

# Application News

No. 01-00735-K

## 삼중 사중극자 질량 분석법을 이용한 음이온 계면활성제 분석

Analysis of Anionic Surfactants Using Triple Quadrupole Mass Spectrometry Based on Water Quality Standards

Saho Yoshioka and Kazuhiro Kawakami

### 사용자 활용 포인트

- ◆ 일본 먹는물 수질기준(DWQS)에서 규정한 음이온 계면활성제를 9분 안에 분석이 가능하다.
- ◆ 음이온 계면활성제 화합물은 DWQS 표준 값(0.2 mg/L)의 2% 이하의 농도에서 검출할 수 있다.
- ◆ 수돗물 중 음이온 계면활성제 분석을 MHLW의 지침-먹는물 품질 시험 방법의 밸리데이션에 부합하는 우수한 반복성과 회수율을 얻을 수 있다.

### ■ 서론

음이온 계면활성제는 수용액에서 이온을 해리시키는 물질로, 음이온 부분은 표면 활성을 나타낸다. 음이온 계면활성제 중에서 탄소수 10~14개(C10~C14)의 선형 알킬벤젠 설포네이트(LAS)는 후생노동성(MHLW)의 먹는물 수질 기준<sup>1)</sup>에 관한 시행규칙에 등재되어 있으며, 5가지 성분에 대한 기준치를 ≤ 0.2 mg/L로 규정하고 있다.

2023년 4월 LAS 분석 방법 목록에 LC-MS를 추가한 DWQS 개정에 따라, 삼중 사중극자 질량 분석기를 사용하여 LAS(C10~C14)를 분석하는 연구가 Application News No. 01-00519-JP에 소개되었다. 이 연구에서는 음이온 계면활성제를 LCMS-8050RX를 사용하여 분석하였다. 음이온 계면활성제에 대한 DWQS 표준 값(0.2 mg/L)의 2% 이하의 농도에서 화합물을 성공적으로 검출했으며, 이는 MHLW의 음용수 수질 기준에 대한 시행규칙에 규정된 방법을 준수한다.



그림 1. LCMS-8050RX 및 CoreSpray

### ■ 시료 전처리 방법

표준물질은 물과 아세토니트릴을 같은 양으로 사용하여 준비하였다. 수돗물 시료는 수돗물과 아세토니트릴을 같은 양으로 사용하여 준비하였다. 내부 표준물질은 각 샘플에 <sup>13</sup>C 표지된 LAS(C12-LAS-<sup>13</sup>C)를 첨가하여 최종 농도가 5 µg/L가 되도록 준비하였다.

### ■ 분석 조건 및 질량 크로마토그램

분석 조건과 MRM 조건은 각각 표 1과 2에 나타내었다. 이 연구에서는 LCMS-8050RX (그림 1)를 사용하여 분석하였다. LCMS-8050RX는 새로운 CoreSpray 기술을 갖추고 있어 이전 시스템보다 더 일관된 분무 흐름을 가능하게 한다. 연속 분석에서 LCMS-8050RX는 장기간 견고한 측정을 가능하게 하였다.

LAS (C10~C14) 2 µg/L (4 µg/L의 테스트용 물의 농도와 동일)와 내부 표준 (C12-LAS-<sup>13</sup>C) 5 µg/L을 포함하는 혼합 표준용액을 LC-MS/MS를 사용하여 분석하였다.

5가지 음이온 계면활성제 화합물이 표준 값(0.2 mg/L)의 2% 이하의 농도에서 검출될 수 있음을 확인하였다 (그림 2).

표 1. LC-MS/MS 분석 조건

#### [HPLC Conditions] (Nexera™X3)

Column:	Shim-pack™ GIS-HP C8-L*1 (150 mm × 2.1 mm I.D., 3 µm) (A) 0.1% Formic Acid in Water
Mobile Phase:	(B) Acetonitrile A/B=35/65 (0-9 min)
Flow Rate:	0.2 mL/min
Column Temp.:	40 °C
Injection Volume	1 µL

#### [MS Conditions] (LCMS-8050RX)

Ionization:	ESI
Interface Voltage:	-3 kV
Nebulizing Gas Flow:	2 L/min
Drying Gas Flow:	5 L/min
Heating Gas Flow:	15 L/min
Interface Temp.:	200 °C
DL Temp.:	200 °C
Block Heater Temp.:	400 °C
Probe Position:	+2mm

\*1 P/N: 227-30956-04

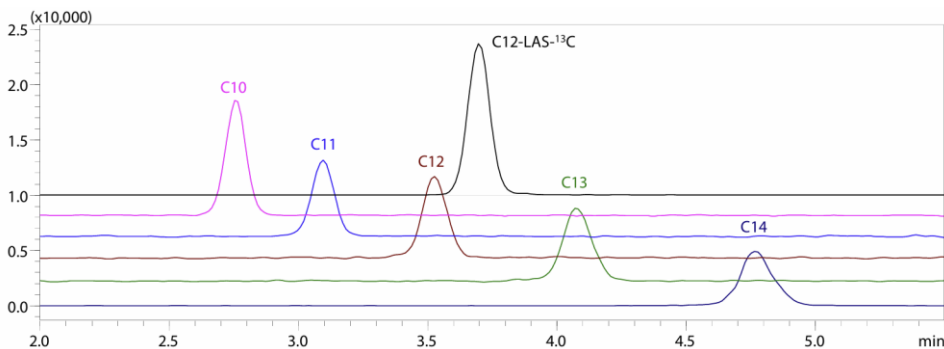


그림 2. 각 성분의 질량 크로마토그램 (2 µg/L는 테스트용 물의 농도 4 µg/L와 동일함.)

