

図1 検討対象農薬のマススペクトル

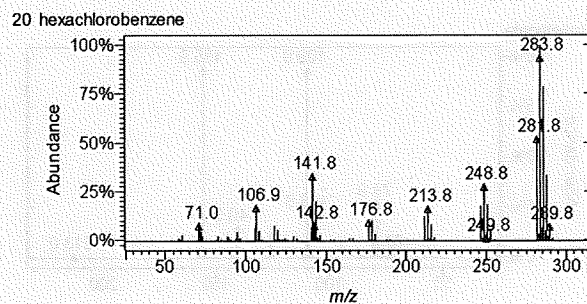
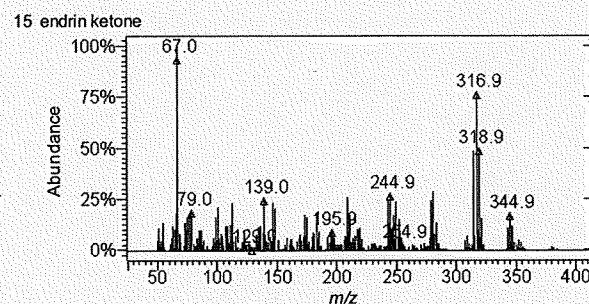
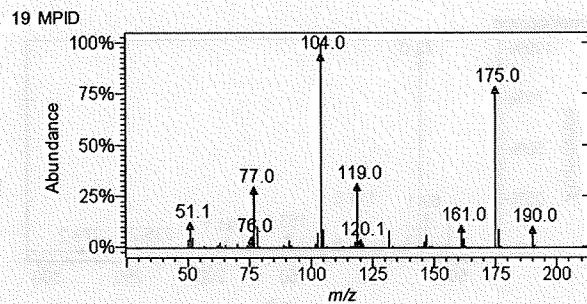
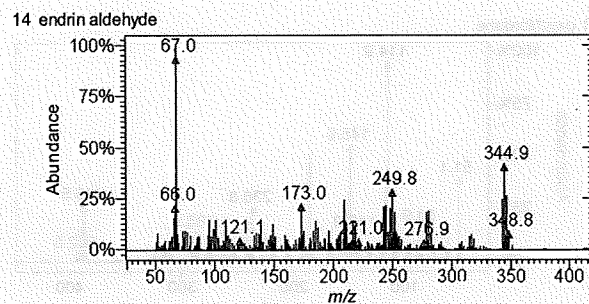
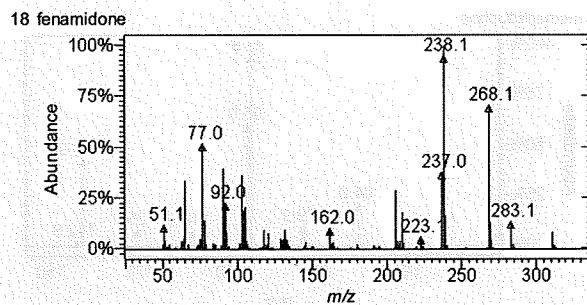
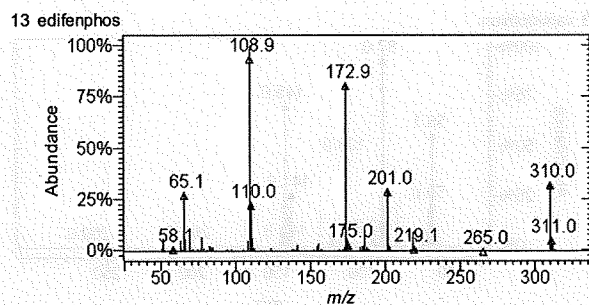
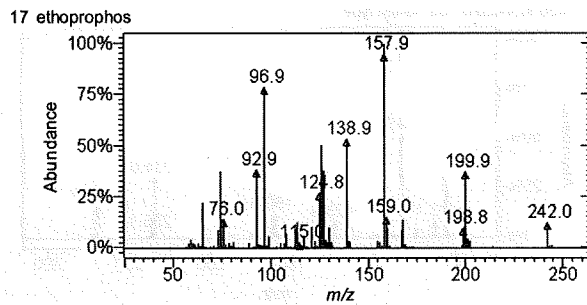
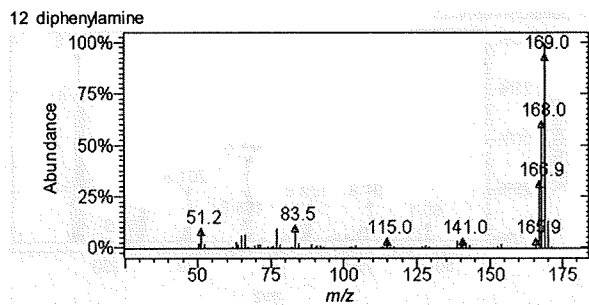
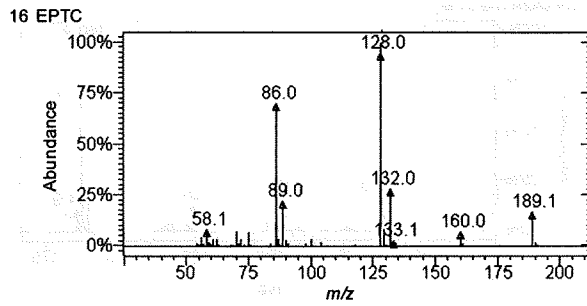
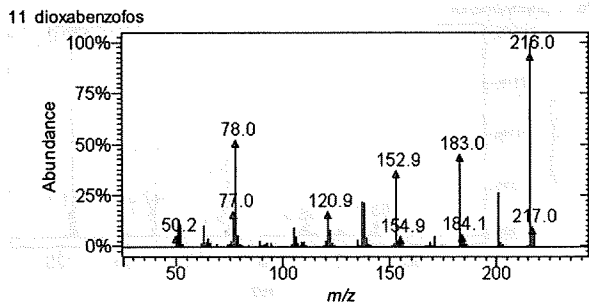
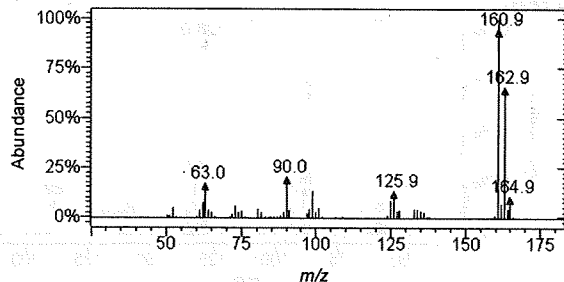
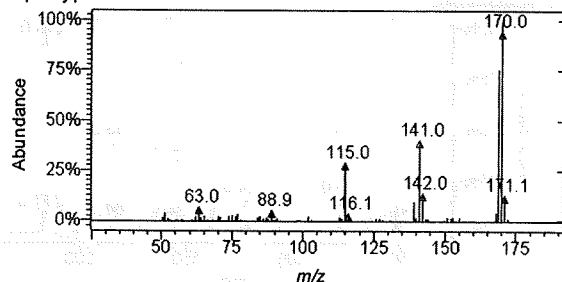


図1 検討対象農薬のマスペクトル(続き)

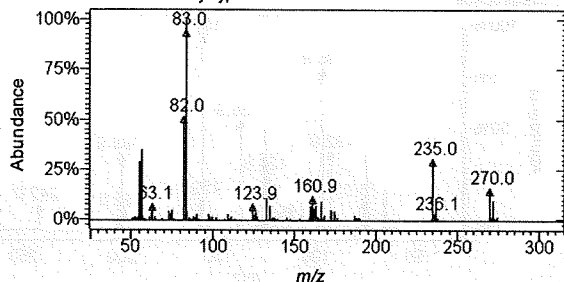
21 2,4-dichloroaniline



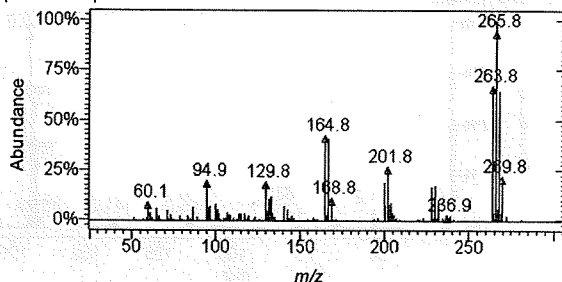
26 o-phenylphenol



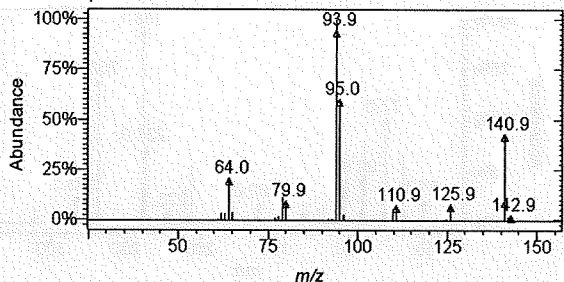
22 imibenconazole des benzyl type



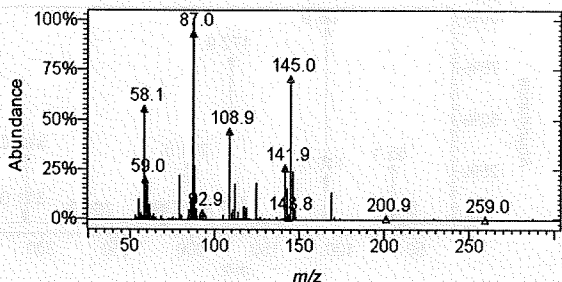
27 pentachlorophenol



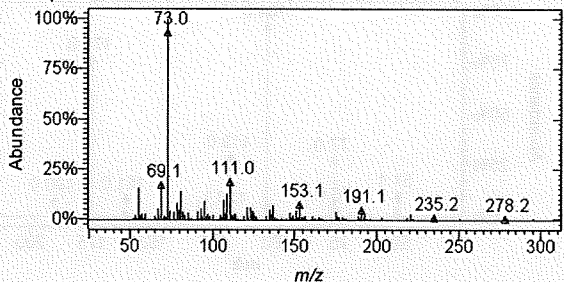
23 methamidophos



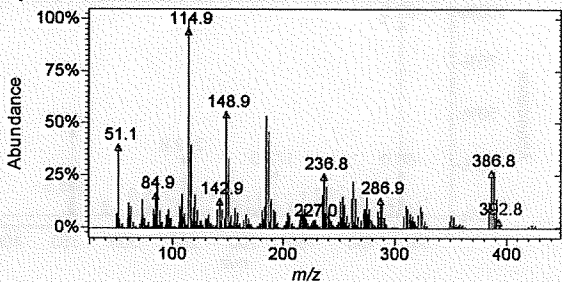
28 vamidothion



24 methoprene



29 oxychlordane



25 omethoate

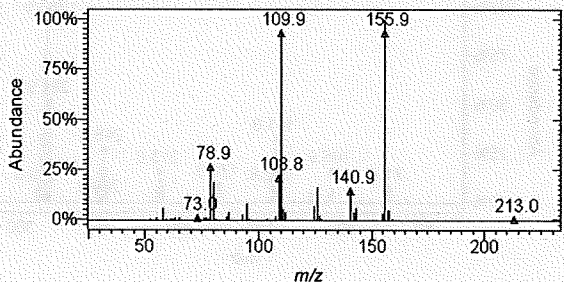


図1 検討対象農薬のマススペクトル(続き)

