水産食品中に残留するPCB及び有機スズ化合物の同時抽出法の検討

江夏　瑛理子[a]，山本　純代[a]，大谷　陽範[a]，西田　有希[a]，森岡　みほ子[a]，
横山　知子[b]，下井　俊子[a]，鈴木　仁[b]

当センターでは，高速溶媒抽出装置を用いた水産食品中に残留するポリ塩化ビフェニル及び有機スズ化合物（トリブチルスズ化合物，トリフェニルスズ化合物）の分析法を開発してきた．これらの分析法では両者を別々に抽出する必要があり，作業工程の煩雑化や溶媒使用量の増加が課題であった．本研究では，既報及び本研究で得られた検討結果に基づき，A法及びB法を構築し，同時抽出及び共通抽出液を用いた精製条件等の最適化を行った．また，環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」に基づく性能評価を実施した結果，いずれの方法も定量下限値，添加回収試験ともに目標値を満たす良好な結果が得られた．さらに，ポリ塩化ビフェニルにおける操作ブランクのばらつきが，より小さかったB法について，厚生労働省「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」に基づく妥当性評価を行った．その結果，真度及び精度の目標値に適合し，抽出工程の共通化による試験の効率化及び迅速化，溶媒使用量の削減による作業者の負担軽減に寄与する試験法として，日常検査に適用可能だった．

キーワード：高速溶媒抽出装置（ASE），ポリ塩化ビフェニル（PCB），トリブチルスズ化合物（TBT），
トリフェニルスズ化合物（TPT），同時抽出，水産食品

は　じ　め　に

ポリ塩化ビフェニル（PCB）は化学的に安定であり，電気機器の絶縁油や熱媒体として広く使用されてきた[1]．1968年のカネミ油症事件を契機として，人体や環境への毒性が社会的に問題視され，各種法令による規制が導入された[2]．また，有機スズ化合物であるトリブチルスズ化合物（TBT）及びトリフェニルスズ化合物（TPT）は，船舶や漁網に使用される防汚塗料の有効成分として広く利用されてきた[3]．防汚対象外の海洋生物への影響や生殖毒性，内分泌かく乱作用が問題となり[3,4]，国際的な規制が導入されたものの，海洋環境における残留が懸念されている[5]．加えて，PCB及び有機スズ化合物（以降，TBT及びTPTを指す）は魚介類に蓄積することが知られており，水産食品を介したヒトへの曝露が懸念されている[1,5]．

東京都では化学物質による魚介類の汚染状況を把握し，汚染食品の流通を防止するため，継続的なモニタリング事業[6]を実施している．当科では，高速溶媒抽出装置（Accelerated Solvent Extractor，ASE）による抽出後，精製等を行い，PCB[7-9]及び有機スズ化合物[10]を分析する試験法を開発してきた．しかし，これまでの試験法はPCB及び有機スズ化合物の抽出操作が異なるため，試験効率の向上及び迅速性の観点から，両者を同時に抽出できる方法が必要である．

本研究では，事業の定量下限値10 ng/gの達成を目標とし，PCB及び有機スズ化合物の同時抽出と，共通抽出液からそれぞれの分析に適した精製条件を検討した．既報及び検討結果に基づいて2つの試験法を構築し，性能を比較して日常検査に適用可能な試験法を選択することを目的とした．

実　験　方　法

1. 試薬

1) 標準品

PCB標準溶液：カネクロール混合液ヘキサン溶液（ジーエルサイエンス（株）製，100 μL/mL（KC-300，KC-400，KC-500，KC-600を等量混合，各25±2.5 μL/mL））を2 mL分取し，*n*-ヘキサンを加えて50 mLとした．これを*n*-ヘキサンで500 ng/mLに希釈した．

PCB内部標準溶液（クリーンアップスパイク，CS）：PCB標準品Bz No.189（ジーエルサイエンス（株）製）を2 mg秤量し，*n*-ヘキサンに溶解後50 mLに定容した．これを*n*-ヘキサンで100 ng/mLに希釈した．

