

3.5 MALDI-MS des zu identifizierenden Trinukleotids

Nachfolgend werden die Ergebnisse der Inkubation des aus der Rinder-Nebenniere isolierten Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da mit immobilisierter alkalischer Phosphatase, 3'-Phosphodiesterase und 5'-Phosphodiesterase gezeigt.

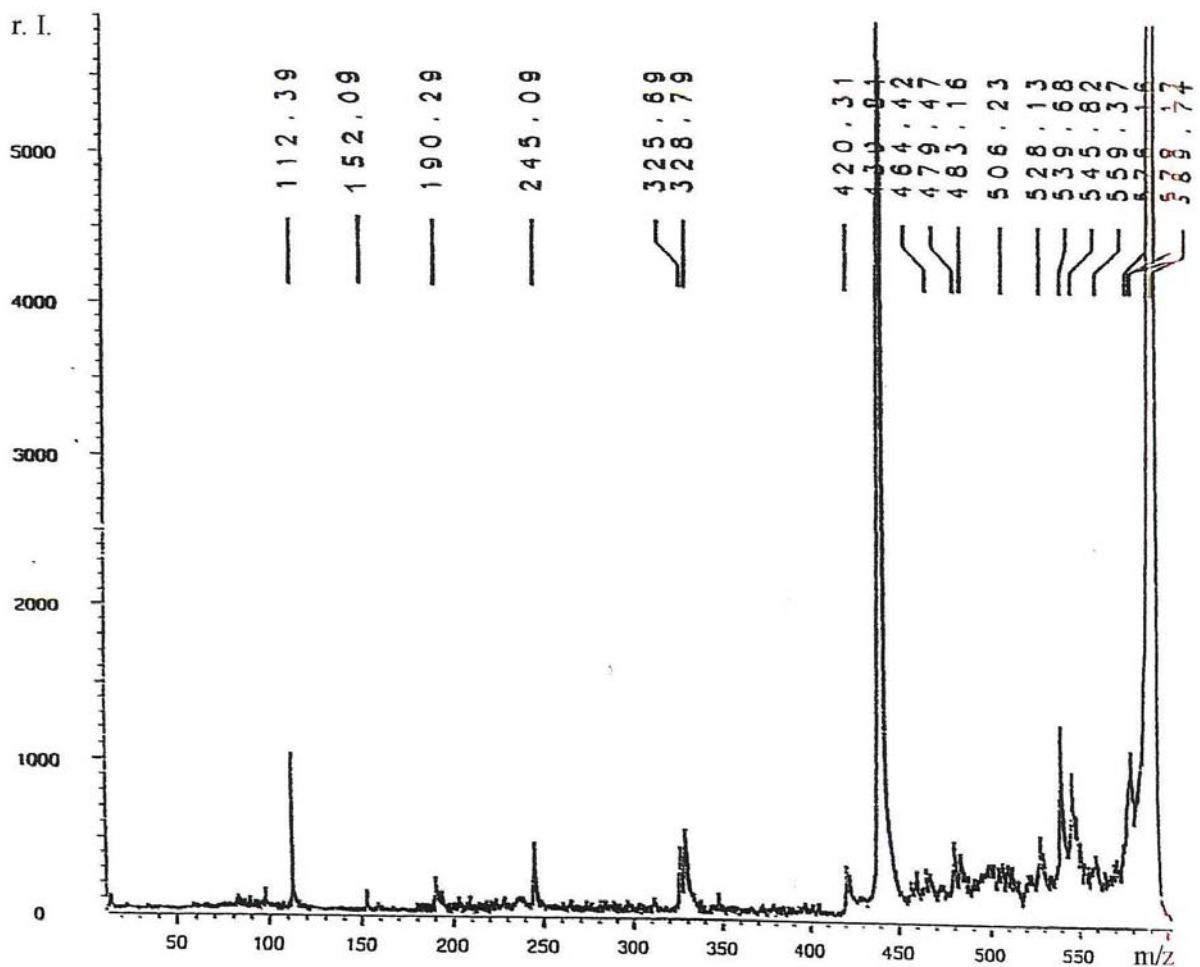


Abb. 18: PSD-MALDI-Gesamtspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

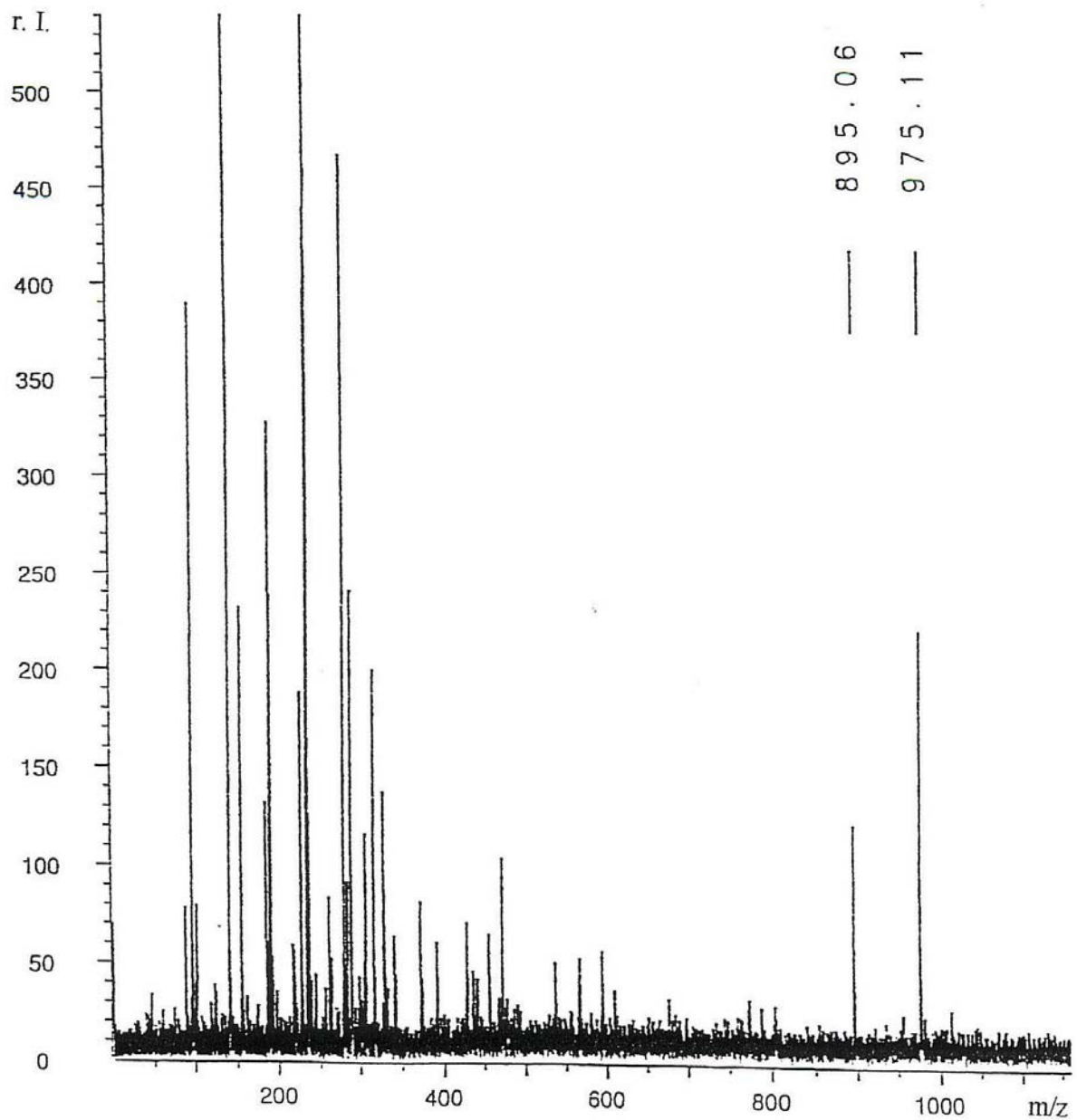


Abb. 19: MALDI-Massenspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach der Inkubation mit der alkalischen Phosphatase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

