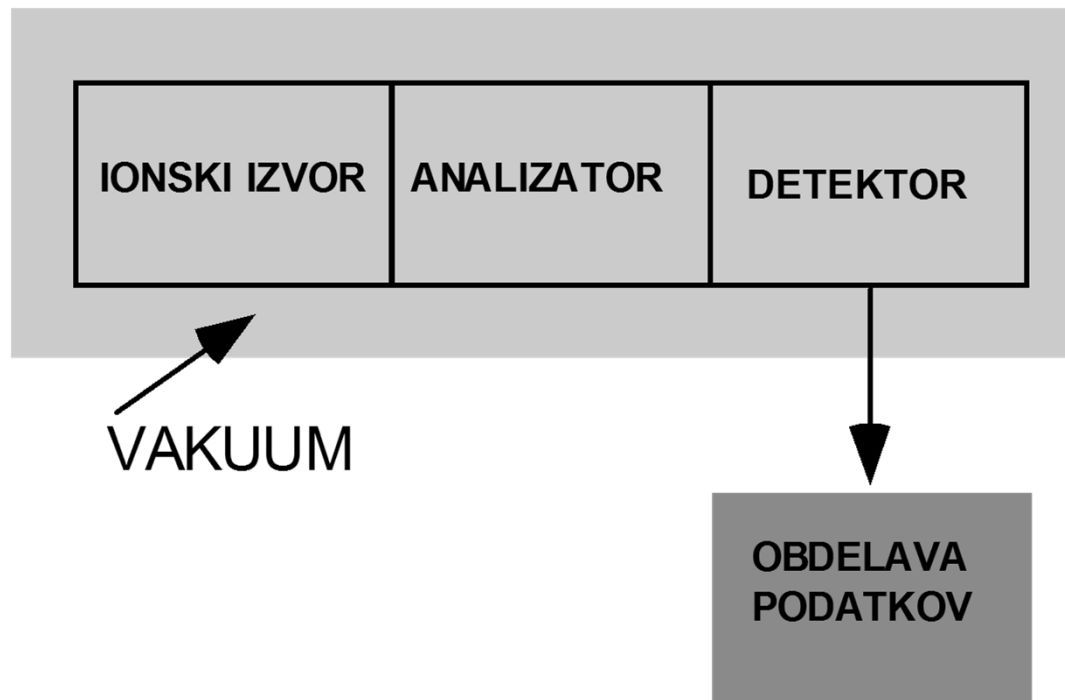


MASNA SPEKTROMETRIJA

UČINKOVITA TEHNIKA ZA
IDENTIFIKACIJO SNOVI

analiza ionov nastalih iz osnovne molekule

MASNI SPEKTROMETER



MASNA SPEKTROMETRIJA

- POTREBEN JE VISOK VAKUUM (10^{-4} - 10^{-5} TOR)
- RAZLOG: VEČJA PROSTA POT DELCEV
- PROSTA POT: POVPREČNA RAZDALJA, KI JO PREPOTUJEJO DELCI (IONI, MOLEKULE), PREDEN ZADENEJO DRUGI DELEC

VAKUUMSKI SISTEM

- Dvostopenjski sistem črpalk
- rotacijska črpalka (predčrpalka) vakuum $10^{-2} - 10^{-4}$ torr
- turbomolekularna ali difuzijska črpalka za končni vakuum – 10^{-5} tor

IONIZACIJA MOLEKUL

- Izbitje elektronov (EI)
- Kemijska ionizacija
- Bombardiranje s hitrimi atomi ali ioni (“Fast atom bombardement”)
- ionizacija v električnem polju (“Field ionization”)
- plazemska desorpcija (“Plasma desorption”)

Ionizacija- izbitje elektronov

- Elektron z energijo okoli 70 eV zadene nevtrarno molekulo. Pri trku izbije elektron in nastane molekularni ion z dodatno energijo
- Dodatna energija povzroči fragmentacijo – cepitev molekule.

