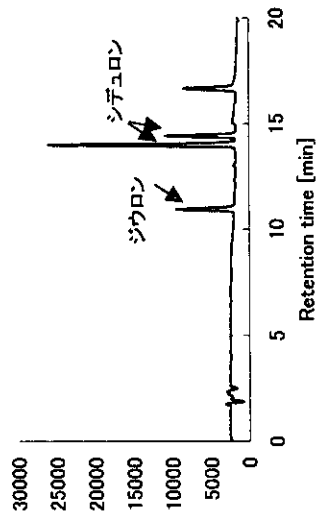
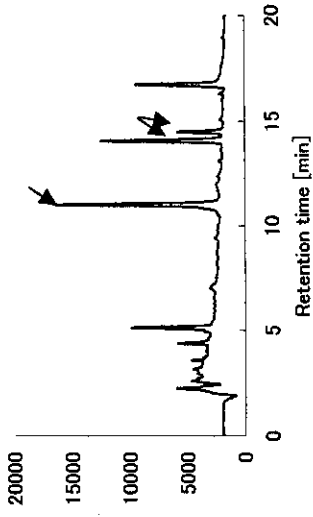


2. 8. 2 Diuron, Siduronの検討結果
精製水への添加回収実験



水道水への添加回収実験



河川水への添加回収実験

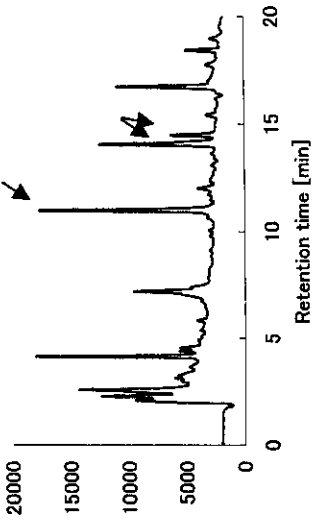


図2. 8. 10 PS2を用いた結果

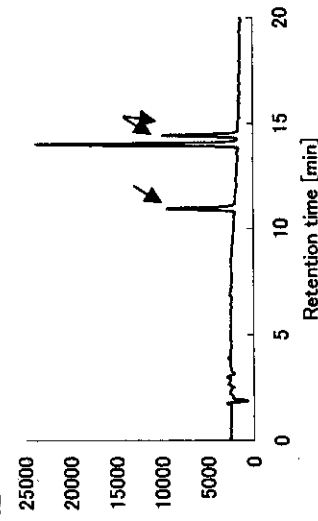


図2. 8. 11 PS2を用いた結果

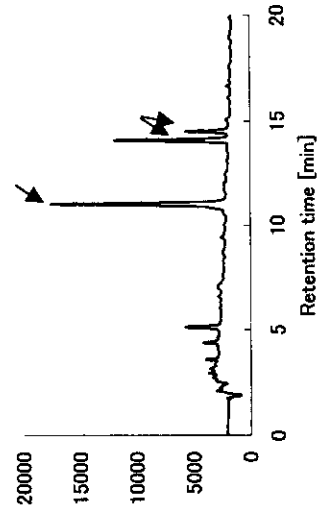


図2. 8. 12 PS2を用いた結果

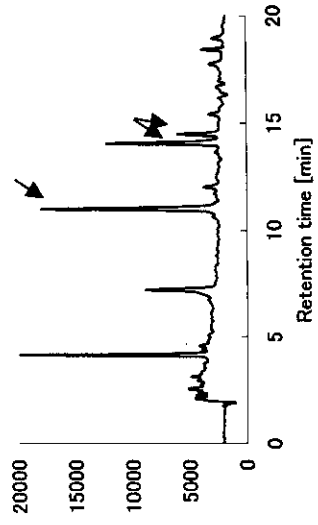


図2. 8. 13 C18を用いた場合

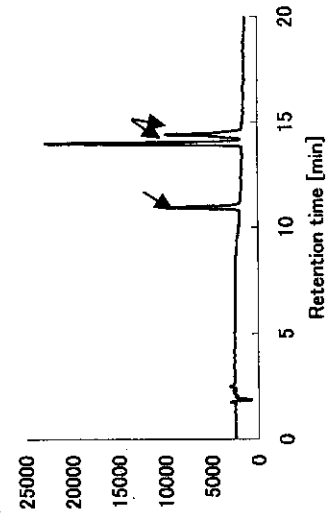


図2. 8. 14 C18を用いた場合

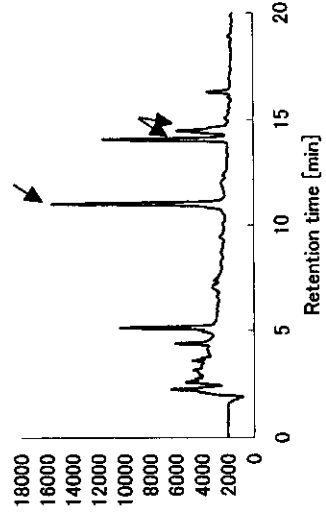


図2. 8. 15 C18を用いた場合

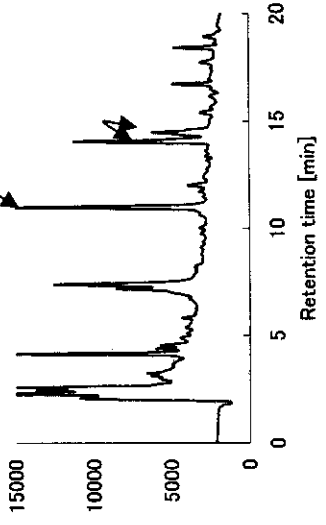


図2. 8. 16 Oasisを用いた場合

図2. 8. 17 Oasisを用いた場合

図2. 8. 18 Oasisを用いた場合

2. 8. 3 Flazasulfuronの検討結果

精製水への添加回収実験

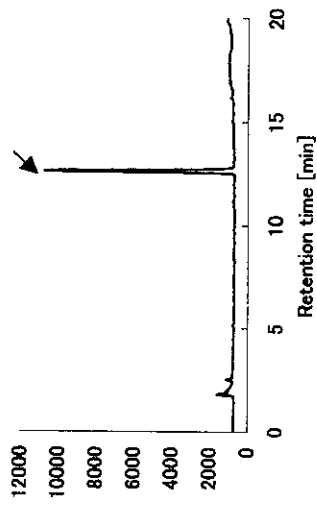


図2. 8. 19 PS2を用いた結果

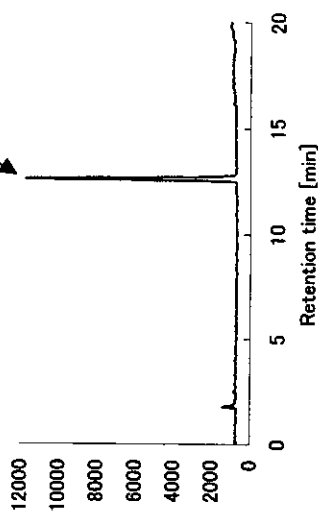


図2. 8. 22 C18を用いた場合

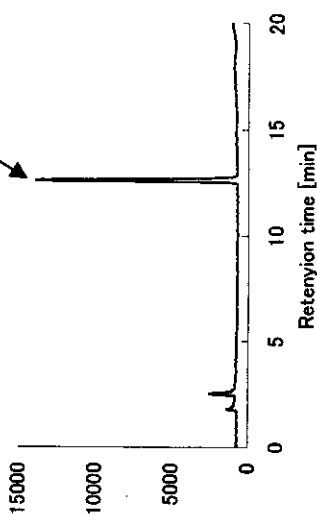


図2. 8. 25 Oasisを用いた場合

水道水への添加回収実験

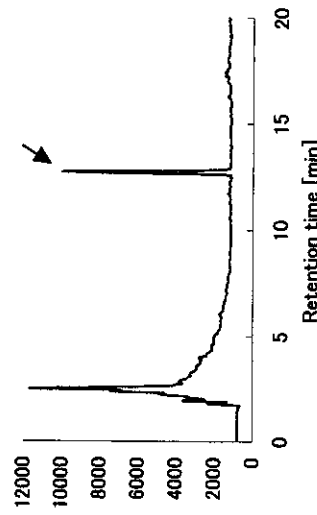


図2. 8. 20 PS2を用いた結果

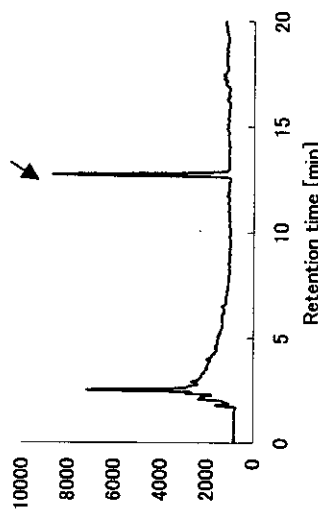


図2. 8. 23 C18を用いた場合

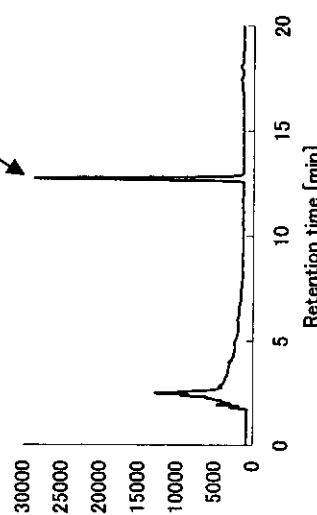


図2. 8. 26 Oasisを用いた場合

河川水への添加回収実験

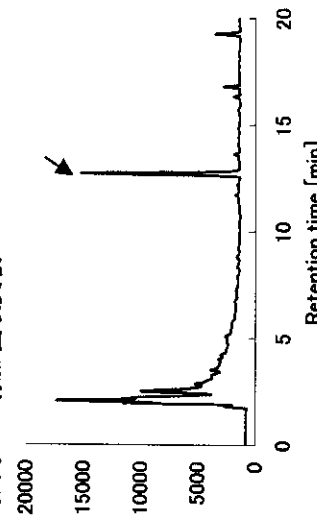


図2. 8. 21 PS2を用いた結果

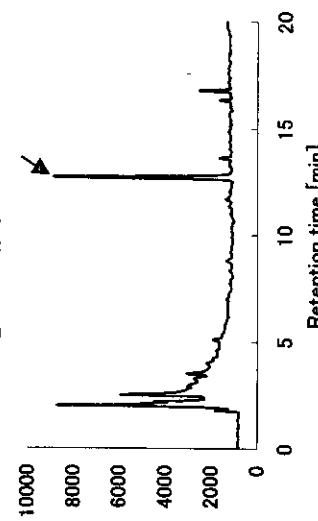


図2. 8. 24 C18を用いた場合

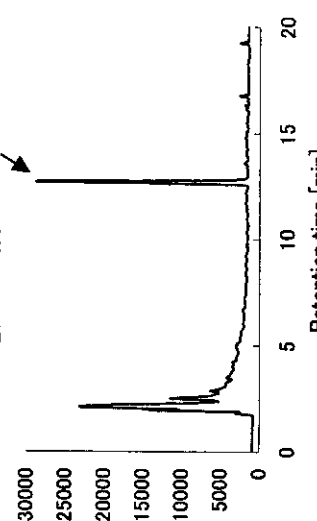


図2. 8. 27 Oasisを用いた場合

2. 8. 4 Halosulfuron methylの検討結果

