
Ionenchromatographie (IC) Massenspektrometrie (MS) Erfahrungen aus der Praxis

*Rolf Maurer
Dionex (Switzerland) AG, 4600 Olten*

Die HPLC/MS-Kopplung wird schon seit Jahren erfolgreich für die selektive Analyse von Verbindungen in komplexen Matrices und zur Identifizierung unbekannter Verbindungen eingesetzt. Die Kopplung von Ionenchromatographie und Massenspektrometrie (IC/MS) eröffnet neue Möglichkeiten für die Analyse polarer Verbindungen, galt aber als schwierig, da die typischen Eluenten in der IC nicht mit der MS-Detektion direkt kompatibel sind. Für die MS-Detektion müssen die Analyte als Ionen in der Gasphase vorliegen, da die Trennung im Massenanalysator und die Detektion im Vakuum erfolgen. Die Interface-Technik der Wahl ist das Elektrospray-Interface (ESI). Einsetzbar ist die ESI im Flussbereich von 10 $\mu\text{L}/\text{min}$ bis 2 mL/min , wobei höhere Nachweisempfindlichkeiten bei geringeren Eluentenflüssen resultieren. In der Praxis werden bevorzugt Trennsäulen mit Innendurchmessern von 2 mm und Flüssen von 0,25 mL/min anwendbar.

In der Vergangenheit wurden für die IC/MS nur flüchtige Eluenten wie Essigsäure oder Ammoniumsalze eingesetzt; denn nichtflüchtige Komponenten aus der mobilen Phase können sich am Einlasskonus des MS ablagern und diesen verstopfen. Neuere MS-Systeme verfügen über eine kontinuierliche Spülung des Einlasskonus, so dass auch Eluenten mit nichtflüchtigen Additiven verwendet werden können. Kontinuierlich regenerierte Suppressoren, die als Entsalzer der mobilen Phase fungieren und zwischen IC-Trennsäule und MS-Interface installiert werden, vermeiden ebenfalls ein Verstopfen des Einlasskonus.

Konventionelle MS-Systeme für die LC/MS-Kopplung sind so konzipiert, dass sie eine sehr gute Nachweisempfindlichkeit für den Massenbereich bis über 2000 amu haben.

In der IC/MS wird als Eluent meistens Wasser (Molekulargewicht: 18 amu) eingesetzt; zudem sind auch Ionen mit geringem m/z von großem Interesse wie z.B. Fluorid (m/z 19 amu), Chlorid (m/z 35/37 amu), Nitrit (m/z 46 amu). Für derartige Anwendungen wurde eine spezielle Ausführung des MSQTM-Massenspektrometers entwickelt mit dem Namenszusatz ELMO (englisch für: „Enhanced Low Mass Option“). Diese ELMO-Version hat eine um den Faktor 400 höhere Empfindlichkeit bei m/z 18, ist aber im Bereich über m/z >500 amu geringer empfindlich als die Standardversion des MSQ.

Beispiele aus der Praxis sind die Bestimmung von Anionen, organischen Säuren und Kationen in Komplexenmatrices wie Zahnpasta, aber auch die Identifizierung von Zuckern in Lebensmittelproben.