



²Noack Laboratorien GmbH, Käthe-Paulus-Straße 1, 31157 Sarstedt, Germany

Die Noack Laboratorien entwickeln jährlich hunderte analytische Methoden für unterschiedliche Auftraggeber und Substanzklassen im Kontext von Umweltverbleibs- und aquatischen Studien. Im vorliegenden Fall wurden zwei strukturell eng verwandte Analyten untersucht. Während Analyt A auf einem ESI-Triple-Quadrupol-System zuverlässig quantifizierbar war, zeigte Analyt B auf demselben Gerät andere Addukte sowie geringe, nicht reproduzierbare Signale. Die Untersuchung sollte klären, ob eine alternative LC-ESI-HRMS-Plattform eine robuste Bestimmung im µg/L Bereich zulässt.

Verbindung B: Ungesättigt

Fig. 1: Molekülstrukturen von Verbindung A (gesättigt) und Verbindung B (ungesättigt)

Tabelle 1: Ionisationsbedingungen Waters TQ Analyt A und B.

Parameter	Analyt A	Analyt B
Häufigstes Vorläuferion (<i>m/z</i>)	[M+NH ₄] ⁺ (716.6)	[M+Na] ⁺ (717.6) [M+NH ₄] ⁺ (712.6, Spuren)
Fragmentierungseffizienz	Hoch	Mittel [M+Na] ⁺
Reproduzierbarkeit	Hoch	Niedrig

1) Verbindung A: MS Scan (100 mg/L, TQ von Waters)	2) Verbindung B: MS Scan (100 mg/L, TQ von Waters)
3) Verbindung B: Full Scan (600 µg/L, Q-ToF von Agilent)	4) Chromatogramme (Links: Verbindung A, Rechts: Verbindung B) Verbindung A: Chromatogramm auf Waters Xevo TQD mit Zspray-ESI Quelle als $[M+NH_4]^+$ Verbindung B: Chromatogramm auf Agilent Q-ToF 6545 mit Dual AJS ESI Quelle als $[M+NH_4]^+$

Fig. 2: 1) MS-Scan von Verbindung A, 100 mg/L, Laufmittel mit 10 mM NH_4HCOO auf TQ-Gerät der Firma Waters 2) MS-Scan von Verbindung B, 100 mg/L, Laufmittel mit 10 mM NH_4HCOO auf TQ-Gerät der Firma Waters, 3) Full-Scan von Verbindung B, 600 $\mu\text{g/L}$, Laufmittel mit 10 mM NH_4HCOO auf Q-ToF Gerät der Firma Agilent, 4) Gegenüberstellung der Chromatogramme von Verbindung A und B nach Optimierung der Signalintensitäten und chromatographischem Lauf

4. Zusammenfassung und Schlüsse

Es wurde gezeigt, dass ein marginaler struktureller Unterschied zu einer signifikanten Modifikation der methodischen Vorgehensweise sowie der finalen Messmethode führte. Bei Verwendung desselben Messgeräts der Firma Waters wurden für die gesättigte Verbindung NH_4 -Addukte mit hoher Effizienz detektiert, während die ungesättigte Verbindung am Messgerät nur marginale bis keine Intensitäten des NH_4 -Adduktes aufwies. Letzteres konnte jedoch an einem hochauflösenden Gerät der Firma Agilent überwiegend als NH_4 -Addukte identifiziert werden.

Dieses Beispiel veranschaulicht eindrucksvoll die vielfältigen Herausforderungen, die im Kontext der Methodenentwicklung zu berücksichtigen sind. Schon geringfügige Veränderungen der Struktur eines Moleküls können zu gänzlich divergierenden Addukten sowie einem modifizierten Ionisationsverhalten führen. In diesem Kontext ist auch die herstellerbedingte Quellengeometrie von besonderer Relevanz.

Es wurde festgestellt, dass eine Prüfung der geräteübergreifenden Messparameter erforderlich ist, um eine robuste Analytbestimmung zu gewährleisten. Darüber hinaus werden die Herausforderungen gezeigt, die bei der Übertragung normativ geforderter Methoden auf andere Labore, Prüfeinrichtungen und Geräte entstehen können.