

# Probenabgabe

## 1. ESI-Messungen

→ **ESI-Direkteinlassproben werden automatisiert und hochauflösend vermessen.** Bitte beachten Sie bei der Angabe Ihrer Proben dafür folgende Kriterien:

- Proben für die ESI-Servicemessungen bitte in einem HPLC Vial (ohne Insert!) abgeben (ND10). Folgende Vials von Neolab (<http://www.neolab.de/de>) verwenden wir bisher (auch im Lager für Glas- und Verbrauchsmaterialien erhältlich):

Artikel	Bezeichnung	Warenwert
7-0728	neochrom® Schraubverschlüsse PP, ND10 m. Loch, Naturkautschuk rot-orange / TEF transparent Dicke 1,3 mm, 60° shore A, 100 Stck./Pack	17,70 € (Brutto 21,06 €)
EC-1308	neochrom® Gewindeflaschen ND10, Klarglas, 1,5 ml; 100 Stck./Pack	12,40 € (Brutto 14,76 €)



Abbildungen von <http://www.neolab.de/de>.

Bei Bedarf können diese auch nach der Messung gewaschen und mit neuem Septum auf eigene Verantwortung wiederverwendet werden.

- 0,1  $\mu\text{mol}$  der Substanz oder eine **100  $\mu\text{M}$**  Lösung in 1 mL Methanol oder Acetonitril (Wassergehalte bis 80% möglich) im Vial abgeben. Höhere Konzentrationen führen nicht nur zum Misserfolg Ihrer eigenen Analyse durch Überladung, sondern möglicherweise auch zur Kontamination der folgenden Analysen und Schädigung des Gerätes insgesamt. Die abgegebene Lösung muss klar und partikelfrei sein, sonst wird sie nicht gemessen! Wenn Sie nur wenig Substanz haben: es müssen wenigstens 300  $\mu\text{L}$  im Vial sein.
- Falls sich die Substanz in den oben genannten Lösemitteln nicht löst, dann können Sie sie in 50  $\mu\text{L}$  Chloroform oder DMSO oder DMF oder THF zunächst anlösen und mit Methanol oder Acetonitril auf 1 ml auffüllen. Bitte **diese Lösemittel nur benutzen, wenn es unbedingt nötig ist**, da sie unseren MS-Geräten auf die Dauer schaden. **Verwenden Sie keine konzentrierten Säuren oder Basen und keine Salze.** Vermerken Sie die Abweichung auf dem Probezettel.
- Bitte beschriften Sie Ihre Probe nach folgendem Muster: [Name\_AK]\_[Initialer\_Auftraggeber]\_[kurze Probenbezeichnung ohne Sonderzeichen].
- Laden Sie das Probenformular von unserer [Webseite](#) herunter und füllen es vollständig aus.
- Stellen Sie Ihre Probe auf das für den Probeneingang bereitgestellten Probenrack vor dem Raum 173a, TA und legen Sie das Probenformular darunter in die Ablage.

## 2. EI-Messungen

- EI Direkteinlassproben können wie bisher als Feststoff in kleinen Reaktionsgefäßen oder zu geschmolzenen Glaskapillaren (bei Bedarf von uns zur Verfügung gestellt) abgegeben werden. (Probenzettel nicht vergessen)
- Hochauflösende EI Proben können aufgrund instrumenteller Gegebenheiten nur bis  $m/z$  900 ausgeführt werden. Des Weiteren kann der Scan mit genügender Genauigkeit nur über einen  $m/z$  Bereich von 50 ausgeführt werden, der den gewünschten Zielpeak enthält. Die Entscheidung darüber wird aufgrund der Molmasse gefällt, wenn nicht ausdrücklich anders gewünscht. Bis auf weiteres wird zunächst ein niederaufgelöster Fullscan gemessen, dann die HR des Zielpeaks nur bei Vorhandensein desselben.

Hydrolyse empfindliche, luftempfindliche oder zu kühlende Proben bitte weiterhin in geeignetem Lagergefäß abgeben; diese Proben werden dann von uns vorbereitet und analysiert.

