

LC/MS/MS による農産物中のチフェンスルフロンと その他のスルホニル尿素系除草剤の一斉分析

畑野和広 ・ 内山賢二

福岡市保健環境研究所保健科学部門

Simultaneous Determination of Thifensulfuron and Other Sulfonylurea Herbicides in Agricultural Products by Liquid Chromatography Coupled with Tandem Mass Spectrometry

Kazuhiro HATANO and Kenji UCHIYAMA

Health Science Division, Fukuoka City Institute for Hygiene and the Environment

Summary

A method was developed for the simultaneous determination of thifensulfuron and the other sulfonylurea herbicides (iodosulfuron-methyl, ethametsulfuron-methyl, ethoxysulfuron, cinosulfuron, sulfosulfuron, triasulfuron, nicosulfuron, pyrazosulfuron-ethyl, primisulfuron-methyl, prosulfuron and rimsulfuron) in agricultural products using liquid chromatography coupled with electrospray ionization tandem mass spectrometry (LC/MS/MS). Thifensulfuron and the other sulfonylurea herbicides were extracted with acetone. The extracted solution was cleaned up on a graphite-carbon cartridge, and was injected into the LC/MS/MS. The LC separation was carried out on an ODS column with gradient elution of 1% formic acid-acetonitrile as the mobile phase. Mass spectral acquisition was done in the positive ion mode by applying selected reaction monitoring (SRM). The recoveries of thifensulfuron and the other sulfonylurea herbicides were mostly greater than 60% from agricultural products fortified at 0.02 mg/kg. The lower limits of quantification were 0.01 mg/kg for thifensulfuron and sulfosulfuron, and 0.001 mg/kg for the other herbicides.

Key Words : スルホニル尿素系除草剤 sulfonylurea herbicide, チフェンスルフロン thifensulfuron, 農産物 agricultural product, 液体クロマトグラフ/タンデム質量分析 LC/MS/MS, 一斉分析 simultaneous determination

1 はじめに

スルホニル尿素系除草剤は、ごく微量で高い除草効果を示すこと、土壌処理及び茎葉処理のいずれでも有効であること、極めて低毒性であることなどから世界中で広く使用されている¹⁾。このうち、チフェンスルフロンについてはオーストラリアで小麦や大麦等の穀類に残留基準が設定されており、我が国においても、ポジティブリスト制度の導入に伴い、小麦及びとうもろこし等の穀類

や大豆及びらっかせい等の豆類に暫定基準が設定されている²⁾。

今回、厚生労働省の残留農薬等分析法検討会の構成員として、農産物中のチフェンスルフロンの試験法開発を担当した。農産物中のスルホニル尿素系除草剤の分析法には HPLC によるもの^{3), 4)}や LC/MS によるもの⁵⁾があるが、いずれもチフェンスルフロンを対象としていない。また、チフェンスルフロンを対象とした分析法は農産物等の食品試料ばかりでなく、水や土壌試料についても今

までに全く報告されていない。

そこで、LC/MS/MS を用いてチフェンスルフロンのその他のスルホニル尿素系除草剤について農産物中の一斉分析法を検討したので報告する。

2 実験方法

2.1 試料

福岡市内を流通する市販の穀類（玄米・小麦）、豆類（大豆・らっかせい）、果実（オレンジ）、野菜（キャベツ・ほうれんそう）及び茶を用いた。

2.2 試薬・試液

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用を使用した。

アセトン：残留農薬試験用を使用した。

水：高速液体クロマトグラフ用を使用した。

1mol/L 塩酸：容量分析用を使用した。

6mol/L 塩酸：容量分析用を使用した。

酢酸エチル：残留農薬試験用を使用した。

メタノール：残留農薬試験用を使用した。

塩化ナトリウム：残留農薬試験用を使用した。

無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用を使用した。

スルホニル尿素系除草剤標準品：イオドスルフロンのメチル（ナトリウム塩）、エトキシスルフロンのシノスルフロンの、トリアスルフロンの、ピラゾスルフロンのエチル、プリミスルフロンのメチル、プロスルフロンの及びリムスルフロンの Riedel de Haën 社製を使用した。エタメツルフロンのメチル、スルホスルフロンの、チフェンスルフロンの及びニコスルフロンの林純薬工業（株）製を使用した。

