

UNIVERSIDAD NACIONAL
FACULTAD DE FILOSOFÍA Y LETRAS
ESCUELA DE LITERATURA Y CIENCIAS DEL LENGUAJE



**MODERN INJECTION TECHNIQUES FOR GAS CHROMATOGRAPHY:
A PRACTICAL GUIDE,
DE NICHOLAS H. SNOW**

Traducción y Memoria

Trabajo de graduación para aspirar al grado de
Licenciada en Traducción
(Inglés – Español)

presentado por

RUTH CRISTINA HERNÁNDEZ CHING

2006

Hoja del tribunal

TÉCNICAS MODERNAS DE INYECCIÓN PARA LA CROMATOGRAFÍA DE GAS: UNA GUÍA PRÁCTICA de Nicholas H.Snow. Traducción y Memoria.

Trabajo de Graduación para aspirar al grado de
Licenciada en Traducción (Inglés-Español),
presentado por Ruth Cristina Hernández Ching,
el día
20 de abril de 2006

ante el tribunal calificador integrado por

M.A. Jorge Alfaro Pérez
Decano
Facultad de Filosofía y Letras



Dr. Carlos Francisco Monge Meza
Profesor guía



M.A. Magaly Chaves Solano
Lectora



M.A. Margarita Novo Díaz
Lectora



Postulante:

Ruth Cristina Hernández Ching



La traducción que se presenta en este tomo se ha realizado para cumplir con el requisito de obtener el grado académico en el Plan de Licenciatura en Traducción de la Universidad Nacional.

Ni la Escuela de Literatura y Ciencias del Lenguaje de la Universidad Nacional, ni la traductora, tendrán ninguna responsabilidad en el uso posterior que de la versión traducida se haga, incluida su publicación.

Corresponderá a quien desee publicar esa versión gestionar ante las entidades pertinentes la autorización para su uso y comercialización, sin perjuicio del derecho de propiedad intelectual del que es depositaria la traductora. En cualquiera de los casos, todo uso que se haga del texto y de su traducción deberá atenerse a los alcances de la Ley de Derechos de Autor y Derechos Conexos, vigentes en Costa Rica.





Resumen

En este trabajo se ha realizado la traducción del texto *Modern Injection Techniques for Gas Chromatography* de Nicholas H. Show en el que se describen las técnicas modernas de cromatografía de gas. El manual pertenece al laboratorio del Centro de Investigaciones en Contaminación Ambiental de la Universidad de Costa Rica en donde se realizan pruebas que determinan la contaminación ambiental.

En la memoria de trabajo de la traducción de esta guía se aborda el tema del análisis del discurso que se debe considerar al realizar una traducción en un entorno particular, sea este un laboratorio, una universidad, una empresa comercial, o una empresa privada. Dicha escogencia tuvo sustento a la luz de la teoría de los polisistemas, y además es apoyada por la teoría de la manipulación la cual se deriva de la teoría anterior. La memoria toma los principales temas de estas teorías y se hace hincapié en la importancia de comprender y emplearlas pues permiten adecuar las escogencias léxicas cuando se trabaja con traducciones técnicas. Por otra parte, hace una distinción de las variaciones de un mismo discurso cuando existen grupos de poder detrás del proceso traductológico y se procura fomentar en quien traduce un sentido de constante vigilancia ante estos hechos y desarrollar un espíritu de conciliación y continua preparación.

Descriptores: Traducción – Traducción científica – Análisis del discurso –
Teoría de los polisistemas – Teoría de la manipulación – Cromatografía



Índice general

Traducción	3
Memoria	115
Introducción	116
Capítulo I: Bases teóricas y metodológicas	129
Capítulo II: De la teoría a la práctica	146
Conclusiones	161
Anexos	168
Anexo I	169
Anexo II	172
Anexo III	176
Bibliografía	179
Apéndice: Texto original	184

TRADUCCIÓN

TÉCNICAS MODERNAS DE INYECCIÓN PARA LA CROMATOGRAFÍA DE GAS:
UNA GUÍA PRÁCTICA

Nicholas H. Snow
Departamento de Química y Bioquímica
Centro para la Investigación Analítica y la Educación
Universidad Seton Hall
400 South Orange Avenue
South Orange, NJ 07079
Snownich@shu.edu

Universidad Seton Hall
1856



“Investigación detallada de los fenómenos relacionados con los efectos solventes trae el riesgo de crear un panorama tan complejo que asustaría a muchos cromatógrafos...”

K. Grob, Jr. *J. Cromatogr* **1983** 279 225-32

“Considero que la inyección nunca antes había sido optimizada con suficiente profesionalismo...”

K. Grob *Quím. Anal.* **1994** 66 1009A-19A

Prefacio

Esta guía de inyección en cromatografía de gas se ha hecho tanto para los analistas principiantes así como para los cromatógrafos experimentados. Las entradas son quizás la parte más complicada y misteriosa de un instrumento de cromatografía. Se ofrecen no sólo indicaciones fundamentales y prácticas de cómo escoger la técnica de inyección apropiada sino también cómo optimizar esa técnica una vez que ha sido escogida. No pretende ser un tratamiento comprensivo, sino más bien uno que le brinde al analista novato un buen comienzo en cromatografía de gas; al mismo tiempo, al analista experimentado, debe ayudarlo a recordar algunas buenas prácticas. Para obtener más información, se le aconseja al lector leer cuidadosamente los textos y el material en línea mencionado en la bibliografía. Además, se ofrece una revisión breve de los aspectos más sobresalientes.

Se espera que esta guía ayude a resolver algunos de los misterios de la inyección de la cromatografía de gases y que sea de provecho cuando se preparen y utilicen los métodos propios.

South Orange, Nueva Jersey

Verano 2000

Resumen

- I. Introducción
Se hace un breve recuento de los métodos de muestreo en la cromatografía capilar de gas, así como los problemas fundamentales relacionados con la transferencia de muestras en las columnas capilares cuando se utilizan jeringas y otros dispositivos.
- II. Técnicas de inyección *split*
La inyección *split* es el método clásico en cromatografía capilar de gas. De hecho, la mayor parte de los conocimientos en esta área tiene su origen en los estudios realizados usando este método. Se hará una revisión de los neumáticos de entrada y de los tipos de técnicas adecuadas de inyección dividida.
- III. Principios de la inyección *splitless*
Se analiza el desarrollo y los procedimientos básicos de la inyección *splitless*.
- IV. Perfeccionamiento y resolución de problemas de la inyección *splitless*
Se revisa el mejoramiento de muchas de las variables en este tipo de inyección, tales como: la temperatura de la entrada, los flujos del gas portador, el tiempo de purificación, la geometría lineal, las condiciones iniciales de la columna capilar y la escogencia del solvente.
- V. Inyección en columna
La inyección en columna recibe una creciente atención y constituye, en principio, la mejor técnica en la cromatografía de gas. Se estudiarán los procedimientos, las ventajas y desventajas de esta técnica.
- VI. Inyección de vaporización de temperatura programable
La inyección de vaporización de temperatura programable recibe también cada vez más atención. Se introducirán los principios de este tipo de inyección con muestras de volúmenes grandes y pequeñas, junto con sus aplicaciones.
- VII. Resolución de problemas
Se revisará cómo diagnosticar y resolver los problemas relacionados con la entrada en la cromatografía de gas.
- VIII. Bibliografía



