



# REVISTA DE CIENCIA APLICADA

PUBLICADA POR EL PATRONATO DE INVESTIGACION  
CIENTIFICA Y TECNICA "JUAN DE LA CIERVA"-(C.S.I.C.)

Núm. 112

Madrid, septiembre-octubre 1966

Año XIX-Fasc. 5

## Cromatógrafo de gases

Por M. J. MOLERA <sup>(1)</sup>, J. A. GARCÍA DOMÍNGUEZ <sup>(2)</sup> y A. COUTO <sup>(3)</sup>

542.2

*En este trabajo los autores describen un cromatógrafo de gases, construido por ellos para el análisis cualitativo y cuantitativo de mezclas gaseosas y volátiles, principalmente de sustancias orgánicas con puntos de ebullición inferiores a 400°C. Este cromatógrafo es también útil para el análisis preparatorio. Consta de las siguientes partes fundamentales: una cámara de columnas; una cámara de detectores; un sistema de circulación del gas portador; un sistema de introducción de muestras; las columnas y detectores correspondientes, y los circuitos eléctricos y electrónicos provistos de todos los elementos necesarios.*

Como método de separación y de análisis químico de mezclas complejas, especialmente de sustancias orgánicas, la Cromatografía de gases tiene gran importancia. El principio de separación consiste en transportar la mezcla mediante un gas portador a través de una fase estacionaria, que retiene durante un tiempo diferente cada uno de los componentes. Si esto se hace empleando una columna, al cabo de cierto tiempo los componentes se hallan repartidos, formando zonas en ellas.

En la práctica, la muestra gaseosa o previamente vaporizada se introduce por un extremo de la columna en un tiempo tan corto como sea

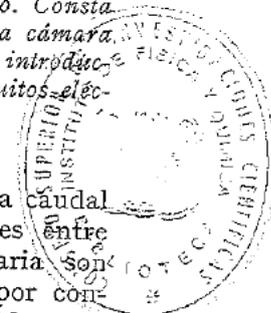
posible. El gas portador se hace pasar a caudal constante. Las fuerzas intermoleculares entre cada componente y la fase estacionaria son diferentes para cada uno de ellos y, por consiguiente, los tiempos que estará retenido cada uno serán diferentes. Por esta razón, los componentes se reparten en zonas por la columna y van saliendo de ella en el orden en que se encuentran, arrastrados por el gas portador. Esto significa que salen separados. No obstante, es de advertir que las diferencias entre los tiempos de retención suelen ser pequeñas, por lo que es muy importante desarrollar técnicas operatorias y diseñar instrumentos que aumenten la eficacia de la separación.

Aunque existiesen columnas de poder separador muy superior al de las que se conocen actualmente, la cromatografía de gases no hubiera alcanzado la importancia que tiene, si no fuese posible detectar fácilmente los componentes individuales de una muestra. Los detectores de cromatografía de gases, de los

<sup>(1)</sup> Doctor en Ciencias Químicas; Investigador Científico Jefe de la Sección de Cinetoquímica del Instituto "Rocasolano" de Química Física, del Consejo Superior de Investigaciones Científicas.

<sup>(2)</sup> Doctor of Philosophy por la Universidad de Edimburgo; Doctor en Ciencias Químicas; Colaborador Científico de la citada Sección.

<sup>(3)</sup> Doctor en Ciencias Químicas; Ayudante Científico de la repetida Sección.



cuales los más usados son los de conductividad térmica y los de ionización, son muy sensibles y permiten registrar directamente los resultados. Por consiguiente, estos resultados cromatográficos se obtienen con rapidez, lo cual es casi imposible mediante otros métodos analíticos.

En el presente trabajo describimos un cromatógrafo de gases construido por nosotros, que presenta las siguientes características:

*Aplicación.*—Al análisis cualitativo y cuantitativo de mezclas gaseosas y volátiles, principalmente de sustancias orgánicas con puntos

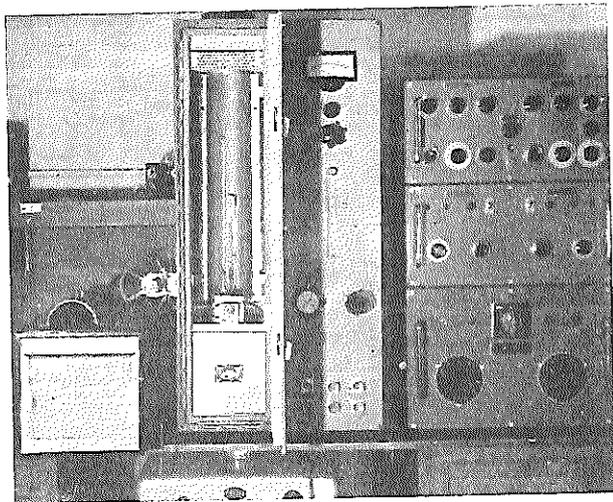


Fig. 1.—Cromatógrafo de gases.

de ebullición hasta 400°C. Es también útil para análisis preparativo.

*Detectores.*—Está provisto de un detector de termistores y otro de filamentos de wolframio, alojados en una cámara termostalizada independiente de la cámara termostalizada que contiene las columnas. Mediante el uso de dos llaves de tres vías, ambos detectores son independientes entre sí.

*Gas portador.*—Helio, nitrógeno, argón, hidrógeno, aire comprimido, etc.

*Cantidad de muestra.*—Muestras líquidas 0,5 a 40  $\mu$ l. Muestras gaseosas 0,25 a 100 ml.

*Sensibilidad.*— $5,5 \cdot 10^{-9}$  g de muestra por mililitro de gas portador.

*Ruido.*—0,25 por 100, a la máxima sensibilidad.

*Condiciones de operación.*—Presión de gas portador: Puede aumentarse de 0 a 2,5 kg/cm<sup>2</sup>.

Caudal de gas: De 20 a 400 ml de helio por minuto.

Temperatura de la cámara de columnas: Desde la temperatura ambiente hasta 250°C. Control de temperatura desde 50° C.

