



[Deutsche Anleitung](#)



[English tutorial](#)



[Instructions en français](#)

Remarque importante:

Le personnel du département SM ne parle pas français.
Veuillez poser vos questions en anglais ou en allemand.
Merci beaucoup.

Anleitung zur Erstellung von MS-Meßanträgen mit SpecQuest



Inhaltsverzeichnis

<i>Inhaltsverzeichnis</i>	2
Erstellen von Messanträgen mit SpecQuest	3
<i>Allgemeine Hinweise</i>	3
1. Standardmessung (MW +/- 0.2 Da) – erwartete Verbindung (z.B. Syntheseprodukt)	4
2. Standardmessung (MW +/- 0.2 Da) – unbekannte Verbindung	5
3. Exakte Massenbestimmung (MW +/- 5 ppm) – erwartete Verbindung.....	6
4. Exakte Massenbestimmung (MW +/- 5 ppm) – unbekannte Verbindung.	7
Tabelle 1: Liste kompatibler Lösungsmittel für die MS-Analytik	8

Erstellen von Messanträgen mit SpecQuest

Allgemeine Hinweise:

- I.) Die SpecQuest-Software ist über die [Homepage der MS-Abteilung](#) verfügbar.
- II.) SpecQuest Accounts können per Email bei Dr. Jens Sproß beantragt (Name, Email-Adresse, Arbeitsgruppe, Telefonnummer Arbeitsplatz, Dauer der Beschäftigung) oder verlängert werden.
- III.) Geben Sie Ihre Substanz bitte als Feststoff ab. Die Annahme von Lösungen kann nur in Ausnahmefällen nach zuvor erfolgter Rücksprache mit den Mitarbeitern der MS-Abteilung erfolgen.
- IV.) Proben dürfen keine Salze und Puffer enthalten. Diese stören die Analyse (Signalunterdrückung) und verunreinigen die Massenspektrometer. Dies kann bis zum Ausfall der Geräte führen. Auch Reste von schwer flüchtigen Lösungsmitteln (DMF, DMSO) oder anderen Substanzen (z.B. Trifluoressigsäure bei ESI-Messungen) stören die Analyse. Im Extremfall kann die Analyse unmöglich sein.
- V.) Stimmen Sie sich bei sehr empfindlichen Proben vor der Probenabgabe mit den Mitarbeitern der MS-Abteilung ab. Wir vereinbaren für sehr empfindliche Proben Termine für die Abgabe und Messung Ihrer Substanz. Falls trockenes Lösungsmittel zum Lösen Ihrer Verbindung benötigt wird, stellen Sie dieses bitte in ausreichender Menge (ca. 5 mL/Probe) zu Verfügung.
- VI.) Beachten Sie [Tabelle 1, Seite 8](#) mit Hinweisen zu Lösungsmitteln und deren Kompatibilität mit unseren Massenspektrometern. **Proben, die gelöst in DMSO, DMF oder Pyridin abgegeben werden, werden nicht gemessen!**
- VII.) Die Probenabgabe erfolgt über den Chemikalienschrank auf F02 bei Raum 217. Bitte legen Sie Ihre Messanträge in das jeweilige Fach.
- VIII.) Die Rückgabe Ihrer Probe und Messergebnisse erfolgt ebenfalls über den Chemikalienschrank auf F02 bei Raum 217. Bitte nehmen Sie Ihre Probengefäße nach erfolgter Messung **IMMER** mit.
- IX.) Sie erhalten Ihre Messergebnisse als Ausdruck. Die Spektren der meisten Messungen sind zudem über den Spektrenserver der Fakultät für Chemie zugänglich.
- X.) Bei Fragen zu MS-Experimenten und Sondermessungen (z.B. Proteine), sprechen Sie bitte die Mitarbeiter der MS-Abteilung an.
- XI.) Zur Zitierung von MS Ergebnissen nutzen Sie bitte die Hinweise im entsprechenden [Dokument](#). Bei Fragen sprechen Sie gerne Dr. Jens Sproß an.

Ansprechpartner:

Dr. Jens Sproß – alle Messungen, Proteinanalytik, Auswertung, Zitierung von MS-Methoden und -Ergebnissen in Publikationen.

Sandra Heitkamp – Messungen am Esquire3000.

Ute Koppenbrink - Messungen am Esquire3000 und Synapt.

1. Standardmessung (MW +/- 0.2 Da) – erwartete Verbindung (z.B. Syntheseprodukt)

Erstellen eines Messantrages für ein Syntheseprodukt oder Verbindung mit bekannter Summenformel.

a) Wechsel zwischen Messantrag für MS und NMR.

b) Wählen Sie Ihre Arbeitsgruppe und Ihren Namen aus.

Hinweis: Das Ablaufdatum Ihres SpecQuest-Kontos wird im Bereich rechts angezeigt. Bitte verlängern Sie Ihr Konto rechtzeitig (Email an Dr. Jens Sproß).

c) Vergeben Sie einen Probennamen. Vermeiden Sie zu lange Probennamen (max. 10 Zeichen). **Bitte verwenden Sie keine Sonderzeichen und Punkte, da dies zu Problemen bei (automatischen) Messungen führt.**

d) Geben Sie Informationen zu Ihrer Verbindung (z.B. Aufreinigung) an.

e) Geben Sie die Summenformel Ihrer Verbindung an (Bitte keine Ladungsträger angeben!). Bei ionischen Verbindungen (z.B. Komplexen) geben Sie bitte nur die Summenformel des für Sie relevanten Ions an, z.B. des Kations.

f) Geben Sie Lösungsmittel an, in denen Ihre Substanz gut löslich ist.

Hinweis: Eine Tabelle der üblichen und mit der jeweiligen MS-Methode kompatiblen Lösemittel entnehmen Sie bitte der [Tabelle 1, Seite 8](#).

g) Wählen Sie die Art des MS-Experiments aus, die Standardmessung ist MW +/- 0.2 Da. Bitte wählen Sie „Fragmentation Pattern“ oder „Absence of Compound“ nur aus, wenn dies wirklich notwendig ist. Halten Sie in diesen Fällen bitte Rücksprache mit den Mitarbeitern der Abteilung MS. Zu exakten Massenbestimmungen, siehe [Abschnitt 3, Seite 6](#).

h) Geben Sie eine Ionisationsmethode an, welche bei ähnlichen Verbindungen bereits erfolgreich war.

i) Wir freuen uns über weitere Informationen zu Ihrer Probe: z.B. Verunreinigungen, weitere relevante Analyten in schwer zu trennender Mischung, Gegen-Ionen, o.ä.

j) Fügen Sie eine Strukturformel Ihrer Verbindung ein. Diese kann aus den üblichen Zeichenprogrammen mittels Copy/Paste eingefügt werden. Bitte überprüfen Sie, ob alle Details im Ausdruck auch lesbar sind. **Hinweis:** Aus der Strukturformel entnehmen wir weitere hilfreiche Informationen.

k) Drucken Sie Ihren Messantrag aus. Schneiden Sie das Namensschild für die Probe (unten rechts) am Messantrag ab und befestigen Sie es an Ihrer Probe.

