

# 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

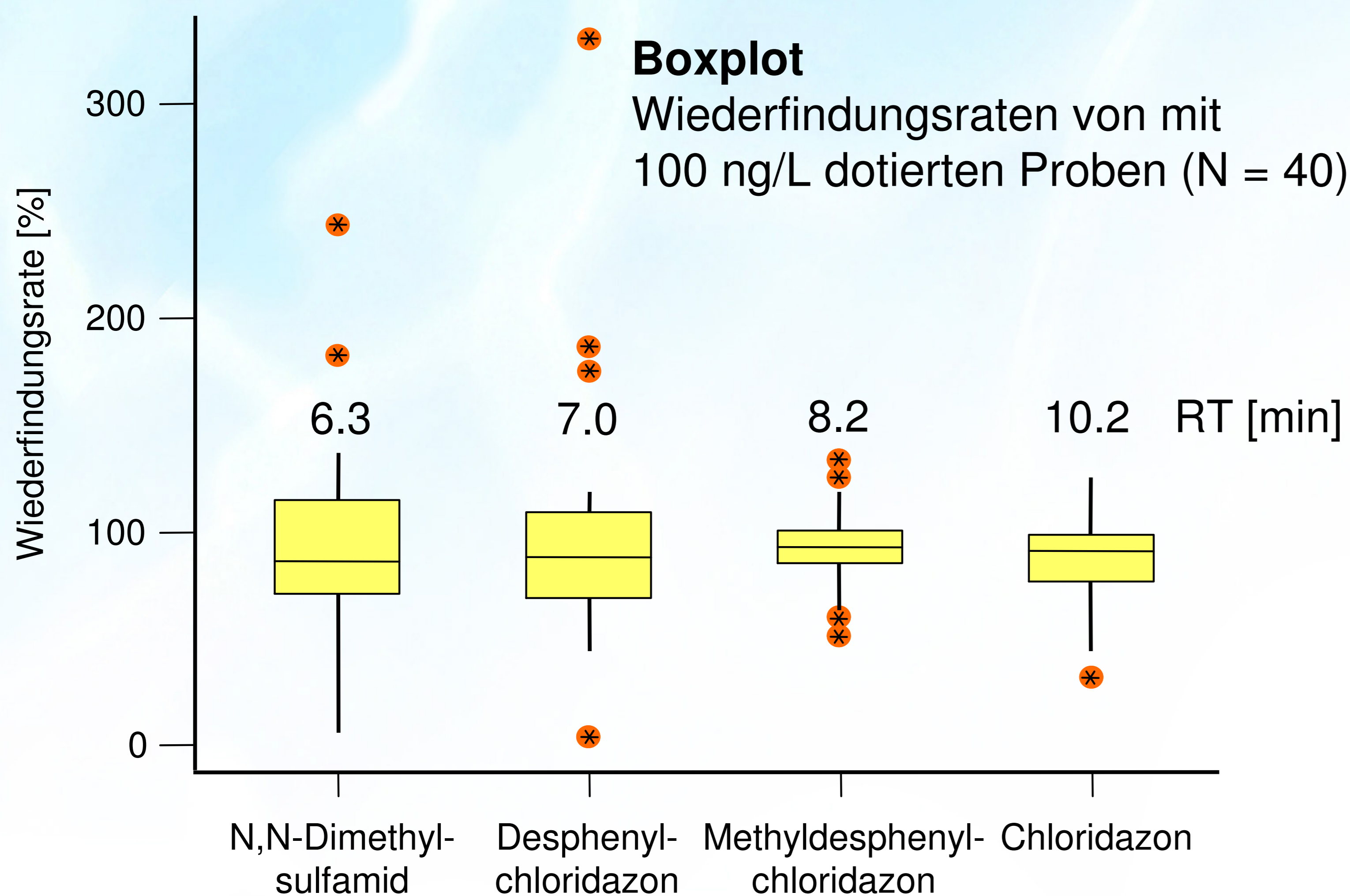
## Hintergrund

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

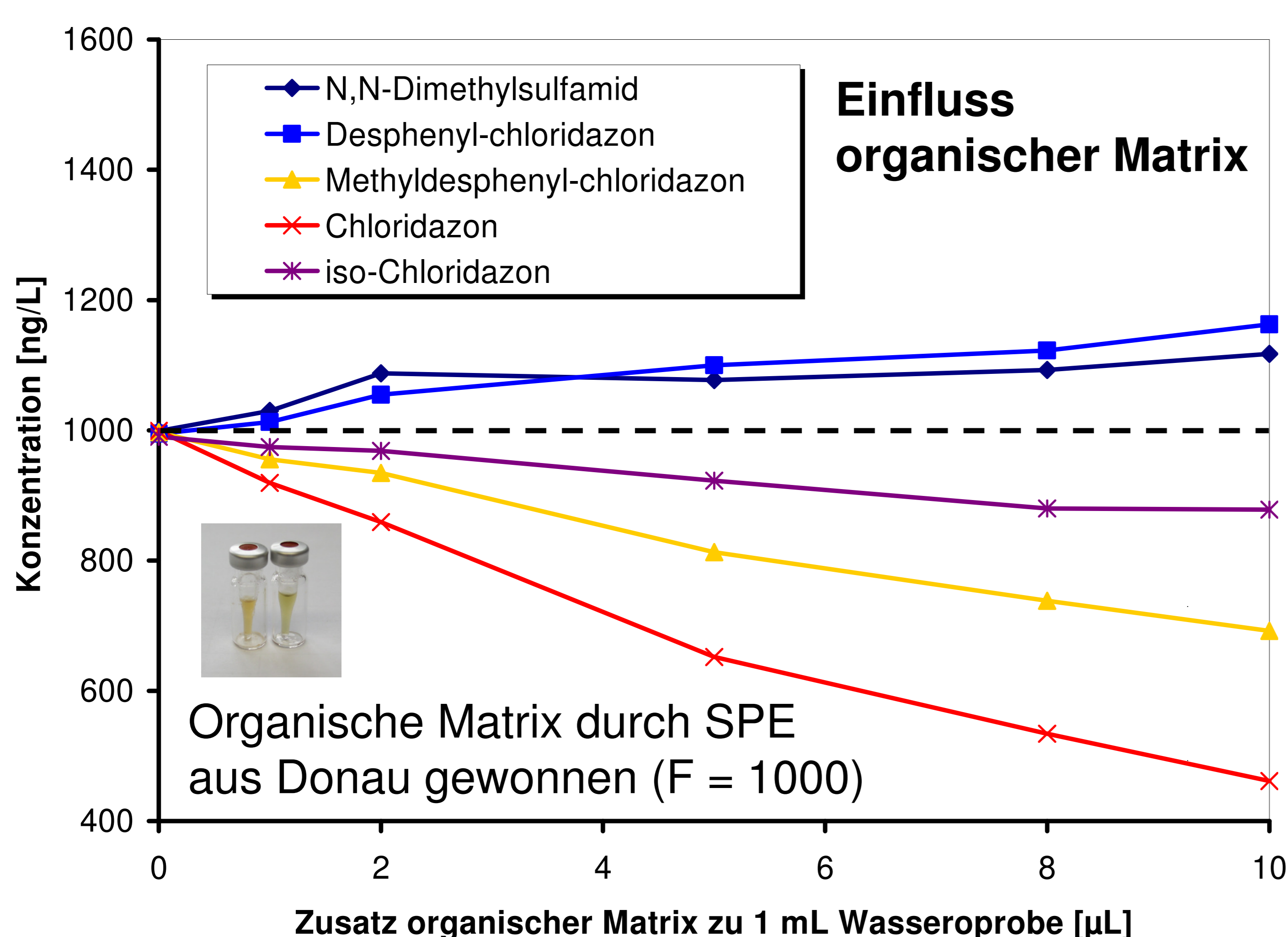
- Gelöste anorganische Spezies wie  $\text{NH}_4^+$  oder organische Stoffe können zu signifikanten Matrixeffekten führen.
- Deshalb kann eine Standardaddition bei der quantitativen Auswertung sinnvoll sein.
- Jedoch waren die Matrixeffekte bei der anreicherungs-freien Analyse mittels LC-ESI-MS/MS meist gering.