PCB内部標準溶液（シリンジスパイク，SS）：PCB標準品Bz No.209（ジーエルサイエンス（株）製）を2 mg秤量し，*n*-ヘキサンに溶解後50 mLに定容した．これを*n*-ヘキサンで100 ng/mLに希釈した．

有機スズ標準原液及び標準溶液：TBT，TPTについて，既報[10]と同一のものを用いた．

サロゲート内標準物質：安定同位体標識体（TBTC-d_{27}，TPTC-d_{15}）それぞれについて，既報[10]と同一のものを用いた．

2) 固相抽出カラム

PCB用固相抽出カラム：シリカゲル/44%硫酸シリカゲル積層カラム〔1 g/3 g/12 mL〕（硫酸カラム），硝酸銀シリカゲル/硫酸シリカゲル積層カラム〔1 g/3 g/12 mL〕）

[a] 東京都健康安全研究センター食品化学部残留物質研究科
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1
[b] 東京都健康安全研究センター食品化学部

（硝酸銀カラム）は，既報[7-9]と同一のものを用いた．

有機スズ化合物用固相抽出カラム：Bond Elut® FL〔500 mg，10 mL〕（フロリジルカラム）は，既報[10]と同一のものを用いた．

3) 一般試薬

オリーブ油：富士フィルム和光純薬（株）社製の試験研究用を用いた．

銀コート銅粉混合シリカゲル（銀コート銅粉）：三浦工業（株）社製のダイオキシン類・PCB分析用を用いた．

その他の試薬：既報[7,8,10]と同一のものを用いた．

2. 試料

都内で購入したホッコクアカエビ，シロギス，スズキ，東京湾で採取されたマアナゴ，ボラを用いた．これらの可食部をフードプロセッサーで均一に混和し，使用まで−20°C以下で保存した．

3. 試験溶液の調製

試験溶液の調製法としてA法及びB法を用いた（図1）．いずれもASEによる抽出は，既報[7-10]に従って表1に示す条件で行った．

表 1. ASE 抽出条件

装置	Thermo Scientific Dionex ASE-350 （サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製）
抽出溶媒	*n*-ヘキサン
温度	125°C
圧力	1,500 psi
静置時間	5分
サイクル数	2回
抽出セル容量	34 mL
窒素パージ	120秒

1) A法

試料にオリーブ油300 µL，銀コート銅粉100 mgを加え，ASEで抽出した．PCBの精製は硫酸カラムを用いた．有機スズ化合物の精製は抽出液を塩酸処理後，フロリジルカラムに負荷し，酢酸エチル20 mLで洗浄した．

2) B法

PCBの精製は，コンディショニング後にオリーブ油を200 µL添加した硝酸銀カラムを用いた．有機スズ化合物の精製は，既報[10]に従い，抽出液を塩酸処理後，フロリジルカラムに負荷し，酢酸エチル10 mLで洗浄した．

4. 測定

1) PCBの測定

ガスクロマトグラフ電子捕捉型検出器（GC-ECD）で行った（表2）．ピークは環境省「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル（第3版）」[11]を参考に照合した．PCBの定量は，同マニュアルに準じて，各異性体の寄与率を用いてピーク高さを合算する方法により行った．CSはASE抽出前に，SSは精製後の定容時に添加し，両者のピーク高さ比からCS回収率を確認した．

なお，A法及びB法の条件検討では，アジレント・テクノロジー社製7890Bを用いたが，性能評価は，島津製作所製GC-2030を使用した．

2) 有機スズ化合物の測定

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計（LC-MS/MS）で行った（表 3，表 4）．測定条件は既報[10]に従った．塩化トリブチルスズ（TBTC）及び塩化トリフェニルスズ（TPTC）の安定同位体標識物質である TBTC-d_{27} 及び TPTC-d_{15} をそれぞれサロゲート内標準物質（サロゲート）とし，サロゲート法により定量値を算出した．

5. 性能評価

本研究では，環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」第4章分析法開発（環境省手引き）[12]に準じて，検量線の作成，装置検出下限値（IDL），分析方法の検出下限値（MDL）及び定量下限値（MQL）の算出並びに添加回収試験を実施し，試験法の性能評価を行った．

