Massenspektrometrische User-Group

für universitätsinterne Arbeitsgruppen

Das Institut für Bioanalytische Chemie der Universität des Saarlandes bietet universitätsintern einen kostenpflichtigen, massenspektrometrischen Mess-Service an. Hierfür steht vornehmlich ein AB-Sciex 4800 MALDI-TOF/TOF MS zur Verfügung. Der Messumfang bei der MALDI Massenspektrometrie beinhaltet je nach Probenart entweder MS-Spektren im linearen oder im Reflektron-Modus. Beim letzterem bieten wir bei Bedarf auch zusätzliche MS/MS-Zerfallsspektren einzelner, ausgewählter Massen an. Handelt es sich bei den Proben um Proteinverdauung, kann mittels der ‚Swiss-Prot‘, einer Intranet-Protein-Datenbank, eine Protein-Identifikation durchgeführt werden. Durch die Nutzung der Intranet-Datenbank werden keine Informationen ins Internet geschickt, sodass Daten vertraulich behandelt werden können. Für eine neue Substanzklasse führen wir einen kostenlosen Vorversuch durch, um festzustellen, ob die MALDI-Massenspektrometrie das geeignete Messverfahren darstellt. Sollte das nicht der Fall sein, wird ein Vorversuch mit einem besser geeigneten System durchgeführt. Hierfür stehen weitere MS-Systeme zu Verfügung, wie z.B.: LC-ESI-MS, GC-MS oder FT-ICR-MS, zum Teil mit unterschiedlichen Ionenquellen.

Der Unkostenbeitrag für eine Messprobe beträgt 100€. Daneben steht ein pauschalierter Mess-Service zur Verfügung, für den wir einen jährlichen Unkostenbeitrag von 3000€ erheben. Sollten anfangs nur wenige Proben mit Einzelabrechnung gemessen werden, deren Anzahl sich bei veränderter Fragestellung jedoch so erhöht, dass eine Jahrespauschale preiswerter wird, so rechnen wir die bis dahin berechneten Einzelmessungen zum Pauschalpreis an.

Die Proben werden von uns nach Eingang zeitnah gemessen. Obwohl wir bei den Messungen große Sorgfalt walten lassen, können wir dennoch nicht für die Vollständigkeit und Korrektheit der Ergebnisse garantieren.

Für Rückfragen stehen wir selbstverständlich zur Verfügung.

Mit freundlichen Grüßen

Klaus Hollemeyer

Technisches Addendum:

A. Probenanforderungen

1. MALDI TOF/TOF MS:

Prinzipiell können nur solche Moleküle von der MALDI-Massenspektrometrie gemessen werden, die ionisierbare Funktionen enthalten. Apolare Moleküle ohne derartige Strukturen sind meist nicht geeignet. Ebenso ungeeignet sind flüchtige Proben, die im Hochvakuum verdampfen. Probenbeimischungen wie Detergenzien, Salze in höheren Konzentrationen, nicht flüchtige Lösungsmittel wie z.B. Glycerol oder DMSO sind zu vermeiden, da diese Komponenten die essentiell wichtige Kokristallisation der Targetmoleküle mit der Matrix behindern, bzw. unterdrücken können. Geeignete Konzentrationsverhältnisse sind zu ermitteln. Nach Etablierung der MALDI-Messbedingungen, z.B. der Wahl der Matrix, stellen wir geeignete Targetplatten zur Verfügung, die in den jeweiligen Arbeitskreisen mit den zu messenden Proben bestückt werden sollen. Die Proben sind entweder in organischen Lösemitteln oder flüchtigen, wässrigen Puffern zu lösen, mit Matrix zu mischen und in Volumina von etwa 1 µl auf der Platte innerhalb der vorgesehenen Spots aufzutragen (Dried droplet method), sodass wir nur die fertig applizierten Proben zur Messung erhalten. Die Platten können bei uns abgeholt werden.

2. LC-ESI-MS und FT-ICR-MS

Auch für diese Systeme müssen die Probenmoleküle ionisierbare Gruppen enthalten. Zur Probentrennung bei den LC-Systemen verwenden wir RP-18 Umkehrphasen. Die zu messenden Komponenten müssen in geeigneter Lösung für die Flüssigkeitschromatographie vorliegen. Je nach verwendetem System und Ionenquelle geben wir die entsprechend durchzuführenden Probenvorbereitungen vor.

3. GC-MS

Wir verwenden in der Gaschromatographie apolar beschichtete Kapillarsäulen, die für die Trennung von apolaren, neutralen und verdampfbaren Komponenten im Massebereich bis etwa 500 Da benutzt werden mit anschließender EI^+ Ionisierung und Detektion. Polare bzw. mittelpolare Komponenten müssen vor der gaschromatographischen Trennung durch geeignete Derivatisierungen hydrophobisiert werden. Geeignete Derivatisierungen zu verwenden, obliegt dabei der Probenvorbereitung im externen Arbeitskreis.

Nach den Messungen schicken wir die Messergebnisse auf elektronischem Wege umgehend zu, bzw. kopieren diese auf USB-Sticks, wenn sensible Daten vorliegen. Für alle mit unseren Computer-Systemen verbundenen elektronischen Medien dürfen ausschließlich frisch

formatierte Datenträger verwendet werden. Bei Bedarf helfen wir auch bei der Interpretation der Daten.

B. Von Messungen ausgeschlossenes Probenmaterial

Über giftige Komponenten müssen wir vorab informiert werden. Beurteilen wir die Toxizität als zu hoch, lehnen wir die Messung der Proben ab. Radioaktives bzw. infektiöses Probenmaterial ist per se von Messungen ausgeschlossen. Ebenso solches Probenmaterial, welches die Integrität der Systeme beeinträchtigen könnte z.B. Graphit-Nano-Tubes oder ähnliche Materialien bei der MALDI-TOF/TOF MS. Wir behalten uns ausdrücklich die Ablehnung von Proben vor, die uns als nicht geeignet erscheinen. Die Ablehnung ungeeigneter Proben befreit jedoch nicht von der Zahlungsverpflichtung bei pauschalisierter Abrechnung.

...