

LC/MS/MSによる陰イオン界面活性剤の分析

Analysis of Anionic surface-active agent by LC/MS/MS

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水質環境基準の項目として、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩(LAS)が追加されました。従来、LASの測定方法としては、蛍光検出法によるHPLC法が用いられていましたが、今回、新たにLC/MS/MSが採用されています。本報では、告示法に準拠した分析条件でのLASの分析例を紹介します。

分析カラムには、TSKgel ODS-120H (1.9 μm, 4.6 mmI.D. x 15 cm)を使用しました。図1に、標準試料のクロマトグラムを示します。検量線を作成した結果、各成分(C10~C14)ともに、1~500 μg/Lの濃度範囲において良好な直線性が得られました。

また、告示法の目標定量下限値は、総LAS量として0.1 μg/Lと設定されています。前処理法として、固相抽出を用いた500倍の濃縮法が採用されているため、この前処理法を用いた場合、注入試料中では50 μg/Lに相当します。

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウムを各0.02 μg/Lの濃度に添加した河川水を試料として、前処理濃縮操作後、測定を行った結果、各成分ともに、回収率で85~94%、再現性(RSD, N=6)で1.5%以下となりました。本測定方法を用いて河川水の測定を行ったクロマトグラムを図4に示します。原水中で検出されたLASは、0.01 μg/L以下でした。

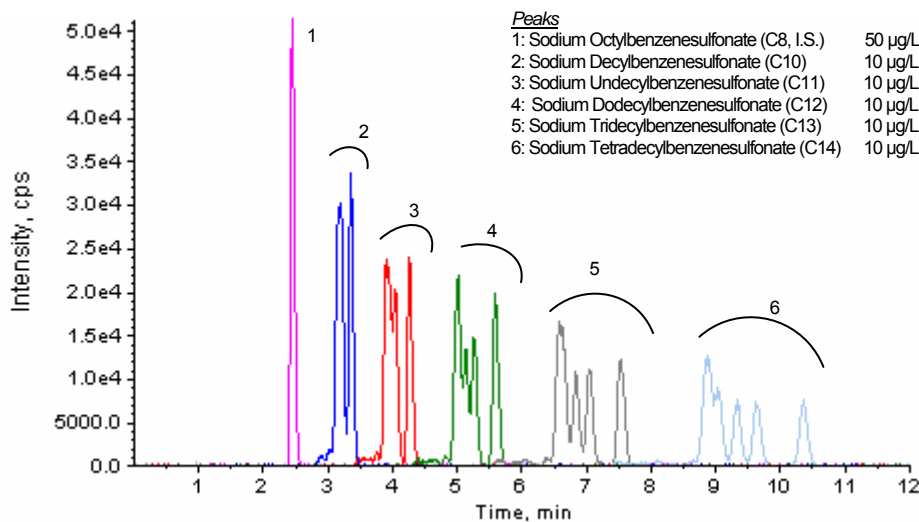


図1 標準物質のSRMクロマトグラム

表1 分析条件

Column :	TSKgel ODS-120H (1.9 μm, 2.0 mmI.D. x 15 cm)		
Eluent :	0.1 % formic acid + 50 mmol/L ammonium formate / acetonitrile = 35/65 (v/v)		
Flow rate :	0.2 mL/min		
Column temp. :	40 °C		
Injection vol. :	2 μL		
Instrument :	Q TRAP (AB SCIEX)		
Ionization :	ESI (Negative)	Mode :	SRM
m/z :	1: Sodium Octylbenzenesulfonate (C8, I.S.)		269/183
	2: Sodium Decylbenzenesulfonate (C10)		297/183
	3: Sodium Undecylbenzenesulfonate (C11)		311/183
	4: Sodium Dodecylbenzenesulfonate (C12)		325/183
	5: Sodium Tridecylbenzenesulfonate (C13)		339/183
	6: Sodium Tetradecylbenzenesulfonate (C14)		353/183

