

## Abschlussbericht

<b>ZE:</b> <b>Helmholtz Zentrum München</b> <b>Deutsches Forschungszentrum für Gesundheit und Umwelt (GmbH)</b> <b>Comprehensive Molecular Analytics (CMA) (ehem. IÖC)</b> <b>AG Ralf Zimmermann</b> <b>Ingolstädter Landstr. 1</b> <b>85764 Oberschleißheim</b>	<b>Förderkennzeichen:</b> <b>FKZ: 13N9526</b>
--	--

Vorhabensbezeichnung:

Grundlegende Anpassung des Ionenfallen-Massenspektrometers

Laufzeit des Vorhabens:

01.01.2008 – 31.12.2010, kostenneutral verlängert bis 30.06.2022

Berichtszeitraum:

01.01.2008 – 30.06.2011

### **Inhalt**

#### I. Kurze Darstellung zu

1. Aufgabenstellung,
2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde,
3. Planung und Ablauf des Vorhabens,
4. Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde,
5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen.

#### II. Eingehende Darstellung

1. der Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele,
2. der wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises
3. der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit,
4. des voraussichtlichen Nutzens, insbesondere der Verwertbarkeit der Ergebnisse,

5. des während der Durchführung des Vorhabens dem ZE bekannt gewordenen Fortschrittes auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen,
6. der erfolgten oder geplanten Veröffentlichung des Ergebnisses

III Anlage: Kurzfassung (Berichtsblatt)

# **I Ausgangspunkt**

## **I.1. Aufgabenstellung**

Die Aufgabe des Verbundprojekts Safe Inside bestand seitens des HMGU in der Weiterentwicklung der im Vorläuferprojekt „Fotoionisationsmassenspektroskopie durch den Einsatz von XUV-Lichtquellen - SAFE-XUV“ umgesetzten Projektziele, hinsichtlich der Kopplung der Photoionisationstechnologie mit der mehrdimensionalen Ionenfallen-Massenspektrometrie, zur Verbesserung der Nachweisempfindlichkeit.

Die angestrebte Verbesserung der Nachweisgrenzen soll zur Reduktion falsch-positiver bzw. falsch-negativer Ergebnisse beitragen, da diese in Hinblick auf den definierten Katalog von Zielsubstanzen sicherheitsrelevanter Verbindungen meist weitreichende Konsequenzen rechtlicher oder finanzieller Natur haben können.

Die Nachweisgrenzen sollten durch zwei Modifikationsansätze des im Vorläuferprojekt aufgebauten Messsystems bewerkstelligt werden. Zum einen durch die Verlagerung der Ionisationszone von außerhalb der eigentlichen Elektrodenanordnung der Ionenfalle den so genannten Ionvolume (externe Ionisation) direkt in die Ionenfalle, wodurch eine erhöhte Einfangwahrscheinlichkeit der erzeugten Ionen erreicht werden sollte. Dies würde zu einer direkten Anhebung der Ionenausbeute pro Probenäquivalent führen und somit die für die eindeutige Detektion erforderliche Substanzmenge absenken. Der zweite Ansatz zur Herabsetzung der Nachweisgrenze war die Entwicklung eines Überschall-Jet-Einlasssystems. Dieses hatte den Energietransfer der thermischen Energie der Analytmoleküle in kinetische Energie durch eine Überschall-Jet-Expansion aus dem Hochdruckbereich des Probenaufgabesystem in den Niederdruckbereich der Ionisationszone zur Grundlage. Während der Expansion werden durch Stöße der Analytmoleküle mit den Trägergasatomen die Energien der thermischen Schwingungszustände an das Trägergas abgeführt, wodurch es zu einer Abkühlung durch die Reduktion der inneren Energie kommt. Zudem führt es ebenfalls zu einer weitestgehenden Fokussierung der Analytmoleküle auf die Zentralachse des Jets, was auf die Massendifferenz zwischen Analytmolekül und Trägergas zurückzuführen ist. Der Abbau der inneren Energie verringert die Wahrscheinlichkeit, dass die durch die Ionisation eingetragene Energie in Summe mit der internen Energie der Moleküle nicht nur die Ionisationsenergie (IE), sondern auch die Fragmentierungsenergie (AP) überschreitet. Dies resultiert in einer Fokussierung der Masse-zu-Ladungs-Signalen auf das Signal des Molekülions und nicht seiner Fragmente.