スルホニル尿素系除草剤標準原液：イオドスルフロンのメチル、エトキシスルフロンの、シノスルフロンの、トリアスルフロンの、ピラゾスルフロンのエチル、プリミスルフロンのメチル、プロスルフロンの及びリムスルフロンの各標準品 10mg をアセトニトリルに溶解して 100mL とした。エタメツルフロンのエチル、スルホスルフロンの、チフェンスルフロンの及びニコスルフロンの各標準品をアセトニトリル及び水（1:1）混液に溶解して 100mL とした。

スルホニル尿素系標準溶液：標準原液をアセトニトリル及び水（1:1）混液で適宜希釈し使用した。

その他の試薬：特級を使用した。

ガラス繊維ろ紙：アドバンテック東洋（株）製 GA200 を使用した。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（C18）：Varian 社製 BOND ELUT C18（500mg/6mL）を使用

した。

グラファイトカーボンミニカラム（GC）：Sigma-Aldrich 社製 Supelclean Envi-Carb（500mg/6mL）を使用した。

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（HLB）：Waters 社製 Oasis HLB（500mg/6mL）を使用した。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム（PLS）：ジエールサイエンス社製 GL-Pak PLS-2（500mg/6mL）を使用した。

酸性アルミナミニカラム（AL-A）：Waters 社製 Sep-Pak Plus Alumina A を使用した。

中性アルミナミニカラム（AL-N）：Waters 社製 Sep-Pak Plus Alumina N を使用した。

2.3 装置

高速液体クロマトグラフ：Agilent 社製 Agilent1100 シリーズを使用した。

タンデム質量分析計：Applied Biosystems 社製 API4000 を使用した。

ホモジナイザー：KINEMATICA 社製 POLYTRON PT3100 を使用した。

2.4 測定条件

2.4.1 高速液体クロマトグラフ

カラム：Waters 社製 XTerra MS C18，内径 2.1mm，長さ 150mm，粒子径 5 μ m

カラム温度：40℃

移動相：1%ギ酸からアセトニトリル及び 1 %ギ酸（19:1）混液までを濃度勾配 15 分

流速：0.2mL/min

2.4.2 タンデム質量分析計

イオン化モード：ESI（+）

イオンスプレー電圧：5.5kV

イオンソース温度：750℃

農薬ごとの条件は Table 1 に示した。

2.5 定量

スルホスルフロンの及びチフェンスルフロンの 0.0005 ～ 0.01mg/L の濃度範囲で、その他の農薬は 0.00005 ～ 0.01mg/L の濃度範囲でアセトニトリル及び水（1:1）混液の標準溶液を調製し、それぞれ 5 μ L を LC/MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成した。ただし、添加回収試験においては標準溶液の濃度を 0.0005, 0.001, 0.0015, 0.002 及び 0.003mg/L として検量線を作成し回収率を算出した。

Table 1 Retention time and MS/MS parameter for thifensulfuron and other sulfonyleurea herbicides

Herbicide	Retention time (min)	Monitor ion (m/z)	Declustering potential (V)	Collision energy (eV)
THI	12.0	374 → 141	51	25
IOD	15.1	508 → 167	61	25
ETA	14.2	411 → 196	61	25
ETO	15.7	399 → 261	81	25
CIN	13.7	414 → 183	66	25
SUL	14.7	471 → 211	71	19
TRI	13.9	402 → 141	66	27
NIC	12.9	411 → 182	51	29
PYR	15.6	415 → 182	51	29
PRI	15.9	469 → 254	51	29
PRO	15.4	420 → 141	66	29
RIM	14.0	432 → 182	61	31

THI:thifensulfuron; IOD:iodosulfuron-methyl; ETA:ethametsulfuron-methyl; ETO:ethoxysulfuron; CIN: cinosulfuron; SUL:sulfosulfuron; TRI:triasulfuron; NIC:nicosulfuron; PYR:pyrazosulfuron-ethyl; PRI:primisulfuron-methyl; PRO:prosulfuron; RIM: rimsulfuron

