

Abb. 2.31 Basislinien-Verfahren zur Ermittlung der Extinktion E_λ

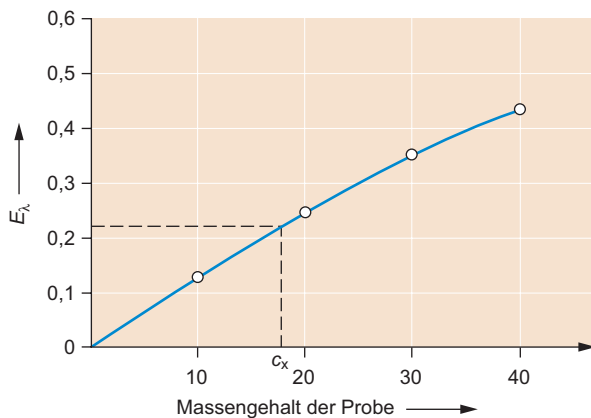


Abb. 2.32 Eichkurve

2.15 Raman-Spektroskopie

Der Raman Effekt wurde bereits 1923 von **A. Smekal** theoretisch vorausgesagt und fünf Jahre später von **C.V. Raman** experimentell nachgewiesen. Der Mechanismus zur Anregung von Molekülschwingungen unterscheidet sich grundlegend von demjenigen bei der Infrarot-Spektroskopie. Durch unterschiedliche Auswahlregeln können Schwingungen im Raman-Spektrum einer Verbindung sichtbar werden, die im IR-Spektrum möglicherweise nicht auftreten und umgekehrt, so dass sich beide Methoden in wertvoller Weise ergänzen.

2.15.1 Anregungsmechanismen

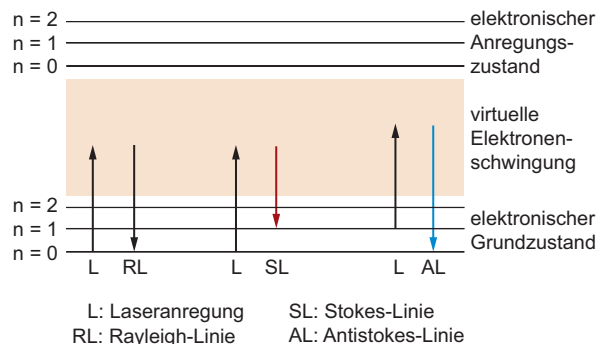
Raman-Effekt

Im Gegensatz zur IR-Spektroskopie, bei der ein Molekül durch die Wechselwirkung mit einem Lichtquant zu einer Schwingung derselben Frequenz angeregt wird, erfolgt die Schwingungsanregung bei der Raman-Spektroskopie **indirekt** mit **monochromatischem Licht** über die Elektronenhülle. Voraussetzung dafür ist, dass die Schwingung mit einer Änderung der Polarisierbarkeit α , der Deformierbarkeit der Elektronenhülle, einhergeht. Es besteht eine lineare Beziehung

$$\mu(t) = \alpha E(t)$$

zwischen dem im Molekül induzierten Dipolmoment μ und der Feldstärke E der Lichtwelle. Durch den Aufprall eines Photons werden die Valenzelektronen in einen virtuellen Schwingungszustand versetzt, der sich energetisch unterhalb eines elektronischen HOMO-LUMO-Übergangs befindet. Die nachfolgende Relaxation in den elektronischen Grundzustand kann auf verschiedene Weise stattfinden. Am wahrscheinlichsten ist die Emission eines Photons mit unveränderter Frequenz, was einem elastischen Stoss an der Elektronenhülle entspricht (**Rayleigh-Streuung**) und keine weiteren Auswirkungen auf den Schwingungszustand des Moleküls hat.

Wird dagegen ein Photon mit niedrigerer Frequenz emittiert, so entspricht das einem inelastischen Stoss (**Stokes-Streuung**), und die im Molekül verbleibende Energie regt eine Schwingung an. Ebenso können Moleküle im bereits angeregten Schwingungszustand durch Photonen in virtuelle Elektronenschwingungen versetzt werden. Das anschliessend bei der Relaxation in den elektronischen und molekularen Grundzustand emittierte Lichtquant hat dann eine Frequenz, die der Summe von Erreger- und Molekülschwingungsfrequenz (hyperelastischer Stoss oder **Anti-Stokes-Streuung**) entspricht (Schema 1).



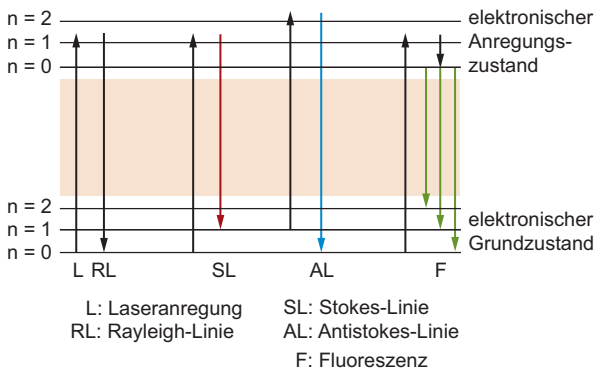
Schema 1 Raman-Anregung

Der überwiegende Teil des eingestrahlenen Lichts durchquert die Probe ohne jede Wechselwirkung und hat keinen Einfluss auf das Raman-Spektrum. Eines von zehntausend Lichtquanten wird elastisch gestreut und trägt nur zur **Rayleigh-Linie** bei, die herausgefiltert werden muss. Dagegen sind die interessierenden **Stokes- und Anti-Stokes-Linien** (Ramanstreuung), deren Frequenzen mit den involvierten Molekülschwingungen korrelieren, mit Quantenausbeuten von gerade 10^{-8} äußerst schwach. Der Anregungsmechanismus und die geringen Quantenausbeuten erfordern also **Laser**-Strahler, die monochromatisches und gleichzeitig sehr intensives Licht zur Verfügung stellen. Abgesehen von Spezialanwendungen wie Resonanz-Raman-Messungen, werden Ramanspektren zur Vermeidung störender Fluoreszenz-Hintergrundstrahlung meist im sichtbaren oder nahen IR-Bereich angeregt.

