

食安発 0 3 3 0 第 3 号
平成 2 2 年 3 月 3 0 日

各検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部長
(公印省略)

放射線照射された食品の検知法について

標記については、平成 19 年 7 月 6 日付け食安発第 0706001 号（最終改正：平成 21 年 8 月 7 日付け食安発 0807 第 2 号）により通知し検知法を示したところであるが、今般、試験法の追加、試験可能な食品の追加等、別添に示す検知法に改めることとしたので、御了知の上、適切な運用を図られるようお願いする。

放射線照射された食品の検知法

I. アルキルシクロブタノン法

1. 対象食品

脂肪を抽出可能な食品（牛肉、豚肉、鶏肉、鮭、カマンベールチーズ等）

2. 分析対象

放射線照射により脂肪組織中に生成するドデシルシクロブタノン(DCB)及びテトラデシルシクロブタノン(TCB)

3. 試験

3. 1 アルキルシクロブタノン法の性能評価

アルキルシクロブタノン法により試験を行う際には、試験に先立って以下の方法に従って性能評価を実施すること。

性能評価方法

試験の対象とする食品から、脂肪を抽出する。抽出した脂肪を陰性試料とする。また抽出した脂肪に、DCB 及び TCB をそれぞれ 0.05 µg/g 添加し、陽性試料とする。

陰性試料について評価の対象とする方法に従って操作し、以下に示す判定項目に従って判定する。これを1日2併行2日間くり返し、陰性判定結果とする。陽性試料について評価の対象とする方法に従って操作し、以下に示す判定項目に従って判定する。これを1日2併行8日間、あるいは1日4併行4日間くり返し、陽性判定結果とする。

4個の陰性判定結果全てが陰性であり、16個の陽性判定結果全てが陽性であるとき、評価対象とした試験方法は妥当と考えられる。

判定項目

1. 標準溶液と同じ保持時間に、 m/z 98 及び m/z 112 に S/N 比 3 以上のピークを認める。
2. m/z 98 及び m/z 112 で観測されるピーク面積の比は、 m/z 98 において近似した面積を与える検量線用標準溶液ピークから得られる m/z 98 及び m/z 112 のピーク面積比の±20%以内である。
3. 保持時間付近で m/z 95 から m/z 115 の範囲でスキャン測定を行うとき、 m/z 98 及び m/z 112 が主要イオンである。
4. 上記 1 から 3 の項目を満たした場合の定量値が、検量線用標準溶液の S/N 比 3 から求めた濃度以上である。

以上の項目全てを満足するときに陽性と判定し、1つでも満足しないときに陰性と

判定する。

3. 2 試験方法

以下に例示する方法は、欧州標準規格法(EN1785)に準拠しており、国内で妥当性を検証されているが、方法を変更して試験することも可能である。

3. 2. 1 装置、器具

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC-MS)

ソックスレー抽出装置

円筒ろ紙^{注1)} : 使用前にヘキサンで洗浄し、乾燥させてから使用する。

クロマトグラフ管 : 内径 20 mm、長さ 30 cm、PTFE 栓

減圧濃縮機 : 260 mbar 程度の真空度に調整可能なロータリーエバポレーター等

脱脂綿 : 使用前にヘキサンで洗浄し、乾燥させてから使用する。

注1) 円筒ろ紙の一例としては、内径 45 mm、長さ 123 mm 等がある。内径の小さい円筒ろ紙では、ろ紙内での試料と無水硫酸ナトリウムの混合が困難になる。

3. 2. 2 試薬、試液

DCB 標準品 : 純度 99%以上

TCB 標準品 : 純度 99%以上

内部標準物質 : 2-シクロヘキシルシクロヘキサノン 純度 95%以上

内部標準溶液 : 2-シクロヘキシルシクロヘキサノンを *n*-ヘキサンに溶解し、0.5 µg/mL とする。

検量線用標準溶液:DCB、TCB、及び 2-シクロヘキシルシクロヘキサノンについて各々の *n*-ヘキサン溶液を調製し、それらを混合した後、0.5 µg/mL の 2-シクロヘキシルシクロヘキサノンを含む 0.0125 µg/mL から 0.2 µg/mL の DCB 及び TCB 溶液を数点調製する。この濃度範囲を超える分析対象化合物が検出された場合は適宜、濃度範囲を変更する。

