



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
25.07.2018 Patentblatt 2018/30

(51) Int Cl.:
H01J 49/14 ^(2006.01) **H01J 49/04** ^(2006.01)
H01J 49/16 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **17152429.1**

(22) Anmeldetag: **20.01.2017**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME
Benannte Validierungsstaaten:
MA MD

(71) Anmelder: **Justus-Liebig-Universität Gießen**
35390 Gießen (DE)

(72) Erfinder:
• **Spengler, Bernhard**
35440 Linde (DE)
• **Schulz, Sabine**
35630 Ehringshausen-Kölschhausen (DE)
• **Lotz, Florian**
35619 Braunfels (DE)

(74) Vertreter: **Stumpf, Peter**
c/o TransMIT GmbH
Kerkraeder Strasse 3
35394 Gießen (DE)

(54) **VORRICHTUNG ZUR IONENERZEUGUNG**

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) zur Untersuchung fester Proben mittels der DESI-MS. Diese umfasst wenigstens eine Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle (200) mit wenigstens einem Sprayer (3) und einer Sprayerspitze (2), sowie einen Probenstisch (1) zur Aufnahme einer Probe. Dabei weist der Probenstisch (1) wenigstens einen Kontaktbereich (5), durch welchen Spray von der Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle zu einer Probe (4) gelangen kann, auf. Der Sprayer (3) der Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle (200) und der Probenstisch (1) sind so zueinander angeordnet, dass der Sprayer (3) eine Probe (4) durch den Kontaktbereich (5) des Probenstischs hindurch mit einem Spray besprühen kann. Die Arbeitsmittel zur Erzeugung des DESI-Sprays werden über einen mit Akkumulator (21) betriebenen Kompressor (10) und eine Druckpumpe zur Verfügung gestellt. Auf diese Weise arbeitet die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) autark. Sie ist kompakt, tragbar und damit für den mobilen Einsatz mit entsprechend mobilen aber auch stationären Massenspektrometern geeignet. Die neuartige Anordnung der einzelnen Komponenten erhöht die Reproduzierbarkeit, vereinfacht die Messungen und ermöglicht somit Hochdurchsatzanalytik vor Ort.

Fig.1

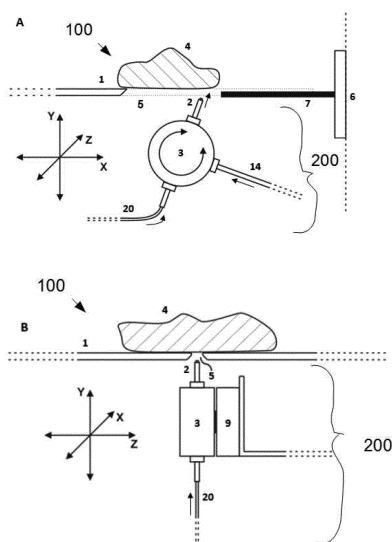
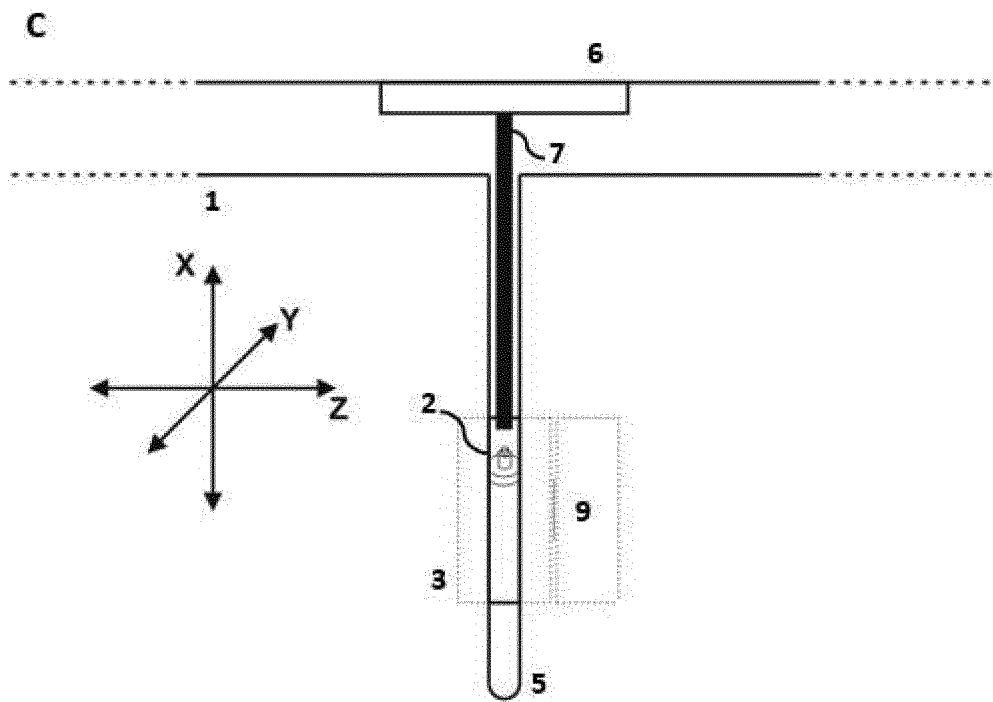


Fig.1



Beschreibung

Vorrichtung zur Ionenerzeugung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur direkten Ionenerzeugung von festen Probenmaterialien mittels der Desorptions-Elektrospray-Ionisation auf dem Gebiet der ambienten Oberflächenanalytik insbesondere der Massenspektrometrie.

