



Gases de proceso para aplicaciones analíticas

Análisis es el arte de separar una sustancia en sus componentes y realizar deducciones cualitativas y cuantitativas acerca de la misma

La gama de aplicaciones de los métodos analíticos es extremadamente diversa. Tanto si se emplean para monitorizar la calidad de los alimentos, para probar los motores en la industria del automóvil, como para controlar los procesos en la industria química o farmacéutica, en medicina, metalurgia o monitorización medioambiental. Los métodos analíticos se utilizan en todas partes para el control de procesos, la verificación de la calidad o incluso para comprobar el cumplimiento de normativas.

Métodos analíticos - el gas correcto para cada propósito

El campo especializado del análisis de gas en la química analítica inorgánica y orgánica ha sufrido un gran desarrollo durante los últimos treinta años: a principios de los años 70, la absorción clásica volumétrica y los métodos titrimétricos eran prácticas industriales comunes y la cromatografía de gases era aún una rareza. Hoy en día, se le da preferencia a los métodos analíticos que emplean instrumentación. Dependiendo de la aplicación, se han establecido diversos métodos. Por ejemplo, la cromatografía de gases y los análisis empleando monitores NDIR se prefieren ahora en la monitorización medioambiental o

control de proceso, mientras que la espectrometría de erosión con chispa se ha popularizado en la industria metalúrgica. Muchos de estos métodos requieren gases o mezclas de gases de pureza máxima para trabajar también como los gases de referencia de alta precisión para propósitos de calibración. Los límites de detección, la precisión analítica alcanzable y la fiabilidad de los resultados dependen a menudo de la calidad de los gases empleados.

Messer ofrece una amplia variedad de gases de alta pureza, mezclas estándar y mezclas de gases bajo pedido que satisfacen todos los criterios requeridos. Para los gases de alta pureza, se especifican los niveles de impurezas típicas indeseables (normalmente H_2O , O_2 y/o N_2 , hidrocarburos y $CO+CO_2$). El grado de pureza se resume mediante el punto de notación generalmente utilizado, por ejemplo Helio 6.0 si la suma de las purzas especificadas es inferior a 1 vpm (véase la información de "gases puros"). Cuando elija un gas adecuado, la "correcta" pureza del gas así como el necesario sistema de suministro de gas debe tener en cuenta todas las condiciones límites en relación con esa aplicación en particular.

A continuación se describen los métodos analíticos más utilizados y sus requisitos específicos en relación con sus gases de proceso.

Cromatografía de gases



La cromatografía de gases se utiliza para analizar mezclas de gases o de sustancias líquidas volátiles. La muestra preparada se aplica a una columna denominada de cromatografía mediante un dispositivo de inyección o un circuito de muestra. Las sustancias individuales interactúan con el material en la columna de una forma característica. Entonces, un gas portador transporta las sustancias individuales por la columna a distintas velocidades dependiendo de la intensidad de esta interacción. Debido a los tiempos relativamente cortos de análisis, el helio se utiliza generalmente como gas portador; también se puede utilizar el nitrógeno o el hidrógeno. La pureza aconsejable del gas portador depende de la naturaleza y concentración de la sustancia a detectar.

En la parte inferior de la columna, las sustancias individuales de la muestra son indicadas por un detector adecuado. La cantidad de gases de operación requeridos además del gas de prueba depende directamente de los objetivos y del tipo de detector.

En principio, un detector de conductividad térmica (**TCD**) puede detectar todas las sustancias. Sin embargo, sus límites de detección están en el rango ppm a porcentaje (%). No hay necesidad de otros gases de proceso sino de un gas portador de nivel de pureza 5.0 o mayor.

Un detector de ionización de llama (**FID**) puede detectar todas las sustancias combustibles excepto el hidrógeno. Requiere una pureza de hidrógeno del 5.0 al 6.0 y aire, libre de hidrocarburos, para alimentar la llama. En la industria del automóvil, se suele emplear una mezcla de helio e hidrógeno (60:40) en lugar de hidrógeno puro. El límite de detección de hidrocarburos está generalmente situado en lo más alto de la escala ppb.

