

# Spurenanalytik mit einem MALDI-TOF-Massenspektrometer

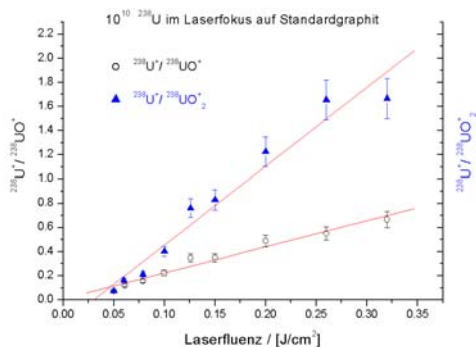
J. Maul, I. Hoog, \*K. Eberhardt, G. Huber, S. Karpuk, J. Lassen,  
G. Passler, \*N. Trautmann, K. Wendt

Institut für Physik  
\*Institut für Kernchemie  
Johannes Gutenberg-Universität, D-55099 Mainz

Das MALDI-TOF-Massenspektrometer ReflexIII der Firma Bruker ist für die Analyse hochmolekularer Proben besonders geeignet.[1] Die Proben werden mit einem fokussierten Laserstrahl gepulst desorbiert und ionisiert. Im Massenbereich  $M \sim 1000$  wird eine Nachweisempfindlichkeit und eine hohe Massenauflösung  $M/\delta M \sim 30.000$  erreicht. Dabei können über 300 Proben ortsaufgelöst auf einem Proben-träger untersucht werden.

Neben dieser Anwendung, wird eine ortsaufgelöste Laserdesorption und Resonanzionisation für die Spurenanalyse der Elemente Gadolinium und Uran entwickelt.

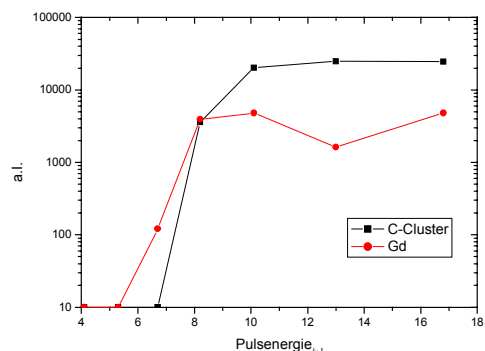
In einer ersten Studie wurden verschiedene Targetsubstrate auf ihre Eignung untersucht. Dazu wurden Lösungen von Gd und U eingedampft und die Laserdesorption und Ionisation mit dem  $N_2$ -Laser des MALDI-TOF Gerätes durchgeführt. Hochreines Graphit und der Glaskohlenstoff "Sigradur G" [2] sind gut geeignet. Auf Graphit konnte der Anteil der  $U^+$ -Ionen im Vergleich zu den  $UO_x^+$ -Ionen mit steigender Laserfluenz verbessert werden [Abb. 1].



**Abbildung 1:** Verhältnis von  $^{238}U^+$  zu  $^{238}UO_x^+$ -Ionen in Abhängigkeit von der Laserfluenz. Die Probenmenge im Laserfokus betrug maximal  $10^{10}$   $^{238}U$  Atome.

Der Anteil an Kohlenstoffclustern als  $C_n^+$  konnte bei einem vorgeheizten Substrat entscheidend verringert werden.

Mit Gadoliniumnitrat auf *Sigradur G* konnte gezeigt werden, dass in einem bestimmten Laserfluenzbereich praktisch ohne störende  $C_n^+$ -Cluster desorbiert und ionisiert werden kann [Abb. 2]:



**Abbildung 2:** Bildung von Gd- und C-Clusterkationen bei Verwendung von *Sigradur G* als Unterlage als Funktion der Pulsenergie/ $[\mu J]$ . (logarithmische Auftragung). Betrachtet wurden die Peakhöhen des häufigsten Isotops  $^{158}Gd$ . Pro Probepunkt wurden Peaks bei fünf verschiedenen  $C_n^+$ -Cluster Massen summiert ( $m/z = 60, 108, 168, 192, 252$  amu).

Parallel zu diesen Untersuchungen wurde mit dem Aufbau eines Lasersystems für eine resonante (Mehrstufen-) Ionisation begonnen. Damit wird auch die Desorption mit Laserlicht unterschiedlicher Wellenlängen möglich.

Die Desorption und Ionisation von  $C_n^+$ - und  $Au_n^+$ -Clustern in Zusammenarbeit mit K. Blaum/ GSI und CERN wurde optimiert. Hier war die Anwendung dieser Ionen für die Massenkali-brierung bei der präzisen Massenmessung bei ISOLTRAP das Ziel. Versuche haben gezeigt, dass die Ausbeute kontinuierlich mit der Laserfluenz steigt und zudem von der Bedeckung des Substrates abhängig ist.

Eine wissenschaftliche Zielsetzung ist die ortsaufgelöste Analyse atomarer Spuren in Proben mit mikroskopischer Struktur, wie z.B. die Bestimmung von Gadolinium-Spuren in Meteoritenkörnern [3] oder Urananreicherungen in Umweltstaubproben.

[1] F. Kirpekar, S. Berkenkamp, F. Hillenkamp, *Detection of Double-Stranded DNA by IR- and UV-MALDI Mass Spectrometry*, *Anal. Chem.* **1999**, 71, 2334-2339

[2] R. Dübgen, *Vom Duroplast zum keramischen Hochleistungswerkstoff*, Beitrag zur SKZ-Tagung **1990** in Erlangen

[3] P. Hoppe, U. Ott, *Mainstream Silicon Carbide Grains from Meteorites*, in *AIP Conf. Proc.* 402, *Astrophys. Implications of the Laboratory Study of Presolar Materials*, **1997**, 27-58