

# 蛍光X線分析による米の安全安心 に対する評価

SPring-8安全安心のための分析評価研究会（第9回）

—文化・社会に貢献する起源判別分析—

2014年7月24日

株式会社サタケ  
技術本部 穀物研究グループ 食味研究室  
前原 峰雄

# 目次

- 1. 会社概要**
- 2. サタケの米の安全安心に対する取組の紹介**
- 3. Cd測定に対する要望**
- 4. サタケのXRF利用方法紹介**
- 5. XRFによるISO17025試験所認定の検討**

# 会社概要

穀物加工を中心に、創業**118年**！

- (1) 創 業 : 1896年（明治29年）
- (2) 業 種 : 食品産業総合機械および食品の製造販売
- (3) 企業理念 : 人類の三大主食（米・麦・トウモロコシ）を通じて世界の食文化の向上に貢献する
- (4) 規 模 : グループ企業 18社（従業員 約2,500名）
- (5) 本 社 : 広島本社（広島県東広島市西条）  
東京本社（東京都千代田区外神田）
- (6) 国内拠点 : 販売拠点 16カ所、生産拠点 3カ所
- (7) 海外拠点 : 事業所 13カ所（10カ国）、生産拠点 6カ所

# 目次

1. 会社概要
2. **サタケの米の安全安心に対する取組の紹介**
3. Cd分析に対する要望
4. サタケのXRF利用方法紹介
5. XRFによるISO17025試験所認定の検討

# 各工程に使用できる検査機器

|            | 栽 培                                                                                | 収 穫                                                                               | 乾 燥 / 調 製                                                                             | 貯 蔵                                                                                  | 精 米                                                                                   | 炊 飯                                                                                 |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| 工 程        |   |  |     |   |    |  |
| 適 用<br>機 種 |   |  |    |   |                                                                                       |                                                                                     |
|            | アグリエキスパート                                                                          | 残留農薬測定装置                                                                          | 穀粒判別器                                                                                 | 携帯型穀粒判別器                                                                             |                                                                                       |                                                                                     |
|            |  |                                                                                   |    |  |   |                                                                                     |
|            | アグリビュー                                                                             |                                                                                   | 多機能食味計                                                                                | 米粒食味計                                                                                | 炊飯食味計                                                                                 |                                                                                     |
|            |                                                                                    |                                                                                   |  |                                                                                      |  |                                                                                     |
|            |                                                                                    |                                                                                   | シンセンサ                                                                                 |                                                                                      | 硬さ粘り計                                                                                 |                                                                                     |

# 穀物分析サービス

## 穀物性質分析

### 食味分析



### 一般性質

- ◇品位
- ◇加工精度

.....



### 微生物試験



### その他（栄養成分・・・）

## 重金属分析 （カドミウム分析）



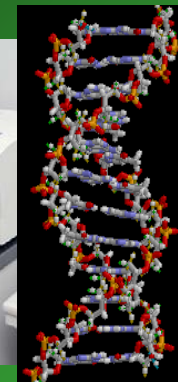
## 異物分析



## 残留農薬分析



## DNA品種鑑定



# 目次

1. 会社概要
2. サタケの米の安全安心に対する取組の紹介
3. Cd分析に対する要望
4. サタケのXRF利用方法紹介
5. XRFによるISO17025試験所認定の検討

