

Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes)

N. G. Boggio, P. Alonso Castillo, J. J. Ortiz, A. Lamagna, A. Boselli, y C. A. Rinaldi*¹

Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CAC Av. Gral Paz 1499 San Martín, Buenos Aires.
e-mail: rinaldi@cnea.gov.ar

En este trabajo se presenta el desarrollo de un IMS (Ion Mobility Spectrometer) caracterizado por contar con la aplicación de un campo eléctrico perpendicular al flujo de iones generados mediante una descarga tipo corona. La espectrometría por movilidad iónica (IMS) es una técnica para detectar y caracterizar vapores orgánicos en aire. En este Instituto se ha desarrollado un sistema IMS para la detección de compuestos orgánicos y se lograron establecer las condiciones óptimas de trabajo para su funcionamiento. Además, se están realizando los estudios correspondientes para determinar los límites de detección y la sensibilidad del sistema, como así también su aplicación a drogas, explosivos y contaminantes orgánicos.

This paper presents the development of an IMS (Ion Mobility Spectrometer) based on the application of an electric field perpendicular to the flow of ions generated by corona discharge. Ion Mobility Spectrometry (IMS) is a technique for detecting and characterize organic vapors in air. This Institute has developed an IMS system for the detection of organic compounds and is able to establish the optimal conditions of work for its operation. In addition, they are conducting studies to determine the limits of detection and sensitivity of the system, as well as its application to drugs, explosives and pollutants.

I. INTRODUCCIÓN

La espectrometría por movilidad iónica (IMS) es una técnica apropiada para localizar y caracterizar vapores orgánicos en el aire. Esto comprende la ionización de las moléculas y su posterior vuelo a través de un campo eléctrico. El análisis y caracterización de las moléculas se basan en el análisis de la separación debida a las movilidades iónica de las mismas [1,2]. La espectrometría de movilidad iónica para la detección in situ en aplicaciones militares, la seguridad y el medio ambiente ha generado un gran interés en este ámbito de la investigación.

La ionización pulsada por descarga tipo corona (PCDI) como fuente de iones para la espectrometría de movilidad ha demostrado una alta eficiencia para producir iones, y también, permite eliminar las típicas de puertas pulsadas en los equipos IMS [3]. Por otra parte, el pulso de iones generados por este método es bastante estable y la variación de la intensidad observada se relaciona con las características de la descarga pulsada. Estas características de la PCDI nos permitieron utilizar esta técnica como una fuente de ionización en este trabajo. Por otro lado, el método de aspiración aplicado en el campo de los IMS representa una ventaja técnica sobre las tradicionales tubos de vientos de los dispositivos IMS [4]. En esta técnica la muestra de un gas se introduce directamente en el dispositivo sin un gas portador, luego es ionizado, y los iones resultantes

se miden en una celda con un electrodo y una matriz compuesta por varios pares de electrodos dispuestos como condensador. Este tipo de dispositivo está disponible comercialmente a través de Envirionics Oy, una empresa de Mikkeli, Finlandia. Estos conceptos fueron utilizados por Wexler y colaboradores [5] para desarrollar un espectrómetro de movilidad con un flujo cruzado de iones. El prototipo desarrollado utiliza ⁶³Ni como fuente de ionización y las constantes de movilidad de iones obtenidas están en buen acuerdo con las que se obtienen con los IMS convencionales.

II. MÉTODOS

Experimental

Se diseñó un sistema para generar y detectar iones de acuerdo al esquema mostrado en la Figura 1. El mismo está compuesto por 1) generador de descarga de alto voltaje pulsado, 2) sistema de generación de iones descarga tipo corona, 3) acondicionador de la muestra de entrada, 4) medidor de flujo de gas portador y 5) detector de iones. Las señales generadas por el arribo de los iones fueron amplificadas y posteriormente adquiridas mediante un osciloscopio digital conectado a una PC.

* Autor a quién debe dirigirse la correspondencia.

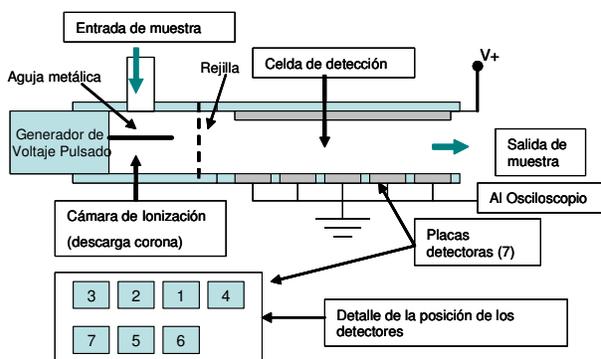


Figura 1: Esquema del IMS desarrollado.