Temperatura de la cámara de detectores: Desde temperatura ambiente hasta 200°C.

Columnas: Pueden utilizarse columnas normalizadas de hasta 10 m de longitud, columnas capilares y columnas preparativas.

Para su descripción, consideraremos que el Cromatógrafo de gases comprende las siguientes partes fundamentales:

- 1.—Cámara termostalizada de columnas;
- 2.—Cámara termostalizada de detectores;
- 3.—Sistema de circulación de gas portador;
- 4.—Sistema de introducción de muestras;
- 5.—Columnas;
- 6.—Detectores, y
- 7.—Circuitos eléctricos y electrónicos.

Todos estos elementos están distribuidos en dos cabinas independientes (*figura 1*). En una de ellas, se hallan alojadas las dos cámaras termostalizadas que contienen las columnas y detectores, los elementos sensibles y los aparatos de medida de temperatura, y todas las conducciones de gas con sus mandos de maniobra y medida. En la otra cabina se hallan alojados todos los mandos y circuitos eléctricos y electrónicos del cromatógrafo: la unidad de fuerza, los dos reguladores de temperatura de las cámaras termostalizadas, los puentes de Wheatstone de los dos detectores y sus circuitos asociados.

#### I.—CÁMARA TERMOSTALIZADA DE COLUMNAS

Esta cámara contiene en la parte superior (*figura 2*) las resistencias de calefacción y un ventilador, que hace circular el aire accionado por un motor eléctrico. En el centro de la cámara se encuentra un elemento sensible (un semiconductor de gran coeficiente de temperatura) el cual, mediante el circuito correspondiente permite la regulación de la temperatura. Esta última se mide mediante dos pares termoelectrónicos colocados en las partes inferior y superior, respectivamente, de la cámara.

El bloque de inyección se encuentra en la parte inferior de la cámara, así como una base, mediante la cual, atornilladas con tuercas, se pueden intercalar las columnas en el circuito de gas portador.

La cámara de las columnas puede alcanzar una temperatura de 250°C. Está provista de doble pared con lana de vidrio como aislante. Un tubo metálico envolvente dividido en dos valvas facilita la circulación del aire caliente por la cámara, con objeto de hacer homogénea la temperatura en la misma.

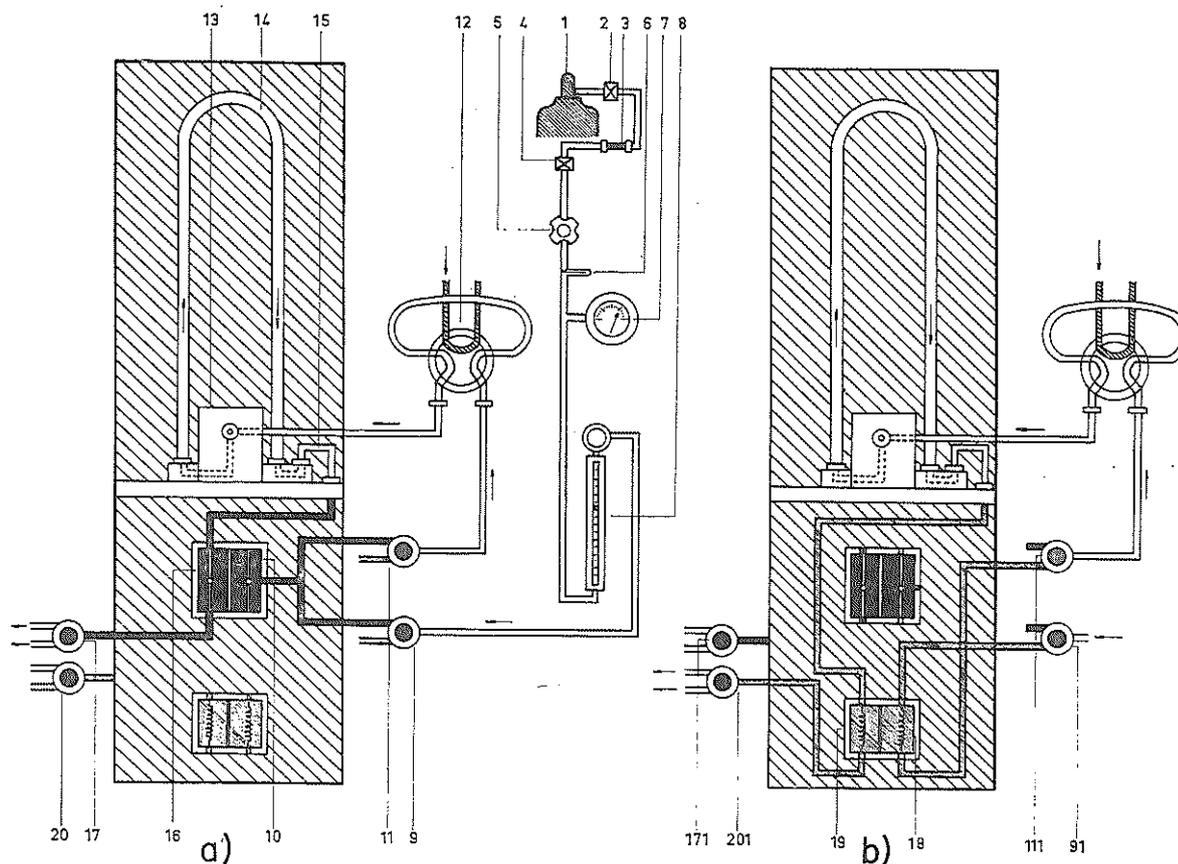


Fig. 2.—Sistema de circulación de gas.

- 1, Bala de gas portador.
- 2, Manorreductor.
- 3, Filtro.
- 4, Llave de entrada al cromatógrafo.
- 5, Válvula de regulación.
- 6, Estrechamiento.
- 7, Manómetro.
- 8, Rotámetro.

- 9, 11, 17, 20, Llaves de tres vías.
- 10, 18, Células de referencia de detectores.
- 16, 19, Células de medida de detectores.
- 12, Tomamuestras de gases.
- 13, Bloque de inyección.
- 14, Columna.
- 15, Conexión desmontable.

