

## Richtlinien für MS-Aufträge

### 1 Das Auftragsformular

- 1.1 Für MS-Aufträge ist das vorgesehene aktuellste Auftragsformular (Download über die Homepage der Massenspektrometrie) zu verwenden. Es muss **sorgfältig, leserlich** und **vollständig** in zweifacher Ausfertigung abgegeben werden. Bei unvollständig ausgefüllten Auftragsformularen kann die Probe nicht bearbeitet werden. Kopien von bereits benutzten und ausgefüllten Auftragsformularen werden nicht akzeptiert!
- 1.2 Je mehr Information wir über eine Probe haben, desto erfolgreicher ist die Messung. Im Fall einer Reaktionsverfolgung, bei unbekanntem Substanzen oder unklaren Nebenreaktionen nutzen Sie die Möglichkeiten Ihre Syntheseroute mit allen Edukten und Produkten auf dem Auftragsformular zu notieren (bitte die Molekülmassen von allen Substanzen nicht vergessen). Im Fall von ionischen Verbindungen wird die exakte Masse der Kationen und Anionen benötigt. Sofern das Anion detektiert werden soll vermerken Sie das bitte auf dem Auftragsformular.
- 1.3 In der Regel wählt das MS-Team eine geeignete Ionisierungstechnik aus. Dabei spielt vor allem die chemische Beschaffenheit der Analysesubstanz sowie ihre Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln eine entscheidende Rolle. Wenn Sie aus der Literatur oder aus bereits erfolgreichen Messungen im Haus ein geeignetes Ionisierungsverfahren oder Messverfahren kennen, dann vermerken Sie es bitte auf dem Auftragsformular.
- 1.4 Die Angabe eines geeigneten Lösungsmittels ist für ESI/APCI-Messungen **zwingend erforderlich**. Bitte führen Sie Löslichkeitstest durch, wenn Sie das Lösungsmittel nicht kennen. Acetonitril, Methanol, Wasser oder Isopropanol sind geeignete Lösungsmittel für ESI/APCI-Messungen. Nach Absprache kann in besonderen Fällen auch ein Lösungsvermittler zur Anwendung kommen.

1.5 Hochauflösende (HRMS) EI-Messungen zur Bestimmung der exakten Masse bedeuten einen größeren Arbeitsaufwand und müssen auf jeden Fall vom Arbeitskreisleiter genehmigt werden. Die Bestimmung von exakten Massen erfolgt nur nach erfolgreicher Messung mit niedriger Massengenauigkeit!

## 2 Die Analysesubstanz

2.1 Grundsätzlich sollten die Proben als **Reinsubstanzen** vorliegen (außer bei z.B. GC-Kopplungstechniken, siehe Punkt 4). Ausnahmen sind möglich und entsprechend auf dem Auftragsformular zu vermerken (siehe Punkt 1.2).

Die Substanzen sollten daneben frei von Verunreinigungen durch Schliffet, Weichmacher, Tensiden und anorganische Salzen sein.

2.2 Die Proben sollten vor einer MS-Analyse mittels NMR-Spektroskopie möglichst positiv charakterisiert worden sein. Die Massenspektrometrie ist - im Gegensatz zu NMR-Spektroskopie - eine „invasive“ Messtechnik, bei der die Massenspektrometer durch die Proben grundsätzlich „verdreckt“ werden. Erfahrungsgemäß sind bei ca. 95 % der Proben ohne positiven NMR-Nachweis, auch die MS-Ergebnisse negativ! Überlegen Sie bitte genau (auch aus Kostengründen) welche Proben sie abgeben. Im Fall einer Reaktionsverfolgung, Katalysereaktionen oder unklaren Nebenreaktionen/ Reaktionsmechanismen sind Ausnahmen natürlich zugelassen.

2.3 Bitte verwenden Sie keine **Schnappdeckelgläschen** für Ihre Proben. Nur möglichst kleine dicht schließende Schraubdeckelgläschen oder fest verschließbare Micro Tubes. Alle Proben bitte möglichst **ungelöst** als **Feststoff** abgeben. Einige Milligramm Ihrer Substanz genügen dabei völlig. In der Form können wir die benötigten Konzentrationen z.B. für ESI/APCI-Messungen selbst einstellen. Bei Flüssigkeiten oder Ölen genügt ein kleiner Tropfen. Bei lichtempfindlichen Proben sind braune Schraubdeckelgläschen zu wählen.