n-ヘキサン

無水硫酸ナトリウム

ジエチルエーテル

合成ケイ酸マグネシウム^{注2)} : 550°Cで5時間活性化した後、重量の5分の1の水を加えて一晩放置し不活性化させる。不活性化後、一週間以内に使用する。

注2) 合成ケイ酸マグネシウムとしてフロリジル PR が市販されている。製造会社及びロットを変更した場合は分画試験を行い、分析対象化合物の回収率を確認する。

3. 2. 3 試験溶液の調製

(1) 抽出

検体中の脂肪を多く含む部分を採取し、細切均一化した後、その 20 g を試料とする。

試料と2倍量の無水硫酸ナトリウムを円筒ろ紙に入れて良く混合する^{注3)}。ソックスレー抽出装置を用いて、*n*-ヘキサン約200 mLで6時間還流抽出する^{注4)}。抽出液^{注5)}に*n*-ヘキサンを加えて正確に100 mLとし、無水硫酸ナトリウム10 gを加えて一晩放置する。

(2) 脂肪重量測定

脱水後の抽出液5 mLをガラスバイアルに採り、窒素ガスを吹き付けて溶媒を完全に除き、残留した脂肪の重量を測定する^{注6)}。

(3) 精製

内径20 mm、長さ30 cmのクロマトグラフ管に、無水硫酸ナトリウム3 g、不活性化処理した合成ケイ酸マグネシウム36 g、及び無水硫酸ナトリウム3 gを*n*-ヘキサンで順次湿式充填し、カラムの上端に少量の*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させる。このカラムに、1) 抽出で得られた抽出液のうち、脂肪200 mgに相当する量を注入する。注入する液量が5 mLを超える場合は、濃縮して5 mL以下とする。*n*-ヘキサン150 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、ジエチルエーテル及び*n*-ヘキサン(1:99)混液150 mLを注入し、全溶出液を減圧濃縮器により40°C、約260 mbarで5~10 mLに濃縮する^{注7)}。濃縮液を少量のヘキサンで洗い込みながら濃縮用試験管に移し、40°C以下で窒素ガスを吹き付けて溶媒を完全に除き、内部標準溶液200 µLに溶かしたものを試験溶液とする^{注8)}。

注3) 必要ならば無水硫酸ナトリウム量は増減させて良い。脂肪含量が低い食品では、試料量と無水硫酸ナトリウム量を増加しても良いが、試料由来のマトリックスの影響に注意すること。また、試料と無水硫酸ナトリウムを混合後、30分程度放置すると試料が良く脱水される。

注4) 200 mL程度のヘキサンを使用し、約1時間で4回以上抽出されるようにソックスレー抽出装置を調整する。

注5) 抽出液量が多い場合は、減圧濃縮器により濃縮(40°C、約260 mbar)する。ソックスレー抽出管に溶媒が移った状態でフラスコを取り出すと、抽出液を濃縮する手間を省くことができる。

注6) 室温あるいは40°Cで窒素ガスを吹き付け、重量が一定になったことを確認する。

注7) 過度の濃縮や、乾固は回収率が低下するので注意する。

注8) 窒素ガス吹き付けによる濃縮作業では、溶液の表面が動いているのがようやく見える程度に窒素ガスを調節する。乾固後は放置せず、直ちに内部標準溶液に溶解する。

3. 2. 4 検量線用標準溶液からの相対感度の算出

各検量線用標準溶液1 µLをGC-MSに注入し、分析対象化合物のピーク面積を求める。各検量線用標準溶液における内部標準物質に対するDCB及びTCBの相対感度(*F*)を式(1)により求め、それらの平均を平均相対感度(*F_{av}*)とする。

$$F = \frac{A_{cy}}{A_{is} \times \rho_{cy}} \quad (1)$$

F : 相対感度

A_{cy} : DCB 及び TCB の面積値 (m/z 98)