一方，試験法の導入に際しては，食品検査としての信頼性を担保する観点から，厚生労働省「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性ガイドライン」（厚労省ガイドライン）[13]に準じて，選択性，定量限界値を確認し，分析者3名，2併行，2日間の添加回収試験を実施した．得られた定量値から真度，併行精度及び室内精度を算出し，ガイドラインで定める目標値への適否を評価した．

結果及び考察

1. A法の検討

山本らの報告[9]では，ASE抽出前にオリーブ油と銀コート銅粉を試料に添加することで精製効果が高くなったとしている．この試験法と有機スズ分析法[10]を組み合わせてA法としたところ，既報条件ではPCBの精製効果は良好であったが，TPTの操作ブランクにおけるサロゲート回収率が環境省手引き[12]の目標値（50–120%）を下回った．これは，オリーブ油及び銀コート銅粉が有機スズ化合物の前処理工程における挙動に影響している可能性が考えられたため，PCBの精製効果の維持及びTPTサロゲート回収率の改善を目的として条件を検討した．まず，PCBの精製効果を確認するため，夾雑成分が多いホッコクアカエビを用いて，オリーブ油添加量を200 µLにした際の銀コート銅粉添加量を検討した．各銀コート銅粉添加量（0 mg，50 mg，100 mg，200 mg 各n=1）におけるクロマトグラムを比較すると，100 mg添加及び200 mg添加時に定量を妨害するピークが認められなかった．そこで，両者におけるマトリックス検量線と絶対検量線を比較した．マトリックス検量線は，A法に従って前処理した試験溶液に標準溶液を添加して調製した．いずれの銀コート銅粉添加量でも検量線の傾き比は国際的に用いられる許容範囲（±20%）以内[14]であり，マトリックスの影響は小さかった（表5）．この結