2.6 試験溶液の調製

2.6.1 抽出

果実及び野菜の場合は試料 20.0g を量り採った。穀類及び豆類の場合は試料 10.0g, 茶の場合は試料 5.00g にそれぞれ水 20mL を加え, 30 分間放置した。これにアセトン 100mL を加え, ホモジナイズした後, 抽出液をガラス繊維ろ紙を敷いたロートで吸引ろ過した。ガラス繊維ろ紙上の残留物にアセトン 50mL を加え洗いこみ, ホモジナイズし上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせ, 40℃以下で約 30mL に濃縮した。これに 10% 塩化ナトリウム溶液 100mL 及び 1 mol/L 塩酸 10mL を加え, 酢酸エチル 50mL ずつで 2 回振とう抽出した。抽出液を合わせ, *n*-ヘキサン 100mL を加え, 2% リン酸水素二カリウム溶液 50mL ずつで 2 回振とう抽出した。この抽出液に塩化ナトリウム 10 g 及び 6mol/L 塩酸 3mL を加え, 酢酸エチル 50mL ずつで 2 回振とう抽出した。抽出液を合わせ, 無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し, 無水硫酸ナトリウムをろ別した後, ろ液を 40℃以下で濃縮し, 溶媒を留去した。この残留物にメタノールを加えて溶かし, 正確に 20mL とした。

2.6.2 精製

GC ミニカラムにメタノール 10mL を注入し, 流出液は捨てた。このカラムに 2.6.1 で得られた溶液の 2mL を注入した後, 10%トリエチルアミン含有メタノール溶液 100mL で溶出し, 全溶出液を 40℃以下で濃縮し, 溶媒を留去した。この残留物をアセトニトリル及び水 (1:1) 混液に溶解し, 果実及び野菜の場合は正確に 20mL, 穀類及び豆類の場合は正確に 10mL, 茶の場合は正確に 5mL としたものを試験溶液とした。

3 結果及び考察

3.1 測定条件の検討

3.1.1 LC条件の検討

分離カラムには一般的に用いられている C18 カラムを用いて検討を行った。移動相はスルホニル尿素系除草剤を対象としている厚生労働省通知のイオドスルフロンの試験法⁵⁾を参考にして, ギ酸を用いて測定を試みた。1%ギ酸からアセトニトリル及び 1%ギ酸 (19:1) 混液まで 15 分間の濃度勾配で測定した結果, Table 1 に示すとおりの農薬も 12.0 ~ 15.9 分の範囲で保持され, ピーク形状が良好なクロマトグラムを得ることができた。

3.1.2 MS/MS (SRM) 条件の検討

イオン化はエレクトロスプレー (ESI) を用いて感度が強く得られたポジティブモードで行い, 選択反応検出法 (SRM) により測定することとした。オリフィスプレート電圧やコリジョンエネルギー等の条件については, インフュージョンポンプを用いて各農薬の感度が最大となるよう求めた。また, イオンスプレー電圧, イオン源温度及びガス流量等, 測定中の固定した条件については, フローインジェクションを用いて最も感度の低いチフェンスルフロンの感度が最大となるよう設定した。モニターイオンはいずれの農薬も $[M + H]^+$ をプレカーサーイオンとして, 感度が強く得られたプロダクトイオンのうち, ほうれんそう試料を用いて調製した試験溶液を LC/MS/MS で測定し, 夾雑ピークの影響の少ないプロダクトイオンを選択した。

3.1.3 検量線の直線性の検討

0.00001 ~ 0.1mg/L の濃度範囲でアセトニトリル及び水 (1:1) 混液の標準溶液を調製し, LC/MS/MS に 5 μ L を注入し, ピーク面積法で検量線を作成した結果, スルホスルフロンの検量線は 0.0005 ~ 0.01mg/L の範囲で, その他の農薬は 0.00005 ~ 0.01mg/L の範囲で相関係数 0.999 以上と良好な直線性が得られた。

3.2 前処理法の検討

3.2.1 抽出・転溶条件の検討

試料量、抽出溶媒及び転溶方法については前述のイオドスルフロンの試験法⁵⁾により行った。すなわち、果実・野菜は 20.0g、穀類・豆類は 10.0g、茶は 5.00g をアセトン 100mL と 50mL で 2 回抽出し、抽出溶液を濃縮し、酸性下で酢酸エチル (50mL × 2) に転溶した。これをリン酸水素二カリウム溶液 (50mL × 2) で逆抽出し、再び酸性下で酢酸エチル (50mL × 2) に転溶した。溶媒のみのブランク試料及びほうれんそう試料を用いた一連の操作における回収率はいずれの農薬も 90%以上であった。