# Cd分析に対する要望



## 農家・農業法人・役場

- 収穫前に安全であることを確認したい
- 分析作業や費用の負担が極力軽い方がいい



## 農協・カントリーエレベーター・ライスセンター

- 受け入れ前に結果を知りたい
- **Cd**濃度が高い可能性があるものは、分けて管理したい



## 精米工場

- 定期的な品質管理検査やクレーム品検査
- 頻度は少ない



## 研究機関・食品メーカーなど

- 精度の高い結果が必要
- 品質管理のデータとして、または社外への提出用データとして

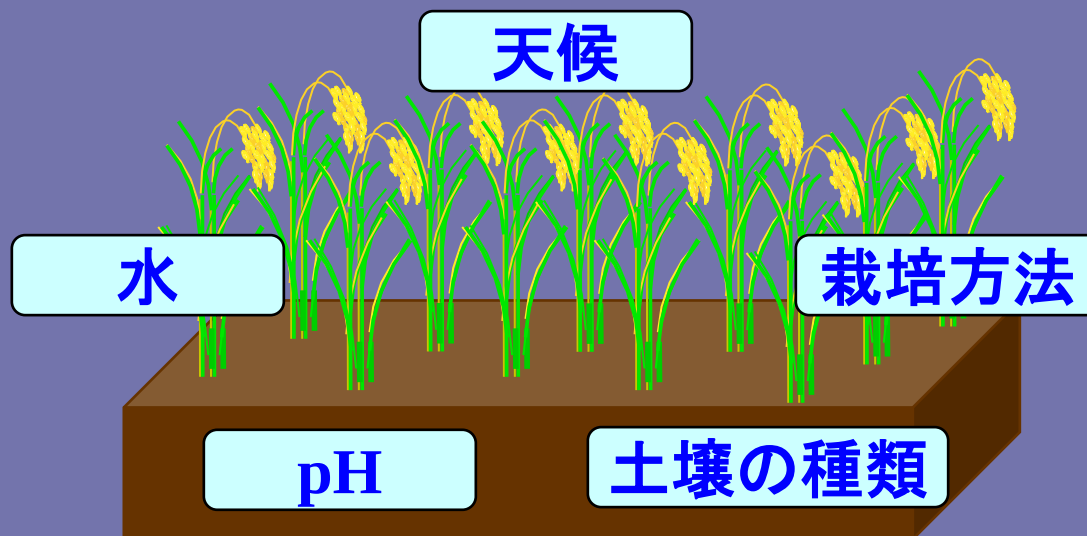
9  
割  
以  
上

# Cd分析に対する要望



## 農家・農業法人・役場

- 収穫前に安全であることを確認したい
- 測定作業や費用の負担が極力軽い方がいい



カドミウム吸収要因は一樣ではなく、継続した調査が必要!!

