

LC-MS/MS を用いた高等植物に含まれる有毒成分の一斉分析法の検討

山田惣一郎 茂呂寛紀 高橋良平 今井浩一

The study of simultaneous analysis of toxic components in higher plants by Liquid Chromatography tandem Mass Spectrometry

Soichiro Yamada, Hiroki Moro, Ryohei Takahashi and Koichi Imai

はじめに

植物性自然毒による食中毒の多くは、毒キノコや有毒植物を食用可能なものと誤認して喫食することにより発生する。その中でも、高等植物による食中毒は家庭菜園や観賞用植物の栽培、さらにはアウトドア系レジャーの人気の高まりにより、近年増加傾向にある。高等植物に含まれる有毒成分による食中毒では、重篤な症状を呈する場合があり、近年トリカブト、スイセン及びイヌサフランの誤食による死亡事例が報告されている¹⁾。このため、行政検査機関は迅速に原因物質を特定し、被害の発生及び拡大の防止に努める必要がある。

当所では、有毒植物が原因と疑われる食中毒が発生した場合、原因植物の残品があれば、直接抽出法を用いた一斉分析法による検査を実施している。しかし、調理済み残品のみが存在する食中毒事例では、マトリックスの影響により原因物質の定量が困難な場合がある。そこで、本研究では、調理品を対象とした LC-MS/MS を用いた高等植物に含まれる有毒成分の一斉分析法の確立を試みた。

方法及び対象

1 試薬・試液

分析対象の有毒成分として、以下の17種類を選択した。アコニチン、メサコニチン、ヒパコニチン、コルヒチン、アトロピン、スコポラミン、ベラトラン、ジエルビン、ジゴキシン及びククルビタシンBの標準品は、富士フイルム和光純薬製を使用した。プロトベラトリンA、 α -ソラニン及び α -チャコニンについては、関東化学製を使用した。リコリン及びガランタミンはSigma-Aldrich 製、ガランタミノン及びアナバシンはToronto-Research-Chemicals 製の標準品をそれぞれ用いた。

標準原液:各標準品をメタノールで溶解して 20 μ g/mL に調製したものを標準原液とした。

混合標準溶液:標準原液を混合し、メタノールで 1 μ g/mL (アナバシンは 5 μ g/mL) としたものを混合標準溶液とした。

蒸留水、アセトニトリル及びメタノールは、関東化学製高速液体クロマトグラフィー用を、ギ酸は富士フイルム和

光純薬製 LC-MS 用を、ギ酸アンモニウム、塩化ナトリウム及び水酸化ナトリウム(粒状)は富士フイルム和光純薬製特級を、硫酸マグネシウムは富士フイルム和光純薬製化用品を用いた。

固相カートリッジは、Oasis HLB 3 cc 60 mg (Waters 製) を用いた。

2 装置

粉碎機は MK-K61 (Panasonic 製) を、ホモジナイザーは PHYSCOTRON (マイクロテック・ニチオン製) を用いた。LC-MS/MS 装置は、ExionLC AD-Triple Quad 5500+QTRAP Ready (SCIEX 製) を用いた。

3 試料

分析法の性能評価として、以下の(1)から(3)の調理品を用いた。

- (1) 味噌汁 (インスタント、M 社市販品 : 原料 18 g, 水 150 mL)
- (2) 餃子 (冷凍、I 社市販品)
- (3) カレー (自家調理品。原材料 : H 社のカレールー (中辛) 115 g, 牛肉 250 g, 玉ねぎ 400 g, ニンジン 100 g, 水 650 mL, 油 15 mL (ジャガイモ抜き))

