



Wissenschaftlicher Ergebnisbericht / Scientific Report 2003

Schwerpunkt / main research area
FE-Vorhaben / RD project
 Institutsbeitrag / institute's contribution

Verantwortlich / in charge
HGF-Forschungsbereich / Research Field
HGF-Programm / Programme
HGF-Thema / Topic
 Internet

Materie / Matter
M02 Kondensierte Materie
 62102
 Zentralabteilung für Chemische Analysen /
 Central Division of Analytical Chemistry Analysis (ZCH)
 Dr. S. Küppers s.kueppers@fz-juelich.de
Structure of Matter
Condensed Matter
Electronic and Magnetic Phenomena
www.fz-juelich.de/scientific-report

Detailergebnisse / Details

Die Abteilung Massenspektrometrie hat mit ihren Arbeiten zu Projekten des Forschungsprogrammes „Kondensierte Materie“ des Institutes für Festkörperforschung beigetragen, wobei 7 Analysenaufträge bearbeitet und 540 Bestimmung in 12 Proben vorgenommen worden sind. Bei den Aufgabenstellungen handelte es sich überwiegend um Spurenelementanalysen an Festkörperproben (z.B. Iridium, SrTiO_3 , LaAlO_3 , Cu- und Cr-Schichten mit Schichtdicken von z. T. 100 nm) mittels LA-ICP-MS. Hierbei hat sich die LA-ICP-MS als Analysentechnik zur schnellen und direkten Übersichtsanalyse an Festkörperproben bewährt.

Die Spurenelementanalyse metallischer Nanostrukturen auf biomolekularen Templaten erfordert eine schnelle, leistungsfähige und empfindliche Multielementanalysenmethode, welche die direkte Analyse an kleinsten Probenmengen ermöglicht. Die Laserablations-ICP-MS (Massenspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaionisation) wird diesen Anforderungen gerecht, wobei ein Mangel an geeigneten Festkörperstandards die Quantifizierung der Analysenresultate erschwert. Eine quantitative Analyse ohne die Verwendung von Festkörperstandards ermöglicht die Lösungskalibration in der LA-ICP-MS. Während der Kalibrierung mittels Standardlösungen müssen Matrixeffekte durch eine Matrixanpassung (Laserablation eines „Blanktargets“ mit einer der Probe entsprechenden Matrix) bzw. durch die Standardadditionsmethode berücksichtigt werden. Beide Methoden sind zur Analyse von Platin- und Palladium-Nanoclustern ungeeignet, da keine geeigneten „Blanktargets“ verfügbar sind und die vorhandene Probenmenge für die erforderlichen Messungen zur Durchführung der Standardadditionsmethode nicht ausreicht. Um dennoch eine Matrixanpassung während der Lösungskalibration in der LA-ICP-MS vornehmen zu können, wurde als neuartige Quantifizierungsmethode in der LA-ICP-MS die on-line Isotopenverdünnungsanalyse entwickelt (siehe Abbildung 3), welche eine quantitative Analyse kleinster Probenmengen ermöglicht selbst wenn keine Festkörperstandards analoger Matrix verfügbar sind.

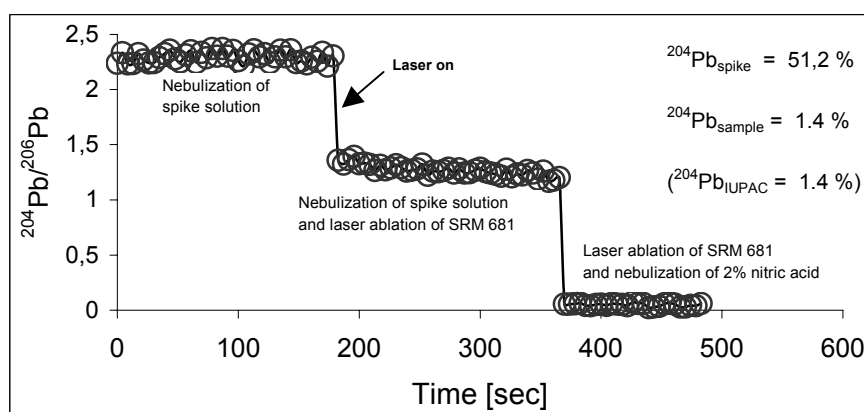


Abbildung 3: Prinzip der on-line Isotopenverdünnungsanalyse in der LA-ICP-MS

Die Richtigkeit des Analysenverfahrens wurde an dem Platin Standardreferenzmaterial (SRM) NIST 681 überprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Ergebnisse der LA-ICP-MS Analyse von Platin SRM NIST 681

