

Massespektrometri

– en kort introduktion

Af cand. scient. Erik Karlsen

Massespektroskopi er en metode til at bestemme molekylers og atomers masse. Metoden kan bruges ved selv meget små stofmængder, hvor andre metoder må give op, og sat sammen med gas- eller væskechromatografi bliver det en nærmest uovertruffen metode.

En meget udbredt metode til bestemmelse af et prøveindhold er massespektroskopi (MS). Med masse menes der hermed ikke gram eller kg, men derimod atom- eller molekylmasse i atomare enheder. Pr. definition er en atomar enhed, med symbolet u, lig med en tolvtedel af massen af ^{12}C . Om-sat til en mere kendt måleenhed er 1 u lig med ca. $1,66 \cdot 10^{-24}$ g. Metoden er yderst følsom og kan under gunstige forhold bruges til at analysere stofmængder ned til picogram-størrelse (10^{-12} g).

Massespektrometret

Et massespektrometer har 3 funktioner, at bringe prøven på gasform, at ionisere den og endelig at detektere ionerne.

I første omgang bringes prøven på gasform ved hjælp af opvarmning. Herefter skal den ioniseres, og det foregår i et ioniseringskammer, hvor prøven beskydes med elektroner med en energi på omkring 70 eV (elektronvolt; 1 eV er ca. 96 kJ/mol). Her-ved rives en elektron løs fra det beskudte molekyles yderste skal, og molekylet bliver til en positivt ladet ion, en såkaldt molekylær-ion.

Ved beskydningen frigives der ikke kun

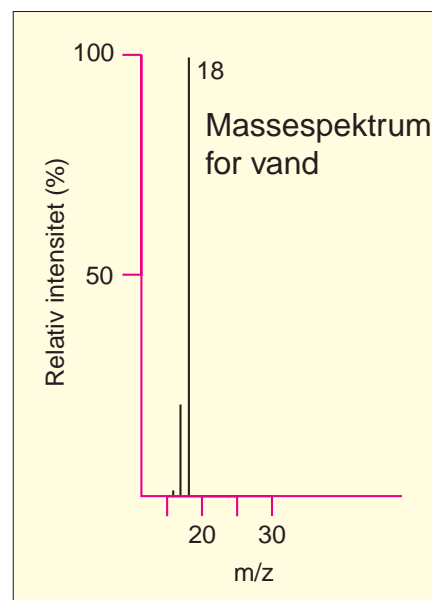
en elektron, for der vil være nok energi til også splitte molekylet op i mindre neutrale og positivt ladede fraktioner. Eksempelvis har de stærkeste enkeltbindinger i or-ganiske molekyler bindingsenergier på om-kring 4 eV.

Ulempen kan være, at molekylet netop fraktioneres så meget, at det kan være svært at bestemme massen af molekylær-ionen. Derfor findes der også metoder, der er mere skånsomme over for molekylet.

Når prøven er ioniseret og fragmenteret, accelereres de positive ioner af et elektrisk felt og føres herved ind i et kammer, der adskiller ionerne efter deres masse. Det sker ved, at ionerne afbøjes i et magnetfelt. Den bane, ionerne nu følger som følge af afbøjningen, er afhængig af magnetfeltets styrke, men også af deres masse, således at de letteste ioner afbøjes mest. For enden af kammeret sidder der en såkaldt ion-detektor, og ved at ændre på magnetfeltets styrke vil forskellige ioner ramme detektoren. Dette er den klassiske metode; men der er siden udviklet andre metoder.

Herefter sidder man dog ikke med et læs-bart spektrum, for det umiddelbare udseen-de af spektret vil være et hel række sinus-kurver, der hver især repræsenterer en mas-se-værdi. Frekvensen på sinuskurven vil være bestemt af massen, mens kurvens am-plitude er bestemt af antallet af ladninger i den "ion-pakke", der rammer detektoren.

For at få et læsbart spektrum ud af dette, bruges en matematisk metode, kaldet Fourier-transformation (efter den franske matematiker Jean-Baptiste Joseph Fourier, 1768-1830, der fandt på denne metode for 180 år siden). Uden at gå nærmere ind på metoden skal det røbes, at resultatet er spe-ctre med udseender som vist her på siderne.



