

Ein verbesserter Flammenionisationsdetektor ohne Beheizung

Von W. LEIPNITZ und H.-G. KÖNNECKE

Mit 2 Abbildungen

Inhaltsübersicht

Es wird ein neuer Flammenionisationsdetektor beschrieben.

Bei den bisher üblichen, von DESTY, ONGKIEHONG, CONDON und KAISER¹⁻⁴) beschriebenen Flammenionisationsdetektoren mußte die äußere Wandung auf Grund ihrer Bauart zusätzlich beheizt werden. Dadurch wurde die Kondensation des bei der Verbrennung gebildeten Wasserdampfes vermieden. Die Beheizung erfolgte durch eine Widerstandsheizung auf der Wandung oder durch Aufsetzen des Detektors auf den Trennsäulenthmostaten, sofern dessen Temperatur genügend hoch war. Die wesentlichste Kondensationsstelle war der massive Deckel, der im Falle des Detektors nach DESTY oder KAISER eine Elektrode trug. Kondensiertes Wasser verschlechterte, wenn es mit den Elektrodenzuführungen in Berührung kam, deren Isolationseigenschaften und bewirkte eine Drift und Unruhe der Nulllinie bzw. ein Absinken der Empfindlichkeit.

Der im folgenden beschriebene FID arbeitet bis zu einer unteren Temperaturgrenze von $+5^{\circ}\text{C}$ ohne zusätzliche Beheizung. Dies ist von besonderem Vorteil, wenn die Betriebstemperatur der Trennsäule unterhalb der Raumtemperatur liegt. Die Hauptmerkmale des verbesserten FID sind:

1. zwei seitlich angeordnete Elektrodendurchführungen und scheibenförmige Elektroden aus Platinblech;

¹) D. H. DESTY, C. H. GEACH u. A. GOLDUP, Gas Chromatography 1960 (hrsg. v. R. P. W. SCOTT) Butterworths, London 1960, S. 46.

²) L. ONGKIEHONG, Gas Chromatography 1960 (hrsg. v. R. P. W. SCOTT) Butterworths London 1960, S. 7.

³) R. D. CONDON, P. R. SCHOLLY u. W. AVERILL, Gas Chromatography 1960 (hrsg. v. R. P. W. SCOTT) Butterworths London 1960, S. 30.

⁴) R. KAISER, H. HOLZHÄUSER u. H. STRUPPE, Freiburger Forschungshefte A 192.

2. ein um die Flamme konzentrierter rascher Luftstrom, der den größten Teil des Wasserdampfes abführt;

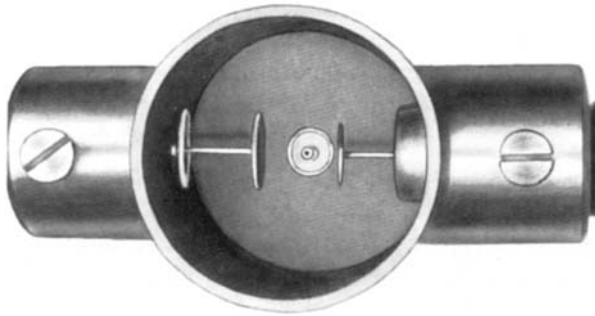


Abb. 1. Blick in den geöffneten FID

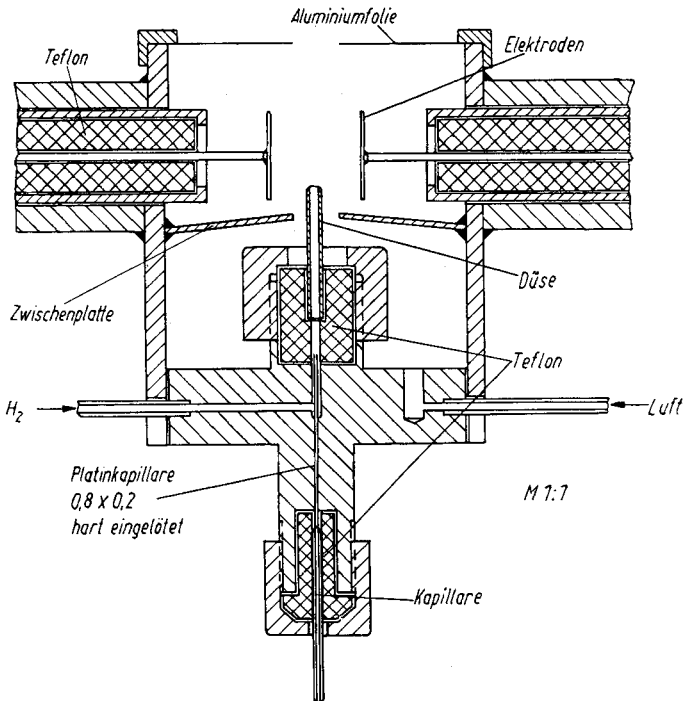


Abb. 2 Längsschnitt des neuen FID

3. ein Deckel aus 40 μ starker Aluminiumfolie, der in der Mitte mit einem Loch von 4mm \varnothing versehen ist, durch das die Verbrennungsgase ausströmen.

Der Vorteil seitlichdurchgeführter Elektroden besteht in einer stets gleichbleibenden Entfernung voneinander und der starren Stellung zur Flamme. Die Elektroden werden so nur durch Strahlung erwärmt, nicht durch heiße Verbrennungsgase. Eine gute Nulllinienstabilität ist die Folge. Um die Flamme zu entzünden, wird nur der Deckel abgenommen, die Düse ist dann leicht zugänglich (s. Abb. 1).

Eine gleichmäßige Verteilung der Luft über den ganzen Detektorquerschnitt ist nicht nötig, da die Luft durch die Flamme in der Mitte mit großer Geschwindigkeit angesaugt und über der Flamme vom Deckel seitlich abgelenkt wird. Es entsteht so eine Luftströmung nach der Flamme hin, die eine gleichmäßige Verteilung der Luft über den ganzen Querschnitt der Zelle zunichte macht. Deshalb wird durch einen Zwischenboden in der Zelle die Luft auf eine kleine Fläche von etwa 6 mm \varnothing rings um die Düse konzentriert und beschleunigt. Wie bereits erwähnt, befindet sich oberhalb der Flamme im Deckel eine Öffnung, durch die der heiße Luftstrom sofort abziehen kann. Hierbei wird der Deckel aus Aluminiumfolie auf etwa 100°C erhitzt und dadurch die Kondensation von Wasserdampf verhindert. Die Abb. 2 zeigt einen Durchschnitt in der Längsrichtung der Zelle.

Leipzig, Institut für Verfahrenstechnik der organischen Chemie, Forschungsgemeinschaft der naturwiss., techn. und med. Institute der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin.

Bei der Redaktion eingegangen am 12. Februar 1962.