

放射性物質の分析について

平成23年12月

農林水産省

内容

1. 基礎知識

- ① 放射性物質の分析に関する基礎知識
- ② 簡易機器の活用
- ③ 分析結果の不確かさ

2. 放射性物質の測定について理解を深めて 頂くための資料

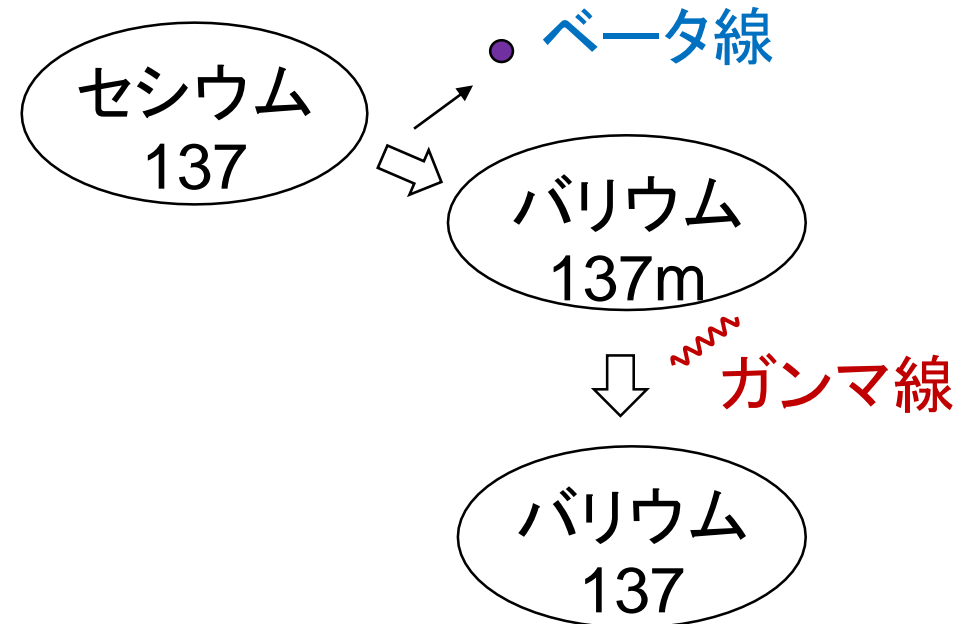
①放射性物質の分析に関する 基礎知識

放射線の種類と特徴(1)

- 放射性物質の種類によって、放出する放射線の種類が異なる。

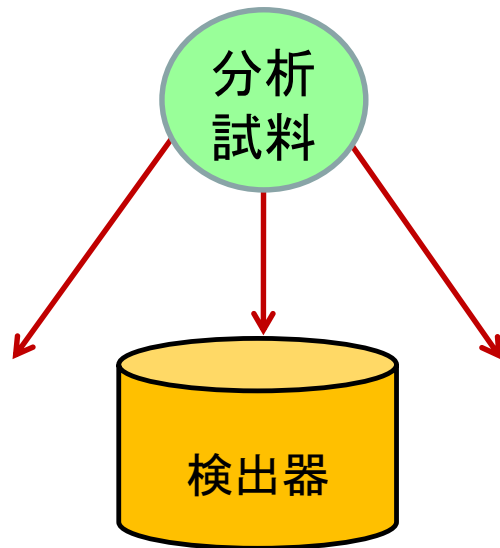
核種	放射線
ヨウ素131 セシウム134 セシウム137	ベータ線と ガンマ線
ストロンチウム90	ベータ線
プルトニウム239	アルファ線

(例)セシウム137



放射性物質の分析の特徴

- **ゲルマニウム半導体検出器**は、**ガンマ線の数をカウント**して放射性物質を定量。アルファ線やベータ線しか出さない放射性物質は測定できない。
- 農産物からのガンマ線が検出器を通過し、環境由来のガンマ線の数と明確に区別できるまで、一定数カウントされる必要（従って一定時間の測定が必要）。



⇒ 放射性物質の濃度が**濃ければ**検査は**短時間**で可能。

⇒ 放射性物質の濃度が**薄ければ**検査に**長時間**が必要。

(参考) 一般的な化学分析(残留農薬など)

必要な時間は、分析対象の化学物質の濃度によらず一定

①試料採取



②目的物の抽出

分析したい化学物質が良く溶ける溶媒を加え、粉碎し、よく混ぜる



遠心分離機などで固体成分を除く



③前処理

目的の化学物質以外を大まかに除去



濃縮、乾固



分析可能な化合物に変化させる



④分析機器に供する

例:ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)など



⑤結果の計算・算出



なぜガンマ線を測定するのか

- ガンマ線は、アルファ線やベータ線に比べると透過力がはるかに強い。
- ガンマ線スペクトルを測定することで容易に微量の放射性物質が定量できる。

(参考)

- ・ウラン-235 (α 線)、ストロンチウム-90 (β 線)等は、測定対象外の放射性物質や、食品や土壌成分などとして元々含まれる他の物質を分離(抽出・精製等)しないと、定量不可能。
- ・1 Bq のセシウム-137 は、約 0.000000000000000031 g

セシウム以外の核種を測らなくて良いのか

- 食品衛生法の暫定規制値は、ストロンチウム (Sr-90) 由来の内部被曝が放射性セシウムの約1割あると仮定。ストロンチウムを含めて管理する観点から、放射性セシウムの暫定規制値が決定。
- ストロンチウムの分析には約1カ月、ウランやプルトニウムの分析には約1週間必要。
- 放射性セシウムに比べて他の核種の存在割合が十分低いことが予め分かっているならば、短時間で測定できる放射性セシウムを規制することで、同時に他の核種の含有量も管理されることになり合理的。

測定/検査に用いる機器(1)

- 食品の検査は、放射性物質の**種類毎**に濃度を調べる必要。
→ ガンマ線スペクトロメータを使用。

ガンマ線スペクトロメータ

- **ガンマ線を出す放射性物質の種類毎の濃度(Bq/kg)がわかる**
〔・放射性物質の種類によって放出されるガンマ線のエネルギー(eV)が異なる〕
〔・ガンマ線スペクトル(ガンマ線のエネルギーごとの計数值)を測定〕

①ゲルマニウム(Ge)半導体検出器

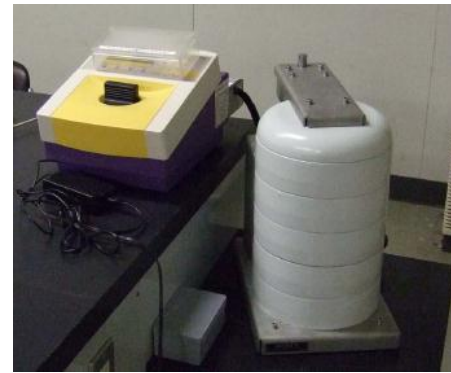
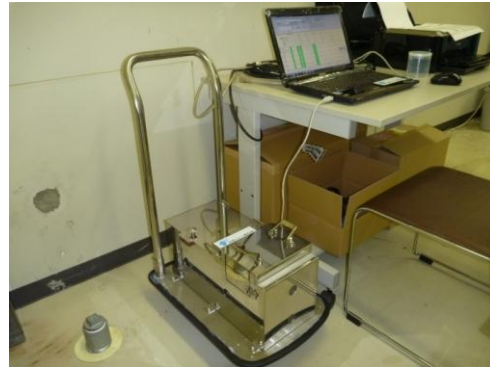
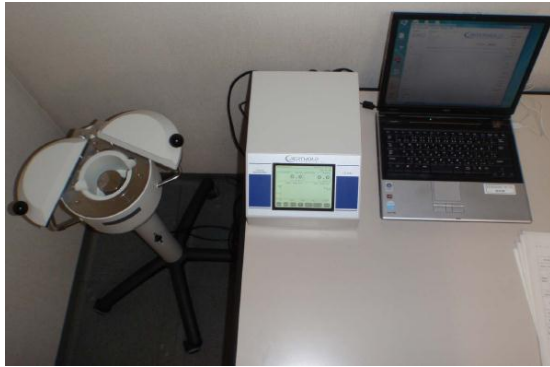
- ・厚生労働省の定める公定法に記載
- ・重量1.5~2トン
- ・価格1,500~2,000万円
- ・液体窒素・電氣的装置による冷却が必要



ゲルマニウム半導体検出器
(写真:(財)日本分析センターホームページより) 9

②NaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータ

- ・ヨウ化ナトリウム (NaI) 結晶を検出器に使用
 - ・簡易検査(スクリーニング)に利用可能
 - ・重量100 kg程度～
 - ・価格250～600万円程度
 - ・室温で測定可(一定である必要)
- ・鉛の遮蔽体、データ解析装置とのセットで市販されている



測定/検査に用いる機器(2)

【参考】サーベイメータ

- 持ち運びできる簡易な測定器の総称。
- 検査対象以外の、環境中の放射線(バックグラウンド)の影響を受ける。
- 通常、 $\mu\text{Sv/h}$ やカウント数(cpmなど)、表面汚染(Bq/m^2)を測定。
- 放射性物質の種類(セシウム134、セシウム137、カリウム40など)毎の濃度(Bq/kg)はわからない。
- 最近の機器では、付属プログラムにより放射性物質の種類毎の濃度を測定出来るものもある。ただし、食品を測る場合には遮蔽体が必要。



GM管式
サーベイメータ



シンチレーション式
サーベイメータ

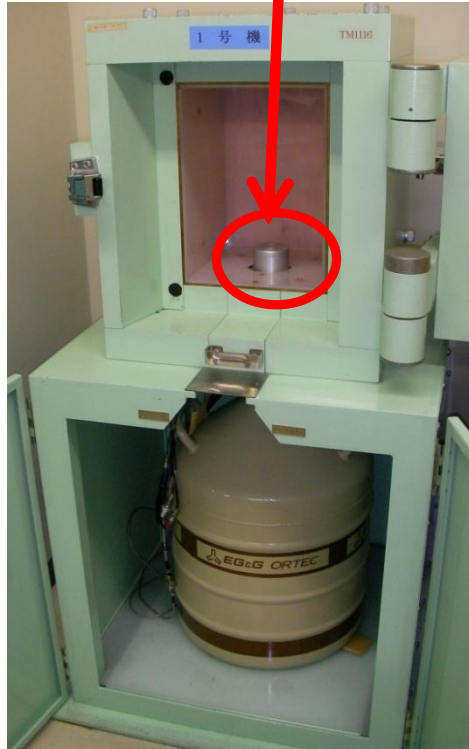
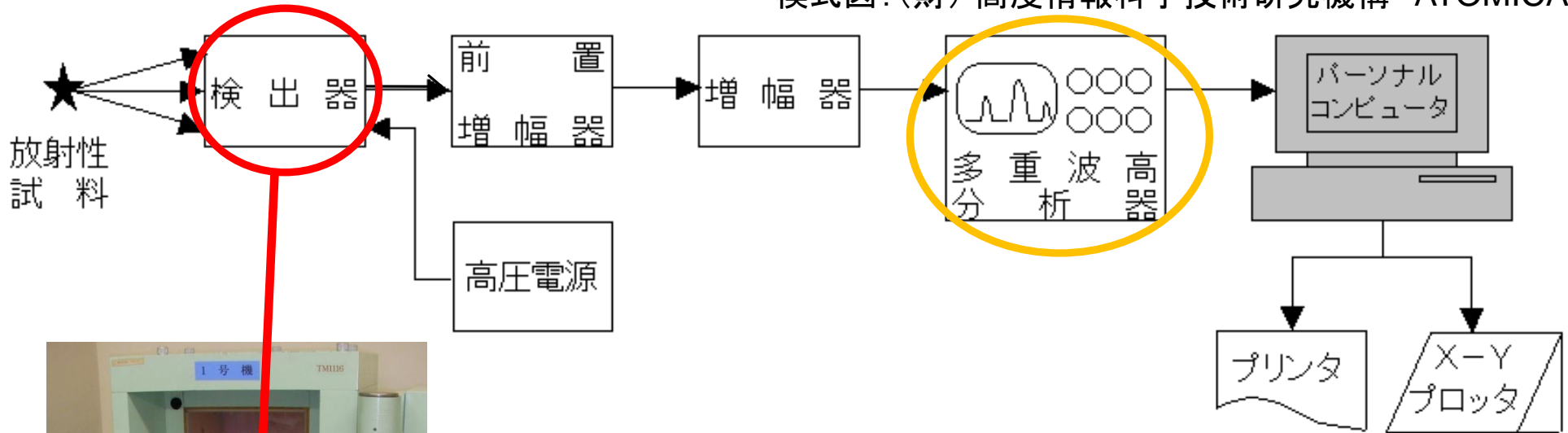


