

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:

Artikel	Bezeichnung	Warenwert
7-0728	neoLab-Schraubverschlüsse PP, ND10 m. Loch, Naturkautschuk rot-orange / TEF transparent Dicke 1,3 mm, 60° shore A 100 Stck./Pack	15,40 € (Brutto 18,33 €)
EC-1308	neoLab-Gewindeflaschen ND10, Klarglas, 1,5 ml, 100 Stck./Pack	10,80 € (Brutto 12,85 €)



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

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

- Für ESI Messungen ~ 1 mg der möglichst festen Probe in ein Autosampler Vial abfüllen und beschriften.
- Bitte beschriften Sie Ihre Probe nach folgendem Muster: [Name_AK]_[Initialer_Auftraggeber]_[kurze Probenbezeichnung ohne Sonderzeichen].
- Laden Sie das Probenformular von unserer Webseite: <https://analytik.chemie.uni-leipzig.de/start/ak-massenspektrometrie/> und füllen es vollständig aus.
- Stellen Sie Ihre Probe auf den für den Probeneingang bereitgestellten Probensteller vor Raum 173a, TA und legen Sie das Probenformular daneben.

2. EI-Messungen

- EI Direkteinlassproben können wie bisher als Feststoff in kleinen Reaktionsgefäßen oder zugeschmolzenen 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.

Hydrolyseempfindliche, 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 bzw. Tel.: 36092.

Erhalt der Ergebnisse

Nach Messung Ihrer Probe wird der dazugehörige Messdatenfile 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 von uns den Rohdatenfile, den Sie sich vom Server herunterladen und bei sich mit Mnova/Mestrenova auswerten können. Bei den EI-MS Messungen ändert sich nichts, diese erhalten sie weiterhin 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 (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.

Auswerten der Ergebnisse

Zur Auswertung der Ergebnisse steht eine Campuslizenz der Software Mnova/Mestrenova mit MS Modul der Firma Mestrelab zur Verfügung. Die Software laden Sie herunter (<http://research.uni-leipzig.de/nmr/MNOVA/>). Eine einjährige Lizenz können Sie von Herrn Dr. Findeisen beantragen: matthias.findeisen@uni-leipzig.de.

Die Software laden Sie zusammen mit dem MS Modul herunter (<http://research.uni-leipzig.de/nmr/MNOVA/>). Die Installation und die Seiten mit den Beschreibungen dazu funktionieren nur im Campusnetz. 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. Findeisen zur Verfügung gestellte Lizenz installieren.

In dem Dokument: DatenauswertungMitMnova finden Sie eine kurze Anleitung, wie Sie die Datenfiles nun einladen und auswerten können (<http://research.uni-leipzig.de/masse/service.html>). Eine ausführliche Anleitung finden Sie ebenfalls auf der NMR Homepage.

Erweiterung unseres MS-Services

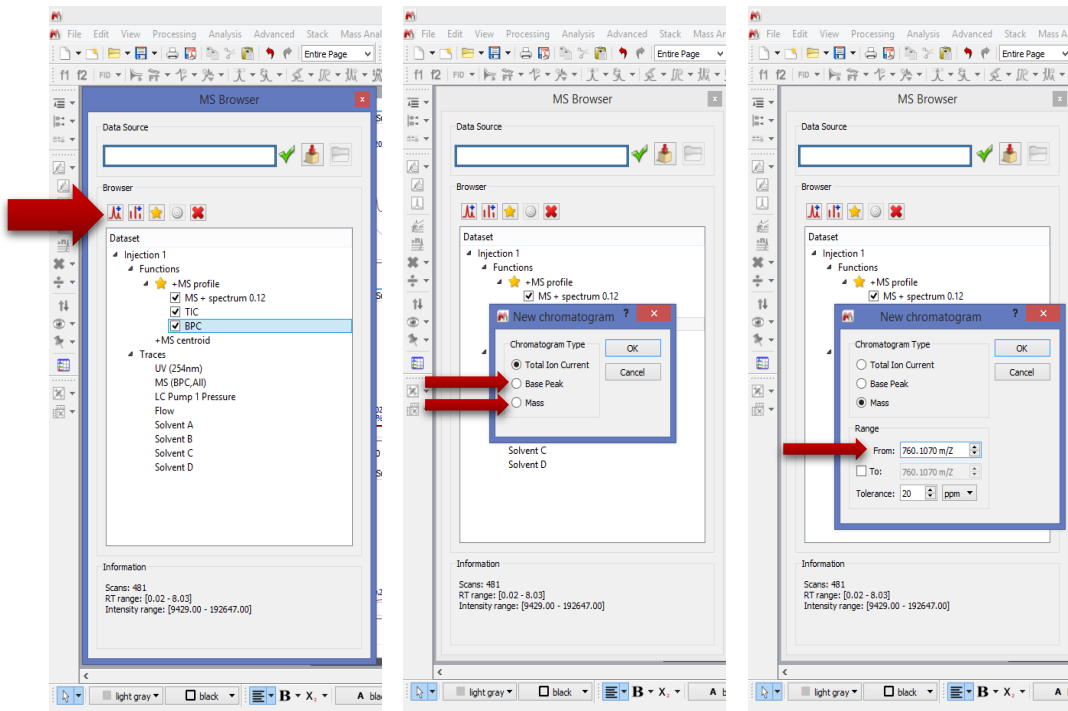
Ab sofort wird den Nutzern des MS Service **automatisch** ein Report von jeder Messung zur Verfügung gestellt. Er enthält eine Auflistung der in der Probe detektierten Signale („Peaks“) und die jeweils dazugehörigen rauschbereinigten m/z -Listen. Im vorderen Bereich (0-2 min) sollten Sie Ihre Substanz finden und im Bereich von 2,5-3,5 min den Kalibrierpeak. Da der Report automatisch erstellt wird, werden alle in der Probe vorhandenen, getrennten Signale als „Compounds“ dargestellt. Wir hoffen, dass Ihnen dieser Report bei der Auswertung Ihrer Daten wertvolle Unterstützung leisten wird. Sie finden ihn als „Report.pdf“ in Ihrer Messdatei. Falls Sie Fragen oder Anregungen dazu haben, schicken Sie uns bitte eine [Nachricht](#) (ms_service_fakchemie@uni-leipzig.de) oder wenden sich direkt an uns (Frau Billig Tel.: 36077 oder Frau Birkemeyer Tel.: 36092)