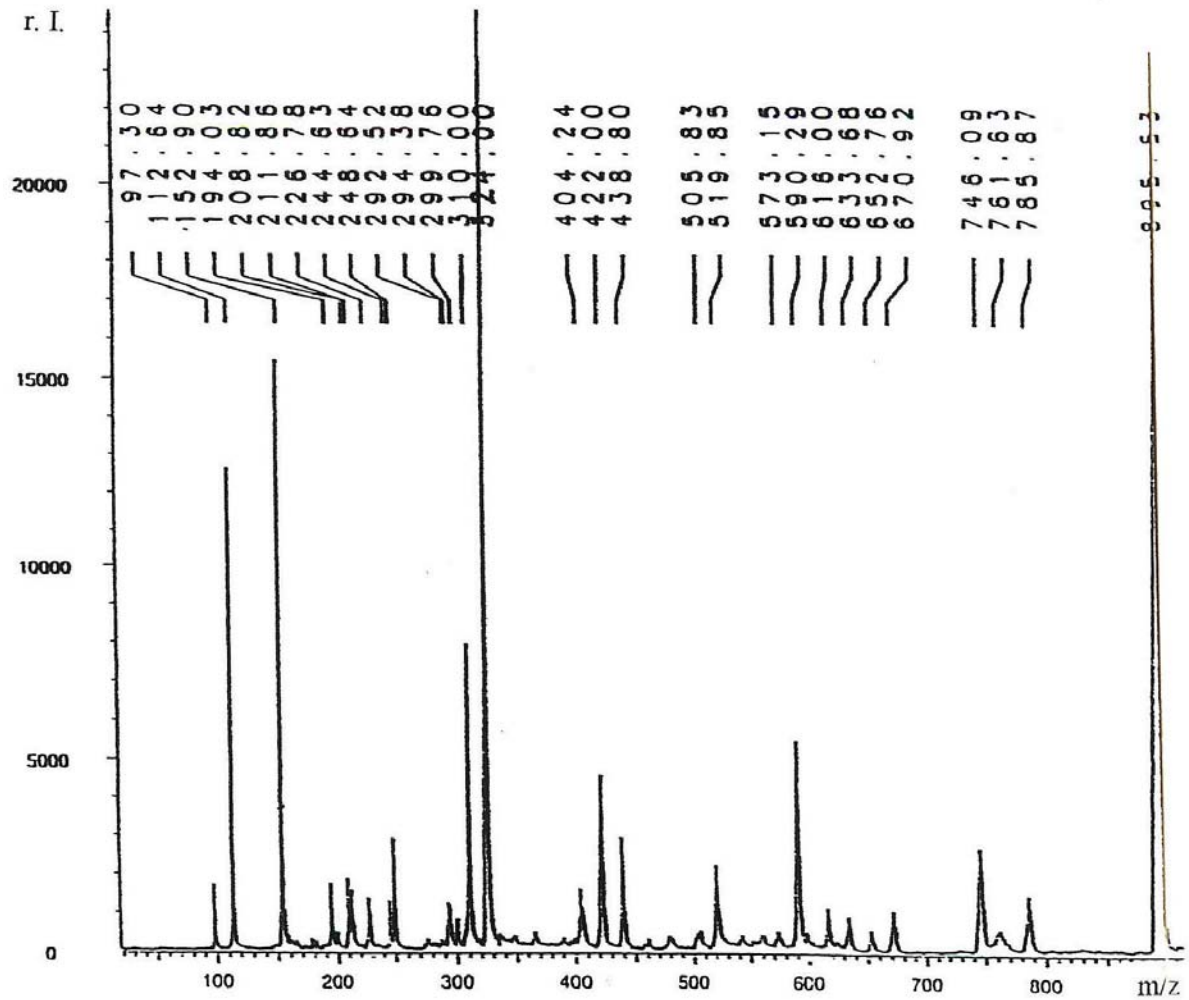


Abb. 20: PSD-MALDI-Massenspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach der Inkubation mit der alkalischen Phosphatase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

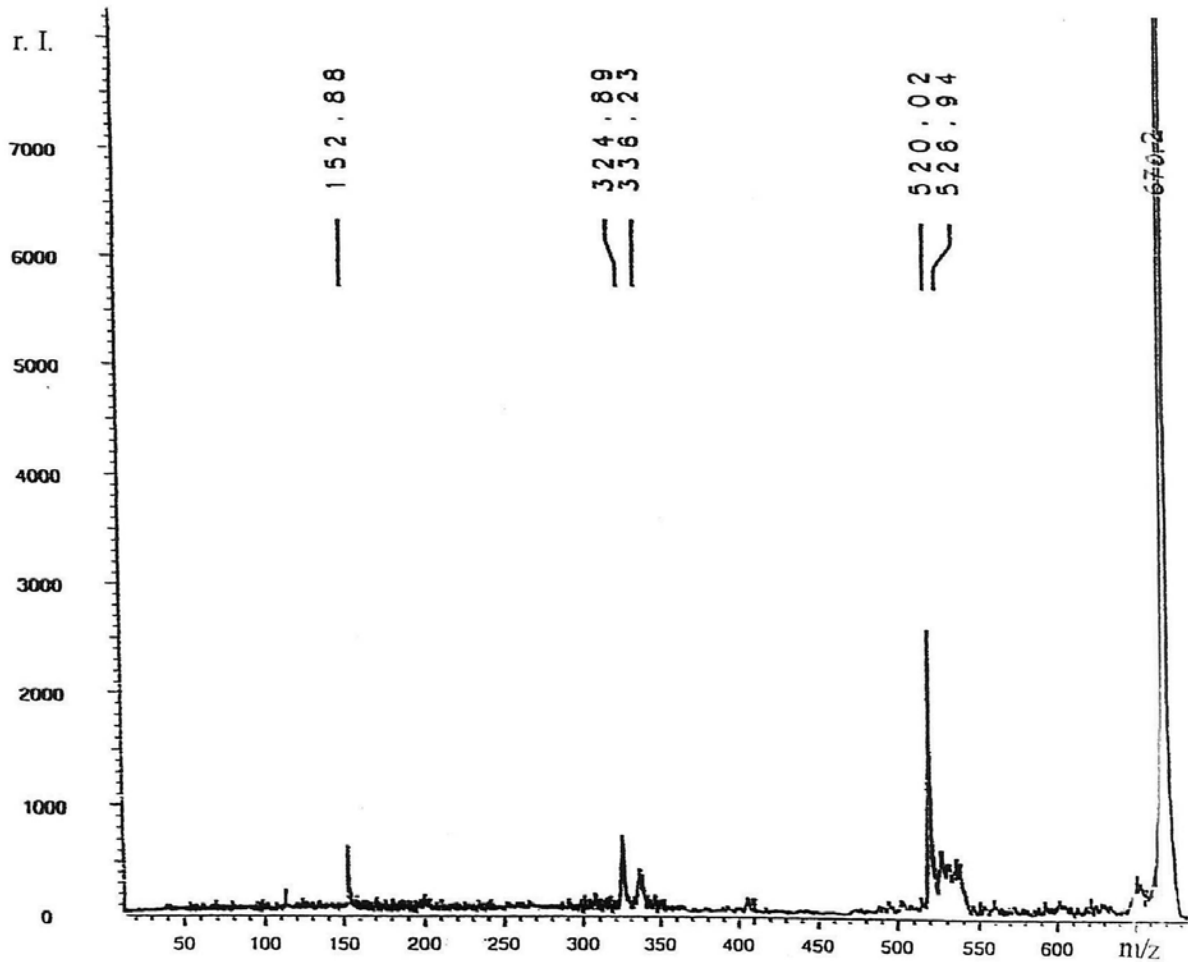


Abb. 21: MALDI-Massenspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach der Inkubation mit der 3'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

