

アルキルベンゼンスルホン酸およびその塩 (LAS) の LC/MS/MS測定例

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

陰イオン界面活性剤、LAS、環境基準、LC/MS/MS、界面活性剤専用カラム

はじめに

平成25年3月27日に環境基本法に基づく水質汚濁に係る生活環境の保全に関する環境基準のうち、水生生物の保全に係る環境基準の項目に陰イオン界面活性剤であるアルキルベンゼンスルホン酸とその塩 (LAS) の追加が告示されました。

LASについてはすでに、水道法においてLCを用いて測定されていますが、今回の水質環境基準における告示ではLC/MS/MSが採用されました。

このアプリケーションノートでは、界面活性剤専用カラムを用いて告示の測定法で測定した結果をご紹介します。

界面活性剤専用カラム

‘Surfactant Plus’の特長

告示の測定法においてカラム充填剤の種類について、「オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径2～5 μm) を充填したもの、またはこれと同等の分離性能を有するもの」と記載があります。LASはアルキル基の長さの異なる同族体 (炭素数10から14) やアルキル基へのフェニル基の結合位置の異なる異性体から構成されているため、C18カラムでの測定では複数の分離したピークとして検出されます (図1)。

今回ご紹介する界面活性剤専用カラムの場合には、異性体に関わらずアルキル基の炭素数毎に1本のピークとして検出可能なため、定量処理をより簡便に行うことができます (図2)。

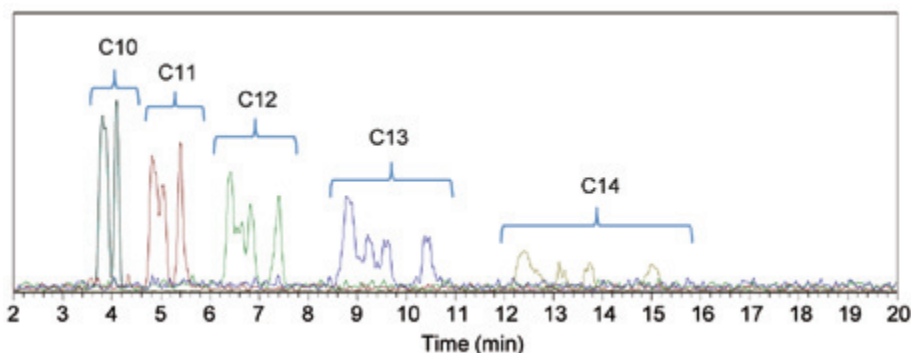


図1: C18カラム (Acclaim 120 C18, 2.1x100 mm, 3 μm) の分析例
異性体が分離するため、アルキル基の炭素数毎に複数のピークが検出されます。

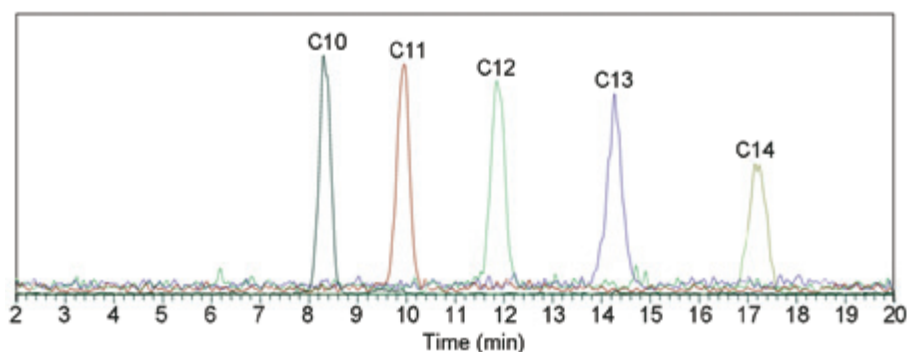


図2: 界面活性剤専用カラム (Acclaim Surfactant Plus, 2.1x100 mm, 3 μm) の分析例
アルキル基の炭素数毎に1本のピークとして検出されます (流速0.2 mL/minで測定)。