Tabla de contenidos

I.	Introducción	6
I.1.	Problemas fundamentales sobre la inyección en la CCG	6
I.2.	Revisión de las técnicas de inyección en la CCG	8
I.2.1.	Inyección <i>splitless</i>	8
I.2.2.	Inyección <i>split</i>	9
I.2.3.	Inyección en columna	9
I.2.4.	Vaporización de temperatura programable	9
I.3.	Revisión de los temas de desarrollo del método	10
I.4.	Consideraciones generales para una operación adecuada en la CG	11
I.5.	Jeringas	11
I.6.	Consumibles	13
I.7.	Férulas, conexiones y adaptadores	13
II.	Inyección <i>split</i>	14
II.1.	Revisión del equipo físico	14
II.2.	Operación básica	15
II.2.1.	Instalación y mantenimiento de la entrada <i>split</i>	15
II.2.2.	El septo	16
II.2.3.	El <i>liner</i> de vidrio	17
II.2.4.	Férulas e instalaciones	18
II.3.	Ajuste de la temperatura de la entrada	20
II.4.	Ajuste de los flujos y de la proporción <i>split</i>	20
II.4.1.	Linealidad del ajuste	23
II.5.	Muestras inyectables	23
II.6.	Temas del desarrollo del método	24
III.	Fundamentos de la inyección <i>splitless</i>	25
III.1.	Introducción	25
III.2.	<i>Hardware</i> para las entradas <i>splitless</i>	25
III.3.	Mecanismos para el estiramiento de la banda	27
III.4.	Pasos en una inyección <i>splitless</i>	27
III.4.1.	Inyección por medio de jeringa	29
III.4.2.	Vaporización en el <i>liner</i> de entrada	29
III.4.3.	Transferencia de vapores a la columna capilar	32
III.4.4.	Condensación de vapores en la columna capilar	33
III.4.5.	Evaporación del solvente y concentración de las bandas de analito	34
III.4.5.1.	Condensación de frío	34
III.4.5.2.	Concentración del efecto solvente	35
III.4.6.	Limpieza del <i>liner</i>	36
III.5.	Consideraciones generales para el mejoramiento de las inyecciones <i>splitless</i>	36
IV.	Desarrollo del método y mejoramiento de las inyecciones <i>splitless</i>	37
IV.1.	Escogencia de la <i>liner</i> de vidrio	38
IV.2.	Ajuste de la temperatura de la entrada	38

IV.3.	Efectos de la presión de la entrada	39
IV.4.	Efecto de la temperatura inicial de la columna	40
IV.5.	Ajuste del tiempo de purga	41
IV.6.	Comentarios generales sobre las dimensiones de la columna y las fases estacionarias	41
V.	Inyecciones de columna	43
V.1.	Introducción	43
V.2.	Equipo de instrumentos para la inyección de columna	43
V.3.	Jeringas y manipulación de jeringas	45
V.4.	Efectos del solvente en la inyección de columna	45
V.5.	Temas de desarrollo del método en la inyección de columna	47
V.5.1.	Ventajas	47
V.5.2.	Desventajas	48
V.5.3.	¿Cuándo se debe usar la inyección de columna en vez de la <i>splitless</i> ?	48
V.6.	Inyecciones de gran volumen usando las entradas de columna	48
V.6.1.	Cronometraje de la salida del vapor solvente	50
V.6.2.	Efecto de un flujo reductor de sangrado	50
V.6.3.	Efecto de un espacio de retención sucio	51
V.6.4.	Resumen de la inyección de columna de gran volumen	51
VI.	Vaporización de temperatura programable	52
VI.1.	Introducción	52
VI.2.	Equipo de instrumentos para las entradas de <i>PTV</i> (Vaporización de Temperatura Programable)	53
VI.3.	Modos de inyección de <i>PTV</i>	55
VI.3.1.	Revisión	55
VI.3.2.	Inyección <i>split</i> en frío	56
VI.3.3.	Inyección <i>splitless</i> en frío	58
VI.3.4.	Inyección <i>splitless</i> en frío con salida de solvente	58
VI.4.	Inyección de gran volumen con <i>PTV</i>	59
VI.4.1.	Introducción	59
VI.4.2.	Eliminación del solvente	59
VI.4.3.	Manipulación de la jeringa	60
VI.4.4.	Método de desarrollo de inyecciones de gran volumen con <i>PTV</i>	61
VI.4.4.1.	Empaques de los <i>liners</i> de vidrio	62
VI.4.4.2.	Ajuste del flujo de ventilación, temperatura inicial de la entrada y tiempo de ventilación	63
VII.	Resolución de problemas en la CG – Problemas relacionados con la entrada	64
VII.1.	Revisión del mantenimiento de la entrada	64
VII.2.	Calificaciones generales	65
VII.3.	Problemas básicos	65
VII.4.	Picos fantasmas	67
VII.5.	Problemas con la forma de los picos	68
VII.5.1.	Sin picos o con picos muy pequeños	68
VII.5.2.	Coleo del pico	69

VII.5.3.	Adelantamiento del pico	70
VII.5.4.	Formas del pico: doble, <i>split</i> o con alguna otra forma inusual	71
VIII.	Bibliografía	73



I. Introducción

La cromatografía capilar de gas es una de las herramientas más poderosas en el moderno equipo de química analítica ya que proporciona una alta resolución de separación, una gran sensibilidad de detección y una facilidad de uso relativa. Como resultado de su accesible manejo y enorme aceptación, muchos investigadores la consideran una técnica eficaz, como la respaldan las útiles columnas, el detector y la tecnología del sistema de información. No obstante, el muestreo continúa siendo un problema fundamental y constante al llevar a cabo los análisis. Examinar en forma eficiente y productiva la muestra apropiada en la columna capilar no es una tarea fácil; se requiere técnica e ingenio.

En esta guía se analizan las aplicaciones de las técnicas de muestreo en esta área y se estudiarán los análisis prácticos, la localización de los problemas y los métodos que los solucionan. Este trabajo se ha elaborado para resolver las dificultades más complejas.

Esta guía se encuentra organizada según las técnicas de inyección en cromatografía de gas y se limita a las que se refieren a jeringas y dispositivos para extraer muestras. Otros métodos, como las extracciones en línea, la microextracción en fase sólida, las válvulas de muestreo y otras técnicas especiales están también en la mira de este estudio. En primer lugar, se analizan los problemas fundamentales relacionados con el muestreo en las columnas; también se hace un repaso general de la disponibilidad de las entradas. En segundo lugar, en capítulos diferentes, se presentan los métodos de inyección *splitless*, *split* y de columna; se estudia con más detenimiento el primer método pues es la técnica más empleada en el análisis de muestras. Se analizan además las temperaturas programadas y las inyecciones de gran volumen pues, aunque su uso por lo general es limitado, no dejan de ser métodos prometedores y con gran potencial.

Por último, se ofrece una guía práctica para la resolución de problemas y para la operación de la cromatografía de gas. Además, se incluye una bibliografía con las referencias principales y las fuentes relacionadas con el tema.

I.1. Problemas fundamentales sobre la cromatografía capilar de gas

Cuando en la década de 1950 se desarrolló la cromatografía de gas de columna empaquetada, la inyección era un asunto bastante sencillo; de hecho, en la actualidad, su empleo lo es. La mayoría de las agujas de las jeringas, cuando no todas coincidían con el calibre exterior de 6,64 a 0,32 centímetros de la columna, sin ninguna modificación. Por lo tanto, al emplear una jeringa para introducir una muestra en la columna empaquetada, la muestra total penetra en la columna y no se requieren válvulas ni neumáticos.

Con el desarrollo de las columnas capilares, el primer problema fundamental surgió: la aguja de la jeringa no caizaba en la columna (Ver figura I-1). Fue necesario crear una cámara especial de inyección para vaporizar y transferir la muestra a la columna. Sin embargo, existía un problema de masa: las columnas empaquetadas contenían gramos de material de fase estacionaria. Un microlitro de muestra posee un peso total de casi un miligramo, pero con una columna empaquetada, el sobrepeso es pocas veces un problema. Este tipo de columna casi nunca se usa para separaciones preparativas de miligramos a gramos de analito; sólo unos pocos miligramos de material en fase estacionaria se encuentran en las columnas capilares. Esto significa que una muestra líquida de un microlitro tiene una masa total similar a la fase estacionaria en la columna entera. Al suponer que una muestra inyectada debe asentarse en el primer metro de la columna y disolverse ahí, es lógico imaginarse que si ésta se transfiere completa a la columna puede

sobrecargar con facilidad la fase estacionaria disponible. Para solucionar esta dificultad se requería crear una separación en la entrada y el uso de una inyección lo cual complicaba la efectividad de los neumáticos requeridos en la cromatografía de gas. En el cuadro I-1 se hace una comparación de las medidas tradicionales de la muestra y la inyección para las columnas empaquetadas y capilares de la cromatografía de gas que ocasionaron este problema.

