

## 固相抽出カラムの 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸 およびその塩の回収率の比較



### 要旨

#### Authors

山下 和之  
澤田 有司

アジレント・テクノロジー  
株式会社

水質分析の対象である直鎖アルキルベンゼンスルホン酸およびその塩の分析法が環境省の「水質分析に係る環境基準について」の付表 12 に規定されており、使用可能な固相抽出カラムは「シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの又は合成充填剤(多孔性のスチレンジビニルベンゼン共重合体又はこれと同等の性能を有するもの)」となっています。この規定に相当する **Bond Elut C18**、**Bond Elut C8**、**NEXUS** の 3 種の充填剤についてアルキルベンゼンスルホン酸の回収率を比較し、**NEXUS** が最も回収率に優れていることを確認しました。

Key words: アルキルベンゼンスルホン酸、水質分析、固相抽出、NEXUS、LC/MS

## はじめに

水質分析の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸およびその塩の分析法は環境省の「水質分析に係る環境基準について」の付表12に規定されています。ここでは固相抽出カラムに「シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの又は合成充填剤(多孔性のスチレンジビニルベンゼン共重合体又はこれと同等の性能を有するもの)」を使用し、試料水500 mLを20 mL/minの流速で通過させることとなっています。この方法に適合する固相抽出充填剤には「シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの」に相当するBond Elut C18、Bond Elut C8、「スチレンジビニルベンゼン共重合体」に相当するNEXUSがあり、20 mL/minの定流量で500 mLの試験水を流すにはカラム形状としてコマ型が適合します。

前処理の手順としては、この環境省の付表12の方法(以下A法)が公定法ですが、アジレントでは他にアプリケーションノート<sup>1)</sup>で報告した方法(以下B法)を提案しています。A法では固相抽出カラムからメタノールで溶出した試料を窒素吹付で乾固し、再溶解する工程があり、この際にコンタミネーションを生じる可能性があります。B法はこの点を改善するために濃縮倍率は下がりますが、分析用移動相と同じ組成の溶媒で固相抽出カラムから溶出させ、そのまま分析することにより窒素吹付、乾固時のコンタミネーションを避けた方法です。

本アプリケーションノートでは、これら3種の充填剤のコマ型の固相抽出カラムを使用し、これら2方法によって処理を行ない、アルキルベンゼンスルホン酸の回収率を比較しました。

## システム

Agilent社 Infinity II ハイスピードポンプ G7120A  
 Agilent社 Infinity II マルチサンプラ G7167B  
 Agilent社 Infinity II マルチカラムサーモスタット G7116B  
 Agilent社 トリプル四重極LC/MSシステム G6470AA

## 分析条件

### 試料調製

- 標準品(アルキル鎖C10~14のアルキルベンゼンスルホン酸)は富士フィルム和光純薬社製陰イオン界面活性剤混合標準液(C10~C14、各1 mg/mLメタノール溶液)(P/N 013-20131)を、メタノールは富士フィルム和光純薬社製LC/MS用(P/N 138-14521)を、アセトニトリルは関東化学社製LC/MS用(P/N01033-79)を使用しました。
- 混合標準液をメタノールで希釈し、1 µg/mLの溶液を作成して標準品原液とし、A法はこの標準品原液を0.2 ng/mLになるように、B法は5 ng/mLになるようにミリQ水に添加して分析用の試験水としました。

### 固相抽出カラム

- Agilent P/N 12162028B Bond Elut Jr. C18 500 mg
- Agilent P/N 12162029B Bond Elut Jr. C8 500 mg
- Agilent P/N 12161001B Bond Elut Jr. NEXUS 200 mg

### 固相抽出処理

#### A法

- 固相抽出カラムをメタノール10 mL、蒸留水10 mLの順にコンディショニング
- 試験水500 mLを20 mL/minの流速で通す
- 固相抽出カラムを蒸留水5 mLで洗浄
- 窒素吹付2分で固相抽出カラムを乾燥
- メタノール5 mLで溶出、回収
- 窒素吹付で乾固
- 水/アセトニトリル(35/65)1 mLに再溶解、分析用試料とする

