESC候補物質によっては、閾値そのものを決定できない場合もあった。この点を改良するため、今年度の試験では、一つのESC候補物質に対して、1ラインスキャンで数多くのデータを取得できるよう、X-Yステージの機能を利用してジグザグにスキャンする測定方法を採用した。顕微分光ユニットを装着したフーリエ変換赤外分光光度計(近赤外検出器内蔵)の微小位置同定ステージ上にESC埋め込み脂肪部分を載せたあと、図5に示すようなジグザク経路でX-Yステージをプログラム(シグマ光機、LightBase)で制御した。

前年度の研究では、閾値の分類が2値分類であったが、今年度は多数のデータをもとに、同じESC境界領域でも、ESC候補物に固有の波形が強い部分と、表面から入った光が内部で拡散反射される際に、脂肪部の影響を受けるためにESC候補物質固有の波長が弱く検出される部分とを分ける方法を採用した。ただし、前年度の閾値分類の手法からの拡張とした。すなわち、前年度は、1)脂肪にESC候補物質(食品添加物)をプリントした部分の近赤外二次微分値の領域Minと、ESC候補物質のない冷凍食肉部分での近赤外二次微分値の領域Maxの midpointを、ESC候補物質の存在部分と非存在部分を分ける閾値としてきた。

これに対して今年度は、領域を近赤外二次微分値の値に応じて、4つの領域に分割した。

脂肪の上にESC候補物質がプリントされている領域での近赤外二次微分値の分布領域を、(A)脂肪+ESC(添加物)領域、(B)ESC候補物質がプリントされている領域の境界近辺での近赤外二次微分値の分布領域を境界領域、(C)脂肪部の近赤外二次微分値の分布領域を脂肪領域とし、さらに境界域を上位と下位に分割して、

1) 脂肪+ESC(添加物)領域

- 2) 境界上位
- 3) 境界下位
- 4) 脂肪領域

の4領域とした。

図6に、境界域の区分を示す。図中のAminとCmaxの midpointが前年度の識別で用いた、ESC存在域と非存在域との識別域に相当する。図の例に見られるとおり、(A)、(B)、(C)の各領域ともに、測定固有波長ごとに異なるが、近赤外二次微分の値に分布がある。(A)～(C)の3領域での近赤外二次微分値の分布に重なりがなければ、それぞれの部位を特定できるが、オーバーラップする部分があるため、上記の4領域に分けることとした。したがって、オーバーラップ部では、例えば、実際は(A)ESC(食品添加物)の部位でありながら、境界上位の部位と判定される場合がある。その他の領域間でも同様である。

図7に、デザイン化コード(試作コード)のプリントと読み取りスキヤンの概要を示す。縦横各20mm(20,000 μ m)の脂肪片に、ESC用の食品添加物(ESC候補物質)を、深さCa.3mmで埋め込ませた。埋め込んだESCコードの各点をとらえるため、プログラムによって、500 μ mの移動単位で所定の位置を順次マニュアル操作で移動させながら、各点ごとの近赤外スペクトルを読み取った。近赤外スペクトルの取得に用いた機器は、第1項のESCコード追加候補物質のスペクトル・スキヤンと同様であるが、1点のスペクトルを測定する際の、積算回数は16回とした。これは、デザイン化コードの読み取りの際の点数が、コードパターンにもよるが、171点～383点あるため、32回の積算回数では1点あたり1分弱かかり、171点の場合で171分(3時間弱)、383点では383分(6時間強)もの時間を要することになり、測定完了までに試料の変質が進む怖れがあることによる。積算回数16回では、このおよそ半分の計測時間となった。

図8に、追加した6種のESC候補物質を含む9種のESC候補物質を用いて作成したコードデザインを示す。試作コードデザインは4パターンである。

表1に、デザインパターンごとに用いた食品添加物(ESC候補物質)の組合せを示す。表側がコードデザインのパターン番号、表頭が食品添加物の組合せ番号を示している。いずれのデザインパターンにおいても、中心部の円形ドットには、これまでの研究で検出成績の良かったL-酒石酸水素カリウムを用いている。

脂肪片の大きさは20mm角(20,000 μ m角)のため、デザインパターンを含む全域を測定すると、移動単位500 μ mでは一面測定で1,600点となるため、実質的に近赤外スキヤンが困難である。このため、コードデザインのある部分を集中的にスキヤンし、周辺の明らかに脂肪のみの点は参考点として数点のスキヤンのみを行った。

各パターンの読み取り点数は、パターン1が172点(うちコードデザイン部155点)、パターン2が219点(同202点)、パターン3が383点(同369点)、パターン4が171点(同155点)である。