La evolución en la separación de la entrada implicó otra dificultad: el problema de masa. Una parte por millón (ppm) de una muestra de un microlitro producía una masa de un nanogramo. Si se asume que un detector común tiene un límite de cuantificación de casi 1 nanogramo, es fácil concluir que, en el mejor de los casos, la cromatografía de gas con una separación en la entrada tiene un límite de detección de concentración de una parte por millón, lo cual supera gran parte de las aplicaciones en las pruebas de análisis. Para las pruebas de análisis se requiere ingenio y extensa preparación de muestras. Muchos de los métodos son complicados debido a dos factores: a la cantidad de preparación de muestras y a la interacción del cromatógrafo de gas con la automatización de algún método tal como la extracción supercrítica de fluido, la cromatografía de líquido de alto desempeño o el inyector automático.

Tipo de columna	Tamaño de la muestra líquida (μL)	Tamaño de la muestra gaseosa (mL)
Empaquetada ¼"	1-10	1-5
Empaquetada 1/8"	0.1-2	0.1-10
Capilaridad 0.53 mm	0.1-2	0.1-10
Capilaridad 0.25 mm	0.01-1 con separador	0.1
Capilaridad 0.10 mm	0.005-0.1 con separador	0.01

Cuadro I-1. Volúmenes de muestra típicos en las columnas capilares y empaquetadas en donde se presentan los problemas de muestreo fundamentales que llevan al mejoramiento de las entradas capilares.

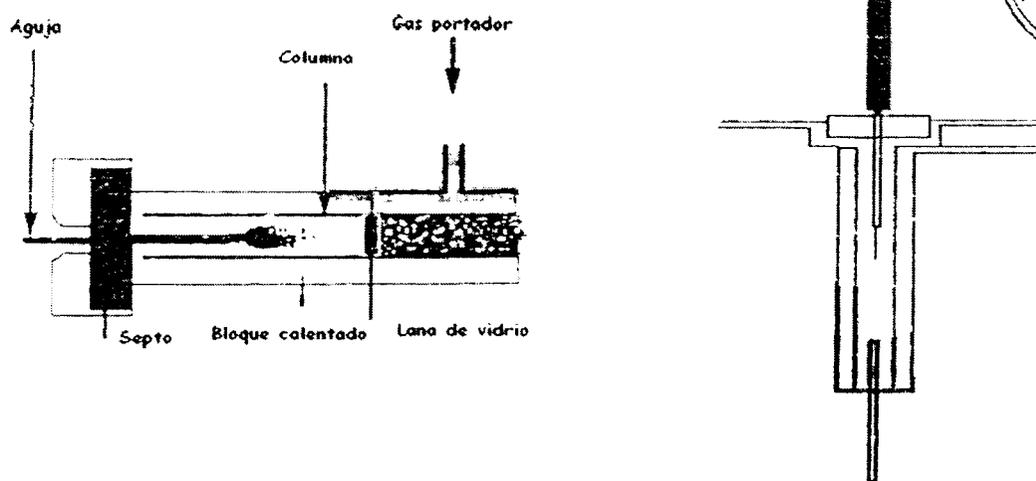


Figura I-1. Configuraciones comunes de entradas empaquetadas y capilares. Nótese que la jeringa calza dentro de la columna empaquetada, mientras que la columna capilar requiere una cámara de inyección separada.

I.2. Revisión de las técnicas de inyección en la cromatografía capilar de gas

En la actualidad existen cuatro técnicas de inyección en la cromatografía capilar de gas de uso habitual. Aparte de ellas, hay muchas más que han ganado mucha aceptación entre los usuarios. Además, al utilizar estas cuatro técnicas, se presenta un sinnúmero de técnicas de inyección; las más conocidas se revisan en esta guía. Las entradas o técnicas representan una forma diferente de resolver los problemas fundamentales antes mencionados. Cada una de las entradas disponibles implica ventajas y limitaciones, por eso, para utilizarlas es necesario estudiarlas y probarlas.

1.2.1 Inyección *split*

Las inyecciones *split* se crearon para resolver un primer problema básico: el gran tamaño de las jeringas y de las muestras disponibles para las columnas empaquetadas. En lo esencial, una entrada *split* permite ajustar una fracción de la muestra inyectada para que llegue a la columna por el ajuste del flujo relativo del gas portador a través de la columna y la válvula de salida. Las entradas se calientan para garantizar que la muestra completa se evapore rápidamente conforme sale de la aguja y se mezcle en forma homogénea con gas portador.

Las inyecciones son la técnica tradicional de inyección capilar de cromatografía de gas y al mismo tiempo las más simples cuando se cuenta con muestras relativamente concentradas (ppm o más alta). En una inyección común *split*, una muestra de un microlitro debe dividirse de manera que 20 mL entren en la columna capilar (una proporción *split* - definida en detalle después de 50:1). Este método es muy susceptible al problema de masa.

Los altos niveles de flujo de gas portador a lo largo de la entrada permiten una más rápida inyección y un rango de inyección más estrecho. Por este motivo es la técnica preferida.

1.2.2. Inyección *splitless*

La inyección *splitless* constituye un proceso integral para mejorar la sensibilidad mediante la casi total transferencia de muestra de analito a la columna. Además, evita el esparcimiento de la mayor parte de la muestra en la salida *split* de la válvula.

En principio, la inyección *splitless* se ejecuta empleando la misma entrada de la inyección *split*, pero se inyecta con la válvula de salida cerrada para que el material inyectado permanezca



dentro de la columna. La salida de la válvula permanece cerrada durante un lapso de entre 30 y 60 segundos; luego se abre para eliminar el material de residuo de la entrada. Además, se debe mantener la entrada a una temperatura elevada para permitir la vaporización de toda la muestra, de esta forma, cerca del 95% de los materiales inyectados se transfieren a la columna capilar.

El exceso de muestra y el ensanchamiento de los picos se elimina con una compleja serie de efectos termales y solventes, sobre lo que se trata en el Capítulo 3. La inyección *splitless* implica el uso de neumáticos más complejos que la inyección fraccionada y requiere una manipulación minuciosa del método. No obstante, estas medidas disminuyen de sobremanera el problema de masa. La inyección no separada es, por lo general, la técnica más utilizada en el análisis de pruebas (menos ppm y ppb de concentraciones de analito), aunque requiere preparaciones complejas de muestras y el mejoramiento del método.

I.2.3. Inyección de columna

Como su nombre lo indica, en las inyecciones de columna se coloca la muestra inyectada directamente en la columna capilar, sin que ésta contenga una cámara de vaporización separada; este proceso se puede realizar ahora con una jeringa especial. Al igual que con la inyección *splitless*, se deposita una muestra entera dentro de la columna capilar y los analitos se separan del solvente por medio del solvente y de los efectos termales. La inyección de columna es la primera técnica en la cromatografía de gas hecha utilizando una entrada en frío. Debido a que la muestra se coloca directamente en la columna, no hay espacio para la vaporización (tampoco es necesaria). Tanto la entrada como la columna se calientan a una temperatura programada. Para este tipo de

inyección se necesitan jeringas y técnicas especiales que no son usadas por todos los analistas y en todas las circunstancias, pero es la técnica favorita para lograr los mejores análisis cuantitativos.

Las muestras contaminadas provocan ciertas perturbaciones ya que se transfieren a la columna y ocasionan obstrucciones y un mantenimiento adicional del sistema. Una técnica de inyección modificada especialmente para la columna permite elaborar inyecciones de grandes volúmenes (más de cientos de microlitros) de muestra diluidas.

I.2.4. Vaporización de temperatura programable

La idea de utilizar inyecciones en frío nació con las inyecciones *split* y *splitless* entre 1970 y 1980, por medio de la modificación clásica de entrada *split* y *splitless* para ajustar la programación de la temperatura. De manera similar a las inyecciones de columna, este tipo de inyección se ejecuta en frío, pero luego se programa la temperatura de la entrada para transferir los analitos inyectados a la columna. La inyección en frío tiene diversas ventajas en el desarrollo de las transferencias de muestras cualitativas a las columnas. Además, permite la inyección de grandes cantidades de volúmenes (más de 100 microlitros de una sola vez). Existen varias formas de operar las entradas de temperatura programada con el propósito de convertirlas en las más versátiles.

