

Evaluation de la comparabilité des solutions commerciales d'alkylbenzène sulfonates linéaires (LAS)

J. Beaumont, N. Huynh, A. Assoumani, A. El Masri,
B. Bonnaud, B. Lalère

Mars 2023

Note de synthèse

En partenariat avec



Avec le soutien de



Contexte de programmation et de réalisation

Cette synthèse a été réalisée dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2022-2023, au titre de l'action « Thème E - Garantir la qualité des données bancarisées ».

Auteur (s) :

Jérôme Beaumont
INERIS
Jerome.beaumont@ineris.fr

Nina Huynh
INERIS
Nina.huynh@ineris.fr

Azziz Assoumani
INERIS
Azziz.assoumani@ineris.fr

Ahmad El-Masri
INERIS
Ahmad.el-masri@ineris.fr

Bertille Bonnaud
LNE
Bertille.bonnaud@lne.fr

Béatrice Lalère
LNE
Beatrice.lalere@lne.fr

Vérification du document :

Jean-Philippe Ghestem
BRGM
jp.ghestim@brgm.fr

Les correspondants

OFB : Nicolas Gaury, nicolas.gaury@ofb.gouv.fr

Etablissement : Nina Huynh, nina.huynh@ineris.fr

Référence du document : J. Beaumont, N. Huynh, A. Assoumani, A. El Masri, B. Bonnaud, B. Lalère - Evaluation de la comparabilité des solutions commerciales d'alkylbenzène sulfonates linéaires (LAS) - Rapport AQUAREF 2023 - 76 p

Droits d'usage :	<i>Accès public</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

Sommaire

1. CONTEXTE ET OBJECTIFS	5
1.1 Présentation des alkylbenzènes sulfonates linéaires	5
1.2 Surveillance et réglementation	5
1.3 Enjeux analytiques pour la surveillance	6
1.4 Objectifs de l'étude.....	9
2. ANALYSE D'ETALONS D'ALKYLBENZENE SULFONATES LINEAIRES	9
2.1 Méthodes analytiques	9
2.2 Solutions d'étalons évaluées.....	9
2.3 Comparaison des mélanges	14
2.3.1 Différences entre les formes LAS, BAS et p-n-LAS	14
2.3.2 Différences entre les formes acides et sodiques.....	18
2.3.3 Distribution des congénères dans les mélanges LAS	19
3. CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	21
4. REFERENCES	23
5. LISTE DES ANNEXES	24

1. Contexte et objectifs

1.1 Présentation des alkylbenzènes sulfonates linéaires

Les alkylbenzènes sulfonates linéaires (LAS pour Linear Alkylbenzene Sulfonates en anglais) sont des tensioactifs anioniques utilisés dans diverses applications allant de produits ménagers aux produits de soins personnels. Les tensioactifs sont des composés présentant la particularité d'être amphiphiles. Dans le cas des LAS, la tête sulfonate présente des caractéristiques hydrophiles alors que la queue alkylbenzène est hydrophobe (Figure 1).

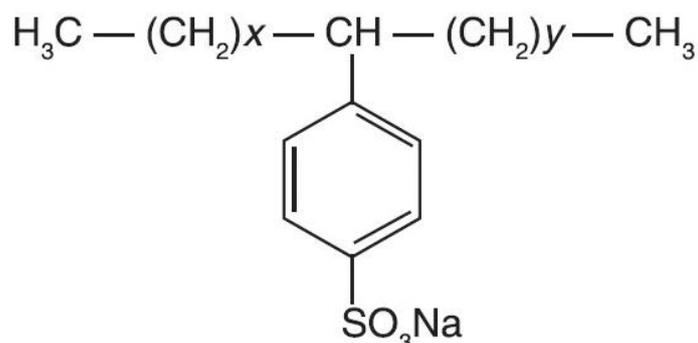


Figure 1 : Structure générale des LAS sous forme de sel de sodium

Les principaux LAS sont constitués d'une chaîne alkyle linéaire, possédant généralement entre 10 et 14 atomes de carbone (*i.e.*, C10 à C14). Sur celle-ci, un cycle aromatique, avec un groupement sulfonate greffé en position para de la chaîne alkyle, est fixé sur possiblement tous les carbones, excepté les carbones terminaux. Ces substances constituent l'une des plus anciennes familles de tensioactifs, bien qu'historiquement, les premières formes soient constituées de chaînes ramifiées, et ainsi dénommées BAS pour *Branched Alkylbenzene Sulfonates*. Cette forme ramifiée a été petit à petit remplacée par la forme linéaire, LAS, qui semble posséder de meilleures capacités détergentes notamment avec de l'eau dure [1] et se dégrade légèrement mieux que son équivalent ramifié [2]. D'après un rapport de l'OCDE [3], les solutions de LAS commerciales sont constituées de mélanges dans lesquels la longueur moyenne de la chaîne alkyle se situe entre 11,7 et 11,8 selon les régions. Notamment, en Europe, ce rapport donne des proportions de l'ordre de 8 à 20 % pour le C10, 19 à 39 % pour le C11, 20 à 50 % pour le C12, 5 à 23 % pour le C13 et 1 à 3 % pour le C14. Il est à noter que ces proportions ont été déterminées indépendamment de la position du cycle sur la chaîne carbonée. Par ailleurs, malgré une distinction existante entre les LAS appelés « soft type », et les mélanges BAS dénommés « hard type » pour les mélanges industriels et analytiques (étalons), des confusions ou erreurs sont régulièrement retrouvées.

1.2 Surveillance et réglementation

A la suite de l'étude Emergents Nationaux (EMNAT) menée en 2018, les LAS ont été identifiés comme étant des substances critiques dans les compartiments eaux et sédiments [4]. En effet, ces campagnes d'analyses indiquent une présence fréquente dans les échantillons étudiés, mais également une fréquence de dépassement de la PNEC (Predicted Non Effect Concentration) supérieure à 35 %.

Ces observations ont amené à l'intégration de cette famille de tensioactifs anioniques (pour les congénères C10 à C14) dans la liste des Substances Pertinentes à Surveiller (SPAS), et seront donc suivis dans les eaux de surface et les sédiments à partir du milieu du nouveau cycle de surveillance (2025) [5].

1.3 Enjeux analytiques pour la surveillance

Les LAS sont principalement des mélanges d'isomères (différentes positions du groupement aromatique sur la chaîne alkyle) et congénères (différentes longueurs de la chaîne alkyle) ce qui entraîne des difficultés quant à leur nomenclature, la disponibilité d'étalons analytiques clairement définis et leur mesure. Des problèmes similaires avaient été rencontrés pour l'analyse des alkylphénols qui ont déjà fait l'objet d'une note de synthèse similaire permettant d'évaluer les solutions étalons commerciales [6]. De la même manière que pour les alkylphénols, les numéros d'identification CAS pour ces substances sont peu clairs, notamment car ils désignent généralement des mélanges plutôt que des composés individuels (Tableau 1).

D'un point de vue réglementaire, l'arrêté de surveillance du 26 avril 2022 exige la surveillance des LAS C10 à C14 (Code SANDRE 8321) tel que décrits par les numéros SANDRE correspondants aux substances individuelles, à savoir le 8316, 8317, 8318, 8319 et 8320. Ces fiches sont cependant ambiguës puisque les fiches individuelles décrivent la « *Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramifications possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle* » alors que la fiche du mélange spécifie que c'est la somme des LAS, et donc, des linéaires, qui est visée (Annexe 1). Dans les deux cas (mélange ou individuels), il est cependant précisé que ce sont les formes acides qui font l'objet des fiches, et donc de la surveillance, mais que pour ces formes, les numéros CAS ne sont pas définis.

Le tableau 1 compile les différents CAS retrouvés chez les fournisseurs et dans la littérature pour désigner différents mélanges et différentes formes LAS, BAS et p-n-LAS.

D'autre part, les étalons sont disponibles sous forme de sels (principalement sodium, mais existent aussi en potassium ou calcium) ou sous leur forme acide alors qu'ils sont analysés sous forme ionique ce qui pose des questions quant aux potentielles différences pouvant être observées vis-à-vis des concentrations reportées. En fonction des fournisseurs, les mélanges d'étalons peuvent aussi regrouper un nombre plus ou moins important de chaînes alkyles de longueurs différentes. De plus, la distinction entre les formes BAS, LAS et les formes linéaires pour lesquelles le cycle est greffé sur la position para du carbone terminal (p-n-LAS) est source de confusion (Figure 2).

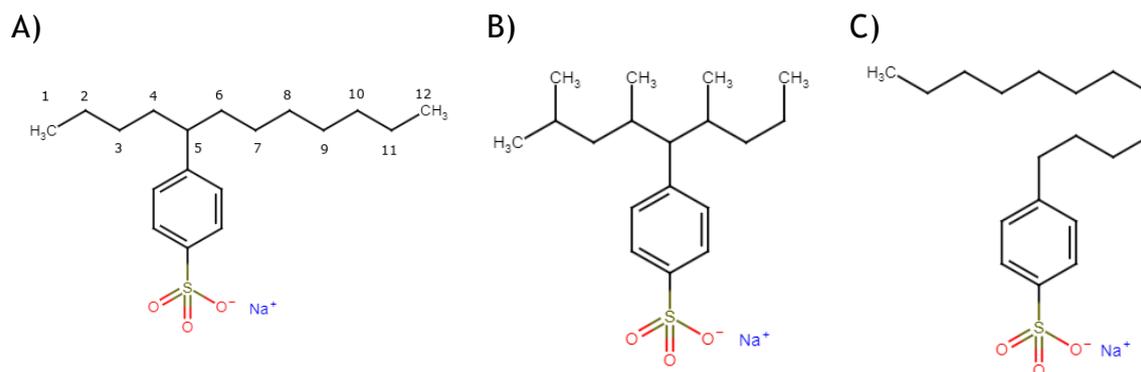


Figure 2 : Différences entre les formes sodiques de A) LAS, B) BAS et C) p-n-LAS avec une chaîne alkyle à 12 carbones

Enfin, à la suite de différentes campagnes d'analyse précédemment menées (Emergents Nationaux 2018 [4]), des problèmes liés à la maîtrise de la contamination des échantillons ont été observés. Pour répondre à cette dernière problématique, une enquête sur les sources de contamination aux LAS lors de l'étape d'échantillonnage et une fiche méthode pour l'analyse de ces composés sont en cours dans le cadre du programme Aquaref 2022/2023.

Tableau 1 : Recensement des numéros d'identification utilisés pour désigner les différentes formes d'alkylbenzène sulfonates (fournisseurs, littérature)

Forme chimique	Longueur chaîne alkyle	CAS d'alkylbenzène sulfonate linéaire (LAS)	CAS d'alkylbenzène sulfonate ramifié (BAS)	CAS Forme linéaire sur carbone terminal en position para (p-n-LAS)	CAS Forme linéaire sur carbone terminal en position ortho (o-n-LAS)	CAS Forme linéaire sur carbone terminal en position méta (m-n-LAS)	SANDRE d'alkylbenzène sulfonate linéaire (LAS)
Sel de sodium	C ₈			6149-03-7			
Sel de sodium	C ₁₀	1322-98-1	1322-98-1	2627-06-7			
Sel de sodium	C ₁₁		27636-75-5	20466-34-6			
Sel de sodium	C ₁₂	25155-30-0	25155-30-0	2211-98-5	15163-46-9	19589-59-4	
Sel de sodium	C ₁₃	26248-24-8	26248-24-8	14356-40-2	26248-24-8		
Sel de sodium	C ₁₄	27636-75-5	28348-61-0	1797-33-7 28348-61-0 139878-55-0			
Sel de sodium	C ₁₀ -C ₁₄	69669-44-9 85117-50-6	25155-30-0				
Sel de sodium	C ₁₀ -C ₁₃	68411-30-3 90194-45-9 127184-52-5					
Sel de sodium	C ₁₀ -C ₁₆	68081-81-2 68584-22-5 67762-46-3					
Acide	C ₈			17012-98-5			
Acide	C ₁₀						8316
Acide	C ₁₁						8317
Acide	C ₁₂				85526-14-7		8318
Acide	C ₁₃				531501-83-4		8319
Acide	C ₁₄						8320
Acide	C ₁₀ -C ₁₄	121-65-3 144796-95-2 27176-87-0					8321
Acide	C ₁₀ -C ₁₃	85536-14-7					

1.4 Objectifs de l'étude

Les LAS sont donc des polluants fréquemment retrouvés dans les eaux et ont été inclus dans la liste du nouveau cycle de surveillance des eaux (2022-2027) [5]. Suite aux difficultés rencontrées lors de l'étude précédente visant à développer une méthode d'analyse pour cette famille de composés dans les eaux de surface [7], ce présent document vise à identifier précisément des étalons adaptés à la quantification des LAS dans les eaux de surface. Pour cela, différents mélanges d'étalons ont été acquis auprès de différents fournisseurs afin de les caractériser. Cette étude a pour objectifs d'identifier les différences entre les appellations (LAS, BAS ou n-LAS), les formes (sels ou acides) ou encore les nomenclatures (n° CAS) et de déterminer la proportion de chaque congénère dans les mélanges. Ce travail permettra de fournir un maximum d'informations et des recommandations aux laboratoires qui seront en charge des analyses dans un cadre réglementaire. En parallèle, un travail est également mené afin de valider, selon la NF T90 210, la méthode d'analyse précédemment développée [7] dans le cadre de l'action D1.1c Aquaref.

2. Analyse d'étalons d'alkylbenzène sulfonates linéaires

2.1 Méthodes analytiques

Lors de ce travail, une première méthode a été mise en place par chromatographie en phase liquide couplée à un détecteur de fluorescence (Dionex Ultimate 3000, Thermo Scientific) afin de caractériser les différentes formes d'alkylbenzène sulfonate (BAS, LAS et p-n-LAS). Cette méthode s'appuie sur une élution en mode isocratique, à l'aide d'une phase mobile composée de méthanol et d'eau Milli-Q avec 2 mM d'acétate d'ammonium et 0,1 % d'acide acétique (80/20, v/v) et une séparation sur une colonne C18 (XBridge 150 mm × 2,1 mm, 3,5 µm, Waters). La réponse a été suivie par fluorescence avec des longueurs d'ondes de 221 nm et 284 nm respectivement pour l'excitation et l'émission.

Par la suite, une méthode en chromatographie liquide couplée à un spectromètre de masse triple quadrupôle (Acquity TQD, Waters) et opérant en mode d'ionisation négatif, a été utilisée afin de déterminer la répartition des différents congénères dans les solutions étalons. Cette technique, plus sensible, permet également de différencier de manière plus précise les congénères entre eux. La méthode chromatographique est identique à celle utilisée précédemment en fluorescence et les paramètres spectrométriques sont décrits en Annexe 2.

2.2 Solutions d'étalons évaluées

Pour cette étude, des étalons et mélanges d'étalons analytiques ont été achetés auprès de fournisseurs différents. Les mélanges diffèrent en termes de forme des composés (formes acide ou sodique), en termes de nature (p-n-LAS, BAS ou LAS) et en termes de nomenclature (dénomination commerciale et référencement CAS). Les solutions achetées, leur description par le fournisseur et leurs références sont regroupées dans le Tableau 2. Les certificats d'analyse correspondant à chacun de ces étalons sont également disponibles en Annexe 3 de ce rapport.