Hinweis: Die Messungen werden in Mnova 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 Mnova schnell finden können. (Bitte lesen Sie dazu auch die bereits vorhandenen Instruktionen für die Messung der Proben und die Datenauswertung auf unserem Server).

Wie finde ich meine Masse im Mnova

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 3000plus.

1. ESI Messungen

Instrument: micrOTOF

ESI-TOF micrOTOF der Firma Bruker Daltonik GmbH, gekoppelt an eine Ultimate HPLC Anlage der Firma LC Packings, gesteuert mit otofControl 3.4 und HyStar 3.2-LC/MS. (Hochaufgelöste, akkurate Messungen)

Injektions- und Ionisationsparameter:

		Manuelle Injektion	Autosampler
Quellen Parameter	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
Injektionsparameter	Spritzenpumpe	200 µl/h	---
	Injektionsmenge	---	50-100 µl
	Fluss	---	0,1 ml/min
	Eluent	---	MeOH 0,1% FA
Kalibrant		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
Mode	positiv			negativ		
Mass Range	50-1500 m/z	100-2000 m/z	1000-3000 m/z	50-1500 m/z	100-2000 m/z	1000-3000 m/z
Capillary Exit	100 V	150 V	200 V	-70 V	-100 V	-180 V
Skimmer 1	50 V	50 V	50 V	-50 v	-50 V	-50 V
Hexapole 1	23 V	23 V	23 V	-23 V	-23 V	-23 V
Hexapole RF	70 Vpp	350 Vpp	800 Vpp	85 Vpp	200 Vpp	800 Vpp
Skimmer 2	23V	23 V	23 V	-25 V	-25,1 V	-25 V
Lens 1 Transfer	70 µs	88 µs	88 µs	75 µs	70 µs	88 µs
Lens 1 Pre pulse Storage	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
Quellen Parameter	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
Injektionsparameter	Spritzenpumpe	200 µl/h	---
	Injektionsmenge	---	50-100 µl
	Fluss	---	0,1 ml/min
	Eluent	---	MeOH 0,1% FA
Kalibrant		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
Mode	positiv		negativ	
Mass Range	50-1300 m/z	700-3000 m/z	50-1300 m/z	700-3000 m/z
Funnel 1 RF	150 Vpp	400 Vpp	150 Vpp	300 Vpp
Funnel 2 RF	200 Vpp	600 Vpp	200 Vpp	400 Vpp
Hexapole RF	150 Vpp	800 Vpp	50 Vpp	600 Vpp
Ion Energy	4 eV	4 eV	4 eV	4 eV
Low Mass	100 m/z	400 m/z	100 m/z	400 m/z
Collision Energy	7 eV	10 eV	7 eV	7 eV
Collision RF	300 Vpp	1600 Vpp	800 Vpp	1600 Vpp
Transfer Time	100 μs	160 μs	100 μs	100 μs
Pre Pulse Storage	5 μs	15 μs	5 μs	5 μs

Instrument: Esquire 3000plus

ESI-Ionenfalle Esquire 3000plus 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
Quellen Parameter	Nebulizer	11 psi	40 psi
	Dry Gas Fluss	5 L/min	10 L/min
	Dry Gas Temperatur	300°C	300°C
Injektionsparameter	Spritzenpumpe	200 $\mu\text{l/h}$	---
	Injektionsmenge	---	25 μl
	Fluss	---	0,1 ml/min
	Eluent	---	MeOH 0,1% FA
Kalibrant		Tuning Mix	

Analysatorparameter:

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

2. EI Messungen

Instrument: MAT 8230

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

Ionisationsparameter:

Temperatur Ionenquelle:	200°C
Vakuum:	2×10^{-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:	9×10^{-6} 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 Analyse-Ergebnissen.

Bei allen weiteren Fragen kontaktieren Sie bitte unsere Mitarbeiter Frau Oehme (Tel. 36095), Frau Billig (Tel. 36077) oder Frau Birkemeyer (Leiterin, Tel. 36092).