

Specifieke bepaling van kationische surfactanten in water met LC-MS

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Principe	3
3	Materiaal	3
4	Reagentia en standaarden	4
5	Monsterbewaring	5
6	Voorbehandeling	5
7	LC-MS Meting	5
7.1	<i>LC-condities</i>	5
7.2	<i>MS-condities</i>	6
7.3	<i>Identificatie en integratie</i>	6
7.4	<i>Kalibratie en kwantificatie</i>	7
7.5	<i>Gehalte van de surfactanten in het watermonster</i>	7
8	Kwaliteitscontrole	8
8.1	<i>Responslineariteit</i>	8
8.2	<i>Chromatografische scheiding</i>	8
8.3	<i>Instrumentele detectielimieten</i>	9
8.4	<i>Controle op de kalibratie</i>	9
8.5	<i>Procedureblanco</i>	9
8.6	<i>Controlemonster</i>	9
8.7	<i>Duplobepaling</i>	10
8.8	<i>Matrixadditie</i>	10
9	Voorbeeld van analysegang	10
10	Veiligheid	10
	BIJLAGE A Voorbeeld van kalibratiereeks voor kationische surfactanten	11
	BIJLAGE B : Typische retentietijden voor kationische surfactanten op een Acquity UPLC BEH Phenyl kolom	12
	BIJLAGE C : m/z-waarden voor bijkomende kationische surfactanten (indicatieve bepaling)	12
	BIJLAGE D : Chromatogrammen voor een standaardoplossing van kationische surfactanten	13

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure **vervangt procedure WAC/IV/A/022 van oktober 2021 en** beschrijft een methode voor de bepaling van de vanuit ecotoxicologisch oogpunt meest relevante kationische surfactanten, met name:

- monoalkyltrimethylammoniumzouten (ATMA) met alkylketenlengte van C₁₂ tot C₁₈;
- dialkyldimethylammoniumzouten (DADMA) met alkylketenlengte van C₁₀ tot C₁₈;
- alkyldimethylbenzylammoniumzouten (ADMBA), met alkylketenlengte van C₁₂ tot C₁₈;
- heterocyclische ammoniumverbindingen:
 - pyridinium met een C₁₂- of C₁₆-keten;
 - isoquinolinium met een C₁₂-keten.
- octylphenoxyethoxyethyldimethylbenzylammonium (benzethonium)

De methode is toepasbaar op drink-, grond-, oppervlakte- en afvalwater vanaf een concentratie lager dan 0.01 mg/l, afhankelijk van de verbinding en de gevoeligheid van het apparaat.

Opmerkingen:

- Voor C₁₄, C₁₆ en C₁₈ DADMA kunnen minder betrouwbare gehalten bekomen worden. De gemeten gehalten kunnen in dat geval enkel gerapporteerd worden als indicatief.
- Kationische surfactanten worden veelvuldig gebruikt, zoals in wasverzachters. Voor veel van deze verbindingen zijn echter geen standaarden beschikbaar. Bijgevolg is voor deze verbindingen een kwantitatieve analyse niet mogelijk. Deze componenten kunnen wel als indicatieve parameters meegenomen worden in de analysereeks:
 - pyridinium met C₁₄- of C₁₈-keten;
 - quinolinium met alkylketenlengte van C₁₂ tot C₁₈;
 - isoquinolinium met een alkylketenlengte van C₁₄ tot C₁₈;
 - monoalkyltrimethylammoniumzouten met alkylketenlengte C_{16:1}, C_{18:1} of C_{18:2};
 - alkyldimethylbenzylammoniumzouten met alkylketenlengte C_{16:1}, C_{18:1}of C_{18:2};
 - dialkyldimethylammoniumzouten met alkylketenlengte C_{16:1}, C_{18:1} of C_{18:2}.

2 PRINCIPE

Waterstalen worden tweemaal verdund door toevoeging van een gelijke hoeveelheid acetonitrile. De oplossingen worden vervolgens gefiltreerd over een 0,45 µm membraanfilter ofwel gecentrifugeerd. Het filtraat wordt overgebracht naar een meetvial en geanalyseerd met vloeistofchromatografie met massaspectrometrische detectie. Het gehalte aan kationische surfactanten wordt bepaald aan de hand van externe kalibratie.

3 MATERIAAL

- Gebruikelijk laboratoriumglaswerk
- 0,45 µm membraanfilter
- Analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg
- Bovenweger met een afleesnauwkeurigheid van 0.01 g

- Ultracentrifuge
- LC-MS bestaande uit:
 - o een LC-systeem (hoge druk of ultra hoge druk) met injectie-automaat, vloeistofpomp, gethermostatiseerde kolom en ontgassingseenheid
 - o een quadrupool massaspectrometer met electrospray interface
Opm.: Alternatief kan gebruik gemaakt worden van een ion trap of een accurate massa time-of-flight (TOF) of Fourier Transform massaspectrometer
 - o een datastation voor de instelling van de instrumentele settings, de data-acquisitie en de data-analyse
- LC-kolom: een reversed phase kolom met een fenylfase, bv. XTerra Phenyl, 100 x 2.1 mm, 3.5 um of gelijkwaardig.