Tableau 2 : Description des différents étalons et mélanges d'étalons étudiés

Dénomination commerciale	Fabricant / Revendeur	Référence	Lot	Prix	Format du produit	N°CAS indiqué	Pureté (%) mesurée (certificat)	Technique de caractérisation (certificat)	Date du contrôle
Sodium 4-n-octylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675029	800384	130,00€	1 mL - 100 µg/mL méthanol	6149-03-7	99,90	HPLC-UV	05/02/2021
Sodium p-n-decylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675104	800383	150,00€	1 mL - 100 µg/mL méthanol	2627-06-7	99,90	HPLC-UV	28/01/2021
Sodium p-n-undecylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675105	800382	135,00€	1 mL - 10 µg/mL méthanol	20466-34-6	99,90	HPLC-UV	28/01/2021
Sodium p-n-dodecylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675106	800381	130,00€	1 mL - 100 µg/mL méthanol	2211-98-5	99,80	Non précisée	28/01/2021
Sodium p-n-tridecylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675107	800380	130,00€	1 mL - 100 µg/mL méthanol	14356-40-2	99,50	HPLC-UV	28/01/2021
Sodium p-n-tetradecylbenzenesulfonate	HPC / Techlab	675108	800379	195,00€	1 mL - 100 µg/mL méthanol	1797-33-7	99,10	HPLC-UV	28/01/2021
Dodecylbenzenesulfonic acid (soft type) (LAS 12)	HPC / Techlab	675035	813979	150,00€	100 mg -Liquide, visqueux	27176-87-0	74,20 ± 5	RMN	08/11/2022
Sodium Dodecylbenzenesulfonate (soft type) (LAS 10-14)	HPC / Techlab	675032	784568	108,00€	100 mg - Solide, poudre	69669-44-9	96,90 ± 0,5	Non précisée	27/02/2018
Sodium Dodecylbenzenesulfonate (hard type) (ABS 10-14)	HPC / Techlab	675034	784261	108,00€	100 mg - Solide, poudre	25155-30-0	99,60	Non précisée	29/06/2018

Dénomination commerciale	Fabricant / Revendeur	Référence	Lot	Prix	Format du produit	N° CAS indiqué	Pureté (%) mesurée (certificat)	Technique de caractérisation (certificat)	Date du contrôle
Dodecylbenzenesulfonic acid (mixture of isomers) technical grade	TRC / LGC Standards	D494568	5-SCZ-184-1	60,08€	50 mL - Liquide, visqueux	121-65-3	Technique	RMN	18/07/2022
Dodecylbenzenesulfonate, mix of linear C10-C14	Chiron / BCP Instruments	8106.18	9881	137,00€	100 mg - Solide, gel	69669-44-9	92 ^a ± 4	LC-UV	10/05/2022
Dodecylbenzenesulfonate, mix of branched C7-C18	Chiron / BCP Instruments	3723.18	8513	129,00€	100 mg - Solide, poudre	69669-44-9	90 ^b ± 4	LC-UV	12/05/2022
Dodecylbenzenesulfonate, acid mix of linear C10-C13	Chiron / BCP Instruments	3722.18	7641	145,00€	100 mg - Liquide, visqueux	27176-87-0	98,6 ± 1,5	LC-UV	10/03/2021
Alkylbenzene sulfonic acid	Chemservice / Greyhound Chromatography	NG-S649	13175300	42,89€	1 g - Liquide, visqueux	27176-87-0	Pas de certificat d'analyse fourni		
Sodium dodecylbenzenesulfonate	Sigma-Aldrich / Sigma-Aldrich	PHR1305	LRAC9148	74,80€	1 g - Solide, poudre	25155-30-0	49,2 ± 2 (de carbone)	TOC	22/06/2022
4-Dodecylbenzenesulfonic acid	Sigma-Aldrich / Sigma-Aldrich	44198	BCCG5547	50,20€	250 mL - Liquide, visqueux	121-65-3	102,2	Titration et RMN	10/09/2021

Dénomination commerciale	Fabricant / Revendeur	Référence	Lot	Prix	Format du produit	N° CAS indiqué	Pureté (%) mesurée (certificat)	Technique de caractérisation (certificat)	Date du contrôle
Sodium dodecylbenzenesulfonate (soft type)	TCl / Santa Cruz Biotechnology	SC-485007	D2722	43,00€	25 g - Solide, crémeux	69669-44-9	64,8	Dispersion de phase	27/04/2027 ^c
4-Dodecylbenzenesulfonic acid	Santa Cruz Biotechnology	SC-226619	D2522	56,00€	250 mL -Liquide, visqueux	121-65-3	102,2	Titration	25/04/2027 ^c
Sodium dodecylbenzenesulfonate	TCl / Santa Cruz Biotechnology	SC-251021	D1122	36,00€	25 g - Solide, poudre	25155-30-0	101,7	Gravimétrie	11/04/2027 ^c
Linear alkylbenzenesulfonic acid	Santa Cruz Biotechnology	SC-300919	H2117	52,00€	250 mL - Liquide, visqueux	68584-22-5	97,99	Non précisée	Non précisée
Acide sulfonique dodécylbenzène, mélange isomères C10-C13	ACROS / Thermoscientific	325905000	A0425356	107,00€	500 g - Liquide, visqueux	85536-14-7	96,9 ^d (d'acide sulfonique)	Non précisée	14/12/2020

^a Distribution détaillée : 8,9 % C₁₀ ; 36,6 % C₁₁ ; 31,3 % C₁₂ ; 23,2 % C₁₃ ; traces C₁₄ (Analyse LC/MS non accréditée)

^b Distribution détaillée : 1,3 % C₇, 4,9 % C₈, 4,8 % C₉ ; 5,5 % C₁₀ ; 7,4 % C₁₁ ; 50,4 % C₁₂ ; 10,6 % C₁₃ ; 5,9 % C₁₄ ; 4,8 % C₁₅ ; 2,5 % C₁₆ ; 1 % C₁₇ ; 0,6 % C₁₈ (Analyse LC/MS non accréditée)

^c Seule la date de fin de validité des conditions du test est fournie

^d Distribution détaillée distribution du parent n-alkylbenzène fournie après demande auprès du fournisseur : <1 % C₉ ; 8-16 % C₁₀ ; 26-38 % C₁₁ ; 26-38 % C₁₂ ; 15-27 % C₁₃ ; <2,5 % C₁₄ (Analyse GC)

Sur la base des certificats, en Annexe 3, les points clefs suivants sont à souligner :

Les numéros CAS :

Tout d'abord, Chiron / BCP Instrument fournit le même numéro CAS pour ses mélanges LAS et BAS. Le mélange BAS précédemment évoqué devrait *a priori* plutôt être désigné par le numéro CAS 25155-30-0 qui semble se référer aux formes BAS. Pour les références SC-251021 et PHR1305 qui portent ce CAS 25155-30-0, l'arrangement de la chaîne alkyl (BAS ou LAS) n'est pas précisé dans la dénomination commerciale, mais un mélange dénommé « linear » existe chez Santa Cruz Biotechnology avec un numéro CAS 69669-44-9, laissant penser que le mélange désigné par le numéro CAS 25155-30-0 correspond effectivement aux formes BAS. Certains fournisseurs peuvent donc attribuer des CAS erronés à leurs mélanges étalons. Il convient d'être vigilant sur ces informations lors des achats de produits.

Les descriptions :

Outre les numéros CAS et les dénominations commerciales discutées précédemment, les certificats d'analyse font également mention d'une formule chimique et d'une masse molaire. Pour les solutions de p-n-LAS (HPC), cette observation n'a rien d'anormal puisque ce sont des solutions individuelles. En revanche, il est également possible de remarquer qu'une formule unique et une masse molaire unique sont fournies pour certains étalons qui sont des mélanges de congénères. Ces formules et masses uniques représentent en réalité une formule moyenne et une masse molaire moyenne des composés du mélange qui correspondent donc à la formule et masse du congénère en C12, puisque la plupart sont des mélanges de congénères C10 à C14. Seule la référence 3723.18 est un mélange de congénères C7 à C18 et ne fait pas mention de masse molaire et sa formule brute est donnée avec une formule du type $C_{6+n}H_{2n+1}SO_3Na$ avec n allant de 7 à 18. La distinction est également faite entre les formes acides et sodiques avec une masse molaire moyenne de 326,49 ou 348,18 g/mol, respectivement, et la présence ou non du sodium dans la formule donnée.

Les méthodes de caractérisation/détermination de la pureté :

Il est intéressant de noter la diversité des méthodes de caractérisation employées, allant du titrage par la soude aux analyses par chromatographie liquide couplée à une détection UV-Visible. Ceci rend difficile la comparaison des pourcentages de pureté annoncés par les différents fournisseurs. Par ailleurs, les mélanges fournis par BCP instrument (produits par Chiron) sont les seuls de la liste pour lesquels une indication de la distribution des congénères dans les mélanges est fournie sur les certificats d'analyses, bien qu'à titre indicatif. Une indication de distribution du composé parent, le n-alkylbenzène servant à la production des LAS, a également pu être obtenue sur demande auprès de ThermoScientific (solution produite par ACROS). Dans les deux cas, les distributions correspondent aux ordres de grandeurs reportés dans le rapport de l'OCDE pour les solutions retrouvées en Europe [3].

Par ailleurs, seules les références 8106.18 et 3723.18 de chez Chiron ont été caractérisées par des méthodes accréditées d'après les certificats fournis.

L'homogénéité des étalons :

D'après les renseignements fournis sur les certificats, une majorité des fournisseurs ne précise pas les conditions d'homogénéité et stabilité de ces étalons. Seule la référence PHR1305 de Sigma-Aldrich précise qu'une prise d'essai de 50 mg au minimum est recommandée et que l'homogénéité du produit a été évaluée par échantillonnage stratifié aléatoire. En ce qui concerne les solutions de p-n-LAS individuelles, il est précisé que la solution est homogène mais sans plus d'indications. Les certificats des étalons provenant de chez BCP Instruments précisent quant à eux que l'homogénéité des produits n'a pas été évaluée. Pour les autres étalons de la liste étudiée, aucune mention de cette notion n'est faite.

Les prix :

Les prix des étalons étudiés varient entre 36 et 150€ pour les mélanges de BAS et LAS. Pour un fournisseur donné, il semble y avoir une tendance des prix en fonction de la forme des composés. En effet, les formes BAS sont généralement les moins chères, suivies des LAS sous forme de sel de sodium, puis des LAS sous forme acide. Enfin, les p-n-LAS sont les formes les plus chères mais ce sont également les seules formes qui peuvent être aisément trouvées sur le marché sous forme individuelle.

Les conditions de stockage :

Enfin, il existe des différences en ce qui concerne les recommandations de stockage des étalons. Alors que Techlab recommande de stocker ses étalons à 20°C dans le noir, Chiron et Chemservice recommandent seulement de les stocker à température ambiante. En revanche, il est recommandé de stocker l'étalon provenant de TRC à 4°C. En ce qui concerne les autres étalons étudiés ici, aucune précision n'est apportée par les fabricants ou revendeurs.

2.3 Comparaison des mélanges

2.3.1 Différences entre les formes LAS, BAS et p-n-LAS

Dans cette partie, nous nous intéresserons uniquement aux étalons sous forme de sels de sodium pour effectuer les comparaisons. La Figure 3 présente les chromatogrammes LC-Fluo des 3 formes discutées précédemment (LAS, BAS et p-n-LAS) obtenues auprès d'un même fournisseur. Les numéros CAS donnés pour ces étalons semblent bien correspondre aux formes annoncées par le fournisseur (Tableau 1, Tableau 2).

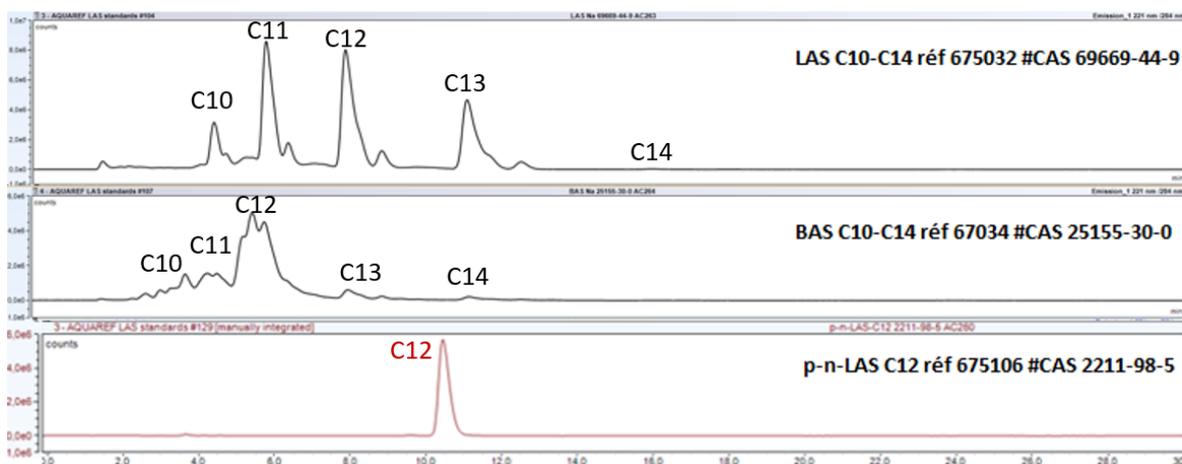


Figure 3 : Chromatogrammes LC-fluo d'un mélange de LAS, de BAS et d'un p-n-LAS, sous forme de sel de sodium, obtenus auprès de Techlab.

Cette analyse révèle des différences très marquées entre ces trois formes. Alors que le mélange de LAS montre un profil où les congénères aux différentes longueurs de chaînes semblent bien séparés, le profil du mélange de BAS ne montre pas une séparation des congénères aussi nette. Concernant les formes p-n-LAS, seul le congénère C12 est présenté en Figure 3 et montre un pic unique bien gaussien. Les mêmes observations peuvent être effectuées sur les autres congénères de p-n-LAS dont les profils sont disponibles en Figure A de l'Annexe 4. Par comparaison des temps de rétention, les congénères des formes BAS sont moins retenus que leurs homologues LAS, eux-mêmes moins retenus que les p-n-LAS correspondants, avec des différences pouvant être de l'ordre de la minute. Les différentes formes d'alkylbenzène sulfonate peuvent donc être distinguées par simple chromatographie.

Par la suite, les mélanges d'étalons obtenus auprès de différents fournisseurs pour les formes LAS d'une part (Figure 4), et les formes BAS d'autre part (Figure 5), ont été comparés entre eux.

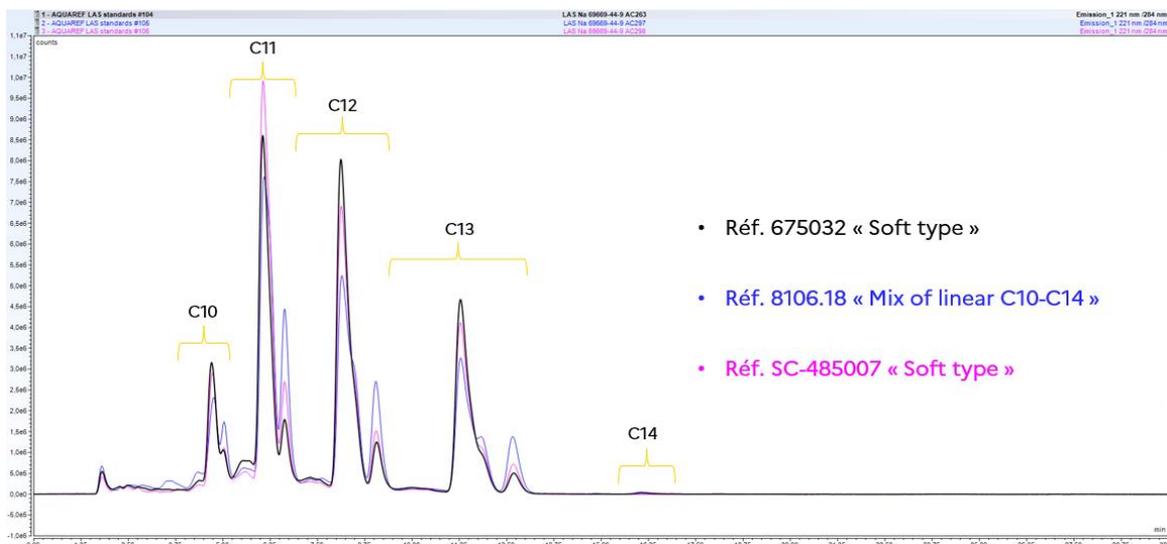


Figure 4 : Chromatogrammes LC-fluo de différents mélanges de LAS obtenus auprès de Teclab, BCP Instrument et Santa Cruz Biotechnology

Les trois mélanges d'étalons présentés sur la Figure 4, dont la dénomination commerciale fait référence aux formes LAS C10-C14, sont désignés par le même numéro CAS 69669-44-9 qui correspond effectivement à cette forme (Tableau 2). Les trois mélanges d'étalons présentent des profils similaires avec une légère différence en termes de distribution des congénères. En particulier, l'étalon de référence 8106.18 montre, pour chaque congénère, un premier pic moins intense que pour les 2 autres références et un second pic plus intense que les deux autres mélanges d'étalons présentés, suggérant une répartition plus homogène du mélange d'isomères pour chaque congénères.

