

## 20. ジビエを対象とした残留農薬試験法の開発

○平田 祥太郎 (地方独立行政法人大阪健康安全基盤研究所・衛生化学部)  
星 英之 (大阪公立大学・現代システム科学研究科)

### 【研究目的】

残留基準を超過した食品の流通を防止するため、当研究所では畜産物中の農薬や動物用医薬品（農薬等）の試験検査を実施している。近年、畜産物に加えて野生鳥獣肉（以下、ジビエ）の流通・消費が活性化している。

一方、厚生労働省が通知している残留農薬試験法（以下、通知法）は畜産物が対象であり、ジビエは対象外である<sup>1)</sup>。実際、当研究所において通知法がジビエを試験困難であるケースが確認されている<sup>2)</sup>。

そこで本研究では、ジビエを対象に残留農薬試験法を検討することにした。今回、リスク管理の重要性が高い農薬（殺菌剤）の一つであるチアベンダゾール（以下、TBZ）および代謝物 5-ヒドロキシチアベンダゾール（以下、5-HTBZ）について試験法を開発できたので報告する。

### 【研究の必要性】

内閣府食品安全委員会のリスク評価において、TBZ の過剰摂取により健康危害が生じることが報告されている<sup>3)</sup>。そのため、食品衛生法（ポジティブリスト制度）に基づき多様な食品に TBZ の残留規制が行われている。

ジビエにおいては TBZ と代謝物 5-HTBZ の和で基準設定されている。鹿、猪、熊の筋肉等が属する「その他の陸棲哺乳類に属する動物の筋肉」においては 0.1 ppm、鴨や雉の筋肉が属する「その他の家きんの筋肉」においては 0.05 ppm の残留基準が設定されている。

畜産動物と異なり野生鳥獣は農産物や河川水を摂取するため、環境由来の残留農薬が危惧されている<sup>2)</sup>。実際に消費者より「ジビエへの残留農薬等のキャリーオーバーの心配はないか」との意見がある。これより、ジビエを対象に TBZ と 5-HTBZ の試験検査を行うことはジビエの安全安心を確保する上で必要である。

### 【研究計画】

### ①通知法のジビエへの準用評価

厚生労働省は、「通知試験法の示されていない加工食品等の分析にあたっては、農産物や畜産物の試験法を準用する」ことを公表している。そこで、通知法をジビエ（鹿の筋肉）に準用した際の、試験操作性および回収率の課題について確認した。

### ②ジビエに適した試験法の検討（応用法）

ジビエに含まれる分析妨害因子のうち、特にタンパク質が分析において大きな障壁となる。通知法が準用困難であった場合は分析妨害因子の除去（除タンパク抽出）を検討し、分析性能の良好な手法を選定する。

### ③応用法の妥当性確認

応用法について、厚生労働省から通知されている妥当性確認ガイドライン<sup>4)</sup>に基づき真度および精度を評価する。これにより、ジビエを対象とした残留農薬の試験検査に必要な性能を有することを確認する。

## 【実施内容・結果】

### ①通知法のジビエへの準用評価

#### 1) 試験操作性の課題

畜産物（牛の筋肉）を対象に試験操作を行なった際には、課題は生じなかった。一方、ジビエに準用した際には減圧濃縮操作（ウォーターバスの設定温度 40 °C）の際に突沸が多発した。通知法では完全に溶媒を除去する必要があるため、操作が煩雑になり、長時間を要した。

突沸の多発は残留農薬分析における分析性能へ悪影響を与えることが報告されている<sup>5)</sup>。本ケースにおいても TBZ と 5-HTBZ の分析性能（特に回収率）への悪影響が危惧されたため、次に残留基準相当濃度で添加回収試験を行うことにした。

#### 2) 回収率の課題

添加回収試験（3 併行）により評価した通知法の回収率を表 1 に示した。

畜産物（牛の筋肉）における平均回収率（相対標準偏差）は、TBZ が 84 %（3 %）、5-HTBZ が 76 %（5 %）であった。過去の研究（添加濃度 0.1 µg/g）での牛の筋肉における回収率（相対標準偏差）は TBZ が 91 %（1 %）、5-HTBZ が 73 %（3 %）と報告されている<sup>6)</sup>。本研究でも類似した結果であったと言える。

一方、鹿の筋肉における平均回収率（相対標準偏差）は、TBZ が 75 %（3 %）、5-HTBZ が 64 %（6 %）であった。これより、通知法でジビエ中を試験すると、5-HTBZ が低回収率（70 % 未満）となることが分かった。

減圧濃縮時の突沸多発は農薬回収の損失を招くため、5-HTBZ を十分に回収できなかったと考えられた<sup>2, 5)</sup>。

表 1 通知法の回収率（鹿および猪の筋肉）

食品	農薬等	平均回収率 (%)	相対標準偏差 (%)
畜産物 牛の筋肉	TBZ	84	3
	5-HTBZ	76	5
ジビエ 鹿の筋肉	TBZ	75	3
	5-HTBZ	64	6

②ジビエに適した試験法の検討（応用法）

試験法の分析性能（回収率）に関わる農薬等の物理化学的性状として、オクタノール水分配係数が挙げられる<sup>2)</sup>。オクタノール水分配係数については、TBZ が 2.5、5-HTBZ が 2.1 である。