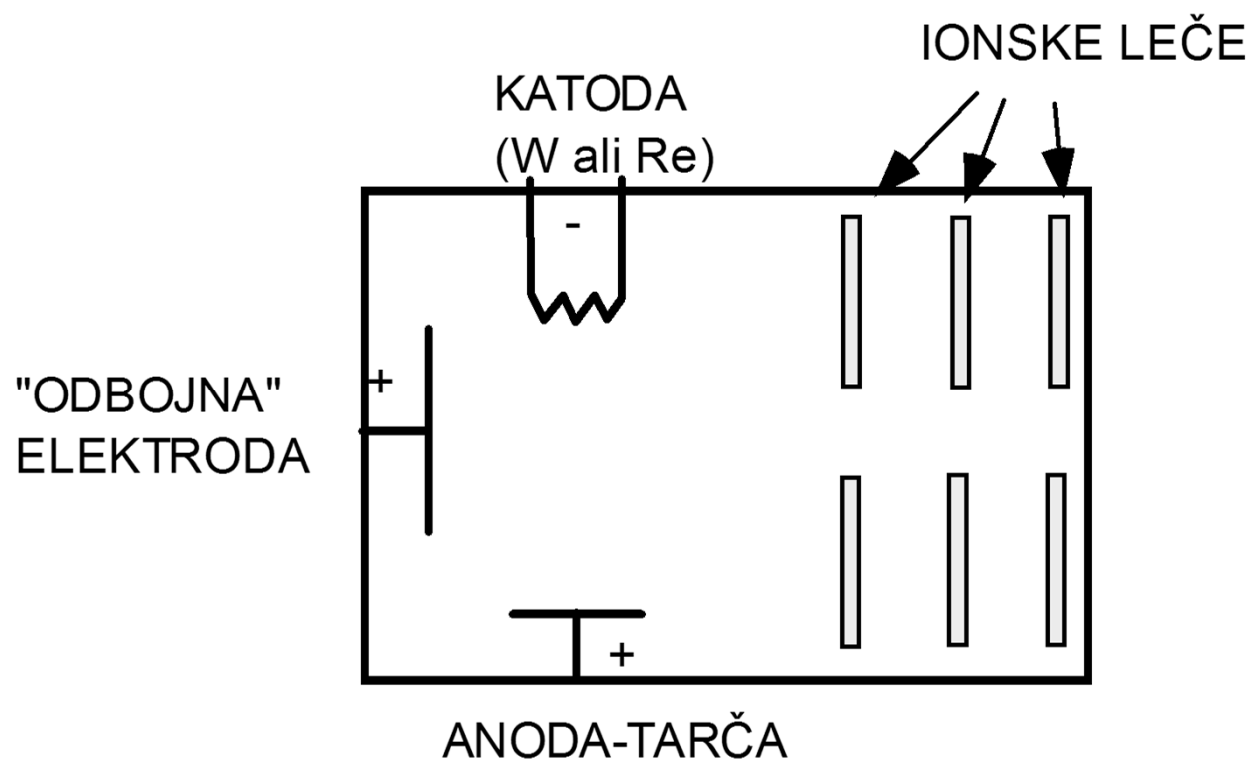
Ionizacija- izbitje elektronov

- 70 eV je primerna energija elektronov.
- Manjša energija povzroči neučinkovito ionizacijo, pri višjih energijah pa je fragmentacija prevelika, kar vpliva na kvaliteto informacij v spektru

Ionizacija z elektroni

- visoka stopnja ionizacije
- izgine molekularni ion
- vzorec mora odpareti
- odparevanje v ionskem izvoru