## Analytische Routinemethode



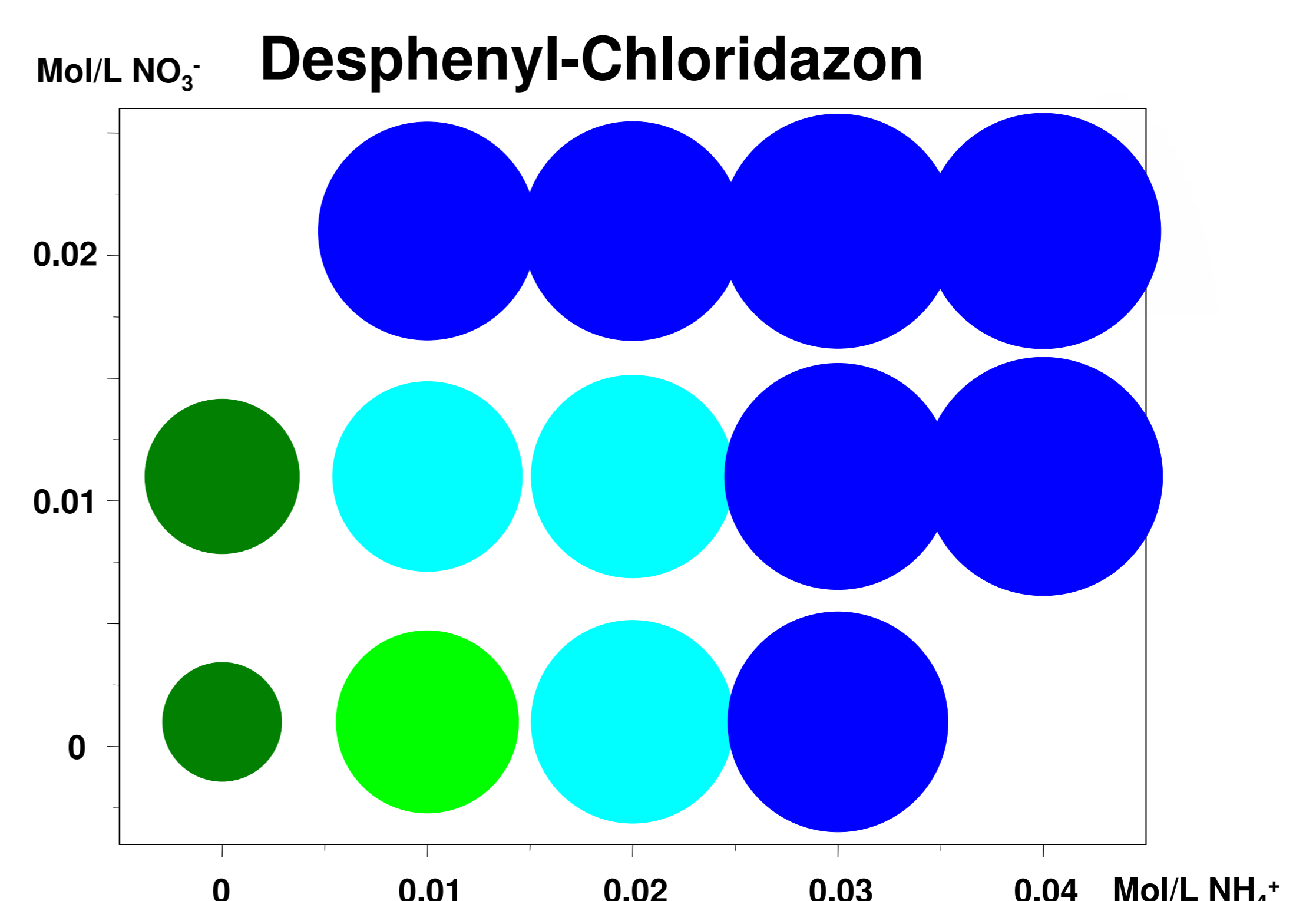
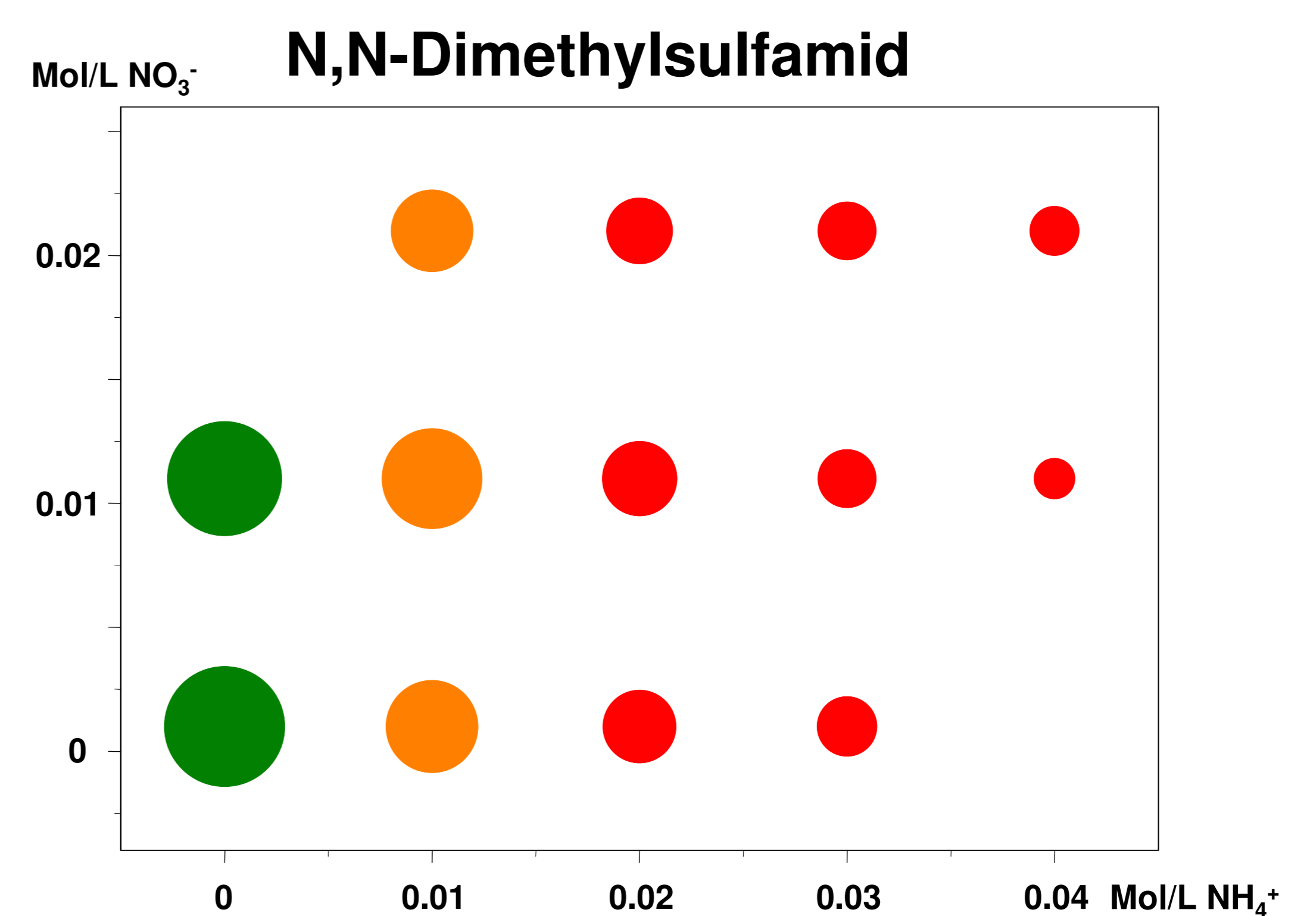
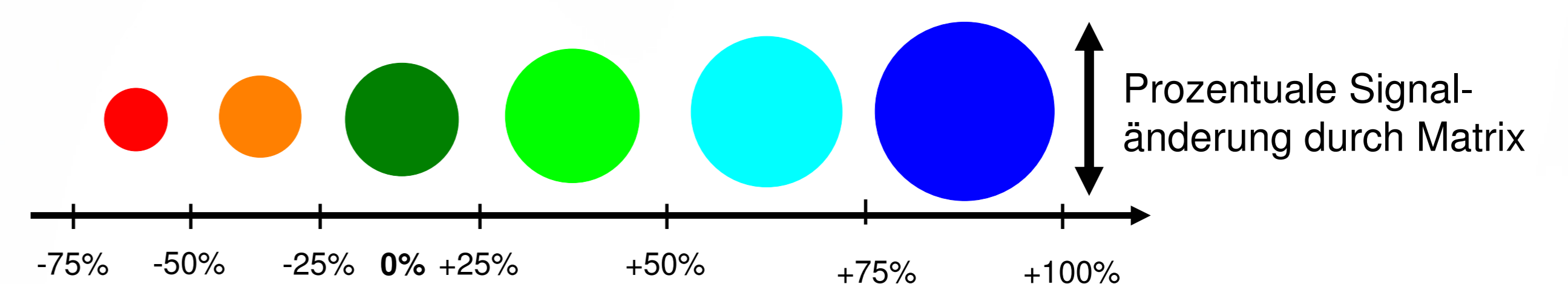
**Ausreißer zeigen signifikante Matrixeffekte an!**

- Methode für das Herbizid Chloridazon und seine Metabolite sowie für den Metaboliten N,N-Dimethylsulfamid
- HPLC-Säule: Restek Ultra Aqueous C18, 5  $\mu\text{m}$ , 250 x 4,6 mm  
Flussrate: 0,8 mL/min  
Injektionsvolumen: 100  $\mu\text{L}$  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, 2<sup>n</sup> Versuchsplan)

- Analyse von wässrigen Standards mit synthetischer anorganischer Matrix wie bspw. versch. Kombinationen von  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  und  $\text{KNO}_3$



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