Stand der Technik

[0002] Die eine Umgebungs-Ionisationstechnik, die in der Massenspektrometrie zur chemischen Analyse eingesetzt werden kann. Es ist eine atmosphärische Druck-Ionenquelle, die Gase, Flüssigkeiten und Feststoffe im Freien unter Umgebungsbedingungen ionisiert. der Methode Desorptions-Elektrospray-Ionisation gekoppelt mit der Massenspektrometrie (kurz: DESI-MS) ist es, ohne aufwändige Probenpräparation die chemische Zusammensetzung einer Probe direkt von der Oberfläche eines Probenobjektes qualitativ und/oder quantitativ zu untersuchen. Durch die Arbeitsweise der Methode DESI unter atmosphärischen Bedingungen ist ein Einschleusen der Probe in ein Vakuum, verbunden mit der entsprechenden Instrumentierung, nicht notwendig. Ionisierungsmethoden mit diesen Eigenschaften werden ambiente Ionisierungsmethoden genannt. Die Methode DESI wird beispielsweise in der Schrift US2005/0230635 A1 beschrieben

[0003] Ein Einsatzgebiet der DESI-MS ist die Qualitätskontrolle bei der Einfuhr von Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen über Landesgrenzen. Im Rahmen einer Probennahme werden derzeit Stichproben eines Produkts gesammelt und in entsprechend ausgestattete Labore gebracht. Bei Lebensmitteln stehen verbotene und zu hoch konzentrierte Pflanzenschutzmittel, sowie gesundheitsschädliche Verunreinigungen und Zusatzstoffe im Fokus der Untersuchungen. Diese werden von Produzenten gezielt zugesetzt oder migrieren unabsichtlich während des Herstellungsprozesses oder von der Verpackung in das Produkt. Durch den Umweg der Proben über Labore vergeht wertvolle Zeit, in der die fragwürdigen Waren bereits in den Handel gelangen, ohne dass sichergestellt ist, dass sie den jeweiligen Auflagen und Grenzwerten genügen. Ähnlich verhält es sich mit gesundheitsgefährlichen Weichmachern in Kinderspielzeugen und Verpackungsmaterialien, deren Einsatz zunehmend strenger reglementiert wird. Noch deutlicher wird der Faktor Zeit, wenn es um die Identifizierung von verbotenen Medikamenten und Kampfstoffen geht.

[0004] Durch die Kopplung mit einer geeigneten Datenbank erlaubt es die DESI-MS gleichzeitig einzelne oder mehrere chemische Stoffe von komplexen Probenmaterialien zu identifizieren und/oder zu quantifizieren. Dabei sind ein hoher Probendurchsatz und eine einfache Bedienung möglich, sodass sie sich für den Einsatz direkt am Ort der sonst notwendigen Probennahme anbietet.

Gefahrenpotentiale können dann direkt festgestellt und die Ware gegebenenfalls rechtzeitig von den Behörden zurückgehalten werden.

[0005] Die Methode DESI ist bislang jedoch an die Laborumgebung gebunden, da die benötigte Druckgasmenge und der sehr geringe und konstante Lösungsmittelfluss durch externe Quellen, wie Gasflaschen und Spritzenpumpen, zur Verfügung gestellt werden muss.

[0006] Für die Desorption/Ionisation von Probenbestandteilen werden hochgeladene Lösungsmitteltröpfchen in Form eines Sprays auf die Probenoberfläche beschleunigt. Spray meint hierbei ein Aerosol, d.h. ein heterogenes Gemisch (Dispersion) aus festen und/oder flüssigen Schwebeteilchen in einem Gas.

[0007] Desorption bezeichnet hierbei den Vorgang, bei dem ungeladene oder bereits geladene Atome oder Moleküle die Oberfläche eines Festkörpers verlassen. Ionisation heißt jeder Vorgang, bei dem aus einem Atom oder Molekül ein oder mehrere Ladungsträger entfernt oder ihnen hinzugefügt werden, sodass das Atom oder Molekül als positiv oder negativ geladenes Ion zurückbleibt.

[0008] Die resultierenden Ionen in der Gasphase werden anschließend in ein Massenspektrometer überführt und analysiert. Da die Ionisation direkt von der unbehandelten Probenoberfläche möglich ist, fällt die Probenvorbereitung generell gering aus. Die Menge des desorbierten Materials von der Probenoberfläche ist so gering, dass DESI als zerstörungsfreie Ionisationsmethode bezeichnet werden kann.

[0009] Unter Analyt wird ein Gemisch aus mindestens einer Substanz verstanden, wobei diese mindestens eine Substanz chemischen und/oder biologischen und/oder biochemischen Ursprungs ist.

Aufgabe

[0010] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Vorrichtung zur Ionenerzeugung bereitzustellen, welche besonders kompakt ist, geeignet ist autark zu arbeiten und mit einem Massenspektrometer für Vor-Ort-Analysen von verschiedenen Probenoberflächen kombiniert werden kann.

Lösung der Aufgabe

[0011] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Vorrichtung und ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1. Vorteilhafte Ausführungsformen und Weiterbildungen der vorliegenden Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

[0012] Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 ist dabei für die Verwendung mit verschiedenen Massenspektrometern vorgesehen. Sie kann mit allen dem Fachmann bekannten Massenspektrometern verwendet werden, die über ein Atmosphärendruck-Einlasssystem verfügen.

[0013] Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Ionen-

erzeugung 100 umfasst dabei wenigstens eine Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle 200. Diese ist so ausgebildet, dass sie ein Spray erzeugen kann, welches zur Desorption und Ionisation einer Probe zur Untersuchung mittels Massenspektrometer dient. Die Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle 200 umfasst wenigstens einen Sprayer 3 mit einer Sprayerspitze 2.

[0014] Weiterhin umfasst die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 einen Probentisch 1, welcher so ausgebildet ist, dass eine Probe 4 auf seine Oberseite aufgebracht werden kann.

[0015] Im Folgenden wird die Seite des Probentisches auf der eine Probe 4 aufbringbar ist als Oberseite des Probentisches bezeichnet. Die gegenüberliegende Seite des Probentisches 1 wird als Unterseite des Probentisches bezeichnet.