Für alle GC-MS, LC-MS und MALDI-MS Analysen kontaktieren Sie bitte vor Abgabe Frau Dr. Birkemeyer: [birkemeyer@chemie.uni-leipzig.de](mailto:birkemeyer@chemie.uni-leipzig.de) bzw. Tel.: 36092.

## Erhalt der Ergebnisse

Alle Messungen werden auf dem Server <ftp://spekserv.chemie.uni-leipzig.de/MS-Spektren> unter einem Ordner, der nach dem jeweiligen Messtag benannt ist, abgelegt. Das Passwort erfragen Sie bitte in Ihrem Arbeitskreis.

Für alle ESI-MS Messungen erhalten sie neben einem pdf des Messergebnisses von uns den Rohdatenfile, den Sie sich vom Server herunterladen und bei sich mit MestReNova auswerten können. Der pdf Report enthält eine Auflistung der in der Probe detektierten Signale („Peaks“) und die jeweils dazugehörigen rauschbereinigten  $m/z$ -Listen. Sie finden ihn als „Report.pdf“ in Ihrer Messdatei. Im vorderen Bereich (0-2 min) sollten Sie Ihre Substanz finden und im Bereich von 2,5-3,5 min den Kalibrierpeak. Da der Report automatisch erstellt wird, werden alle in der Probe vorhandenen, zeitlich getrennten Signale als „Compounds“ dargestellt.

Die EI-MS Messungen erhalten sie bereits ausgewertet im pdf Format.

Bitte melden Sie sich umgehend, spätestens aber innerhalb von 3-4 Tagen bei uns zurück, wenn Ihr Spektrum nicht den erwarteten Peak mit entsprechender Toleranz (5 ppm für HR, 1 amu für LR) zeigt, damit wir im manuellen Betrieb durch Anpassen der Messparameter evtl. doch noch ein positives Ergebnis erzielen können.

Falls Sie Fragen oder Anregungen haben, schicken Sie uns bitte eine Nachricht ([ms\\_service\\_fakchemie@uni-leipzig.de](mailto:ms_service_fakchemie@uni-leipzig.de)) oder wenden sich direkt an uns (Frau Billig Tel.: 36077 oder Frau Birkemeyer Tel.: 36092)

## Auswerten der Ergebnisse

Zur Auswertung der Ergebnisse steht eine Campuslizenz der Software MestReNova mit MS Modul der Firma Mestrelab und der Spectrus Processor der Firma ACD Labs zur Verfügung.

Die MestReNova Software laden Sie herunter (<http://research.uni-leipzig.de/nmr/MNOVA/>). Eine einjährige Lizenz können Sie bei Herrn Dr. Icker beantragen: [maik.icker@uni-leipzig.de](mailto:maik.icker@uni-leipzig.de). Die Installation und die Seiten mit den Beschreibungen dazu sind nur im Campusnetz zugänglich. Bei den Rohdatenfiles handelt es sich um .d Files. Um diese einladen zu können, benötigen Sie noch die 32-bit Version der Bruker CompassXtract library. Beim erstmaligen Öffnen müssen Sie die von Dr. Icker zur Verfügung gestellte Lizenz installieren. In dem Dokument „DatenauswertungmitMestReNova“ finden Sie eine kurze Anleitung, wie Sie die Datenfiles nun einladen und auswerten können (Server oder [Homepage](#)). Eine ausführliche Anleitung (Manual) finden Sie ebenfalls auf der NMR Homepage.

Des Weiteren steht als Alternative seit Dezember 2021 der Spectrus Processor der Firma ACD Labs zur Verfügung; Informationen dazu erhalten Sie ebenfalls von Dr. Icker.