Contrairement aux LAS, les mélanges de BAS sont plus difficiles à identifier, tant par leur dénomination commerciale que par les numéros CAS fournis. En effet, seule la référence 67034 correspond à une forme BAS par les deux critères cités précédemment (*i.e.*, « Sodium Dodecylbenzenesulfonate (hard type) (ABS 10-14) » et CAS 25155-30-0). La référence 3723.18 est désignée comme un mélange de formes ramifiées, mais porte le numéro CAS correspondant aux formes LAS. Il a cependant un profil similaire aux BAS, et montre la présence de chaînes alkyle plus courtes, ce qui correspond à sa dénomination et à son certificat d'analyse.

Les références PHR1305 et SC-251021 portent le numéro CAS 25155-30-0, qui selon le rapport de l'OCDE peut correspondre soit à un mélange de formes BAS sous forme de sel ou à un LAS en C12 ou un BAS de longueur de chaîne C12 sous forme sel (Tableau 1). Afin de tenter de clarifier la forme à laquelle ce numéro CAS fait référence, une interrogation de la base CAS a été effectuée afin de récupérer la fiche correspondante (Annexe 5), qui ne donne pas d'informations plus précise quant à l'arrangement de la chaîne.

Etant donné la disponibilité de la référence 67034 dans cette étude, dont la dénomination commerciale laisse penser à un mélange BAS, le choix s'est porté sur la comparaison avec les étalons de la forme BAS. Cependant la dénomination commerciale de ces deux étalons (PHR1305 et SC-251021) reste floue quant à l'arrangement de la chaîne alkyle. La référence SC-251021 montre un profil très

similaire aux deux autres mélanges identifiés comme BAS (références 67034 et 3723.18), suggérant l'utilisation d'un numéro CAS cohérent. Cependant, le profil chromatographique de la référence PHR1305 est semblable aux profils obtenus pour les formes LAS (Figure 4) et suggère donc une incohérence dans l'attribution du numéro CAS. Pour ce dernier étalon, il est également intéressant de noter que la représentation moléculaire disponible sur le certificat d'analyse (Annexe 3) montre une forme p-n-LAS. Cet exemple illustre ainsi parfaitement la confusion qui peut découler des incohérences sur ce type de molécules entre composition, numéro CAS et certificat.

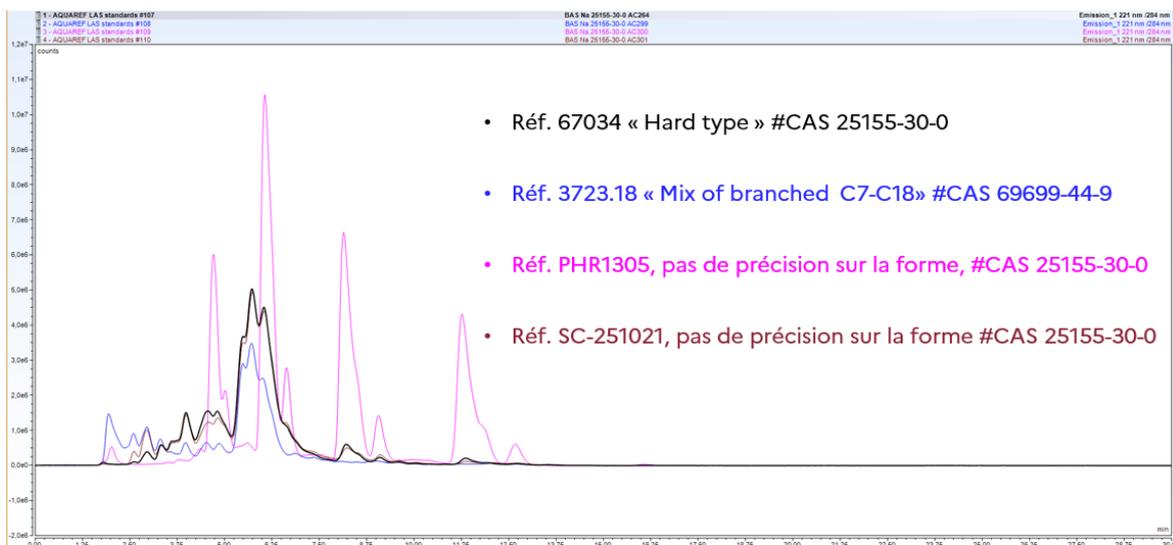


Figure 5 : Chromatogrammes LC-fluo de différents mélanges de BAS

En ce qui concerne les p-n-LAS, ils présentent la particularité d'être plus aisément trouvés dans le commerce sous forme individuelle par comparaison aux LAS et BAS. D'un point de vue chromatographique, ils sont bien séparés aussi bien les uns des autres que de leurs homologues sous forme LAS (Figure 6).

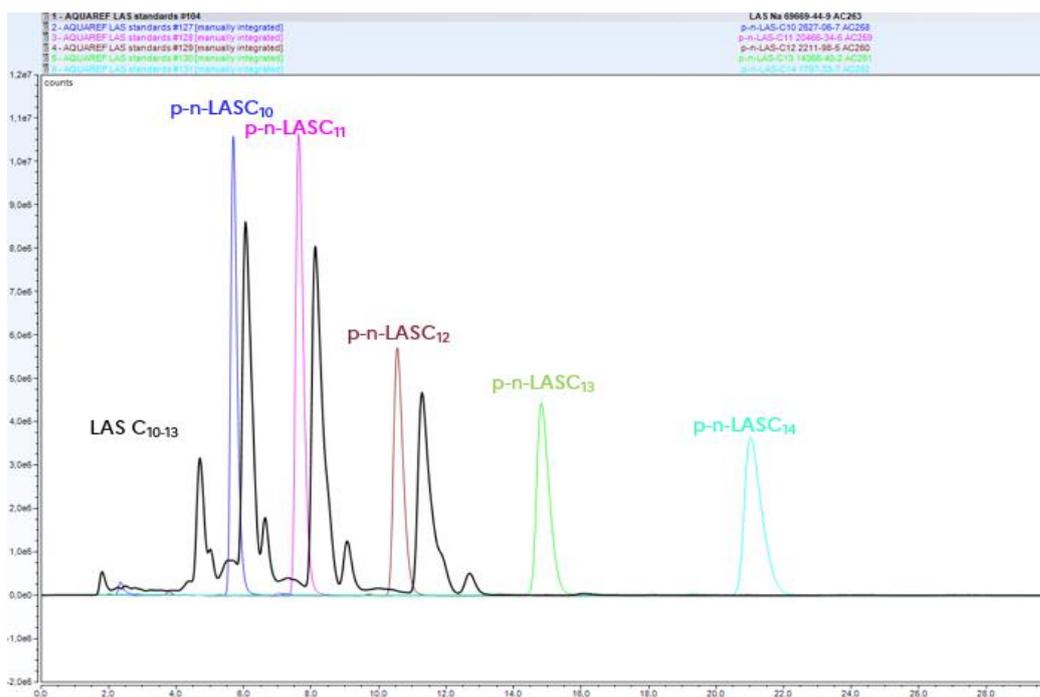


Figure 6 : Chromatogrammes LC-fluo des p-n-LAS et d'un mélange de LAS (Référence 67032)

D'un point de vue spectrométrie de masse, les p-n-LAS se distinguent également de leurs homologues LAS et BAS. En effet, trois transitions sont observées pour chaque longueur de chaîne quelle que soit la forme de l'alkylbenzène sulfonate. Cependant, c'est au niveau du ratio de ces transitions que la différence est effectuée (

Tableau 3).

Tableau 3 : Proportion relative de l'intensité de chaque transition m/z observée pour le congénère C12 dans des mélanges LAS, BAS et p-n-LAS

Transition m/z	BAS	LAS	p-n-LAS
325 > 183,1	79 %	74 %	12 %
325 > 119,1	18 %	23 %	4 %
325 > 170	3 %	3 %	84 %

Alors que les formes BAS et LAS montrent une prédominance pour la transition 325 > 183,1, c'est la transition 325 > 170 qui est majoritaire pour le p-n-LAS en C12. Cette observation est confirmée quelle que soit la longueur de chaîne étudiée (Annexe 6).

2.3.2 Différences entre les formes acides et sodiques

Une comparaison a été effectuée entre les formes acides et sodiques de mélanges de LAS. Pour les étalons sous forme acide, il est intéressant de remarquer l'utilisation d'une plus grande diversité de numéros CAS (Tableau 1).

- Les profils de ces mélanges étalons sont présentés en Figure B de l'Annexe 4 et confirment que tous ces étalons sous forme acide se réfèrent bien à des formes LAS.
- Trois d'entre eux (de références D494568, SC-226619 et 44198) portent le même numéro CAS 121-65-3 et montrent des profils identiques.
- Trois autres mélanges d'étalons sous forme acide (de références 675035, 3722.18 et NG-S649) portent le numéro CAS 27176-87-0 mais présentent des distributions plus diverses et toutes différentes des trois premiers mélanges, notamment la référence NG-S649 pour laquelle la proportion du congénère C13 est majoritaire.
- Enfin les numéros CAS 85536-14-7 et 68584-22-5 sont également utilisés et les profils correspondants sont proches des références précédentes.

Les formes sodiques des mélanges de LAS ont été discutés dans le paragraphe 2.3.1 et ont été présentés en Figure 4.

La Figure 7 présente la comparaison entre les formes acide et sodique de deux mélanges de LAS, tous deux obtenus auprès de Santa Cruz Biotechnology.

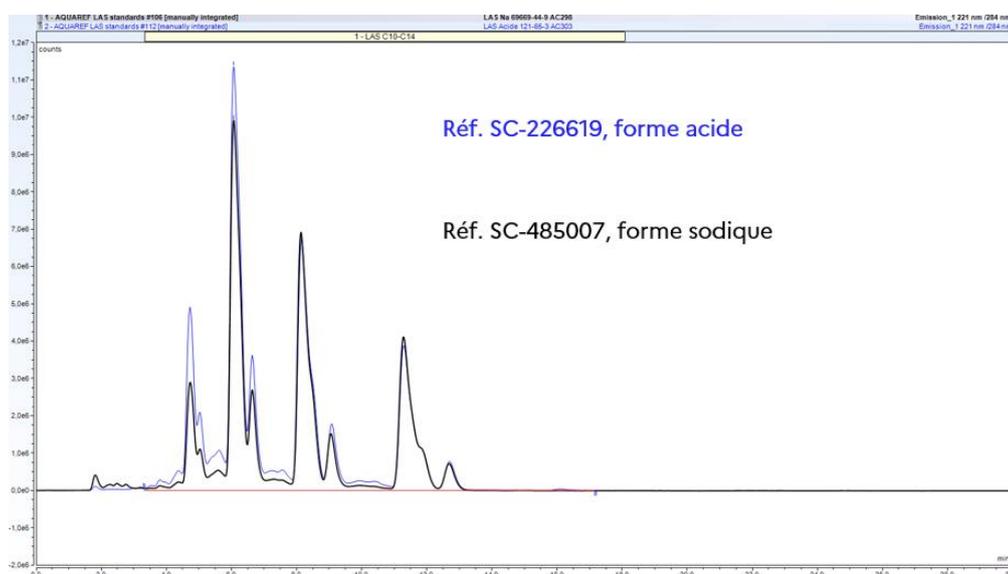


Figure 7 : Chromatogrammes LC-fluo de différentes formes chimiques de mélanges de LAS

Les deux profils sont très similaires et seule une différence en termes d'intensité est observable, notamment pour les deux premiers congénères. Les proportions des différents congénères entre les formes saline et acide peuvent ainsi différer. Les solutions étalons étant préparées par pesée de masse équivalente des composés étalons et non de LAS, la différence observée en intensité totale peut être attribuée à la part que joue le sodium dans la composition de l'étalon de référence SC-485007.

2.3.3 Distribution des congénères dans les mélanges LAS

Les étalons identifiés comme étant un mélange de LAS ont ensuite été analysés par LC-MS et LC-MSMS afin de déterminer la proportion de chaque congénère dans

les mélanges. Une comparaison avec les chromatogrammes obtenus par LC-fluo a été effectuée, montrant des profils équivalents (Figure C, Figure D et Figure E en Annexe 7). L'étape d'ionisation en LC-MS et LC-MSMS, qui aurait pu favoriser l'ionisation de certains congénères, ne semble donc pas influencer la distribution. La répartition des longueurs de chaîne a été calculée en considérant la somme des réponses des trois transitions pour tous les étalons. Les résultats sont présentés dans la Figure 8 et les détails sont disponibles dans le Tableau D en Annexe 8.

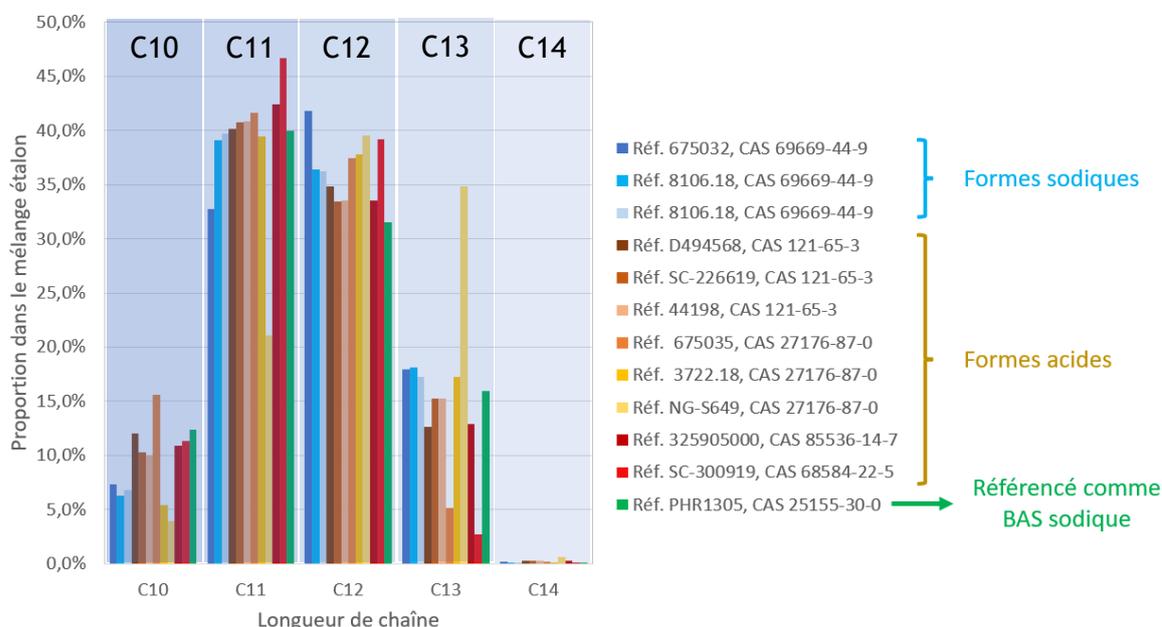


Figure 8 : Distribution de différentes longueurs de chaînes dans les mélanges étalons identifiés comme LAS

De façon globale, les distributions de ces étalons sont comparables et montrent une plus grande proportion de C11 et C12 et des traces de C14. Seule la référence NG-5649 obtenue auprès de Greyhound Chromatography se distingue nettement des autres références, notamment avec une plus grande proportion de chaînes à 13 carbones au détriment des chaînes à 10 et 11 carbones. Cet étalon est également le seul de la liste pour lequel aucun certificat d'analyse n'a pu être obtenu. Par sa distribution, il se rapproche plus d'un mélange de LAS américain d'après les données regroupées dans le rapport de l'OCDE [3] alors que les autres étalons correspondent bien aux distributions répertoriées en Europe.