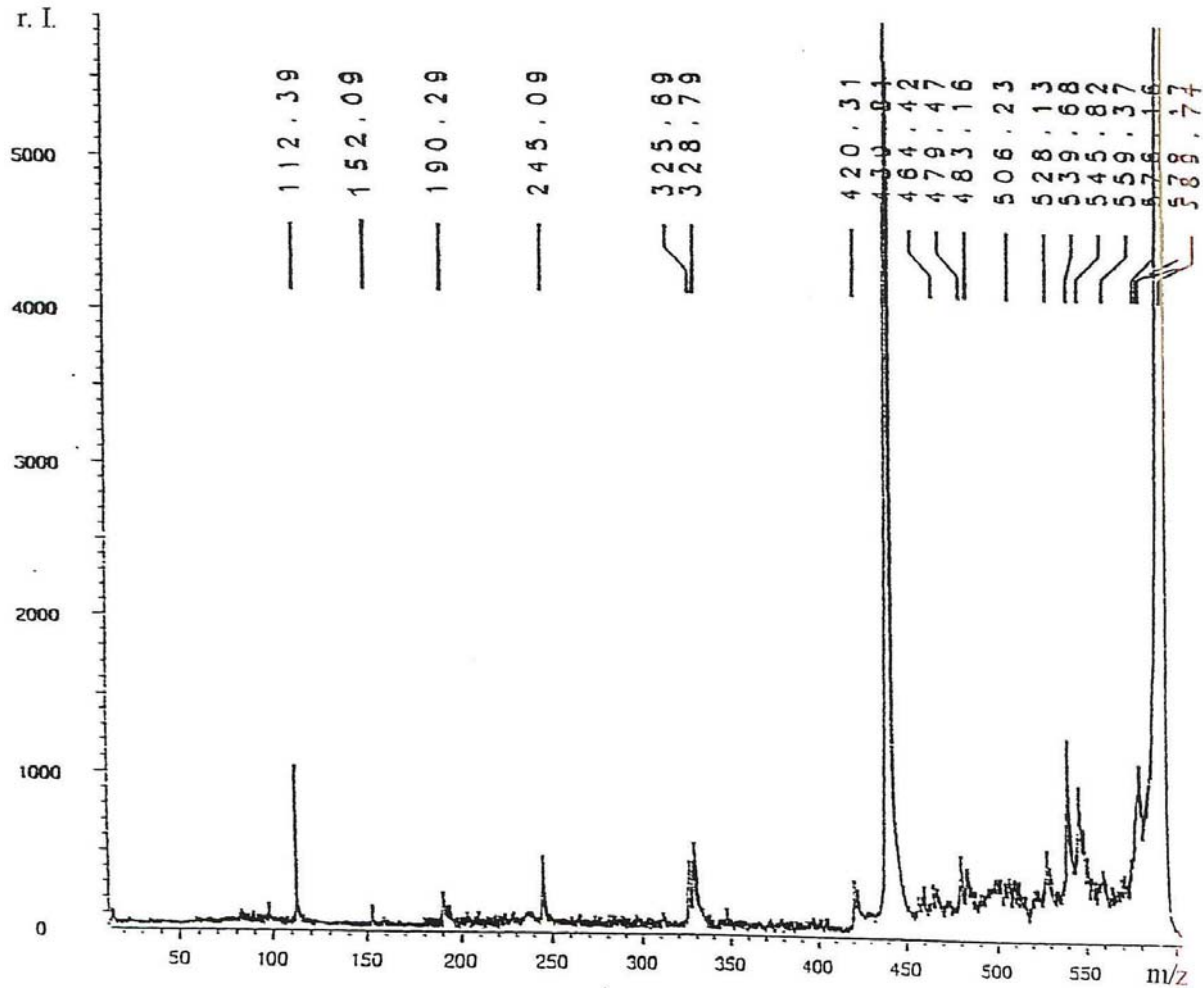


Abb. 22: PSD-MALDI-Massenspektrum eines Reaktionsproduktes des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach weiterer Inkubation mit der 3'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