Resonanz-Raman-Effekt

Werden die eingestrahlenen Lichtquanten nicht nur inelastisch an der Elektronenhülle gestreut, sondern absorbiert, weil ihre Energie derjenigen eines elektronischen Übergangs entspricht, führt das zu einer **Verstärkung** der Raman-Emissionslinien um einige Zehnerpotenzen.

Die auf diese Weise erzeugten Raman Linien unterliegen jedoch zwangsläufig einer starken Re-Absorption und werden zudem durch intensive Fluoreszenz-Hintergrundstrahlung überlagert (Schema 2). Diese **Störeffekte** sind normalerweise größer als der Intensitätsgewinn und erfordern spezielle Techniken zu ihrer Unterdrückung. Außerdem ist die spektrale **Anregungsbreite** deutlich reduziert, was aber nicht nur von Nachteil ist, sondern vielmehr bei selektiven Messverfahren genutzt werden kann (vgl. 15.4). Zu beachten ist aber immer die Gefahr einer photolytischen Zersetzung des Probenmaterials bei Anregungsfrequenzen, die hochenergetische HOMO-LUMO-Übergänge stimulieren.



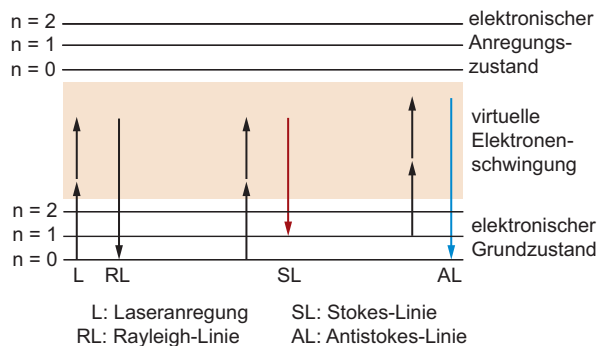
Schema 2 Resonanz-Raman-Anregung

Hyper-Raman-Effekt

Überschreitet die Intensität des einfallenden Lichts einen Schwellenwert, so wird die Elektronenhülle des Moleküls über den linearen Bereich hinaus deformiert. Das heißt, dass das induzierte molekulare Dipolmoment μ nicht länger proportional zur Feldstärke E ist, sondern nur als Potenzreihe dargestellt werden kann:

$$\mu = \alpha E + \frac{1}{2}! \beta E^2 + \frac{1}{3}! \gamma E^3 + \dots$$

Dabei wird berücksichtigt, dass mit sehr geringer Wahrscheinlichkeit auch Mehrquantenstöße stattfinden können. Wird die Reihe nach dem zweiten Term abgebrochen, entspricht das einem Doppelquanten-Übergang, bei dem zwei Photonen gleichzeitig einen virtuellen Schwingungszustand der Elektronenhülle erzeugen. Die Hyper-Polarisierbarkeit β geht mit dem Quadrat der Feldstärke des Erregerlichts einher und gewinnt im Gegensatz zur Polarisierbarkeit α erst bei sehr hohen Quantendichten an Bedeutung. Die Hyper-Raman-Linien sind dann gegenüber dem normalen Spektrum um die Frequenz des Anregers kurzweilig verschoben (Schema 3). Wegen ihrer geringen Wahrscheinlichkeit haben Doppelquanten-Übergänge eine weit niedrigere Intensität als die lineare Raman-Streuung. Das gilt umso mehr für die Terme noch höherer Ordnung (Tripel- und Multiquanten-Übergänge), die deshalb vernachlässigbar sind.



Schema 3 Hyper-Raman-Anregung

2.15.2 Auswahlregeln

Eine Molekülschwingung ist nur dann **IR-aktiv**, wenn sie mit einer Änderung des molekularen Dipolmoments verbunden ist. Im Falle punktsymmetrischer Moleküle (mit Inversions- oder Symmetriezentrum) trifft das immer für **ungerade** Schwingungen (u -Typ) zu, durch welche das Molekül derart verzerrt wird, dass das Symmetriezentrum verloren geht. Bei **geraden** Schwingungen verlieren punktsymmetrische Moleküle ihr Symmetriezentrum auch während ihrer Auslenkung nicht (g -Typ); sie sind daher *nicht* IR-, *aber* Raman-aktiv. Dieser

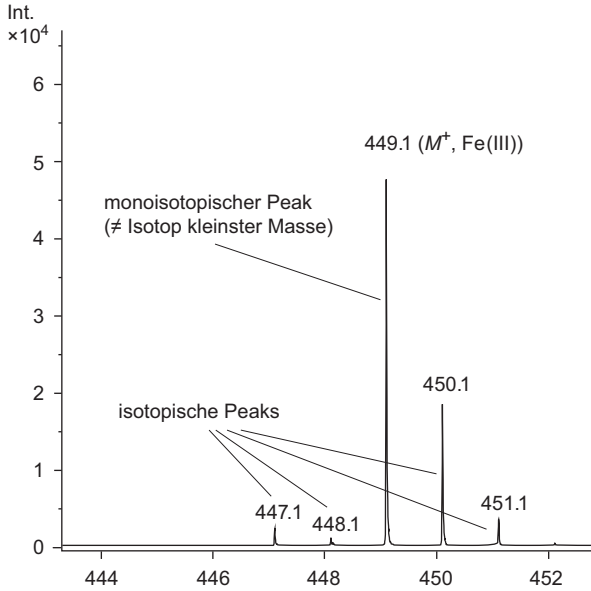
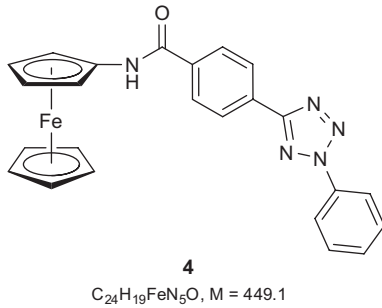


Abb. 4.4 ESI-MS des Ferrocen-Derivates **4** (Probe von G. Gasser, Universität Zürich) mit monoisotopischem Signal bei $m/z = 449.1$ (M^+)

überlagert mit verschiedenen Signalen isotopischer Ionen wie z. B. mit dem Signal von $[^{12}\text{C}_{22}^{13}\text{C}_2^{54}\text{Fe}_1^1\text{H}_{19}^{14}\text{N}_5^{16}\text{O}_1]^+$ und anderen. Das Signal selbst ist also nicht mehr „monoisotopisch“ im engeren Sinne, was das Verständnis des Begriffs *monoisotopische Masse* und *monoisotopischer Peak* erschwert.

Häufigste Masse. Die Masse, die zum intensivsten Peak innerhalb einer Isotopenverteilung gehört, wird häufigste Masse genannt. Die häufigste Masse erhält insbesondere bei großen Molekülen Bedeutung, bei welchen die Peaks der monoisotopischen Ionen nur noch kleinste Intensitäten zeigen. Bei solchen Molekülen liegt die häufigste Masse sehr nahe bei der Molmasse, weshalb Signale großer Verbindungen am besten mit der häufigsten Masse beschrieben werden. Die häufigste Masse ist aber auch bei kleinen Molekülen wichtig, bei welchen das monoisotopische Signal nicht mehr dem häufigsten Ion entspricht. Als Beispiel ist in **Abb. 4.5** das Spektrum des

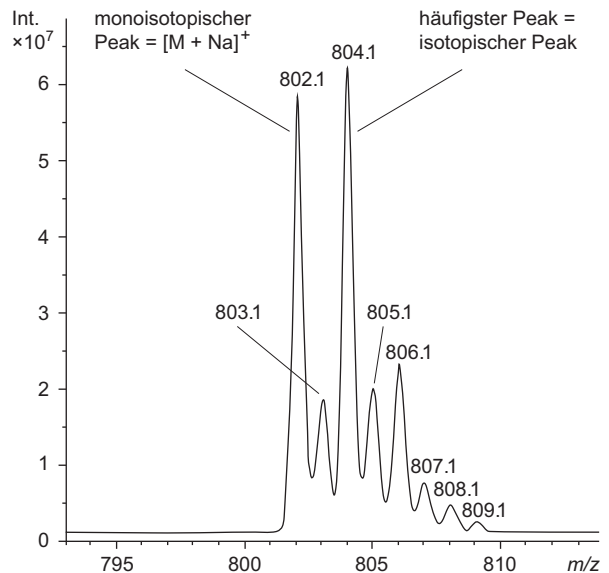
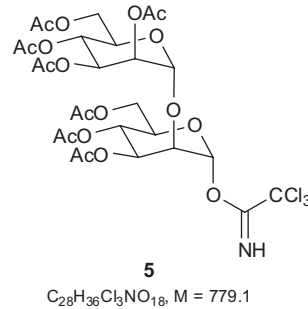


Abb. 4.5 ESI-MS des Zuckerderivates **5** (Probe von J. Robinson, Universität Zürich), dessen monoisotopisches Signal für das Quasi-Molekül-Ion $[M + \text{Na}]^+$ bei $m/z = 802.1$ ($= 779.1 + 23$ u) als Folge der Dreifachchlorierung kleinere Intensität zeigt als das isotopische Signal bei $m/z = 804.1$ (= häufigste Masse)

Quasi-Molekül-Ions $[M + \text{Na}]^+$ des Zuckerderivates **5** gezeigt. Das monoisotopische Ion wird in diesem Fall bei $m/z = 802.1$ registriert, das häufigste Ion bei $m/z = 804.1$ (= häufigste Masse).

Isotopenverteilung

Wie bereits erwähnt, kommen die meisten chemischen Elemente in der Natur als Gemische mehrerer stabiler Isotopen vor (s. **Tab. 4.1** (ausgewählte Elemente) und **Tab. 4.19**, S. 402 (vollständig)). Elemente mit mehr als zwei Isotopen werden *polyisotopische Elemente* genannt, Elemente, die in ihrer natürlichen Form in lediglich zwei stabilen Isotopen existieren, *diisotopische Elemente*. Es gibt aber auch Elemente, die nur in

da die Ionisation mit Zerstäubungsmethoden mit Vorteil aus polaren Lösungsmitteln erfolgt. Meist werden mit flüchtigen Puffern versehene Gemische von H_2O als schwach und CH_3CN oder CH_3OH als stark eluierende Laufmittel verwendet, wobei mit konstanter (isokratisch) oder variabler (Gradient) Lösungsmittelzusammensetzung gearbeitet werden kann. Die Trennung erfolgt üblicherweise auf gepackten Säulen von 50 bis 300 mm Länge (3–5 μm Partikelgröße). Die Trennleistung solcher Systeme ist im Vergleich zu GC oder CE deutlich geringer und führt in der Regel zu recht breiten chromatographischen Peaks (bis zu min). Mit der Entwicklung der Ultrahochleistungsflüssigchromatographie (engl.: *ultra-high*

performance liquid chromatography; Abk.: UHPLC) und neuen stationären Phasen mit Partikelgrößen von $< 2 \mu\text{m}$, konnten aber auch diese Nachteile seit 2004 merklich verringert werden.

Während bei der GC/MS neben der MS- bisweilen noch eine FID-Detektion parallel geschaltet ist, wird bei der LC/MS oft noch, wie in **Abb. 4.43** gezeigt, eine UV-Detektion on-line zwischen die chromatographische Trennung und die massenspektrometrische Analyse geschaltet. Die Kombination von LC/UV/MS bringt den Vorteil, dass drei auf nur kleinste Substanzmengen angewiesene Verfahren miteinander verknüpft

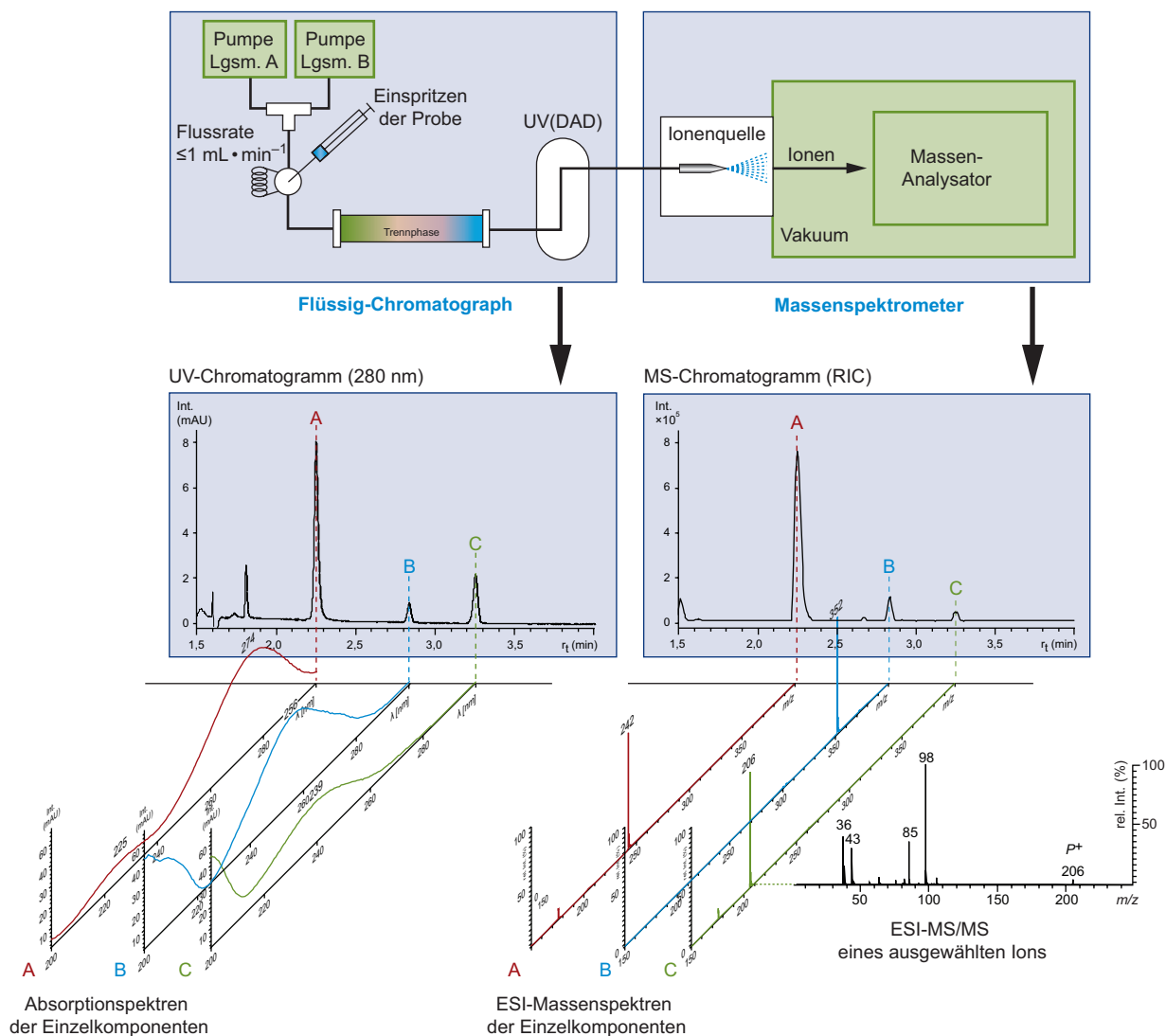


Abb. 4.43 Schematische Darstellung eines LC/MS-Systems inkl. optionalem UV-Detektor (UV-DAD)