電離箱サーベイメータ

((独)日本原子力研究開発機構ホームページより)

ガンマ線スペクトロメータ

模式図: (財) 高度情報科学技術研究機構 ATOMICAより



ゲルマニウム半導体検出器

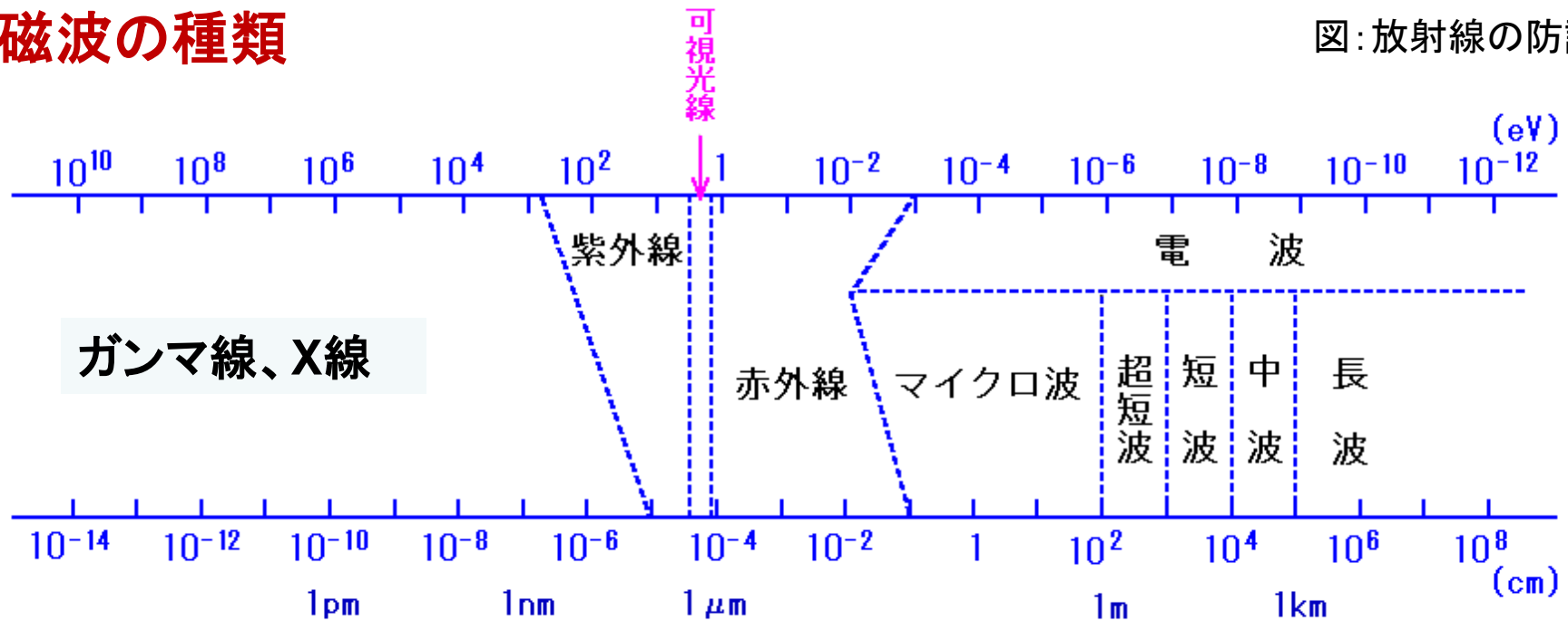
ガンマ線を出す物質に関し、種類毎の濃度が分かる

- ・検出器は、**ゲルマニウム (Ge) 半導体、NaI (TI) シンチレータ** 等
- ・Ge半導体検出器の場合、検出器を液体窒素等で冷却。環境由来のガンマ線の影響を避けるため厚さ10cm程度の鉛の遮蔽体の中に入れる (1.5~2トン程度)。

ガンマ線のエネルギー

電磁波の種類

図:放射線の防護 丸善



エレクトロンボルト: eV

電子 1 個を 1 V の電位差で加速したときのエネルギー

$$1 \text{ eV} = 0.1602 \times 10^{-18} \text{ J (ジュール)} \doteq 38.3 \times 10^{-21} \text{ cal (カロリー)}$$

$$1 \text{ MeV (メガエレクトロンボルト)} = 10^6 \text{ eV} = 1,000,000 \text{ eV}$$

1MeVは、 20°C の水 200 mL を“1000兆分の約 0.2°C ” 上げるために必要なエネルギーに相当

(参考)

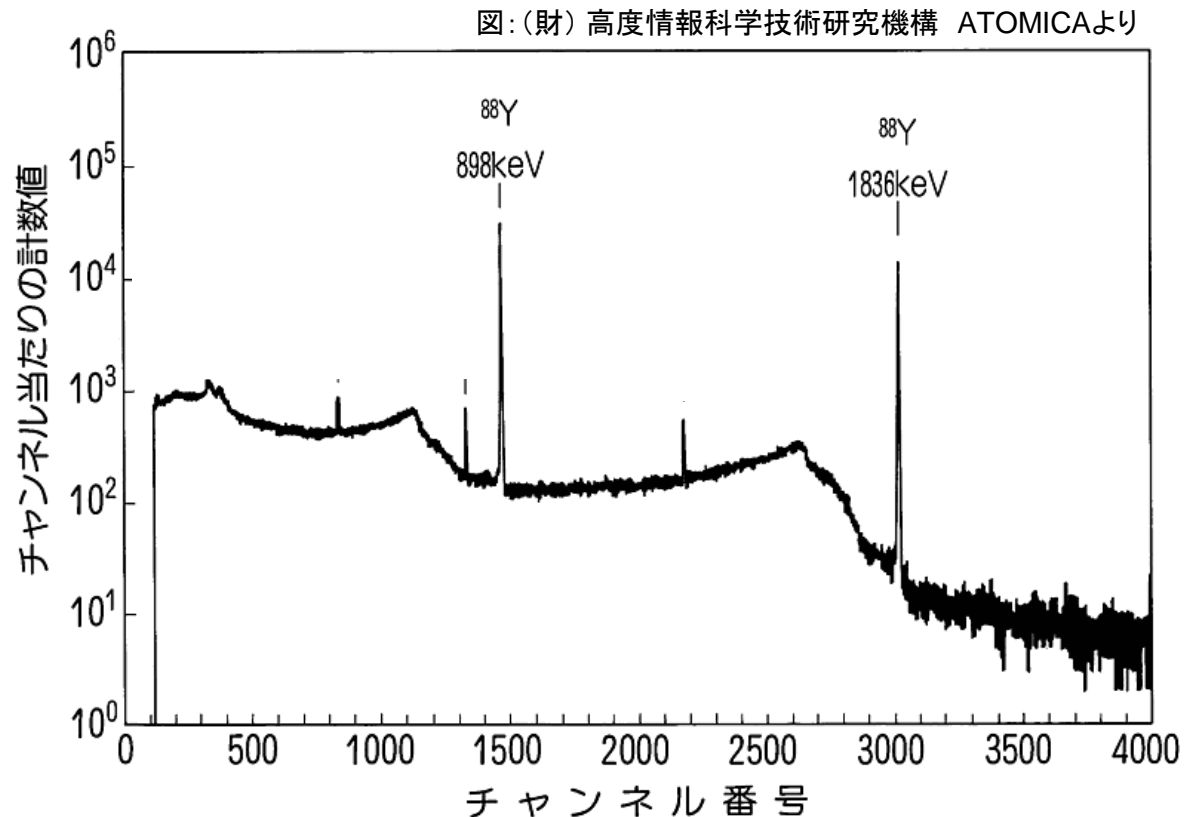
スペクトルとは？

スペクトル： 複雑な情報や信号をその成分に分解し、成分ごとの大きに従って配列したもの

化学分析では、マススペクトル、各種分光スペクトル(UV、IR、NMR等)が良く用いられる。

ガンマ線スペクトル：
多重波高分析器のチャンネル(ガンマ線エネルギー)ごとの計数値を
図にしたもの

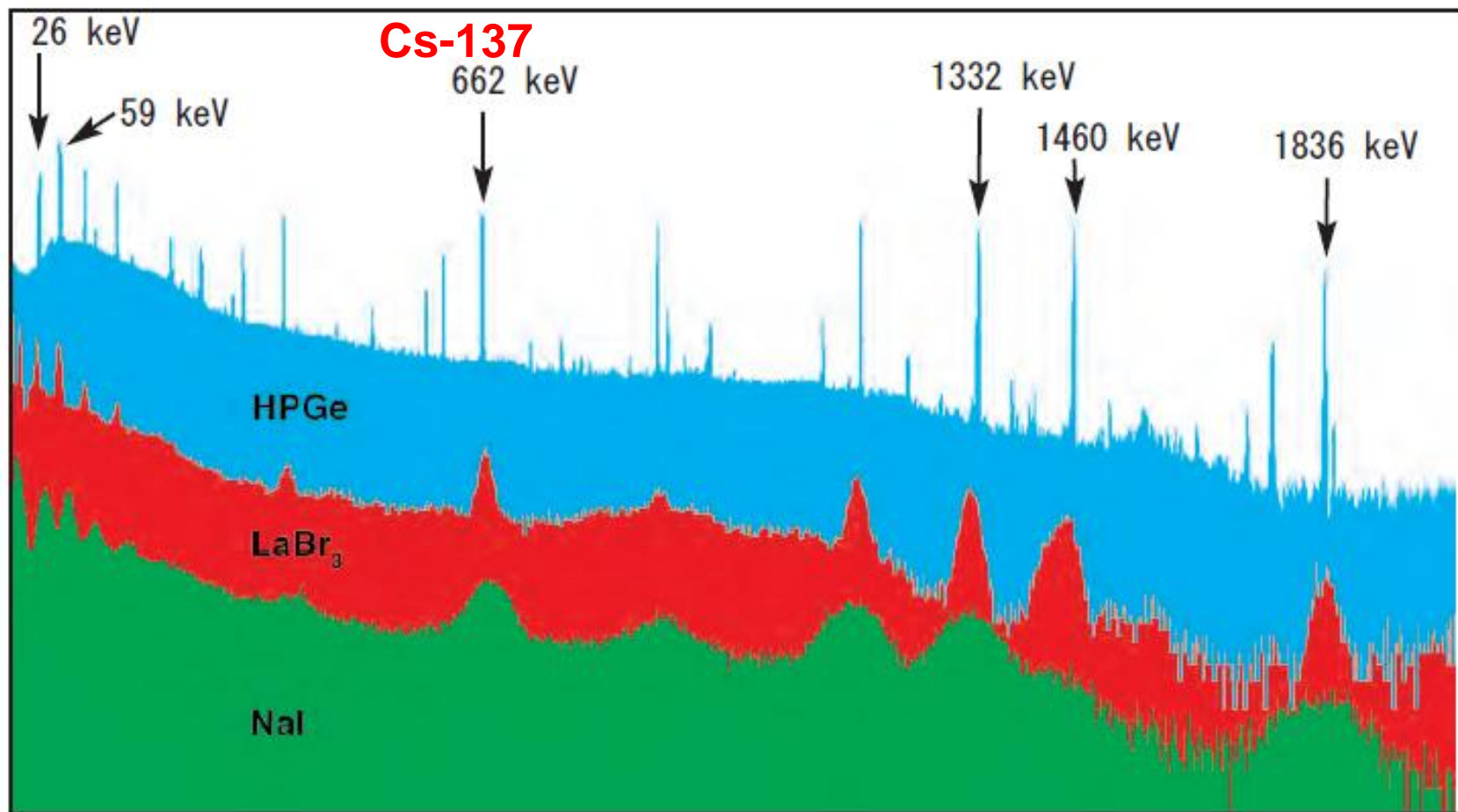
ピークの面積(計数値)
から定量



どのような点に着目して機器
を購入すればよいか

検出器の違いによるガンマ線スペクトルの比較

- ・ゲルマニウム半導体検出器 (HPGe) は、エネルギー分解能に優れ (ピークが鋭い、即ち他の放射性物質と混同しない) 精度の高い定量が可能。
- ・簡易型の検出器 (NaIシンチレーションスペクトロメータ) は、ピークが広がっており、他の放射性核種と重なりが生じることなどから、分析精度はゲルマニウム半導体検出器に比べ低い。