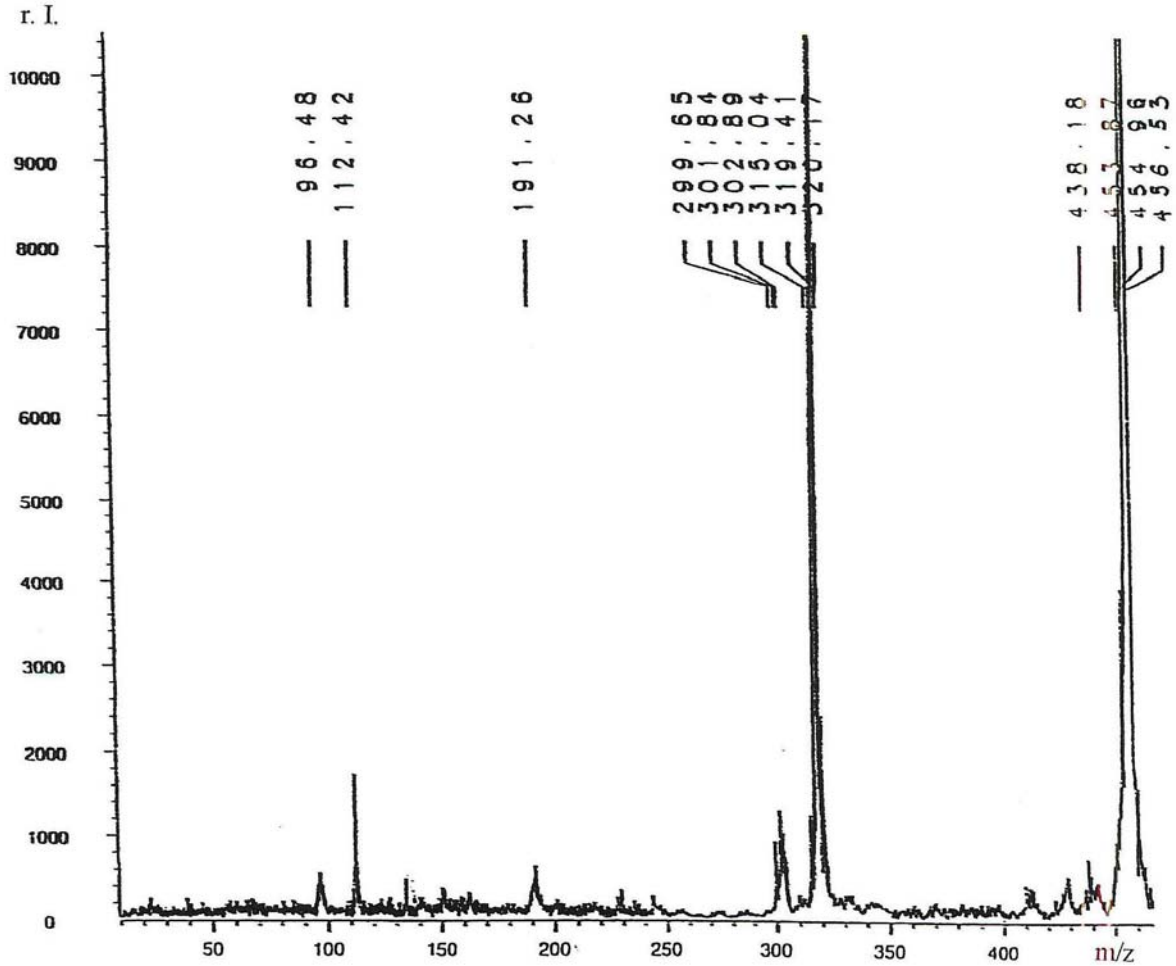


Abb. 23: MALDI-Massenspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach weiterer Inkubation mit der 3'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

