

資料

## 広島県におけるマーケットバスケット調査方式による 食品中の残留農薬の一日摂取量調査 (2006)

杉村 光永, 豊田 安基江, 齋池 千恵子

### Studies on Daily Dietary Intake of Pesticide Residues in Hiroshima Area by Market Basket Method (2006)

MITSUNORI SUGIMURA, AKIE TOYOTA and CHIEKO MOCHIIKE

(Received Sep. 28, 2007)

平成17年度に引き続き, 広島県内を流通する食品を対象として, マーケットバスケット調査方式による農薬の一日摂取量調査(一日摂取量調査)を実施した。

調査対象農薬は, 除草剤36品目, 成長調整剤8品目, 殺虫剤1品目, 殺菌剤1品目及び抗菌剤1品目の計47品目とした。調査対象食品は, 県内市場から192品目を購入し, 平成16年度国民栄養調査の食品群別一日摂取量(中国ブロック)に基づき, I~XVの食品群に分類し, 食品群ごとの残留農薬を分析した。

今回分析した農薬は, いずれの食品群からも検出されなかった。

キーワード: マーケットバスケット調査方式, 一日摂取量調査, 一日摂取許容量(ADI), LC/MS/MS, 残留農薬

## 緒 言

厚生労働省では, 国民が日常の食事を介して食品に残留する農薬を, どの程度摂取しているかを把握するために, 平成3年度から一日摂取量調査が実施され, その結果が公表されている[1]。

この一日摂取量の調査結果は, 食品衛生法に基づく食品中の残留農薬基準値の設定や見直しにおいて, 農薬の毒性試験結果或いは農薬のADIなどとともに, 重要な基礎データの一つである。

平成15年5月30日に食品衛生法が全面改正されたことに伴い, 食品中の残留農薬基準にポジティブリスト制が導入され, 平成18年5月29日から施行された。この改正で, 改正以前に残留基準が定められていない農薬やその対象食品については, 暫定基準が設定された。この暫定基準は, 今後見直しがなされる予定である。見直しの優先順位は, 一日摂取量調査による農薬摂取量の結果に基づき判断するとされている[2]。

我々は, 県民の食の安全・安心の確保に資するため, 平成17年度に引き続いて, 平成18年度においても, 厚生労働省の一日摂取量調査事業に参画し, 日常食を介して, 県民がどの程度の農薬を摂取する可能性があるかを調査した。

また, 「食品に残留する農薬, 飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(通知法)[3]を参考に, 畜水産食品を含むI~XIVの食品群においても, 適用可能な分析法を検討したので報告する。

## 調査方法

### 1 調査期間

平成18年9月~平成19年3月

### 2 調査対象農薬

調査対象農薬は, 平成18年度食品残留農薬一日摂取量実態調査実施要領(実施要領)に基づいて, LC/MSによる農薬等の一斉試験法II(農産物)[4]が適用可能な表1に示す農薬で, いずれも暫定基準が設定された除草剤36品目, 成長調整剤8品目, 殺虫剤1品目, 殺菌剤1品目及び抗菌剤1品目の計47品目とした。

### 3 実施方法

一日摂取量調査は, 県民が日常食を介して摂取される農薬の量を推計することを目的としているために, モデル献立を設定し, 食品群ごとに農薬の一日摂取量を求める方法である[1]。

表1 調査対象農薬

農薬名	用途	農薬数
2,4-D, bromoxynil, chlorimuron-ethyl, chlorsulfuron, cinosulfuron, clodinafop acid, cloransulam-methyl, cyclosulfamuron, dichlorprop, diclosulam, flazasulfuron, florasuram, fluazifop, fluroxypyr, fomesafen, foramsulfuron, haloxyfop, imazaquin, imazosulfuron, iodosulfuron methyl, ioxynil, MCPA, MCPB, mecoprop, metosulam, metsulfuron-methyl, naptalam, prosulfuron, pyrazosulfuron-ethyl, sulfentrazone, sulfosulfuron, thifensulfuron-methyl, triasulfuron, tribenuron-methyl, triclopyr, triflurosulfuron-methyl	除草剤	36
1-naphthaleneacetic acid, 4-CPA, clofencet, cloprop, cyclanilide, forchlorfenuron, gibberellin, thidiazuron	成長調整剤	8
ethoxysulfuron	殺虫剤	1
diclomezine	殺菌剤	1
trifloxysulfuron	抗菌剤	1
総数		47

