

Cromatografía de gases

Introducción En general, los métodos para el análisis químico son en el mejor de los casos selectivos, pocos si es que los hay son verdaderamente específicos. En consecuencia, la separación del analito de las posibles interferencias es a menudo una etapa de vital importancia en los procedimientos analíticos. Si a mediados del siglo XX, las separaciones analíticas se llevaban a cabo mediante procedimientos clásicos como precipitación, destilación y extracción, hoy día sin embargo, las separaciones analíticas se realizan en la mayoría de los casos por cromatografía. La cromatografía es un método de separación que tiene aplicación en todas las ramas de la ciencia y es frecuentemente empleado en la industria como testigo de procesos industriales. Por ejemplo industrias químicas, petroquímicas y farmacéuticas emplean la cromatografía como técnica de determinación y control de compuestos orgánicos originados en su proceso. Por otra parte, esta técnica del mismo modo es utilizada como medida de control medioambiental: contaminantes aromáticos en aire, en agua, detección y medida de pesticidas, etc, etc.

Principios y elementos básicos de la cromatografía de gases

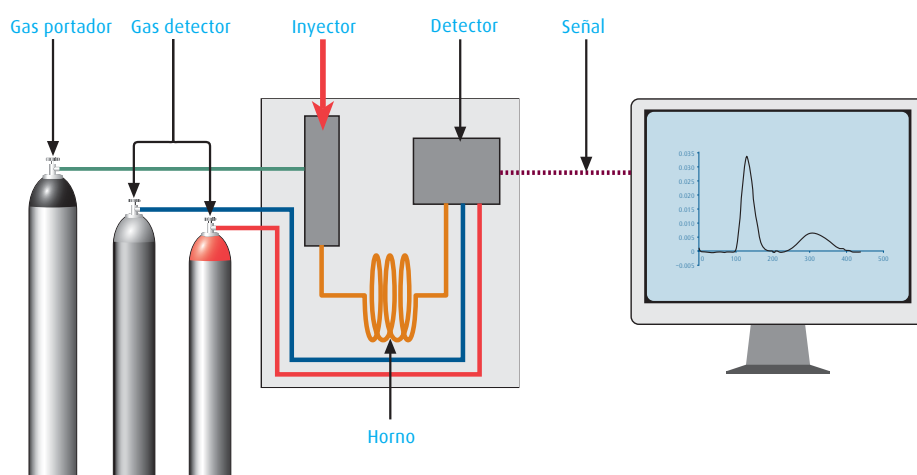
La **cromatografía** de gases es una técnica analítica que permite separar mezclas de compuestos fácilmente volatilizables y térmicamente estables en sus componentes individuales. En todas las separaciones cromatográficas, la muestra se desplaza con una fase móvil, a través de una fase estacionaria con la que es inmisible fijada a una columna o a una superficie sólida. Las dos fases se eligen de tal forma que los componentes de la muestra se distribuyan de modo distinto entre ambas. Aquellos componentes fuertemente retenidos por la fase estacionaria se mueven lentamente con el flujo de la fase móvil; por el contrario, los componentes que se unen débilmente se mueven con rapidez. Como consecuencia de la distinta movilidad, los componentes de la muestra se separan en bandas que pueden identificarse cualitativa y/o determinarse cuantitativamente. La clasificación más frecuente en cromatografía, la marca el tipo de fase móvil, en este sentido la cromatografía de gases emplea como fase móvil un gas.

En **cromatografía de gases (CG)**, la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de gas inerte, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito cuya única función es la del transporte de este a través de la columna. En este punto se produce la separación de los componentes de la mezcla, que finalmente son determinados gracias a un detector que amplifica la señal integrándola y dando lugar a los resultados analíticos.

Existen fundamentalmente dos tipos de cromatografía de gases:

Cromatografía Gas-Sólido (CGS) cuya fase estacionaria es un sólido y el tipo de equilibrio con la fase móvil es una adsorción.

Cromatografía Gas-Líquido (CGL) cuya fase estacionaria es un líquido adsorbido sobre un sólido, el equilibrio lo marca el coeficiente de reparto.