3.2.2 精製条件の検討

固相カートリッジカラムによる精製について検討する前に、今までに分析法の報告がないチフェンスルフロンの溶媒への溶解性を検討した。0.04mg/L の標準溶液 1mL を濃縮乾固後、*n*-ヘキサン、酢酸エチル、アセトン、アセトニトリル、メタノール及び水各 2mL に溶解し、うち 1mL を分取後濃縮乾固し、アセトニトリル及び水 (1:1) 混液に溶解し回収率を求めた。その結果、順相系の分離に用いる *n*-ヘキサン、酢酸エチル及びアセトンでは回収率はそれぞれ 1.1、4.3 及び 30.4%であり、*n*-ヘキサン及びアセトン (1:1) 混液にトリエチルアミンを 0.5%含有させても回収率は 12.8%と悪かったため、順相系カートリッジカラムであるシリカゲルやフロリジル等での精製は期待できなかった。一方、逆相系の分離に用いるアセトニトリル、メタノール、水並びにアセトニトリル及び水 (1:1) 混液では、回収率はそれぞれ 1.0、103、99.5%及び 105%と、メタノール、水並びにアセトニトリル及び水 (1:1) 混液で良好な結果が得られた。そこで、まず逆相系及びポリマー系カートリッジである C18、HLB 及び PLS を用いてチフェンスルフロンの精製方法を検討した。それぞれに 0.1mg/L の標準溶液 2mL を負荷し、カラムからの溶出率をみた。C18 及び PLS では水 10mL の洗浄でそれぞれ 77.2 及び 13.9%の漏洩が見られたが、HLB では水 10mL の洗浄では漏洩は見られなかった。しかしながら、メタノール及び水 (1:19) 混液では 2.1%の溶出が見られ、ほうれんそうや茶の試料においても水 10mL の洗浄で 10%以上の漏洩が見られることがあった。次に、前述のアジメスルフロンの試験法³⁾やイオドスルフロンの試験法⁵⁾で用いられている AL-N 及び AL-A についても、0.1mg/L の標準溶液 2mL を負荷し溶出条件を検討したが、いずれもアセトニトリル及び水 (4:1) 混液を 30mL 注入しても全く溶出されなかった。一方、GC による精製について

は、Table 2 に示すとおり、アセトニトリル及びトルエン (3:1) 混液では 100mL でもまったく溶出されなかったが、メタノールでは 20mL までは溶出されないものの、100mL で 19.5%が溶出された。そこで、酸性物質であるチフェンスルフロンを溶出しやすくするため、塩基性物質であり後の濃縮操作等が容易であるトリエチルアミンをメタノールに 1、5、10 及び 20%含有させて溶出状況をみた。それぞれ 100mL で溶出させた結果、チフェンスルフロンの回収率は 63.3、82.7、91.8 及び 95.9%とトリエチルアミンを 10%以上含有させることにより 90%以上回収することができた。よって、カートリッジカラムによる精製は GC を用い、10%トリエチルアミン含有メタノール 100mL で溶出することとした。また、大豆試料において 10%トリエチルアミン含有メタノールで溶出する前にメタノール 10mL で洗浄したところ、ほとんどが漏洩し回収率が低くなったため、カートリッジに負荷した後はメタノールでの洗浄は行わないようにした。この溶出条件で、チフェンスルフロンのスルホニル尿素系除草剤についても同様に回収率を求めた結果、エトキシスルフロンの 82.1%と若干悪かったが、その他の農薬についてはいずれも 90%以上回収することができた。GC への負荷量と精製及び濃縮後の最終試験溶液量については、試料中の定量下限が一律基準の 0.01ppm を満足することと LC/MS/MS の感度を考慮したうえで、マトリックスによるイオン化の影響を少なくするように、できるだけ GC への負荷量を少なくし最終試験

Table 2 Elution of thifensulfuron from graphitecarbon cartridge

		Recovery (%)					
concent	solvent	0-	20-	40-	60-	80-	Total
		20mL	40mL	60mL	80mL	100mL	
0%	AC・TL ²⁾	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
0%	MEOH ³⁾	0.0	3.5	3.7	5.6	6.7	19.5
1%	MEOH ³⁾	1.0	10.0	19.0	24.9	8.4	63.3
5%	MEOH ³⁾	2.5	37.0	26.0	13.6	3.6	82.7
10%	MEOH ³⁾	28.4	37.3	15.1	8.5	2.5	91.8
20%	MEOH ³⁾	46.6	24.5	10.1	9.5	5.2	95.9

1) TEA:triethylamine

2) AC・TL:acetonitrile:toluene (3:1)

3) MEOH:methanol

溶液量を多くするようにした。検量線から求めた試験溶液での定量下限は感度の悪いスルホスルフロンの 0.0005mg/L であり、実際の試料の試験液ではそれ以上の濃度の 0.001mg/L 相当である必要がある。すなわち試料 1g 相当を最終的に試験溶液 10mL

にする必要がある。そこで、前述の方法により調製した抽出液を 20mL とし、うち 2mL（果実・野菜では試料換算で 2g 相当、穀類・豆類では 1g 相当、茶では 0.5g 相当）を GC へ負荷し、精製及び濃縮後の最終試験溶液の量を果実・野菜では 20mL、穀類・豆類では 10mL、茶では 5mL にして添加回収試験を試みることにした。

3.3 添加回収試験

穀類（玄米、小麦）、豆類（大豆、らっかせい）、果実（オレンジ）、野菜（キャベツ、ほうれんそう）及び茶に各薬剤を 0.02ppm 添加して回収試験を行った。Table 3 に示すとおり、回収率は大豆のプロミスルフロロンメチル（47.0%）並びに茶のチフェンスルフロロン（41.4%）及びニコスルフロロン（47.4%）を除けば概ね 60%以上で、標準偏差も概ね 10%以下と良好な結果が得られた。また、いずれの試料及び農薬においても定量に支障を与えるような試料由来の夾雑ピークは見られなかった。なお、本法による定量下限はスルホスルフロロン及びチフェンスルフロロンが 0.01mg/kg で、その他の農薬は 0.001mg/kg であった。

LC/MS/MS を用いてチフェンスルフロロン及びその他のスルホニル尿素系除草剤（イオドスルフロロンメチル、エタメツルフロロンメチル、エトキシスルフロロン、シノスルフロロン、スルホスルフロロン、チフェンスルフロロン、トリアスルフロロン、ニコスルフロロン、ピラゾスルフロロンエチル、プリミスルフロロンメチル、プロスルフロロン及びリムスルフロロン）について農産物中の一斉分析法を検討した。LC 用カラムに C18 カラムを用いて、移動相にはアセトニトリル及びギ酸混液を用いた結果、良好なピーク形状のクロマトグラムが得られた。試料の前処理はアセトンで抽出後、酸性下で酢酸エチルに転溶し、リン酸水素ニカリウム溶液で逆抽出し、これを再び酸性下で酢酸エチルに転溶し、グラファイトカーボンミニカラムで精製して行った。添加回収試験において回収率及び再現性とも良好で、定量に支障を与えるような試料由来の夾雑ピークも見られなかった。定量下限はスルホスルフロロン及びチフェンスルフロロンが 0.01mg/kg で、その他の農薬は 0.001mg/kg であり、ポジティブリスト制度に伴う一律基準に十分対応できるものであった。特に、チフェンスルフロロンの分析法は食品や環境分野を問わず今までに報告されておらず、本法は農産物中のスルホニル尿素系除草剤の残留分析法として非常に有用であると考えられる。

4 まとめ

Table 3 Recoveries of thifensulfuron and other sulfonylurea herbicides from agricultural products