	Solution-based calibration in LA-ICP-MS		Certified value
	by on-line isotope dilution	by standard addition mode	
	[$\mu\text{g g}^{-1}$]	[$\mu\text{g g}^{-1}$]	[$\mu\text{g g}^{-1}$]
Pb	13.1 ± 1.1	13.0 ± 0.8	12 ± 2
Ag	1.91 ± 0.03	1.93 ± 0.10	2.0 ± 0.5

Die Ergebnisse der on-line Isotopenverdünnungsanalyse in der LA-ICP-MS (LA-ID-ICP-MS) an realen Proben (Platin-Nanocluster) zeigen eine gute Übereinstimmung mit Werten, welche über eine Einpunktkalibrierung unter Verwendung des Platin-SRM NIST 681 erhalten wurden (siehe Tabelle 2). Der Vorteil der on-line Isotopenverdünnungsanalyse in der LA-ICP-MS gegenüber der Einpunktkalibrierung ist, dass auch Elemente bestimmt werden können, deren Elementkonzentrationen nicht in dem SRM zertifiziert sind.

Tabelle 2: Ergebnisse der LA-ICP-MS Analyse an Platin-Nanoclustern

	Concentration [$\mu\text{g g}^{-1}$]	
	LA-ID-ICP-MS	Calibration using SRM 681
Cu	Internal Standard	7.6 ± 0.5
Ag	0.050 ± 0.010	0.045 ± 0.003
Tl	0.102 ± 0.005	--
Pb	0.96 ± 0.03	1.03 ± 0.08

Ebenfalls von großen Interesse ist die Spurenanalyse biologischer Template (S-Layer), welche zur biomolekulare Synthese von geordneten Platin- und Palladium-Nanoclusterarrays herangezogen werden. Daher wurden geeignete Analysenverfahren zur P- und Metallkonzentrationsbestimmung in S-Layern, welche mittels 2D-Gel-Elektrophorese getrennt wurden, entwickelt. In Abbildung 4 ist die an einem ausgewählten Proteinspot mittels LA-ICP-MS gemessene Zn-Ionenintensität dargestellt. Neben der externen Kalibrierung, welche bereits erfolgreich zur direkten P-Bestimmung in Proteinen (auf 2-D-Gelen) entwickelt wurde, ist die on-line LA-ID-ICP-MS ein geeignetes Quantifizierungsverfahren zur quantitativen Elementanalyse an Proteinen.

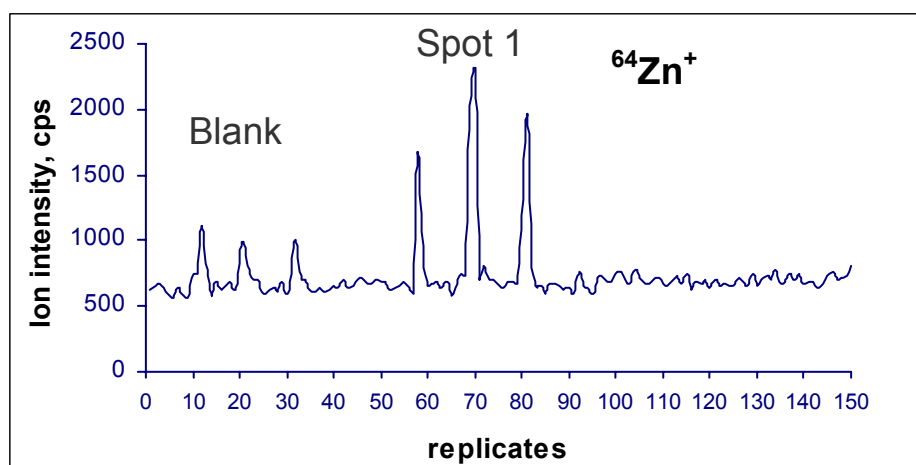


Abbildung 4: Zn-Ionenintensität gemessen mittels LA-ICP-MS an einem ausgewählten Proteinspot

Die Arbeiten werden zukünftig für die Forschungsprojekte des ISG-Institute (ISG2 und 4) von Bedeutung sein.