4 REAGENTIA EN STANDAARDEN

- Methanol: bv. Merck 'gradiënt grade, for liquid chromatography'
- Isopropanol: bv. Merck 'gradiënt grade, for liquid chromatography'
- Acetonitrile: bv. Merck 'gradiënt grade, for liquid chromatography'
- Water: ultrapuur
- Natriumdodecylbenzeensulfonaat (lineair, LAS), bv. Chemservice
- Ammoniumacetaat: bv. Merck 99,999 %
- Stockstandaarden: zuivere producten van volgende surfactanten zijn in de handel verkrijgbaar:
 - o dodecyltrimethylammonium bromide;
 - o tetradecyltrimethylammonium bromide;
 - o hexadecyltrimethylammonium bromide;
 - o octadecyltrimethylammonium bromide;
 - o didecyldimethylammonium bromide;
 - o didodecyldimethylammonium bromide;
 - o ditetradecyldimethylammonium bromide;
 - o dihexadecyldimethylammonium bromide;
 - o dioctadecyldimethylammonium bromide;
 - o dodecyldimethylbenzylammonium bromide;
 - o tetradecyldimethylbenzylammonium chloride;
 - o hexadecyldimethylbenzylammonium chloride;
 - o octadecyldimethylbenzylammonium chloride;
 - o octylphenoxyethoxyethyl dimethylbenzylammonium chloride;
 - o dodecylpyridinium chloride;
 - o hexadecylpyridinium bromide;
 - o dodecylisoquinolinium bromide.
- Stockstandaardoplossingen: maak uitgaande van de bovenstaande zuivere stockstandaarden een verdunning van 2000 mg/l in methanol (beschouw het gehalte ammoniumverbinding, dus zonder chloride of bromide tegenion);
- Kalibratiewerkstandaarden: maak uitgaande van de stockstandaardoplossingen een reeks verdunningen in acetonitrile/water/isopropanol (50/45/5) met toevoeging van 0,5 mM LAS ofwel in acetonitrile/water (50/50) afhankelijk van de wijze van monsterbewaring (zie 5), in concentraties lopende van 0,002 mg/l tot 0,1 mg/l.
Opm.: De kalibratiewerkstandaarden zijn maximaal 1 maand houdbaar.

5 MONSTERBEWARING

Voor de monsterconservering en –bewaring wordt verwezen naar WAC/I/A/010.

6 VOORBEHANDELING

Waterstalen die zwevend materiaal bevatten, worden voor de deelmonsternamen gehomogeniseerd door opschudden. De deelmonsters worden voorafgaandelijk aan de filtratie tweemaal verdund door toevoeging van een gelijke hoeveelheid acetonitrile (deze verdunningsstap vervalt uiteraard indien aan het monster reeds ter bewaring een gelijke hoeveelheid acetonitrile werd toegevoegd); typisch wordt aan 10 ml waterstaal 10 ml acetonitrile toegevoegd. De filtratie wordt uitgevoerd met een 0,45 µm membraanfilter. Alternatief kan gekozen worden voor ultracentrifugatie.

De verdunning met acetonitrile verhindert de adsorptie van kationische surfactanten aan zowel zwevend materiaal in het monster als aan de membraanfilter. 1 ml van het filtraat wordt overgebracht in een meetvial en hiervan wordt een deel geïnjecteerd in de LC-MS.

Opmerking: De bepaling van kationische surfactanten met deze LC-MS methode is bijzonder gevoelig, zodat dat er geen nood is aan opconcentreren.

7 LC-MS METING

7.1 LC-CONDITIES

Van de monsterextracten wordt typisch 10 µl in de LC-MS geïnjecteerd. Er wordt geen splitter gebruikt; het volledige injectievolumen gaat rechtstreeks naar de massaspectrometer.

De LC-analyse gebeurt op een fenylkolom met gradiëntelutie.

Een voorbeeld van een geschikte kolom is Acquity UPLC BEH Phenyl, 100 mm × 2,1 mm × 1,7 µm

De kolomtemperatuur bedraagt 40°C.

De samenstelling van de gradiënt is:

A = water + 20 mM NH₄Ac

B = ACN + 20mM NH₄Ac

De gradiënt is als volgt geprogrammeerd:

Tijd (min)	A %	B %	Debiet (ml/min)
0,00	50,0	50,0	0,40
4,00	5,00	95,0	0,40
10,00	5,00	95,0	0,40
10,10	50,0	50,0	0,40
12,00	50,0	50,0	0,40

Typische retentietijden voor de verschillende kationische surfactanten bekomen op een Acquity UPLC BEH Phenylkolom zijn weergegeven in bijlage 2.