HPGe: 高純度ゲルマニウム半導体、LaBr₃:ランタンブロマイド、NaI: ヨウ化ナトリウム

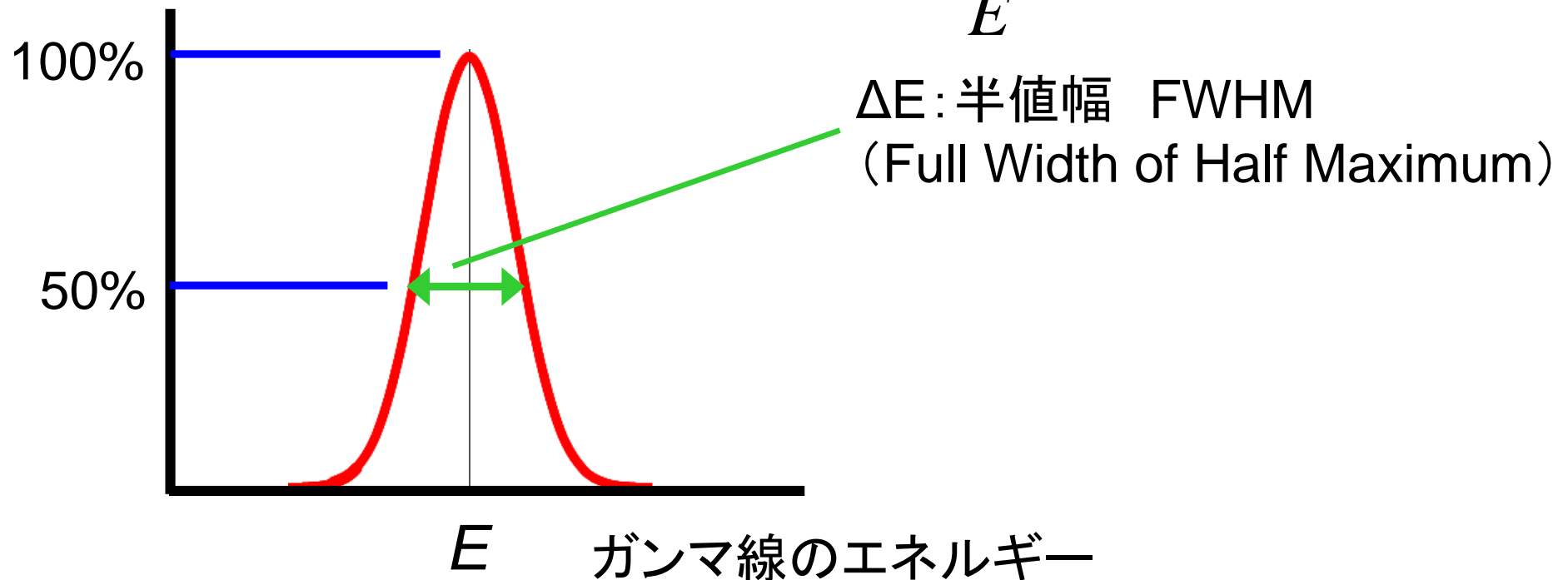
図: セイコー・イージーアンドジー株式会社カタログより

エネルギー分解能(1)

異なったエネルギーのガンマ線を分別する能力

エネルギー半値幅とエネルギーの比(%)で表す

$$\text{エネルギー分解能} = \frac{\Delta E}{E} \times 100$$



エネルギー分解能(2)

数字が**小さい**方が、核種の分別能力が高い。

ゲルマニウム半導体検出器： 0.3%程度

NaI(Tl)シンチレーション検出器： 6.5～10%程度

試算：エネルギー分解能が10%の場合、

セシウム-137 (662 keV) のガンマ線の半値幅は

$$\Delta E = 662 \text{ keV} \times 10\% = 66.2 \text{ keV}$$

セシウム-134 (605 keV) のガンマ線の半値幅は

$$\Delta E = 605 \text{ keV} \times 10\% = 60.5 \text{ keV}$$

⇒ **完全に分離して定量出来ない**

(参考) 放射性物質とガンマ線エネルギーの例

核種名	半減期	エネルギー (keV)	放出比 (%)
Pb-214 (天然に存在)	27分	352	37.6
I-131	8日	365	81.7
		637	7.17
Cs-134	2年	569	15.38
		605	97.62
		796	85.53
Cs-137	30年	662	85.1

⇒ NaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータでは、ガンマ線エネルギーが近い核種を、完全に分離して定量出来ない。

(特に、Pb-214 を I-131 と誤って検出する可能性に注意が必要)

(参考) 遮蔽体の材質、厚さ、形状

- ・放射性同位体含有量が少ない鉛
- ・遮蔽体は、厚いほどバックグラウンドを遮る効果が高い

例：コバルト60のガンマ線を遮蔽する場合

材質	バックグラウンドを1/2にするために必要な厚さ	バックグラウンドを1/10にするために必要な厚さ
鉛	1.3 cm	4.2 cm
鉄	2.6 cm	7.7 cm

1/1000にするためには、12cm程度の厚さの鉛が必要

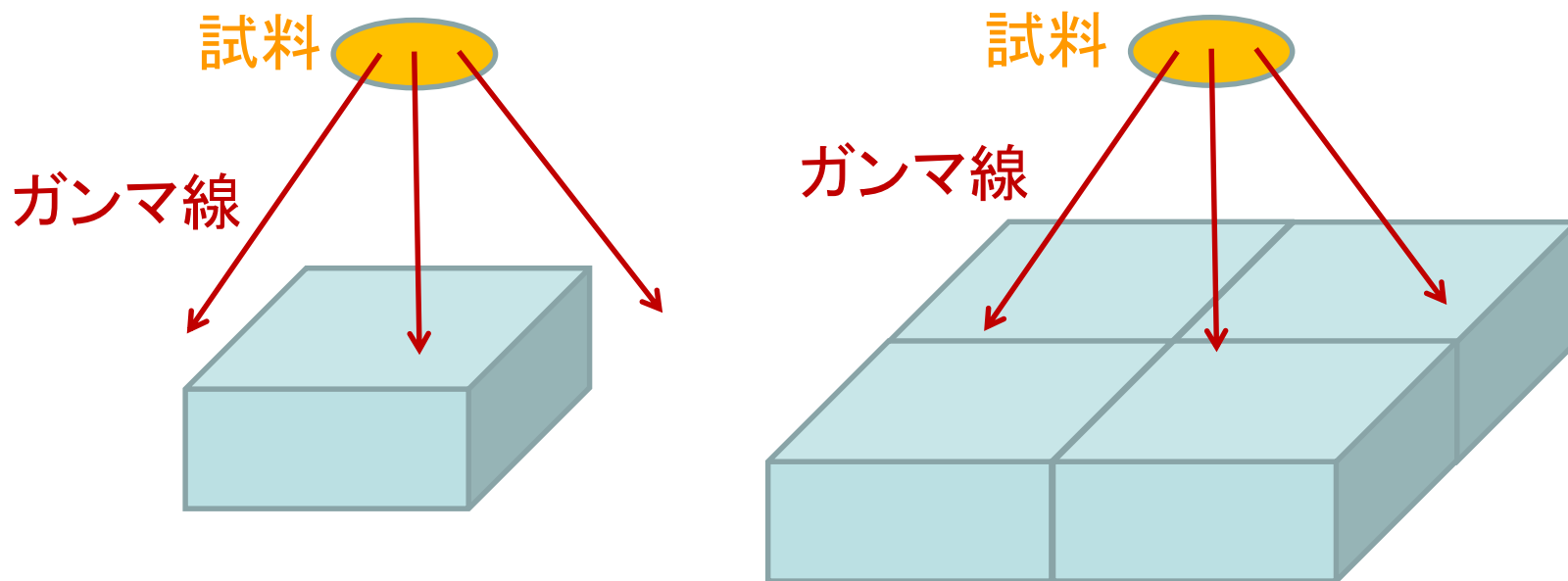
- ・鉛由来の特性X線等、低エネルギーガンマ線を低減させるため、銅板の内張りをしているものもある。

遮蔽体の厚さが、3.5cm～5 cm程度のものが市販されている。

(参考) NaI(Tl)シンチレータ(ヨウ化ナトリウム結晶)の大きさ

結晶の直径が2倍になると、ガンマ線を受ける面積は4倍
結晶の直径が3倍になると、ガンマ線を受ける面積は9倍

大型のNaI(Tl)結晶を用いた検出器の方が感度が良い



結晶の大きさ(直径・長さ)が、2×2インチ～3×3インチ程度
のものが市販されている。

(参考) 多重波高分析器(MCA)

- ・ガンマ線エネルギー毎に電気信号を分ける。
- ・チャンネル数が少ないと核種を区別する能力は低くなる。

例1: 1~2000 keV エネルギー範囲を 1024チャンネルの多重波高分析器でスペクトル測定した場合、

$$\rightarrow 2000 \text{ keV} \div 1024 \text{ チャンネル} \doteq 2 \text{ keV/チャンネル}$$

例2: 1~2000 keV エネルギー範囲を 256チャンネルの多重波高分析器でスペクトル測定した場合、

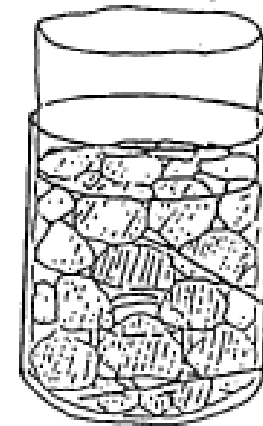
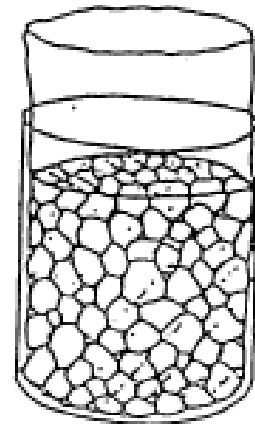
$$\rightarrow 2000 \text{ keV} \div 256 \text{ チャンネル} \doteq 8 \text{ keV/チャンネル}$$

市販のNaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータのチャンネル数は1024チャンネルのものが多い。