4 試験溶液の調製

粉碎機で処理した試料 2 g を正確に秤量した。その後、アセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液 20 mL を加え、2 分間ホモジナイズした。そこに、塩化ナトリウム 1 g と無水硫酸マグネシウムを 4 g 加え、1 分間振とう後、3,500 rpm で 5 分間遠心した。その後、上清を分取し、残渣に 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL とアセトニトリル 10 mL を加え、1 分間振とう後 3,500 rpm で 5 分間遠心した。その上清を先の上清と合わせ、アセトニトリルで 25 mL に定容したものを抽出液とした。抽出液を 5 mL 分取し、窒素気流下、40°C で乾固した。その後メタノール 4 mL で溶解し、全量 Oasis HLB 3 cc 60 mg に負荷した。その溶出液を蒸留水で正確に 10 mL としたものを試験溶液とした。必要により、試験溶液を適宜水及びメタノール (3 : 2) 混液で希釈した。試料の試験溶液調製の概略を図 1 に示した。

5 定量

混合標準溶液を蒸留水及びメタノール (3:2) 混液で希釈し, 1, 2, 4, 6, 8 及び 10 ng/mL (アナバシンは 5, 10, 20, 30, 40 及び 50 ng/mL) の検量線用混合標準溶液を調製した。この溶液 5 μL を LC-MS/MS に注入して、得られたピーク面積を用いて検量線を作製した。その後、試験溶液 5 μL を LC-MS/MS に注入して、検量線から絶対検量線法により各含量を算出した。

6 添加回収試験

味噌汁、餃子及びカレーの 3 種類の調理品を対象に、標準品を試料中濃度 0.1 μg/g (アナバシンは 0.5 μg/g) に相当する量を添加し、真度と併行精度を評価した。評価基準は、厚生労働省が通知した「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」(食安発 1224 第 1 号、平成 22 年 12 月 24 日)²⁾に基づき、真度は 70~120% 以内、併行精度は 15% 以内とした。また、定量限界値については、添加濃度 0.1 μg/g (アナバシンは 0.5 μg/g) のクロマトグラムにおける S/N が 10 以上とした。

さらに、選択性については、それぞれの調理品の無添加試料 (プランク試料) を用いて、妨害ピークの面積が、添加濃度に対応するピーク面積の 30% 未満であること²⁾ を基準として、評価を行った。

7 試料マトリックスの測定値への影響

4 ng/mL 混合標準溶液 (アナバシンは 20 ng/mL) を 2 mL 分取し、溶媒を除去した後、対象成分が含有されていないことを確認した試料を用いて調製した試験溶液を 2 mL 加えたものをマトリックス添加標準溶液とした。添加回収試験における回収率 100% 相当濃度の溶媒標準溶液に対するピーク面積比を求めて、試料マトリックスの測定値への影響を評価した。

結果及び考察

分析対象成分は、過去 20 年間における高等植物による食中毒事例¹⁾ を基に 9 種類の有毒植物に含有する主要有毒成分 17 種類 (アコニチン、メサコニチン、ヒパコニチン、リコリン、ガランタミン、ガランタミノン、コルヒチン、アトロビン、スコポラミン、ベラトラミン、ジェルビン、プロトベラトリン A、アナバシン、ジゴキシン、α-ソラニン、α-チャコニン及びククルビタシン B) を選択した。選択した 9 種類の有毒植物は、食中毒事例全体の 9 割を占める。

1 測定条件の検討

(1) MS/MS 条件の検討

イオン化は、エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法で行った。MRM 条件の最適化は標準原液を希釈して、シリンジポンプによるインフュージョンで質量分析計に導入して行った。その結果、全ての成分は ESI ポジティブモードで測定が可能であった。プロトン (またはアンモニウムイオ

ン) 付加分子イオンをプリカーサーイオンとして、衝突誘起解離によって得られる最も感度の大きいイオンを定量イオンに、次に感度の大きいイオンを定性イオンに採用した。

脱溶媒温度は、400°C 以上でジゴキシンのプリカーサーイオン感度が著しく低下するため、300°C に設定した。

(2) LC 条件の検討

カラムは、汎用性のある C18 系カラム Atlantis dC18 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm; Waters 製), InertSustain C18 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm; GL Sciences 製), InertSustain AQ-C18 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm; GL Sciences 製) 及び InertSustainSwift C18 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm; GL Sciences 製) の 4 種類を検討した。その中でピーク形状及び感度において最も良好であった InertSustain AQ-C18 (2.1 mm × 150 mm, 3 μm) を採用した。