表2 検討したMS/MS条件

Pesticide	Precursor ion										Production, m/z (collision energy, eV)									
	m/z (amu)	abu (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13					
1 acephate	1	135.9	100	111.8 (-13)	93.8 (-18)	135.9 (-5)														
	2	94.0	50	63.9 (-8)	93.8 (-8)															
	3	95.0	25	63.9 (-10)	64.9 (-5)	47.0 (-20)	78.9 (-12)	79.9 (-10)	94.8 (-9)											
	4	96.0	18	65.9 (-8)	64.9 (-15)	80.8 (-30)	77.8 (-5)	95.8 (-5)												
	5	124.9	11	78.8 (-7)	61.9 (-10)	124.8 (-5)														
	6	141.9	11	95.8 (-10)	64.9 (-23)	111.8 (-5)	65.9 (-18)	126.8 (-5)	80.8 (-23)	141.8 (-5)										
	7	137.1	5	95.9 (-5)	93.9 (-13)	95.0 (-18)	65.9 (-15)	136.8 (-5)												
2 aldrin	1	66.0	100	66.0 (-5)	64.9 (-15)															
	2	262.9	39	262.8 (-5)	192.8 (-27)	190.8 (-30)	227.8 (-18)													
	3	264.8	26	192.8 (-30)	264.8 (-9)	194.8 (-30)	229.8 (-20)													
	4	260.9	25	260.8 (-5)	190.8 (-30)	225.8 (-20)														
	5	292.9	16	292.9 (-5)	256.9 (-5)	257.9 (-10)	185.9 (-30)	221.9 (-23)	219.9 (-15)	220.9 (-15)	223.0 (-18)	254.9 (-5)	187.9 (-30)	255.9 (-15)						
	6	290.9	13	185.9 (-35)	254.9 (-10)	220.0 (-18)	221.0 (-18)	255.9 (-12)	290.9 (-8)											
	7	297.8	10	297.8 (-5)	262.8 (-13)	260.8 (-10)	192.8 (-32)	227.8 (-27)	190.8 (-35)	225.9 (-25)										
	8	299.8	8	299.8 (-5)	264.8 (-13)	262.8 (-10)	192.8 (-35)	227.8 (-28)	229.8 (-25)											
3 amitraz	1	121.0	100	119.9 (-15)	105.9 (-25)	120.9 (-5)	76.9 (-35)													
	2	162.0	93	131.9 (-10)	116.9 (-20)	105.9 (-15)	121.0 (-10)	120.0 (-25)	130.8 (-10)	118.0 (-10)	129.9 (-20)	146.9 (-5)	162.0 (-5)							
	3	132.0	90	89.9 (-30)	104.9 (-20)	116.9 (-30)	131.9 (-10)													
	4	147.0	80	105.9 (-20)	119.9 (-15)	146.9 (-25)	78.9 (-25)	76.9 (-35)												
	5	106.0	39	105.9 (-15)	76.9 (-20)	79.0 (-10)														
	6	119.9	35	77.0 (-10)	119.9 (-15)	90.9 (-20)														
	7	293.1	32	161.9 (-10)	132.0 (-20)	146.9 (-15)	120.9 (-20)	160.9 (-20)	118.0 (-20)	293.1 (-5)										
	8	118.0	31	105.9 (-5)	76.9 (-10)	79.0 (-10)														
	9	161.0	30	119.9 (-20)	160.9 (-20)	144.9 (-30)	146.0 (-15)	90.9 (-25)												
	1	132.0	100	77.0 (-10)	105.1 (-8)	131.8 (-15)	104.1 (-5)													
4 azinphos-ethyl	2	160.0	78	76.9 (-15)	103.9 (-10)	104.9 (-10)	131.9 (-5)	159.9 (-5)												
	3	77.0	70	76.9 (-5)	51.0 (-10)															
	4	104.0	32	76.9 (-10)	75.8 (-5)	51.0 (-25)	103.9 (-5)													
	5	105.0	25	51.0 (-15)	76.9 (-5)	104.9 (-5)														
	6	96.9	21	64.9 (-15)	78.8 (-20)	96.8 (-20)														
	7	65.0	17	47.0 (-10)	64.9 (-35)															
	8	128.8	17	64.9 (-15)	128.7 (-5)															
	9	133.1	10	77.9 (-15)	106.0 (-10)	72.9 (-5)	132.9 (-5)	104.9 (-5)	76.9 (-13)											
	1	154.0	100	152.9 (-23)	151.9 (-23)	153.9 (-15)														
	5 biphenyl	2	152.9	37	151.9 (-15)	153.0 (-10)														
3		151.9	27	151.9 (-10)	125.9 (-18)	150.8 (-25)														
4		155.1	13	152.9 (-35)	154.9 (-20)	153.9 (-15)														
5		150.9	7	149.9 (-15)	124.9 (-20)	150.9 (-8)	76.9 (-25)													
6		128.0	4	77.9 (-15)	101.9 (-5)	127.9 (-5)	126.8 (-13)													
6 boscalid	1	139.9	100	75.9 (-25)	139.8 (-5)	111.8 (-13)														
	2	111.9	33	75.9 (-13)	84.9 (-20)	111.8 (-10)														
	3	141.9	30	113.8 (-13)	75.8 (-23)	141.8 (-5)														
	4	342.0	27	139.8 (-18)	203.9 (-9)	342.0 (-5)														
	5	344.0	18	139.8 (-18)	141.8 (-18)	343.9 (-5)	204.0 (-10)	205.9 (-8)												
	6	113.9	11	75.9 (-13)	113.8 (-5)	74.9 (-30)	86.9 (-15)													
	7	167.0	10	166.9 (-5)	165.9 (-18)	138.9 (-23)	140.0 (-28)													
	8	75.9	9	75.9 (-5)	74.9 (-23)															
	9	166.0	8	139.9 (-13)	139.9 (-18)	112.9 (-28)	114.9 (-15)	165.9 (-5)	88.9 (-28)											
	10	343.0	6	139.9 (-18)	343.0 (-5)	141.0 (-18)	142.0 (-13)	205.0 (-8)												

表2 検討したMS/MS条件(続き)

Pesticide	Precursor ion													
	m/z	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
7 bromophos-ethyl	1	96.9	100	64.9 (-18)	61.9 (-18)	96.8 (-15)	78.8 (-23)							
	2	358.9	66	302.8 (-13)	330.8 (-9)	238.8 (-35)	284.8 (-28)	221.9 (-28)	368.8 (-5)					
	3	302.8	59	302.8 (-5)	284.8 (-15)	221.9 (-13)	129.8 (-35)	210.8 (-28)	238.8 (-20)					
	4	356.9	49	300.8 (-13)	282.8 (-30)	221.9 (-35)	236.8 (-32)	356.8 (-8)	328.8 (-10)					
	5	300.8	43	300.8 (-13)	129.8 (-35)	282.8 (-18)	221.9 (-18)	208.8 (-33)	236.8 (-18)					
	6	124.9	30	96.8 (-13)										
	7	330.8	28	302.8 (-5)	284.8 (-23)	238.8 (-35)	221.9 (-23)	330.8 (-5)						
	8	241.8	27	241.8 (-5)	97.2 (-28)	132.8 (-20)	134.8 (-18)							
	9	328.8	21	300.8 (-13)	282.8 (-23)	221.9 (-28)	236.8 (-23)	328.8 (-5)						
	10	360.8	19	304.8 (-13)	332.8 (-5)	286.8 (-30)	240.9 (-35)	223.8 (-33)	360.9 (-5)					
8 butyrate	1	57.2	100	41.1 (-5)	57.0 (-5)	29.4 (-13)								
	2	146.0	68	89.8 (-8)	145.9 (-5)	61.9 (-13)								
	3	156.1	57	99.9 (-5)	156.0 (-5)									
	4	89.0	44	88.8 (-32)										
	5	174.0	28	145.9 (-5)	74.9 (-8)	89.8 (-15)	88.7 (-15)	173.9 (-5)						
	6	75.0	21	74.8 (-5)	47.0 (-13)									
	7	100.0	12	57.0 (-5)	99.8 (-5)									
	8	217.1	8	156.0 (-5)	188.0 (-5)	146.1 (-18)	173.9 (-10)							
	1	362.0	100	225.9 (-13)	361.9 (-5)	209.9 (-15)	333.9 (-8)	305.9 (-13)	221.0 (-10)	181.9 (-30)	197.9 (-28)	162.9 (-33)		
	2	108.9	80	90.8 (-5)	62.9 (-25)	80.8 (-15)	108.8 (-5)	64.9 (-15)						
3	96.9	74	64.9 (-13)	78.8 (-18)	96.8 (-13)									
4	226.0	73	162.9 (-18)	134.9 (-23)	90.9 (-35)	197.9 (-13)	225.9 (-5)	146.9 (-15)						
5	210.0	50	118.8 (-23)	153.8 (-13)	181.9 (-5)	90.9 (-25)	146.9 (-23)	209.9 (-5)						
6	364.0	38	364.0 (-5)	227.9 (-13)	335.9 (-5)	307.9 (-12)	223.0 (-10)	211.9 (-18)	183.9 (-28)	199.9 (-20)				
7	124.9	35	88.9 (-5)	96.8 (-20)	124.8 (-5)									
8	227.9	27	162.9 (-18)	193.9 (-8)	227.9 (-10)	134.9 (-20)	91.2 (-35)	146.9 (-20)						
9	334.0	20	225.9 (-10)	209.9 (-13)	181.9 (-23)	197.9 (-18)	162.8 (-28)	305.9 (-5)	153.8 (-30)	333.9 (-5)				
10 dichloros	1	108.9	100	78.8 (-5)	108.8 (-8)									
	2	184.9	24	92.8 (-10)	108.8 (-20)	184.8 (-10)								
	3	79.0	20	47.0 (-5)	78.8 (-5)									
	4	144.9	8	108.8 (-18)	78.9 (-20)	126.9 (-20)	144.8 (-8)							
	5	186.9	8	92.8 (-15)	186.9 (-5)									
	6	219.9	4	184.9 (-5)	108.7 (-20)	144.8 (-10)	92.7 (-20)	219.8 (-5)						
	7	221.9	3	186.9 (-5)	184.7 (-5)	108.8 (-23)	144.7 (-10)	126.8 (-15)	146.8 (-13)	92.7 (-28)				
	1	216.0	100	215.9 (-5)	200.9 (-10)	136.8 (-20)	137.9 (-15)	182.9 (-13)	152.8 (-18)	120.8 (-28)	134.8 (-8)	104.9 (-28)		
	2	78.0	51	52.0 (-5)	77.8 (-5)	76.7 (-15)								
	3	183.0	45	152.8 (-13)	104.8 (-18)	76.8 (-25)	182.9 (-5)							
4	152.9	37	104.8 (-5)	76.8 (-5)	152.8 (-10)									
5	200.9	27	136.8 (-13)	120.8 (-18)	200.9 (-5)	108.8 (-23)	92.8 (-23)							
6	136.9	22	64.9 (-25)	108.8 (-23)	136.8 (-23)									
7	137.9	21	136.8 (-15)	103.8 (-13)	108.8 (-30)	138.0 (-20)								
8	120.9	17	64.9 (-13)	120.8 (-20)	92.8 (-13)	76.8 (-18)								
9	217.0	10	137.9 (-20)	201.9 (-10)	216.9 (-5)	138.8 (-10)	153.9 (-20)	183.9 (-13)	121.9 (-23)	136.0 (-10)	104.8 (-20)	105.8 (-35)		
11 diphenylamine	1	169.0	100	169.0 (-15)	168.0 (-23)									
	2	168.0	63	166.9 (-13)	168.0 (-5)									
	3	166.9	33	166.9 (-15)	165.9 (-20)	139.0 (-30)	140.0 (-30)							
	4	170.1	13	169.0 (-15)	168.0 (-23)	170.0 (-10)								
	5	165.9	5	139.9 (-13)	165.9 (-10)	112.8 (-30)	139.0 (-23)	115.0 (-18)						
	6	141.0	5	114.8 (-18)	140.8 (-8)									
	7	115.0	4	114.8 (-13)	88.8 (-15)	62.9 (-28)								
	8	139.0	3	138.8 (-23)	88.8 (-28)	112.8 (-13)								