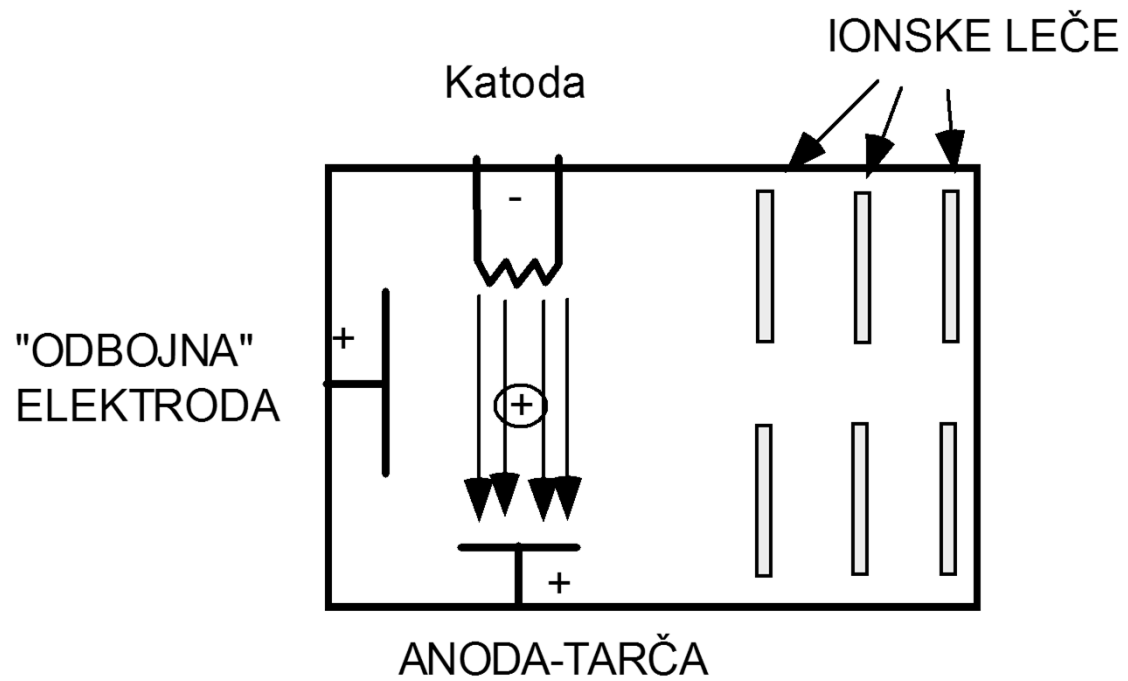
Ionizacija- zajetje elektronov shema



Ionizacija- zajetje elektronov

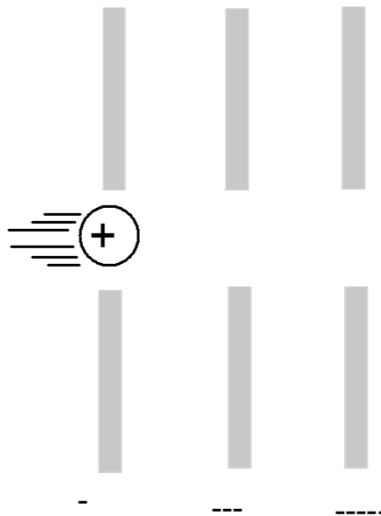
- Katoda žička iz Re ali W - izvor elektronov
- Tarča: anoda, ki v povezavi s katodo tvori elektrone
- Odbojna elektroda- repeller “potiska” pozitivne ione iz izvora
- Ionske leče: serija negativnih elektrod z naraščajočim negativnim nabojem, ki pospeši ione v masni spektrometer

