

ChemABS Informationen zur Massenspektrometrie

1. Ionisierungs-Methode:

EI (Elektronenstoß Ionisation): für flüchtige Proben.

Ergibt M^+ , möglich sind aber auch $[M+H]^+$ und $[M-H]^+$ oder überhaupt kein sichtbarer Molekül- oder Quasimolekül-Peak. In diesem Fall sind andere Methoden wie ESI oder APCI auszuprobieren.

APCI (Atmosphärendruck Chemische Ionisation): für flüchtige Proben, ergibt $[M+H]^+$ und $[M-H]^+$.

ESI (Elektrospray): für schwer flüchtige oder zersetzliche Proben.

Ergibt $[M+H]^+$ und $[M-H]^+$, üblich sind auch $[M+Na]^+$, $[M+NH_4]^+$, $[M+Cl]^+$, $[M+Formiat]^+$, sowie Cluster Ionen $[2M+H]^+$, $[2M+Na]^+$, $[2M-H]^+$ und mehrfach geladene Ionen $[M+xH]^{x+}$, $[M-xH]^{x+}$.

MALDI (Matrix Assisted Laser Desorption Ionisation): für schwer flüchtige Proben.

Ergibt $[M+H]^+$ und $[M-H]^+$, üblich ist aber auch $[M+Na]^+$ (HRAM ist nicht möglich bei MALDI).

2. Einlass-System:

Direkt: Es werden nur Ionisierungsart spezifische direkte Methoden ohne Chromatographie benutzt:

DEP (Direktverdampfungsprobe): bei EI für mäßig flüchtige oder thermolabile Proben.

DIP (Direktinsertionsprobe): bei EI für leicht flüchtige oder Schutzgas benötigende Proben.

TA (Targetanalyse): bei MALDI.

FIA (Flussinjektions Analyse): bei ESI.

GC (Gaschromatographie): bei EI für flüchtige und thermostabile Proben und Gemische.

3. Messparameter:

Niederauflösung (LR): Routinemassenspektrum mit nomineller Massengenauigkeit.

Hochauflösung (HR): Massenfeinbestimmung des gesamten Massenspektrum (HRAM).

Ionenpolarität (Positiv/Negativ): Positiv bei EI, Positiv und Negativ bei ESI, APCI und MALDI.

4. Lösungsmittel:

Substanz am besten ungelöst abgeben. DMSO und DMF sind ganz allgemein nicht geeignet!

Nicht flüchtige Puffer und Salze bitte vermeiden, weil sie die Instrumente verunreinigen und die Probensignale verschlechtern. Statt TFA zum Ansäuern immer Ameisensäure verwenden!

5. Bekannte Hintergrund-Signale (X):

EI: 207, 281 (Säulenbluten oder Schliff Fett); 149, 167 (Weichmacher)

pos. ESI: 102 (Triethylamin); 121 (TRIS Puffer); 242 (Tetrabutylammonium); 391 (Weichmacher)

neg. ESI: 113, 227 (TFA); 145 (PF6); 255, 283 (Palmitinsäure und Ölsäure von menschlicher Haut)