[0016] Der Probentisch 1, weist wenigstens einen Kontaktbereich 5 mit wenigstens einer Öffnung, durch welche ein Spray von der Unterseite des Probentisches 1 durch den Probentisch 1 zu einer auf der Oberseite des Probentisches 1 befindlicher Probe 4 gelangen kann. Der Kontaktbereich 5 kann beispielsweise einen Spalt oder ein Gitter aufweisen.

[0017] Der Sprayer 3 ist unterhalb der Unterseite des Probentisches 1 angeordnet. Die Sprayerspitze 2 ist dabei in Richtung der Unterseite des Kontaktbereiches 5 ausgerichtet.

[0018] Diese Anordnung des Sprayers 3 mit der Sprayerspitze 2 und des Kontaktbereiches 5 ermöglicht, dass der Sprayer 3 eine Probe 4 durch den Kontaktbereich 5 des Probentisches 1 hindurch mit einem Spray besprühen kann. Der Probentisch 1 umfasst wenigstens einen Kontaktbereich 5, durch welchen das Spray von der Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle 200 zu einer Probe 4 gelangen kann. Ein Kontaktbereich 5 kann beispielsweise als Spalt ausgebildet sein.

[0019] Die Sprayerspitze 2 des Sprayers 3 weist einen Mindestabstand zum Probentisch 1 auf, damit sie nicht direkt mit der Probe 4 auf dem Probentisch 1 in Kontakt kommen kann. Dieser Mindestabstand beträgt 2 mm bis 10 mm, bevorzugt 2 mm bis 5 mm. Der Kontakt des Sprays aus dem Sprayer 3 mit der Probe 4 ist dabei nur über den Kontaktbereich 5 im Probentisch 1 möglich. Die Wahrscheinlichkeit einer Kontamination der Sprayerspitze 2 mit Probenbestandteilen ist so deutlich reduziert. Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle 200 und der Probentisch 1 sind bevorzugt relativ zueinander beweglich ausgeführt.

[0020] In einer zweiten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ionenerzeugung enthält die Vorrichtung einen Bereich zur Aufnahme einer Ionen-transferkapillare 7. Die Ionen-transferkapillare 7 ist mit einem Massenspektrometer verbunden. Dazu ist die Ionen-transferkapillare 7 vorzugsweise innerhalb des Probentisches angeordnet und reicht bis zum Kontaktbereich 5 (siehe Abbildung Fig. 1).

[0021] Die Sprayerspitze 2 ist empfindlich gegenüber mechanischen Belastungen wie z.B. der Berührung mit

einem Probenobjekt. Die Gefahr einer Berührung mit dem Probenobjekt oder durch den Bediener ist in diesem Aufbau nahezu ausgeschlossen. Der Abstand und Winkel des Sprayers zum Probentisch und zur Probe ist justier- und arretierbar. Der Probentisch 1 bildet eine fixierte Fläche und ermöglicht durch einfaches Auflegen verschiedener Proben identische Orientierungen der Probenoberflächen zum Sprayer. Die geometrischen Parameter sind dadurch während der Messung identisch und die Ergebnisse vergleichbarer. Es muss lediglich für eine ebene Auflage der Probe auf dem Probentisch gesorgt werden. Da die Abstände des Sprayers nicht an Größe und Form der Probe angepasst werden müssen, können Messungen sehr viel schneller durchgeführt werden. Größere Probenkörper müssen nicht erst zerkleinert werden, sondern können direkt untersucht werden. Auf diese Weise ist die Probenvorbereitung für DESI-MS-Untersuchungen weiter reduziert und der Messvorgang für den Bediener deutlich vereinfacht, sodass auch Laien Analysen durchführen können.

[0022] In einer dritten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 umfasst diese weiterhin ein Positionierungsmittel zur Einstellung der Position des Sprayers 3 zum Probentisch 1. Dabei kann das Positionierungsmittel als x,y-Tisch 8 zur Veränderung in der x,y-Ebene und eine Langlochplatte in z-Richtung ausgebildet sein. Weiterhin kann das Positionierungsmittel noch einen Rotationstisch 9 umfassen. Der Winkel zum Probentisch bzw. Probenoberfläche kann dabei über den 360° drehbaren Rotationstisch 9 beliebig variiert werden. Weiterhin kann das Positionierungsmittel noch eine Arretierung umfassen, um die geometrischen Parameter des Sprayers, des Probentisches und der Probe insbesondere ihre Position zueinander während der Messung zu fixieren. Das erlaubt vergleichbarere und besser wiederholbare Messbedingungen. Als Arretierung geeignet sind beispielsweise Rasten, Sicherungsbolzen, Schrauben und/oder Klemm- oder Spannvorrichtungen.

[0023] In einer vierten Ausführungsform umfasst die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 weiterhin eine Einheit zur Versorgung des Sprayers 3 mit Luft und Lösungsmittel zur Erzeugung des DESI-Sprays. Die Versorgungseinheit umfasst wenigstens einen Kompressor 10 mit Dämpfern 11 und einen Luftfilter 12, ein Trockenrohr 13 zur Trocknung der vom Kompressor eingesaugten Luft, einen Schlauch 14 zur Leitung der eingesaugten Luft zum Sprayer 3, einen Druckminderer 15 und wenigstens ein druckstabiles Gefäß 16 mit Lösungsmittelreservoir 17 zur Aufnahme eines Lösungsmittels.

[0024] Der Fluss des Lösungsmittels sowie die Versorgung mit komprimiertem Gas zur Erzeugung des Sprays werden durch die Verwendung eines Kompressors 10 ermöglicht. Dieser ist beispielsweise als Pendelkolbenkompressors ausgeführt. Die mechanische Schwingung des Kompressors wird weitestgehend durch eine elastische Lagerung auf Dämpfern 11 abgefangen. Dieser ist beispielsweise als Silikondämpfer ausgeführt.

