

陰イオン界面活性剤 Anion surfactant

陰イオン界面活性剤は家庭用洗剤などに使用されており、直鎖アルキルベンゼンスルホンナトリウム塩(LAS)を主成分としています。陰イオン界面活性剤は水道法の水道水質基準項目の1つであり、合計で0.2 mg/Lの規定値が定められています。今回はC10-C14のLASについて分析しました。分析手法は水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(平成15年厚生労働省 告示第261号)別表第24の2に従い、LC-MS/MS分析で実施しました。カラムは公定法で推奨されているC8カラムのほか、C18カラム、C6-Phenylカラムでも測定しました。

Key words : LAS 陰イオン界面活性剤 水道法 C8 C6-Phenyl
Column : USP category: L1、L7、L11

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C8 (3 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. $\times$ 100 mm L.; Cat. No. 811171
L-column3 C18 (2 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. $\times$ 50 mm L.; Cat. No. 813140
L-column2 C6-Phenyl (3 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. $\times$ 100 mm L.; Cat. No. 711176
Eluent : A: 0.1% HCOOH in H₂O; B: 0.1% HCOOH in CH₃CN
A/B, 25/75
Flow rate : 0.3 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS (-)
Injection volume : 5 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 QTRAP (SCIEX)
Sample : 10 μ g/L~500 μ g/L in Water (each)

MRM transition	Compounds	Precursor ion / Product ion
1. C10-LAS	デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	m/z 297.1 / 183.0
2. C11-LAS	ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	m/z 311.1 / 182.9
3. C12-LAS	ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	m/z 325.0 / 183.0
4. C13-LAS	トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	m/z 339.0 / 183.1
5. C14-LAS	テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	m/z 353.0 / 183.0