ELEMENTOS BÁSICOS DE LA CROMATOGRAFÍA DE GASES

Sistema de inyección de la muestra

La eficacia de la columna requiere una muestra de tamaño adecuado. La inyección lenta de muestras demasiado grandes provoca un endanchamiento de las bandas y una pobre resolución. El uso de microjeringas para la inyección de muestras líquidas o gaseosas a través de un septum es el método más eficaz. La muestra pasa a una cámara de vaporización instantánea situada en la cabeza de la columna.

Gas portador

Los gases portadores cuya única función es la de transportar el analito a través de la fase estacionaria, deben ser químicamente inertes y no reaccionar ni con los analitos a determinar ni con la fase estacionaria de la columna. Comúnmente se utiliza el **helio**, el **nitrógeno** y el **hidrógeno**. La elección del gas portador queda determinada no sólo por el tipo de detector a utilizar sino por la eficiencia de la separación, así como por su velocidad. En este sentido el hidrógeno al tener la más baja viscosidad de todos los gases propuestos proporciona una alta movilidad originando tiempos de análisis cortos. Sin embargo es el helio el que proporciona en la mayoría de los casos las mejores resoluciones, y es el más usado. Otro punto a tener presente en la elección del gas portador, es su pureza. Impurezas como hidrocarburos originan ruido en la línea base disminuyendo la sensibilidad y los límites de detección de la separación. De igual modo, trazas de agua y oxígeno pueden descomponer la fase estacionaria y con ello la destrucción prematura de la columna. Con el suministro del gas se encuentran asociados los materiales necesarios para la correcta incorporación de los gases al cromatógrafo (reguladores de presión, manómetros y caudalímetros).

Configuración de la columna y del horno

En CG se emplean dos tipos de columnas, las empaquetadas y las capilares. Estas columnas varían desde 2 a 50m de longitud están construidas en acero inoxidable, vidrio, sílice fundida o teflón. La temperatura de la columna es una variable importante para un trabajo preciso, por ello se introduce en el interior de un horno de temperatura controlada. La temperatura óptima de la columna depende del punto de ebullición de la muestra y del grado de separación requerido. Para muestras cuyo componentes presentan un amplio intervalo de temperaturas de ebullición, a menudo es conveniente emplear una programación de temperaturas. En general, la resolución óptima se asocia con una temperatura mínima; en contrapartida la reducción de temperatura produce un aumento en el tiempo de elución, y por tanto el tiempo que se necesita para completar el análisis.

Detectores

Las características de un detector ideal deben ser las siguientes: Adecuada sensibilidad, buena estabilidad y reproducibilidad, respuesta lineal, amplio intervalo de temperatura de trabajo, tiempo de respuesta corto, alta fiabilidad y manejo sencillo y no destructivo. A día de hoy, no existe un detector que reúna todas estas características.

Por el contrario existen en la actualidad un gran número de detectores cuya elección depende del tipo de componente a determinar. Los más comunes son: Detector de Ionización de Llama (**FID**), Detector de Conductividad Térmica (**TCD**), Detector de Captura Electrónica (**ECD**), Detector de Nitrógeno/Fósforo (**NPD**), Detector de Quimioluminiscencia del Azufre, Detector de Emisión Atómica (**AED**), Detector Termiónico (**TID**), Detector Fotométrico de Llama (**FPD**), Detector de Fotoionización (**PID**), etc.

Los detectores por lo general necesitan de gases auxiliares de alta pureza para su buen funcionamiento, independientes de los gases portadores. De este modo FID, NPD y FPD necesitan una mezcla de aire sintético e hidrógeno para crear la llama, ECD funciona con una mezcla de metano en argón o nitrógeno. Los TCD emplean los mismos gases portadores del sistema. En la siguiente tabla se representan los gases portadores y de detección necesarios para cada uno de los detectores empleados en CG.

Esquema básico de gases portadores y de detección en CG.

Detector	Gas portador / Gas detector					
	H ₂	He	Ar	N ₂	CH ₄ /Ar	Aire sintético
FID	■ ●	■		■		●
TCD	■ ●	■ ●	■ ●	■ ●		
ECD		■		■ ●	●	
FPD	●	■				●
NPD	■ ●	■	■	■		●
PID		■ ●		■ ●		■
		■ Gas portador			● Gas detector	



Abelló Linde, S.A.

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

E-mail: info@abellolinde.com • www.abello-linde-sa.es