また、この実験では、輸送による冷凍食肉同士の衝突等により、プリントしたESCデザインの表面が擦れることを考慮し、パターンを作成したテンプレートで、表面を擦過させた。

(倫理面への配慮)

該当せず。

C. 研究結果

(平成24年度)

図9と図10は、それぞれ、L-アスコルビン酸およびL-酒石酸水素カリウムをESC候補物質として用いた場合のスペクトル二次微分値の違いを、それぞれの基材となる冷凍牛肉の赤身、脂肪および水分の対比したものである。水分や冷凍牛肉のピークとの差別化が図れる波長を選ぶことにより、互いを識別するというのが、この技術の要点の一つである。いわば、異物検出技術を逆用したコード検出手法である。

図11と図12は、冷凍豚肉の場合である。基材の冷凍肉の近赤外二次微分値のピークが多いなかで、ピーク値高さは低いが、

冷凍肉とは区別可能な波長が存在する。これらの結果をとりまとめ、各 ESC 候補物質の識別波長を一覧したものが表 2 である。

(平成 25 年度)

図 1 3 は、一例として、マイクロインジェクション法により、冷凍牛肉に ESC 候補物質の L-酒石酸水素カリウムをプリントし、これを L-酒石酸水素カリウムの識別波長でラインスキャンして、スキャン位置を横軸として、スペクトル二次微分値を縦軸にとりプロットした結果である。赤色で囲まれた黄色の部分が ESC の存在していた位置であり、赤字の枠と黒線とが交差する部分に、ESC 存在域と非存在域との閾値がある。

図 1 4 は、同じく冷凍牛肉に、ESC 候補物質の一つ、L-酒石酸水素カリウムを、脂肪内埋め込み法によりプリントし、これを識別波長でラインスキャンして、近赤外二次微分値をプロットした結果である。

マイクロインジェクション法は、ESC の存在域をきちんと捉えているため、理想的ではあるが、水分の影響があり、安定した閾値を得るのが困難であった。また、マイクロインジェクション法は、きわめて少ない量の ESC 候補物質をプリントするのみであるため、近赤外反射の二次微分の値が低くなる。図 1 3 と図 1 4 は、縦軸のスケールが異なるので、一見するとマイクロインジェクション法の方が、二次微分値が高いように見えるが、プリント量の多い脂肪内埋め込み法の方が、ESC 存在部の反射率の二次微分値が高くなり、ESC 非存在部との対照性が良い。この結果から、最終年度のプリント法では脂肪へ ESC を埋め込む方法を利用することとした。ただし、このラインスキャンで得た閾値は、存在域で観測される ESC の近赤外二次微分値の最小値と、非存在域(基材冷凍肉)での二次微分値の観測値の最大値との midpoint 1 点を閾値として求めた。この閾値は ESC の種類によっては観測値にばらつきが多く、明確でない場合があったことから、複数の閾値を用いて段階的な判定を行うことが課題となり、

次年度(平成 26 年度)の研究でこれを求めることとした。

図 1 5 は、試験的に作成した簡易な図形での ESC コード物質の配置とそのスキャン順序を示している。青色と赤色を正規のコード点とし、緑の点を偽のコードと見立てプリント配置している。ESC ごとの固有識別波長を用いることで、これらはそれぞれ別々の近赤外二次微分値として観測されることになる。

図 1 6 は、その実証として、青色部の ESC である L-酒石酸水素カリウムの識別波長の中から、2,107nm を選択してスキャンした結果である。L-酒石酸水素カリウムの位置のみ、近赤外二次微分値の値が高く、その他の L-アスコルビン酸とリン酸一水素カリウムは検出されていない。

一方図 1 7 は、正規コードとしての L-アスコルビン酸のみを検出するため、L-アスコルビン酸の固有識別波長のなかから 1,459nm を選択してスキャンした結果である。他の二つの物質は検出されず、識別できていることが分かる。つまり、この場合で言えば、2,107nm と 1,459nm の二つの波長でスキャンすれば、正規コードの L-酒石酸水素カリウムと L-アスコルビン酸は検出されても、偽のコード物質と見立ててプリントしたリン酸一水素カルシウムは検出せず、「正規のコードでない」ことが明らかになる。これが、ESC 候補物質の固有識別波長を利用したコード分析法である。

(平成 26 年度)