精製水への添加回収実験

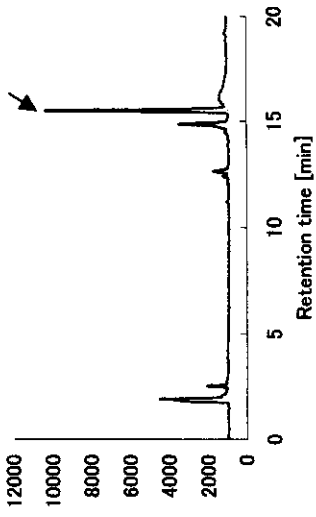


図2. 8. 28 PS2を用いた結果

水道水への添加回収実験

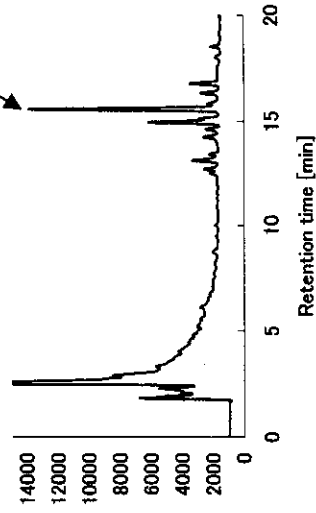


図2. 8. 29 PS2を用いた結果

河川水への添加回収実験

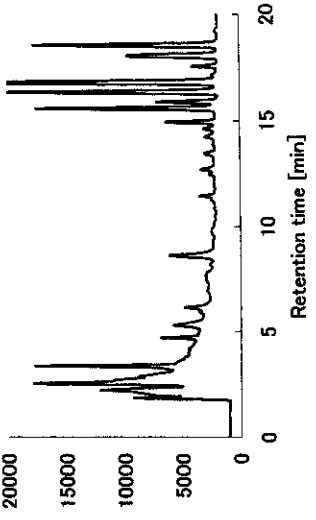


図2. 8. 30 PS2を用いた結果

精製水への添加回収実験

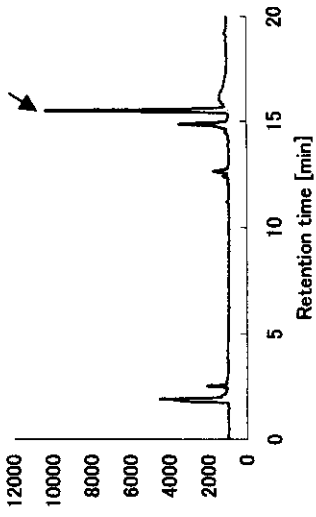


図2. 8. 31 C18を用いた場合

水道水への添加回収実験

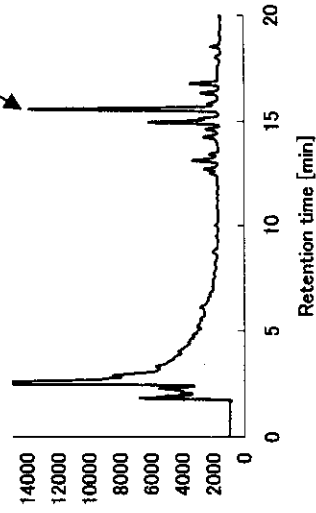


図2. 8. 32 C18を用いた場合

河川水への添加回収実験

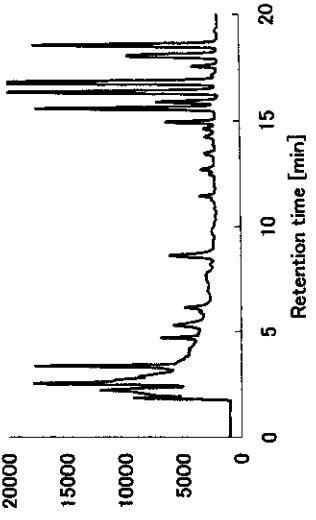


図2. 8. 33 C18を用いた場合

精製水への添加回収実験

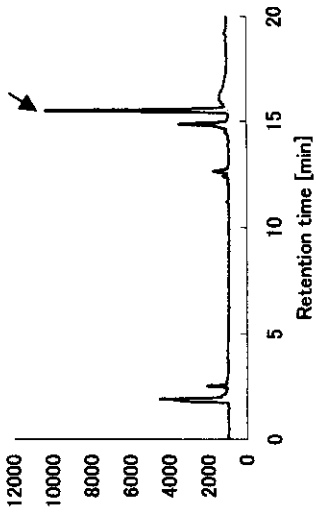


図2. 8. 34 Oasisを用いた場合

水道水への添加回収実験

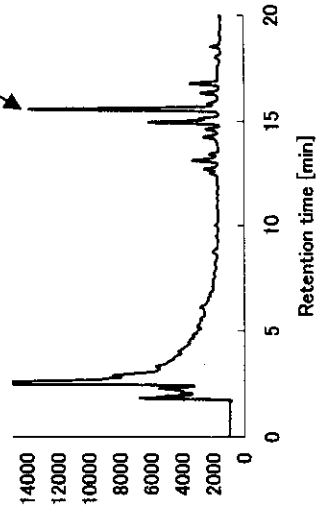


図2. 8. 35 Oasisを用いた場合

河川水への添加回収実験

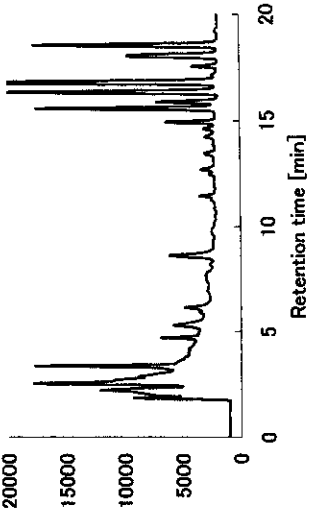
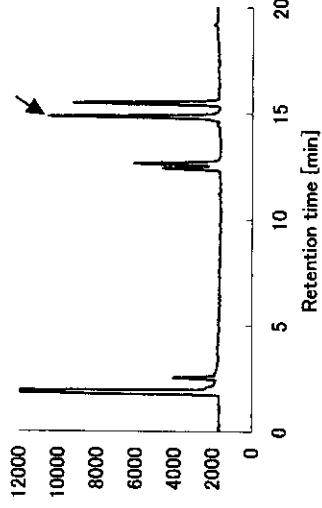


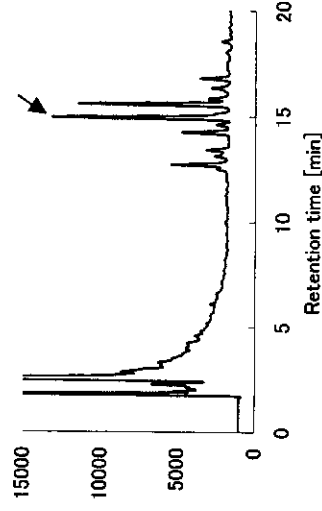
図2. 8. 36 Oasisを用いた場合

2. 8. 5 Pylazosulfuron ethylの検討結果

精製水への添加回収実験



水道水への添加回収実験



河川水への添加回収実験

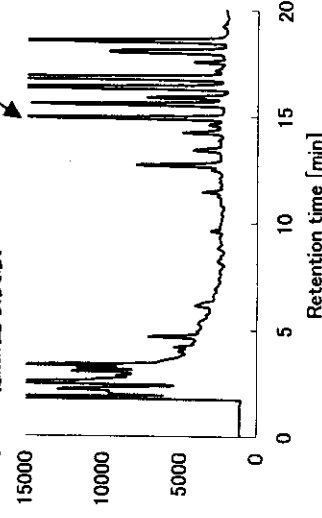


図2. 8. 37 PS2を用いた結果

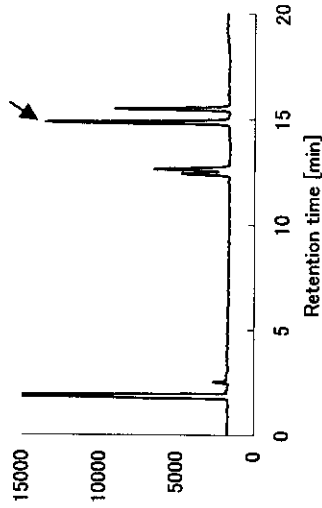


図2. 8. 38 PS2を用いた結果

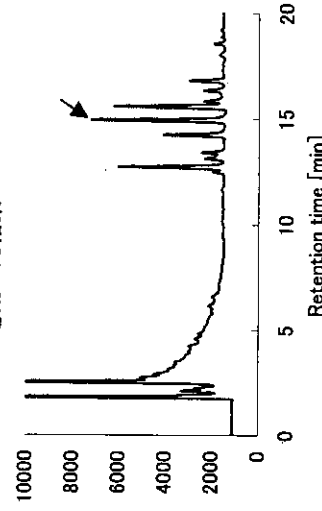


図2. 8. 39 PS2を用いた結果

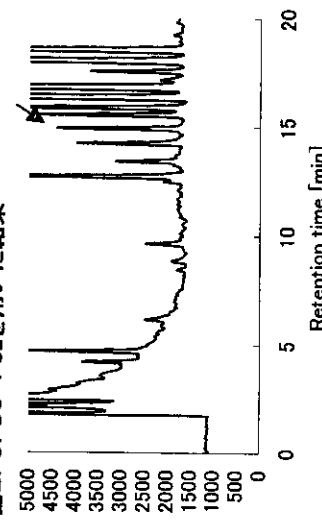


図2. 8. 40 C18を用いた結果

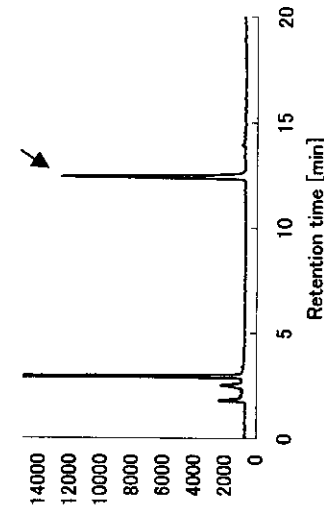


図2. 8. 41 C18を用いた結果

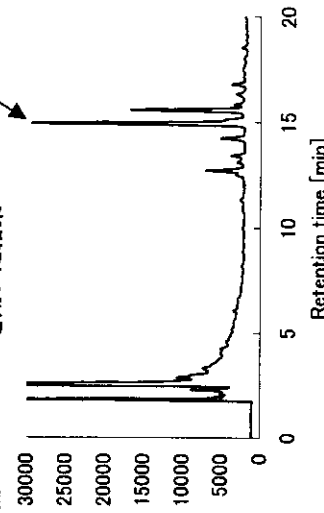


図2. 8. 42 C18を用いた結果

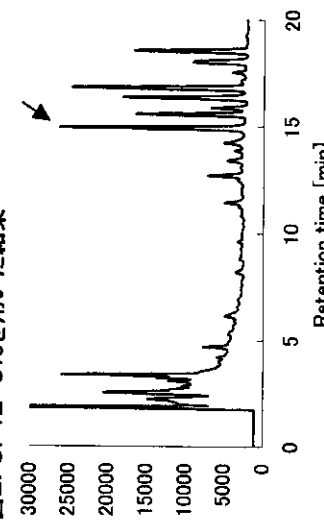
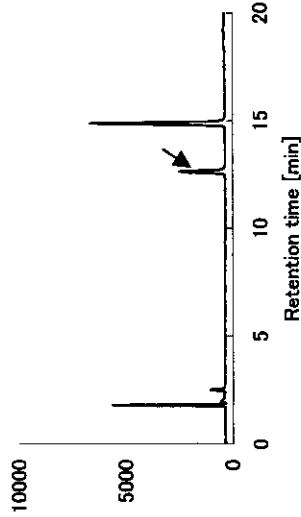