Pour un même numéro CAS de mélange de LAS sous forme acide, il est intéressant de remarquer que les mélanges portant le numéro CAS 121-65-3 sont plus similaires entre eux que ceux qui portent le numéro CAS 27176-87-0 (Tableau 2). Cette observation pourrait être expliquée par le processus de synthèse de ces composés ou encore de la nature des produits initiaux servant à leur synthèse.

Les indications de proportions obtenues auprès des fournisseurs (références 8106.18 et 325905000) sont globalement proches des valeurs qui ont été calculées lors de ce travail. Il convient cependant de préciser qu'une caractérisation des étalons dans les mêmes conditions d'analyse et les mêmes configurations d'appareillage sont recommandées pour s'assurer de la comparabilité des résultats, comme appliqué dans ce rapport.

3. Conclusion et recommandations

A l'issue de ce travail, il s'avère que la distinction entre les formes LAS et BAS est aisée d'un point de vue chromatographique, mais qu'elle l'est moins en termes de nomenclature et référencement. En effet, sur les 15 mélanges commerciaux testés, nous avons pu constater deux cas où cette distinction est confuse. Dans le premier cas, le fournisseur utilise un même numéro CAS (69669-44-9) pour identifier à la fois ses mélanges LAS (référence 8106.18) et BAS (référence 3723.18). Cependant, ce fournisseur distingue bien les deux formes dans la dénomination commerciale des produits. Dans le second cas (référence PHR1305), aucune précision sur la forme n'est spécifiée dans la dénomination commerciale. Le numéro CAS utilisé pour cet étalon (25155-30-0) reste flou puisque, d'après le Tableau 1, il peut être utilisé pour un mélange BAS C10-14, un LAS de longueur C12 ou un BAS de longueur C12. Cependant, lors de ce travail, les autres mélanges portant ce numéro CAS (références 675034 et SC-25102) se réfèrent à des mélanges de BAS ce qui n'est pas le cas de cette référence PHR1305, suggérant une erreur d'attribution pour ce dernier. L'extraction de la fiche CAS correspondant pour le CAS 25155-30-0 (Annexe 5) n'a pas permis de clarifier la nature du composé désigné, illustrant ainsi la nécessité de revoir de manière plus précise le référencement de ces substances.

Les numéros CAS utilisés par les fournisseurs présentant une grande diversité et étant sujets à confusion, dans le cadre d'un suivi réglementaire, il est suggéré de se référer plutôt aux codes SANDRE pour leur désignation dans les réglementations, sous réserve de clarifications prochaines. Pour ces derniers, il est cependant nécessaire de rappeler qu'à l'heure actuelle, ces codes désignent les formes acides des LAS et non les formes ioniques qui sont dosées lors des analyses. Il conviendrait aussi d'apporter des précisions sur ces fiches SANDRE, notamment sur la configuration de la chaîne alkyle et les numéros CAS correspondants. Dans l'attente de ces modifications, le Tableau D fourni en Annexe 8 décrit 12 mélanges qui ont été identifiés comme LAS lors de ce travail et pour lesquels une indication quant à la répartition des différents congénères a été effectuée. Il est donc recommandé d'utiliser ces étalons qui ont effectivement été identifiés comme forme LAS, cependant, il est recommandé de vérifier systématiquement la répartition des différents congénères qui, ici, n'est donnée qu'à titre indicatif pour un numéro de lot donné et sur un couplage analytique défini.

En termes de comparabilité des solutions identifiées comme LAS, peu de différences sont observables sur les profils chromatographiques entre les étalons sous forme acide et sous forme sodique. La différence est essentiellement effectuée sur le format du produit. En effet, les LAS sous forme sodique se présentent généralement sous la forme d'une poudre blanche alors que les LAS sous forme acide sont des liquides brunâtres plus ou moins visqueux suivant les fournisseurs, ce qui peut rendre la prise d'essai plus difficile.

Enfin, bien que les différents mélanges de LAS se ressemblent de façon globale, il est nécessaire de faire remarquer que la proportion de chaque longueur de chaîne carbonée dans le mélange reste variable. Aussi, à des fins de quantification, il est donc fortement recommandé aux laboratoires de caractériser précisément chaque

lot de leur mélange avant utilisation. Ceci leur permettra de s'assurer d'une part que le mélange acheté correspond bien aux formes LAS et d'autre part de s'assurer de la composition du mélange, d'autant plus que celle-ci n'est que très rarement mentionnée dans les certificats d'analyse.

4. Références

- [1] K. L. Matheson, « Detergency performance comparison between LAS and ABS using calcium sulfonate precipitation boundary diagrams », *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 62, n° 8, p. 1269-1274, 1985, doi: 10.1007/BF02541841.
- [2] A. Gard-Terech et J. C. Palla, « Comparative kinetics study of the evolution of freshwater aquatic toxicity and biodegradability of linear and branched alkylbenzene sulfonates », *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, vol. 12, n° 2, p. 127-140, oct. 1986, doi: 10.1016/0147-6513(86)90049-7.
- [3] « Rapport OECD SIDS: Linear alkylbenzene sulfonate (LAS) », Paris, 2005. Consulté le: 20 juillet 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://hpvchemicals.oecd.org/ui/handler.axd?id=5b837fb0-350c-4742-914e-5f6513df120a>
- [4] A. Assoumani, F. Lestremau, M. Salomon, C. Ferret, et B. Lepot, « Campagne Emergents Nationaux 2018 (EMNAT 2018) - Résultats de la recherche de contaminants émergents dans les eaux de surface et les rejets de STEU », Ineris-172894-2169068-v3.0, 2020. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/Campagne%20Emergents%20Nationaux%202018%20%28EMNAT%202018%29%20v3.pdf>
- [5] *Arrêté du 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R. 212-22 du code de l'environnement.* 2022. Consulté le: 29 juillet 2022. [En ligne]. Disponible sur: https://www.legifrance.gouv.fr/jorf/article_jo/JORFARTI000045780080
- [6] F. Lestremau, H. Adrien, A. El Masri, et S. Lardy-Fontan, « Evaluation de la comparabilité de solutions étalons commerciales de nonylphénols éthoxylés », 2019.
- [7] J. Beaumont, A. El Masri, F. Lestremau, et A. Assoumani, « Développement d'une méthode d'analyse des alkylbenzène sulfonates linéaires (LAS) dans les eaux de surfaces brutes », 2021.

5. Liste des annexes

Annexe 1 : Fiches SANDRE des LAS visés par l'arrêté de surveillance

Annexe 2 : Conditions analytiques par LC-MSMS

Annexe 3 : Certificats d'analyse des fournisseurs pour les solutions étalons étudiées

Annexe 4 : Chromatogrammes LC-fluo des différents étalons

Annexe 5 : Fiche descriptive du numéro CAS 25155-30-0

Annexe 6 : Comparaison des proportions de chaque transition en LC-MSMS pour les formes LAS et p-n-LAS

Annexe 7 : Comparaison des chromatogrammes par LC-fluo, LC-MS et LC-MSMS

Annexe 8 : Détail des distributions des différentes longueurs de chaînes dans les mélanges étalons identifiés comme LAS

ANNEXE 1

Fiches SANDRE des LAS visés par l'arrêté de surveillance

Fiche SANDRE [8316] Acide benzène décyl sulfonique



[8316] Acide benzène décyl sulfonique

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8316

Nom du paramètre: Acide benzène décyl sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C10

Libellé long du paramètre: LAS C10

Définition du paramètre: Substance chimique utilisée comme surfactant/tensioactif. Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramification possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle. Attention, la molécule analysée correspond à la forme acide et non à la molécule sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS n'est pas défini.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Decyl benzene sulfonic acid

Formule brute de la substance chimique: C16H26O3S

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

Page mise à jour le 16/10/2019

[Historique des révisions](#)

Fiche SANDRE [8317] Acide benzène undécyl sulfonique



[8317] Acide benzène undécyl sulfonique

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8317

Nom du paramètre: Acide benzène undécyl sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C11

Libellé long du paramètre: LAS C11

Définition du paramètre: Substance chimique utilisée comme surfactant/tensioactif. Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramification possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle. Attention, la molécule analysée correspond à la forme acide et non à la molécule sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS n'est pas défini.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Undecyl benzene sulfonic acid

Formule brute de la substance chimique: C17H28O3S

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

Fiche SANDRE [8318] Acide benzène dodécyl sulfonique



[8318] Acide benzène dodécyl sulfonique

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8318

Nom du paramètre: Acide benzène dodécyl sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C12

Libellé long du paramètre: LAS C12

Définition du paramètre: Substance chimique utilisée comme surfactant/tensioactif. Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramification possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle. Attention, la molécule analysée correspond à la forme acide et non à la molécule sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS n'est pas défini.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Dodécyl benzene sulfonic acid

Formule brute de la substance chimique: C18H30O3S

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

Fiche SANDRE [8319] Acide benzène tridécyl sulfonique



[8319] Acide benzène tridécyl sulfonique

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8319

Nom du paramètre: Acide benzène tridécyl sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C13

Libellé long du paramètre: LAS C13

Définition du paramètre: Substance chimique utilisée comme surfactant/tensioactif. Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramification possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle. Attention, la molécule analysée correspond à la forme acide et non à la molécule sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS n'est pas défini.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Tridécyl benzene sulfonic acid

Formule brute de la substance chimique: C19H32O3S

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

Fiche SANDRE [8320] Acide benzène tétradécyl sulfonique

[8320] Acide benzène tétradécyl sulfonique

🔍 📄 📄 📄 📄

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8320

Nom du paramètre: Acide benzène tétradécyl sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C14

Libellé long du paramètre: LAS C14

Définition du paramètre: Substance chimique utilisée comme surfactant/tensioactif. Mesure d'une somme d'isomères avec plusieurs ramifications possibles du noyau benzénique de la chaîne alkyle. Attention, la molécule analysée correspond à la forme acide et non à la molécule sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS n'est pas défini.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Tetradecyl benzene sulfonic acid

Formule brute de la substance chimique: C20H34O3S

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

Fiche SANDRE [8321] C10-C14 acide benzène sulfonique

🔍 📄 📄 📄 📄

[8321] C10-C14 acide benzène sulfonique

[Consulter la fiche XML](#) - [Consulter la fiche HTML](#)

Généalogie du paramètre

Type de la généalogie du paramètre:
Création
Date de modification de la généalogie du paramètre: Ven, 13/07/2018 - 02:00
Commentaires de la généalogie du paramètre: Création

Code du paramètre: 8321

Nom du paramètre: C10-C14 acide benzène sulfonique

Statut du paramètre: Validé

Date de création du paramètre: Ven, 13/07/2018

Date de la dernière mise-à-jour du paramètre: Mar, 24/07/2018 - 09:05

Auteur de la demande de création du paramètre: INERIS

Abréviation du paramètre: LAS C10C14

Libellé long du paramètre: LAS C10C14

Définition du paramètre: Somme des LAS avec des chaînes carbonées à 10, 11, 12, 13 et 14 carbones. Attention, les molécules analysées correspondent à la forme acide et non aux molécules sous forme de sel de sodium. Le numéro CAS sous forme acide n'est pas défini. Cependant, le numéro CAS sous forme de sel est le suivant : 69669-44-9.

Paramètre calculé: Non

Nature du paramètre:

Paramètre chimique

Nom IUPAC de la substance chimique: Benzenesulfonic acid, C10-14-alkyl derivs

Unité de mesure

Unité de mesure:
[132] microgramme par kilogramme de matière sèche
Nature de la fraction analysée: Fraction solide

Unité de mesure:
[133] microgramme par litre
Nature de la fraction analysée: Fraction liquide

Nom du groupe de paramètres:
[61] Divers (autres organiques)

Groupe(s) de paramètres auquel appartient ce paramètre:

[61] Divers (autres organiques)

ANNEXE 2

Conditions analytiques par LC-MSMS

Tableau A : Paramètre du détecteur

Paramètre	Valeur
Température de source	120 °C
Température de désolvatation	450 °C
Débit du gaz de cône	50 L/h
Débit du gaz de désolvatation	700 L/h
Paramètres MS	Scan de 40 à 420 Da Scan time : 0,25 sec

Tableau B : Paramètres MRM avec Argon comme gaz de collision à un débit de 0,17 mL/min

Nom*	Ion Parent (m/z)	Ion Fils (m/z)	Dwell (s)	Cone (V)	Collision (V)
p-n-LAS C8	269,0	170,0	0,073	50	27
LAS C10 q	297,1	119,1	0,073	50	50
p-n-LAS C10	297,1	170,0	0,073	50	30
LAS C10 Q	297,1	183,1	0,073	50	30
LAS C11 q	311,0	119,1	0,073	50	50
p-n-LAS C11	311,0	170,0	0,073	50	30
LAS C11 Q	311,0	183,1	0,073	50	30
LAS C12 q	325,0	119,1	0,073	50	50
p-n-LAS C12	325,0	170,0	0,073	50	30
LAS C12 Q	325,0	183,1	0,073	50	32
LAS C13 q	339,2	119,1	0,073	50	50
p-n-LAS C13	339,2	170,0	0,073	50	32
LAS C13 Q	339,2	183,1	0,073	50	35
LAS C14 q	353,3	119,1	0,073	50	55
p-n-LAS C14	353,3	170,0	0,073	50	35
LAS C14 Q	353,3	183,1	0,073	50	35

*Q est utilisé pour désigner l'ion de quantification et q se réfère à l'ion de qualification pour chaque congénère

ANNEXE 3

Certificats d'analyse des fournisseurs pour les solutions étalons étudiées

Certificat d'analyse Techlab 675029 - lot 800384



Certificate of Analysis

Page 1/2

675029 **Lot: 800384**
Sodium 4-n-octylbenzenesulfonate

Concentration	100 µg/ml	Expanded Uncertainty	3.0 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₁₄ H ₂₁ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	292.37 g/mol		
CAS-No.	6149-03-7		

Certified on 05 Feb 2021

by Heike Uhlig

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium 4-n-octylbenzenesulfonate
Lot	772453 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.90 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

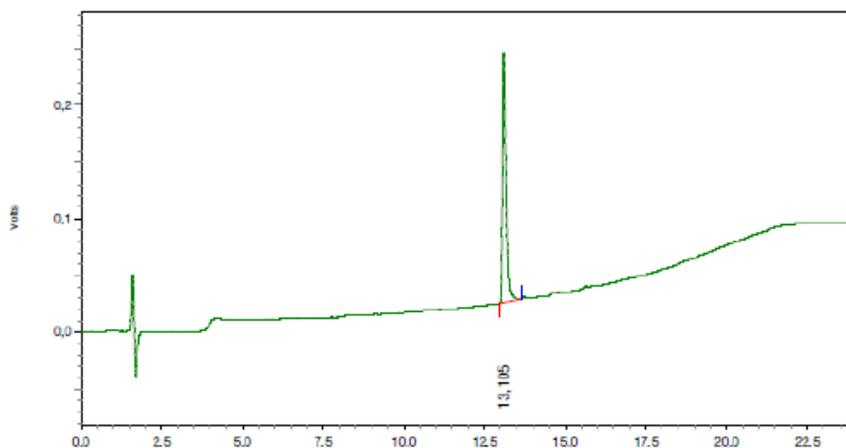
The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

