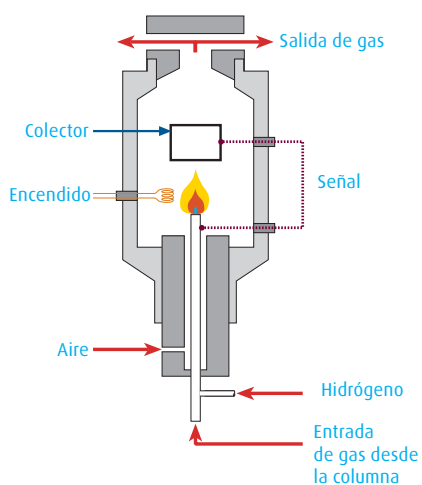


## Cromatografía de gases: Detector de ionización de llama y detector termoiónico.

### El detector de ionización de llama (FID)

El detector de ionización de llama (FID) es el detector más extensamente utilizado, y por lo general, uno de los más aplicables en cromatografía de gases. En un quemador el efluente de la columna se mezcla con  $H_2$  y aire para luego encenderse eléctricamente. La mayoría de los compuestos orgánicos, cuando se pirolizan a la temperatura de una llama de  $H_2$ /aire, producen iones y electrones que pueden conducir la electricidad a través de la llama. Cuando se aplica una diferencia de potencial de unos pocos cientos de voltios entre el extremo del quemador y un electrodo colector situado por encima de la llama, la corriente que resulta ( $\sim 10^{-2}$  A) se dirige para su medida hacia un amplificador operacional de alta impedancia.



Esquema general del detector FID

La ionización de la llama de compuestos que contienen carbono no es un proceso bien establecido, aunque se observa que el número de iones que se producen es relativamente proporcional al número de átomos de carbono reducidos en la llama. El detector de ionización de llama responde al número de átomos de carbono que entra en el detector por unidad de tiempo, por ello, es más un detector sensible a la masa, que un sistema sensible a la concentración.

Grupos funcionales, tales como carbonilo, alcohol, halógeno y amina, originan en la llama pocos iones o prácticamente ninguno. Además, el detector es insensible a los gases no combustibles como  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $SO_2$  y  $NO_x$ . Estas propiedades hacen de este detector uno de los detectores generales más utilizados para el análisis de la mayoría de compuestos orgánicos, incluyendo aquellos que están contaminados con agua y con óxidos de nitrógeno y azufre. La insensibilidad del detector de ionización de llama para con el agua le hace particularmente útil en la detección de contaminantes en muestras naturales de agua.

Las aplicaciones de este detector son diversas y generalmente de control rutinario. Un ejemplo de ello es la determinación de kerosinas como factor de conversión energético, o la determinación de residuos de hidrocarburos en poliestirenos destinados a envasados alimentarios. De igual modo es utilizado en la determinación de hidrocarburos como metano, etano y acetileno así como en la identificación de compuestos que los contengan, incluso de compuestos orgánicos volátiles (VOC's). El FID posee una elevada sensibilidad ( $\sim 10^{-13}$  g/s), un gran intervalo de respuesta lineal ( $\sim 10^7$ ), y un bajo ruido. Por lo general, es resistente y fácil de utilizar. Una desventaja de este detector es que se trata de un detector destructivo de la muestra.

### El detector termoiónico (TID)

Un tratamiento particular debe aplicarse al FID si se quiere determinar nitrógeno orgánico y compuestos de fósforo. Se trata fundamentalmente de una nueva configuración del sistema. A la salida de la columna, los efluentes se mezclan con  $H_2$  y aire y se queman en la llama. El gas caliente fluye alrededor de una bola de silicato de rubidio calentada eléctricamente, la cual se mantiene a 180V con respecto al colector. La bola caliente forma un plasma que alcanza la temperatura de 600 a 800 °C, lo que hace que se produzcan una gran cantidad de iones a partir de las moléculas que contienen fósforo o nitrógeno, esta gran corriente de iones se emplea para determinar compuestos que contengan estos dos elementos. Estos detectores termoiónicos (TID) son selectivos a compuestos orgánicos que contengan  $N_2$  y P. Su respuesta a un átomo de P es aproximadamente 10 veces mayor que a la de un átomo de  $N_2$ . En comparación con el detector de ionización de llama, el detector termoiónico es unas 500 veces más sensible para los compuestos que contienen P y unas 50 veces más sensibles a las especies nitrogenadas. Estas propiedades hacen de la detección termoiónica un sistema particularmente útil para la determinación y detección de pesticidas.

## Gases portadores y de detección

Un importante papel juega en CG-FID el gas portador para transferir la muestra desde el inyector, a través de la columna hasta el detector. El gas portador debe ser un gas inerte, no adsorbido por el material de la columna, los más habituales son **helio o nitrógeno**, en algunas ocasiones se emplea **hidrógeno**.

El detector FID necesita **hidrógeno** como combustible y **aire sintético** como gas oxidante durante el proceso de combustión. Impurezas de hidrocarburos y oxígeno producen un gran ruido en la línea base del cromatograma, el cual tiene su efecto adverso sobre el límite de detección.

Estas impurezas en los gases del detector, deben permanecer en límites de ppm para el correcto funcionamiento de éste.

Como todo proceso cromatográfico, la cromatografía de gases es un método relativo por lo que la calibración con mezclas precisas es necesario tanto para medir y calibrar la linealidad del detector, garantizando de este modo una buena reproducibilidad de la columna.

## Gases portadores y del detector. Especificaciones

	He 5.0	N <sub>2</sub> 5.0	H <sub>2</sub> 5.0	Aire Sintético Laboratorio
O <sub>2</sub>	≤ 2 ppm	≤ 3 ppm	≤ 2 ppm	-
CO	-	-	-	-
CO <sub>2</sub>	-	-	-	-
C <sub>n</sub> H <sub>m</sub>	≤ 0.2 ppm	≤ 0.2 ppm	≤ 0.5 ppm	≤ 5 ppm
H <sub>2</sub> O	≤ 3 ppm	≤ 3 ppm	≤ 5 ppm	≤ 5 ppm
N <sub>2</sub>	≤ 3 ppm	-	≤ 3 ppm	-



Abelló Linde, S.A.

Bailén, 105 - 08009 Barcelona • Tel.: 934 767 400\* - Fax: 932 075 764

E-mail: [info@abellolinde.com](mailto:info@abellolinde.com) • [www.abello-linde-sa.es](http://www.abello-linde-sa.es)