## Wie finde ich meine Masse in MestReNova

Die Messungen werden in MestReNova zunächst als TIC (Total Ion Chromatogram) dargestellt. Das Chromatogramm im Report hingegen ist ein sogenanntes BPC (Base Peak Chromatogram), daher ergeben sich eventuell unterschiedliche Intensitätsverläufe (Chromatogramm). Unten ist nochmal kurz zusammengefasst, wie Sie Ihr Signal mit MestReNova schnell finden können. (Bitte lesen Sie dazu gern auch die Instruktionen für die Messung der Proben und die Datenauswertung auf unserem Server).

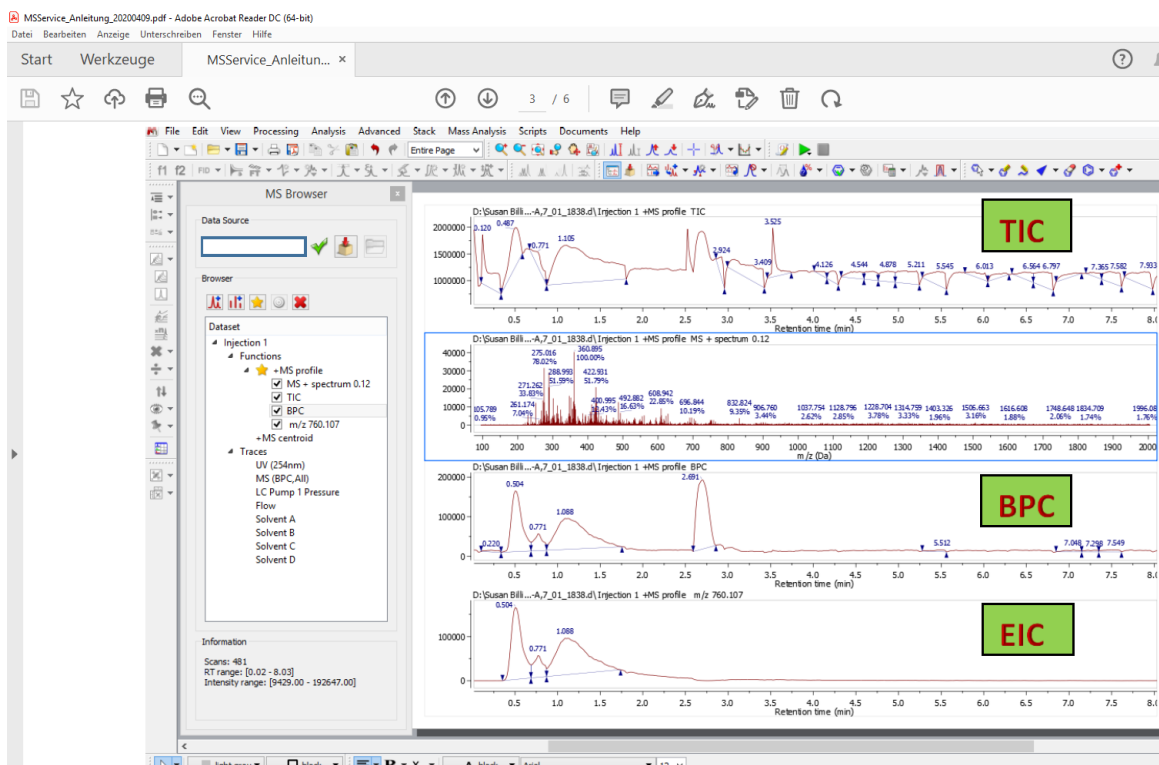
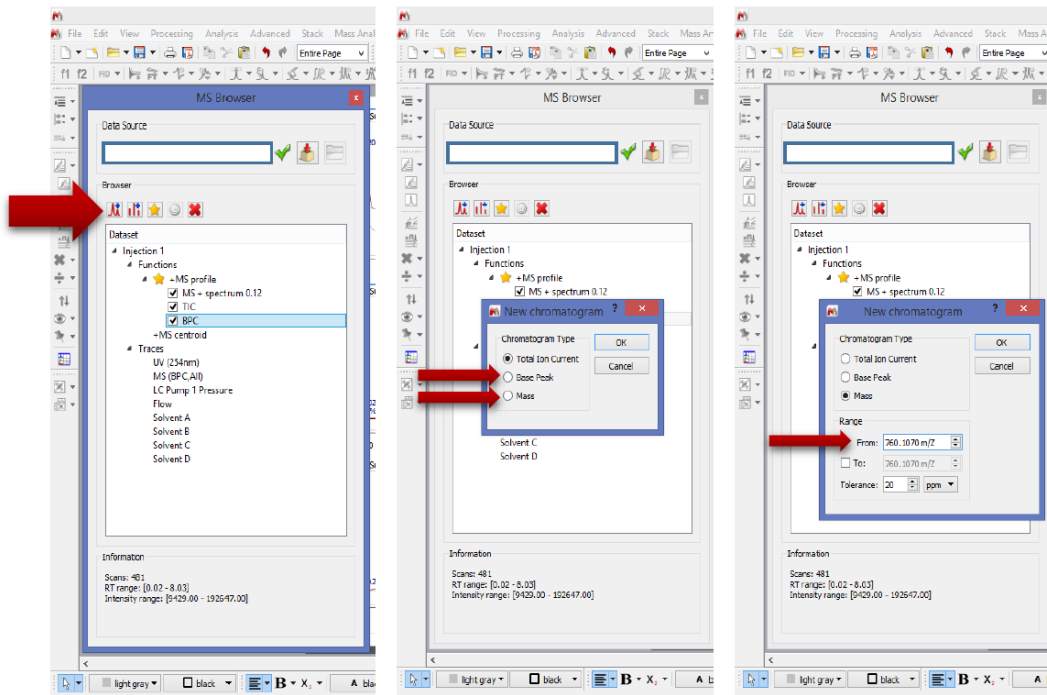
Bei der ESI-MS-Analyse werden Ionen erzeugt, die den Addukten der Zielverbindung mit Protonen [M+1], Natrium-[M+23] oder Kaliumionen [M+39] oder, seltener, anderen Kationen in Ihrer Lösung entsprechen. Wenn mehr als eines dieser Ionen oder Mischungen von ihnen an die Zielverbindung gebunden sind, hat diese eine mehrfache Ladung, und Sie können die resultierende  $m/z$  beobachten. Saure H können in Lösung auch durch Alkali-Ionen ersetzt werden: [M+2Na-H]. In diesem Fall wird keine Änderung der Ladung beobachtet.