## **I.2. Voraussetzungen unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde**

Die Änderungen der sicherheitspolitischen Lage in den letzten Jahren hat einen verstärkten Entwicklungsbedarf an Systemen zur Spurendetektion sicherheitsrelevanter Verbindungen zur Folge. Die Weiterführung der Entwicklungen aus dem Vorläuferprojekt Safe XUV sind im Erweitern des Substanzkataloges speziell hinsichtlich der Sprengstoffe als auch in der allgemeinen Verbesserung der Nachweisgrenzen zu sehen. Die derzeit eingesetzten, kommerziell erhältlichen Systeme wie Ionenmobilitätsspektrometer (IMS), die weltweit an vielen Flughäfen aber auch mobil von Einsatzkräften verwendet werden, zeichnen sich zwar durch niedrige Nachweisgrenzen, kompakte Bauweise und kurze Analysezeiten aus, jedoch ist eine eindeutige Identifizierung der detektierten Substanzen mangels ausreichender Selektivität auf Grund fehlender weiterer Trenndimensionen wie die Fragmentierung bei MS-Analysen nicht möglich. Die bereits angesprochene Problematik von Fehlalarmen zeigt den Bedarf an Detektionssystemen, die sowohl die Vorteile einer schnellen Analytik und niedriger Nachweisgrenzen, aber auch eine hohen Selektivität miteinander kombinieren, wie sie von Massenspektrometern erreicht wird. Das weiterzuentwickelnde Detektionssystem aus dem Vorläuferprojekt basiert auf der Kombination der Ionenfallen-Massenspektrometrie mit der Weichen Ionisationstechnik der Single Photon Ionisation (SPI). Durch die Weiche Ionisation mittels VUV-Strahlung können lange Analyseszeiten vermieden werden, wie sie bei GC-MS Systemen üblich sind, da eine Trennung der auf dem Probenträger befindlichen Substanzen auf Grund vernachlässigbarer Fragmentierung überflüssig wird. Andererseits steht die Selektivität einer MS/MS bzw. MS<sup>n</sup>- Analyse durch den Einsatz einer Ionenfalle als Massenselektiver Detektor weiterhin zur Verfügung. Zur Erweiterung des Einsatzbereiches werden in diesem Projekt auch weitere Probenahmetechniken, wie eine Endoskop gestützte Laserdesorption oder Solid Phase Micro Extraxtion (SPME), entwickelt und getestet.

### **I.3. Planung und Ablauf des Vorhabens**

Die einzelnen Arbeitspakete des Teilvorhabens sind in Tabelle 1 dargestellt. Zu Beginn der Projektlaufzeit kam es auf Grund der Bewerbersuche sowie der Gerätebeschaffung zu einer etwa vier monatigen Verspätung des Projektstarts. Zudem kam es auch während des Projektes durch den Ausstieg des Kooperationspartners Coherent und die Übernahme des Teilvorhabens sowie der Projektleitung durch die bereits partizipierende Firma Optimare GmbH zu weiteren Verzögerungen als auch zu Schwierigkeiten bei der Bereitstellung von VUV-Lichtquellen. Das Aufholen des zeitlichen Verzuges war bis zum offiziellen Ende des Projektes nicht möglich. Der erfolgreiche Projektabschluss konnte erst durch die kostenneutrale Projektverlängerung um sechs Monate bis zu 30.6.2011 erreicht werden.