A_{is} : 2-シクロヘキシルシクロヘキサノンの面積値 (m/z 98)

ρ_{cy} : DCB 及び TCB の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

【GC 条件】

カラム: DB-5ms カラム (長さ 30 m×内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm)

ガードカラム: アジレント不活性化キャピラリーカラム (長さ 2~3 m×内径 0.25 mm)

昇温条件: 60°C (1 min) $\rightarrow 8^\circ\text{C}/\text{min} \rightarrow 300^\circ\text{C}$ (5 min)、total=36 min (平均線速度 36.6cm/min)

流速: 1 mL/min (ヘリウム)

インサート: シングルテーパライナー、石英ウール入り

注入量: 1 μL (スプリットレス注入)

注入口温度: 250°C

【MS 条件】

SIM 測定 (定量イオン m/z 98、確認イオン m/z 112)、Dwell time 150m 秒 (3.12 サイクル/秒)

スキャン測定 (スキャン範囲 m/z 95~115、スキャンスピード 1.87 スキャン/秒)

イオン化電圧: 70 eV (EI^+)

Transfer line 温度: 280°C 、イオン源温度: 230°C 、四重極温度: 150°C

3. 2. 5 定量

試験溶液 1 μL を GC/MS に注入し^{注9)}、3. 2. 4 で求めた F_{av} を使用し、試験溶液に含まれる DCB 及び TCB の含量を式 (2) により求める。

$$\rho_{cy/s} = \frac{A_{cy/s}}{A_{is/s} \times F_{av} \times 5} \quad (2)$$

$\rho_{cy/s}$: 試験溶液に含まれる DCB 及び TCB の含量 ($\mu\text{g}/200 \mu\text{L}$)

$A_{cy/s}$: 試験溶液の DCB 及び TCB の面積値 (m/z 98)

$A_{is/s}$: 試験溶液の 2-シクロヘキシルシクロヘキサノンの面積値 (m/z 98)

F_{av} : (1) 式により算出した平均相対感度

対象食品の脂肪中の DCB 及び TCB 濃度 ($\mu\text{g}/\text{g}$) は式 (3) により求める。

$$W_{cy} = \frac{\rho_{cy/s}}{m_0} \times 1000 \quad (3)$$

W_{cy} : 脂肪中の DCB 及び TCB の濃度 ($\mu\text{g}/\text{g}$)

$\rho_{cy/s}$: 試験溶液に含まれる DCB 及び TCB の含量 ($\mu\text{g}/200 \mu\text{L}$)

m_0 : フロリジルカラムに負荷した脂肪重量 (mg)

注9) 試験溶液中の内部標準物質の面積値が、検量線用標準溶液中の内部標準物質の面積値の70%以上であることを確認する。

4. 判定

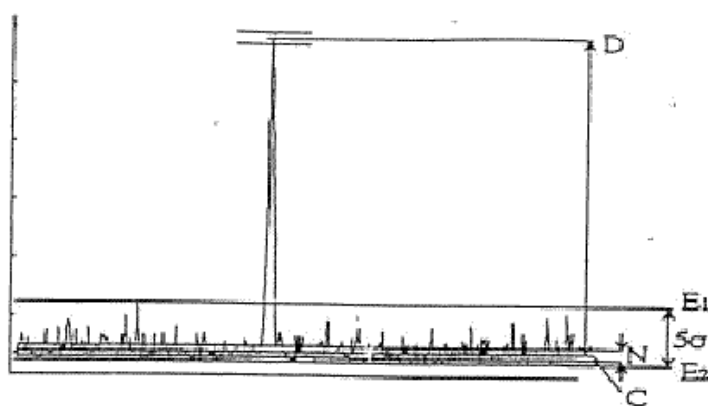
妥当性を確認された試験法に従って得られた DCB 及び TCB のいずれかのピークについて、以下の判定項目を全て満たす場合に、検体が放射線照射されたと判定する。

