

# 鶏卵中のフィプロニルの分析

## STQ-GC-B1法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



ST-L400

For STQ Method

Sample



Information

水分 : 76.1%  
脂質 : 10.3%  
脂肪酸 : 8.18%  
タンパク質 : 12.3%

前処理フロー

試料 10g 採取

- 水 2mL
- 2ppm混合標準溶液 50μL
- アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

- NaCl (食塩) 2g
- クエン酸3Na2水和物 1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- MgSO<sub>4</sub> (無水硫酸マグネシウム) 4g
- セラミックホモジナイザー

撈拌 (手で振とう 2分間)

遠心分離 (3500rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取 2mL

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

分取 0.5mL = 自動前処理装置 ST-L400

約12分/検体

Smart-SPE C18-50mg : 精製

洗液 アセトニトリル-水 (9/1) 0.6mL

流出液

10%食塩水 20mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

乾燥 (窒素ガス 2分間)

Smart-SPE 連結PSA-30mg : 精製

溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL  
溶出液

1ppmフェナントレンd体+0.1%PEG300/アセトン 20μL

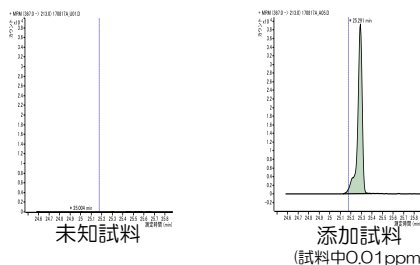
定容 (1mL,アセトン-ヘキサン (15/85) で調整)

GC/MS (LVI-S250大量注入25μL : 試料12.5mg相当)

実験方法

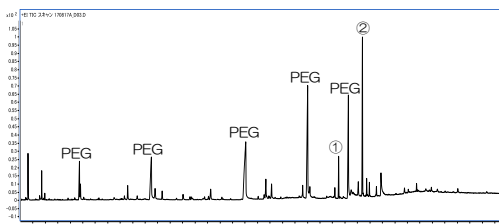
- 粉砕方法 ミルにて全卵を撈拌
- 添加濃度 (試料中) : 0.01ppm
- 最終バイアル中濃度 : 5ppb
- 標準溶液 :
  - PL2005農薬GC/MS MIX-  
No. I, II, III, IV, V, VI, 7
  - \*いずれも林純薬工業製
- 検量線 :
  - PEG共注入標準溶液、直線検量線
  - 1点 : 5ppb
  - 20ppbフェナントレンd体+20ppmPEG  
+混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)
  - \*フェナントレンd体は装置の感度確認(定量値補正せず)
- 測定条件 :
  - Inlet (LVI-S250: AiSTI)  
Insert: Spiral Insert  
Solvent Vent: 0.27min, Purgeflow150mL/min  
Splitless: 4 min  
Inj. Temp: 70°C(0.27min)-120°C/min-  
240°C-50°C/min-290°C (40min)
- GC/MSMS  
(7890B/7000C: Agilent Technologies)  
Column: 0.25 mm i.d.×30 m, df 0.25 μm  
VF-5ms  
Oven: 60°C(4min)-25°C/min-150°C-3°C/min  
-200°C-8°C/min-310°C(8min)  
Carr. gas: He, 1 mL/min  
MS/MS: MRM

MRM Chromatogram



フィプロニル

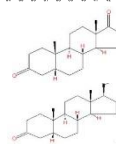
Scan Chromatogram



【夾雑成分】

① Androstane-3,17-dione, (5β)

② Pregnane-3,20-dione, (5β)



フィプロニルの添加回収率

(n=5)

	平均回収率 (%)	RSD (%)
フィプロニル	98	4.7

\* 添加濃度 : 試料中0.01ppm

\* その他の成分については裏面参照

AiSTI SCIENCE

Product

- LVI-S250
- ST-L400
- Smart-SPE C18-50
- Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8341  
和歌山市黒田120-6 アソト黒田2F  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011  
www.aisti.co.jp

Table with 5 columns: No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%). It lists various chemical compounds and their corresponding recovery rates and RSD values across multiple columns.

\*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用

\*添加回収率はn=5の平均値

\*添加濃度：試料中0.01ppm