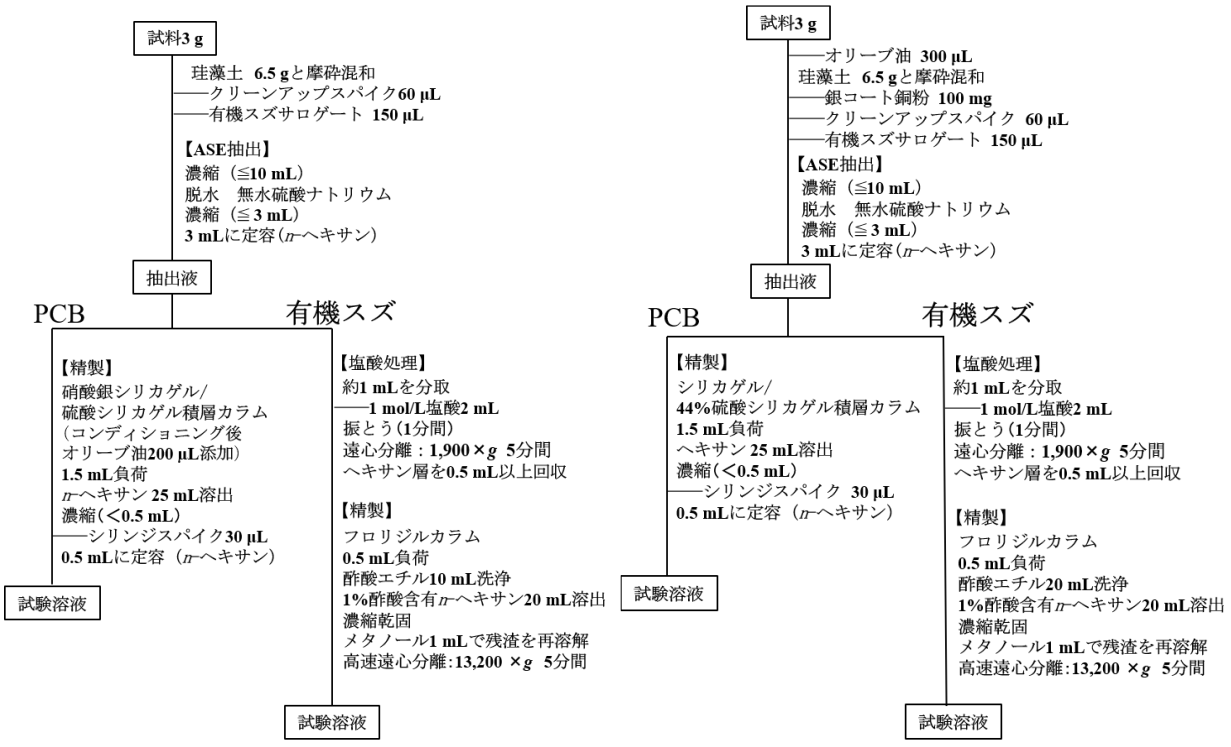


図 1. 各試験法フロー

表 2. GC-ECD 測定条件

装置	7890B（アジレント・テクノロジーズ社製）	Nexis™ GC-2030（島津製作所製）
カラム	DB-5 （アジレント・テクノロジーズ社製, 0.180 mm×20 mm, 0.18 µm)	DB-5 （アジレント・テクノロジーズ社製, 0.180 mm×20 mm, 0.18 µm)
カラムオーブン温度	60°C(1分)→50°C/分→170°C（0分)→ 10°C/分→280°C(0分)→40°C/分→300°C(1.8分)	60°C(1分)→50°C/分→170°C（0分)→ 10°C/分→280°C(0分)→40°C/分→300°C(1.8分)
キャリアガス	H_2	H_2
キャリアガス制御	定流量	線速度
キャリアガス流量	0.80 mL/分	0.77 mL/分
注入量	2 µL	2 µL
注入口	250°C スプリットレス	250°C スプリットレス
ECD温度	300°C	300°C
メイクアップガス	N_2	N_2
総分析時間	14.7 分	16.5 分

表 3. LC-MS/MS 測定条件

HPLCシステム		MSシステム	
装置	ACQUITY UPLC® H-Class（ウォーターズ社製）	装置	Xevo® TQ-S micro（ウォーターズ社製）
カラム	Poroshell 120 EC-C18 （アジレント・テクノロジーズ社製, 100 mm×4.6 mm, 2.7 µm）	イオン化法	エレクトロスプレーイオン化（ESI） 正イオンモード
カラム温度	40°C	キャピラリ電圧	0.5 kV
流量	0.3 mL/min	脱溶媒温度	500°C
移動相	0.1%ギ酸含有70%メタノール （アイソクラティック）	イオン源温度	150°C
		N_2コーンガス流量	1,000 L/時
注入量	2 µL	N_2脱溶媒ガス流量	50 L/時
		分析モード	多重反応モニタリング （MRM）

表 4. TBT 及び TPT の保持時間と MRM 条件

化合物	保持時間（分）	定量イオン			確認イオン		
		プリカーサーイオン (*m/z*)	プロダクトイオン (*m/z*)	衝突エネルギー (eV)	プリカーサーイオン (*m/z*)	プロダクトイオン (*m/z*)	衝突エネルギー (eV)
TBT	5.90	291.1	179.0	12	289.1	177.0	12
TBT-d_{27}	6.00	318.3	190.0	14	318.3	254.1	6
TPT	4.25	351.0	196.9	26	349.0	194.9	26
TPT-d_{15}	4.15	366.1	201.9	26	366.1	119.8	32

TBT：トリブチルスズ化合物　TPT：トリフェニルスズ化合物　MRM：多重反応モニタリング

表 5. A 法における銀コート銅粉量の違いによる検量線の比較

マトリックス検量線		絶対検量線	傾き比 (%)
銀コート銅粉量（mg）	傾き	傾き	
100	188.99	217.76	86.8
200	183.93		84.5