- (1) 標準溶液と同じ保持時間に、 m/z 98 及び m/z 112 に S/N 比 3 以上のピークを認める^{注10)}。
- (2) m/z 98 及び m/z 112 で観測されるピーク面積の比^{注11)}は、 m/z 98 において近似した面積を与える検量線用標準溶液ピークから得られる m/z 98 及び m/z 112 のピーク面積比の $\pm 20\%$ 以内である。
- (3) 保持時間付近で m/z 95 から m/z 115 の範囲でスキャン測定を行うとき、 m/z 98 及び m/z 112 が主要イオンである^{注12)}。
- (4) 上記1から3の項目を満たした場合の定量値が、検量線用標準溶液の S/N 比 3 から求めた濃度以上である。

注10) S/N=10 程度となる濃度の検量線用標準溶液 1 μL を注入して測定し、S/N=3 となる最小検出量 (ng) を求める。いずれかの試験溶液を 2 回以上起爆注入した後に測定する。

注11) m/z 98 に対する m/z 112 の相対イオン強度 (検量線用標準溶液では通常、20%から 25%程度)。

注12) 2つのイオンの合計強度が 50%以上であることを目安とする。



<S/N 比の求め方>経験的にノイズ範囲の最大ノイズ (E1) と最小ノイズ (E2) との幅は、およそ標準偏差の 5 倍となるため、その幅の 2/5 をノイズ幅 (N) とする。一方、ノイズの中央値を (C) をベースラインとし、ベースラインのノイズを元にピークトップ (D) を決めて、この幅をピーク高さ (S) とする (下図参照)。なお、ノイズ測定範囲は、対象ピーク近傍の範囲 (少なくとも 10 程度のノイズポイント) を目安にする。

II. TL 試験法

1. 対象食品

ケイ酸塩鉱物が分離可能な食品

農産物（香辛料、野菜類、果実類及び茶等）及び水産物（あさり、えび及びびしゃこ）^{注1)}

注1) 厚生労働科学研究事業において、黒胡椒、ウコン、オレガノ、パプリカ、赤唐辛子、フェネグリーク、クミン、セロリシード、オールスパイス、黒胡麻、コリアンダー、生姜、カシア、パセリシード、ローレル、わさび、シナモン、ニンニク、ガジュツ、白胡椒、アニスシード、クローブ、スターアニス、セージ、タイム、タラゴン、フェンネル、ミント、マジョラム、えんどう豆*、しいたけ、だいこん、ケール*、マカ*、大麦若葉*、白菜*、野沢菜*、小松菜*、シソ*、にら*、キャベツ*、ごぼう*、たまねぎ、ねぎ、ほうれんそう、レタス⁺、れんこん⁺、りんご*、いちご*、ウーロン茶、プーアール茶、麦茶、ドクダミ茶、あさり、えび及びびしゃこ（*乾燥のみ、⁺生鮮のみ）から試験に必要な量の鉱物が得られることが確認されている。ただし、検体の状態によっては本検知法が適用できない場合もある。

2. 分析対象

放射線照射によりケイ酸塩鉱物結晶中に蓄えられたエネルギーが加熱された時に生じる発光（熱ルミネセンス：TL）

3. 試験実施のための管理事項

- (1) TL 強度は光への曝露及び高温により減少するので、光にさらされていない部分から検体を採取し、検体採取から第二発光測定までの間、検体及び試料が強い光に曝露されること及び高温の状態になることを極力避ける。
- (2) 検体から採取される鉱物は微量であるので、各段階で重量を精密に測定し、確実に記録する。
- (3) TL 試験法により試験を行う際には、試験に先立って、5 日以上に亘って 10 回以上のブランク測定を行い、第一発光強度 ($G'1$) の平均値と標準偏差の 3 倍の和を MDL (Minimum detectable TL level) として算出する。ブランク測定は、試験に用いる全ての試薬及び器具を用い、試料測定と同じ条件で実施する。
試験の実施に当たっては、週 1 回又は 20 検体に 1 回程度の頻度で、試験に用いる全ての試薬及び器具を用いて、試料測定と同じ条件でブランク測定を実施し、第一発光量 ($G'1$) が MDL を超えないことを確認する。特に、発光量の大きい試料を測定した後は、ブランク測定を実施して汚染が無いことを確認することが望ましい。また、ブランク測定結果を用いて MDL を定期的に更新し、その信頼性を高めていくことが望ましい。
- (4) 試験結果の評価に影響を与える装置については、日常的に点検し、その結果を記録する。