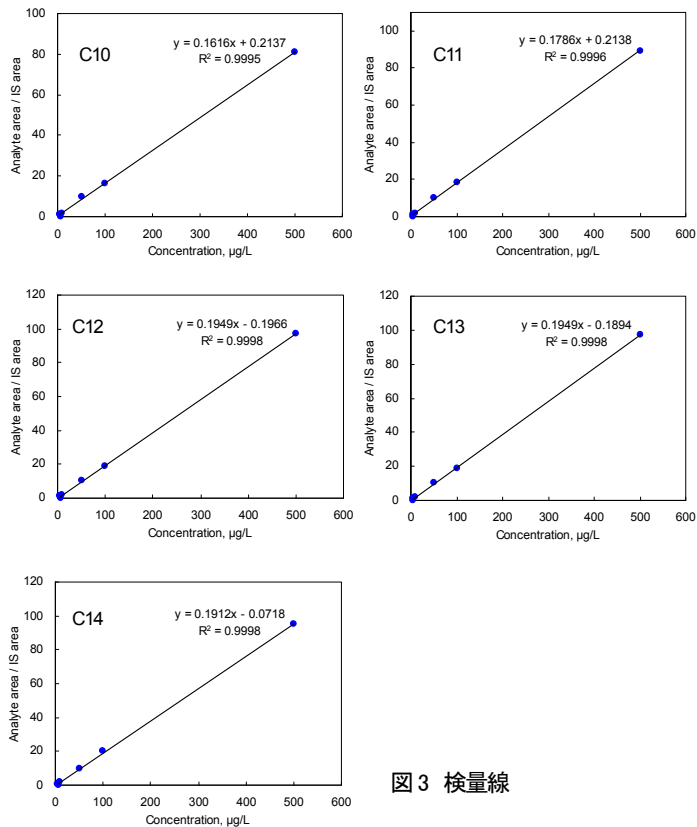


図3 検量線

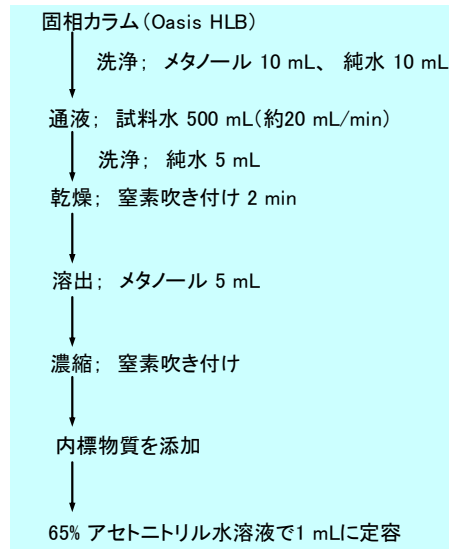


図2 前処理の手順

表2 標準試料での再現性

	RSD(%、5.0 µg/L n=6)
C10	0.89
C11	0.64
C12	0.72
C13	1.11
C14	1.58

表3 河川水への添加試料での回収率及び再現性

	River water spiked at 0.02 µg/L	
	RSD(%、n=6)	Recovery(%)
C10	0.9	94.4
C11	1.0	92.4
C12	1.5	86.4
C13	1.0	87.8
C14	0.8	85.9

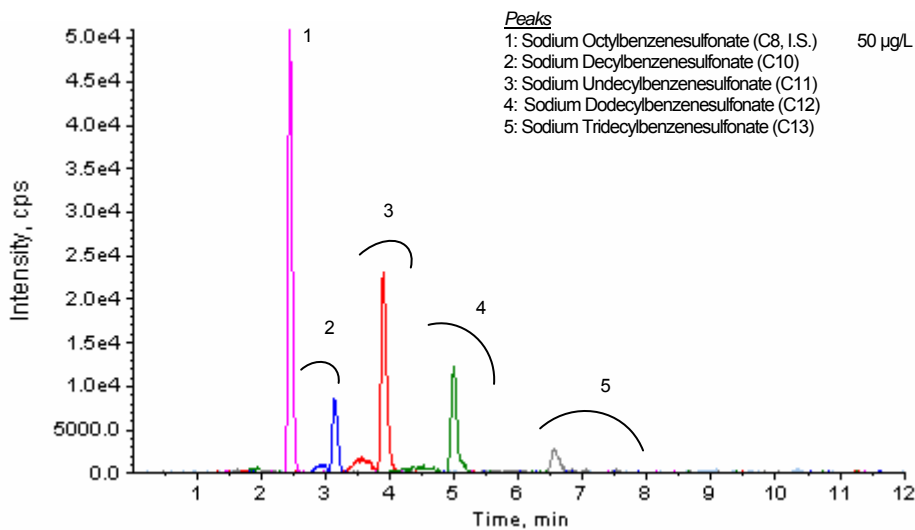


図4 河川水の前処理試料のSRMクロマトグラム