Herbicide	Recovery (%) ¹⁾							
	brown rice	wheat	soybean	peanut	orange	cabbage	spinach	green tea
THI	60.2 ± 3.8	89.4 ± 2.8	90.4 ± 12	89.7 ± 3.7	101 ± 5.5	72.6 ± 5.6	112 ± 4.0	41.4 ± 6.4
IOD	73.6 ± 4.5	101 ± 5.3	57.2 ± 4.3	60.6 ± 2.9	92.0 ± 6.1	92.4 ± 8.0	97.4 ± 5.2	73.9 ± 3.3
ETA	87.0 ± 2.8	99.5 ± 2.9	75.7 ± 11	74.2 ± 1.2	103 ± 4.4	80.6 ± 7.8	90.3 ± 5.1	103 ± 3.8
ETO	78.9 ± 2.3	92.4 ± 4.4	53.5 ± 5.6	54.8 ± 3.3	78.4 ± 3.7	86.0 ± 6.0	89.3 ± 5.5	59.8 ± 3.3
CIN	95.7 ± 4.4	109 ± 4.1	63.9 ± 2.8	75.8 ± 2.3	122 ± 7.0	93.0 ± 6.2	93.2 ± 5.3	80.5 ± 4.3
SUL	89.7 ± 3.1	103 ± 4.5	139 ± 12	82.9 ± 2.1	144 ± 12	85.8 ± 2.6	94.3 ± 3.7	84.6 ± 7.9
TRI	78.0 ± 4.0	92.8 ± 2.4	52.1 ± 2.6	73.2 ± 0.8	97.7 ± 6.6	98.4 ± 5.8	104 ± 6.3	71.0 ± 4.4
NIC	65.2 ± 4.2	88.9 ± 2.5	65.8 ± 5.1	83.1 ± 3.8	90.6 ± 4.0	81.3 ± 6.5	104 ± 10	47.4 ± 4.6
PYR	86.8 ± 4.1	91.5 ± 8.0	59.3 ± 4.2	58.6 ± 2.0	78.7 ± 2.6	83.0 ± 8.4	88.3 ± 7.1	66.5 ± 3.9
PRI	58.3 ± 2.0	78.0 ± 2.9	47.0 ± 4.6	55.8 ± 3.8	65.9 ± 4.6	65.2 ± 6.3	74.0 ± 5.1	55.4 ± 5.7
PRO	80.5 ± 2.6	95.0 ± 3.2	62.2 ± 4.9	67.5 ± 3.0	83.3 ± 3.5	93.4 ± 4.6	93.3 ± 7.5	64.4 ± 5.3
RIM	63.0 ± 2.0	96.5 ± 5.9	65.0 ± 4.9	73.1 ± 8.5	90.4 ± 5.5	98.4 ± 3.4	97.9 ± 7.0	77.1 ± 17

1) Values are mean ± S.D. (n=5) .

THI:thifensulfuron; IOD:iodosulfuron-methyl; ETA:ethametsulfuron-methyl; ETO:ethoxysulfuron; CIN:cinosulfuron; SUL:sulfosulfuron; TRI:triasulfuron; NIC:nicosulfuron; PYR:pyrazosulfuron-ethyl; PRI:primisulfuron-methyl; PRO:prosulfuron; RIM:rimsulfuron

文献

- 1) 農薬ハンドブック 1998 版編集委員会編：日本植物防疫協会編：農薬ハンドブック 1998 版，407 ～ 423，日本植物防疫協会（東京），1998
- 2) 厚生労働省告示第 499 号：食品，添加物等の規格基準の一部を改正する件，平成 17 年 11 月 29 日
- 3) 厚生労働省通知第 0124001 号：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（アジメスルフロロン，ハロスルフロロン及びフラザスルフロロン試験法（農産物）），平成 17 年 1 月 24

日

- 4) 上路雅子，他：2002 版 残留農薬分析法，530 ～ 532，ソフトサイエンス社（東京），2001
- 5) 厚生労働省通知第 0124001 号：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（イオドスルフロロンメチル，エタメツルフロロンメチル，エトキシスルフロロン，シノスルフロロン，スルホスルフロロン，トリアスルフロロン，ニコスルフロロン，ピラゾスルフロロンエチル，プリミスルフロロンメチル，プロスルフロロン及びリムスルフロロン試験法（農産物）），平成 17 年 1 月 24 日

要約

LC/MS/MS を用いてチフェンスルフロロン及びその他のスルホニル尿素系除草剤（イオドスルフロロンメチル，エタメツルフロロンメチル，エトキシスルフロロン，シノスルフロロン，スルホスルフロロン，チフェンスルフロロン，トリアスルフロロン，ニコスルフロロン，ピラゾスルフロロンエチル，プリミスルフロロンメチル，プロスルフロロン及びリムスルフロロン）について農産物中の一斉分析法を検討した。LC 用カラムに C18 カラムを用いて，移動相にはアセトニトリル及びギ酸混液を用いた結果，良好なピーク形状のクロマトグラムが得られた。試料の前処理はアセトンで抽出後，酸性下で酢酸エチルに転溶し，リン酸水素二カリウム溶液で逆抽出し，これを再び酸性下で酢酸エチルに転溶し，グラファイトカーボンミニカラムで精製して行った。農産物に各農薬を 0.02ppm 添加して回収試験を行った結果，回収率は概ね 60%以上で標準偏差も 10%以下と良好であり，定量に支障を与えるような試料由来の夾雑ピークも見られなかった。また，定量下限はスルホスルフロロン及びチフェンスルフロロンが 0.01mg/kg で，その他の農薬は 0.001mg/kg であり，ポジティブリスト制度に伴う一律基準に十分対応できるものであった。