（*n*=3）

傾き比（%）=（マトリックス検量線の傾き/絶対検量線の傾き）×100

果から，A法における銀コート銅粉添加量は100 mgで十分であると判断した．

次に，TPTサロゲート回収率の改善を目的とした検討結果を表6に示す．まず，TPTの操作ブランクにおけるサロゲート回収率を確認するため，銀コート銅粉100 mg添加時のオリーブ油添加量を0μL，200 μL，400 μL，600 μL，800 μLで比較した．200 μLでは0 μLと比べて回収率が改善していたが，400 μL，600 μL，800 μLでは，いずれも200 μLよりも高い回収率が得られ，これらに大きな差はなかった．そのため，添加量の少ない400 μLを暫定的な条件とした．オリーブ油を400 μLとした場合，脂質含量が多いマアナゴでは，フロリジルカラムに残存したオリーブ油が溶出液へ移行し，濃縮乾固後の試験溶液中に油滴として視認された．このことから，既報[10]の洗浄液量10 mLではオリーブ油を十分に除去できないことが分かった．そこで，洗浄液量を10 mL，15 mL，20 mL，25 mLで比較し，濃縮乾固後の試験溶液中に油滴が確認されなかった25 mLを洗浄液量とした．

しかし，オリーブ油400 μL，洗浄液25 mLの条件を他魚種で確認したところ，脂質含量が中程度のボラでは，洗浄液へのTBT及びTPTサロゲートの溶出が認められた．オリーブ油の添加量を減らすとカラムに残存する油量が減少し，必要な洗浄液量を少なくできると考えられたため，オリーブ油を300 μLとし，洗浄液量を15 mL，20 mLで比較した．洗浄液量20 mLでTBT及びTPTサロゲート回収率は目標範囲内となり，油滴の残存も認められなかった．

以上より，ASE抽出前にオリーブ油300 μL及び銀コート銅粉100 mgを添加し，酢酸エチル洗浄液量を20 mLとする条件をA法とした．

2. B法の検討

山本らの報告[9]では，硝酸銀カラムのコンディショニング後にオリーブ油を添加する方法でも精製効果が高くなったとしている．この試験法と有機スズ分析法[10]を組み合わせてB法とした．なお，山本らは，脂質含量の少ない試料におけるPCB回収率改善のため，抽出前にもオリーブ油を添加している．しかし，本法を適用する事業においてはスズキ及びムツが試料であり，脂質含量が極端に低い魚種を含まない．そこで，スズキを用いてオリーブ油添加の有無

表 6. A 法における銀コート銅粉 100 mg 添加時のオリーブ油添加量と洗浄液量の比較

試料	オリーブ油添加量（μL）	洗浄液量（mL）	サロゲート回収率（%）		オリーブ油の除去	
			TBT	TPT		
操作ブランク	0	10	55	58	−	
	200	10	76	62	−	
	400	10	78	67	−	
	600	10	73	66	−	
	800	10	77	73	−	
マアナゴ	400	10	−	−	不良	
	400	25	64	65	良好	
ボラ	400	25	43	38	良好	
	300	20	59	58	良好	A法採用条件

（*n*=3）

TBT：トリブチルスズ化合物　TPT：トリフェニルスズ化合物　—：評価せず

によるPCBの回収率を比較したところ，大きな差はなかった（図2）．よって，B法では抽出前のオリーブ油添加を行わないこととした．

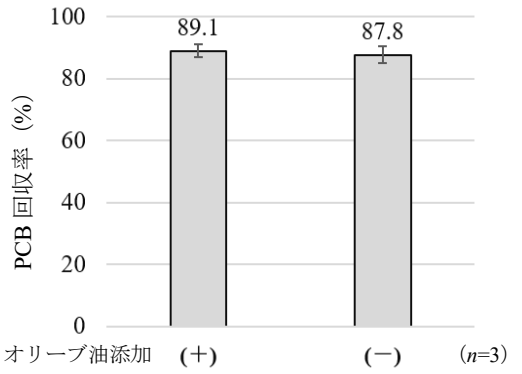


図 2. B 法における抽出前のオリーブ油添加の有無による PCB 回収率の比較

3. 環境省手引きに基づく分析法の性能評価

1) PCB・有機スズ化合物の検量線の作成及びIDL

環境省手引き[12]では，「検量線の決定係数（R^2）は0.990以上（0.995以上が望ましい）であることを確認する」とされている．PCBの検量線は，2.5–100 ng/mLの範囲，有機スズ化合物の検量線は，0.1–500 ng/mLの範囲においていずれも決定係数（R^2）が0.995以上であり，環境省手引き[12]の条件を満たした．