The screenshot shows the SpecQuest web interface. Key elements include:
- User information: Group (OC1), Name (Person, Muster), Phone (1234), e-Mail (muster_person@uni-bielefeld.de), Expiration (31.08.2021).
- Submission Form: Mass Spec Submission Form (selected), NMR Submission Form (unselected).
- Sample Data: Sample Name (MP-01), Purification (- none - / mixture / raw), melts/boils (don't know).
- Empirical Formula: C8H10N4O2.
- Toxicity (4): harmful (checked), carcinogenic, explosive, irritant, toxic, untested.
- Properties (4): light sensitive, moisture sensitive, oxidation sensitive, small amount (< 100µg), stable (checked), strong odor.
- Sample is soluble in: (4): Acetone (Acetone), Acetonitrile (ACN), Chloroform (CHCl3), Cyclohexane (CyH), Dichloromethane (Cl2), Ethanol (EtOH).
- Analytical Requirements: Request for: (2): Absence of Compound, Accurate Mass (+5 ppm), Fragmentation Pattern, MW (+/- 0.2 Da) (checked).
- Analogous samples: measured with: (2): CI (Chemical Ionization), EI (Electron Ionization), ESI (Electrospray Ionization) (checked), MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.).
- Chromatography necessary: (1): GC-MS, HPLC-MS, TLC Extraction.
- Comment/Info for the Operator: pharmakologisch aktiv!
- Small Reaction Scheme Preview: A chemical structure of a nucleoside.
- Create MS Sample Submission Form button.
- Do not resize in drawing software before insert! (check quality with preview!)
- Insert Reaction Scheme from Clipboard button.
- Clear button.

2. Standardmessung (MW +/- 0.2 Da) – unbekannte Verbindung

Erstellen eines Messantrages für ein Syntheseprodukt oder Verbindung mit unbekannter Summenformel.

Das Erstellen eines Messantrags für die Massenbestimmung einer Verbindung mit unbekannter Summenformel erfolgt analog zu [Abschnitt 1, Seite 4](#). Hier wird nur auf die Unterschiede eingegangen. Für den weiteren Ablauf beachten Sie bitte die Hinweise unter [Abschnitt 1, Seite 4](#).

- Wählen Sie „unknown compound“ an.
- Geben Sie die ungefähre Masse Ihrer Verbindung möglichst genau an (z.B. 400-500 Da). Bitte vermeiden Sie sehr große Massenbereiche (z.B. 100-1000 Da).
- Für weitere Hinweise/Informationen (z.B. Substanzklasse, o.ä.) nutzen Sie bitte dieses Feld.
- Gehen Sie ansonsten analog zu [Abschnitt 1, Seite 4](#) vor. Für die Bestimmung exakter Massen unbekannter Verbindungen, siehe [Abschnitt 4, Seite 7](#).

SpecQuest

Exit Server Info

Group OC1 Phone 1234
Name Person, Muster e-Mail muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name MP-01 Purification - none - / mixture / raw melts/boils don't know

Sample dissolved
 Empirical Formula is unknown! a)
Approx. Molecular Weight
300-350 Da b)

Toxicity (4) Properties (4) Sample is soluble in: (4)

carcinogenic
 explosive
 harmful
 irritant
 toxic
 untested

oxidation sensitive
 small amount (<100r
 stable
 strong odor
 temperature sensitiv

Dichloromethane (Cl
 Ethanol (EtOH)
 Ethylacetate (EtOAc)
 Isopropanol (IsoProp
 Methanol (MeOH)
 Tetrahydrofuran (TH

Analytical Requirements

Request for: (2) Analogous samples have successfully been measured with: (2) Chromatography necessary (1)

Absence of Compound
 Accurate Mass (+5 ppm)
 Fragmentation Pattern
 MW (+0.2 Da)

CI (Chemical Ionization)
 EI (Electron Ionization)
 ESI (Electrospray Ionization)
 MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

GC-MS
 HPLC-MS
 TLC Extraction

Request Info - Please consider! Method Info - Please consider! Separation Info - Please consider!

Routine ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Comment/Info for the Operator c)
NMR gibt Hinweis auf ca. 15-20 C-Atome. Enthält vermutlich O und N.

Small Reaction Scheme Preview

Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)
Insert Reaction Scheme from Clipboard
Clear

3. Exakte Massenbestimmung (MW +/- 5 ppm) – erwartete Verbindung

Erstellen eines Messantrages für ein Syntheseprodukt oder Verbindung mit bekannter Summenformel.

Wichtig: Die Bestimmung einer exakten Masse kann nur nach Durchführung einer Standardmessung erfolgen (vgl. [Abschnitt 1, Seite 4](#)).

Wissen Sie bereits, dass Sie eine exakte Massenbestimmung benötigen, geben Sie bitte einen **Doppelantrag** (Standardmessung **und** exakte Masse) für Ihre Substanz ab. Wenn die Standardmessung erfolgreich ist, führen wir die Bestimmung der exakten Masse durch. Dies erspart Ihnen den Aufwand, zweimal Messanträge und Proben nach F02 zu bringen. Die MS-Abteilung spart Lösungsmittel und Zeit für die Probenvorbereitung, zudem besteht ein geringeres Gefährdungspotential, da die Probenvorbereitung nicht doppelt durchgeführt werden muss!

Falls Ihre Substanz bereits früher analysiert wurde, fügen Sie bitte die vollständigen Messergebnisse dem Antrag auf exakte Massenbestimmung bei.

Bitte nutzen sie zum Zusammenfügen nur Büroklammern. Tackern Sie Messanträge und/oder Messergebnisse nicht zusammen (vgl. Hinweis auf den ausgedruckten Messanträgen).

a) Geben Sie die Summenformel Ihrer Verbindung an (Bitte keine Ladungsträger angeben!). Bei ionischen Verbindungen (z.B. Komplexen) geben Sie bitte nur die Summenformel des für Sie relevanten Ions an, z.B. des Kations.

b) Wählen Sie als MS-Experiment „Accurate Mass, +/- 5 ppm“ aus.

c) Gehen Sie ansonsten analog zu [Abschnitt 1, Seite 4](#) vor.

Hinweis: nur ein Namensschild muss am Probenbehälter befestigt werden.

The screenshot shows the 'SpecQuest' software interface. At the top, there are fields for 'Group' (OC1), 'Name' (Person, Muster), 'Phone' (1234), 'e-Mail' (muster.person@uni-bielefeld.de), and 'Expiration' (31.08.2021). Below this is the 'Mass Spec Submission Form' and 'NMR Submission Form' tabs. The 'Sample Data' section includes 'Sample Name' (MP-01), 'Purification' (- none - / mixture / raw), and 'melts/boils' (don't know). There are checkboxes for 'Sample is dissolved' and 'Empirical Formula is unknown!'. The 'Empirical Formula' field contains 'C8H10N4O2' and is highlighted with a green box labeled 'a)'. To the right, 'Monoisotopic Mass (LUPAC)' and 'Monoisotopic Mass (lowest)' are both listed as 194,0804. The 'Toxicity (4)' section has checkboxes for 'carcinogenic', 'explosive', 'irritant', 'toxic', and 'untested' (checked). The 'Properties (4)' section has checkboxes for 'oxidation sensitive', 'small amount (<100µg)', 'strong odor', and 'temperature sensitiv'. The 'Sample is soluble in: (4)' section has checkboxes for 'Dichloromethane (Cl2)', 'Ethanol (EtOH)', 'Ethylacetate (EtOAc)', 'Isopropanol (IsoPrOp)', 'Methanol (MeOH)', and 'Tetrahydrofuran (THF)'. The 'Analytical Requirements' section has a 'Request for: (2)' list with 'Absence of Compound', 'Accurate Mass (±5 ppm)' (checked), 'Fragmentation Pattern', and 'MW (±0.2 Da)'. This list is highlighted with an orange box labeled 'b)'. To the right, 'Analogous samples have successfully been measured with: (2)' includes 'CI (Chemical Ionization)', 'EI (Electron Ionization)', 'ESI (Electrospray Ionization)' (checked), and 'MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)'. The 'Chromatography necessary: (1)' section has checkboxes for 'GC-MS' (checked), 'HPLC-MS', and 'TLC Extraction'. Below these are three informational boxes: 'Request Info - Please consider!', 'Method Info - Please consider!' (with text: 'ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts'), and 'Separation Info - Please consider!'. A 'Comment/Info for the Operator' field contains 'Pharmakologisch aktiv!'. At the bottom, there is a 'Small Reaction Scheme Preview' showing a chemical structure, a 'Create MS Sample Submission Form' button, and a warning: 'Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)'. There are also buttons for 'Insert Reaction Scheme from Clipboard' and 'Clear'.

4. Exakte Massenbestimmung (MW +/- 5 ppm) – unbekannte Verbindung

Erstellen eines Messantrages für ein Syntheseprodukt oder Verbindung mit unbekannter Summenformel.

Wichtig: Die Bestimmung einer exakten Masse kann nur nach Durchführung einer Standardmessung erfolgen (vgl. [Abschnitt 2, Seite 5](#)).

Fügen Sie bitte die vollständigen Messergebnisse dem Antrag auf exakte Massenbestimmung bei. Ohne Messergebnisse der Standardmessung kann keine Bestimmung der exakten Masse erfolgen!

Bitte nutzen sie zum zusammenfügen nur Büroklammern. Tackern Sie Messanträge und/oder Messergebnisse nicht zusammen (vgl. Hinweis auf den ausgedruckten Messanträgen).

- Geben Sie die Masse ihre Verbindung an. **Wichtig:** Angabe als Neutralteilchen, *nicht als Addukt mit einem Ion*, **kein Massenbereich!**
- Wählen Sie als MS-Experiment „Accurate Mass, +/- 5 ppm“ aus.
- Bitte geben Sie an, ob ungewöhnliche Elemente in Ihrer Verbindung enthalten sind. Für die Erstellung des Analysenergebnisses werden sonst die Elemente C, H, N, O berücksichtigt. Je nach Addukt-Ionen-Spezies wird bei der Auswertung der Spektren Na und Cl zusätzlich berücksichtigt.
- Gehen Sie ansonsten analog zu [Abschnitt 1, Seite 4](#) vor.

SpecQuest

Exit Server Info

Group: OC1 Phone: 1234
Name: Person, Muster e-Mail: muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration: 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name: MP-01 Purification: -none - / mixture / raw melts/boils: don't know

Sample is dissolved

Empirical Formula is unknown! a)

Approx. Molecular Weight: 335.2 Da

Toxicity (4): carcinogenic, explosive, harmful, irritant, toxic, untested

Properties (4): oxidation sensitive, small amount (<100g), stable, strong odor, temperature sensitive

Sample is soluble in: (4): Dichloromethane (Cl), Ethanol (EtOH), Ethylacetate (EtOAc), Isopropanol (IsoProp), Methanol (MeOH), Tetrahydrofuran (THF)

Analytical Requirements

Request for: (2): Absence of Compound, Accurate Mass (+/- 5 ppm) b), Fragmentation Pattern, MW (+/- 0.2 Da)

Analogue samples have successfully been measured with: (2): CI (Chemical Ionization), EI (Electron Ionization), ESI (Electrospray Ionization), MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Chromatography necessary: (1): GC-MS, HPLC-MS, TLC Extraction

Request Info - Please consider! Method Info - Please consider! Separation Info - Please consider!

Routine: EST: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Comment/Info for the Operator c)

NMR gibt Hinweis auf ca. 15-20 C-Atome. Enthält vermutlich O und N.

Small Reaction Scheme Preview

Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)

Insert Reaction Scheme from Clipboard

Clear

Sie erhalten als Ergebnis eine Liste möglicher Summenformeln. Beim Ausfiltern dieser Liste nach der wahrscheinlichsten Summenformel unterstützen wir Sie gerne. Sprechen Sie hierzu bitte Dr. Jens Sproß an.

Tabelle 1: Liste kompatibler Lösungsmittel für die MS-Analytik

Solvens	ESI	MALDI	EI
Acetonitril	●	●	●
Wasser (<80%!)	●	●	●
Methanol	●	●	●
Isopropanol	●	●	●
Tetrahydrofuran	●	●	●
Aceton	●	●	●
Chloroform	●	●	●
Dichlormethan	●	●	●
Toluol	●	●	●
Cyclohexan	●	●	●
DMSO	●	●	●
DMF	●	●	●
Pyridin	●	●	●

Legende:

- - Kompatibel
- - Eingeschränkt möglich, z.B. bei ESI und MALDI in Mischung mit Acetonitril
- - nicht kompatibel zur Methode

Allgemeiner Hinweis: In DMSO, DMF und Pyridin gelöste Proben werden nicht gemessen! Bitte Entfernen Sie diese Lösungsmittel vor der Probenabgabe.