Un detector de captura de electrones (**ECD**) es particularmente sensible para la detección específica de compuestos halogenados con un límite de detección en la escala sub-ppb. Para este detector, ofrecemos gases especiales de "pureza ECD" con un nivel específico de impurezas de hidrocarburos halogenados de menos de 1 vpb. Además del gas portador, normalmente helio "ECD" o nitrógeno "ECD", es necesario un "gas de apoyo" para operar este detector. Este gas se emplea para limpiar el detector de cualquier contaminante que pudiera adherirse al cátodo. Una mezcla del 5% o 10% de metano en argón (ECD) así como nitrógeno de grado ECD han demostrado su eficacia.

Detector	Gases portadores	Gases de operación	Impurezas no deseables	Purezas de gases por campo de medición		
				< 100 ppb	< 10 ppm	> 10 ppm
TCD	H ₂ , He, Ar, N ₂		H ₂ , O ₂		5.5	5.0
FID	H ₂ , He, N ₂	H ₂	HC, CO	6.0	5.5	5.0
		aire sintético		libre de HC		
ECD	H ₂ , He, N ₂	N ₂ , Ar/CH ₄	HCF, SF ₆	grado ECD		
FPD	H ₂ , He, N ₂	H ₂	HC, CO	6.0	5.5	5.0
		aire sintético		libre de HC		
PID	He		H ₂ , O ₂	7.0 - 6.0	6.0	
DID	He		H ₂ O, O ₂ , HC CO, CO ₂ , HCF	7.0 - 6.0	6.0	6.0
AED	He			6.0	6.0	
	N ₂			6.0	5.5	
	H ₂ , O ₂			5.0	5.0	
	CH ₄			4.5	4.5	
MSD	He		H ₂ O, O ₂	7.0 - 6.0	6.0	

Ciertos detectores pueden utilizarse para la detección específica de sustancias individuales, por ejemplo un detector fotométrico de llama (**FPD**), un detector de foto-ionización (**PID**), un detector de emisión atómica (**AED**) o un detector de descarga foto ionizante (**DID**). La tabla resume los requisitos de los gases de prueba y de proceso requeridos por diversos detectores dependiendo del rango de concentración.

Espectrometría de emisión atómica

La espectrometría de emisión atómica (**AES**) puede utilizarse para analizar muestras que contengan metales. La energía absorbida ioniza y excita los componentes metálicos de la muestra. Los iones excitados remiten la energía absorbida con una longitud de onda que es característica de cada metal. La intensidad de esta emisión está directamente relacionada con la concentración. Los diversos métodos se diferencian de acuerdo con el tipo de excitación.

Si la excitación ocurre en una llama, esto se denomina **fotometría de llama**. Esto se utiliza frecuentemente para los metales alcalinos y los metales alcalinos féreos. El propano 2.5 o el acetileno 2.6 se emplea como gas combustible.

Espectroscopia ICP (plasma unido por inducción) se basa en un principio similar. Sin embargo, se trata esencialmente de un método para cualquier propósito que puede utilizarse para detectar casi todas las sustancias. La inducción de alta frecuencia se utiliza para generar un plasma de argón que transfiere la energía a los componentes de la muestra.

Las emisiones son características de la sustancia y son directamente proporcionales a la concentración. La pureza del argón utilizado para ello juega un papel decisivo porque el oxígeno y el agua en una concentración de unos pocos ppm en el plasma podrían conducir a reacciones secundarias indeseables. Los componentes individuales de la muestra podrían estar por lo tanto en forma de óxidos o hidróxidos en vez de su forma reducida. Por lo tanto, recomendamos el uso de Argón 4.8 o, incluso mejor, "Argón para espectrometría".

También se pueden determinar los elementos en las aleaciones metálicas mediante **espectrometría de erosión con chispa**, un procedimiento analítico utilizado en la fabricación del acero y en procesos de fundición. Similar a la espectroscopia ICP, se emplea una descarga de un gas eléctrico para generar un plasma de argón que ioniza los átomos componentes de la superficie de la muestra de metal. Esto produce una chispa al evaporarse la sustancia. La radiación emitida es característica de los elementos individuales y su intensidad es también una medida directa de su concentración. Tal y como en el método ICP, la presencia de oxígeno y agua perturban las mediciones sensibles. Por lo tanto, se ha desarrollado un grado especial, "Argón para espectrometría" que ha reducido los niveles de impurezas del oxígeno y la humedad. Los límites de la detección pueden mejorarse si se utilizan los cartuchos de purificación Oxisorb e Hydrosorb (véase la información sobre "Purificación del Gases"). Una mezcla de argón e hidrógeno puede emplearse como un agente reductor, permitiendo la detección de cualquier óxido presente.