HPLC-Method

Article 675029
 Lot-No. 800384
 Column L=100mm, ID=4.6mm; Kinetex C18, 2.6µm
 Eluent A 0.1% TFA (Acetonitrile)
 Eluent B 0.1% TFA (Water)
 Gradient

time	%A	%B
0 min	0	100
19 min	90	10
22 min	90	10
26.5 min	0	100

Flow 0.7 ml min⁻¹
 Detector UV-220nm
 Injection-Volume 5 µl
 Sample 0.1 mg ml⁻¹ (Methanol)



Exemplary chromatogram of given method.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675029	800384	Formate update	05 Feb 2021

Certificat d'analyse Techlab 675104 - lot 800383

675104 **Lot: 800383**
Sodium p-n-decylbenzenesulfonate

Concentration	100 µg/ml	Expanded Uncertainty	3.0 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₁₆ H ₂₅ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	320.42 g/mol		
CAS-No.	2627-06-7		

Certified on 28 Jan 2021



by Heike Uhlig

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium p-n-decylbenzenesulfonate
Lot	772495 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.90 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

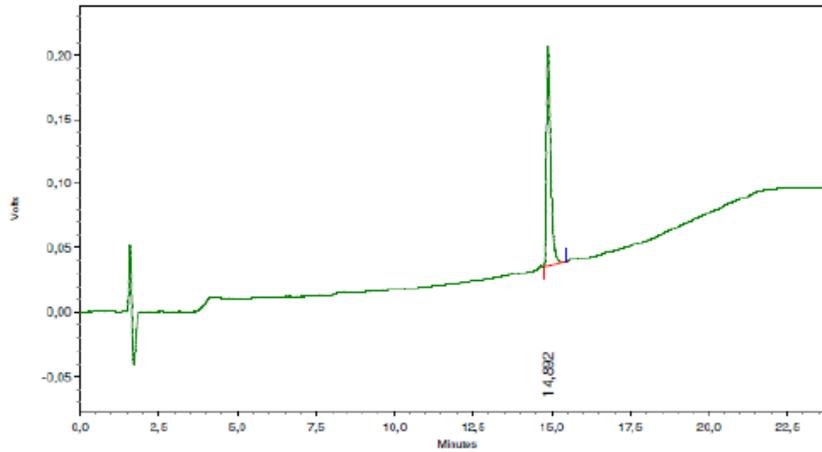
The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

HPLC-Method

Article 675104
 Lot-No. 800383
 Column L=100mm, ID=4.6mm; Kinetex C18, 2.6µm
 Eluent A 0.1% TFA (Acetonitrile)
 Eluent B 0.1% TFA (Water)
 Gradient

time	%A	%B
0 min	0	100
19 min	90	10
22 min	90	10
26.5 min	0	100

Flow 0.7 ml min⁻¹
 Detector UV-220nm
 Injection-Volume 5 µl
 Sample 0.1 mg ml⁻¹ (Methanol)



Exemplary chromatogram of given method.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675104	800383	Formate update	28 Jan 2021

Certificat d'analyse Techlab 675105 - lot 800382



Certificate of Analysis

Page 1/2

675105 **Lot: 800382**
Sodium p-n-undecylbenzenesulfonate

Concentration	10.0 µg/ml	Expanded Uncertainty	0.50 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₁₇ H ₂₇ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	334.45 g/mol		
CAS-No.	20466-34-6		

Certified on 28 Jan 2021

by Heike Uhlig

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium p-n-undecylbenzenesulfonate
Lot	772497 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.90 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

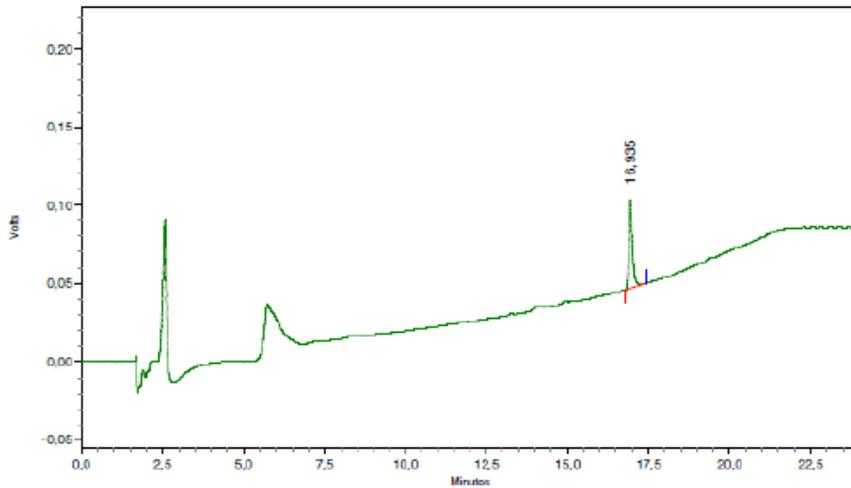
The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

HPLC-Method

Article 675105
 Lot-No. 800382
 Column L=100mm, ID=4.6mm; Kinetex C18, 2.6µm
 Eluent A 0.1% TFA (Acetonitrile)
 Eluent B 0.1% TFA (Water)
 Gradient

time	%A	%B
0 min	0	100
19 min	90	10
22 min	90	10
26.5 min	0	100

Flow 0.7 ml min⁻¹
 Detector UV-220nm
 Injection-Volume 20 µl
 Sample 0.01 mg ml⁻¹ (Methanol)



Exemplary chromatogram of given method.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675105	800382	Formate update	28 Jan 2021

Certificat d'analyse Techlab 675106 - lot 800381



Certificate of Analysis

Page 1/2

675106 Lot: 800381
Sodium p-n-dodecylbenzenesulfonate

Concentration	100 µg/ml	Expanded Uncertainty	3.0 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₁₈ H ₂₉ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	348.48 g/mol		
CAS-No.	2211-98-5		

Certified on 28 Jan 2021

by Julia Farkas

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium p-n-dodecylbenzenesulfonate
Lot	772499 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.80 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675106	800381	Formate update	28 Jan 2021

Certificat d'analyse Techlab 675107 - lot 800380

675107 **Lot: 800380**
Sodium p-n-tridecylbenzenesulfonate

Concentration	100 µg/ml	Expanded Uncertainty	3.0 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₁₉ H ₃₁ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	362.50 g/mol		
CAS-No.	14356-40-2		

Certified on 28 Jan 2021



by Heike Uhlig

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium p-n-tridecylbenzenesulfonate
Lot	772501 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.50 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

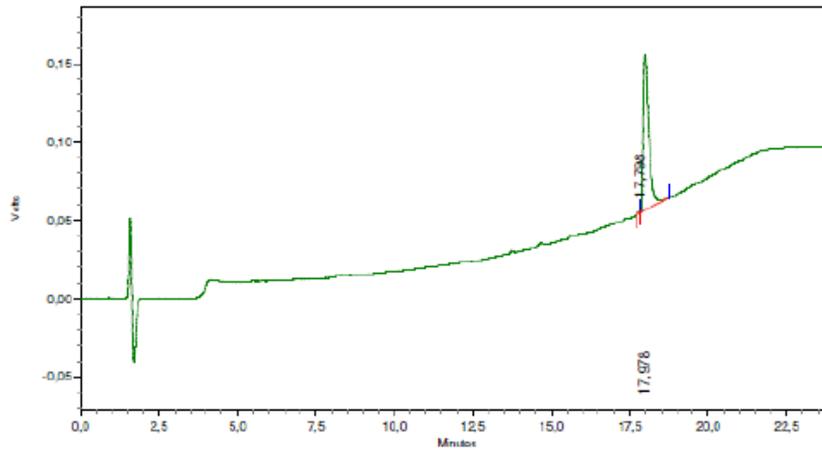
The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

HPLC-Method

Article 675107
 Lot-No. 800380
 Column L=100mm, ID=4.6mm; Kinetex C18, 2.6µm
 Eluent A 0.1% TFA (Acetonitrile)
 Eluent B 0.1% TFA (Water)
 Gradient

time	%A	%B
0 min	0	100
19 min	90	10
22 min	90	10
26.5 min	0	100

Flow 0.7 ml min⁻¹
 Detector UV-220nm
 Injection-Volume 5 µl
 Sample 0.1 mg ml⁻¹ (Methanol)



Exemplary chromatogram of given method.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675107	800380	Formate update	28 Jan 2021

Certificat d'analyse Techlab 675108 - lot 800379

675108 **Lot: 800379**
Sodium p-n-tetradecylbenzenesulfonate

Concentration	100 µg/ml	Expanded Uncertainty	3.0 µg/ml
Solvent	Methanol	Expiry Date	01 Feb 2023
Formula	C ₂₀ H ₃₃ NaO ₃ S	Store at	20°C (in the dark)
Mol. Weight	376.53 g/mol		
CAS-No.	1797-33-7		

Certified on 28 Jan 2021



by Heike Uhlig

For the calculation of the concentration, the purity of the compound has already been considered.

Instructions for use: Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. Please mix the solution before usage. If particles or precipitation are detected, sonify until solved. The material is homogenous. There is no minimum sample specified. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended, that all external negative influences for the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen) and that the weight of the bottle between all uses are noted to remain constant to exclude concentration deviations. It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed, if the substance is handled under unfavorable conditions.

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. The Uncertainty is based on the combined uncertainties, including uncertainties of characterization and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Traceability:

Analyte calculated from	Sodium p-n-tetradecylbenzenesulfonate
Lot	772503 neat product used for the preparation of the solution
Purity (neat)	99.10 % (g/g)

The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD).

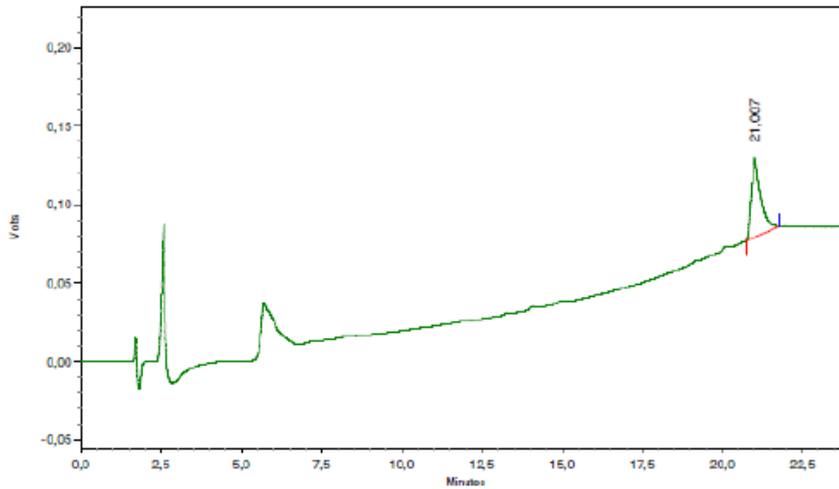
The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of reference materials in form of organic pure substances and their solutions (for further specification see the annex of the accreditation certificate). This certificate is currently not part of this scope.

HPLC-Method

Article 675108
 Lot-No. 800379
 Column L=100mm, ID=4.6mm; Kinetex C18, 2.6µm
 Eluent A 0.1% TFA (Acetonitrile)
 Eluent B 0.1% TFA (Water)
 Gradient

time	%A	%B
0 min	0	100
19 min	90	10
22 min	90	10
26.5 min	0	100

Flow 0.75 ml min⁻¹
 Detector UV-220nm
 Injection-Volume 5 µl
 Sample 0.1 mg ml⁻¹ (Methanol)



Exemplary chromatogram of given method.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
2.0	675108	800379	Formate update	28 Jan 2021

Certificat d'analyse Techlab 675035 - lot 813979

675035 **Lot: 813979**
Dodecylbenzenesulfonic acid (soft type) (LAS 12)

1. General Information

Formula	C18H30O3S	Expiry Date	01 Nov 2027
Mol. Weight	326.49 g/mol	Store at	20°C (in the dark)
CAS-No.	27176-87-0		

2. Batch Analysis

Purity (qNMR)	74.20 % (g/g)	Expanded Uncertainty	5.00 % (g/g)
----------------------	----------------------	-----------------------------	---------------------

Certified on 08 Nov 2022



by Heike Uhlig
RM Release

The certified values and uncertainties are determined in accordance with ISO 17034 with an 95% confidence level (k=2). Uncertainty is based on the total combined uncertainty, including uncertainties of characterisation, homogeneity and stability testing. The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions of the originally closed flask. If the substance is proven to be unstable under the given storage conditions, you will be contacted immediately. The warranty of this product is limited to the purchasing price of this product and to the first point of use.

Our standards are for laboratory use only and can be used as reference material for calibration of chromatographic systems or related analytical techniques. For handling instructions see the MSDS. A minimum sample of 2 mg is recommended. Deploying less material will increase the uncertainty by a factor 2 for half of sample and 4 for a quarter of sample. The material in the vial can be used multiple times, but it is strongly recommended that all external negative influences to the material are considered and ruled out (e.g. high temperatures, UV-radiation, moisture, oxygen). It is strongly recommended to open the vial at room temperature only and handle the material under inert gas if necessary. The integrity of the purity cannot be guaranteed if the substance is handled under unfavorable conditions.

The certified value "Purity" is determined by quantitative NMR. Quantification by qNMR is traceable to NIST SRM 350b (Benzoic acid). The certified value "Identity" is traceable via cas number to the mol. The balances used are calibrated with weights traceable to the national standards (DKD). The calibration of the balances are verified daily internally and annually by an external accredited calibration service. This makes the values traceable to the SI.

The HPC Standards GmbH, accredited by DAkkS as indicated by the accreditation number D-RM-20844-01-00, has shown competence based on ISO 17034:2017 for production of certified reference materials.

Version	Article	Lot	Reason for Change	Date
1	675035	813979	Initial Version	26 Oct 2022

Certificat d'analyse Techlab 675032 - lot 784568

Certificate of Analysis



675032

Lot: 784568

Sodium Dodecylbenzenesulfonate (soft type) (LAS 10-14)

1. General Information

Formula C₁₈H₂₉NaO₃S

Expiry Date 01.03.2023

Mol. Weight 348.48 g mol⁻¹

Store at 20 °C

CAS-No. 69669-44-9

2. Batch Analysis

Assay 96.9 %

Uncertainty ± 0.5 %

Certified on 27.02.2018

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'Dr. Schulze'.

by Dr. Schulze

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement – third edition and calculated $U = k \cdot u_c$ using a coverage factor of $k = 2$, which gives a level of confidence of 95%.

The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. The information herein is believed to be correct, but is provided without warranty of any kind. The warranty for this product is limited to the purchasing price of this product.

HPC Standards GmbH Am Wieseneck 7 04451 Cunnersdorf Germany
Phone +49-34291-337236 Fax +49-34291-337239 info@hpc-standards.com

Certificat d'analyse Techlab 675034 - lot 784261

Certificate of Analysis



675034

Lot: 784261

Sodium Dodecylbenzenesulfonate (hard type) (ABS 10-14)

1. General Information

Formula C₁₈H₂₉NaO₃S

Expiry Date 01.07.2023

Mol. Weight 348.48 g mol⁻¹

Store at 20 °C

CAS-No. 25155-30-0

2. Batch Analysis

Assay 99.6 %

Uncertainty ± 1.5 %

Water 1.0 %

Certified on 29.06.2018

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Dr. Schulze'.

by Dr. Schulze

The reported uncertainty U is an expanded uncertainty according to EURACHEM / CITAC guide CG4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement – third edition and calculated $U = k \cdot u_c$ using a coverage factor of $k = 2$, which gives a level of confidence of 95%.