表 3 は、平成 24 年度の手法と同様にして得た、追加 ESC 候補物質の固有識別波長候補である。これらの候補波長をもとに、ジグザグスキャンによって、ESC プリント部、境界、脂肪部の近赤外二次微分値を測定した、L-酒石酸水素カリウムの一例が図 1 8 である。3つの midpoint が離れているほど、各領域を分離し易い。用いた ESC 候補物質によっては midpoint が接近している例もあったが、この図から、各領域を判定するための識別波長を最終的に表 4 のように決定し、作成した ESC コードの読み取り(解読)に用いた。

図19は、読み取りの際の工程を簡略説明したものである。ESCごとの固有波長での二次微分反射率を4段階に分類し、3, 2, 1, 0の順にESCの存在程度を判定するものである。これにより、同図右のように、冷凍食肉脂肪部に埋め込んだデザインを読み取った。

図20から図25に判定結果の一部を示す。図20中にある、例えば16/54(30%)は、54点のデザイン点のうち、16点がESCの存在する可能性がある点であると判定された数で、()内はそれを%で表現したものである。ESC候補物質はそれぞれ固有の配色の濃淡で表している。濃い点は3、灰色は0の判定である。この試験では、実際の輸送時の状況(冷凍品同士の擦れ合い)を勘案して、ESCをプリントしたあと、表面をマニュアル擦過している。このため、本来あるべきESCの点であっても、擦過により、ESCが剥落し厚みが薄くなり、結果として0の判定となる点が出ている。検出率の最大値で比較した場合、炭酸カルシウム、L-酒石酸水素カリウム、クエン酸カルシウム四水和物、カードラン(A)の順に成績が高かった。将来的に擦過の影響を防止する方法を見いだすことによって、これら4種はESC物質として有効になると考えられる。擦過によるESC物質の剥落対策をとらずに現状のままでの利用を考える場合は、L-酒石酸水素カリウムまたはクエン酸カルシウム四水和物が良いと考えられる。

D. 考察

これまで結果を得て、実際にどのようにESCコードの検証を行うか、その流れを図26に示した。

この研究では、食品添加物を利用して作成し、冷凍食肉へESCコードをプリントし、これを食品添加物ごとに固有の近赤外波長における二次微分値をもとにESCコードを検出・復元するコア技術について検討してきた。最終年度に試作した、いくつかのESCコードパターンは例示であり、実際の応用では図中にあるように、流通開始時点で流通プロセス管理者が冷凍品の情報と1:1

に対応する図形デザインを作成して冷凍品に埋め込むことになる。この図形デザインの形・構成と冷凍品との1:1の情報を、流通プロセスの管理者のみが知り得る秘匿情報として冷凍品を流通させ、チェックポイントで冷凍品に光を照射してESCコードの図形を読み取り、冷凍品に付随する情報と1:1に対応しているかどうかで管理することになる。実験ではデザイン化したESCコードデザインを構成する一点一点をできる限り正確に検出することを目標としているが、運用の際には一点一点とする必要はない。輸送中の冷凍品の擦過等により、ESCコードの一部が欠損する場合もある。したがって、実用の際には検出した複数のポイントを用いて、それらの重心を結ぶ図形(スケルトン図形)を照合のデザインとするのが良い。

E. 結論

ESC候補物質として用いた食品添加物の識別固有波長は、これをESCコード素材として埋め込む部位に依存する。したがって、この技術を他の冷凍食品に応用する際には、個別の識別波長を必要とする。多様な成分をもつ冷凍食品へ応用する場合には、主要な成分と重畳しない波長を選択する必要があるため、ここで選択した以外の多種類の食品添加物を活用しなければならない可能性がある。

主として冷凍肉を対象としたこの研究では、脂肪部にESC候補物質を埋め込むことで、ESCによるデザインを光照射による反射光を利用して復元することが原理的には可能であることが分かった。ただし、実用上の問題として、擦過するとESC物質が剥離する点について対策をとる必要がある。また、ESCのプリントは「加工」に当たるため、冷凍食肉の場合は「加工」表示せざるを得ない。流通時の違法な、すり替え偽装を防止することを目的として「加工」表示での流通が可能となれば、本技術は実用上の利点を持つものとする。

(今後の研究に向けた課題)

1. 表面摩擦による ESC 材料の飛散防止方法の検討
2. 識別固有バンドフィルターによる迅速な読み取り方法の検討
3. 「加工物」自身の特定表面における近赤外反射情報による識別法の検討

(謝 辞)

実験実施に当たっては、高知大学農学部食料生産プロセス学研究室に所属する学生諸氏の協力を得た。ここに記して謝意を表する。

(参考文献)