表2 検討したMS/MS条件(続き)

Pesticide	Precursor ion			Product ion, m/z (collision energy, eV)												
	m/z	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13		
13 edifenphos	1	109.0	100	64.9 (-12)	108.8 (-12)											
	2	172.9	81	108.8 (-12)	172.9 (-5)											
	3	310.0	33	190.9 (-10)	172.9 (-12)	165.9 (-5)	309.9 (-5)	200.9 (-8)	218.0 (-7)							
	4	201.0	29	108.8 (-15)	190.9 (-5)	172.9 (-7)										
	5	65.1	28	39.2 (-10)	65.0 (-5)											
	6	110.0	23	65.9 (-12)	109.9 (-5)											
	7	218.0	10	218.0 (-5)	108.8 (-20)	153.9 (-13)	184.9 (-10)									
	8	186.0	9	184.9 (-15)	185.9 (-5)											
	9	311.0	8	172.9 (-15)	186.9 (-5)	174.0 (-15)	190.9 (-10)	192.0 (-10)	219.0 (-5)	202.0 (-10)	201.0 (-10)	185.8 (-5)	311.0 (-5)			
	1	67.0	100	66.9 (-7)	64.9 (-7)	41.0 (-18)										
	2	344.9	41	245.0 (-17)	278.9 (-10)	280.8 (-12)	242.9 (-15)	211.0 (-25)	344.9 (-5)							
	3	249.8	31	249.8 (-23)	214.8 (-28)											
	4	346.8	27	282.8 (-10)	347.0 (-5)	208.8 (-35)	281.0 (-7)	244.9 (-15)	247.1 (-18)	206.7 (-15)						
5	342.9	26	243.0 (-12)	278.9 (-10)	209.1 (-32)	342.9 (-5)	248.8 (-8)	207.0 (-25)								
6	209.0	23	136.9 (-30)	173.0 (-15)	136.8 (-25)	173.9 (-13)	182.8 (-25)	208.9 (-5)								
7	242.9	22	172.8 (-35)	206.8 (-18)	183.1 (-13)	207.8 (-10)	242.9 (-13)									
8	244.9	21	208.9 (-18)	172.8 (-20)	210.1 (-10)	174.8 (-28)	244.9 (-15)	184.9 (-13)								
9	172.9	21	137.9 (-15)	172.9 (-13)												
10	280.9	20	245.0 (-8)	172.9 (-30)	245.0 (-10)	208.9 (-20)	175.1 (-20)	210.9 (-10)	280.9 (-5)							
11	251.8	19	251.8 (-20)	217.0 (-20)												
12	247.9	19	247.8 (-20)	212.9 (-25)	177.9 (-28)											
1	67.0	100	66.9 (-5)	64.9 (-13)												
2	316.9	79	316.8 (-5)	280.9 (-10)	208.9 (-30)	244.9 (-20)	216.8 (-35)	242.9 (-15)								
3	318.9	51	318.8 (-5)	282.8 (-10)	244.9 (-13)	210.9 (-23)	218.8 (-33)									
4	314.9	50	242.9 (-13)	278.8 (-10)	314.8 (-5)	208.9 (-35)	216.9 (-30)	244.0 (-13)								
5	280.9	29	244.9 (-10)	172.9 (-30)	208.9 (-20)	210.9 (-20)	280.8 (-5)									
6	244.9	28	172.9 (-33)	209.9 (-12)	209.0 (-15)	174.8 (-18)	244.9 (-13)									
7	208.9	26	136.8 (-25)	172.9 (-17)	173.9 (-13)	145.8 (-18)	208.8 (-5)									
8	139.0	26	112.8 (-18)	88.8 (-20)	138.8 (-13)											
9	242.9	25	172.8 (-23)	206.9 (-15)	207.9 (-12)	182.8 (-20)	242.8 (-5)									
10	249.8	24	249.7 (-20)	214.8 (-25)												
1	128.0	100	85.8 (-5)	127.9 (-5)												
2	86.0	68	43.1 (-5)	85.8 (-30)	41.1 (-18)											
3	132.0	27	89.8 (-10)	131.9 (-8)	61.9 (-13)	75.9 (-15)	103.8 (-10)									
4	89.0	21	88.9 (-5)													
5	188.1	17	127.9 (-5)	86.0 (-10)	160.0 (-5)	99.9 (-15)										
6	129.1	8	85.9 (-10)	87.0 (-8)	128.9 (-5)											
7	160.0	7	132.0 (-6)	74.9 (-5)	89.9 (-12)	99.9 (-5)	159.9 (-5)	117.8 (-16)								
1	157.9	100	96.8 (-18)	113.8 (-8)	129.8 (-8)	80.8 (-18)	157.8 (-5)									
2	96.9	79	64.8 (-17)	96.7 (-10)	78.8 (-20)											
3	138.9	53	96.7 (-15)	120.8 (-5)	138.8 (-5)											
4	125.9	50	92.8 (-5)	64.8 (-13)	98.8 (-15)	81.8 (-13)	125.8 (-5)									
5	126.9	38	98.8 (-10)	126.8 (-5)	80.8 (-20)											
6	92.9	38	64.8 (-5)	92.8 (-5)												
7	199.9	37	157.8 (-8)	96.8 (-28)	113.7 (-15)	129.7 (-15)	159.0 (-5)	80.8 (-25)								
8	124.8	27	96.7 (-10)													
9	159.0	15	96.8 (-20)	130.8 (-8)	158.8 (-5)											

表2 検討したMS/MS条件(続き)