[0025] Die Versorgungseinheit arbeitet dabei folgendermaßen:

Der Kompressor 10 saugt atmosphärische Luft durch einen Luftfilter 12 an. Der Filter schützt den Kompressor sowie das DESI-Spray vor Partikeln aus der Umgebungsluft. Über einen Schlauch strömt die komprimierte Luft in ein Trockenrohr 13, das mit einem Trockenmittel gefüllt ist. Im Trockenrohr wird die Luftfeuchtigkeit adsorbiert, sodass die Luftfeuchtigkeit der Umgebungsluft keinen Einfluss auf den Vernebelungsgasstrom oder den Desorptions-Ionisationsprozess hat. Nach dem Trockenrohr wird der Gasstrom gesplittet. Der Großteil der Luft strömt über einen Schlauch 14 direkt zum Sprayer 3 und wird dort zur Vernebelung und Beschleunigung der hoch geladenen Lösungsmitteltröpfchen genutzt. Ein geringes Gasvolumen wird zur Erzeugung des Lösungsmittelflusses, nach dem Prinzip einer Druckpumpe, verwendet. Dazu wird die Luft über einen Druckminderer 15 in ein druckstabiles Gefäß 16 geleitet. Im Gefäß 16 befindet sich ein Lösungsmittelreservoir 17. Dieses besitzt ein Fassungsvermögen von vorzugsweise 5 ml bis 15 ml. Über eine Sprayerkapillare 20 wird das Ausströmen des Lösungsmittels aus dem Druckgefäß ermöglicht. Die dünne Flüssigkeitskapillare zwischen Lösungsmittelreservoir und Sprayer 3 erzeugt einen Strömungswiderstand, sodass über den relativen Druck auf das Lösungsmittel im Bereich von einigen hundert Millibar der Lösungsmittelfluss im DESI-relevanten Bereich exakt variiert werden kann, sodass das Spray aus Luft und Lösungsmittel aus der Sprayerspitze 2 austreten kann.

[0026] In einer fünften Ausführungsform umfasst die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 weiterhin eine regelbare Druckpumpe an der Sprayerkapillare 20, welche so ausgebildet ist, dass sie einen konstanten und stufenlos einstellbaren Lösungsmittelfluss einer beliebigen Lösungsmittelzusammensetzung erlaubt. Die entsprechenden Druckeinstellungen sind stufenlos mit dem Druckminderer 15 möglich und erlauben ab einer Mindestflussrate von vorzugsweise 1 µl/min eine Genauigkeit der Flusseinstellung von vorzugsweise 0,05 µl/min.

[0027] In einer sechsten Ausführungsform umfasst die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 weiterhin einen Flusssensor 18 und vorzugsweise ein Ausgabemittel, welche so ausgebildet sind, dass der Flusssensor die Flussrate des Lösungsmittels messen und das Ausgabemittel die Flussrate jederzeit ausgeben kann.

[0028] Vorzugsweise ist der Flusssensor 18 von der elektrischen Hochspannung des Sprayers 3 und des Lösungsmittels entkoppelt. Dazu weist die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 beispielsweise eine lange und dünne Lösungsmittelkapillare 19 zwischen Sprayer und Flusssensor auf. Über diese Lösungsmittelkapillare 19 fällt die Spannung deutlich ab. Zur Sicherheit ist die

Sprayerkapillare 20 während des Betriebs direkt vor dem empfindlichen Flusssensor 18 geerdet.

[0029] Der Messwert der vom Flusssensor 18 gemessenen Flussrate kann kontinuierlich erfasst und über ein Ausgabemittel z.B. einen Computer ausgegeben und/oder beispielsweise an das Massenspektrometer übermittelt werden. So ist eine Kontrolle des vernebelten Lösungsmittelvolumens ähnlich genau wie bei üblichen stationär arbeitenden Spritzenpumpen möglich. Die Flussrate kann weiterhin auch an eine regelbare Druckpumpe wie in der fünften Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 übermittelt werden und zu deren Regelung verwendet werden.

[0030] In einer siebten Ausführungsform umfasst die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 weiterhin einen Akkumulator 21, welcher so ausgebildet ist, dass er die Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle mit elektrischer Energie versorgen kann. In einer beispielhaften Ausführung wird der Kompressor 10 über einen Akkumulator 21, welcher als Lithium-Eisenphosphat-Akkumulator ausgeführt ist, elektrisch versorgt. Dieser hat eine Kapazität von beispielsweise 5 bis 25 Ah, bevorzugt 8 bis 15 Ah, eine Nennspannung von 11 bis 40 V, bevorzugt 20 bis 30 V, um so die Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle für mehrere Stunden ohne Unterbrechung zu versorgen. Die für das Sprayerpotential notwendige Hochspannung wird vorzugsweise durch einen Hochspannungsausgang des Massenspektrometers zur Verfügung gestellt und über einen Hochspannungsanschluss für Sprayer 22 angeschlossen. Es besteht allerdings die Möglichkeit, der Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle einen internen Spannungswandler, gespeist durch den Akkumulator, hinzuzufügen.

[0031] Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung erfüllt dabei alle notwendigen Voraussetzungen für eine längere Anwendung fern von Laborstandorten. Sie ist dabei mit transportablen oder stationär arbeitenden Massenspektrometern zu einer mobilen Analytikvorrichtung kombinierbar. Diese kann auch als Desorptions-Elektrospray-Ionisation - Massenspektrometer (DESI-MS) Einheit bezeichnet werden.

[0032] Eine Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 besteht darin, sie mit einem transportablen Massenspektrometer zu einer mobilen Analytikvorrichtung zu kombinieren. Dies erlaubt Vor-Ort-Analysen, ohne dabei von zusätzlicher Ausrüstung abhängig zu sein.