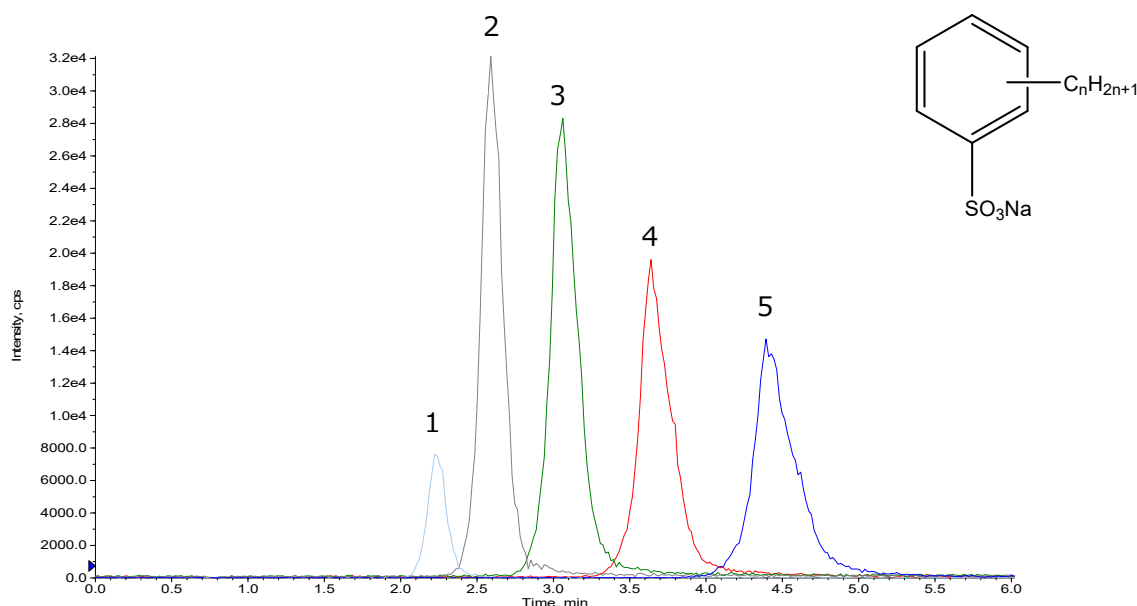


Fig. 1 Chromatograms of LAS (100 μ g/L) using L-column3 C8

2023.07 OGT

■ L-column3 C8 での検量線

公定法に基づき10 µg/L～500 µg/Lの範囲で検量線を作成し、定量性を確認しました。

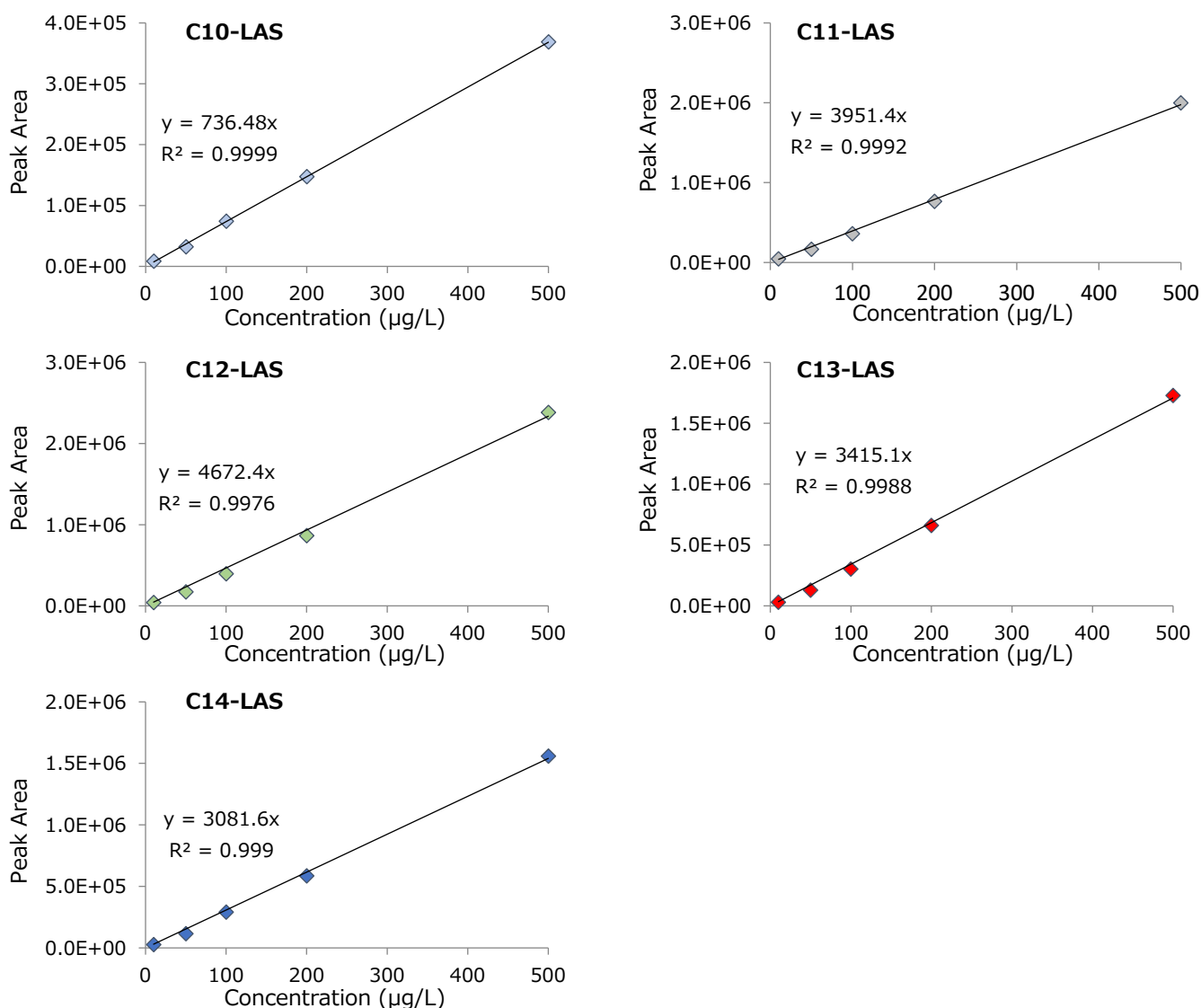


Fig. 2 Calibration curve of LAS using L-column3 C8

Compounds	LOQ※ (µg/L)
C10-LAS	3.46
C11-LAS	1.94
C12-LAS	1.60
C13-LAS	2.35
C14-LAS	4.41

※LOQ = 10σ (σ は検量線の最小濃度の標準偏差)

全ての成分の検量線において良好な直線性を得ることができました。

2023.07 OGT

■ L-column3 C18

LASは構造異性体が多く、C18カラムではピーク幅が広がり、ショルダーピークやピーク割れを引き起こしてしまいます(左)。アルカリ性溶離液を用いると解離し、ピークはシャープになりますが、保持ができなくなります(右)。このようにC18カラムでは、正確な定量が困難となります。