測定条件

試料調製

●標準試料の調製

LASの標準溶液として、和光純薬工業株式会社製陰イオン界面活性剤試験用標準液を用いました。

検量線作成用試料は、65 %アセトニトリル水溶液を用いて行いました。

LC

装置: Thermo Scientific™ Dionex™

UltiMate™ 3000

カラム: Thermo Scientific

Acclaim™ Surfactant Plus、

2.1x100 mm、3 μm (Part No: 078955)※1

移動相A: 0.1 %ギ酸・50 mMギ酸アンモニウム水溶液

移動相B: アセトニトリル

インクラティック分析: 65 % B

流速: 0.5 mL/min※2

カラム温度: 40 °C

注入量: 5 μL

※1 : カラム保存時の推奨溶媒は、アセトニトリル/20 mM 酢酸アンモニウム水溶液 (pH 5) (90:10, v/v) です。

※2 : 告示法では流速0.2 mL/minですが、流速を上げて同等な結果が得られることが確認できたため、より高速に分析する目的で流速を上げております。

MS

装置: Thermo Scientific
TSQ Quantum™ Access Max

イオン化法: Negative ESI

スプレー電圧: 1000 V

シースガス: 50

AUXガス: 15

イオントランスファーチューブ温度: 220 °C

ペーボライザ温度: 500 °C

スキマーオフセット: 7 V

コリジョンガス圧: Ar, 1.5 mTorr

サイクルタイム: 1 sec

質量分解能: Q1:1.5 Da

SRMトランジション

Precursor (m/z)	Product (m/z)	CE (eV)	化合物名
269	183	35	LAS C8 (IS)
297	183	35	LAS C10
311	183	35	LAS C11
325	183	35	LAS C12
339	183	35	LAS C13
353	183	35	LAS C14

解析ソフトウェア: Thermo Scientific TraceFinder※3

※3 : 「Thermo Scientific TraceFinderソフトウェア」

測定には、メソッド作成から測定・解析までをサポートするTraceFinderソフトウェアを用いました。測定に必要なSRMのデータベース、より分かりやすく多様化した結果表示画面、簡単にカスタマイズ可能な自動レポート作成機能などを有し、簡単によ

り使いやすく進化したソフトウェアです。弊社のOrbitrapを搭載したLC-MSでも使用可能で、この高分解能・精密質量データを用いたスクリーニング分析に使用することができます。さまざまな環境分析に対応できる強力な解析環境を構築できます。