The expiry date is based on the current knowledge and holds only for proper storage conditions in the originally closed flask. The information herein is believed to be correct, but is provided without warranty of any kind. The warranty for this product is limited to the purchasing price of this product.

HPC Standards GmbH Am Wieseneck 7 04451 Cunnersdorf Germany
Phone +49-34291-337236 Fax +49-34291-337239 info@hpc-standards.com

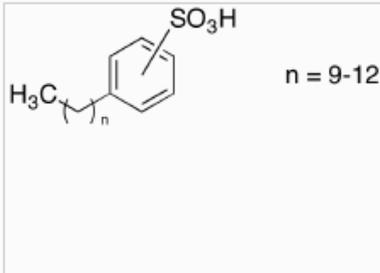
Certificat d'analyse LGC Standards D494568, 5-SCZ-184-1



CERTIFICATE OF ANALYSIS

20 Martin Ross Avenue, North York, ON, M3J 2K8, CANADA
 Tel: (416) 665-9696, Fax: (416) 665-4439
 Email: orders.trc@lgcgroup.com Website: www.trc-canada.com

1. Identification

Catalogue Number:	D494568	CAS Number:	121-65-3
Product:	Dodecylbenzenesulfonic Acid (mixture of isomers) (Technical Grade)	Synonym:	
Structure:			Molecular Formula: $C_{18}H_{30}O_3S$ (for $n = 11$) Molecular weight: 326.49 Source of Product: N/A Solubility: Methanol (Slightly), Water (Slightly)
Lot Number:	5-SCZ-184-1	Purity:	Technical Grade
Shipping Condition:	This Product Is Stable To Be Shipped At Room Temperature	Storage Condition:	4°C

2. Warning

Warning 1:	Warning 2:	Warning 3:
-------------------	-------------------	-------------------

3. Analytical Information

Tests:	Specifications:	Results:
Appearance	Light Beige to Brown Oil to Gel	Clear Light Beige to Light Brown Thick Oil to Gel
NMR	Conforms to Structure	Conforms
MS	Conforms to Structure	Conforms

Additional Information: N/A

Purity is based on the analytical results of the tests performed. NMR and Elemental Analysis (if available) may have an accuracy of $\pm 2\%$. Isotopic purity is based on mass distribution observed. The contents of the specifications are subject to change without advance notice, and the specification values displayed here are the most up to date values.

4. Signatures

Reviewed By	Reviewed By	C of A Approved By	Test Date	Retest Date
Evan Burns	Toni Rantanen	Chanell Chu	7/18/2022	7/16/2026
				

Certificat d'analyse BCP Instrument 8106,18-9881



PRODUCT INFORMATION SHEET REFERENCE MATERIAL

Certificate no.: 8106.18-9881-1

1. Description of the reference material (RM)

1.1. General product data

Compound: **Sodium dodecylbenzenesulfonate, mixture of linear C10-C14, 38% water**

Synonym: LAS 10-14; Soft

Next retest date: 05/2032

Storage: Room temperature, protected from air and light.

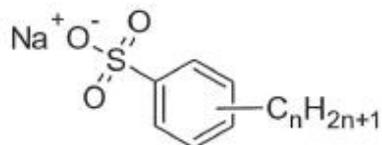
Catalogue #: **8106.18**

CAS #: [69669-44-9]

Molecular formula: N/A

Molecular weight (g/mol): 348.18

Structure:



n= 10-14, linear chain

1.2. Batch specific data

Batch #: **9881**

Chromatographic purity: 92.0 ± 0.1 %

Net purity^{1,2}: **92.0 ± 4.0 %**

1 (100 – wt% residual solvent – wt% water content – wt% residual inorganic) x Chromatographic purity / 100

2 The expanded uncertainty, U, assumes a normal distribution and a coverage factor of k=2 is chosen using approximately a 95 % confidence level. Calculations are available on request



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 9881

Page 1 of 3

PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL



1.3. Chemical analysis

	Method	Results
Chromatographic purity by LC-UV (220 nm):	1202-2.1	92.0 %
Identity by LC-MS:	1202-2.1	Complies
Isomer profile:	Internal*	C10 = 8,9%, C11 = 36,6 %, C12 = 31,3 %, C13 = 23,2 %, C14 = trace.

*Chiron AS analytical raw data and chromatograms are available on request
Not an accredited analysis

Appearance: White waxy liquid
Stability test: No

1.4. Homogeneity assessment

Homogeneity has not been assessed for this product.

2. General information

2.1. Statement of quality

Chiron AS is accredited by ANSI National Accreditation Board (ANAB) as registered reference material producer AR-2922 in accordance with ISO 17034 and registered testing laboratory AT-2635 according to ISO/IEC 17025.

2.2. Intended use of the RM

This reference material is intended for laboratory use only. It may be used for identification, quality control, calibration or assigning values. A reference material should only be used for a single purpose in a given measurement. It is not suitable for human or animal consumption.

2.3. Correct use of the RM

Allow the RM to reach room temperature before use. This product is supplied with an overfill to assist recovery of the specified quantity. Users should quantitatively transfer the desired amount and dissolve with an appropriate solvent.

2.4. Manufacturing

All weights, volumes and temperatures are controlled daily using in-house procedures that are calibrated against traceable masters according to requirements in ISO/IEC 17025.



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 9881

Page 2 of 3

PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL



2.5. Retest/expiry information

The next retest date is based on current knowledge and on the unopened container being stored according to the recommended storage conditions stated in this document. Warranty can only be guaranteed when following these storage recommendations.

2.6. Safety

All reference materials should be considered potentially hazardous and should only be used by qualified laboratory personnel. Users should minimize their exposure and use appropriate personal protective equipment when handling. Please consult the Safety Data Sheet (SDS) for detailed information. They are available online at www.chiron.no.

Issued by:

Trondheim, May 10, 2022

Solveig Bye Hauge, Quality Assurance Manager
Chiron AS

The purchaser must determine the suitability of this product for its particular use. Chiron AS makes no warranty of any kind, express or implied, other than its products meet all quality control standards set by Chiron AS. We do not guarantee that the product can be used for a special application.

Document history

Version No.	Date	Description of change
1	10.05.2022	Initial release



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 9881

Page 3 of 3

Certificat d'analyse BCP Instrument 3723,18 - 8513-2



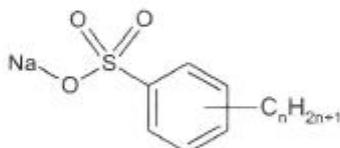
PRODUCT INFORMATION SHEET REFERENCE MATERIAL

Certificate no.: 3723.18-8513-2

1. Description of the reference material (RM)

1.1. General product data

Compound: **Sodium dodecylbenzenesulfonate, mixture of branched C7-C18**
Synonym: ABS C7-C18; Hard
Next retest date: 05/2032
Storage: Room temperature, protected from air and light.
Catalogue #: **3723.18**
CAS #: [69669-44-9]
Molecular formula: Unspecified
Molecular weight (g/mol): N/A
Structure:



Where $7 \leq n \leq 18$, mixture of branched and linear chains.

1.2. Batch specific data

Batch #: **8513**
Chromatographic purity: $90.0 \pm 0.1 \%$
Net purity^{1,2}: **$90.0 \pm 4.0 \%$**

- $[100 - \text{wt\% residual solvent} - \text{wt\% water content} - \text{wt\% residual inorganic}] \times \text{Chromatographic purity} / 100$
- The expanded uncertainty, U, assumes a normal distribution and a coverage factor of k=2 is chosen using approximately a 95 % confidence level. Calculations are available on request



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 8513

Page 1 of 3

PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL



1.3. Chemical analysis

	Method	Results
Chromatographic purity by LC-UV (220 nm):	1202-2.1	90.0 %
Identity by LC-MS:	1202-2.1	Complies
Isomer profile:	Internal*	C7 (1.3%), C8 (4.9%), C9 (4.8%), C10 (5.5%) C11 (7.4%), C12 (50.4%), C13 (10.6%), C14 (5.9%), C15 (4.8%), C16 (2.5%), C17 (1%), C18 (0.6%)
pH	External*	6.2

Chiron AS analytical raw data and chromatograms are available on request
*Not an accredited analysis

Appearance: Off-white crystals

Stability test: No

1.4. Homogeneity assessment

Homogeneity has not been assessed for this product.

2. General information

2.1. Statement of quality

Chiron AS is accredited by ANSI National Accreditation Board (ANAB) as registered reference material producer AR-2922 in accordance with ISO 17034 and registered testing laboratory AT-2635 according to ISO/IEC 17025.

2.2. Intended use of the RM

This reference material is intended for laboratory use only. It may be used for identification, quality control, calibration or assigning values. A reference material should only be used for a single purpose in a given measurement. It is not suitable for human or animal consumption.

2.3. Correct use of the RM

Allow the RM to reach room temperature before use. This product is supplied with an overfill to assist recovery of the specified quantity. Users should quantitatively transfer the desired amount and dissolve with an appropriate solvent.

2.4. Manufacturing

All weights, volumes and temperatures are controlled daily using in-house procedures that are calibrated against traceable masters according to requirements in ISO/IEC 17025.



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 8513

Page 2 of 3

PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL



2.5. Retest/expiry information

The next retest date is based on current knowledge and on the unopened container being stored according to the recommended storage conditions stated in this document. Warranty can only be guaranteed when following these storage recommendations.

2.6. Safety

All reference materials should be considered potentially hazardous and should only be used by qualified laboratory personnel. Users should minimize their exposure and use appropriate personal protective equipment when handling. Please consult the Safety Data Sheet (SDS) for detailed information. They are available online at www.chiron.no.

Issued by:

Trondheim, May 12, 2022

Solveig Bye Hauge, Quality Assurance Manager
Chiron AS

The purchaser must determine the suitability of this product for its particular use. Chiron AS makes no warranty of any kind, express or implied, other than its products meet all quality control standards set by Chiron AS. We do not guarantee that the product can be used for a special application.

Document history

Version No.	Date	Description of change
0	N/A	Initial release
1	10.05.2022	Name changed into Product Information Sheet Updated document to new template Accreditation mark added Unique certificate number added Next retest date added Accredited chemical analysis added Document history section added
2	12.05.2022	Structure updated



Your quality is our business

Chiron AS | Stiklestadveien 1 | NO-7041 Trondheim | Norway

+47 73 87 44 90 | sales@chiron.no | www.chiron.no | Reg.no 924 361 360

Batch 8513

Page 3 of 3



PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL

Chiron AS

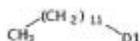
Stiklestadvn. 1
N-7041 Trondheim
Norway
Phone No.:
+47 73 87 44 90
Fax No.:
+47 73 87 44 99
E-mail:
chiron@chiron.no
Website:
www.chiron.no
Org. No.:
967 607 657

Certificate No.: 3722.18-7641-2

1. DESCRIPTION OF THE REFERENCE MATERIAL NEAT

1.1. General Product Data

Compound: **Dodecylbenzenesulfonic acid, mixture of linear C10-13**
Synonym: LAS 10-13, soft
Next retest date: 07/2030
Storage: Room temperature, protected from air and light.
Catalogue #: **3722.18**
CAS #: [27176-87-0]
Molecular formula: $C_{18}H_{30}O_2S$
MW (g/mol): 326.49
Structure:



1.2. Batch Specific Data

Batch #: **7641**
Chromatographic purity: $98.6 \pm 0.3 \%$
Net purity^{1,2}: **$98.6 \pm 1.5 \%$**

- ¹ $(100 - \text{wt\% residual solvent} - \text{wt\% residual water} - \text{wt\% residual inorganic}) \times \text{Chromatographic purity} / 100$.
- ² The expanded uncertainty, U, assumes a normal distribution and a coverage factor of k=2 is chosen using approximately a 95 % confidence level. Calculations are available on request.

MS & Chromatography Supplies - Standards for Testing
Tel +33 (0)4 72 49 72 65
contact@bcp-instruments.com
www.bcp-instruments.com





PRODUCT INFORMATION SHEET

REFERENCE MATERIAL

Chiron AS

Stiklestadvn. 1
N-7041 Trondheim
Norway
Phone No.:
+47 73 87 44 90
Fax No.:
+47 73 87 44 99
E-mail:
chiron@chiron.no
Website:
www.chiron.no
Org. No.:
967 607 657

1.3. Chemical analysis

	Method	Results
Identity with HPLC-MS:	10769-2	Complies
Chromatographic purity with HPLC-220nm:	10769-2	98.6%

Chiron AS analytical raw data and chromatograms are available on request.

Appearance:	Brown oil
Stability test:	No

1.4. Intended use of the reference material (RM)

- For laboratory use only
- For calibrations, assessments or assigning values

1.5. Correct use of the RM

Allow the RM to reach room temperature before usage. Next retest date is based on current knowledge and on unopened ampoule being stored according to recommended storage conditions stated on this document. Warranty can only be guaranteed when following these storage recommendations. Exposure should be kept to a minimum for all laboratory chemicals. Use appropriate personal protective equipment.

2. Homogeneity Assessment

Homogeneity of the finished product is assessed by analyzing sample batches or by other methods consistent with the intended use of the product that comply with the appropriate quality system requirements.

3. Manufacturing

All weights, volumes and temperatures are controlled daily using in-house procedures that are calibrated against traceable masters according to requirements in ISO 17025:2017.

4. Safety

See SDS. Available at www.chiron.no



PRODUCT INFORMATION SHEET



REFERENCE MATERIAL

Chiron AS

Issued by:

Trondheim, March 10, 2021

Dr. Techn. Jon Eigill Johansen, Quality Assurance Manager

Chiron AS

The purchaser must determine the suitability of this product for its particular use. Chiron AS makes no warranty of any kind, express or implied, other than its products meet all quality control standards set by Chiron AS. We do not guarantee that the product can be used for a special application.

Stiklestadvn. 1
N-7041 Trondheim
Norway
Phone No.:
+47 73 87 44 90
Fax No.:
+47 73 87 44 99
E-mail:
chiron@chiron.no
Website:
www.chiron.no
Org. No.:
967 607 657

Document History

Version No.	Date	Description of change
0	N/A	Initial release
1	10.08.2020	Name changed into Product Information Sheet Unique certificate number added Next retest date added Added Document History section
2	10.03.2021	Purity information updated Minor changes



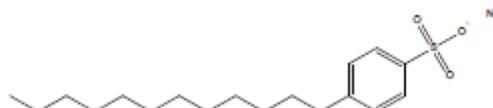
Certificat d'analyse Sigma-Aldrich PHR1305 - LRAC9148



www.sigmaaldrich.com

Certificate of Analysis – Certified Reference Material SODIUM DODECYLBENZENESULFONATE

Product no.: PHR1305-1G
Lot no.: LRAC9148
Description of CRM: White Powder
Expiry date: 30 April 2025
Storage: Store at Room Temperature
Certificate version: LRAC9148.02 (Note: Certificates may be updated due to Pharmacopelal Lot Changes or the availability of new data. Check our website at: www.sigmaaldrich.com for the most current version.)
Chemical formula: C₁₈H₂₉NaO₃S
Molecular mass: 348.5
CAS No.: 25155-30-0



Analyte	Certified Purity ± associated uncertainty U , $U=k \cdot u$ ($k=$) (Mass Balance/basis)
SODIUM DODECYLBENZENE-SULFONATE	49.2% as Carbon, $U_{\text{CRM}} = \pm 2.2\%$, $k = 2$ (TOC value, Combined Value vs. USP and NIST Sucrose/as is basis)

Metrological traceability: Traceable to the SI and higher order standards from NIST through an unbroken chain of comparisons. Additional traceability to Primary Standards is established through comparative assay determinations. See "Details on metrological traceability" on page 2.
Measurement method: Where applicable, the certified value is based on a purity determination by mass balance. See "Certification process details" on page 2.
Intended use: Intended for R&D and Analytical Use only. Not for drug, household or other uses
Minimum sample size: 50 mg
Instructions for handling and correct use: Do not dry, use on the as is basis. The internal pressure of the container may be slightly different from the atmospheric pressure at the user's location. Open slowly and carefully to avoid dispersion of the material. Attachment of a 20 mm aluminum crimp seal recommended for unused portions.
Health and safety information: All chemical reference materials should be considered potentially hazardous and should be used only by qualified laboratory personnel. Please refer to the Safety Data Sheet for detailed information about the nature of any hazard and appropriate precautions to be taken.
Accreditation: Sigma-Aldrich RTC is accredited by the US accreditation authority ANAB as a registered reference material producer AR-1470 in accordance with ISO 17034.
Certificate issue date: 22 June 2022




 [Andy Ommen; Quality Control]


 Shawn Stetler- QA Manager

Sigma-Aldrich RTC, 2931 Soldier Springs Rd. Laramie, WY 82070, USA;
 Tel. 1 307-742-5452; Fax 1 307-855-831-9211; www.sigmaaldrich.com
 Sigma-Aldrich RTC is a subsidiary of Merck KGaA, Darmstadt, Germany.

