

1 Einleitung

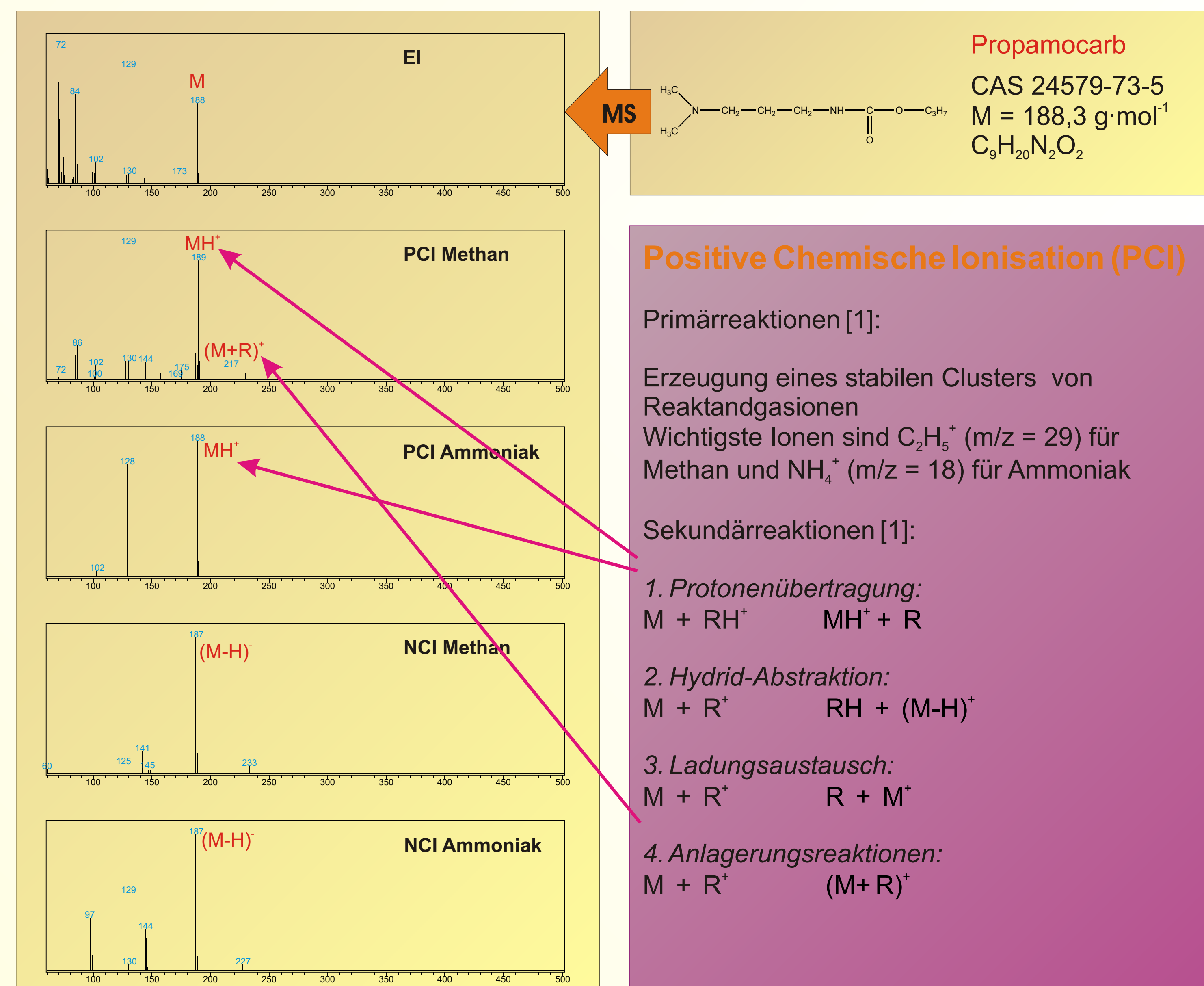
Der Einsatz von Pestiziden in der Landwirtschaft und die zunehmende Sensibilisierung der Bevölkerung gegenüber Zusatzstoffen und Rückständen in Nahrungsmitteln führen zu der Notwendigkeit von immer empfindlicheren Analysemethoden in der Pestizidanalytik.

Komplexe Matrices, wie sie viele Obst- und Gemüsearten darstellen, können die Empfindlichkeit der sonst so sensitiven Analytik mittels GC/MS dramatisch reduzieren. Matrixeffekte verursachen ein hohes Basissignal und Überlagerungen von Analytpeaks und Störpeaks und erzielen somit höhere Nachweisgrenzen.

2 Ionisierungsverfahren in der GC/MS

- Elektronenstoßionisation (EI)
- Positive Chemische Ionisation (PCI)
- Negative Chemische Ionisation (NCI) } Chemische Ionisation (CI)

Die Abbildungen zeigen die bedeutendsten Reaktionen für alle Verfahren am Beispiel dreier Pestizide.