放射性物質の分析に用いる容器と試料の詰め方

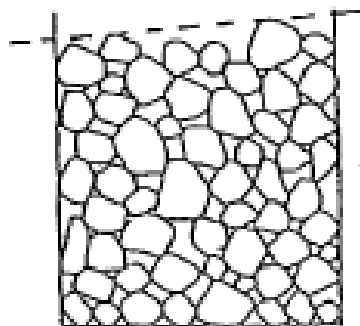
試料は細かく切断し、隙間が生じないようにする
測定容器に入れた試料の高さが底面と水平になるようにする

マリネリ容器

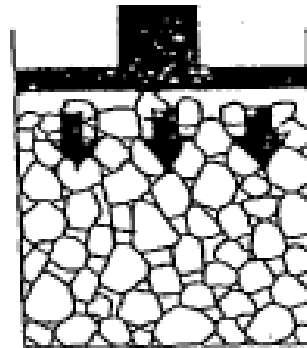


空隙 ×

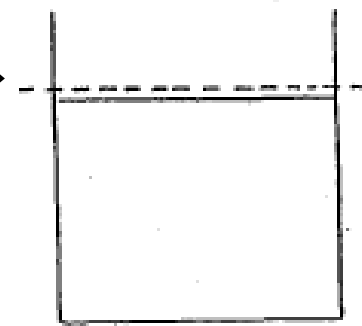
小型容器 (V型容器など)



軽く試料上面を押す



底面と上面を平行に



検出下限と定量下限(1)

検出下限: ある分析法で、分析対象物質が存在していることがわかる 最低濃度

→ 検出下限未満の濃度で含まれていたとしても、見つけられない

定量下限: ある分析法で、分析対象物質の濃度がわかる 最低濃度

→ 定量下限未満の濃度で含まれていたとしても、正確な濃度はわからない

検出下限や定量下限は、分析する核種、食品、機器などによって異なる

検出下限と定量下限(2)

- 食品安全の分野では、コーデックス委員会のガイドラインで、検出下限を基準値の 1/10以下、定量下限を基準値の1/5以下とするべきとされている。
- 消費者の健康を守るためには、より多くの食品を分析できるほうがよく、目的にかなう条件で分析することが必要。
- 検出下限を小さくすれば、規制値を大幅に下回るわずかな量でも検出することができるが、そのためには時間や経費がかかり、検査できる試料数が減る。
- 「(ND: not detected) 検出されない」とは、検出下限未満の濃度であるということ。存在しないということではない。

定量下限と測定時間・サンプル量の関係

- 測定時間が**長い**ほど、より低濃度の放射性物質を検出可能。
(定量下限は小さい値になる)

原理的には定量下限は、 $\frac{1}{\sqrt{X}}$ に比例 X : 測定時間を X 倍

例1: 測定時間を2倍にすると → 定量下限は $\frac{1}{\sqrt{2}}$ になる。

例2: 定量下限を50 Bq/kgから20 Bq/kgにしようとする、測定時間は約6倍の長さが必要。

- サンプルの量が**多い**ほど、定量下限は小さい値になる。

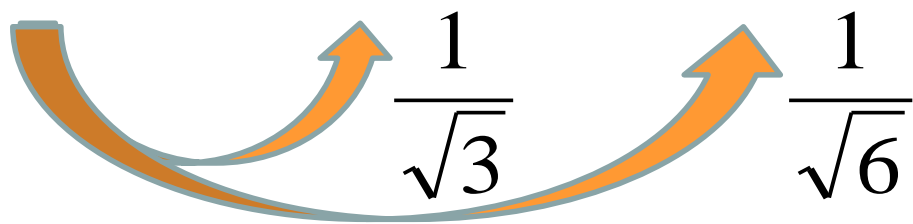
例: サンプル量が 0.2kg の時の定量下限が 200 Bq/kg とすると
サンプル量を1 kgに増やすことが出来れば、定量下限は 40 Bq/kg。

(参考) 定量下限と測定時間の関係の一例

～緊急時における食品の放射能測定マニュアル(厚生労働省)より～

ゲルマニウム半導体検出器

試料名	量	測定時間とCs-137 定量が可能な最低濃度 (単位) Bq/ kg(L) 生		
		10分間	30分間	1時間
穀類、肉類、卵 牛乳 海藻、魚	2 kg 2 L 2 kg	40	24	16
野菜(葉菜)	1 kg	80	48	32



放射性物質測定のカウント数と統計誤差

- 放射性物質の原子核が崩壊するのはランダムな現象
(バラツキの程度は確率論で計算可能)
- 放射線の計測では、カウント数の標準偏差(σ)は
測定カウント数 N の平方根 \sqrt{N} となる。

<例>

1回の測定でセシウム137が1000カウントであった場合

$$\sigma = \sqrt{N} = \sqrt{1000} = 31.6$$

計数値は、 1000 ± 31.6 と表示
(計数の統計誤差が約 3%)

②簡易機器の活用について

簡易測定/検査に使用される機器

NaI (TI)シンチレーションスペクトロメータ



- 環境からの放射線の影響により、感度が大幅に低下するので鉛の遮蔽体が必要。
- 規制値への適否を判断するには、普通10～20分以上の測定時間が必要。



- ベルトコンベアー式など、連続測定可能な機器もある。農産物等を入れた容器の洗淨や選果等のラインのスピードなどを考える必要。遮蔽も要検討。

〔 写真(上):ベルトールドジャパン(株)ホームページより
写真(下):富士電機(株)ホームページより 〕

NaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータ 機器設置の留意点①

- 環境(バックグラウンド)の放射線量率の高い場所へは設置しない
 - ・地域により、室内環境の除染や、別の場所への移動も検討
 - ・測定場所に存在する農畜水産物試料は最小限に
- 粉塵、土、ほこりが多いところには設置しない
 - ・不特定多数の者が土足で出入りする場所を避ける
 - ・倉庫の中などへの設置を避ける
- 湿度が高い場所や、結露しやすい場所には設置しない(NaI(Tl)結晶の劣化や高電圧部の破損の原因)

Nal(Tl)シンチレーションスペクトロメータ 機器設置の留意点②

- 精確な測定をするためには、**検出器の温度を一定に保つ必要**
 - 空調を入れて、1~2時間経ってから測定開始。測定室には温度計・湿度計を備えるべき。(理想は24時間空調)
- 可搬性はあるが、**頻繁な移動には不向き**
 - 垂直移動には、エレベータ等が必要
 - 振動を伴う移動・長距離輸送の際は、検出器を取り外す
 - 空調のかかっている部屋からの移動は、常温に戻ってから(結露を防ぐ)

Nal(Tl)シンチレーションスペクトロメータ 機器設置の留意点③

➤ 食品中の放射性物質の分析に最低限必要な設備等

① 水道の利用出来る流し台、乾燥棚等

- 農畜水産物の前処理
- 使用した測定容器、包丁・まな板等の洗浄及び乾燥

② 電子天秤

- 農畜水産物の重量測定に使用
- ~1 kg程度の重量をグラム単位で精確に測定できるもの

➤ 消耗品等

- 測定容器（装置により異なる）
- 定期的なメンテナンス費用

装置の導入と分析体制の構築

➤ 設置場所、設置環境の検討

➤ 管理体制の構築

① 機器の物品管理

- 物品管理の責任者の設置
- 使用簿

② 分析測定のマネジメント

- 分析担当者の確保(理系の基礎知識を有する者)
- 分析手順について標準手順書(SOP)の作成
- 毎日のエネルギー校正、定期的な効率校正
- 測定値の検証・評価

認証標準物質を測定、ゲルマニウム半導体検出器での測定値との比較検証を定期的に実施

分析・測定のパフォーマンスに影響する要因

- ① 遮蔽体の材質、厚さ、形状
- ② 検出器の大きさ
(NaI(Tl)シンチレータ(ヨウ化ナトリウム結晶)の大きさ)
- ③ エネルギー分解能
- ④ 多重波高分析器のチャンネル数
- ⑤ 測定時間、サンプル容器の大きさ・サンプル量

③分析結果の不確かさ

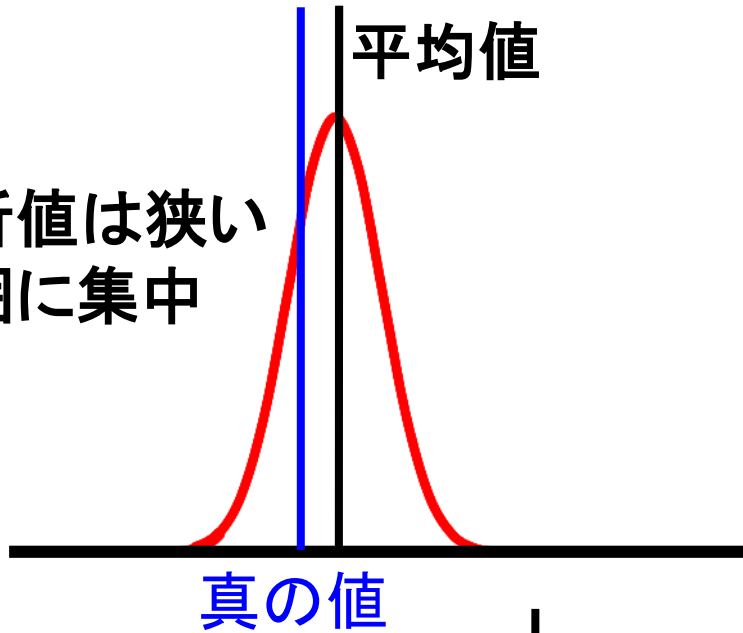
化学分析の基本

- 同じサンプルを用いて、同じ分析法を用いても分析結果は必ず毎回ばらつく。
(どんなに精密な分析法を用いても同様)
- 化学物質が**低濃度**になるほどばらつきの度合いは大きくなる。
- 真の値(量)を知ることはできない。