[0033] Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 ist geeignet zur Durchführung eines Verfahrens für die Untersuchung mittels Oberflächenanalytik, wobei das Besprühen der Probe mit Spray aus Sprayer 3 durch den Kontaktbereich 5 des Probenstischs 1 hindurch erfolgt.

55 Abbildungslegenden und Bezugszeichenliste

[0034]

Fig. 1 zeigt die eine beispielhafte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur **Ionenerzeugung** 100 mit dem Sprayer unter der Probe und dem Probenstisch vor dem Einlass der Ionentransferkapillare 7. Teilabbildung **A** zeigt die Vorrichtung zur Ionenerzeugung 100 in Seitenansicht, Teilabbildung **B** in der Frontalansicht und Teilabbildung **C** in der Draufsicht. Die Pfeile zeigen in diesen die Flussrichtung der Luft durch den Schlauch 14, des Lösungsmittels durch die Sprayerkapillare 20 und die Ausstoßrichtung des Sprays aus der Sprayerspitze 2. (Die Probe wurde hier nur zur Verdeutlichung des Konstruktionsprinzips abgebildet, bildet aber keinesfalls einen Teil der Vorrichtung zur Ionenerzeugung selbst)

Fig. 2 zeigt eine Ausführungsvariante der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ionenerzeugung zur Installation vor einem üblichen transportablen Massenspektrometer. Die Teilabbildung **D** zeigt hierbei die Draufsicht, die Teilabbildung **E** eine rechte Seitenansicht, die Teilabbildung **F** eine linke Seitenansicht und die Teilabbildung **G** eine Frontansicht. Die Ionenquelle ist dabei vollständig in ein solides Aluminiumgehäuse integriert, wobei der Probenstisch Teil des Gehäuses ist. Einstellungen der Sprayerposition sowie der Austausch des Akkumulators sind durch die abnehmbare Seitenwand auf der rechten Seite leicht möglich. Durch den geschlossenen Aufbau ist eine aktive Kühlung des Kompressors notwendig. Dazu sind in der gezeigten Ausführungsvariante zwei Lüfter 23 direkt über dem Kompressor installiert.

Bezugszeichen

[0035]

1	Probenstisch
2	Sprayerspitze
3	Sprayer
4	Probe
5	Kontaktbereich
6	Massenspektrometer
7	Ionentransferkapillare des Massenspektrometers
8	x,y-Tisch des Sprayers
9	Rotationstisch des Sprayers
10	Kompressor
11	Dämpfer
12	Luftfilter
13	Trockenrohr
14	Schlauch
15	Druckminderer
16	Druckstabiles Gefäß
17	Lösungsmittelreservoir
18	Flusssensor
19	Lösungsmittelkapillare
20	Sprayerkapillare

21	Akkumulator
22	Hochspannungsanschluss für Sprayer
23	Lüfter
100	Vorrichtung zur Ionenerzeugung
5 200	Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle

Patentansprüche

- 10 1. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) zur Untersuchung mittels Oberflächenanalytik umfasst wenigstens eine Desorptions-Elektrosprayionisationsquelle (200) mit wenigstens einem Sprayer (3) und einer Sprayerspitze (2), sowie einen Probenstisch (1) zur Aufnahme einer Probe auf seiner Oberseite **dadurch gekennzeichnet, dass** der Probenstisch (1) wenigstens einen Kontaktbereich (5) mit wenigstens einer Öffnung aufweist, durch welche ein Spray von der Unterseite des Probenstisches (1) durch den Probenstisch (1) zu einer auf der Oberseite des Probenstisches (1) befindlichen Probe (4) gelangen kann, wobei der Sprayer (3) unterhalb der Unterseite des Probenstisches (1) angeordnet ist und die Sprayerspitze (2) dabei in Richtung des Kontaktbereiches (5) ausgerichtet ist, so dass der Sprayer (3) eine Probe (4) durch den Kontaktbereich (5) des Probenstisches (1) hindurch mit einem Spray besprühen kann.
- 20 2. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß Anspruch 1 ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin einen Bereich zur Aufnahme einer Ionentransferkapillare (7) umfasst, wobei diese so positioniert ist, dass die desorbierten und ionisierten Probenbestandteile über die Ionentransferkapillare (7) direkt in ein Massenspektrometer überführt werden können.
- 35 3. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß Anspruch 1 oder 2 ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin ein Positionierungsmittel zur Einstellung der Position des Sprayers (3) zum Probenstisch (1) und zur Ionentransferkapillare (7) umfasst.
- 40 4. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der vorigen Ansprüche ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin eine Einheit zur Versorgung des Sprayers (3) mit Luft und Lösungsmittel zur Erzeugung des DESI-Sprays umfasst, wobei die Versorgungseinheit wenigstens einen Kompressor (10) mit wenigstens einem Dämpfer (11) und einem Luftfilter (11), ein Trockenrohr (13) zur Trocknung der vom Kompressor eingesaugten Luft, einen Schlauch (14) zur Leitung der eingesaugten Luft zum Sprayer (3), einen Druckminderer (15), wenigstens ein druckstabiles Gefäß (16) mit einem Lösungsmittelreservoir (17) zur Aufnahme eines Lösungsmittels umfasst.
- 50 55

5. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der vorigen Ansprüche ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin eine regelbare Druckpumpe umfasst, welche so ausgebildet ist, dass sie einen konstanten und stufenlos einstellbaren Lösungsmittelfluss einer beliebigen Lösungsmittelzusammensetzung erlaubt. 5
6. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der vorigen Ansprüche ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin einen Flusssensor (18) und ein Ausgabemittel umfasst, welche so ausgebildet sind, dass der Flusssensor (18) die Flussrate des Lösungsmittels messen und das Ausgabemittel diese Flussrate jederzeit ausgeben kann. 10 15
7. Die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der vorigen Ansprüche ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin einen Akkumulator (21) umfasst, welcher so ausgebildet ist, dass er die Desorptions-Elektrospray-Ionisationsquelle (200) mit elektrischer Energie versorgen kann. 20 25
8. Die mobile Analytikvorrichtung, umfassend eine Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der vorigen Ansprüche ist **dadurch gekennzeichnet, dass** diese weiterhin ein transportables Massenspektrometer zur Analyse einer durch die Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) behandelten Probe umfasst. 30 35
9. Verfahren zur Vorbereitung von Proben für die Untersuchung mittels orts aufgelösten Oberflächenanalytik, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Vorrichtung zur Ionenerzeugung (100) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 verwendet wird und das Besprühen der Probe mit Spray aus Sprayer (3) durch den Kontaktbereich (5) des Probenstischs (1) hindurch erfolgt. 40 45 50 55

