

DETECTORES

DETECTOR DE CAPTURA DE ELÉTRONS

Introdução

Os detectores tem a finalidade de assinalar a presença de uma substancia ou de um corpo em determinado meio.

Os detectores podem ser divididos em três grupos:

Universais — Geram sinais para qualquer substancia eluida.

Seletivos — Detectam apenas substancias com determinada propriedade físico química.

Específicos — Detectam substancias que possuam determinado elemento ou grupo funcional em suas estruturas.

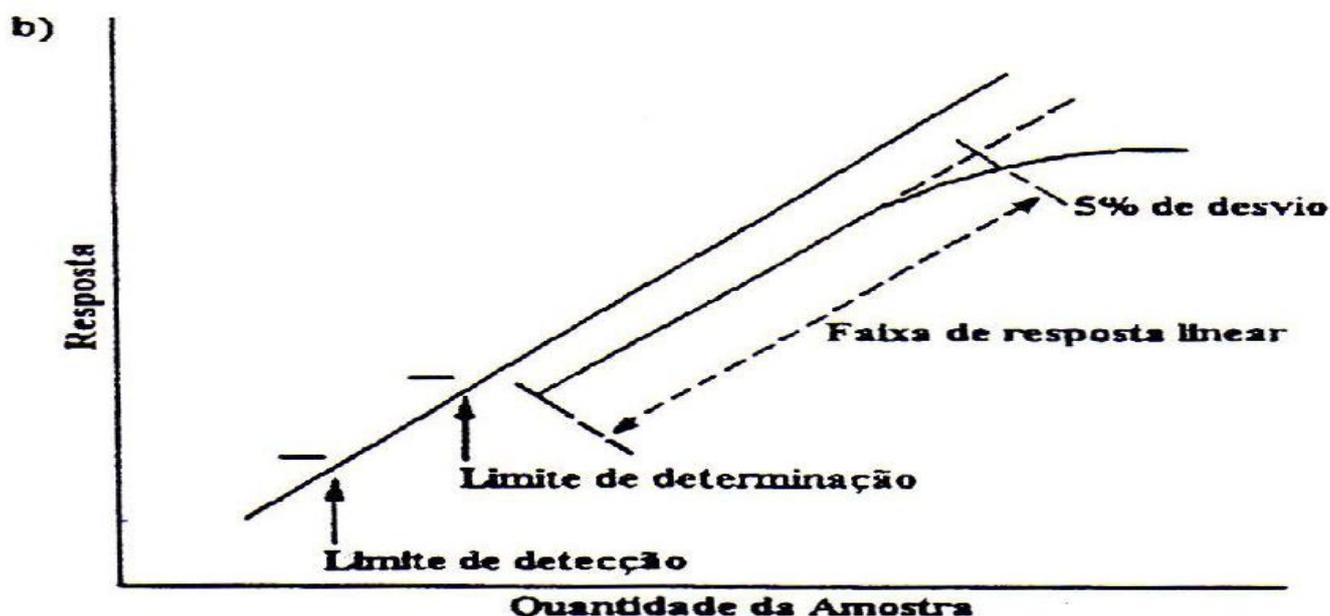
Parâmetros básicos de desempenho:

Quantidade Mínima Detectável (Sensibilidade) — O menor valor detectado em confiabilidade de precisão aceitável , em função do ruído do sistema. Na pratica o sinal tem que ser duas ou três vezes maior que o ruído médio, medido com a solução de controle ou branco.

Ruído — Qualquer sinal gerado pelo detector que não origina da amostra.

Limite de Determinação — Define como a concentração mais baixa de um analito que pode ser determinada com precisão aceitável (repetividade) e exatidão , nas condições declaradas do teste.

Linearidade do Detector — Sinal gerado é proporcional linearmente com a concentração.