図2. 8. 43 Oasisを用いた結果

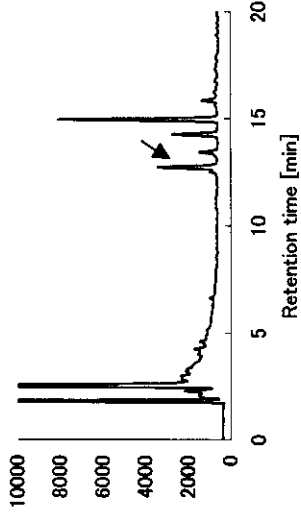
図2. 8. 44 Oasisを用いた結果

図2. 8. 45 Oasisを用いた結果

2. 8. 6 Imazosulfuronの検討結果
精製水への添加回収実験



水道水への添加回収実験



河川水への添加回収実験

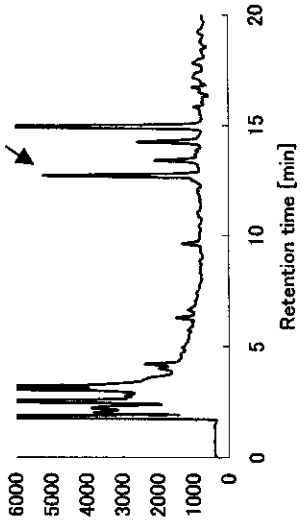


図2. 8. 46 PS2を用いた結果

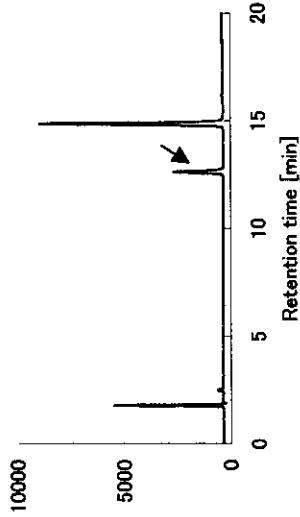


図2. 8. 47 PS2を用いた結果

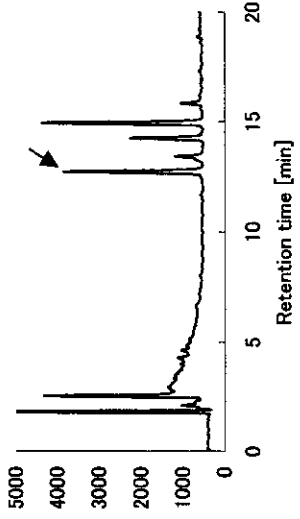


図2. 8. 48 PS2を用いた結果

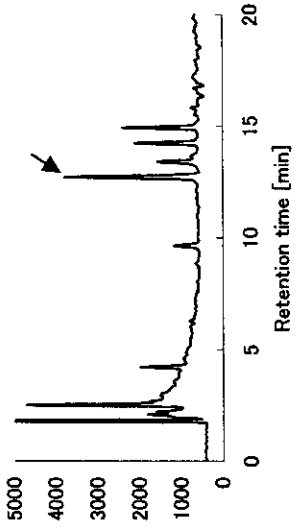


図2. 8. 49 C18を用いた結果

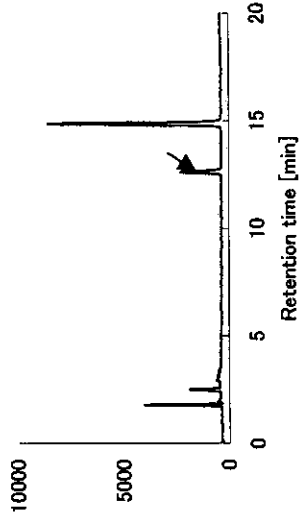


図2. 8. 50 C18を用いた結果

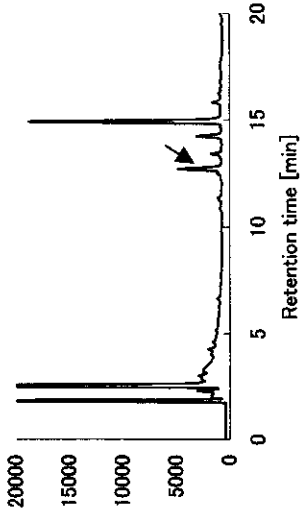


図2. 8. 51 C18を用いた結果

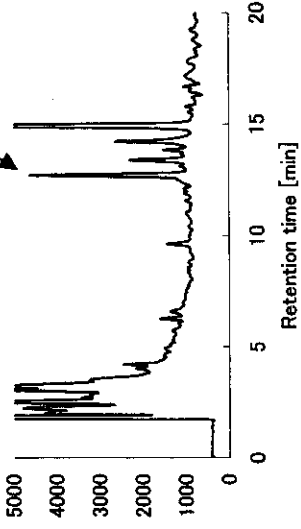


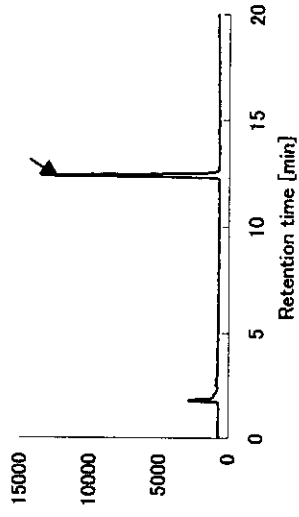
図2. 8. 52 Oasisを用いた結果

図2. 8. 53 Oasisを用いた結果

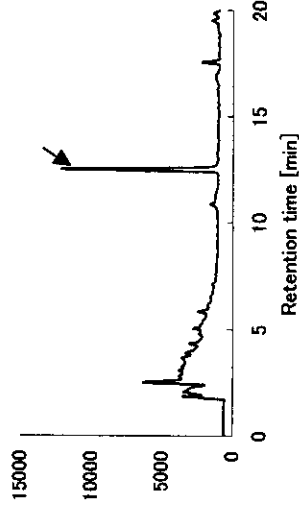
図2. 8. 54 Oasisを用いた結果

2. 8. 7 Bensulfuron methylの検討結果

精製水への添加回収実験



水道水への添加回収実験



河川水への添加回収実験

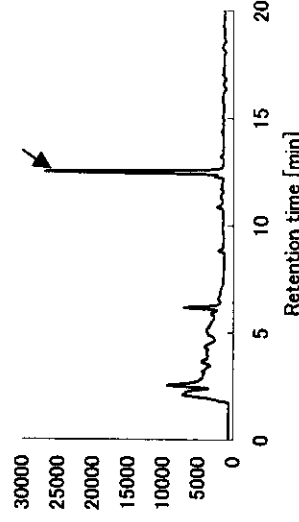


図2. 8. 55 PS2を用いた結果

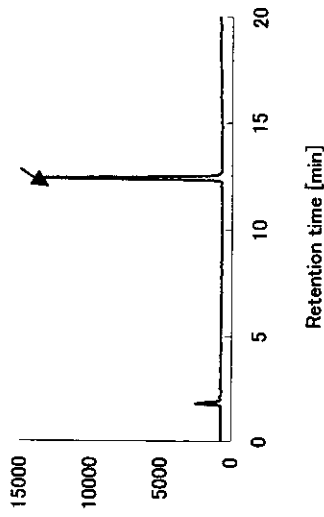


図2. 8. 56 PS2を用いた結果

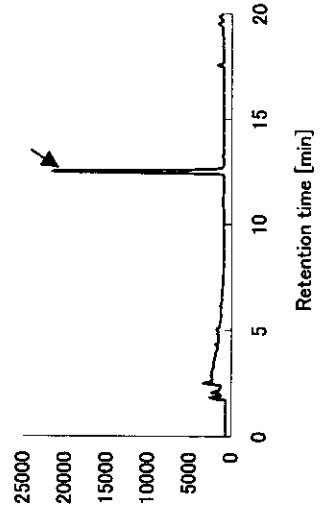


図2. 8. 57 PS2を用いた結果

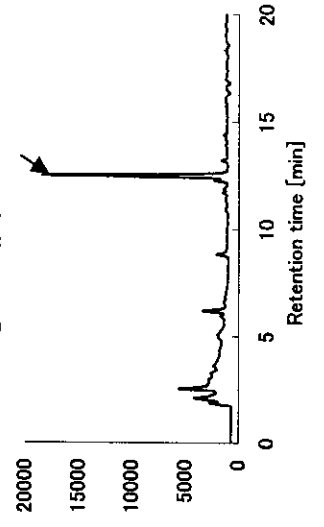


図2. 8. 58 C18を用いた結果

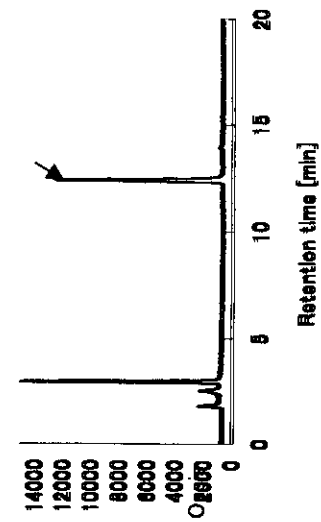


図2. 8. 59 C18を用いた結果

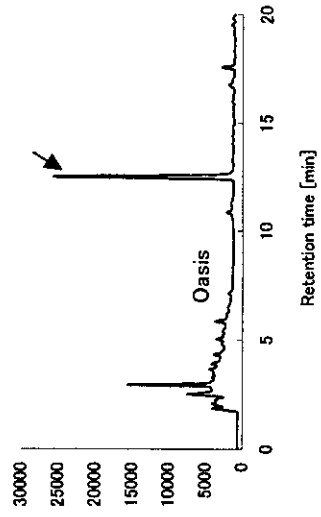


図2. 8. 60 C18を用いた結果

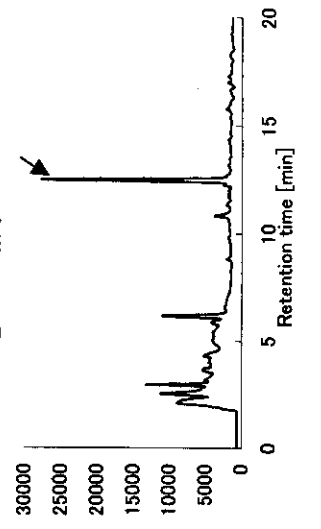


図2. 8. 61 Oasisを用いた結果

図2. 8. 62 Oasisを用いた結果

図2. 8. 63 Oasisを用いた結果

2. 8. 8 一斉分析の検討結果
精製水への添加回収実験

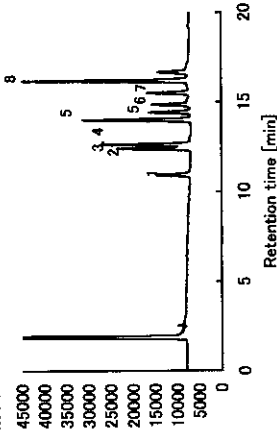


図2. 8. 64 PS2を用いた結果

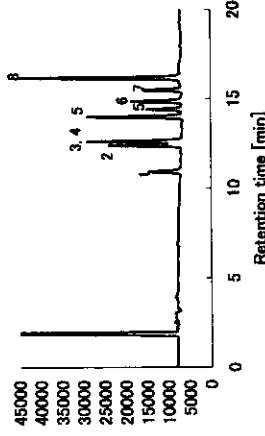


図2. 8. 68 C18を用いた場合

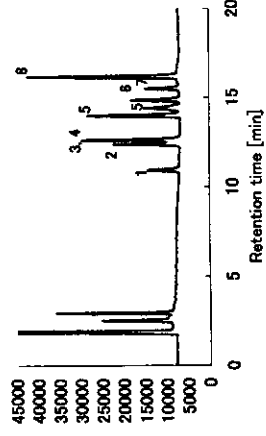


図2. 8. 70 Oasisを用いた場合

水道水への添加回収実験

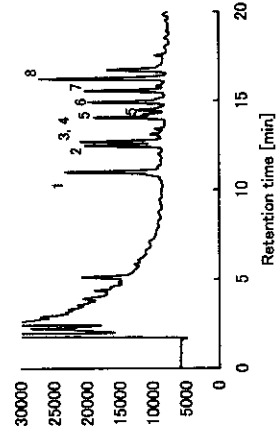


図2. 8. 65 PS2を用いた結果

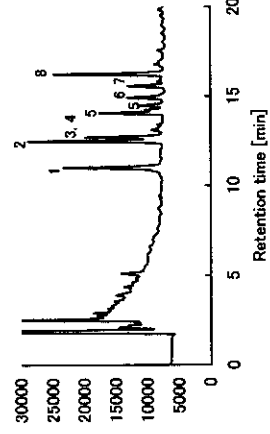


図2. 8. 68 C18を用いた場合

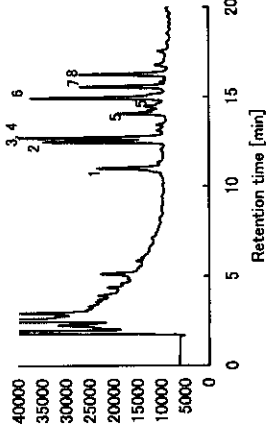


図2. 8. 71 Oasisを用いた場合

河川水への添加回収実験

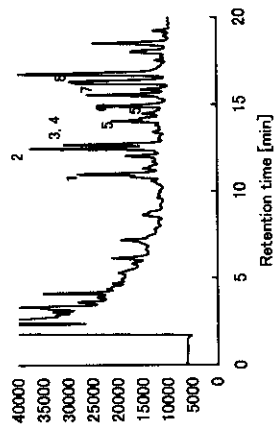


図2. 8. 66 PS2を用いた結果

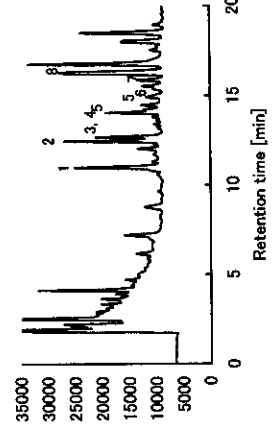


図2. 8. 69 C18を用いた場合

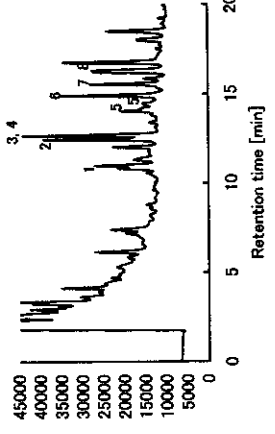


図2. 8. 72 Oasisを用いた場合

カラム: ZORBAX Eclipse XDB-C18(4.6 × 250mm 粒子径5µm)

流速: 1.0 mL/min

カラム温度: 40°C

移動相: solvent A 0.15%CH₃COOH

Time(min)	solv. A	solv. B
5	60	40
20	20	80
30	20	80

MS

装置: Agilent 1100 LC/MSD SL

イオン化法: ESI

ネブライザー: N₂(60psi)

乾燥ガス: N₂(10L/min, 350°C)

測定モード: SIM

イマズスルフロロン(m/z: 415)

ピラソスルフロロンエチル(m/z: 415, 437)

フラザスルフロロン(m/z: 408, 409)

ハロスルフロロンメチル(m/z: 435, 457)

シテュロン(m/z: 233, 255)

ダイムロン(m/z: 289.1, 291.1)

シケロン(m/z: 233, 255)

1: ジケロン; 2: ベンスルフロロンメチル; 3: イマズスルフロロン;
4: フラザスルフロロン; 5: シテュロン; 6: ピラソスルフロロンエチル;
7: ハロスルフロロンメチル; 8: ダイムロン

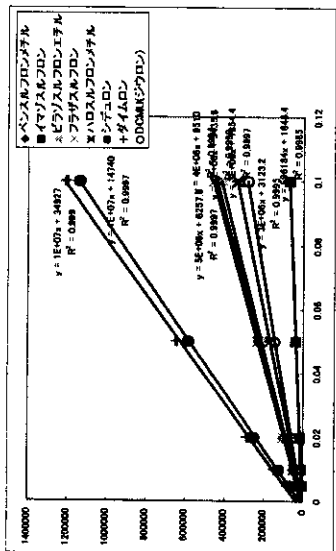


図2.8.73 観測水への添加回収率

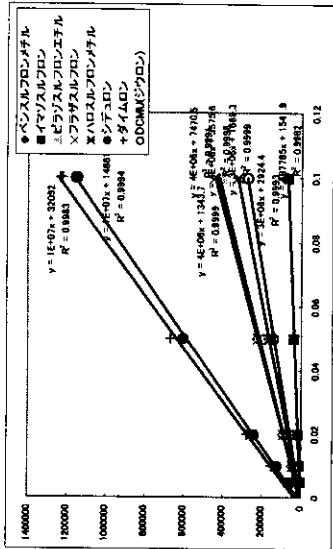


図2.8.74 水道水または河川水への添加回収率(その1)

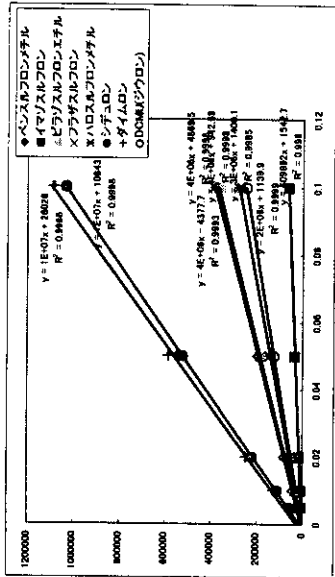


