

Fundamento Básico da Espectrometria de massas

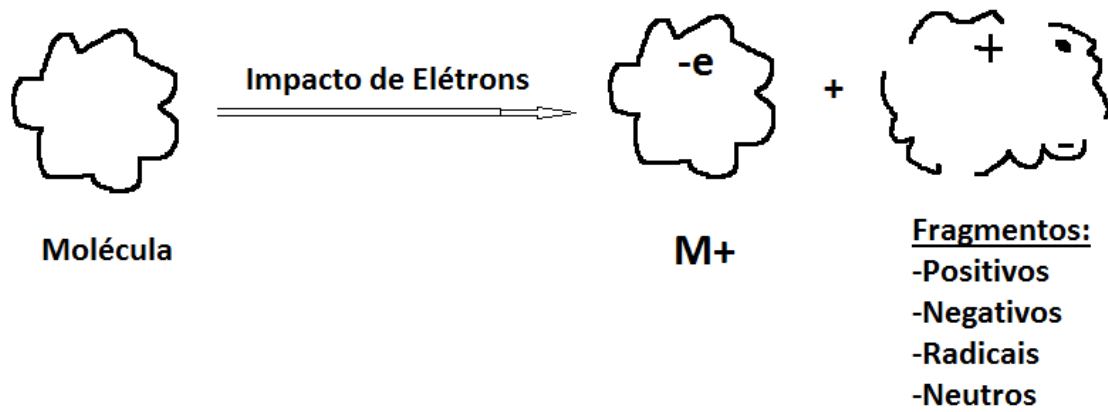


Diagrama esquemático de um espectrômetro de massas

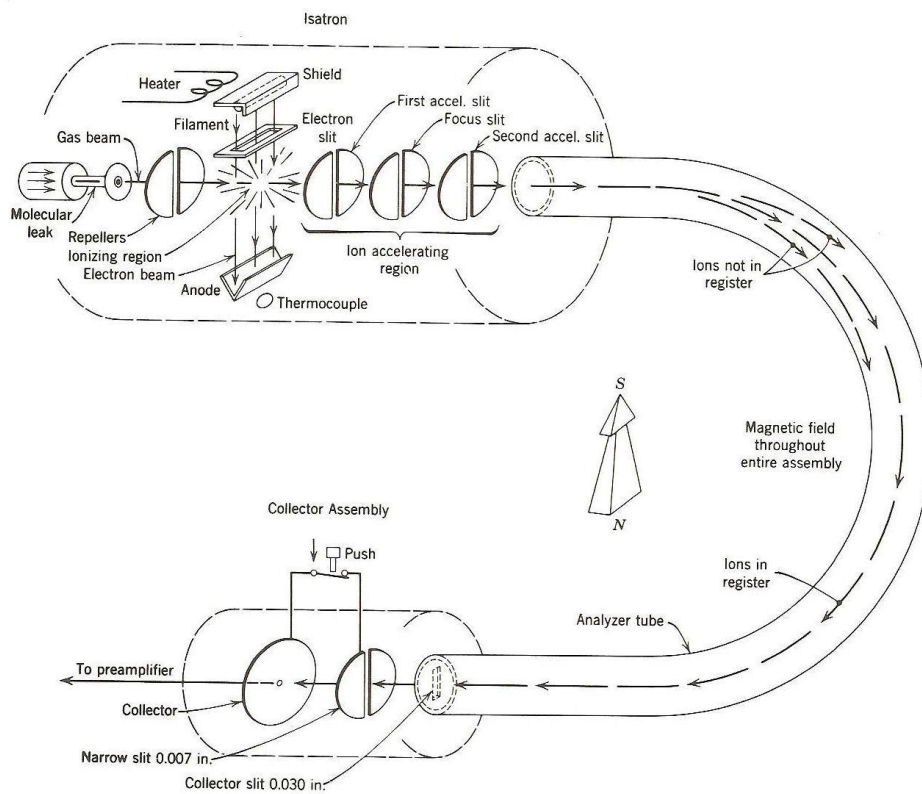


Figure 1. Schematic diagram of CEC model 21-103 Mass Spectrometer, a single-focusing, 180° sector mass analyzer. The magnetic field is perpendicular to the page.

Espectro de massas do tolueno

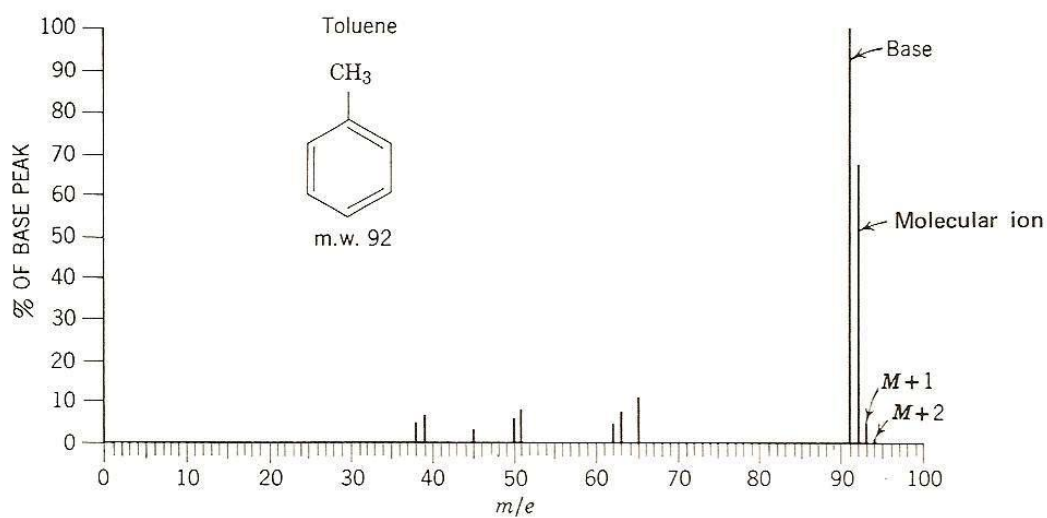
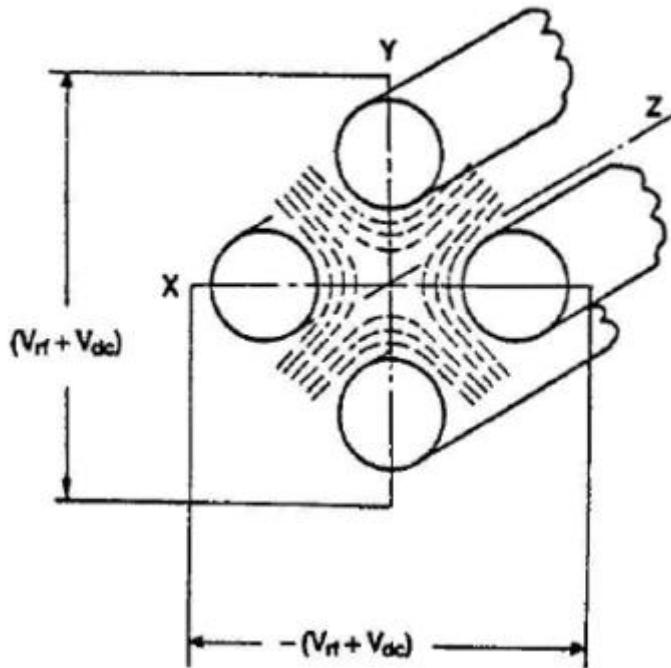


Figura esquemática de um analisador de massas por quadrupolo

Schematic Of A
Quadrupole Mass Analyzer



Exemplo de um espectrômetro de massas equipado com analisador de massas por quadrupolo acoplado a cromatógrafo a gás.

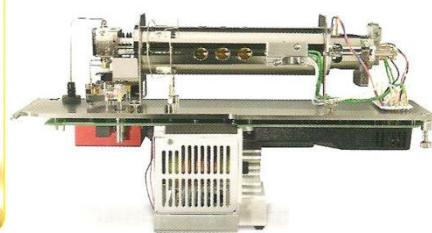
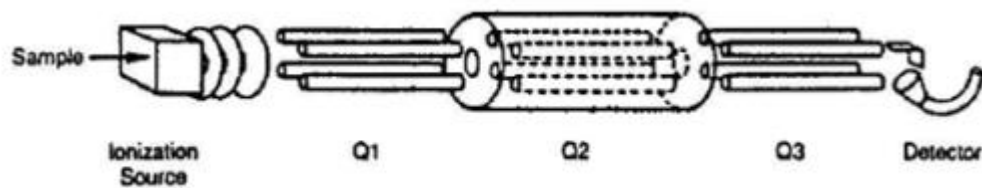


Figura esquemática de um espectrômetro de massas equipado com triplo quadrupolo

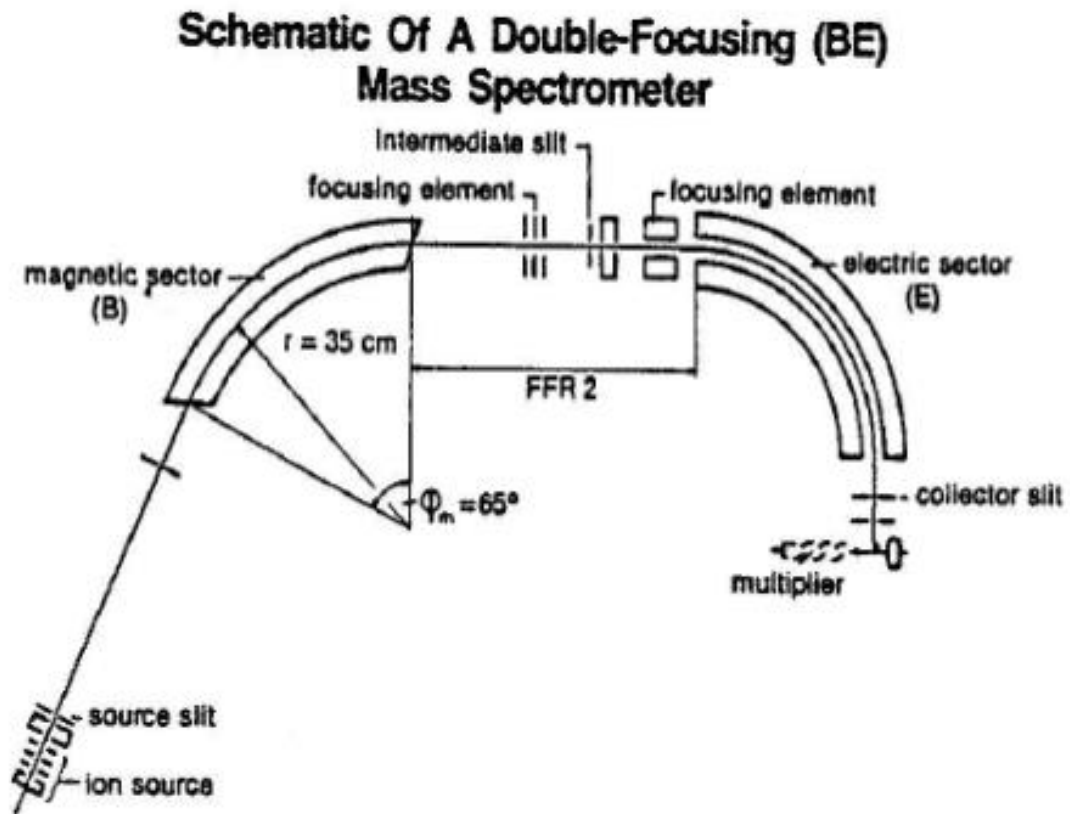
Schematic Of A Triple Quadrupole MS/MS System



Exemplo de um espectrômetro de massas equipado com analisador de massas triplo quadrupolo acoplado a cromatógrafo líquido



Esquema de espectrômetro de massas de alta resolução com dupla refocagem



Exemplo de um espectrômetro de massas de alta resolução por tempo de voo (time of fly - TOF) equipado com analisador de massas triplo quadrupolo.

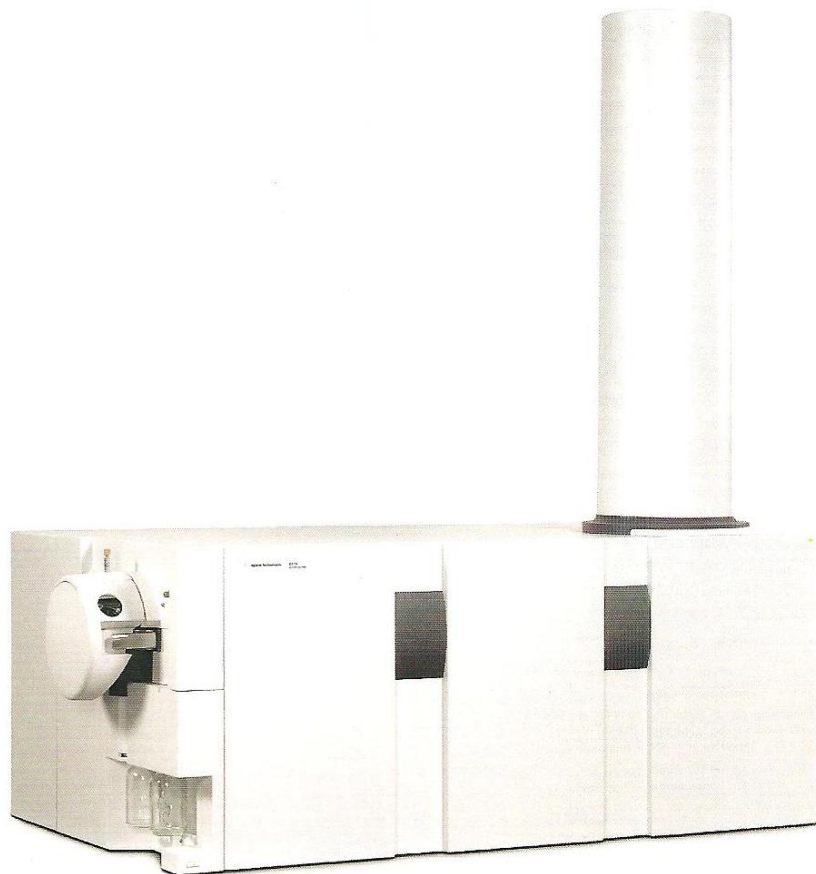
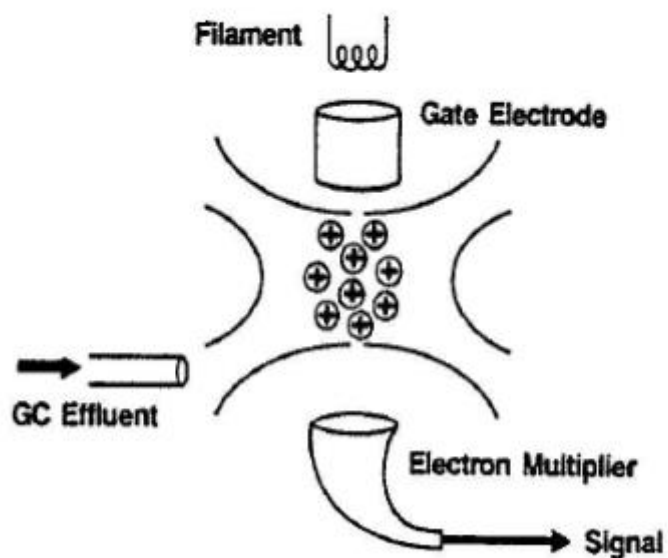
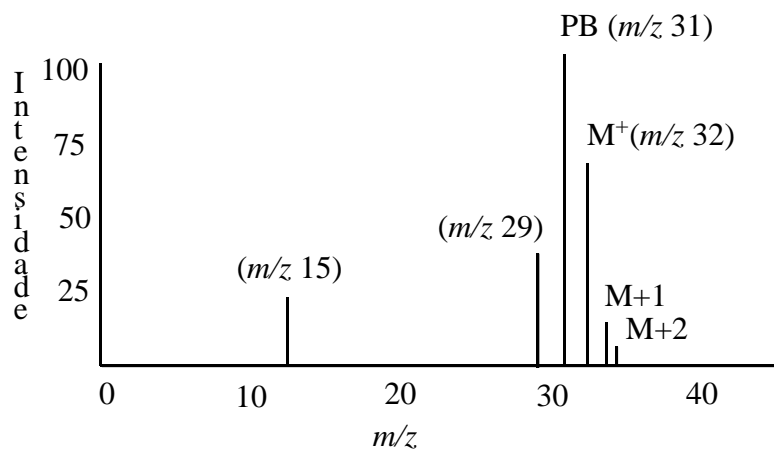
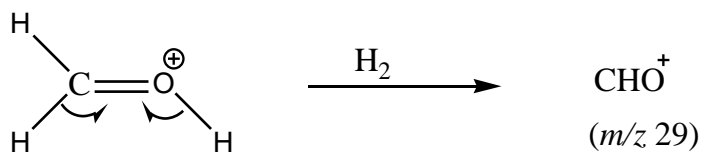
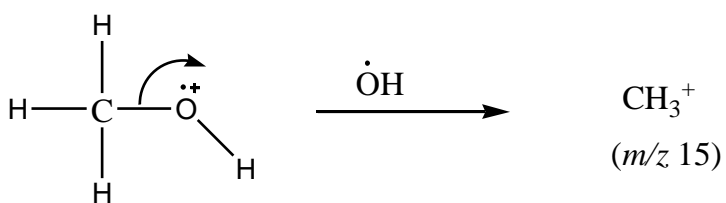
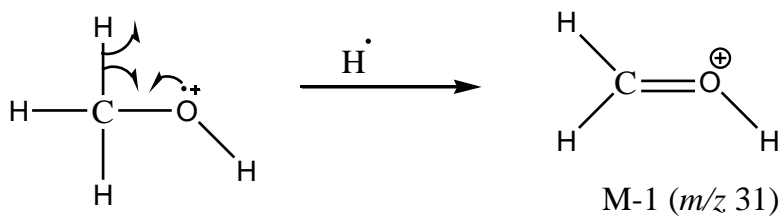
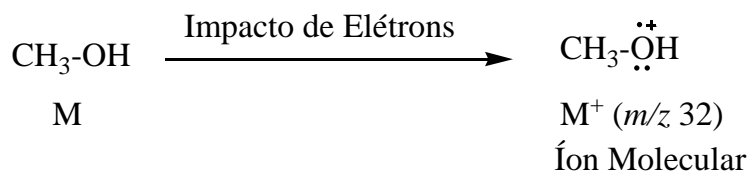


Figura esquemática de um detector de íons

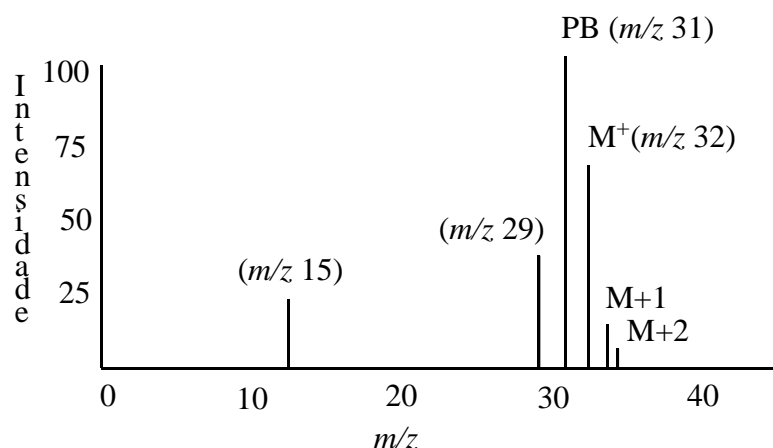
ITD's Simple Hardware Combines Ion Source and Mass Analyzer



O espectro de massas



O espectro de massas



Definição: O espectro de massas é um gráfico contendo as massas dos fragmentos positivamente carregados nas suas concentrações relativas.

Íon Molecular (M⁺): é o sinal de maior massa → fornece o PM do composto.

Pico Base (PB): é o sinal mais intenso do espectro → corresponde ao fragmento positivo mais estável.

Cada sinal: corresponde a um fragmento positivo.

Diferença de massas entre picos: representa fragmentos eliminados.

M+1 e M+2: representam a composição isotópica dos elementos. Auxiliam na determinação da fórmula molecular.

Padronização do espectro: PB é colocado a 100%

Padronização do íon Molecular: O íon molecular é elevado a 100% e o M+1 e M+2 com percentual relativo a ele

Exercícios 1: Determinar a fórmula molecular a partir das porcentagens de M+1 e M+2:

<u>m/z</u>	<u>%</u>	<u>m/z</u>	<u>%</u>	<u>m/z</u>	<u>%</u>
150 (M ⁺)	100	185 (M ⁺)	100	136 (M ⁺)	100
151 (M+1)	10,2	186 (M+1)	11,55	137 (M+1)	7,4
152 (M+2)	0,88	187 (M+2)	1,00	138 (M+2)	0,66

<u>m/z</u>	<u>%</u>	<u>m/z</u>	<u>%</u>
144 (M ⁺)	100	146 (M ⁺)	100
145 (M+1)	7,85	147 (M+1)	7,15
146 (M+2)	0,45	148 (M+2)	0,80

Regra do Nitrogênio:

- Se o PM for PAR a fórmula terá n^o PAR de Ns ou não tem Nitrog.
- Se o PM for IMPAR a fórmula terá n^o IMPAR de Nitrogênios.

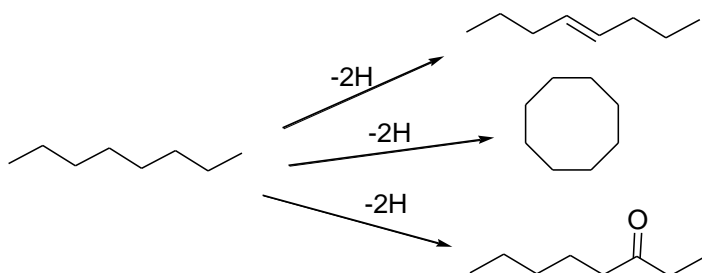
Exercício 2: Determinar o número de insaturações (ou deficiência de Hidrogênios) das fórmulas encontradas acima.

Cálculo do número de insaturações ou de deficiência de Hidrogênios

O número de insaturações pode ser proveniente de estruturas cíclicas ou de ligações múltiplas. Assim o índice de insaturações é a soma do número de ANEIS, LIGAÇÕES DUPLAS E TRIPLAS

$$N^{\circ} I = N^{\circ} C - \frac{N^{\circ} H_s}{2} - \frac{N^{\circ} Hal}{2} + \frac{N^{\circ} Ntriv.}{2} + \frac{N^{\circ} Ptriv.}{2} + 1$$

O que conta como insaturações:



Exemplos de estruturas que contam como N^o de Insaturações:

