

## **Methoden Informationen zur Massenspektrometrie**

EI und CI Messungen wurden an einem Thermo Q Exactive GC Orbitrap-Massenspektrometer oder 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.

Elektronenstoß Ionisation (EI) und Chemische Ionisation (CI) wurde bei einer Quelltemperatur von 250 °C (MAT95) oder 300 °C (Q Exactive GC) und einer Elektronenenergie von 70 eV durchgeführt. Für EI Spektrenvergleiche diente die NIST Mass Spectral Library 2014, für CI wurde Methan als Reaktandgas bei einem Fluss von 2 ml/min verwendet (Q Exactive GC).

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

Gaschromatographie (GC/EI, GC/CI) wurde an einem Thermo Trace 1300 Gaschromatographen mit temperaturprogrammierbarem Injektor und Triplus Autosampler durchgeführt. Für die Trennung wurden Machery-Nagel 5%-Phenyl-95%-Methyl-Silphenylenphasen Kapillartrennsäulen von 30 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 Finnigan LTQ FT Ultra Fourier Transform Ionen Cyclotron Resonanz Massenspektrometer durchgeführt. Die Auflösung war auf 100.000 bei m/z 400 eingestellt. Probenabhängig wurden Massenbereiche von 50 bis 2000 u gemessen. Die Spraykapillarenspannung am IonMax ESI-Kopf betrug 4 kV, die Heizerkapillarens-temperatur 250 °C, der Stickstoff Sheathgasfluss 20 und der Sweepgasfluss 5 Einheiten.

Fließinjektions Analyse (FIA/ESI) wurde mit einer 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 unter Verwendung 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.