

# L'idrogeno come carrier gas

Le nuove frontiere della gascromatografia: può l'idrogeno sostituire l'elio?

di Tatiana Celloga



Claind, azienda italiana che opera nella produzione di generatori di gas puri per analisi, ha sede a Lenno (CO) dove si svolgono le principali attività di sviluppo dei prodotti e produzione. Recentemente Claind ha commissionato a un laboratorio esterno, il DtoLABS, uno studio sull'utilizzo dell'idrogeno in alternativa all'elio come gas carrier in gascromatografia. DtoLABS è l'unico Partner Laboratory di Agilent Technologies in Italia. Qui si effettuano progetti di ricerca, sviluppo di metodiche e corsi di formazione a utilizzatori e tecnici di analisi chimica applicata. Inoltre DtoLABS è un European Demo Center Agilent Technologies, per cui i clienti possono visitare regolarmente il laboratorio ed essere informati sulle ultime soluzioni tecnico-analitiche a disposizione sul mercato.

## Obiettivi e metodi dello studio

Lo scopo di questo progetto era dimostrare l'efficacia dell'utilizzo dell'idrogeno come carrier, non solo nei gas cromatografi (GC) con rivelatori standard (FID, NPD, FPP e  $\mu$ ECD) ma anche nei GC accoppiati a spettrometri di Massa (MSD). Storicamente si è sempre utilizzato elio come gas di trasporto e in alcuni casi anche azoto. La caratteristica peculiare dell'azoto è il suo basso costo di approvvigionamento, il suo limite principale è la scarsa efficienza cromatografica. L'elio, invece, è da sempre considerato la migliore scelta analitica. Oramai, è nota a tutti però la sua minor disponibilità che non consente più di soddisfare l'intero mercato analitico. Molti labora-

tori hanno infatti verificato che i fornitori di gas, sempre più frequentemente, non hanno possibilità di fornire l'elio in tempi e a costi ragionevoli. Per tali motivi, Claind ha deciso di verificare la fattibilità della conversione di strumentazione GC da elio a idrogeno, in particolare su strumentazione GC accoppiata a un MSD. Per questo studio di fattibilità sono state eseguite e poi valutate analisi gascromatografiche utilizzando elio e successivamente idrogeno. La strumentazione impiegata nello studio è stata un GC 7890A MSD 5975 triple Axis Detector e un campionatore GC Sampler 80 di Agilent Technologies. Come generatore di idrogeno è stato utilizzato il modello Brezza HyGen 200.

## Analisi qualitativa

Per quanto riguarda l'analisi qualitativa ci si proponeva di dimostrare che i dati acquisiti con carrier idrogeno presentassero spettri confrontabili con quelli acquisiti in condizioni standard. Per effettuare tale verifica si è utilizzata la «Ricerca di Libreria», vale a dire un software che tramite algoritmi confronta lo spettro di una sostanza incognita con un database di spettri di sostanze note. Questi database sono prodotti da enti riconosciuti che hanno acquisito gli spettri di migliaia di composti in modalità standard e in particolare utilizzando elio come carrier. Lo spettro di una sostanza incognita viene confrontato con il database di spettri, il software «Ricerca di Libreria» proporrà dei possibili riconoscimenti. La ricerca restituirà una lista di sostanze identificate possibili e un valore percentuale che darà indicazione sulla similarità degli spettri dell'incognito e

della sostanza ipotizzata dal software. Più vicino al 100% sarà il dato, tanto più affidabile e sicuro sarà il riconoscimento. Esistono varie Librerie in commercio: nello studio in questione sono state utilizzate la NIST e la WILEY (fig. 1). Alla luce dei risultati ottenuti, si può affermare che gli spettri ottenuti con carrier idrogeno sono analizzabili tramite ricerca di libreria con ottimi riconoscimenti. L'impatto del differente carrier non influenza la frammentazione delle sostanze nella sorgente dello spettrometro di massa e quindi il corretto riconoscimento tramite analisi degli spettri.

## Analisi quantitativa

Prendendo in considerazione invece l'aspetto quantitativo, è stata valutata l'analisi dei composti policiclici aromatici (IPA). Si è proceduto con l'acquisizione di cromatogrammi in condizioni standard di tali composti a varie concentrazioni per costruire delle rette di calibrazione, prima utilizzando elio e successivamente idrogeno. La cromatografia ottenuta con idrogeno è risultata ottima: lo si evince da alcune separazioni di IPA di solito critiche (fig. 2). Le rette di taratura ottenute con carrier idrogeno e quelle dell'elio sono, inoltre, risultate sostanzialmente confrontabili. In entrambi i casi, la linearità della risposta del sistema permette la costruzione di rette con un'ottima regressione lineare, nello stesso intervallo di concentrazione. Per contro, si può notare una riduzione della risposta in termini assoluti delle aree e la valutazione del rapporto segnale/rumore sembra confermare una riduzione dello stesso di circa 2-3 volte. Ciò è imputabile al fatto che le pompe turbomolecolari hanno meno efficienza rispetto all'elio nell'evacuare l'idrogeno dalla zona dell'analizzatore. Altra considerazione è che il cambio di gas comporta inevitabilmente dei parametri diversi di pressione alla testa della colonna, poiché lo stesso valore di flusso applicato alla colonna richiede pressioni diverse utilizzando gas diversi. In particolare, passando nelle stesse condizioni strumentali da elio