表2 調査対象食品の一日摂取量及び購入品目数

食品群	分類名	購入品目数	一日摂取量(g)
I	穀類	4品目	356.3
II	穀類, 種実類, いも類	22品目	160.3
III	砂糖類, 菓子類	11品目	32.8
IV	油脂類	3品目	10.6
V	豆類	12品目	57.5
VI	果実類	16品目	107.3
VII	緑黄色野菜	18品目	85.1
VIII	緑黄色野菜以外の野菜類, きのこと類, 海藻類	26品目	181.3
IX	調味料・嗜好飲料	17品目	661.4
X	魚介類	22品目	81.6
XI	肉類, 卵類	15品目	112.1
XII	乳類	9品目	133.2
XIII	その他の食品	16品目	95.3
XIV	飲料水	1品目	600.0
	合計	192品目	

※：中国地方における一日摂取量

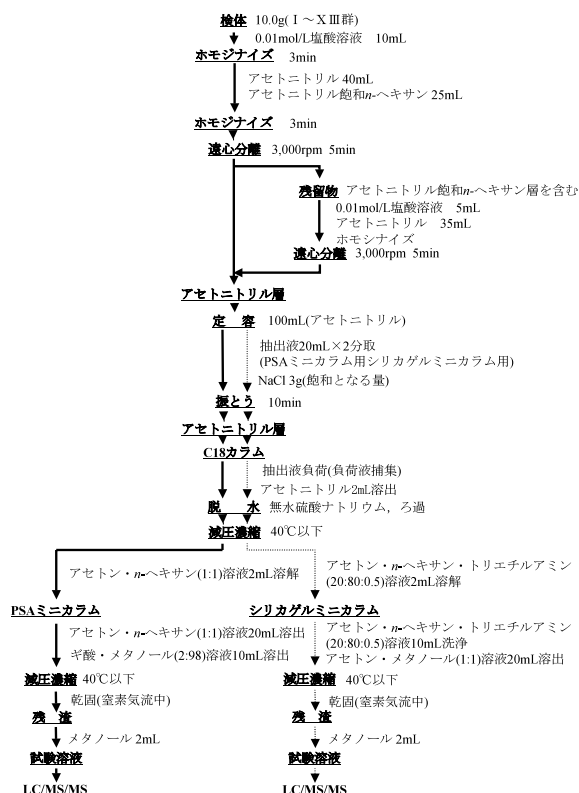


図1 分析方法

(1) 試料の調製方法

実施要領に基づいて、中国地方における食品群ごとの一日摂取量の合計値を表2に示したが、厚生労働省健康局が実施した平成16年度国民栄養調査では、分類名の品目ごとに一日摂取量が示されている。これら品目の一日摂取量の5倍から10倍量を秤量した。必要に応じて調理等の処理を行った後、購入した192品目を、各食品の一日摂取量の割合に応じて分取した。これらをI~XIVの食品群ごとに均一に混合粉砕し、試料とした。

(2) 分析方法

I~XIII群の分析方法を図1に示した。

なお、XIV群については、水道水10gを計り採り、0.01 mol/L塩酸溶液10mLを加えた後、アセトニトリル40mL

及びアセトニトリル飽和n-ヘキサン25mLを加えて振とうし、アセトニトリル層を分取した。次にアセトニトリル飽和n-ヘキサン層に0.01mol/L塩酸溶液5mLを加えた後、アセトニトリル35mLを加えて振とうした。このアセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせて、さらにアセトニトリルで100mLとした。この溶液20mLを分取し、塩化ナトリウム3g(飽和量)を加えて10分間振とうし、水層を捨てる。アセトニトリル層を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、減圧濃縮し、窒素気流中で乾固した。これをメタノール2mLで定容し、試験溶液とした。