2.4 Bei der Abgabe von Lösungen achten Sie bitte auf absolute **Dichtigkeit des Gläschens!** Ca. 500 µl Lösung mit einer Konzentration von ca. 1 mmol/L genügen uns für die Messungen. Die Lösungen sind dann immer noch viel zu konzentriert und werden weiter verdünnt um Verunreinigungen der Geräte bzw. Verschleppungen in andere Proben vorzubeugen. Die Lösungen dürfen **auf keinen Fall** (micro) Partikel/Verschmutzungen oder noch ungelöste Substanz enthalten.

2.5 Das Schraubdeckelgläschen oder Tube muss **klar** und **leserlich** mit einem **Permanent-schreiber** gekennzeichnet sein. Der Probenname sollte mit dem im Auftragsformular eingetragenen übereinstimmen. Unvollständig beschriftete Proben, die nicht eindeutig zugeordnet werden können, werden nicht bearbeitet.

2.6 Für **oxidations- und feuchtigkeitsempfindliche Proben** müssen in einem Vorgespräch geeignete Messverfahren mit entsprechender inerter Probenzufuhr ermittelt werden. Die Messung erfolgt nur nach Absprache (Tag/Uhrzeit) und kann nicht im Routinebetrieb durchgeführt werden.

### 3 GC-MS-Messungen

3.1 GC-MS-Messungen können nur nach Absprache mit dem MS-Team durchgeführt werden. Eingewiesene Personen können das Gerät nach Absprache auch selbstständig nutzen.

3.2 Mit dem GC-MS-System lassen sich nur niederauflösende Massenspektren (bis max. 650 m/z) aufnehmen. Eine exakte Massenbestimmung ist mit der GC-MS-Kombination nicht möglich.

3.3 GC-MS-Messungen dienen in erster Linie zur Gemischanalyse. Zu diesem Zweck muss die Probe in einem GC-geeigneten Lösungsmittel wie z. B. Dichlormethan, Hexan, Nonan oder Isooctan löslich sein. (Aceton, Chloroform und Diethylether scheiden als Lösungsmittel aus!)

3.4 Die zu untersuchenden Lösungen sollten frei von Mineralien, Wasser, anorg. Säuren und stark alkalischen Basen sein.

3.5 Die Probenkonzentration sollte im Bereich von ~ 0,5 mg/mL liegen. Geeignete Proben-gläschen für die Messung(en) werden zur Verfügung gestellt.

## 4 Bearbeitungsdauer und Messergebnisse

- 4.1 Wir bemühen uns die Proben innerhalb von 24h nach Probeneingang zu untersuchen. ESI/APCI-Routinespektren erhalten Sie in der Regel noch am gleichen Tag (bei einer Probenabgabe bis spätestens 13.00 Uhr). Ausgenommen sind Urlaubszeiten oder Tage an denen die Spektrometer, gereinigt, gewartet, kalibriert werden müssen oder für spezielle Messmethoden geblockt sind.
- 4.2 Nach Abschluss einer Messung erhalten Sie eine Benachrichtigung per E-Mail. Die Messergebnisse können dann in gedruckter Form im MS-Labor abgeholt und besprochen werden. Die Messdaten können zur Sicherungszwecken oder weiterer Auswertung (nach Absprache auch routinemäßig) auf einen Server oder ein anderes Speichermedium kopiert werden (beachten Sie hierzu Punkt 5).
- 4.3 Der Auftraggeber ist dazu verpflichtet, die Probengläschen spätestens zwei Werktage nach erfolgter Messung abzuholen. Proben die länger liegen bleiben werden entsorgt.

## 5 Datenanalyse, Datensicherung, Datenweitergabe

- 5.1 Die Abteilung für Massenspektrometrie ist für die Qualität der Primärdaten, wie sie durch die Probenbeschaffenheit bedingt ist, nicht verantwortlich. Die Serviceeinrichtung gewährt nur die technischen Voraussetzungen für die Messungen. Die Verantwortung für die Datenanalyse der Primärdaten liegt beim Auftraggeber. Die wissenschaftlichen Ansprechpersonen geben auf Anfrage Hilfestellung zur Datenanalyse.
- 5.2 Die Abteilung für Massenspektrometrie verpflichtet sich, für einen Zeitraum von **einem Jahr** die Primärdaten für den Nutzer zu sichern und die Weitergabe zu ermöglichen. Der Auftraggeber wird darauf hingewiesen, dass im Falle einer Veröffentlichung gemäß der DFG-Empfehlung zur Sicherung der guten wissenschaftlichen Praxis die Primärdaten mindestens 10 Jahre aufbewahrt werden müssen. **Die Verantwortung für die Aufbewahrung dieser Primärdaten obliegt dem Auftraggeber.**