繰り返し分析した場合のばらつきのパターン

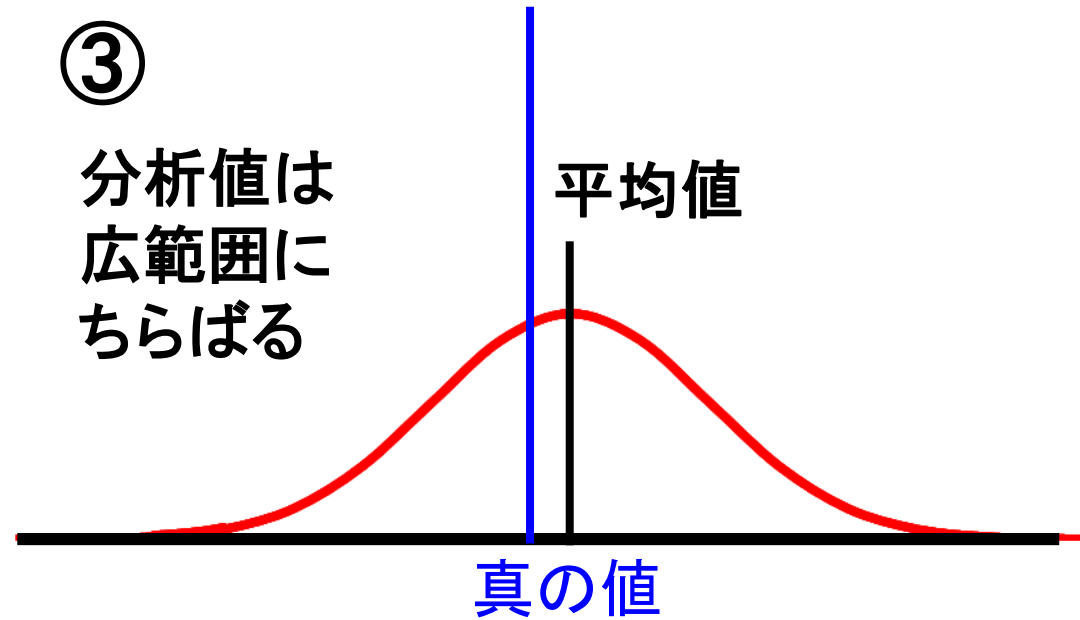
①

分析値は狭い範囲に集中

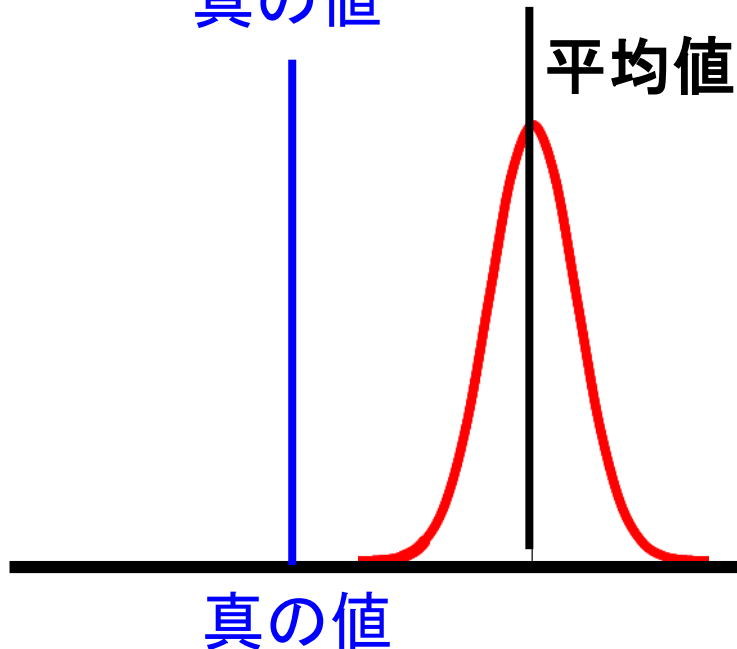


③

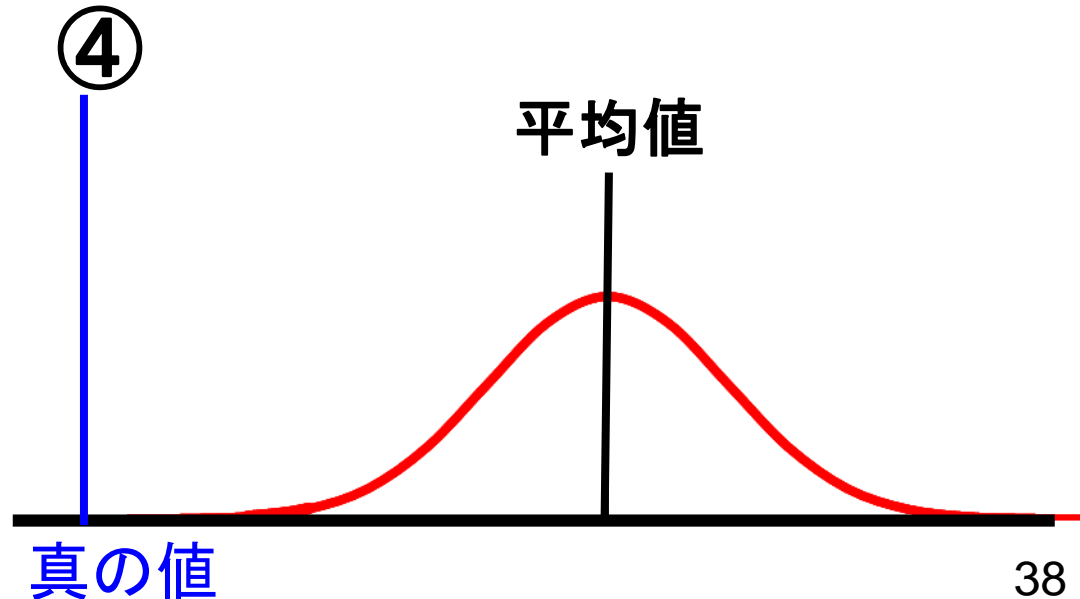
分析値は広範囲にちらばる



②



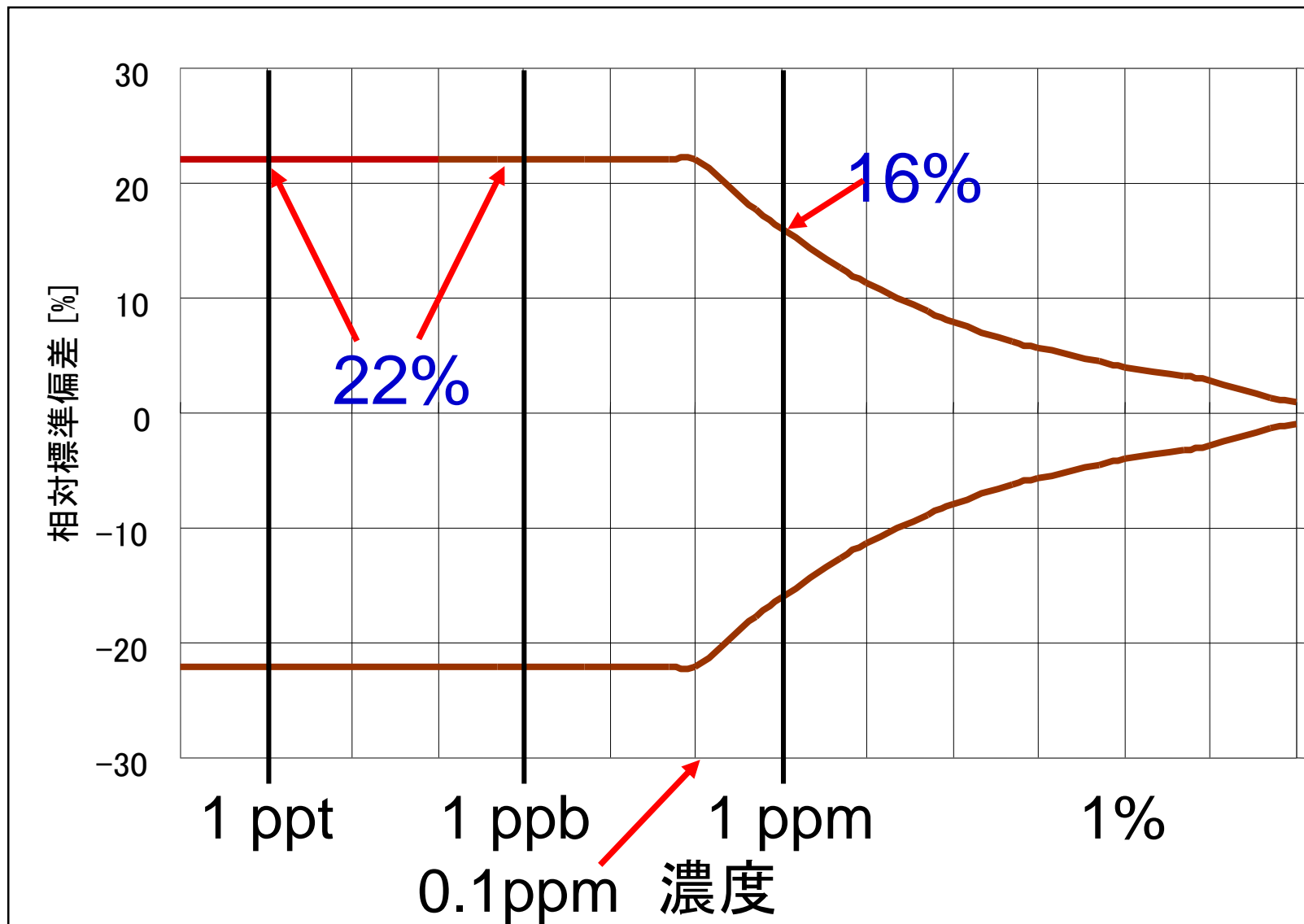
④



分析値のばらつきについて

- 同じものを**何度も分析**すると、その分析値は**ばらつき**、正規分布を示す
- 化学物質の分析では、**試験室間での再現性**については、食品の種類や分析対象の化学物質の種類、分析法ではなく、**分析対象の成分の濃度に依存**することが報告されている

低濃度になると、相対標準偏差が非常に大きくなる



(参考)

相対標準偏差について

相対標準偏差(%) : $\text{標準偏差} \div \text{平均値} \times 100$

変動係数CV (coefficient of variation) と同一

例えば、象の集団の体重の標準偏差が100kg, 人の集団の体重の標準偏差が10kgであった場合, 単純に標準偏差を比較すると象の集団のほうがバラツキは大きいということになるが、象と人ではそもそもの重量が違うので、標準偏差だけでは評価できない。

標準偏差を平均値で割った「相対標準偏差」を使うと比べやすい。

RSD_r : 併行相対標準偏差

(Repeatability relative standard deviation)

同じ試験室で繰り返し分析した分析値の相対標準偏差

RSD_R : 空間相対標準偏差

(Reproduceability relative standard deviation)

異なる試験室で分析した分析値の相対標準偏差

測定の不確かさ(1)

- 測定値からどの程度のばらつきの範囲内に「真の値」があるかを示す尺度

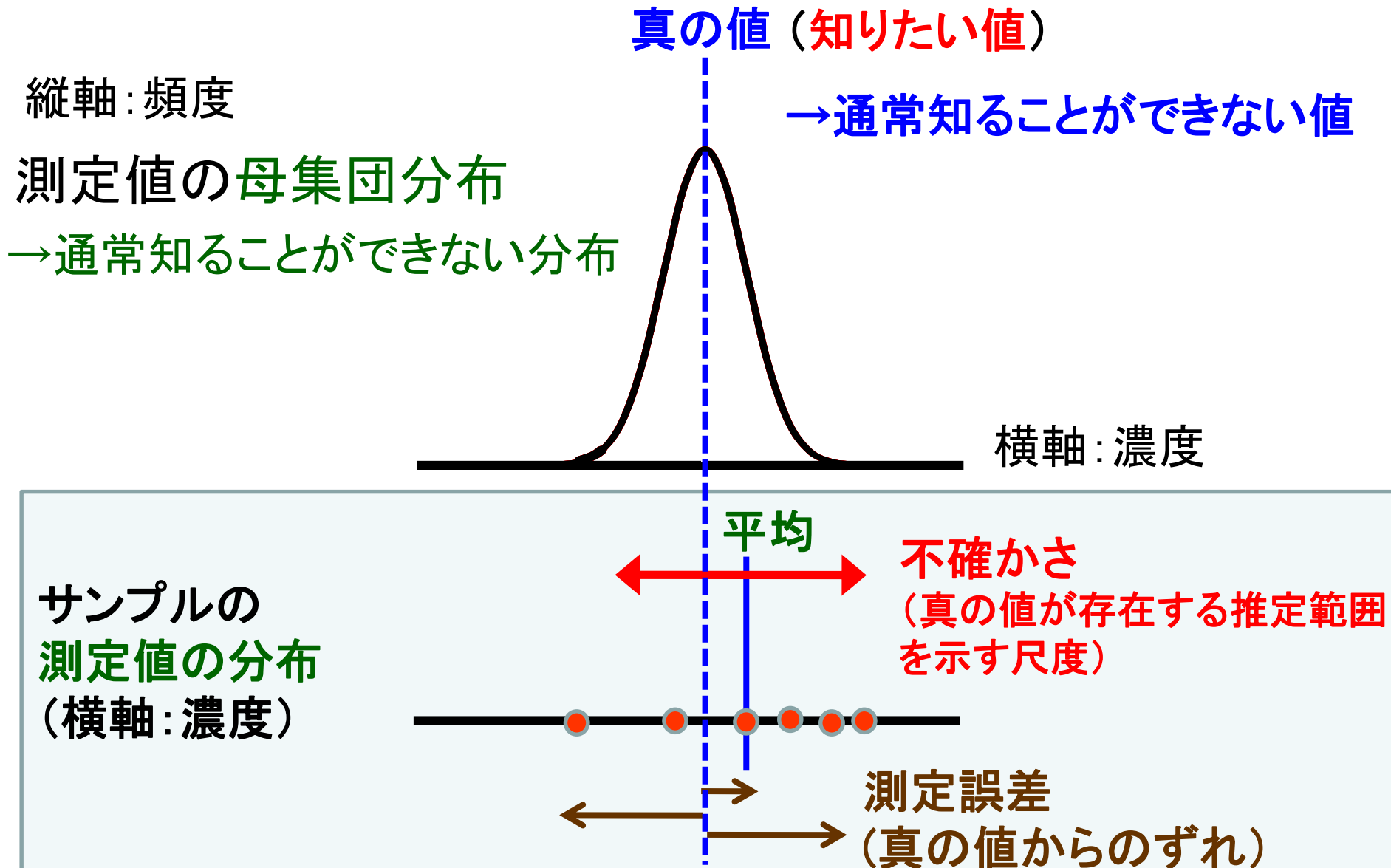
※粗雑な手法で分析をするということではない。

- 実際には、分析の「確かさ」を示すもの
- 実験データ及び統計解析で求められる

<参考>

"International vocabulary of basic and general terms in metrology", ISO 1993, 2nd Edition.

