

Methoden Informationen zur Massenspektrometrie

Elektronenstoß Ionisation (EI) Messungen wurden an einem Thermo Q Exactive GC Orbitrap-Massenspektrometer oder einem Finnigan MAT 95 Sektorfeld-Massenspektrometer durchgeführt. Die Auflösung war auf ungefähr 5000 (MAT95) oder 50.000 (Q Exactive GC, bei m/z 200) eingestellt. Probenabhängig wurden Massenbereiche von 40 bis 1040 u gemessen, bei einer Quellentemperatur von 250 °C (MAT95) oder 300 °C (Q Exactive GC) und einer Elektronenenergie von 70 eV. Für EI Spektrenvergleiche diente die NIST Mass Spectral Library 2014.

Direktverdampfungs Proben (DEP/EI) wurden auf einem Platinfaden von 20 bis 1600 °C mit einer Rate von 120 Grad/min geheizt, Direktinsertions Proben (DIP/EI) wurden in einem Aluminiumtiegel von 20 bis 400 °C mit einer Rate von 60 Grad/min verdampft.

Gaschromatographie (GC/EI) wurde an einem Thermo Trace 1300 Gaschromatographen mit temperaturprogrammierbarem Injektor und Triplus Autosampler durchgeführt. Für die Trennung wurden Chromatographie Service 5%-Phenyl-95%-Methyl-Silphenylenphasen Kapillartrennsäulen von 25 m Länge, 0,25 mm Innendurchmesser und 0,25 µm Filmdicke eingesetzt. Das Trägergas war Helium mit einer Flussrate von 1 ml/min. Die Temperatur der Kopplung zum Massenspektrometer betrug 275 °C, der Injektor wurde von 50 °C (1 min isotherm) mit einer Rate von 5°/sec bis 300 °C (3 min isotherm) hochgeheizt oder hatte 300 °C (CT Modus). Der Säulenofen wurde von 50 °C (1 min isotherm) bis 300 °C (4 min oder 19 min isotherm) mit einer Rate von 25 Grad/min oder 10 Grad/min geheizt. Je 0.1-1 µl Probenlösung wurde mit einem Split von 1:10 oder 1:50 injiziert.

Elektrospray Ionisation (ESI) Messungen wurden an einem Thermo Exploris 120 (vor 05.2025 Thermo Finnigan LTQ FT Ultra oder Thermo Finnigan LTQ Orbitrap XL) Massenspektrometer durchgeführt. Die Auflösung betrug 60.000 (vor 05.2025 100.000) bei m/z 400. Probenabhängig wurden Massenbereiche von 40 bis 2000 u gemessen. Die Spraykapillarenspannung war 3 kV (vor 05.2025 5 kV), die Heizerkapillarentemperatur 300 °C (vor 05.2025 250 °C), der Stickstoff Sheathgasfluss 25 Einheiten und der Auxgasfluss 5 Einheiten.

Atmosphärendruck Chemische Ionisation (APCI) wurde mit 3 µA Entladungsstrom durchgeführt. Die Verdampfertemperatur war 400 °C, die Heizerkapillarentemperatur 300 °C, der Stickstoff Sheathgasfluss 35 Einheiten und der Auxgasfluss 5 Einheiten.

Flussinjektions Analyse (FIA/ESI/APCI) wurde mit einer Vanguish Pumpe (vor 05.2025 Surveyor MS Pumpe) bei einer Flussrate von 100 µl/min mit 20/80% oder 80%/20% Wasser/Acetonitril als Laufmittel durchgeführt. Je 1-10 µl Probenlösung wurden mit Hilfe eines Inlinefilters injiziert.

Matrix Assisted Laser Desorption Ionisation (MALDI) wurde an einem Bruker Daltonics Autoflex II Flugzeit Massenspektrometer mit einem Stickstoff-Kartuschen-Laser der Wellenlänge 337 nm und Sinapinsäure (SA), 6-Azo-2-thiothymin (ATT) oder Anthracen (AT) als Matrix durchgeführt.