(3) 装置

LC/MS/MSは、API3000 (Applied Biosystems社製), LC

はAgilent1100 (Agilent社製) を用いた。

(4) 分析条件

LC条件及びMS/MS条件は、表3及び表4-1、4-2に示した。

(5) 定量法

試験溶液 5 µLをLC/MS/MSに注入し、得られたMRM (Multiple Reaction Monitoring) クロマトグラムピーク面積から、絶対検量線法により作成した検量線を用いて47農薬の濃度を定量した。

(6) 試薬等：通知法[3]に準じた。

れたことに伴い、改正以前の残留基準や暫定基準が設定されなかった食品には一律基準 (0.01µg/g) が適用された[4]。このため、実施要領において、定量限界の目標値が0.01µg/g未満とされた。

一方、食品中の残留農薬等の分析では、定量限界は、S/N (シグナル対ノイズの比) = 5又は10となる濃度と定義されている[5][6]。

そこで、各農薬の標準溶液0.01µg/mLをLC/MS/MSに5 µLずつ注入し、得られたMRMクロマトグラムから、S/N=5となる各農薬の濃度を求めた。その結果を表4-1、4-2に示した。本分析方法では、50pgが定量限界の目標値である0.01µg/gに相当する。

LC/MS/MSの最適な分析条件を設定することにより、全ての分析対象農薬で、定量限界0.01µg/gの分析が可能であった。

**結果及び考察**

**1 前処理操作**

通知法は、農産物を対象とした試験法であるため、今回の畜水産物や加工食品等を含む混合検体において、この分析法が適用可能か検証した。

通知法のLC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ (農産物)[3]を用いて、予備試験を実施したところ、良好な回収率が得られなかった。このため、図1に示すとおり、通知法の「LC/MSによる農薬等の一斉分析法 (畜水産物)等」[3]で用いられているPSAミニカラムによる精製操作を追加した。検体採取量は、検体量と抽出溶媒比を一定とするため、全ての食品群で10gとした。

**2 定量限界**

食品中の残留農薬基準にポジティブリスト制が導入さ

**3 定性・定量用イオン**

一般に食品中の残留農薬分析では、回収率が70%~120%で、相対標準偏差 (RSD) が20%以下である結果について、分析の信頼性が妥当であるとされている[5][6]。

LC/MS/MSによる分析では、試料由来のマトリックス成分、或いは測定イオンの違いによりイオン化が抑制又は促進され、検出感度に変化することが報告されている[7][8]。

このため、表4-1、4-2に示すとおり、定量限界50pgを超える測定イオンの中からMCPA, MCPB, cloprop及び1-naphthaleneacetic acidの4物質を除く43物質については、各イオンの分析値を比較検証するため、ネガティブモード (neg.) 又はポジティブモード (pos.) の最大2種類ずつの測定イオンを用いて分析した。

**4 精製カラム及び定量イオンの選択**

図1に示す方法で、14食品群に0.1µg/gとなるように47農薬の標準品を添加し、回収試験を実施した。

定量値は、シリカゲルミニカラム及びPSAミニカラムを用いて精製した後、neg.またはpos.で分析した結果の中から、回収率及びRSDが最も良好なものを採用した。その採用結果を表5-1、5-2に示した。

**5 添加回収試験**

各食品群の添加回収試験の結果を表6-1、6-2に示した。

表3 LC/MS/MS条件

LC conditions	
Analytical column:	XTerra MS C18, 3.5µm, 150×2.1mm (Waters)
Mobile phase flow rate:	0.20mL/min
Mobile phase	
Solvent A:	5m mol/L ammonium acetate/methanol
Solvent B:	5m mol/L ammonium acetate/water
Gradient profile:	15%A→45%A(1min)→45%A(3.5min)→50%A(6min)→55%A(8min)→85%A(17.5min)→85%A(30min)
Column temperature(°C):	40
Acquisition time:	30min
Injection volume:	5µL
MS/MS conditions	
Scan Type:	MRM
Ion Source:	ESI
Desolvation gas:	N2, 6L/min
Polarity:	Negative Positive
Nebulizer Gas	10 9
Curtain Gas	9 11
Ion Transfer Voltage(V)	-4000 5500
Temperature(°C)	400 500
Collision Gas	8 12
Dwell Time(msec)	20 25

