

検査機関の信頼性確保に関する研究

分担研究報告書

加工食品中の残留農薬分析及び放射線照射検知の精度管理体制の構築に関する研究

主任研究者	小島幸一	一般財団法人食品薬品安全センター 秦野研究所 所長
分担研究者	尾花裕孝	大阪府立公衆衛生研究所
協力研究者	菅原隆志	岩手県環境保健研究センター
	上野英二	愛知県衛生研究所
	山下浩一	奈良県保健研究センター
	神藤正則	堺市衛生研究所
	久野恵子	和歌山県環境衛生研究センター
	佐々木珠生	広島市衛生研究所
	宅間範雄	高知県衛生研究所
	古田雅一	大阪府立大学
	起橋雅浩	大阪府立公衆衛生研究所
	高取 聡	大阪府立公衆衛生研究所
	北川陽子	大阪府立公衆衛生研究所
	福井直樹	大阪府立公衆衛生研究所
	吉光真人	大阪府立公衆衛生研究所
	山口聡子	大阪府立公衆衛生研究所

研究要旨

【背景・目的】冷凍ギョーザ中毒事例以降、加工食品中の安全性についての社会的な関心が高い。アジアを含む諸外国では食品の殺菌等を目的に、国内で禁止されている食品の放射線照射が実施されている。香辛料等農産物については検疫所で検査されているが、その加工食品については対象とされていない。本研究は、加工食品の原材料照射の検知において、2-アルキルシクロブタノン類を検知指標として選び、照射の有無を確実に区別できる精度管理体制の構築を目的とする。昨年開発した簡便かつ精度が高い分析法を用い、地方衛生研究所の協力を得て幅広い加工食品を用いた外部精度管理試験を実施する。

【常温長期保存試験】2-アルキルシクロブタノンは、脂肪成分に放射線を照射した時に特異的に生成する物質である。2-アルキルシクロブタノンはラジカル反応を介して生成するため、照射時の温度条件によって生成量が異なる。昨年は、冷凍保存を前提とした食品を対象に試験を行ってきたが、今年は常温保存を前提としたレトルト食品も対象とし、さら

に長期保存した場合の2-アルキルシクロブタノン量の推移を調査した。レトルト食品は大阪府立大学の放射線照射施設で常温でガンマ線照射を行った。その結果、線量依存的に2-アルキルシクロブタノンの生成を確認し、冷凍で照射した牛肉より生成量は多かった。また、照射より約10ヶ月経過した後、8機関で照射および非照射のレトルト食品を測定した結果、全機関で照射試料のみを陽性と判定した。このことより常温での長期保存においても2-アルキルシクロブタノンが安定であることが判明した。

【外部精度管理試験】8機関の地方衛生研究所の協力を得て、外部精度管理試験を実施した。対象食品はチーズ、ピーナッツバター、スモークサーモンを使用し、このうちチーズとピーナッツバターは大阪府立大学の放射線照射施設でガンマ線照射を行った。これらの照射履歴を非公開のまま参加機関に送付した。参加機関は3種の試料を提示した分析法を用いて試験し、2-ドデシルシクロブタノン(2-DCB)及び2-テトラデシルシクロブタノン(2-TCB)の脂肪当たり濃度と、照射履歴の陽性または陰性の判定を行った。各機関より報告された2-アルキルシクロブタノン類の測定値については、Xbar-R管理図により平均値と範囲を評価した。Xbar管理図では中央値を目標値としたが、8機関の平均値はその97~115%の範囲内であった。8機関中5機関が1項目以上で管理限界を超えた。内訳は4機関が平均値で1~4項目、1機関は平均値で2項目と範囲で2項目であった。しかし、照射履歴の判定に関しては、全ての機関で適正な回答を得た。

【結論】食品照射検知を全く経験したことがない各機関が実施した外部評価精度管理試験においても、誤検知などが全く無い結果を得ることができたことから、開発した照射検知法は高精度であるだけでなく、実用性も極めて高いと判断できる。安定性に問題が少ない化学物質を検知指標としたことにより、畜肉、魚、植物由来を原材料とする加工食品においても、放射線照射検知の精度管理体制の基礎を構築できた。

#### A. 研究目的

食の安全確保において重要課題である食中毒の多くは、微生物に汚染された食品を摂食することに由来する。食品の生産・流通における微生物管理手法として食品照射が優れた手段であることは、食品照射を実施している諸外国で実証されている。日本ではジャガイモの発芽抑制以外には食品照射は認められておらず、諸外国で照射された食品については輸入することができない。その検証のために、国は照射食品の検知法を通知し、検疫所などでは通知法を用いて監視しているが、加熱調理や混合していない単品の農畜水産物を念頭にした検査法で

あるために、多種類の食品が混在し、複雑な調理過程を経た加工食品に関しては検査態勢の有効性や頑健性が検証されていない。諸外国で照射実績が最も多いのは香辛料であり、その公定分析法として熱ルミネセンス法(TL法)が定められている。この方法は、食品に付着する鉱物質に残る照射エネルギーを、鉱物質の加熱により発光現象として検出する方法である。TL法は非加熱の単一食品には適用できる手法であるが、多くの加工食品のように、製造工程で加熱調理を含み、複合原材料が混在する場合には適用しにくい検査法である。他に照射によって食品中に生じるラジカルを検出する

核磁気共鳴法（ESR 法）もあるが、この方法も加熱によりラジカルが分解消滅する可能性が高い。一方、放射線照射特異的に生成する化学物質を検知指標にする 2-アルキルシクロブタノン法は、一般的な加熱調理の温度では 2-アルキルシクロブタノン類が分解しないことが確認されており、加工食品を対象とした食品照射検知の指標としては優れている。そこで本研究では、2 種類の 2-アルキルシクロブタノン類を照射検知の指標として選び、加工食品を対象とした照射検知の精度管理体制の構築を目的に研究を実施する。