Massespektret for vand (H_2O). Vand har en til-nærmet masse på 18 atomare enheder. At en elek-tron er revet løs, betyder stort set ingenting, da en elektron vejer omkring 1000 gange så lidt som et brintatom, der har massen 1. Der ses også linier ud for 17 og 16. 17 er massen for OH, mens 16 er ilt's atommasse. (Grafik: Forfatteren)

Samarbejde med andre metoder

Til analyse af fx olieprøver, der består af en lang række stoffer med forskellige koge-punkter, er det blevet populært at kombi-nere gaschromatografi med massespek-troskopi. Det foregår ved, at prøven først ledes gennem en gaschromatograf, som adskiller de enkelte stoffer, inden de ledes ind i massespektrometret. Denne kombina-tion er også med held blevet anvendt til afsløring af dopingsyndere.

En anden kombinationsmetode er at an-vende væskechromatografi, hvor væske-blandinger kan adskilles med baggrund i forskelle i de enkelte stoffers polaritet.

Fortolkning af spektre

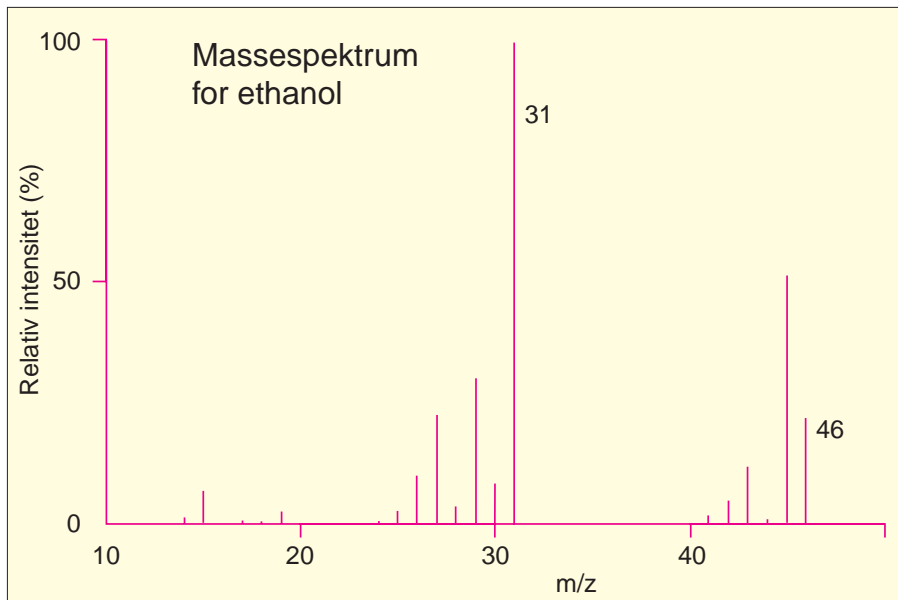
Når man endelig sidder med sit massespek-trum, gælder det naturligvis om at fortolke det rigtigt. Normalt er det enkelt nok at finde det søgte stof, for der findes i titusind-vis af kendte massespektre, som man kan sammenligne det aktuelle spektrum med. For den interesserede læser med internet-adgang kan fx anbefales internetadressen

webbook.nist.gov/chemistry/form-ser.htm
eller
www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/menu-e.html

SAS 4000 og LUND Imaging system, resistivitetssystem
WADI, VLF elektromagnetisk system
RAS-24, seismografer
UVS 1500, støj- og vibrationsmåleudstyr
FRA ABEM Instrument AB

Dyno Nobel Danmark A/S

Telefon 43 45 15 38
Homepage www.dynonobel.dk



Massespektret for ethanol ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$). Ethanols masse er 46 (mere præcist 46,07). Læg mærke til forskellen mellem linien ved $m/z = 46$ og $m/z = 31$. Forskellen er 15 og passer til CH_3 . Prøv at sammenligne spektret med det for di-methylether, der har samme bruttoformel, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$, men ikke samme strukturformel. (Grafik: Forfatteren, modificeret efter anden internethenvisning)

Står man imidlertid over for et ukendt stof, der ikke findes i databaserne, må man i gang med at analysere spektret, og det behøver slet ikke at være helt ligetil. Eksempelvis – som det også er vist i to af figurerne – kan flere molekyler godt have samme bruttoformel og dermed samme atommasse, så hvis man kun havde en bestemmelse heraf, ville man ikke nå særligt langt.