## 2.—CÁMARA TERMOSTATIZADA DE DETECTORES

Se encuentra situada debajo de la cámara de las columnas, convenientemente aislada mediante doble pared con lana de vidrio interpuesta y gruesas chapas de amianto, con el fin de anular la influencia de la temperatura de una cámara sobre la otra.

Por su cara frontal, la cámara de los detectores se cierra herméticamente, mediante una segunda puerta independiente de la puerta que cierra todo el conjunto. Contiene en la parte superior el detector de termistores y en la inferior el de filamentos de wolframio, los cuales pueden intercambiarse en el circuito del gas portador, con independencia uno de otro, mediante el uso de las llaves de tres vías 9, 11, 17 y 20 (figura 2).

Está provista de resistencias de calefacción laterales, un elemento sensible semiconductor,

que regula la temperatura mediante un circuito adecuado y un par termoeléctrico para la medida de ésta.

## 3.—SISTEMA DE CIRCULACIÓN DE GAS PORTADOR

La misma figura 2 muestra en esquema la circulación en el cromatógrafo, cuando se emplea el detector de termistores a) o cuando se emplea el detector de filamentos de wolframio b).

El gas portador procede de una bala a presión provista de un manorreductor, pasa por un filtro (figura 2) que contiene tamiz molecular y penetra en el cromatógrafo por la llave de entrada situada a la derecha del aparato. La válvula de regulación fina regula el caudal, el cual puede medirse reducido a condiciones normales, mediante un manómetro y un rotámetro. El caudal de gas portador tiene mucha

importancia porque de él depende el poder de resolución de la columna.

Los valores más favorables para helio oscilan entre 50 y 100 cm<sup>3</sup>/min; para el hidrógeno hacen falta valores mayores.

El funcionamiento de la válvula de regulación fina es satisfactorio, si bien a la máxima sensibilidad del cromatógrafo son visibles a veces unos pequeños dientes en la línea base; para suprimirlos se ha intercalado en el sistema una restricción mediante una aguja de inyección de diámetro interior 0,3 mm y longitud 35 mm, que produce una caída de presión.

Después del rotámetro, el gas portador pasa por el canal de referencia del detector. Las lla-

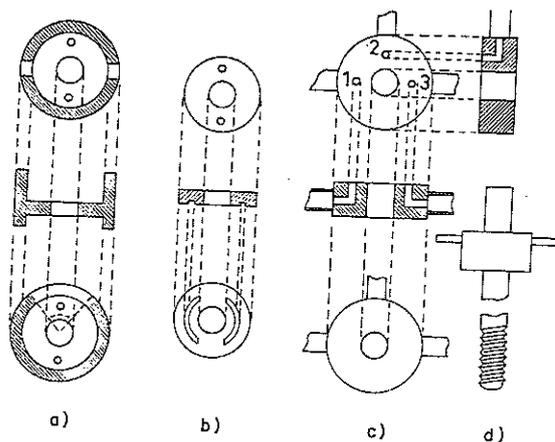


Fig. 3.—Esquema de llave de tres vías.

ves de tres vías 9 y 11, que se accionan simultáneamente mediante un mando acoplado a un eje común, permiten conectar con uno u otro detector, según cual sea el adecuado para el problema en cuestión. En el caso del detector de termistores [figura 2, a)] el gas no pasa directamente por el canal de referencia, sino que hay un tubo corto que comunica ese canal con el tubo por el que circula el gas. De este modo, se disminuye la influencia de las oscilaciones de caudal sobre la estabilidad de la línea base del cromatograma. En el caso del detector de filamentos [figura 2, b)] la sensibilidad a las oscilaciones de caudal no es tan grande y el gas portador pasa directamente por el canal de referencia.

Después de pasar por el canal de referencia de uno u otro detector, el gas pasa por un sistema de introducción de muestras gaseosas y líquidas, y seguidamente pasa a la columna o columnas separadoras.

A la salida de las columnas, el gas pasa por un pequeño tubo desmontable doblado en ángulo recto. Con el uso de dos tuercas es fácil

montar este tubo, el cual mediante un pequeño giro puede adaptarse al sistema de circulación que conduce al canal de medida de uno u otro detector.

Después de pasar por el detector en cuestión, el gas sale del cromatógrafo por una de las llaves de tres vías 17 y 20 (figura 2); cada una de estas llaves permite enviar a la atmósfera el gas que sale o hacerlo pasar por un sistema de recogida de muestra que retiene, por absorción, condensación o de otro modo, los componentes separados de la muestra.

A la salida del cromatógrafo puede adaptarse un sistema de recogida de los productos separados o bien una cámara de ionización para la medida de actividad de componentes radiactivos.

Las llaves de tres vías que mencionamos en un párrafo anterior han sido diseñadas y construidas por nosotros.

Cada llave (figura 3) consta de un disco de teflón b) encajado entre dos piezas de acero inoxidable, a) y c). El cierre se verifica entre dos superficies perfectamente planas, una perteneciente a la pieza de teflón b) y otra a la pieza metálica c). La superficie metálica ha sido rectificadas por puntos con una tolerancia menor de 0,03 mm y la superficie de teflón ha sido torneada y pulida con cuidado por frotamiento con un vidrio perfectamente pulido y plano. La pieza de teflón presenta en su superficie dos vaciados en forma de sección de corona circular. La pieza metálica c) está perforada por unos canales que comunican los tubos exteriores de la llave con los vaciados de la pieza de teflón. Esta última se coloca entre las piezas a) y c), todo ello montado en el eje d).

El giro de la llave modifica la posición de las terminaciones de los canales 1, 2 y 3 de la pieza c) con respecto a los vaciados superficiales de la pieza de teflón b), de tal modo que se establece comunicación sólo entre dos canales y, por tanto, entre dos tubos exteriores de la llave. El cierre total se produce cuando el canal central 2 de c) termina en la zona desprovista de vaciado en la superficie de teflón. La pieza a) va provista de un rebaje y un pivote que sólo permite un giro de 80°, adecuado para que la llave funcione en sus tres posiciones: comunicando 1 y 2, comunicando 2 y 3, o cerrada.

