

# 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

### 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

- 粉碎方法 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 : \*いずれも林純薬工業製
- PL2005農薬GC/MS MIX- No. I, II, III, IV, V, VI, 7
- 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 :
- 使用機器 :



GCMS-TQ8040 (島津製作所)

- 注入口 : LVI-S250 (アイスティサイエンス)
- 注入口昇温条件  
70°C (0.1min) → 120°C/min → 240°C (0min) → 50°C/min → 290°C (26min)
- 注入量 : 25 μL
- カラム : Rxi-5Sil MS  
0.25 mm I.D. × 30 m df : 0.25 μm
- GC昇温条件 :  
60°C (4min) → 25°C/min → 125 (0min) → 10°C/min → 310°C (8min)
- 注入モード : 大量注入法
- 溶媒排出流量 : 150 mL/min
- 溶媒排出圧力 : 70 kPa
- 溶媒排出総時間 : 0.16 min
- イオン源温度 : 250°C
- GCITF温度 : 290°C
- MS条件 : MRM
- GC/MS残留農薬分析用データベース  
Smart Pesticides Database

### Sample



### Information

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

### フィプロニルの添加回収率

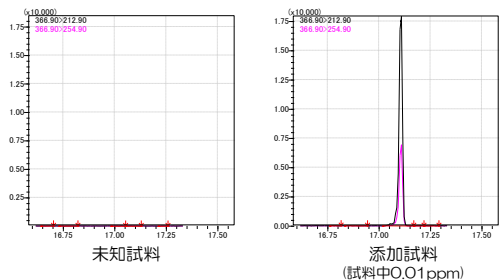
(n=5)

	平均回収率 (%)	RSD (%)
フィプロニル	102	2.8

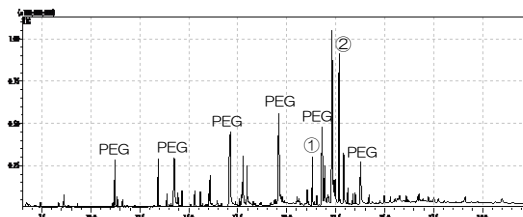
\* 添加濃度 : 試料中0.01ppm

\* その他の成分については裏面参照

### MRM Chromatogram



### Scan Chromatogram



【夾雑成分】

① Androstane-3,17-dione, (5β)

② Pregnane-3,20-dione, (5β)



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 アート黒田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 (%). Rows list various chemical compounds and their recovery rates and standard deviations.

\* 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