Pesticide	Precursor ion		Production, m/z (collision energy, eV)												
	m/z	abun.(%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
18 feramidone	1	238.1	100	237.0 (-12)	102.8 (-25)	131.8 (-13)	194.0 (-17)	104.0 (-22)	238.0 (-5)						
	2	268.1	71	179.9 (-15)	149.8 (-20)	268.0 (-20)									
	3	77.0	51	76.8 (-13)	50.9 (-15)										
	4	91.0	39	63.9 (-5)	62.9 (-13)	90.9 (-5)	65.1 (-10)								
	5	237.0	38	194.0 (-10)	237.0 (-10)	168.9 (-30)	164.9 (-27)	209.0 (-18)							
	6	103.0	36	51.0 (-30)	102.9 (-5)	76.9 (-15)									
	7	206.0	28	117.9 (-17)	92.0 (-20)	206.0 (-5)									
	8	92.0	22	64.9 (-5)	91.9 (-5)										
	9	105.0	20	76.9 (-5)	78.9 (-13)	102.9 (-13)	104.9 (-10)								
	10	104.0	19	76.9 (-15)	103.9 (-7)	77.9 (-18)	102.8 (-18)								
	11	210.1	18	117.9 (-10)	209.0 (-8)	92.9 (-15)	210.0 (-8)	91.9 (-20)	106.0 (-15)	90.9 (-15)					
19 MPD	1	104.0	100	103.8 (-13)	76.9 (-18)										
	2	175.0	80	103.8 (-12)	174.9 (-10)	76.9 (-28)									
	3	77.0	30	76.8 (-5)	51.0 (-10)										
	4	119.0	30	103.8 (-5)	76.9 (-25)	118.9 (-5)									
	5	161.0	10	115.8 (-18)	144.0 (-12)	88.9 (-28)	160.9 (-10)								
	6	190.0	10	174.9 (-5)	103.9 (-23)										
	7	176.1	9	104.9 (-18)	175.9 (-8)										
	8	131.9	8	131.9 (-15)	76.9 (-20)	104.0 (-20)									
20 hexachlorobenzene	1	283.8	100	248.7 (-20)	283.7 (-20)	213.7 (-28)	211.7 (-28)								
	2	285.8	79	250.7 (-20)	285.7 (-20)	215.7 (-33)	213.8 (-28)	248.7 (-20)							
	3	281.8	52	246.7 (-18)	211.7 (-30)	176.7 (-35)	281.7 (-5)								
	4	287.8	33	215.7 (-28)	287.7 (-20)	250.7 (-18)	282.7 (-18)								
	5	141.8	33	106.8 (-25)	141.8 (-20)										
	6	248.8	29	213.7 (-15)	141.7 (-35)	143.7 (-35)	211.8 (-13)	178.7 (-20)	176.8 (-23)	248.7 (-5)					
	7	143.8	19	106.8 (-25)	108.8 (-25)	143.7 (-25)									
	8	250.8	18	215.8 (-13)	213.8 (-13)	143.8 (-30)	141.7 (-35)	180.7 (-25)	250.7 (-5)	178.7 (-25)					
	9	246.8	18	211.7 (-13)	141.7 (-35)	176.7 (-25)	246.7 (-5)								
	10	106.9	18	70.9 (-18)	106.8 (-16)										
21 2,4-dichloroaniline	1	213.8	17	178.7 (-13)	143.7 (-28)	141.8 (-28)	176.8 (-13)	213.8 (-15)							
	1	160.9	100	160.8 (-18)	89.9 (-23)	98.8 (-25)	125.9 (-13)								
	2	162.9	64	89.9 (-23)	162.8 (-8)	98.8 (-23)	100.8 (-18)								
	3	90.0	20	89.8 (-5)	62.9 (-10)	64.0 (-13)									
	4	98.9	13	72.8 (-15)	98.8 (-16)										
	5	125.9	13	98.8 (-13)	89.9 (-8)	72.8 (-23)	90.9 (-10)	62.9 (-18)	125.8 (-5)						
	6	164.9	10	100.8 (-23)	89.9 (-16)	127.9 (-15)	164.8 (-18)								
	7	124.9	9	62.9 (-18)	89.8 (-8)	97.8 (-6)	124.8 (-5)								
	8	161.9	8	161.8 (-10)	134.8 (-13)	90.9 (-23)	99.9 (-25)	126.9 (-13)							
	1	83.0	100	56.0 (-5)	81.9 (-10)	83.0 (-5)									
22 Imibenzonazale des benzyl	2	82.0	50	81.9 (-25)											
	3	235.0	31	165.9 (-10)	235.0 (-15)	137.8 (-30)	101.9 (-35)								
	4	270.0	16	235.0 (-5)	165.9 (-15)	269.9 (-5)									
	5	161.0	12	89.9 (-20)	98.9 (-20)	160.8 (-20)	125.9 (-10)	133.9 (-10)							
	6	132.9	11	82.8 (-15)	106.8 (-10)	72.9 (-20)	132.8 (-10)								
	7	272.0	10	235.0 (-5)	237.0 (-5)	165.9 (-20)	167.9 (-15)	271.9 (-5)							
	8	237.0	10	167.9 (-10)	138.8 (-25)	102.0 (-35)	237.0 (-15)								

表2 検討したMS/MS条件(続き)

Pesticide	Precursor ion		Production, m/z (collision energy, eV)													
	m/z	abu(%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	
23 methamidophos	1	93.9	100	93.8 (-5)	63.9 (-8)											
	2	95.0	60	79.8 (-5)	78.9 (-15)	63.9 (-7)	94.8 (-5)	64.9 (-5)								
	3	140.9	43	94.9 (-5)	125.8 (-5)	79.9 (-18)	78.9 (-23)	63.9 (-20)	140.8 (-5)							
	4	78.9	12	47.0 (-10)	78.8 (-5)											
	5	79.9	9	79.8 (-5)												
	6	125.9	8	95.8 (-15)	79.8 (-20)	125.8 (-5)										
	7	110.9	7	63.9 (-10)	110.8 (-5)											
	8	109.9	6	63.9 (-10)	109.8 (-5)	47.0 (-17)										
	9	73.0	100	43.1 (-5)	73.0 (-5)											
	10	111.0	20	110.9 (-10)	82.9 (-20)	55.0 (-20)										
24 metoprene	1	109.0	13	108.9 (-5)	78.9 (-25)	67.0 (-10)	80.9 (-10)	80.9 (-10)								
	2	107.1	10	106.9 (-5)	64.9 (-20)	90.9 (-12)	76.9 (-20)	104.9 (-10)	78.9 (-25)							
	3	153.1	9	110.9 (-10)												
	4	137.1	7	76.9 (-15)	92.9 (-30)	90.9 (-5)	78.9 (-25)	94.9 (-25)	137.0 (-5)	80.9 (-5)	67.0 (-30)					
	5	191.1	6	106.9 (-10)	92.9 (-15)	108.9 (-10)	94.9 (-5)	90.9 (-25)	134.9 (-15)	97.0 (-10)	120.9 (-10)	104.9 (-22)	148.9 (-10)	81.0 (-15)	78.9 (-30)	191.1 (-5)
	6	175.1	4	146.9 (-10)	118.9 (-25)	104.9 (-5)	90.9 (-30)	90.9 (-30)	133.0 (-10)							
	7	193.1	3	104.9 (-15)	147.0 (-10)	118.9 (-15)	132.9 (-10)	175.0 (-5)	90.9 (-5)	106.9 (-12)	193.0 (-5)					
	8	221.2	3	175.0 (-8)	106.9 (-12)	132.9 (-15)	203.1 (-5)	116.9 (-25)	145.0 (-10)	104.9 (-25)	161.0 (-12)	94.9 (-10)	108.9 (-15)	90.9 (-25)	92.9 (-10)	221.1 (-20)
	9	235.2	2	193.0 (-5)	146.9 (-15)	189.0 (-5)	132.9 (-15)	104.9 (-25)	175.0 (-10)	118.9 (-25)	106.9 (-15)	161.0 (-10)	235.1 (-5)			
	10	278.2	2	153.0 (-5)	191.1 (-7)	121.0 (-15)	111.2 (-17)	137.0 (-5)	147.0 (-13)	151.0 (-15)	175.1 (-17)	278.2 (-5)	190.4 (-15)	119.0 (-20)	133.0 (-13)	134.9 (-5)
25 omethoate	1	251.2	0.7	191.1 (-5)	135.0 (-10)	219.1 (-5)	120.9 (-10)	109.0 (-20)	107.1 (-15)	123.0 (-10)	177.3 (-5)	119.9 (-30)	149.1 (-12)	104.9 (-30)	114.9 (-25)	251.0 (-5)
	2	295.2	0.4	221.1 (-5)	209.3 (-10)	175.1 (-10)	145.0 (-20)	191.0 (-25)	185.1 (-13)	161.0 (-10)	225.0 (-25)	132.9 (-25)	120.8 (-20)	295.1 (-5)	206.9 (-15)	
	3	155.9	100	108.8 (-10)	78.9 (-20)	79.9 (-18)	94.8 (-23)	140.8 (-5)	155.8 (-5)							
	4	109.9	94	79.9 (-10)	78.8 (-15)	109.8 (-5)	94.8 (-15)									
	5	78.9	28	46.9 (-10)	78.8 (-5)											
	6	108.8	23	78.8 (-8)	108.8 (-5)											
	7	80.0	18	46.9 (-12)	64.8 (-5)	78.8 (-12)	79.8 (-5)									
	8	140.9	15	110.8 (-13)	60.9 (-10)	94.8 (-25)	140.8 (-5)									
	9	125.9	15	78.8 (-13)	125.8 (-5)											
	10	94.9	9	94.8 (-5)	64.9 (-10)											
26 o-phenyphenol	1	124.8	8	124.8 (-8)	78.8 (-18)											
	2	170.0	100	140.9 (-23)	114.9 (-28)	142.0 (-13)	169.0 (-25)	116.0 (-27)	170.0 (-15)							
	3	168.9	76	114.8 (-25)	140.9 (-15)	168.9 (-15)										
	4	141.0	40	114.9 (-13)	140.9 (-5)											
	5	114.9	29	114.8 (-13)	88.8 (-13)	64.9 (-17)										
	6	142.0	14	116.0 (-15)	140.9 (-13)	142.0 (-10)	114.9 (-28)									
	7	171.1	13	170.0 (-13)	171.0 (-5)	141.9 (-23)	116.0 (-35)	115.0 (-35)	143.0 (-20)							
	8	138.9	10	88.9 (-15)	112.9 (-15)	138.9 (-13)										
	9	167.8	4	138.9 (-18)	140.2 (-10)	167.9 (-28)										
	10	265.8	100	166.8 (-25)	164.7 (-27)	201.8 (-15)	229.8 (-12)	266.8 (-17)								
27 pentachlorophenol	1	263.8	63	263.8 (-5)	164.7 (-25)	199.8 (-12)	227.8 (-12)									
	2	267.8	63	166.7 (-28)	166.7 (-35)	203.8 (-12)	231.8 (-10)	201.7 (-18)	229.9 (-9)	267.8 (-25)						
	3	164.8	40	129.7 (-20)	94.7 (-33)	164.8 (-10)										
	4	166.8	38	131.8 (-20)	129.8 (-25)	166.8 (-18)	94.9 (-35)									
	5	201.8	21	166.8 (-13)	131.8 (-28)	129.8 (-28)	164.8 (-10)	201.8 (-5)								
	6	269.8	23	166.8 (-23)	166.8 (-23)	269.8 (-15)	231.8 (-5)	203.8 (-15)								
	7	229.8	18	166.8 (-15)	201.8 (-8)	129.8 (-35)	164.8 (-20)	131.7 (-35)	229.8 (-5)							
	8	129.8	18	94.8 (-20)	129.7 (-30)											
	9	199.8	18	164.8 (-8)	129.7 (-28)											

表2 検討したMS/MS条件(続き)

