

## メタアルデヒド試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

メタアルデヒド

### 2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

グラファイトカーボンミニカラム（250 mg） 内径9 mmのポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン250 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

多孔性ケイソウ土カラム（5 mL保持用） 内径19～20 mmのポリエチレン製のカラム管に、5 mLを保持することができる量のカラムクロマトグラフィー用に製造した顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

メタアルデヒド標準品 本品はメタアルデヒド97%以上を含み、融点は243～246℃（封管）である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### (1) 穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。この20 mLに水1 mLを加え、40℃以下で約3 mLまで濃縮する。

##### (2) 果実及び野菜の場合

試料20.0 gにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。この10 mLに水2 mLを加え、40℃以下で約3 mLまで濃縮する。

##### (3) 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。この40 mLを40℃以下で約4 mLまで濃縮する。

## 2) 精製

グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) 及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (900 mg) に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。1) で得られた濃縮液を多孔性ケイソウ土カラムに注入し、10分間放置する。多孔性ケイソウ土カラムの下にグラファイトカーボンミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラムを接続する。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液30 mLを注入し、溶出液を40℃以下で約3 mLまで濃縮する。濃縮液に*n*-ヘキサンを加えて正確に5 mLと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の0.002~0.04 mg/Lの*n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ1 µLをGC/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液1 µLをGC/MSに注入し、5の検量線でメタアルデヒドの含量を求める。

## 7. 確認試験

GC/MS又はGC/MS/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

### GC/MS

カラム : 6%シアノプロピルフェニルーメチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚1.4 µm

カラム温度 : 50℃ (1分) - 30℃/分 - 260℃ (3分)

注入口温度 : 150℃

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化モード (電圧) : EI (70 eV)

主なイオン (*m/z*) : 89、45

保持時間の目安 : 6分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

メタアルデヒドを試料からアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム、グラファイトカーボンミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製した後、GC/MSで測定及び確認する方法である。

## 2) 注意点

- (1) 濃縮時に揮散しやすいため、精製後の濃縮操作においては3 mL程度残すこと。
- (2) GC/MS測定時、注入口温度を低めに設定することで感度が向上することから、注入口温度は150°Cに設定したほうがよい。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

C