- 1)新山陽子(2010)：解説 食品トレーリテー
[ガイドライン改訂第2版対応]ーガイドラインの
考え方／コード体系、ユビキタス、国際
動向／導入事例ー、昭和堂。
- 2)新山陽子(2004)：食品安全システムの
実践理論(初版第1刷)、昭和堂。
- 3)日本食品添加物協会編(2005)：食品の

範囲ガイド(第2版)ー食品添加物使用
基準を中心として。

- 4)社団法人日本食品衛生協会(2009)：
新訂版食品添加物の使用基準便覧
(第40版)。
- 5)日本食品添加物協会技術委員会(1999)：
既存添加物名簿収載品目リスト注解書、
日本食品添加物協会。

F. 研究発表

本研究について該当なし
(事業終了後、順次学会発表予定)

G. 知的財産権の取得状況

1. 特許取得
なし
2. 実用新案登録
なし
3. その他
なし



図1 微小域位置同定ステージを用いた表面反射分光測定の概要

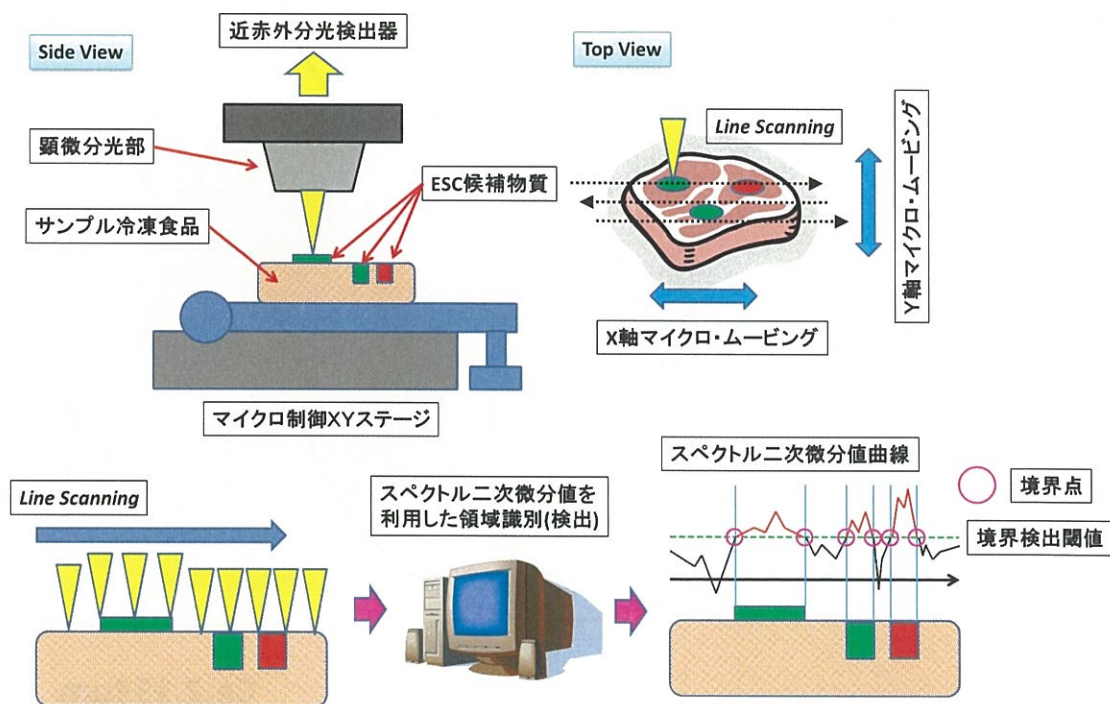


図2 ESC 領域識別(検出)法の概要

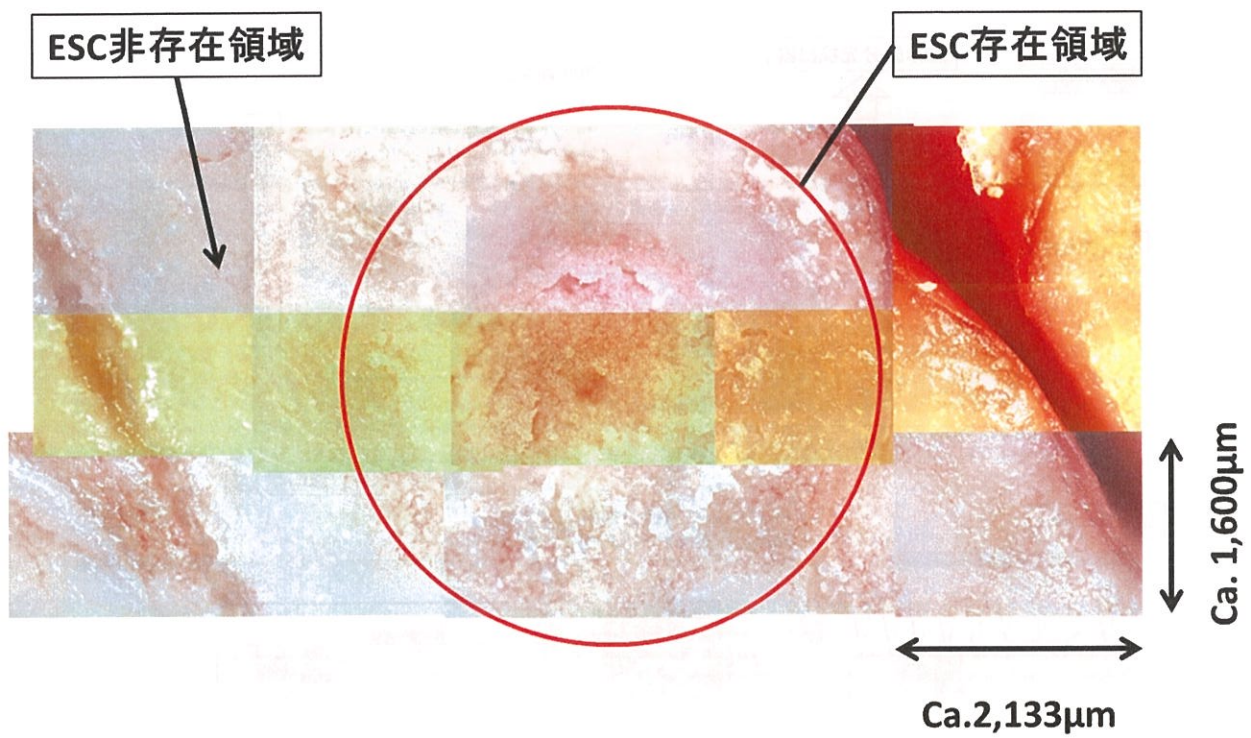


図3 プリントアシスト顕微システムを用いた
サンプル表面のモニター結果例
(15枚の画像ファイルによる合成図)

