

Allgemeine Informationen zur Massenspektrometrie

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

Analysenauftrag:

Für alle Proben sind im ChemABS die Details für die Massenspektrometrie vollständig auszufüllen und auf dem Analysenauftrag die Strukturformel ohne Abkürzung von funktionellen Gruppen zu ergänzen. Mehr dazu findet sich unter ChemABS Informationen zur Massenspektrometrie. Bei leicht flüchtigen unpolaren Substanzen sollte EI, bei polaren oder zersetzlichen 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, EI Spektren beilegen für CI oder eine andere Ionisierungsart auswählen. Die exakte Molekülmasse berechnet sich aus den häufigsten Isotopen und nicht den mittleren Atommassen! Hochauflösung ist nur sinnvoll, wenn die Probe mindestens 90% rein ist, dafür bitte niederaufgelöste Massenspektren beilegen, falls im Arbeitskreis ein eigenes Massenspektrometer vorhanden ist. Eine Hochauflösung von literaturbekannten Verbindungen oder eine zusätzliche Niederauflösung sind überflüssig.

Probenabgabe:

Etwa 0,1-1 mg Substanz in nicht zu dick umwickelten Autosampler-Ampullen abgeben, weniger ist schlecht zu handhaben und mehr ist unnötig. Keine Eppendorf Kappen und keine ungelöste Proben in Gefäßen, deren Deckel nicht geöffnet werden können! Bei gelösten Proben Konzentrationen von etwa 0,1-1 mg/ml (10-100 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 die Zugabe einer Säure bei ESI als hilfreich bekannt ist, 0.1-1% Ameisensäure verwenden, nicht aber TFA! Die Analysenauftragabgabe und Probenabgabe erfolgt im Wandschrank F1.F7C. Zersetzliche Proben können im Eisschrank in Raum F1.043 aufbewahrt oder auf Abruf zur Messung gebracht werden. 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 den richtigen Behälter zu stellen. Je nach Probenaufkommen ist mit Bearbeitungszeiten von Stunden bis wenigen Tagen zu rechnen. Die Spektrenausgabe erfolgt im Wandschrank F1.F7C. Wenn nicht anders vermerkt, werden auch Eisschrank Proben dort zurück gegeben. Proben gleich mitnehmen, wenn die Rückgabehälter 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 und CI wird nur der Meßverlauf positiver Ionen dargestellt, bei ESI 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-E9 ist normal. Für EI und CI gibt es zugehörige Massenlisten, dafür erscheinen bei ESI unten links die positiven und rechts die negativen Massenspektren. Exakte Massen und vorgeschlagene Summenformeln werden über den Peaks angegeben. Weil das FT nur eine Dekade messen kann (50-500, 100-1000 und 200-2000) werden darunter die IT Spektren des gesamten Massenbereichs dargestellt. Bekannte Matrix und Hintergrund-Signale (X) wie auch Memory-Effekte (M) durch Ionen vorheriger Proben, werden im Spektrum entsprechend markiert. Bei ESI sind auch Addukte und Cluster möglich. Weitere Methoden Details für die experimentellen Teile von Publikationen stehen in den Methoden Informationen zur Massenspektrometrie.