Im negativen Modus können Deprotonierung oder andere Produkte aus der Dissoziation Ihrer Zielsubstanz oder auch Addukte mit negativen Ionen in Lösung wie Chlorid beobachtet werden. Darüber hinaus kann Ihr Zielmolekül mit neutralen Lösungsmittelmolekülen oder anderen in der Probenlösung vorhandenen Zusatzstoffen assoziiert sein.

Das Isotopenmuster Ihres Signals kann wertvolle Hinweise auf die Identität der Addukte geben.

Sollten Sie Hilfe bei der Interpretation Ihrer Spektren wünschen, können Sie sich gerne an uns wenden: Ramona Oehme (36095), Susan Billig (36077), Claudia Birkemeyer (36092).

Im MS Browser „open new chromatogram“ anklicken, Auswahl treffen (Base Peak oder die gesuchte Masse des Ions mit entsprechender Abweichung eingeben) und bestätigen.



# Dokumentation der instrumentellen Parameter

Hier finden Sie die instrumentellen Parameter, die Sie für die Dokumentation Ihrer Messdaten brauchen. Sie können feststellen, mit welchem Instrument Ihre Proben gemessen wurden, indem Sie den .d File im Explorer öffnen und den Ordner mit der Endung .m öffnen. Darin finden Sie die Methodendatei „microTOFAcquisition.method“ für das Bruker micrOTOF oder „microTOFQImpactAcquisition.method“ für das Bruker Impact II oder „EsquireAcquisition.method“ für das Bruker Esquire 3000+.