a. 熱ルミネセンス(TL)測定装置

メーカーの点検項目及び仕様に従い、常に正常な運転状態を保つこと。

温度の校正は精密な熱電対温度計で加熱板の温度を室温付近で測定し、標準温度計

の示度で校正するなど測定時の温度の絶対値を確認すること。真値からの誤差は 50°C 付近で 5%以内とする。

メーカー推奨の条件でアニーリングした TLD100 (1/8 x 1/8 x 0.35) を Co⁶⁰ ガンマ線で 0.5 Gy 程度照射し、試料皿に搭載して発光曲線を 10 回測定し、そのピーク V の温度の平均を X とする。X が 220~250°C の範囲内にある事を確認する。^{注2)}

b. 天秤

メーカーの点検項目に従い、常に正常な運転状態を保ち、正しく扱うこと。天秤の安定性、再現性に充分注意を払い、定期的に点検を行うこと。

始業時点検は以下のとおり。

- 暖機運転を実施する。
- 水平を確認する。
- 秤量皿やその周辺の汚れ、異物の有無を点検する。
- ゼロ設定後、測定物を載せおろしして、ゼロの戻りを点検する。
- 1 mg の標準分銅を載せ、指示値を確認する。
- 点検結果を記録する。

注2) X がこの温度範囲外となった場合は、TL 測定装置の温度校正を実施する、試料皿の材質等の確認等を行う。

4. 試験方法

4. 1 装置

TL 測定装置

超音波浴 (容量 3.3 L 程度で出力およそ 100 W 以上、周波数 40 kHz の性能を持つもの)
恒温槽 (50±5°C で調節できるもの)

遠心分離器

遠沈管攪拌器

セミ・マイクロ天秤 (0.01 mg の桁まで測定可能なもの) 除電器の使用が望ましい。
台秤 (200 g から 0.5 g まで秤量可能なもの)

4. 2 試薬・試液など

ポリタングステン酸ナトリウム^{注3)}溶液 (比重 2.0) : ポリタングステン酸ナトリウム
(Na₆[HW₁₂O₄₀] x H₂O) 250 g を水 150 mL に溶かす。

1 mol/L 塩酸 : 調製する場合は、塩酸 (35~37%) 8.8 mL を水に加え 100 mL にする。

1 mol/L アンモニア水 : 調製する場合は、アンモニア水 (28%) 6.8 mL を水に加え 100 mL にする。

アセトン : 試薬特級

水 : 蒸留水又はイオン交換水

鉍物分離用ナイロンメッシュ : 目開き 125 μm

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皿 (内径 : 約 6 mm、

高さ：約 2 mm、底の厚さ：0.193～0.250 mm 程度)^{注4)}を基本とする。アセトンに浸漬して超音波浴で洗浄し、密閉容器に保存する。

注 3) 風通しの良いところで扱うか、防塵マスク等の防具を着装して扱うことが望ましい。また、廃液は回収することが望ましい。

注 4) TL 測定装置の仕様に合う試料皿を使用することも可能であるが、3. 試験実施のための管理事項 (4) a の TLD100 の温度が適切な範囲にあることを確認すること。

4. 3 試料の調製

(1) 抽出法 (鉍物の分離)

1) 農産物 (香辛料、野菜類、果実類及び茶等)