「測定の不確かさ」と「測定誤差」の違い



測定の不確かさ(2)

- 分析結果は $x \pm U$ (拡張不確かさ) の形で報告
(x : 分析値、 U : 拡張不確かさ)
($U = 2u$ 、 u : 標準不確かさ)

標準不確かさの2倍を「**拡張不確かさ**」とする

(参考) Guidelines on Measurement Uncertainty (CAC/GL 54-2004)

<(標準)不確かさの求め方>

①ボトムアップ方式

測定ステップごと(例えば、量りの精度、分析用メスシリンダーの目盛の精度等)に、不確かさを計算し、それを合計する。

<ガンマ線スペクトル分析における不確かさの要因>

- 分析試料の調製(試料重量、サンプルの不均一性等)
- 機器のエネルギー校正、効率校正
- 分析試料の測定(分析用試料と標準試料とでの検出器との空間位置関係の違い、自己吸収によるガンマ線の減衰など)
- 原子核の崩壊(ガンマ線放出率、半減期など)

※ガンマ線放出率:単位時間当たりに γ 線を放出する原子核崩壊の数

②トップダウン方式

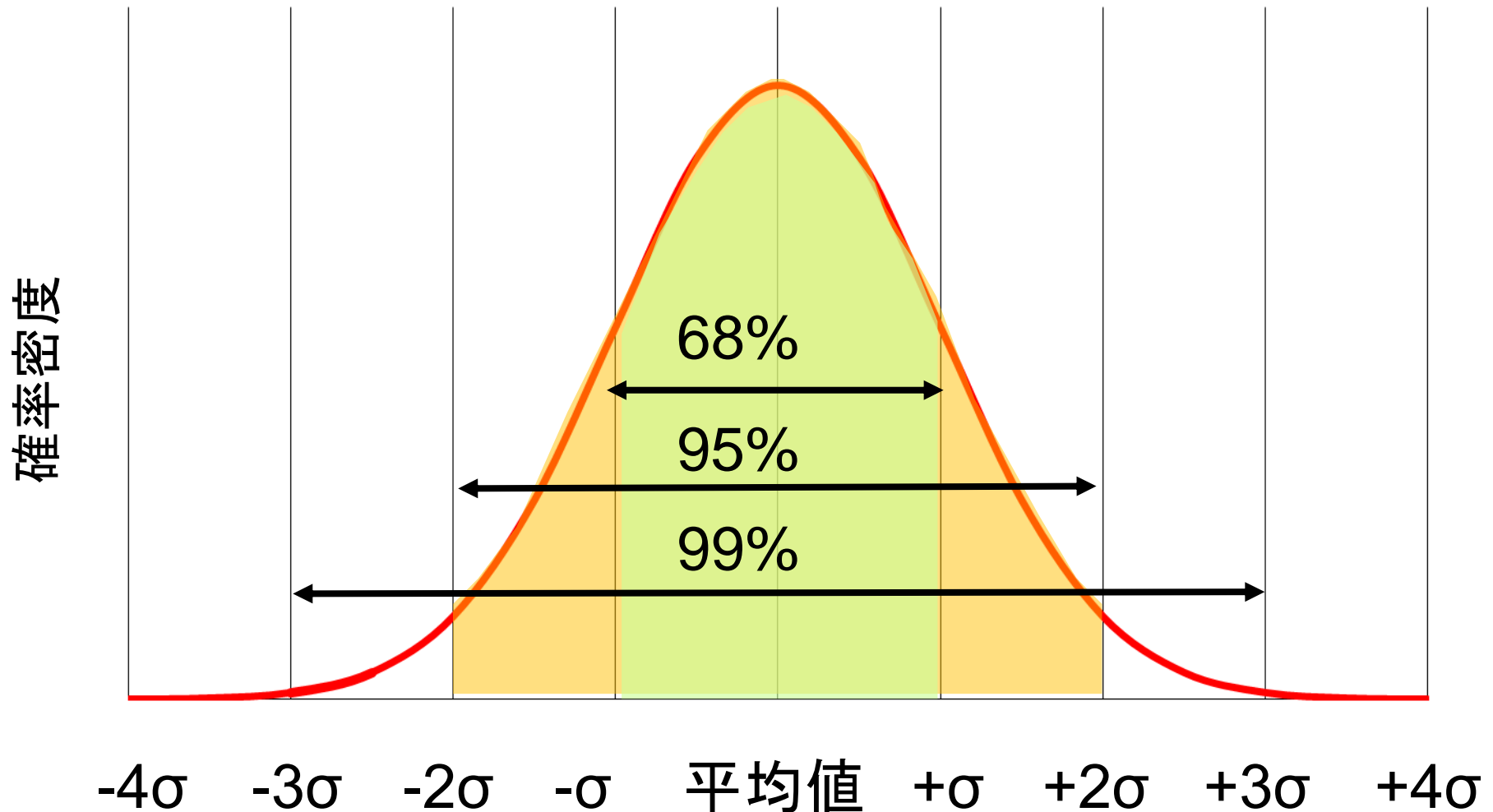
複数の試験室で、同じ分析法を用いて、同じ(均一な)試料を分析した時(室間共同試験や技能試験)の分析値のばらつきのデータを使用する。

(参考) Guidelines on Measurement Uncertainty (CAC/GL 54-2004)

IAEA-TECDOC-1401 *Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements*

(参考)

標準正規分布のグラフ



- ※ 標準正規分布では平均値 $\pm\sigma$ (標準偏差)の範囲に68%。
平均値 $\pm 2\sigma$ (標準偏差の2倍)の範囲に95%のものが含まれる。

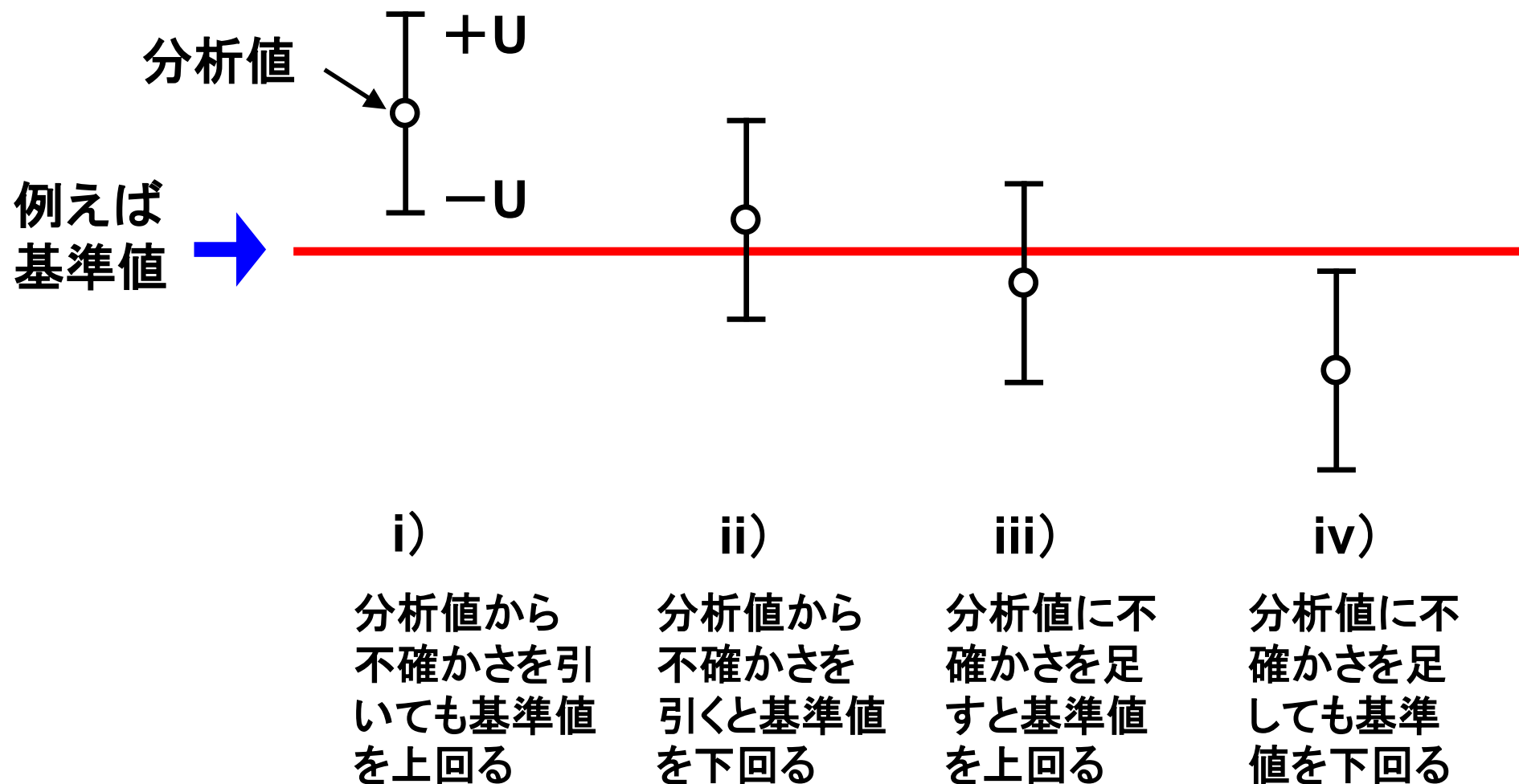
測定の不確かさの典型値（化学物質の場合）

濃度	拡張不確かさ U の典型値	予期される分析結果の範囲
100 g/100g	4%	96 ~ 104 g/100g
10 g/100g	5%	9.5 ~ 10.5 g/100g
1 g/100g	8%	0.92 ~ 1.08 g/100g
1 g/kg	11%	0.89 ~ 1.11 g/kg
100 mg/kg	16%	84 ~ 116 mg/kg
10 mg/kg	22%	7.8 ~ 12.2 mg/kg
1 mg/kg	32%	0.68 ~ 1.32 mg/kg
< 100 µg/kg	44%	0.56 x 濃度 ~ 1.44 x 濃度 µg/kg

ガンマ線スペクトル分析における不確かさ

要因	不確かさの 典型的範囲	不確かさの 典型値
カウント数	0.1～20%	5%
ガンマ線放出率	0.1～11%	< 2%
半減期	0.01～1%	< 0.2%
検出器の効率	1～5%	2%
測定手順・操作	1～10%	3%
試料の重量	0.01～1%	< 0.5 %