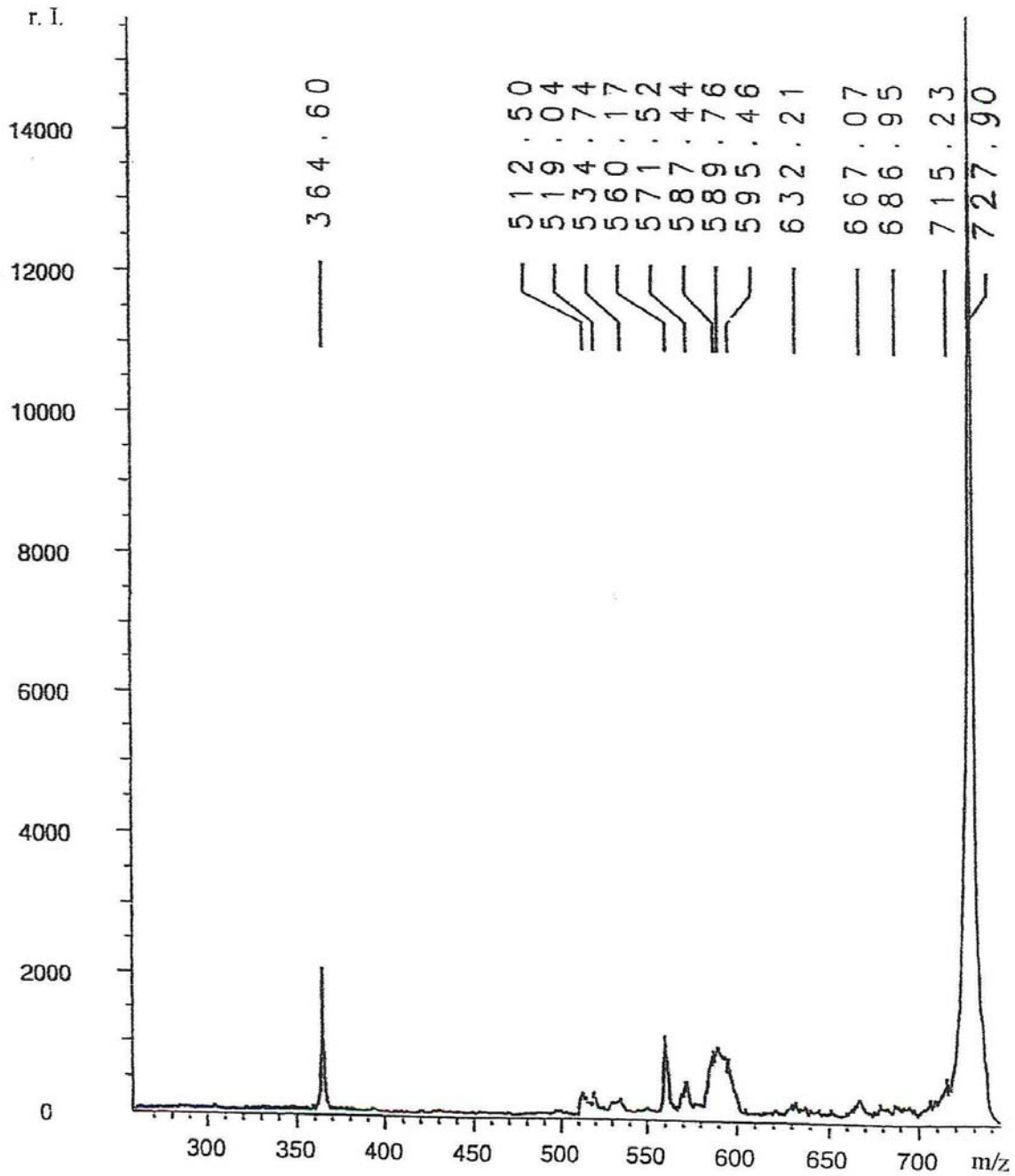


Abb. 24: PSD-MALDI-Massenspektrum des Trinukleotids mit dem Molekulargewicht von 973 Da nach der Inkubation mit der 5'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

