

Bestimmung von Chlorpestiziden mit GC/MS

Schlagwörter

Organochlorpestizide (OCP), GC/MS, IDMS, Referenzmaterialien, Spurenanalyse

Prüfgrößen und -objekte

Organochlorpestizide in Probenextrakten aus verschiedenen Matrices (Boden, Wasser, Holz u. a.)

Prüfbereich		Ergebnisunsicherheit	
HCH-Isomere	2 pg - 2 ng	von 20 %	bis 2 %
HCB, DDT und Metaboliten	2 pg - 2 ng	von 15 %	bis 2 %
Aldrin, Endosulfane	10 pg - 5 ng	von 15 %	bis 3 %

Einsatzgebiete

Zertifizierung des Organochlorpestizid-Gehaltes von organischen Matrix-Referenzmaterialien, Erstellung von Sollwerten für Ringversuchsproben, Qualitätsbewertung, Abgleich und Optimierung von Standard-Analysenverfahren (GC/ECD, GC/FID)

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Das GC/MS-System besteht aus einem Gaschromatographen (GC) mit einer Kapillar-Trennsäule sowie einem Quadrupol-Massenspektrometer (MS). Im Injektor des GC wird die zu untersuchende Probe verdampft, die Analyten gelangen auf die Trennsäule und werden dort je nach verwendeter Säulenbelegung chromatographisch getrennt. Über eine beheizte Transferkapillare gelangen die Moleküle dann in die Ionenquelle des Massenspektrometers und werden dort mittels Elektronenstoß ionisiert. Es können dabei sowohl komplette Massenspektren über das Datensystem aufgenommen (Full scan) als auch nur ausgewählte Ionen registriert werden (MID bzw. SIR). Die Nachweisempfindlichkeit ist dabei je nach Substanzklasse unterschiedlich und liegt zwischen 100 pg - 2 ng bei Full scan sowie 500 fg - 20 pg bei SIR. Die GC/MS-Methode ist auf thermisch stabile organische Analyten beschränkt.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Die GC/MS-Methode ist in der Lage, organische Analyten im Spurenbereich zu erfassen. Organochlorpestizide lassen sich noch in Konzentrationen von wenigen ppb bestimmen. Die Sicherheit bei der qualitativen Zuordnung der Verbindungen ist dabei durch die Gewinnung multidimensionaler Analysendaten (GC-Retentionszeit, MS-Spektrum, selektive Massenzahl, Isotopenverhältnis) äußerst hoch. Chromatographische Koelutionen von zwei oder mehreren Verbindungen auf einem GC-Peak, wie sie bei GC/FID oder auch GC/ECD auftreten können, verfälschen bei GC/MS durch die substanzspezifische Detektion nicht mehr das Messergebnis. Durch die im gesamten Analysenverfahren einschließlich der Probenvorbereitung integrierte Nutzung von mit den Zielanalyten chemisch identischen Isotopenstandards als Referenzsubstanzen lassen sich Unsicherheiten bei der Wiederfindung auf ein Minimum beschränken.

Im Gegensatz zu GC/FID- bzw. GC/ECD-Analysen müssen keine speziellen Korrekturwerte bezüglich der Analytwiederfindung zusätzlich bestimmt werden.

Ansprechpartner:	Dr. Rosemarie Philipp	Telefon:	+49 30 8104 5893
E-mail:	rosemarie.philipp@bam.de	Fax:	+49 30 8104 1127
Fachgruppe I.2: Organisch-chemische Analytik; Referenzmaterialien			zurück zur Startseite Katalog Referenzverfahren

Ergänzende Angaben

Gaschromatogramm Chlorpestizide

[2-21] Pestizide 1 ng
 [1*] TCMX 2 ng
 [22*] PCB 209 5 ng
 Full scan