Ionizacija



Pospeševanje ionov

ionske leče



Masni analizator

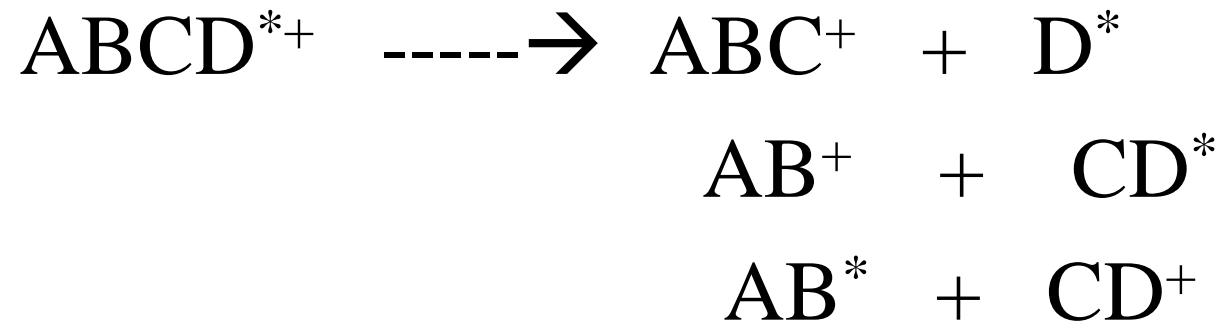
Ločuje posamezne ione po m/Z

Vrste masnih analizatorjev:

- elektrostatsko-magnetni
- na osnovi časa preleta (“Time of flight”),
- kvadrupolni,
- analizatorji z ionsko pastjo (“Ion trap”)

Najpogosteje uporabljamo kvadrupolni masni analizator

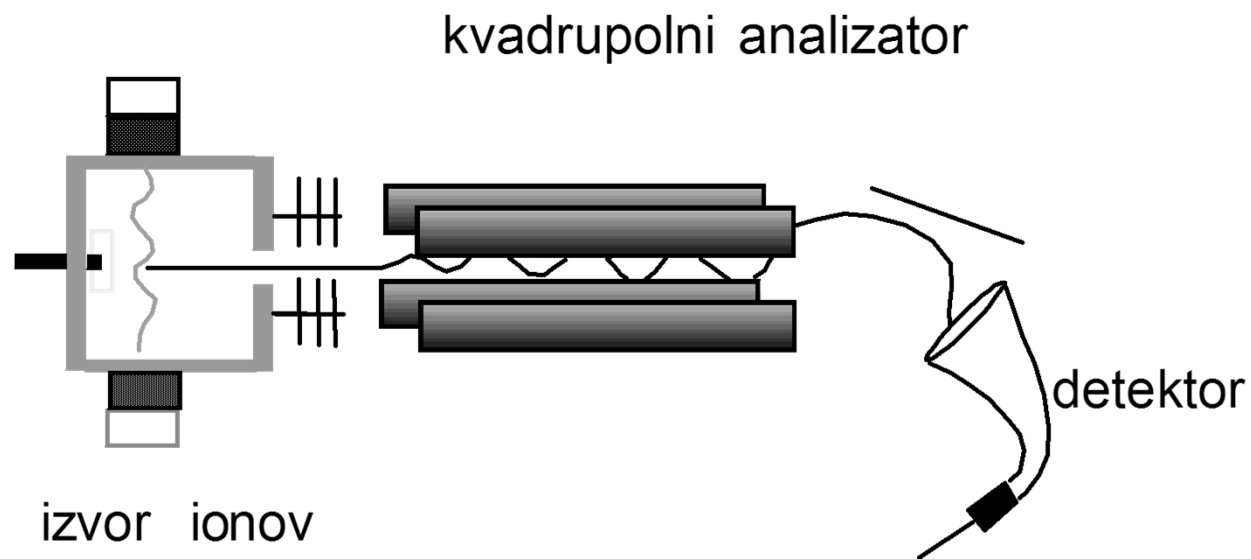
Ionizacija molekul



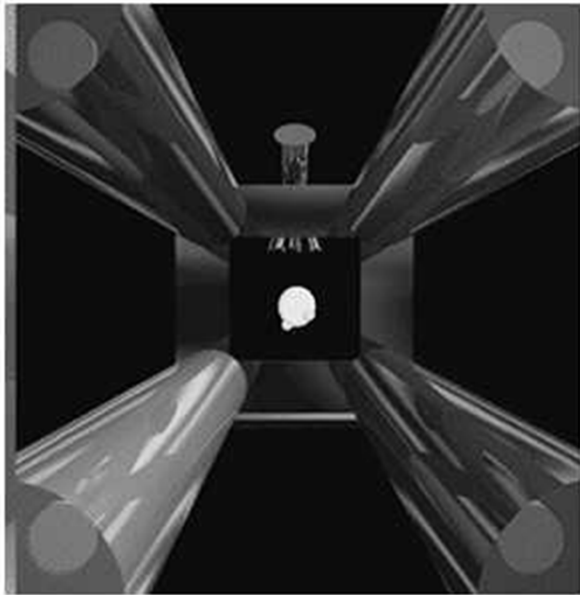
Kemijska ionizacija

- Ioni nastanejo zaradi kolizije z ioni reagenčnega plina
- pozitivni ioni
- negativni ioni pri spojinah, ki vsebujejo elektronegativne atome
- Reagenčni plin primer: CH_4 , CH_4^+ , CH_3^+ , CH_2^+

MASNI SPEKTROMETER



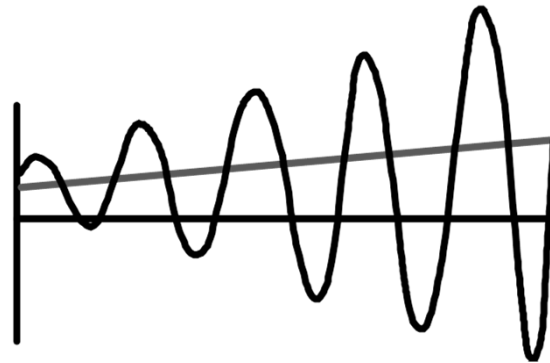
Kvadrupol



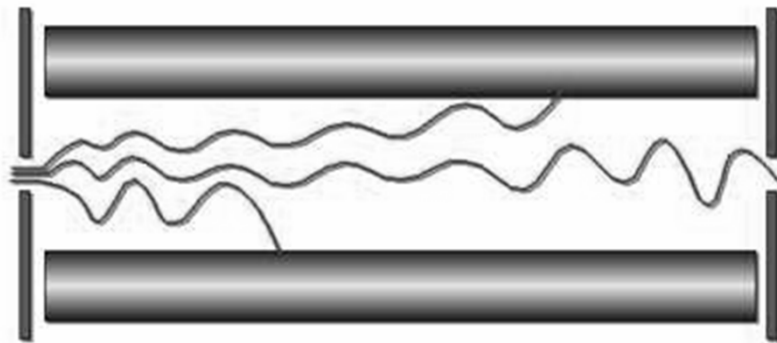
- ioni iz izvora potujejo med štirimi elektrodami v obliki palic
- Potencial med elektrodami spreminjamo, tako da doseže detektor le pasamezen ion

Kvadrupol

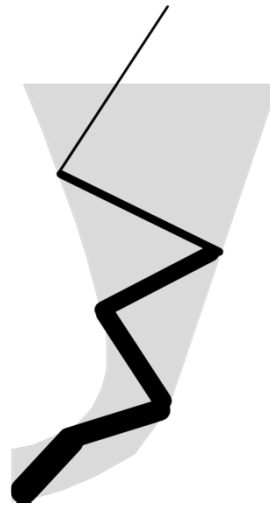
- DC potencial na elektrodah linearno povečujemo, pri čemer je RF/DC razmerje konstantno
- območje mas: 10-1000 M/Z (tipično 10-800 M/Z). Celoten spekter posnamemo v zelo kratkem času (1 sekunda!)