表 4-1 MS/MS条件, 定性・定量用イオン及び定量限界

農 薬 名	分子量	測 定 条 件						定量限界 (pg)	
		測定モード	m/z	DP	FP	CE	CXP		
2,4-D	220	-	219→161	-16	-100	-18	-13	6.2	
			219→125					-38	-9
MCPA	200	-	199→141	-16	-120	-22	-1	4.3	
MCPB	228	-	227→141	-11	-100	-12	-11	46.3	
ioxynil	371	-	370→127	-36	-130	-38	-23	1.2	
			370→215					-46	-11
iodosulfuron methyl	529	-	506→139	-31	-200	26	-11	3.2	
			506→308					-26	-7
		+	530→163	51	260	23	10	10	8.0
			508→167						29
imazaquin	311	-	310→266	-21	-150	-18	-7	9.3	
			310→223					-30	-3
		+	312→199	46	280	39	12	6	4.0
			312→128						69
imazosulfuron	412	-	411→230	-31	-200	-22	-3	6.9	
			411→154					-34	-21
		+	413→153	56	370	21	8	8	14.0
			413→156						27
ethoxysulfuron	398	-	397→78	-11	-70	-34	-3	4.7	
			397→259					-18	-5
		+	399→261	41	260	21	18	14	0.9
			399→218						35
clodinafop acid	311	-	310→238	-16	-180	-18	-1	2.0	
			310→218					-28	-19
		+	312→266	41	200	23	18	4	11.0
			312→91						39
clofencet	278	-	277→178	-11	-110	-14	-17	35.2	
			279→166					39	10
cloprop	200	-	279→111	26	180	65	8	14.0	
			199→127					-21	-150
cloransulam-methyl	429	-	428→181	-31	-260	-22	-11	4.9	
			428→153					-36	-1
		+	430→398	41	240	19	10	26	4.4
			430→370						29
chlorimuron-ethyl	414	-	413→158	-26	-160	-20	-3	8.0	
			415→186					25	12
		+	415→185	56	280	31	12	12	2.9
			356→139						-26
chlorsulfuron	357	-	358→141	51	290	27	8	5.5	
			358→167					25	10
4-CPA	186	-	185→127	-11	-100	-18	-13	10.4	
			187→129					-20	-7
cyclanilide	273	-	272→160	-16	-120	-26	-9	1.2	
			272→228					-16	-7
diclosulam	405	-	404→181	-26	-170	-24	-11	6.6	
			404→153					-42	-11
		+	406→161	56	300	37	10	26	2.4
			406→378						23
cyclosulfamuron	421	-	420→265	-21	-160	-16	-7	2.5	
			420→239					-20	-13
		+	422→261	51	310	23	18	14	6.0
			422→218						39
diclomezine	254	-	253→41	-36	-180	-54	-1	49.0	
			255→141					66	330
dichlorprop	234	-	255→89	66	330	77	16	15.8	
			233→161					-11	-90
cinosulfuron	413	-	233→125	-11	-90	-38	-5		
			412→155					-21	-190
		+	412→66	41	230	-82	-1		
			414→183					23	18
gibberellin	346	-	414→157	41	230	29	10	18.9	
			345→239					-46	-240
sulfentrazone	386	-	345→143	-46	-300	-36	-1		
			385→307					-34	-50
sulfosulfuron	470	-	385→199	-46	-300	-50	-35		
			469→288					-41	-200
		+	469→154	51	240	19	14		
			471→211					25	18
thidiazuron	220	-	471→261	51	240	25	18	7.3	
			219→100					-14	-100
		+	219→71	-16	-100	-44	-3		
			221→102					36	200

測定モード：-はネガティブモード, +はポジティブモード  
 FP : Focusing Potential (V)  
 CXP : Collision Cell Exit Potential (V)

DP : Declustering Potential (V)  
 CE : Collision Energy (V)  
 定量限界 : 注入量を 5 μl, S/N = 5 の時の各農薬の絶対量 (pg)