測定の不確かさが論点となる例



2. 放射性物質の測定について 理解を深めて頂くための資料

はじめに

- 食品中の放射性物質について厚生労働省がスクリーニング分析法を策定。
- 都道府県、市町村などで簡易検査機器（NaIシンチレーションスペクトロメータ）を導入。
 - 適切な機器の保守管理、分析技能維持などマネジメント体制を作ることが重要。
 - 分析結果は毎回ばらつくことなど、分析についての知識向上が必要。

基本コンセプト

○厚生労働省の通知に従って分析されることを前提に、分析について、より理解を深めて頂くための参考資料

- 食品中の放射性セシウムスクリーニング法の一部改正について
- 食品中の放射性セシウムスクリーニング法のQ&Aについて

平成23年11月10日厚生労働省医薬食品局食品安全部監視安全課
事務連絡

○農林水産省の実験データに基づいた資料

対象者

都道府県や市町村などで

- NaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータを用いた放射性物質の簡易測定を新たに担当することになった方
- 測定結果を用いて何らかの判断をする行政担当者

など

行政で使う分析法

- いつでも
- どこでも
- だれでも

同じような結果が得られる分析法でなければならない

科学的に信頼出来るデータに基づいて
行動する必要

精度管理

精度管理

- 日々の試験室内での一連の操作や分析結果が正常に保たれているかどうかを確認
- 異常や疑わしい点があれば改善



分析結果について一定の質を維持

内部精度管理と外部精度管理

内部精度管理 (Internal Quality Control)

- ・分析機関の内部で自ら実施。
- ・管理試料の分析、2回の繰り返し試験、ブランク試験など

(参考)

- ・食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について
- ・食品規制試験所の運営に関する推奨事項 (CAC/GL 28-1995, Rev.1-1997)

外部精度管理 (技能試験)

- ・外部機関が実施するものに参加
- ・他者の分析結果と比較することで、自らの分析結果を客観的に評価

国際的に通用する分析機関とは？

食品の輸出入コントロールに関与する 分析機関に求められる要件

- ISO/IEC 17025にある分析機関の一般要件に準拠すること
- 適切なプロフィシエンシーテストに参加していること
- 内部の精度管理(QC)を行っていること

CAC/GL 27-1997

GUIDELINES FOR THE ASSESSMENT OF THE COMPETENCE OF TESTING LABORATORIES INVOLVED IN THE IMPORT AND EXPORT CONTROL OF FOOD 一部抜粋

(参考)

ISO/IEC17025:2005

試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項

- ・ **管理上の要求事項** (15項目)

組織/マネジメントシステム/文書管理/依頼、見積仕様書及び契約の内容の確認/試験・校正の下請負契約/サービス及び供給品の購買/顧客へのサービス/苦情/不適合の試験・校正業務の管理/改善/是正処置/予防処置/記録の管理/内部監査/マネジメントレビュー

- ・ **技術的要求事項** (10項目)

一般/要員/施設及び環境条件/試験・校正の方法及び方法の妥当性確認(測定の不確かさの見積もりを含む)/設備/測定トレーサビリティ/サンプリング/試験・校正品目の取り扱い/試験・校正結果の品質の保証/結果の報告

(参考) プロフィシエンシーテストティング (Proficiency Testing) とは？

技能試験：分析機関の分析結果の品質を確認するための
プログラム(プロフィシエンシーテストティング)

実施機関から配布された試料を、参加分析機関が分析。
実施機関において設定された値と比較することで、参加分
析機関の分析結果の品質を確認

- Fera (英国環境食料農村地域省(DEFRA)傘下の英国食
料環境研究庁)が実施するFAPAS・FEPASが有名

FAPAS: Food Analysis Performance Assessment Scheme

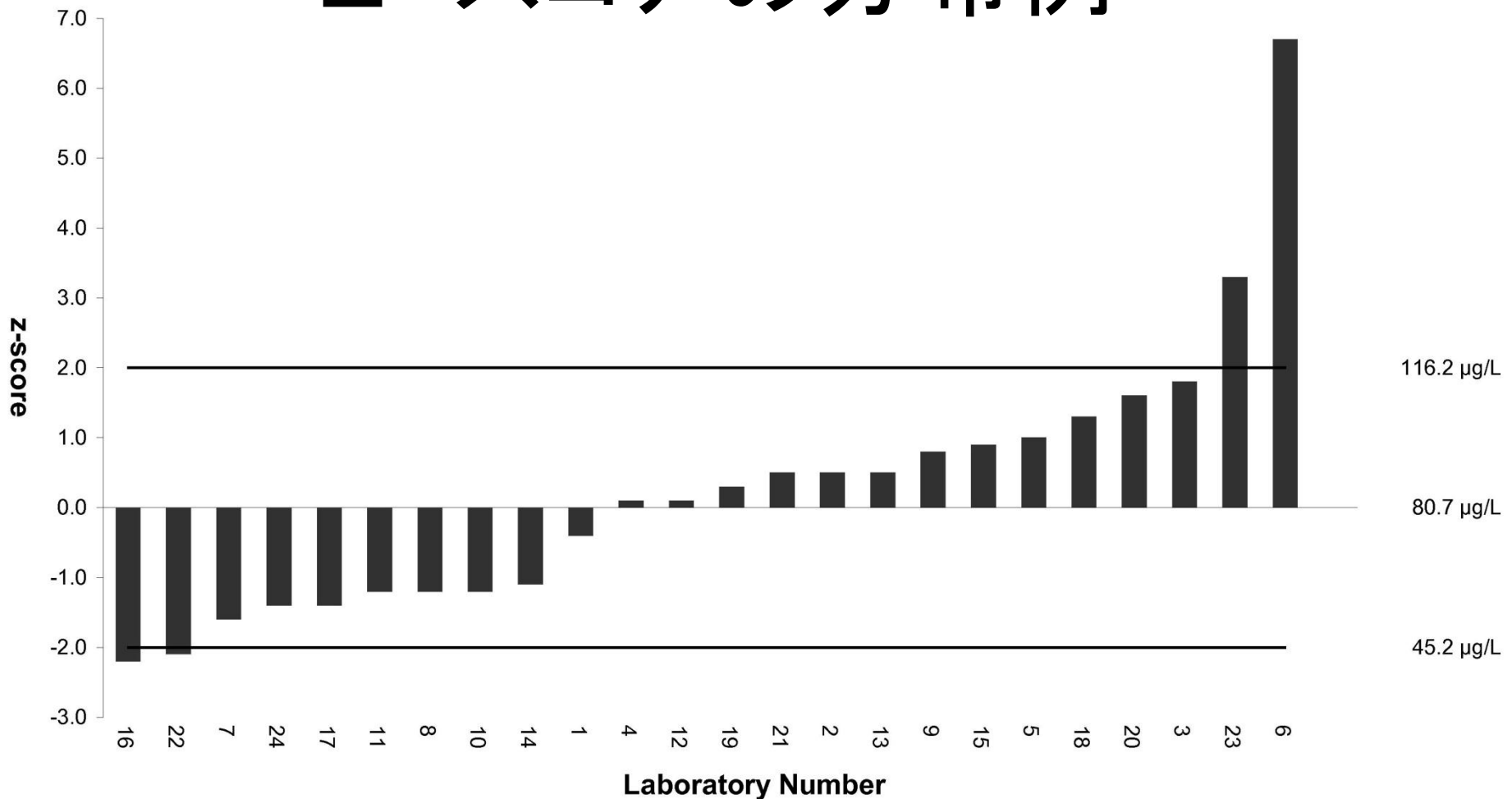
FEPAS: Food Examination Performance Assessment Scheme

(参考) Feraのプロフィールエンシーテストティング

例: FAPASプログラム

- ・ 栄養成分、一般食品成分、マイコトキシン類、重金属、残留農薬、残留動物用薬物等の試験項目
- ・ 参加者に試料が配付。任意の方法で試料を分析し、結果と分析方法をウェブサイトから報告。
- ・ 分析値は統計処理され、各参加者の分析技能評価がZスコアで表される。
 $|z| \leq 2$: 満足、 $2 < |z| < 3$: 疑わしい、 $|z| \geq 3$: 不満足

Z スコアの分布例



z-Scores for Patulin (80.7 µg/L) in Apple Purée Test Material

(データ1) 認証標準物質の測定

認証標準物質

- 国際標準化機構 (ISO) の国際指針に沿って作成され、測定対象の化学物質の含有量に関する**認証書**が付いている**分析の基準となる物質** (農産物、土壌などの実試料)。

国際原子力機関 (IAEA) から購入した以下の3種類を測定

- IAEA-330 乾燥ホウレンソウ
- IAEA-152 ミルクパウダー
- IAEA-156 乾燥クローバー

(参考)

IAEAの認証標準物質

<http://nucleus.iaea.org/rpst/ReferenceProducts/ReferenceMaterials/Radionuclides/index.htm>