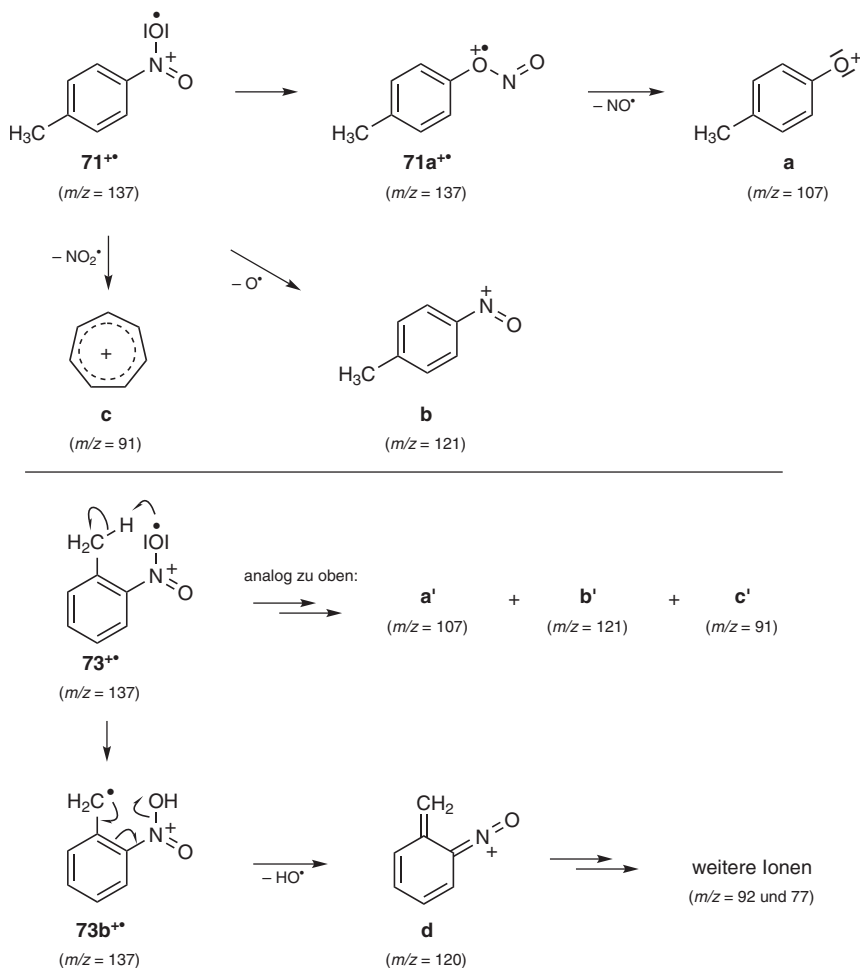
der Spektren von *m*- und *p*-disubstituierten Aromaten bzw. die Verschiedenartigkeit des Spektrums des *o*-Isomeren veranschaulicht (Abb. 4.89).

Die *p*- und *m*-Isomeren geben die für Nitro-Verbindungen erwarteten, typischen Fragment-Ionen **a** ($m/z = 121$, $[M - 16]^+$), **b** ($m/z = 107$, $[M - 30]^+$) und **c** ($m/z = 91$, $[M - 46]^+$), deren Bildung für **71** in Schema 4.29 dargestellt ist. Bei der *o*-Verbindung **73** sind diese Signale zwar auch vorhanden, zusätzlich, und als intensivster Peak des Spektrums, tritt aber ein Signal bei $m/z = 120$, das dem Ion **d** und der Abspaltung von OH[•] aus dem Molekül-Ion entspricht (Schema 4.29). Andere Signale von größerer Intensität im Spektrum von **73** werden bei $m/z = 92$ und 77 registriert. Sie belegen die Andersartigkeit von Spektren *o*-disubstituierter Benzene weiter und rühren von Ionen her, die durch CO-Verlust aus **d** bzw. nachfolgende HCN-Abspaltung entstanden sind.

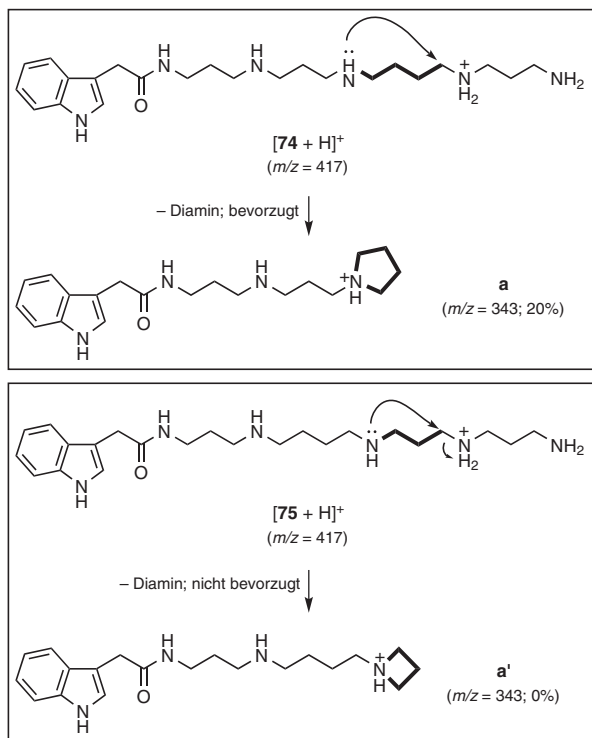
Nachbargruppen-Wechselwirkungen werden nicht nur bei EI-Fragmentierungen sondern auch bei der CID beobachtet. So zeigt sich beispielsweise, dass CID Spektren von Polyamin-Derivaten von Signalen dominiert werden, deren Bildung durch intramolekulare Substitutionen über 5- oder 6-gliedrige Übergangszustände erklärt werden können. Z.B. liefert das Vorläufer-Ion $[74 + H]^+$ im ESI-MS² bei $m/z = 343$ ein deutliches Signal für Fragment **a** (20% rel. Int.) während das entsprechende Ion **a'** aus $[75 + H]^+$ infolge der weniger günstigen 1,3-Anordnung der Amin-N-Atome nicht registriert wird (Schema 4.30). Analoges gilt für weitere Signale in den MS²-Spektren der beiden Verbindungen.

Stereoisomere

Stereoisomere sind unterschiedliche Verbindungen und zeigen grundsätzlich unterschiedliche physikalische und



Schema 4.29 Fragmentierung von *p*-Nitrotoluen (**71**) und *o*-Nitrotoluen (**73**) im EI-MS



Schema 4.30 Bevorzugte Fragmentierung bei Polyamin-Derivaten durch intramolekulare Substitution über 5-gliedrigen Übergangszustand

chemische Eigenschaften. Für optische Antipoden (und damit auch für Racemate) gilt dies allerdings nur in einer „chiralen Umgebung“, die in der Massenspektrometrie nicht gegeben ist. Die Massenspektren enantiomerer Verbindungen sind deshalb identisch, unabhängig von der Zahl der Chiralitätszentren, die diese Verbindungen besitzen.

Anders präsentiert sich die Situation bei Diastereoisomeren. Solche Verbindungen besitzen keine isometrische Strukturen und können, müssen jedoch nicht, verschiedene Massenspektren liefern. Ob die Massenspektren gleich sind oder nicht hängt dabei in erster Linie davon ab, ob die räumliche Anordnung der verschiedenen Gruppierungen, beispielsweise infolge Nachbargruppenwechselwirkungen, unterschiedliche Fragmentierungswege und Fragmentierungsgeschwindigkeiten begründet. Findet das Fragmentierungsgeschehen ausserhalb der Einflussphäre der stereogenen Elemente statt (entfernt von Doppelbindungen oder stereogene Zentren), so sind die Spektren gleich; andernfalls können Unterschiede registriert werden.

Die Massenspektren von *E,Z*-Isomeren sind oft verschieden, wobei sich die Unterschiede meistens in mehr oder weniger ausgeprägten Intensitäten einzelner Signale dokumentieren.

Seltener werden gänzlich verschiedene Massenspektren beobachtet. Als Beispiel für Letzteres sind die EI-Massenspektren von Maleinsäure (**76**; $M = 116$, **Abb. 4.90**) und Fumarsäure (**77**; $M = 116$, **Abb. 4.91**) wiedergegeben.

Beim massenspektrometrischen Zerfall der Maleinsäure (**76**) spielt offensichtlich die Decarboxylierung ($[M - \text{CO}_2]^+$, $m/z = 72$) die vorherrschende Rolle, während im Fall der Fumarsäure (**77**) die Wasserabspaltung ($[M - \text{H}_2\text{O}]^+$, $m/z = 98$) und die Decarboxylierung ($[M - \text{CO}]^+$, $m/z = 88$) aus dem Molekül-Ion hervorzuhoben sind. Während die Unterschiede der Spektren der zwei stereoisomeren Dicarbonsäuren offensichtlich sind, so ist deren Interpretation nicht trivial. Es ist beispielsweise nicht *a priori* einsichtig, weshalb die Wasserabspaltung (Bildung des Ions mit $m/z = 98$) für Fumarsäure (**77**) dominanter sein sollte als für Maleinsäure (**76**). Intuitiv

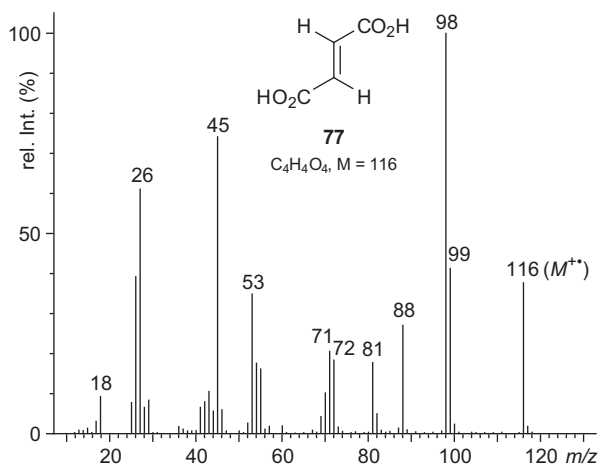
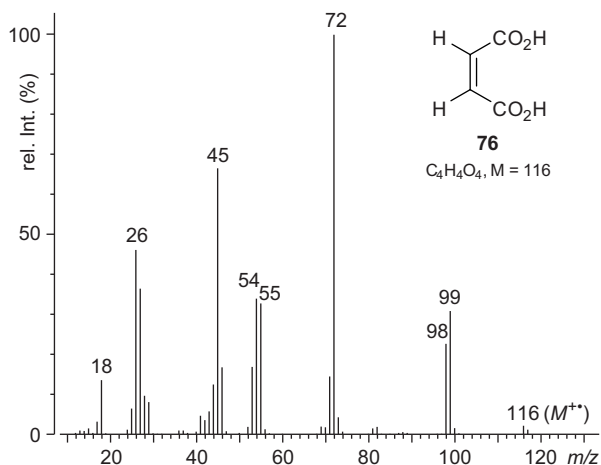


Abb. 4.91 EI-MS von Fumarsäure (**77**)

und Mikrofilter-Spritzenaufsätze, durch welche die Lösungen gepresst werden. Als Filtermaterialien stehen verschiedene Produkte zur Verfügung wie modifizierte Cellulose, Polyvinylidenfluorid (PVDF) oder, für den Einsatz bei Verwendung von aggressiven oder rein organischen Lösungsmitteln, Polytetrafluorethen (PTFA, Teflon). Lösungen, die auf diese Art erhalten werden, können üblicherweise direkt für GC-, LC- oder ESI-MS-Analysen verwendet werden.

Größenausschluss-Chromatographie

Stören für eine Analyse Moleküle, die einer bestimmten molekularen Größe zugeordnet werden können, so erlaubt die Größenausschluss-Chromatographie (engl.: *size exclusion chromatography*, Abk.: SEC) deren selektive Entfernung. Technisch wird analog zu den oben beschriebenen Filtrationen vorgegangen, wobei sich die Filtermaterialien aber durch einen Massen Cut-off auszeichnen, der zwischen 1, 3, 5, 10, 30, 50 und 100 kDa (*nominal molecular weight limit*) gewählt werden kann. Wird durch die kommerziell für 0,5 mL Probenvolumen angebotenen Kartuschen filtriert, so werden die Substanzen mit Molmassen über dem Cut-off der Kartusche durch den Filter zurückgehalten. Auf diese Weise können Lösungen mit kleinen Analyt-Molekülen von Makromolekül-Verunreinigungen befreit werden, was beispielsweise bei der Analytik von Metaboliten, die in Lösung mit Plasmaproteinen anfallen, zu Einsatz kommt. Andererseits kann das gleiche Verfahren auch für die Anreicherung und Entsalzung von Makromolekül-Proben verwendet werden, wenn die in der Kartusche festgehaltenen großen Moleküle gewaschen und anschließend durch Rückspülung wieder zurück gewonnen werden. Die Größenausschluss-Chromatographie wird heutzutage oft anstelle der

Dialyse zur Entsalzung von (LC)-MS-Proben eingesetzt, da sie sich durch eine kurze Vorbereitungszeit auszeichnet und die Probe in vorteilhafter, aufkonzentrierter Form liefert.

Festphasen-Extraktion

Ein weiteres Verfahren zur Entsalzung und insbesondere zur Aufkonzentrierung stark verdünnter Analyt-Lösungen stellt die Festphasen-Extraktion dar. Statt Größenausschluss-Materialien werden in diesem Fall Umkehrphasen- oder Kationenaustauschharze als Adsorptionsmaterialien eingesetzt, womit andere Selektivitätskriterien für die Analyt-Substanzen als bei der SEC gelten.

Mikro-Festphasen-Extraktion. Für die Festphasen-Extraktion im kleinen Maßstab sind 10 µl Einweg-Mikropipettier-Spitzen kommerziell erhältlich, die mit bis zu 1 mg des Adsorberharzes gefüllt sind. Durch wiederholtes Aufsaugen und Ausblasen der verdünnten Analyt-Lösung wird die Analyt-Substanz auf den Adsorber aufgetragen. Auf dem Adsorber kann sie durch Waschen und Spülen von Salzen und ionischen Detergenzien befreit, und von dort kann sie schließlich durch Elution mit wenigen µL eines geeigneten Lösungsmittels in aufkonzentrierter Lösung wieder gewonnen und direkt für ESI, MALDI- oder GC/LC-MS-Untersuchungen eingesetzt werden.

Festphasen-Extraktion mit größeren Mengen. Die Festphasen-Extraktion ist auch für die Aufbereitung größerer Volumina von Probenlösungen geeignet. So können Probenvolumina von bis zu 1 L noch bequem mit kommerziell erhältlichen Festphasen-Kartuschen verarbeitet werden. Dies führt nicht nur zu größeren Analytmengen, sondern auch zu reproduzierbareren und effektiveren Anreicherungsprozessen (Aufkonzentrierungen

Tab. 4.12 Problembereiche bei MS-Proben und ihre Behebung

Methode zu Lösung	Problembereich				verbundener Aufwand
	Suspension	enthält Salze/Puffer/Detergenzien	enthält Makromoleküle (M > 2000)	hohe Verdünnung	
Fällung/Filtration	–	±	+	–	hoch
Zentrifugation/Dekantieren	+	–	–	–	gering
Mikrofiltration (0,22 µm)	++	–	–	–	sehr gering
Größenausschluss-Chromatographie	–	+	++	+	(bei Makromolekülen) sehr gering
Dialyse	±	++	++	+	(bei Proteinen) hoch
Mikro-Festphasen-Extraktion	+	++	+	+	sehr gering
Festphasen-Extraktion	–	++	+	++	hoch
flüssig/flüssig-Extraktion (Mikro-Aufarbeitung)	–	±	+	±	gering

++ sehr geeignet, + geeignet, ± für gewisse Proben geeignet, – ungeeignet

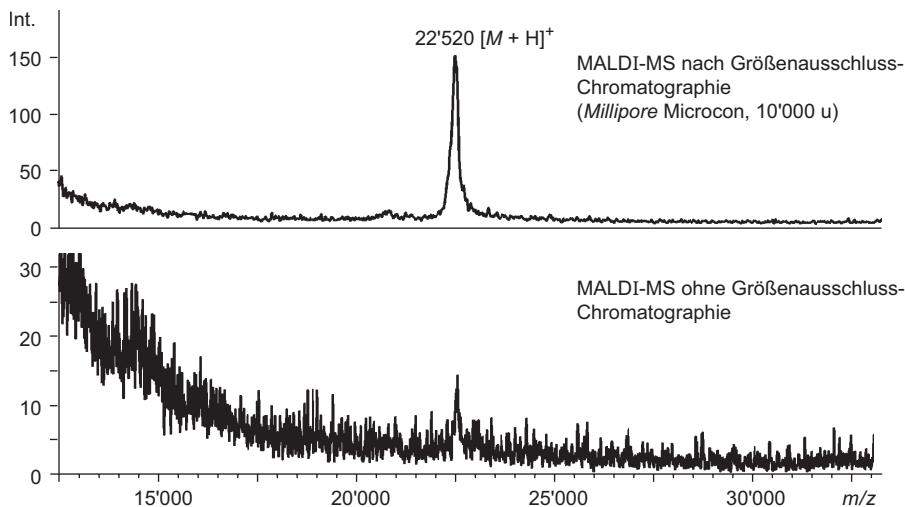


Abb. 4.106 Effekt der Größenausschluss-Chromatographie (Millipore Microcon, 10 000 u) einer 0,02%-ig mit Detergenz verunreinigten Protein-Probe ($M_R = 22\,520$; Probe von J. Robinson und K. Zerbe, Universität Zürich) auf die Qualität des MALDI-MS

bis zu einem Faktor von ca. 1 000), was schließlich in größerer Verlässlichkeit der anschließenden MS-Untersuchungen – insbesondere bei Quantifizierungen – resultiert.

In **Tab. 4.12** sind die wichtigsten Problemfälle aufgelistet, die eine für die MS spezifische Probenaufbereitung erfordern, sowie die dazu zur Verfügung stehenden Aufbereitungsmethoden. Der Effekt einer Probenaufbereitung auf die Qualität eines MS-Spektrums ist in **Abb. 4.106** gezeigt.

4.5.2 Abgabe und Angabe der Probeneigenschaften

Probeneigenschaften

Für den Analytiker, der am MS-Gerät arbeitet, ist es von vordringlichster Wichtigkeit, über die zu vermessende Probe und das zu lösende Problem umfassend informiert zu sein, damit er die Experimente optimal wählen und durchführen kann. Zur Abgabe einer Probe – z. B. in einem Service-Center – gehört deshalb neben der Problemformulierung auch immer eine möglichst detaillierte Charakterisierung der Probe. Jede zusätzlich abgegebene Information kann zu einem verlässlicheren und sinnvollerem Analyse-Resultat führen.

Standardmäßig wird für die Probe einer reinen Verbindung die Angabe von Schmelzpunkt und, wenn möglich, Siedepunkt abverlangt, da mit diesen Werten die Verdampfbarkeit des Analyten sowie seine thermische Stabilität abgeschätzt werden können. Ebenfalls wichtig sind Angaben zur Löslichkeit der Verbindung in verschiedenen Lösungsmitteln. Dies ist einerseits für die Wahl der Methode und die praktische Vorbereitung der Probe für die Messung von Bedeutung, z. B. für GC-MS, HPLC-MS oder MALDI-MS, aber auch für das

Abschätzen der Ionisierbarkeit des Analyten. Nicht fehlen dürfen auch Angaben, soweit bekannt oder vermutet, zur Struktur und/oder zur Molmasse des Analyten. Diese Informationen erleichtern die Wahl der passenden Ionisationsmethode und des richtigen Messbereiches und garantieren eine effiziente Analytik.

Im Gegensatz zu anderen analytischen Methoden, wird die Massenspektrometrie (MS^n) in gewissen Fällen explizit für die Untersuchung von Gemischen empfohlen, da sie durch Ionenauswahl Verunreinigungen ausblenden kann. Die Proben müssen dazu aber, für die einzelnen MS-Methoden teilweise verschiedene, Qualitätskriterien erfüllen. Damit diese sichergestellt werden können, ist es von großer Bedeutung, bei der Probenabgabe zusätzliche Informationen zu liefern. Hilfreich sind Angaben zur Vorbehandlung (Aufbereitung) der Probe, zur Herkunft und Art der vorliegenden Gemische und zum Charakter sowie der Menge von Verunreinigungen oder Komponenten.

Menge und Form der Probe

Die benötigte Menge und geeignete Form einer Probe ist abhängig von der Ionisationsmethode. Für die Anwendung mit Verdampfungsmethoden ist die Bereitstellung von Substanzen als Reinproben (ohne Lösungsmittel) am zweckmäßigsten, wobei „sichtbare“ Mengen (wenige mg) bereits genügen.

Im Zusammenspiel mit Zerstäubungs- und Desorptionsmethoden können Proben auch als Lösungen in geeigneten Lösungsmitteln abgegeben werden. Der eigentliche Probenbedarf für Messungen mit diesen Methoden ist sehr tief, dementsprechend genügen bereits Mengen von wenigen pmol