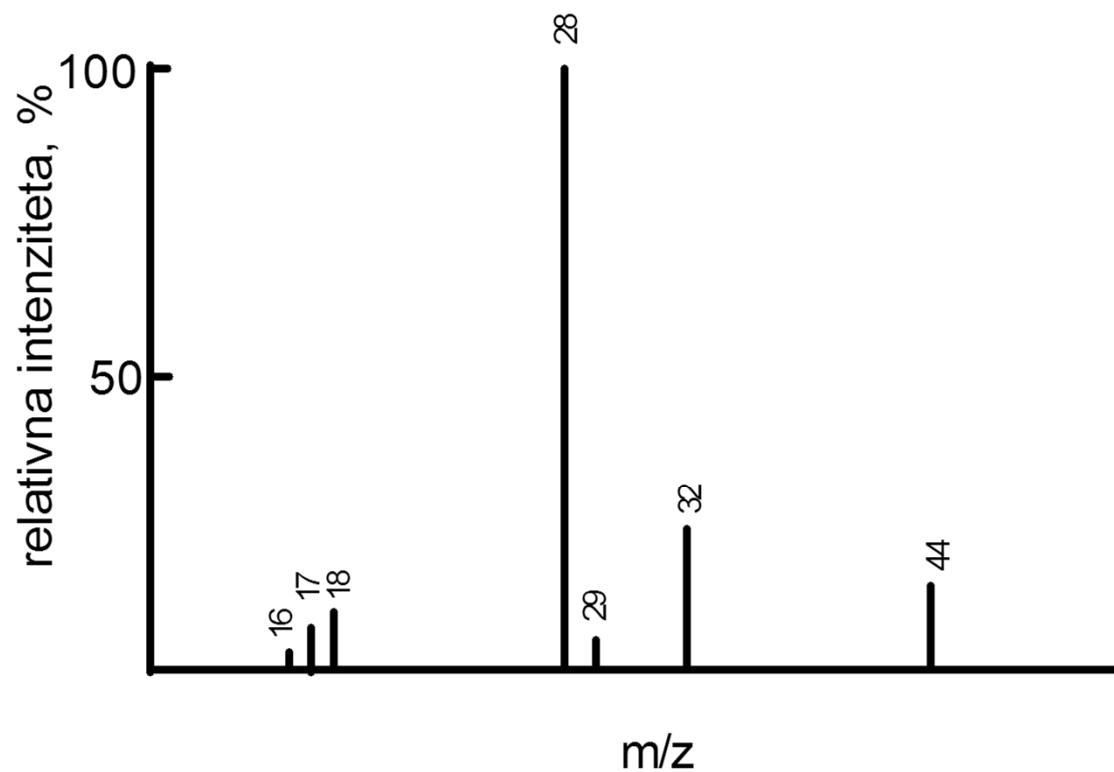
Kvadrupol



DETEKTOR - elektronska pomnoževalka



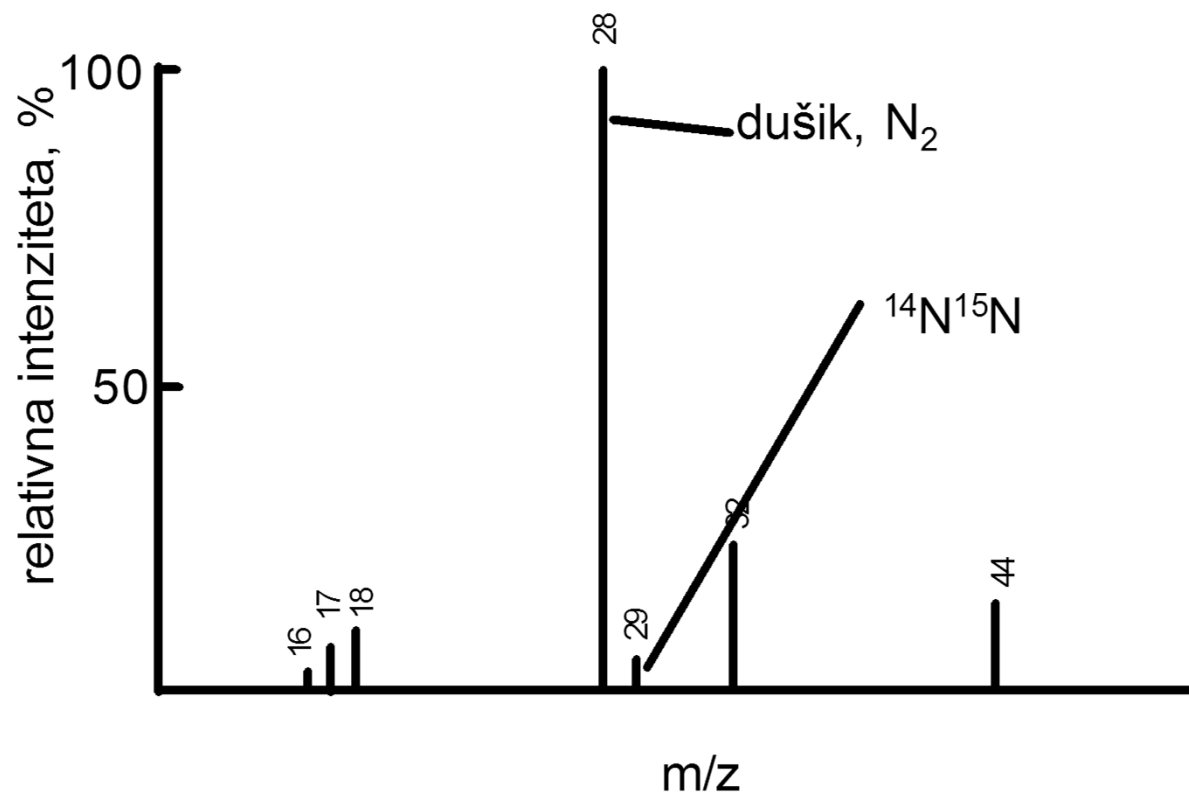
MASNI SPEKTER



m/z 28: masa delca 28 z nabojem 1+
ali masa delca 56 z nabojem 2+