7.2 MS-CONDITIES

De MS opnamen gebeuren met electrospray ionisatie in positieve modus. De opnamen gebeuren, indien mogelijk, preferentieel in MRM (Multiple Reaction Monitoring) modus. Van zes verbindingen is het echter niet mogelijk éénduidig de dochterionen te detecteren.

De onderstaande ionentransities worden geregistreerd voor de verschillende componenten.

Component	Parent ion	Product ion	Cone voltage	Collision energy
Dodecyltrimethylammonium	228	228	45	1
Tetradecyltrimethylammonium	256	256	45	1
Hexadecyltrimethylammonium	284	284	35	1
Octadecyltrimethylammonium	312	312	45	1
Didecyldimethylammonium	326	186	30	20
Didodecyldimethylammonium	382	214	35	20
Ditetradecyldimethylammonium	438	242	35	30
Dihexadecyldimethylammonium	494	270	45	40
Diocadecyldimethylammonium	550	298	45	30
Dodecyldimethylbenzylammonium	304	212	25	20
Tetradecyldimethylbenzylammonium	332	240	30	20
Hexadecyldimethylbenzylammonium	360	268	30	20
Octadecyldimethylbenzylammonium	388	296	35	20
Octylphenoxyethoxyethyl dimethylbenzyl ammonium	412	320	35	20
Dodecylpyridinium	248	248	40	1
Hexadecylpyridinium	304	304	40	1
Dodecylisoquinolinium	298	130	30	20

M/z-waarden voor de in de opmerking van paragraaf 1 vermelde kationische surfactanten zijn opgenomen in bijlage 3

De MS opname gebeurt met volgende typische instellingen:

Dwell time: 0.2 sec
 Extractor: 3 V
 Capillary: 3 kV
 Source block temp.: 120°C
 Desolvation temp.: 350°C
 Ion energy: 1.3 V
 Drying gas: N₂, 350 l/h
 Nebulising gas: N₂, 25 l/h

De dataverwerking gebeurt met de software van het apparaat.

7.3 IDENTIFICATIE EN INTEGRATIE

De identificatiecriteria zijn:

- het voorkomen van een piek met een signaal-ruisverhouding groter dan drie in het specifieke ionchromatogram behorende bij de kationische surfactant;
- de overeenkomst van de retentietijd met deze van de kalibratiestandaard (+/- 0.1 min)

De geïdentificeerde pieken worden geïntegreerd. Voor elke blanco wordt hetzelfde gedaan, de blancowaarden worden uitgemiddeld en vervolgens worden de oppervlakten gemeten voor het staal verminderd met die van de gemiddelde blanco.

7.4 KALIBRATIE EN KWANTIFICATIE

De kwantificatie gebeurt met de externe standaardmethode, waarbij de gehalten van de gedetecteerde surfactanten berekend worden aan de hand van de kalibratiecoëfficiënten bekomen bij de kalibratie voor de respectievelijke surfactant.

De kalibratie omvat de injectie van minstens 5 standaardoplossingen die de te bepalen surfactanten bevatten in oplopende concentraties (zie voorbeeld in bijlage). De kalibratievergelijking heeft een lineair verloop:

$$A_i = aC_i + b$$

met

A_i = de gemeten piekoppervlakte voor de surfactant i in de resp. standaardoplossing

C_i = de concentratie van de surfactant i in µg/ml in de resp. standaardoplossing

De gemeten piekoppervlakten worden voor elke te bepalen surfactant uitgezet i.f.v. van de concentratie. De coëfficiënten a (helling of reponsfactor) en b (afgesneden stuk) worden bepaald door lineaire regressie met inbegrip van het punt (0,0) en met 1/X weging (dit gebeurt al dan niet automatisch met de software van het apparaat).

De correlatiecoëfficiënt dient > 0.99. Het werkgebied wordt bepaald door de concentraties waarvoor de residuele afwijking tot de rechte <30%.

De berekening van de kalibratiecurve gebeurt bij elke analysereeks. Om een aantal monstereinjectionen (bv. 6) wordt de geldigheid van de kalibratierechte gecontroleerd door injectie van een kalibratiecontrolestandaard.

7.5 GEHALTE VAN DE SURFACTANTEN IN HET WATERMONSTER

De concentraties in het monster worden vervolgens berekend als volgt:

$$C_i(\text{monster}) = \left(\frac{A_i - b}{a} \right) * \frac{V_e}{V}$$

met

$C_i(\text{monster})$ = de concentratie van de surfactantverbinding i in het monster in µg/l

A_i = de gemeten piekoppervlakte voor de surfactantverbinding i in het monsterextract

V_e = het volume van het eindextract in ml

V = het ingenomen volume van het monster in l

a en b = de coëfficiënten van de kalibratievergelijking

Het totaal gehalte kationische surfactanten wordt tenslotte berekend door de sommatie van de gehalten van de gedetecteerde surfactanten:

$$C_{\text{totaal}} = \sum C_i$$

Opmerkingen:

- Het eindextract bedraagt in de regel 20 ml, het monstervolume 10 ml voor zowel drink-, oppervlakte- als afvalwater.
- Omwille van de aard van de verbindingen (polaire kop, apolaire staart waardoor de verbindingen gemakkelijk blijven kleven op allerlei materiaal) is het risico van monsteroverdracht groot. Na de standaardreeks wordt minstens één blanco-oplossing geïnjecteerd en monsters volgend op dat van een hoog gecontamineerd monster worden best geherinjecteerd.
- Bij overschrijding van de bovenste grens van het werkgebied dient voor de bepaling van de betrokken surfactantverbinding het extract verdund te worden met mobiele fase en opnieuw gemeten.
- Uit experimenten volgt dat de respons van kationische surfactanten niet onderhevig is aan matrixeffecten (signaalsuppressie of –versterking). Toch dient dit best voor positieve monsters op regelmatige tijdstippen geverifieerd te worden door middel van standaardadditie. Daartoe wordt een analoge maar gekende hoeveelheid verbinding aan het filtraat toegevoegd en het filtraat wordt opnieuw gemeten. Vervolgens wordt het gehalte van de geaddeerde hoeveelheid bepaald uit de toename van de oppervlakte en de kalibratievergelijking. Hieruit wordt de terugvinding berekend t.o.v. de geaddeerde waarde. Bedraagt de terugvinding minder dan 75 % of meer dan 125 %, dan moet het gehalte voor het monster gecorrigeerd worden met het terugvindingsrendement.

8 KWALITEITSCONTROLE

8.1 RESPONSLINEARITEIT

Voor de werkwijze voor de bepaling van de lineariteit wordt verwezen naar de validatieprocedure van het WAC. Een controle van de lineariteit wordt uitgevoerd bij elke ernstige instrumentele ingreep. Indien niet aan lineariteit is voldaan mag overgeschakeld worden op een andere (bv. kwadratische) functie.

8.2 CHROMATOGRAFISCHE SCHEIDING

De kolomkwaliteit kan geverifieerd worden aan de hand van de waargenomen scheiding in het chromatogram van de standaardoplossing voor het kritische paar cetylpyridinium en dodecyldimethylbenzylammonium. De pieken behorend tot het paar dienen tot de basislijn gescheiden te zijn (zie chromatogram in bijlage 3).

Alternatief kan de kolomkwaliteit opgevolgd worden aan de hand van een voor een surfactantenpaar berekend scheidingsgetal.

8.3 INSTRUMENTELE DETECTIELIMIETEN

De instrumentele detectielimiet is een maat voor de gevoeligheid van het apparaat. Aan de hand van het chromatogram van de laagste kalibratie-oplossing wordt voor elke surfactantstandaard de kleinste meetbare concentratie bepaald, gedefinieerd als:

$$DL(instr) = 3 * RG * conc/PH$$

met

DL(instr)	=	de instrumentele detectielimiet in ng/ml
RG	=	de "peak-to-peak" ruishoogte aan de voet van de chromatogrampiek van de surfactantverbinding
PH	=	de piekhoogte van de surfactantverbinding
C	=	concentratie van de surfactantverbinding in de kalibratie-oplossing in ng/ml

De instrumentele detectielimieten moeten van die aard zijn dat zonder problemen de gevraagde rapporteergrenzen kunnen gehaald worden.

8.4 CONTROLE OP DE KALIBRATIE

Om een welbepaald aantal monsters wordt de geldigheid van de kalibratievergelijking gecontroleerd. Hiertoe wordt één van de standaardoplossingen uit de kalibratiereeks opnieuw geïnjecteerd. De concentraties in de oplossing worden berekend met de kalibratievergelijking en mogen niet meer dan 20% afwijken van de werkelijke concentraties.

8.5 PROCEDUREBLANCO

Bij elke analysereeks wordt een procedureblanco gemeten die volgens de bovenstaande procedure wordt opgewerkt. Deze blanco bestaat uit 10 ml acetonitrile en 10 ml water die al dan niet afhankelijk van de wijze van monsterbewaring 10% IPA en 1 mM LAS bevat.

M.b.t. de blancobijdrage worden volgende regels gehanteerd:

- voor monsterwaarden groter dan 5 maal de rapporteergrens: de chromatogrammen dienen vrij te zijn van pieken in een concentratie groter dan 10% van de monsterwaarde
- voor monsterwaarden kleiner dan 5 maal de rapporteergrens: de chromatogrammen dienen vrij te zijn van pieken in een concentratie groter dan de helft van de rapporteergrens.

8.6 CONTROLEMONSTER

- Om de terugvinding en de reproduceerbaarheid te controleren wordt op regelmatige basis een controlemonster geanalyseerd. Dit is bij voorkeur een gecertificeerd materiaal (indien beschikbaar), maar er mag ook gebruik gemaakt worden van een gedopeerd monster. De terugvindingen moeten gelegen zijn tussen 75% en 125%. De gehalten kunnen opgetekend worden in controlekaarten. De opgetekende waarden moeten voldoen aan de voor controlekaarten geldende criteria.

8.7 ONAFHANKELIJKE CONTROLESTANDAARD

De juistheid van de kalibratieoplossingen dient regelmatig (minstens om de 3 meetreeksen) gecontroleerd te worden. Hiervoor wordt na de kalibratie een controlestandaard gemeten die

onafhankelijk is van de kalibratieoplossingen. Minstens 1/3 van de componenten die in de stalen gerapporteerd worden en die representatief zijn voor het geheel van de gemeten componenten (qua type en retentietijd) dienen aanwezig te zijn in de controlestandaard. De gemeten concentraties mogen niet meer dan 20% afwijken van de reële concentraties.

8.8 DUPLOBEPALING

Op regelmatige basis wordt een monster in 2-voud opgewerkt en gemeten. De bekomen gehalten mogen niet meer dan 20% van mekaar afwijken.

8.9 MATRIXADDITIE

Op regelmatige basis wordt aan een deel van een watermonster een gekende hoeveelheid van een aantal surfactanten toegevoegd. De monsters worden opgewerkt en de terugvindingen worden bepaald, rekening houdend met het oorspronkelijk aanwezige gehalte. De terugvindingen dienen gelegen te zijn tussen 75 en 125%.

9 VOORBEELD VAN ANALYSEGANG

Bij elke analysereeks:

- injecteer de kalibratiestandaarden en bepaal het lineaire bereik en de kalibratievergelijking
- injecteer de procedureblanco
- injecteer het controlemonster

Om de 6 monsters:

- injecteer de kalibratiecontrolestandaard
- injecteer staal 1
- injecteer staal 2
- ...
- injecteer het duplomonster x
- injecteer de matrixspike van monster x
- ...
- verifieer op regelmatige basis de aanwezigheid van matrixeffecten door hermeting van een positief na additie van een hoeveelheid standaard vergelijkbaar met deze van de gemeten verontreiniging.

10 VEILIGHEID

De scheikundige producten die bij deze analysemethode gebruikt worden, zijn ondergebracht bij de potentieel giftige en kankerverwekkende stoffen. Dit maakt het noodzakelijk de voorziene maatregelen in het laboratorium toe te passen om blootstelling aan of contact met deze producten tot een minimum te herleiden.

BIJLAGE A VOORBEELD VAN KALIBRATIEREKS VOOR KATIONISCHE SURFACTANTEN

Concentraties in ug/ml
50% ACN/50% milli Q (+10%IPA+1mM LAS)

mg/l									
Benzethonium Chloride Crystalline	Benzeth	0.11	0.08	0.054	0.0219	0.011	0.0073	0.0058	0.0027
Laurylpyridinium chloride	C12Pyr	0.12	0.08	0.054	0.0222	0.011	0.0074	0.0059	0.0027
Lauryl isoquinolinium bromide	C12 isoquin	0.11	0.07	0.050	0.0203	0.011	0.0068	0.0054	0.0025
Cetylpyridinium bromide monohydrate	C16Pyr	0.11	0.08	0.053	0.0216	0.011	0.0072	0.0057	0.0026
Benzylidimethyldodecylammonium Bromide	C12ADMBA	0.12	0.08	0.054	0.0221	0.011	0.0074	0.0059	0.0027
Benzylidimethyltetradecylammonium Chloride	C14ADMBA	0.11	0.08	0.052	0.0212	0.011	0.0071	0.0057	0.0026
Benzylidimethylhexadecylammonium Chloride	C16ADMBA	0.11	0.08	0.053	0.0215	0.011	0.0072	0.0057	0.0026
Stearyl dimethylbenzylammonium chloride	C18ADMBA	0.13	0.09	0.063	0.0255	0.013	0.0085	0.0068	0.0031
Dodecyltrimethylammonium Bromide	C12ATMA	0.11	0.08	0.052	0.0212	0.011	0.0071	0.0056	0.0026
Hexadecyltrimethylammonium Bromide	C16ATMA	0.11	0.08	0.052	0.0211	0.011	0.0070	0.0056	0.0026
Octadecyltrimethylammonium Bromide	C18ATMA	0.12	0.09	0.059	0.0240	0.012	0.0080	0.0064	0.0029
Tetradecyltrimethylammonium Bromide	C14ATMA	0.11	0.08	0.051	0.0206	0.011	0.0069	0.0055	0.0025
Didecyl dimethylammonium Bromide	C10DADMA	0.12	0.08	0.054	0.0222	0.012	0.0074	0.0059	0.0027
Didodecyl dimethylammonium Bromide	C12DADMA	0.12	0.08	0.057	0.0232	0.012	0.0078	0.0062	0.0028
Dimethyldioctadecylammonium Bromide	C18DADMA	0.10	0.07	0.049	0.0198	0.010	0.0066	0.0053	0.0024
Dimethylditetradecylammonium Bromide	C14DADMA	0.11	0.07	0.050	0.0203	0.011	0.0068	0.0054	0.0025
Dihexadecyldimethylammonium bromide	C16DADMA	0.11	0.08	0.054	0.0220	0.011	0.0074	0.0059	0.0027

BIJLAGE B : TYPISCHE RETENTIETIJDEN VOOR KATIONISCHE SURFACTANTEN OP EEN ACQUITY UPLC BEH PHENYL KOLOM

Component	afkorting	retentietijd
Dodecyltrimethylammonium Bromide	C12ATMA	1.84
Laurylpyridinium chloride	C12Pyr	1.96
Lauryl isoquinolinium bromide	C12 isoquin	2.51
Tetradecyltrimethylammonium Bromide	C14ATMA	2.37
Benzyltrimethylammonium Bromide	C12ADMBA	2.64
Hexadecyltrimethylammonium Bromide	C16ATMA	2.89
Octylphenoxyethyl dimethyl-benzyl ammonium chloride	Benzeth	2.77
Cetylpyridinium bromide monohydrate	C16Pyr	3.01
Benzyltrimethyltetradecylammonium Chloride	C14ADMBA	3.13
Didecyltrimethylammonium Bromide	C10DADMA	3.47
Benzyltrimethylhexadecylammonium Chloride	C16ADMBA	3.6
Octadecyltrimethylammonium Bromide	C18ATMA	3.39
Stearyltrimethylbenzylammonium chloride	C18ADMBA	4.03
Didodecyltrimethylammonium Bromide	C12DADMA	4.25
Dimethylditetradecylammonium Bromide	C14DADMA	4.96
Dihexadecyltrimethylammonium bromide	C16DADMA	5.77
Dimethyldioctadecylammonium Bromide	C18DADMA	6.78

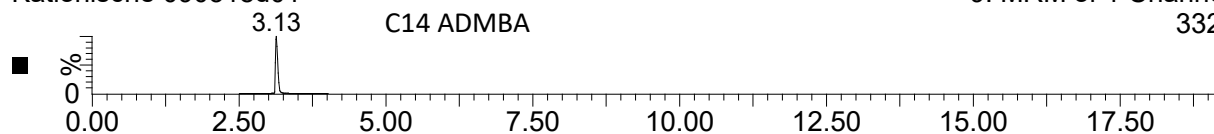
BIJLAGE C : M/Z-WAARDEN VOOR BIJKOMENDE KATIONISCHE SURFACTANTEN (INDICATIEVE BEPALING)

Parameter	Mode	Parent ion	Daughter ion	Cone voltage	Collision energy
Tetradecylpyridinium	MRM	276	80	40	30
Octadecylpyridinium	MRM	332	80	40	30
Dodecylquinolinium	MRM	298	130	40	30
Tetradecylquinolinium	MRM	326	130	40	30
Hexadecylquinolinium	MRM	354	130	40	30
Octadecylquinolinium	MRM	382	130	40	30
Tetradecylisoquinolinium	MRM	326	130	40	30
Hexadecylisoquinolinium	MRM	354	130	40	30
Octadecylisoquinolinium	MRM	382	130	40	30
Hexadecyltrimethylammonium	MRM	282	60	40	30
Octadecyltrimethylammonium	MRM	310	60	40	30
Octadecadienyltrimethylammonium	MRM	308	60	40	30
Hexadecyldimethylbenzylammonium	MRM	358	266	40	30
Octadecyldimethylbenzylammonium	MRM	386	294	40	30
Octadecadienyldimethylbenzylammonium	MRM	384	292	40	30
Dihexadecenyldimethylammonium	MRM	490	268	40	30
Diocadecenyldimethylammonium	MRM	546	296	40	30
Diocadecadienyldimethylammonium	MRM	542	294	40	30

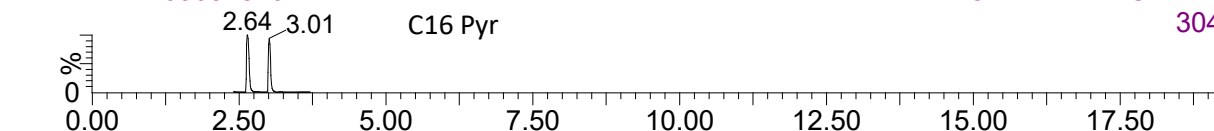
BIJLAGE D : CHROMATOGRAMMEN VOOR EEN STANDAARDOPLOSSING VAN KATIONISCHE SURFACTANTEN

werk-kat-133

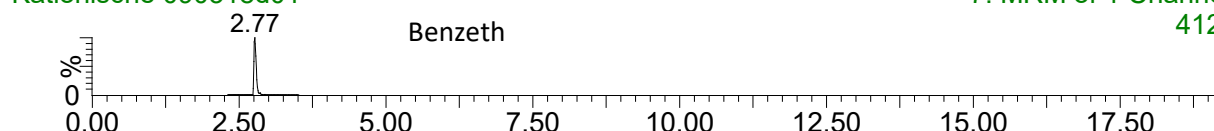
Kationische 090318d01

 9: MRM of 1 Channel ES+
 332 > 240
 2.72e7


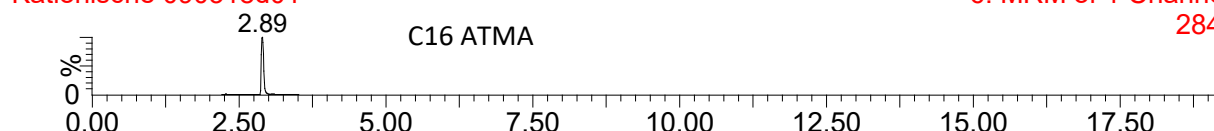
Kationische 090318d01

 8: MRM of 1 Channel ES+
 304 > 304
 9.61e7


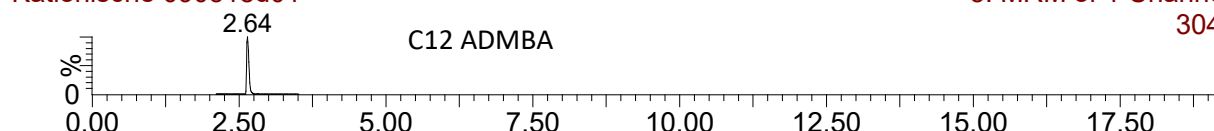
Kationische 090318d01

 7: MRM of 1 Channel ES+
 412 > 320
 6.78e6


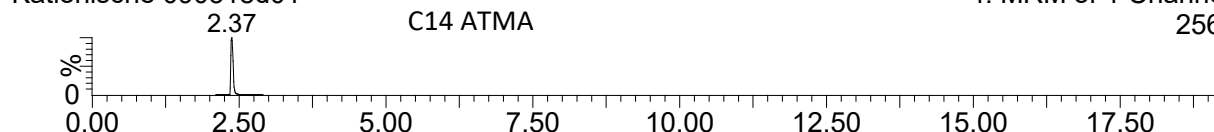
Kationische 090318d01

 6: MRM of 1 Channel ES+
 284 > 284
 9.17e7


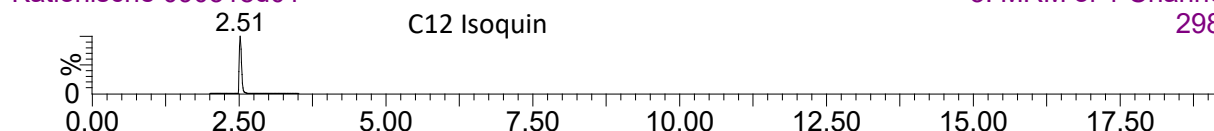
Kationische 090318d01

 5: MRM of 1 Channel ES+
 304 > 212
 2.59e7


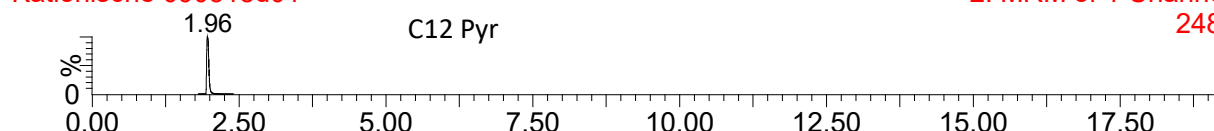
Kationische 090318d01

 4: MRM of 1 Channel ES+
 256 > 256
 9.70e7


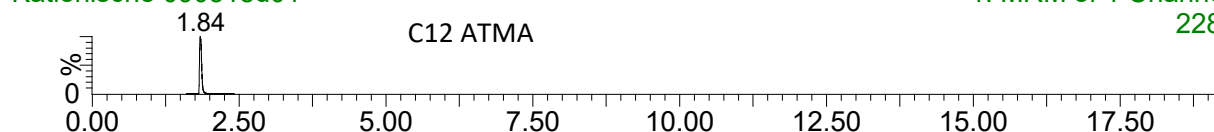
Kationische 090318d01

 3: MRM of 1 Channel ES+
 298 > 130
 2.67e7


Kationische 090318d01

 2: MRM of 1 Channel ES+
 248 > 248
 8.37e7


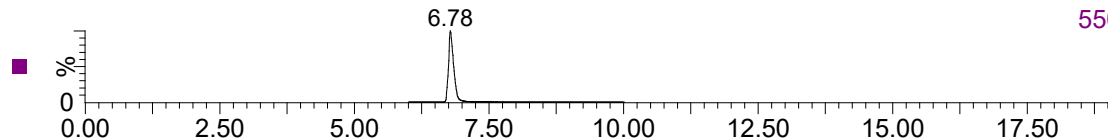
Kationische 090318d01