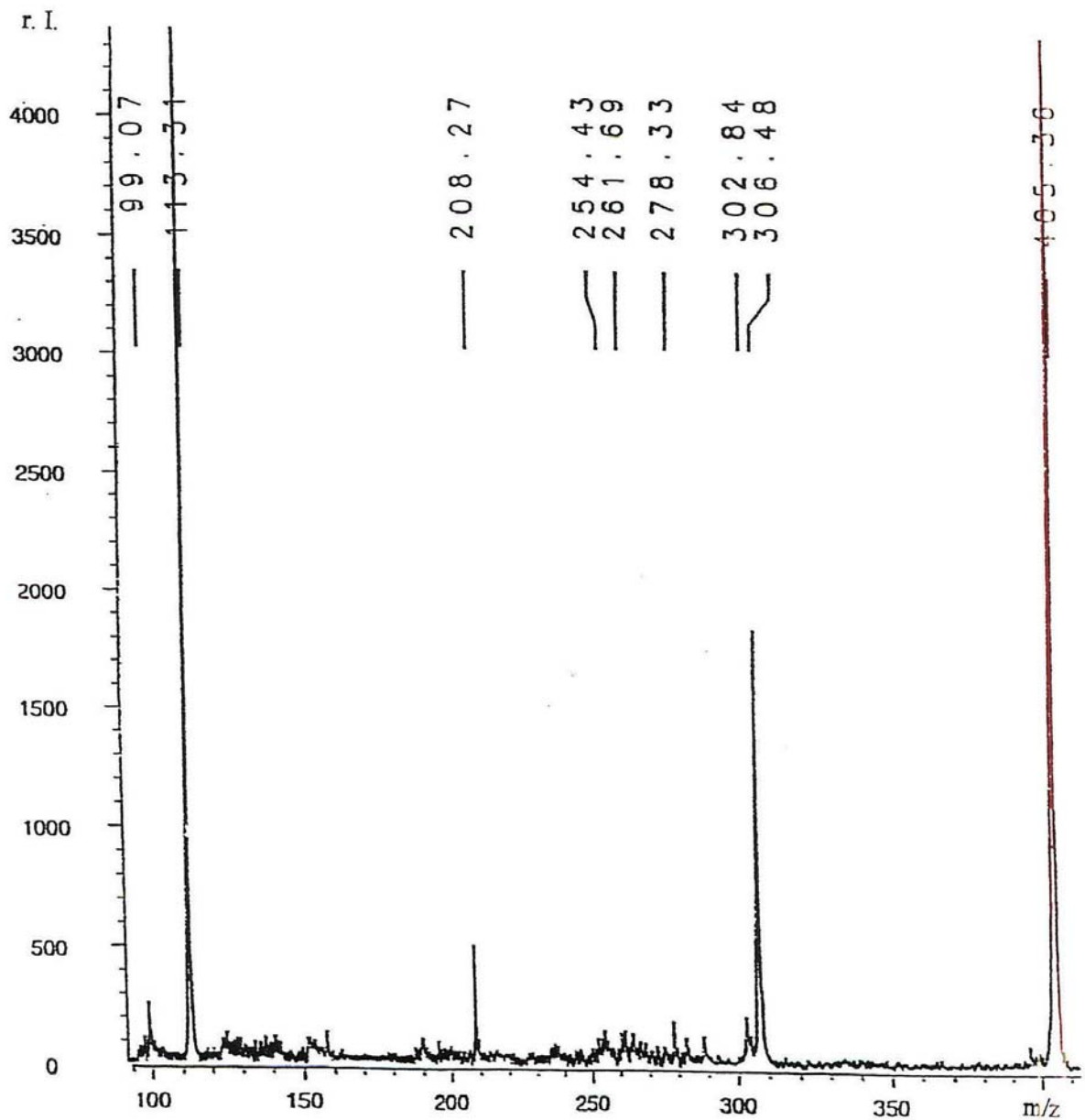


Abb. 25: PSD-MALDI-Massenspektrum des Reaktionsproduktes mit dem Molekulargewicht von 404 Da des untersuchten Trinukleotids nach weiterer Inkubation mit der 5'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