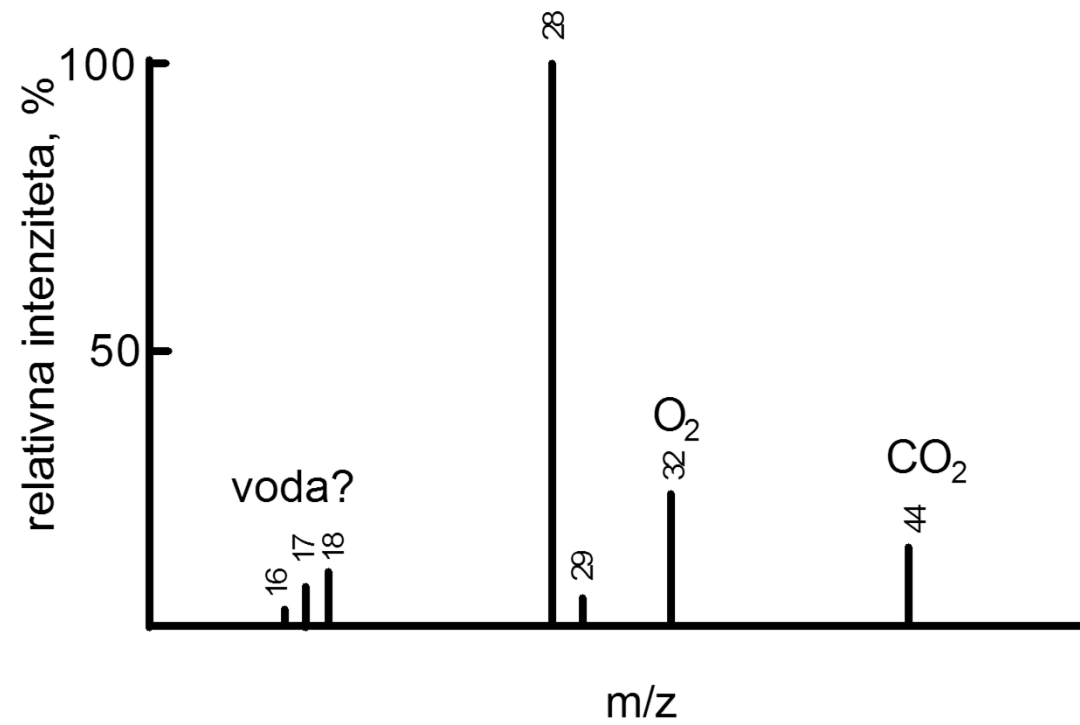
MASNI SPEKTER

MASNI SPEKTER (zrak)



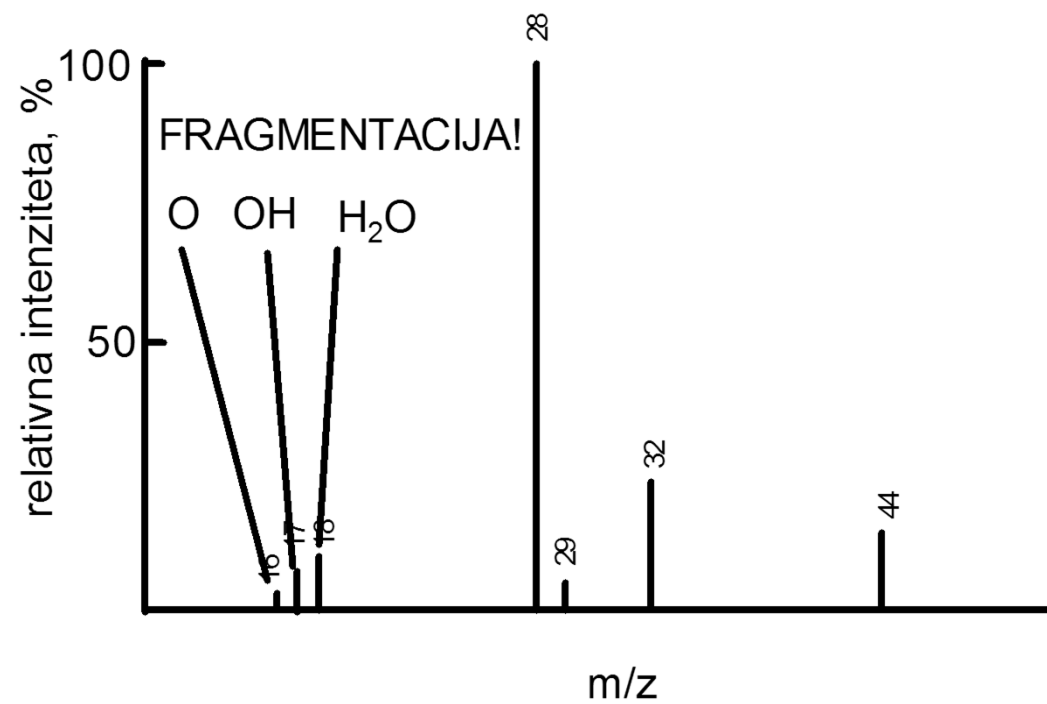
MASNI SPEKTER

MASNI SPEKTER (zrak)



MASNI SPEKTER

MASNI SPEKTER (zrak)



Interpretacija masnega spektra

splošno ovrednotenje spektra
(razmerja posameznih signalov)

določitev molekulskega vrha

določitev elementne sestave

identifikacija posameznih fragmentov

določitev strukture molekule