## 1. ESI Messungen

### Instrument: micrOTOF

ESI-TOF micrOTOF der Firma Bruker Daltonik GmbH, gekoppelt an eine Agilent 1100 HPLC Anlage (isokratische Pumpe und Autosampler) der Firma Agilent Technologies, gesteuert mit otofControl 3.4 und HyStar 3.2-LC/MS. (Hochaufgelöste, akkurate Messungen)

#### Injektions- und Ionisationsparameter:

		Manuelle Injektion	Autosampler
<b>Quellen Parameter</b>	Nebulizer	0,3 bar (4,4 psi)	1,8 bar (26,1 psi)
	Dry Gas Fluss	4 L/min	6 L/min
	Dry Gas Temperatur	200°C	220°C
<b>Injektionsparameter</b>	Spritzenpumpe	200 µL/h	---
	Injektionsmenge	---	5-25 µL
	Fluss	---	0,1 mL/min
	Eluent	---	ACN 0,1% FA
<b>Kalibrant</b>		Tuning Mix Low oder 50 µM Arginin in 80% ACN	

#### Analysatorparameter:

	kleine m/z	mittlere m/z	hohe m/z	kleine m/z	mittlere m/z	hohe m/z
<b>Mode</b>	positiv			negativ		
<b>Mass Range</b>	50-1500 m/z	100-2000 m/z	1000-3000 m/z	50-1500 m/z	100-2000 m/z	1000-3000 m/z
<b>Capillary Exit</b>	100 V	150 V	200 V	-70 V	-100 V	-180 V
<b>Skimmer 1</b>	50 V	50 V	50 V	-50 v	-50 V	-50 V
<b>Hexapole 1</b>	23 V	23 V	23 V	-23 V	-23 V	-23 V
<b>Hexapole RF</b>	70 Vpp	350 Vpp	800 Vpp	85 Vpp	200 Vpp	800 Vpp
<b>Skimmer 2</b>	23V	23 V	23 V	-25 V	-25,1 V	-25 V
<b>Lens 1 Transfer</b>	70 µs	88 µs	88 µs	75 µs	70 µs	88 µs
<b>Lens 1 Pre pulse Storage</b>	8 µs	10 µs	11 µs	8 µs	10 µs	15 µs

### Instrument: Impact II

ESI-qTOF Impact II der Firma Bruker Daltonik GmbH, gekoppelt an eine Dionex Ultimate 3000 UHPLC Anlage der Firma ThermoFischer, gesteuert mit otofControl 4.0 und HyStar 3.2-LC/MS. (Hochaufgelöste, akkurate Messungen)

#### Injektions- und Ionisationsparameter:

		Manuelle Injektion	Autosampler
<b>Quellen Parameter</b>	Nebulizer	0,3 bar (4,4 psi)	1,8 bar (26,1 psi)
	Dry Gas Fluss	4 L/min	8 L/min
	Dry Gas Temperatur	200°C	220°C
<b>Injektionsparameter</b>	Spritzenpumpe	200 µL/h	---
	Injektionsmenge	---	1-25 µL
	Fluss	---	0,1 mL/min
	Eluent	---	ACN 0,1% FA
<b>Kalibrant</b>		Tuning Mix Low oder 100 µM Arginin in 80% ACN	

*Analysatorparameter:*

	kleine und mittlere $m/z$	mittlere und hohe $m/z$	kleine und mittlere $m/z$	mittlere und hohe $m/z$
<b>Mode</b>	positiv		negativ	
<b>Mass Range</b>	50-1300 $m/z$	700-3000 $m/z$	50-1300 $m/z$	700-3000 $m/z$
<b>Funnel 1 RF</b>	150 Vpp	400 Vpp	150 Vpp	300 Vpp
<b>Funnel 2 RF</b>	200 Vpp	600 Vpp	200 Vpp	400 Vpp
<b>Hexapole RF</b>	150 Vpp	800 Vpp	50 Vpp	600 Vpp
<b>Ion Energy</b>	4 eV	4 eV	4 eV	4 eV
<b>Low Mass</b>	100 $m/z$	400 $m/z$	100 $m/z$	400 $m/z$
<b>Collision Energy</b>	7 eV	10 eV	7 eV	7 eV
<b>Collision RF</b>	300 Vpp	1600 Vpp	800 Vpp	1600 Vpp
<b>Transfer Time</b>	100 $\mu$ s	160 $\mu$ s	100 $\mu$ s	100 $\mu$ s
<b>Pre Pulse Storage</b>	5 $\mu$ s	15 $\mu$ s	5 $\mu$ s	5 $\mu$ s