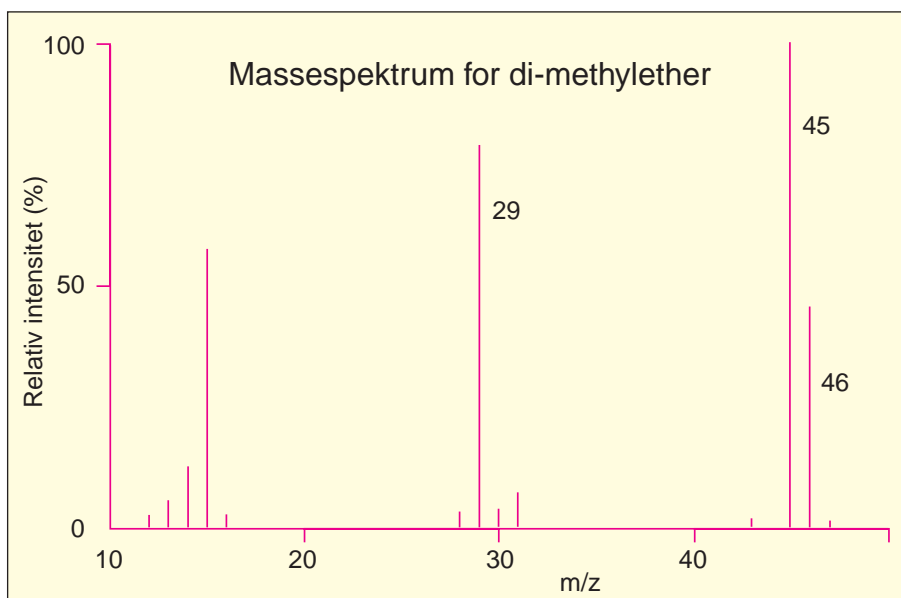
Heldigvis vil to molekyler med samme bruttoformel, men med forskellig rumlig struktur, ikke have samme spektrum. På spektret ses nemlig ikke kun massen for hele molekylet, men også for de fraktioner, som det er splittet op i.

Som enkle eksempler er der vist to

spektre af henholdsvis ethanol og di-methylether. Molekylerne har samme bruttoformel, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$, men det er næsten også det eneste, de har tilfælles. Mens ethanols strukturformel i forkortet udgave kan skrives $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$, vil den tilsvarende for di-methylether være $\text{CH}_3\text{-O-CH}_3$.

Kunsten er nu at vide, hvilke bindinger i molekylerne, der lettest brydes, og hvilke nye ioner der dannes herefter. Dette afhænger nemlig af molekylets opbygning, og en viden herom er derfor nøglen til løsningen af alle ukendte massespektrometre. Interesserede læsere kan anbefales et kig i

McLafferty & Turecek: Interpretation of mass spectra, der dog fortrinsvis omhandler bestemmelse af organiske stoffer. ■



Massespektret for di-methylether ($\text{CH}_3\text{-O-CH}_3$), der har samme bruttoformel som ethanol, men er et helt andet stof med helt andre egenskaber. Det ses også, at spektrets høje "fraktionslinier" ligger andre steder end i ethanol-spektret. (Grafik: Forfatteren, modificeret efter anden internethenvisning)

Bøger ...

Nyheder!

Geologisk set Fyn og Øerne

Forfatter: geolog Gunnar Larsen, Fyns Amt

Nu er Fyn og de fynske øer også dækket i denne værdifulde håndbogsserie, som beskriver lokaliteter af national geologisk interesse.

144 sider, fuldt farveillustreret. 225 kr.

Serien omfatter desuden:

Det nordlige Jylland. 208 s. 200 kr.

Det mellemste Jylland. 272 s. 275 kr.

Bornholm. 208 s. 200 kr.

Danske landskaber – billedatlas

Forfattere: Knud Binzer og Ib Marcussen

Fotos: Peter Warna-Moors

En flot bog, som i smukke fotos og en let tilgængelig tekst beskriver de danske landskabstyper.

Se anmeldelsen i Geologisk Nyt 1/2002. 80 sider. Indbundet. 125 kr.

Bogen er udgivet af GEUS, og forhandles kun af Geografforlaget.

Djurslands Geologi

Forfattere: Stig A. Schack Pedersen

og Kaj Strand Petersen

Omfattende bog om Djurslands geologiske historie.

Med bilag: Stort geologisk kort, 1:50.000.

Fuldt farveillustreret med fotos, detajlkort og instruktive tegninger.

Indbundet. 225 kr.



GEOGRAFFORLAGET
5464 BRENDERUP · 6344 1683

... fra GEOGRAFFORLAGET