

## HILICを用いたLC/MSによる食品中のEDTAの分析

## Analysis of EDTA in Foods by LC/MS using HILIC

エチレンジアミン四酢酸(EDTA)は、金属イオンとの高いキレート形成能を有するため、酸化防止剤として食品に使用されています。国内では、缶詰又は瓶詰の清涼飲料水に EDTA・Ca<sub>2</sub>Na として 0.035 g/kg 以下、その他の缶詰又は瓶詰食品には EDTA・Ca<sub>2</sub>Na として 0.25 g/kg 以下の使用が認められています。食品中の EDTA の測定法には、衛生試験法に記載されている逆相イオン対クロマトグラフィーの他に、溶離液中に添加した銅(II)イオンとのキレート形成を利用したイオンクロマトグラフィー、及び、誘導体化 GC/MS が用いられています。

今回、より簡便な分析条件での測定を目的として、EDTA と鉄(III)イオンをキレート形成反応させた後、親水性相互作用クロマトグラフィー(HILIC)を用いて分析を行った例を紹介します。

EDTA・FeNa を標準試料として、定量性の確認を行った結果、EDTA・Ca<sub>2</sub>Na として 0.05-5.0 mg/L の濃度範囲で検量線の直線性が確認され、定量下限は 0.05 mg/L でした。この濃度は、本前処理方法を行った場合、試料中濃度 0.001 g/kg に相当します。

EDTA の鉄(III)キレート型への反応操作は、貞升らの方法<sup>1)</sup>に従って行いました。水による抽出試料に塩化鉄(III)水溶液を添加して鉄(III)キレート型にした後、陰イオン交換固相カラムに負荷して精製を行いました。EDTA が添加されていないドレッシングに、EDTA・Ca<sub>2</sub>Na を 0.1 及び 0.01 g/kg の濃度となるように添加して分析を行った結果、回収率は、103~107 %、及び 86~91%、RSD は、1.7 %、及び 2.4 % (n=5)となりました。

1) Ann. Rep. Tokyo Metr. Inst. Pub. Health, 62, 133-137,2011

表1 分析条件

<b>LC</b>	Instrument:	1200SL series (Agilent Technologies)	
	Column:	TSKgel Amide-80 3µm (2.0 mmI.D. x 15 cm)	
	Eluent:	A; 50 mmol/L ammonium formate (pH3.75) B; Acetonitrile	
	Gradient:	0 min(B 70 %) - 10 min(B 30 %) - 12 min(B 30 %) - 13 min(B 70 %)	
	Flow rate:	0.2 mL/min	
	Column temp.:	40 °C	
	Injection vol.:	2 µL	
<b>MS/MS</b>	Instrument:	Qtrap (AB SCIEX)	
	Ionization:	ESI-Negative	
	m/z:	344	[EDTA・Fe-4H] <sup>-</sup>

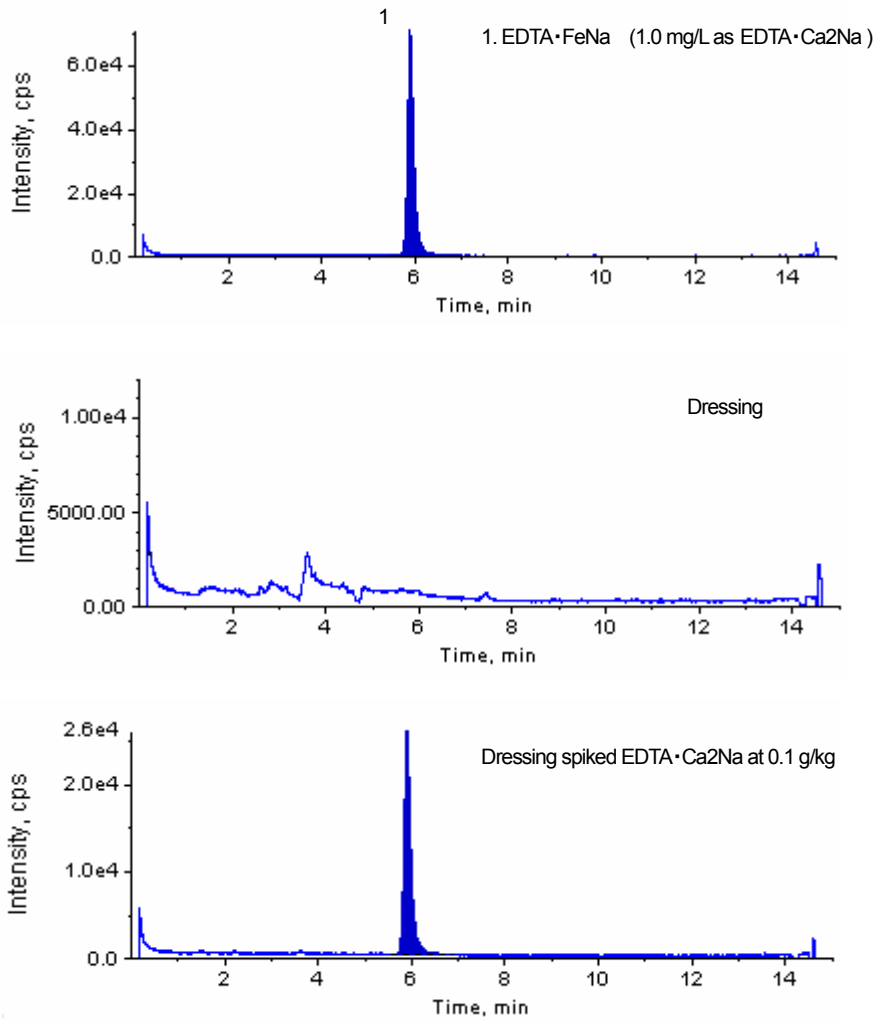


図1 標準試料及びドレッシング(未添加及び添加)前処理液のSIMクロマトグラム

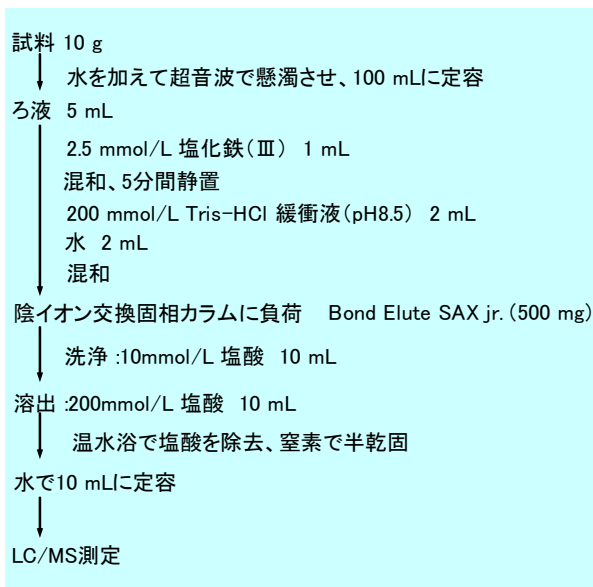


図2 前処理条件

表1 回収率及び再現性

Concentration spiked in dressing (g/kg)	Recovery(%)	RSD(% , n=6)
0.1	103-107	1.7
0.01	86-91	2.4