また，算出した分析装置の装置検出下限値（IDL）は，PCB が 2.1 ng/mL（試料換算値 0.7 ng/g），TBT が 0.043 ng/mL（試料換算値0.086 ng/g），TPTが0.042 ng/mL（試料換算値0.083 ng/g）であった．

2) MDL・MQLの比較

環境省手引き[12]に従い，A法及びB法におけるMDL及びMQLの算出には，分析対象物質の含有量に応じて試料を選択した．すなわち，PCBでは，スズキを試料とした．スズキ中のPCB濃度はA法で2.7 ng/g，B法で1.8 ng/gであり（n=1），環境省手引き[12]で規定されているIDL試料換算値（0.7 ng/g）の5倍以内であったため，試料量を変更せずに使用した．有機スズ化合物は，シロギスを試料とした．シロギス中のTBT及びTPTは不検出だったため（n=1），手引きに従い，IDL試料換算値(TBT：0.086 ng/g，TPT：0.083 ng/g)の約5倍となるよう0.4 ng/gを添加して調製した．以上の試料を用いてA法及びB法のMDL・MQLを求めたところ，いずれの試験法も，目標とする定量下限値（10 ng/g）が定量可能であった（表7）．また，PCBは2.0 ng/gにおいて，定量対象ピークが保持時間及びピーク形状の再現性を保ちつつ検出され，ピーク群としてのパターンが確認できた．さらに，TBT及びTPTは0.1 ng/gにおいて，S/N≥3のピークが得られたことから，これらを実測上の検出下限値とした．

表 7. 各試験法の MDL 及び MQL　(ng/g)

	PCB		TBT		TPT	
	A法	B法	A法	B法	A法	B法
MDL	1.6	0.6	0.049	0.021	0.039	0.022
MQL	4.1	2.2	0.127	0.053	0.100	0.058

MDL：分析方法の検出下限値　MQL：分析方法の定量下限値
PCB：ポリ塩化ビフェニル　TBT：トリブチルスズ化合物
TPT：トリフェニルスズ化合物

3) 添加回収試験結果の比較

環境省手引き[12]に従い，2)で決定した実測上の検出下限値に対し30倍程度の濃度となるように添加した．試料には，PCB及び有機スズ化合物がいずれも不検出であったシロギスを用いた．標準物質の回収率はいずれも，環境省手引き[12]における回収率の許容範囲（70–120%）内であった（表8）．また，TBT及びTPTサロゲート回収率も，同手引きで示される目標範囲（50–120%）内であった．PCBについては，CSを用いて前処理工程における回収率を確認した結果，十分な回収率が得られた（表8）．

4. 厚労省ガイドラインによる妥当性評価

1) 試験法の選択

A法及びB法はいずれも目標とする定量下限値（10 ng/g）を達成しており，添加回収試験の結果も環境省手引き[12]の目標値に適合した．しかし，PCBの操作ブランクにおける

表 8. 各試験法の添加回収試験結果

分析対象化合物	標準物質添加濃度 (ng/g)	A法			B法		
		標準物質回収率 (%)	サロゲート回収率 (%)	CS 回収率 (%)	標準物質回収率 (%)	サロゲート回収率 (%)	CS 回収率 (%)
PCB	60	93.0	—	93.3	77.3	—	88.4
TBT	3	99.5	69.6	—	87.9	78.4	—
TPT	3	91.5	66.2	—	91.1	77.9	—

(n=5)

CS：クリーンアップスパイク　PCB：ポリ塩化ビフェニル　TBT：トリブチルスズ化合物
TPT：トリフェニルスズ化合物　—：実施せず

併行精度を比較したところ，B法の方がばらつきは小さかった（図3）．PCBの定量値は，試料の測定値から操作ブランクの測定値を差し引いて算出するため，操作ブランクのばらつきが大きいと低濃度域で検出判定に影響を及ぼす可能性がある．よって，B法を採用することとし，事業の調査対象魚種であるスズキを用いて，厚労省ガイドライン[13]による妥当性評価を実施した．なお，有機スズ化合物については，操作ブランクが定量下限値未満であり，定量値への影響は認められなかった．