I.3. Revisión de los temas de desarrollo del método

En la ilustración I-2 se presenta un esquema decisivo para seleccionar la técnica de inyección de cromatografía de gas si se cuenta con pocos parámetros de muestra. Como se puede observar,

elegir un método de inyección no es un asunto fácil, de hecho, puede resultar muy complejo. De los tres métodos clásicos: *split*, *splitless* y de columna, el último es el más popular aunque no sea mundialmente utilizado debido a las dificultades prácticas.

La técnica de inyección *splitless* suele sustituirse por la inyección en columna a pesar de los problemas que pueden surgir con la inyección de altos pesos moleculares, los componentes polares o inestables técnicamente. Varios tipos de muestra no toleran los métodos convencionales, esta variante requiere más preparación de muestras y mayor concentración mental o el uso de una técnica de inyección de gran volumen. En las inyecciones de temperatura programada es posible mitigar los problemas con la ayuda de la inyección *splitless*; este paso permitirá también el mejoramiento de dicha inyección.

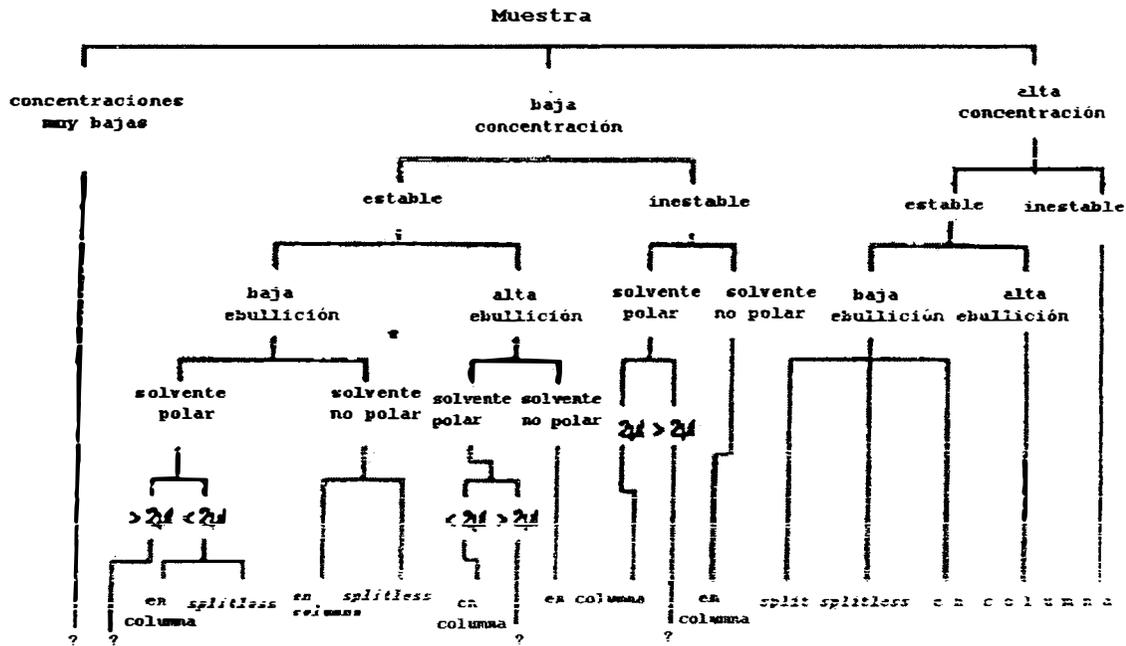


Figura I-2. Árbol de decisión para la inyección de cromatografía capilar de gas. Cortesía del Dr. Ir. Hans-Gerd Janssen, Laboratorios de Investigación Unilever.

I.4. Consideraciones generales para una operación adecuada del CG

Antes de analizar el tema de las entradas específicas y las técnicas de inyección, es preciso hacer un breve repaso general sobre los procedimientos adecuados de operación para los cromatógrafos capilares de gas ya que varios conceptos relacionados con la operación de cromatografía repercuten en el funcionamiento de las entradas.

En la ilustración I-3 se presente el diagrama de un sistema de cromatografía común, en el que se destacan las zonas más importantes para realizar la operación de entrada. Incluso, la escogencia del detector puede repercutir ya que para manipular un detector selectivo de masas se necesita un gran vacío en el extremo de la columna. Con este procedimiento se obtiene un mejor efecto de las emisiones de gas.

En primer lugar, la cromatografía capilar de gas es una técnica muy limpia. La gran cantidad de problemas y situaciones complejas que surgen al introducir las muestras (como los que ocurren en *liner* de la entrada y en la separación de muestras) se convierten en filtros que garantizan que estas lleguen limpias a la columna capilar. Es importante garantizar que los suministros de gas portador y detector sean de la clase más pura disponible y que estén conectados al cromatógrafo mediante una regulación de dos fases con un diafragma de acero inoxidable. No es recomendable el uso de los poliméricos por ser muy susceptibles a la filtración de contaminantes de la atmósfera. Tampoco se recomienda el uso de *Snoop* o soluciones jabonosas para los sistemas capilares de pruebas de filtración porque se pueden disolver con la emisión de gas y aparecer como picos fantasmas. Con la ayuda de un depurador apropiado, se deben eliminar todas las impurezas (aire, agua, hidrocarburos) del suministro de gas portador.



Es preciso inspeccionar con sumo cuidado cualquier sistema depurador para asegurarse de que no se sobrecargue o ensucie. De hecho, un depurador sobrecargado es peor que carecer de cualquier método de purificación pues las impurezas absorbidas se puede liberar fácilmente en el cromatógrafo. Por otro lado, los depuradores se deben colocar lo más cerca posible de los tabiques de las instalaciones de los cromatógrafos con el fin de eliminar cualquier riesgo de fugas o contaminación. En el Cuadro I-2 se detalla una lista de depuradores.

A pesar de que la mayoría de los cromatógrafos de gas con más de cinco años de uso emplean los clásicos sistemas manuales, la mayor parte de los sistemas nuevos utilizan un método de neumáticos controlados con microprocesadores. Este método, también conocido como control electrónico de poder (*EPC*) o control electrónico de neumáticos, ofrece más flexibilidad pues es posible cambiar las presiones y las emisiones durante la operación.

Con los sistemas manuales hay que conformarse con las emisiones y las presiones que se tenían al inicio de la prueba. Este factor es significativo ya que el ritmo volumétrico de emisión de gases disminuye conforme aumenta la temperatura del gas debido a un cambio en su viscosidad. Con un sistema de control electrónico de presión se recomienda inyectar con una presión elevada y luego disminuirla hasta alcanzar el valor óptimo del cromatógrafo de gas durante la operación.

I.5. Jeringas

Es necesario dedicarles cuidado especial a las jeringas que se emplean en las inyecciones de cromatografía de gas pues son primordiales para la ejecución óptima de las técnicas de muestreo

que se presentan en esta guía. Las jeringas para muestras líquidas suelen ser de vidrio, con componentes de acero inoxidable, y por lo general, inertes.

Antes de inyectar o iniciar una secuencia de inyecciones con un inyector automático es necesario asegurarse de que la jeringa no presente defectos tales como dobleces en la aguja, fisuras o contaminación que permitan el funcionamiento adecuado del émbolo. Se debe enjuagar la jeringa varias veces en el solvente seleccionado antes y después de inyectar.