4 Ergebnisse

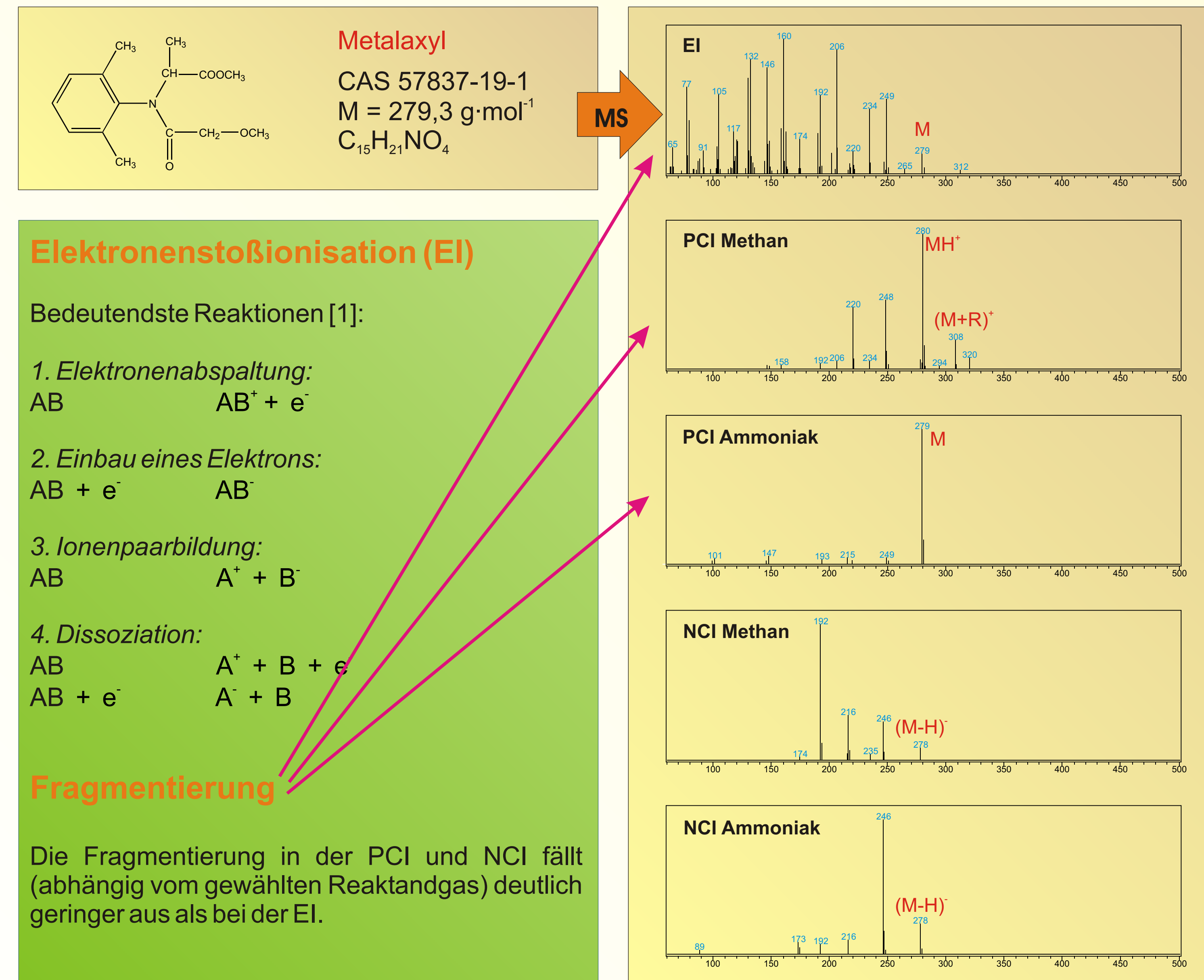
Durch Verwendung der CI und durch eine effektive Auswahl der Massenzahlen für die Messung im SIM-Modus lassen sich in der Pestizidanalytik niedrige Nachweisgrenzen auch bei schwierigen Matrices wie z. B. Obst oder Gemüse erzielen. Sie resultieren von einem besseren Signal/Rausch-Verhältnis für die ausgewählten höheren und wesentlich selektiveren Massenzahlen im Vergleich zur EI.

5 Geräte

Gaschromatograph GC-17A, Massenselektiver Detektor QP5050A, Ionisierungseinheit CI-50, Zubehörsatz NCI-50, Shimadzu Deutschland GmbH

6 Danksagung

Wir danken der Fa. Shimadzu Deutschland GmbH, insbesondere Fr. Dr. Geissler, für die technische Unterstützung.



3 Einfluß der Ionisierungsverfahren auf die Analytik

Der Einsatz der CI anstelle der klassischen EI in der GC/MS-Analytik bewirkt eine geringere Fragmentierung des Moleküls, wobei die entstehenden Molekülfragmente aber höhere Massenzahlen besitzen als bei der EI. Das liegt an der geringeren Ionisierungsenergie der Reaktandgasionen im Vergleich zu den Elektronen. Außerdem kommt es durch Anlagerungsreaktionen mit den Reaktandgasionen zur Bildung von Ionen mit höheren Massenzahlen als die Molmasse des Analyten. Diese Ionen mit einer Massenzahl im "oberen" Massenbereich und hohen relativen Intensitäten sind weitaus charakterischer für die Bestimmung der Analyten, da in diesem Massenbereich statistisch weniger Matrixionen mit identischer Massenzahl gleichzeitig auftreten können. Das ist besonders wichtig für die Pestizidanalytik im Spurenbereich im Modus der Einzel-Massenregistrierung (SIM-Modus). Der Verlust an absoluter Intensität in der CI gegenüber der EI wird durch den großen Gewinn an Selektivität der erzielten Fragment-/Produkt-Ionen übertroffen.

