

## Allgemeine Informationen zur Massenspektrometrie

Die Messungen werden von Dr. Werner Spahl (F1.048, 77655), Frau Sonja Kosak und Frau Sandra Albrecht ausgeführt (F1.047, 77656). Spezielle Probleme können jederzeit besprochen werden.

### **Analysenauftrag:**

Für alle Proben sind im ChemABS die Daten für die Massenspektrometrie vollständig auszufüllen und auf dem Analysenauftrag die Strukturformel ohne Abkürzung von funktionellen Gruppen zu ergänzen. Details dazu finden sich unter ChemABS Informationen zur Massenspektrometrie. Bei leicht flüchtigen unpolaren Substanzen sollte EI, bei polaren oder zersetzbaren Verbindungen ESI gewählt werden. Immer ein geeignetes Lösungsmittel angeben, üblich sind Aceton, Chloroform, Acetonitril und Methanol, ungeeignet sind DMSO und DMF! Wenn EI keinen Molekülpeak zeigt, eine andere Ionisierungsart auswählen. HRAM (Hochauflösung/exakte Molekülmasse) Messungen sind nur sinnvoll, wenn die Proben zu mindestens 90% rein ist. Die exakte Molekülmasse berechnet sich dabei aus den häufigsten Isotopen und nicht den mittleren Atommassen! Eine Hochauflösung von literaturbekannten Verbindungen oder eine zusätzliche Niederauflösung sind überflüssig. Den ausgedruckten Analysenauftrag im Wandschrank F1.F7C neben dem Probengefäß ablegen.

### **Probenabgabe:**

Etwa 1 mg Substanz in nicht zu dick umwickelten Autosampler-Ampullen abgeben, weniger ist schlecht zu handhaben und mehr ist unnötig. Eppendorf Kappen und ungelöste Proben in Gefäßen, deren Deckel nicht geöffnet werden kann, können nicht bearbeitet werden! Bei gelösten Proben Konzentrationen von etwa 1 mg/ml (100 µmolar) pro Komponente einhalten bei mindesten 0.5 cm Füllhöhe und 100 µl Volumen. Lösungen müssen klar und neutral sein, alle Proben puffer- und salzfrei, letzteres kann gerade bei ESI Signale unterdrücken. Als Lösungsmittel sind für unpolare Verbindungen auch Ether und Dichlormethan, für polare Substanzen auch Ethylacetat und Wasser geeignet. Wenn das Ansäuern bei ESI als hilfreich bekannt ist, 1% Ameisensäure verwenden, aber nicht TFA! Eine Abgabe im Schlenkrohr ist nicht möglich, solche Proben in Autosampler-Ampullen mit Septum gelöst und unter Schutzgas abgeben. Probengefäße sind gut lesbar mit Probenname und Auftraggeber zu beschriften und in Wandschrank F1.F7C zu stellen. Zersetzbare Proben können im Eisschrank in Raum F1.043 aufbewahrt oder auf Abruf zur Messung gebracht werden. Je nach Probenaufkommen ist mit Bearbeitungszeiten von Stunden bis wenigen Tagen zu rechnen. Die Spektrenausgabe und gegebenenfalls Probennrückgabe erfolgt ebenfall im Wandschrank F1.F7C. Wenn nicht anders vermerkt, werden auch Eisschrank Proben dort zurück gegeben. Proben gleich mitnehmen, sobald die Rückgabekästen voll sind, werden sie entleert!

### **Spektrenauswertung:**

Probenname und Auftraggeber erscheinen mit Monatszahl oben links auf den Spektren, oben rechts stehen Informationen zur Verbindung und der Messmethode. Aufheizkurven, Chromatogramme und Massenspuren zeigen den zeitlichen Meßverlauf direkt darunter. Die Aufheizkurve stellt hierbei das Ergebnis einer fraktionierten Verdampfung im Vakuum dar. Ein paralleler Massenspurverlauf deutet auf eine einheitliche Substanz hin, ein unterschiedlicher auf Mischungen oder Zersetzungsprozesse! Bei EI wird nur der Meßverlauf positiver Ionen dargestellt, bei ESI und APCI oben der Meßverlauf negativer und darunter positiver Ionen, weil etwa im Sekundenrhythmus die Ionenpolarität geändert wird. Die Massenspektren werden als Linienspektrum dargestellt, dabei bedeutet RT Retentionszeit, AV Gemittelte Spektren, NL Normalisierte Intensität, SB Hintergrund bereinigte Spektren und +/-p Polarität. Eine Intensität von E5-E10 ist normal. Für EI gibt es zugehörige Massenlisten, dafür stehen bei ESI und APCI unten links die positiven und rechts die negativen Massenspektren. Exakte Massen und vorgeschlagene Summenformeln werden über den Peaks angegeben. Bekannte Matrix- und Hintergrund-Signale (X), wie auch Memory-Effekte (M) durch Signale vorheriger Proben, werden im Spektrum entsprechend markiert. Bei ESI sind auch Addukte und Cluster möglich. Die Methoden Details für die experimentellen Teile von Publikationen stehen in Methoden Informationen zur Massenspektrometrie.

Die Rohdaten der Messungen werden täglich auf den Server cicum1.cup.uni-muenchen.de in die /home/masse\* Ordner hochgeladen, ein Zugriff ist per SFTP (Port 22) mit der Email Kennung und Passwort möglich. Zur Auswertung wird Xcalibur 4.8 benötigt, das als Demo von Thermo nach Registrierung hier kostenlos erhältlich ist: <https://thermo.flexnetoperations.com/control/thmo/login>