

# Alternative Validierung einer LC-MS-Methode für Pestizide in Trinkwasser

Alexander Müller, Wolfram Seitz, Wolfgang Schulz und Walter H. Weber\*

Dirk Flottmann\*\*

Zweckverband  
Landeswasserversorgung



## Problemstellung:

- Validierung einer LC-MS/MS Multi-Methode (> 30 Analyte)
- Schwierige Bestimmung der Robustheit für die Gesamtheit der Analyte
- Komplexe Optimierung einer Multi-Methode

## Lösung:

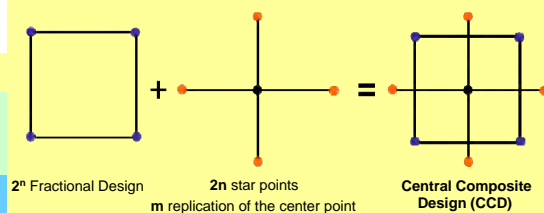
Einsatz eines statistischen Versuchsplans zur Bestimmung der Einflüsse verschiedener Parameter und deren Wechselwirkungen

## Methode:

**Response Surface Methodology** Central Composite Design

**6 Design Variablen** Konzentration, Fluss, Gradient, Temperatur, Zerstäuber-/Curtaingas und Dwell-Time

**2 Response Variablen** S/N-Verhältnis, Peakverteilung

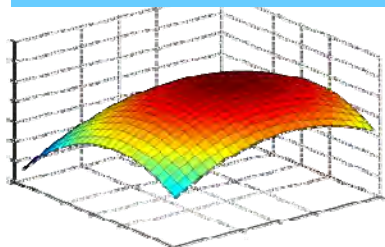


## Ergebnisse:

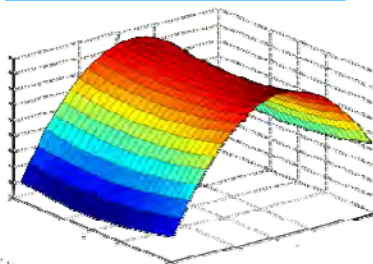
**Nur 91 Versuche** wurden unter Verwendung eines Central Composite Designs mit 15 Wiederholversuchen des Zentrums für die Bestimmung der 6 Design-Variablen benötigt

	Konzentration [µg/L]	Gradient [min]	Zerstäuber-/Curtain-Gas [psi]	
+ alpha level	34,1	13,9	78,3	39,1
+ level	25,0	13,3	60,0	30,0
center level	<b>20,0</b>	<b>13,0</b>	<b>50,0</b>	<b>25,0</b>
- level	15,0	12,7	40,0	20,0
- alpha level	5,9	12,1	21,7	10,9

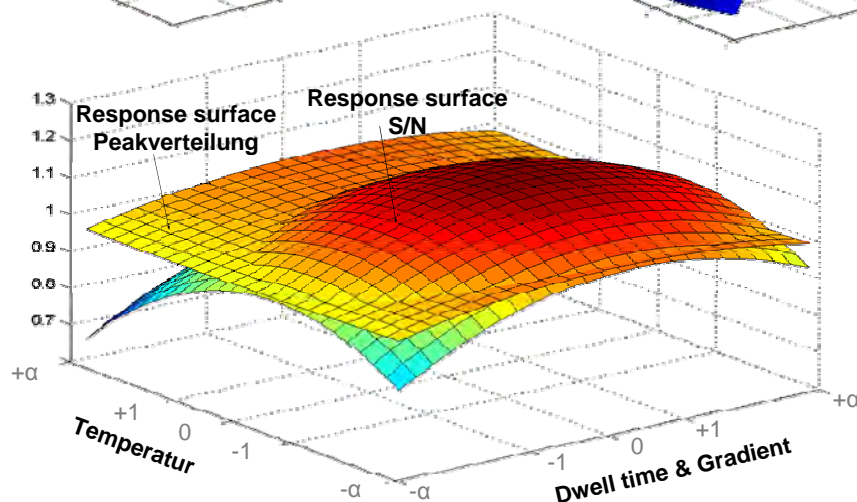
Temperatur und Dwell-Time (Response S/N)



Temperatur und Gradient (Response Peakverteilung)



	Temperatur [°C]	Dwell-Time [ms]
+ alpha level	669,7	17,1
+ level	560,0	12,5
center level	<b>500,0</b>	<b>10,0</b>
- level	440,0	7,5
- alpha level	330,3	2,9



## Robustheit

konnte bei allen 6 Design-Variablen für die beiden Response-Variablen nachgewiesen werden

**Weitere Validierungsparameter**, wie Stabilität der Analyte in Matrix, Wiederholbarkeit, Linearität, Nachweis- und Bestimmungsgrenze konnten direkt aus den Ergebnissen des statistischen Versuchsplanes bestimmt werden

**Das statistische Design und dessen Auswertung gemäß der Response Surface Methodology stellt eine systematische Herangehensweise für die Validierung einer Multi-Methode dar.**

\* Kontakt: Dr. Walter H. Weber  
Zweckverband Landeswasserversorgung Langenau  
Tel.: + 49 7345 9638-2291, E-Mail: weber.w@lw-online.de

\*\* Kontakt: Prof. Dr. Dirk Flottmann  
Hochschule für Technik und Wirtschaft Aalen  
Tel.: +49 7361 576-2134, E-Mail: Dirk.Flottmann@htw-aalen.de