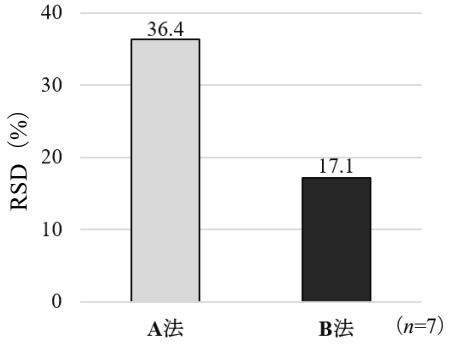


図 3. 各試験法の PCB 操作ブランクのばらつき比較

2) 選択性

スズキのPCB及びTBT，TPTの定量を妨害するピークは認められず，選択性は良好であった．

なお，厚労省ガイドライン[13]では，妥当性評価において分析対象物質を含まないブランク試料を用いることが前提とされている．しかし，PCB及び有機スズ化合物は環境中に広く存在しており，分析対象物質を全く含まない試料を入手することは困難である．そのため，試料の検出量をバックグラウンド濃度（表9）として補正したうえで，以降の評価を行った．

表 9. スズキのバックグラウンド濃度

平均値（ng/g）±標準偏差

試料	PCB	TBT	TPT
スズキ	2.4 ±0.3	0.26 ±0.10	5.00 ±1.61

(*n*=5)

PCB：ポリ塩化ビフェニル　TBT：トリブチルスズ化合物
TPT：トリフェニルスズ化合物

3) 定量限界

PCB，TBT，TPTのバックグラウンド濃度はいずれも目標とする定量下限値である10 ng/g未満であった．そこで，各化合物について10 ng/gを添加した試料を作成し，10 ng/gに相当するピークがS/N ≥ 10であることを確認した．また，真度及びRSDは厚労省ガイドライン[13]の目標値を満たした．

以上の結果から，本試験法の定量限界10 ng/gは，適用可能であった．

4) 真度及び精度

添加回収試験を行い，真度，併行精度及び室内精度を評価した（表10）．添加濃度は，実際の検出濃度範囲及び検量線の直線性を考慮し，10 ng/gと50 ng/gの二濃度とした．いずれの添加濃度においても，厚労省ガイドライン[13]の真度及び精度の目標値に適合した．

表 10. B 法の妥当性評価（添加回収試験）

分析対象化合物	添加濃度 (ng/g)	スズキ 真度 (%)	スズキ RSD_r (%)	スズキ RSD_{RW} (%)
PCB	10	105.5	17.9	21.5
	50	89.4	5.5	6.7
TBT	10	96.9	3.6	5.1
	50	100.3	1.7	2.3
TPT	10	84.8	12.3	12.5
	50	101.6	7.9	8.7

分析者 3 名，2 併行，2 日間

RSDr：併行精度　RSD_{RW}：室内精度
PCB：ポリ塩化ビフェニル
TBT：トリブチルスズ化合物
TPT：トリフェニルスズ化合物

ま　と　め

既報及び本研究で得られた検討結果に基づき，PCB及び有機スズ化合物の同時抽出法としてA法及びB法を構築した．A法はASE抽出前にオリーブ油と銀コート銅粉を試料に添加する方法，B法は硝酸銀カラムのコンディショニング後にオリーブ油を添加する方法である．日常検査に適用可能な試験法を選択するため，環境省手引き[12]に基づく性能評価を行ったところ，いずれの方法も定量下限値は目標とする10 ng/gを満たし，添加回収試験の結果も目標値を満たした．しかし，PCBにおける操作ブランクのばらつきが小さかったことから，B法を採用することとした．スズキを用いて厚労省ガイドライン[13]に基づく妥当性評価を行った結果，目標値に適合したことから，日常検査に適用可能であった．

また，本試験法はPCB及び有機スズ化合物の抽出工程を共通化できるため，作業効率の向上及び検査の迅速化に寄与し，溶媒使用量の削減により作業者の負担軽減に資する試験法である．

