

2.2.2 Aufbau eines linearen Massenspektrometers

Ein Massenspektrometer besteht aus einer Ionenquelle, die gasförmige Ionenstrahlen aus einer Substanzprobe erzeugt, einem Massenanalysator, der die Ionen nach ihrem Masse/Ladungsverhältnis trennt, und einem Detektor, der ein Ionenmassenspektrum liefert und auf diese Weise Aussagen über das Molekulargewicht der untersuchten Substanz erlaubt (Abbildung 3).

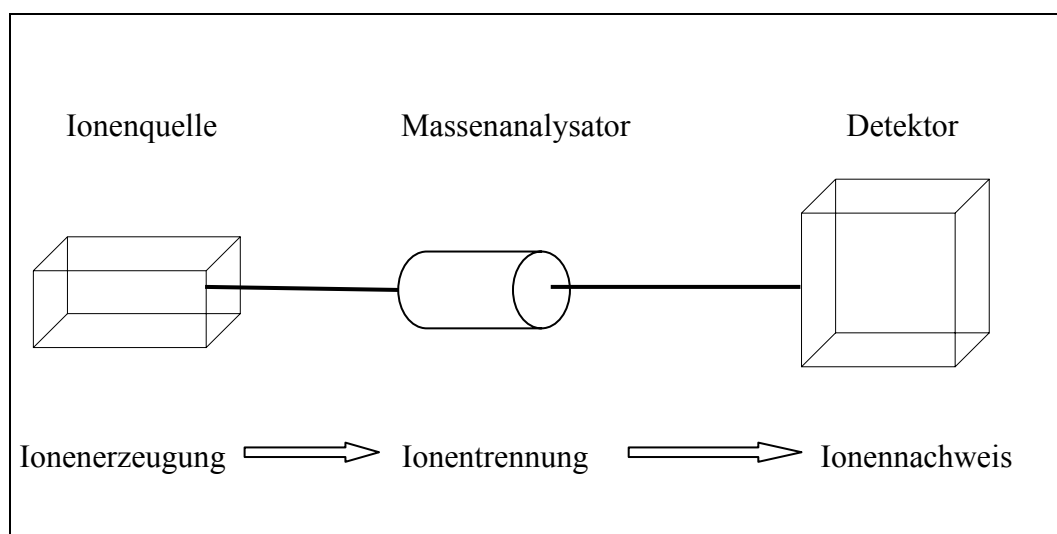


Abb. 3 Komponenten eines Massenspektrometers (nach Lottspeich, 1998)

Bei dem Reflex III der Firma Bruker dient der Flugzeit-Massenanalysator (Time-of-flight = TOF) als Grundlage zur Analyse der Molekülmasse. Diese Anlage misst mit einer sehr hohen Präzision die Zeit, in der ein Molekül die Strecke vom Startpunkt aus bis zum Detektor zurücklegt. An der Startquelle werden aus den Probenmolekülen durch einen kurzen Laserimpuls Ionen gebildet, die durch das elektrostatische Feld auf eine kinetische Energie von einigen keV beschleunigt werden und eine feldfreie Driftstrecke zu dem Detektor durchlaufen (Abbildung 4). Aus der gemessenen Flugzeit lässt sich die jeweilige Molekülmasse ermitteln. Typische Flugzeiten bei der MALDI-Massenspektrometrie liegen zwischen wenigen μs und einigen $100 \mu\text{s}$. Die Driftstrecken sind üblicherweise 1-4 m lang.