Hinweis ESI: bei ESI-Messungen kann durch Zugabe von geringen Mengen von Ameisensäure, NaClO₄, LiCl oder AgBF₄ eine bessere Ionisierbarkeit des Analyten erreicht werden. Hierdurch werden H⁺-, Na⁺-, Li⁺- oder Ag⁺-Addukt-Ionen detektiert. Die Zugabe ist auf den Ausdrucken der Spektren vermerkt. Faustformel: Zugabe von Ameisensäure unterstützt die Ionisation von Stickstoffhaltigen Analyten, Zugabe von NaClO₄ unterstützt die Ionisation von Sauerstoffhaltigen Analyten und Zugabe von AgBF₄ unterstützt die Ionisation von aromatischen und mehrfach ungesättigten Kohlenwasserstoffen.

WICHTIG: Die Zugabe dieser Substanzen erfolgt nur durch die Mitarbeiter der Abteilung Massenspektrometrie im Rahmen der Probenvorbereitung!

Hinweis MALDI: bei MALDI-Messungen kommen je nach Analyt unterschiedliche Matrices zum Einsatz: CHCA (α -Cyano-4-hydroxymethylsäure) bei kleinen Molekülen und Peptiden, DHB (2,5-Dihydroxybenzoesäure) bei kleinen Molekülen und Proteinen und DCTB (*trans*-2-[3-(4-*tert*-Butylphenyl)-2-methyl-2-propenyliden]-malonsäuredinitril) bei Kohlenwasserstoffen. Faustformel: Bei CHCA und DHB werden vor allem H⁺- und Na⁺-Addukt-Ionen detektiert, bei DCTB Radikalkationen!

Tutorial – MS request generation with SpecQuest



Table of Contents

Table of Contents	9
Tutorial – MS requests using SpecQuest	10
General remarks	10
1. Standard measurement (MW +/- 0.2 Da) – anticipated compound (e.g. product of synthesis)	11
2. Standard measurement (MW +/- 0.2 Da) – unknown compound.....	12
3. Accurate mass determination (MW +/- 5 ppm) – anticipated compound 13	
4. Accurate Mass determination (MW +/- 5 ppm) – unknown compound..	14
Table 1: Overview of compatible solvents for MS analytics	15

Tutorial – MS requests using SpecQuest

General remarks:

- I.) SpecQuest-Software can be downloaded from the [homepage of the MS department](#).
- II.) Requests for new SpecQuest Accounts or for renewal of existing ones can be made by email to Dr. Jens Sproß (name, email address, workgroup, phone number lab, duration of employment).
- III.) Please supply your sample as a solid. Sample solutions are only accepted in exceptional cases after consultation with the staff members of the MS department.
- IV.) Samples must not contain salts and buffers. These hinder the analysis (signal suppression) and can render the analysis impossible. Additionally, there is the possibility that the mass spectrometer will become unavailable due to contamination. Even residual amounts of hardly volatile solvents (DMF, DMSO) or other substances (e.g. TFA in case of ESI-measurements) can hamper the analysis.
- V.) In case of very sensitive samples, please consult the staff members of the MS department for an appointment to deliver and analyze your samples. If dry solvents are recommended for the analysis of your sample, please supply a sufficient amount (~5 mL/sample).
- VI.) Consult [table 1, page 15](#) for further advice regarding MS-compatible solvents. **Samples dissolved in DMSO, DMF or Pyridine, will not be processed!**
- VII.) Samples are submitted in the chemical cabinet on F02 next to room 217. Please put your MS-request on the corresponding shelf.
- VIII.) Return of your sample and of the analysis results is also performed via the chemical cabinet on F02 next to room 217. You are required to take your sample containers with you after the analysis is performed.
- IX.) MS results are supplied as print-out. Additionally, spectra of most measurements are available on the spectra-server of the faculty for chemistry.
- X.) In case of questions to MS-experiments and special measurements (e.g. proteins), please consult the staff members of the MS department.
- XI.) For citation of MS results, please consider the information in this [document](#). In case of questions, please consult Dr. Jens Sproß.

Contact persons:

Dr. Jens Sproß – all measurements, protein analytics, data evaluation, citation of MS methods and MS results in publications.

Sandra Heitkamp – measurements using the Esquire3000.

Ute Koppenbrink - Messungen am Esquire3000 and Synapt.

1. Standard measurement (MW +/- 0.2 Da) – anticipated compound (e.g. product of synthesis)

Creation of a MS request for a product of synthesis or compound with known sum formula.

- a) Switching between MS request and NMR request.
- b) Select your work group and name. **Please notice:** the date of expiry of your SpecQuest account is given in the area right to the selection field. Please ask for a renewal of your account in due time (send email to Dr. Jens Sproß).
- c) Fill in your sample name. Do not use a too long sample name (max. 10 characters). **Please do not use special characters and dots, as this will lead to problems during (automated) data acquisition.**
- d) Give further information regarding your sample (e.g. sample clean-up).
- e) Specify the sum formula of your compound (neutral compound. Please do not add charge carriers!). In case of ionic compounds (e.g. complexes), please indicate only the sum formula of the relevant ion, e.g. the cation.
- f) Indicate the solvent, which is able to dissolve your compound. **Please notice:** A table of the usual solvents that are compatible with the respective MS method can be found on [page 15](#).
- g) Select the type of MS-experiment. The standard measurement is MW +/- 0.2 Da. Please select “Fragmentation pattern” or “absence of compound” only when necessary. Consult the staff members of the MS department in such cases prior to your sample submission. For MS requests for “Accurate Mass”, please refer to [section 3, page 13](#).
- h) Indicate an ionization method, which was employed successfully in previous measurements of similar compounds.
- i) Please use the “comment for operator” for additional hints/informations (e.g. impurities, further relevant analytes in difficult to separate mixtures, counterion, ...).
- j) Insert a structure of your compound this can be achieved by copy/paste from common molecule editors. Please check the print-out for sufficient quality and readability. **Please notice:** The structure of a compound provides additional information and helps us to conduct the analysis.
- k) Print your MS request, remove the name tag for your sample (bottom right) and attach it to the sample container.

SpecQuest

Exit Server Info

Group OC1 Phone 1234
Name Person, Muster e-Mail muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name MP-01 Purification - none - / mixture / raw melts/boils don't know

Sample is dissolved
 Empirical Formula is unknown!

Empirical Formula C8H10N4O2 Monoisotopic Mass (IUPAC) 194,0804 Monoisotopic Mass (lowest) 194,0804

Toxicity (4) Properties (4) Sample is soluble in: (4)

carcinogenic oxidation sensitive
 explosive small amount (<100µg)
 irritant strong odor
 toxic temperature sensitive
 untested

Analytical Requirements

Request for: (2) Analogous samples have successfully been measured with: (2) Chromatography necessary: (1)

Absence of Compound CI (Chemical Ionization)
 Accurate Mass (±5 ppm) EI (Electron Ionization)
 Fragmentation Pattern ESI (Electrospray Ionization)
 MW (±0.2 Da) MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Request Info - Please consider! Method Info - Please consider! Separation Info - Please consider!

