

2.2.5 Die Probenpräparation

Im ersten Arbeitsschritt wird der aus blankpoliertem Edelstahl bestehende Probeteller gründlich mit Aceton und Wasser gereinigt, um eventuelle Rückstände von vorangegangenen Probemessungen zu beseitigen und so Probeverunreinigungen vorzubeugen. Auf die jeweilige Probestelle werden dann je 0,1 μl Desorptionsmatrix (3-Hydroxypicolinsäure, 50 mg/ml) aufgetragen. Die zu untersuchende Probe entsalzt man mit einigen Kügelchen des Kationenaustauschers (AG 50 W-X12, 200-400 mesh, Bio-Rad) in protonierter Form. Damit wird angestrebt, dass keine Natrium- oder Kaliumadduktionen entstehen. Ansonsten könnten sie zu einer Abschwächung der Intensität des $M + H^+$ -Signals infolge einer Multiplikation der Signale zu höheren m/z -Werten führen. Von dem entsalzten Analyten werden 0,5 μl entnommen und zu der Desorptionsmatrix hinzugegeben (Abbildung 7).

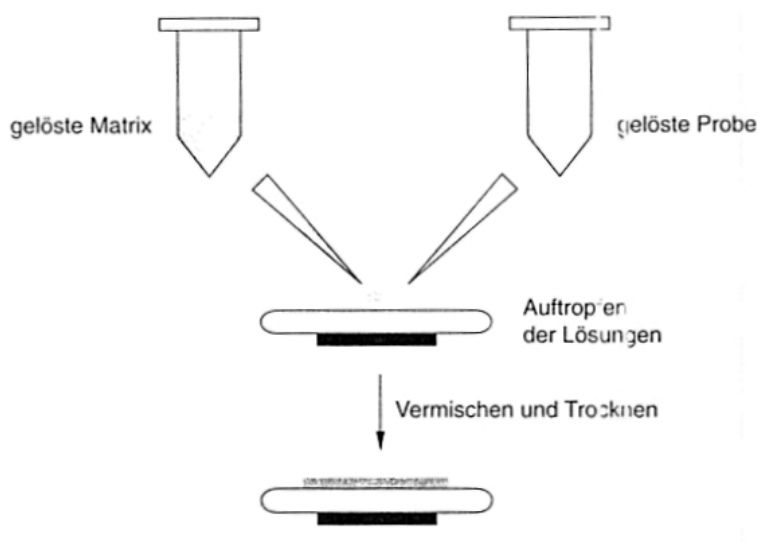


Abb. 7 Standard-Präparationstechnik für die MALDI-MS

Das Gemisch wird mit einem Kaltluftfön schonend getrocknet, was die Bindung der Natrium- und Kalium-Ionen an den Ionenaustauscher fördert und gleichzeitig die Kristallisation der Probe und das Einbetten der Analytmoleküle in das Kristallgitter der Matrix begünstigt. Nachdem die Probe getrocknet ist, entfernt man die Kationenkügelchen mittels einer Pipettenspitze, und die Probe wird auf dem Probeteller zur Messung in das Massenspektrometer eingeschleust.