Pesticide	Precursor ion								Product ion, m/z (collision energy, eV)							
	m/z	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13		
28 varidathion	1	87.0	100	58.0 (-25)	59.0 (-33)	86.9 (-5)	56.9 (-15)	85.9 (-12)	45.0 (-12)							
	2	145.0	60	86.9 (-8)	88.0 (-8)	111.9 (-8)	144.9 (-5)									
	3	108.9	37	78.8 (-5)	108.8 (-5)											
	4	141.9	23	78.8 (-18)	111.7 (-8)	141.8 (-5)										
	5	88.1	22	58.9 (-25)	87.9 (-5)	99.9 (-8)	55.0 (-5)									
	6	146.0	20	86.9 (-13)	58.2 (-13)	88.0 (-7)	113.0 (-7)	89.0 (-7)	84.9 (-18)	145.9 (-5)						
	7	124.9	16	78.8 (-13)	124.8 (-7)											
	8	111.9	15	78.8 (-8)	111.8 (-5)											
29 oxydemeton	1	114.9	100	86.9 (-20)	51.0 (-20)	114.8 (-10)										
	2	184.9	57	120.8 (-15)	84.8 (-25)	148.8 (-5)	116.7 (-20)	184.8 (-10)	158.8 (-10)							
	3	186.9	48	122.8 (-10)	120.8 (-10)	148.8 (-5)	150.8 (-8)	84.8 (-23)	86.8 (-23)	188.8 (-5)	118.7 (-30)	158.8 (-10)				
	4	116.9	41	116.8 (-10)	89.9 (-13)											
	5	388.8	26	388.8 (-5)	352.8 (-5)	324.8 (-8)	262.8 (-10)	264.8 (-15)	252.8 (-35)	286.8 (-15)	315.8 (-10)	288.8 (-15)	317.8 (-10)	254.8 (-25)		
	6	386.8	26	386.7 (-5)	262.8 (-13)	322.8 (-13)	286.8 (-13)	350.7 (-8)	260.8 (-10)	252.8 (-32)	315.8 (-10)	250.8 (-30)	284.8 (-12)			
	7	236.8	26	236.8 (-10)	118.7 (-25)	142.7 (-25)	140.8 (-20)	116.7 (-25)	166.8 (-30)							
	8	238.9	21	203.8 (-15)	118.7 (-20)	142.7 (-20)	238.8 (-15)	144.7 (-20)	120.7 (-25)							

1 acephate

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
135.9	100	93.8	-18	100	51	1	3
141.9	11	111.8	-5	77	4	2	19
137.1	5	95.9	-5	75	3	3	20
141.9	11	64.9	-23	75	5	4	16
141.9	11	65.9	-18	65	5	5	17

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
135.9	100	135.9	-5	0.008	100	16	1
94.0	50	93.8	-8	0.004	68	22	2
135.9	100	93.8	-18	100	51	1	3
95.0	25	94.8	-5	0.001	34	25	4
96.0	18	95.8	-5	0.001	29	26	5

2 aldrin

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
262.9	39	190.8	-30	100	42	1	2
260.9	25	190.8	-30	99	29	2	6
290.9	13	185.9	-35	97	28	3	7
297.8	10	262.8	-13	82	33	4	5
260.9	25	260.8	-5	58	11	5	19

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
264.8	26	264.8	-8	0.1	100	41	1
262.9	39	190.8	-30	100	42	1	2
264.8	26	192.8	-30	0.4	38	40	3
66.0	100	64.9	-15	0.03	36	42	4
297.8	10	262.8	-13	82	33	4	5

3 amitraz

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
293.1	32	146.9	-15	100	16	1	23
293.1	32	132.0	-20	53	25	2	8
293.1	32	161.9	-10	44	21	3	14
162.0	93	121.0	-10	30	22	4	13
162.0	93	129.9	-20	27	13	5	25

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
132.0	90	131.9	-10	0.06	100	23	1
121.0	100	120.9	-5	0.01	85	34	2
121.0	100	119.9	-15	0.1	62	19	3
162.0	93	131.9	-10	0.9	61	14	4
162.0	93	162.0	-5	0.03	32	27	5

4 azinphos-ethyl

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
128.8	17	64.9	-15	100	9	1	16
65.0	17	47.0	-10	27	2	2	26
132.0	100	77.0	-10	0.9	80	3	2
160.0	78	76.9	-15	0.7	61	4	4
160.0	78	131.9	-5	0.2	68	5	3

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
77.0	70	76.9	-5	0.005	100	23	1
132.0	100	77.0	-10	0.9	80	3	2
160.0	78	131.9	-5	0.2	68	5	3
160.0	78	76.9	-15	0.7	61	4	4
132.0	100	104.1	-5	0.1	39	6	5

5 biphenyl

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
154.0	100	151.9	-23	100	100	1	2
155.1	13	152.9	-35	78	17	2	12
154.0	100	152.9	-23	76	100	3	3
155.1	13	153.9	-15	63	46	4	8
152.9	37	151.9	-15	60	99	5	4

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
154.0	100	153.9	-15	57	100	6	1
154.0	100	151.9	-23	100	100	1	2
154.0	100	152.9	-23	76	100	3	3
152.9	37	151.9	-15	60	99	5	4
151.9	27	151.9	-10	7	97	14	5

6 boscalid

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
139.9	100	75.9	-25	100	89	1	3
342.0	27	139.8	-18	72	43	2	7
141.9	30	75.8	-23	40	30	3	8
344.0	18	139.8	-18	21	13	4	13
113.9	11	75.9	-13	18	17	5	12

Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
139.9	100	111.8	-13	0.008	100	19	1
139.9	100	139.8	-5	0.007	91	21	2
139.9	100	75.9	-25	100	89	1	3
141.9	30	113.8	-13	0.005	57	22	4
111.9	33	75.9	-13	0.007	52	20	5

表3 各 MS/MS 条件における S/N 比及びピーク高さ

(a) S/N 比で並べ替えた場合、(b) ピーク高さで並べ替えた場合

CE: collision energy.

7 bromophos-ethyl

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
358.9	66	302.8	-13	100	100	1	1
356.9	49	300.8	-13	43	77	2	3
302.8	59	284.8	-15	41	49	3	7
358.9	66	284.8	-28	40	32	4	14
360.8	19	304.8	-13	38	31	5	15

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
358.9	66	302.8	-13	100	100	1	1
96.9	100	96.8	-15	0.0005	90	48	2
356.9	49	300.8	-13	43	77	2	3
124.9	30	96.8	-13	0.0008	70	47	4
302.8	59	302.8	-5	3	69	41	5

8 butylate

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
174.0	28	74.9	-8	100	32	1	6
146.0	68	61.9	-13	61	19	2	10
174.0	28	89.8	-15	39	12	3	12
217.1	8	156.0	-5	36	12	4	13
174.0	28	88.7	-15	13	4	5	17

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
57.2	100	57.0	-5	0.00001	100	22	1
146.0	68	89.8	-8	0.005	88	9	2
146.0	68	145.9	-5	0.0004	81	13	3
156.1	57	156.0	-5	0.001	60	11	4
75.0	21	74.8	-5	0.0001	56	16	5

9 coumaphos

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
226.0	73	162.9	-18	100	44	1	7
210.0	50	118.8	-23	90	47	2	6
210.0	50	153.8	-13	78	35	3	9
362.0	100	225.9	-13	70	31	4	13
226.0	73	90.9	-35	63	33	5	11

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
108.9	80	108.8	-5	0.0002	100	52	1
108.9	80	80.8	-15	0.0004	96	51	2
96.9	74	96.8	-13	0.0005	78	50	3
108.9	80	90.8	-5	0.003	70	45	4
226.0	73	225.9	-5	0.002	63	46	5

10 dichlorvos

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
184.9	24	92.8	-10	100	22	1	4
79.0	20	47.0	-5	40	9	2	8
186.9	8	92.8	-15	34	7	3	9
144.9	8	108.8	-18	27	6	4	10
184.9	24	108.8	-20	23	5	5	11

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
108.9	100	108.8	-8	0.01	100	20	1
108.9	100	78.8	-5	0.06	63	17	2
79.0	20	78.8	-5	0.008	63	22	2
184.9	24	92.8	-10	100	22	1	4
184.9	24	184.8	-10	0.04	17	18	5

11 dioxabenzofos

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
183.0	45	104.8	-18	100	36	1	5
200.9	27	136.8	-13	75	25	2	10
216.0	100	182.9	-13	63	21	3	12
216.0	100	137.9	-15	62	31	4	7
216.0	100	136.8	-20	49	46	5	4

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
78.0	51	77.8	-5	0.01	100	34	1
216.0	100	200.9	-10	0.2	53	26	2
183.0	45	152.8	-13	0.1	53	28	3
216.0	100	136.8	-20	49	46	5	4
183.0	45	104.8	-18	100	36	1	5

12 diphenylamine

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
166.9	33	140.0	-30	100	12	1	10
165.9	5	112.8	-30	28	2	2	19
165.9	5	115.0	-18	11	0.9	3	24
169.0	100	168.0	-23	0.9	54	4	4
168.0	63	166.9	-13	0.9	100	5	1

Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
168.0	63	166.9	-13	0.9	100	5	1
168.0	63	168.0	-5	0.3	91	8	2
169.0	100	169.0	-15	0.5	67	6	3
169.0	100	168.0	-23	0.9	54	4	4
166.9	33	166.9	-15	0.3	35	10	5

表3 各 MS/MS 条件における S/N 比及びピーク高さ(続き)

(a) S/N 比で並べ替えた場合、(b)ピーク高さで並べ替えた場合

CE: collision energy.

13 edifenphos

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
311.0	8	202.0	-10	100	0.6	1	27	172.9	81	108.8	-12	6	100	6	1
311.0	8	185.8	-5	59	0.3	2	30	109.0	100	108.8	-12	1	56	23	2
311.0	8	190.9	-10	28	0.2	3	32	109.0	100	64.9	-12	2	39	16	3
311.0	8	192.0	-10	17	0.1	4	33	201.0	29	108.8	-15	4	32	10	4
310.0	33	185.9	-5	6	5	5	14	110.0	23	109.9	-5	0.3	26	30	5

14 endrin aldehyde

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
242.9	22	172.8	-35	100	9	1	11	67.0	100	66.9	-7	0.002	100	54	1
172.9	21	137.9	-15	90	13	2	5	172.9	21	172.9	-13	0.005	18	49	2
249.8	31	214.8	-28	80	10	3	10	67.0	100	64.9	-7	0.002	17	55	3
247.9	19	212.9	-25	78	7	4	14	67.0	100	41.0	-18	0.002	13	52	4
342.9	26	243.0	-12	58	5	5	20	172.9	21	137.9	-15	90	13	2	5

15 endrin ketone

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
316.9	79	208.9	-30	100	5	1	16	67.0	100	66.9	-5	0.0001	100	42	1
242.9	25	172.8	-23	91	8	2	8	139.0	26	138.8	-13	0.005	18	35	2
314.9	50	278.8	-10	78	4	3	23	316.9	79	316.8	-5	0.03	14	31	3
249.8	24	214.8	-28	70	4	4	24	249.8	24	249.7	-20	0.02	9	33	4
244.9	28	172.9	-33	67	6	5	11	314.9	50	314.8	-5	0.004	9	37	5