図2.8.75 水道水または河川水への添加回収率(その2)

表2.8.1 観測水への各農薬の添加回収率の回収率

農薬名	0.02リットル添加回収		0.04リットル添加回収			
	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)		
ベンズルプロロンメチル	PS2	89.3	1.6	PS2	104.3	0.6
	C18	94.4	0.6	C18	102.8	1.0
	Oasis	105.0	2.7	Oasis	86.1	1.4
イマズスルフロロン	PS2	75.3	0.4	PS2	103.0	3.1
	C18	80.7	5.3	C18	106.7	2.4
	Oasis	90.3	0.4	Oasis	90.9	3.0
ピラリスルフロロンエチル	PS2	42.2	4.3	PS2	71.3	1.3
	C18	89.5	1.8	C18	97.0	0.4
	Oasis	105.6	0.3	Oasis	90.5	1.7
フラザスルフロロン	PS2	79.1	2.0	PS2	63.9	1.0
	C18	67.4	1.3	C18	70.9	0.3
	Oasis	67.5	1.7	Oasis	67.7	0.4
ハロスルフロロンメチル	PS2	69.6	2.8	PS2	107.9	3.5
	C18	94.3	5.6	C18	102.4	1.2
	Oasis	103.3	2.4	Oasis	95.5	3.2
シテュロン	PS2	99.5	1.4	PS2	111.9	0.8
	C18	93.5	0.6	C18	104.0	0.4
	Oasis	122.3	2.2	Oasis	110.1	1.1
ダイムロン	PS2	96.1	1.9	PS2	116.2	1.7
	C18	93.5	1.6	C18	112.6	0.9
	Oasis	102.9	3.8	Oasis	104.3	0.5
ジクロロ(DCMU)	PS2	85.8	2.2	PS2	83.7	0.5
	C18	86.4	3.0	C18	83.7	0.3
	Oasis	85.4	2.7	Oasis	89.9	0.3

表2.8.2 水道水または河川水への各農薬の添加回収率の回収率(その1)

農薬名	水道水への添加回収		河川水への添加回収			
	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)		
ベンズルプロロンメチル	PS2	36.3	0.3	PS2	50.4	1.3
	C18	50.0	1.0	C18		
	Oasis	91.9	0.9	Oasis	105.5	2.0
イマズスルフロロン	PS2	44.9	2.8	PS2	67.9	1.3
	C18	50.7	5.0	C18	40.7	18.8
	Oasis	76.4	3.3	Oasis	67.9	8.8
ピラリスルフロロンエチル	PS2	60.1	1.7	PS2	33.8	5.2
	C18	30.4	2.6	C18	7.8	11.3
	Oasis	162.2	0.3	Oasis	97.9	0.8
フラザスルフロロン	PS2	26.5	0.2	PS2	42.7	1.5
	C18	24.1	3.0	C18	29.7	4.8
	Oasis	101.9	0.3	Oasis	112.0	1.9
ハロスルフロロンメチル	PS2	74.9	0.6	PS2	83.0	0.8
	C18	61.7	1.6	C18	33.8	4.7
	Oasis	91.9	1.9	Oasis	113.3	1.2
シテュロン	PS2	99.4	1.0	PS2	98.3	2.1
	C18	90.0	1.0	C18	86.7	4.8
	Oasis	108.6	2.1	Oasis	103.2	2.7
ダイムロン	PS2	88.6	2.4	PS2	89.3	0.6
	Oasis	89.6	5.0	Oasis	86.3	0.8
	PS2	148.2	1.6	PS2	131.0	0.5
ジクロロ(DCMU)	C18	133.2	1.0	C18	196.3	1.1
	Oasis	127.2	2.0	Oasis	82.1	11.0

表2.8.3 水道水または河川水への各農薬の添加回収率の回収率(その2)

農薬名	水道水への添加回収		河川水への添加回収			
	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)		
ベンズルプロロンメチル	PS2	38.4	1.0	PS2	95.2	0.8
	C18	71.5	1.1	C18	63.5	0.6
	Oasis	80.1	1.0	Oasis	92.5	0.7
イマズスルフロロン	PS2	80.8	3.1	PS2	98.4	1.6
	C18	73.1	5.3	C18	74.9	0.9
	Oasis	89.1	0.5	Oasis	82.1	3.4
ピラリスルフロロンエチル	PS2	47.7	5.0	PS2	45.2	1.6
	C18	20.7	2.1	C18	30.0	2.1
	Oasis	112.8	1.6	Oasis	88.3	0.6
フラザスルフロロン	PS2	34.0	1.5	PS2	52.1	0.5
	C18	29.5	0.3	C18	29.9	0.2
	Oasis	100.6	0.9	Oasis	89.2	0.4
ハロスルフロロンメチル	PS2	57.5	9.0	PS2	43.9	11.9
	C18	29.1	1.8	C18	17.7	2.1
	Oasis	83.0	2.5	Oasis	83.4	2.9
シテュロン	PS2	85.2	2.7	PS2	107.3	3.3
	C18	82.7	1.6	C18	91.7	1.7
	Oasis	104.9	3.8	Oasis	106.9	0.6
ダイムロン	PS2	89.1	3.0	PS2	75.9	0.9
	C18	95.4	3.3	C18	71.2	4.1
	Oasis	97.2	2.0	Oasis	61.7	1.6
ジクロロ(DCMU)	PS2	123.2	2.2	PS2	124.4	2.2
	C18	130.7	1.1	C18	133.2	3.4
	Oasis	115.3	0.8	Oasis	106.8	6.2