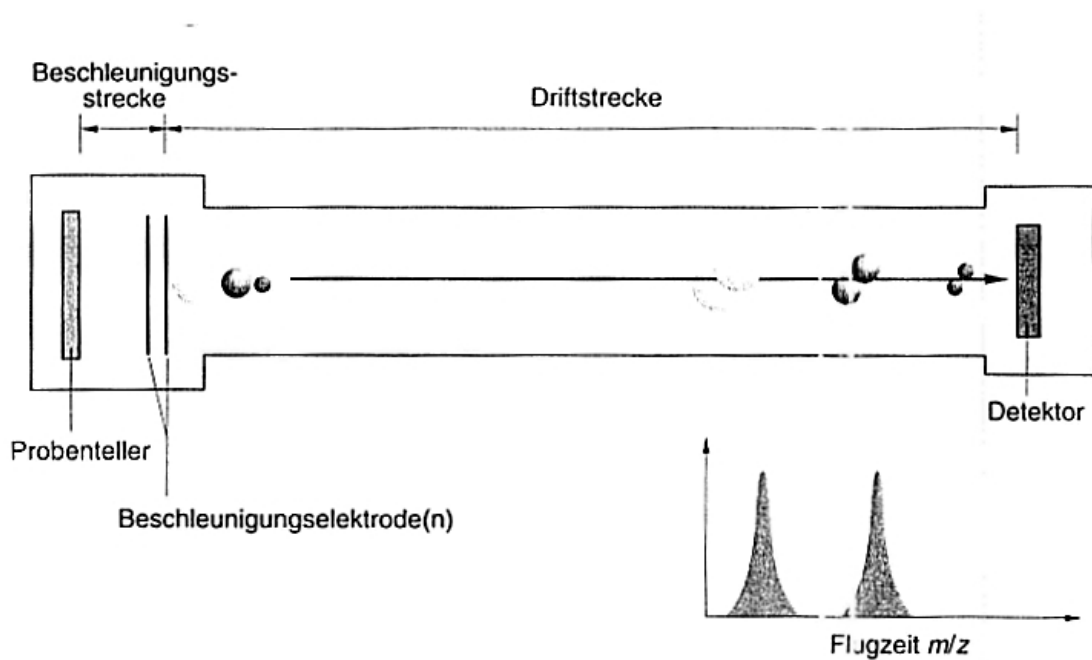


Abb. 4 Prinzip eines linearen Flugzeitmassenspektrometers

In dieser Arbeit wurde für die MALDI-MS ein Stickstofflaser (250 μJ , 3-5 ns Impulsdauer) mit der Wellenlänge von 337 nm als Ionenquelle verwendet. Der Laserstrahl hat einen Durchmesser von ungefähr 100 μm ; der Laser ist in einem Winkel von 45° auf die Probenstelle eingestellt. Diese Ionenquelle besitzt eine Bestrahlungsstärke von 10^6 bis 10^7 W/cm^2 .

Die Trennung der durch den Laser gebildeten und herausgelösten Ionen erfolgte mittels eines elektrostatischen Feldes von 100-1000 V/mm , das von einer Elektrode erzeugt wurde und die Ionen in Richtung Massenanalysator beschleunigte. Je nach Polarität der Elektrode konnten entweder positive oder negative Ionen beschleunigt werden. Die Driftstrecke im Flugrohr, durch das die geladenen Teilchen flogen, betrug ungefähr 0,5-2 m. Während des Fluges wurden die Ionen nach ihrem Masse/Ladungs-Verhältnis aufgetrennt.

Das Detektionssystem besteht aus einem Sekundärelektrodenvervielfacher. Seine Verstärkungswirkung beruht darauf, dass der Ionenstrom beim Auftreffen darauf einen Sekundärelektronenstrom erzeugt. Jedes der Sekundärelektronen schlägt aus dem

nächstliegenden Level mit einem jeweils höheren Potential neue Sekundärelektronen heraus, wodurch eine Elektronenkaskade entsteht. Ein Transientenrecorder (LeCroy 9400) misst das zeitliche Intervall zwischen Laserbeschuss und Eintreffen der Ionen am Detektor und überträgt die gemessenen Werte zu einem Computer. Dort werden die Messungen gespeichert und mit Hilfe eines speziellen Programms weiter bearbeitet. Die Eichung der MALDI-MS erfolgt mit Substanzen definierten Molekulargewichts.