

使用LC-MSD做表面活性剂的分析(在清洗验证的应用)

表面活性剂经常被添加到洗涤剂、医药产品、化妆品、农药等各种各样的产品里的，所以它从身边就可以轻易得到，于是就出现了有洗涤剂等混入到食品的事件或由于误饮导致的中毒事故等。

另外，在药厂为了确保质量的清洗验证中，必须要制作桂东的清洗方法手册，使医药产品或洗涤剂等的残留量在允许限值以下，包括擦洗(擦拭)法、最终漂洗法、目视法等。经常使用的分析仪器是TOC仪、HPLC、吸收光谱仪等，本文为大家介绍了使用可靠性更高的LC-MSD方法分析洗涤剂的例子。



5610质谱检测器

LC-MSD 的检测

■ 分析条件

表1 质谱检测器设定条件

离子化法	ESI
离子化模式	Negative
离子化电压	2100 V
检测模式	Scan (m/z 200-800) SIM (m/z 353)

表2 HPLC分析条件

分析柱	LaChrom II C18 (5 μ m) 4.6 mm I.D. \times 150 mm
柱温度	40 $^{\circ}$ C
流动相	0.1 % HCOOH in H ₂ O (v/v) / CH ₃ OH = 15 / 85
流速	1.0 mL/min (分流比 = 1 : 250)
进样量	10 μ L

■ 样品配制

模型样品1：市场销售的洗涤剂*¹（洗涤剂原液用水做稀释调制）

模型样品2：是用适量的洗涤剂清洗了容器的淋洗后的漂洗液

*¹是使用了的洗涤剂中的表面活性剂含量：

烷基醚硫酸酯钠(AES)+ 脂肪酸烷醇酰胺(DA)=16%

* 由于AES是不具有UV吸收的功能团，所以用UV检测器的分析是有困难的。

* 监视源于AES (R-O-CH₂-CH₂O)n-SO₃Na的离子(m/z 353)。

* 把模型样品1作为标准样品制作校准曲线、计算用模型样品2被检测的洗涤剂量。

■ 根据Scan检测的检出离子确认

样品1：市售洗涤剂 (1000 mg/L)

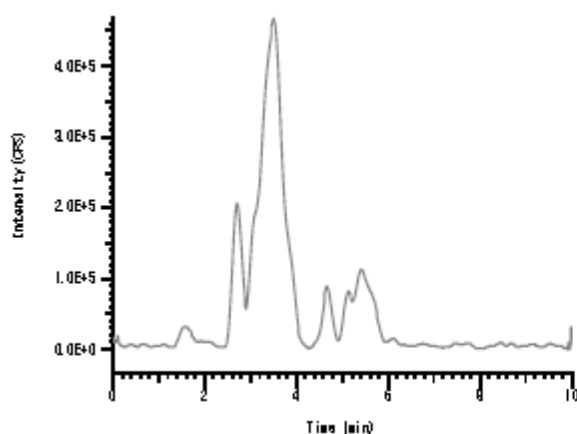


图1 根据Scan检测(m/z 200-800)的TIC

m/z 353 ← 目标离子

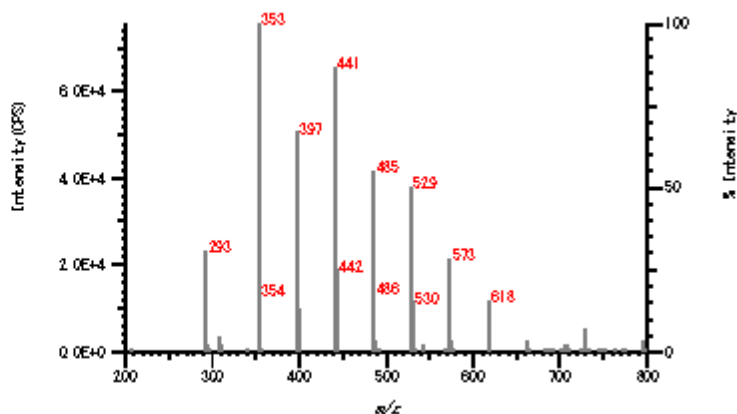


图2 质谱谱图 (3.5min)

把市售的洗涤剂作为模型样品，确认目标离子(m/z 353)被检测



线性的确认

■ 线性的确认；SIM检测(m/z 353)