認証標準物質の測定例①

乾燥ホウレンソウ試料の測定結果

Cs-137 Bq/kg

1300
1200
1100
1000
900
800

機器A

10分

15分

30分

機器B

10分

15分

30分

機器C

10分

15分

30分

機器A



機器B



機器C



認証値



認証値±

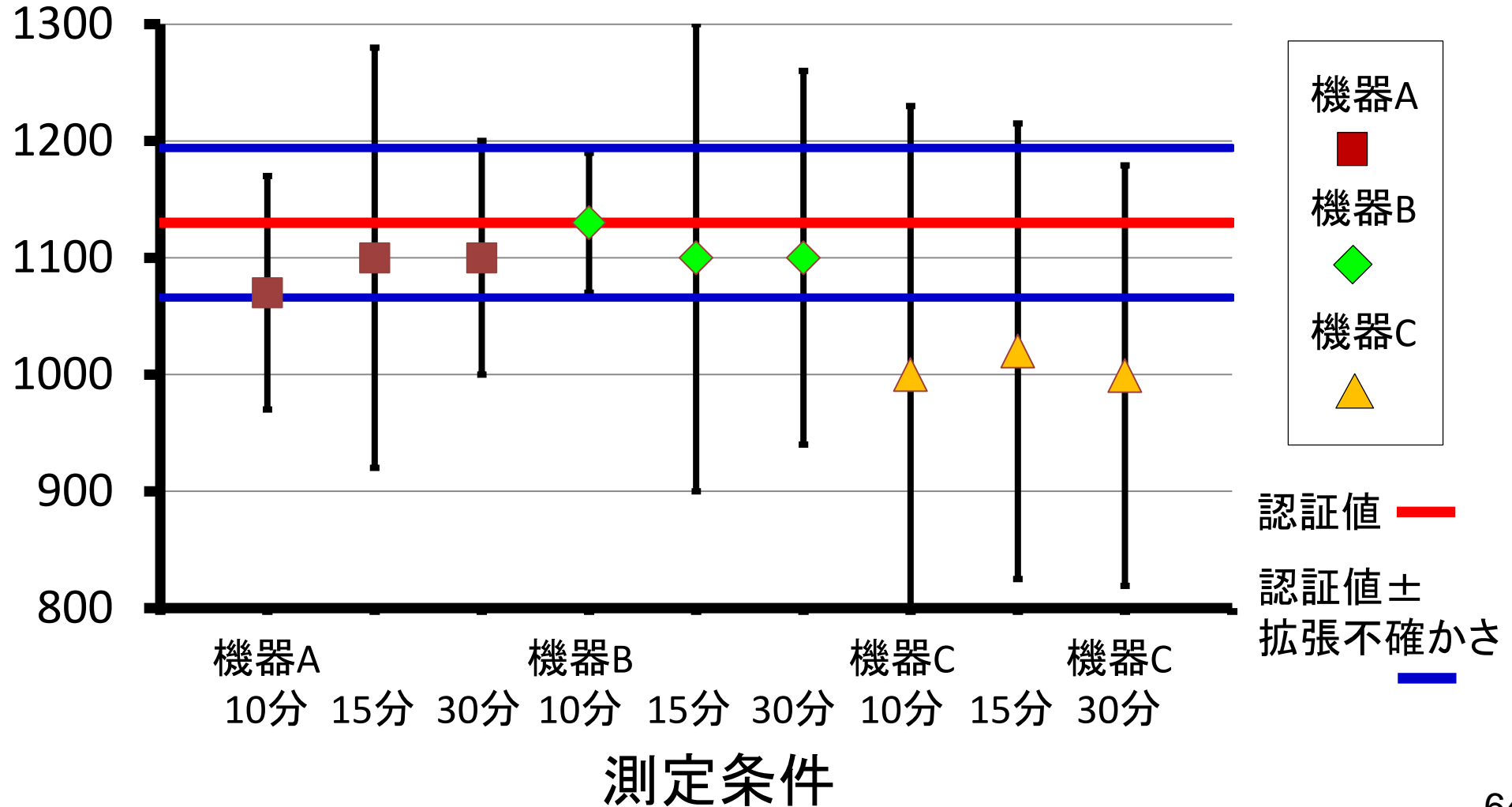
拡張不確かさ



測定条件

バラツキを大きく見積もった場合

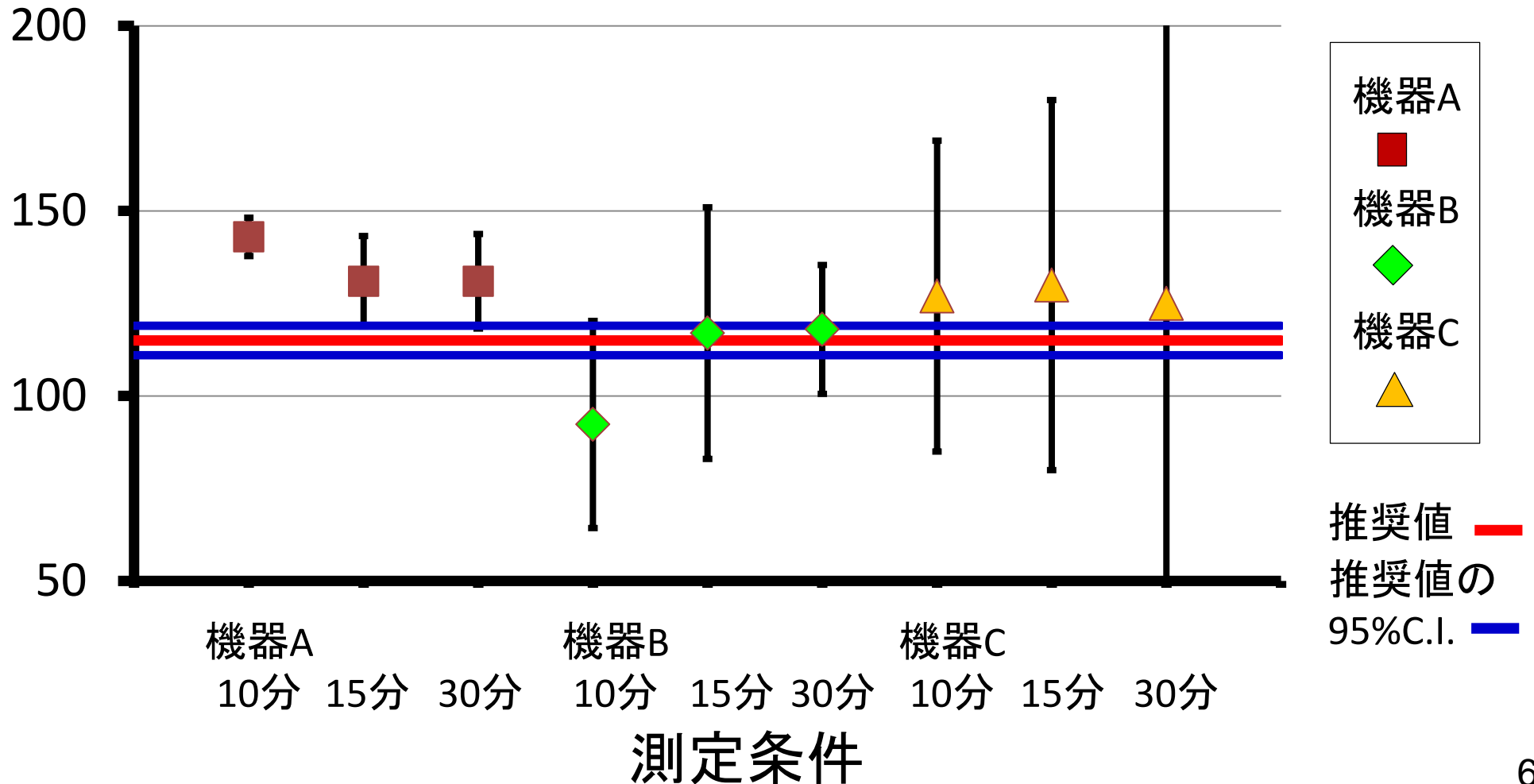
Cs-137 Bq/kg



認証標準物質の測定例②

乾燥クローバー試料の測定結果

Cs-137 Bq/kg



(データ2)形状の異なる標準線源の測定

標準線源

- 放射線の測定において、**放射線測定器の校正に用いられる基準**となる線源。**国家計量標準とのトレーサビリティが確保**されている必要。

計量のトレーサビリティ: ユーザーの計測器がどういう経路で校正されたかが分かり、その経路がきちんと国家計量標準までたどることができること

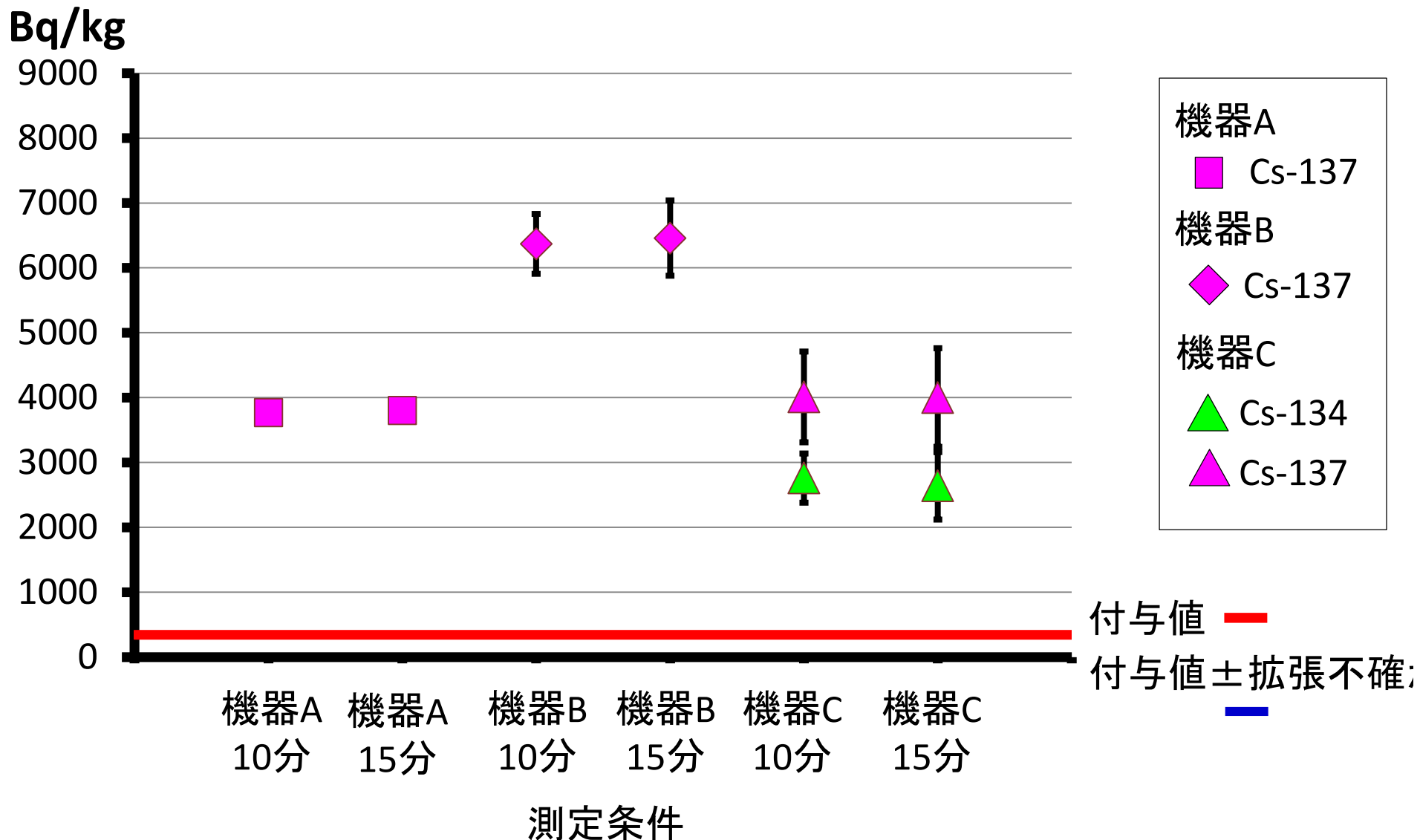
http://www.jisc.go.jp/intellectual/cap_effort03.html

(社)日本アイソトープ協会から購入した以下の2種類を測定

- U8容器入り放射能標準ガンマ体積線源 (MX033U8PP)
- ディスク型の放射能標準ガンマ線源 (CS402)

標準線源の測定例

U8容器入り放射能標準ガンマ体積線源(混合核種)の測定



(データ3、4) 農産物の実試料の測定

- 麦(小麦・二条大麦)試料を用いて、ゲルマニウム半導体検出器の測定結果と比較
- 麦試料を用いて、繰り返し分析した時のバラツキの程度を評価
 - 1日7回の繰り返し試験 × 3日
 - それぞれの測定は、測定容器に試料を採取するところから全て独立に実施

繰り返し分析の結果例

ゲルマニウム半導体検出器

小麦試料(10分間測定) Cs-134 単位Bq/kg

	1日目	2日目	3日目
1回	32.2	34.7	37.8
2回	33.7	30.2	37.1
3回	35.4	33.6	36.9
4回	35.4	32.5	31.5
5回	33.0	35.6	28.8
6回	28.5	28.2	32.9
7回	34.7	30.6	32.3

(参考)室内再現相対標準偏差の計算

①一元配置の分散分析により以下を計算

- ・グループ内の分散 = 日内精度²
- ・グループ間の分散 = 日内精度² + 併行回数 × 日間精度²

※日内精度：同じ試験日内の分析値の標準偏差

日間精度：異なる試験日間の分析値の標準偏差

※「グループ間の分散 < グループ内の分散」の場合、「グループ間の分散 = グループ内の分散」とみなし、「日間精度」= 0」とおく。

②以下の式により室内再現標準偏差を計算

室内再現標準偏差 $\sqrt{\text{日内精度} + \text{日間精度}}$

③室内再現相対標準偏差 (%)

= 室内再現標準偏差 / 平均値 × 100

まとめ

- 信頼できる分析結果を得るためには、適切なマネジメント体制を構築する必要。
- 分析値は必ず毎回ばらつく。バラツキの程度を踏まえて分析値を評価することが重要。
- 食品分析についての知識・理解の向上を。

(参考)さらなる情報について

厚生労働省ホームページ

食品中の放射性物質の試験法

http://www.mhlw.go.jp/shinsai_jouhou/shokuhin.html#list07

(社)日本アイソトープ協会ホームページ

食品中の放射性セシウムスクリーニング法に対応可能な
検査機器の情報について

<http://www.jrias.or.jp/products/info/706.html>

(独)製品評価技術基盤機構ホームページ

不確かさの入門ガイド

http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/pdf/koukaib_f/ASG104-05.pdf

最新版 食品分析法の妥当性確認ハンドブック (サイエンスフォーラム)