2-アルキルシクロブタノンは放射線照射によって生じるラジカル反応を経て、脂肪成分から照射特異的に生じ、前駆脂肪酸の側鎖に応じた構造を示す（図 1）。2-アルキルシクロブタノンは脂肪を起源とするために、多くの動物性食品の照射検知に向いている。農産物でも比較的脂肪の多いナッツなど種実類、玄米、豆類などでの分析例がある。2-アルキルシクロブタノンが食品照射の検知指標として優れているのは、日常環境中には存在しない物質であるため、試料ブランク値を考える必要が無く、分析学的に 2-アルキルシクロブタノンを検出したと判断できれば、その試料は放射線照射を受けたと判断できることである。TL 法や ESR 法では非照射食品においてもブランク値が検出されるために、照射検知の判断にはカットオフ値の設定が必要である。2-アルキルシクロブタノンは他の照射検知指標に比べ、行政処分などが必要な場合の科学的根拠としての優位性が高い。食品中の 2-アルキルシクロブタノン分析の基本的な操作は、脂肪抽出、脂質成分を除く精製、GC-MS

測定の 3 工程に大別される。これらの工程は動物性食品中の農薬や汚染物の分析法と基本的に同じ手順であり、これらを日常的に行っている衛生研究所など食品の衛生検査機関には、照射検知の経験が無くてもなじみがあり、取り組みやすい分析法である。本研究では 8 カ所の衛生研究所の参加を得て、外部精度管理試験を実施するが、日常業務で蓄えた知識や技術を応用的に検証するには、非常に適した事例であると考えられる。

2-アルキルシクロブタノン分析の精度管理については、欧州の公定法である EN1785 の妥当性評価の一環として、鶏肉、豚肉、鮭、チーズに照射して外部精度管理試験が実施されている。厚生労働省も EN1785 に準じた方法を 2-アルキルシクロブタノンの通知試験法として採用している。しかし、複数の食品が混在する、或いは、加熱調理された加工食品を用いた外部精度管理試験は実施された例がない。

本研究では、昨年開発した検査精度、簡便性、及び頑健性が優れた独自の 2-アルキルシクロブタノン分析法を用い、室内試験による妥当性評価を実施する。さらに外部精度管理試験を実施することにより、加工食品の放射線照射検知の精度に影響する因子を探索し、加工食品中を対象に放射線照射検知の精度管理体制を構築する。本年度は以下の研究課題を検討した。

1. 常温保存を前提としたレトルト食品を用い、長期保存した場合の 2-アルキルシクロブタノン濃度を調査する。
2. 照射食品を用いた外部精度管理試験を行い、照射検知の精度管理体制を構築する。

3. 照射履歴の未知試料を分析した結果に、通知試験法の検知判断を適用して、照射検知の有効性を評価する。

## B. 研究方法

### 1. 実施機関

大阪府立公衆衛生研究所は、精度管理試料の調製並びに送付、精度管理試料の均一性と安定性の確認、分析結果の解析、協力機関との連絡調整、報告書の作成及びその他研究遂行に係る事務を行った。また、精度管理試験にも参加したが、この分析担当者は上記検知法開発及び精度管理試料の調製に関与せず、協力機関とほぼ同条件で試験を実施した。

### 2. 協力機関

岩手県環境保健研究センター、愛知県衛生研究所、奈良県保健研究センター、堺市衛生研究所、和歌山県環境衛生研究センター、広島市衛生研究所及び高知県衛生研究所は、研究協力機関として精度管理試験に参画した。

大阪府立大学は放射線照射施設の提供機関として参画した。

### 3. 実施概要及び日程

加工食品の放射線照射検知の精度に影響する因子を探索し、加工食品中を対象に放射線照射検知の精度管理体制を構築するため、開発した2-アルキルシクロブタノン分析法を用いた外部精度管理試験及び照射判定試験を実施した。測定機器は、質量分析器付きガスクロマトグラフ(GC-MS)とした。常温長期保存試験は外部精度管理試験で得た測定値を基に、通知試験法の判定基準に

準じた項目に基づき照射履歴を判定し、照射検知の有効性を評価した。外部精度管理試験は、参加機関の分析精度を調査し、常温長期保存試料と同様に照射履歴を判定し、照射検知の有効性を評価した。

協力機関に今年度の試験内容、日程等を説明するため、7月17日に班会議を開催し、試験の実施手順を定めた実施要領を配布した。標準品、長期保存試料2種類(レトルト牛井;非照射および2.7 kGy照射)および精度管理試料3種類(スモークサーモン;非照射、チーズ;1.6 kGy照射、ピーナツバター;1.2 kGy照射)を8月19日に協力機関に送付した。分析結果等の提出期限は10月31日とした。

### 4. 標準品および器具

#### 4-1. 標準品

2-アルキルシクロブタノン類として、2-ドデシルシクロブタノン(2-DCB)及び2-テトラデシルシクロブタノン(2-TCB)を選択した。また、内部標準として2-シクロヘキシルシクロヘキサノンを選択した(図1)。標準溶液は、林純薬工業に調製を委託し、2-アルキルシクロブタノン混合標準溶液(各10 ppm、アセトン溶液)及び内部標準溶液(100 ppm、アセトン溶液)のサンプル(1.2 mL 各2本)を協力機関に配布した。

#### 4-2. シリカゲルカラム

シリカゲルは、MERCK社製のシリカゲル60(0.063-0.200 mm)カラムクロマトグラフィ用を用いた。先端に石英ウールを適量詰めたパスツールピペットにシリカゲルを1g乾式充填し、一方をテーパ状にした柔軟フッ素チューブでガラス製ルーア先

注射筒と接続した。(図 2)。作成したシリカゲルカラムは使用までデシケーター内で保存した。なお、コンディショニング、洗浄、溶出は自然落下で行った。なお、チーズ等で脱脂操作後の重量が多い場合、2本のシリカゲルカラムに分けて精製を行い、溶出液を合わせて GC-MS 測定試験液とした。

