



Murat Onul

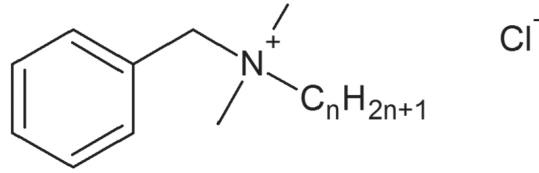
Yüksek Kimyager / Chemist MSc.  
Aplikasyon Uzmanı / Application Specialist  
Ant Teknik Cihazlar

## Tekstil Endüstrisinde Benzalkonyum Klorürlerin Lc/Ms/Ms Sistemi İle Analizi

### Analysis of Benzalkonium Chloride in Textiles Using Lc/Ms/Ms

Aynı zamanda BZK, alkildimetilbenzilamonyum klorür ve ADBAC olarak da isimlendirilen benzalkonyum klorür, kuaterner amonyum grubuna ait bir katyonik sürfaktan ajanıdır. Kimya endüstrisinde biyosit, katyonik sürfaktan ve faz transfer ajanı olarak üç temel kullanım alanı bulunmaktadır. Benzalkonyum klorür kimyasalı, azot grubuna bağlı farklı sayıda alkil zincir uzunluklarına sahip alkylbenzildimetilamonyum klorürlerin karışımıdır [1].

*Benzalkonium chloride, also known as BZK, alkyl-dimethylbenzylammonium chloride and ADBAC, is a cationic surface-acting agent belonging to the quaternary ammonium group. It has three main areas of use; as a biocide, a cationic surfactant, and phase transfer agent in the chemical industry. The chemical is a nitrogenous mixture of alkylbenzyl-dimethylammonium chlorides of various even-numbered[1] alkyl chain lengths.*



n = 8, 10, 12, 14, 16, 18

Benzalkonyum klorürün BC50, BC80, BAC50, BAC80 gibi ticari isimleri bulunmaktadır.

*Benzalkonium chloride has trade names as BC50, BC80, BAC50 and BAC80.*

#### Bazı Uygulama Alanları

- Tekstil endüstrisinde, doğal lifleri mantar ve küf ve güvelerden korumak amacıyla kullanılmaktadır.
- Tekstil ve ayakkabı sektöründe son işlem aşamalarında antibakteriyel ajan olarak kullanılmaktadır.
- Deri, tekstil ve kâğıt endüstrilerinde ıslatmada ve akrilik liflerin katyonik boyalarla boyanması işlemi esnasında geciktirici olarak kullanılmaktadır.
- Deri endüstrisinde, derinin üzerinde küf oluşumunu durdurmaktadır ve derinin yumuşamasını, ıslanmasını ve boyanmasını kolaylaştırmaktadır.
- Farmasötik ürünlerde durulanmayan deri antiseptikleri olarak kullanılmaktadır.
- Yeni jenerasyon el temizleme jellerinde dezenfektan olarak kullanılmaktadır.
- Kozmetik ürünlerde anti-mikrobiyal olarak kullanılmaktadır.
- Yüzme havuzlarında, yer ve sert yüzey temizleyicilerde dezenfektan olarak kullanılmaktadır.

#### Some Areas of Use

- *In textile industry; as protection agent for natural fibers against mold, fungi and moth.*
- *In textile and leather (shoes) industries; added during the last steps of the process as an antibacterial agent.*
- *In leather, textile and paper industries; during wetting and as retarder during dyeing process of acrylic fibres using cationic dyes.*
- *In leather industry; for retardation of mold formation and for easier softening, wetting and dyeing of the leather.*
- *In pharmaceutical industry; as skin antiseptics and sanitizers.*
- *In cosmetics; as new generation hand cleansing disinfectants and anti-microbial agents.*
- *In swimming pools; as disinfectants (water and effluent treatment) and as algacides.*

*%10 (or more) solution of Benzalkonium chloride is toxic*

Benzalkonyum klorürün %10'luk çözeltisi (veya daha fazlası) insanlar için zehirlidir, ciltte ve mukozada tahrişe sebep olur. Çalışmalar, benzalkonyum klorürün genotoksik etkisini [2] ve alerjik reaksiyonlara neden olduğunu kanıtlamıştır. Bu nedenle ürünlerde yer alan benzalkonyum klorür içeriğinin doğrulanması önemlidir.

Bu çalışmada Shimadzu LCMS8030 Triple Quadrupole sistemiyle tekstil endüstrisinde benzalkonyum klorür bileşiklerinin yapısal tayini ile birlikte miktar tayinleri basit ve hızlı analiz yöntemleriyle tespit edilmiştir.

for human and may cause irritation in skin and mucosa. Scientific studies have proven the genotoxic effect [2] of benzalkonium chloride and have shown that it might cause allergic reactions. It is important that the content of benzalkonium chloride is verified.

In this article, Shimadzu LCMS8030 Triple Quadrupole system has been used for the fast and simple quantitative analysis of benzalkonium chloride in the textile industry.