Provide previously meas. spectrum! Sample must be chem. pure!

ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Comment/Info for the Operator
pharmacologically activ!

Small Reaction Scheme Preview

Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert!
(check quality with preview!)
Insert Reaction Scheme from Clipboard
Clear

2. Standard measurement (MW +/- 0.2 Da) – unknown compound

Creation of a MS request for a product of synthesis or compound with unknown sum formula.

The creation of a MS request for the analysis of a compound with unknown sum formula is very similar to section 1. Only the differences are discussed here. Please proceed accordingly to [section 1, page 11](#) for the remaining part.

- Select "unkown compound".
- Indicate the approximate mass of your compound as accurate as possible (e.g. 400-500 Da). Please avoid to large mass ranges possible (e.g. 100-1000 Da).
- For further notes/informations (e.g. substance class) use this field.
- Otherwise, proceed in the same way as described in [section 1, page 11](#). For the determination of accurate masses of unknown compounds, please refer to [section 4, page 14](#).

SpecQuest

Exit Server Info

Group: OC1 Phone: 1234
Name: Person, Muster e-Mail: muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration: 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name: MP-01 Purification: - none - / mixture / raw melts/boils: don't know

Sample is dissolved

Empirical Formula is unknown! **a)**
Approx. Molecular Weight: 300-350

Toxicity (4):
 carcinogenic
 explosive
 harmful
 irritant
 toxic
 untested

Properties (4):
 oxidation sensitive
 small amount (<100r
 stable
 strong odor
 temperature sensitiv

Sample is soluble in: (4)
 Dichloromethane (Cl
 Ethanol (EtOH)
 Ethylacetate (EtOAc
 Isopropanol (IsoProp
 Methanol (MeOH)
 Tetrahydrofuran (TH

Analytical Requirements

Request for: (2) **b)**
 Absence of Compound
 Accurate Mass (±5 ppm)
 Fragmentation Pattern
 MW (±0.2 Da)

Analogous samples have successfully been measured with: (2)
 CI (Chemical Ionization)
 EI (Electron Ionization)
 ESI (Electrospray Ionization)
 MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Chromatography necessary (1)
 GC-MS
 HPLC-MS
 TLC Extraction

Request Info - Please consider! Method Info - Please consider! Separation Info - Please consider!

Routine: ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Comment/Info for the Operator **c)**
NMR gives hints to approx. 15-20 C-atoms. Contains probably O and N.

Small Reaction Scheme Preview

Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)
Insert Reaction Scheme from Clipboard
Clear

3. Accurate mass determination (MW +/- 5 ppm) – anticipated compound

Creation of a MS request for a product of synthesis or compound with known sum formula.

Important: An exact mass can only be determined after a standard measurement has been carried out (see [section 1, page 11](#)).

If you know in advance that you need an accurate mass determination, please *submit two MS requests (standard measurement **and** exact mass)* for your substance. If the standard measurement is successful, we carry out the determination of the accurate mass. *This saves you the hassle of bringing measurement requests and samples to F02 twice.* The MS department saves solvents and time for sample preparation, and there is also a lower risk potential, since the sample preparation does not have to be carried out twice!

If your substance has already been analyzed before, please enclose the complete measurement results with the application for accurate mass determination.

Please only use paper clips to combine several documents. Do not staple measurement requests and/or measurement results together (see note on the printed MS requests).

a) Specify the sum formula of your compound (neutral compound. Please do not add charge carriers!). In case of ionic compounds (e.g. complexes), please indicate only the sum formula of the relevant ion, e.g. the cation.

b) Select “Accurate Mass, +/- 5 ppm” as MS experiment.

c) Otherwise, proceed in the same way as described in [section 1, page 11](#).

Please notice: only one name tag has to be fixed to the sample container.

SpecQuest

Exit Server Info

Group: OC1 Phone: 1234
Name: Person, Muster e-Mail: muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration: 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name: MP-01 Purification: - none - / mixture / raw melts/boils: don't know

Sample is dissolved

Empirical Formula is unknown! a)
Empirical Formula: C8H10N4O2
Monoisotopic Mass (IUPAC): 194,0804
Monoisotopic Mass (lowest): 194,0804

Toxicity (4):
 carcinogenic
 explosive
 irritant
 toxic
 untested

Properties (4):
 oxidation sensitive
 small amount (<100r
 stable
 strong odor
 temperature sensitive

Sample is soluble in: (4)
 Dichloromethane (Cl)
 Ethanol (EtOH)
 Ethylacetate (EtOAc)
 Isopropanol (IsoProp)
 Methanol (MeOH)
 Tetrahydrofuran (TH)

Analytical Requirements

Request for: (2) b)
 Absence of Compound
 Accurate Mass (+/- 5 ppm)
 Fragmentation Pattern
 MW (±0.2 Da)

Analogous samples have successfully been measured with: (2)
 CI (Chemical Ionization)
 EI (Electron Ionization)
 ESI (Electrospray Ionization)
 MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Chromatography necessary: (1)
 GC-MS
 HPLC-MS
 TLC Extraction

Request Info - Please consider!
Provide previously meas. spectrum! Sample must be chem. pure!

Method Info - Please consider!
ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Separation Info - Please consider!

Comment/Info for the Operator
pharmacologically active!

Small Reaction Scheme Preview
Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview)!

Insert Reaction Scheme from Clipboard
Clear

4. Accurate Mass determination (MW +/- 5 ppm) – unknown compound

Creation of a MS request for a product of synthesis or compound with unknown sum formula.

Important: An exact mass can only be determined after a standard measurement has been carried out (see [section 2, page 12](#)).

Please enclose the complete measurement results to the application for accurate mass determination. The accurate mass cannot be determined without measurement results from the standard measurement!

Please only use paper clips to combine several documents. Do not staple measurement requests and/or measurement results together (see note on the printed MS requests).

- Indicate the mass of your compound. **Important:** mass of the neutral compound, *not as adduct with an ion, no mass range!*
- Select “Accurate Mass, +/- 5 ppm” as MS experiment.
- Please specify uncommon elements in your compound. For the generation of the analysis result only the elements C, H, N, and O are considered, if not stated otherwise. Depending on the adduct-ion-species, Na and Cl are additionally taken into account.
- Otherwise, proceed in the same way as described in [section 1, page 11](#).