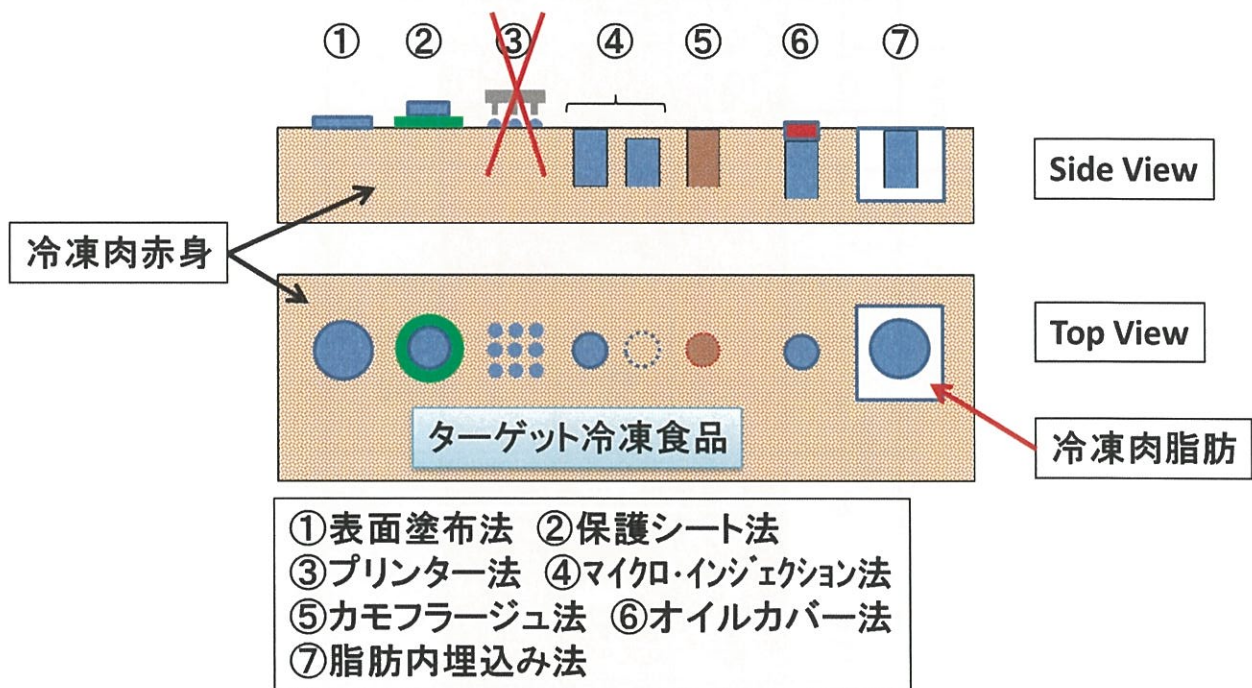


図4 試行 ESC 候補物質プリント法

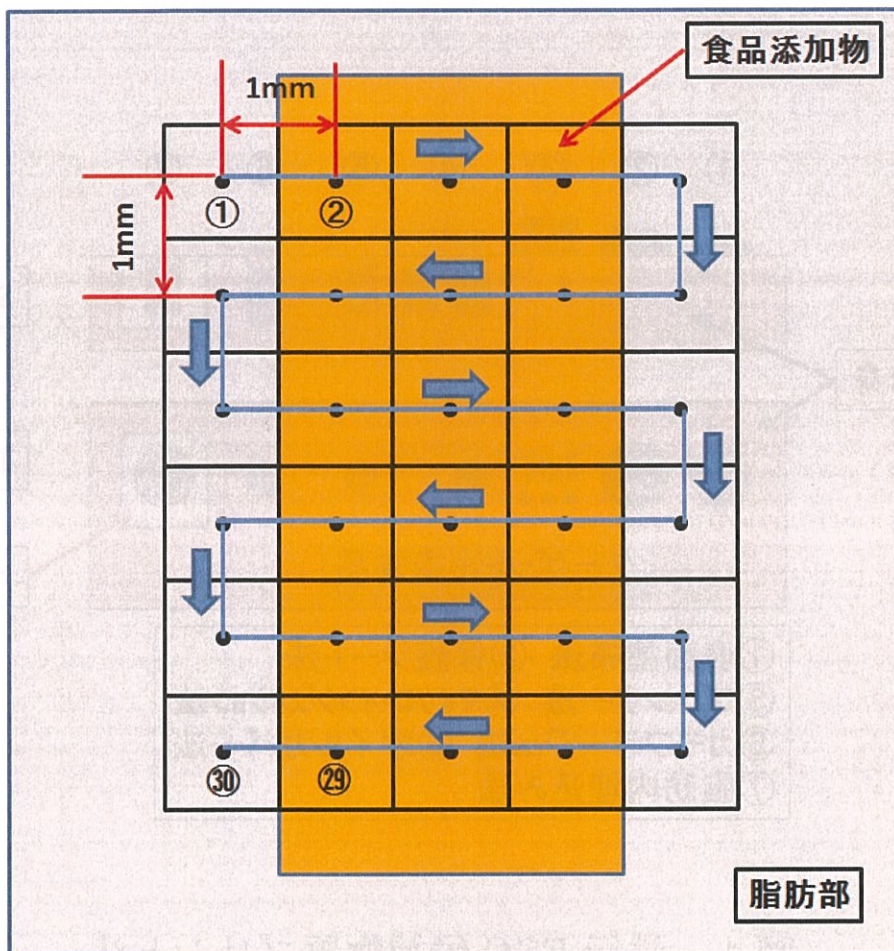