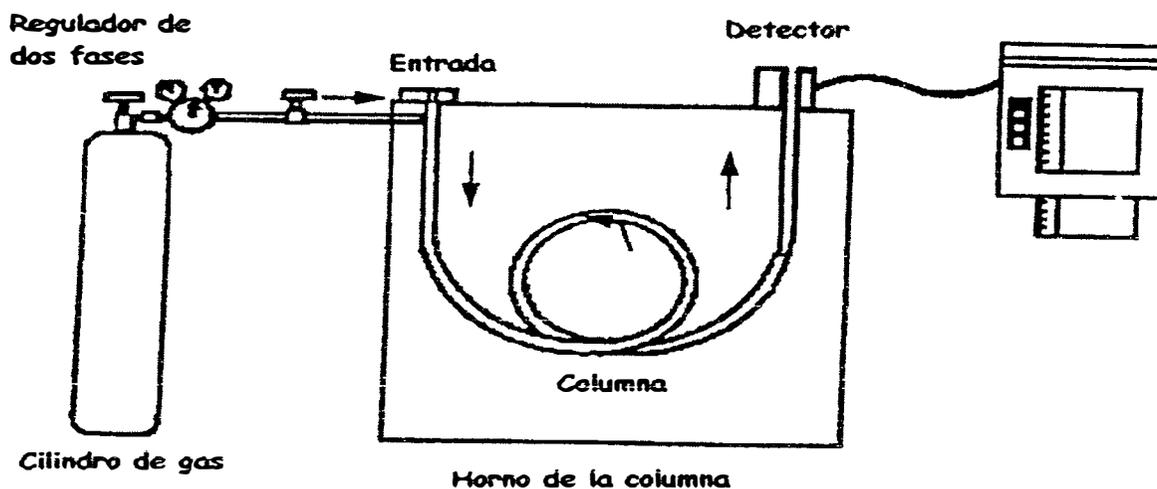


Figura I-3. Esquema de un cromatógrafo de gas. Nótese que casi todos los componentes estén relacionados de una u otra forma para lograr el éxito del proceso de muestreo.



Tipo de depurador	Aplicación
Tamiz molecular	Elimina impurezas de bajo peso molecular tales como aire y agua
Negro de carbón	Elimina impurezas orgánicas como hidrocarburos
Agentes secadores (<i>Drierite</i> , etc)	Elimina el agua
Purificadores eléctricos	Pueden remover todas las impurezas con una sola descarga. Por lo general son caros. Presentan dificultad para la revisión de las sobrecargas y no son apropiados para el hidrógeno.
Integrado	Algunos distribuidores de gas ofrecen un depurador integrado dentro del tanque de gas, lo cual resulta muy cómodo

Cuadro I-2. Resumen de los depuradores más utilizados en la limpieza de los gases portadores en la cromatografía de gases.

Para tomar en forma apropiada la muestra, la aguja debe estar totalmente sumergida en la muestra líquida. Se debe mantener el frasco en posición vertical y no invertido como lo hacen los médicos cuando llenan una jeringa en el hospital. Para expulsar cualquier burbuja, se activa el émbolo, con la muestra; con este procedimiento las burbujas saldrán por la aguja. No es sencillo eliminar las burbujas invirtiendo y golpeando el vidrio pues el diámetro del cilindro es muy reducido. Se debe nivelar la muestra líquida a un volumen mayor al necesario y retirar la aguja del frasco de muestra. Luego, se debe invertir la jeringa y eliminar cualquier exceso de muestra. Además, debe limpiarse la aguja con una toalla seca de laboratorio.

En la mayor parte de las técnicas de inyección se puede inyectar rápidamente la muestra y empezar a utilizar el cromatógrafo de gases. En los capítulos siguientes se explicarán las consideraciones específicas para la operación de jeringas en métodos individuales.

I.6. Consumibles

Con el propósito de facilitar la operación y el mantenimiento de cromatografía, se recomienda contar con una cantidad suficiente de consumibles. Muchos están diseñados específicamente para una entrada específica; por este motivo, se debe tener precaución a la hora de escoger los apropiados. Entre la lista podemos encontrar septos, revestimientos de vidrio, cierres herméticos en forma circular, férulas de grafito o grafitadas, fibra de vidrio y materiales para sellar (en especial cuando se utiliza una entrada con vaporización de temperatura programable).

I.7. Férulas, conexiones y adaptadores

En un sistema de cromatografía capilar de gas, una instalación adecuada de las conexiones es crucial y hasta una obra de arte. Al instalar una columna, hay que garantizar que las paredes terminales tengan un corte bien definido. Algunos proveedores de columnas tales como *Agilent Technologies/J+W Scientific, Restek, Supelco, Varian-Chrompack* brindan asesoría en esta área.

Al hacer una conexión utilizando férulas de grafito o grafitizadas, la tensión que ejerza un dedo es suficiente para obtener un sello libre de fugas. No se recomienda ajustar una férula de grafito con la presión del dedo y luego con un giro de $\frac{1}{4}$, ya que se puede dañar el equipo de conexión.

Por otra parte, al emplear los conectores, se debe prestar atención a cualquier material de desecho que se encuentre dentro de ellos. El área debe estar limpia. En la medida de lo posible, las conexiones de latón y acero inoxidable se deben ajustar con la presión del dedo y con un giro de $\frac{1}{4}$.

Una vez que se instale la columna, que se conecte y se active el suministro de gas portador, se debe detectar la presencia de fugas con un detector electrónico de fugas. No se deben utilizar soluciones jabonosas o aerosoles porque pueden esparcirse en los tubos y provocar picos fantasmas, daños o contaminación en la columna.

Más adelante, en el Capítulo VII, se mostrará que muchos de los problemas que se presentan en el funcionamiento del cromatógrafo de gases y de los cromatogramas se asocian a las conexiones en la entrada.

Los capítulos siguientes, especialmente elaborados para los expertos que colaboran desde los laboratorios, presentan una descripción práctica y fundamental de cada técnica de inyección y cuenta con temas como el desarrollo del método, mantenimiento y detección de problemas.

II. Inyección *split*

Esta técnica se utilizó en forma exclusiva durante los primeros diez años del desarrollo comercial de la cromatografía de gas. Como resultado del trabajo con columnas empaquetadas, se creía que eran necesarios tapones muy reducidos para las muestras de vapor. Al mismo tiempo, se requería que los distribuidores las entregaran rápidamente. Sin embargo, no se han realizado estudios numerosos y sistemáticos sobre las inyecciones *split*. De hecho, gran parte de la bibliografía de investigación describe métodos apropiados para las muestras y los problemas individuales pero proveen escasas guías generales. Por ello, es muy común obtener como resultado una gran cantidad de errores de precisión y reproducibilidad cuando se realiza este tipo de inyecciones.

En el presente capítulo se analizan las partes y la operación básica de las entradas *split*. Además, se estudiará la innovación de los métodos, los temas de resolución de problemas y el mantenimiento de la entrada. Por último, se brindará una ayuda especial al analista con el fin de que logre reducir los errores cuando realiza las inyecciones *split* de rutina.

II.1. Revisión de los componentes

En la ilustración II-1 se observa un diagrama esquemático de la entrada *split*. El gas portador penetra por la parte superior y debajo del septo. En este punto, la emisión toma dos caminos: el *liner* de la entrada y la válvula de depuración del septo. La válvula, localizada bajo el septo, es una pequeña salida (de casi 3mL/mil) que permite mantenerlo limpio. La otra vía que puede tomar el gas es la entrada del *liner*, lugar en donde se deposita la muestra con la aguja de la jeringa.

Cuando se realizan inyecciones *split*, una gran cantidad (alrededor de 50-100 mL-mil) de gas emana a lo largo del *liner*; lo ideal es que la muestra se evapore y mezcle con el gas portador. Luego, en el extremo del *liner* hay dos posibles salidas: la primera es la columna del cromatógrafo de gas, la cual posee una frecuencia volumétrica de emisión relativamente baja (de casi 1 mL/mil); la segunda es la salida segmentada que tiene una alta frecuencia de emisión (de aproximadamente 50-100 mL/min) y que se regula con una válvula aguja.

El radio de frecuencia de emisión a través de la salida da origen al radio con división que permite el cálculo y el control de la cantidad de muestra que entra a la columna. Cuando se realizan inyecciones *splits*, se regulan con presión trasera, lo cual produce una frecuencia constante de emisión dentro de la columna mientras que se varía el flujo en la salida.

