

メタアルデヒド分析法（畜産物）

1. 分析対象化合物
メタアルデヒド

2. 装置
液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬、試液

| | |
|---|---------------------------------------|
| アセトニトリル、ジクロロメタン、ヘキサン、メタノール、水 | HPLC用 |
| オクタノール | : 研究用 |
| QuEChERS AOAC 抽出キット (6 g MgSO ₄ , 1.5 g CH ₃ CO ₂ Na) | : アジレント・テクノロジー製 Part No. 5982-0755 |
| 硫酸ナトリウム（無水） | : 分析用 |
| メタアルデヒド | : 分析用標準品 |
| シリンジフィルター | : 0.45 μm |

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料2 gと硫酸ナトリウム約5 gを50 mLポリプロピレンチューブに秤量し、ジクロロメタン20 mLを加え、約30秒間ホモジナイズする。遠心分離（3,500rpm、5分）後、ジクロロメタン層を、無水硫酸ナトリウム（約20 g）を入れた漏斗（ガラスウールで栓）に通して、丸底フラスコ（100 mL）に移す。遠心分離後の残留物にジクロロメタン20 mLを再度加えて、激しく振り混ぜたのち、遠心分離（3,500 rpm、5分）する。ジクロロメタン層を丸底フラスコ内で合わせ、硫酸ナトリウムで処理する。ジクロロメタン層に100 μLのオクタノールを加えて、40°Cで減圧濃縮し、ジクロロメタン混合物をオクタノールのみが残るまで乾燥させる。

2) 精製

1) の抽出物にアセトニトリル（10 mL）とヘキサン（10 mL）を加えて、超音波処理後50 mLポリプロピレンチューブに移し、激しく振とうしたのちに遠心分離（3,500 rpm、5分）し、ヘキサン層（上層）を捨てる。再びヘキサン（10mL）を加え、激しく振とうしたのちに遠心分離（3,500 rpm、5分）し、ヘキサン相を捨てる。水（5 mL）とQuEChERS AOACキットの内容物を添加し、約30秒間激しく振とうしたのちに遠心分離（3,500 rpm、5分）し、上層のアセトニトリル層（5 mL）を15 mLポリプロピレンチューブに移し、水を加えて10 mLにし、0.45 μmのフィルターで濾過したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メタアルデヒド標準品をジクロロメタンに溶解し、1000 µg/mLの標準溶液①を調製する。調製した標準液をジクロロメタンで希釈し、50 µg/mLの標準液②を調整する。標準液②をアセトニトリルで希釈して検量線用の標準液（0.0125～1 µg/mL）を数点調製し、それぞれLC-MS/MSに注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5. の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

| 使用機器 | : Sciex API 4000 又は Sciex API 5000 (software : Analyst 1.4.2) (Sciex製) | | | | | | |
|-----------|--|--------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|---------|----------|-----------|
| カラム | : Luna C8 (150×2.0 mm、Phenomenex製) | | | | | | |
| カラム温度 | : 室温 (R.T.) | | | | | | |
| 移動相 | : 移動相 A 0.1%ギ酸+0.01 M ギ酸アンモニウム含有水及びメタノール (9 : 1) 混合液 ギ酸アンモニウム (1.58 g) を水 (2,250 mL) に溶解し、メタノール (250 mL) およびギ酸 (2.5 mL) を加えた。ボトルにキャップをし、十分に混合した。 移動相B 0.1%ギ酸含有メタノール ギ酸 (2.5 mL) をメタノール (2,500 mL) に加え、ボトルにキャップをし、十分に混合した。 | | | | | | |
| 流量 | : 0.2 mL/min | | | | | | |
| 注入量 | : 20 µL | | | | | | |
| 保持時間の目安 | : メタアルデヒド : 6.1分 | | | | | | |
| イオン化モード | : ESP (+) | | | | | | |
| モニタリングイオン | <table border="1"><thead><tr><th></th><th>quantification (<i>m/z</i>)</th><th>confirmation (<i>m/z</i>)</th></tr></thead><tbody><tr><td>メタアルデヒド</td><td>194 > 62</td><td>194 > 106</td></tr></tbody></table> | | quantification (<i>m/z</i>) | confirmation (<i>m/z</i>) | メタアルデヒド | 194 > 62 | 194 > 106 |
| | quantification (<i>m/z</i>) | confirmation (<i>m/z</i>) | | | | | |
| メタアルデヒド | 194 > 62 | 194 > 106 | | | | | |

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した作物

産卵鶏の筋肉、脂肪、肝臓、卵

10. 留意事項

特になし

※ 本分析法は、農作物及び畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、新たな試験法の開発等に際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「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の一部改正について（平成22年12月24日薬食発1224第1号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。