一方、当研究所ではジビエを対象に農薬等の一つプラジクアンテルの試験法を検討してきた（以下、応用法）<sup>2)</sup>。プラジクアンテルのオクタノール水分配係数は 2.7 であり、TBZ および 5-HTBZ と類似していることが分かった。応用法により TBZ および 5-HTBZ も試験可能ではないかと考え、試験操作性および回収率の改善可否について確認した。

1) 試験操作性の改善

減圧濃縮操作の際に、突沸は発生しなかった。操作が簡易になり、試験時間を短縮することができた。

2) 回収率の改善（鹿および猪の筋肉）

添加回収試験（3 併行）により評価した応用法の回収率を表 2 に示した。平均回収率（相対標準偏差）は、鹿の筋肉において TBZ が 81 %（2 %）、5-HTBZ が 78 %（7 %）であった。また猪の筋肉においては TBZ が 80 %（6 %）、5-HTBZ が 87%（4 %）であった。応用法で TBZ および 5-HTBZ を試験した際には、十分な回収率（70 %以上）となることが確認された。

表 2 応用法の回収率（鹿および猪の筋肉）

食品	農薬等	平均回収率 (%)	相対標準偏差 (%)
鹿の筋肉	TBZ	81	2
	5-HTBZ	78	7
ジビエ 猪の筋肉	TBZ	80	6
	5-HTBZ	87	4

3) 多様なジビエへの適用性

鹿および猪の筋肉以外では、熊、兎、鴨および雉の筋肉がジビエとして主に消費されている。添加回収試験（3 併行）により、応用法が多様なジビエを試験可能であるかを検証した結果を表 3 に示した。

4 種のジビエにおいて、TBZ および 5-HTBZ の回収率は 70 %以上、相対標準偏差は 8 %以下であった。これより、応用法は多様なジビエに適用可能であると考えられた。

表3 応用法の回収率（熊、兎、鴨および雉の筋肉）

食品	農薬等	平均回収率 (%)	相対標準偏差 (%)
熊の筋肉	TBZ	83	3
	5-HTBZ	78	4
ジビエ 兎の筋肉	TBZ	90	3
	5-HTBZ	86	5
鴨の筋肉	TBZ	96	8
	5-HTBZ	95	4
雉の筋肉	TBZ	88	5
	5-HTBZ	97	3

③応用法の妥当性確認

1) 選択性

鹿および猪の筋肉を対象に測定妨害ピークの有無を確認した。ブランク試料のクロマトグラムを確認すると、測定妨害ピークは認められなかった。これより、応用法は十分な選択性を有することが示された。

2) 定量下限

通知法の定量下限（TBZ および 5-HTBZ：ともに 0.02 µg/g）と同等であるかを確認した。マトリクス標準溶液（TBZ および 5-HTBZ：ともに 0.02 µg/g）における、両ピークのシグナルノイズ比は 10 以上であった。これより、応用法は十分な定量下限を有することが確認された。

3) 真度および精度

応用法の真度および精度を評価した結果を表 4 に示した。両ジビエにおいて、真度は 80-85 %、併行精度は 7 %以下、室内精度は 8 %以下であった。

これらの結果は妥当性確認ガイドラインの目標値(真度 70-120 %、併行精度 15 %未満、室内精度 20 %未満)を満たしていた。これより、応用法はジビエ中 TBZ および 5-HTBZ を試験可能であることが示された。

表4 応用法の真度および精度（鹿および猪の筋肉）

食品	農薬等	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)
鹿の筋肉	TBZ	80	3	4
	5-HTBZ	82	7	8
ジビエ 猪の筋肉	TBZ	85	3	6
	5-HTBZ	83	5	6

【考察と今後の展望】

本法は簡便な試験溶液調製および汎用分析機器を用いた試験法であり、日常的な検査の中で十分運用できるものと考えられた。

また本研究で得られた知見により、通知法がジビエに準用できない事例が確認された。今後は、ジビエを対象とした他の農薬等の試験法をさらに検討する予定である。

#### 【参考文献】

- 1) 厚生労働省医薬品食品局食品安全部長通知“食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について”平成17年11月29日、食安発第1129002号(2005).
- 2) 平田祥太郎 他: HPLC-PDA を用いた北海道産ジビエ中プラジクアンテルの残留分析法の開発. 日本食品化学学会誌, **30**, 121-127 (2023).
- 3) 食品安全委員会委員長通知“食品健康影響評価の結果の通知について”平成26年12月16日、府食第954号(2014).
- 4) 厚生労働省医薬品食品局食品安全部長通知“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の一部改正について”平成22年12月24日、食安発1224第1号(2010).
- 5) 青柳光敏 他: LC/MS による畜産食品中のクロフェンセットの分析法. 食品衛生学雑誌, **52**, 156-160 (2011).
- 5) 竹葉和江 他: HPLC による畜産食品中のベンズイミダゾール系寄生虫駆除剤の分析. 食品衛生学雑誌, **44**, 246-252 (2003).

#### 【経費使途明細】

使 途	金 額
HPLC カラム等の分析用器具	166,681 円
固相カラム等の消耗実験器具	60,247 円
農薬や有機溶媒等の試薬	70,564 円
手数料	2,508 円
合 計	300,000 円
大同生命厚生事業団助成金	300,000 円