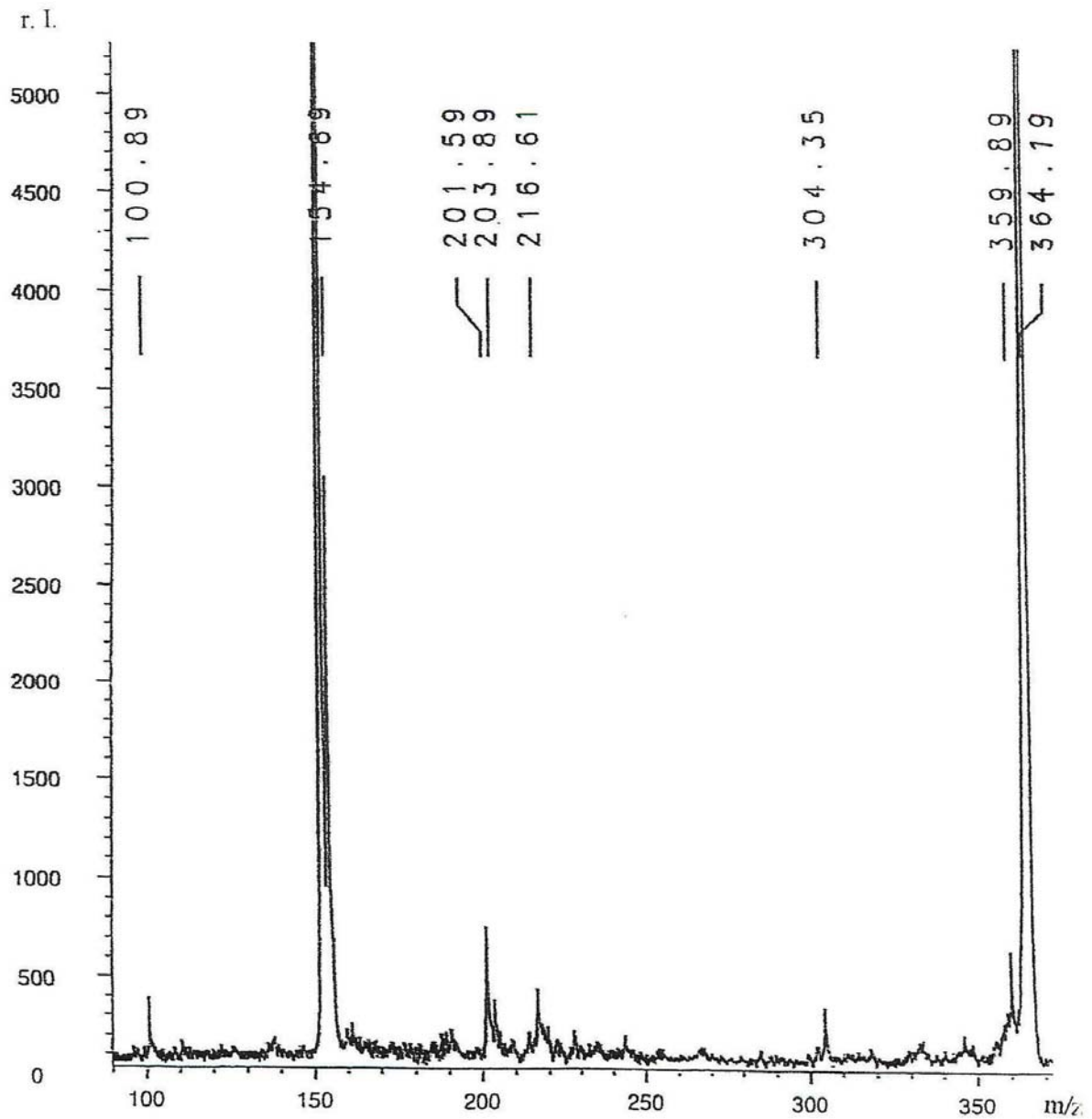


Abb. 26: PSD-MALDI-Massenspektrum des Reaktionsproduktes mit dem Molekulargewicht von 404 Da des untersuchten Trinukleotids nach weiterer Inkubation mit der 5'-Phosphodiesterase.

Abszisse: Massenzahl pro Ladung (m/z)

Ordinate: relative Intensität (dimensionslos)

Die nachfolgenden Tabellen zeigen Interpretationen der in den MALDI- und PSD-MALDI-Massenspektren enthaltenen Fragmente und Spaltungsprodukte des Trinukleotids GCCp auf.