Pk#	RT	Area	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	2.147	6.49	C:\Database\NIST08.L			
			Ethene, 1,2-dichloro-, (E)-	2679	000156-60-5	97
			Ethene, 1,2-dichloro-, (Z)- 1,2-Dichloroethylene	2675	000156-59-2	97
2	4.105	8.41	C:\Database\NIST08.L			
			Trichloroethylene	12992	000079-01-6	99
			Benzene, 1-chloro-2-fluoro-	13232	000348-51-6	35
			1H-Tetrazaborole, 5-chloro-4,5-dihydro-1,4-dimethyl-	13966	021960-49-6	14
3	5.377	15.40	C:\Database\NIST08.L			
			Toluene	2431	000108-88-3	94
			Spiro[2.4]hepta-4,6-diene	2453	000765-46-8	87
			1,3,5-Cycloheptatriene	2450	000544-25-2	86
4	6.971	14.20	C:\Database\NIST08.L			
			Benzene, chloro-	6286	000108-90-7	97
			Phenol, 3-fluoro- 3-Hydroxypyridazine 1-oxide	6289	000372-20-3	38
				6167	018259-51-3	25

Figura 1

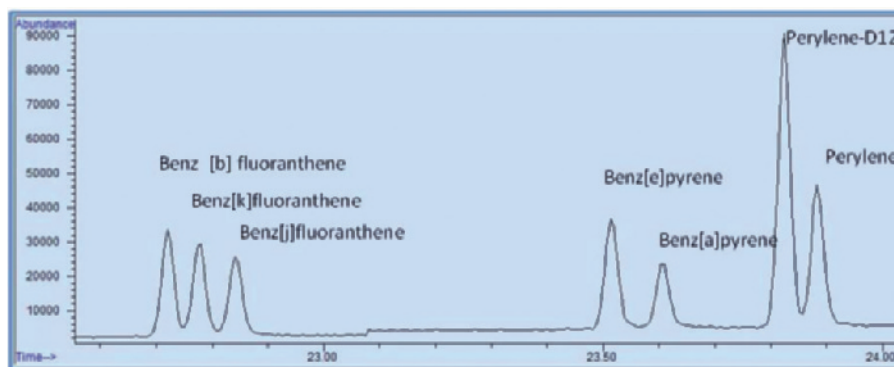


Figura 2

a idrogeno, la pressione applicata alla colonna è inferiore e bisognerà valutare se sia gestibile dall'iniettore. Bisogna poi considerare che, per l'equazione di Van Deemter, la miglior velocità lineare per l'idrogeno è superiore rispetto all'elio. Per quanto riguarda lo spettrometro di massa, e in particolare la gestione del vuoto, generalmente i limiti di flusso della gestibilità dalle pompe sono dimezzati. Per questi motivi, utilizzando idrogeno, sarebbe auspicabile impiegare colonne capillari con diametri e lunghezze inferiori. Con questo cambio di colonna e utilizzando idrogeno come carrier gas, la pressione alla testa della colonna sarà più elevata, si osserverà un minor apporto di gas nell'analizzatore, per cui un maggior grado di vuoto e quindi una migliore sensibilità.

## Conclusioni

I risultati dello studio hanno quindi dimostrato l'efficacia dell'idrogeno come carrier nel GC

MSD. Effettuando la scelta della colonna capillare adeguata all'idrogeno, è possibile effettuare metodi di analisi già impiegati con elio. La sicurezza del laboratorio e degli operatori deve essere sempre considerata: la serie HyGen di Claind tuttavia, grazie ad allarmi e sistemi di attuazione di cui è dotata, consente di garantire l'incolumità degli operatori e degli ambienti. HyGen soddisfa tutte le necessità emerse dall'impiego dell'idrogeno come Carrier Gas:

- **Sicurezza**, interruzione del carrier nel caso di perdite nel forno con possibile switch su gas inerte;
- **Purezza UHP** per ottenere un'analisi pulita e affidabile;
- **Interfacciabilità** del generatore con il sistema di elaborazione dati.

La serie HyGen è affiancata dalla linea Brezza alla quale appartengono gli altri generatori per gascromatografia ZeroAir e NiGen.

© RIPRODUZIONE RISERVATA