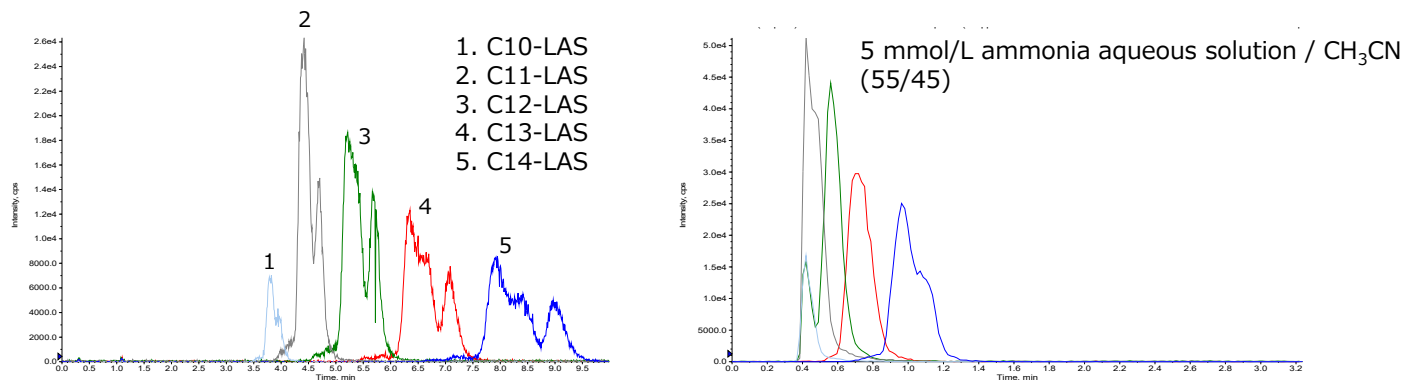


Fig. 3 Chromatograms of LAS using 0.1% formic acid eluent (left) and ammonia eluent (right)

■ L-column2 C6-Phenyl

C6-PhenylカラムはC8カラムよりも疎水性相互作用が弱く直鎖の異性体の認識能が落ちることが期待できます。C8カラムと同様の分析条件で分析した結果、分析時間が短縮しシャープなピークが得られました。