DETECTORES

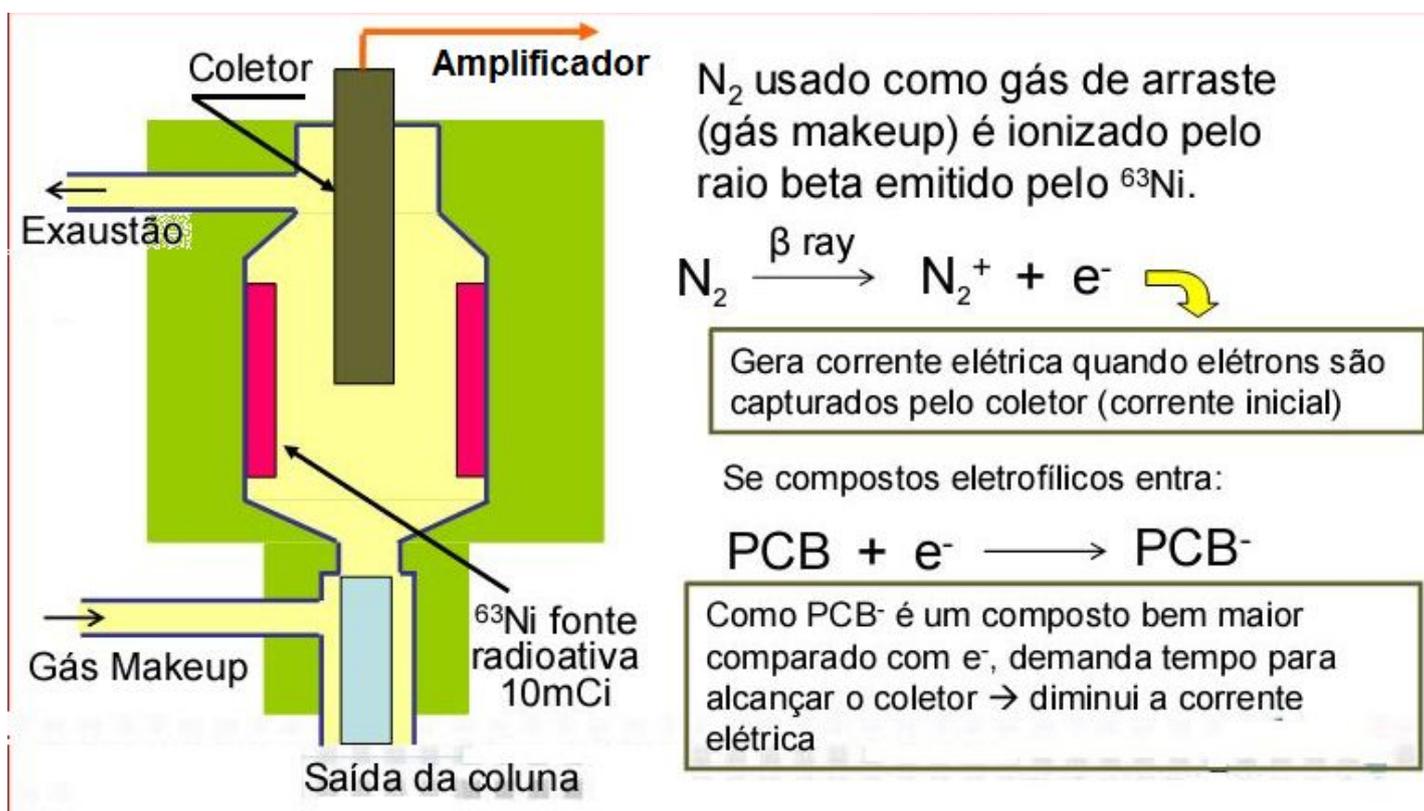
DETECTOR DE CAPTURA DE ELÉTRONS

Introdução

O detector de captura de elétrons foi o primeiro detector seletivo inventado para a cromatografia gasosa. A sua origem foi a partir do Detector de Ionização de Argônio

Esse detector responde muito bem a halogenetos orgânicos, aldeídos conjugados, nitrilas, nitratos o organometálicos. É praticamente insensível a hidrocarbonetos, álcoois e cetonas.

A sensibilidade seletiva a haletos faz com que este detector seja particularmente útil na análise de pesticidas clorados.



Teoria operacional

.Quando o gás de arraste (N_2) passa pelo detector, é ionizado por partículas beta emitidas por fontes de ^3H ou ^{63}Ni .

Os elétrons produzidos neste processo são coletados em um anodo, gerando uma corrente que é amplificada por um eletrômetro, resultando a linha de base.

Moléculas eluindo da coluna, capazes de capturar elétrons, diminuem esta corrente, gerando um sinal proporcional à sua concentração.

