

– 12. előadás – Tömegspektrometria

összeállította: Agócs Gergely

2020. április 30.

1a videó: Bevezetés

analitikai eljárások

kvalitatív analízis: a komponensek típusa

kvantitatív analízis: a komponensek mennyisége, aránya

kémiai komponensek:

- atomok
- molekulák
- ionok
- gyökök

Mi a tömeg?

súlyos (gravitatív) tömeg

- gravitációs mezőt keltenek és kölcsönhatásba lépnek vele

$$F_s = g \cdot m$$

súly = grav. gyorsulás * tömeg

felhasználás: gravimetria

- súlymérésen alapuló kvantitatív analitikai eljárás

pl. Ba-ionok meghatározása
(kvantitatív analitika labor)

legpontosabb klasszikus analitikai eljárás

makroszkópikus mennyiségek meghatározására alkalmas

ekvivalens!

tehetetlen tömeg

- a tömeg ellenáll a gyorsításnak (sebességváltozásnak), a test sebessége változatlan marad, míg erő nem hat rá

$$\sum F = a \cdot m$$

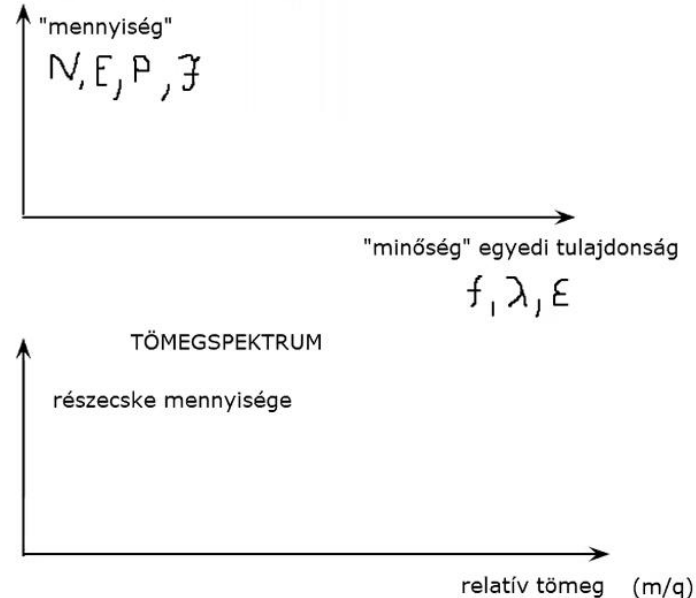
felhasználás: tömegspektrometria

rendkívül érzékeny módszer, mikroszkópikus (femtomol) mennyiségek is kimutathatók

kvalitatív és kvantitatív analízisre is alkalmas

Mi a spektrum?

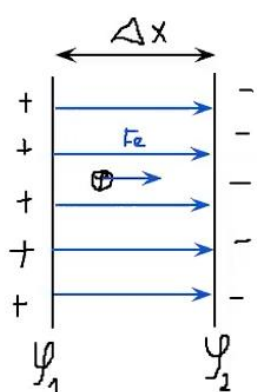
- egyfajta függvény, amely egy halmaz elemeinek eloszlását mutatja



1b videó: Bevezetés

Töltéssel rendelkező részecskék
alapvető kölcsönhatásai

Elektromos mező



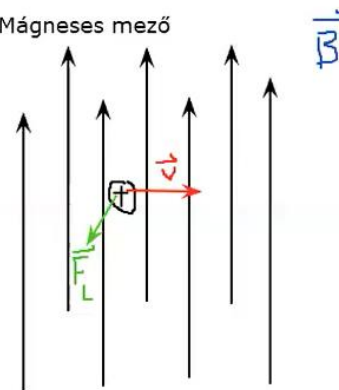
$$\Delta \varphi = \varphi_2 - \varphi_1 = U \quad \text{feszültség}$$

$$E = \frac{\Delta \varphi}{\Delta x} \quad \text{elektromos térerősség}$$

$$\vec{F}_e = \vec{E} \cdot q = \frac{\Delta \varphi}{\Delta x} \cdot q$$

hatás: lineáris gyorsulás ($|v|$ nő)

Mágneses mező



hatás:

- csak mozgó töltésekre hat
- a részecske sebességének iránya változik
- körpályát eredményez

$$[B] = T \quad \text{tesla} \quad S$$

$$G \quad \text{gauss} \quad CGS$$

$$1 T = 10^4 G$$

$$\vec{F}_L = q \cdot \vec{v} \times \vec{B}$$

$$\vec{B} \perp \vec{v}$$

$$|F_L| = q |v| |B|$$

körmozgás:

a mozgás irányára merőleges
gyorsulás esetén alakul ki

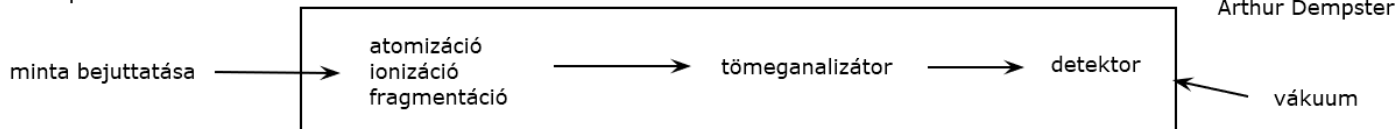


$$a_c = \frac{v^2}{r}$$

$$F_c = m a_c = m \frac{v^2}{r}$$

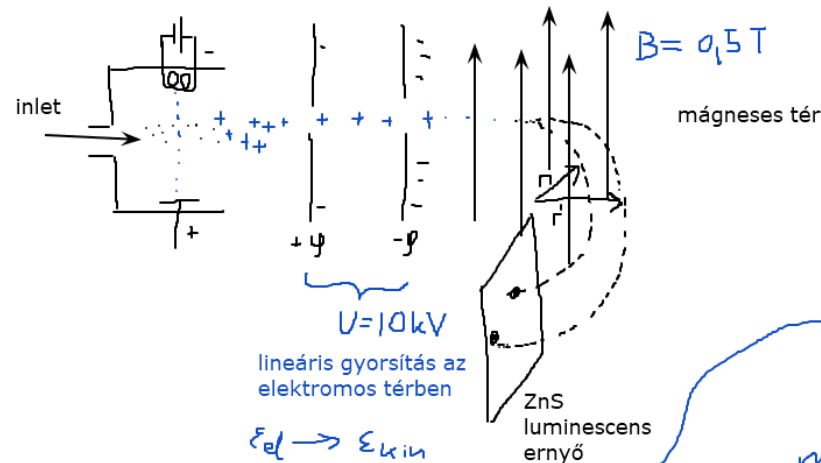
2 videó: Általános felépítés

Tömegspektrométer
sémás felépítése



Francis Aston
Arthur Dempster

- atomizáció: a bejuttatott mintát fizikailag dezintegráljuk
- ionizáció: töltés felvétele a semleges mintarészecskékre (jellemzően pozitív)
- fragmentáció: a vizsgált molekula kémiai dezintegrálása



centripetális gyorsulás a
mágneses térben

$$|F_L| = F_c$$

$$q \cdot v \cdot B = m \cdot \frac{v^2}{r}$$

$$qB = m \frac{v}{r}$$

$$r = \frac{mv}{qB}$$

$$r = \frac{m \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot qU}{m}}}{q \cdot B} = \frac{1}{B} \cdot \sqrt{\frac{m^2 \cdot 2qU}{q^2 \cdot m}}$$

$$r = \frac{1}{B} \cdot \sqrt{\frac{m \cdot 2U}{q}}$$

$$\epsilon_d \rightarrow \epsilon_{kin}$$

$$qU = \frac{m}{2} v^2$$

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot q \cdot U}{m}}$$

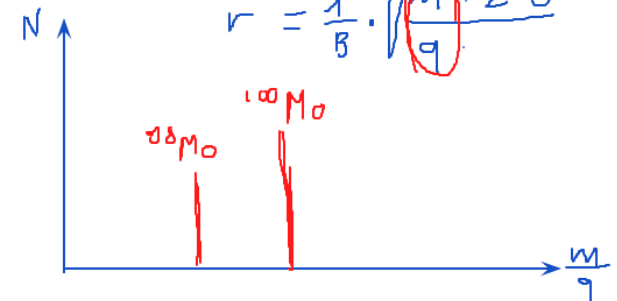
$$m(^{98}\text{Mo}) = 1,633 \times 10^{-25} \text{ kg}$$

$$r(^{98}\text{Mo}) = 0,2958 \text{ m}$$

$$m(^{100}\text{Mo}) = 1,667 \times 10^{-25} \text{ kg}$$

$$r(^{100}\text{Mo}) = 0,28869 \text{ m}$$

$$q=e$$

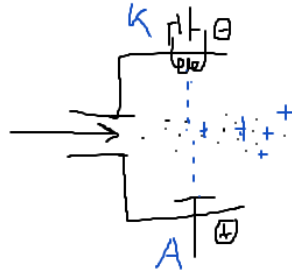


3 videó: Ionforrások

Ionforrások

1) Elektronionizáció (EI)

- egy elektronnyaláb folyik át egy izzókatódról az anódra, miközben a mintatérfogatot az ionizációs kamrába permetezük
- az elektronok a részecskékkal ütközve egy vagy több elektront leszakítanak róluk, így pozitív ionok maradnak vissza
- kemény ionizáció: a kémiai fragmentálódás nagy fokú

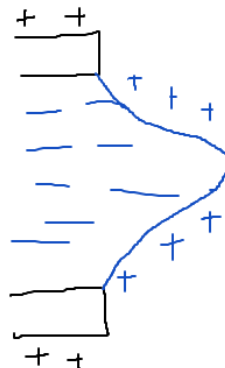


2) Kémiai ionizáció (CI)

- először egy inert anyagot (A) juttatunk az ionizációs kamrába
- az elektronnyaláb hatására ez ionizálódik
- ezután a mintát (M) juttatjuk a kamratérbe
- a mintarészecskék kölcsönhatába lépnek az ionizált inert anyaggal, ami töltésátvitelt eredményez
- lágy ionizáció, alacsony fokú a fragmentáció