16 EPTC

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
189.1	17	127.9	-5	100	36	1	4	128.0	100	127.9	-5	0.008	100	13	1
132.0	27	61.9	-13	37	13	2	7	86.0	68	43.1	-5	0.03	90	12	2
132.0	27	89.8	-10	35	25	3	5	128.0	100	85.8	-5	0.05	65	11	3
189.1	17	86.0	-10	31	11	4	10	189.1	17	127.9	-5	100	36	1	4
160.0	7	74.9	-5	14	5	5	14	132.0	27	89.8	-10	35	25	3	5

17 ethoprophos

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
157.9	100	96.8	-18	100	79	1	2	96.9	79	96.7	-10	0.004	100	23	1
125.9	50	64.8	-13	46	37	2	9	157.9	100	96.8	-18	100	79	1	2
157.9	100	113.8	-8	44	67	3	3	157.9	100	113.8	-8	44	67	3	3
199.9	37	96.8	-28	19	14	4	22	126.9	38	98.8	-10	0.01	61	15	4
199.9	37	113.7	-15	18	14	5	23	125.9	50	92.8	-5	0.03	57	10	5

18 fenamidone

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, <i>m/z</i> (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	<i>m/z</i> (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
238.1	100	237.0	-12	100	76	1	3	91.0	39	90.9	-5	0.004	100	39	1
268.1	71	179.9	-15	47	28	2	9	103.0	36	102.9	-5	0.003	78	30	2
238.1	100	102.8	-25	39	23	3	14	238.1	100	237.0	-12	100	76	1	3
238.1	100	131.8	-13	25	10	4	23	103.0	36	76.9	-15	0.005	50	28	4
210.1	18	117.9	-10	18	11	5	21	238.1	100	238.0	-5	0.05	36	17	5

表3 各 MS/MS 条件における S/N 比及びピーク高さ(続き)

(a) S/N 比で並べ替えた場合、(b) ピーク高さで並べ替えた場合

CE: collision energy.

19 MPID

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
175.0	80	103.8	-12	100	100	1	1	175.0	80	103.8	-12	100	100	1	1
119.0	30	103.8	-5	59	41	2	5	104.0	100	76.9	-18	32	96	3	2
104.0	100	76.9	-18	32	96	3	2	104.0	100	103.8	-13	20	63	5	3
190.0	10	103.9	-23	24	10	4	12	77.0	30	76.8	-5	0.7	46	20	4
104.0	100	103.8	-13	20	63	5	3	119.0	30	103.8	-5	59	41	2	5

20 hexachlorobenzene

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
283.8	100	248.7	-20	100	99	1	2	281.8	52	281.7	-5	0.001	100	41	1
283.8	100	213.7	-28	65	97	2	3	283.8	100	248.7	-20	100	99	1	2
285.8	79	248.7	-20	51	31	3	20	283.8	100	213.7	-28	65	97	2	3
281.8	52	211.7	-30	48	77	4	5	283.8	100	283.7	-20	0.01	84	34	4
285.8	79	250.7	-20	44	65	5	8	281.8	52	211.7	-30	48	77	4	5

21 2,4-dichloroaniline

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
160.9	100	98.8	-25	100	31	1	5	162.9	64	162.8	-8	0.003	100	24	1
160.9	100	89.9	-23	50	35	2	3	160.9	100	160.8	-18	0.005	48	23	2
162.9	64	89.9	-23	40	22	3	7	160.9	100	89.9	-23	50	35	2	3
160.9	100	125.9	-13	37	26	4	6	90.0	20	89.8	-5	0.002	31	25	4
124.9	9	89.8	-8	33	10	5	17	160.9	100	98.8	-25	100	31	1	5

22 imibenconazole des benzyl type

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
237.0	10	139.8	-25	100	6	1	22	83.0	100	83.0	-5	6	100	26	1
272.0	10	235.0	-5	76	5	2	23	83.0	100	81.9	-10	56	92	8	2
235.0	31	101.9	-35	74	18	3	8	235.0	31	165.9	-10	73	67	4	3
235.0	31	165.9	-10	73	67	4	3	83.0	100	56.0	-5	52	28	11	4
235.0	31	137.8	-30	70	17	5	9	132.9	11	132.8	-10	0.5	27	28	5

23 methamidophos

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
140.9	43	63.9	-20	100	5	1	17	93.9	100	93.8	-5	0.02	100	14	1
140.9	43	79.9	-18	28	6	2	14	95.0	60	94.8	-5	0.001	51	21	2
78.9	12	47.0	-10	11	2	3	22	140.9	43	94.9	-5	0.03	22	11	3
109.9	6	47.0	-17	2	0.5	4	24	95.0	60	78.9	-15	0.02	15	13	4
110.9	7	63.9	-10	0.07	7	5	12	95.0	60	79.8	-5	0.02	13	15	5

24 methoprene

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
278.2	1.6	121.0	-15	100	0.2	1	56	73.0	100	73.0	-5	0.1	100	70	1
278.2	1.6	133.0	-13	50	0.05	2	83	111.0	20	110.9	-10	2	15	19	2
278.2	1.6	191.1	-7	49	0.05	3	84	153.1	9	110.9	-10	8	11	13	3
295.2	0.4	221.1	-5	41	0.05	4	88	109.0	13	108.9	-5	0.06	9	89	4
278.2	1.6	119.0	-20	32	0.06	5	81	109.0	13	67.0	-10	0.03	7	105	5

表3 各 MS/MS 条件における S/N 比及びピーク高さ(続き)

(a) S/N 比で並べ替えた場合、(b) ピーク高さで並べ替えた場合

CE: collision energy.

25 ometoate

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
78.9	28	46.9	-10	100	7	1	21	109.9	94	109.8	-5	0.003	100	16	1
140.9	15	60.9	-10	50	3	2	24	155.9	100	109.8	-10	0.08	100	8	2
155.9	100	79.9	-18	25	36	3	8	109.9	94	78.8	-15	0.01	84	11	3
140.9	15	94.8	-25	1	1	4	27	155.9	100	78.9	-20	0.2	59	6	4
80.0	18	46.9	-12	1	1	5	26	109.9	94	79.9	-10	0.01	59	10	5

26 o-phenylphenol

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
170.0	100	116.0	-27	100	11	1	19	141.0	40	114.9	-13	28	100	13	1
171.1	13	170.0	-13	96	17	2	15	168.9	76	114.8	-25	85	93	5	2
170.0	100	140.9	-23	95	90	3	3	170.0	100	140.9	-23	95	90	3	3
170.0	100	169.0	-25	87	29	4	9	168.9	76	140.9	-15	57	85	8	4
168.9	76	114.8	-25	85	93	5	2	141.0	40	140.9	-5	17	85	14	5

27 pentachlorophenol

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
265.8	100	166.8	-25	100	100	1	1	265.8	100	166.8	-25	100	100	1	1
263.8	63	164.7	-25	93	93	2	2	263.8	63	164.7	-25	93	93	2	2
267.8	63	166.7	-28	89	67	3	7	164.8	40	164.8	-10	0.0002	90	41	3
265.8	100	164.7	-27	69	69	4	6	164.8	40	129.7	-20	0.01	80	31	4
199.8	18	164.8	-8	61	46	5	9	263.8	63	263.8	-5	0.004	69	34	5

28 vamidothion

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
145.0	60	111.9	-8	100	6	1	16	87.0	100	86.9	-5	0.0003	100	21	1
146.0	20	58.2	-13	100	5	2	17	145.0	60	86.9	-8	0.0001	24	30	2
141.9	23	111.7	-8	85	7	3	12	108.9	37	108.8	-5	0.0001	22	29	3
146.0	20	86.9	-13	25	2	4	23	145.0	60	88.0	-8	0.01	14	10	4
146.0	20	88.0	-7	22	1	5	24	141.9	23	78.8	-18	0.01	11	9	5

29 oxchlordane

(a)								(b)							
Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order		Precursor ion		Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Relative peak height (%)	Order	
m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height	m/z (amu)	abu. (%)					S/N ratio	Peak height
184.9	57	120.8	-15	100	48	1	2	114.9	100	114.9	-10	0.05	100	47	1
184.9	57	84.8	-25	84	25	2	5	184.9	57	120.8	-15	100	48	1	2
186.9	48	122.8	-10	59	24	3	6	116.9	41	116.8	-10	0.03	45	48	3
186.9	48	84.8	-23	48	16	4	11	114.9	100	86.9	-20	0.1	26	45	4
186.9	48	150.8	-8	44	18	5	10	184.9	57	84.8	-25	84	25	2	5

表3 各 MS/MS 条件における S/N 比及びピーク高さ(続き)

(a) S/N 比で並べ替えた場合、(b) ピーク高さで並べ替えた場合

CE: collision energy.