DETECTORES

DETECTOR DE CAPTURA DE ELÉTRONS

Teoria operacional (Continuação)

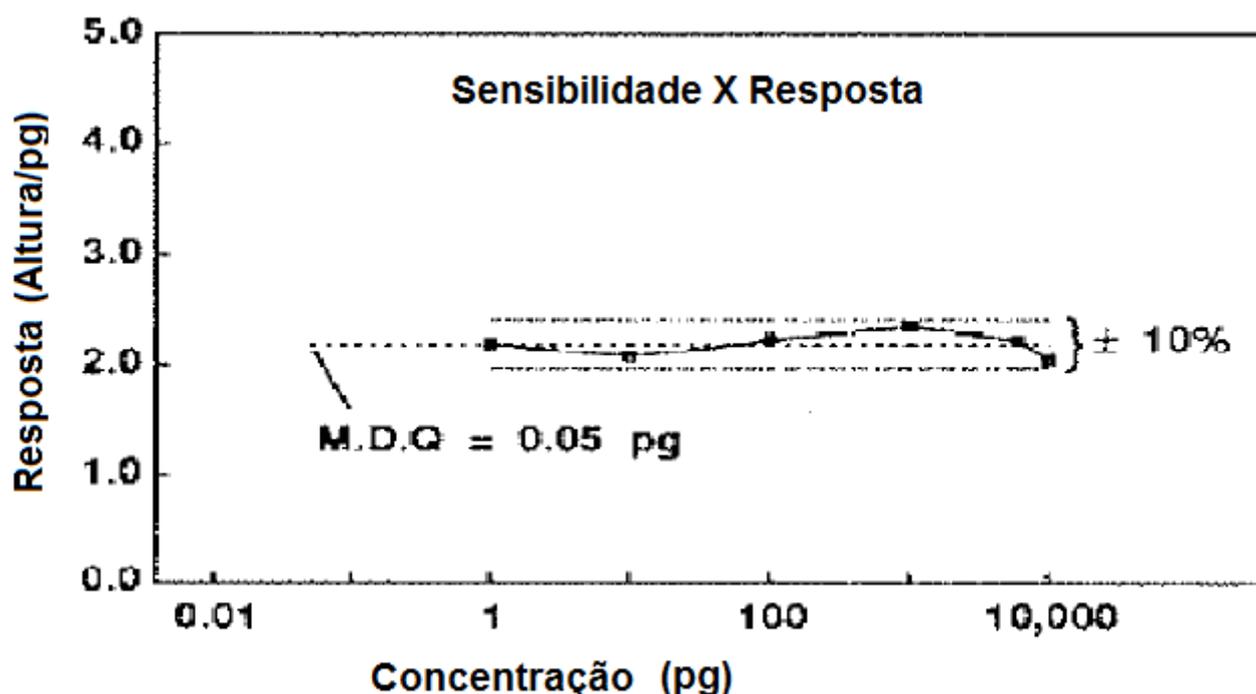
Fontes de ^3H fornecem maiores faixas lineares, no entanto, a sua temperatura máxima de uso é de cerca de 220°C , o que em certos casos pode levar à contaminação do detector, quando da análise de compostos de massa molecular elevada, ou mesmo devido à sangria da coluna.

As fontes de ^{63}Ni podem ser aquecidas a maiores temperaturas (350°C), no entanto, apresentam uma menor faixa linear.

Esta faixa linear reduzida é a grande desvantagem do detector por captura de elétrons, o que, em certos casos, é bastante inconveniente.

O detector por captura de elétrons, geralmente, emprega nitrogênio com alto grau de pureza como fase móvel. Traços de água ou oxigênio afetam a sua sensibilidade e linearidade.

Os fatores que influenciam o mecanismo de resposta desse detector são: temperatura, a eletronegatividade das espécies, a presença de outras espécies e a energia dos elétrons.



Amostra , 0,5 μL Lindane em isoctano;

DETECTORES

DETECTOR DE CAPTURA DE ELÉTRONS

Manutenção direcionada a limpeza , pois é sensível a contaminação vindo da resina que envolve as colunas capilares que contribui com o aumento da linha base do cromatograma. Tendo a necessidade de utilizar adaptadores especiais ou montagens especiais.

Com o uso a célula do ECD deve passar por um processo de limpeza que deve ser conduzido por um técnico ou um operador experiente, consulte seu fornecedor.

Referencia :

“Autosystem GC Hardware Note” , Perkinelmer Maio , 1990

“ Curso de cromatografia” , Perkinelmer , por Gianfranco Polga , Dezembro 2008



Não abra o ECD , acessando a célula interna , o ^{63}Ni é um material Radioativo. Deve consultar o CNEN da sua região sobre normas operacionais.