(i) 粉末以外の場合

検体^{注5)} 約 100 g (SLW、g) を 300～1000 mL のビーカーに入れ、検体が十分浸る程度の水を加え、超音波浴内で 15 分間処理後、ナイロンメッシュでろ過し、別の 500～1000 mL ビーカーでろ液を受ける。次いで、ナイロンメッシュ上の残渣を水で洗い、洗液をろ液と合わせる。ナイロンメッシュ上の残渣を廃棄した後、超音波処理を行ったビーカーの器壁に残った付着物を水で流しながら、ナイロンメッシュでろ過し、さらにナイロンメッシュ上の残渣を水でよく洗い、先に得たろ液及び洗液に合わせる。合わせた液を 15 分間静置し、上澄みを捨て、残った沈殿物を 50 mL の遠沈管に移し、1000 G で 2 分間遠心分離する。上清を捨て、15 mL の遠沈管に沈殿物を移し、さらに 1000 G で 2 分間遠心分離した後、可能な限り上清を捨て、沈殿物を残す。遠沈管の器壁に沿って水を静かに加え、界面に浮いた有機物を除去した後、上層の水を除く。次いで、ポリタングステン酸ナトリウム溶液 5 mL を加え、懸濁させた後、1000 G で 2 分間遠心分離する。上清を捨て、残った沈殿物を粗試料とする。

(ii) 粉末状の検体で鉍物量が多い場合は以下の方法を使用できる

検体約 2～5 g (SLW、g) を 50 mL の遠沈管に採り、ポリタングステン酸ナトリウム溶液 15～30 mL を加えて軽く攪拌し、溶液中に均一に懸濁させた後、超音波浴を用いて 5 分間処理する。1000 G で 2 分間遠心分離した後、遠沈管の底からポリタングステン酸ナトリウム溶液約 5 mL とともに沈殿物を吸い取り、15 mL の遠沈管に移す。沈殿物を取り除いた 50 mL 遠沈管にポリタングステン酸ナトリウム溶液 5～10 mL を加えて、浮上物を均一に懸濁させた後、超音波浴内で 5 分間処理する。遠心分離後底から沈殿物を吸い取り、先の 15 mL の遠沈管中の懸濁液に合わせる。この懸濁液を 1000 G で 2 分間遠心分離した後、上清を除く。遠沈管の器壁に沿って水を静かに加え、界面に浮いた有機物を除去した後、上層の水を除く。次いで、ポリタングステン酸ナトリウム溶液を除き、沈殿物を残す。

総量およそ 2 mg の沈殿物が得られるまで、(ii) の操作を繰り返し、得られた沈殿物を粗試料とする。

注 5) 検体は原則として有姿のまま操作を行うものとするが、必要に応じ切断等することができる。鉍物の付着量が多いことがわかっている場合は、鉍物を 1 mg 程度分離できる量に検体量

を減らすことができる。逆に、試料調製において十分な第二発光を得るための鉍物量が得られなければ、その試料には TL 試験法が適用できない。

2) 水産物（あさり、えび及びびしゃこ）

検体の状態により、以下に示す 3 方法から選択する。

(i) 腸管から鉍物を採取する方法

検体を切り開いて腸を取り出し、付着している組織を切り離す。腸からその内容物を取り出し^{注6)}、適量の水を加えて懸濁液とし、ナイロンメッシュを用いてろ過し、50 mL 遠沈管にろ液を受ける。ナイロンメッシュ上の残渣を水で洗い、洗液をろ液と合わせる。ナイロンメッシュ上の残渣を廃棄し、1000 G で 2 分間遠心分離する。上清を捨て、15 mL の遠沈管に沈殿物を移し、さらに 1000 G で 2 分間遠心分離した後、可能な限り上清を捨て、沈殿物を残す。次いで、ポリタングステン酸ナトリウム溶液 5 mL を加えて懸濁させ、1000 G で 2 分間遠心分離する。上清を捨て、残った沈殿物を粗試料とする。