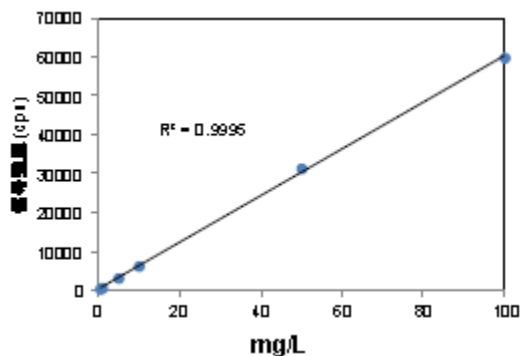


图3 校准曲线（洗涤剂量 0.5~100 mg/L）

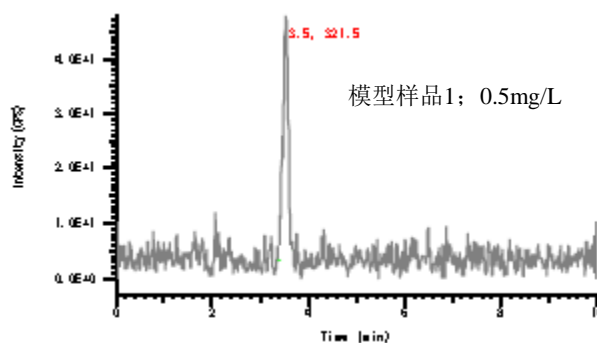


图4 m/z 353 的色谱图

模型样品1在0.5~100 mg/L的浓度范围能够得到 $R^2=0.9995$ 的良好线性，定量限值是0.5 mg/L ($S/N=10$)。

漂洗液的检测

模型样品2：用适量的洗涤剂清洗了容器的淋洗后的漂洗液

1. 把烧杯用模型样品 1 做清洗
2. 用自来水冲洗
3. 用10 mL水清洗、回收清洗液做检测（漂洗第1次）⇒ 漂洗液 1
4. 用10 mL水清洗、回收清洗液做检测（漂洗第2次）⇒ 漂洗液 2

SIM扫描(m/z 353)的色谱图确认

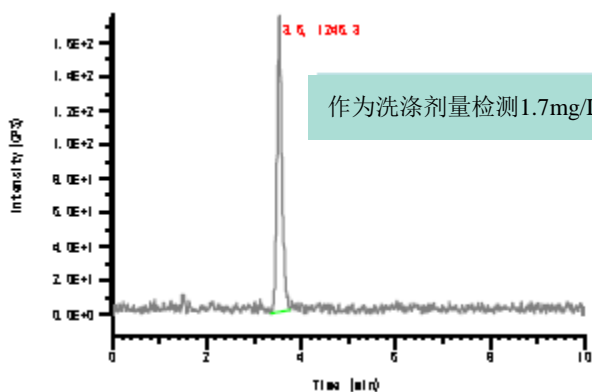


图5 漂洗液1的色谱图

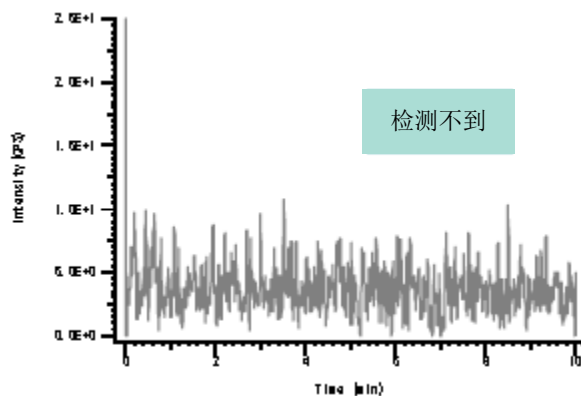


图6 漂洗液2的色谱图

检测了清洗后的漂洗液（模型样品 2）的结果，在第 1 次清洗后的漂洗液 1 中，洗涤剂量定量结果为 1.7 mg/L。在第 2 次清洗后的漂洗液 2 中，峰是没有被检测到。使用 LC-MSD 可以实现对特定的监视离子完成可靠性高的检测。

<主要模块构成> Chromaster 5110 泵、5210 自动进样器、5310 柱温箱、5610 质谱检测器

注意：在本资料所发表的数据表示的是检测例、因此它不是保证性能的东西。