## 5. 2-アルキルシクロブタノン分析法

協力機関に提示した 2-アルキルシクロブタノンの分析方法を図 3 に示す。

### 5-1. 脂肪抽出方法

フードプロセッサー等で均一化した試料 5 g を乳鉢に採取し、同量のケイソウ土を加えた後、乳棒を用いて試料の水分が十分ケイソウ土に吸収されるまで混和する。これをポリプロピレン製 (PP 製) 50 mL の遠心管にうつす。*n*-ヘキサン 30 mL を添加し、手振りで 1 分間振とう抽出を行う。遠心 (3000 rpm, 5 分間) 後、ヘキサン層をあらかじめ重量を測定した 100 mL ナスフラスコにろ紙を用いてろ過する。残さに *n*-ヘキサン 20 mL を添加し、同様に手振りで振とう抽出、遠心を行う。ヘキサン層を合わせ、エバポレーターを用いて濃縮する。濃縮後、ナスフラスコを 70°C の恒温槽内で 30 分間加温し、抽出脂肪中の *n*-ヘキサンを完全に除去させる。ナスフラスコの重量を測定し、脂肪抽出量を算出する。なお、スモークサーモンは脂肪含量が少ないので、濃縮後に少量の *n*-ヘキサンでガラス製スクリー管へ移し、窒素気流下で再度濃縮してから 70°C の恒温槽内で 30 分間加温し、抽出脂肪中の *n*-ヘキサンを完全に除去した。

### 5-2. 精製方法

ガラス製スクリー管に抽出脂肪 0.2 g を採取する。これにアセトン 2 mL を加えてボルテックスミキサーで混合し脂肪を溶解させる。そこへアセトニトリル 1 mL を添加し、再度ボルテックスミキサーで混合する。これを -20°C の冷凍庫で 30 分間冷却後、遠心 (2000 rpm, 5 分間, 0°C) し、上澄液を重量既知のガラス製試験管に採取し、ブロックヒーター等で 40°C に加温して窒素気流下にて緩やかに濃縮する。試験管重量の差から抽出物の脱脂後重量を算出した後、残さを *n*-ヘキサン 2 mL に溶解する。これを *n*-ヘキサン 10 mL でコンディショニングをした手製シリカゲルカラムに負荷し、*n*-ヘキサン 10 mL、2% ジエチルエーテル/*n*-ヘキサン溶液 5 mL で洗浄後、2% ジエチルエーテル/*n*-ヘキサン溶液 10 mL で溶出する。溶出液をブロックヒーター等で 40°C に加温して窒素気流下で緩やかに濃縮する。濃縮液を少量の *n*-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、100 ng/mL 内部標準溶液 0.2 mL に溶解したものを試験溶液とする。

### 5-3. GC-MS 分析条件例

使用機器: (株) 島津製作所 GCMS-QP2010 ultra

(GC 条件)

使用カラム: Agilent 社製 VF-5MS (カラム長 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 mm)  
カラム昇温条件: 60°C (1 min) → 20°C/min → 160°C (0 min) → 8°C/min → 250°C → 25°C/min → 300°C (5 min)

注入口温度及びトランスファーライン温

度：250°C

注入方式：パルスドスプリットレス

注入量：1  $\mu\text{L}$

(MS 条件)

イオン化方式：電子イオン化法(EI)

Scan 条件： $m/z$  95~115

SIM 条件： $m/z$  98(定量)， $m/z$  112(確認)

## 6. 試料の調製

### 6-1. ガンマ線照射方法

照射は大阪府立大学にて行った。照射施設には照射プールの底に線源を収納した容器があり、水面上より鎖で吊して照射する試料を入れた容器を沈め、一定時間線源容器内で放置することで照射を行った。線源容器は中央に試料容器を入れる空洞があり、周囲に棒状コバルト 60 線源を格納した。コバルト線源は照射線量率 (kGy/時間) が算出されているが、検証のために試料に照射された放射線の線量は、ラジオクロミックフィルム (FWT 社製、FWT-60-1P) を用いて算出した。ラジオクロミックフィルムはナイロンフィルムに放射線照射により青く変色する色素 (hydroxyethyl pararosaniline-CN) を混入したもので、照射後のフィルムの着色度を分光光度計で評価するものである。試料に照射を行う際に、複数枚のラジオクロミックフィルムを容器に混在させ、試料と同じ条件で放射線を照射した。照射後にラジオクロミックフィルムの吸光度を測定し、あらかじめ既知の線量で照射したフィルムから作成した検量線を用い照射線量を算出し、その平均値を実際の照射線量とした。

### 6-2. 常温長期保存試料の作成

平成 24 年 12 月 14 日、レトルト牛丼 (約 180 g/個) を常温条件下でガンマ線照射を行った。当初予定していた照射線量は、1 kGy、2 kGy、3 kGy および 5 kGy の 4 線量であった。3 kGy を除く 3 線量については、各線量につき 8 個を 1 回で照射を行い、3 kGy については、40 個を 2 回に分けて照射した。ラジオクロミックフィルムの吸光度より算出された平均照射線量は、0.6 kGy、1.9 kGy、2.7 kGy、4.5 kGy であった。

照射の判別のため、照射レトルト牛丼 (2.7 kGy) には青シール、非照射レトルト牛丼には赤シールをそれぞれ貼付し、分析に使用するまで室温で保管した。

米国などで牛肉の殺菌目的で使用される線量は 1~2kGy であり、それに比べると高い線量であるが、保存中に 2-アルキルシクロブタノンの分解があった場合、その過程を検証しやすくするために、実用線量よりはやや高めの値を選定した。

### 6-3. 精度管理試料の作成

#### 6-3-1. 予備試験用試料の作成

平成 25 年 6 月 4~5 日、パルメザンチーズ、ピーナッツバター、生ハム、サラミ、スモークサーモン (各約 1 kg) を冷蔵条件下でガンマ線照射を行った。ラジオクロミックフィルムの吸光度より算出された照射線量は、0.7~0.9 kGy であった。試料は均一化後、冷凍条件 (-20°C) で保管した。

#### 6-3-2. チーズ試料の作成

平成 25 年 7 月 5 日、冷蔵保存 (4°C) していたパルメザンチーズ (約 80 g/個) 20 個を冷蔵条件下でガンマ線照射を行った。ラジオクロミックフィルムの吸光度より算

出された照射線量は、1.6 kGyであった。

同年7月18日、冷蔵保存していたチーズを攪拌機で均一化した。これを約80～90 gに小分けし、精度管理用のチーズ試料とした。試料は均一化後、冷凍条件（-20℃）で保管した。

#### 6-3-3. ピーナッツバター試料の作成

平成25年7月5日、冷蔵保存（4℃）していたピーナッツバター（約340 g/個）5個を冷蔵条件下でガンマ線照射を行った。ラジオクロミックフィルムの吸光度より算出された照射線量は、1.2 kGyであった。

同年7月18日、冷蔵保存していたピーナッツバターをフードプロセッサーで均一化した。これを約80～90 gに小分けし、精度管理用のピーナッツバター試料とした。試料は均一化後、冷凍条件（-20℃）で保管した。

#### 6-3-4. スモークサーモン試料の作成

平成25年7月18日、市販のスモークサーモン（約900 g）をフードプロセッサーで細切均一化した。これを約80 gずつ小分けし、精度管理用のスモークサーモン試料とした。

### 7. 試料の保管及び発送

精度管理試料は調製した後、協力機関へ発送するまで-20℃で保管した。なお、試料発送前と試験期間終了時に2-DCB及び2-TCB濃度を測定した。常温長期保存試料はレトルト商品であったため、発送するまで25℃で保管した。精度管理試料、常温長期保存試料及び標準品は8月19日に協力機関に冷凍宅配便にて送付した。協力機関は、

試験を実施するまで冷凍庫で保管したが、常温長期保存試料については到着後に常温保存とした。

### 8. 試験方法

#### 8-1. 常温長期保存試験

##### 8-1-1. 2-アルキルシクロブタノン濃度の線量依存性（0および6ヶ月時）

2012年12月（0ヶ月時）および2013年6月（6ヶ月時）の常温長期保存試料（レトルト牛丼）中の2-アルキルシクロブタノンの濃度を測定し、照射線量との関連性を評価した。

分析には4種の線量（0.6、1.9、2.7、4.5 kGy）を照射したレトルト牛丼を各線量2袋ずつ使用した。1袋につき併行数3で測定を行い、2袋の平均値を0ヶ月時の2-DCBおよび2-TCBの濃度とした。

##### 8-1-2. 常温条件下長期保存での安定性

照射レトルト牛丼（照射線量2.7 kGy）を試料として照射後（0、1、2、3、4、6、8および10ヶ月）の2-DCBおよび2-TCBの濃度を追跡し、長期保存における安定性について評価した。

測定方法は、8-1-1と同じく2袋を用い、1袋から併行数3で分析を行った。2袋の平均値を常温長期安定性試験結果のデータとして用いた。

#### 8-2. 外部精度管理試験

配布した外部精度管理試料3種（スモークサーモン；非照射、チーズ；1.6 kGy照射、ピーナッツバター；1.2 kGy照射）のうち、照射履歴が検出できたものについては、それぞれ併行数5で測定し、脂肪当た

り濃度、標準偏差、変動係数、範囲を求めた。各機関へは照射履歴、照射線量、2-アルキルシクロブタノン濃度等は示さず、ブラインド試験とした。分析法は提示法とし、測定機器の条件は各機関が用いるものとした。

### 8-3. 照射履歴の判定

照射履歴の判定は厚生労働省通知試験法に準じて以下の判定項目を設定し、全てを満たす場合に陽性と判定した。

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。

$m/z$  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。

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。

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。

### 8-4. 評価方法

各機関から報告された値について、基本統計量の算出を行い、外部精度管理試験においては度数分布表と Xbar-R 管理図の作成を行った。外部精度管理試験の目標値は中央値とし、報告値を昇順にした際の 4 番目、5 番目の平均値を使用した。Xbar 管理図において真度の適正域は、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」（平成 22 年 12 月 24 日付け食安発 1224 第 1 号）で、添加濃度に対する目

標値とされる 70~120%を準用し、下部管理限界（LCL）は 70%、上部管理限界（UCL）は 120%として、この区域内を良好と判定した。R 管理図では管理限界の為の係数を  $n=5$  の 2.114 とし、上部管理限界（UCL）を設定した。なお、これらの数値の計算には Microsoft Excel を使用した。

## C. 研究結果および考察

### 1. 常温長期保存試料

#### 1-1. 試料の検討

昨年度の研究および他の研究機関から、2-アルキルシクロブタノンは冷凍条件下で安定であることが報告されているが、常温条件下での安定性については報告例が少ない。そこで常温長期保存試験を実施し、2-アルキルシクロブタノンの長期安定性について調査した。レトルト食品は、構造上細菌の混入が起こりにくい包装形態で、殺菌を目的とした食品照射の運用上実用性が高い包装形態であったこと、賞味期限の長い常温保存食であることから、本試験の対象試料とした。レトルト食品のうち、牛丼は脂肪を含み、照射後 2-アルキルシクロブタノンの長期追跡が可能であると予想されたため、レトルト牛丼を試料として予備検討を行った。

試料を湯浴で加温した後、フードプロセッサーを用いて均一化した。試料 6 袋を用いて脂肪抽出量を比較した。試料採取量 5 g あたり脂肪抽出量は 0.17~0.35g であったことから、採取量を 5 g から 6.5 g に増加させ、必要な脂肪量を確保することとした。レトルト牛丼から脂肪を抽出し、添加回収試験を行ったところ、回収率、変動係数も良好であったため、レトルト牛丼は常温長



期保存試験試料として十分使用できると考えられた。

#### 1-2. 2-アルキルシクロブタノン濃度の線量依存性 (0 および 6 ヶ月時)

試料調製直後 (0 ヶ月時) のマスキロマトグラムを図 4 に、また試料調製直後および 6 ヶ月後の 2-アルキルシクロブタノンの濃度を表 1 に示した。この値を用いて、照射線量とレトルト牛井中 2-アルキルシクロブタノン濃度の相関図を図 5 に示した。照射線量と 2-アルキルシクロブタノン濃度には相関性が認められ、試料調製直後と 6 ヶ月後の回帰直線の傾きと y 切片を算出したところ、調製直後は 2-DCB で傾き 194、y 切片-17、2-TCB で傾き 208、y 切片-1 であり、照射 6 ヶ月後においては 2-DCB で傾き 208、y 切片-14、2-TCB で傾き 130、y 切片-8 であった。t 検定したところ、これらの回帰直線は照射時と 6 ヶ月時に差がないと判明した。

以上のことから、照射レトルト牛井中の 2-アルキルシクロブタノンは、照射線量依存的に増加する傾向が認められ、照射後 6 ヶ月後においてもその相関性に変化は認められなかった。照射 6 ヶ月後でも 2-DCB および 2-TCB の回帰直線に変化が認められなかったことから、2-アルキルシクロブタノンが試料中濃度の大小に関係なく安定であることが示唆された。また、これらの 2-アルキルシクロブタノン濃度は、冷凍状態で照射された試料と比較して高く、2-アルキルシクロブタノンの生成が温度にも依存することが示された。

#### 1-3. 常温条件下長期保存での安定性

照射レトルト牛井 (2.7 kGy) 中の 2-アルキルシクロブタノン濃度の経時変化を照射直後から 10 ヶ月間追跡した。結果を表 2 及び図 6 に示す。照射レトルト牛井中の 2-アルキルシクロブタノン濃度と照射後経過期間の相関性は、回帰直線の傾きが 2-DCB ; -3、2-TCB ; -1 であった。この回帰直線の y 切片は、保存期間中の平均値 2-DCB (593 ng/g)、2-TCB (357 ng/g) と近似していた。また、2-DCB および 2-TCB 共に袋内では測定値のばらつきが小さいものの、袋間では大きな差が認められ (2-DCB ; 最小値 434 ng/g、最大値 760 ng/g、2-TCB ; 最小値 273 ng/g、最大値 445 ng/g : 表 2)、最大値と最小値は 2-DCB で 1.75 倍、2-TCB で 1.63 倍であった。また、照射線量測定に用いたラジオクロミックフィルムの吸光度は、最小値 0.22、最大値 0.38 でありその差は約 1.7 倍であった。これは上記濃度差とほぼ一致し、レトルト牛井の袋間の濃度差が照射線量に由来すると考えられた。また、図 7 に牛井照射時の照射線量算出に用いたラジオクロミックフィルムの吸光度の分布を示し、保存期間中に測定したレトルト牛井 (2.7 kGy 照射) 中の 2-アルキルシクロブタノン濃度の分布を図 8 に示した。この 2 つの分布が類似していることから、袋間での 2-アルキルシクロブタノン濃度のばらつきは、照射線量のばらつきによると考えられた。また、常温保存期間中のレトルト牛井中の 2-アルキルシクロブタノン濃度は、袋間の差はあるものの 10 ヶ月以上の長期にわたって安定であることが示唆された。

### 2. 精度管理試料

#### 2-1. 照射試料の検討

精度管理試料として使用することが適当な食品を選択すべく、油脂を含む加工食品（パルメザンチーズ、ピーナッツバター、生ハム、サラミ、スモークサーモン）を候補として予備検討を行った。

はじめに各試料 5 g より脂肪を抽出し、脱脂操作以降に必要な量が確保できるか確認した。（表 3）スモークサーモンはやや少なめであったが、抽出操作時の試料量を増やすことで十分な量を確保できると考えられた。次にクロマトグラム上で定量の支障となるような妨害成分の有無を確認すべく、精製操作後に 2-アルキルシクロブタノンを添加して測定した。（図 9-1～9-5）その結果、いずれの試料も 2-アルキルシクロブタノンの測定が可能であることが判明した。さらにこれら候補食品へガンマ線の照射を行い、生成した 2-アルキルシクロブタノンの定量を行った。その結果、いずれの候補食品においても約 1 kGy の照射で 2-アルキルシクロブタノンの生成が確認できた。測定対象とした試料では、2-アルキルシクロブタノンの添加回収試験を行った。その結果、いずれの試料においても添加回収率は良好であり、その結果は平均して 80～116% の範囲であった。（表 4）

これら試料のうち、ピーナッツバターは植物、スモークサーモンは魚であり、他の畜産品とは脂肪酸組成が異なり、脱脂操作時に油脂が分離しにくい性質があった。チーズは牛の脂肪由来と思われたが、脱脂操作時やクロマトグラム上では牛肉（ハンバーグ、牛丼）とやや異なるものであった。昨年の研究ではハンバーグパテを対象としており、本年は畜肉と異なる脂肪酸組成での試験とする目的で、チーズ、ピーナツ

バター、スモークサーモンの 3 品目を精度管理試料に選択した。

## 2-2. 均一性評価

照射された精度管理試料は、調製後 2-アルキルシクロブタノンの濃度を測定し、照射試料間の均一性を評価した。小分けされた照射試料（チーズおよびピーナッツバター各 19 個）からそれぞれ無作為に 6 試料を抽出し、1 試料につき 2 併行で測定した。結果は表 5 に示した。一元配置分散分析により、各々の 2-アルキルシクロブタノンの定量値から算出した分散比は F 境界値を下回った。したがって、容器間に濃度の差が認められず、均一性が確認された。このうち、チーズは容器 1、2 内での変動が大きく、全データの範囲は 2-DCB で 57、2-TCB で 20.4 であり、平均値の 25～30% であった。一方でピーナッツバターは容器内、容器間ともに変動は小さく、全データの範囲は 2-DCB で 10.5、2-TCB で 3.3 であり、平均値の 8～12% であった。チーズは粒状であり、照射試料全体を攪拌して均一化を図っても粒子間での混合はできなかった。脂肪抽出時の試料量は 5 g であり、多少の粒子間の濃度差は解消できると考えられたが、ピーナッツバターよりも変動は大きかった。

## 2-3. 安定性評価

照射された精度管理試料は、試験期間終了時に 1 試料を無作為に抽出し、6 併行で測定した。これを均一性評価時の濃度と比較して、試験実施期間における 2-アルキルシクロブタノンの安定性を評価した。結果は表 6 に示した。試料調製時と試験期間終了時（約 2.5 ヶ月後）において測定値に大

きな差は無く、全ての試料で 100~109%の残存率であった。また試験期間終了時でも変動係数は小さく、試料内での均一性が確認された。

### 3. 常温長期保存試験

配布した照射（青）および非照射（赤）のレトルト牛丼を分析した結果、全機関が照射（青）レトルト牛丼のみから 2-アルキルシクロブタノンを検出した。参加機関の測定値を表 7 に示した。各機関の平均値は 2-DCB で 336~759 ng/g、2-TCB で 172~426 ng/g であった。この値と保存中経時変化測定値（表 2）よりそれぞれ度数分布表（図 10）を作成した。この結果、参加機関測定値は経時変化測定値よりもやや低い例があることが判明した。