Şekil 1. LCMS-8030 Triple Quadrupole Kütle Spektrometre Sistemi  
Figure 1. LCMS-8030 Triple Quadrupole Mass Spectrometer

Tablo 1. Analitik Koşullar

|                       |                                                 |
|-----------------------|-------------------------------------------------|
| Cihaz                 | LCMS-8030                                       |
| HPLC Sistemi          | Shimadzu Prominence LC-20A/XR                   |
| Kolon                 | Inertsil ODS-3V (2.1 mm I.D. × 100 mm L., 3 µm) |
| Mobil Faz A           | 5 mmol/L Ammonium acetate - Su                  |
| Mobil Faz B           | Asetonitril                                     |
| Akış Oranı            | 0.5 mL/min                                      |
| Enjeksiyon Hacmi      | 20 µL                                           |
| Kolon Fırın Sıcaklığı | 40°C                                            |

Table 1. Analytical Conditions

|                         |                                                 |
|-------------------------|-------------------------------------------------|
| Instrument              | LCMS-8030                                       |
| HPLC (Front-End)        | Shimadzu Prominence LC-20A/XR                   |
| Column                  | Inertsil ODS-3V (2.1 mm I.D. × 100 mm L., 3 µm) |
| Mobile Phase A          | 5 mmol/L Ammonium acetate - Water               |
| Mobile Phase B          | Acetoneitrile                                   |
| Flow Rate               | 0.5 mL/min                                      |
| Injection Volume        | 20 µL                                           |
| Column Oven Temperature | 40 °C                                           |

Tablo 2. Gradient Koşullar

| Total Time | % Mobil Faz A | % Mobil Faz B |
|------------|---------------|---------------|
| 0.00       | 30            | 70            |
| 2.00       | 30            | 70            |
| 8.00       | 10            | 90            |
| 24.00      | 10            | 90            |
| 26.00      | 2             | 98            |
| 28.00      | 2             | 98            |
| 30.01      | 30            | 70            |

Table 2. Gradient Conditions

| Total Time | % Mobile Phase A | % Mobil Phase B |
|------------|------------------|-----------------|
| 0.00       | 30               | 70              |
| 2.00       | 30               | 70              |
| 8.00       | 10               | 90              |
| 24.00      | 10               | 90              |
| 26.00      | 2                | 98              |
| 28.00      | 2                | 98              |
| 30.01      | 30               | 70              |

**Tablo 3. MS/MS Koşulları**

|                      |                                        |
|----------------------|----------------------------------------|
| MSMS Sistemi         | : Shimadzu LCMS-8030 Triple Quadrupole |
| Probe Voltage        | : 4.5 kV (ESI)                         |
| Nebulizing Gaz Akışı | : 2 L/min                              |
| Drying Gaz Akışı     | : 10 L/min                             |
| DL Temperature       | : 250°C                                |
| BH Temperature       | : 400°C                                |

**Table 3. MS/MS Conditions**

|                     |                                        |
|---------------------|----------------------------------------|
| MSMS System         | : Shimadzu LCMS-8030 Triple Quadrupole |
| Probe Voltage       | : 4.5 kV (ESI)                         |
| Nebulizing Gas Flow | : 2 L/min                              |
| Drying Gas Flow     | : 10 L/min                             |
| DL Temperature      | : 250°C                                |
| BH Temperature      | : 400°C                                |

**Tablo 4. Bileşiklerin MRM değerleri ve çarpışma enerjileri (CE).**

| Bileşik İsmi | MRM Transitions  | CE  |
|--------------|------------------|-----|
| BAC8         | 248.2/91.1/156.4 | -15 |
| BAC10        | 276.2/91.1/184.4 | -12 |
| BAC12        | 304.2/91.1/184.4 | -15 |
| BAC14        | 332.2/91.1/240.3 | -10 |
| BAC16        | 360.2/91.1/268.4 | -12 |
| BAC18        | 388.2/91.1/296.4 | -15 |

**Table 4. MRM values and collision energies (CE) for compounds.**

| Compound Name | MRM Transitions  | CE  |
|---------------|------------------|-----|
| BAC8          | 248.2/91.1/156.4 | -15 |
| BAC10         | 276.2/91.1/184.4 | -12 |
| BAC12         | 304.2/91.1/184.4 | -15 |
| BAC14         | 332.2/91.1/240.3 | -10 |
| BAC16         | 360.2/91.1/268.4 | -12 |
| BAC18         | 388.2/91.1/296.4 | -15 |

## Sonuçlar ve Yorumlar

| No | Bileşik İsimleri | Q1    | Q3    | RT (Alıkonma Zamanları) | %RSD (20pp, n=6) |
|----|------------------|-------|-------|-------------------------|------------------|
| 1  | BAC 8            | 248.1 | 90.9  | 1.98                    | 1.12             |
| 2  | BAC 12           | 304.2 | 91.1  | 4.13                    | 2.31             |
| 3  | BAC 14           | 332.2 | 91.1  | 6.81                    | 2.46             |
| 4  | BAC10            | 276.1 | 91.0  | 4.51                    | 0.75             |
| 5  | BAC 16           | 360.3 | 91.1  | 8.10                    | 1.11             |
| 6  | BAC 18           | 388.3 | 129.1 | 24.7                    | 0.81             |