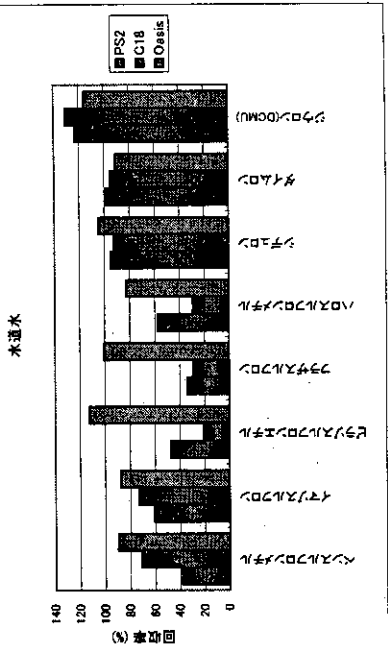


図 2. 8. 78 水道水における各農薬の添加回収実験における回収率

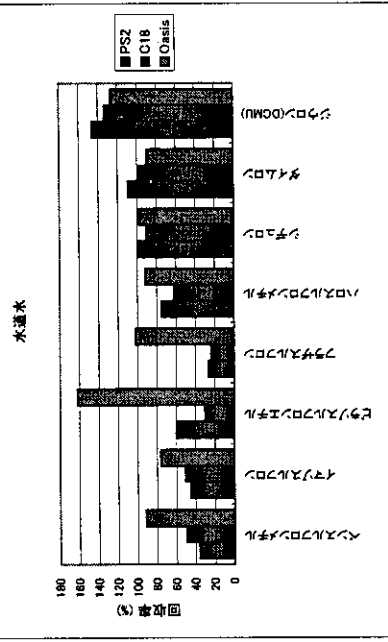


図 2. 8. 77 水道水における各農薬の添加回収実験における回収率

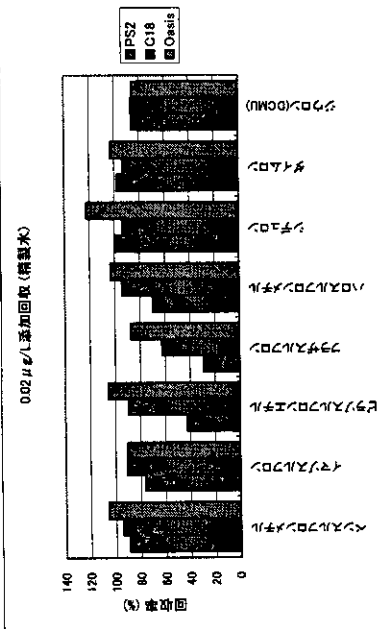


図 2. 8. 76 精製水における各農薬の添加回収実験における回収率

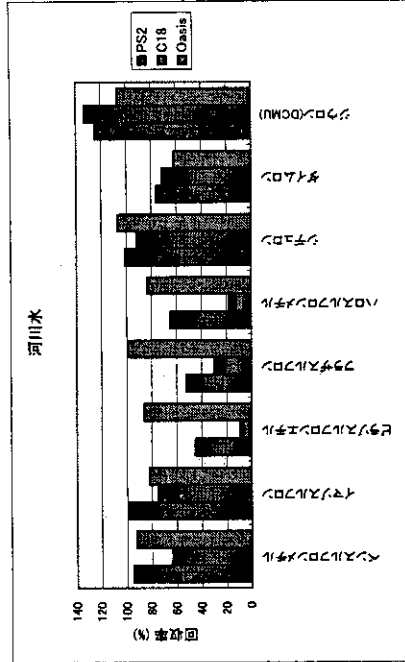


図 2. 8. 81 河川水における各農薬の添加回収実験における回収率

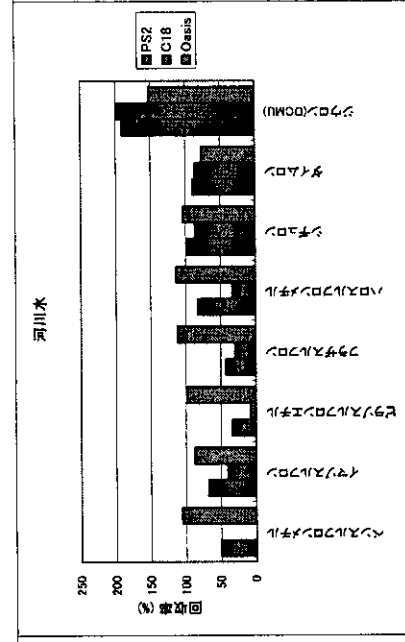


図 2. 8. 80 河川水における各農薬の添加回収実験における回収率

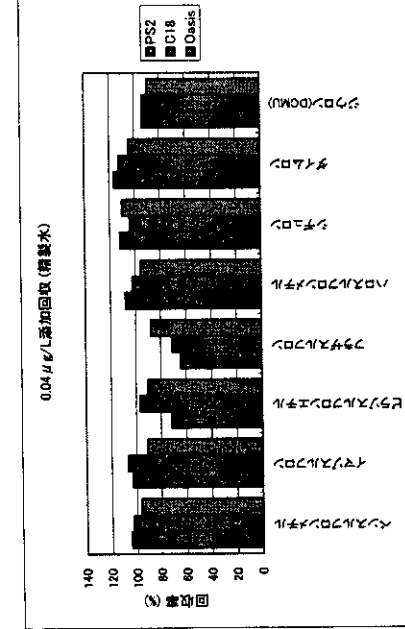


図 2. 8. 79 精製水における各農薬の添加回収実験における回収率

2.9 その他の農薬の検討結果-1

2.9.1 Cartapの検討結果

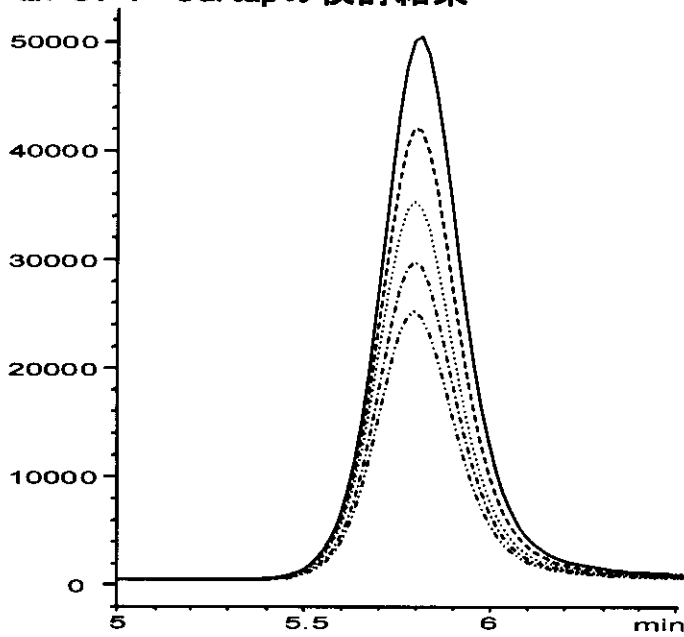


図2.9.1 Cartapのクロマトグラム

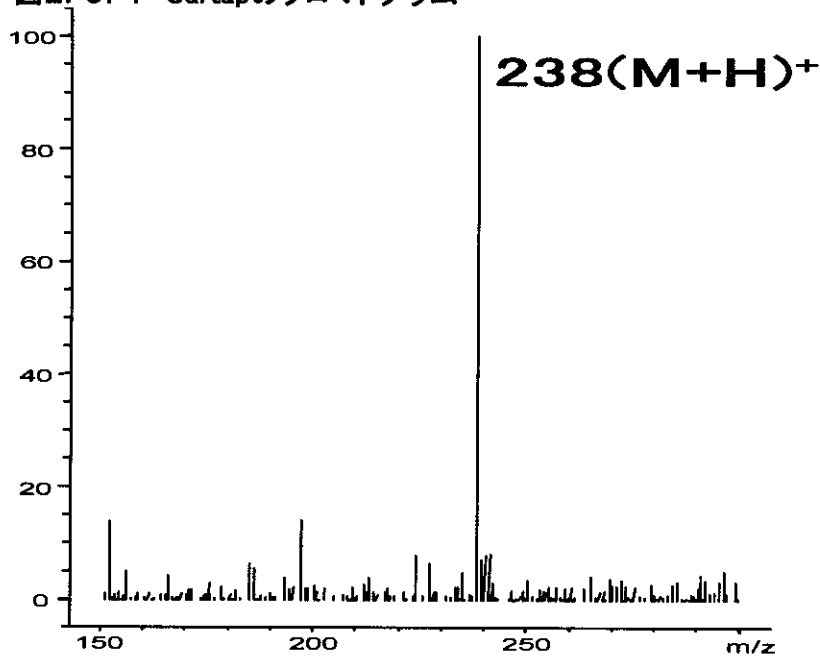


図2.9.2 Cartapのマスペクトル

表2.9.1 Cartapの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2μg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	238 (Pos)	SIM 10 μL

2. 9. 2 Methoxyfenzideの検討結果

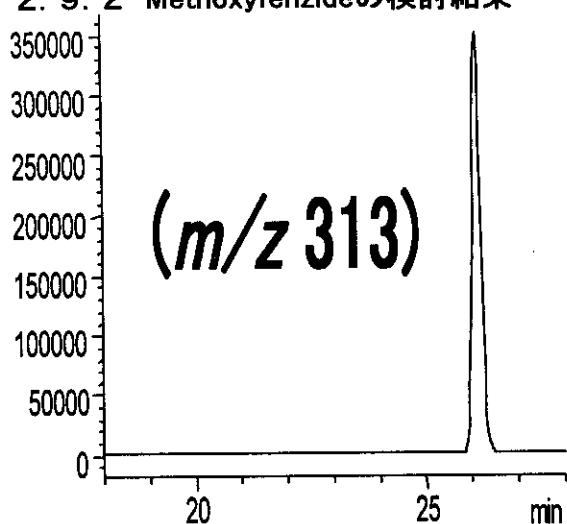


図2. 9. 3 Methoxyfenzideのクロマトグラム

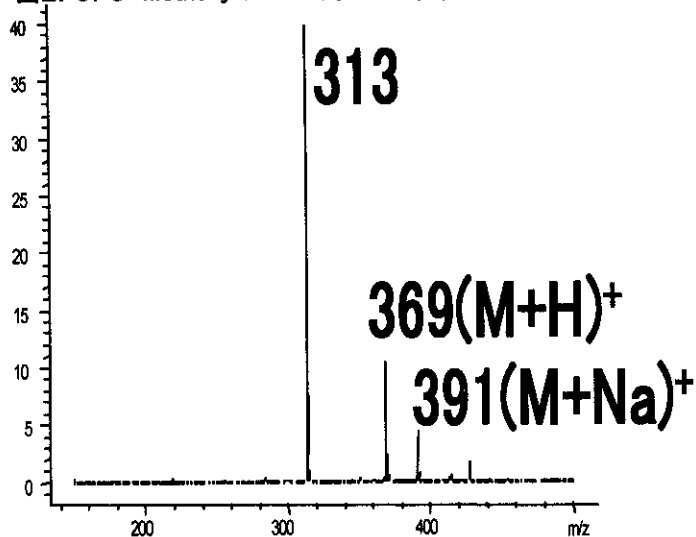


図2. 9. 4 Methoxyfenzideのマスペクトル

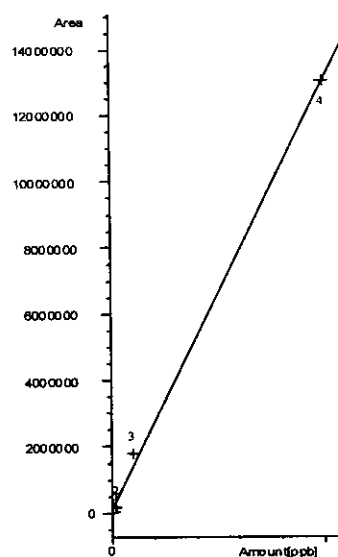
表2. 9. 2 Methoxyfenzideの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
45 Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
100 Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	313(pos. 100V)	SIM 10 μL



濃度—面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数:0.99928

図2. 9. 5 Methoxyfenzideの検量線

2. 9. 3 Thioclopridの検討結果

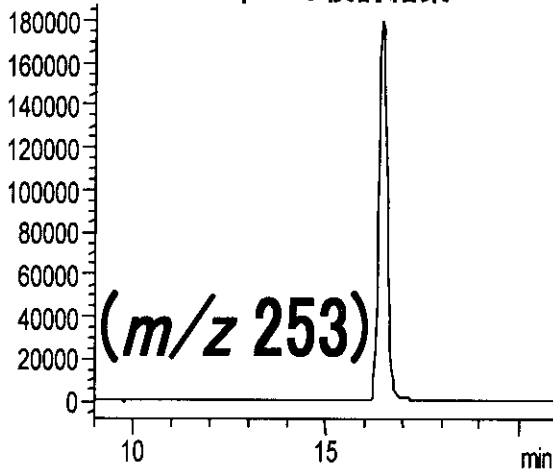


図2. 9. 6 Thioclopridのクロマトグラム

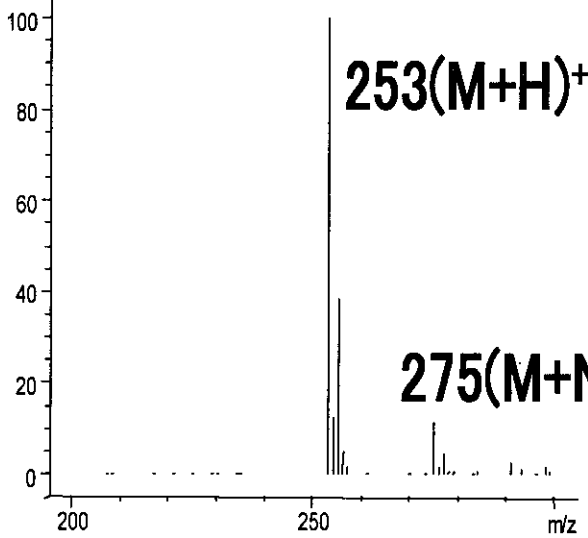


図2. 9. 7 Thioclopridのマスペクトル

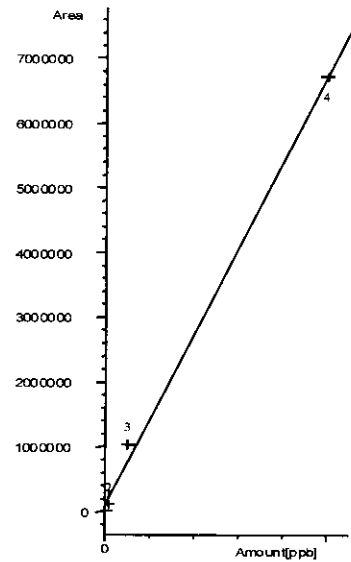
表2. 9. 3 Thioclopridの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	253(pos. 100V)	SIM 10 μL



濃度—面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数:0.99857

図2. 9. 8 Thioclopridの検量線

2.9.4 Pyroquilonの検討結果

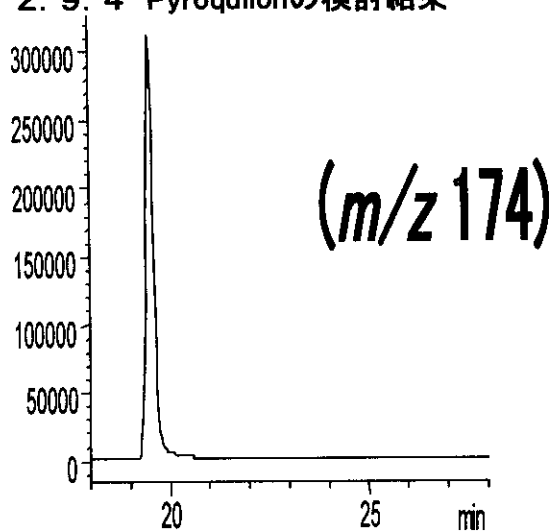


図2.9.9 Pyroquilonのクロマトグラム

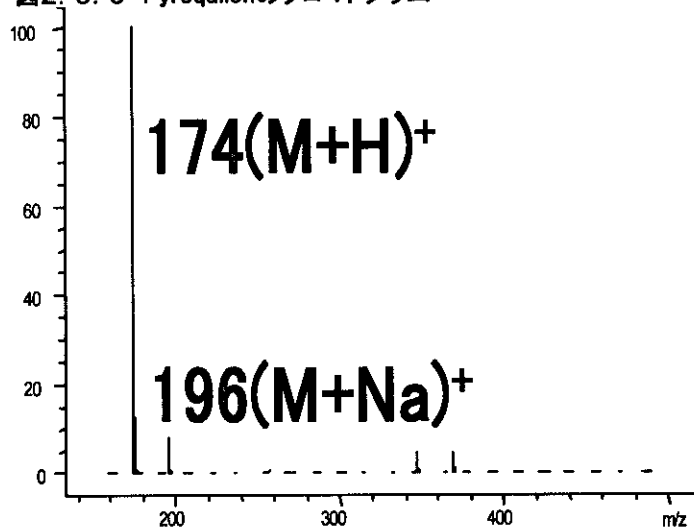


図2.9.10 Pyroquilonのマスペクトル

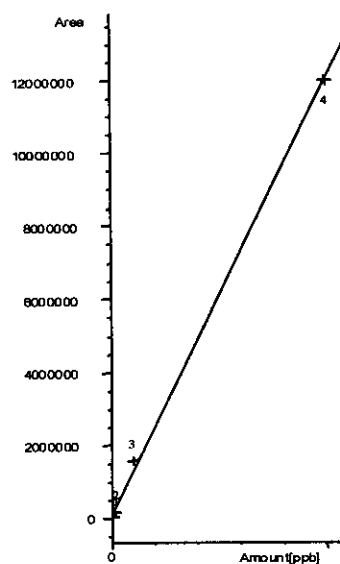
表2.9.4 Pyroquilonの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
45 Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
100 Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	174(pos. 150V)	SIM 10 μL



濃度-面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数: 0.99949

図2.9.11 Pyroquilonの検量線

2. 9. 5 Quinoclamineの検討結果

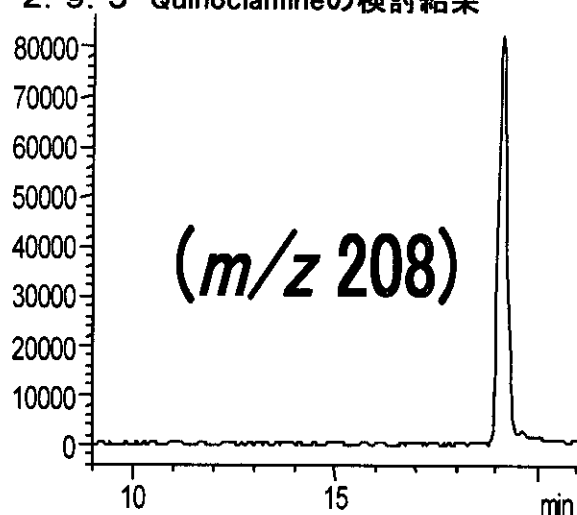


図2. 9. 12 Quinoclamineのクロマトグラム

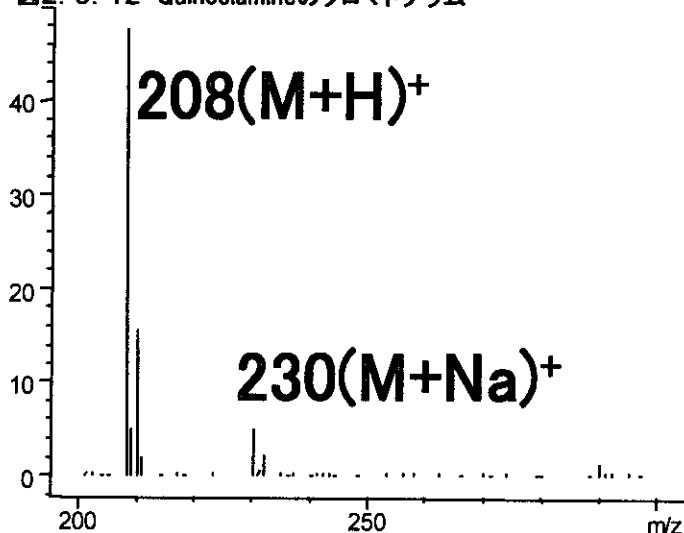


図2. 9. 13 Quinoclamineのマスペクトル

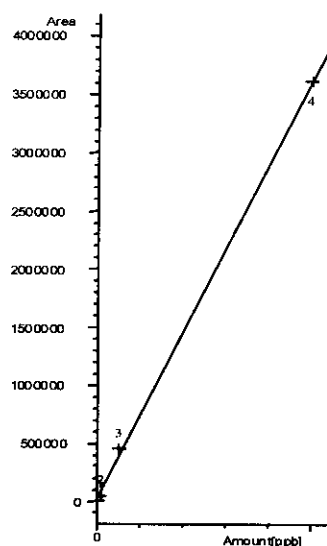
表2. 9. 5 Quinoclamineの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	208(pos. 150V)	SIM 10 μL



濃度-面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数: 0.99968

図2. 9. 14 Quinoclamineの検量線

2.9.6 Bentazoneの検討結果

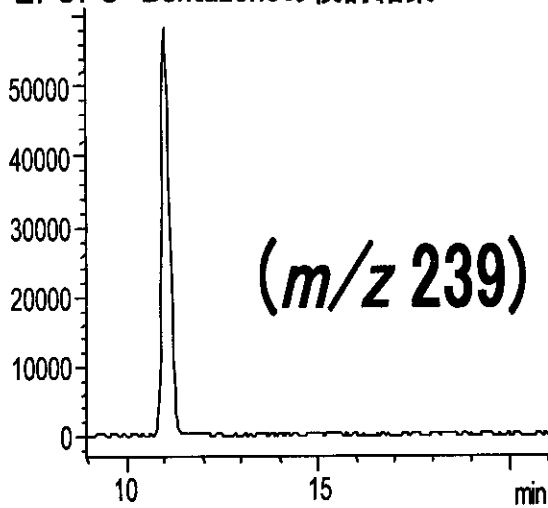


図2.9.15 Bentazoneのクロマトグラム

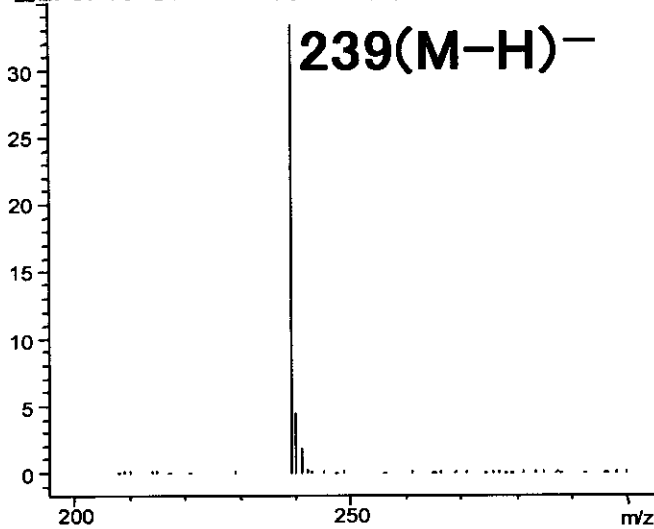


図2.9.16 Bentazoneのマスペクトル

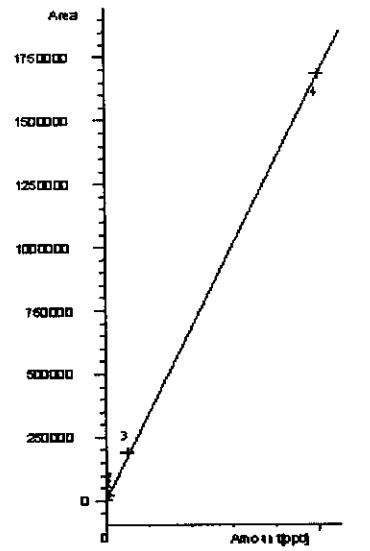
表2.9.6 Bentazoneの分析条件

HPLC

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
45 Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
100 Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	239(neg. 150V)	SIM 10 μL



濃度—面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数:0.99994

図2.9.17 Bentazoneの検量線

2. 9. 7 Benzobicyclonの検討結果

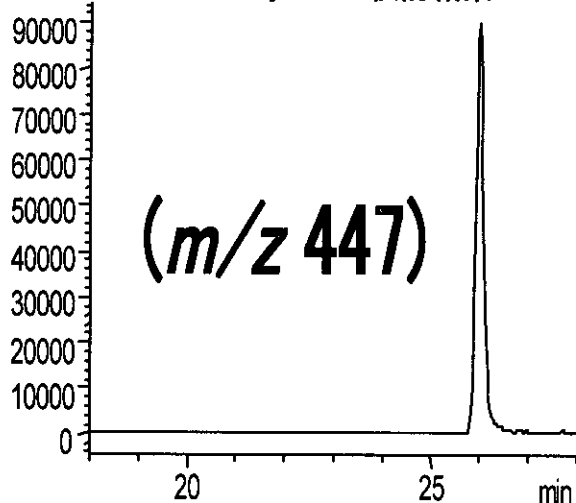


図2. 9. 18 Benzobicyclonのクロマトグラム

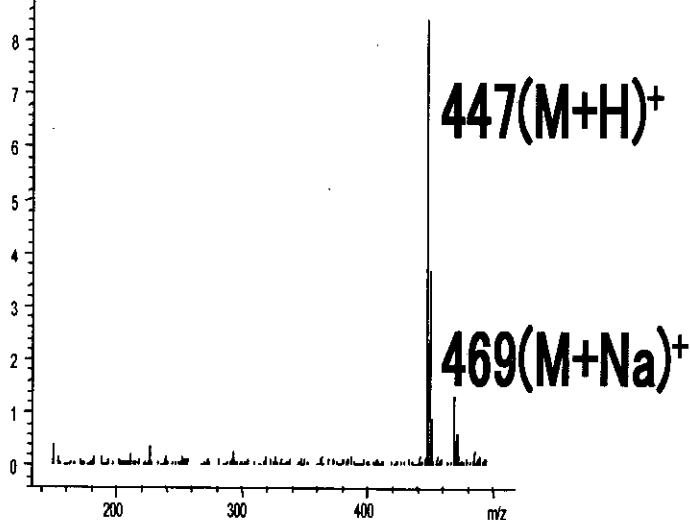


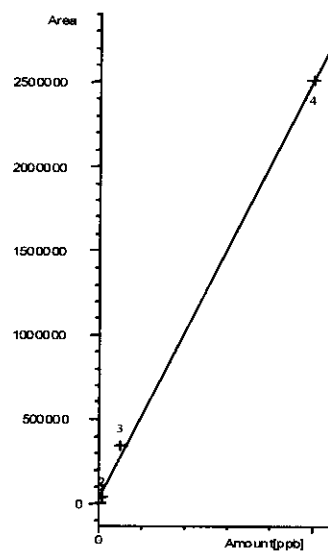
図2. 9. 19 Benzobicyclonのマスペクトル

表2. 9. 7 Benzobicyclonの分析条件

Instrument	Agilent 1100		
Column	ZORBAX XDB-C18 i.d. 2.1 x 150 mm		
Mobile phase	A=10mM CH ₃ CO ₂ NH ₄ /H ₂ O B=CH ₃ OH		
Gradient	min.	0	30
	B %	10	100
Flow rate	0.2 mL/min.		
Injection vol.	Scan 2mg/mL x 2 μL		

MS

Instrument	Agilent 1100 LC/MSD SL	
Mass range	m/z 100 ~ 500	
Ionization	Electrospray	
Fragmentor	100 / 100 V (Scan)	
Neblizer	N ₂ (50 psi)	
45 Drying gas	N ₂ (10 L/min.)	
100 Vcap	2500 / 2000 V	
Polarity	Positive/Negative	
SIM (m/z)	447(pos. 150V)	SIM 10 μL



濃度-面積(0.5~500 ug/Lx10uL)
相関係数: 0.99932

図2. 9. 20 Benzobicyclonの検量線

2. 10 その他の農薬の検討結果-2

2. 10. 1 Terbacilの検討結果

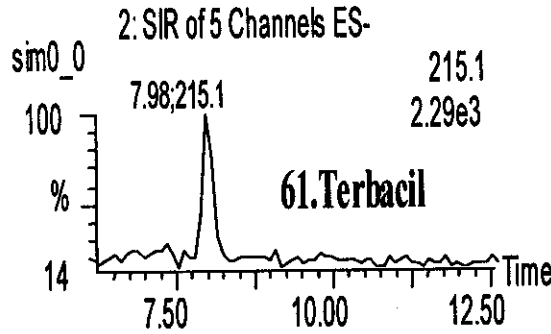


図2. 10. 1 Terbacilのクロマトグラム

表2. 10. 1 Terbacilの分析条件

HPLC : Alliance 2695

Solvents

A:5mM CH3COONH4 aq.

B:CH3CN

Time	A%	B%	Flow	Curve
0.0	95.0	5.0	0.25	1
11.0	5.0	95.0	0.25	6
19.0	95.0	5.0	0.25	11

Stop Time (mins)

31

Column Temperature (°C)

40

Sample Temperature (°C)

5

Column

Xterra MS C18, 2.1 x 50 mm

Injection Volume

10 µL

MS : ZQ 2000

Instrument Parameters

Parameter	Value
Polarity	ES+/-
Capillary (kV)	3.11 Cone (V)
Extractor (V)	5 RF Lens (V)
Source Temperature (°C)	100
Desolvation Temperature (°C)	355
Cone Gas Flow (L/Hr)	100
Desolvation Gas Flow (L/Hr)	595
Ion Energy	0.3
Multiplier (V)	650
LM/HM Resolution	15.1

Compound name: terbacil
 Correlation coefficient: $r = 0.999981, r^2 = 0.999962$
 Calibration curve: $60.7015 \cdot x + -46.3509$
 Response type: External Std, Area
 Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: Null, Axis trans: None

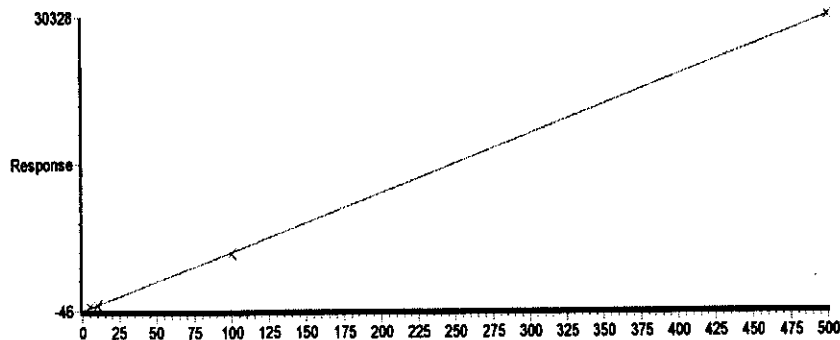


図2. 10. 3 Terbacilの検量線

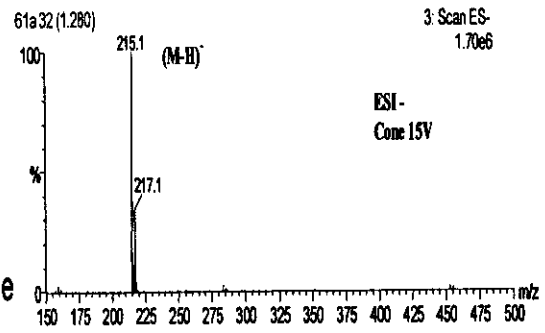


図2. 10. 2 Terbacilのマススペクトル

MS Scan mode

Scans in function:	124
Cycle time (secs):	0.600
Scan duration (secs):	0.50
Inter-scan delay (secs):	0.10
Ionization mode:	ES+/-
Mass range:	150 to 500

SIM mode

- Monitor SIM Function 1: ESI(+)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone	Volt
05:44.1		0.5		15
06:52.0		0.5		15
09:08.1		0.5		15
10:34.2		0.5		15

- Monitor SIM Function 2: ESI(-)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone	Volt
04:35.1		0.5		15
06:19.1		0.5		33
07:50.2		0.5		15
09:56.1		0.5		15
11:52.9		0.5		33

2. 10. 2 Bromacilの検討結果

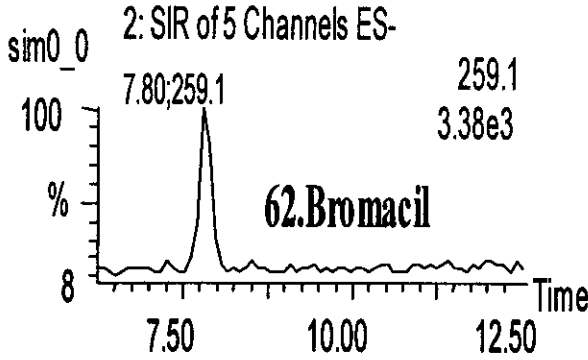


図2. 10. 4 Bromacilのクロマトグラム

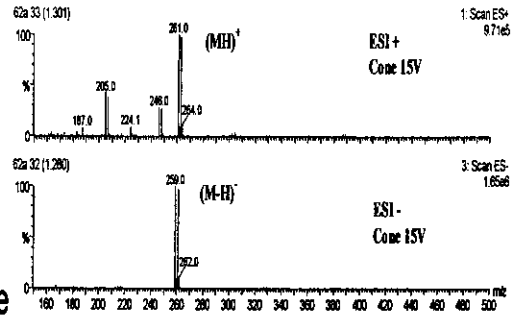


図2. 10. 5 Bromacilのマススペクトル

表2. 10. 2 Bromacilの分析条件

HPLC : Alliance 2695

Solvents

A:5mM CH3COONH4 aq.

B:CH3CN

Time	A%	B%	Flow	Curve
0.0	95.0	5.0	0.25	1
11.0	5.0	95.0	0.25	6
19.0	95.0	5.0	0.25	11

Stop Time (mins)

31

Column Temperature (°C)

40

Sample Temperature (°C)

5

Column

Xterra MS C18, 2.1 x 50 mm

Injection Volume

10 uL

MS : ZQ 2000

Instrument Parameters

Parameter	ES+/-
Polarity	ES+/-
Capillary (kV)	3.11 Cone (V)
Extractor (V)	5 RF Lens (V)
Source Temperature (°C)	100
Desolvation Temperature (°C)	355
Cone Gas Flow (L/Hr)	100
Desolvation Gas Flow (L/Hr)	595
Ion Energy	0.3
Multiplier (V)	650
LM/HM Resolution	15.1

MS Scan mode

Scans in function:	124
Cycle time (secs):	0.600
Scan duration (secs):	0.50
Inter-scan delay (secs):	0.10
Ionization mode:	ES+/-
Mass range:	150 to 500

SIM mode

- Monitor SIM Function 1: ESK(+)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone	Volt
05:44.1	0.5	15		
06:52.0	0.5	15		
09:08.1	0.5	15		
10:34.2	0.5	15		

- Monitor SIM Function 2: ESK(-)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone	Volt
04:35.1	0.5	15		
06:19.1	0.5	33		
07:50.2	0.5	15		
09:56.1	0.5	15		
11:52.9	0.5	33		

Compound name: bromacil

Correlation coefficient r = 0.999956, r² = 0.999913

Calibration curve: 93.6064 * x + 334.691

Response type: External Std, Area

Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: Null, Axis trans: None

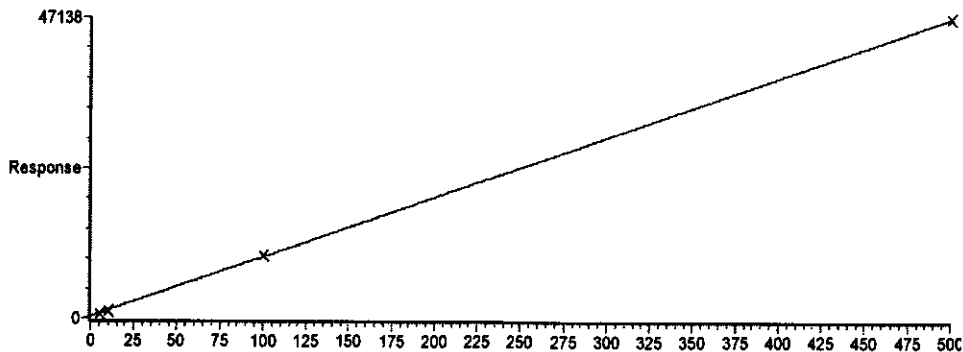


図2. 10. 6 Bromacilの検量線

2. 10. 3 Flusulfamideの検討結果
2: SIR of 5 Channels ES-

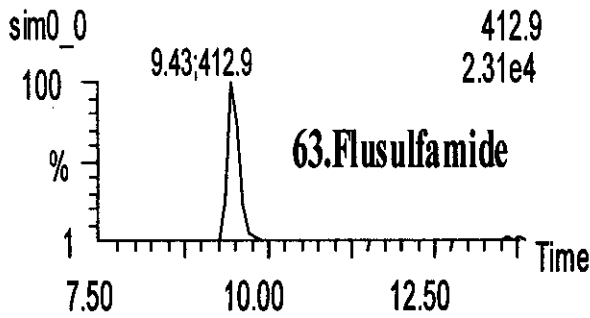


図2. 10. 7 Flusulfamideのクロマトグラム

表2. 10. 3 Flusulfamideの分析条件

HPLC : Alliance 2695

Solvents

A:5mM CH3COONH4 aq.

B:CH3CN

Time	A%	B%	Flow	Curve
0.0	95.0	5.0	0.25	1
11.0	5.0	95.0	0.25	6
19.0	95.0	5.0	0.25	11

Stop Time (mins) 31

Column Temperature (°C) 40

Sample Temperature (°C) 5

Column

Xterra MS C18, 2.1 x 50 mm

Injection Volume

10 uL

MS : ZQ 2000

Instrument Parameters

Polarity	ES+/-
Capillary (kV)	3.11 Cone (V)
Extractor (V)	5 RF Lens (V)
Source Temperature (°C)	100
Desolvation Temperature (°C)	355
Cone Gas Flow (L/Hr)	100
Desolvation Gas Flow (L/Hr)	595
Ion Energy	0.3
Multiplier (V)	650
LM/HM Resolution	15.1

Compound name: flusulfamide

Correlation coefficient $r = 0.999962$, $r^2 = 0.999924$

Calibration curve: $518.915 * x + 3231.55$

Response type: External Std. Area

Curve type: Linear. Origin: Exclude, Weighting: Null, Axis trans: None

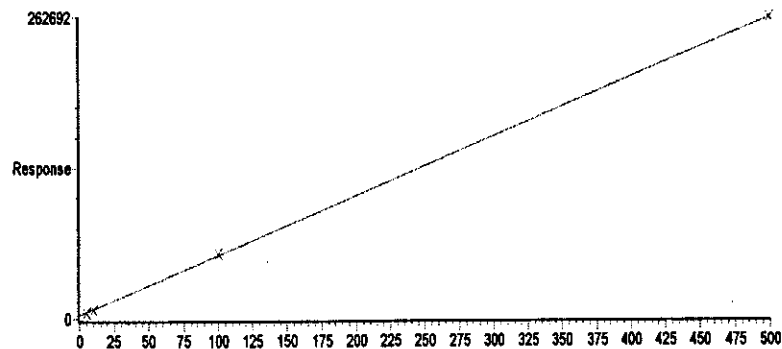


図2. 10. 9 Flusulfamideの検量線

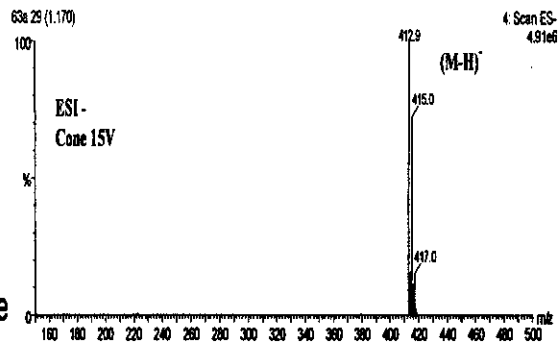


図2. 10. 8 Flusulfamideのマススペクトル

MS Scan mode

Scans in function:	124
Cycle time (secs):	0.600
Scan duration (secs):	0.50
Inter-scan delay (secs):	0.10
Ionization mode:	ES+/-
Mass range:	150 to 500

SIM mode

- Monitor SIM Function 1: ESI(+)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone Volt.
05:44.1		0.5	15
06:52.0		0.5	15
09:08.1		0.5	15
10:34.2		0.5	15

- Monitor SIM Function 2: ESI(-)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone Volt.
04:35.1		0.5	15
06:19.1		0.5	33
07:50.2		0.5	15
09:56.1		0.5	15
11:52.9		0.5	33

2. 10. 4 Metolachlorの検討結果

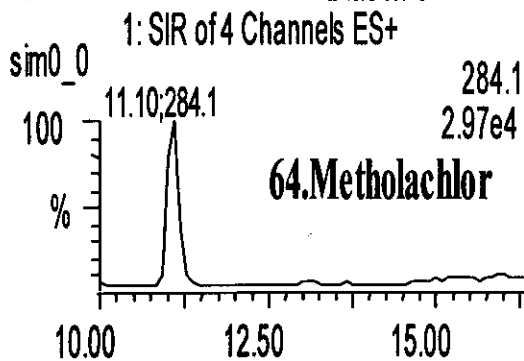


図2. 10. 10 Metolachlorのクロマトグラム

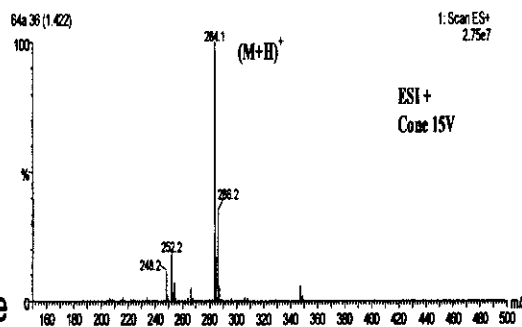


図2. 10. 11 Metolachlorのマススペクトル

表2. 10. 4 Metolachlorの分析条件

HPLC : Alliance 2695

Solvents

A:5mM CH3COONH4 aq.

B:CH3CN

Time	A%	B%	Flow	Curve
0.0	95.0	5.0	0.25	1
11.0	5.0	95.0	0.25	6
19.0	95.0	5.0	0.25	11
Stop Time (mins)				31
Column Temperature (°C)				40
Sample Temperature (°C)				5

Column

Xterra MS C18, 2.1 x 50 mm

Injection Volume

10 μ L

MS : ZQ 2000

Instrument Parameters

Polarity	ES+/-
Capillary (kV)	3.11 Cone (V)
Extractor (V)	5 RF Lens (V)
Source Temperature (°C)	100
Desolvation Temperature (°C)	355
Cone Gas Flow (L/Hr)	100
Desolvation Gas Flow (L/Hr)	595
Ion Energy	0.3
Multiplier (V)	650
LM/HM Resolution	15.1

MS Scan mode

Scans in function:	124
Cycle time (secs):	0.600
Scan duration (secs):	0.50
Inter-scan delay (secs):	0.10
Ionization mode:	ES+/-
Mass range:	150 to 500

SIM mode

- Monitor SIM Function 1: ESI(+)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone Volt.
05:44.1	0.5	15	
06:52.0	0.5	15	
09:08.1	0.5	15	
10:34.2	0.5	15	

- Monitor SIM Function 2: ESI(-)

Chan	Mass	Dwell(secs)	Cone Volt.
04:35.1	0.5	15	
06:19.1	0.5	33	
07:50.2	0.5	15	
09:56.1	0.5	15	
11:52.9	0.5	33	

Compound name: metolachlor
 Correlation coefficient: $r = 1.000000$, $r^2 = 0.999999$
 Calibration curve: $976.428 * x + 877.4$
 Response type: External Std, Area
 Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: Null, Axis trans: None

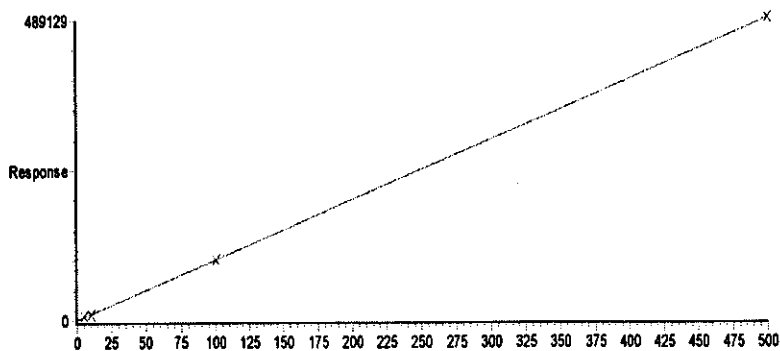


図2. 10. 12 Metolachlorの検量線