Fig.1

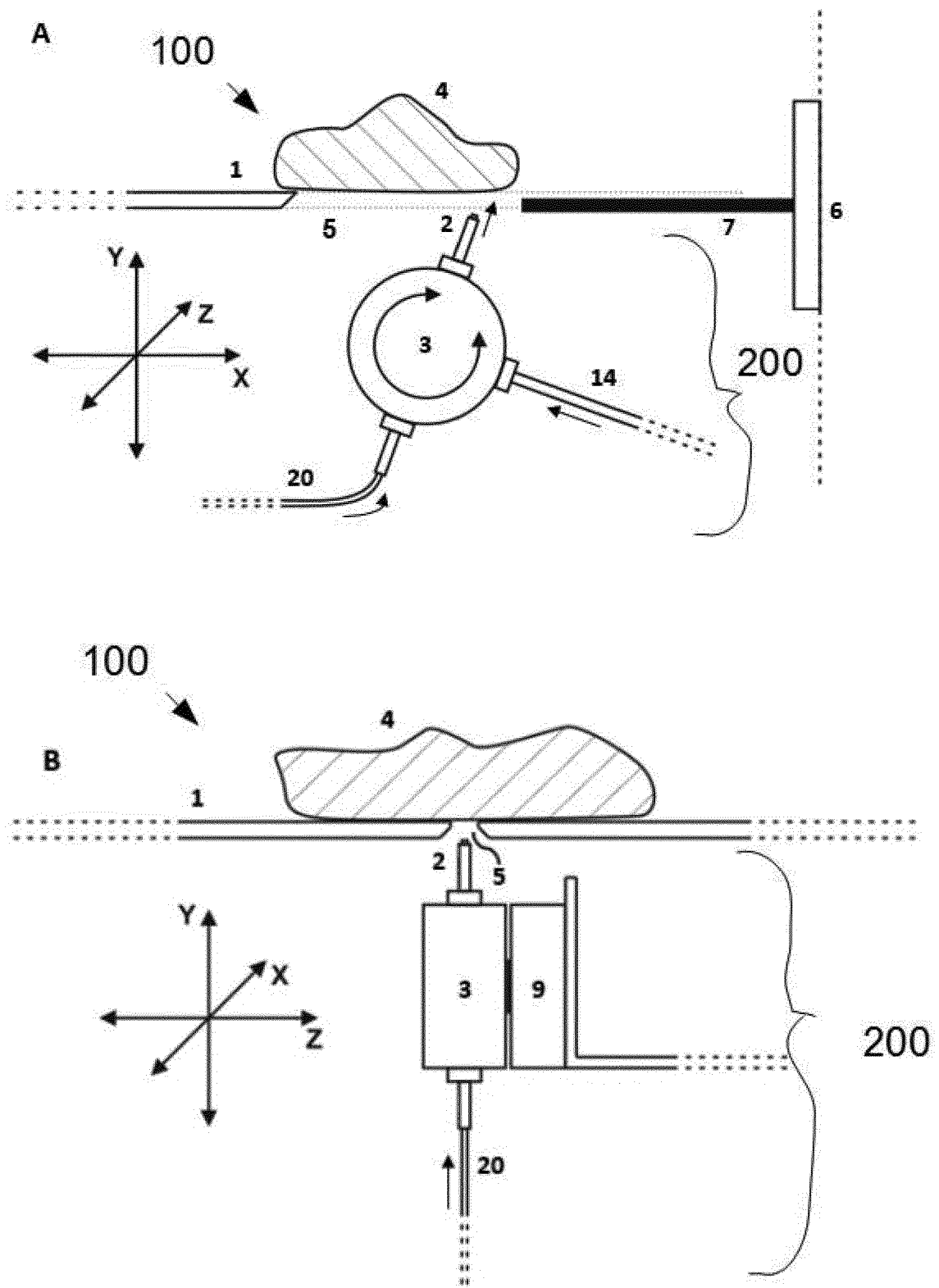


Fig.1

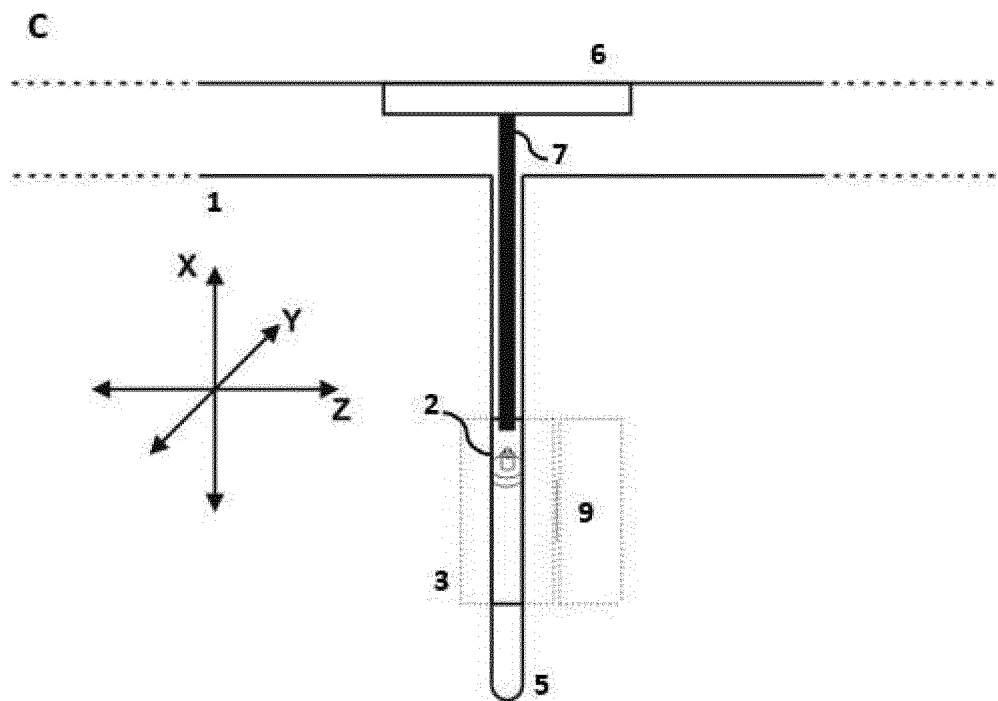


Fig.2

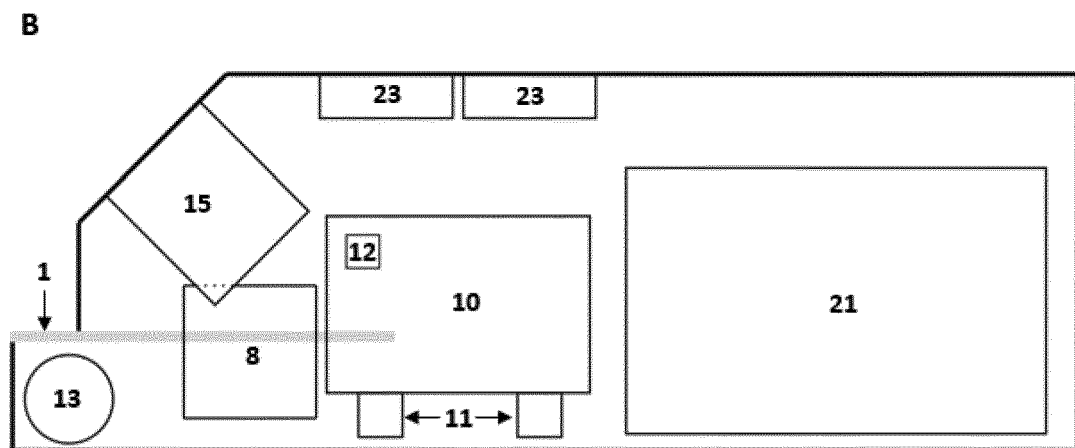
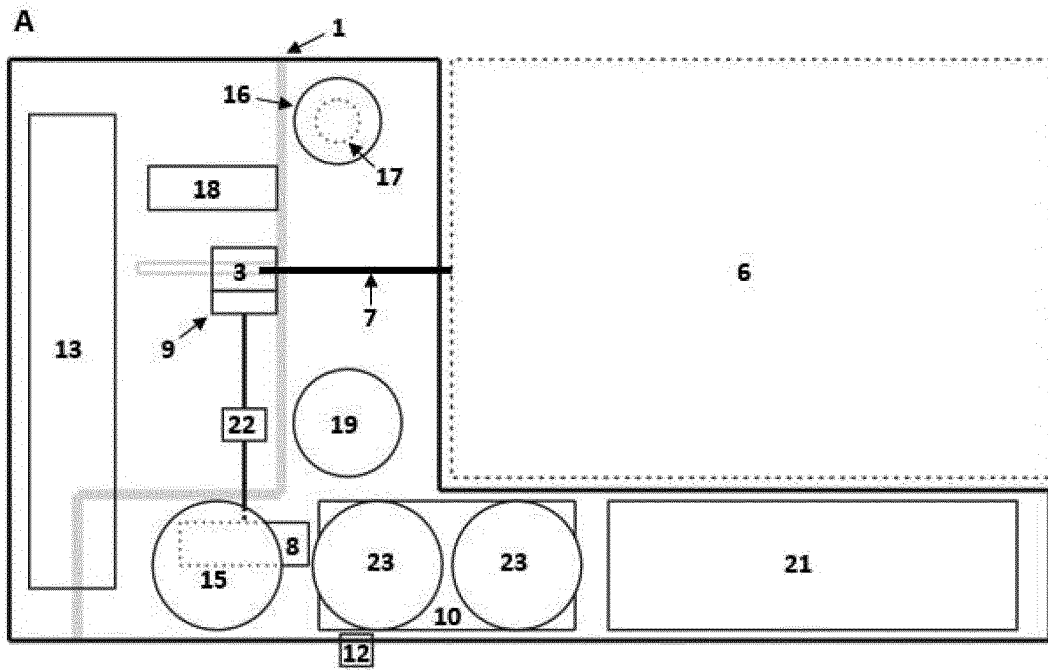
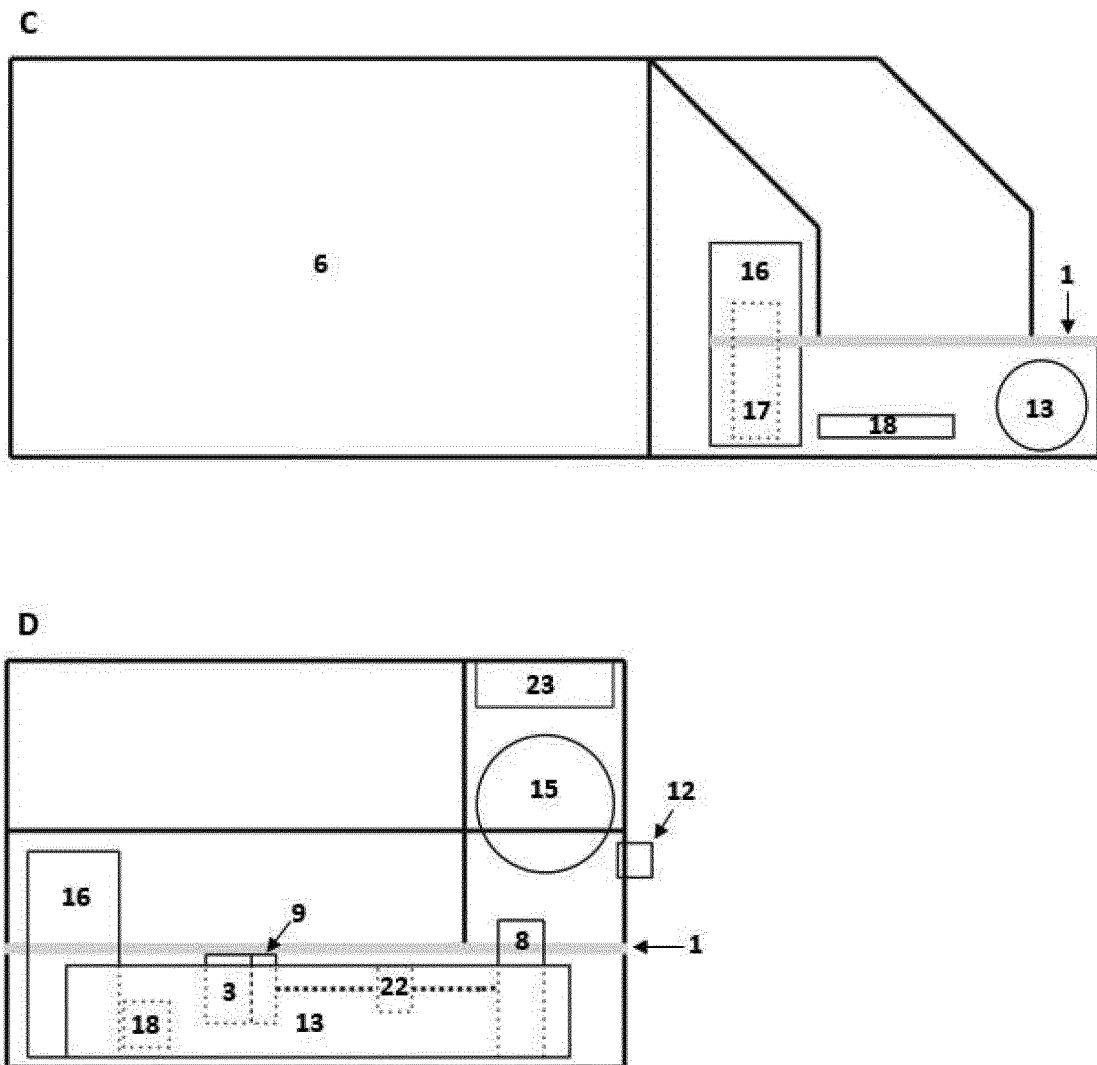