#### 4.—SISTEMA DE INTRODUCCIÓN DE MUESTRA

La llave de introducción de muestras gaseosas ha sido construida por nosotros con arreglo a un diseño no original, según el cromatógrafo

Perkin-Elmer 116 E. Se trata de una llave de seis vías, en la que el cierre se hace entre dos superficies planas, una de acero inoxidable y otra de teflón.

La cantidad de muestra gaseosa puede variar en un amplio margen, según el tamaño de los tubos calibrados que puedan acoplarse a la válvula (de 0,25 a 25 cm<sup>3</sup>) y que permiten la toma de muestra de gas en forma dinámica. Para tomar muestras en sistema estático, sobre todo cuando la muestra es pequeña, es preciso llenar el tomamuestras en vacío. A este fin, hemos dotado el cromatógrafo de un tomamuestras de vidrio (1) acoplable a la llave metálica mediante tubos metálicos calentados. La llave de vidrio de cuatro vías comunica los cuatro tubos exteriores dos a dos y permite realizar las operaciones de toma de muestra en vacío, arrastre previo del gas contenido en los tubos exteriores, e introducción de muestra.

Para la introducción de muestras líquidas se utilizan microjeringas. La inyección se hace a través de un disco de goma silicona y la muestra se vaporiza rápidamente en el bloque de inyección que va provisto de resistencias de calefacción.

El bloque es de tipo similar al de algunos aparatos comerciales. No obstante, en su diseño hemos procurado reducir el tamaño y disponer los canales interiores de modo que la punta de la aguja penetre hasta el centro de la corriente de gas portador, con el fin de que la muestra vaporizada sea arrastrada con rapidez.

## 5.—COLUMNAS

Cada problema de análisis que se trata de resolver requiere generalmente una columna o combinación de columnas especial. Por consiguiente, el cromatógrafo construido se ha dotado de un conjunto de columnas que difieren en tamaño y material de relleno.

Las columnas se insertan en el aparato mediante el dispositivo representado en la *figura 4* con posibilidad de usar indistintamente una columna normalizada, dos en serie, o columna preparativa.

En el primer caso, *a)*, los dos extremos de la columna se insertan en las conexiones de entrada y salida de la base, no comunicadas entre sí, de manera que la sustancia inyectada es introducida por el gas portador en la columna a través de la conexión de entrada, abandona

la columna y llega finalmente por la conducción de salida al sistema de detectores. Los gases pueden ser llevados al detector de termistores o al detector de filamentos según lo exijan las condiciones de análisis.

Si las columnas empleadas son dos, *b)*, la primera se inserta en las dos conexiones frontales de la base. Los gases entran en ella por la conexión izquierda, la atraviesan y pasan a la segunda columna en serie con la primera a través de las conexiones de la parte derecha de la base comunicadas entre sí, atraviesan

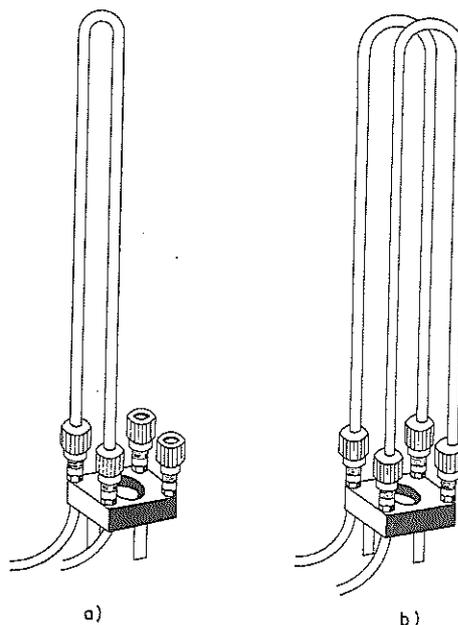


Fig. 4.—Base de las columnas.

esta columna, y salen de ella para llegar al sistema de detectores.

Cuando se trata de separar y aislar determinados componentes de una mezcla o purificar sustancias pueden emplearse columnas preparativas.

## 6.—DETECTORES

La misión del detector consiste en producir una señal eléctrica en el momento en que el gas portador que pasa a través de él contenga un componente de la muestra. Esta señal es siempre, con excepción de casos especiales, proporcional a la concentración del componente en cuestión. Cuando se registra la señal del detector, cada componente da una sección limitada por una curva de Gauss, a la que se llama pico.

La curva que se obtiene al registrar un análisis completo se llama cromatograma. A partir de él pueden averiguarse cuántos, cuáles son los componentes y en qué cantidad se encuentran.

(1) M. J. Molera, A. Herrera y J. A. García Domínguez; *An. R. Soc. Esp. Fís. y Quím.*, 59, 687 (1963).

El cromatógrafo que describimos está provisto de un detector de termistores y otro de filamentos de wolframio. Ambos pertenecen a la categoría de detectores de conductividad

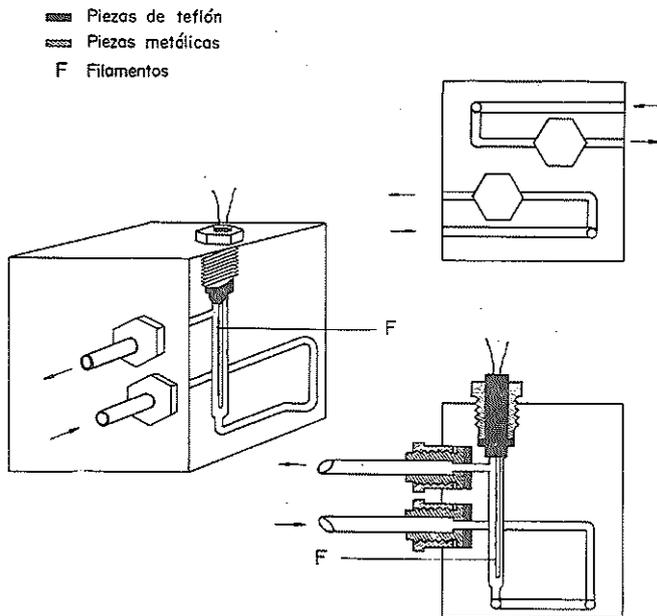


Fig. 5.—Detector de filamentos.

térmica. Los detectores de termistores son más sensibles en el intervalo de temperaturas bajas (hasta 80°C, aproximadamente). A temperaturas más altas son más sensibles los detectores de filamentos.