**Instrument: Esquire 3000plus**

ESI-Ionenfalle Esquire 3000+ der Firma Bruker Daltonik GmbH, gekoppelt an eine 1100 HPLC Anlage der Firma Cohesive Technologies (Agilent), gesteuert mit esquireControl 5.3 und Agilent ChemStation Rev.B.01.03. (Niederaufgelöste Messungen)

*Injektions- und Ionisationsparameter:*

		Manuelle Injektion	Autosampler
<b>Quellen Parameter</b>	Nebulizer	11 psi	40 psi
	Dry Gas Fluss	5 L/min	10 L/min
	Dry Gas Temperatur	300°C	300°C
<b>Injektionsparameter</b>	Spritzenpumpe	200 $\mu$ L/h	---
	Injektionsmenge	---	25 $\mu$ L
	Fluss	---	0,1 mL/min
	Eluent	---	ACN 0,1% FA
<b>Kalibrant</b>		Tuning Mix	

*Analysatorparameter:*

	kleine $m/z$	mittlere $m/z$	mittlere $m/z$	hohe $m/z$
<b>Mode</b>	positiv und negativ			
<b>Mass Range</b>	50-750 $m/z$	100-1500 $m/z$	500-1500 $m/z$	700-3000 $m/z$
<b>Target Masse</b>	200 $m/z$	500 $m/z$	1000 $m/z$	2000 $m/z$
<b>Optimize</b>	Wide	Wide	Wide	Wide

**2. EI Messungen****Instrument: MAT 8230**

EI-Sektorfeld (doppelt fokussierend mit reverser Nier-Johnson-Geometrie) der Firma Finnigan MAT gesteuert mit MASPEC II.

*Ionisationsparameter:*

Temperatur Ionenquelle:	200°C
Vakuum:	$2 \times 10^{-7}$ mbar
Kathodenenergie:	70 eV
Emission:	0,5 mA
Hochspannung:	3 kV

*Analysatorparameter:*

Scanrate:	5 sec/decade (20 sec für HR)
Massebereich:	0-2100 amu
Interscan delay	1 sec

**Instrument: Finnigen MAT 95XP**

EI-Sektorfeld (doppelt fokussierend mit reverser Nier-Johnson-Geometrie) der Firma Thermo Electron Corporation gesteuert mit Xcalibur™ Vers. 1.4.

*Ionisationsparameter:*

Temperatur Ionenquelle:	240°C
Vakuum:	9 x 10 <sup>-6</sup> mbar
Kathodenenergie:	70 eV
Emission:	1 mA
Hochspannung:	3.5 kV

*Analysatorparameter:*

Scanrate:	0,5 sec/decade (5 sec für HR)
Scanbereich:	Variabel, kann dem pdf entnommen werden
Interscan delay	0,2 sec

**3. LC- und GC-MS Messungen und MALDI-Analysen**

Da die verwendeten Parameter stark variieren können, erhalten Sie für Ihre jeweilige Analytik eine gesonderte Geräte- und Parameterbeschreibung zu Ihren Analyseergebnissen.

Bei allen weiteren Fragen kontaktieren Sie bitte unsere Mitarbeiter Ramona Oehme (ESI/EI Direkteinlass-Proben; Tel. 36095), Susan Billig (Kopplungstechniken und Serverprobleme, Tel. 36077) oder Claudia Birkemeyer (Dateninterpretation und Organisation, Leiterin, Tel. 36092).