The screenshot shows the SpecQuest software interface. At the top, there are fields for Group (OC1), Name (Person, Muster), and Phone (1234). Below this is the 'Mass Spec Submission Form' section. The 'Sample Data' section includes 'Sample Name' (MP-01), 'Purification' (- none - / mixture / raw), and 'melts/boils' (don't know). A green box highlights the 'Empirical Formula is unknown!' checkbox and the 'Approx. Molecular Weight' field (335.2). The 'Analytical Requirements' section has a 'Request for:' section with 'Accurate Mass (+/- 5 ppm)' selected, highlighted by an orange box. The 'Comment/Info for the Operator' field at the bottom contains the text 'NMR gives hints to approx. 15-20 C-atoms. Contains probably O and N.', highlighted by a red box. At the bottom of the interface, there is a 'Small Reaction Scheme Preview' showing a chemical structure and a button to 'Insert Reaction Scheme from Clipboard'.

You will receive a table of potential sum formulas. We will be happy to help you filter this list for the most likely sum formula. Please contact Dr. Jens Sproß about this.

Table 1: Overview of compatible solvents for MS analytics

Solvent	ESI	MALDI	EI
Acetonitrile	●	●	●
Water (<80%!)	●	●	●
Methanol	●	●	●
Isopropanol	●	●	●
Tetrahydrofuran	●	●	●
Acetone	●	●	●
Chloroform	●	●	●
Dichlormethane	●	●	●
Toluene	●	●	●
Cyclohexane	●	●	●
DMSO	●	●	●
DMF	●	●	●
Pyridine	●	●	●

Key:

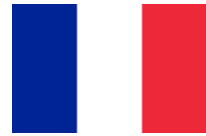
- - compatible
- - partially possible, e.g. as part of a solvent mixture in ESI and MALDI
- - not compatible to this method

General note: Samples dissolved in DMSO, DMF and pyridine will not be processed! Please remove these solvents before submitting your samples.

Note ESI: In case of ESI measurements, adding a small amount of formic acid, NaClO₄, LiCl, or AgBF₄, respectively, the analyte can be ionized better. This will lead to the formation of H⁺-, Na⁺-, Li⁺- or Ag⁺-adduct-ions, respectively. The addition is noted on the print-outs of the spectra. Rule of thumb: addition of formic acid supports the ionization of nitrogen-containing analytes, addition of NaClO₄ supports the ionization of oxygen-containing analytes and addition of AgBF₄ supports the ionization of aromatic and polyunsaturated hydrocarbons.

IMPORTANT: *These substances are only added by the employees of the mass spectrometry department as part of the sample preparation!*

Note MALDI: for MALDI measurements, different matrices are used depending on the analyte: CHCA (α -cyano-4-hydroxycinnamic acid) for small molecules and peptides, DHB (2,5-dihydroxybenzoic acid) for small molecules and proteins, and DCTB (*trans*-2-[3-(4-*tert*-butylphenyl)-2-methyl-2-propenylidene]-malonodinitril) for hydrocarbons. Rule of thumb: With CHCA and DHB, mainly H⁺ and Na⁺ adduct ions are detected, with DCTB radical cations!



Contenu

Contenu	16
Manuel de création du formulaire d'analyse MS avec SpecQuest	17
Remarques générales.....	17
1. Mesure standard (MW +/- 0.2 Da) - composé attendu (p.ex. produit de synthèse)	19
2. Mesure standard (MW +/- 0.2 Da) - composé inconnu	20
3. Détermination de la masse exacte (MW +/- 5 ppm) - composé attendu	21
4. Détermination de la masse exacte (MW +/- 5 ppm) - composé inconnu	22
Tableau 1 : Liste des solvants compatibles pour l'analyse SM	23

Remarque importante: Le personnel du département SM ne parle pas français. Veuillez poser vos questions en anglais ou en allemand. Merci beaucoup.

Manuel de demande d'analyse SM avec SpecQuest

Remarques générales:

- I.) Le logiciel SpecQuest est disponible sur la [page d'accueil du département SM](#).
- II.) Les comptes SpecQuest peuvent être demandés ou renouvelés par e-mail auprès du Dr Jens Sproß (nom, adresse e-mail, groupe de travail, numéro de téléphone du poste de travail, durée de l'emploi).
- III.) Veuillez remettre votre substance sous forme solide. Les solutions ne peuvent être acceptées que dans des cas exceptionnels, après consultation préalable du personnel du département MS.
- IV.) Les échantillons ne doivent pas contenir de sels ni de tampons. Ceux-ci perturbent l'analyse (suppression du signal) et contaminent les spectromètres de masse. Cela peut aller jusqu'à la défaillance des appareils. Les restes de solvants peu volatils (DMF, DMSO) ou d'autres substances (par ex. l'acide trifluoroacétique pour les mesures ESI) perturbent également l'analyse. Dans les cas extrêmes, l'analyse peut être impossible.
- V.) Pour les échantillons très sensibles, concertez-vous avec les collaborateurs du service SM avant de déposer l'échantillon. Pour les échantillons très sensibles, nous convenons de rendez-vous pour le dépôt et la mesure de votre substance. Si un solvant sec est nécessaire pour dissoudre votre composé, veuillez en fournir une quantité suffisante (environ 5 mL/échantillon).
- VI.) Veuillez consulter [le tableau 1, page 23](#), qui contient des indications sur les solvants et leur compatibilité avec nos spectromètres de masse. **Les échantillons dissous dans le DMSO, le DMF ou la pyridine ne sont pas mesurés!**
- VII.) Le dépôt des échantillons s'effectue via l'armoire à produits chimiques située sur F02 près de la salle 217. Veuillez déposer vos demandes de mesure dans le casier correspondant.
- VIII.) La restitution de votre échantillon et des résultats de mesure se fait également via l'armoire à produits chimiques sur F02 près de la salle 217. Veuillez TOUJOURS emporter vos récipients d'échantillons une fois la mesure terminée.
- IX.) Vous recevez vos résultats de mesure sous forme d'impression. Les spectres de la plupart des mesures sont également accessibles via le serveur de spectres de la faculté de chimie.
- X.) Pour toute question concernant les expériences de SM et les mesures spéciales (par ex. protéines), veuillez vous adresser au personnel du département SM.
- XI.) Pour citer des résultats de SM, veuillez utiliser les indications dans le [document](#) correspondant. Si vous avez des questions, n'hésitez pas à contacter le Dr Jens Sproß.

Personne de contact :

Dr. Jens Sproß - toutes les mesures, l'analyse des protéines, l'évaluation, la citation de Méthodes et résultats MS dans les publications.

Sandra Heitkamp - Mesures sur l'Esquire3000.

Ute Koppenbrink - Mesures sur l'Esquire3000 et Synapt.