移動相への添加剤については、ギ酸、酢酸、ギ酸アンモニウム及び酢酸アンモニウムを使用し、検討を行った。ピーク形状と感度の観点から、対象成分 17 種類のうち、ジゴキシンとククルビタシン B は [M+NH4]⁺ を、その他 15 種類は [M+H]⁺ をプリカーサーイオンとし、ギ酸とギ酸アンモニウムを添加剤に選択した。

ギ酸の濃度は、[M+H]⁺ において最も感度の小さい α-チャコニンの強度が最大になる 0.001% を採用し、ギ酸アンモニウムの濃度は、[M+NH4]⁺ において最も感度の小さいククルビタシン B の強度が最大になる 2 mmol/L を採用した。

以上の結果より、LC と MS/MS の測定条件を表 1 及び表 2 のように設定した。測定には各成分の予想される溶出時間帯のみを測定する Scheduled MRM を用いた。また、各成分のクロマトグラムの例を図 2 に示した。

2 検量線

各成分の定量イオンのピーク面積値を用いて、絶対検量線法により 1~10 ng/L の範囲で検量線を作成したところ、16 種類の有毒成分において決定係数 (r^2) は 0.990 以上の良好な直線性が認められた。ただし、アナバシンは単品では決定係数 (r^2) は 0.990 以上の直進性を得られるものの、混合標準液になると他成分の影響を受け、検量線濃度が 1~10 ng/mL の範囲では直進性を得られなかった。そのためアナバシンのみ、決定係数 (r^2) が 0.990 以上の直進性を得られる 5~50 ng/mL の範囲で検量線を作成した。

3 試験溶液の調製

高等植物に含まれる有毒成分の一斉分析法はこれまで多数報告されている^{3~6)}。しかしながら、本研究の対象成分であるアナバシンとジゴキシンの組み合わせについては、有毒植物そのものを定量できた分析法の報告はあるが、調理品を対象とした分析法で定量できた報告はない。既存の分析法^{3~6)}における試験溶液の調製は、一般的に抽出と固相精製工程のみである。そのため、調理品を分析対象とした場合、試料マトリックスが十分除去されず、回収率が不良となっていると考えられる。そこで本研究では、調理品を対象とし、試料マトリックスの除去効率を高める調製方

法を目指した。具体的には、既報³⁻⁶⁾で用いられている抽出及び固相精製の工程に、液-液分配の工程を追加した。今回、この3つの工程を簡便に行うことが可能なQuEChERSオリジナル法を基にした。抽出液は、分析対象成分を回収し、かつタンパク質と高極性の物質の除去が行えるよう、アセトニトリル及び水(1:1)混液とした。しかし、アナバシンは塩基性化合物(pKa 11.0)であり、QuEChERSオリジナル法ではアセトニトリル層に転溶できなかった。そこで、残渣に水酸化ナトリウム溶液を1 mL加え塩基性にし、アセトニトリル10 mLを追加し、アナバシンを再抽出することにした。ここで、添加する水酸化ナトリウム溶液の濃度を4段階(0.1, 1, 5及び10 mol/L)に調整し、回収率を比較した。その結果、最も回収率の良かった1 mol/L水酸化ナトリウム溶液を採用した。

精製は、脂質、高級脂肪酸、高級脂肪酸エステル及び色素成分を取り除くための固相抽出カラムとして、逆相系固相ミニカラムのInertSep C18 500 mg/6 mL(GL Sciences製)、Oasis HLB 3 cc 60 mg(Waters製)、Oasis HLB PRIME 6 cc 200 mg(Waters製)及び脂質除去フィルターのCaptiva EMR-Lipid 6 mL 600 mg(Agilent製)の4種類を検討した。精製方法は、固相通過型にした。混合標準溶液において、固相ミニカラムへの負荷液の溶媒がアセトニトリルの場合、全ての固相で対象有毒成分が固相ミニカラムから溶出されなかった。そのため、負荷液の溶媒をアセトニトリルからメタノールに変更し、回収率を検討した。その結果、Oasis HLB PRIME 6 cc 200 mgとCaptiva EMR-Lipid 6 mL 600 mgはメタノールにおいても、固相ミニカラムから溶出されない成分があった。しかし、InertSep C18 500 mg/6 mLとWaters社製Oasis HLB 3 cc 60 mgは全対象成分が固相ミニカラムから溶出され、中でもOasis HLB 3 cc 60 mgの回収率が81.6-99.8%と最も良かった。以上より、負荷液はメタノールを、固相ミニカラムはOasis HLB 3 cc 60 mgを採用した。