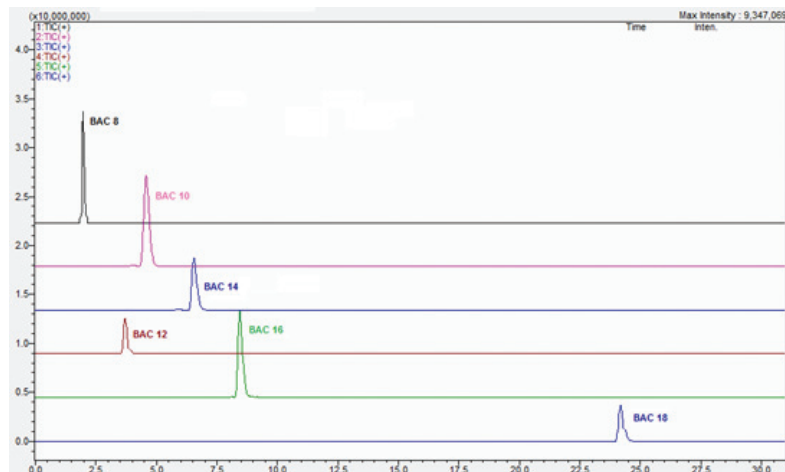
## Results and Discussion

| No | Compound Names | Q1    | Q3    | RT (Retention times) | %RSD (20pp, n=6) |
|----|----------------|-------|-------|----------------------|------------------|
| 1  | BAC 8          | 248.1 | 90.9  | 1.98                 | 1.12             |
| 2  | BAC 12         | 304.2 | 91.1  | 4.13                 | 2.31             |
| 3  | BAC 14         | 332.2 | 91.1  | 6.81                 | 2.46             |
| 4  | BAC10          | 276.1 | 91.0  | 4.51                 | 0.75             |
| 5  | BAC 16         | 360.3 | 91.1  | 8.10                 | 1.11             |
| 6  | BAC 18         | 388.3 | 129.1 | 24.7                 | 0.81             |

**Tablo 5. Bileşiklerin MRM değerleri, Alıkonma zamanları ve 0.1 ppb konsantrasyonundaki (raporlama limiti) relatif standart sapma yüzdeleri.**

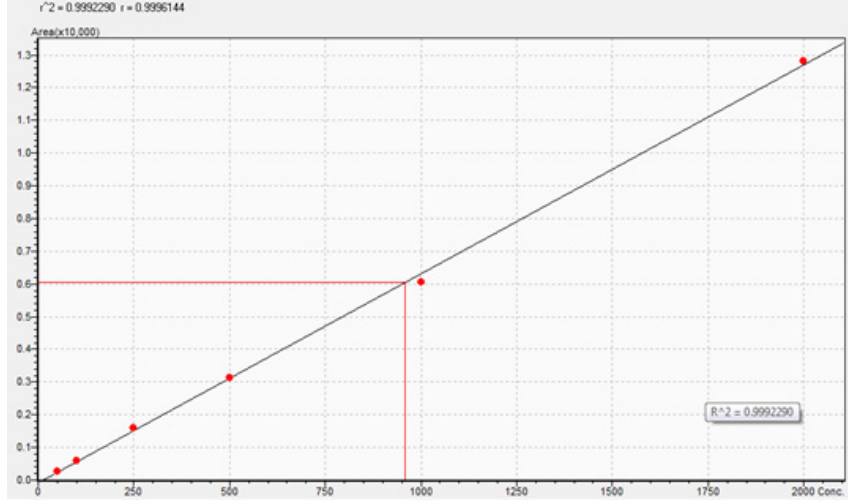
**Table 5. MRM values, retention times and relative standard deviation percentages for the compounds at 0.1 ppb concentration.**

## TIC (Toplam İyon Kromatogramı) / TIC (Total Ion Chromatogram)



**Şekil 2. Toplam İyon Kromatogramı / Figure 2. Total Ion Chromatogram**

BAC 8 için Kalibrasyon Eğrisi (20ppb - 2ppm Geniş Lineer Dinamik Aralık)  
Calibration Curve for BAC 8 (20ppb - 2ppm Wide Linear Dynamic Range)



Şekil 3. BAC 8 için Kalibrasyon Eğrisi. / Figure 3. Calibration curve for BAC 8.

#### Referanslar / References:

1. U.S. Environmental Protection Agency: Reregistration Eligibility Decision for Alkyl Dimethyl Benzyl Ammonium Chloride (ADBAC).
2. Benzalkonium chloride (BAC) and dimethyldioctadecyl-ammonium bromide (DDAB), two common quaternary ammonium compounds, cause genotoxic effects in mammalian and plant cells at environmentally relevant concentrations, F. Ferk, M. Mišík<sup>1</sup>, C. Hoelzl, M. Uhl<sup>2</sup>, M. Fuerhacker<sup>3</sup>, B. Grillitsch<sup>4</sup>, W. Parzefall, A. Nersesyan, K. Mičeta<sup>1</sup>, T. Grummt<sup>5</sup>, V. Ehrlich and S. Knasmüller.\*