8 機関が測定した照射レトルト牛丼（青）中の 2-アルキルシクロブタノンの濃度を追跡調査期間（10 ヶ月間）の濃度分布と比較した。その結果、2-DCB および 2-TCB の濃度がともに追跡期間内の分布内であったのが 3 機関、2-DCB および 2-TCB とともに追跡期間内の分布値を下回ったのが 2 機関、2-DCB および 2-TCB いずれかが、追跡期間内の分布値外であったのが 3 機関であった。

市販されている常温での長期保存が可能な食品は、通常は缶詰やレトルト食品のように密封しており、開封後は常温保存できない。今回は、試料調製後に密封する技術が無かったことと、定性分析が主であることから、照射後の均一化操作を行わなかった。そのため、分析値のばらつきは大きいですが、長期保存における 2-アルキルシクロブタノンの安定性が確認でき、また全機関が当該試験において照射試料を正しく判定で

きることが判明した。

### 4. 外部精度管理試験

配布したスモークサーモン、チーズ（照射）、ピーナッツバター（照射）を分析した結果、全機関が照射された試料のみから 2-アルキルシクロブタノンを検出した。参加機関の外部精度管理試験結果（表 8-1~8-3）より度数分布表（図 11）を作成し、また Xbar-R 管理図（図 12、13）を作成した。これを B-8-4. 評価方法の基準で判定した。各試料の評価結果を以下に示す。また、試験結果のまとめを表 9-1、9-2 に示した。

#### 4-1. チーズ（1.6 kGy 照射：図 12）

2-DCB の目標値 172 ng/g に対し、8 機関の平均値は 181 ng/g であった。Xbar 管理図は 4 機関が適正域を外れた。R 管理図は全機関が適正域内であった。2-TCB の目標値 73.6 ng/g に対し、8 機関の平均値は 84.8 ng/g であった。Xbar 管理図は 3 機関が適正域を外れた。R 管理図は全機関が適正域内であった。

#### 4-2. ピーナッツバター（1.2 kGy 照射：図 13）

2-DCB の目標値 89.0 ng/g に対し、8 機関の平均値は 86.3 ng/g であった。Xbar 管理図は 2 機関が適正域を外れた。R 管理図は 1 機関が適正域を外れた。2-TCB の目標値 42.4 ng/g に対し、8 機関の平均値は 42.9 ng/g であった。Xbar 管理図は 2 機関が適正域を外れた。R 管理図は 1 機関が適正域を外れた。

参加機関の GC-MS 測定条件と精製条件を表 10 に示した。各機関は大きな変更をせず

に提示した分析法を使用し、測定条件も入手したシリカゲルの違いや所有する機器の差異にとどまった。

#### 4-3. 外部精度管理試験総括

Xbar 管理図では中央値を目標値としたが、8 機関の平均値はその 101~115%の範囲内であった。8 機関中 5 機関が 1 項目以上で管理限界を超えた。内訳は 4 機関が平均値で 1~4 項目、1 機関は平均値で 2 項目と範囲で 2 項目であった。

魚や植物に含まれる脂肪は、不飽和度が高めであり脱脂操作時に沈殿が生成しにくい性質がある。また、チーズは牛乳脂肪由来ではあるが発酵食品のため、動物性脂肪とやや異なる挙動を見せた。そのため、今回用いた試料の脱脂では、低温での遠心分離でも下層が固化せず、液状のまま二層に分離することがあり、上層の採取時に下層が混ざる可能性が高い。逆にこれを避けようとする上層を取り残す可能性がある。これらが今回の試験での数値のばらつきの要因のひとつとなった可能性がある。H 機関では脱脂時に下層の混入を極力避けたため、分析値が低くなった可能性が挙げられた。そこで、残った試料を用いて再度試験を実施し、脱脂時に上層を十分に採取した結果、チーズで 2-DCB が 191 ng/g、2-TCB が 100 ng/g、ピーナッツバターで 2-DCB が 101 ng/g、2-TCB が 49 ng/g となり、表 5 の均一性確認時に近い値が得られた。

F 機関では、全ての定量値が過大となり、チーズとピーナッツバターの両方で X-bar 管理図の上部限界を超え、レトルト牛丼の報告値も最大であった。検量線作成時に問題があったと考え、聞き取り調査をした結果、

検量線作成時に標準溶液を窒素吹き付けで乾固し、試料と同様に内部標準液で溶解する操作を行ったことが判明した。この際に 2-アルキルシクロブタノンの損失があったことが考えられたが、実験的に再現することができず、原因究明はできなかった。

照射履歴の判定については、全機関が誤回答なく照射された試料を陽性、非照射の試料を陰性と判定した。判定項目の主要イオン比については「50%を目安とする」となっており、機械的に 50%で判定せず、50%に近い値をもって陽性と判定された。脱脂操作の容易でない試料でも 2-アルキルシクロブタノンの測定と照射履歴の判定が可能であったことから、当該分析法は汎用性が高いことが示唆された。

本研究の精度管理試験などで照射した線量は、諸外国での照射実態を考慮して 2.7 kGy 以下であった。昨年度国立医薬品食品衛生研究所において、生レバーの放射線殺菌研究が実施されたが、その結果では、殺菌に必要な線量は 2~4 kGy であった。従って本研究成果は、もし殺菌目的での食品照射が許可された場合、十分に活用できる情報と考えられる。

#### 5. 照射履歴判定

参加機関の照射履歴判定結果を表 11 に示した。全機関で陰性試料から 2-アルキルシクロブタノンは検出されなかった。照射試料の測定において、各判定項目では、全ての機関で全てのピークの S/N 比は 3 以上であり、主要イオンの判定では一部で 40%台が見られたが、50%は「目安」とされる目標値であり、それに準ずるものとして陽性と判定された。2 つのモニターイオンの

ピーク面積比は、7 機関においては標準品と比較して±20%の範囲内であったが、1 機関ではレトルト牛井測定時に妨害成分の影響で DCB の  $m/z$  112 の面積値が大きくなり、標準品の面積比より約 50%増加した。しかし、TCB では面積比に問題はなく、照射履歴の判定は正確に行えた。