Certificate Page 1 of 4

Certificate version 02



Packaging: 1g in amber vial

Details on metrological traceability: This standard has been gravimetrically prepared using balances that have been fully qualified and calibrated to ISO 17025 requirements. All calibrations utilize NIST traceable weights which are calibrated externally by a qualified ISO 17025 accredited calibration laboratory to NIST standards. Qualification of each balance includes the assignment of a minimum weighing by a qualified and ISO 17025 accredited calibration vendor taking into consideration the balance and installed environmental conditions to ensure compliance with USP tolerances of NMT 0.10% relative error. Fill volume to predetermined specifications is gravimetrically verified throughout the dispensing process using qualified and calibrated balances. Further traceability to a corresponding Primary Standard may be achieved through a direct comparison assay. Where a Primary Standard is available, the assay value will be included in the specified section of the COA.

Associated uncertainty: Uncertainty values in this document are expressed as Expanded Uncertainty (U_{CRM}) corresponding to the 95% confidence interval. U_{CRM} is derived from the combined standard uncertainty multiplied by the coverage factor k , which is obtained from a t -distribution and degrees of freedom. The components of combined standard uncertainty include the uncertainties due to characterization, homogeneity, long term stability, and short-term stability (transport). The components due to stability are generally considered to be negligible unless otherwise indicated by stability studies.

Traceability Assay:

TOTAL ORGANIC CARBON ANALYSIS vs. NIST SUCROSE REFERENCE STANDARD

<u>ASSAY VALUE</u>	<u>vs. NIST LOT</u>
49.1% (As Carbon) $U_{CRM} = \pm 2.3\%$, $k = 2$	17f

TOTAL ORGANIC CARBON ANALYSIS vs. USP SUCROSE REFERENCE STANDARD (1623637)

<u>ASSAY VALUE</u>	<u>vs. USP BATCH</u>
49.2% (As Carbon) $U_{CRM} = \pm 2.3\%$, $k = 2$	R04311

Method: TOC (ref.: Current Compendial Monographs)
 Instrument: Shimadzu TOC-V WS
 Solvent: Reagent Water
 Concentration: 0.2 mg/mL
 Response Efficiency: 100.6 %

Certification process details:

The certified content as carbon is determined by comparison to NIST and USP Sucrose via Total Organic Carbon Analysis.

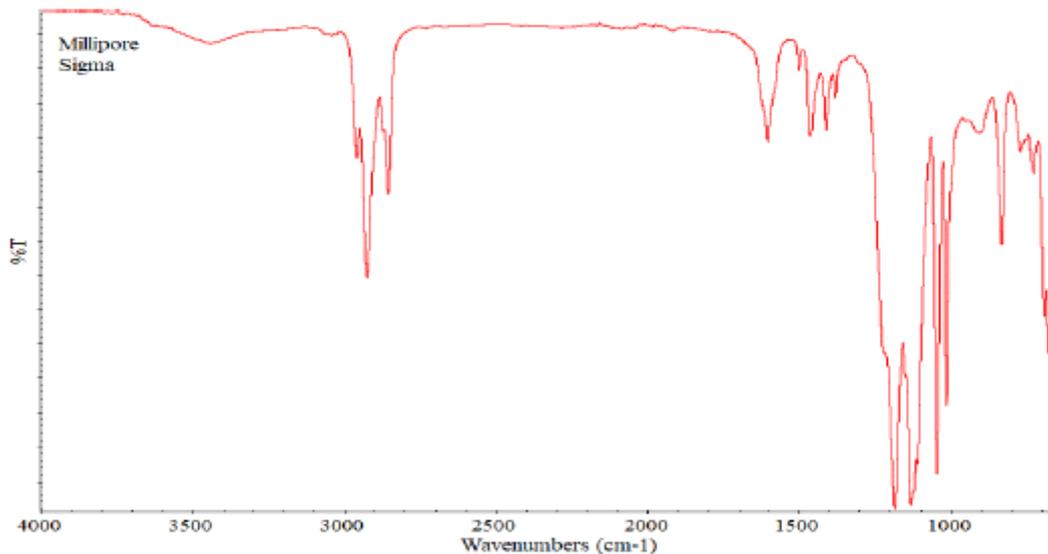
CERTIFIED PURITY BY TOC
 [As Carbon, Combined Value vs NIST and USP Sucrose Reference Standards]
 49.2% $U_{CRM} = \pm 2.2\%$, $k = 2$
 (as is basis)

Homogeneity assessment: Homogeneity was assessed in accordance with ISO Guide 35. Completed units were sampled using a random stratified sampling protocol. The results of chemical analysis were then compared by Single Factor Analysis of Variance (ANOVA). The uncertainty due to homogeneity was derived from the ANOVA. Heterogeneity was not detected under the conditions of the ANOVA.
 Analytical method: TOC
 Sample size: 50 mg

Stability assessment:

Significance of the stability assessment will be demonstrated if the analytical result of the study and the range of values represented by the Expanded Uncertainty do not overlap the result of the original assay and the range of its values represented by the Expanded Uncertainty. The method employed will usually be the same method used to characterize the assay value in the initial evaluation.

Long Term Stability Evaluation - An assessment, or re-test, versus a Compendial Reference Standard may be scheduled, within the 3 year anniversary date of a release of a Secondary Standard. The re-test interval will be determined on a case-by-case basis. Short Term Stability Study - It is useful to assess stability under reasonably anticipated, short term transport conditions by simulating exposure of the product to humidity and temperature stress. This type of study is conducted under controlled conditions of elevated temperature and humidity.

Identification Test:**INFRARED SPECTROPHOTOMETRY (For informational purposes only.)**

MilliporeSigma Lot: LRAC9148

Certificate of analysis revision history:

Certificate version	Date	Reason for version
LRAC9148.01	05 April 2021	Original Release
LRAC9148.02	22 June 2022	CoA Content Update

Disclaimer:

The purchaser is required to determine the suitability of this product for any particular application. Sigma-Aldrich RTC makes no warranty of any kind, express or implied, other than its products meet all quality control standards set by Sigma-Aldrich RTC. We do not guarantee that the product can be used for any particular application.

The vibrant M, Supelco, TraceCERT and Sigma-Aldrich are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany or its affiliates. All other trademarks are the property of their respective owners. Detailed information on trademarks is available via publicly accessible resources. © 2018 Merck KGaA, Darmstadt, Germany and/or its affiliates. All Rights Reserved.

The life science business of Merck KGaA, Darmstadt, Germany operates as MilliporeSigma in the US and Canada.



Certificat d'analyse Sigma-Aldrich 44198 - BCCG5547

Sigma-Aldrich

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.com

Email USA: techserv@sial.com

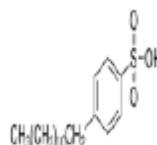
Outside USA: eurtechserv@sial.com

Certificate of Analysis

Product Name:

4-Dodecylbenzenesulfonic acid - mixture of isomers, ≥95%

Product Number: 44198
Batch Number: BCCG5547
Brand: ALDRICH
CAS Number: 121-65-3
Formula: C₁₈H₃₀O₃S
Formula Weight: 326,49 g/mol
Quality Release Date: 10 SEP 2021



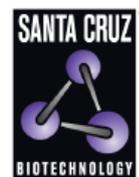
Test	Specification	Result
Appearance (Color)	Brown to Very Dark Brown	Dark Brown
Appearance (Form)	Liquid or Viscous Liquid	Viscous Liquid
Titration with NaOH	95.0 - 105.0 %	102.2 %
¹ H NMR Spectrum	Conforms to Structure	Conforms
¹³ C NMR Spectrum	Conforms to Structure	Conforms

Dr. Reinhold Schwenninger
Quality Assurance
Buchs, Switzerland CH

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.



Certificat d'analyse Santa Cruz Biotechnology SC485007 - D2722



The Power to Question

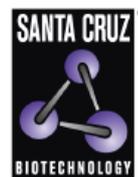
CERTIFICATE OF ANALYSIS

Catalog Number: sc-485007
Lot Number: D2722
Product Name: Sodium Dodecylbenzenesulfonate (soft type) (mixture)
CAS Number: 69669-44-9
Molecular Formula: $C_{18}H_{37}O_3S$
Molecular Weight: 348.48

Test	Specification	Result
Appearance	White to colorless to light yellow powder to lump to clear liquid	Very pale yellow paste
Concentration	62.0 - 68.0 w/w% (Phase splitting method)	64.8 w/w%

Test Conditions: Exp. Date: 4/27/2027

Certificat d'analyse Santa Cruz Biotechnology SC226619 - D2522



The Power to Question

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Catalog Number: sc-226619
Lot Number: D2522
Product Name: 4-Dodecylbenzenesulfonic acid
CAS Number: 121-65-3
Molecular Formula: $C_{18}H_{33}O_3S$
Molecular Weight: 326.49

Test	Specification	Result
Appearance	Brown to very dark brown liquid or viscous liquid	Dark brown viscous liquid
Identification (1H-NMR)	Consistent with structure	Complies
Identification (13C-NMR)	Consistent with structure	Complies
Purity (Sodium Hydroxide Titration)	95.0 - 105.0%	102.2%

Test Conditions: Exp. Date: 4/25/2027

Certificat d'analyse Santa Cruz Biotechnology SC251021 - D1122



The Power to Question

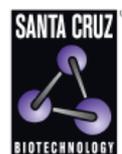
CERTIFICATE OF ANALYSIS

Catalog Number: sc-251021
Lot Number: D1122
Product Name: Sodium dodecylbenzenesulfonate
CAS Number: 25155-30-0
Molecular Formula: $C_{18}H_{29}O_2S \cdot Na$
Molecular Weight: 348.48

Test	Specification	Result
Appearance	White to light yellow to light orange powder to crystal	Light orange powder
Purity (Gravimetric Analysis)	95.0 - 105% (dry basis)	101.7%
pH	5.5 - 8.0 (10 g/L, 25°C)	6.2
Insoluble Matter	≤ 6.0% (Ethanol)	0.0%
Loss on Drying	≤ 5.0%	1.4%
Soluble Matter	≤ 2.0% (petroleum ether)	0.5%

Test Conditions: Exp. Date: 4/11/2027

Certificat d'analyse Santa Cruz Biotechnology SC-300919 - H2117



The Power to Question

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Catalog Number: sc-300919
Lot Number: H2117
Product Name: Linear alkylbenzenesulfonic acid
CAS Number: 68584-22-5
Molecular Formula: $RC_{12}H_{25}SO_3H$
Molecular Weight:

Test	Specification	Result
Activity	≥ 96.5%	97.99%
Appearance	Dark amber, viscous liquid @25°C	Complies
Acidity		3.306 meq/g
Acid	2.0% sulfuric acid	1.1% sulfuric acid
Unsulphated Matter	2.5%	1.42%
Water Content	0.75%	0.428%

Test Conditions: Color Klett: 19

Certificat d'analyse Fisher Scientific 325905000 - A0425356



ThermoFisher
SCIENTIFIC

Version 0
Molecular weight .00
Molecular formula
CAS No 85536-14-7
Linear formula CH₃(CH₂)_xC₆H₄SO₃H x=9to12
Flash point (°C) 210

Certificate of Analysis

Products are processed under ISO 9001:2015 quality management systems and samples are tested for conformance to the noted specifications. Certain data may have been supplied by third parties. We disclaim the implied warranties of merchantability and fitness for a particular purpose, and the accuracy of third party data or information associated with the product. Products are for research and development use only. Products are not for direct administration to humans or animals. It is the responsibility of the final formulator or end user to determine suitability, and to qualify and/or validate each product for its intended use.

Catalog Number	32590	Quality Test / Release Date	14 December 2020
Lot Number	A0425356	Suggested Retest Date	December 2025
Description	Dodecylbenzene sulfonic acid, mixture of C10-C13 isomers		
Country of Origin	GERMANY		
Declaration of Origin	synthetic		

Origin Comment

Result Name	Specifications	Test Value
Appearance (Color)	Brown	Brown
Appearance (Form)	Viscous liquid	Viscous liquid
Infrared spectrum	Conforms	Conforms
Assay	>=98 % (Sulfonic acid, M.W. 322)	98.9 % (Sulfonic acid, M.W. 322)
Water	=<0.5 % (K.F.)	0.4 % (K.F.)
Sulfuric acid	=<1 %	0.6 %
Impurity	=<3 % Neutral oil	2 % Neutral oil

C. Wygaerts, QA Manager

Issued: 16 May 2022

Acros Organics BV
ENA23, zone 1, nr 1360, Janssen Pharmaceuticaaan 3a, B-2440 Geel, Belgium
Tel +32 14/57.52.11 - Fax +32 14/59.34.34 Internet: <http://www.thermofisher.com>
1 Reagent Lane, Fair Lawn, NJ 07410, USA Fax 201-796-1329

Précision complémentaire de la distribution :

Please find enclosed the COA for Acros product 32590 lot A0425356.

