

ESI-Direkteinlassmessungen am MicroTOF QII System – Strukturaufklärung und Strukturbestätigung (flow injection analysis coupled to mass spectrometry (FIA-MS))

Anwendungsgebiet

Die ESI-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.

Massenbereich

m/z Bereich 200-1300

Für diesen Massenbereich steht Ihnen die ESI-Direkteinlassmessung zur Verfügung.

Für den Massenbereich von 160 – 600 Da sollten vornehmlich LC-MS-Messungen angefordert werden, wenn eine LC-Untersuchung (RP-Phase) für den Analyten möglich ist.

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 gerätespezifisches Autosampler-Vial mit Cap eingefüllt (Bezug über die Glasausgabe, ARO-391113/ARO-8957-13). Das Vial ist **mit der Probenkennung eindeutig** zu beschriften und für den **einmaligen Gebrauch** bestimmt.

Möglich sind nachfolgende Methoden

1. 0.1-0.3 mg Substanz in ein Autosampler-Vial einwiegen

Die Substanz wird durch Herrn Meiners je nach Lipophilie in verschiedenen Lösemittelzusammensetzungen gelöst.

Lipophil: MeCN:NH₄HCOO [10 mM]) 90:10 mit 0.1 % HCOOH

Lipophil/Hydrophil: MeCN:NH₄HCOO [10 mM]) 50:50 mit 0.1 % HCOOH

Hydrophil: MeCN:NH₄HCOO [10 mM]) 10:90 mit 0.1 % HCOOH

Die Probe wird über Autosamplerschleifeninjektion ohne Trennsäule mit dem jeweiligen Probelösemittel vermessen.

Direkteinlassmessungen-ESI-Interface - MicroTOF QII Messparameter

| Parameter | ESI-Interface | |
|---|-------------------------------|-------------------------------|
| Scan-Bereich (scan range) | m/z 200 – 800 | m/z 800 – 1200 |
| Kapillarspannung (capillary voltage) | +/- 4,5 KV | +/- 4,5 KV |
| Nebulizer-Gas-Druck (nebulizer gas) | 0,4 Bar | 0,4 Bar |
| Trocknungs-Gas (dry gas) | 4 L / min ; 180 °C | 4 L / min ; 180 °C |
| Transferspannungen (transfer voltage) | | |
| Funnel 1 and 2 | 200 Vpp (volt peak to peak) | 200 Vpp (volt peak to peak) |
| Hexapol RF Spannung (hexapole R(adio)F(requency) voltage) | 100 Vpp (volt peak to peak) | 100 Vpp (volt peak to peak) |
| Collision RF | 300 Vpp | 300 Vpp |
| Transfer time | 70 μ S | 70 μ S |
| MS/MS-Experiment | | |
| Isolationbreite (isolation width) | \pm 5 m/z | \pm 5 m/z |
| Kollisionsenergie (collision energy) | XX eV (siehe Ausdruck) | XX eV (siehe Ausdruck) |
| Kalibrierung | Natriumformiat-Cluster | Natriumformiat-Cluster |

Geräte und Software

MicrOTOF-Q II (Bruker Daltonics, Bremen, Germany) mit ESI-Interface (Bruker Daltonics, Bremen, Germany)

Software: Hystar and DataAnalysis (Bruker, Germany)

Ultimate 3000 RS Dionex-System (Dionex Softron, Germering, Germany) bestehend aus DGP-3600RS Pumpe, WPS-3000RS Rapid Separation Autosampler

Software: Chromeleon

Auswertung

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

Bei **Negativ-Mode-Messungen** ist bevorzugt neben m/z $[M-H]^-$ Ionen auch mit $[M+HCOO]^-$ Addukten zu rechnen.

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 massenanalytischen Teil

For the sum formula confirmation a flow injection analysis coupled to mass spectrometry (FIA-MS) was used. The LC-system consisted of an Ultimate 3000 RS Dionex system (Dionex Softron, Germering, Germany) with DGP-3600RS pump and WPS-3000RS Rapid Separation Autosampler. The high resolution mass spectrometer was a MicrOTOF-Q II (Bruker Daltonics, Bremen, Germany) with ESI interface (Bruker Daltonics, Bremen, Germany). The mobile phase of the LC-System consisted of acetonitrile : ammonium formate [10 mM] : formic acid XX:XX:0.1 (V/V/V) with a flow of 0.1 ml/min. The electrospray ion source was operated in positive ionization mode, scan range XXX – XXX m/z.

Wenn für die Veröffentlichung notwendig:

ESI conditions: The capillary was set to ± 4.5 kV, the nebulizer was operated at 0.4 bar, the dry gas was set to 4 L/min at a temperature of 180 °C. Transfer voltages: The Funnel 1 and 2 were set to 200 Vpp. The hexapole RF voltage was set to 100 Vpp. The transfer time was adapted to 70 μ s. Mass calibration was done using a 20 mM sodium formate solution.

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).