Remarque importante: le personnel du département SM ne parle pas français. Veuillez poser vos questions en anglais ou en allemand. Merci beaucoup.

1. Mesure standard (MW +/- 0.2 Da) - composé attendu (p.ex. produit de synthèse)

Etablir une demande d'analyse pour un produit de synthèse ou un composé dont la formule brute est connue.

a) Passer d'une demande d'analyse de SM à une demande de mesure pour RMN.

b) Sélectionner votre groupe de travail et votre nom.

Remarque: la date d'expiration de votre compte SpecQuest est affichée dans la zone à droite. Veuillez prolonger votre compte à temps (e-mail au Dr Jens Sproß).

c) Attribuez un nom d'échantillon. Evitez les noms d'échantillons trop longs (max. 10 caractères). **N'utilisez pas de caractères spéciaux ni de points, car cela pose des problèmes lors des mesures (automatiques).**

d) Donnez des informations sur votre composé (p. ex. purification).

e) Indiquez la formule brute de votre composé (n'indiquez pas les porteurs de charge!). Pour les composés ioniques (par ex. les complexes), veuillez n'indiquer que la formule brute de l'ion qui vous intéresse, par ex. le cation.

f) Indiquez les solvants dans lesquels votre substance est bien soluble.

Remarque: pour un tableau des solvants usuels et compatibles avec la méthode MS concernée, veuillez vous référer au [tableau 1, page 23](#).

g) Sélectionnez le type d'expérience MS, la mesure standard est MW +/- 0.2 Da. Veuillez ne sélectionner "Fragmentation Pattern" ou "Absence of Compound" que si cela est vraiment nécessaire. Dans ces cas, veuillez consulter le personnel du département MS. Pour les déterminations de masse exactes, voir [section 3, page 21](#).

h) Indiquez une méthode d'ionisation qui a déjà été utilisée avec succès pour des composés similaires.

i) Nous serons heureux de recevoir des informations supplémentaires sur votre échantillon: par ex. impuretés, autres analytes pertinents dans un mélange difficile à séparer, contre-ions, ou autres.

j) Insérez une formule structurale de votre composé. Celle-ci peut être insérée par copier/coller à partir des programmes de dessin habituels. Veuillez vérifier que tous les détails sont lisibles dans l'impression. **Remarque:** nous tirons d'autres informations utiles de la formule de structure.

k) Imprimez votre demande de mesure. Découpez la plaquette d'identification de l'échantillon (en bas à droite) sur la demande d'analyse et fixez-la à votre échantillon.

2. Mesure standard (MW +/- 0.2 Da) - composé inconnu

Création d'une demande d'analyse pour un produit de synthèse ou un composé dont la formule brute est inconnue.

L'établissement d'une demande de mesure pour la détermination de la masse d'un composé dont la formule brute est inconnue s'effectue de la même manière qu'au section 1. Seules les différences sont abordées ici. Pour la suite de la procédure, veuillez vous reporter aux instructions du [section 1, page 19](#).

- a) Sélectionnez „unknown compound“.
- b) Indiquez la masse approximative de votre composé de manière aussi précise que possible (par ex. 400-500 Da). Veuillez éviter les très grandes plages de masse (par ex. 100-1000 Da).
- c) Pour d'autres indications/informations (p. ex. classe de substance, etc.), veuillez utiliser ce champ.
- d) Pour le reste, procédez de la même manière que dans la [section 1, page 19](#). Pour la détermination des masses exactes de composés inconnus, voir [section 4, page 22](#).

SpecQuest
Exit Server Info

Group: OC1 Phone: 1234
Name: Person, Muster e-Mail: muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration: 31.08.2021

Mass Spec Submission Form | NMR Submission Form

Sample Data
Sample Name: MP-01 Purification: - none - / mixture / raw melts/boils: don't know

Sample is dissolved
 Empirical Formula is unknown! a)

Approx. Molecular Weight: 300-350 b)

Toxicity (4)
 carcinogenic
 explosive
 harmful
 irritant
 toxic
 untested

Properties (4)
 oxidation sensitive
 small amount (<100r
 stable
 strong odor
 temperature sensitiv

Sample is soluble in: (4)
 Dichloromethane (Cl
 Ethanol (EtOH)
 Ethylacetate (EtOAc)
 Isopropanol (IsoProp
 Methanol (MeOH)
 Tetrahydrofuran (TH

Analytical Requirements

Request for: (2)
 Absence of Compound
 Accurate Mass (± 5 ppm)
 Fragmentation Pattern
 MW (± 0.2 Da)

Analogous samples have successfully been measured with: (2)
 CI (Chemical Ionization)
 EI (Electron Ionization)
 ESI (Electrospray Ionization)
 MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Chromatography necessary (1)
 GC-MS
 HPLC-MS
 TLC Extraction

Request Info - Please consider
Routine

Method Info - Please consider
ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Separation Info - Please consider

Comment/Info for the Operator c)
NMR gives hints to approx. 15-20 C-atoms. Contains probably O and N.

Small Reaction Scheme Preview
Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)
Insert Reaction Scheme from Clipboard
Clear

3. Détermination de la masse exacte (MW +/- 5 ppm) - composé attendu

Etablir une demande de mesure pour un produit de synthèse ou un composé dont la formule brute est connue.

Important: la détermination d'une masse exacte ne peut se faire qu'après avoir effectué une mesure standard (voir [section 1, page 19](#)).

Si vous savez déjà que vous avez besoin d'une détermination de masse exacte, veuillez soumettre une double demande (mesure standard **et** masse exacte) pour votre substance. Si la mesure standard est concluante, nous procéderons à la détermination de la masse exacte. Cela vous évite de devoir apporter deux fois des demandes de mesure et des échantillons à F02. Le service MS économise des solvants et du temps pour la préparation des échantillons, et il y a en outre moins de risques potentiels, car la préparation des échantillons ne doit pas être effectuée deux fois !

Si votre substance a déjà été analysée auparavant, veuillez joindre les résultats de mesure complets à la demande de détermination exacte de la masse.

Veillez utiliser uniquement des trombones pour les joindre. N'agrafez pas les demandes de mesure et/ou les résultats de mesure ensemble (cf. remarque sur les demandes de mesure imprimées).

a) Indiquez la formule brute de votre composé (n'indiquez pas les porteurs de charge!). Pour les composés ioniques (par ex. les complexes), veuillez n'indiquer que la formule brute de l'ion qui vous intéresse, par ex. le cation.

b) Sélectionnez "Accurate Mass, +/- 5 ppm" comme expérience MS.

c) Pour le reste, procédez de la même manière que dans la [section 1, page 19](#).

Remarque: seule une étiquette nominative doit être fixée au récipient d'échantillons.