Cada detector de conductividad térmica consta de un "bloque detector" con células de referencia y medida y conducciones eléctricas, así como de un circuito electrónico que va montado en un chasis. Los circuitos electrónicos de ambos detectores se describen más adelante.

El detector de filamentos (figura 5) tiene idénticos el canal de medida y el de referencia, distribuidos simétricamente en un bloque paralelepédico de latón de 5 × 5 × 6 cm.

Los filamentos de wolframio van arrollados en forma de espirales situadas en el eje del canal. El cierre se verifica mediante juntas de teflón ajustadas con tuercas metálicas.

En el diseño se ha tenido en cuenta que el gas recorra un camino tan largo como sea posible antes de llegar al filamento, con el fin de que adquiera la temperatura del bloque.

Los filamentos de hilo de wolframio de 30 micras de diámetro van soldados a alambre de wolframio de 1 mm de diámetro, que actúa de soporte, dando solidez al conjunto.

Los detectores de termistores en los que ambos elementos van montados en canales por

los que pasa directamente el gas suelen ser demasiado sensibles a pequeñas variaciones del gasto. Esta influencia perturbadora disminuye mucho haciendo que el gas llegue solo por difusión a través de un canal; sin embargo, entonces disminuye la sensibilidad. Por estas razones, en el bloque detector que hemos diseñado, el gas pasa directamente por el canal de medida y sólo llega por difusión al canal de referencia (figura 6). De este modo se llega a un compromiso aceptable entre sensibilidad y estabilidad de la línea base. En el diseño de ambos detectores se ha procurado reducir al mínimo el volumen total del interior de cada canal, con el fin de disminuir al máximo la mezcla de componentes que puede tener lugar en todo cromatógrafo en el volumen comprendido entre la salida de la columna y el elemento sensible del detector. El volumen total dentro de cada canal es de 1 cm<sup>3</sup> en el detector de filamentos y de 0,5 cm<sup>3</sup> en el de termistores. La conexión entre columna y detectores se ha hecho mediante tubo de cobre de 1 mm de diámetro interior.

En las dos clases de detectores la célula de referencia contiene siempre gas portador puro, mientras que por la célula de medida circula el

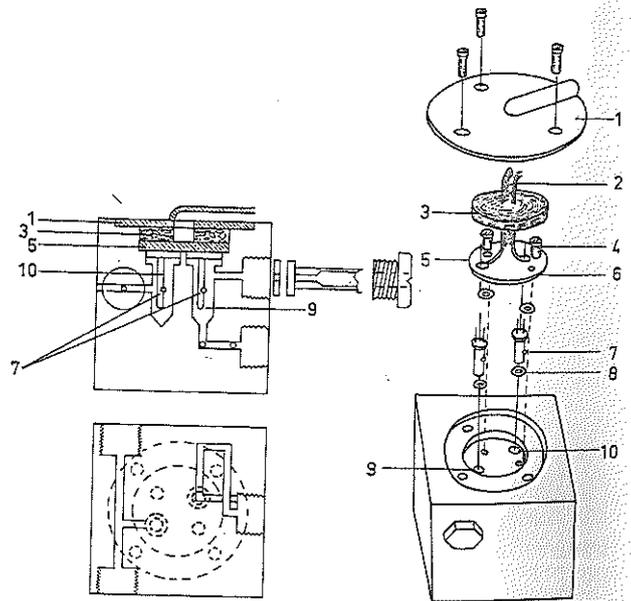


Fig. 6.—Detector de termistores.

- 1, Tapadera metálica.
- 2, Cable de los termistores.
- 3, Amianto.
- 4, Tornillos de sujeción.
- 5, Disco metálico.
- 6, Soldaduras de cables a los termistores.
- 7, Termistores.
- 8, Anillos de goma.
- 9, Célula de medida.
- 10, Célula de referencia.

gas portador con los componentes de la muestra analizada después de separados en la columna.

Los dos bloques detectores van fijos sobre una chapa metálica situada en el interior de la cámara termostatzada correspondiente.

7.—CIRCUITOS ELÉCTRICOS Y ELECTRÓNICOS

El cromatógrafo de gases que describimos comprende los siguientes circuitos:

- 1.—Circuitos de fuerza y maniobra;
- 2.—Reguladores de temperatura de columnas y detectores;
- 3.—Punto de Wheatstone de filamentos;
- 4.—Punto de Wheatstone de termístores, y
- 5.—Fuente de alimentación.

Todos ellos se encuentran alojados en una misma cabina de sobremesa, que consta de tres unidades, situadas una encima de otra. En la inferior, se hallan los circuitos de fuerza y maniobra; en la central, los dos reguladores de temperatura, y en la superior, los dos puentes de medida y la fuente de alimentación.

Los mandos de todas estas unidades se han colocado en el panel frontal, y los cánones con las conexiones de entrada y salida a las mismas, en la parte posterior de la cabina. La unidad de fuerza y maniobra alimenta las restantes unidades así como los circuitos de calefacción.

7.1.—Circuitos de fuerza y maniobra

La toma de corriente de la red se hace a través del canon  $J_1$  (figura 7). Los fusibles  $F_1$  y  $F_2$  protegen los circuitos contra cortocircuitos y sobrecargas. La operación del interruptor de encendido se indica mediante el piloto  $L_1$ . Mediante el canon  $J_2$  se toma la corriente para los reguladores de temperatura, mediante  $J_3$  para la fuente de alimentación, mediante  $J_4$  para las resistencias de calefacción de los detectores y mediante  $J_5$  para las de las columnas, incluyendo la fuerza necesaria para mover el motor  $M$ . Los circuitos de ambas calefacciones se controlan por medio de los relés  $RL_2$  de los reguladores de temperatura cuya conexión se hace a través del canon  $J_6$ .

El conmutador  $S_1$  permite dar dos valores diferentes a la potencia de calefacción del bloque de inyección, según la temperatura de vaporización de la muestra.

Los autotransformadores  $V_1$  y  $V_2$  permiten variar la corriente base de las resistencias de calefacción de la columna y de los detectores, respectivamente.

En la cámara termostatzada de columnas se ha instalado además de las resistencias de calefacción correspondientes, un ventilador  $M$ , para forzar la circulación de aire en su interior y dos termopares situados en puntos distantes con el fin de obtener el valor medio de la temperatura de trabajo. Otro termopar se ha ins-

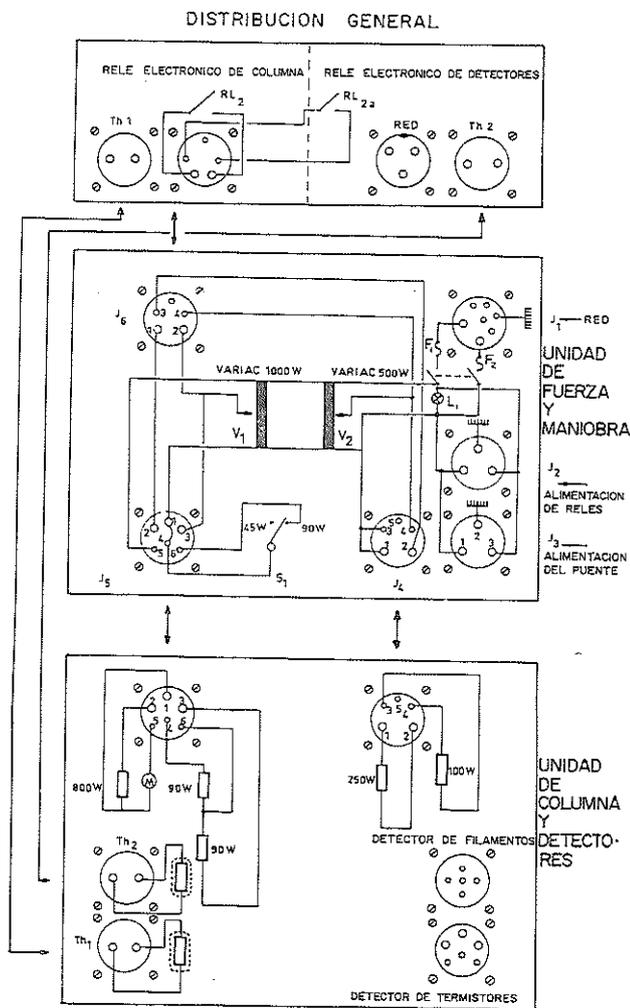


Fig. 7.

talado en la cámara termostatzada de los detectores. Las señales de los tres termopares se llévan a un conmutador de tres posiciones, con el fin de utilizar una sólo soldadura fría y un solo milivoltímetro indicador para los tres.

La potencia eléctrica de las resistencias de calefacción es:

Cámara termostatzada de columnas.....	800 W
Bloque de inyección.....	45 y 90 W
Cámara termostatzada de detectores.....	250 W
Caldeo de varias llaves.....	100 W

### 7.2.—Reguladores de temperatura de columnas y de detectores

Los circuitos de los dos reguladores de temperatura (figura 8) de columnas y de detectores son idénticos y van montados en una misma unidad. Cada uno de ellos es en esencia un circuito puente gobernado por un termistor como elemento sensible.

se aplica a la otra sección de  $V_1$ , que, a su vez, gobierna el relé  $RL_1$ . Este relé es de gran sensibilidad y sus contactos no pueden manejar la corriente de calefacción, por lo que ha de actuar sobre otro relé  $RL_2$ , de gran capacidad de corriente en sus contactos, que es el que regula el paso de corriente por las resistencias de calefacción. El piloto  $P_2$  señala las posiciones de conexión y desconexión del relé.