表 4-2 MS/MS条件, 定性・定量用イオン及び定量限界

農 薬 名	分子量	測 定 条 件						定量限界 (pg)
		測定モード <sup>1)</sup>	m/z	DP	FP	CE	CXP	
thiencarbonyl-methyl	387	-	386→139	-16	-110	-22	-11	8.3
		+	388→167 388→205	41	250	27 35	16 12	2.0 10.6
triasulfuron	401	-	400→139 400→198	-21	-140	-22 -14	-23 -15	3.5 23.8
		+	402→167 402→141	56	280	25 29	10 8	2.7 3.5
triclopyr	255	-	254→196 256→198	-16	-140	-14 -12	-11 -3	6.4 9.5
		-	491→236 491→196	-21	-140	-24 -18	-1 -3	3.1 8.2
triflurosulfuron-methyl	492	+	493→264 493→96	51	260	29 79	18 4	1.6 4.2
		-	436→154 436→281	-26	-170	-36 -20	-13 -7	12.6 16.8
trifloxysulfuron	459	+	460→178 460→279	41	240	27 25	32 26	7.6 32.1
		-	394→153	-26	-170	-40	-9	9.0
tribenuron-methyl	395	+	396→155 396→181	36	190	19 27	8 16	3.6 10.2
		-	290→246	-31	-190	-20	-5	3.2
naptalam	291	+	292→144 292→149	46	230	15 25	8 8	3.4 9.8
		-	185→141	-11	-100	-10	-51	48.1
1-naphthaleneacetic acid	186	-	360→288 362→290	-11	-140	-22 -20	-7 -7	2.5 6.2
		+	362→316 362→91	56	330	25 47	20 4	7.0 17.7
pyrazosulfuron-ethyl	414	-	413→232 413→154	-16	-120	-22 -36	-1 -1	4.7 5.4
		+	415→182 415→83	56	350	27 75	12 14	1.5 15.7
flazasulfuron	407	-	406→251	-26	-150	-18	-5	14.5
		+	408→182 408→83	41	250	29 59	10 14	1.2 10.9
fluzifop	327	-	326→254 326→226	-21	-130	-20 -38	-7 -1	3.1 17.6
		+	328→282 328→254	56	320	27 35	18 16	7.8 10.3
fluroxypyr	254	-	253→195 253→233	-16	-130	-14 -10	-5 -7	49.0 38.5
		-	418→139 418→252	-31	-190	-24 -18	-1 -7	0.9 13.9
prosulfuron	419	+	420→141 420→167	56	290	27 25	8 10	4.5 5.2
		-	274→79 276→81	-41	-240	-52 -48	-3 -3	3.0 6.2
florasulam	359	-	358→167 358→64	-31	-210	-24 -76	-9 -1	2.4 13.9
		+	360→129 360→82	51	290	31 101	6 14	5.9 13.0
fomesafen	438	-	437→195 437→286	-46	-170	-52 -34	-11 -49	3.5 5.5
		-	451→296 451→268	-41	-240	-20 -34	-7 -5	4.3 7.7
foramsulfuron	452	+	453→182 453→272	56	300	29 19	10 18	2.2 8.9
		-	246→127 246→91	-36	-200	-16 -40	-1 -5	1.9 5.2
forchlorfenuron	247	+	248→129 248→93	51	370	27 51	8 4	5.0 10.9
		-	213→141 215→143	-21	-150	-18 -18	-1 -1	14.0 7.9
mecoprop	214	-	416→179 418→179	-36	-200	-26 -26	-15 -9	4.8 7.3
		+	418→175 418→140	56	330	35 71	10 8	1.9 3.9
metsulfuron-methyl	381	-	380→139 380→107	-31	-330	-22 -68	-1 -7	4.8 7.3
		+	382→167 382→199	41	250	23 31	10 12	2.0 14.8

測定モード：-はネガティブモード, +はポジティブモード

FP : Focusing Potential (V)

CXP : Collision Cell Exit Potential (V)

DP : Declustering Potential (V)

CE : Collision Energy (V)

定量限界 : 注入量を 5 μl, S/N= 5 の時の各農薬の絶対量 (pg)