표 2. 각 성분의 MRM Transition

Compound	Polarity	MRM Transition
C10-LAS	(-)	297 > 183
C11-LAS	(-)	311 > 183
C12-LAS	(-)	325 > 183
C13-LAS	(-)	339 > 183
C14-LAS	(-)	353 > 183
C12-LAS- <sup>13</sup> C	(-)	331 > 176

■ 검량선

그림 3에서 내부 표준 방법 (n=3)을 사용하여 각 화합물에 대해 농도 범위 2 µg/L - 100 µg/L (6개 교정점)에서 검량선을 작성하였다.

5개 화합물 검량선의 결정 계수(r<sup>2</sup>)는 r<sup>2</sup> > 0.998로, 교정 범위에서 우수한 선형성을 보였습니다.

검량선의 가장 낮은 농도 (2 µg/L)에서 평균 농도 정확도는 90-110% 이내, 각 화합물의 정밀도 값 (농도 %RSD) < 10을 충족하는 우수한 결과를 얻었다(표 3).

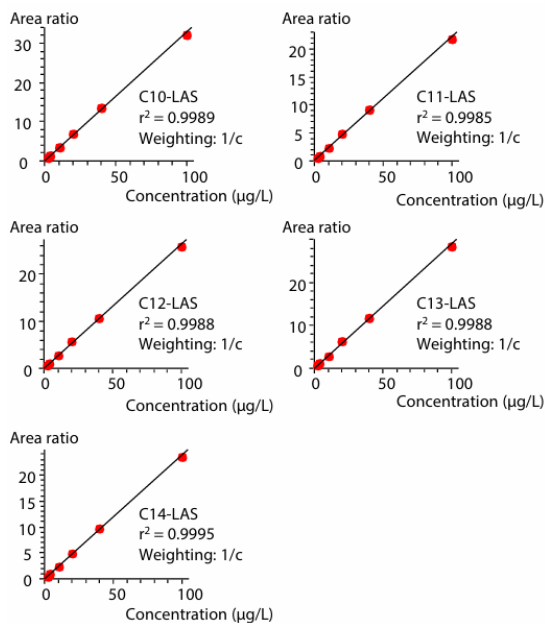


그림 3. 각 성분의 검량선

표 3. 표준 용액의 반복 분석 결과 (2 µg/L, n = 3)

Compound	Mean Accuracy (%)	Intra-Assay Precision (Concentration %RSD)
C10-LAS	94.9	2.9
C11-LAS	94.1	1.5
C12-LAS	94.4	0.4
C13-LAS	96.6	5.9
C14-LAS	96.8	4.2

■ 수돗물의 회수율 시험

회수율 테스트는 일본 가나가와현의 수돗물 시료를 사용하였다. 표준용액을 첨가한 수돗물 시료에는 각 LAS 화합물이 2 µg/L 및 10 µg/L의 농도로 포함되어 있었으며, 이는 각각 4 µg/L 및 20 µg/L의 테스트용 물의 농도와 동일하다.

각 대상 화합물의 DWQS 표준 값의 10% 농도 (10 µg/L은 20 µg/L의 테스트용 물의 농도와 동일)에서 모든 화합물에 대해 100-102%의 회수율과 3% 미만의 정밀도 값(농도 %RSD)으로 좋은 결과가 얻었다(표 4).

또한 각 대상 화합물은 DWQS 표준 값의 2% 농도에서 (2 µg/L은 테스트용 물의 농도 4 µg/L에 해당) 위에서 언급한 먹는물 품질 시험 방법 밸리데이션 지침을 충족하는 좋은 결과를 얻었다(표 5).

표 4. 수돗물 회수율 테스트 결과 (n = 5)  
(10 µg/L은 테스트용 물 농도 20 µg/L와 동일함)

Compound	Mean Accuracy (%)	Intra-Assay Precision (Concentration %RSD)
C10-LAS	101.5	0.5
C11-LAS	100.1	1.6
C12-LAS	101.9	2.1
C13-LAS	100.6	2.1
C14-LAS	100.9	1.9

표 4. 수돗물 회수율 테스트 결과 (n = 5)  
(2 µg/L은 테스트용 물 농도 4 µg/L와 동일함)

Compound	Mean Accuracy (%)	Intra-Assay Precision (Concentration %RSD)
C10-LAS	91.3	3.1
C11-LAS	87.9	2.2
C12-LAS	92.3	1.6
C13-LAS	91.4	3.4
C14-LAS	100.2	1.2

■ 결론

이 연구에서는 MHLW의 먹는물 품질 기준에 대한 시행규칙에서 규정한 방법을 사용하고, LCMS-8050RX을 이용하여 DWQS 표준 값 (0.2mg/L)의 2% 이하의 농도에서 우수한 감도를 보였다. 수돗물 시료의 회수율 테스트에서 20 µg/L 및 4 µg/L 테스트 용 물의 농도에서 우수한 회수율과 반복성을 나타냈다. 이를 통해 LCMS를 이용하여 수돗물 시료의 음이온 계면활성제를 우수한 정밀도로 분석할 수 있으며 MHLW의 먹는물 품질 시험 방법 밸리데이션 지침을 충족한다는 것을 보여주었다. LCMS-8050RX는 모든 시료에 대한 견고한 분석이 가능하였다.

References

- 1) The methods stipulated by MHLW's ministerial ordinance on drinking water quality standards (MHLW Notice No.261 issued in 2003)



Shimadzu Corporation  
www.shimadzu.com/an/

Shimadzu Scientific Korea  
www.shimadzu.co.kr

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.

Third party trademarks and trade names may be used in this publication to refer to either the entities or their products/services, whether or not they are used with trademark symbol "TM" or "®".

Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names other than its own.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.