The screenshot shows the 'SpecQuest' software interface. At the top, there are fields for 'Group' (OC1), 'Name' (Person, Muster), 'Phone' (1234), 'e-Mail' (muster.person@uni-bielefeld.de), and 'Expiration' (31.08.2021). Below this is the 'Mass Spec Submission Form' section, which includes 'Sample Data' with 'Sample Name' (MP-01), 'Purification' (- none - / mixture / raw), and 'melts/boils' (don't know). The 'Empirical Formula' field is highlighted with a green box and contains 'CSH10N4O2', with a small 'a)' next to it. Below this are sections for 'Toxicity (4)', 'Properties (4)', and 'Sample is soluble in: (4)'. The 'Analytical Requirements' section is highlighted with an orange box and contains 'Request for: (2)' with 'Accurate Mass (±5 ppm)' selected, and 'b)' next to it. Other options include 'Absence of Compound', 'Fragmentation Pattern', and 'MW (±0.2 Da)'. The 'Method Info - Please consider!' section is also visible, with 'ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts' noted. At the bottom, there is a 'Small Reaction Scheme Preview' showing a chemical structure and a 'Create MS Sample Submission Form' button.

4. Détermination de la masse exacte (MW +/- 5 ppm) - composé inconnu

Etablir une demande de mesure pour un produit de synthèse ou un composé dont la formule brute est inconnue.

Important: la détermination d'une masse exacte ne peut se faire qu'après avoir effectué une mesure standard (voir section 2, page 20).

Veuillez joindre les résultats de mesure complètes à la demande de détermination de la masse exacte. Sans les résultats de la mesure standard, il n'est pas possible de déterminer la masse exacte!

Veuillez utiliser uniquement des trombones pour l'assemblage. N'agrafez pas les demandes de mesure et/ou les résultats de mesure ensemble (voir la remarque sur les demandes de mesure imprimées).

a) Indiquez la masse de votre composé. Important : masse du composé neutre, non en tant qu'ion adduit, **pas de d'intervalle de masse!**

b) Choisissez comme expérience MS "Accurate Mass, +/- 5 ppm".

c) Veuillez indiquer si des éléments inhabituels sont contenus dans votre composé. Seules les éléments C, H, N, O sont pris en compte pour l'établissement du résultat de l'analyse, sauf indication contraire. Selon la nature des ions adduits, Na et Cl sont également pris en compte.

d) Pour le reste, procédez de la même manière que dans le section 1, page 19.

SpecQuest

Exit Server Info

Group: OC1 Phone: 1234
Name: Person, Muster e-Mail: muster.person@uni-bielefeld.de
Expiration: 31.08.2021

Mass Spec Submission Form NMR Submission Form

Sample Data

Sample Name: MP-01 Purification: -none - / mixture / raw melts/boils: don't know

Sample is dissolved

Empirical Formula is unknown! a)

Approx. Molecular Weight: 335.2

Toxicity (4): carcinogenic, explosive, harmful, irritant, toxic, untested

Properties (4): oxidation sensitive, small amount (<100g), stable, strong odor, temperature sensitive

Sample is soluble in: (4): Dichloromethane (CH₂Cl₂), Ethanol (EtOH), Ethylacetate (EtOAc), Isopropanol (IsoProp), Methanol (MeOH), Tetrahydrofuran (THF)

Analytical Requirements

Request for: (2): Absence of Compound, Accurate Mass (+/- 5 ppm) b), Fragmentation Pattern, MW (+0.2 Da)

Analogous samples have successfully been measured with: (2): CI (Chemical Ionization), EI (Electron Ionization), ESI (Electrospray Ionization), MALDI (Matr. Ass. Laser Des. Ion.)

Chromatography necessary: (1): GC-MS, HPLC-MS, TLC Extraction

Request Info - Please consider: Provide previously meas. spectrum! Sample must be chem. pure!

Method Info - Please consider: ESI: suited for polar, high boiling compounds, even salts

Separation Info - Please consider:

Comment/Info for the Operator c): NMR gives hints to approx. 15-20 C-atoms. Contains probably O and N.

Small Reaction Scheme Preview

Create MS Sample Submission Form

Do not resize in drawing software before insert (check quality with preview!)

Insert Reaction Scheme from Clipboard

Clear

Vous obtiendrez une liste de formules brutes possibles potentielles. Nous vous aidons volontiers à filtrer cette liste pour trouver la formule brute la plus probable. Veuillez contacter le Dr Jens Sproß à ce sujet.

Tableau 1: Liste des solvants compatibles pour l'analyse SM

Solvans	ESI	MALDI	EI
Acétonitrile	●	●	●
Eau (<80%!)	●	●	●
Méthanol	●	●	●
Isopropanol	●	●	●
Tétrahydrofurane	●	●	●
Acétone	●	●	●
Chloroforme	●	●	●
Dichlorométhane	●	●	●
Toluène	●	●	●
Cyclohexane	●	●	●
DMSO	●	●	●
DMF	●	●	●
Pyridine	●	●	●

Légende:

- - Compatible
- - Possible de manière limitée, par ex. pour ESI et MALDI en mélange avec de l'acétonitrile
- - non compatible avec la méthode

Remarque générale : les échantillons dissous dans le DMSO, le DMF et la pyridine ne sont pas mesurés ! Veuillez retirer ces solvants avant la remise des échantillons.

Remarque ESI: lors des mesures ESI, il est possible d'obtenir une meilleure ionisation de l'analyte en ajoutant de petites quantités d'acide formique, de NaClO₄, de LiCl ou d'AgBF₄. Cela permet de détecter les ions adduits H⁺, Na⁺, Li⁺ ou Ag⁺ respectivement. L'ajout est indiqué sur les impressions des spectres. Règle d'or: L'ajout d'acide formique favorise l'ionisation des analytes contenant de l'azote, l'ajout de NaClO₄ favorise l'ionisation des analytes contenant de l'oxygène et l'ajout d'AgBF₄ favorise l'ionisation des hydrocarbures aromatiques et polyinsaturés.

IMPORTANT: l'ajout de ces substances n'est effectué que par les collaborateurs du département de spectrométrie de masse dans le cadre de la préparation des échantillons!

Remarque MALDI: lors des mesures MALDI, différentes matrices sont utilisées selon l'analyte: CHCA (acide cyano-4-hydroxycinnamique) pour les petites molécules et les peptides, DHB (acide 2,5-dihydroxybenzoïque) pour les petites molécules et les protéines et DCTB (trans-2-[3-(4-tert-butylphényl)-2-méthyl-2-propénylidène]malononitrile) pour les hydrocarbures. Formule empirique : Pour le CHCA et le DHB, ce sont surtout des ions adduits H⁺ et Na⁺ qui sont détectés, pour le DCTB, ce sont des ions radicaux!