図5 ESC 候補物質プリント部周辺のスペクトル測定時のジグザク経路

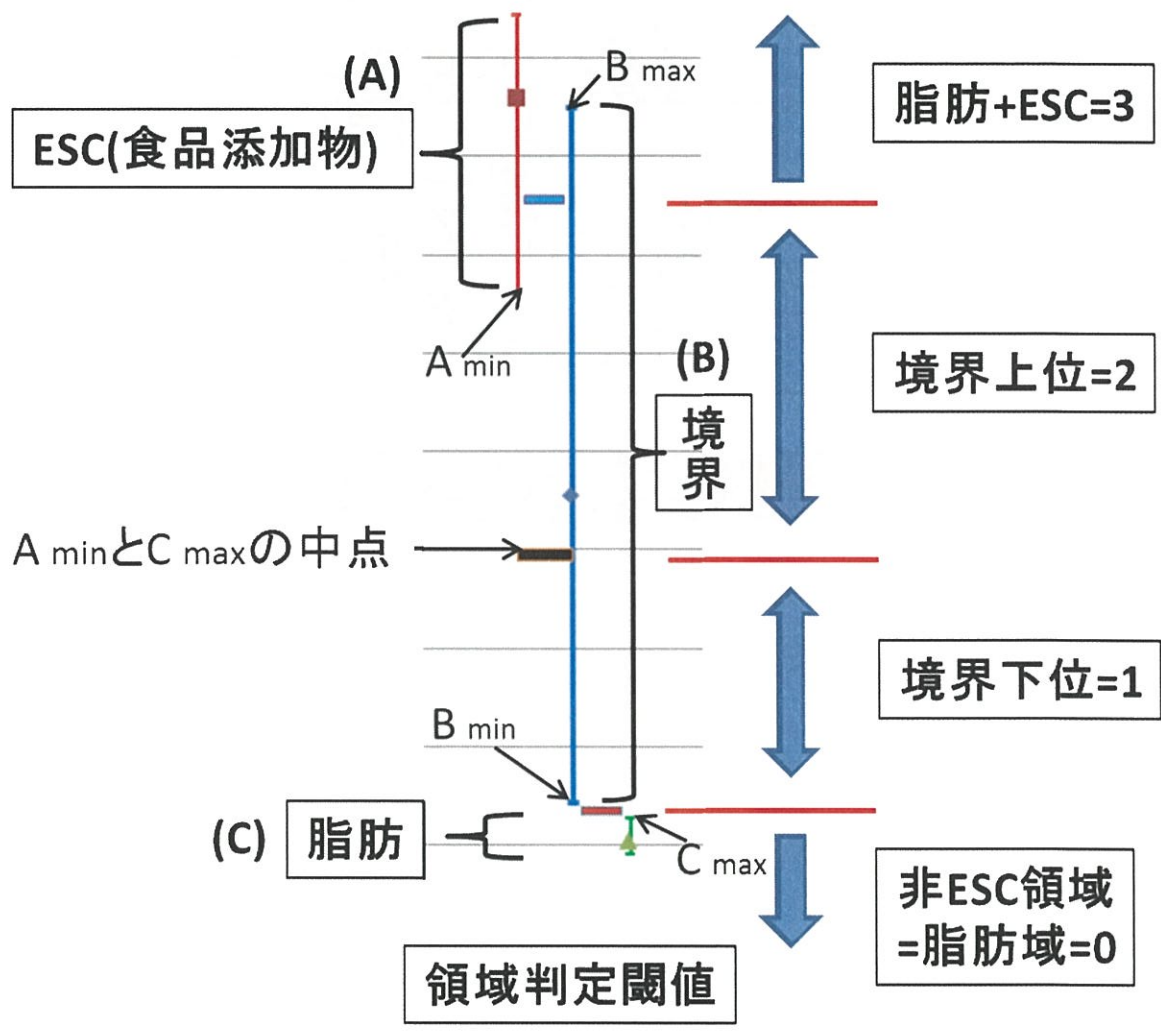


図6 境界域の区分

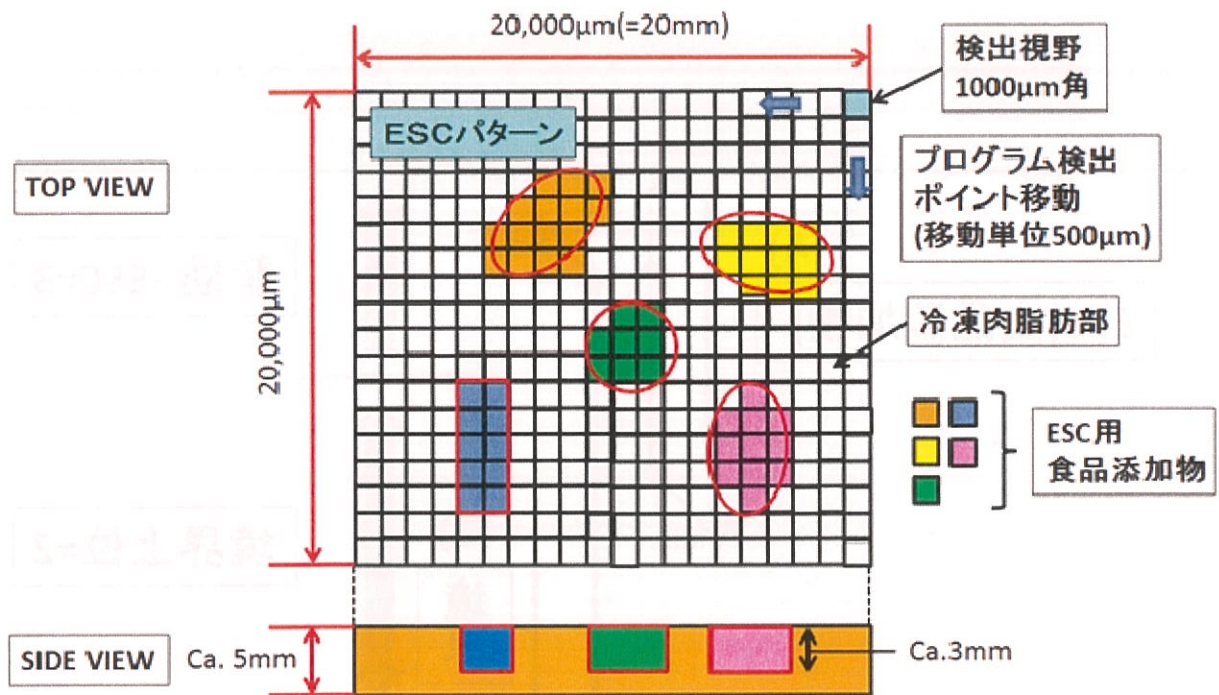