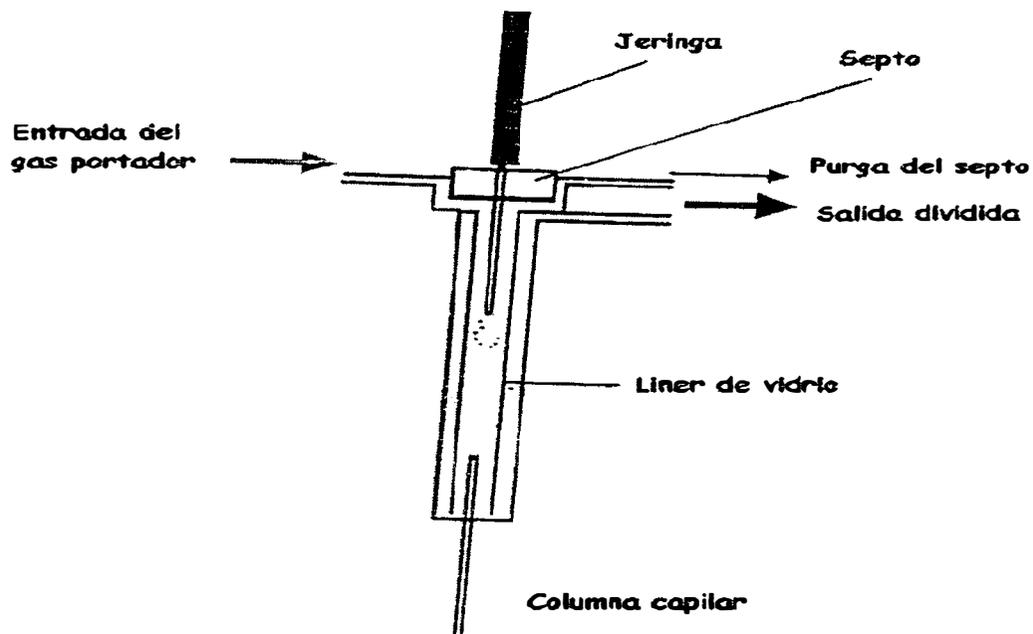


Figura II-1. Diagrama esquemático de una entrada *split*

II.2 Operación básica

II.2.1 Funcionamiento y mantenimiento de una entrada *split*

Para operar un nuevo instrumento con una entrada *split*, se debe contar con una serie de artículos que están incluidos en la caja de herramientas junto a la nueva adquisición y que se pueden comprar al fabricante o al distribuidor de repuestos originales, si se cuenta con un sistema más viejo.

Se debe tener presente que cada proveedor es distinto; por eso conviene consultar el manual de instrucciones o ponerse en contacto con el fabricante para conocer los datos específicos de los artículos apropiados.

Esta presentación supone que la entrada se conecta a una línea depurada de gas portador y que se dispone de gas portador flotante.

No se abordará el tema de la instalación de las columnas.

Artículos necesarios:

Llaves de boca apropiadas (métricas o inglesas)

Septos y revestimientos de vidrio apropiados

Férulas apropiadas para la instalación de columnas y revestimientos de vidrio

Por lo general, el mantenimiento de las entradas es sencillo; sin embargo se recomienda establecer un horario regular de mantenimiento.

II.2.2. El septo

El septo, que por lo general se encuentra en el área superior y frontal de la entrada, es la pieza más fácil de reemplazar. Su función es la de propiciar un medio para la inyección de muestras cuando se utilizan jeringas sin causar alguna ruptura o la sustitución de válvulas especiales en el sistema.

Se recomienda cambiarlos cuando se realizan entre 30 ó 50 muestras; esto dependerá del tipo de jeringa utilizada. La sustitución del septo se hace con más frecuencia cuando se usa un



inyector automático pues las agujas son romas y mucho más anchas que las empleadas en las inyecciones manuales.

Sólo se deben utilizar septos que soporten altas temperaturas y diseñados especialmente para la cromatografía de gas. Los septos de mala calidad (baratos) se dañan con mayor facilidad, al estar expuestos a las altas temperaturas de las entradas y contaminan la columna. Esto produce picos fantasmás en los resultados.

En figura II-2 se observa la proyección de un cromatograma del sangrado de septo. Nótese que un sangrado de septo es común cuando se programan altas temperaturas, y que éste fenómeno por lo general sucede hacia la mitad de los rangos de temperatura.

El sangrado del septo también es un indicio del deterioro del instrumento que obliga a su reemplazo. Además, para evitar fisuras se recomienda utilizar uno especialmente diseñado para el instrumento.

Por último, con la presión de los dedos se debe ajustar la tuerca (si se usa una llave de tuercas después de la presión ejercida por los dedos, no debe sobrepasar un cuarto de giro). No se debe forzar la tuerca, para evitar fugas. Se recomienda además emplear un septo nuevo antes de iniciar una larga secuencia con un inyector automático o cuando se vaya a dejar el sistema sin supervisión.

Las partículas de septo también son capaces de absorber materiales de analito reactivo. Cada vez que se cambie, se recomienda revisar el vidrio añadido con el fin de detectar pequeñas partículas de septo u otros materiales que puedan ser reactivos. Si se encuentra este tipo de sustancias, el *liner* de vidrio también debe reemplazarse.

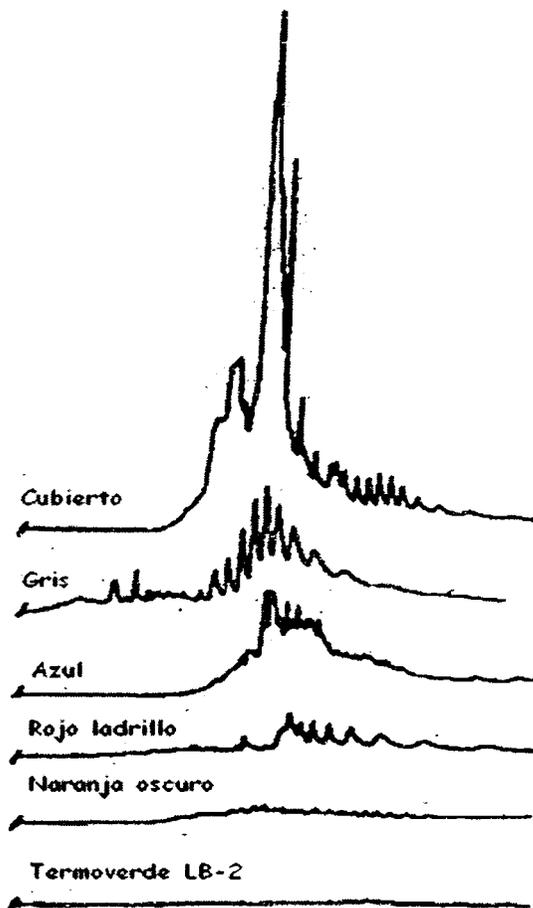


Figura II-2. Cromatogramas que muestran el sangrado usando varios septos. Adaptado del Catálogo de Supelco 2000 (Bellfonte, PA).

El cierre hermético *Merlín* es una alternativa al septo tradicional porque puede eliminar la necesidad de la sustitución periódica. El *Merlín* consta de una válvula de boca plana (Ver Figura II-3) que se ajusta a una tuerca común del septo y la reemplaza sin producir modificaciones posteriores en la entrada. Su uso es muy conveniente cuando se trabaja con inyectores automáticos que centran la aguja. Cuando se realizan sesiones manuales, se pueden producir fugas.

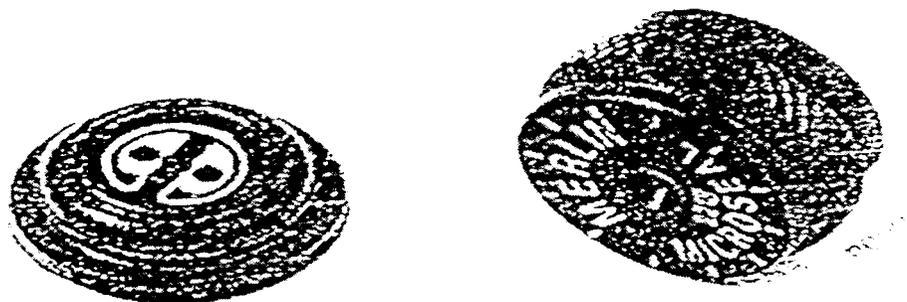


Figura II-3. Válvula de boca plana que se utiliza en el dispositivo de repuesto del septo *Merlin Microseal*.

