

APCI-Direkteinlassmessungen (DirectProbe) am MicroTOF QII System – Strukturaufklärung und Strukturbestätigung

Anwendungsgebiet

Die APCI-Direkteinlassmessungen am MicroTOF QII sind zur Strukturaufklärung und Strukturbestätigung von Reinsubstanzen vorgesehen. Neben der exakten Masse des Molpeaks zur Bestimmung der Summenformel der Substanz sind auch Fragmentierungsexperimente möglich. Sowohl das Fragmentmuster als auch die exakte Masse der Fragmente können zur Strukturaufklärung verwendet werden.

Sollte die exakte Masse bei der DirectProbe-Messung nicht die gewünschte Summenformel bestätigen, ist die Anwendung der LC-MS-Methode eine Alternative.

Messzeiten

Die Messung erfolgt routinemäßig montags und freitags alle 14 Tage. Weitere Messungen erfolgen nach freien Kapazitäten des Massenspektrometers.

Probenanmeldung/-abgabe

Die Anmeldung und Probenabgabe erfolgt mit dem APCI/ESI-DirectProbe Application-Formular (Homepage)

Probenqualität

Die zu untersuchende Substanz muss einer effektiven Aufreinigungsmethode unterworfen worden sein(z.B. Flash-Chromatographie, Destillation, etc.). Rohprodukte und Reaktionskontrollen können auf dem MicroTOF QII **nicht** gemessen werden.

Probenvorbereitung

Die zu untersuchende Substanz wird in ein Autosampler-Vial mit Cap eingefüllt (Bezug über die Glasausgabe Macherey Nagel 70213/702067). Benötigt werden nur sehr geringe Mengen (< 1 mg).

DirectProbe-APCI MicroTOF QII Messparameter

Parameter	APCI-Interface
Scan-Bereich (scan range)	<i>m/z</i> 60 – 600
Kapillarspannung (capillary voltage)	+/- 4,0 KV
Nebulizer-Gas-Druck (nebulizer gas)	0,7 Bar
Trocknungs-Gas (dry gas)	3 L / min ; 200 °C
Heater	350 °C
Transferspannungen (transfer voltage)	
Funnel 1 and 2	200 Vpp (volt peak to peak)
Hexapol RF Spannung (hexapole R(adio)F(requency) voltage)	100 Vpp (volt peak to peak)
Collision RF	130 Vpp

Parameter	APCI-Interface
Transfer time	70 μ S
MS/MS-Experiment	
Isolationbreite (isolation width)	\pm 5 m/z
Kollisionsenergie (collision energy)	XX eV (siehe Ausdruck)
Kalibrierung	Fettsäureester
	Low-Mass (Sigma 49453-U)
	m/z 103-383
	High-Mass
	m/z 423-565

Geräte und Software

MicrOTOF-Q II (Bruker Daltonics, Bremen, Germany) mit DirectProbe und APCI II-Interface
Software: Hystar and DataAnalysis (Bruker, Germany)

Auswertung

Bei **Positiv-Mode-Messungen** (Standardmessung) wird der Molpeak als m/z $[M+H]^+$ Quasimolekülion detektiert. Cluster und Fragmentierungen können auftreten.

Für Rückfragen stehen wir gerne zur Verfügung.

MS-Daten

Die Rohdaten der einzelnen Direkteinlass-Messungen liegen zum Download auf dem „\\pz-messdaten“-Server bereit. Bitte beachten Sie das Dokument „Handling of mass spectrometric data“.

Standard-Veröffentlichungs-Termini für den analytischen Teil

The DirectProbe/APCI-source was operated in negative/positive ionization mode, scan range XX– XX m/z . *APCI-conditions*: The capillary was set to \pm 4.0 kV, the nebulizer was operated at 0.7 bar, the dry gas was set to 3.0 L/min at a temperature of 350 °C. *Transfer voltages*: The Funnel 1 and 2 were set to 200 Vpp. The hexapole RF voltage was set to 100 Vpp. Mass calibration was done using a Fatty Acid Methyl Esters (FAME) solution (m/z 103-383 or 423-565) in dichloromethane.

Bei Durchführung von MS/MS-Experimenten zusätzlich:

MS/MS-experiments were accomplished in MRM-mode. The isolation width was set to 10 m/z and the collision energy to XX eV (siehe Ausdruck).