図7 試作コードのプリントと読み取りスキャン範囲概要

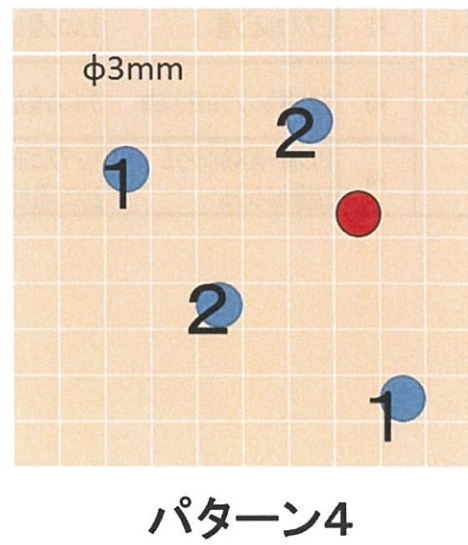
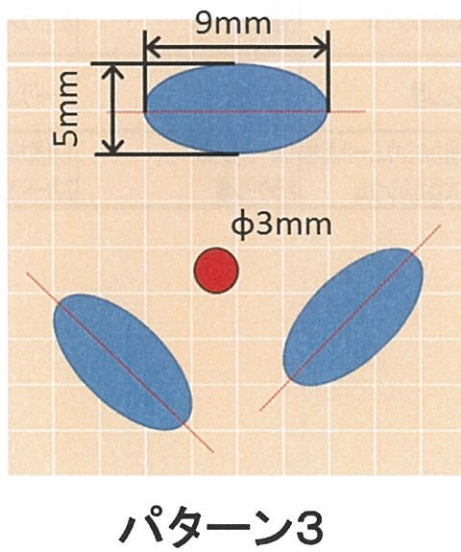