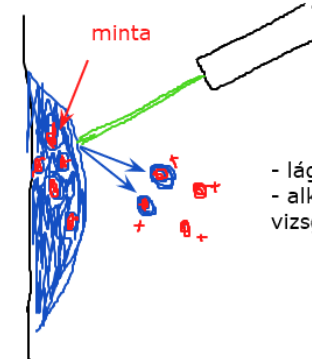
3) Elektrospray ionizáció (ESI)



előny:

- lágy ionizáció történik
 - nagyobb molekulák ionizációjára is használható
- hátránya:
- jellemzően többszörös pozitív töltés alakul ki

4) Mátrix-asszisztált lézerdeszorpció ionizáció



- lágy ionizáció
- alkalmas nagyobb molekulák vizsgálata esetén is

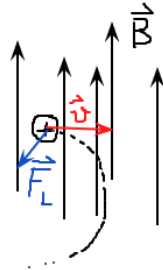
mátrix = hordozóközeg

- inert hordozó
- pl. fahéjsav

4a videó: Tömeganalizátorok

Tömeganalizátorok

- 1) Szektoranalizátorok
a) mágneses szektor

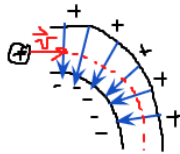


$$F_c = F_L$$

$$m \frac{v^2}{r} = q \cdot v \cdot B$$

$$r = \frac{m}{q} \cdot \frac{v}{B}$$

- b) Elektromos szektor



$$F_c = F_e$$

$$m \cdot \frac{v^2}{r} = q E$$

$$r = \frac{m}{q} \frac{v^2}{E}$$

- c) Sebességfókuszálás

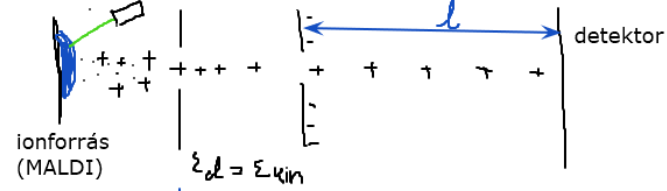


$$F_e = F_L$$

$$q \cdot E = q \cdot v \cdot B$$

$$v = \frac{E}{B} \quad \text{kívánt sebesség kiválasztása}$$

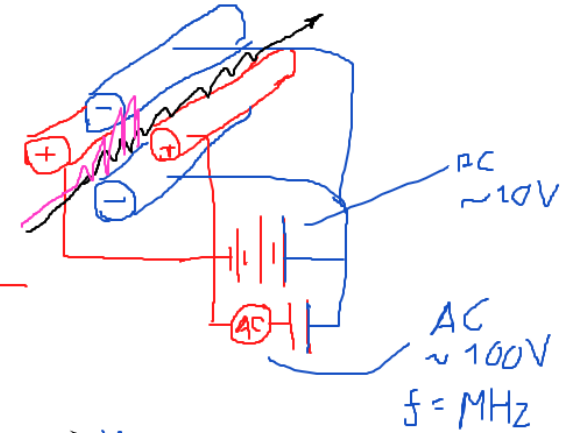
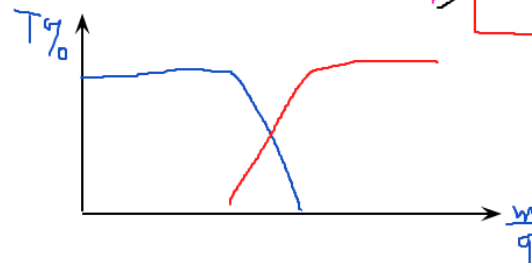
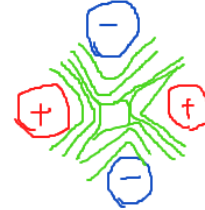
- 2) Repülési idő (time of flight = TOF) tömeganalizátor



$$v = \sqrt{\frac{2qV}{m}}$$

$$t = \frac{l}{v} = \frac{l}{\sqrt{\frac{2qV}{m}}}$$

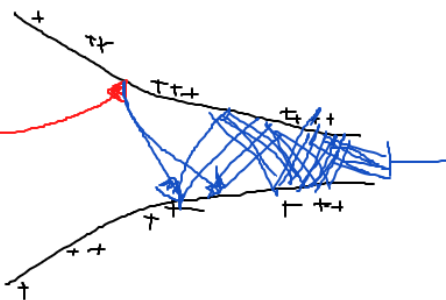
- 3) Quadropólusos tömegszűrő (quadrupole mass filter QMF)



4b videó: Detektorok és alkalmazások

Detektorok:

- elektron sokszorozó



- lumineszcens ernyő (ZnS)

Alkalmazások

- izotópok arányának meghatározása
 - standard atomtömeg a relatív gyakoriság alapján
- urea lehelet-teszt $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$

Biomedicina kutatások: kvalitatív és kvantitatív analízis

- TOF-MALDI
- pl. sejtfelszíni oligoszaccharid összetételt

Onkokés