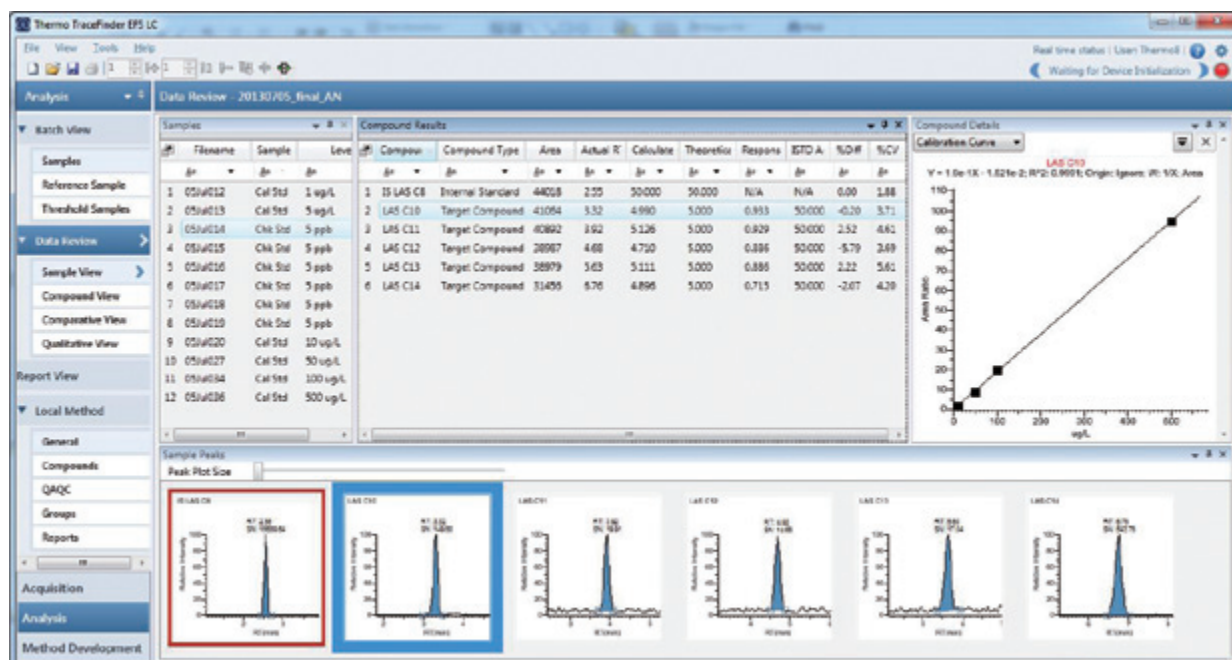


図3: TraceFinder 結果表示画面例

感度

標準試料1 µg/Lの検出が可能でした。図4には、標準試料5 µg/L (ISは50 µg/L)のクロマトグラムを示しました。

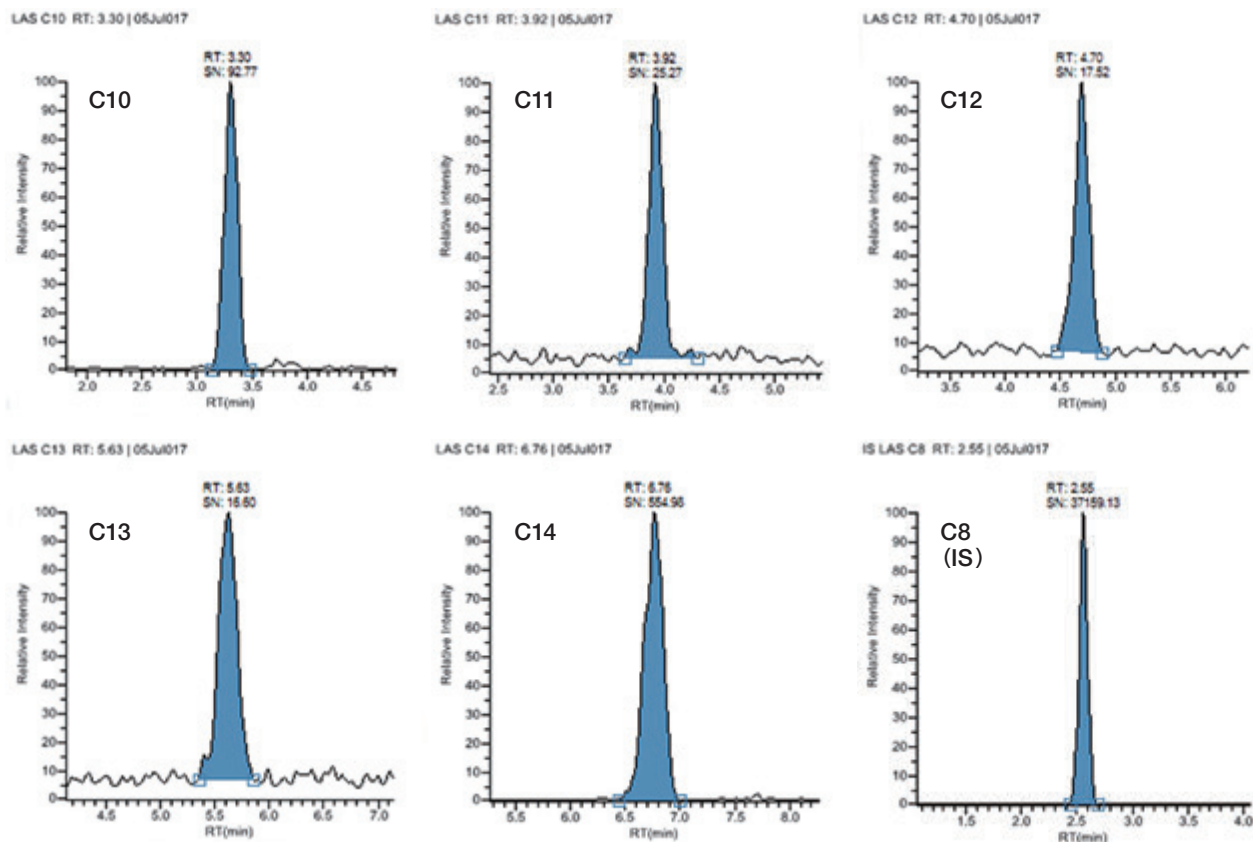


図4: 標準試料5 µg/L (IS 50 µg/L)のSRMクロマトグラム

再現性

標準試料5 µg/Lを用いて6回繰り返し測定を行い再現性を確認しました。変動係数5.6 %以下の良好な結果が得られました(表1)。

表1: 標準試料5 µg/Lでの再現性 (IS 50 µg/Lで補正)

