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 Quellentemperatur 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 oder an einem Thermo Finnigan LTQ Orbitrap XL 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 5 kV, die Heizerkapillarentemperatur 250 °C, der Stickstoff Sheathgasfluss 25 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.