注6) えびの場合、スパーテルで腸を押し潰して内容物を取り出すことができる場合がある。

(ii) 検体に付着した鉍物を採取する方法

検体を 300~1000 mL のビーカーに入れ、十分浸る程度の水を加え、超音波浴内で 15 分間処理する^{注7)}。超音波処理後の懸濁液をナイロンメッシュでろ過する。検体に再度十分浸る程度の水を加え、操作を繰り返しろ液を先のろ液に合わせる。以下 2)

(i) の方法と同様に操作し、得られた沈殿物を粗試料とする。

注7) しゃこでは 20 尾程度が必要である。

(iii) 塩酸で有機物を加水分解する方法

検体全体 (10~20 g 程度) あるいは分離した腸 (10~80 mg 程度) を 200 mL の 6 mol/L 塩酸を入れた丸底フラスコに入れる。腸管の場合は 6 mol/L 塩酸の量を 20 mL とする。検体全体の場合は 2~3 時間、腸管は 50°C で 15~30 分間加熱する。分解中に溶液が対流混合するよう注意し、無色から澄明な褐色に変化するのを確かめる。放冷後、倍量の水をゆっくり加える。溶液を 15 分静置し鉍物を沈殿させる。溶液を注意して除きフラスコの底に鉍物を残す。あるいはロータリーエバポレーターで塩酸を除いて鉍物を残しても良い。遠沈管に鉍物を注意して移し、水で 2 回十分に洗浄する。鉍物をアセトンで洗浄し、残存する水を除いて粗試料とする。分解後に有機物が認められる場合には、洗浄以降の操作を実施する。このとき酸分解は省略できる。

(2) 粗試料の洗浄

粗試料に水数 mL を加え、攪拌した後、さらに水を加え 10 mL にする。これを 1000 G で 2 分間遠心分離又は静置した後、上清を除く。この洗浄操作を再度繰り返す。

(3) 炭酸塩の除去と洗浄

水で洗浄した粗試料に 1 mol/L 塩酸 2 mL を加え、攪拌した後、15～20 分間静置する。1 mol/L アンモニア水約 2 mL を加え、攪拌して中和した^{注8)}後、水を加えて 10 mL にする。1000 G で 2 分間遠心分離した後、上清を捨て、沈殿物を残す。水数 mL を加え、沈殿物を懸濁し、さらに水を加え 10 mL にする。1000 G で 2 分間遠心分離した後、上清を捨て、沈殿物を残す。洗浄操作を再度繰り返す。

注 8) pH 試験紙を用いて中性であることを確認する

(4) 水分の除去

(3) により得られた沈殿物をアセトン 3～5 mL に懸濁^{注9)}し、1000G で 2 分間遠心分離した後、上清を除く。再度アセトン 3～5 mL を加え、この操作を繰り返す^{注10)}。アセトン洗浄した沈殿物を埃が入らない容器に入れ、アセトン臭が無くなるまで、風乾燥し試料とする。

注 9) アセトン懸濁液が白濁した場合は、ポリタングステン酸ナトリウムが除去されていないので、水による洗浄を数回行ってからアセトンによる水分の除去の操作を行う。

注 10) 鉍物に色素が付着している場合は、アセトン溶液の着色がなくなるまで、アセトンを用いた(4)の操作を繰り返す。

4. 4 アニールリング^{注11)}

試料を遠沈管に入れ 50℃ に保った恒温槽に入れ連続して 16 時間加熱した後、試料の重量 (EW、mg) を測定する。アニール後の試料は、遮光した容器に入れて保存する。

注 11) 温度は精密に制御されていることが望ましい。また、過剰なアニールリングは発光強度を極端に弱め、不十分なアニールリングは TL 比が一定になりにくい。

4. 5 測定試料皿への鉍物の搭載

アニール後の試料に 0.2～0.5 mL のアセトンを加えて懸濁し、必要に応じて 1000 G で 2 分間遠心分離した後、パストゥールピペット(または 25～50 μ L 分取できるマイクロピペット^{注12)})で、遠沈管の底のわずか上から沈殿した鉍物を吸い上げ、その鉍物がピペットの先端に沈下し集まるのを待って、あらかじめ重量 (DW、mg) を測定した試料皿に 1～2 滴落とす。鉍物量が少ないようであれば、再度沈殿した鉍物を吸い上げ、滴下を行う。