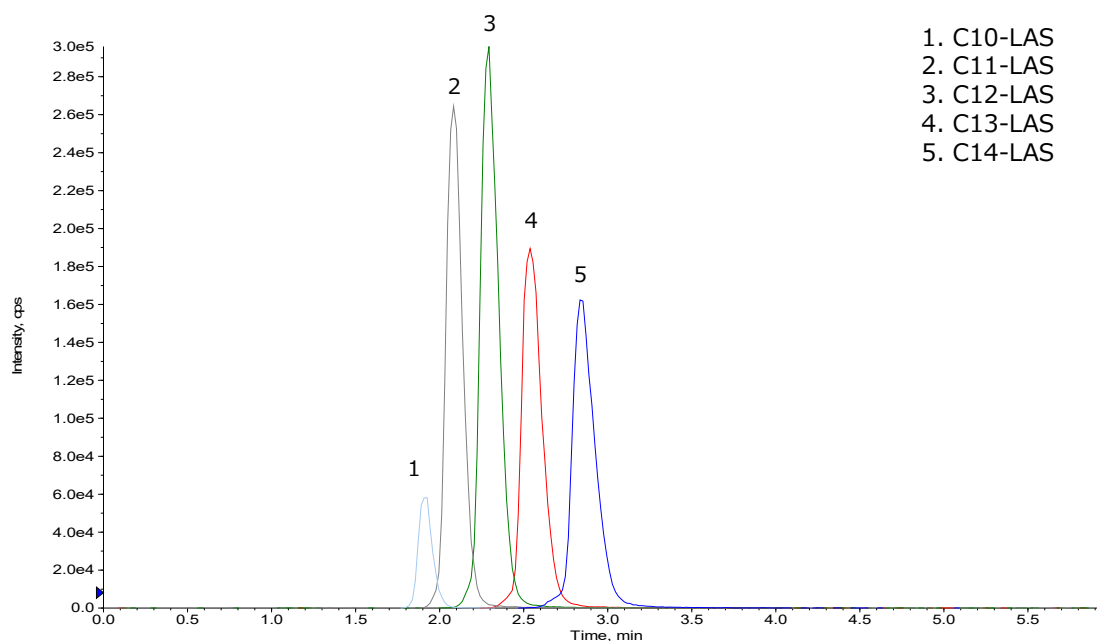


Fig. 4 Chromatograms of LAS (500 µg/L) using L-column2 C6-Phenyl

■ L-column2 C6-Phenyl での検量線

C8カラムと同様に、公定法に基づき10 µg/L～500 µg/Lの範囲で検量線を作成し、定量性を確認しました。

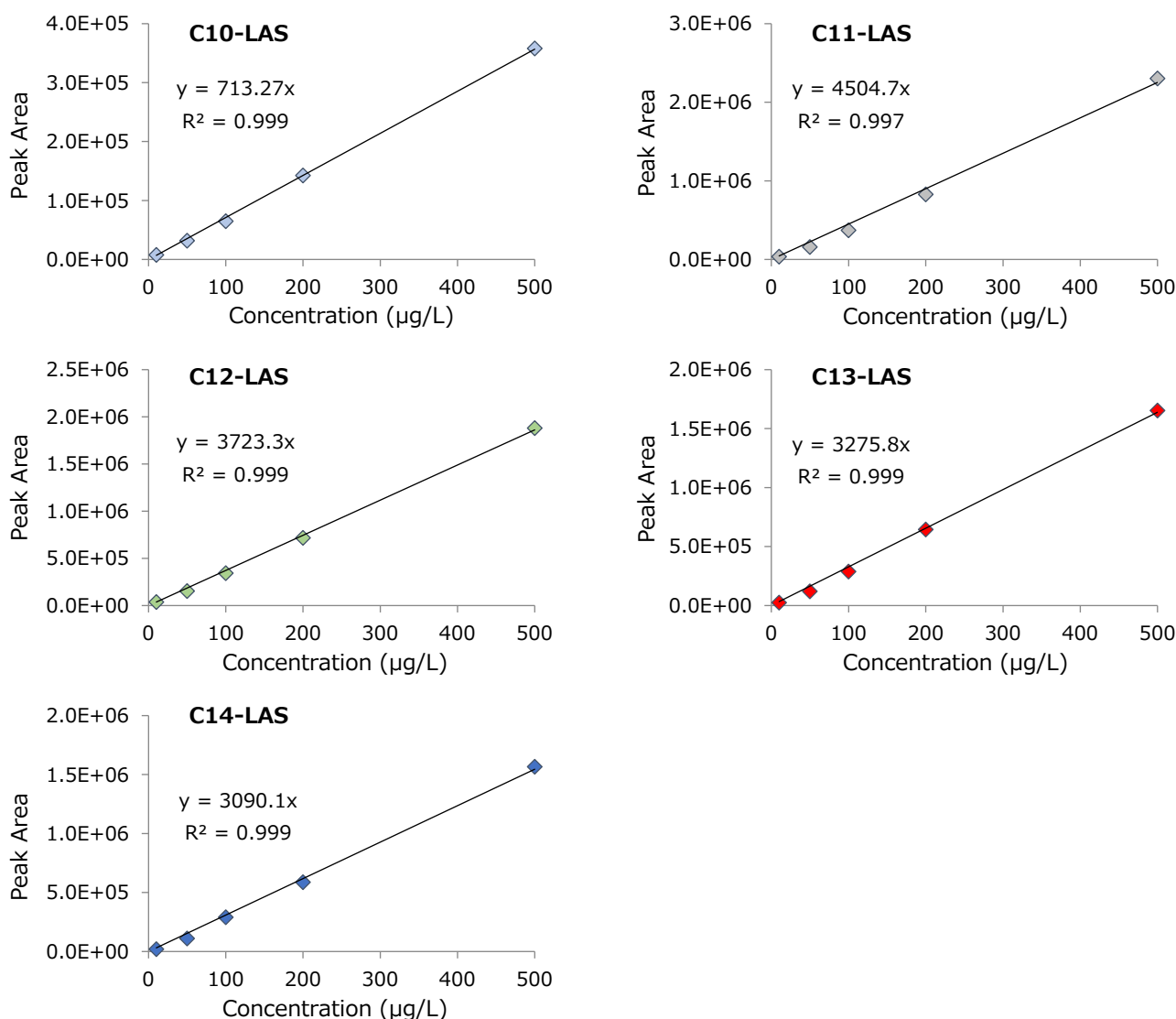


Fig. 5 Calibration curve of LAS using L-column2 C6-Phenyl

Compounds	LOQ※ (µg/L)
C10-LAS	5.13
C11-LAS	4.97
C12-LAS	5.38
C13-LAS	1.47
C14-LAS	1.03

※LOQ=10σ (σは検量線の最小濃度の標準偏差)

C8カラムと同様に、全ての成分の検量線において良好な直線性を得ることができました。
 従って、L-column3 C8 及び L-column2 C6-Phenyl を用いた本分析法はLASの測定に適用可能です。

2023.07 OGT