文　　献

1) Jensen, S.: *Ambio*, **1**, 123–131, 1972.
2) 環境省：PCB廃棄物に関するこれまでの経緯, https://www.env.go.jp/policy/hakusyo/h28/html/hj16010304 02.html（2026年10月18日現在．なお本URLは変更または抹消の可能性がある）
3) Graceli, J.B., Sena, G.C., Lopes, P.F.I., *et al.*: *Reprod. Toxicol.*, **36**, 40–52, 2013.
4) Barbosa, K.L., Dettogni, R.S., da Costa, C.S., *et al.*: *Toxicol. Sci.*, **186**, 179–189, 2022.
5) Chen, C., Chen, L., Huang, Q., *et al.*: *Sci. Total Environ.*, **650**, 2527–2534, 2019.

6) 東京都保健医療局：食品汚染調査, https://www.hokeniryo1.metro.tokyo.lg.jp/shokuhin/osen/index.html（2026年10月18日現在．なお本URLは変更または抹消の可能性がある）
7) 大谷陽範，田村康宏，馬場糸子，他：食衛誌，**59**, 183–186, 2018
8) 大谷陽範，田村康宏，佐藤菜緒，他：食衛誌，**61**, 186–191, 2020.
9) 山本純代，大谷陽範，大河内聡子，他：日本薬学会第143年会一般学術発表要旨集，205, 2023.
10) 林　真輝，田村康宏，大谷陽範，他：食衛誌，**61**, 223–228, 2020.
11) 環境省：絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル（第3版），平成23年5月, https://www.env.go.jp/recycle/poly/manual/sim_method-io.pdf（2026年10月18日現在．なお本URLは変更または抹消の可能性がある）
12) 環境省：化学物質環境実態調査実施の手引き（令和 2 年度版）, https://www.env.go.jp/chemi/mat%20tebikir02.pdf（2026年10月18日現在．なお本URLは変更または抹消の可能性がある）
13) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長：食安発第1224第1号，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（通知），平成22年12月24日.
14) European Commission Directorate-General for Health and Food Safety: SANTE/2020/12830 Rev. 2, Guidance Document on Pesticide Analytical Methods for Risk Assessment and Post-approval Control and Monitoring Purposes, 14 February 2023.

利益相反（COI）利益相反はない.

Simultaneous Extraction and Pretreatment of PCBs and Organotin Compounds in Aquatic Foods

Eriko COHCA[a], Sumiyo YAMAMOTO[a], Harunori OTANI[a]. Yuki NISHIDA[a]. Mihoko MORIOKA[a].
Tomoko YOKOYAMA[a], Toshiko SHIMOI[a], and Jin SUZUKI[a]

Researchers at our center have developed analytical methods using an accelerated solvent extractor (ASE) for determining polychlorinated biphenyls (PCBs) and organotin compounds (tributyltin and triphenyltin) in fishery products. These conventional methods require separate extraction of the two compound groups, which increases the solvent consumption and workflow complexity. This study establishes two pretreatment procedures (Method A and Method B) based on previously reported methods and examines the required conditions for simultaneous extraction and cleanup from a common extract. The performances of Methods A and B were evaluated under the Ministry of the Environment's Guidelines for Environmental Surveys of Chemical Substances. Both methods achieved the target quantification limit (10 ng/g) and their recovery-test results met the guidelines' criteria. Method B, with smaller variability among the procedural blanks for PCB analysis than Method A, was selected for further validation. Based on the Ministry of Health, Labour and Welfare's Guidelines for the Validation of Analytical Methods for Residual Pesticides and Related Compounds in Foods, a validation test confirmed that Method B meets the requisite accuracy and precision criteria. Because Method B enables simultaneous extraction of PCBs and organotin compounds and cleanup from a single extract, it improves the workflow efficiency, accelerates the analysis, and reduces the solvent usage, thereby lowering the burden on analysts. The results confirm the suitability of Method B for routine analysis of aquatic foods.

Keywords: accelerated solvent extractor, polychlorinated biphenyls, organotin compound, tributyltin, triphenyltin, simultaneous extraction, aquatic foods

[a] Tokyo Metropolitan Institute of Public Health,
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan