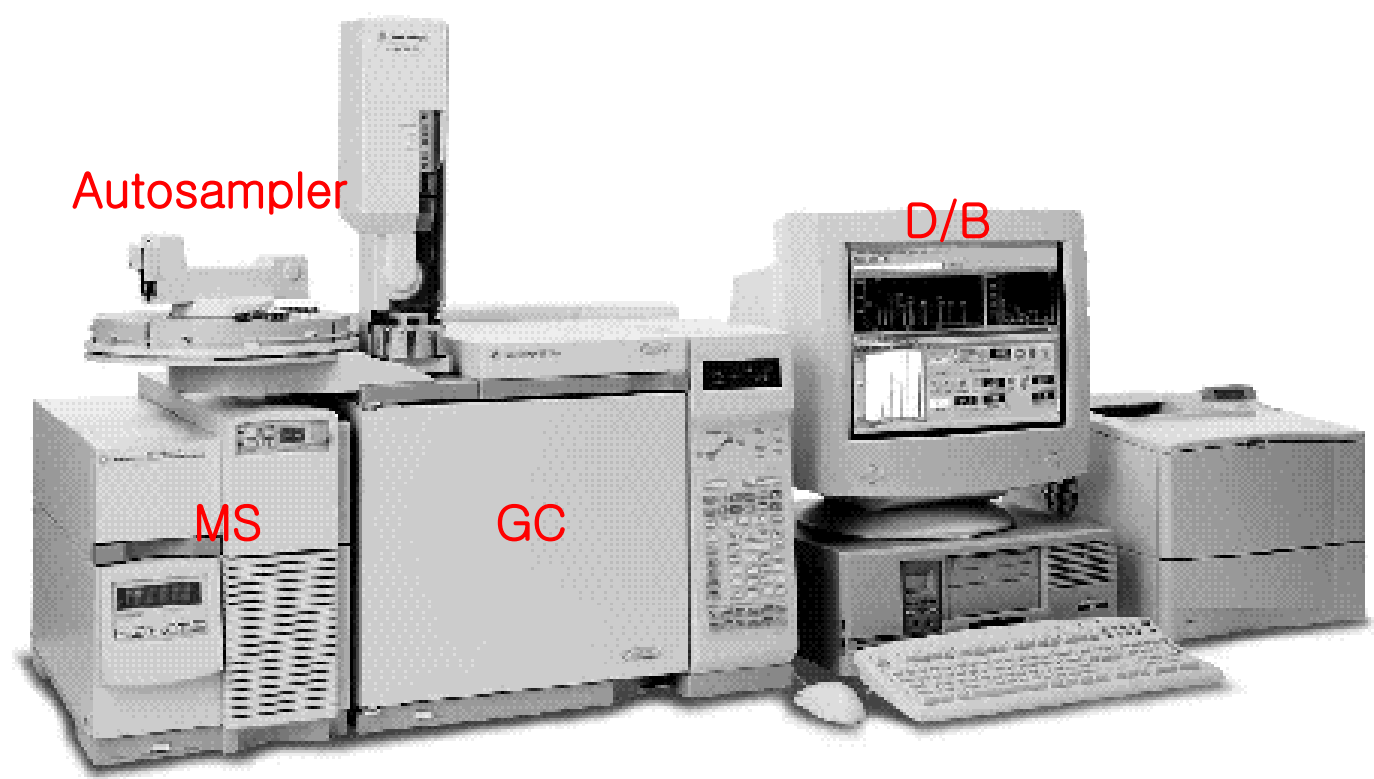
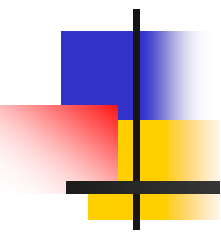


가스 크로마토그래피/질량분석계

(Gas Chromatography

/Mass Spectrometry)

(Mass Selective Detector)



Autosampler

D/B

MS

GC

개 요

GC는 여러 개의 성분을 포함하는 시료를 주입하면 분리를 수행한다. 이 분리된 물질이 무엇인가를 알 수 있는 것은 아니다.

질량분석계(MS)는 순물질에서는 훌륭한 정보를 제공하지만 혼합물에서는 질량스펙트럼이 교차하기 때문에 해석하기가 어렵다.

따라서 이 두 가지를 조합하면 우수한 결과를 얻을 수 있다.

즉 GC/MS는 GC에서 혼합물인 시료를 분리하고, 분리된 각 성분의 질량스펙트럼(질량이온, 토막이온, 분자량)을 측정한다.

이때 GC는 대기압이고, 질량분석계(MS)는 낮은 진공상태

※ MS 자체가 검출기이다.



MS(Mass Spectroscopy)

기체나 액체 복잡한 유기물질과 화학 혼합물질 등을 기체 크로마토그래프에 의해 분리된 후, 질량분석기 이온원의 전자에너지에 의해 이온화 시켜 이온화된 여러 성분의 분자 이온을 사중극자에서 질량 대 전하비(m/z)로 분리하여 각 분자이온에 관한 성분 및 조성 등을 얻는 분석법

각 이온들의 상대세기를 질량 대 전하비(m/z)로 기록한 질량 스펙트럼(mass spectrum)을 해석하여 물질의 화학적 구조, 화학반응, 분자량 등을 확인함으로써 정성. 정량분석에 적용한다.

원리

- 분자가 MS내로 들어가면 분자는 이온화됨과 동시에 더 작은 이온들(fragments)로 쪼개진다.
- 쪼개진 이온들은 그들의 질량/하전비(m/z)에 따라 선택적으로 분리되어 이온수에 비례하게 signal을 만든다.
 - * 이온들의 질량/하전비는 이온들의 생성된 양 (Abundance)의 함수로 표시되어 mass spectrum이 그려진다.
- 이 mass spectrum을 이용하여 미지성분의 정성확인
 - 주로 혼합물의 여러 성분의 분자이온을 분리하거나 +1가 양성자 이온 생성(이온화법 ex : $ABCD^+$)
 - * 이온화를 조각내기를 통해 분리(AB^+ , BC^+ , CD^+ , DA^+)



MS의 분석 방법

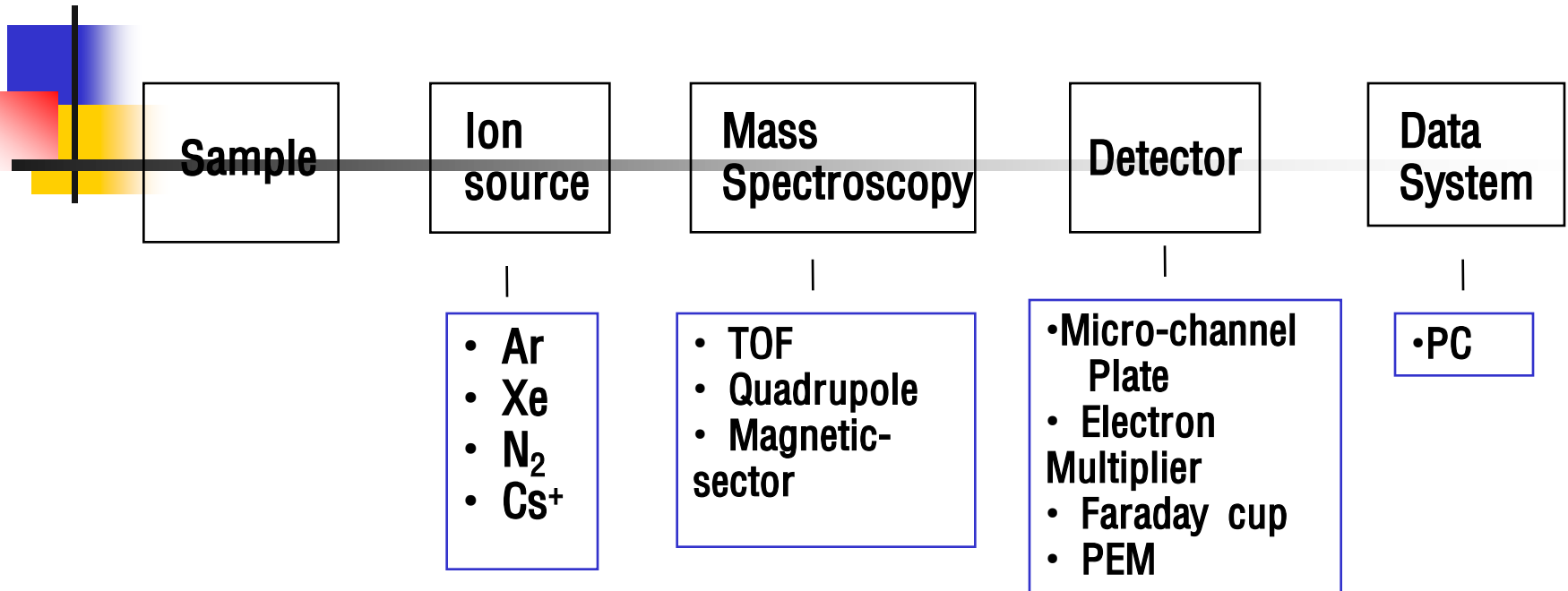
➤ 딸이온 MS/MS법

이온화 과정을 통해 얻어진 이온들을 분리과정을 통해 각각의 특성이온으로 분리되어 분석하는 방법

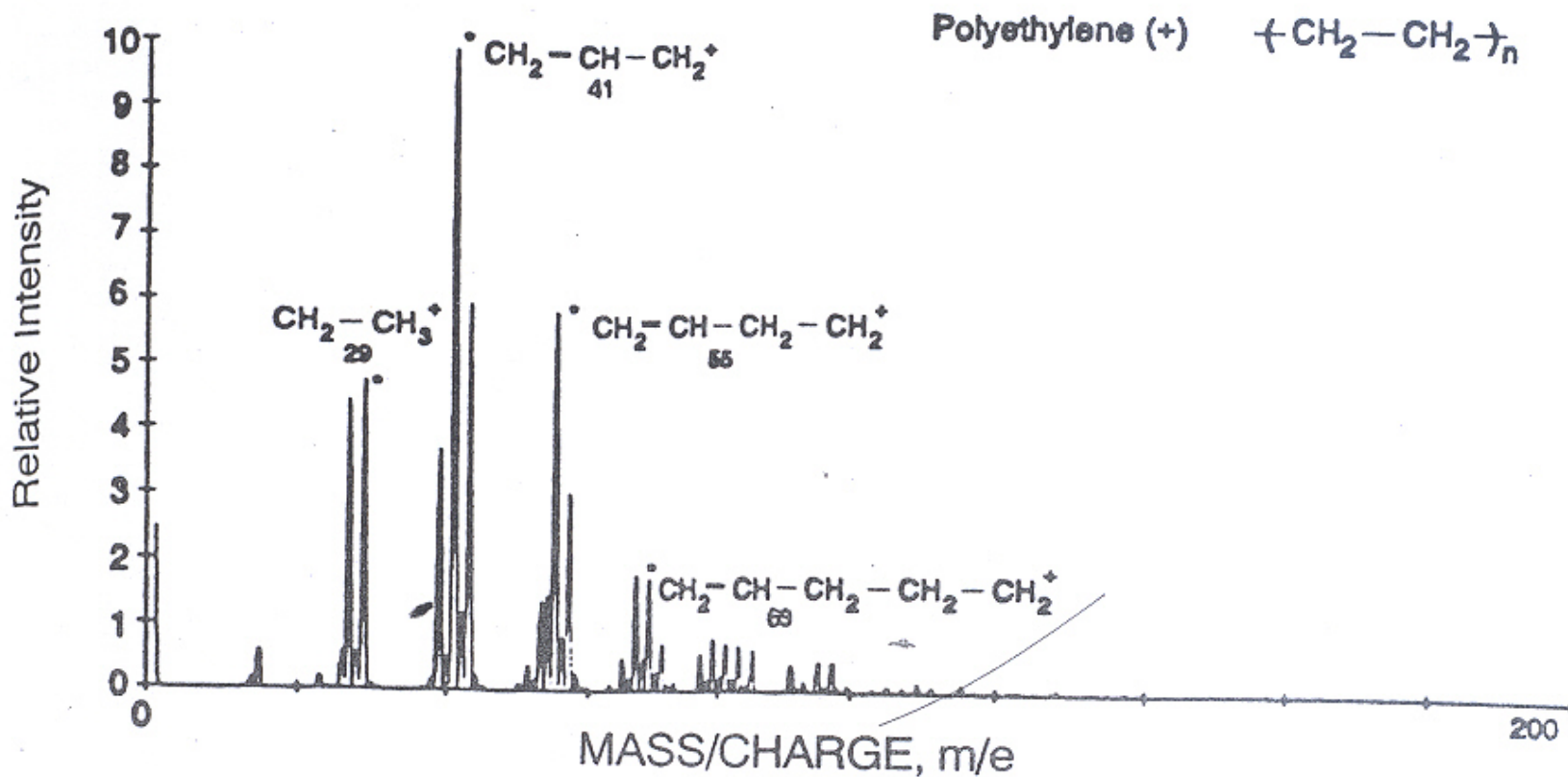
➤ 어미이온 MS/MS법

딸이온을 통해 얻어진 결과를 가지고 다시 이온화과정과 분리과정을 통해 같은 질량을 갖을 가진 이온들을 분석하는 방법

Sims / Ms Spectroscopy 개략도



Static SIMS(2)



Positive mass spectrum from polyethylene



Primary ion beam source

➤ Source

* 주로 비활성기체를 사용

Positive charged ions(Ar^+ , Xe^+)

Negative charged ions(Ar^- , Xe^-)

or N_2^+ , O_2^+ , Cs^+ 등을 사용



SIMS / MS 장, 단점

■ SIMS 장점

- ✓ 고체 시료 표면의 화학적 분석
- ✓ 표면과 깊이 둘 다 분석 가능

■ SIMS 단점

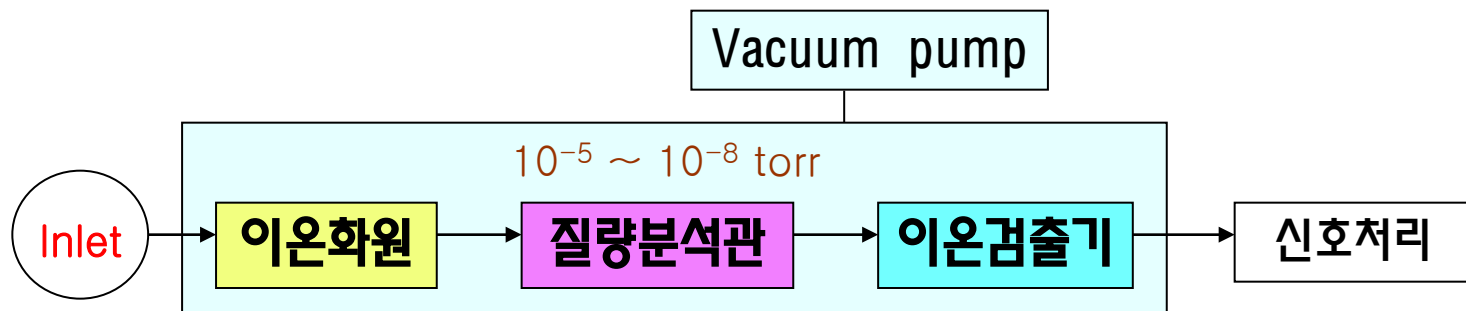
- ✓ 시료 표면이 파괴됨
- ✓ 정확한 정량 및 정성 분석 한계

● MS 장점

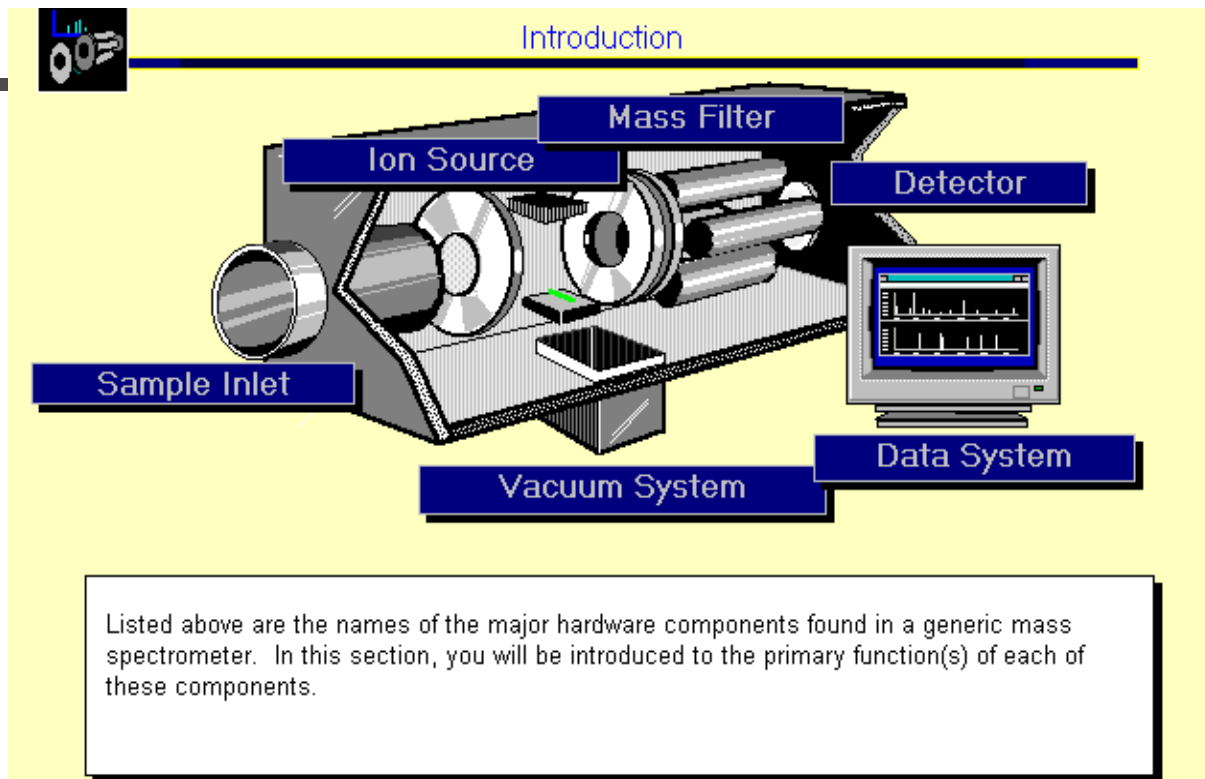
- ✓ 다른 질량분석장치와 연결하여 사용 가능
- ✓ 액체나 기체 등 화학적 분석
- ✓ 빠른 데이터 처리

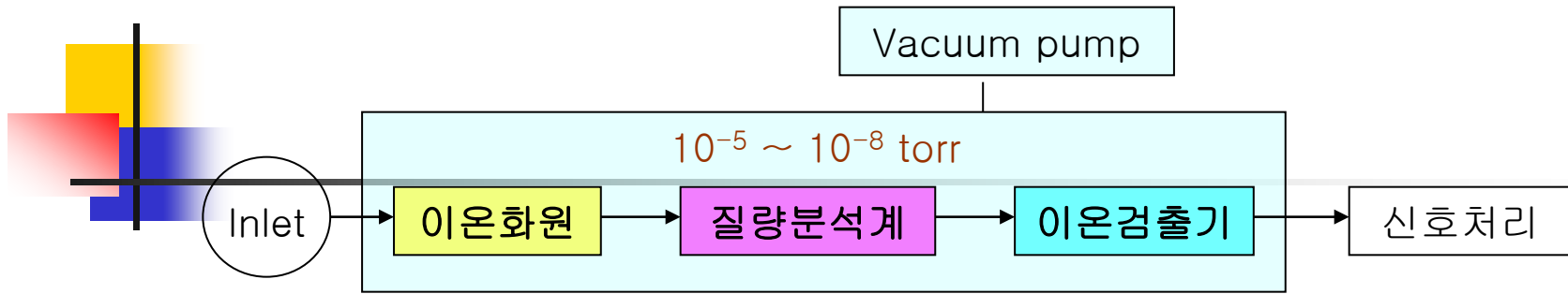
● MS 단점

- ✓ 정확한 화학적 정량 및 정성 분석에 한계
- ✓ 복잡한 스펙트럼의 해석 불가능



원자화(gas) → 이온화(+1) → m/z 비로 분리 → 이온 수 계측(검출)





원자화(gas) → 이온화(+1) → m/z 비로 분리 → 이온 수 계측(검출)

약자

ICPMS
DCPMS
MIPMS
SSMS
TIMS
GDMS
SIMS
LMMS

1. 이온화원
 고온 Ar plasma
 고온 Ar plasma
 고온 Ar plasma
 RF-전기spark
 전열 plasma
 glow방전 plasma
 가속이온 충격
 Laser beam

2. MS 분석계
 Quadrupole
 Double focusing
 Time of Flight(TOF)

3. 검출기
 전자증배관(EMT)
 Faraday Cup
 사진건판(AgBr 에멀전)
 EMT

검출기

- 이온의 전류를 증폭 측정하는 장치
- 양이온 흐름을 그 양에 비례하게 전기적인 흐름으로 전환, 증폭시켜 signal을 생성하는 장치
- 검출기 시스템의 주요 기능은 이온을 세는 것이다.

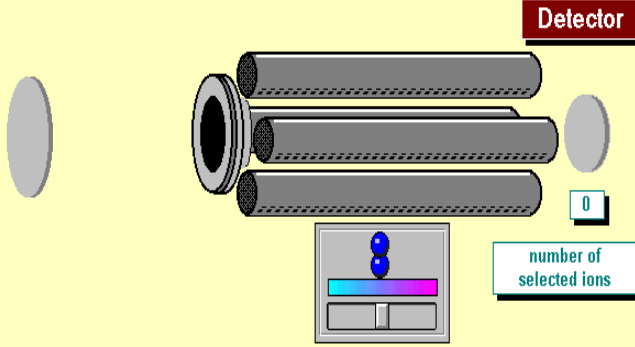
※ 참고

- 시료 분자들이 MS에 들어간 후 분자들은 Ion Source에서 이온화되고 조각화 된다.
- 그 이온들은 시간에 따르든 공간에 따르든지 Mass Filter에 의해 분리된다.
- 이와 같이 분리된 이온들은 검출기로 도입된다.

- 검출기들은 보통 Lensing System과 결합되어 사용되며, 최적의 성능을 얻기 위해 이온들의 진행방향과 수직방향으로 위치하게 된다.

* 가장 일반적인 검출기의 형태는 전자증배관 (Continuous Dynode Electron Multiplier)이다.

Introduction



Detector

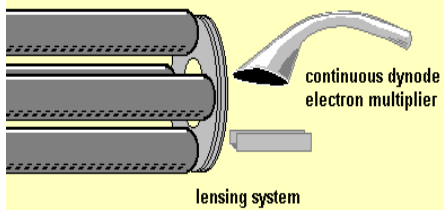
0

number of selected ions

Introduction
 After sample molecules have entered the mass spectrometer, they may be ionized and fragmented in the ion source. The ions are separated (in time or in space) by the mass filter. The primary function of the detector system is to count the ions. This module will review common mass spectrometer detector systems.

animate

Introduction



continuous dynode electron multiplier

lensing system

Four types of detectors commonly used in mass spectrometers are:

- Electron Multiplier (EM)
- High Energy Dynode EM
- Microchannel Plate
- Dynolite

These types of detectors usually are combined with a lensing system and are mounted off-axis for optimum performance.

The most common detector is the continuous dynode electron multiplier.