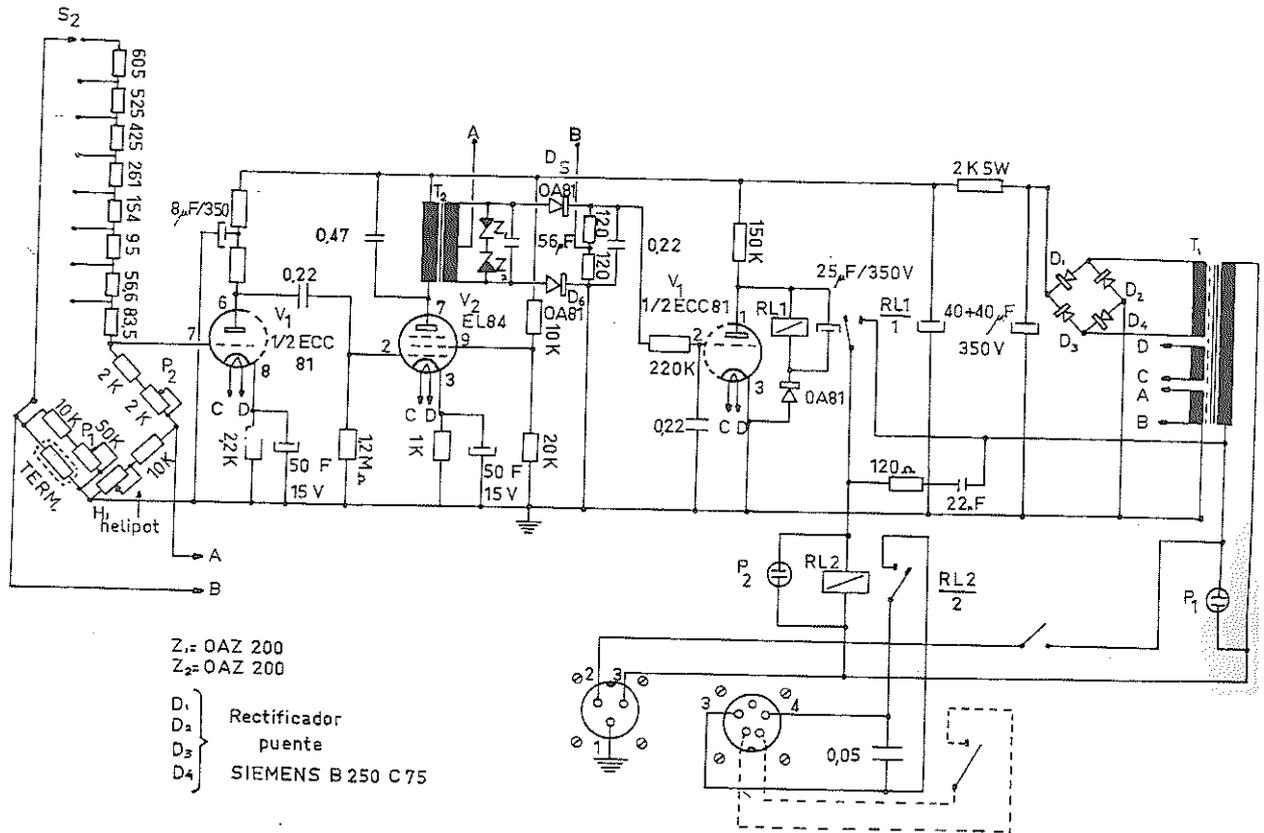


Fig. 8.—Relé electrónico de temperatura.

Para fijar la temperatura de regulación, este puente dispone de dos controles, uno grueso por pasos  $S_2$  y otro fino de variación continua  $H_1$ . Por medio de  $P_1$  y  $P_2$  se puede hacer un ajuste previo de las condiciones de funcionamiento del puente. La alimentación del mismo se hace mediante 6,3 V de tensión alterna de 50 hz que se obtienen en un arrollamiento del transformador de alimentación  $T_1$ .

La señal obtenida en el puente se amplifica por medio de una sección de doble triodo  $V_1$  seguido por el pentodo de potencia  $V_2$ , en cuyo ánodo se obtiene la señal de salida a través del primario de  $T_2$ , cuyo secundario forma parte del detector de fase que se completa con los diodos  $D_3$  y  $D_4$ . El detector de fase compara la fase de la señal con la de una tensión fija de 6,3 V y 50 hz y la tensión continua resultante

La señal de salida es proporcional al desequilibrio producido en el puente por efecto de la temperatura. Según la relación de fase entre la tensión de salida y otra de referencia aplicada al detector de fase, se obtiene una tensión negativa cuando la temperatura es inferior a la prefijada, llevando al corte el segundo triodo de  $V_1$ , con lo que aparece una tensión lo bastante elevada a través del relé  $RL_1$  y éste se cierra y permite el paso de corriente a las resistencias de calefacción.

Si la temperatura excede del valor prefijado, la tensión de salida del detector de fase invierte su polaridad, llevando a la válvula a plena conducción, el potencial desciende a través de la bobina de  $RL_1$ , se desconecta el relé y cesa el suministro de corriente a las resistencias de calefacción, hasta que la temperatura

desciende otra vez y vuelve a repetirse el ciclo.

El intervalo de temperaturas reguladas en las cámaras de columnas y de detectores es de 50-200°C.

Cada uno de los reguladores lleva incorporada su propia fuente de alimentación.

### 7.3.—Puentes de Wheatstone de filamentos

En este puente (figura 9) los elementos sensibles son dos filamentos de wolframio de 25  $\Omega$

gún que la salida se tome entre los contactos 2-3 ó 2-1 en el canon  $J_1$ . Si, por el contrario, la entrada del registro es simétrica, los citados conmutadores actúan de modo aditivo y la salida debe obtenerse entre los contactos 1-3 de  $J_1$ , siendo el contacto 2 la conexión neutra.

Por medio del  $S_2$ , puede variarse la sensibilidad del puente, variando la corriente que pasa a través de los elementos sensibles de los detectores.

Antes de comenzar un cromatograma y pre-

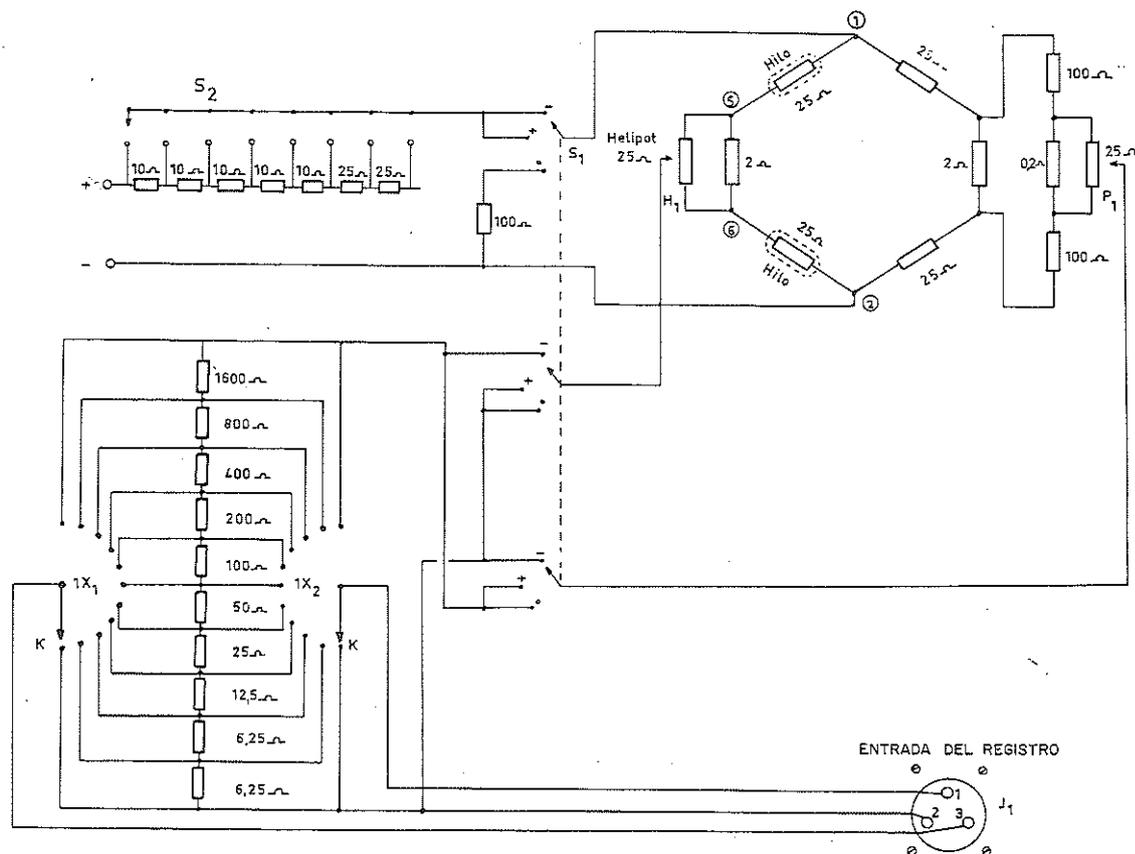


Fig. 9.—Puentes de filamentos.

cada uno, conectados uno en cada rama del puente. Uno de ellos se halla alojado en el canal de referencia y el otro en el canal de medida del bloque detector.

El puente se pone en cero por medio de dos controles de variación continua,  $H_1$  y  $P_1$ .

El conmutador  $S_1$  tiene tres posiciones "+", "-", y "O" mediante las cuales puede invertirse la polaridad de la señal de salida o desconectarse dicha señal.

Por medio de los mandos  $Ix_1$  e  $Ix_2$  puede tomarse una fracción de la tensión de salida según convenga a la sensibilidad del registro empleado. Si éste tiene entrada asimétrica, sólo actúa uno de los conmutadores,  $Ix_1$  o  $Ix_2$ , se-

viamente estabilizadas las temperaturas de las cámaras de columnas y de detectores, se pone el puente a cero. De este modo al pasar por el elemento sensible cada componente de la muestra a analizar, será distinta la conductividad térmica del componente que la del gas portador, variará la temperatura del filamento y, por consiguiente, su resistencia; el puente se desequilibrará y en el registro aparecerá una señal proporcional al desequilibrio que se registrará con su variación con el tiempo.

El puente de filamentos, al igual que el de termistores se alimenta mediante una fuente de tensión continua estabilizada por transistores de 16 V y 1 A.

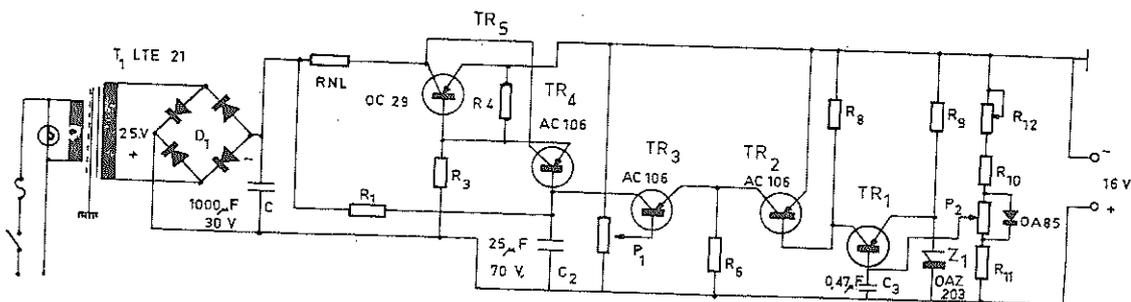


Fig. 10.—Estabilizador de tensión para puente cromatógrafo.

#### 7.4.—Puentes de Wheatstone de termistores

Los elementos sensibles de este puente son dos termistores que tienen una resistencia de 8 k $\Omega$  aproximadamente a 25°C. La distribución de este puente es análoga a la del puente de filamentos, si bien aquí se dispone de tres mandos para la puesta en cero. Otra diferencia es que el conmutador de sensibilidad modifica la tensión aplicada al puente de termistores mientras que el conmutador equivalente del puente de filamentos modifica la corriente que pasa por estos últimos.

#### 7.5.—Fuente de alimentación

La fuente (figura 10) empleada para la alimentación de uno u otro de los puentes es de tensión estabilizada por transistores.

La tensión de referencia se toma de un diodo Zener,  $Z_1$ , que se compara de modo permanente con una parte de la tensión de salida de la fuente.

La diferencia entre ambas, o señal de error resultante se amplifica en un circuito de alta

ganancia formado por los transistores  $Tr_1$ ,  $Tr_2$ ,  $Tr_3$  y  $Tr_4$ . Este circuito tiene dos lazos de realimentación para aumentar su estabilidad y mejorar la regulación. La salida de  $Tr_4$  se utiliza para variar en consonancia la resistencia interna del transistor regulador serie  $Tr_5$ , de modo que en todo momento tiende a mantener constante el valor de la tensión de salida fijada previamente mediante  $P_1$ . Entre el rectificador y el regulador serie se ha intercalado una resistencia no lineal  $RNL$  que variará con la corriente, ofreciendo una protección automática contra sobrecargas producidas por cortocircuitos.

La tensión de salida es de 16 V y se mantiene constante dentro del intervalo de 1 mV. El zumbido en la salida es inferior a 1 mV eficaz.

Un conmutador de tres posiciones montado en el panel central permite que la fuente alimente uno u otro puente, o desconectar ambos. (1).

(1) Agradecemos a J. Ruiz Vera y A. Belaustegui, del Laboratorio de Técnicas Especiales, y al personal del Taller Mecánico del Instituto "Rocasolano", especialmente a A. López Gutiérrez y a T. González Bellido, la colaboración prestada en la construcción de este cromatógrafo.