

Matrixeinflüsse bei der anreicherungs-freien LC-MS-Analytik von Wasser mit Elektrospray-Ionisation

Dominik Holzinger, Wolfram Seitz, Alexander Müller, Wolfgang Schulz und Walter H. Weber

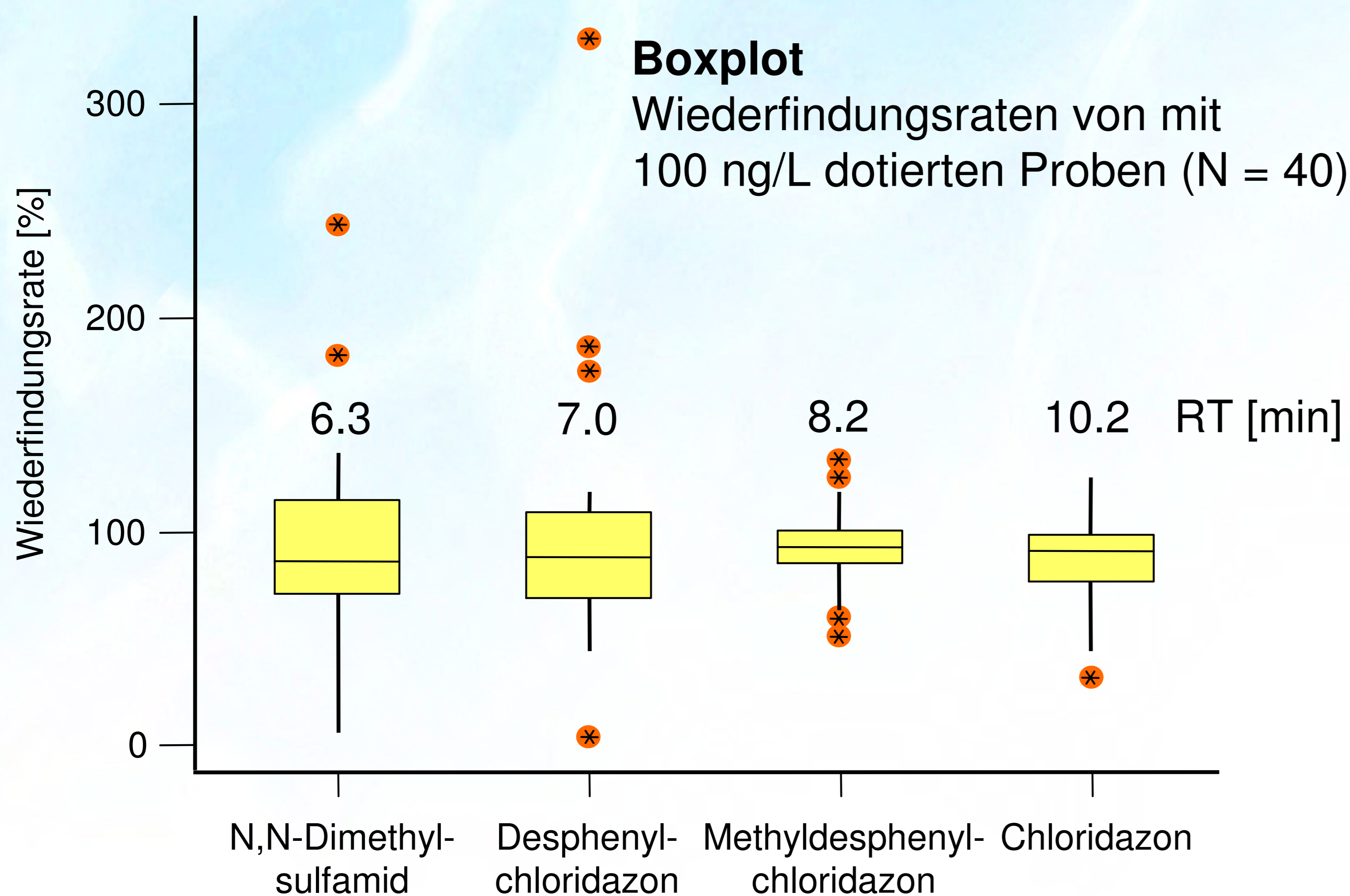
Hintergrund

Anreicherungs-freie Detektion mit LC-MS/MS ist ein leistungsstarkes Verfahren für die organische Spuren-analytik. Jedoch können Matrixeffekte von anorganischen oder organischen Probenbestandteilen