	C10	C11	C12	C13	C14
Area Ratio (n=6)	0.93	0.93	0.89	0.89	0.72
	0.98	0.93	0.90	0.96	0.68
	0.96	0.99	0.97	0.89	0.77
	0.88	0.95	0.88	0.85	0.70
	0.95	0.93	0.89	0.85	0.71
	0.93	0.86	0.89	0.96	0.71
CV %	3.7 %	4.6 %	3.7 %	5.6 %	4.2 %

検量線

すべての化合物で1-500 µg/Lの範囲で $R^2 \geq 0.998$ の良好な直線性が確認できました。

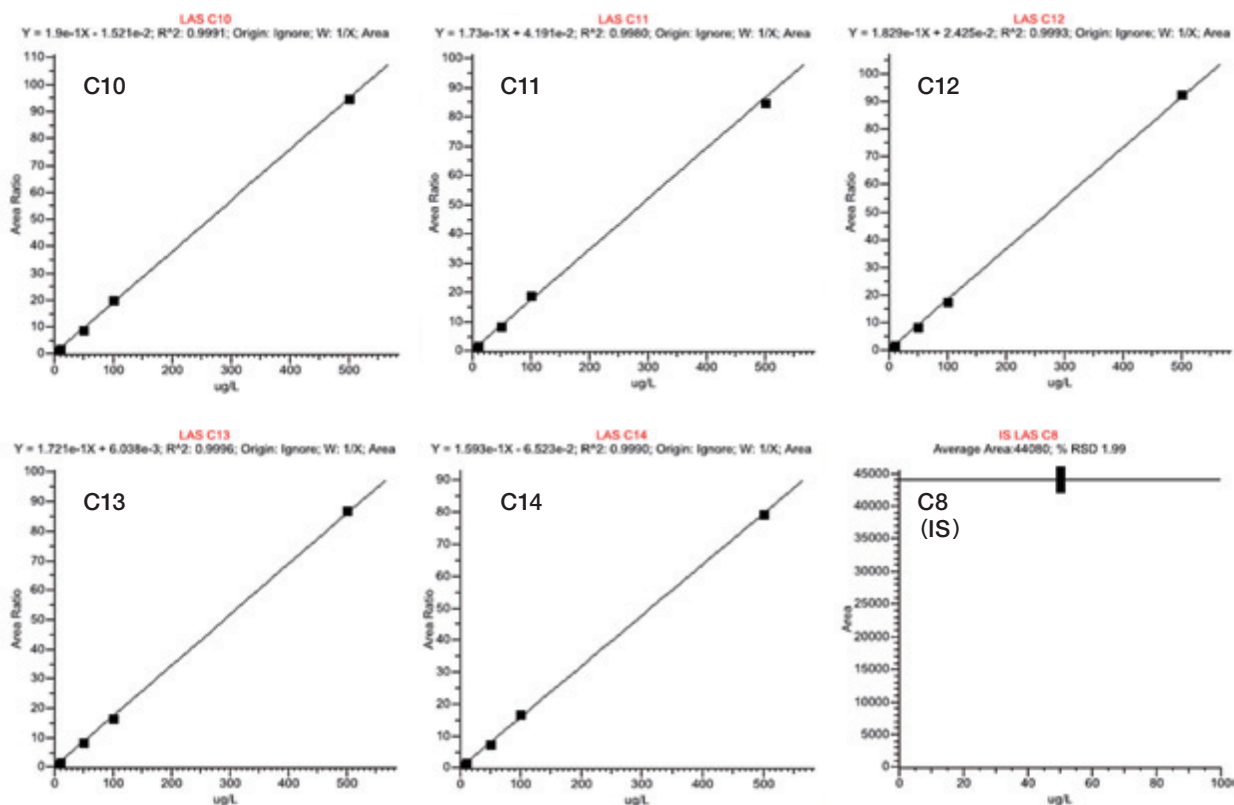


図5: 検量線

まとめ

界面活性剤専用カラムを用いて、LC/MS/MSによるLASの測定を行いました。専用カラムを用いることで、異性体を分離することなくアルキル基の炭素数毎に1本のピークで検出できるため、より簡便に測定および定量処理が可能でした。また、標準試料5 µg/Lの再現性や検量線の直線性についても良好な結果が得られました。

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転載を禁じます。

ここに掲載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。
ここに掲載されている内容は、改善のために予告なく変更することがあります。
ここに記載されている製品は研究用機器であり、医療機器ではありません。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
分析機器に関するお問い合わせはこちら

☎ 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9 C棟

〒532-0011 大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル

E-mail: analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp

E1309

Thermo
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific