

LC/MS/MS による陰イオン界面活性剤の分析(2)

Analysis of Anionic surface-active agent by LC/MS/MS (2)

水道水質基準に関する厚生労働省告示第 261 号別表第 24 では、陰イオン界面活性剤の分析法として、固相抽出 - HPLC 法(蛍光検出法)が採用されています。しかしながら、固相抽出法は、煩雑な操作を伴い回収率にも影響を及ぼすことが課題とされています。その為、感度が高く、濃縮操作無しで直接注入可能である LC/MS/MS による測定法が検討されています。本報では、LC/MS/MS を用いた陰イオン界面活性剤の分析例を紹介いたします。

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム(LAS)の C₁₀~C₁₄ の同族体を分析種としました。分析条件を表 1 に示します。分析カラムには、LAS の同族体毎に単一ピークとしての分離が可能な TSKgel Super-Octyl を用いました。溶離液には、0.1 %ギ酸

を含む水/アセトニトリル混合溶液を使用しました。

LAS 標準試料(各同族体濃度 0.004 mg/L)のクロマトグラムを図 1 に示します。水質基準項目の基準値は、総和で 0.2 mg/L と規定されている為、このクロマトグラムは、同族体が等量ずつ存在していると想定した場合、基準値の 1/10 濃度に相当します。

各同族体の検量線を図 2 に示します。いずれも、2 オーダーの濃度範囲において決定係数 0.999 以上の良好な直線性が認められ、定量下限濃度(LOQ)は 0.0002~0.0006 mg/L でした。

各同族体がそれぞれ 0.02 及び 0.002 mg/L になるように LAS を添加した水道水を試料として測定した結果、回収率 88 %以上、RSD (n=5) 6 %以下の結果が得られました(表 2)。