III. Discusión

La celda de IMS fue diseñada basándose en el modelo descrito por Sacristán y Solís [4] y que consiste en dos placas de circuito impreso (PCB) enfrentadas con una separación de 2mm. La placa superior de referencia es un PCB de 11.0mm X 11.0mm y la placa inferior colectora de iones consta de una matriz de 7 electrodos de Cu de 2mm por 2mm con una separación entre cada uno de ellos de 1 mm, también montado en un PCB (ver figura 1). Como gas portador se utiliza N₂ seco (Indura, 99,998%, H₂O ≤ 3ppm) para evitar los problemas originados por la humedad del aire. El caudal de gas es medido por medio de un caudalímetro Brooks 6-65B. Se hizo pasar la corriente de N₂ a través de una trampa con un algodón humedecido con la mezcla de los compuestos orgánicos a ser analizados. El caudal de gas se mantiene constante a 236 cm³/s, arrastra la muestra que pasa por un tubo de vidrio termostatzado a 298 K y luego se ioniza por medio del sistema de PCD. La descarga corona se produce homogéneamente en toda la longitud de la aguja. Debido a que durante dicha descarga pulsada se producen ocasionalmente disrupciones en diversos puntos, esto genera ruido en la medición, entonces se tomaron las señales sobre un promedio de 256 lecturas obteniéndose una señal estable, de modo de minimizar dicho efecto y aumentar la relación señal / ruido. Los iones generados son impulsados por la descarga eléctrica y pasan a través de una rejilla metálica puesta a tierra hacia la celda IMS. La rejilla disminuye los efectos del ruido eléctrico generado por la descarga sobre los electrodos colectores. Cada electrodo se conecta a una resistencia de 3,2 MΩ y la señal eléctrica generada por los iones se mide por medio de un osciloscopio Instek GDS 810S controlado con una PC. La disposición espacial de los electrodos permite obtener una distribución espacial de los iones que llegan a cada uno. Esta distribución es particular para cada molécula ionizada generando una "huella digital" como la que se muestra en la Figura 3. Las señales obtenidas dependen fuertemente de la composición del gas, el contenido de agua en la muestra (prácticamente nulo ya que se usó N₂ con menos de 3ppm de agua) la temperatura (298K) y el campo eléctrico aplicado entre las placas (250 V/ cm). Estas

variables se han medido cuidadosamente, a fin de establecer las condiciones óptimas de medición.

Para campos eléctricos (E) de baja intensidad como el utilizado en nuestro dispositivo, la velocidad de vuelo (drift) de los iones (v_d) es proporcional a la intensidad del campo:

$$v_d = K E$$

donde K es la constante de movilidad que depende de la presión, temperatura, masa y sección eficaz de colisión de los iones. Entonces, diferentes movilidades iónicas corresponden a diferentes tiempos de vuelo:

$$t_d = d / v_d = d / K E = d^2 / K V \quad (1)$$

donde d es la distancia recorrida por los iones en el tiempo t_d.

En nuestro sistema las señales obtenidas se encuentran en un intervalo entre 20 y 80 microsegundos, para una distancia de 6mm que es la separación entre la aguja y la rejilla. La descarga tiene una duración de 20 microsegundos con un pico de 5kV. Los iones generados sufren una aceleración durante aprox. 10 microsegundos por la acción de un potencial promedio de 3kV. El campo eléctrico generado es de 5000 V/cm. Aplicando la ec.1 se transformaron las señales originales de intensidad en función del tiempo de vuelo de los iones (I vs. t_d) para obtener un espectro de movilidades iónicas de los fragmentos de cada uno de los tres compuestos analizados que se presenta en la Fig.2.

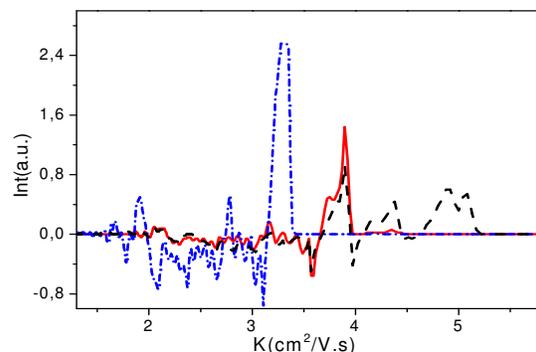


Figura 2: Señales obtenidas por el IMS para (---) tolueno, (—) acetona (— · —) etanol.