表5-1 精製カラム及び定量イオンの選択

農薬名	精製カラム (分析モード)												XVI*
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	
2,4-D	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161	219→161
MCPA	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)
	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141	199→141
MCPA	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141	227→141
ioxynil	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127	370→127
iodosulfuron methyl	P(-)	P(-)	P(+)	S(-)	P(-)	P(-)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(-)	P(+)	P(+)
	506→308	506→139	530→163	506→139	506→139	506→139	508→167	508→167	530→163	508→167	508→167	506→308	508→167
imazaquin	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(+)	P(+)	P(-)	P(-)	P(-)	P(+)	P(-)
	310→223	310→223	310→223	310→223	312→128	310→266	312→199	312→199	310→223	310→223	310→223	312→199	312→223
imazosulfuron	P(+)	P(+)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(+)	P(+)	P(-)	S(+)	S(-)	P(+)	P(+)
	413→153	413→156	411→154	411→154	411→230	411→154	413→153	413→156	411→230	411→154	413→153	411→154	413→153
ethoxysulfuron	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(+)	P(-)	P(+)	S(-)	P(+)	S(+)	S(-)	S(-)
	397→78	397→78	397→78	397→78	397→78	399→261	399→261	399→218	397→259	399→218	399→218	399→261	397→78
clodinafop acid	P(-)	P(-)	S(+)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	310→238	310→238	312→266	310→238	310→218	310→238	310→238	310→218	310→238	312→266	310→238	310→238	310→218
clofencet	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	S(+)	P(+)	S(+)	P(+)
	279→166	279→111	279→166	279→111	279→166	279→166	279→111	279→111	279→166	279→166	279→111	279→166	279→111
cloprop	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127	199→127
cloransulam-methyl	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(+)	S(-)	S(-)	S(-)	S(+)	S(+)	S(+)	S(+)
	428→181	428→153	428→181	428→153	428→153	430→370	428→181	428→153	428→153	430→398	430→398	430→398	430→398
chlorimuron-ethyl	P(+)	P(+)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(+)	P(+)	P(+)
	415→186	415→186	413→158	413→158	413→158	413→158	413→158	415→185	413→158	415→186	413→158	415→186	415→186
chlorsulfuron	S(+)	P(-)	P(-)	S(-)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(-)	P(+)	P(+)	P(-)	P(-)
	358→141	356→139	356→139	356→139	358→141	358→141	358→167	358→167	356→139	358→167	358→141	358→141	356→139
4-CPA	P(-)	P(-)	P(+)	S(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)
	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127	185→127
cycloamilide	S(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	272→228	272→160	272→160	272→160	272→160	272→160	272→160	272→160	272→160	272→160	272→228	272→160	272→228
diclosulam	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(+)	S(+)	S(+)	S(+)	S(+)	S(+)	S(-)	S(-)
	404→181	404→181	404→181	404→153	404→153	406→378	406→378	406→161	406→161	406→378	406→161	406→378	404→181
cyclosulfamuron	P(+)	P(+)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(+)	P(+)	P(+)	S(+)	S(+)	S(+)
	422→218	422→261	422→218	420→265	420→239	422→218	422→218	422→218	422→218	422→261	420→265	422→218	422→218
diclomezine	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	S(+)	S(+)	P(+)	P(+)	P(+)	S(+)	S(+)	P(+)	P(+)
	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89	255→89
dichlorprop	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	P(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161	233→161
cinosulfuron	S(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)
	414→157	414→183	414→183	414→183	414→183	412→155	414→183	414→183	414→183	414→183	414→157	414→183	414→155
gibberellin	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	P(-)	S(-)	P(-)	S(-)	S(-)
	345→239	345→239	345→239	345→239	345→239	345→143	345→239	345→239	345→239	345→143	345→239	345→239	345→239
sulfentrazone	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)	P(-)	P(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)	S(-)
	385→199	385→307	385→307	385→307	385→307	385→307	385→307	385→307	385→307	385→307	385→199	385→307	385→307
sulfosulfuron	S(+)	P(+)	P(+)	P(-)	P(+)	P(-)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)	P(+)
	471→211	471→261	471→211	469→154	471→211	469→154	471→211	469→288	471→211	471→211	471→211	471→261	471→211