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
97.51	$H_2PO_4^+$	97.0
112.29	Cytosin	112.1
152.29	Guanin	152.1
209.11	Cytidin – $2H_2O$	208.2
390.28	RpRp	389.6
405.14	CDP	404.2
421.90	M – G – CDP	420.7
	oder M – C – GDP	420.7
500.37	M – G – CMP	500.7
520.96	M – G – CMP + H_2O	518.7
556.14	M – CMP – $H_2PO_4^+$	554.8
572.57	M – CDP	571.8
600.11	M – G – 2C	601.7
617.19	M – C – G – $H_2PO_4^+$	615.8
	oder M – C' - $H_2PO_3 - 2 H_2O$	615.8
652.86	M – CMP	651.8
669.84	M – CMP – H_2O	669.8
714.05	M – C' - H_2O	713.8
727.68	M – G – $H_2PO_4^+$	726.9
768.98	M – C – $H_2PO_4^+$	766.9
807.43	M – G – H_2O	805.9
825.24	M – G	823.9
843.90	M – G + H_2O	841.9
847.98	M – C – H_2O	845.9
865.00	M – C	863.9

880.22	$M - H_2PO_4^+$	878.0
912.31	$M - H_2PO_3 + H_2O$	913.0
973.92	GpCpC	974.0

Tab. 10: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 18

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
975.11	GpCpCp	975.0
895.06	$M - H_2PO_3$	894.0

Tab. 11: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 19.

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
97.30	$H_2PO_4^+$	97.0
112.64	Cytosin	112.1
152.90	Guanin	152.1
208.82	Cytidin – 2 H_2O	208.2
211.86	Rp	212.1
226.78	Cytidin – H_2O	226.2
244.63	Cytidin	244.2
248.64	Guanosin – 2 H_2O	248.2
292.52	Rpp	292.1
310.00	RpR	309.6
324.00	CMP	324.2
404.24	CDP	404.2

422.00	M – G – CDP	420.7
	oder M – C – GDP	420.7
438.80	CDP + 2 H ₂ O	440.2
505.83	M – CMP – C – 2 H ₂ O	504.7
519.85	M – G – CMP + H ₂ O	518.7
573.15	M – CDP	571.8
590.29	M – CDP + H ₂ O	589.8
616.00	M – CMP – 2 H ₂ O	615.8
633.68	M – CMP – H ₂ O	633.8
652.76	M – CMP	651.8
670.92	M – CMP + H ₂ O	669.8
746.09	M – C - H ₂ PO ₃ – 2 H ₂ O	747.9
761.63	M – GMP + H ₂ PO ₄ ⁺ + 3 H ₂ O	762.8
785.87	M – G – 2 H ₂ O	787.9
895.53	M – H ₂ PO ₃	895.0

Tab. 12: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 20

Masse des gemessenen Fragments [M+H] ⁺	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments [M+H] ⁺
152.88	Guanin	152.1
324.89	CMP	324.9
520.02	M – G – CMP + H ₂ O	518.7
670.2	M – CMP + H ₂ O	669.8

Tab. 13: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 21

Masse des gemessenen Fragments [M+H] ⁺	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments [M+H] ⁺
112.39	Cytosin	112.1
152.09	Guanin	152.1
245.09	Cytidin	244.2
325.69	CMP	324.2
420.31	M – G – CDP	420.7
439.81	M – CDP – H ₂ PO ₄ ⁺ - H ₂ O	438.8
483.16	Rauschen	
506.23	Rauschen	
528.13	Rauschen	
539.68	M – C – CMP	540.7
589.74	M – CDP + H ₂ O	589.8

Tab. 14: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 22

Signale mit den Molekülmassen 483.16 Da, 506.23 Da und 528.13 Da sind nicht gewertet worden, da sie keine echten Peaks sondern eine angehobene Basislinie darstellen und als Rauschsignale keiner Interpretation bedürfen.

Masse des gemessenen Fragments [M+H] ⁺	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments [M+H] ⁺
96.48	H ₂ PO ₄ ⁺	97.0
112.42	Cytosin	112.1
299.65	?	?
319.41	M – CDP – CMP + 4 H ₂ O ???	319.6
456.53	M – GDP – C + 2 H ₂ O	455.7

Tab. 15: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 23

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des Gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
364.60	GMP	364.2
519.04	M – G – CMP + H ₂ O	518.7
571.52	M – CDP	571.8
589.76	M – CDP + H ₂ O	589.8
632.21	M – GMP + H ₂ O	629.8
686.95	M – CMP + 2 H ₂ O	687.8
715.23	M – Cytidin – H ₂ O	713.8
727.9	M – G – H ₂ PO ₄ ⁺	726.9

Tab. 16: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 24

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
99.07	H ₂ PO ₄ ⁺	97.0
113.31	Cytosin	112.1
208.27	Cytidin – 2 H ₂ O	208.2
306.48	CMP – H ₂ O	306.2
405.36	CDP	404.2

Tab. 17: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 25

Masse des gemessenen Fragments $[M+H]^+$	Interpretation des gemessenen Fragments	Masse des berechneten Fragments $[M+H]^+$
100.89	$H_2PO_4^+$	97.0
154.69	Guanin	152.1
304.35	CMP – H_2O	306.2
364.19	GMP	364.2

Tab. 18: Interpretation der Signale im MALDI-Massenspektrum der Abb. 26