#### D. 結論

今回提示した 2-アルキルシクロブタノンの分析法は通知試験法よりも簡便であり、全機関が初めて行う試験でありながら、試料と標準品を受領してから結果を報告するまで約 2.5 ヶ月という短期間で使用できた。昨年度の畜肉に加えて、植物や魚由来の食品についても照射履歴が正しく判定できたことから、汎用性が高く有用であると考えられた。外部精度管理試験は、 $\bar{X}$ -R 管理図では一部管理限界を超える報告値があったが、本来の照射履歴検知は定性が最重要であり、未知試料 3 種の組合せで、全機関が誤回答なく判定できたことから、全体として良好な結果が得られたと考えられる。

#### E. 健康危険情報

なし

#### F. 研究発表

##### 1. 論文発表

1) 北川陽子、起橋雅浩、高取聡、梶村計志、尾花裕孝、古田雅一（大阪府立大学）、西山利正（関西医科大学）：A Rapid and Simple Method for the Determination of 2-Alkylcyclobutanones in Irradiated Meat and Processed Foods : Food Analytical Methods *in press*

##### 2. 学会発表

1) 北川陽子、起橋雅浩、高取聡、梶村計志、尾花裕孝、西山利正（関西医科大学）、古田雅一（大阪府立大学）：簡易分析法による照射生レバー中 2-アルキルシクロブタノンの測定：第 105 回 日本食品衛生学会学術講演会，東京，2013.

2) 起橋雅浩、北川陽子、高取聡、梶村計志、尾花裕孝（大阪府立公衆衛生研究所）、古田雅一（大阪府立大学）：照射試料を用いた 2-アルキルシクロブタノン測定における技能試験：第 105 回 日本食品衛生学会学術講演会，東京，2013.

3) 北川陽子、起橋雅浩、福井直樹、高取聡、梶村計志、尾花裕孝、西山利正（関西医科大学）、古田雅一（大阪府立大学）：2-アルキルシクロブタノンを指標とした食品の照射履歴の簡易分析法の検討：第 49 回日本食品照射研究協議会，東京，2013.

#### G. 知的所有権の取得状況

##### 1. 特許取得

なし

##### 2. 実用新案登録

なし

##### 3. その他

なし

表 1. 照射牛丼における長期保存試験結果

化合物名	照射線量 (kGy)				傾き	y 切片
	0.6	1.9	2.7	4.5		
試料調製時 (0ヶ月)						
2-DCB	88	355	530	846	194	-17
2-TCB	63	199	359	508	117	-1
常温保存 6ヶ月後						
2-DCB	113	382	542	925	208	-14
2-TCB	88	231	316	594	130	-8

2 試料各 3 試行 (n=6) の平均値 (ng/g)

表 2. 照射牛丼 (2.7 kGy) における長期保存試験結果

化合物名	試行	保存期間 (month)								平均	傾き	y 切片
		0	1	2	3	4	6	8	10			
2-DCB	1-1	443	611	711	754	561	589	540	572	593	-3	604
	1-2	445	544	705	749	545	559	539	592			
	1-3	412	589	647	776	545	548	511	574			
	1 平均	434	581	688	760	550	565	530	579			
	2-1	627	523	687	628	644	523	574	589			
	2-2	613	543	675	621	621	520	582	576			
	2-3	640	543	658	659	627	512	595	601			
	2 平均	627	536	674	636	631	518	584	588			
	全平均	530	559	681	698	591	542	557	584			
2-TCB	1-1	283	310	431	414	337	338	295	413	357	-1	359
	1-2	269	279	413	407	322	337	294	418			
	1-3	266	292	374	416	336	332	286	408			
	1 平均	273	294	406	412	332	336	292	413			
	2-1	446	290	444	380	396	291	302	391			
	2-2	421	305	422	382	393	301	304	376			
	2-3	469	309	422	404	402	296	309	402			
	2 平均	445	301	429	389	397	296	305	390			
	全平均	359	298	418	401	364	316	298	401			

(ng/g)

表 3. 検討した試料の脂肪抽出量

試料名	脂肪重量 (g)	脂肪含量 (%)
ピーナッツバター	2.73	54.6
サラミ	1.46	29.3
生ハム	0.56	11.3
パルメザンチーズ	1.32	26.4
スモークサーモン	0.27	5.4

(試料 5g あたり)

表 4. 測定対象試料における添加回収試験結果

化合物名	回収率 (%)					平均値	標準偏差	変動係数
	1	2	3	4	5			
試料：レトルト牛丼								
2-DCB	99	99	100	96	100	99	2	2
2-TCB	118	117	111	120	116	116	3	3
試料：チーズ								
2-DCB	89	88	82	73	87	84	7	8
2-TCB	84	85	76	70	86	80	7	8
試料：ピーナッツバター								
2-DCB	91	93	76	86	86	86	6	7
2-TCB	89	90	86	87	85	87	2	2

脂肪 0.2 g に対し、アルキルシクロブタノン を 10 ng 添加した。(添加濃度 50 ng/g)

表 5. 外部精度管理試料の均一性確認結果

チーズ (1.6 kGy 照射)

化合物名	条件	濃度 (ng/g)						N	平均値	標準偏差	変動係数
		容器 1	容器 2	容器 3	容器 4	容器 5	容器 6				
2-DCB	試行 1	157	171	170	213	207	204	6	187	23.7	12.7
	試行 2	192	205	182	214	193	196	6	197	11.4	5.8
2-TCB	試行 1	70.5	71.2	73.0	87.8	87.9	83.3	6	79.0	8.3	10.5
	試行 2	78.8	83.2	77.9	90.9	82.3	80.8	6	82.3	4.6	5.6

化合物名	平方和	自由度	分散	分散比	P-値	F 境界値
	上段 : 容器間 / 下段 : 容器内					
2-DCB	2362.3	5	472.5	2.056	0.203	4.387
	1378.5	6	229.7			
2-TCB	343.2	5	68.6	2.900	0.114	4.387
	142.0	6	23.7			

ピーナッツバター (1.2 kGy 照射)

化合物名	条件	濃度 (ng/g)						N	平均値	標準偏差	変動係数
		容器 1	容器 2	容器 3	容器 4	容器 5	容器 6				
2-DCB	試行 1	89.0	94.9	84.4	84.6	92.8	84.5	6	88.4	4.7	5.3
	試行 2	93.7	92.6	87.5	86.6	90.6	89.9	6	90.2	2.8	3.1
2-TCB	試行 1	43.0	44.8	41.5	42.7	44.4	43.7	6	43.3	1.2	2.8
	試行 2	44.1	44.2	42.7	42.5	43.1	43.3	6	43.3	0.7	1.7