4 添加回収試験

笠原ら⁶⁾の報告では、致死量の1/100を中毒量と仮定している。本研究においても、対象成分17種類のうち最も致死量の少ないコルヒチン1 mg/bodyに対し、1/100の10 µg/bodyを中毒量とし、喫食量を100 g摂取したと仮定した時の試料濃度0.1 µg/gを添加濃度とした。なお、アナバシンは、0.5 µg/gを添加濃度とした。

過去に、お浸し、味噌汁、野菜炒め、酢味噌和え、天ぷら及び餃子などを原因とする有毒植物による食中毒事例が多数報告されている⁷⁾。そこで、本研究では、代表的な調理品として味噌汁及び餃子を対象に選定した。さらに、油脂を多く含むため分析が困難とされ、他の地方衛生研究所で多く検討されているカレー^{3,8)}も追加した。これら3種類の調理品を用い、添加濃度0.1 µg/g(アナバシンは0.5 µg/g)における5併行の添加回収試験を実施した。なお、カレーに関しては、通常のジャガイモが一定量のソラニン及びチャコニンを含有している⁹⁾ことから、試験に用いる際はジャガイモを除いて調理したものを使用した。

(1) 選択性

検討したいずれの調理品においても、添加濃度に対応するピーク面積30%以上のピークは認められなかったことから、選択性に問題はなかった。

(2) 真度及び精度

各調理品において、対象成分の平均回収率は、真度70.2-102.4%，併行精度0.6-14.9%となり、基準値を満たしていた。特に、既存の方法³⁾で回収率が不良であったアナバシン(真度:89.5-94.6%，併行精度:1.1-2.4%)とジゴキシン(真度:86.9-98.2%，併行精度:5.6-14.9%)についても、良好な結果が得られた(表3)。

(3) 定量限界

本法における定量限界値を添加回収試験での添加濃度0.1 µg/g(アナバシンは0.5 µg/g)の結果を確認した上で、いずれの調理品においてもS/Nは10以上であった。

以上の結果を基に、本法における定量限界値を0.1 µg/g(アナバシンは0.5 µg/g)と設定した。

5 試料マトリックスの測定値への影響

質量分析計による分析において、試料中に含まれるマトリックスの影響で分析対象成分のイオン化効率が変化し、感度が標準溶液と比較して上昇または低下することがある。そこで、マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積比を求めて試料マトリックスの測定値への影響を検討した。

その結果、マトリックス添加標準溶液と溶媒標準溶液のピーク面積比は、全対象成分において0.77-1.08の範囲であり、測定への影響は許容範囲内とみなした(表4)。

まとめ

高等植物に含まれる有毒成分17種類について、3種類の調理品を対象とした分析法を確立した。本研究で、1検体2時間程度で試験溶液を調製でき、分析時間15分間と合わせても、即日検査結果を出すことができた。さらに、アナバシンとジゴキシンについても、一斉分析が可能となった。

本研究の一部は、令和5年度・埼玉県衛生研究所調査研究費の助成を受けたものである。

文献

- 厚生労働省：有毒植物による食中毒に注意しましょう
https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryou/shokuhin/yuudoku/index.html
(令和7年7月7日時点)
- 食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン(厚生労働省医薬品食品局食品安全部長通知「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性ガイドラインの一部改正について」(食安発1224第1号、平成22年12月24日)放射線化学, 88, 18-27, 2009

- 3) 南谷臣昭: 植物性自然毒の多成分同時分析法の開発. 平成30年度-令和2年度厚生労働科学研究費補助金 食品の安全確保推進研究事業(H30-食品-一般-008)「植物性自然毒による食中毒対策の基盤整備のための研究」総合研究報告書(代表研究者 登田美桜). 6-41, 2021
- 4) 茶屋真弓, 原田卓也, 吉田純一: LC/MS/MSによる植物性自然毒の一斉分析法の検討. 鹿児島県環境センター所報, 19, 67-71, 2018
- 5) 櫻井正晃, 青木和子, 湯浅全世: 植物性自然毒の多成分一斉分析法の検討. 茨城県衛生研究所年報, 59, 53-56, 2021
- 6) 笠原義正, 伊藤健: LC/MS/MSによるトリカブト及び食中毒原因食品中のアコニチン系アルカロイドの一斉分析. 食衛誌, 49, 76-81, 2008
- 7) 厚生労働省: 自然毒のリスクプロファイル
https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryou/shokuhin/syokuchu/poison/index.html
(令和7年7月7日時点)
- 8) 山田恭平, 竹中志保: 機器分析による自然毒の試験法に関する研究. さいたま市健康科学研究センター年報, 17, 100-103, 2023
- 9) Knuthsen, P., Jensen, U., Schmidt, B. et al.: Glycoalkaloids in potatoes: Content of glycoalkaloids in potatoes for consumption. *Journal of Food Composition and Analysis*, 22(6), 577-581, 2009

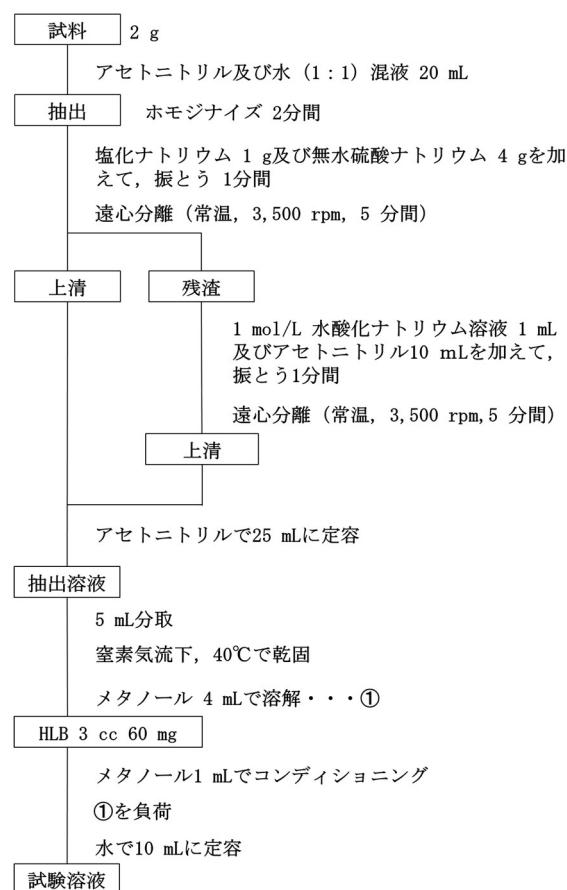
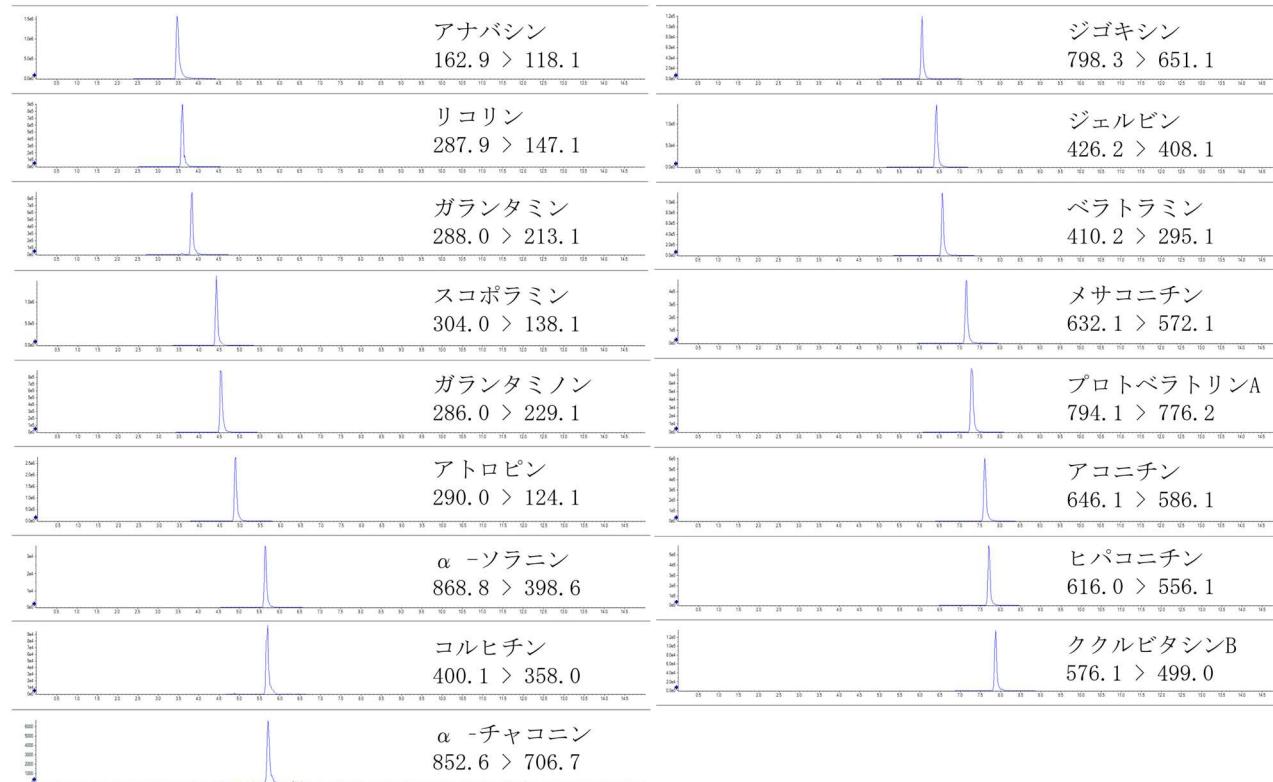


図1 試験溶液の調製方法



添加濃度: 試料中0.1 µg/g (アナバシンは0.5 µg/g)相当

図2 添加回収試験のクロマトグラム (カレー)

表1 LC-MS/MS測定条件

| LC条件 | |
|-----------|--|
| 装置 | ExionLC AD (SCIEX製) |
| 分析カラム | InertSustain AQ-C18 (2.1 x 150 mm, 3 μ m; GL Sciences製) |
| 移動相 | A 0.001 vol%ギ酸及び2 mmol/Lギ酸アンモニウム含有 アセトニトリル及び水 (1:19) 混液 B 0.001 vol%ギ酸及び2 mmol/Lギ酸アンモニウム含有 アセトニトリル及び水 (19:1) 混液 |
| グラジェント条件 | B液(%) 0(0min) → 0-100(0-10min) → 100(10-12min) → 0(12.1-15min) |
| 流速 | 0.3 mL/min |
| カラム温度 | 40°C |
| 注入量 | 5 μ L |
| MS/MS条件 | |
| 装置 | Triple Quad 5500+QTRAP Ready (SCIEX製) |
| イオン化法 | ESI(+) |
| カーテンガス | 25 psi |
| コリジョンガス | 9 psi |
| イオンスプレー電圧 | 5500 V |
| 脱溶媒温度 | 300°C |
| ネプライザーガス | 50 psi |
| ターボガス | 60 psi |
| 測定モード | MRMモード (条件は表2のとおり) |

表4 試料マトリックスの測定値への影響

| No. | 対象成分 | ピーク面積比* | | |
|-----|-----------------|---------|------|------|
| | | 味噌汁 | 餃子 | カレー |
| 1 | アコニチン | 0.99 | 0.98 | 0.99 |
| 2 | メサコニチン | 0.98 | 0.97 | 0.99 |
| 3 | ヒバコニチン | 0.98 | 0.98 | 0.98 |
| 4 | リコリン | 1.03 | 0.94 | 0.98 |
| 5 | ガランタミン | 1.00 | 0.97 | 0.92 |
| 6 | ガランタミノン | 0.91 | 0.87 | 0.86 |
| 7 | コルヒチン | 0.93 | 0.94 | 0.96 |
| 8 | アトロビン | 0.99 | 0.97 | 1.01 |
| 9 | スコポラミン | 0.94 | 0.96 | 0.91 |
| 10 | ペラトラミン | 0.97 | 0.95 | 0.93 |
| 11 | ジェルビン | 0.81 | 0.77 | 0.84 |
| 12 | プロトペラトリンA | 1.05 | 1.07 | 0.98 |
| 13 | アナバシン | 1.03 | 1.03 | 1.04 |
| 14 | ジゴキシン | 1.03 | 1.03 | 1.08 |
| 15 | α -ソラニン | 0.92 | 0.90 | 0.95 |
| 16 | α -チャコニン | 0.95 | 0.88 | 0.99 |
| 17 | ククルビタシンB | 1.00 | 1.02 | 1.02 |

n=2

* ピーク面積比: マトリックス添加標準溶液/溶媒標準溶液

表2 対象成分及びMRM条件

| No. | 植物 | 成分 | 分子式 | 分子量 | Q1 (m/z) | Q3 (m/z) | DP (V) | CE (V) |
|-----|---------------------|-----------------|--|-------|----------|----------|--------|--------|
| 1 | | アコニチン | C ₂₄ H ₄₇ NO ₁₁ | 645.7 | 646.1 | 586.1 | 150 | 50 |
| | | | | | | 368.0 | | 60 |
| 2 | トリカブト | メサコニチン | C ₂₃ H ₄₆ NO ₁₁ | 631.7 | 632.1 | 572.1 | 130 | 50 |
| | | | | | | 354.2 | | 60 |
| 3 | | ヒバコニチン | C ₂₃ H ₄₆ NO ₁₀ | 615.7 | 616.0 | 556.1 | 150 | 50 |
| | | | | | | 524.0 | | 60 |
| 4 | | リコリン | C ₁₆ H ₂₁ NO ₄ | 287.3 | 287.9 | 147.1 | 110 | 40 |
| 5 | スイセン | ガランタミン | C ₁₇ H ₂₁ NO ₃ | 287.4 | 288.0 | 213.1 | 90 | 30 |
| | | ガランタミノン | C ₁₇ H ₁₉ NO ₃ | 285.3 | 286.0 | 229.1 | 100 | 30 |
| | | | | | | 115.0 | | 80 |
| 6 | | ガランタミン | C ₁₇ H ₂₁ NO ₃ | 285.3 | 286.0 | 229.1 | 100 | 30 |
| 7 | イヌサフラン グロリオサ | コルヒチン | C ₂₂ H ₂₆ NO ₆ | 399.4 | 400.1 | 358.0 | 100 | 30 |
| | | | | | | 310.0 | | 40 |
| 8 | チヨウセンササガオ ハシリドコロ | アトロビン | C ₁₇ H ₂₃ NO ₃ | 289.4 | 290.0 | 124.1 | 100 | 30 |
| 9 | | スコポラミン | C ₁₇ H ₂₁ NO ₄ | 303.4 | 304.0 | 138.1 | 100 | 35 |
| | | | | | | 156.0 | | 30 |
| 10 | | ペラトラミン | C ₂₇ H ₃₉ NO ₂ | 409.6 | 410.2 | 295.1 | 150 | 40 |
| | | | | | | 157.1 | | 50 |
| 11 | バイケイソウ | ジェルビン | C ₂₇ H ₃₉ NO ₃ | 425.6 | 426.2 | 408.1 | 150 | 40 |
| | | | | | | 114.2 | | 50 |
| 12 | | プロトペラトリンA | C ₄₁ H ₆₃ NO ₁₄ | 793.9 | 794.1 | 776.2 | 230 | 60 |
| | | | | | | 658.2 | | 80 |
| 13 | キダチタバコ | アナバシン | C ₁₀ H ₁₄ N ₂ | 162.2 | 162.9 | 118.1 | 80 | 20 |
| | | | | | | 146.2 | | 30 |
| 14 | ジギタリス | ジゴキシン | C ₄₁ H ₆₄ O ₁₄ | 780.9 | 798.3 | 661.1 | 80 | 20 |
| | | | | | | 391.1 | | 30 |
| 15 | ジャガイモ | α -ソラニン | C ₄₆ H ₇₃ NO ₁₅ | 868.1 | 868.6 | 398.6 | 250 | 100 |
| | | α -チャコニン | C ₄₁ H ₆₄ O ₁₃ | 852.1 | 852.6 | 722.7 | 250 | 100 |
| 16 | | | | | | 398.8 | | 100 |
| 17 | ヒヨウタン | ククルビタシンB | C ₃₂ H ₄₆ O ₈ | 558.7 | 576.1 | 499.0 | 80 | 20 |
| | | | | | | 481.0 | | 25 |