 1: MRM of 1 Channel ES+
 228 > 228
 8.61e7


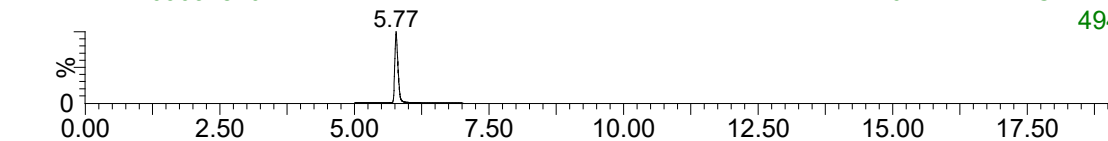
Time

werk-kat-133

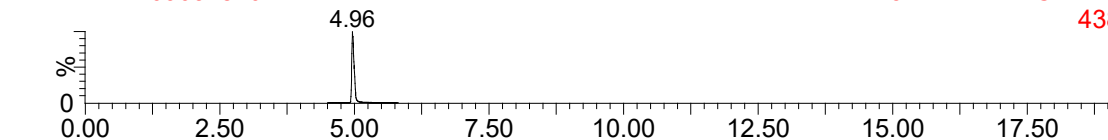
Kationische 090318d01

17: MRM of 1 Channel ES+
550 > 298
1.43e6

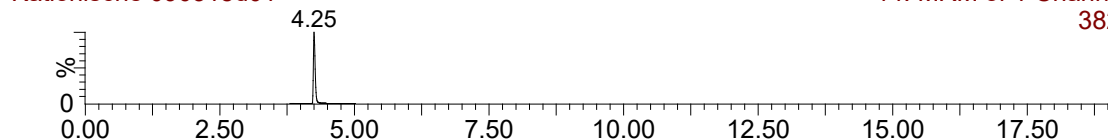
Kationische 090318d01

16: MRM of 1 Channel ES+
494 > 270
2.76e7

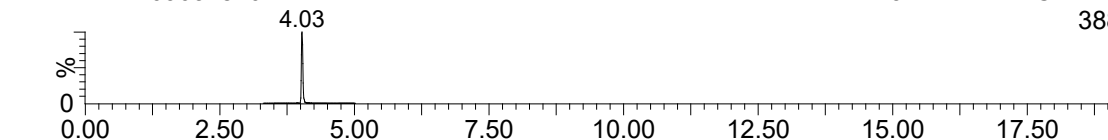
Kationische 090318d01

15: MRM of 1 Channel ES+
438 > 242
1.42e7

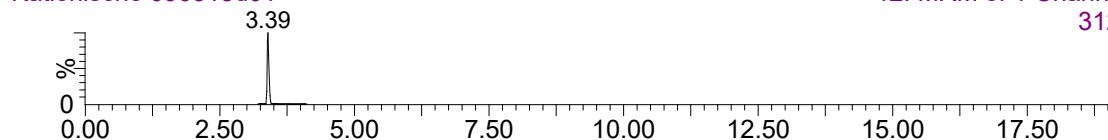
Kationische 090318d01

14: MRM of 1 Channel ES+
382 > 214
1.80e7

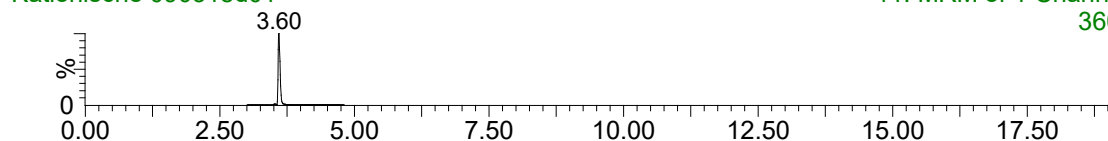
Kationische 090318d01

13: MRM of 1 Channel ES+
388 > 296
2.78e6

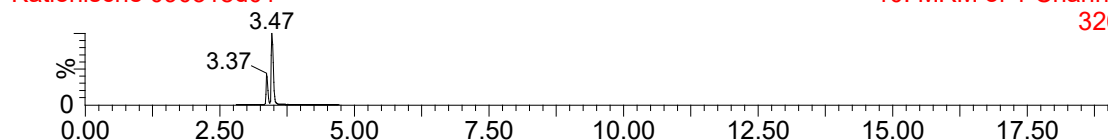
Kationische 090318d01

12: MRM of 1 Channel ES+
312 > 312
7.73e7

Kationische 090318d01

11: MRM of 1 Channel ES+
360 > 268
1.68e7

Kationische 090318d01

10: MRM of 1 Channel ES+
326 > 186
5.74e6

Kationische 090318d01

Time