# Cd分析に対する要望

カントリーエレベーターなど

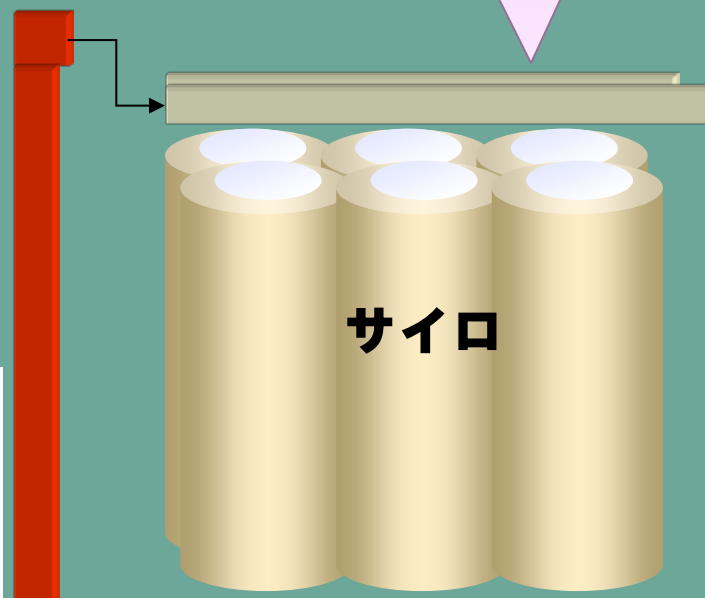
複数のロットが同じ  
サイロに入る



100件/日以上の荷受け数



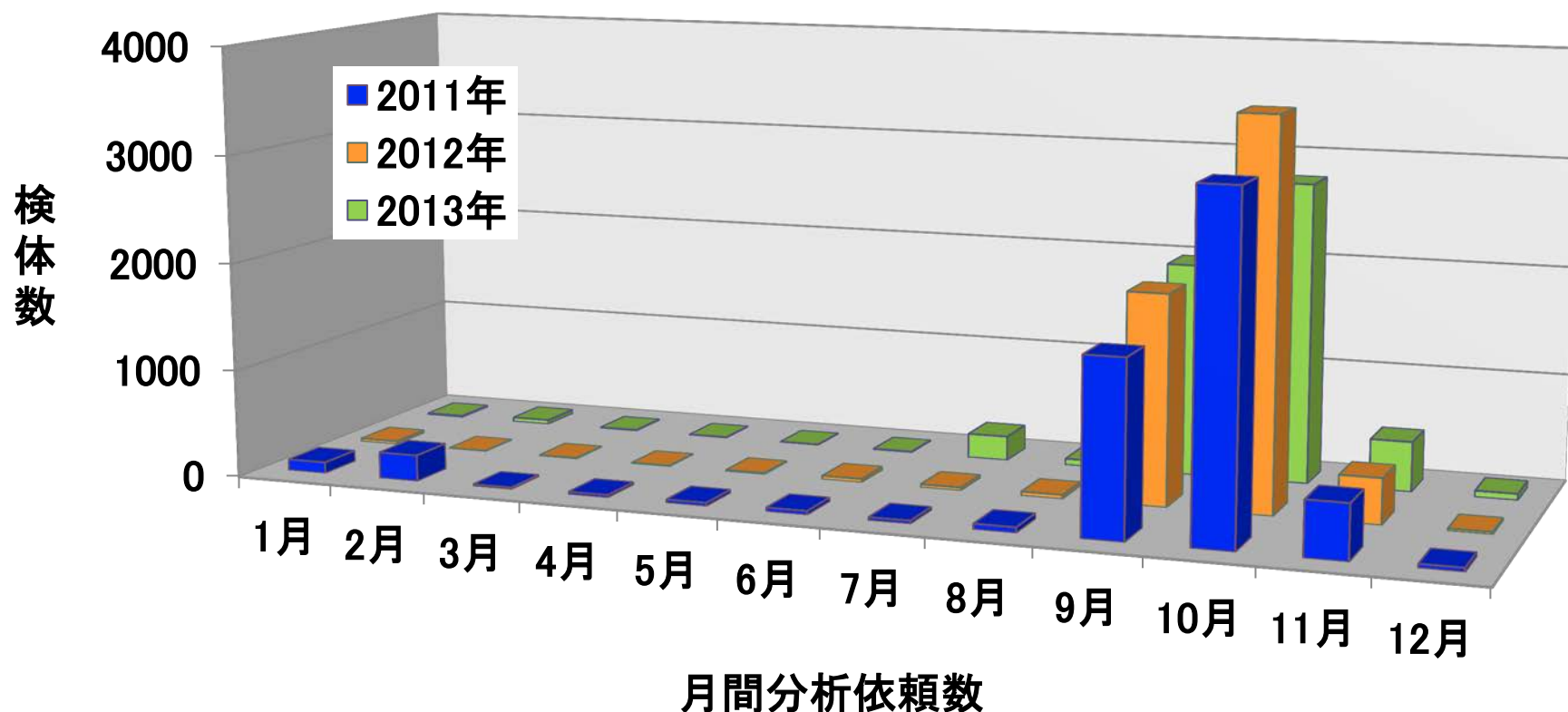
荷受ホッパー



サイロ

# Cd分析に対する要望

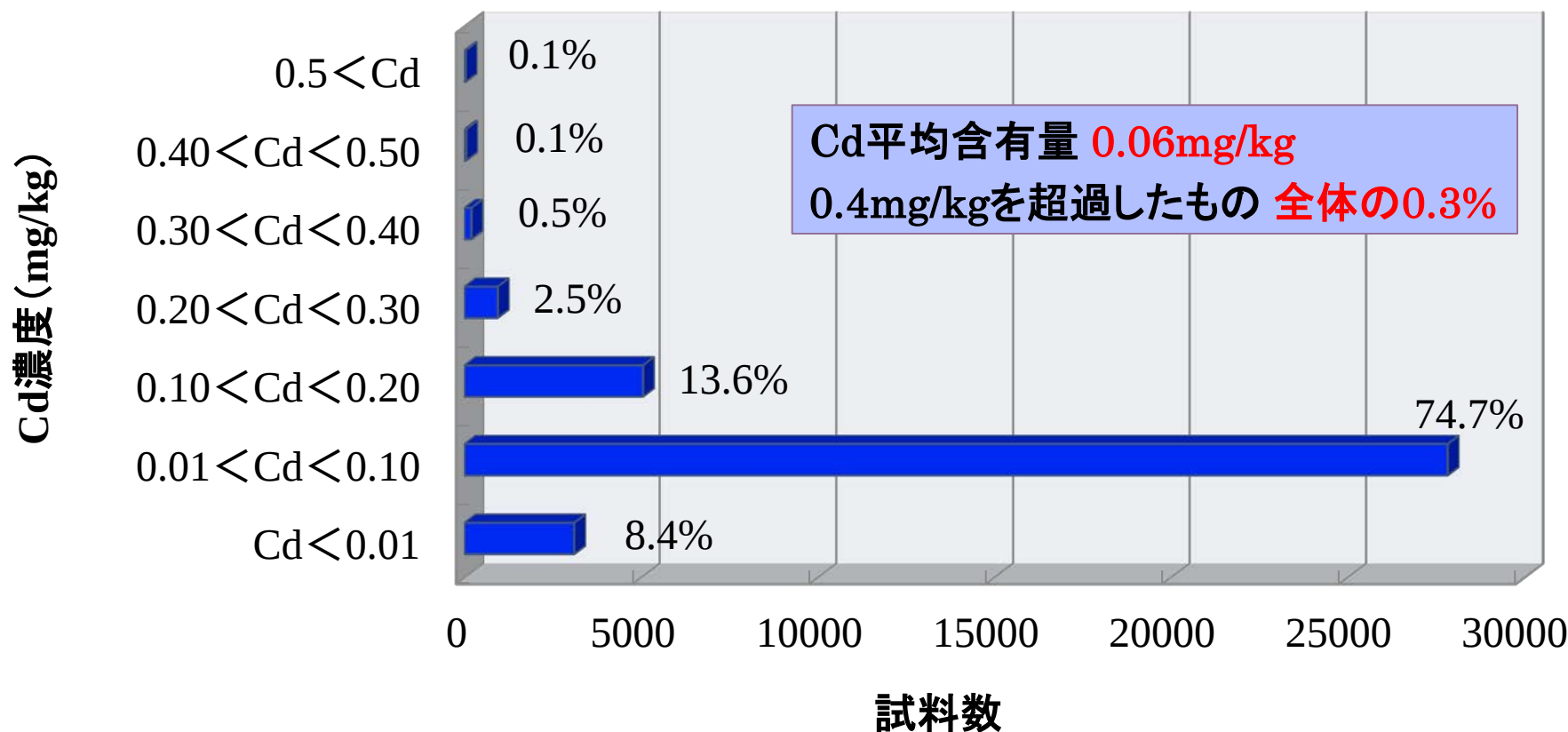
サタケ穀物分析センターにおけるCd分析受託件数の推移



分析ニーズが9月～11月の3短期間に集中

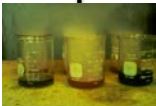
# Cd分析に対する要望

1997～1998年にわたって行われた全国一斉調査



**基準を超える可能性がある検体は極微量**

# サタケのXRF利用方法紹介

| 分析方法 | 原子吸光分析装置                                                                                                       |     | 蛍光X線分析装置                                                                                              |                                                                                                 |
|------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
|      | 定量検査                                                                                                           |     | 定量検査                                                                                                  | スクリーニング検査                                                                                       |
| 前処理  | 粉碎<br>量り取り(2分)<br>            | 4時間 | 粉碎<br>量り取り(2分)<br> | 量り取り(1分)<br> |
|      | 湿式分解<br>(180分)<br>            |     |                                                                                                       |                                                                                                 |
|      | 定容(5分)<br>                    |     |                                                                                                       |                                                                                                 |
|      | 検量線溶液<br>作製<br>(20分)<br>      |     |                                                                                                       |                                                                                                 |
| 測定   | 検量線作成<br>(30分)<br>測定(5分)<br> |     | 測定(10分)<br>        | 測定(5分)<br>  |

分析作業や費用の負担が極力少ないものが望まれている

# 目次

1. 会社概要
2. サタケの米の安全安心に対する取組の紹介
3. Cd測定に対する要望
4. サタケのXRF利用方法紹介
5. XRFによるISO17025試験所認定の検討

# サタケのXRF利用方法紹介

## 蛍光X線分析装置(XRF)

### 測定装置

(株)日立ハイテクサイエンス製

EA1300VX



## 測定方法

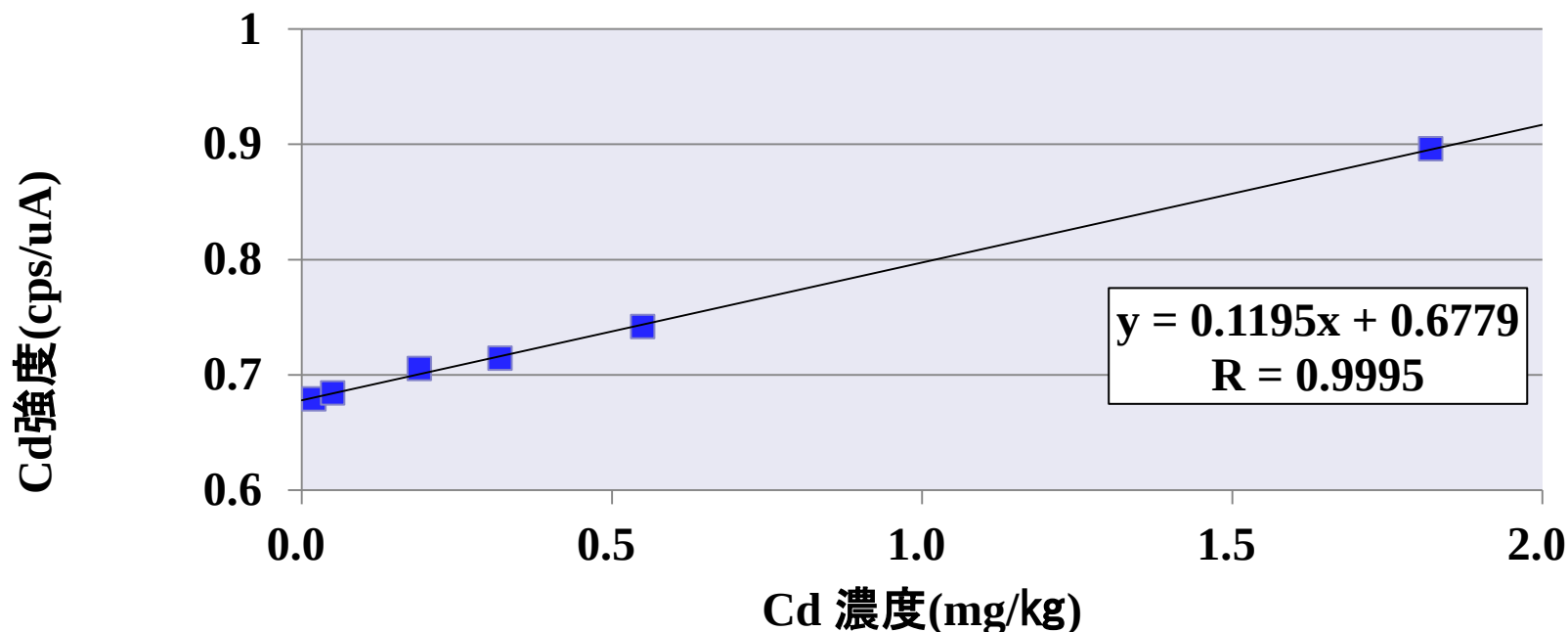
- ①粉砕米による定量検査
- ②未粉砕米によるスクリーニング検査



# サタケのXRF利用方法紹介

## 検量線

| No. | 認証標準物質名 | 頒布機関                | 形状   | Cd認証値<br>(mg/kg) |
|-----|---------|---------------------|------|------------------|
| 1   | No.10-a | 独立行政法人<br>国立環境研究所   | 玄米粉末 | 0.023            |
| 2   | No.10-b |                     |      | 0.32             |
| 3   | No.10-c |                     |      | 1.82             |
| 4   | 7501-a  | 独立行政法人<br>産業技術総合研究所 | 白米粉末 | 0.0517           |
| 5   | 7502-a  |                     |      | 0.548            |
| 6   | 7503-a  |                     |      | 0.194            |



# サタケのXRF利用方法紹介

## 粉碎米による定量検査

| CRM認証値 (mg/kg) |             | 0.023 | 0.0517 | 0.194 | 0.32  | 0.517 | 1.82  |
|----------------|-------------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|
| 300s           | 平均値 (mg/kg) | 0.034 | 0.062  | 0.209 | 0.331 | 0.545 | 1.848 |
|                | 真度          | 148%  | 120%   | 108%  | 103%  | 99%   | 102%  |
|                | SD          | 0.035 | 0.058  | 0.029 | 0.043 | 0.064 | 0.038 |
|                | RSD         | 104%  | 93%    | 14%   | 13%   | 12%   | 2%    |
| 600s           | 平均値 (mg/kg) | 0.024 | 0.082  | 0.185 | 0.344 | 0.547 | 1.872 |
|                | 真度          | 104%  | 159%   | 95%   | 108%  | 100%  | 103%  |
|                | SD          | 0.020 | 0.032  | 0.037 | 0.018 | 0.028 | 0.039 |
|                | RSD         | 81%   | 39%    | 17%   | 5%    | 5%    | 2%    |
| 900s           | 平均値 (mg/kg) | 0.039 | 0.067  | 0.176 | 0.34  | 0.554 | 1.837 |
|                | 真度          | 170%  | 130%   | 91%   | 106%  | 101%  | 101%  |
|                | SD          | 0.020 | 0.018  | 0.031 | 0.027 | 0.039 | 0.028 |
|                | RSD         | 50%   | 26%    | 17%   | 8%    | 7%    | 2%    |

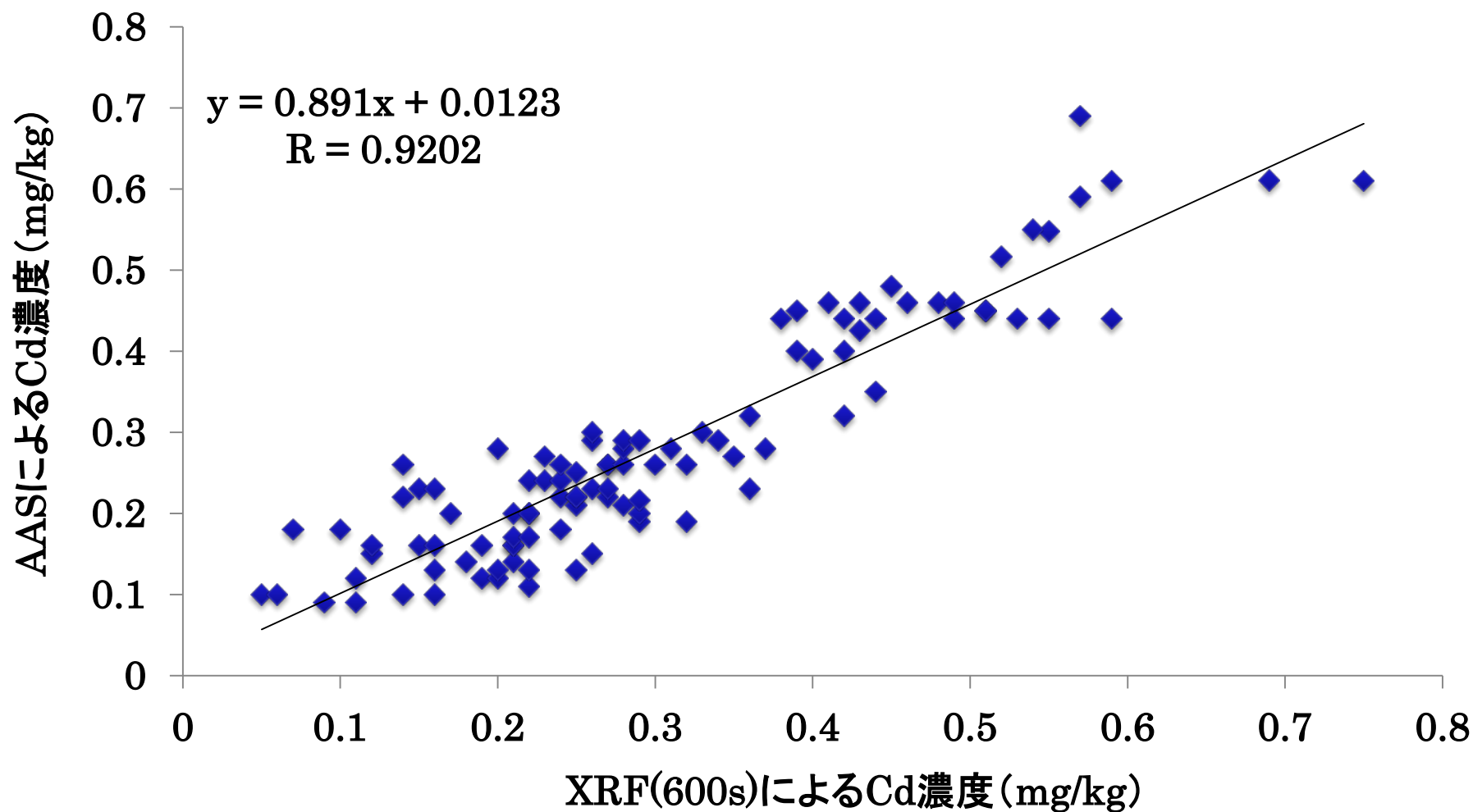
# サタケのXRF利用方法紹介

## 粉碎米による定量検査

| CRM付与値 (mg/kg) |             | 0.023 | 0.0517 | 0.194 | 0.32  | 0.517 | 1.82  |
|----------------|-------------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|
| 300s           | 平均値 (mg/kg) | 0.034 | 0.062  | 0.209 | 0.331 | 0.545 | 1.848 |
|                | 真度          | 148%  | 120%   | 108%  | 103%  | 99%   | 102%  |
|                | SD          | 0.035 | 0.058  | 0.029 | 0.043 | 0.064 | 0.038 |
|                | RSD         | 104%  | 93%    | 14%   | 13%   | 12%   | 2%    |
| 600s           | 平均値 (mg/kg) | 0.024 | 0.082  | 0.185 | 0.344 | 0.547 | 1.872 |
|                | 真度          | 104%  | 159%   | 95%   | 108%  | 100%  | 103%  |
|                | SD          | 0.020 | 0.032  | 0.037 | 0.018 | 0.028 | 0.039 |
|                | RSD         | 81%   | 39%    | 17%   | 5%    | 5%    | 2%    |
| 900s           | 平均値 (mg/kg) | 0.039 | 0.067  | 0.176 | 0.34  | 0.554 | 1.837 |
|                | 真度          | 170%  | 130%   | 91%   | 106%  | 101%  | 101%  |
|                | SD          | 0.020 | 0.018  | 0.031 | 0.027 | 0.039 | 0.028 |
|                | RSD         | 50%   | 26%    | 17%   | 8%    | 7%    | 2%    |

# サタケのXRF利用方法紹介

## 粉碎米によるAASとXRFの相関(n=104)



# サタケのXRF利用方法紹介

## 米粒(未粉碎米)によるスクリーニング精度確認試験

- ◆ 測定時間 : 300秒(リアルタイム)
- ◆ 分析試料 : 米粉
  - ・NMIJ 白米粉末3点
  - ・NIES 玄米粉末2点米粒
  - ・Cd-WG共同試験サンプル
  - 白米4点
- ◆ 分析回数 : n=10
- ◆ サンプル量 : 3.5g
- ◆ サンプリング方法 : 同一母集団から毎回採取し直して測定

# サタケのXRF利用方法紹介

## 粉碎米と米粒(未粉碎米)の精度比較

| サンプル名       | 形状     | 認証値または<br>ICP-MS測定値<br>(mg/kg) | XRF平均値<br>(mg/kg) | 標準偏差  | RSD(%) |
|-------------|--------|--------------------------------|-------------------|-------|--------|
| NMIJ 7501-a | 米粉(白米) | 0.0517                         | 0.04              | 0.024 | 62.8%  |
| NMIJ 7503-a | 米粉(白米) | 0.194                          | 0.18              | 0.036 | 20.0%  |
| NIES-10b    | 米粉(玄米) | 0.32                           | 0.31              | 0.036 | 11.7%  |
| NMIJ 7502-a | 米粉(白米) | 0.548                          | 0.56              | 0.052 | 9.3%   |
| NIES-10c    | 米粉(玄米) | 1.82                           | 1.74              | 0.087 | 4.9%   |
| サンプル B・E    | 米粒(白米) | 0.05                           | 0.09              | 0.034 | 38.4%  |
| サンプル D・G    | 米粒(白米) | 0.25                           | 0.27              | 0.043 | 16.0%  |
| サンプル A・F    | 米粒(白米) | 0.27                           | 0.33              | 0.052 | 15.9%  |
| サンプル C・H    | 米粒(白米) | 0.33                           | 0.40              | 0.055 | 13.8%  |

n=10

米粒の**RSD(%)**の方がやや高い傾向があるものの差は小さい

# 目次

1. 会社概要
2. サタケの米の安全安心に対する取組の紹介
3. Cd測定に対する要望
4. サタケのXRF利用方法紹介
5. XRFによるISO17025試験所認定の検討

# ISO17025取得への取り組み

## 技能試験の受験

主催 : 分析技能向上支援プログラム

『バリデーションと不確かさ評価のための技能試験』

測定時間 : 600秒(リアルタイム)

| No. | 実施年度  | 付与値<br>(mg/kg) | XRF測定値<br>(mg/kg) | Z    | En   |
|-----|-------|----------------|-------------------|------|------|
| 1   | 2012年 | 0.400          | 0.400             | 0.15 | 0.01 |
| 2   | 2013年 | 0.246          | 0.277             | 0.7  | 2.3  |

## 妥当性の確認

評価方法 : 食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン

分析回数 : 併行試験4回×3日 合計n=12

現在実施中

# ご清聴ありがとうございました！

株式会社サタケ  
技術本部 穀物研究グループ 食味研究室  
前原 峰雄

[g-syokumi@satake-japan.co.jp](mailto:g-syokumi@satake-japan.co.jp)