Como podemos observar, las distribuciones obtenidas son diferentes para cada uno de los tres compuestos. En la tabla 1 se comparan los valores de la constante de movilidad de los picos de mayor intensidad con los valores de bibliografía.

Tabla 1

| Comp. | K obtenido (cm ² / sV) | K (Bibliografía) [6] (cm ² / sV) |
|---------|-----------------------------------|---------------------------------------------|
| Acetona | 3,90 | 2,13 |
| Etanol | 3,88 | 2,06 |
| Tolueno | 3,31 | 1,87 |

Comparando los valores se observa que se conserva el orden de las movilidades para cada compuesto. Sin embargo las K obtenidas son mayores que las tabuladas. Esto se puede explicar por el hecho de que los iones generados por la descarga incrementan su energía cinética debido al potencial que experimentan durante un instante posterior al pico de 5Kv. Este aumento de energía se traduce en una disminución de la sección transversal de colisión y por la definición de la constante de movilidad iónica K [2], en un aumento de la misma. Para mejorar la sensibilidad y hacer la identificación de cada uno de los compuestos, se realizó la integración numérica del promedio de la señal de cada detector. En la Figura 3 se presentan los resultados de la señal integrada en función de los detectores. En este caso es posible observar como cada solvente presenta una *huella digital* distinta, dentro del error experimental generada a partir de la combinación de los 7 sensores.

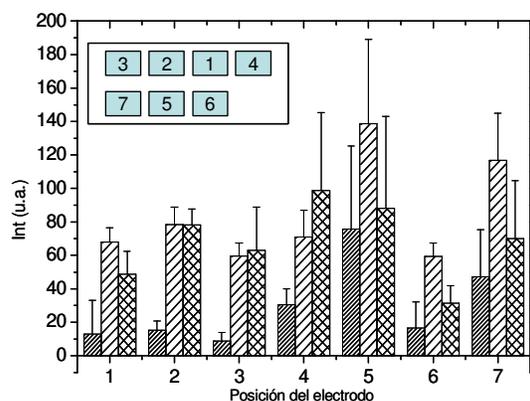


Figura 3: Señal integrada de (//) tolueno, (//) acetona y (⊗) etanol en función de cada detector

La falta de simetría en la distribución de los iones sobre los electrodos puede deberse a la posición de la aguja ionizadora. Por este motivo un nuevo trabajo se está llevando a cabo mediante programas de simulación para determinar este comportamiento.

El sistema desarrollado permite distinguir los tres compuestos estudiados y además ha sido posible detectar hasta 1000 ppm de acetona en una solución de tolueno. Los resultados obtenidos son muy prometedores y permiten establecer las bases para realizar el desarrollo de un IMS para detección de compuestos orgánicos *in situ*.

IV. Conclusión

Se desarrolló un sistema IMS para la detección de compuestos orgánicos y se establecieron las condiciones óptimas de trabajo. Los resultados obtenidos permiten discriminar entre compuestos orgánicos de distintas movilidades iónicas de acuerdo a la bibliografía. Los límites de detección y la sensibilidad del sistema que podrían alcanzarse, permitirán utilizar este sistema para su potencial aplicación a la detección de drogas, explosivos y contaminantes orgánicos.

V. Referencias

- 1-T.W.Carr, Plasma Chromatography (Plenum , New York,1984).
- 2- G.A.Eiceman , Z. Karpas , Ion Mobility Spectrometry (Chemical Ruber , Boca Raton , FL , 2005)
- 3- An, Yuan, Aliaga-Rossel, R., Choi, P., Gilles, J. P. Rev. Scien. Inst. 76, 085105, 2005.
- 4- Solis, A. A. and Sacristán E. Rev. Mex. Fis. 52 (4), 322-328, 2006
- 5- Zhang Mang and Wexler, S. A., Int. Jour. Mass Spect. 258, 13-20, 2006
- 6- N.Agbonkonkon et al. , Analytical Chemistry 76, 5223 – 5229 , 2004 .

Agradecimientos

Los autores agradecen al Dr. Salvador Ortiz por sus aportes en la discusión de este trabajo.