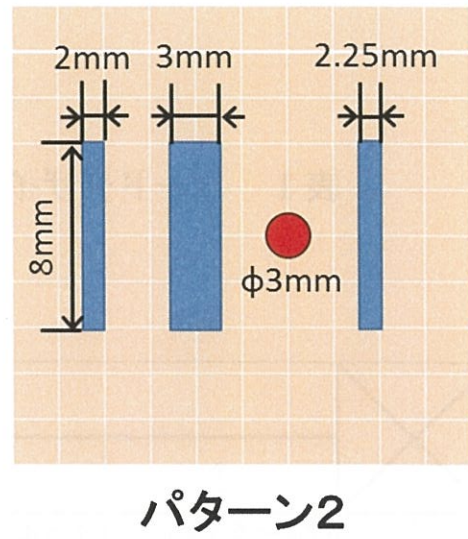
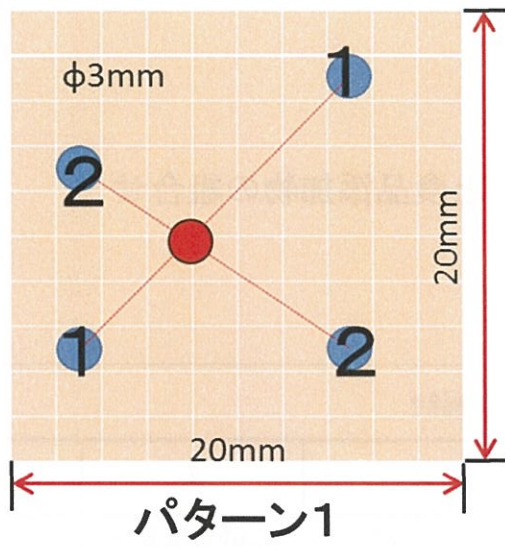


図8 試作コードパターンの概要