auftreten. Besonders die Elektrospray-Ionisation kann davon betroffen sein.

Fazit

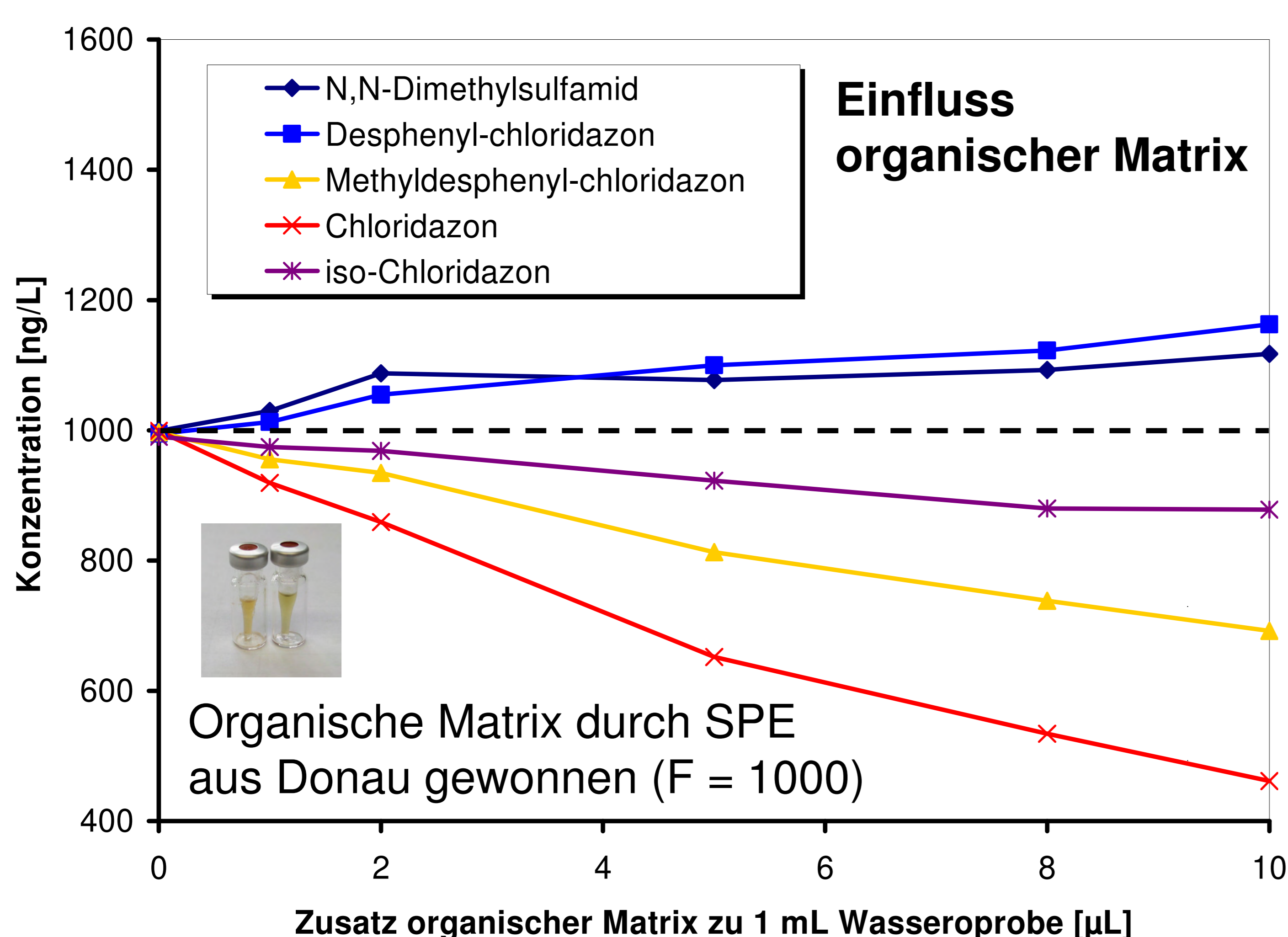
- Gelöste anorganische Spezies wie NH_4^+ oder organische Stoffe können zu signifikanten Matrixeffekten führen.
- Deshalb kann eine Standardaddition bei der quantitativen Auswertung sinnvoll sein.
- Jedoch waren die Matrixeffekte bei der anreicherungs-freien Analyse mittels LC-ESI-MS/MS meist gering.

Analytische Routinemethode



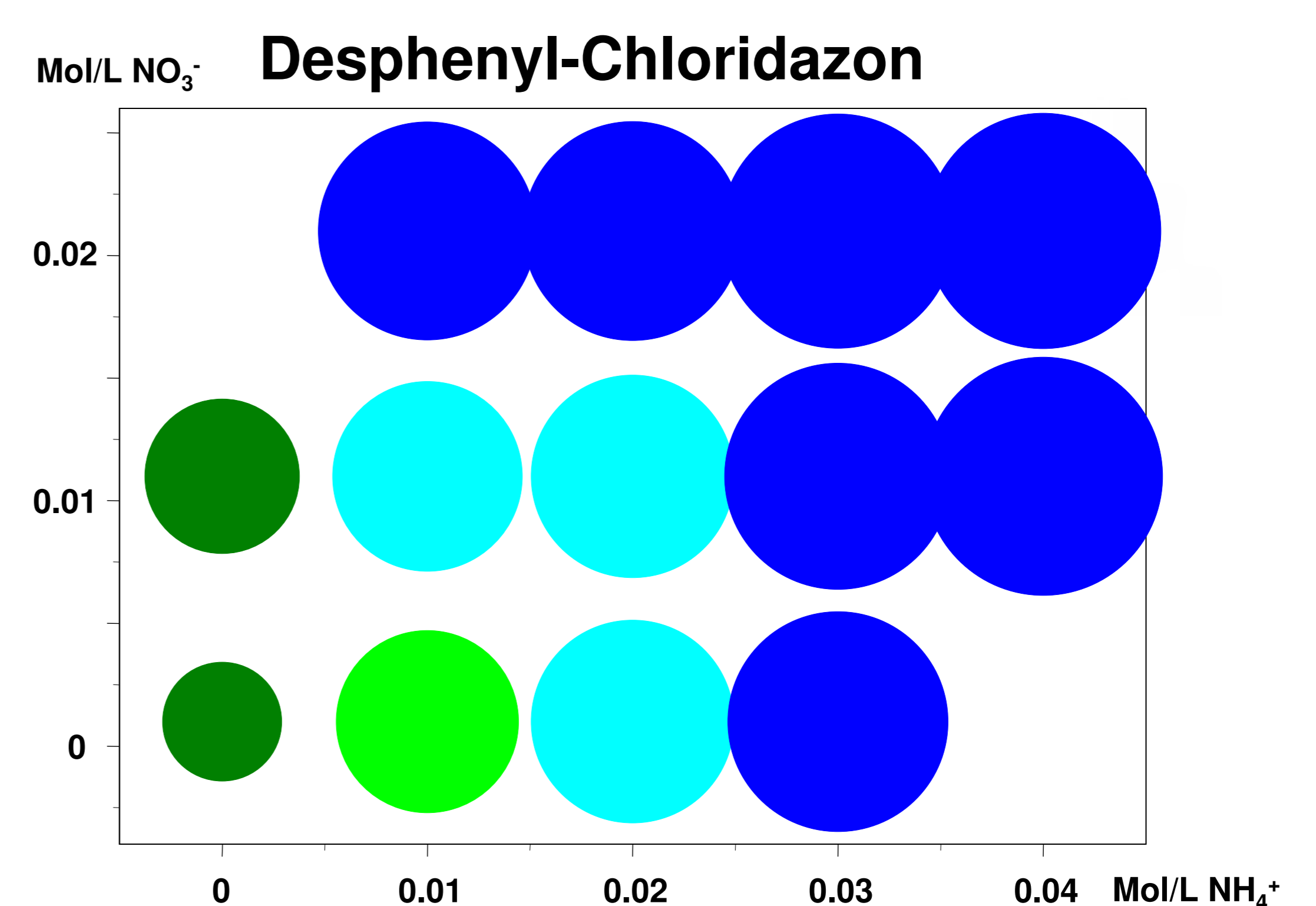
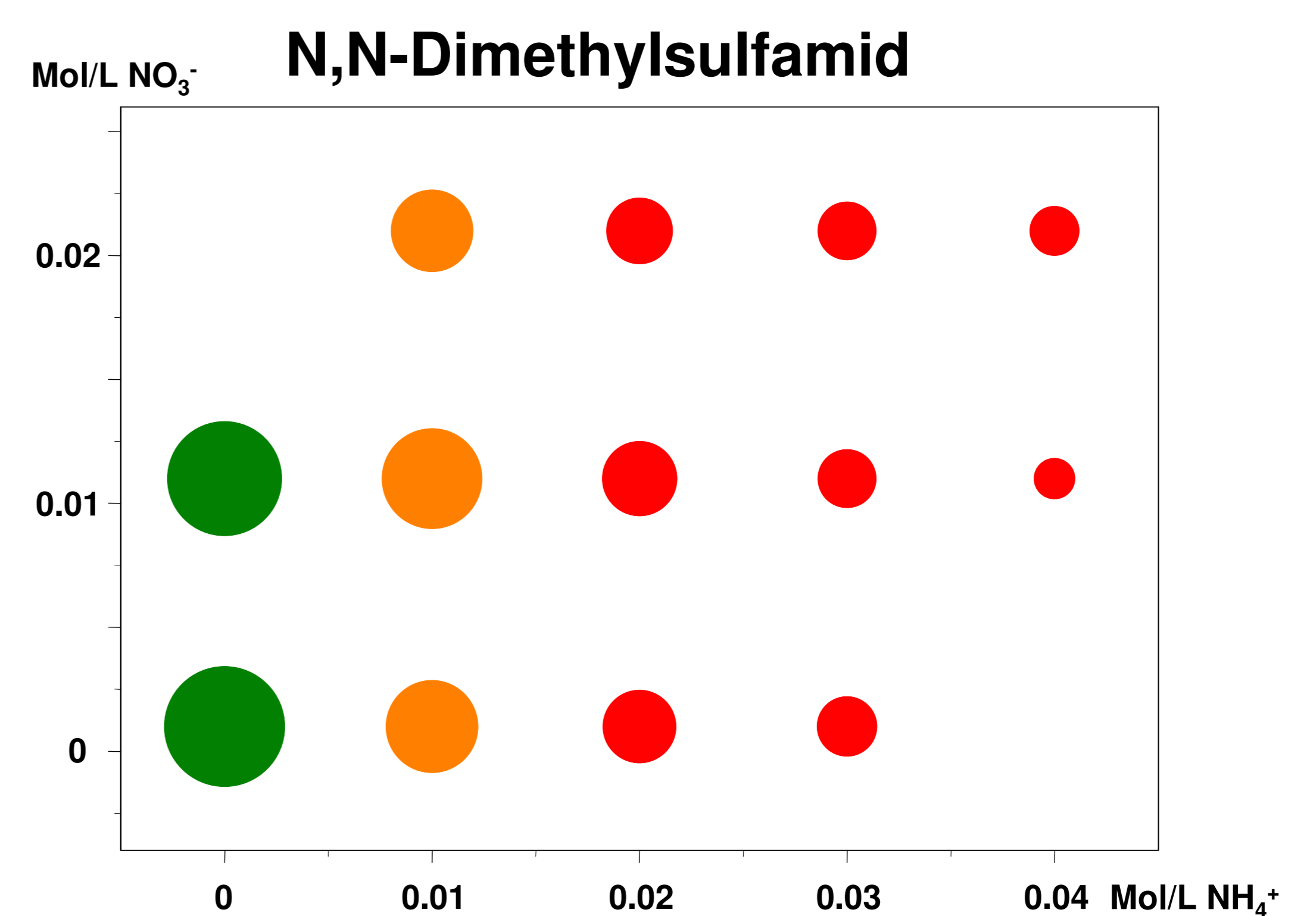
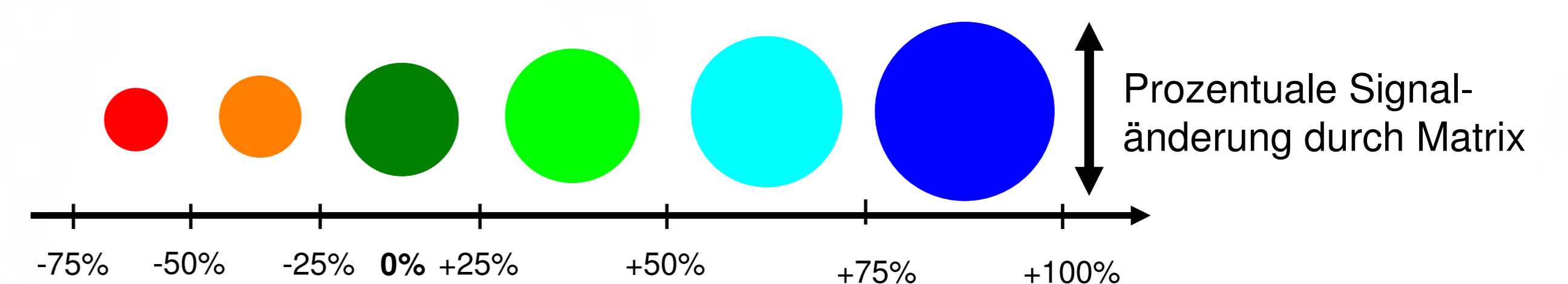
Ausreißer zeigen signifikante Matrixeffekte an!