II.2.3. El revestimiento de cristal

Este componente es esencial a la hora de realizar inyecciones exitosas y por ende, para obtener separaciones satisfactorias. En términos generales, debe ser inerte y poseer un volumen suficiente para distribuir toda la muestra de vapor. También deben contar con un conducto de emisiones obstruido que permita la evaporación e impida el paso directo de la muestra líquida a la columna.

Cada instrumento (y algunas veces instrumentos diferentes del mismo fabricante) necesita *liners* de cristal de variadas dimensiones, lo que implica procedimientos de instalación con leves diferencias. Por este motivo conviene leer con detenimiento las instrucciones y contar con los *liners* adecuados para cada instrumento. Cuando se realice la instalación, se debe utilizar el empaque circular correcto o la férula selladora apropiada (esto dependerá del fabricante y del modelo del instrumento). No se debe ajustar excesivamente la tuerca hermética pues se puede quebrar el vidrio.

En la parte posterior (extremo final de la entrada) hay otra tuerca que debe revisarse con periodicidad para garantizar su limpieza pues es la única superficie metálica dentro de la

entrada y tiende a obstruirse. Si este elemento no se ve limpio y brillante, se debe reemplazar. Además, si existen otros sellos herméticos, también deben sustituirse.

El *liner* de vidrio debe ser inerte. Con el paso del tiempo, se han diseñado, publicado y recomendado diversos procedimientos para desactivar este material, a pesar de que muchos se pueden adquirir con esa propiedad, lo cual es muy ventajoso. No obstante, en el cuadro II-1 se ofrece una guía para realizar tal procedimiento.

Se debe tener precaución con las obstrucciones de las piezas del septo, lana de cristal y otros materiales que aparecen en los *liners*, difíciles de eliminar. Con mucha frecuencia la lana es indispensable para facilitar la vaporización de la muestra o para proteger el revestimiento de muestras sucias o contaminadas. Cuando se utilice este material, hay que tener mucho cuidado porque la lana también posee superficies para la reacción o absorción de analitos lábiles. Por lo general, es mejor evitar este material a menos de que las muestras estén extremadamente sucias.

La geometría de los *liners* también es significativa. Existe muy variada bibliografía atinente a esta geometría tanto de inyecciones *split* como *splitless* pero muy poco consenso. En la figura II-4 se pueden apreciar diversas geometrías de mayor uso las cuales tienen sus ventajas y limitaciones. El lector podría sentirse limitado por la selección conveniente para el instrumento que posee. La geometría para los *liners split* tiene dos funciones: proporcionar un volumen suficiente para que la muestra se evapore completamente y se mezcle así con el gas portador y evitar que la muestra líquida penetre en la columna sin pasar previamente por el proceso de vaporización.

Dado su amplio uso, la mejor forma es la copa invertida, según se ve en la figura II-4 ya que ofrece una extensa área de superficie de cristal que es de gran ayuda cuando se realizan

evaporaciones y mezclas. Además, es muy útil pues brinda un tortuoso camino que hace que el líquido no pase directamente a la columna. La única desventaja del *liner* de copa invertido es su alto precio en comparación con otros métodos y que es muy difícil de eliminar los pedazos de septo u otros restos. En comparación, mientras tenga un volumen adecuado, un *liner* vertical permite que el líquido fluya directamente hacia el fondo o hacia la columna. Todos los ejemplos mostrados en la figura II-4 tienen obstrucciones diseñadas para prevenir el paso del líquido hacia el fondo de la entrada o dentro de la columna.

1. Los <i>liners</i> usados se pueden almacenar en una solución de ácido nítrico y agua regia. Esta solución se debe guardar en un toldo. Después de un lapso, los residuos orgánicos pirolizados se disuelven como resultado del ácido concentrado lo cual hace que el cristal se limpie.
2. Cuando se tengan varios <i>liners</i> usados y lavados, elimine el ácido y lávelos con cantidades copiosas de agua desionizada.
3. Enjuáguelos con suficiente metanol, acetona y hexano, en ese orden.
4. Los <i>liners</i> se pueden silatar si se colocan durante 24 horas en una solución al 1% de trimetilclorosilano en tolueno.
5. Enjuague los <i>liners</i> desactivados con hexano y colóquelos en un sitio fresco y seco.

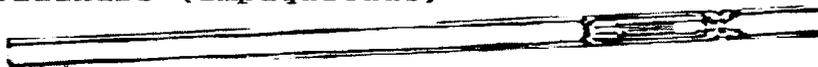
Tabla II-1. Limpieza y procedimientos de desactivación: para los *liners* de vidrio

II.2.4. Férulas e instalaciones

Las entradas poseen muchos lugares en los cuales se puede instalar las tuberías o columnas. Por ejemplo, en un sistema *EPC*, la fuente de poder del gas portador está en el tabique del *CG*, así el controlador *EPC* proporciona la presión correcta y regula la presión. En un sistema que no sea *EPC*, se necesita solo un regulador separado de una etapa que deje que los cambios de las emisiones de gas (como cuando se empieza a trabajar con otro instrumento)

no afecten el paso del gas portador y la presión. Se debe tener la precaución de no ajustar mucho el conductor de gas portador para evitar las fugas.

Cilindro (empaquetado)



Diámetro externo 78.5 mm x 6.3 mm
Cilindro (lana empaquetada)



Diámetro externo 78.5 mm x 6.3 mm
Cilindro (empaquetado con 10% OV-1 en
Chromosorb-W HP)



Diámetro interno 78.5 mm x 6.3 mm
Split/Splitless
(Diámetro interno 4 mm, lana empaquetada)



Diámetro externo 8.5 mm x 6.3 mm

Figura II-4- Geometrías de los *liners* de vidrio para la inyección *split*

Se aconseja que al final de la columna quede sellada la conexión entre la columna y la entrada con férula de grafito o grafitizada; este paso debe ejecutarse con sumo cuidado pues esta área es propensa a las fisuras. Para ajustar las férulas de grafito de la columna basta con presionar firmemente con los dedos, y si se quiere se puede complementar con la ayuda de un giro de $\frac{1}{4}$ ejecutado con una llave de tuercas. Si al estirar la columna con delicadeza ésta no se mueve, significa que se logró un buen cierre hermético. Se obtienen mejores resultados si el calibre de la férula coincide con el de la columna. En el cuadro II-2 se encuentra una lista de calibres con los diámetros de columnas apropiados.

un tiempo prolongado para salir de la entrada, hasta que es finalmente expulsado con rapidez a través de la salida.