Espectrometría de erosión con chispa: manchas en muestras metálicas



Espectroscopia por absorción atómica

La espectroscopia por absorción atómica (**AAS**) es una forma modificada de fotometría de llama. La radiación de una fuente de luz espectral de un elemento específico pasa a través de una muestra que ha sido disociada térmicamente en átomos y se mide la atenuación de la intensidad de la radiación debido a la absorción. La atenuación de la intensidad es una medida de la concentración del metal respectivo en la muestra.



Espectrómetro de masa para el análisis de pureza de los gases

De acuerdo con el tipo de excitación se diferencian diversos métodos.

En la **llama AAS**, la muestra es atomizada con una llama. Esto requiere gases adicionales de combustión y oxidación. Una llama producida a partir del acetileno (pureza 2.6) y aire (a aprox. 2.400 °C) suele ser suficiente para el análisis de la mayoría de los metales. Para aquellos metales que forman óxidos muy estables, tales como cromo o vanadio, se utiliza el protóxido de nitrógeno como gas de oxidación. Este produce una llama muy caliente (aprox. 2.800 °C) que puede descomponer estos óxidos metálicos. En el caso de los metales alcalinos más ligeros o metales alcalinos férricos, la mejor fuente de energía es a menudo un "enfriador" de llama (aprox. 2.100 °C) producido a partir de hidrógeno 5.0 y aire.

En un **alto horno de conducción de grafito**, la energía requerida (hasta aprox. 3.000 °C) es producida eléctricamente. El argón (de pureza 4.8 o mayor) o las mezclas de argón e hidrógeno se utilizan como gas inerte para evitar la oxidación de la conducción de grafito.

Espectroscopia FTIR y NDIR

La **espectroscopia** de la escala UV a la IR se utiliza a veces para analizar mezclas de gases. Los monitores NDIR son especialmente



Espectrómetro FT-IR con célula de larga trayectoria

indicados para el análisis del monóxido de carbono o dióxido de carbono en los gases de escape de los automóviles. En general, para la **espectroscopia de infrarrojos**, se ha establecido el método FT-IR utilizando celdas de gas de larga trayectoria con longitudes de trayectoria variables, si es necesario. Se están haciendo cada vez más famosas las nuevas técnicas de espectrometría que usan láser sintonizables.

Casos muy especializados incluyen el **método quimioluminiscente** para determinar óxidos de nitrógeno NO/NO_x y espectrometría de emisión en el rango visible/UV con excitación de plasma para analizar la pureza de los gases reactivos.

El uso del **espectrómetro de masa** para analizar gases es ahora rutinario, incluso en operaciones estándares para monitorizar por ejemplo en tanques o plantas de fraccionamiento de aire o incluso para el llenado con gases de alta pureza. El método de ionización más utilizado es la ionización con impacto de electrones; un caso especial es la ionización a presión atmosférica para medir las trazas ultrafinas en los gases de alta pureza así como la ionización con plasmas unidos por inducción, los cuales, como espectrometría de emisión, pueden utilizarse para análisis sensibles de metales en gases reactivos.

Método	Uso del gas	Gas
Espectrometría de emisión atómica (AES)		
Fotometría de llama	Gas de combustión	Propano 2.5, Acetileno 2.6
	Gas de oxidación	Aire sintético
Espectrometría ICP	Gas de plasma/ Gas portador	Ar 4.8, Ar para espectrometría
Espectrometría con chispa de erosión	Gas de plasma	Ar 4.8, Ar para espectrometría, Mezclas de Ar/H ₂
Espectrómetro de absorción atómica (AAS)		
Llama AAS	Gas de combustión	Acetileno 2.6, H ₂ 5.0
	Gas de oxidación	Aire ambiental, Aire sintético, O ₂ , N ₂ O 2.5
AAS con tubo de grafito	Gas inerte	Ar > 4.8, Mezclas de Ar / H ₂
Cámara de ionización	Gas de llenado	5 / 10 Vol.% CH ₄ en Ar (gas P5 o P10)

Medición de radioactividad

Las mezclas de gases especiales para el llenado de contadores Geiger-Müller permiten medir la radiación nuclear. Generalmente se emplean mezclas de gases con un 5 o 10% vol. de metano en argón. La pureza del gas es también un prerrequisito para un funcionamiento fiable de los sistemas de medición empleados. Es particularmente importante que contengan solamente las trazas más pequeñas de impurezas electro-negativas (por ejemplo, hidrocarburos halogenados).

Gases de calibración

Todos los métodos analíticos se ven afectados en diversos grados por impurezas indeseables, tales como oxígeno o agua. Además, otros componentes indeseables pueden elevar la línea cero o el ruido y por lo tanto desplazar el límite de detección. Por lo tanto, los gases empleados tienen una pureza mínima del 5.0 (99.999% vol.) o, aun mejor, 6.0 (99.9999% vol.). Si fuera necesario, se pueden eliminar ciertas impurezas del flujo de gas en el "punto de uso" mediante los adecuados procesos de purificación (ver la información separada "Purificación de Gases").

Gases auxiliares

Además de los gases puros y las mezclas de gases requeridos para operar directamente el equipo o los analizadores, se utiliza también una variedad de otros gases en las aplicaciones analíticas. Por ejemplo, los detectores especiales necesitan enfriarse con nitrógeno líquido o incluso helio líquido (resonancia magnética nuclear, NMR), los sistemas ópticos se suelen purgar con nitrógeno puro y también se utilizan algunos gases en preparación de muestras. Messer ofrece, no sólo asesoramiento competente sino también todos los gases necesarios en la pureza requerida. Por ejemplo, tenemos un grado especial para la extracción con dióxido de carbono súper crítico (SFC), denominado CO₂ SFC, opcionalmente también con helio.

La mayoría de los métodos de análisis empleados son generalmente métodos comparativos. Esto significa que el analizador debe ser calibrado antes de llevar a cabo los análisis cuantitativos. El análisis de gas normalmente se lleva a cabo midiendo un gas cero, así como uno o más gases de calibración con una composición definida. También producimos las mezclas de gas de alta precisión utilizadas para esto, personalizadas de acuerdo con las necesidades particulares de la tarea analítica con la tolerancia y precisión deseada en nuestras plantas de producción de gases especiales (véase la información sobre "Mezclas de Gases").



Central de suministro de gas

Empleo de gases

La utilización de gases requiere que el usuario tenga un gran cuidado por motivos de seguridad y calidad. Sólo el empleo de los sistemas de suministro de gas apropiados puede asegurar que la calidad del gas no se vea afectada durante su paso del envase al punto de uso. Allí donde sea posible, recomendamos la instalación de una central de suministro de gas que permita tener conectadas las botellas de gas fuera del laboratorio. Estos gases pueden ser suministrados posteriormente a través de tuberías adecuadas al laboratorio para que estén disponibles en el punto de uso. Nuestro servicio de asesoramiento al cliente está disponible para ayudar y asesorar (véase la información sobre "Sistemas de Suministro de Gases").

El análisis asegura la calidad

Hoy en día, los procedimientos analíticos son un componente esencial de la práctica diaria en áreas muy diversas. La fiabilidad y exactitud de los resultados alcanzables dependen de muchas condiciones limitadoras. La calidad de los gases de operación y de calibración juega a menudo un papel decisivo. Messer ofrece una amplia gama de gases de alta pureza, mezclas de gases estándares e individuales así como los necesarios sistemas de suministro de gas.

¡Contáctenos!



Messer Ibérica de Gases, S.A.
Autovía Tarragona-Salou, km.3,8
E-43480 Vilaseca (Tarragona)
Tel. +34 977 30 95 00
Fax +34 977 30 95 01
info@messer.es
www.messer.es

Part of the Messer World 