#### B法

- 固相抽出カラムをメタノール10 mL、蒸留水10 mLの順にコンディショニング
- 試験水100 mLを20 mL/minの流速で通す
- 固相抽出カラムを蒸留水5 mLで洗浄
- 窒素吹付2分で固相抽出カラムを乾燥
- 水/アセトニトリル(35/65)5 mLで溶出、回収し、分析用試料とする

アルキルベンゼンスルホン酸 (C10~C14) の測定に使用した分析条件は、表1にまとめました。

表1 分析条件

パラメータ	値			
乾燥ガス	N2, 300 °C、10 L/min			
シースガス	N2, 400 °C、12 L/min			
極性	ネガティブ			
イオンソース	AJS (Agilent Jet Stream, ESI)			
ノズル電圧	1500 V			
キャピラリ電圧	4000 V			
MRM	化合物名	MRM	F <sup>1</sup>	CE <sup>2</sup>
	C10	297.1 > 182.8	200	32
	C11	311.2 > 182.8	200	36
	C12	325.2 > 182.8	200	50
	C13	339.2 > 182.8	200	50
C14	353.2 > 182.8	200	50	
カラム	InfinityLab Poroshell HPH-C8 2.1 x 100 mm, 2.7 µm (P/N 695775-702)			
移動相	A: 50 mM ギ酸アンモニウム + 0.1 % (v/v) ギ酸			
	B: アセトニトリル			
流速	0.3 mL/min			
分離条件	65 % B (イソクラテック)			
カラム温度	40 °C			
注入量	1 µL			

<sup>1</sup>F = Fragmentor voltage (V)

<sup>2</sup>CE = Collision energy (eV)