S: シリカゲルミニカラムによる精製  
 (-): ネガティブモード測定, (+): ポジティブモード測定

I~V: 分析食品群

P: PSAミニカラムによる精製

\*XVI群は、カラム精製操作を省略した。

表 5-2 精製カラム及び定量イオンの選択

農 薬 名	精 製 カ ラ ム (分析モード)												XVI*	
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII		XIII
thidiazuron	P(-) 219→71	P(-) 219→100	S(-) 219→100	S(-) 219→71	P(-) 219→100	P(+) 221→102	P(-) 219→100	P(-) 219→102	P(-) 219→71	P(+) 221→102	S(-) 219→71	P(+) 221→102	P(+) 221→102	(-) 219→71
thifensulfuron-methyl	P(+) 388→167	P(-) 386→139	P(-) 386→139	P(+) 388→167	P(+) 388→167	P(-) 386→139	P(+) 388→205	P(+) 388→205	P(+) 388→205	P(+) 386→139	P(-) 386→139	P(-) 386→139	P(+) 388→205	(+) 388→205
triasulfuron	S(+) 402→167	P(+) 402→141	P(-) 402→139	P(+) 402→141	P(+) 402→141	P(+) 400→139	P(+) 402→141	P(+) 402→141	P(+) 402→141	P(+) 400→198	S(+) 402→141	P(-) 400→198	P(-) 400→139	(-) 400→139
triclopyr	P(-) 256→198	P(-) 254→196	P(-) 256→198	P(-) 256→198	S(-) 256→198	S(-) 256→198	S(-) 254→196	S(-) 254→196	S(-) 256→198	S(-) 256→198	S(-) 256→198	S(-) 256→198	P(-) 256→198	(-) 256→198
triflusaluron-methyl	P(+) 493→264	P(+) 491→236	P(+) 493→264	P(+) 493→264	P(+) 493→96	P(+) 491→196	P(+) 491→236	P(+) 493→96	P(+) 493→96	P(+) 493→96	P(-) 491→236	P(+) 493→264	P(+) 493→264	(-) 491→236
trifloxysulfuron	S(+) 460→178	P(+) 460→178	P(+) 460→178	S(-) 436→154	P(+) 460→178	S(-) 436→281	P(+) 460→178	P(+) 460→178	P(+) 460→178	P(+) 460→178	P(+) 460→178	S(-) 436→154	P(-) 436→154	(-) 436→281
tribenuron-methyl	S(-) 394→153	P(+) 396→181	S(+) 394→153	S(+) 396→181	S(-) 394→153	S(+) 396→181	S(-) 394→153	P(-) 394→153	P(-) 394→153	P(+) 394→153	P(-) 394→153	P(+) 394→153	P(+) 396→155	(-) 394→153
naptalam	S(+) 292→144	P(+) 292→149	S(-) 290→246	S(-) 290→246	P(+) 292→149	P(+) 290→246	P(+) 292→144	P(+) 292→149	P(-) 292→149	S(+) 292→149	S(-) 290→246	S(+) 292→149	S(-) 290→246	(-) 290→246
1-naphthaleneacetic acid	S(-) 185→141	P(-) 185→141	S(-) 185→141	S(-) 185→141	S(-) 185→141	S(-) 185→141	P(-) 185→141	P(-) 185→141	P(-) 185→141	P(-) 185→141	P(-) 185→141	S(-) 185→141	S(-) 185→141	(-) 185→141
Haloxypfop	P(+) 362→316	P(-) 362→288	P(-) 360→288	P(-) 360→288	P(+) 362→91	P(+) 362→91	P(+) 360→288	P(+) 360→288	P(+) 362→91	P(+) 362→91	P(+) 362→91	P(+) 360→288	P(+) 362→91	(-) 360→288
pyrazosulfuron-ethyl	P(-) 413→154	P(-) 413→232	P(-) 413→232	P(-) 413→232	P(+) 413→154	P(+) 413→154	P(+) 415→182	P(+) 415→182	P(+) 413→154	S(-) 413→154	S(-) 413→232	P(+) 415→83	P(+) 415→182	(+) 415→182
flazasulfuron	S(+) 408→182	P(+) 408→182	S(-) 406→251	S(-) 406→251	P(+) 408→83	S(+) 408→83	P(+) 408→182	P(+) 406→251	P(-) 406→251	P(+) 408→182	S(+) 408→182	P(-) 408→182	P(+) 408→182	(-) 406→251
fluzafop	S(+) 328→282	P(-) 326→254	S(-) 326→226	S(-) 326→226	S(-) 326→254	P(+) 328→282	S(-) 326→226	P(+) 326→226	P(+) 326→254	P(+) 328→282	S(+) 328→254	S(-) 326→226	P(-) 326→254	(+) 328→254
fluroxypyr	P(-) 253→233	P(-) 253→233	P(-) 253→195	P(-) 253→233	P(+) 253→195	P(-) 253→195	P(+) 253→195	P(+) 253→195	P(+) 253→233	P(+) 253→233	S(-) 253→233	S(-) 253→233	S(-) 253→195	(-) 253→195
prosulfuron	S(-) 418→139	P(+) 420→141	P(-) 418→139	P(-) 420→141	P(+) 420→141	P(+) 420→167	P(+) 420→167	P(+) 420→141	P(+) 420→141	P(+) 420→141	S(+) 420→167	S(-) 420→141	S(-) 418→139	(-) 418→139
bromoxynil	P(-) 274→79	P(-) 274→79	P(-) 274→79	P(-) 274→79	S(-) 276→81	P(-) 274→79	S(-) 276→81	S(-) 274→79	P(-) 274→79	P(-) 274→79	S(-) 274→79	S(-) 274→79	S(-) 276→81	(-) 276→81
florasulam	S(-) 358→167	P(-) 358→64	P(-) 358→64	P(-) 358→167	P(-) 358→64	P(-) 358→167	P(+) 360→129	P(+) 360→82	P(+) 358→167	P(+) 358→64	S(-) 358→64	S(-) 358→167	S(-) 358→167	(+) 360→129
fomesafen	S(+) 437→195	P(-) 437→195	S(-) 437→195	P(-) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	P(+) 437→195	(+) 437→286
foramsulfuron	P(-) 451→268	P(-) 451→296	P(+) 453→182	P(-) 451→268	P(+) 453→182	P(-) 451→268	P(+) 453→182	P(+) 453→182	P(+) 453→182	P(+) 453→182	S(-) 451→296	P(+) 453→182	P(+) 451→296	(+) 453→272
forchlorfenuron	S(-) 246→91	P(+) 248→129	P(+) 248→93	P(-) 246→91	P(+) 248→129	P(-) 246→127	P(+) 248→93	P(+) 248→93	P(+) 248→93	P(+) 248→93	S(+) 248→93	P(+) 248→93	P(-) 246→127	(+) 248→129
mecoprop	P(-) 215→143	S(-) 215→143	P(-) 215→143	S(-) 213→141	S(-) 213→141	P(+) 213→141	P(-) 215→143	P(-) 215→143	P(-) 215→143	P(-) 215→143	S(-) 215→143	P(-) 215→143	S(-) 215→143	(-) 215→143
metosulam	S(+) 418→175	P(+) 418→175	P(-) 418→179	S(+) 418→175	P(+) 418→140	P(+) 416→179	P(-) 418→179	P(+) 418→179	P(+) 418→179	P(+) 418→140	S(+) 418→175	S(+) 418→175	S(+) 418→175	(+) 418→140
metasulfuron-methyl	P(-) 380→139	P(-) 380→139	P(+) 380→139	P(+) 382→167	P(+) 382→199	P(-) 380→139	P(-) 380→139	P(+) 380→139	P(+) 380→139	P(+) 382→199	P(-) 380→139	P(-) 380→139	P(+) 382→167	(+) 382→199

S: シリカゲルミニカラムによる精製  
(-): ネガティブモード測定, (+): ポジティブモード測定

I~XVI: 分析食品群  
P: PSAミニカラムによる精製  
※XVII群は、カラム精製操作を省略した。