

## フェンチン試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

フェンチン（トリフェニルスズ）  
水酸化トリフェニルスズ  
酢酸トリフェニルスズ  
塩化トリフェニルスズ

### 2. 装置

炎光光度型検出器（スズ用干渉フィルター）付きガスクロマトグラフ（GC-FPD（Sn））  
ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

フェンチン標準品 本品は水酸化トリフェニルスズ98%以上を含み、融点は123℃である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### (1) 豆類及び種実類の場合

試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これに6 mol/L塩酸1 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加え、ホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。ろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これに10%塩化ナトリウム溶液200 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン20 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル40 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸及び*n*-ヘキサン（3：97）混液を加えて溶かし、正確に10 mLとする。

##### (2) 穀類、果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

穀類の場合は、試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

果実、野菜及びハーブの場合は、試料20.0 gを量り採る。

茶及びホップの場合は、試料5.00 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これに6 mol/L塩酸1 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。ろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これに10%塩化ナトリウム溶液200 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸及び*n*-ヘキサン（3：97）混液を加えて溶かし、正確に10 mLとする。

## 2) エチル化

1) で得られた溶液1 mL（茶の場合は2 mL）を採り、3 mol/Lエチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液1 mL（茶の場合は2 mL）を加え、室温で20分間放置する。

これに0.5 mol/L硫酸10 mLを徐々に加え、次いで水10 mLを加えて混和する。この溶液を*n*-ヘキサン10 mL、5 mL及び5 mLで3回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で2 mLに濃縮する。

## 3) 精製

クロマトグラフ管（内径15 mm）に、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、無水硫酸ナトリウム約5 gを積層する。このカラムに2) で得られた溶液を注入した後、*n*-ヘキサン15 mLをカラムに注入する。次いで、エーテル及び*n*-ヘキサン（1：99）混液50 mLを注入し、全溶出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に1 mL（果実、野菜及びハーブの場合は2 mL）としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

酢酸及び*n*-ヘキサン（3：97）混液を用いて、フェンチン標準品の0.02～1 mg/L溶液を数点調製し、4の2) エチル化と同様に操作した後、2 μLをGCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液2 μLをGCに注入し、5の検量線で水酸化トリフェニルスズの含量を求める。水酸化トリフェニルスズの含量に係数0.95を掛けてフェンチンに換算したものを分析値とする。

## 7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

### GC

検出器：FPD (Sn)

カラム：メチルシリコン 内径0.32 mm、長さ25m、膜厚1.0 $\mu$ m

カラム温度：120 $^{\circ}$ C (1分)  $-10^{\circ}$ C/分 $-200^{\circ}$ C $-20^{\circ}$ C/分 $-300^{\circ}$ C (5分)

注入口温度：280 $^{\circ}$ C

検出器温度：300 $^{\circ}$ C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：12~15分

## 9. 定量限界

0.02 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フェンチンを試料から、塩酸酸性下でアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。次いで、穀類、果実、野菜、ハーブ、茶及びホップについてはそのまま、豆類及び種実類についてはアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、エチルマグネシウムブロミドでエチル化する。合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC-FPD (Sn) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

### 2) 注意点

(1) フェンチンの標準品としては、水酸化トリフェニルスズ以外に、酢酸トリフェニルスズ及び塩化トリフェニルスズが市販されている。標準品として酢酸トリフェニルスズ又は塩化トリフェニルスズを使用した場合にもそれぞれ係数を掛けてフェンチンの含量に換算する。

(2) エチルマグネシウムブロミドによるエチル化の後、硫酸を加える際には、激しく発泡するため、徐々に加える。

(3) 本試験法は、酸化フェンブタスズにも適用可能である。但し、抹茶以外の茶については熱湯抽出を行う必要があるため、本法は適用できない。

## 11. 参考文献

厚生労働省監修、食品衛生検査指針 残留農薬編、392~401、2003、(社)日本食品衛生協会

## 12. 類型