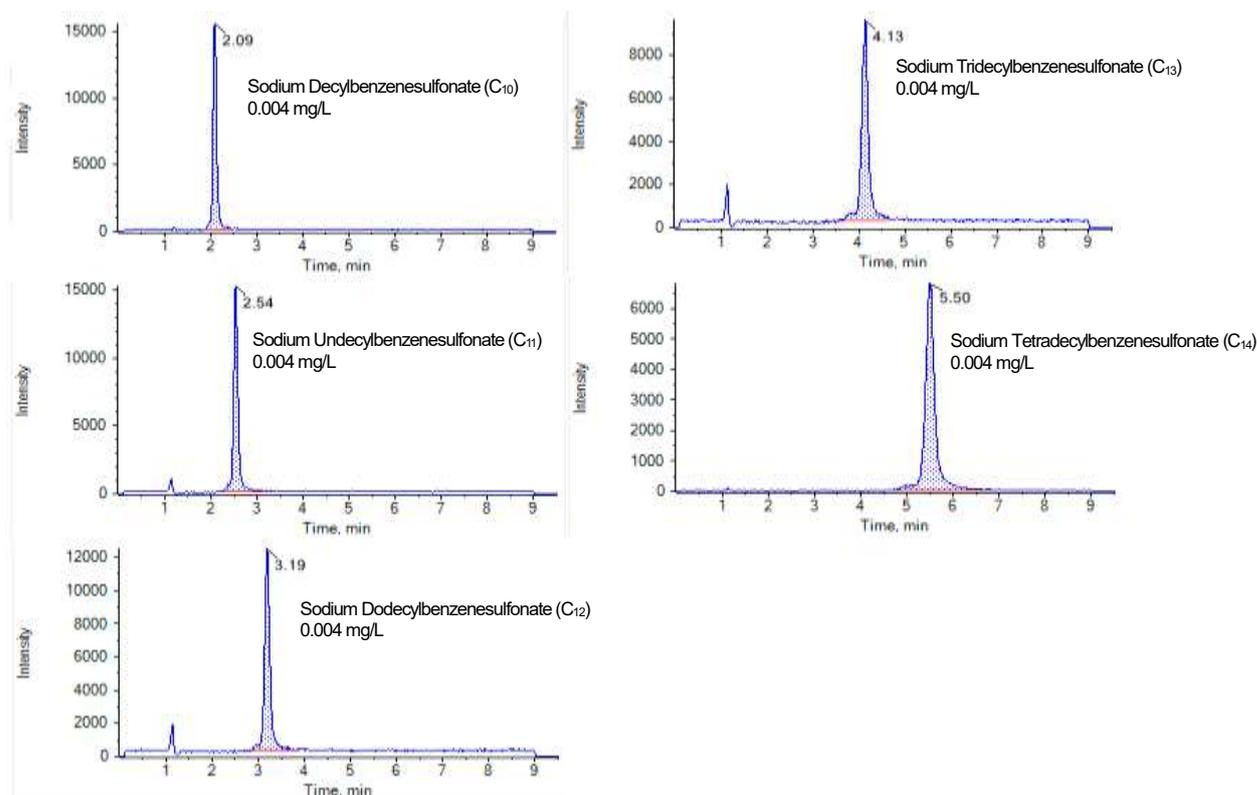


図 1 標準試料のクロマトグラム

表 1 分析条件

Column : TSKgel Super-Octyl (2.0 mm I.D. × 10 cm, 2.3 μm)
Eluent : A ; 0.01 % formic acid in water
B ; 0.01 % formic acid in acetonitrile A/B = 50/50
Flow rate : 0.2 mL/min
Column temp. : 50 °C
Injection volume : 5 μL
Instrument : TripleTOF 5600* (SCIEX)
Ionization : ESI
Polarity : Negative
m/z : Sodium Decylbenzenesulfonate (C ₁₀) ; 297 / 183
Sodium Undecylbenzenesulfonate (C ₁₁) ; 311 / 183
Sodium Dodecylbenzenesulfonate (C ₁₂) ; 325 / 183
Sodium Tridecylbenzenesulfonate (C ₁₃) ; 339 / 183
Sodium Tetradecylbenzenesulfonate (C ₁₄) ; 353 / 183

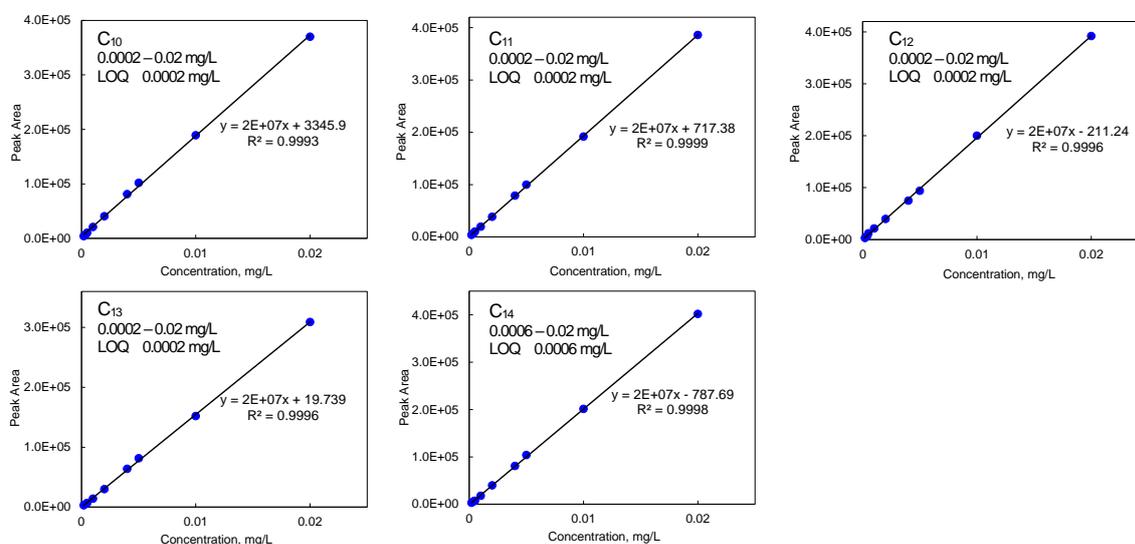


図 2 検量線

表 2 水道水への添加回収率

Analytes	Concentration spiked in tap water (mg/L)			
	0.02		0.002	
	Recovery (%)	RSD (% , n=5)	Recovery (%)	RSD (% , n=5)
C ₁₀	95	2.1	91	3.5
C ₁₁	94	3.8	92	4.8
C ₁₂	99	2.5	95	2.5
C ₁₃	92	3.8	93	5.1
C ₁₄	97	3.9	88	4.5

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0020014	TSKgel Super-Octyl	2.3 μm	2.0 mm I.D. × 10 cm



※ "TSKgel"は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
 ※ "TripleTOF"は AB Sciex Pte. Ltd. の登録商標です。
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。