表4 各農薬のMS/MS条件

No.	Analyte	1				2				3				4				5			
		Precursor ion, m/z (amu)	Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Precursor ion, m/z (amu)	Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Precursor ion, m/z (amu)	Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Precursor ion, m/z (amu)	Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)	Precursor ion, m/z (amu)	Product ion, m/z (amu)	CE (eV)	Relative S/N ratio (%)
1	acephate	135.9	93.8	-18	100	141.9	111.8	-5	77	137.1	95.9	-5	75	141.9	64.9	-23	75	141.9	65.9	-18	65
2	aldrin	262.9	190.8	-30	100	260.9	190.8	-30	99	290.9	185.9	-35	97	297.8	262.8	-13	82	260.9	260.8	-5	58
3	amitraz	293.1	146.9	-15	100	293.1	132.0	-20	53	293.1	161.9	-10	44	162.0	121.0	-10	30	162.0	129.9	-20	27
4	azirphos-ethyl	128.8	64.9	-15	100	65.0	47.0	-10	27	132.0	77.0	-10	0.9	160.0	76.9	-15	0.7	160.0	131.9	-5	0.2
5	biphenyl	154.0	151.9	-23	100	155.1	152.9	-35	78	154.0	152.9	-23	76	155.1	153.9	-15	63	152.9	151.9	-15	60
6	boscalid	139.9	75.9	-25	100	342.0	139.8	-18	72	141.9	75.8	-23	40	344.0	139.8	-18	21	113.9	75.9	-13	18
7	bromophos-ethyl	358.9	302.8	-13	100	356.9	300.8	-13	43	302.8	284.8	-15	41	358.9	284.8	-28	40	360.8	304.8	-13	38
8	bufate	174.0	74.9	-8	100	146.0	61.9	-13	61	174.0	89.8	-15	39	217.1	156.0	-5	36	174.0	88.7	-15	13
9	courmethos	226.0	162.9	-18	100	210.0	118.8	-23	90	210.0	153.8	-13	78	362.0	225.9	-13	70	226.0	90.9	-35	63
10	dichlorvos	184.9	92.8	-10	100	79.0	47.0	-5	40	186.9	92.8	-15	34	144.9	108.8	-18	27	184.9	108.8	-20	23
11	dioxabenzos	183.0	104.8	-18	100	200.9	136.8	-13	75	216.0	182.9	-13	63	216.0	137.9	-15	62	216.0	136.8	-20	49
12	diphenylamine	166.9	140.0	-30	100	165.9	112.8	-30	28	165.9	115.0	-18	11	169.0	168.0	-23	0.9	168.0	166.9	-13	0.9
13	edifenphos	311.0	202.0	-10	100	311.0	185.8	-5	59	311.0	190.9	-10	28	311.0	192.0	-10	17	310.0	185.9	-5	6
14	endrin aldehyde	242.9	172.8	-35	100	172.9	137.9	-15	90	249.8	214.8	-28	80	247.9	212.9	-25	78	342.9	243.0	-12	58
15	endrin ketone	316.9	208.9	-30	100	242.9	172.8	-23	91	314.9	278.8	-10	78	249.8	214.8	-28	70	244.9	172.9	-33	67
16	EPTC	189.1	127.9	-5	100	132.0	61.9	-13	37	132.0	89.8	-10	35	189.1	86.0	-10	31	160.0	74.9	-5	14
17	ethiofophos	157.9	96.8	-18	100	125.9	64.8	-13	46	157.9	113.8	-8	44	199.9	96.8	-28	19	199.9	113.7	-15	18
18	fenamidone	238.1	237.0	-12	100	288.1	179.9	-15	47	238.1	102.8	-25	39	238.1	131.8	-13	25	210.1	117.9	-10	18
19	MPID	175.0	103.8	-12	100	119.0	103.8	-5	59	104.0	76.9	-18	32	190.0	103.9	-23	24	104.0	103.8	-13	20
20	hexachlorbenzene	283.8	248.7	-20	100	283.8	213.7	-28	65	285.8	248.7	-20	51	281.8	211.7	-30	48	285.8	250.7	-20	44
21	2,4-dichloroaniline	160.9	98.8	-25	100	160.9	89.9	-23	50	162.9	89.9	-23	40	160.9	125.9	-13	37	124.9	89.8	-8	33
22	imibencanazole des benzyl type	237.0	139.8	-25	100	272.0	235.0	-5	76	235.0	101.9	-35	74	235.0	165.9	-10	73	235.0	137.8	-30	70
23	methamidophos	140.9	63.9	-20	100	140.9	79.9	-18	28	78.9	47.0	-10	11	109.9	47.0	-17	2	110.9	63.9	-10	0.07
24	methylotrene	278.2	121.0	-15	100	278.2	133.0	-13	50	276.2	191.1	-7	49	295.2	221.1	-5	41	278.2	119.0	-20	32
25	omethate	78.9	46.9	-10	100	140.9	60.9	-10	50	155.9	79.9	-18	25	140.9	94.8	-25	1	80.0	46.9	-12	1
26	o-phenylphenol	170.0	116.0	-27	100	171.1	170.0	-13	96	170.0	140.9	-23	95	170.0	169.0	-25	87	168.9	114.8	-25	85
27	pentachlorophenol	265.8	166.8	-25	100	263.8	164.7	-25	93	267.8	166.7	-28	89	265.8	166.7	-27	89	199.8	164.8	-8	61
28	varnidithion	145.0	111.9	-8	100	146.0	58.2	-13	100	141.9	111.7	-8	85	146.0	86.9	-13	25	146.0	88.0	-7	22
29	oxychordane	184.9	120.8	-15	100	184.9	84.8	-25	84	186.9	122.8	-10	59	186.9	84.8	-23	48	186.9	150.8	-8	44

CE: collision energy.

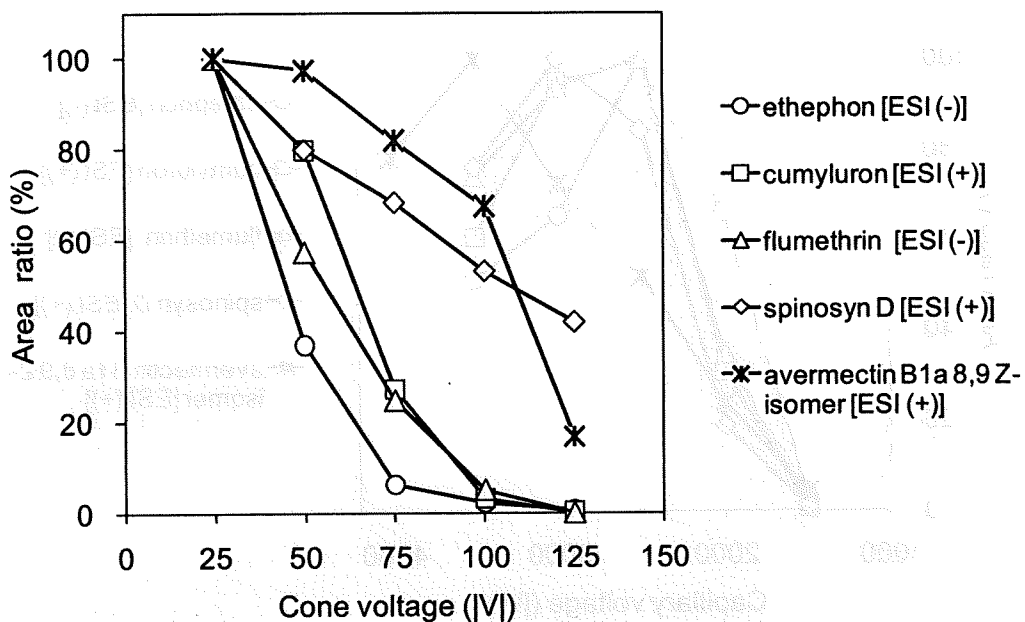


図2 各農薬のピーク面積に対するコーン電圧の影響
コーン電圧は絶対値を示した。

aperture 1 voltage: 15 V[ESI(+)]又は-15 V[ESI(-)]

capillary voltage: 3,000 V[ESI(+)]又は-3,000 V[ESI(-)]

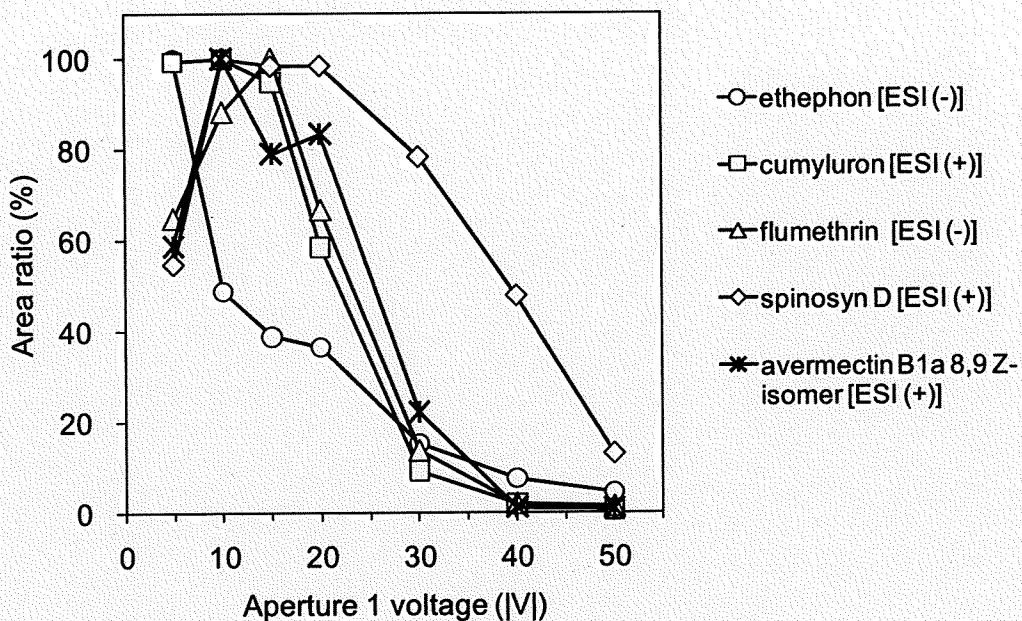


図3 各農薬のピーク面積に対する Aperture 1 電圧の影響
Aperture 1 電圧は絶対値を示した。

cone voltage: 25 V[ESI(+)]又は-25 V[ESI(-)]

capillary voltage: 3,000 V[ESI(+)]又は-3,000 V[ESI(-)]

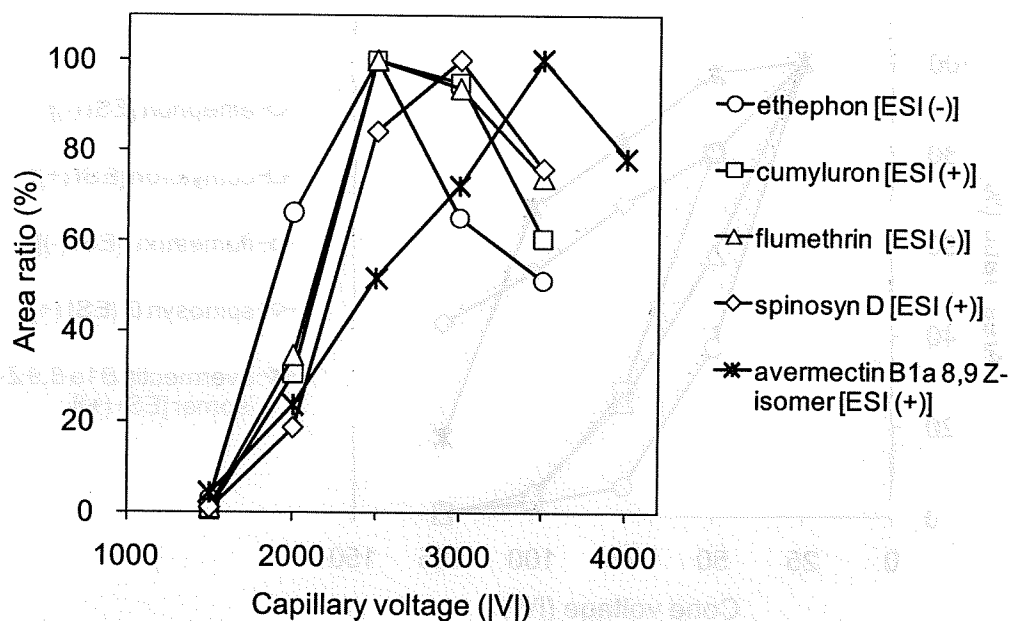
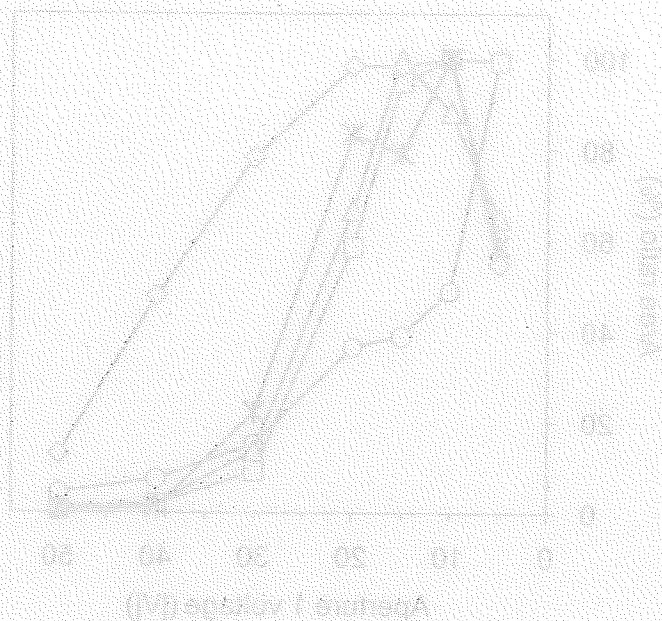


図4 各農薬のピーク面積に対するキャピラリー電圧の影響
 キャピラリー電圧は絶対値を示した。

cone voltage: 25 V [ESI(+)] 又は -25 V [ESI(-)]

aperture 1 voltage: -5 V (ethephon)、7.5 V (cumyluron)、-15 V (flumethrin)、

10 V (spinosyn D 及び avermectin B1a 8,9 Z-isomer)



II. 分担研究報告

2. 畜水産食品中残留農薬及び動物用医薬品の包括的分析法の開発

分担研究者 坂井 隆敏

平成21年度厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）
食品中残留農薬等の汚染実態把握と急性暴露評価に関する研究
分担研究報告書

畜水産食品中残留農薬及び動物用医薬品の包括的分析法の開発

分担研究者 坂井 隆敏 国立医薬品食品衛生研究所主任研究官

研究要旨

検査機関におけるより効率的な検査体制の確立を目的として、畜水産食品に基準が設定されている農薬及び動物用医薬品（農薬等）の包括的一斉分析法の開発を試みた。

平成21年度は、昨年度までに検討した抽出法に精製操作を追加して一斉分析法を構築し、農薬等172化合物について牛の筋肉及び肝臓試料からの回収率を求めた。

坂井隆敏・国立医薬品食品衛生研究所
主任研究官

A. 研究目的

平成18年5月29日、食品に残留する農薬、飼料添加物及び動物用医薬品（農薬等）に関するいわゆるポジティブリスト制度が施行された。本制度の導入に伴い、農薬、動物用医薬品それぞれに対する一斉試験法の研究・開発がなされ、今日までに農薬について5種類、動物用医薬品について3種類の一斉試験法が通知されている。現在各検査機関においては、これら通知試験法に準拠した分析法を用いて食品中の残留農薬等の検査が実施されている。これら通知試験法は、いずれも農薬もしくは動物用医薬品どちらか一方のみを測定する試験法であり、農薬試験法で動物用医薬品が測定できるか、また動物用医薬品試験法で農薬が測定できるかについては、ほとんど検討がなされていない。

一方、動物用医薬品はもとより、農薬の中にも畜水産食品に基準値が設定されているものがあるため（約300農薬）、畜水産食品については農薬・動物用医薬品の両方を測定しなければならない。しかしながら、上述のように現在用いられている一斉試験法は農薬もしくは動物用医薬品のどちらか一方しか測定する事ができず、畜水産食品を検査する場合、現状では農薬試験法と動物用医薬品試験法を用いて2度の検査を行う必要がある。

農薬と動物用医薬品は、使用対象や使用方法などの点においては異なるものの、人の健康を損なうおそれがある化学物質という点においては同様であり、食品マトリックスが同じであれば、基本的には同様の分

析法で測定する事が可能であると考えられる。農薬及び動物用医薬品を一度に分析できる方法が開発されれば、現在それぞれの試験法で2度行われている検査を1度に短縮できる為、より効率的な食品の検査が可能になると考えられる。

本研究では、検査機関におけるより効率的な検査体制の確立を目的として、畜水産食品に基準値が設定されている農薬等を対象として、これらの包括的一斉分析法の開発を試みる。

B. 研究方法

検討対象化合物には、畜水産食品に基準値が設定されている農薬等から、農薬94化合物、動物用医薬品（動物薬）58化合物及び農薬且つ動物薬として使用される薬品（農薬兼動物薬）20化合物、合計172化合物を用いた。

まず、上記172化合物について、水及びアセトン/*n*-ヘキサン混液を用いた抽出における水層への分配率（%）について調査した。すなわち、ガラス製遠心管に検討対象化合物各1 µg/mL混合標準溶液200 µLを採り、水20 mL及びアセトン/*n*-ヘキサン（1：2）混液100 mLを加えて2分間ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行った。有機層（上層）を除去し、残った水層（下層）に*n*-ヘキサン50 mLを加えて再度ホモジナイズ及び遠心分離を行い、有機層を除去した。残った水層の1/4容を採り、40℃以下で濃縮して水を除去した後、残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液1.0 mLを加えて溶かし、この10 µLをLC-MS/MSに注入した。得られた結果より、検討対象化合物の水及びアセトン/*n*-ヘキサン抽出における水層分配率を求めた。

次に、水及びアセトン/*n*-ヘキサン抽出において得られる水層の精製を目的として、ポリマー系のミニカラム（Oasis HLB、充

填量500 mg, Waters製)からの検討対象化合物の溶出挙動を調査した。すなわち、水10 mLに検討対象化合物各1 µg/mL混合標準溶液50 µLを添加し、予めアセトニトリル及び水各5 mLを順次通液してコンディショニングしたOasis HLBミニカラムに負荷した。水5 mLを通液してカラムを洗浄後、アセトニトリル及び水混液(3:7)、(4:6)、(5:5)、(6:4)、(7:3)及び(8:3)各10 mLを通液し、溶出液を採った。得られた各溶出液を40°C以下で濃縮して溶媒を除去した後、残留物にアセトニトリル及び水(1:1)混液1.0 mLを加えて溶かし、この10 µLをLC-MS/MSに注入した。得られた結果から、各検討対象化合物のカラムからの溶出率(%)を求めた。

続いて、添加回収試験の方法について以下に示した。

牛の筋肉及び肝臓試料は、東京都内のスーパーマーケットにおいて市販されているものを購入し、フードプロセッサで均一化したものを用いた。

均一化した試料20.0 gをガラス製遠心管に量り採り、検討対象化合物各1 µg/mL混合標準溶液200 µLを添加した後、室温で30分間放置した。これに水20 mLを加えて2分間ホモジナイズ後、アセトン及び*n*-ヘキサン(1:2)混液100 mLを加えて更に2分間ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行い、有機層を採った。残留物及び水層に*n*-ヘキサン50 mLを加えて2分間ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行い、有機層を採り、先に得られた有機層と合わせ、*n*-ヘキサンをういて定容後、その1/4容を採った。これを40°C以下で濃縮して溶媒を除去した後、残留物にアセトニトリル30 mL及びアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン30 mLを加えて10分間激しく振とうし、アセトニトリル層を採った。

有機層を採取した後の残留物及び水層にアセトニトリル及び水(7:3)混液50 mLを加えて2分間ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離した。上澄液を採り、アセトニトリルを用いて定容後、その1/4容を採った。これを40°C以下で濃縮して溶媒を除去した後、残留物に水10 mLを加えて溶かし、毎分3,000回転で10分間遠心分離した。得られた上澄液を、予めアセトニトリル及び水各5 mLを順次通液してコンディショニングしたOasis HLBミニカラムに負荷し、水5 mLで洗浄後、アセトニトリル及び水(1:1)混液10 mLで溶出した。

この溶出液を、先に得られたアセトニトリル/ヘキサン分配後のアセトニトリル層と

合わせ、40°C以下で濃縮して溶媒を除去した後、残留物をアセトニトリル及び水(1:1)混液1.0 mLに溶解し、これを試験溶液とした。検討対象化合物の混合標準溶液及び試験溶液10 µLをLC-MS/MSに注入した後、標準溶液で得られたピーク面積を用いて検量線を作成し、試験溶液で得られたピーク面積から、絶対検量線法により各検討対象化合物の回収率(%)を求めた。

また、各検討対象化合物のイオン化に及ぼす試料マトリックスの影響を調査するために、標準溶液、筋肉及び肝臓試料のブランク試験溶液について、ネガティブ及びポジティブイオンモードにおけるプリカーサーイオンスキャン測定を行った(コーン電圧30 V, 測定範囲*m/z* 100~1000)。

以下に、本研究で用いた測定機器及び測定条件について示した。

・HPLC

高速液体クロマトグラフ (Alliance 2695, Waters製)

分析カラム: Mightysil RP-18 GP (150×3 mm, 3 µm, 関東化学株式会社製)

カラム温度: 40°C

移動相: 10 mmol/L酢酸アンモニウム水溶液 (pH 4.5) (A液) 及びアセトニトリル (B液)

グラジエント条件 (*t*: 時間 (分)) : t_0 , B=1%; t_5 , B=1%; t_{35} , B=100%; t_{40} , B=100%; $t_{40.1}$, B=1%; t_{50} , B=1%

流速: 0.4 mL/min

注入量: 10 µL

・質量分析

質量分析計 (Quattro Micro API, Waters製)

ソース温度: 150°C

脱溶媒温度: 350°C

窒素ガス流量: 700 L/hr

コーンガス流量: 50 L/hr

キャピラリー電圧: 3.0 kV

イオン化法: エレクトロスプレーイオン化法

本研究で用いた各検討対象化合物の測定条件等を表1に示した。

なお、人及び動物を用いた実験は含まれていない為、特に倫理面への配慮は必要としなかった。

C. 研究結果

前年度(平成20年度)までの研究により、試料を水及びアセトン/*n*-ヘキサン混液中でホモジナイズし、得られる有機層及び水層をそれぞれ以降の測定に供することで、幅広い物性を有する農薬等を効率的に抽出可能であることが推察された。

本年度は、得られた有機層及び水層それ