化合物名	平方和	自由度	分散	分散比	P-値	F 境界値
	上段 : 容器間 / 下段 : 容器内					
2-DCB	119.1	5	23.8	3.745	0.069	4.387
	38.2	6	6.4			
2-TCB	7.6	5	1.5	3.617	0.074	4.387
	2.5	6	0.4			



表 6. 外部精度管理試料の安定性試験結果

チーズ (1.6 kGy 照射)

化合物名	濃度 (ng/g)							平均値	標準偏差	変動係数	残存率 (%)
	調製時	試行 1	試行 2	試行 3	試行 4	試行 5	試行 6				
2-DCB	192	188	197	183	193	195	193	192	5.1	2.7	100
2-TCB	80.6	84.7	83.0	81.2	82.1	84.3	82.3	82.9	1.3	1.6	103

ピーナッツバター (1.2 kGy 照射)

化合物名	濃度 (ng/g)							平均値	標準偏差	変動係数	残存率 (%)
	調製時	試行 1	試行 2	試行 3	試行 4	試行 5	試行 6				
2-DCB	89.3	82.0	94.4	92.9	91.9	89.4	86.7	89.6	4.6	5.1	100
2-TCB	43.3	44.3	48.4	48.5	48.3	47.3	45.7	47.1	1.7	3.7	109

表 7. レトルト牛丼（青）の測定結果

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数
	1	2	3	4	5			
機関 : A								
2-DCB	471	514	515	479	452	486	27.6	5.7
2-TCB	257	279	278	257	247	264	14.2	5.4
機関 : B								
2-DCB	424	423	427	424	423	424	1.6	0.4
2-TCB	233	234	235	236	236	235	1.3	0.6
機関 : C								
2-DCB	341	366	445	417	473	408	54.3	13.3
2-TCB	195	213	234	223	240	221	17.8	8.0
機関 : D								
2-DCB	361	378	414	332	415	380	35.7	9.4
2-TCB	295	302	315	306	294	302	8.7	2.9
機関 : E								
2-DCB	776	753	725	749	711	743	25.3	3.4
2-TCB	478	517	497	493	507	498	15.0	3.0
機関 : F								
2-DCB	788	779	768	718	743	759	28.5	3.8
2-TCB	412	390	377	375	369	385	17.1	4.5
機関 : G								
2-DCB	585	664	596	609	510	593	55.3	9.3
2-TCB	426	466	445	413	378	426	33.1	7.8
機関 : H								
2-DCB	572	555	540	572	553	558	13.7	2.5
2-TCB	362	368	356	358	358	360	4.8	1.3

表 8-1. 外部精度管理試験結果

機関：A

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料：スモークサーモン（非照射）										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料：チーズ（1.6 kGy 照射）										
2-DCB	217	231	199	212	198	211	14	6	231	198
2-TCB	93.8	96.5	83.6	89.6	81.1	88.9	7	7	96.5	81.1
試料：ピーナッツバター（1.2 kGy 照射）										
2-DCB	97.7	95.6	94.8	98.3	90.2	95.3	3	3	98.3	90.2
2-TCB	42.1	42.2	41.3	43.6	40.3	41.9	1	3	43.6	40.3

機関：B

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料：スモークサーモン（非照射）										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料：チーズ（1.6 kGy 照射）										
2-DCB	140	142	142	141	141	141	1	1	142	140
2-TCB	61.8	65.3	64.8	64.8	65.1	64.4	1	2	65.3	61.8
試料：ピーナッツバター（1.2 kGy 照射）										
2-DCB	96.2	97.1	98.9	97.7	97.5	97.5	1	1	98.9	96.2
2-TCB	41.7	41.8	43.1	42.6	43.2	42.5	1	2	43.2	41.7

機関：C

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料：スモークサーモン（非照射）										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料：チーズ（1.6 kGy 照射）										
2-DCB	155	172	145	129	161	152	16	11	172	129
2-TCB	60.1	65.8	62.5	62.1	66.3	63.4	3	4	66.3	60.1
試料：ピーナッツバター（1.2 kGy 照射）										
2-DCB	58.3	68.6	53.6	71.0	73.1	64.9	9	13	73.1	53.6
2-TCB	26.0	30.0	37.7	29.9	35.6	31.8	5	15	37.7	26.0

表 8-2. 外部精度管理試験結果

機関 : D

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料 : スモークサーモン (非照射)										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料 : チーズ (1.6 kGy 照射)										
2-DCB	127	155	146	157	141	145	12	8	157	127
2-TCB	72.7	65.8	76.0	82.3	73.1	74.0	6	8	82.3	65.8
試料 : ピーナッツバター (1.2 kGy 照射)										
2-DCB	94.0	103	100	98.1	103	100	4	4	103	94.0
2-TCB	50.2	51.2	51.0	48.6	48.7	49.9	1	2	51.2	48.6

機関 : E

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料 : スモークサーモン (非照射)										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料 : チーズ (1.6 kGy 照射)										
2-DCB	192	188	187	203	188	192	7	4	203	187
2-TCB	77.5	74.9	61.3	78.6	73.8	73.2	7	9	78.6	61.3
試料 : ピーナッツバター (1.2 kGy 照射)										
2-DCB	62.6	54.0	61.0	55.5	56.7	58.0	4	6	63	54
2-TCB	26.4	21.9	24.7	24.1	21.2	23.7	2	9	26.4	21.2

機関 : F

化合物名	測定値 (ng/g)					平均値	標準偏差	変動係数	最大値	最小値
	1	2	3	4	5					
試料 : スモークサーモン (非照射)										
2-DCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2-TCB	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
試料 : チーズ (1.6 kGy 照射)										
2-DCB	298	275	269	263	248	271	18	7	298	248
2-TCB	131	125	121	120	114	122	6	5	131	114
試料 : ピーナッツバター (1.2 kGy 照射)										
2-DCB	127	128	130	134	130	130	3	2	134	127
2-TCB	67.1	68.4	66.6	66.7	68.8	67.5	1	2	68.8	66.6