Fig.2





EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 17 15 2429

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A,D	US 2005/230635 A1 (TAKATS ZOLTAN [HU] ET AL) 20. Oktober 2005 (2005-10-20) * Abbildungen 1, 2a,b * * Absätze [0039], [0040], [0047], [0048] *	1-9	INV. H01J49/14 H01J49/04 ADD. H01J49/16
A	----- DEMIAN R. IFA ET AL: "Desorption electrospray ionization and other ambient ionization methods: current progress and preview", ANALYST, Bd. 135, Nr. 4, 2. März 2010 (2010-03-02), Seite 669, XP055390132, ISSN: 0003-2654, DOI: 10.1039/b925257f * Abbildung 4 * * Abschnitt "Geometry effects" auf Seite 672 *	1-9	
A	----- GARY J. VAN BERKEL ET AL: "Thin-Layer Chromatography and Mass Spectrometry Coupled Using Desorption Electrospray Ionization", ANALYTICAL CHEMISTRY, Bd. 77, Nr. 5, 29. Januar 2005 (2005-01-29), Seiten 1207-1215, XP055390212, US ISSN: 0003-2700, DOI: 10.1021/ac048217p * Abbildung 2 * * Abschnitt "TLC/DESI-MS System" auf Seiten 1209-1210 *	1-9	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) H01J
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 12. Juli 2017	Prüfer Dietsche, Rainer
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 17 15 2429

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A	DANIEL J. WESTON ET AL: "Direct Analysis of Pharmaceutical Drug Formulations Using Ion Mobility Spectrometry/Quadrupole-Time-of-Flight Mass Spectrometry Combined with Desorption Electrospray Ionization", ANALYTICAL CHEMISTRY, Bd. 77, Nr. 23, 26. Oktober 2005 (2005-10-26), Seiten 7572-7580, XP055071578, ISSN: 0003-2700, DOI: 10.1021/ac051277q * Abbildung 1 * * Abschnitt "DESI source" auf Seite 7574 * -----	1-9	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 12. Juli 2017	Prüfer Dietsche, Rainer
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 17 15 2429

5 In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten
 Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

12-07-2017

10	Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
	US 2005230635	A1	20-10-2005	CA	2559847 A1	13-10-2005
				EP	1741120 A2	10-01-2007
15				US	2005230635 A1	20-10-2005
				WO	2005094389 A2	13-10-2005

20						
25						
30						
35						
40						
45						
50						
55						

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 20050230635 A1 [0002]