## 結果および考察

C10～C14の標準品100 ng/mLのSIMクロマトグラムを図1に示します。

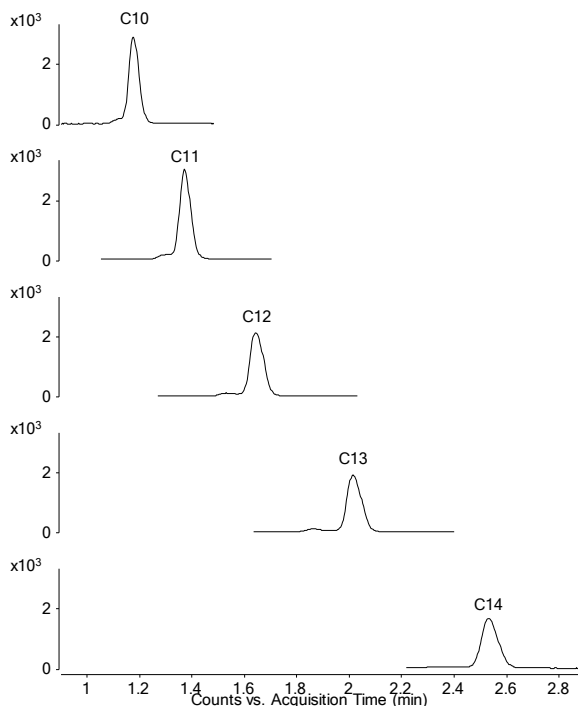


図1 C10～C14のアルキルベンゼンスルホン酸100 ng/mLの標準品のMRMクロマトグラム

分離、感度とも良好なクロマトグラムが得られました。図2にA法、図3にB法でNEXUSを使用して処理した試料のMRMクロマトグラムを示します。

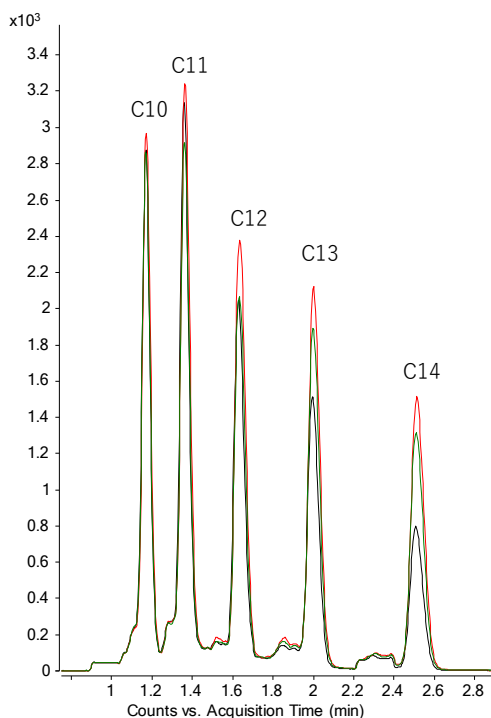


図2 A法で処理した試料のクロマトグラム  
緑: C18、黒: C8、赤: NEXUS

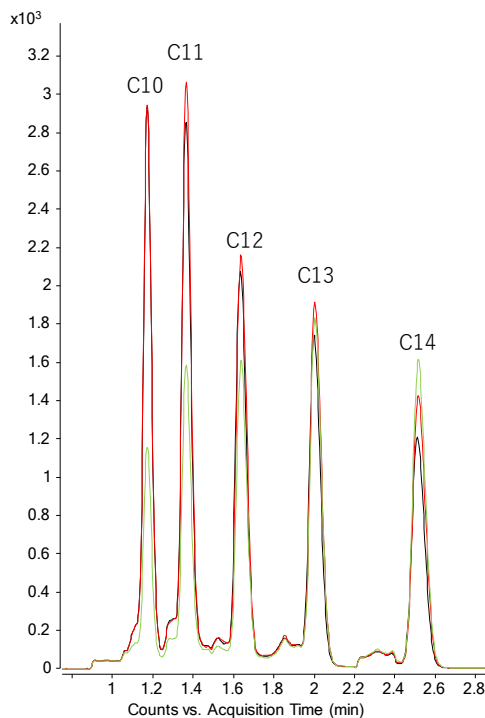


図3 B法で処理した試料のクロマトグラム  
緑: C18、黒: C8、赤: NEXUS

表2にA法、表3にB法で処理した際の各固相抽出カラムでの回収率を示します。

表2 A法で処理した際の各固相抽出カラムでの回収率(%)

	C10	C11	C12	C13	C14
C18	99.8	82.1	85.6	85.7	78.9
C8	77.0	81.2	76.1	65.3	58.1
NEXUS	85.3	91.6	92.2	90.9	87.9

表3 B法で処理した際の各固相抽出カラムでの回収率(%)

	C10	C11	C12	C13	C14
C18	71.5	75.6	87.4	93.9	99.8
C8	97.2	92.5	93.8	87.0	77.0
NEXUS	97.5	98.4	98.6	97.7	85.3

どちらの方法においてもC10～C14のアルキルベンゼンスルホン酸全般についてポリマ系のNEXUSで良好な回収率が得られました。一方、シリカゲルに逆相系化合物を結合したC18やC8ではアルキルベンゼンスルホン酸の炭素鎖の長さにより回収率の差が見られ、一部は低回収率になりました。

A法は環境省の公定法ですが、固相から5 mLのメタノールで溶出した試料を窒素吹付で乾固、HPLCの移動相と同一組成である水/アセトニトリル(35/65)の溶媒1 mLに再溶解する工程があります。この工程で5倍の濃縮が可能ですが、手間がかかること、操作中にコンタミネーションが生じる危険性があります。B法は固相からの溶出溶媒をHPLCの移動相と同一組成の水/アセトニトリル(35/65)の溶媒にすることにより、濃縮倍率は下がりますが、乾固、再溶解の工程がなく、手間が少

なくなり、コンタミネーションの危険性も下がります。A法に比べて固相からの溶出溶媒の有機溶媒比が低くなりますが、NEXUSの充填剤では十分に回収できることが確認されました。A法に比べて濃縮倍率が下がりますが、回収試料のLC/MSでの感度が十分な濃度になるのであれば、B法の方が簡便でコンタミネーションの危険性を抑えることができる方法だと考えられます。

## 参考文献

- 1) アジレントアプリケーションノート  
LC-MS-201811YD-001

## まとめ

水質分析のアルキルベンゼンスルホン酸の前処理に環境省の公定法に記載された条件に適合するBond Elut C18、Bond Elut C8、NEXUSの3種の固相抽出カラムを用いて回収率を比較したところ、C10～C14のアルキルベンゼンスルホン酸についてNEXUSが全般的に良好な回収率を示しました。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

**0120-477-111**

**email\_japan@agilent.com**

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, June 20, 2020

LC-MS-202006YSSD-001