

新規自動前処理装置(FASRAC)を用いたGC-MS/MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価

誌名	食品衛生学雑誌
ISSN	00156426
著者名	奥田,大貴 古志,直弘 松村,敦 山本,礼央 大柳,達也 松田,高博 橋本,昭彦 畠山,治 小林,和浩 長尾,康博 山田,敏広
発行元	[日本食品衛生学会]
巻/号	55巻5号
掲載ページ	p. 216-229
発行年月	2014年10月

妥当性評価

新規自動前処理装置 (FASRAC) を用いた GC-MS/MS による 農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価

(平成 26 年 2 月 14 日受理)

奥田大貴* 古志直弘 松村 敦 山本礼央 大柳達也 松田高博
橋本昭彦 島山 治 小林和浩 長尾康博 山田敏広

Validation Study on a Multi-Residue Method for Determination of Pesticide Residues
in Agricultural Products by New Automatic Pretreatment Equipment (FASRAC) and GC-MS/MS

Taiki OKUDA*, Naohiro KOSHI, Atsushi MATSUMURA, Reo YAMAMOTO, Tatsuya OYANAGI, Takahiro MATSUDA,
Akihiko HASHIMOTO, Osamu HATAKEYAMA, Kazuhiro KOBAYASHI, Yasuhiro NAGAO and Toshihiro YAMADA

Research Institute of Food Safety, Nissin Foods Holdings Co., Ltd.:
2100-ban, Tobukimachi, Hachioji-shi, Tokyo 192-0001, Japan;

*Corresponding author

A validation study was performed on a multiresidue method for determination of pesticide residues in agricultural products according to the method validation guideline of the Ministry of Health, Labour and Welfare of Japan. FASRAC (Food Automatic Analytical Systems for Residual Agricultural Chemicals) automatically performs extraction of pesticide residues from agricultural products with acetonitrile, filtration, constant volume, mixing with the use of air, mixing acetonitrile with buffer solvent, separation, and dehydration with sodium sulfate. The extract was purified with a GC/NH₂ column. For wheat flour and soybeans, a purification step with a C18 column was added before a GC/NH₂ column. After removal of the solvent, the extract was resolved in *n*-hexane/acetone solvent for GC-MS/MS analysis. In the case of manual analysis, pesticide residues were analyzed according to official multiresidue methods and purification steps were the same as in FASRAC. Recovery tests were performed with wheat flour, soybeans, spinach and apples, by addition of 302 pesticides at the concentrations 0.01 mg/kg. The results indicate that automatic extraction using FASRAC is superior to manual analysis in trueness, repeatability and within-run reproducibility. Specially, automatic extraction using FASRAC is superior to manual analysis in trueness because it is optimized in various respects, for example reextraction at salting-out.

(Received February 14, 2014)

Key words: 残留農薬 pesticide residues; 妥当性評価 validation study; ガスクロマトグラフィータンデム型質量分析計 GC-MS/MS; 自動前処理装置 automatic pretreatment equipment; Food Automatic Analytical Systems for Residual Agricultural Chemicals (FASRAC)

緒 言

消費者の食の安全に対する関心は高く、中国製冷凍餃子への有機リン系農薬メタミドホスの混入事件、中国産ハウレンソウでの有機リン系農薬クロルピリホスの高濃度残留問題をはじめとして、現在でも残留農薬に対する関心は極めて高くなっている。

残留農薬等に関する厳しい基準であるポジティブリスト制度が2006年に施行されて以来、残留農薬分析では多種

類の農薬を迅速かつ簡便に、高い精度で多検体分析することが求められている。われわれは新規自動前処理装置 (FASRAC: Food Automatic Analytical Systems for Residual Agricultural Chemicals) を開発し、抽出、ろ過、定容、塩析、脱水、濃縮・乾固の一連の工程を公定法に準拠した操作手順で自動化することに成功した¹⁾。これにより、従来の手作業による前処理と比較して、作業の効率化および省力化、作業中のコンタミネーションリスクの低減、洗浄溶媒の不使用および分析者間における手技の個人差の低減を実現した。

本報で用いる試料は、穀類として小麦粉、豆類として大豆、野菜としてほうれん草および果実としてりんごを選択

* 連絡先: t-okuda@nissinfoods-holdings.co.jp
日清食品ホールディングス株式会社食品安全研究所: 〒192-0001 東京都八王子市戸吹町 2100 番

し、FASRACを使用した302種類の農薬の一斉分析法を検討した。また、本法の妥当性を平成22年12月、厚生労働省通知「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」に基づき、「GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農作物）」（公定法）による手作業と比較することにより評価を実施したので報告する。

実験方法

1. 試料および調製

市場で購入した小麦粉、大豆、ほうれん草およびりんごを使用した。食品、添加物等の規格基準、A一般食品の成分規格（昭和34年厚生省告示第370号）で規定されている試験部位をフードプロセッサーで均一化し、使用するまで -20°C で冷凍保存した。なお、当該試料からは評価対象農薬が検出されないことを確認した。

2. 試薬

分析対象はGC-MS/MSで測定可能な302農薬とした。

混合標準品として林純薬工業(株)製PL2005農薬GC/MSMix I~VIおよび7 (20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ アセトン溶液)を用いた。混合標準品以外の標準品は和光純薬工業(株)、関東化学(株)、林純薬工業(株)、Riedel-de-Haën社およびDr. Ehrenstorfer GmbH社製の残留農薬分析用標準品または同等品を用いた。検量線用標準溶液および最終溶解用溶液へ添加するリン酸トリフェニル (TPP) は関東化学(株)製を用いた。対象標準品は1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるようにアセトンで溶解し、標準原液とした。標準原液を10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように混合、アセトンで希釈し、混合溶液とした。TPPを1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるようにアセトンで溶解しTPP原液とし、それをアセトンで10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ に希釈してTPP溶液とした。混合標準品および混合溶液を用いて、対象農薬濃度が0.005, 0.01, 0.05, 0.1および0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように、さらに各々に対して内部標準物質としてTPP溶液を0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように混合し、アセトンおよびヘキサンで希釈し（アセトン：ヘキサン=1：1）、検量線用標準溶液とした。混合標準品及び混合溶液用いて、0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように混合し、アセトニトリルで希釈し、添加回収試験溶液とした。TPP溶液を0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように混合し、アセトンおよびヘキサンで希釈し（アセトン：ヘキサン=1：1）、最終溶解用溶液とした。

アセトニトリル、アセトン、トルエンおよびヘキサン（残留農薬分析用）はSigma-Aldrich社製を用いた。蒸留水（液体クロマトグラフィー用）はナカライテスク製を用いた。塩化ナトリウムおよび無水硫酸ナトリウム（残留農薬分析用）はSigma-Aldrich社製を用いた。リン酸水素二カリウム（特級）およびリン酸二水素カリウムは和光純薬工業(株)製を用いた。精製用カラムにはグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層 (GC/NH₂) カラム (500 mg/500 mg) はSUPELCO社製、オクタデシルシリル化シリカゲル (C18) カラム (1,000 mg) はWaters社製を用いた。

3. 自動前処理装置および分析機器

3.1 装置および機器類

自動前処理装置および分析機器は下記のものを用いた。

自動前処理装置：システム・インスツルメンツ社製 FASRAC

GC: Thermo Scientific社製TRACE GC ULTRA

MS/MS: Thermo Scientific社製TSQ QUANTUM XLS

3.2 FASRAC仕様および特長

幅2,030 mm、高さ1,650 mm、奥行き1,060 mmを有し、PCにより制御をする (Fig. 1)。ホモジナイザー刃は、6枚刃、刃長1 cm、シャフト長さ11 cmのものを使用している。なお、分注器および定容に使用したガラス管の精度は購入メーカーにおいて、計量した蒸留水の重量を測定することによって保証されている。抽出カップへの試料の秤量、食塩および無水硫酸ナトリウムの秤量、使い捨てチップのセットなど各工程での事前準備をする。稼動すると、工程①抽出・ろ過、工程②定容・空気吹込みによるパブリングかくはん、工程③スターラーかくはんによる塩析、工程④脱水、工程⑤窒素ガスによる濃縮・乾固の順に自動で処理が進む。工程①では、専用のホモジナイズ管を使用して抽出操作 (3,000 rpm) をし、加圧蓋から空気を送り込むことにより抽出液が加圧ろ過される。工程②では、液面センサーによる自動定容、その後専用のかくはん針から空気を吹込むことにより抽出液が均一にかくはんされる。工程③および④では、分液漏斗を使用する代わりにスターラーによるかくはん操作 (1,600 rpm) により塩析し、無水硫酸ナトリウムを量り入れたグーチ漏斗に抽出液を通液することにより脱水する。工程⑤では、 40°C 以下で加温しながら窒素ガスを抽出液に吹きつけることにより溶媒を除去する。

一度に最大12検体を処理することができ、終夜も含めた24時間操作が可能で、1日に最大48検体を処理することができる。稼動中は人の手を一切必要としないため、人件費が大幅に削減できる。検体と装置部品の1対1対応、抽出液の垂れ防止機構、抽出液分取時の使い捨てチップの使用などにより、コンタミネーションリスクを低減している。

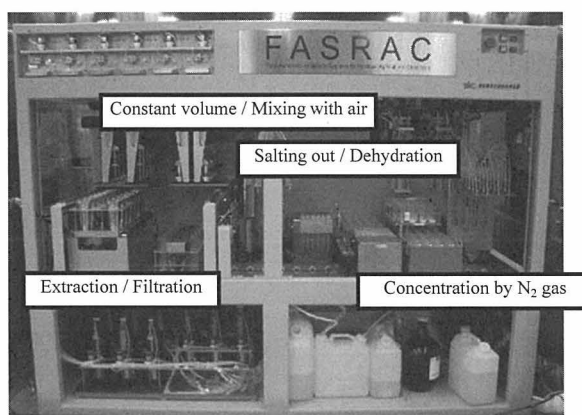


Fig. 1. Components of FASRAC

4. 分析条件

4.1 GC-MS/MS条件

4.1.1 GC条件 GC条件は下記のとおりである。

GCカラム: J&W Scientific社製DB-5MS (0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 μm)

カラム温度: 50°C (1 min)→25°C/min→125°C (0 min)→10°C/min→300°C (10 min)

ガス (流量): He (1.0 mL/min)

注入量: 1 μL

注入口温度: 240°C

4.1.2 質量分析計条件 質量分析計条件は下記のとおりである。

イオン化電圧: 50 eV

イオン化モード: EI (+)

インターフェイス温度: 240°C

イオン源温度: 240°C

5. 試験溶液の調製

FASRACを用いた調製および手作業による調製の概要はFig. 2に示す。

5.1 FASRACを用いた調製

5.1.1 抽出 小麦粉および大豆は10.0 g, ほうれん草およびりんごは20.0 gを専用のホモジナイズ管に秤量し, 装置に設置した。以降の操作はFASRACにより自動で抽出した。

小麦粉および大豆の場合は水20 mLを加え10分間放置した。アセトニトリル50 mLを加え, 5分間ホモジナイズ後, ろ過し (5分間自然ろ過, その後5分間加圧ろ過), ガラス管に回収した。さらにアセトニトリル20 mLを加え, 1分間ホモジナイズ後, ろ過し (2分間自然ろ過, その後5分間加圧ろ過), 同様のガラス管に回収した。

液面センサーを使用し, アセトニトリルで正確に100 mLとした。3分間空気を送り込みながら均一にかくはんした。

あらかじめスターラーと塩化ナトリウム10 gを量り入れ, 0.5 mol/Lリン酸緩衝液 (pH 7.0) 20 mLが注入されたガラス管に抽出液20 mLを分注器で自動注入した。スターラーにより5分間かくはん後, 5分間静置した。アセトニトリル層15 mLをあらかじめ無水硫酸ナトリウム

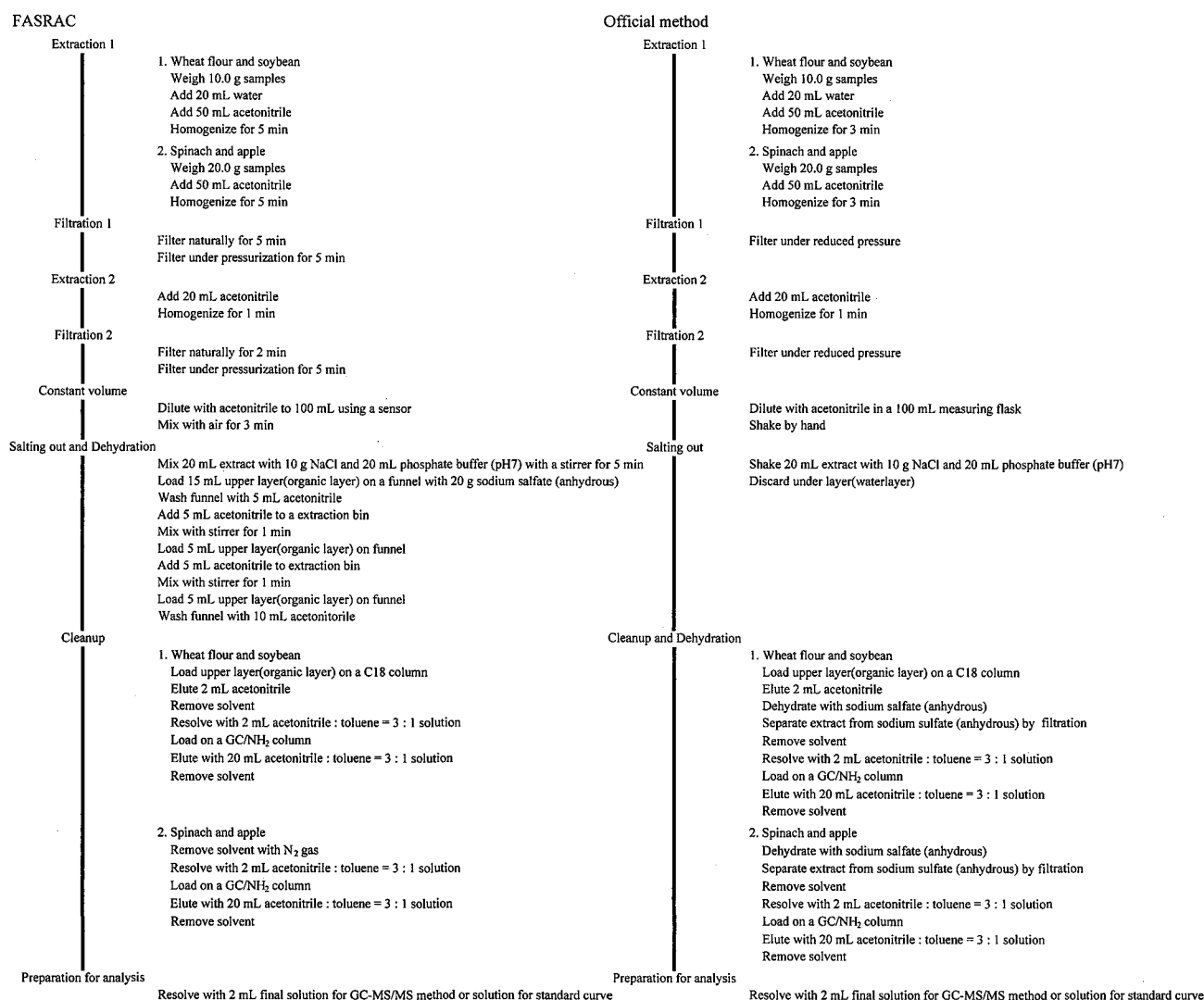


Fig. 2. Pretreatment procedures

20 gを量り入れたグーチ漏斗へ自動注入し、その後アセトニトリル5 mLで無水硫酸ナトリウムを洗浄し、これらの液は漏斗下部に設置されたガラス管に回収した。アセトニトリル層を分取したガラス管へアセトニトリル5 mLを加え、スターラーにより1分間再度かくはん後、1分間静置した。アセトニトリル層5 mLを再度グーチ漏斗へ自動注入し、液は漏斗下部に設置されたガラス管に回収した。アセトニトリル層を分取したガラス管へ再度アセトニトリル5 mLを加え、スターラーにより1分間再度かくはん後、1分間静置した。アセトニトリル層5 mLを再度グーチ漏斗へ自動注入し、その後アセトニトリル10 mLで無水硫酸ナトリウムを洗浄し、これらの液は漏斗下部に設置されたガラス管に回収した。

小麦粉および大豆の場合は、濃縮・乾固操作は行わず、ほうれん草およびりんごの場合は、窒素ガスにより抽出液を40℃以下で濃縮・乾固した。

5.1.2 精製 ほうれん草およびりんごの場合は、ガラス管にアセトニトリル:トルエン=3:1混液2 mLを加えて溶解し、GC/NH₂カラムへ注入し、アセトニトリル:トルエン=3:1混液20 mLで溶出した。溶出液は40℃以下で濃縮・乾固させた。

小麦粉および大豆の場合は、抽出液をC18カラムに注入し、アセトニトリル2 mLで溶出した。濃縮・乾固後、ほうれん草およびりんごの場合と同様にGC/NH₂カラムにより精製した。

5.1.3 最終溶液調製 濃縮・乾固した標準液無添加の試料(ブランク試料)および添加回収試験用試料は最終溶解用溶液を正確に2 mL加え溶解し、試験溶液とした。濃縮・乾固したブランク試料に各濃度に調製した検量線用標準溶液(0.005, 0.01, 0.05, 0.1および0.2 μg/mL)を正確に2 mL加え溶解し、定量に用いた。

5.2 手作業による調製

5.2.1 抽出 小麦粉および大豆は10.0 g、ほうれん草およびりんごは20.0 gをホモジナイズ管に秤量した。小麦粉および大豆の場合は水20 mLを加え、15分間放置した。アセトニトリル50 mLを加え、3分間ホモジナイズした後、吸引ろ過し、ろ紙上の残留物をアセトニトリル20 mLで1分間ホモジナイズ後、吸引ろ過した。得られたろ液をアセトニトリルで正確に100 mLとした。抽出液20 mLを分取し、食塩10 gと0.5 mol/Lリン酸緩衝液(pH 7.0)20 mLを加え、10分間振とうした。静置後、水層は廃棄した。ほうれん草およびりんごの場合はアセトニトリル層に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。

5.2.2 精製 ほうれん草およびりんごの場合は抽出液を40℃以下で濃縮・乾固後、アセトニトリル:トルエン=3:1混液2 mLに溶解し、GC/NH₂カラムへ注入し、アセトニトリル:トルエン=3:1混液20 mLで溶出した。溶出液は40℃以下で濃縮・乾固させた。

小麦粉および大豆の場合は、抽出液をC18カラムに注

入し、アセトニトリル2 mLで溶出した。溶出液に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。ろ液を濃縮・乾固後、ほうれん草およびりんごの場合と同様にGC/NH₂カラムにより精製した。

5.2.3 最終溶液調製 FASRACを用いた調製時と同様に最終溶液調製をし、各試料溶液を作製した。

5.3 枝分かれ実験(添加回収試験)

FASRACを用いた調製、手作業による調製ともに、対象302農薬について、一律基準濃度である0.01 mg/kgでの添加回収試験を実施者2名2併行3日間で実施し、選択性、真度、併行精度および室内精度を評価した。

なお、ガイドラインでは一斉分析法の各試験対象である農薬の基準値が異なるために基準濃度の添加が困難な場合にあつては、「各農薬等の基準値に近い一定の濃度」および「一律基準濃度」の2濃度としてもよいと示されているが、基準値に近い一定濃度の設定が困難であり、原則は基準値であるため、一律基準濃度である0.01 mg/kg, 1濃度での妥当性評価を行った。

結果および考察

1. 妥当性評価

1.1 選択性および定量限界

両分析法において選択性を評価するため、小麦粉、大豆、ほうれん草およびりんご各々のブランク試料を各分析方法で測定したところ、すべての物質において定量を妨害するピークはなく、選択性の目標値に適合した。また両分析法において定量限界を評価するため、ブランク試料に0.01 μg/mL検量線用標準溶液を正確に2 mL加え溶解し測定したところ、必要なすべての対象農薬はS/N比が10以上に適合した。

1.2 真度、併行精度および室内精度

妥当性評価ガイドラインに従って、真度、併行精度および室内精度の評価を実施した。各分析対象農薬のMRM条件、保持時間、真度、併行精度および室内精度はTable 1、農薬数で整理したものをTable 2に示す。

試料調製をFASRACで実施した場合、小麦粉285農薬、大豆278農薬、ほうれん草284農薬およびりんご284農薬が目標値である真度(70~120%)、併行精度(RSD% < 25%)および室内精度(RSD% < 30%)に適合した。

試料調製を手作業で実施した場合、小麦粉273農薬、大豆229農薬、ほうれん草281農薬およびりんご283農薬が目標値である真度(70~120%)、併行精度(RSD% < 25%)および室内精度(RSD% < 30%)に適合した。

2. FASRACと手作業の比較

小麦粉、ほうれん草およびりんごに対する目標値である真度(70~120%)、併行精度(RSD% < 25%)および室内精度(RSD% < 30%)に適合した農薬はほぼ同数であり、FASRACで実施した分析法と手作業で実施した分析法(公定法)は同等であると評価された。大豆ではFASRACを用いた前処理において278農薬が目標値である真

Table 1. Comparison table of

No.	Pesticides	MRM transitions (<i>m/z</i>)	RT (min)	FASRAC								
				Wheat flour			Soy beans			Spinach		
				Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
1	2-(1-Naphthyl) acetamide	185>141	13.9	90.8	4.3	9.2	86.4	3.1	4.4	82.8	4.1	4.4
2	2,6-Dichlorobenzamide	189>173	11.0	81.9	4.1	10.7	83.3	5.5	8.0	80.7	7.4	7.4
3	2,6-Diisopropyl-naphthalene	212>197	11.7	77.1	6.1	15.5	61.1	4.5	19.8	78.4	3.9	7.7
4	2-Phenylphenol	170>169	9.5	81.3	6.8	7.3	74.1	5.4	11.5	81.9	3.0	6.2
5	Acephate	136>94	8.4	70.7	5.7	11.3	74.0	5.2	14.1	50.7	7.8	14.3
6	Acetochlor	223>132	13.2	84.7	9.3	11.0	79.8	7.0	12.7	84.5	6.0	7.0
7	Acrinathrin	181>152	19.7	106.4	2.2	25.3	88.5	2.9	4.5	72.5	4.8	15.2
8	Alachlor	188>160	13.4	81.2	7.2	11.6	76.3	7.5	7.5	81.2	5.9	8.9
9	Aldrin	263>193	14.3	71.2	13.7	14.9	64.1	18.2	18.2	80.0	12.7	12.7
10	Allethrin	367>213	15.0	85.0	10.5	16.6	88.1	16.6	16.6	79.0	8.1	10.6
11	Allidochlor	132>56	6.9	76.4	4.1	7.6	74.1	3.1	9.2	70.6	3.1	8.3
12	Ametryn	227>170	13.6	84.3	6.2	15.7	80.4	8.6	12.0	83.2	9.4	9.7
13	Aminocarb	151>136	12.1	83.3	4.8	11.3	71.4	10.8	13.4	82.9	6.0	6.6
14	Atrazine	215>200	11.9	76.0	6.9	20.0	86.1	8.4	11.0	82.7	3.2	6.1
15	Azaconazole	217>173	16.4	81.7	2.4	9.9	82.6	3.0	5.4	83.8	3.5	6.1
16	Azinphos ethyl	160>77	19.9	88.0	2.5	10.9	82.9	3.3	4.3	81.6	4.0	5.9
17	Benalaxyl	266>148	17.4	83.7	8.3	12.8	82.1	8.3	10.5	86.9	6.0	6.6
18	Benfuralin	292>264	11.0	87.7	5.2	10.1	82.8	3.6	8.2	74.4	5.0	6.0
19	Benfuresate	163>121	13.1	86.8	9.4	16.0	93.5	6.1	7.9	86.1	10.4	11.1
20	Benoxacor	259>120	12.9	85.4	4.8	10.9	93.1	7.3	8.2	83.2	5.4	5.7
21	Bifenox	341>310	18.9	87.1	9.7	14.6	89.7	7.7	8.7	75.1	9.6	9.6
22	Bifenthrin	181>166	18.5	84.2	3.7	8.3	75.6	2.4	5.2	76.7	3.3	5.0
23	Bitertanol	170>141	20.3	86.3	1.6	9.0	80.3	2.3	6.4	82.6	3.8	8.3
24	Bromacil	205>188	13.9	84.7	8.6	14.1	83.9	4.0	6.9	80.8	5.2	5.2
25	Bromobutide	232>176	13.3	76.0	12.4	16.9	80.4	10.0	11.3	81.8	7.8	11.8
26	Bromoconazole	295>175	18.5	85.5	4.8	7.8	81.7	4.1	8.7	82.1	6.1	6.1
27	Bromophos ethyl	359>303	15.4	82.2	6.8	9.1	75.7	6.8	6.8	79.6	9.5	10.0
28	Bromophos methyl	331>316	14.6	87.0	5.4	10.5	83.8	6.8	6.8	82.9	5.5	5.9
29	Bromopropylate	341>183	18.6	86.6	3.7	6.8	75.5	5.4	5.4	81.1	5.5	5.5
30	Butachlor	237>160	15.6	85.6	6.0	9.5	78.1	6.3	15.2	80.7	6.0	10.6
31	Butamifos	286>202	15.8	78.9	11.5	17.0	79.6	7.4	9.2	77.7	7.0	7.9
32	Butralin	266>190	14.5	85.3	8.8	11.4	78.9	10.2	11.1	75.6	7.0	8.2
33	Butylate	156>57	8.4	72.5	5.8	8.4	64.4	5.0	15.5	67.3	4.9	6.2
34	Cadusafos	159>97	11.2	82.8	3.8	6.1	79.6	3.7	5.9	78.4	5.8	7.9
35	Carbetamide	119>91	14.5	95.4	13.3	13.3	78.8	8.9	20.0	88.1	6.9	15.3
36	Carbophenothion	342>157	17.5	90.7	6.3	8.2	77.0	7.9	9.3	76.9	8.6	11.3
37	Carbosulfan	163>135	18.4	41.8	25.8	35.1	52.7	16.1	16.4	62.6	8.1	12.1
38	Chlormethoxynil	266>218	17.9	85.5	5.0	9.5	76.8	4.0	6.9	79.6	3.0	4.6
39	Chlorbenside	268>125	15.5	79.4	5.4	10.2	62.5	6.8	12.5	76.3	6.5	6.7
40	Chlorbufam	223>127	11.9	89.0	11.1	11.7	78.0	7.4	11.9	79.1	5.3	7.4
41	Chlordimeform	196>181	10.9	80.4	11.3	12.5	81.7	4.0	6.0	77.4	7.7	7.7
42	Chlorethoxyphos	153>97	10.5	81.6	1.8	8.9	76.3	3.0	9.6	74.8	3.9	3.9
43	Chlorfenapyr	247>227	16.4	92.0	11.1	15.6	72.8	19.0	24.2	81.9	19.6	19.6
44	Chlorfenson	304>111	16.0	85.6	15.4	17.2	81.1	13.8	17.1	84.0	13.2	13.9
45	Chlormephos	234>121	8.5	73.7	5.2	11.1	71.1	2.7	13.1	70.8	5.3	6.6
46	Chlormitrofen	317>236	17.4	88.1	13.8	15.5	83.5	6.8	9.0	80.3	6.6	8.5
47	Chlorobenzilate	251>139	16.8	84.0	2.7	10.1	78.3	2.6	5.8	79.5	3.2	5.3
48	Chloroneb	193>113	9.3	75.8	6.0	11.9	75.2	4.6	13.5	78.5	4.3	5.3
49	Chlorpropham	213>171	10.9	82.4	6.8	8.5	78.5	5.2	9.2	80.1	5.2	6.1
50	Chlorpyrifos	197>169	14.2	83.5	9.7	9.9	77.7	6.1	8.4	80.4	6.6	6.8
51	Chlorpyrifos methyl	286>93	13.3	76.8	15.4	21.6	74.2	9.1	14.9	80.6	5.5	5.5
52	Chlorthal dimethyl	301>223	14.3	85.2	8.0	9.7	74.4	7.3	10.4	81.6	4.6	8.2
53	Chlorthiophos	360>269	17.0	84.2	6.3	13.0	76.7	8.2	9.6	78.1	7.4	7.4
54	Cinidon ethyl	393>330	24.6	84.3	2.3	5.1	85.6	3.8	16.5	75.0	3.5	3.9
55	cis-Chlordane	373>266	15.5	86.2	7.0	10.0	80.0	8.9	13.8	80.2	3.9	9.0
56	cis-Nonachlor	407>300	15.8	79.6	12.3	23.1	76.6	25.8	35.1	77.9	11.9	14.2
57	Clodinafop propargyl	349>266	17.6	93.6	6.8	9.1	87.8	5.8	7.3	76.4	4.4	6.1
58	Clomazone	125>89	12.0	84.2	8.5	11.1	83.9	5.2	8.0	82.0	3.0	4.3
59	Clouintocet-1-methylhexyl ester	192>162	18.7	83.6	4.9	9.9	80.9	3.3	4.5	78.9	5.4	6.8
60	Coumaphos	226>163	20.5	85.0	2.2	10.4	79.2	3.9	6.8	79.1	3.2	5.6
61	Crimidine	156>86	9.3	80.1	7.4	15.1	83.3	7.5	11.6	83.3	5.2	5.7
62	Cyanofenphos	303>141	17.5	88.8	13.0	19.4	83.0	4.7	10.0	82.4	6.9	7.4
63	Cyanophos	243>109	12.2	81.6	7.2	12.6	82.4	5.5	9.0	78.5	6.7	9.7
64	Cyfluthrin	163>91	21.0	86.6	7.9	13.1	82.3	4.3	6.8	77.2	3.3	6.0
65	Cyhalofop buthyl	256>120	19.4	84.5	2.2	9.4	80.5	3.8	6.4	78.6	4.4	6.6
66	Cyhalothrin	181>152	19.5	81.1	2.6	9.4	80.3	4.3	9.5	74.2	6.3	11.4
67	Cypermethrin	163>127	21.3	84.6	2.7	7.1	79.6	3.0	5.8	75.1	3.7	5.8
68	Cyproconazole	222>125	16.6	84.3	6.4	10.5	82.1	3.4	8.4	81.2	3.2	6.2
69	Deltamethrin	253>174	23.1	93.7	4.2	9.2	73.0	4.4	5.7	71.1	4.4	5.5

FASRAC and official method

FASRAC			Official method											
Apple			Wheat flour			Soy beans			Spinach			Apple		
Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
82.0	4.4	4.5	85.0	2.5	12.2	86.5	3.3	8.6	85.4	2.3	7.0	86.6	3.3	7.3
81.3	5.3	6.8	84.1	3.2	13.0	85.3	2.3	10.3	84.7	6.2	6.7	89.7	3.1	5.3
87.4	5.0	6.8	75.6	3.4	32.3	53.6	8.2	34.1	86.6	2.2	11.9	91.5	4.3	9.5
84.2	4.3	5.4	75.7	3.7	17.5	65.3	2.7	15.2	84.2	4.6	7.3	80.9	2.5	17.5
52.1	4.5	13.2	59.5	7.3	29.4	63.8	5.4	29.7	42.6	6.2	20.5	50.6	6.2	21.3
82.4	9.2	9.2	86.1	6.0	11.8	81.9	5.4	9.5	88.7	4.6	7.2	91.0	2.5	8.9
78.2	4.1	4.8	77.3	3.3	24.1	86.3	3.3	10.0	74.3	5.4	5.4	87.5	5.1	7.6
83.6	6.1	6.1	80.6	4.9	15.1	82.8	5.2	9.3	87.6	5.3	6.6	91.1	3.6	8.0
82.6	8.2	10.1	70.0	13.4	31.6	56.5	13.6	23.9	85.5	6.8	8.1	89.9	5.3	8.4
81.8	6.0	7.0	86.4	10.7	10.7	89.5	4.8	11.2	88.0	6.5	9.5	95.0	5.0	13.9
68.6	5.8	5.8	60.9	2.3	27.1	67.7	5.0	18.0	71.5	6.2	9.1	66.8	5.0	15.5
83.3	7.3	8.0	85.1	4.7	10.1	85.2	5.9	8.2	86.9	6.3	6.3	92.1	5.0	5.1
81.9	4.8	4.9	79.9	2.5	11.4	77.2	5.5	6.6	84.3	5.0	11.4	86.5	3.4	7.0
84.7	4.5	10.9	89.1	3.2	9.9	83.6	9.3	12.9	86.4	6.4	12.8	90.5	3.9	9.0
84.2	2.6	4.9	83.7	2.4	9.1	80.9	3.6	7.7	85.1	1.7	4.0	89.2	3.3	4.4
82.2	2.6	4.4	85.8	2.8	8.1	80.9	3.7	8.7	81.5	2.8	5.8	87.5	3.0	4.4
85.0	4.1	9.8	83.5	4.9	14.3	79.4	6.1	12.9	85.0	3.7	5.0	91.1	5.5	5.5
77.3	2.7	4.3	85.2	3.2	12.3	78.9	2.5	9.4	80.9	4.8	5.9	84.9	4.0	7.0
82.1	7.3	8.8	87.1	9.6	19.4	83.7	7.0	17.1	87.9	5.5	6.9	93.7	7.5	7.5
82.5	6.5	8.4	86.1	6.1	14.8	85.3	7.1	11.0	86.0	4.5	9.1	85.5	4.0	5.2
79.6	6.0	6.7	88.8	5.8	8.6	84.5	7.3	11.5	74.0	4.4	9.2	82.3	4.7	8.2
82.5	3.2	5.0	77.4	1.7	15.7	62.9	9.2	14.6	82.0	2.3	3.0	88.3	2.0	2.8
82.7	3.5	3.7	76.6	1.7	15.7	79.4	2.6	7.7	81.6	2.0	6.0	89.4	2.7	3.9
82.4	5.9	6.0	82.7	4.7	10.7	83.4	4.8	11.5	85.1	3.2	7.6	87.9	3.6	6.3
82.7	4.5	9.6	82.8	7.8	18.5	81.6	9.7	10.8	86.7	4.1	8.4	92.0	6.5	6.5
82.9	6.9	6.9	84.0	5.3	13.1	79.6	4.1	5.9	82.3	3.9	6.1	88.1	4.7	6.6
82.1	3.3	6.2	76.9	4.0	15.6	75.7	6.0	12.3	85.9	4.1	9.4	86.8	3.8	4.5
81.4	3.6	10.5	86.2	8.1	9.9	62.9	3.8	22.4	85.0	3.4	4.1	90.6	4.6	5.4
82.7	5.1	7.8	81.2	7.4	12.8	75.0	4.5	5.4	84.2	3.8	4.6	89.1	3.0	4.2
84.6	11.0	11.0	81.3	12.0	16.7	77.9	6.9	10.2	82.7	5.9	9.2	93.5	4.5	9.1
81.8	4.5	4.6	83.9	7.3	8.8	81.6	3.8	7.1	82.9	3.8	5.0	89.5	3.3	6.0
77.7	5.9	9.4	84.7	5.8	7.5	76.0	7.7	7.7	79.7	2.4	5.9	80.3	4.1	7.7
66.4	4.5	4.9	64.4	4.0	30.2	60.0	3.4	17.2	73.2	4.8	10.0	64.9	8.4	15.3
81.2	2.3	6.0	86.1	3.0	14.3	83.4	3.7	11.0	85.5	3.6	6.1	88.9	3.3	6.9
93.2	14.1	17.2	107.0	4.6	20.8	101.4	12.3	13.3	101.0	3.6	14.1	92.3	6.6	16.9
79.4	5.1	8.3	78.3	8.6	15.4	74.6	7.4	11.2	81.9	5.0	7.8	87.8	7.9	9.6
58.3	21.5	27.8	51.9	9.2	15.7	59.7	14.9	20.9	70.5	8.3	15.5	81.2	11.0	27.2
84.7	4.0	4.4	81.6	3.6	10.5	76.5	6.1	12.5	84.3	2.0	5.4	88.2	4.6	4.6
83.6	8.5	8.5	71.5	6.3	17.2	47.8	9.6	28.7	66.4	8.1	16.9	86.5	5.5	5.7
86.2	8.6	11.5	84.9	9.5	12.4	83.5	7.7	9.9	84.6	4.4	12.2	89.3	9.6	9.6
86.5	2.0	5.3	80.5	5.3	20.2	83.6	28.7	33.3	83.2	5.3	10.0	90.4	4.4	10.9
77.0	4.0	4.4	79.6	3.8	18.2	74.5	3.6	8.3	81.5	4.2	9.8	83.5	3.0	7.0
84.7	9.2	9.7	84.1	21.8	26.3	88.2	7.9	25.2	90.5	12.7	13.8	96.2	18.4	22.2
86.8	12.3	14.5	87.7	9.5	11.5	79.8	12.8	12.8	86.2	13.0	13.0	88.5	6.8	9.3
67.9	3.3	5.5	63.0	2.6	31.4	66.2	9.7	20.4	75.0	8.7	9.0	65.3	11.4	17.2
84.4	9.3	10.3	87.9	9.4	14.1	75.3	9.8	12.4	82.2	1.9	7.7	87.0	8.7	8.7
83.4	3.4	5.3	80.5	2.0	12.5	87.0	3.6	22.5	86.4	1.3	5.5	89.2	1.9	3.6
76.0	4.2	6.4	74.1	1.5	18.5	75.7	5.6	8.9	83.7	5.7	7.9	65.2	3.7	18.0
82.7	5.5	7.1	86.9	5.2	16.3	84.3	6.8	12.9	89.7	6.2	11.2	90.6	4.8	9.1
89.5	4.7	8.0	83.7	6.6	19.5	78.8	5.2	12.4	89.3	4.6	9.8	94.6	3.9	13.4
84.0	5.0	9.1	80.0	9.1	17.3	79.2	6.9	7.7	85.1	4.1	10.3	91.6	6.2	8.0
83.9	6.3	6.3	83.8	5.5	14.8	78.2	10.8	18.9	88.3	3.3	6.2	87.8	4.8	7.1
82.2	4.9	7.5	79.9	4.6	8.9	67.0	9.4	17.9	84.4	3.6	7.3	89.7	5.1	7.9
80.9	2.7	4.2	85.5	2.9	10.6	77.0	4.0	10.0	79.6	4.5	5.8	85.1	6.0	10.5
84.2	8.0	8.0	79.0	5.8	22.3	62.6	11.9	17.9	83.5	5.6	6.5	90.2	4.7	5.6
84.8	8.0	11.1	80.2	10.6	24.7	60.3	16.0	21.8	84.0	6.3	7.8	89.4	6.3	9.1
79.4	3.8	6.2	84.2	7.7	12.1	79.1	5.1	9.3	78.7	4.1	6.4	86.4	3.0	5.2
82.9	4.0	5.0	85.8	3.6	7.6	84.3	4.0	8.4	86.6	2.7	8.2	88.1	2.9	5.5
83.4	3.7	4.7	83.8	3.8	9.9	79.5	4.0	8.5	84.4	2.9	9.3	87.4	4.0	4.3
82.4	2.9	5.4	83.6	2.3	9.5	81.3	4.0	10.1	83.6	4.5	6.3	89.9	3.5	5.0
79.9	4.9	6.7	82.5	4.7	14.9	81.0	5.6	13.4	84.0	4.6	7.4	86.9	6.5	7.6
86.6	6.4	7.3	81.4	9.9	10.8	86.4	13.0	13.0	85.7	5.7	10.1	92.8	6.0	12.2
84.3	4.7	5.2	88.3	4.3	13.5	85.3	5.5	15.6	88.5	5.2	10.3	92.3	5.1	10.6
91.2	4.2	5.9	90.5	2.3	13.5	81.3	3.5	9.0	84.1	4.9	8.6	94.8	7.2	7.3
83.8	3.4	5.7	84.7	1.6	13.5	81.4	3.3	9.1	84.3	2.7	6.7	90.8	2.6	5.3
90.3	4.9	6.0	82.6	2.8	17.2	80.8	3.6	7.1	83.0	4.7	11.1	112.4	5.4	10.1
83.1	2.7	5.4	84.3	1.6	12.2	77.1	3.7	7.5	84.2	3.3	6.8	91.4	3.5	4.9
83.8	4.0	6.3	83.2	5.9	9.1	80.2	4.7	10.5	86.8	3.2	5.0	89.5	2.4	5.3
83.8	4.4	6.0	85.7	2.7	14.3	78.3	3.7	9.0	77.9	5.2	8.2	98.5	3.4	4.6

Table 1.

No.	Pesticides	MRM transitions (<i>m/z</i>)	RT (min)	FASRAC								
				Wheat flour			Soy beans			Spinach		
				Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
70	Dialifos	208>181	19.9	82.8	6.4	7.4	77.9	4.4	7.2	78.1	4.1	5.7
71	Di Allate	234>150	11.3	80.7	7.3	12.7	72.5	3.9	9.8	79.1	4.4	6.0
72	Diazinon	304>179	12.3	81.4	13.5	15.7	80.9	7.3	9.7	81.3	6.2	8.9
73	Diazinon oxon	273>137	12.0	83.2	6.9	9.8	73.2	6.7	9.6	78.8	5.9	5.9
74	Dichlobenil	171>100	7.5	64.0	3.1	13.8	60.3	3.9	18.5	68.1	4.7	8.8
75	Dichlofenthion	279>223	13.1	80.9	5.3	8.5	77.6	3.7	5.8	79.9	3.0	4.7
76	Dichloran	206>176	11.7	85.9	5.4	5.4	84.8	3.4	7.1	79.4	4.3	5.0
77	Dichlorvos	185>93	6.5	61.9	7.1	7.8	48.9	4.9	17.5	60.8	6.4	15.9
78	Diclocymet	221>155	15.2	98.0	7.1	14.4	81.9	6.5	17.0	85.0	6.8	10.6
79	Dicofol	139>111	14.5	82.2	2.9	10.8	77.5	3.2	8.3	80.8	4.4	6.5
80	Dicrotophos	193>127	11.0	80.9	5.8	11.9	83.5	8.3	11.9	72.8	5.5	6.3
81	Dieldrin	277>241	16.3	70.9	25.5	29.8	74.0	10.0	20.3	77.9	15.1	22.0
82	Diethofencarb	225>125	14.2	84.9	8.5	10.4	84.4	7.6	9.3	82.3	6.5	9.0
83	Difenoconazole	323>265	22.7	84.9	2.7	6.6	84.1	2.1	3.4	78.2	3.6	5.2
84	Difenoquat	234>102	16.2	86.6	6.1	10.1	71.1	5.9	8.0	81.9	7.9	8.8
85	Difufenican	394>266	17.9	83.5	3.0	9.1	78.0	5.0	8.3	82.0	4.5	6.3
86	Diffumetorim	298>127	15.6	80.6	2.8	13.0	79.5	4.4	12.5	86.0	3.0	6.4
87	Dimepiperate	145>112	15.3	79.0	10.2	15.5	78.1	6.7	7.0	82.8	4.6	5.0
88	Dimethametryn	212>122	15.0	88.1	7.9	10.2	76.1	7.0	8.4	83.4	7.8	7.8
89	Dimethipin	124>76	11.9	83.1	20.1	31.9	91.1	10.5	27.8	81.1	10.9	14.9
90	Dimethoate	229>87	11.7	101.9	4.2	14.8	106.0	8.8	14.2	102.8	7.2	7.5
91	Diniconazol	268>232	16.9	79.8	6.2	14.7	81.1	3.9	7.2	78.8	4.3	4.3
92	Diofenolan	300>186	17.5	90.1	11.5	16.5	82.2	10.1	12.4	87.4	7.2	12.4
93	Dioxathion	270>141	12.1	80.1	19.5	23.0	72.6	13.3	26.9	79.8	11.3	14.0
94	Diphenamid	239>167	14.6	81.6	8.8	15.9	85.2	7.4	10.9	86.5	9.0	9.0
95	Diphenyl	154>153	8.0	57.6	4.4	16.1	51.2	5.8	25.0	59.8	4.6	8.7
96	Diphenylamine	169>168	10.6	77.7	3.5	9.0	43.8	3.0	20.4	75.1	3.6	4.7
97	Disulfoton sulfone	213>97	15.6	88.3	5.5	10.5	86.5	7.3	9.1	80.4	5.3	7.8
98	Dithiopyr	354>306	13.6	83.3	7.6	11.2	80.2	5.6	5.9	80.2	6.9	6.9
99	Echlomezol	211>183	8.7	75.2	3.8	12.5	71.2	3.4	12.1	68.2	6.2	8.0
100	E-Chlorfenvinphos	323>267	14.8	85.1	6.1	11.3	74.7	7.8	9.0	83.3	4.7	5.5
101	E-Dimethylvinphos	295>109	14.0	83.4	2.2	3.7	81.6	3.6	5.5	81.2	3.4	5.7
102	E-Metaminostrobin	191>160	15.9	84.2	3.9	8.1	81.0	6.0	10.1	83.5	5.8	7.4
103	Endrin	263>193	16.7	84.4	11.9	18.2	81.9	7.0	11.7	80.2	7.7	10.5
104	EPN	157>110	17.5	90.6	9.4	14.9	81.8	9.0	10.8	84.4	9.0	9.2
105	EPTC	189>86	7.7	66.3	8.3	18.5	62.4	4.3	23.7	63.3	7.1	9.9
106	E-Pyriphenox	262>192	15.5	74.8	12.4	21.1	76.7	11.4	17.4	74.5	6.9	6.9
107	E-Pyriminobac methyl	302>256	17.6	84.9	2.6	9.5	81.1	4.7	7.8	85.9	5.0	13.5
108	Esfenvalerate	167>125	22.4	89.2	2.6	6.5	80.1	1.8	4.3	74.8	3.7	4.2
109	Esprocarb	222>91	14.1	80.5	5.1	10.7	78.1	5.3	5.3	82.3	5.1	6.1
110	Ethalfuralin	316>276	10.8	90.2	5.4	12.9	87.2	4.1	8.9	75.9	6.1	7.4
111	Ethion	384>231	16.9	82.0	6.0	10.5	85.2	8.9	9.5	79.2	8.5	8.5
112	Ethofumesate	207>161	13.9	81.9	3.2	12.0	79.0	5.3	11.5	83.6	6.3	8.7
113	Ethoprophos	200>158	10.7	86.4	2.5	10.6	84.4	3.5	4.7	81.0	5.8	5.8
114	Etofenprox	163>107	21.5	84.4	3.1	6.4	75.3	2.3	4.0	76.9	3.5	5.3
115	Etoxazole	300>270	18.7	83.0	6.1	15.0	73.3	5.1	8.4	80.7	8.2	9.9
116	Etoxazole metabolite	333>276	18.8	84.5	5.1	13.8	81.9	6.8	7.8	82.0	4.0	5.3
117	Etrimfos	292>181	12.6	86.5	7.4	12.5	80.6	8.7	8.7	81.5	5.4	7.4
118	Famphur	218>109	17.4	81.3	3.2	10.1	81.5	8.3	9.0	84.5	3.7	7.6
119	Fenamiphos	154>139	15.8	84.7	9.4	28.4	75.5	9.9	19.8	61.9	12.1	16.5
120	Fenarimol	219>107	19.7	89.5	3.7	10.8	86.3	2.2	6.6	86.5	5.4	6.5
121	Fenchlorphos	285>270	13.6	84.3	6.2	7.6	76.7	2.7	10.6	80.8	4.4	4.8
122	Fenitrothion	277>260	13.9	82.7	6.9	9.1	79.8	8.4	11.2	77.2	3.4	8.2
123	Fenoxanil	293>155	16.6	86.6	8.7	10.7	82.8	3.4	18.5	81.6	4.8	6.9
124	Fenpropathrin	181>152	18.7	88.3	3.1	11.8	76.7	6.6	14.0	79.1	3.7	7.2
125	Fenpropimorph	128>110	14.3	78.7	6.4	8.5	70.7	4.4	9.2	78.3	4.9	5.5
126	Fensulfothion	293>97	16.8	90.7	6.0	11.3	91.8	4.2	7.1	78.7	2.8	4.1
127	Fenthion	278>109	14.3	79.2	9.8	9.8	73.2	4.7	13.5	69.1	9.2	9.2
128	Fenvalerate	167>125	22.4	87.6	2.5	7.1	79.4	1.2	2.6	75.9	3.5	4.4
129	Fipronil	367>215	15.0	79.0	20.0	20.0	76.9	9.7	23.9	85.1	15.2	15.2
130	Flamprop methyl	276>105	16.2	85.4	8.9	10.7	78.8	9.7	14.4	85.7	8.5	8.5
131	Fluacrypyrim	189>129	17.0	83.2	6.3	9.2	81.2	7.3	9.2	81.9	2.5	4.4
132	Fluazifop buthyl	383>282	16.6	83.2	8.3	12.7	80.1	6.3	12.1	80.7	4.3	6.0
133	Flucythrinate	199>157	21.4	87.7	2.9	6.6	83.7	2.5	4.8	74.2	3.0	4.2
134	Fludioxonil	248>127	16.0	82.9	6.4	8.6	77.8	6.9	7.9	83.8	4.2	7.4
135	Flufenpyr ethyl	408>345	16.7	86.5	5.0	10.1	83.5	6.8	9.7	78.5	9.5	9.5
136	Flumetralin	143>107	15.6	91.1	5.2	10.4	82.0	8.0	8.0	77.4	5.8	5.8
137	Flumiclorac pentyl	423>318	23.3	86.9	1.4	8.3	84.5	3.0	5.6	72.5	3.2	5.4
138	Fluquinconazole	340>298	20.5	87.1	3.0	10.5	82.4	2.5	3.8	81.4	3.5	6.6

Continued.

FASRAC			Official method											
Apple			Wheat flour			Soy beans			Spinach			Apple		
Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
80.6	2.2	4.9	77.6	5.0	11.5	78.5	3.8	5.6	79.1	3.1	5.4	87.1	3.6	4.6
80.0	4.6	6.1	81.3	2.1	20.2	78.4	3.4	10.8	86.4	4.8	9.9	87.2	2.1	9.1
85.8	3.9	6.2	83.7	6.4	19.0	77.2	6.6	16.7	86.5	5.0	8.9	90.3	5.0	8.1
81.8	6.5	7.6	79.4	5.0	14.7	71.7	4.4	9.3	88.8	4.1	9.7	90.2	5.4	7.9
59.8	4.3	9.3	44.3	5.7	47.4	54.9	8.6	27.2	66.7	9.2	10.0	50.8	12.7	24.5
83.2	3.3	4.4	81.4	3.0	16.9	76.4	2.8	7.4	88.2	3.0	7.9	89.8	2.4	6.0
79.6	3.8	4.8	85.8	2.5	12.2	79.9	5.5	11.2	84.3	4.1	6.6	84.0	3.9	4.2
51.5	6.9	11.5	43.0	5.3	19.8	32.7	6.4	20.4	56.7	4.6	16.6	50.4	2.0	15.1
85.1	7.9	8.8	80.7	8.9	13.3	82.7	5.8	7.7	94.2	5.3	28.2	87.6	2.9	8.0
82.2	3.6	5.4	80.7	2.5	11.6	75.4	3.1	5.0	83.1	2.5	6.5	85.2	1.5	6.7
78.4	7.0	8.7	78.9	4.0	10.2	79.2	5.1	9.6	71.6	6.4	7.6	79.4	3.8	7.6
79.4	17.0	17.0	79.7	10.1	19.1	69.5	20.4	20.4	86.8	15.2	15.3	85.6	11.0	16.9
83.5	4.7	8.2	89.5	9.3	9.5	81.0	4.2	7.0	87.9	5.1	10.7	91.0	5.9	8.5
82.5	2.9	4.0	84.8	1.4	8.9	84.2	2.1	6.8	81.9	4.0	7.4	90.0	2.5	4.6
81.3	7.9	7.9	80.5	5.7	9.4	85.0	10.4	17.3	86.1	2.4	7.1	92.4	6.9	7.2
83.9	3.4	4.8	81.5	3.4	15.0	81.3	5.2	9.2	84.4	2.4	4.5	88.3	3.6	4.8
85.0	3.9	6.4	82.5	3.0	15.1	79.8	2.4	7.5	87.6	3.1	6.2	92.8	4.3	4.5
81.8	5.4	7.5	77.7	6.0	15.4	78.2	2.4	10.4	87.0	2.3	3.8	87.1	5.1	5.6
83.3	6.1	7.0	83.4	3.6	13.4	79.4	7.4	8.1	87.2	2.8	8.9	92.5	3.6	10.0
84.7	13.2	16.9	76.3	12.5	18.7	86.7	7.8	17.7	82.0	9.8	13.9	86.5	6.3	10.3
105.5	7.2	9.2	109.3	6.9	15.2	104.3	6.7	15.4	113.1	7.3	7.3	112.3	4.8	6.3
82.3	3.4	4.4	80.5	5.0	14.1	80.3	2.7	7.9	85.5	2.6	6.6	88.9	3.5	5.2
87.6	7.4	9.8	81.4	7.9	16.5	78.6	5.4	7.9	86.1	2.7	3.3	91.5	2.7	4.8
82.5	15.8	18.0	82.6	18.2	25.0	76.9	23.0	28.9	89.2	15.2	15.3	89.1	11.3	14.8
81.7	8.8	9.5	87.8	10.1	12.4	78.6	9.6	17.8	87.0	5.4	9.8	90.7	6.3	6.8
58.6	6.5	12.4	40.9	7.9	57.6	41.6	11.7	40.0	60.5	7.5	10.5	50.0	19.7	35.7
80.4	2.8	3.2	64.7	2.8	18.9	31.4	2.4	22.0	79.6	2.2	7.8	75.9	1.5	19.1
83.5	3.7	5.8	82.5	4.2	11.3	83.0	7.6	10.0	85.1	3.8	6.6	89.9	2.0	5.5
83.0	4.7	5.8	84.5	4.4	14.0	81.7	4.8	12.2	85.5	3.8	6.9	89.8	2.3	6.8
66.8	3.1	4.6	68.0	1.7	29.6	66.0	7.0	17.0	73.6	7.9	10.4	66.2	9.4	13.8
82.5	4.2	4.2	82.9	4.4	10.6	81.0	3.7	10.8	86.6	3.6	5.3	90.1	3.0	6.8
82.3	3.9	7.4	81.4	1.2	12.3	82.1	3.9	9.8	85.4	2.6	6.0	88.4	3.7	4.8
82.6	6.3	7.3	85.8	5.0	11.4	82.3	5.2	12.7	85.9	3.1	7.2	90.4	2.9	6.4
80.5	8.8	10.7	82.5	6.7	18.1	70.1	10.1	17.2	86.7	9.2	11.8	91.2	5.6	6.0
80.3	6.1	8.4	85.5	6.2	8.2	79.5	10.1	11.8	87.6	5.3	7.4	88.9	3.9	8.2
59.1	8.4	9.5	49.7	8.8	41.1	52.5	11.3	21.8	62.5	14.6	14.6	53.5	10.7	18.6
64.0	7.3	21.7	75.2	14.0	23.3	72.0	8.6	20.4	79.1	7.8	9.8	69.9	9.9	17.9
84.3	3.6	6.2	83.7	2.6	9.0	81.3	2.1	9.3	84.1	1.7	1.9	90.5	3.3	3.9
82.7	2.6	4.4	86.8	1.0	9.9	79.3	2.4	7.2	82.5	2.5	5.5	90.9	3.2	3.8
82.4	3.0	5.0	80.1	3.2	14.8	77.9	3.5	6.6	88.1	2.8	7.6	89.7	2.6	6.3
80.9	6.7	6.7	82.4	3.6	13.9	82.6	3.8	11.8	82.8	3.0	6.8	85.6	3.1	6.1
80.8	5.8	7.1	87.3	3.8	9.0	82.9	2.0	7.2	81.7	5.8	8.4	87.0	5.4	6.1
86.0	3.6	7.5	84.4	3.4	11.4	83.4	5.1	10.0	88.7	1.9	5.3	92.7	3.4	7.0
82.1	2.5	4.4	89.2	3.7	14.9	84.5	3.0	14.1	88.1	3.3	7.0	90.3	5.0	6.3
84.0	2.9	4.5	77.8	1.2	14.2	68.3	3.9	19.2	82.8	1.8	5.9	89.8	2.1	4.3
81.9	6.2	6.4	77.8	2.8	15.5	69.7	5.2	13.7	87.0	4.1	7.9	87.7	4.0	6.7
84.9	3.3	7.9	83.8	6.2	13.9	78.7	5.1	12.2	84.1	3.7	6.8	88.6	3.8	4.9
83.1	4.3	4.3	85.2	7.9	23.4	83.3	11.4	11.4	86.7	3.6	7.6	89.3	6.5	8.7
84.1	1.9	5.8	83.4	2.3	11.4	79.9	1.5	11.6	85.5	4.7	6.0	91.6	2.9	5.9
79.2	6.4	10.0	79.1	7.6	10.7	65.0	10.3	18.3	57.6	10.8	12.5	85.4	7.3	10.3
88.5	2.5	5.2	85.1	2.0	13.3	81.0	4.3	11.0	87.4	2.2	2.3	88.1	1.5	8.5
82.8	3.5	5.5	81.1	2.7	13.9	72.7	4.4	13.8	87.6	1.9	6.0	88.3	4.7	5.9
79.7	5.4	5.7	87.2	3.4	9.2	82.6	5.1	9.0	83.2	4.2	5.7	88.8	4.7	7.1
84.1	3.2	5.2	86.1	2.4	10.8	84.6	2.5	11.1	87.4	2.1	5.3	89.8	1.6	6.0
86.7	9.0	9.0	84.6	2.1	12.3	76.9	6.8	11.9	82.8	2.3	3.8	88.8	3.7	5.7
83.1	1.7	6.6	74.1	6.2	16.2	64.6	5.5	18.8	84.2	3.6	5.6	85.9	5.2	6.0
79.5	4.0	5.9	87.7	4.7	9.0	90.4	3.3	12.4	85.9	3.4	7.5	87.4	4.6	5.1
79.5	4.6	5.7	66.1	6.2	22.0	57.5	8.4	27.1	71.4	6.4	9.2	88.5	2.7	9.0
83.1	2.5	5.0	82.3	1.8	11.0	75.8	2.8	10.1	81.7	2.9	5.1	89.8	2.5	3.8
83.8	12.2	12.2	91.1	13.2	20.8	81.9	4.9	13.3	86.5	8.4	12.7	95.7	10.7	18.6
84.2	6.3	8.5	80.1	5.2	15.8	85.4	7.7	22.1	85.3	4.7	9.6	91.4	4.9	6.6
84.3	3.6	4.7	84.5	2.9	14.1	79.5	2.2	11.7	86.3	4.8	8.1	91.4	4.1	7.1
84.0	4.7	7.7	79.1	4.4	10.8	81.0	6.3	14.1	85.0	4.6	5.3	91.5	3.0	5.5
83.1	2.6	4.7	85.9	1.6	10.4	81.2	1.2	9.8	82.2	3.5	6.4	89.7	3.6	3.9
82.9	5.8	8.5	84.5	3.0	11.6	76.7	8.2	14.3	82.9	4.1	4.5	88.0	1.5	6.3
81.5	4.5	5.2	81.0	5.2	10.1	79.4	3.9	12.5	85.1	1.9	5.2	88.7	2.7	5.5
76.9	6.3	7.5	78.8	3.5	11.9	75.6	6.4	8.4	78.1	3.7	8.1	81.9	4.1	4.9
80.5	2.4	6.2	82.8	2.9	6.3	78.7	2.9	8.9	77.9	5.1	5.9	88.0	3.1	3.6
83.1	3.2	5.0	82.9	1.5	8.7	80.3	3.2	10.7	83.2	2.2	4.7	87.8	2.5	4.2

Table 1.

No.	Pesticides	MRM transitions (<i>m/z</i>)	RT (min)	FASRAC								
				Wheat flour			Soy beans			Spinach		
				Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
139	Flurprimidol	269>107	13.2	85.2	4.3	7.5	79.4	3.3	7.9	80.8	5.7	5.7
140	Flusilazole	233>165	16.3	86.8	5.8	12.9	81.2	8.1	8.2	80.9	5.8	6.8
141	Flusilazole metabolite	250>235	11.0	60.2	11.4	40.2	75.7	10.2	10.2	70.8	2.9	6.6
142	Flutolanil	281>173	15.9	84.9	3.9	9.7	79.8	3.2	9.6	82.1	6.4	7.4
143	Fluvalinate	250>55	22.3	91.4	3.2	6.2	82.1	1.7	6.2	72.1	3.4	4.2
144	Fonofos	137>109	12.3	79.8	5.4	18.1	73.7	8.7	8.7	84.2	6.7	11.0
145	Formothion	126>93	12.9	55.4	13.3	13.3	48.5	12.2	20.8	41.4	13.2	13.2
146	Fosthiazate	195>103	14.7	86.3	8.0	25.6	91.0	16.3	19.4	75.2	14.4	14.9
147	Fthalide	243>215	14.6	81.0	8.1	9.4	79.0	8.7	9.5	83.4	3.9	6.5
148	Furametpyr metabolite	296>278	19.4	54.5	19.2	25.1	63.5	15.7	22.1	72.6	5.7	13.0
149	Furilazole	262>220	11.8	80.3	6.9	10.5	78.5	8.9	15.2	58.8	4.4	7.0
150	Halfenprox	263>235	21.3	84.0	2.1	9.2	76.8	4.7	5.6	71.3	2.4	3.9
151	Heptachlor	272>237	13.6	83.8	8.0	15.7	71.9	6.1	7.7	76.2	4.2	6.9
152	Heptachlor epoxide A	183>155	15.1	80.7	23.8	28.4	81.2	27.0	37.6	72.6	14.0	15.4
153	Heptachlor epoxide B	353>263	15.1	89.1	10.8	15.2	80.5	12.3	13.3	85.2	11.3	11.3
154	Hexachlorobenzene	284>249	11.5	43.7	11.2	16.8	40.6	6.5	23.1	56.8	8.5	9.8
155	Hexaconazole	214>172	16.0	75.3	15.5	28.7	86.4	15.6	15.6	82.2	11.3	12.2
156	Iodofenphos	377>362	15.9	82.0	3.9	8.7	77.2	5.0	10.9	79.1	2.5	4.2
157	Iprobenfos	204>122	12.8	84.1	12.1	16.8	86.6	8.2	10.1	80.3	6.8	6.8
158	Iprodione	314>245	18.4	84.0	9.5	16.6	81.2	6.2	15.3	73.8	6.7	12.2
159	Iprodione metabolite	329>127	19.0	107.5	16.2	23.0	93.9	19.1	23.0	78.9	17.6	19.2
160	Isazophos	257>162	12.6	86.6	9.5	13.6	82.1	7.0	9.2	82.5	4.7	7.4
161	Isocarbophos	136>108	14.4	84.6	5.2	7.3	83.8	4.2	6.3	79.7	5.3	6.1
162	Isofenphos	213>121	15.0	95.9	7.3	16.0	87.5	9.3	10.1	88.3	7.3	18.8
163	Isofenphos oxon	229>201	14.4	89.2	3.4	17.1	78.1	5.1	5.1	82.1	5.2	6.2
164	Isofenphos methyl	199>121	14.7	84.3	5.4	8.0	81.0	6.2	9.1	78.3	6.5	6.9
165	Isoproc carb	121>103	9.6	85.5	3.5	5.5	84.7	3.9	6.0	81.6	4.3	4.9
166	Isoprothiolane	290>118	16.0	82.4	7.2	10.1	84.2	8.3	10.4	80.3	6.6	13.2
167	Isoxadifen ethyl	294>204	17.3	83.7	7.6	11.4	76.3	4.5	9.3	81.7	7.7	9.8
168	Isoxathion	177>130	16.5	96.0	4.3	9.5	91.8	5.8	18.3	77.7	5.0	6.0
169	Kresoxim methyl	206>131	16.3	85.5	9.3	14.5	81.0	7.4	15.9	82.0	8.9	8.9
170	Lenacil	153>136	17.6	86.7	3.8	11.5	82.7	4.9	9.8	85.5	5.0	9.8
171	Leptophos	377>269	19.2	85.6	5.7	12.7	71.0	9.1	10.4	77.3	3.4	6.5
172	Malathion	173>99	14.0	87.2	6.1	9.2	80.6	5.7	8.6	81.1	3.9	4.1
173	MCP ethyl ester	228>141	10.6	81.5	3.4	11.5	59.3	5.1	15.8	80.1	5.4	5.4
174	MCPB ethyl	115>87	13.0	89.2	4.3	10.0	80.7	2.6	8.1	84.9	6.3	6.3
175	Mecarbam	131>86	15.1	89.1	31.2	31.2	94.8	15.2	19.5	79.5	12.2	12.2
176	Mefenacet	192>136	19.4	85.2	2.6	10.4	82.4	2.8	4.2	82.4	3.5	5.7
177	Mep ronil	119>91	17.2	87.0	4.2	21.1	97.3	5.2	27.9	86.7	5.9	6.9
178	Metalaxyl	249>190	13.5	74.8	13.5	28.4	89.7	12.0	12.9	82.8	8.4	11.1
179	Methacrifos	208>180	9.2	82.6	2.7	6.7	77.8	1.7	6.1	77.2	5.6	8.9
180	Methidathion	145>85	15.4	86.7	5.5	9.5	81.9	4.5	8.7	84.0	7.3	7.7
181	Methoxychlor	227>169	18.7	88.1	2.7	8.0	81.0	2.6	8.3	78.1	3.4	6.1
182	Metolachlor	238>162	14.2	83.5	4.2	9.1	82.6	3.8	8.0	83.5	4.8	5.2
183	Metolcarb	108>107	8.8	85.9	3.9	6.6	85.4	2.4	5.8	78.6	4.4	6.2
184	Metribuzin	198>82	13.3	81.1	4.2	11.2	79.3	5.4	15.0	83.0	7.2	9.2
185	Mevinphos	192>127	8.3	84.1	3.8	4.8	81.8	2.3	3.8	75.2	5.4	7.9
186	Mirex	272>237	19.7	72.2	4.7	10.0	56.2	3.7	9.2	74.1	4.6	5.3
187	Molinate	126>55	9.7	78.1	6.4	11.5	73.9	4.7	7.5	78.4	7.5	7.8
188	Monocrotophos	192>127	11.2	83.4	10.6	12.6	84.7	14.0	15.3	74.5	10.1	10.1
189	Myclobutanil	179>125	16.2	86.0	7.7	10.6	86.9	5.6	7.2	82.7	6.3	8.5
190	Naled	145>109	6.5	60.4	10.9	10.9	43.1	9.8	23.2	61.0	7.2	17.2
191	Napropamide	271>72	15.9	80.8	5.6	11.6	86.9	6.9	9.1	80.3	7.2	10.5
192	Nitralin	274>169	18.0	87.5	10.7	15.0	86.5	5.7	13.8	73.9	7.7	7.7
193	Nitrapyrin	196>112	8.7	74.4	7.5	12.9	72.1	7.2	16.2	71.2	10.6	10.6
194	Nitrofen	283>202	16.6	104.6	6.3	27.4	92.2	9.3	22.0	74.9	7.6	7.6
195	Nitrothal isopropyl	236>194	14.5	89.8	2.0	9.6	86.2	2.4	4.3	76.4	3.3	4.4
196	Norflurazon	303>145	17.5	87.5	6.9	11.1	87.7	5.7	5.7	83.2	5.3	8.1
197	<i>o,p</i> -DDT	237>165	17.0	80.3	11.0	17.2	71.8	1.7	8.4	78.4	7.2	8.0
198	Orthobencarb	222>100	13.9	82.1	6.1	12.6	75.0	4.3	9.5	83.8	2.4	5.6
199	Oxadiazon	258>175	16.1	82.9	10.6	15.8	77.0	6.0	10.3	79.0	7.2	10.8
200	Oxadixyl	163>132	16.9	81.2	5.1	10.9	80.5	3.0	6.1	84.8	4.5	5.3
201	Oxpoconazole fumarate	294>202	11.1	80.0	8.3	11.8	74.2	8.4	13.7	76.5	5.1	7.4
202	Oxyfluorfen	361>300	16.2	95.6	11.5	23.1	90.4	5.8	12.2	75.3	9.4	11.1
203	<i>p,p</i> -DDD	237>165	17.7	87.4	2.8	7.1	76.8	5.1	7.0	81.2	4.7	6.4
204	<i>p,p</i> -DDE	246>176	16.2	79.5	6.7	8.6	64.9	2.4	10.5	78.8	3.9	6.1
205	<i>p,p</i> -DDT	237>165	17.0	84.6	3.0	8.2	75.0	2.6	5.8	79.3	3.2	4.2
206	Pacllobutrazol	236>125	15.6	81.1	5.8	10.5	77.2	6.6	8.3	82.1	3.5	7.9
207	Parathion	291>109	13.4	93.2	5.2	11.8	88.3	5.7	6.8	80.8	7.1	7.1

Continued.

FASRAC			Official method											
Apple			Wheat flour			Soy beans			Spinach			Apple		
Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
82.5	3.9	5.3	84.8	2.3	13.6	80.7	2.8	9.5	86.2	3.5	7.2	87.5	2.5	7.9
85.3	5.4	6.5	82.5	7.9	12.1	78.9	3.4	17.7	83.0	4.6	7.5	89.6	4.4	6.4
70.6	3.4	6.6	66.5	3.8	11.9	71.4	3.5	10.3	69.7	3.6	8.9	76.0	5.4	9.5
84.6	3.9	6.3	86.3	3.5	9.0	76.0	5.0	19.6	85.6	3.1	5.9	89.3	4.3	5.4
82.6	2.6	3.9	87.4	1.4	8.9	76.3	2.2	11.6	80.8	4.5	5.9	91.6	3.4	4.2
82.7	5.3	11.3	78.7	3.6	12.8	70.4	9.7	11.0	84.9	3.7	9.2	88.0	8.5	8.5
48.2	12.7	26.1	39.8	6.1	20.8	42.7	10.8	13.4	39.0	10.8	14.0	50.7	1.9	14.2
82.5	7.0	11.0	93.1	10.2	17.0	88.5	14.1	14.1	86.7	5.0	6.6	90.3	10.0	10.0
82.0	4.0	8.1	78.9	6.7	14.5	77.5	3.6	17.2	88.5	3.1	5.0	90.3	3.6	4.5
67.0	12.6	14.1	39.5	8.2	28.1	60.8	6.0	19.8	63.2	3.0	6.7	71.7	13.5	16.5
78.2	6.8	11.1	81.5	5.2	13.7	70.4	25.6	35.6	56.7	3.9	8.5	77.7	5.1	19.4
80.1	3.9	4.5	79.5	3.0	8.9	66.6	4.4	12.7	76.6	4.7	6.1	88.5	4.0	5.0
80.4	4.2	7.5	76.5	3.4	15.3	63.7	4.3	20.9	86.7	5.0	7.8	88.6	4.2	5.6
82.8	13.4	20.1	73.0	20.6	27.9	62.8	10.5	32.8	93.8	7.5	7.6	94.1	7.1	7.9
87.9	6.9	9.9	78.0	12.7	17.5	68.1	10.1	16.2	85.8	7.3	8.5	84.5	5.7	5.7
43.9	4.4	15.6	44.4	13.9	54.0	27.6	9.3	25.7	60.2	8.3	15.3	46.2	16.2	28.6
81.8	9.9	9.9	82.8	19.4	32.3	83.8	6.9	8.4	83.0	9.0	11.5	86.1	7.2	8.5
83.2	3.4	7.3	83.7	3.3	7.1	72.3	4.2	12.2	86.4	1.2	4.9	88.8	3.4	5.6
82.7	6.5	6.5	84.4	6.9	16.6	83.6	5.9	12.0	88.1	4.5	5.3	88.0	4.2	7.2
78.6	7.7	7.7	89.3	3.1	11.1	84.9	6.5	15.3	77.0	6.4	8.1	85.2	4.6	4.6
71.0	24.4	24.4	93.4	19.8	24.0	104.8	19.6	29.9	80.1	8.7	12.2	92.1	23.2	23.2
82.2	6.0	11.5	86.3	8.6	15.4	74.0	8.5	17.1	88.2	10.2	11.5	89.6	5.5	6.6
78.0	2.8	7.1	81.0	6.2	10.1	78.5	3.8	8.6	83.4	3.6	3.8	85.0	3.8	4.3
88.5	3.9	6.9	85.7	4.2	11.1	80.2	6.2	15.3	85.3	2.9	6.4	95.9	3.4	8.2
83.6	4.7	5.5	82.9	5.0	10.7	78.2	4.3	14.2	87.3	2.8	5.7	89.9	2.5	3.9
81.1	3.9	5.2	84.2	2.5	11.9	86.7	3.3	8.0	84.4	2.9	5.8	90.7	4.9	6.0
82.7	3.5	5.2	88.1	2.3	14.2	85.5	2.4	12.2	87.0	4.2	6.3	89.3	3.0	4.5
82.9	8.2	10.6	80.8	10.7	18.7	78.8	6.6	17.1	88.0	8.7	8.7	88.4	4.7	9.4
79.3	5.8	7.6	81.9	7.0	11.1	81.3	4.6	10.1	85.3	4.2	4.9	89.1	4.4	5.4
85.0	5.2	5.2	93.4	3.7	11.2	87.8	7.4	10.3	78.3	3.4	12.6	90.6	4.3	9.4
86.0	11.6	11.6	83.3	7.3	11.0	82.9	5.8	13.4	86.7	2.2	2.4	92.2	2.2	5.1
83.3	3.8	4.9	80.1	4.2	12.2	78.0	4.5	9.4	80.4	4.7	8.8	85.2	4.1	7.6
84.9	4.4	5.6	76.1	4.2	13.2	61.6	4.3	20.7	81.8	3.6	4.6	88.4	5.5	6.0
80.8	2.9	5.4	83.5	4.1	12.7	83.9	4.1	9.2	84.1	2.2	7.1	89.3	3.2	4.4
79.6	4.3	7.8	85.4	3.4	20.1	50.2	7.1	18.9	88.1	3.5	12.4	89.5	3.2	9.2
78.4	8.3	9.3	83.9	6.8	16.1	76.9	7.3	13.5	86.9	6.5	7.8	87.0	4.2	4.8
83.9	10.4	11.5	77.6	7.1	38.6	85.0	23.6	23.6	91.1	9.1	12.3	88.4	6.2	16.9
83.4	3.0	5.0	85.7	1.2	9.8	83.1	2.9	8.9	84.8	2.2	5.7	89.8	2.4	3.2
84.2	9.1	13.6	79.4	1.3	10.7	76.2	2.4	13.5	83.2	3.3	9.0	80.2	3.6	8.3
83.9	7.7	14.0	84.8	10.0	13.9	86.6	5.2	21.7	87.5	4.6	9.6	93.5	5.5	6.8
77.0	3.1	4.1	78.5	2.5	20.3	76.3	3.4	14.5	82.3	9.8	9.8	80.9	4.1	8.8
83.6	3.1	5.8	85.5	2.7	8.8	81.2	3.4	8.6	87.3	2.5	4.1	89.7	2.8	4.3
81.6	4.4	4.4	86.4	1.3	11.1	79.6	3.9	8.8	82.3	2.7	7.1	89.0	3.3	5.2
82.0	4.9	7.3	83.3	1.9	14.0	81.6	2.5	11.8	86.9	2.4	6.2	90.1	2.7	5.7
81.8	2.3	3.7	89.9	2.3	15.8	86.1	3.0	14.1	84.3	4.7	6.6	88.3	1.7	5.1
85.9	2.9	8.5	79.9	5.2	16.1	79.4	6.7	10.3	85.5	6.4	8.6	78.0	7.7	33.3
79.7	2.5	3.4	82.3	3.3	17.5	78.0	1.9	12.4	80.5	7.7	7.7	84.9	5.6	6.6
82.8	2.5	5.0	67.1	2.4	18.4	41.0	6.1	26.3	77.9	1.5	3.4	89.0	2.5	4.3
76.7	2.8	5.1	74.0	3.5	24.6	74.8	3.7	37.4	84.4	2.5	9.6	81.0	2.1	9.4
75.3	4.4	4.7	73.7	7.4	11.7	72.4	4.8	8.7	68.7	8.8	10.3	77.2	1.7	9.6
82.6	5.5	7.9	83.8	3.7	7.8	87.1	3.3	17.7	85.6	2.4	4.1	89.0	3.2	5.9
50.5	10.1	11.4	44.8	8.9	19.7	29.1	9.0	27.6	56.8	5.8	16.2	50.9	5.6	15.1
87.7	7.1	13.2	89.0	7.5	13.5	76.4	12.9	22.0	87.3	4.0	4.0	88.2	3.6	8.9
78.6	10.2	10.2	88.0	10.1	12.2	78.1	16.6	18.6	69.4	5.8	12.7	78.4	4.6	6.9
69.7	5.0	5.0	69.8	7.1	28.8	69.8	9.4	15.2	75.6	8.7	11.0	69.6	6.5	10.6
79.0	5.1	7.4	66.8	9.2	36.2	64.3	8.1	33.4	80.8	2.7	5.6	83.4	6.0	6.0
79.9	2.7	3.9	83.6	2.7	9.5	81.0	4.6	10.7	79.8	3.5	6.8	83.7	2.7	4.7
81.8	5.7	5.7	82.9	5.2	11.7	79.3	5.1	9.3	86.2	3.7	4.6	89.2	3.1	5.8
83.3	3.5	6.7	80.2	11.8	12.8	64.5	2.6	19.5	84.7	2.1	3.7	90.0	3.1	5.4
84.0	4.3	7.4	86.3	3.1	10.1	77.0	3.7	14.3	87.1	2.3	9.4	91.1	3.6	6.5
85.8	4.9	8.5	81.9	3.8	15.2	74.4	10.3	14.1	84.4	7.0	7.0	87.6	6.4	8.9
83.6	5.4	6.2	84.8	2.9	9.2	78.4	5.4	12.4	86.6	1.7	5.2	90.0	4.7	5.4
80.7	5.4	7.8	90.6	8.8	17.9	86.7	7.5	14.7	84.1	7.7	12.1	89.7	6.1	8.7
78.9	6.9	7.6	86.3	9.6	18.5	85.2	6.2	18.3	79.3	8.8	12.3	85.1	5.5	6.5
82.9	4.5	5.4	82.6	6.3	11.6	64.9	3.8	8.8	76.3	2.0	11.7	83.5	1.7	7.1
84.0	6.0	6.0	74.7	2.3	18.5	55.6	3.2	21.3	84.4	3.4	4.6	91.4	2.7	5.1
83.3	3.2	4.4	76.7	3.6	14.2	60.6	3.5	13.0	82.0	3.0	6.6	86.9	3.1	5.6
82.8	4.4	8.1	85.3	4.9	10.3	77.6	5.0	8.9	85.4	1.8	3.5	89.4	2.4	5.9
82.1	7.0	7.8	83.3	5.4	10.5	86.1	5.7	7.3	83.3	5.8	6.8	88.4	3.9	6.7

Table 1.

No.	Pesticides	MRM transitions (m/z)	RT (min)	FASRAC								
				Wheat flour			Soy beans			Spinach		
				Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
208	Parathion methyl	263>109	14.3	91.4	6.1	12.2	86.8	11.8	11.8	73.3	7.5	7.5
209	Penconazole	248>157	15.0	83.3	4.8	20.4	79.2	5.0	17.0	82.8	4.2	6.0
210	Pendimethalin	252>162	14.8	87.7	9.2	11.0	81.9	3.4	6.3	75.4	8.0	8.8
211	Pentachloroaniline	265>194	13.0	81.3	9.1	15.5	71.3	7.3	9.7	82.7	10.3	10.3
212	Permethrin	183>168	20.5	91.4	3.5	13.1	74.1	5.2	5.2	78.4	3.6	3.9
213	Perthane	223>167	16.6	94.0	5.1	17.7	82.5	3.6	8.9	78.4	4.6	5.3
214	Phenothiol	155>125	12.7	70.0	7.9	10.8	46.7	6.8	14.7	70.3	3.0	4.5
215	Phenothrin	183>153	19.1	78.6	4.7	6.6	78.0	14.6	14.6	76.1	7.1	8.0
216	Phenthoate	274>121	15.2	79.0	8.4	12.3	73.7	8.2	8.5	82.5	4.3	6.4
217	Phorate	260>75	11.3	79.7	9.2	11.9	71.4	9.6	12.0	68.3	10.1	11.5
218	Phosalone	182>111	19.2	93.1	7.0	16.0	85.2	1.8	5.6	78.9	4.8	5.9
219	Phosmet	160>77	18.5	84.0	5.6	7.5	82.0	3.9	6.3	77.3	5.1	5.1
220	Phosphamidon	264>127	13.1	83.8	6.6	12.3	81.8	11.9	12.1	75.4	9.3	9.3
221	Piperonyl butoxide	176>131	18.0	85.9	3.0	3.2	80.2	4.6	5.3	79.8	3.5	4.5
222	Piperophos	320>122	18.6	82.0	3.0	7.6	80.3	4.6	6.7	77.8	5.5	6.2
223	Pirimiphos ethyl	304>168	14.6	85.4	8.9	8.9	78.6	6.1	7.1	81.3	4.6	4.6
224	Pirimiphos methyl	290>233	13.8	84.2	15.9	17.0	75.2	13.9	19.2	81.4	15.5	15.5
225	Pretilachlor	238>146	16.0	87.9	7.7	14.0	74.2	5.4	6.1	81.4	2.4	8.1
226	Prochloraz	308>195	20.5	85.9	3.6	7.4	79.7	4.3	8.2	71.6	3.5	5.8
227	Profenofos	337>267	16.1	81.1	9.4	9.4	78.3	7.9	14.0	78.7	6.5	6.5
228	Prometon	225>168	11.8	82.7	8.2	18.7	75.3	9.3	10.0	85.5	5.6	5.6
229	Prometryn	226>184	13.6	82.5	9.4	10.3	79.6	8.1	11.0	83.0	7.2	7.2
230	Propachlor	196>120	10.4	83.5	4.9	7.1	83.9	2.5	4.3	81.1	4.8	5.0
231	Propanil	161>99	13.2	83.5	8.3	10.3	82.1	3.9	8.4	82.6	6.8	6.8
232	Propaphos	220>140	15.5	81.0	3.2	5.2	72.4	3.2	9.2	70.5	2.1	8.2
233	Propargite	135>107	18.0	81.8	10.7	12.8	72.5	7.2	9.2	81.3	7.1	8.8
234	Propazine	214>172	12.0	77.4	6.7	11.6	76.6	7.1	9.6	83.8	5.7	6.3
235	Propetamphos	194>166	12.2	91.8	17.8	30.3	86.3	13.4	13.4	86.0	11.0	12.4
236	Propham	179>137	8.7	83.8	5.7	6.0	83.3	4.6	6.1	78.4	4.7	6.8
237	Propiconazole	259>191	17.6	84.9	6.8	8.4	75.3	15.4	15.4	83.4	10.9	11.0
238	Propoxur	152>110	10.4	86.3	4.6	7.0	86.3	3.0	5.3	81.9	3.6	3.8
239	Propyzamide	173>145	12.3	83.6	5.1	11.7	84.7	5.1	7.3	85.0	6.0	8.9
240	Prothiofos	267>239	16.0	77.5	6.8	8.5	70.3	7.2	10.8	78.1	5.9	9.2
241	Pyraclufos	360>194	20.0	86.9	2.8	8.4	83.1	1.9	3.0	82.0	3.3	5.9
242	Pyraflufen ethyl	412>349	17.6	82.4	5.6	11.0	82.6	6.9	8.5	83.4	6.8	8.2
243	Pyrazophos	373>232	19.7	88.4	5.2	12.0	82.0	4.9	12.8	82.1	6.1	7.3
244	Pyributicarb	165>108	18.3	86.2	2.4	5.7	80.5	2.7	4.6	76.9	3.7	6.0
245	Pyridaben	147>117	20.5	83.4	2.4	9.5	76.6	2.2	4.3	77.4	3.2	6.0
246	Pyridafenthion	340>199	18.4	89.8	5.6	18.6	90.8	2.3	6.5	81.7	6.3	10.9
247	Pyrimethanil	198>156	12.4	84.6	12.3	19.8	83.2	5.4	11.8	83.4	8.1	12.2
248	Pyriproxyfen	136>96	19.4	83.0	2.6	9.8	78.2	2.3	2.4	81.1	4.5	4.7
249	Pyroquilon	173>130	12.3	83.5	10.2	10.7	83.8	5.7	15.3	84.1	3.6	6.7
250	Quinalphos	146>118	15.2	83.8	6.1	14.2	82.0	5.8	9.7	83.1	3.2	7.0
251	Quinoclamine	207>172	14.1	85.4	6.0	8.7	87.9	3.9	7.0	79.7	5.0	5.3
252	Quinoxifen	237>208	17.5	86.1	3.3	10.9	76.3	2.8	8.7	87.9	5.2	14.3
253	Quintozene	249>214	12.0	88.2	8.0	13.7	79.2	17.2	17.3	77.8	4.7	10.4
254	Salithion	216>201	11.1	78.4	5.3	17.7	77.2	8.2	12.2	82.6	6.4	6.5
255	Simazine	201>138	11.8	80.4	13.1	13.1	76.9	8.0	17.3	85.6	7.9	7.9
256	Simetryn	213>170	13.5	85.5	6.9	8.9	86.8	7.0	8.3	81.8	6.5	9.7
257	Spirodiclofen	322>139	17.2	83.2	6.7	10.1	62.3	14.4	14.4	68.6	7.1	8.0
258	Spiroxamine	100>58	13.4	70.4	20.2	20.2	63.9	14.6	20.3	76.9	10.3	10.8
259	Sulfotep	322>202	11.1	74.7	7.5	14.7	75.8	8.7	15.7	77.8	9.0	9.0
260	Sulprofos	322>280	17.2	78.9	13.8	13.8	61.0	13.3	18.0	65.2	5.7	11.6
261	Sweep	219>187	11.9	81.9	8.2	14.9	80.2	4.7	5.4	82.2	5.2	6.0
262	TCMTB	180>136	15.9	88.4	5.3	10.4	72.8	7.1	8.5	48.9	9.8	12.7
263	Tebuconazole	250>125	17.9	81.3	2.6	8.3	79.9	4.7	8.5	82.7	5.5	8.3
264	Tebuconazole	333>171	18.8	85.8	5.9	10.2	81.7	3.1	4.5	80.7	5.9	8.1
265	Tebupirimfos	318>152	12.8	81.4	6.6	10.1	75.4	14.7	14.7	81.0	6.7	9.8
266	Tecnazene	261>203	10.2	81.6	5.2	6.2	74.5	4.3	9.8	77.0	3.5	5.4
267	Tefluthrin	197>141	12.6	83.1	13.4	13.4	75.1	6.5	8.7	77.4	4.9	4.9
268	Terbacil	161>88	12.6	85.5	11.4	13.0	82.4	10.9	10.9	80.0	4.7	7.8
269	Terbucarb	220>205	13.2	79.7	5.3	11.6	76.0	3.7	9.1	81.8	4.5	6.9
270	Terbufos	231>175	12.2	81.3	5.1	10.5	76.4	6.5	9.4	74.9	9.5	9.5
271	Terbutryn	241>185	13.9	83.7	5.8	8.0	81.3	4.8	6.1	81.9	3.8	7.6
272	Tetraconazole	336>204	14.4	84.5	9.3	12.2	82.1	13.3	18.1	81.4	8.9	9.8
273	Tetradifon	227>199	19.1	89.2	6.8	12.2	78.5	7.4	7.4	84.1	9.0	9.3
274	Tetramethrin	164>107	18.6	87.8	2.8	9.1	81.5	3.7	5.2	77.6	7.2	7.2
275	Thenylchlor	288>141	17.8	82.6	5.3	6.1	84.4	7.3	10.3	85.0	3.8	5.1
276	Thiazopyr	327>277	14.1	83.7	8.3	9.8	73.7	7.5	9.0	79.6	11.6	11.6

Continued.

FASRAC			Official method											
Apple			Wheat flour			Soy beans			Spinach			Apple		
Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
79.4	7.2	7.2	86.4	4.4	8.4	84.2	13.5	14.3	80.9	4.7	10.1	85.5	6.0	8.0
84.5	6.0	7.6	80.4	3.6	14.0	78.9	5.4	14.1	89.5	4.5	10.9	96.4	3.7	13.5
78.0	6.1	6.1	82.2	4.6	14.9	75.9	5.4	8.5	82.2	6.8	6.8	86.6	4.9	7.6
86.6	6.5	7.9	76.2	7.3	16.7	62.6	8.9	22.1	84.3	6.5	7.0	85.7	3.7	5.3
85.8	1.9	5.8	79.5	2.5	11.9	65.5	5.5	19.8	83.2	2.5	6.8	91.7	2.2	5.9
83.9	2.9	5.4	67.0	5.8	28.3	51.5	7.5	50.5	84.0	1.7	5.9	89.4	2.7	5.0
71.3	8.7	9.1	64.7	5.4	11.2	30.4	9.2	13.2	66.1	8.3	11.3	75.7	4.5	6.6
81.3	6.5	7.0	76.5	5.4	17.5	58.9	10.7	27.4	82.1	3.9	6.2	90.2	5.0	8.5
84.0	4.5	6.5	79.9	5.3	14.5	69.4	8.2	15.0	79.5	8.5	8.5	93.0	3.2	7.8
78.1	7.2	7.2	72.1	4.8	26.5	58.8	8.4	20.9	64.2	4.4	7.4	80.8	5.0	14.0
84.8	2.9	4.8	90.6	6.8	16.6	81.2	4.0	12.1	82.0	2.7	6.3	87.9	2.7	9.9
80.2	3.7	4.8	83.1	1.1	4.2	80.0	2.7	7.7	77.7	3.5	3.5	85.8	3.5	4.7
80.0	7.4	8.5	81.7	6.0	15.8	81.6	10.3	13.9	81.9	4.4	7.2	86.0	2.8	4.5
84.4	4.5	5.6	80.6	1.5	11.3	73.9	4.7	14.4	85.2	1.9	6.5	87.6	2.4	4.9
81.3	3.6	6.9	81.7	2.0	13.4	77.5	7.5	10.1	83.3	3.2	4.9	88.5	3.0	3.7
83.2	4.2	8.3	81.6	4.8	14.2	80.6	2.5	8.1	86.5	3.4	7.0	89.3	3.4	7.1
86.2	9.2	12.5	84.8	8.8	26.2	77.4	5.8	14.7	83.4	8.0	10.9	88.8	10.0	10.5
84.4	3.7	4.9	81.4	4.6	15.0	77.9	3.5	15.1	86.6	4.6	8.9	89.7	4.2	7.1
76.7	4.3	4.4	81.5	2.3	8.8	74.9	6.3	10.8	73.2	4.5	5.5	77.3	1.9	12.3
80.9	6.2	6.8	84.5	5.0	12.6	82.4	5.8	20.5	80.2	3.8	7.9	87.0	3.3	7.5
84.0	5.4	6.0	85.9	3.3	16.0	82.4	5.5	15.3	89.0	5.8	8.2	90.7	4.5	9.6
84.0	6.3	7.0	84.8	7.0	16.7	81.3	4.5	11.3	86.5	3.3	8.3	89.4	4.2	6.3
81.3	2.7	5.6	86.1	1.7	14.9	84.8	2.0	12.0	88.0	4.6	8.1	94.0	17.3	17.9
84.1	2.5	3.6	83.5	5.9	11.5	81.0	3.7	7.4	86.9	2.9	6.5	89.0	4.8	5.7
81.6	4.9	4.9	75.2	2.3	10.0	60.7	11.0	17.3	59.6	5.5	10.1	86.1	2.3	5.0
87.7	4.8	9.6	78.4	2.8	13.8	68.1	11.6	22.7	84.9	3.0	5.3	90.9	3.8	7.3
83.7	5.4	7.9	82.5	7.2	18.5	79.0	2.8	18.3	87.8	6.2	13.8	92.4	2.8	7.0
89.8	4.6	6.6	87.1	5.2	10.7	93.8	7.8	12.0	90.5	4.5	13.9	97.5	5.1	16.2
82.7	3.3	6.0	88.0	4.5	25.6	88.9	5.8	19.5	87.2	8.7	11.0	88.5	4.6	7.9
84.1	2.2	6.3	81.7	7.6	9.7	78.1	6.6	11.4	86.5	8.3	10.3	87.6	6.3	7.0
82.1	2.3	5.2	86.9	2.6	9.6	86.8	2.0	9.1	88.4	3.9	7.8	91.8	5.1	6.0
81.7	5.8	6.4	78.6	3.7	6.9	72.8	5.6	11.3	86.3	3.2	3.7	87.7	2.9	4.5
84.1	2.9	6.0	76.7	5.0	16.2	63.6	5.3	15.2	86.1	3.9	4.0	90.7	5.8	7.5
82.9	2.1	4.7	86.7	1.6	10.2	80.4	3.6	11.8	84.1	2.9	4.9	89.6	2.5	3.4
84.8	5.4	5.7	81.5	6.2	14.4	79.5	4.4	13.5	85.4	4.0	4.1	84.6	3.3	7.4
82.0	5.4	7.8	83.1	5.1	10.0	77.9	4.7	12.9	83.3	6.3	7.4	91.5	5.8	5.8
81.9	3.4	4.8	82.8	2.8	11.5	73.0	2.3	10.2	79.4	2.1	5.3	86.5	2.5	5.5
82.6	3.2	4.8	75.9	1.9	12.0	68.3	2.7	14.1	85.1	2.1	5.9	88.6	2.5	4.3
82.5	5.2	6.5	87.6	6.7	19.8	84.8	2.4	6.2	80.9	8.2	11.3	86.7	3.2	6.6
82.9	7.8	12.2	82.0	9.3	14.2	72.7	6.9	10.2	85.5	5.7	7.2	84.2	6.6	7.6
82.4	3.8	6.4	80.9	2.9	10.8	72.5	2.9	12.8	83.1	2.1	5.2	87.7	2.8	5.1
81.6	5.0	5.5	76.7	4.7	8.4	73.8	3.6	12.4	84.5	2.0	5.6	84.9	3.2	3.8
84.6	5.4	6.6	81.6	5.6	12.6	76.1	4.4	9.7	85.9	2.8	6.0	87.7	5.5	6.3
70.0	3.1	14.0	85.0	5.4	8.6	78.7	5.3	8.6	82.1	1.9	2.9	68.0	10.6	14.7
85.9	2.0	7.6	78.5	3.8	11.4	68.1	5.5	16.6	84.5	3.3	4.0	88.5	3.8	4.4
76.4	9.1	9.1	80.0	4.5	18.4	65.9	5.2	19.5	83.1	6.9	10.6	87.0	6.6	8.8
80.3	4.7	5.3	86.8	2.9	17.7	80.5	4.8	19.8	88.1	5.7	13.1	89.4	3.1	7.1
80.2	9.3	9.3	82.4	10.9	25.9	81.9	7.6	18.6	88.6	6.0	11.8	88.6	2.7	8.5
82.0	4.2	7.5	85.4	3.2	13.9	82.6	10.0	15.1	87.6	4.6	5.5	89.2	5.9	7.6
79.8	7.3	7.3	69.0	5.5	13.5	49.1	8.0	24.1	64.4	7.5	9.2	82.3	3.8	5.9
80.5	14.6	14.6	68.7	5.7	19.4	69.2	5.8	15.5	82.9	5.2	7.0	83.3	3.8	11.1
81.7	6.5	6.5	86.2	5.2	21.0	81.2	5.3	19.8	88.2	7.1	13.4	90.9	3.4	9.4
80.7	5.9	7.5	67.2	8.6	16.8	46.2	16.1	27.7	64.0	11.0	11.0	82.7	6.9	6.9
82.1	3.7	5.6	86.6	5.4	13.6	79.5	3.6	17.5	90.1	2.6	8.7	92.1	3.1	8.5
79.5	5.5	6.4	71.0	3.2	5.8	63.9	7.2	14.0	72.5	3.7	7.1	87.3	4.2	4.9
83.5	3.6	6.5	85.5	4.7	13.4	78.5	5.1	14.3	84.9	3.6	5.9	89.9	2.3	3.9
81.6	3.3	5.7	82.8	4.7	13.4	78.2	4.3	12.2	86.5	2.5	4.0	89.0	2.6	4.0
82.9	6.3	9.8	79.4	5.4	21.7	72.6	7.1	19.6	87.4	3.7	9.8	92.0	5.0	5.8
75.3	3.5	3.7	76.7	3.5	21.1	67.3	4.1	15.8	83.2	4.6	7.5	80.0	3.9	8.1
83.6	3.5	5.1	82.2	5.6	16.1	70.0	5.9	18.7	87.6	2.9	6.1	89.3	5.1	6.1
84.1	8.5	8.5	86.4	6.2	8.4	82.6	7.3	10.1	84.3	4.0	6.4	87.0	1.4	5.5
84.3	4.0	6.3	82.7	1.8	14.9	77.1	3.1	14.4	89.5	3.5	5.6	91.2	4.0	7.6
80.7	3.5	6.1	78.9	4.1	19.5	66.3	5.1	16.5	75.4	4.9	9.9	87.6	2.3	7.9
81.8	6.2	7.1	85.7	1.5	10.2	80.9	4.2	12.5	87.5	2.3	6.8	89.8	3.6	4.8
82.6	3.6	8.1	81.0	5.5	16.3	83.4	9.3	14.9	85.4	5.4	8.4	88.5	3.3	7.3
84.1	4.5	7.7	78.7	6.1	14.2	67.4	6.9	18.0	84.9	3.9	5.2	90.5	5.1	6.3
79.2	2.2	5.5	89.9	5.2	18.4	77.6	3.5	11.9	82.1	2.5	5.5	92.8	4.3	8.3
82.5	4.6	5.7	83.4	6.9	9.9	82.2	6.9	10.3	86.7	5.1	5.1	88.6	5.1	5.6
82.2	4.6	9.2	84.1	5.8	10.6	86.9	3.9	11.0	91.0	6.4	8.3	95.2	4.4	4.4

Table 1.

No.	Pesticides	MRM transitions (m/z)	RT (min)	FASRAC								
				Wheat flour			Soy beans			Spinach		
				Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
277	Thiobencarb	100>72	14.2	83.3	7.6	14.1	88.3	5.4	9.2	80.5	4.8	4.9
278	Tolclofos methyl	265>250	13.4	81.2	2.3	7.5	77.9	3.2	7.0	82.4	4.3	5.8
279	trans-Chlordane	373>266	15.5	86.1	7.0	10.1	80.0	9.0	13.8	80.2	4.0	9.0
280	trans-Nonachlor	407>300	17.0	76.9	5.9	14.2	72.1	12.3	12.3	78.8	5.0	7.5
281	Triadimefon	208>111	14.4	82.5	9.3	11.2	87.0	10.2	11.8	81.7	7.4	7.4
282	Triadimenol	168>70	15.2	80.6	10.4	13.8	79.2	10.8	14.2	82.7	4.9	12.0
283	Tri-allate	268>184	12.7	84.6	4.3	7.2	76.6	2.9	3.8	80.4	4.1	8.0
284	Triazophos	161>134	17.2	81.9	7.4	15.7	81.4	4.3	5.0	80.5	5.4	8.4
285	Tribufos	202>113	16.2	74.8	10.6	24.2	78.4	6.6	10.2	79.0	7.6	12.4
286	Trichlamide	148>121	15.6	77.7	4.6	10.0	73.1	8.8	11.7	70.2	8.0	11.9
287	Triflumizole	278>73	15.3	83.3	13.1	18.6	81.7	22.2	27.2	73.0	9.5	14.4
288	Trifluralin	306>264	11.0	86.9	5.5	11.0	85.1	3.5	6.5	74.2	4.3	5.3
289	Uniconazole-P	234>165	16.2	82.1	8.3	13.0	78.7	7.6	13.9	84.8	6.8	7.7
290	Vinclozolin	285>212	13.3	81.3	11.4	16.6	79.1	12.5	14.3	81.6	6.6	9.4
291	XMC	122>107	10.3	89.9	4.5	7.0	90.1	3.7	5.2	82.3	5.7	6.4
292	Z-Chlorfenvinphos	323>267	15.1	83.1	6.4	13.8	78.1	14.3	14.3	85.0	6.2	9.7
293	Z-Dimethylvinphos	295>109	14.2	83.7	5.4	8.5	82.5	8.1	9.4	78.0	6.1	6.1
294	Z-Metominostrobin	191>160	16.3	88.3	6.9	13.4	89.1	2.1	6.7	79.2	4.3	7.4
295	Z-Pyriphenox	262>192	15.5	74.8	12.4	21.1	76.4	11.4	16.9	74.5	6.8	6.8
296	Z-Pyriminobac-methyl	302>256	16.7	87.1	4.8	10.8	83.6	5.0	7.4	81.3	5.3	6.9
297	α-BHC	219>183	11.4	82.8	6.2	12.2	75.8	4.3	10.8	81.9	3.5	6.2
298	α-Endosulfan	241>206	15.8	72.1	31.5	36.3	77.5	35.8	39.6	90.9	6.1	11.3
299	β-BHC	219>183	11.9	80.4	10.7	23.8	79.0	9.4	13.4	84.4	7.0	10.2
300	β-Endosulfan	241>206	16.9	75.6	11.4	30.2	75.2	15.7	29.4	84.1	9.2	12.7
301	γ-BHC	219>183	12.7	82.4	8.9	12.0	82.8	6.5	10.0	81.2	6.5	9.2
302	δ-BHC	219>183	12.1	84.6	6.1	14.6	75.0	11.4	14.4	81.2	11.2	11.2

*: RSD₁ of repeatability**: RSD₂ of within-run reproducibility

Table 2. Summary of result comparison table

FASRAC									
Category	Pesticides	70% ≤ Recovery ≤ 120%	Percentage	Repeatability (RSD%) < 25	Percentage	Within-run reproducibility (RSD%) < 30	Percentage	Meeting all criteria	Percentage
Wheat flour	302	291	96%	298	99%	295	98%	285	94%
Soy beans	302	281	93%	299	99%	299	99%	278	92%
Spinach	302	284	94%	302	100%	302	100%	284	94%
Apple	302	284	94%	302	100%	302	100%	284	94%
Official method									
Category	Pesticides	70% ≤ Recovery ≤ 120%	Percentage	Repeatability (RSD%) < 25	Percentage	Within-run reproducibility (RSD%) < 30	Percentage	Meeting all criteria	Percentage
Wheat flour	302	277	92%	302	100%	291	96%	273	90%
Soy beans	302	232	77%	300	99%	293	97%	229	76%
Spinach	302	281	93%	302	100%	302	100%	281	93%
Apple	302	284	94%	302	100%	300	99%	283	94%

度 (70~120%), 併行精度 (RSD% < 25%) および室内精度 (RSD% < 30%) に適合したのに対し, 手作業の前処理では適合した農薬は229農薬であった。

真度で両前処理を比較すると, 大豆に対してFASRACの前処理では281農薬が目標値 (70~120%) に適合したのに対し, 手作業の前処理では232農薬と差が見られ, 小麦粉でもFASRACの前処理の方が目標値 (70~120%) に適合した農薬が14農薬多かった。手作業の前処理の真度の低下を引き起こした要因としては, 塩析工程において

FASRACではアセトニトリルによる再抽出を2回行なっているのに対して, 手作業では再抽出を行わないことが大きいと考えられた。これは小麦粉や大豆のぼうがほうれん草やりんごよりも脂質を多く含み, その影響で分配率が変化し, 主に有機塩素系農薬や構造中にフェニル基を持つ農薬など親油性が高い農薬に影響を与えたためと考えられた。手作業の前処理マニュアルにおいてこの点を改善すれば, 真度の目標値を達成することが可能であると考えられた。よって, 穀類や豆類について, FASRACの前処理は

Continued.

FASRAC			Official method											
Apple			Wheat flour			Soy beans			Spinach			Apple		
Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)	Recovery (%)	RSD ₁ * (%)	RSD ₂ ** (%)
82.9	3.7	4.4	81.1	6.0	12.8	80.6	4.1	5.7	84.3	2.6	6.4	88.3	1.5	2.8
82.6	4.4	8.2	82.2	4.6	16.7	77.2	3.7	13.7	88.1	1.2	5.9	89.1	4.0	5.6
84.2	8.0	8.0	78.9	5.8	22.3	62.6	12.0	17.9	83.5	5.7	6.5	90.2	4.7	5.6
83.3	4.4	8.1	75.7	5.7	17.9	58.3	6.4	20.4	84.0	4.6	6.6	90.2	6.6	6.7
87.2	6.5	10.3	82.6	13.0	17.0	82.5	10.6	12.5	89.8	6.1	6.1	89.6	3.7	7.4
83.9	8.0	8.0	81.3	5.8	12.3	85.3	12.1	12.3	94.7	2.1	5.9	89.3	4.3	6.4
81.1	3.7	5.1	77.1	5.8	18.0	69.2	4.8	15.3	86.0	5.9	7.1	88.6	4.8	5.6
82.1	4.1	4.1	83.5	6.1	13.2	81.9	4.9	13.3	83.9	4.3	4.7	89.4	2.7	4.4
79.5	15.2	15.2	76.2	8.5	17.4	73.1	15.5	25.4	80.7	5.1	12.2	90.3	8.2	10.5
71.2	5.8	7.2	75.7	5.1	18.1	68.3	6.1	19.3	68.0	3.6	8.1	78.1	3.5	8.0
75.5	17.2	17.2	77.3	20.8	29.2	62.9	16.6	19.3	74.0	10.6	10.9	69.2	7.7	27.1
78.6	2.6	4.5	84.8	2.7	13.2	80.6	2.1	8.2	80.9	4.7	6.0	86.3	3.0	6.0
82.8	5.3	6.0	81.8	11.5	14.9	80.3	10.2	24.4	89.6	5.3	7.8	91.6	5.1	7.8
87.1	2.4	8.0	85.0	14.5	16.6	79.6	8.6	23.5	87.9	5.9	6.7	91.1	7.1	7.7
85.3	3.2	4.4	89.2	1.0	10.7	86.3	3.0	10.3	84.8	5.2	5.9	88.5	2.7	3.3
82.9	4.6	9.0	85.7	6.2	10.4	82.7	5.1	9.5	86.8	5.7	5.7	88.7	6.1	6.1
79.6	5.5	5.5	83.3	4.3	15.6	81.5	4.4	9.0	86.4	3.3	5.4	89.4	3.0	6.3
81.5	4.1	4.7	86.3	3.6	12.6	85.4	5.8	7.5	82.5	3.5	7.4	84.1	10.3	10.3
64.0	7.3	21.7	75.1	14.0	23.2	72.1	8.6	20.4	78.7	6.6	9.6	69.8	9.9	17.9
83.1	4.3	4.8	83.4	2.7	9.1	81.4	3.4	8.5	86.4	2.5	4.7	88.8	3.3	6.0
77.6	6.2	8.1	83.7	1.7	18.0	73.0	4.3	15.4	89.6	5.6	10.2	87.2	2.0	9.6
77.3	12.5	17.5	78.2	21.1	29.8	63.8	23.9	30.8	84.6	6.4	22.7	85.8	9.2	16.4
83.1	6.3	11.5	83.9	7.2	18.1	77.1	8.1	16.6	86.4	3.7	10.4	91.7	3.5	7.3
77.5	12.0	16.6	82.1	14.2	16.6	68.5	13.2	25.9	88.2	7.2	8.1	90.9	11.5	11.5
84.1	3.5	7.2	91.2	6.4	14.7	76.8	8.7	18.7	88.7	6.7	8.4	90.6	5.9	6.1
83.1	7.1	9.5	83.1	5.0	13.5	78.3	3.0	14.3	88.3	6.4	11.8	90.2	6.0	6.0

手作業の前処理より優れ、より能力を発揮できる可能性があることが示唆された。

精度のみで比較した場合は両前処理法において併行精度、室内精度ともに同等の結果が得られた。室内精度においては302対象農薬別に比較すると、FASRACでの分析法の方がRSD%が小さな値を示している農薬数は、小麦粉199農薬、大豆229農薬、ほうれん草142農薬およびりんご136農薬であった。特に小麦粉や大豆では、前述した農薬の性状による真度への影響も大きいと考えられるが、分析者間における手技の個人差を低減できる可能性も示唆された。

したがって、新規自動前処理装置FASRACを用いた残留農薬一斉分析法は、作業の効率化、省力化、洗浄有機溶媒を一切使用せず、分析者間における手技の個人差を低減した分析法であり、「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」に準じて、手作業（公定

法）と比較することにより、妥当性評価を実施した結果、本法は手作業（公定法）と同等以上であることが確認された。今後は本研究で用いた検体以外でも妥当性評価を行ない、より多種類の農産物において本法が有効であることを確認し、必要であれば本装置を含め改良していきたい。

謝 辞

本研究にあたり、自動前処理装置FASRACの共同開発にご尽力いただいたシステム・インストルメンツ株式会社の皆様に深く感謝申し上げます。

文 献

- 1) Okuda, T., Yamada, T., Hatakeyama, O., Tobiishi, K., Kato, M., Kuroda, T. Japan Kokai Tokkyo Koho 5395847 (Jan. 7, 2013).

新規自動前処理装置 (FASRAC) を用いた GC-MS/MS
による農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価 (妥当
性評価)

奥田大貴* 古志直弘 松村 敦 山本礼央
大柳達也 松田高博 橋本昭彦 畠山 治
小林和浩 長尾康博 山田敏広
食衛誌 55(5), 216~229 (2014)

厚生労働省通知「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」に準じて、その前処理工程を FASRAC (Food Automatic Analytical Systems for Residual Agricultural Chemicals) を用いた場合と手作業 (公定法) の場合について、302 種類の農薬を対象に、農作物として小麦粉、大豆、ほうれん草、りんごを選択し、添加濃度 0.01 mg/kg で妥当性評価を実施した。それぞれの農作物において、真度、併行精度および室内精度では FASRAC を用いた分析法は、手作業による分析法 (公定法) と比較して同等以上であった。特に大豆における真度では、FASRAC の前処理方法のほうが手作業 (公定法) より優れていた。

* 日清食品ホールディングス株式会社食品安全研究所