アセトンを揮発させた後、鉍物を載せた試料皿の重量 (G' 1W、mg) を測定し、分析試料とする。

注 12) マイクロピペットを使用する場合は、容量の大きいチップ (250 μ L) を使用する。

4. 6 第一発光測定

TL 測定装置を用いて、以下の測定条件で試料からの発光量を測定し、この発光量を Glow

1 (G' 1、nC) とする。この発光曲線上に発光量が増加した後に減少する明確な発光極大が認められる場合にはその温度 (T1、°C) を記録する。さらに、加熱板の温度が 50°C 以下になってから、直ちに発光を再度測定し、この発光量 B1 (nC) をバックグラウンドとする。TL 測定後、試料を載せた試料皿の重量を測定する (B1W、mg)。

【測定条件】

試料室雰囲気：窒素ガス (G3)

窒素ガス流量：メーカー推奨条件

昇温：開始温度 70°C、終了温度 400°C 以上

積分温度区間：150°C～250°C

昇温速度：6°C/秒

4. 7 標準線量の照射

試料を鉍物が飛散しない容器に梱包して、所定の標準線量を照射できる機関に 15°C 以下で送付する。当該機関において、試料に放射線 (吸収線量: Co⁶⁰ ガンマ線 1.0 kGy 相当^{注13)}) を照射する。当該機関からの返送も 15°C 以下で行い、標準線量が照射された試料を受領した後、試料を載せた試料皿の重量 (G' 2W、mg) を測定する。

注13) 目標線量 1.0 kGy に対して 5% 以内の精度があること。照射ロットごとに吸収線量を測定し、記録する。

4. 8 標準線量照射後のアニーリング

標準線量を照射した後、遮光して 50°C に保った恒温槽に入れ、連続して 16 時間加熱する。アニーリングは、放射線照射後可及的に速やかに行うこととし、検査機関ごとに放射線照射からアニーリングまでの時間を一定にすることが望ましい。

4. 9 第二発光測定

TL 測定装置を用いて、第一発光の測定と同じ条件で、標準線量を照射した試料の発光量を測定し、この発光量を Glow 2 (G' 2、nC) とする。発光曲線上に発光量が増加した後に減少する明確な極大が認められる場合には、その温度 (T2、°C) を記録する。さらに、加熱板の温度が 50°C 以下になってから、直ちに発光を再度測定し、この発光量 B2 (nC) をバックグラウンドとする。TL 測定後、試料を載せた試料皿の重量を測定する (B2W、mg)。第二発光の測定は標準線量照射後 1 週間以内を目途に実行する。

4. 10 TL 発光比の計算

次の式により、TL 発光比を計算する。

$$\text{TL 発光比} = G1/G2$$

$$\text{ただし、} G1 = G' 1 - B1 \quad (\text{nC/mg})$$

$$G2 = G' 2 - B2 \quad (\text{nC/mg})$$

5. 判定

1つの検体から2つ以上の試料を用いて測定を行い、1つ以上の試料において以下の判定項目の両方を満たす場合、放射線照射されたと判定する。ただし、(1)を満たし(2)を満たさない場合は、試料の一部に放射線照射がされている可能性があるとして判定する。これ以外の場合は、放射線照射されているものと確定できない。

- (1) 第一発光量がMDLの3倍以上であり、第一発光曲線上に発光量が増加した後に減少する明確な発光極大が認められ、その発光極大温度(T1)が250℃以下である。
- (2) TL発光比が0.1を超える。

以下の項目に相当する場合は、放射線照射の有無を判定できない。

- (1) 第二発光量がMDLの10倍以下である。
- (2) TL発光比が0.1付近であるが、第一発光の測定後と第二発光の測定後の試料重量が大幅に変動している。^{注14)}

注14) 例えば、B1WとB2Wの差の絶対値が0.1 mgを超える場合。このような場合では、試料調製から再試験を実施することも検討する。