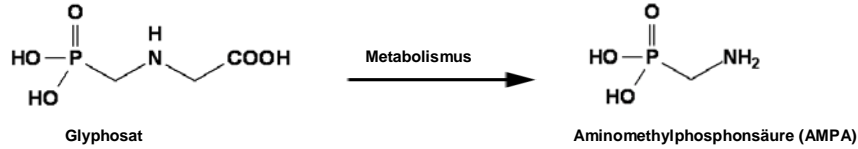


Anreicherungsfreie LC-MS/MS- Spurenanalyse von Glyphosat und AMPA aus Wasser durch Direktinjektion der FMOCC-Derivate

Uwe Böhlend und Birgit Schwarz; Aqua Service Schwerin GmbH

- Glyphosat (N-(phosphonmethyl)glycine) = Totalherbizid, Einsatzmengen (> 1000t Deutschland)
- systemisches Herbizid, metabolisiert zu Aminomethylphosphonsäure (AMPA).
- Haupthandelsprodukt „ROUNDUP“



LC-MS/MS-Analyse von Glyphosat, AMPA, Glufosinat nach Derivatisierung mit FMOCCI (9-Fluorenylmethylchlorformiat) nach ISO/DIS 21458

5ml Wasserprobe, + ¹³C₂¹⁵N-Glyphosate & ¹³C¹⁵N-AMPA

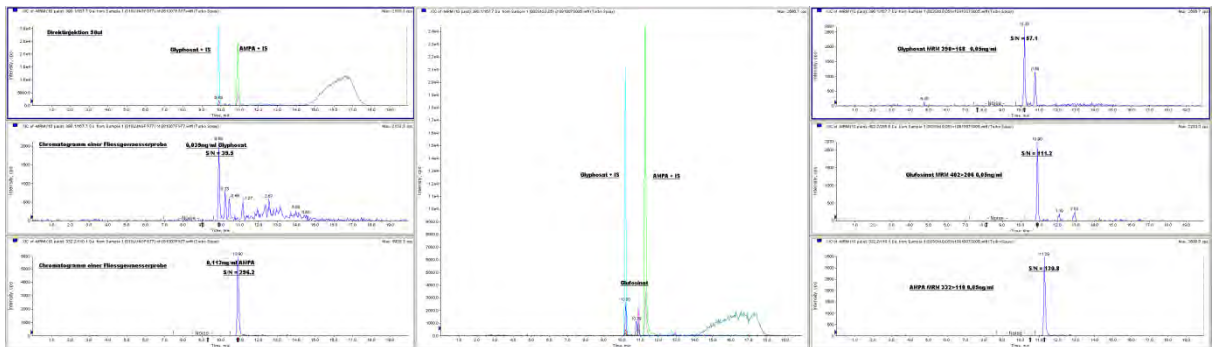
[O-]P(=O)([O-])CN(C(=O)[O-]) + FMOCC-Cl $\xrightarrow[\text{Boratpuffer pH = 9,1}]{-\text{HCl}}$ [O-]P(=O)([O-])CN(C(=O)[O-])OC(=O)C1=CC=C2C=CC(=C1)C3=CC=CC=C23

Boratpuffer und FMOCCI in ACN $\xrightarrow{\text{Reaktion bei RT >4h}}$ $\xrightarrow[\text{Beiprodukte entfernen}]{\text{Zugabe von 2ml Dichlormethan}}$

LC-MS System	LC: Agilent Tech. 1200	MS: ABI QTrap4000			
Trennsäule:	Gemini	100x2mm	3µ	Phenomenex	
Eluent:	(A)Wasser	(B)Methanol	2mmol/l	Ammoniumcarbonat	0,35ml/min
Gradient:	1%B in 4min	auf 63%B	bis 10min	bei 11min auf 95%B	13min 95%B
Injektionsvolumen	50µl				
MS-Parameter	GS1=55psi	GS2=65psi	Temp:450°C	IS Voltage:4500V	EP=10

Chromatogramme einer Fließgewässerprobe
 Glyphosat: 0,039µg/l AMPA: 0,113µg/l

Chromatogramme dotierte Wasserprobe: Glyphosat, Glufosinat und AMPA : Konz.0,05µg/l



MS/MS-Parametert	1.MRM	DP	CE	2.MRM	CE
Glyphosat	390>168	-40	-18	390>150	-34
¹³ C ₂ ¹⁵ N-Glyphosate	398>171	-40	-18	393>153	-34
Glufosinat	402>180	-35	-16	402>206	-9
AMPA	332>110	-30	-10	—	—
¹³ C ¹⁵ N-AMPA	334>112	-30	-10	—	—