- Methode für das Herbizid Chloridazon und seine Metabolite sowie für den Metaboliten N,N-Dimethylsulfamid
- HPLC-Säule: Restek Ultra Aqueous C18, 5 μm , 250 x 4,6 mm
Flussrate: 0,8 mL/min
Injektionsvolumen: 100 μL Wasserprobe
Eluent A: Wasser, 1 mL/L Ameisensäure
Eluent B: Acetonitril, 1 mL/L Ameisensäure, 50 mL/L Wasser
Gradient: 0 – 8 min 10 – 80 % B, 8 – 15 min 80 % B
- Massenspektrometer: API 4000 Qtrap™ / API 5000™
Electrospray-Ionenquelle: positiver Modus, Temperatur 450 °C
- Quantifizierung: Externe Kalibrierung 25 – 1000 ng/L inkl. Kontrolle der Wiederfindungsrate durch **Dotierung jeder Probe**



Systematische Untersuchung von Matrixeffekten (Design of Experiment, 2ⁿ Versuchsplan)

- Analyse von wässrigen Standards mit synthetischer anorganischer Matrix wie bspw. versch. Kombinationen von NH_4Cl , NH_4NO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ und KNO_3



- Die Zunahme der Signalintensität von Desphenyl-Chloridazon könnte durch den folgenden Dissoziationsprozess erklärt werden:

