

水中のEDTA(エチレンジアミン四酢酸)のGC/MSによる高感度分析

Highly Sensitive GC/MS Analysis of EDTA (Ethylenediamine Tetraacetic Acid) in Water

2001年7月に上水試験方法が改訂になり、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)の測定法が加えられました。EDTAは、農産物、食品添加物を含めた生活用品などに

広く使用され、多くの工業製品、めっき、調剤、水の軟化処理などにも使用されています。排出されたEDTAは環境中ではほとんど分解せず、金属キレート形態で存在すると考えられているため、環境水中には微量ながら含まれていることが想定されます。

動物実験結果より、ヒトに対する毒性の疑いがわずかながらあるため、FAO/WHOからはEDTAのADI 1.9 mg/kg 体重/日の1%である0.6mg/Lがガイドライン値とされています。水中のEDTAの上水試験方法での定量下限が0.5 μg/Lとされています。前処理操作で100倍濃縮されますので、実際に測定する試験溶液で要求される定量下限は0.05mg/Lとなりますので感度的には十分余裕があります。分析フローをFig.1に示します。

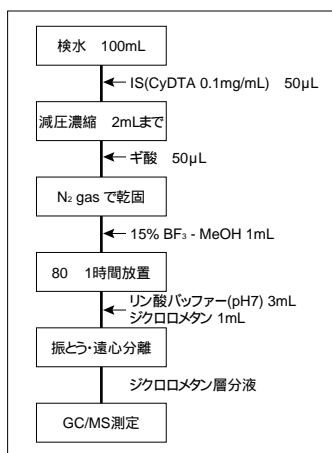


Fig.1 EDTAの分析フロー
Flow Chart of Analysis

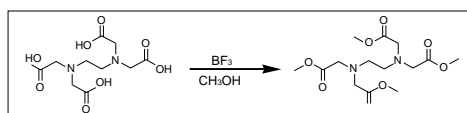


Fig.2 メチルエステル化
Methyl Ester Derivatization

Table 1 分析条件

Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010
-GC-	
Column	: Solge11 30m x 0.25mm I.D. df=0.25μm
Col. Temp.	: 60 (2 min)-15 / min-270 (4 min)
Col. Pressure	: 100kPa
Inj. Temp.	: 250
Injection	: Splitless
Sampling Time	: 1.0min (250kPa)
-MS-	
IF Temp.	: 250
Ion Source Temp.	: 170
Ionization	: EI
-Scan Mode-	
Scan Range	: m/z 35-450
Scan Interval	: 0.5sec
-SIM Mode-	
Monitor Ions	: Group1 m/z 174.10, 289.10, 348.10
	: Group2 m/z 343.15, 402.15
Scan Interval	: 0.2sec

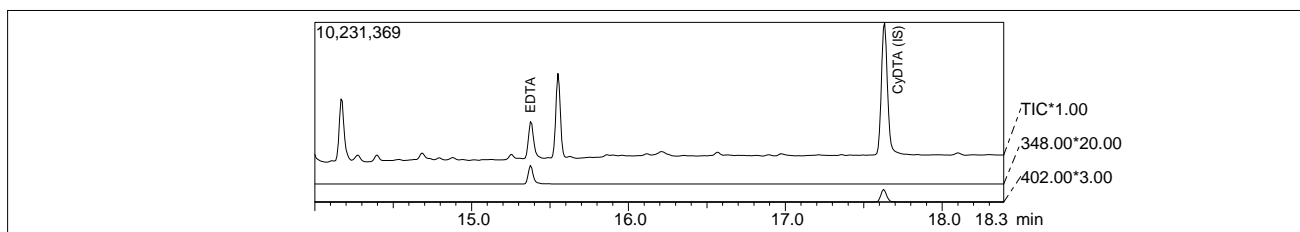


Fig.3 EDTA 0.5 mg/L, CyDTA(I.S.) 5.0 mg/L スキャンモード測定 TIC
EDTA 0.5 mg/L CyDTA(I.S.) 5.0 mg/L with Scan Mode TIC

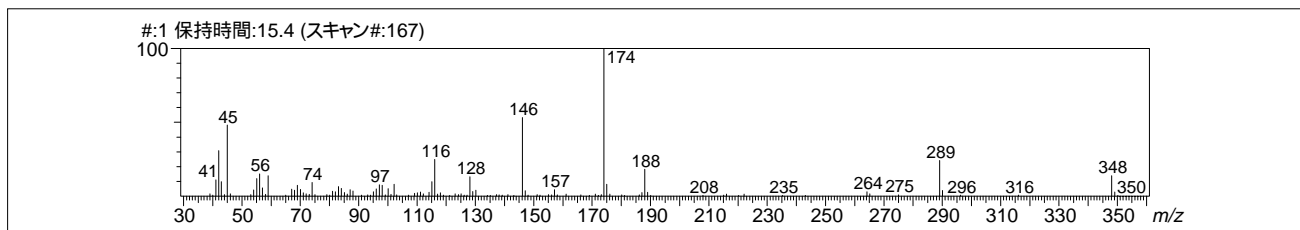


Fig.4 EDTA マススペクトル 0.5 mg/L 標準試料
Mass Spectrum of EDTA 0.5 mg/L Standard Sample

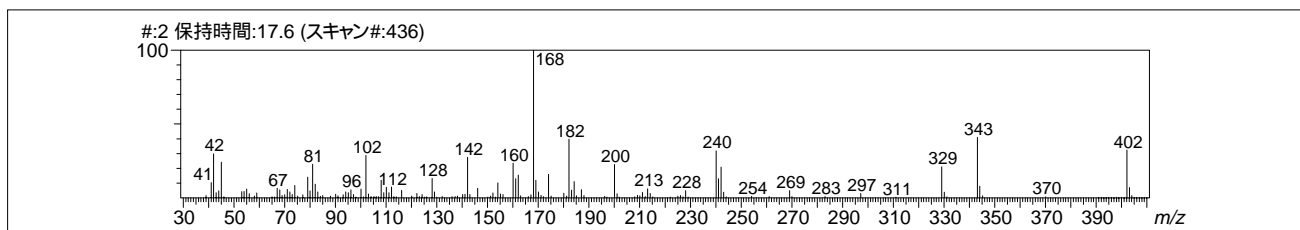


Fig.5 CyDTA マススペクトル 5 mg/L 内部標準試料
Mass Spectrum of CyDTA 5mg/L Internal Standard Sample

Y.Saito

検水100mLに内部標準としてジクロヘキサジアン四酢酸 (CyDTA) 0.1mg/mLを50 μ L加え、ロータリーエバポレーターで2 mLまで濃縮し、共栓付き試験管10mLに移し替えた後、ギ酸50 μ Lを加え、加熱しながら窒素ガスを吹き付けて蒸発乾固します。

乾固した試料に三フッ化ホウ素メタノール溶液 (14~15%溶液が市販されています) を1 mL加え、固く栓をして、80 の湯浴上で1時間誘導体化処理を行います。誘導体反応概要を Fig.2に示します。放冷後、緩衝溶液 (pH7のKH₂PO₄/NaOH) 3 mLとジクロロメタン1 mLを加えて、よく混和し必要に応じて遠心分離してジクロロメタン層を検液とします。

GC/MS測定は、EI法でSIM測定します。分析条件をTable 1に示します。

0.5mg/Lの標準試料 (5 mg/L内部標準試料) をスキャンモードで測定したクロマトグラムをFig.3に、マススペクトルをFig.4, 5に示します。EDTAのモニターイオン174.1, 289.1, 348.1 内部標準は343.15, 402.15を使用しました。

0.02mg/Lから1 mg/Lまでの標準試料を測定し検量線

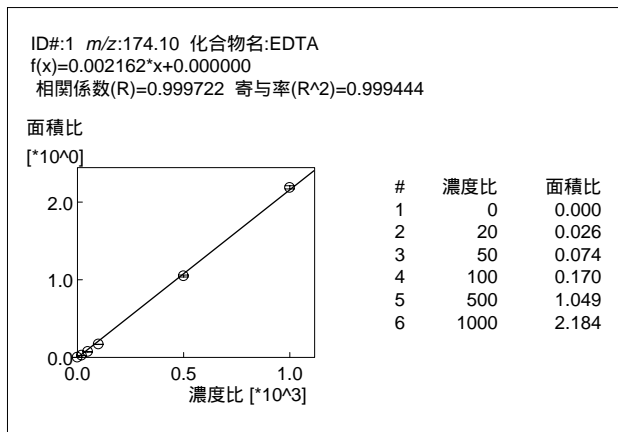


Fig.6 検量線
Calibration Curve

を作成しましたが良好な直線性が得られました。Fig.6に検量線を示します。最低濃度0.02mg/Lの標準試料をSIM測定したクロマトグラムをFig.7に示します。実試験水にあらかじめ標準試料を添加してから抽出し、測定した一例のクロマトグラムをFig.8に定量計算結果をFig.9に示します。

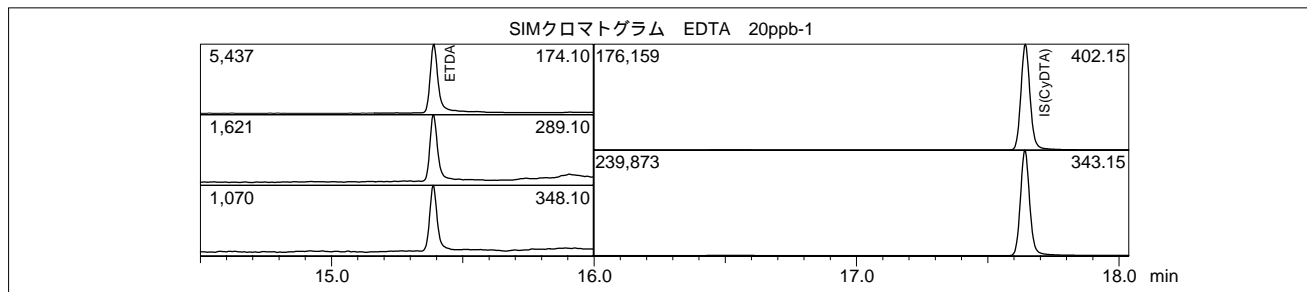


Fig.7 0.02 mg/L 標準試料のSIMクロマトグラム
SIM Chromatograms of Standard Sample

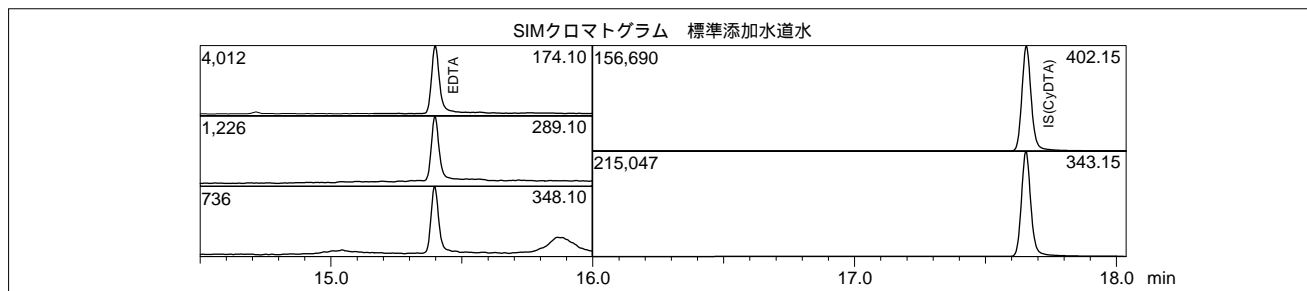


Fig.8 0.02 mg/L 標準添加実試料のSIMクロマトグラム
SIM Chromatograms of Sample spiked with 0.02 mg/L Standard

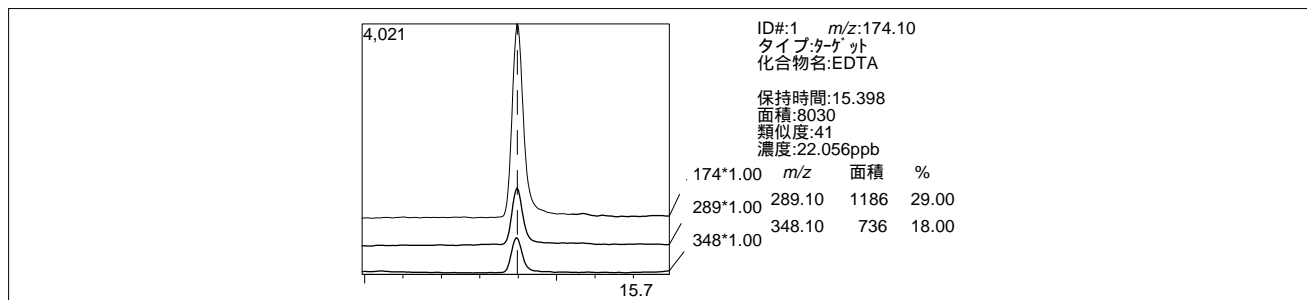


Fig.9 標準添加実試料の定量結果
Quantitation of Sample spiked with Standard

初版発行:2002年2月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。