

## HPLCによるジビエを対象とした残留クロピドール試験法の妥当性確認

(2024年1月9日受付)

(2024年3月12日受理)

平田祥太郎<sup>a, b)</sup>、仲谷 正<sup>a)</sup>、山口進康<sup>a)</sup>、星 英之<sup>b)</sup>

a) 地方独立行政法人 大阪健康安全基盤研究所 衛生化学部

b) 大阪公立大学 現代システム科学研究科

## Validation of HPLC method for the determination of residual clopidol in game meats

(Received January 9, 2024)

(Accepted March 12, 2024)

Shotaro Hirata<sup>a, b)</sup>, Tadashi Nakatani<sup>a)</sup>, Nobuyasu Yamaguchi<sup>a)</sup>, Hidenobu Hoshi<sup>b)</sup>

a) Division of Hygienic Chemistry, Osaka Institute of Public Health

b) Graduate School of Sustainable System Sciences, Osaka Metropolitan University

## Abstract

The analytical method was validated by HPLC to inspect residual clopidol in game meats. Clopidol was extracted with acetonitrile/methanol mixture and McIlvaine buffer. The impurities in the extract were removed by n-hexane partition and a solid-phase column, InertSep PLS-2. After removing the solvent, the extract was resolved in a 40% acetonitrile solution. Clopidol in the purified solution was quantitatively determined using HPLC with a photodiode array detector (PDA). An interfering peak was not observed in the chromatograms of game meat extracts. The limit of quantification of this method was 0.01  $\mu\text{g/g}$  in game meats. Recovery tests performed method validation at the maximum residue limit concentration to evaluate the trueness, repeatability ( $\text{RSD}_r$ ), and within-laboratory reproducibility ( $\text{RSD}_{wr}$ ). The validation results exhibited sufficient trueness (88% and 93%) and precision ( $\text{RSD}_r \leq 6\%$  and  $\text{RSD}_{wr} \leq 9\%$ ). These values fulfilled the criteria of the validation guideline for residual pesticide analysis in Japan. The time required to prepare eight test sample solutions was less than five hours. This method can help inspect residual clopidol in game meats.

Keywords: ジビエ、クロピドール、合成抗菌剤、新興汚染物質、妥当性確認

game meats, clopidol, synthetic antibacterial agent, emerging contaminant, single-laboratory validation study

## I 緒言

クロピドールは動物用医薬品（合成抗菌剤）であり、主に養鶏業における感染症防除のために使用されている<sup>1)</sup>。鶏に投与されたクロピドールは鶏糞および鶏糞肥料に移行するため、クロピドール移行肥料を介した農産物のクロピドール汚染が危惧されている<sup>2,3)</sup>。実際、クロピドールは農耕地から頻りに検出されており、Emerging contaminants（新興汚染物質）の一つとして認識されている<sup>4)</sup>。クロピドールを含む10種新興汚染物質を対象に土壌汚染率を調査した事例においては、農耕地からのクロピドール汚染率が高いと報告されている<sup>4)</sup>。農耕地に

おけるクロピドール汚染率が高いことから、そこに生育している植物（農産物を含む）がクロピドールに汚染され、それを摂取している野生鳥獣にも移行することが危惧される。そのため、食品衛生法においては多くの農産物や「その他の陸棲哺乳類に属する動物の筋肉」にクロピドール残留基準 0.2 ppm が設定されている<sup>\*1</sup>。消費者からのニーズとしても、農産物中農薬等の試験検査に加えて「野生鳥獣が農作物を食べているのならば、野生鳥獣肉（ジビエ）への農薬等のキャリアオーバーの心配はないか<sup>\*2</sup>」との意見がある。これより、ジビエ中クロピドールの試験検査を行うことは食の安全安心を確保する上で有用である。

連絡先: 〒 537-0025 大阪府大阪市東成区中道 1-3-3 地方独立行政法人 大阪健康安全基盤研究所 平田祥太郎

Corresponding author: Shotaro Hirata, Osaka Institute of Public Health,  
1-3-3 Nakamichi, Higashinari-ku, Osaka 537-0025, Japan\*1 残留農薬基準値検索システム “[https://db.ffcr.or.jp/front/pesticide\\_detail?id=20100](https://db.ffcr.or.jp/front/pesticide_detail?id=20100)” (確認日: 2024年2月28日)\*2 京都府 “<https://www.pref.kyoto.jp/chutan/kichou/20130203.html>” (確認日: 2024年2月28日)