Q1: プリカーサーイオン, Q3: プロダクトイオン, DP: Declustering Potential, CE: Collision Energy

表3 添加回収試験における各成分の回収率と併行精度

| No. | 対象成分 | 味噌汁 | | 餃子 | | カレー | |
|-----|-----------------|---------|----------|---------|----------|---------|----------|
| | | 回収率 (%) | 併行精度 (%) | 回収率 (%) | 併行精度 (%) | 回収率 (%) | 併行精度 (%) |
| 1 | アコニチン | 90.0 | 5.8 | 93.2 | 2.8 | 88.9 | 4.2 |
| 2 | メサコニチン | 80.9 | 4.7 | 97.8 | 2.7 | 82.2 | 2.9 |
| 3 | ヒバコニチン | 92.2 | 3.6 | 91.5 | 2.3 | 89.9 | 5.7 |
| 4 | リコリン | 93.9 | 8.0 | 77.1 | 1.9 | 79.6 | 4.1 |
| 5 | ガランタミン | 80.6 | 3.7 | 88.3 | 4.9 | 71.5 | 3.4 |
| 6 | ガランタミノン | 83.4 | 5.2 | 86.9 | 6.0 | 70.6 | 6.9 |
| 7 | コルヒチン | 81.2 | 9.0 | 77.2 | 5.9 | 78.5 | 12.7 |
| 8 | アトロビン | 91.0 | 5.3 | 91.1 | 11.5 | 87.6 | 9.2 |
| 9 | スコポラミン | 81.2 | 8.9 | 84.9 | 10.2 | 78.0 | 4.0 |
| 10 | ペラトラミン | 79.8 | 4.0 | 89.8 | 4.7 | 82.6 | 7.7 |
| 11 | ジェルビン | 79.6 | 12.1 | 80.9 | 4.4 | 71.7 | 5.2 |
| 12 | プロトペラトリンA | 91.6 | 3.3 | 102.4 | 4.2 | 92.3 | 9.1 |
| 13 | アナバシン | 91.3 | 1.1 | 94.6 | 2.1 | 89.5 | 2.4 |
| 14 | ジゴキシン | 86.9 | 5.6 | 91.3 | 8.4 | 98.2 | 14.9 |
| 15 | α -ソラニン | 85.0 | 0.6 | 70.2 | 4.8 | 77.0 | 6.6 |
| 16 | α -チャコニン | 88.7 | 8.5 | 81.3 | 3.8 | 84.4 | 4.3 |
| 17 | ククルビタシンB | 85.6 | 4.7 | 89.2 | 3.5 | 87.3 | 7.0 |

添加濃度: 試料中0.1 μ g/g (アナバシンは0.5 μ g/g)相当, n=5