Here is typical info obtained from our supplier (C distribution of the alkyl chain of the parent n-alkylbenzene):

C d str but on of the alkyl cha n of the parent n-alkylbenzene

Property	Value	Unit	Test method
C ₉	< 1	% by mass	GC
C ₁₀	8 - 16	% by mass	GC
C ₁₁	26 - 38	% by mass	GC
C ₁₂	26 - 38	% by mass	GC
C ₁₃	15 - 27	% by mass	GC
C ₁₄	< 2.5	% by mass	GC

ANNEXE 4

Chromatogrammes HPLC-fluo des différents étalons

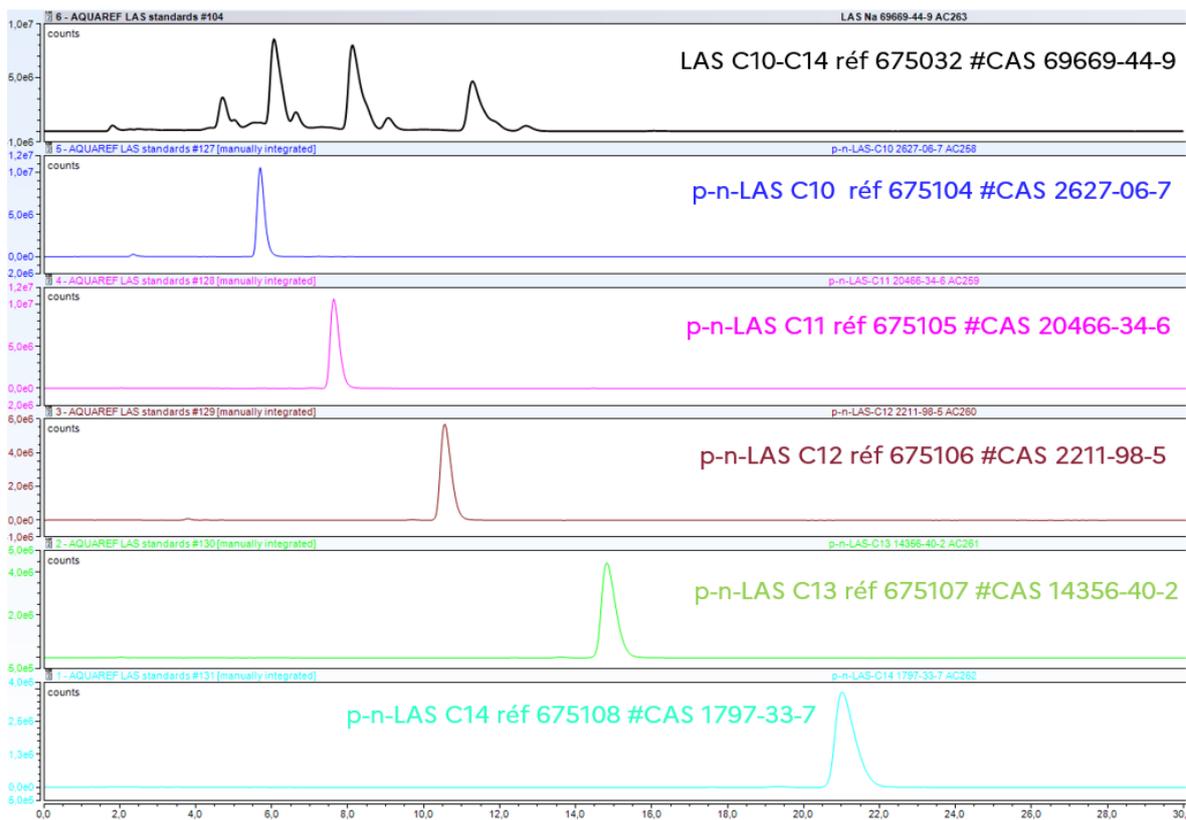


Figure A : Profils chromatographiques LC-Fluo de congénères C10 à C14 des formes p-n-LAS comparées à un mélange LAS C10-C14

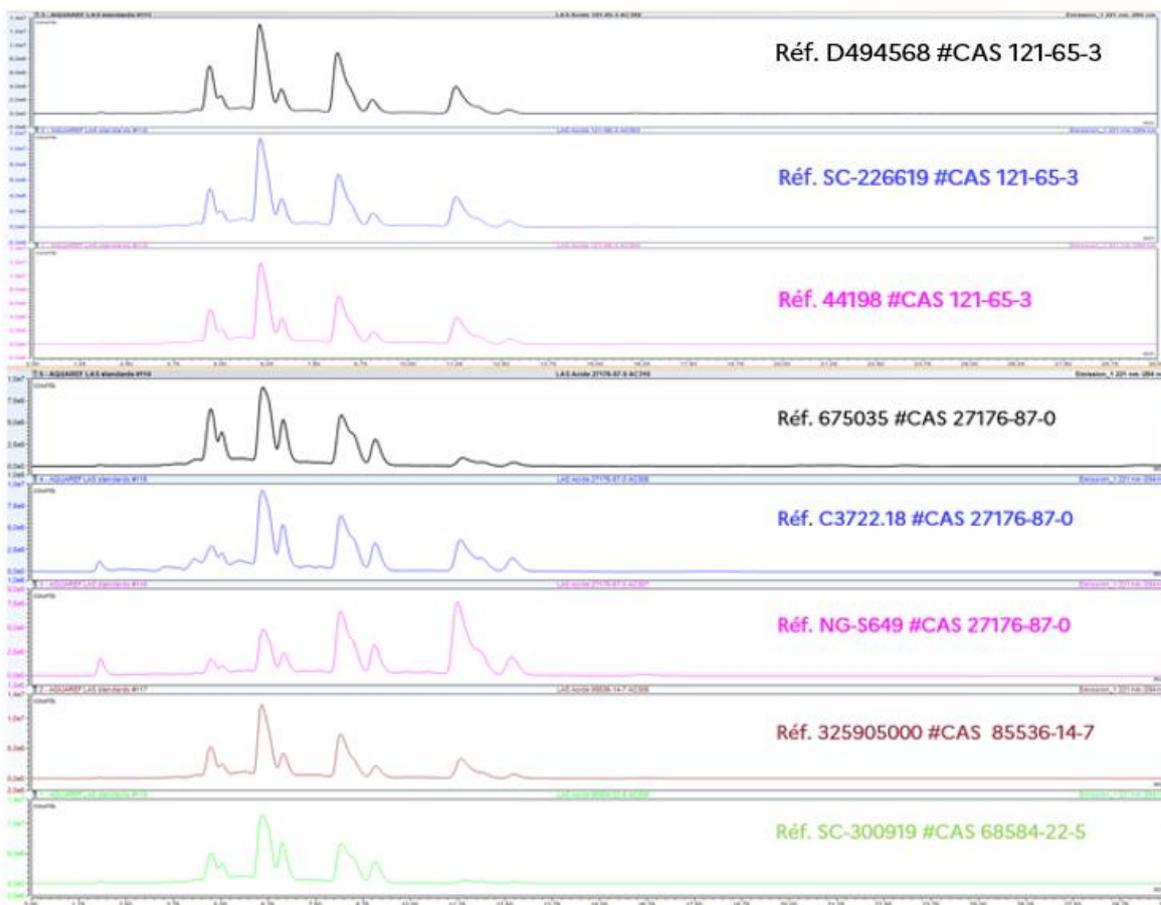


Figure B : Profils chromatographiques LC-Fluo de différents mélanges de LAS sous forme acide

ANNEXE 5

Fiche descriptive du numéro CAS 25155-30-0

25155-30-0

CAS Registry Number:

25155-30-0 REGISTRY

Entered STN: 16 Nov 1984

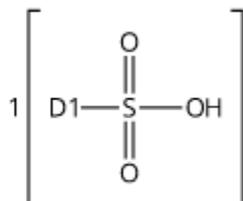
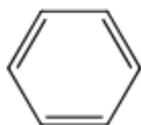
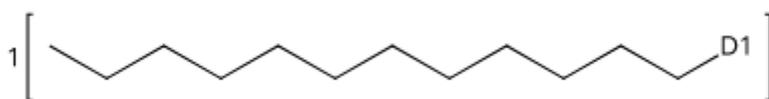
CAS Registry Number Locator:

STN Files: BIOSIS, BIOTECHNO, CA, CABA, CAPLUS, CASFORMULTNS, CASREACT, [View all](#)

Deleted CAS Registry Number:

1323-13-3, 11114-21-9, 12068-21-2, 12627-25-7, 12676-70-9, 18618-53-6, 19327-14-1, 28675-02-7, 37334-89-7, 39316-39-7, 39386-98-6, 39405-16-8, 52624-37-0, 56590-39-7, 57762-50-2, 58517-33-2, 60328-33-8, 63530-22-3, 68445-25-0, 71244-85-4, 76483-01-7, 82028-94-2, 82785-43-1, 83203-33-2, 83652-87-3, 83652-88-4, 83652-89-5, 88495-86-7, 90452-02-1, 94187-92-5, 122390-78-7, 128452-17-5, 138362-06-8, 142986-60-5, 147035-77-6, 167163-39-5, 170006-86-7, 177645-67-9, 178900-97-5, 189201-38-5, 254117-47-0, 295348-93-5, 312629-70-2, 352212-18-1, 863016-65-3, 863727-58-6, 906063-68-1, 941291-66-3, 950892-60-1, 1036266-20-2, 2376743-26-7, 2839527-22-7

Component CAS Registry Number: (27176-87-0)



• Na

****PROPERTY DATA AVAILABLE IN THE 'PROP' FORMAT****

Chemical Name:

Benzenesulfonic acid, dodecyl-, sodium salt (1:1) (CA INDEX NAME)

OTHER CA INDEX NAMES:

Benzenesulfonic acid, dodecyl-, sodium salt (8CI, 9CI)

OTHER NAMES:

35SL

8044EE

A 1-1575

A 19

A 19 (surfactant)

A 41S

Abeson NAM

ABS

[View all](#)

Class Identifier:

IDS, COM

Molecular Formula:

C18 H30 O3 S . Na

Source of Registration:

CA

50898 REFERENCES IN FILE CA (1907 TO DATE)

207 REFERENCES TO NON-SPECIFIC DERIVATIVES IN FILE CA

52809 REFERENCES IN FILE CAPLUS (1907 TO DATE)

ANNEXE 6

Comparaison des proportions de chaque transition en LC-MSMS pour les formes
LAS et p-n-LAS

Tableau C : Proportions relatives des différentes transitions en LC-MSMS pour différentes longueurs de chaînes

Longueur de chaîne alkyle	Transition MS/MS	Proportion pour les formes LAS (%)	Proportion pour les formes BAS (%)	Proportion pour les formes p-n-LAS (%)
C10	297,1 > 183,1	76	76	10
	297,1 > 119,1	22	22	4
	297,1 > 170	2	3	86
C11	311 > 183,1	74	74	10
	311 > 119,1	23	21	4
	311 > 170	3	5	86
C12	325 > 183,1	75	75	12
	325 > 119,1	22	20	4
	325 > 170	3	5	84
C13	339,2 > 183,1	75	74	12
	339,2 > 119,1	22	23	4
	339,2 > 170	3	3	84
C14	353,3 > 183,1	60	67	13
	353,3 > 119,1	33	23	4
	353,3 > 170	7	10	83

ANNEXE 7

Comparaison des chromatogrammes par LC-fluo, LC-MS et LC-MSMS

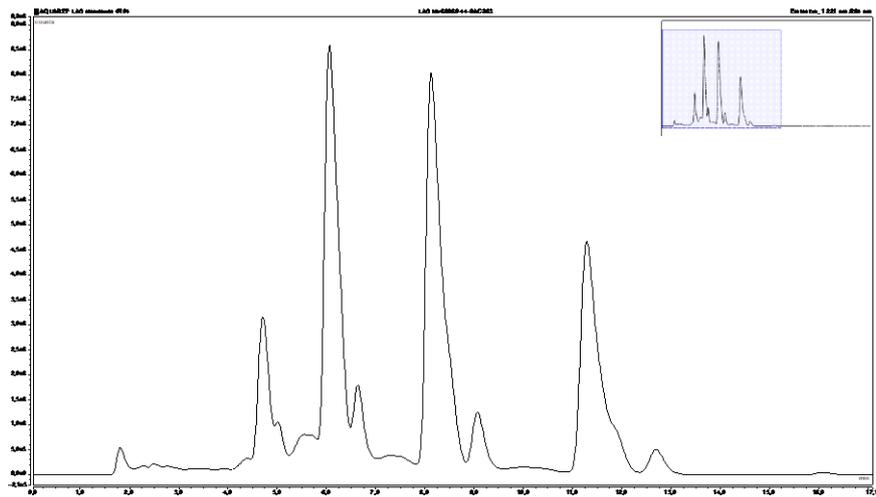


Figure C : Chromatogramme en LC-fluo de la référence 675032 (LAS sous forme de sel de sodium)

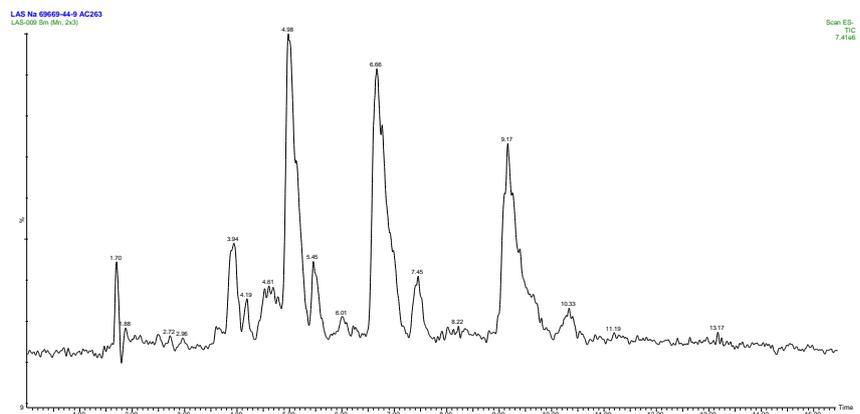


Figure D : Chromatogramme en LC-MS de la référence 675032 (LAS sous forme de sel de sodium)

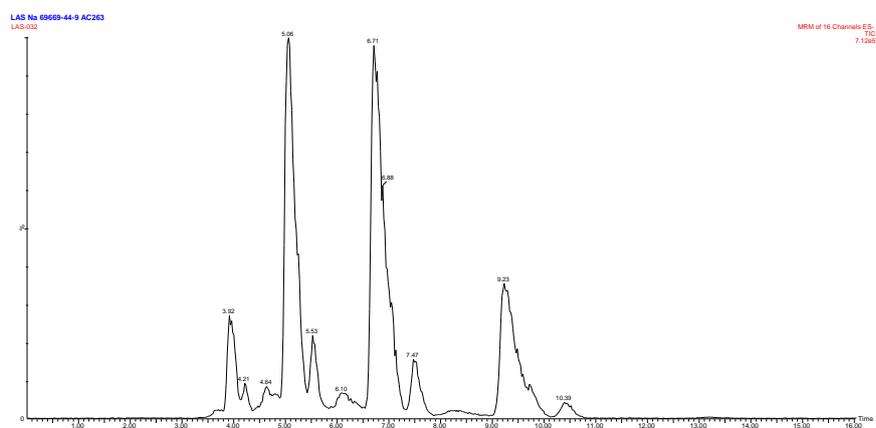


Figure E : Chromatogramme en LC-MSMS de la référence 675032 (LAS sous forme de sel de sodium)

ANNEXE 8

Détail des distributions des différentes longueurs de chaînes dans les mélanges
étalons identifiés comme LAS

Tableau D : Proportion des différentes longueurs de chaînes alkyles dans les mélanges d'étalons identifiés comme LAS

Référence	Fournisseur / Fabricant	CAS	C10 (%)	C11 (%)	C12 (%)	C13 (%)	C14 (%)
675032	Techlab / HPC	69699-44-9	7,1	32,6	41,5	18,6	0,2
8106.18	BCP Instrument / Chiron	69699-44-9	6,1	39,3	36,4	18,1	0,1
SC-485007	Santa Cruz Biotechnology / TCI	69699-44-9	6,6	39,5	36,4	17,7	0,0
494568	LGC Standard / TRC	121-65-3	12,0	39,9	35,1	12,7	0,3
226619	Santa Cruz Biotechnology	121-65-3	10,2	41,1	33,1	15,4	0,2
44198	Sigma-Aldrich	121-65-3	9,8	41,2	33,3	15,4	0,2
675035	Techlab / HPC	27176-87-0	15,4	42,1	37,2	5,2	0,1
3722.18	BCP Instrument / Chiron	27176-87-0	5,3	39,5	37,8	17,4	0,1
NG-S649	Greyhound chemical / Chemservice	27176-87-0	3,9	20,8	40,0	34,8	0,5
325905000	Thermoscientific / ACROS	85536-14-7	10,5	41,7	34,8	12,7	0,3
SC-300919	Santa Cruz Biotechnology	68584-22-5	11,2	46,7	39,3	2,8	0,0
PHR1305	Sigma-Aldrich	25155-30-0	12,3	39,7	31,7	16,1	0,1

Tableau E : Statistiques générales sur la répartition des différentes longueurs de chaînes dans les mélanges d'étalons LAS

N = 12	C10 (%)	C11 (%)	C12 (%)	C13 (%)	C14 (%)
Moyenne	9,2	38,7	36,4	15,6	0,2
Médiane	10,0	39,8	36,3	15,8	0,1
Minimum	3,9	20,8	31,7	2,8	0,0
Maximum	15,4	46,7	41,5	34,8	0,5
Ecart-type	3,4	6,5	3,0	7,9	0,1
Distribution OCDE en Europe	8-20	19-39	20-50	5-23	<1-3
Distribution OCDE aux Etats-Unis	1-25	7-50	20-50	5-45	<1-10