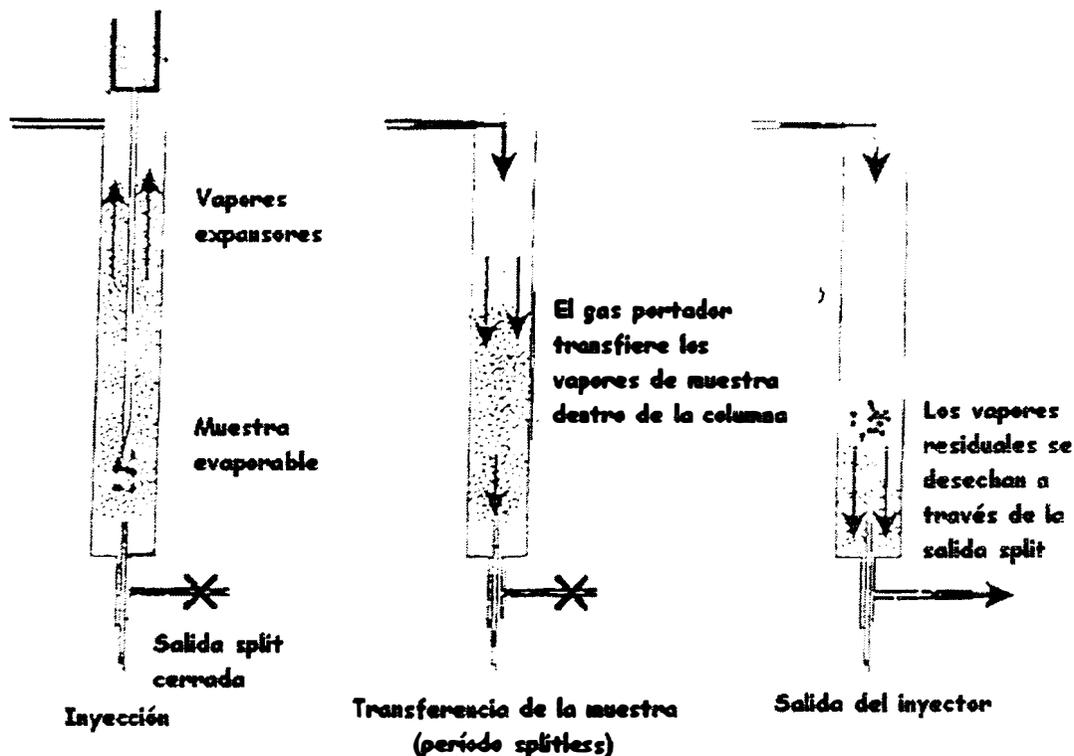


Figura III-6. Pasos en el proceso de inyección *splitless*. Adaptado de K. Grob, "Inyección *split* y *splitless* en la cromatografía capilar de gas" Huthing (ahora Wiley), 1993.

III.4.4. Condensación de los vapores en la columna capilar

En la inyección *split*, durante la transferencia de vapor a la columna, el horno se debe mantener por lo general a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente de muestra. Esto provoca la condensación y el esparcimiento de los vapores de solvente y analito dentro de las secciones de la columna. Puesto que las moléculas de analito son solubles, lo hacen de la misma forma que a la largo de la extensa franja de solvente. En la figura III-7, se distingue un plan hipotético de este tipo de franja. En el primer caso, un solvente no polar, como el hexano, se usa con una columna no polar, como un silaxone de polidimentil al 100%.

La franja de solvente humedece bien la superficie de la columna y genera una distribución pareja de las moléculas de analito. Por último, cuando se retira el solvente, se obtienen picos de analito muy bien definidos.

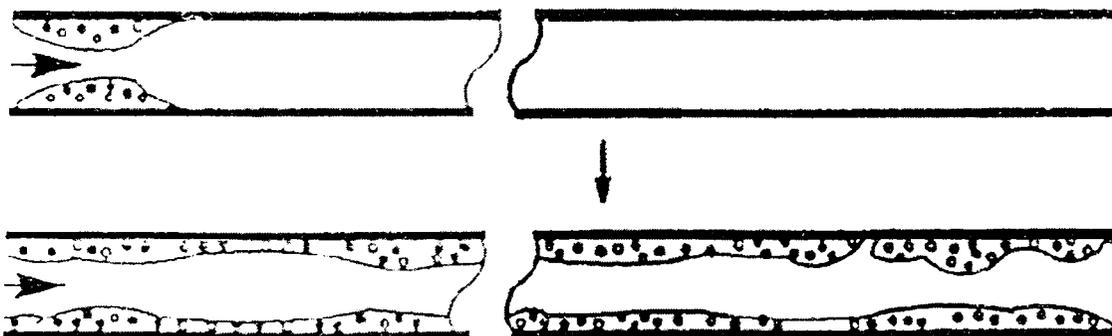


Figura III-7. Esquema de los efectos solventes causando ensanchamiento de las bandas. Adaptado de “Cromatografía de gas de alta resolución” de K. Hyver (ed), Hewlett-Packard, 1989.

En el segundo caso, un solvente polar como el metanol, se utiliza con columnas no polares como el siloxano de polidimetil al 100%. En este caso, la franja se dispersa de manera irregular con lo que se adquiere una distribución dispareja de las moléculas de analito cuando se retira el solvente. Este fenómeno ocasiona picos sin forma definida y que más bien asemejan rabos u hombros o una sucesión indefinida de picos. Por consiguiente, para escoger un solvente se debe tener en mente la columna que se va a usar; sus polaridades deben asemejarse.

III.4.5. Evaporación del solvente y ajuste de las franjas de analito

Una vez que la muestra completa (incluyendo el solvente y el analito) se introduce en la columna, ocurren dos mecanismos (ambos relacionados con la evaporación) de ajuste para disminuir las franjas anchas: ajuste termal o “retención en frío” de los analitos de gran peso molecular y ajuste de los efectos del solvente para aquellas moléculas de menor peso. Para programas de un solo analito, se puede utilizar el ajuste en frío, los efectos solventes, o una combinación de ambos.

III.4.5.1 Ajuste en frío

Este mecanismo se presenta en la figura III-8 y como ya se discutió, se utiliza con analitos de mayor peso molecular. Cuando llegan a la columna, que tiene una baja temperatura, se congelan dentro de los primeros y cortos centímetros de la columna. Las moléculas restantes luego tienen tiempo para “alcanzar” al primer grupo. Esto produce una franja de analito bien definida cerca de la parte superior de la columna.

La retención en frío es el mecanismo más frecuente cuando se trabaja con analitos de gran peso molecular (con pesos superiores a C12). Las variantes más significativas que afectan la retención son: la temperatura inicial y la densidad de la película de fase estacionaria.

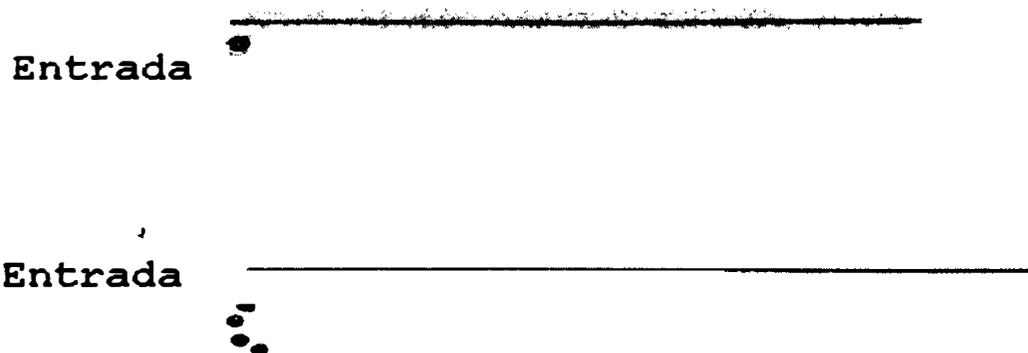


Figura III-8. Esquema del efecto de ajuste en frío

III.4.5.2 Ajuste del efecto solvente

No sorprende que las moléculas de mayor peso o los analitos con menor presión de vapor muestren franjas definidas como resultado de la retención en frío. Sí asombra que las bandas de menor peso molecular (con mayor presión de vapor) que no se retengan en frío también sean precisas cuando se usan en las inyecciones *split*. Tal hecho se le atribuye a los efectos relacionados con la evaporación del solvente líquido inyectado. En la figura III-10 se resalta la evaporación del solvente líquido en la columna capilar en una inyección *split*. En primer lugar, el solvente se esparce a lo largo (de casi 1 metro) de la columna, luego reviste la fase líquida y produce una fase estacionaria bastante gruesa. Las moléculas de soluto se distribuyen a través de tal revestimiento. El gas portador circula de la entrada de la columna hacia la salida. La franja solvente se evapora desde el fondo de la entrada y disminuye su tamaño. Los analitos permanecen disueltos en la gruesa franja solvente a pesar de que se

concentren conforme se reduce. Por último, esta ocupa una porción reducida de la columna y luego desaparece y deja los analitos en una zona concentrada cerca del área superior de la entrada.

Como se analizó anteriormente, la naturaleza del solvente y de la fase estacionaria son de vital importancia para un ajuste apropiado de los efectos del solvente. La temperatura inicial de la columna es trascendental ya que el solvente se debe condensar para que sea efectivo. Una temperatura de 40° C o más pero inferior al punto normal de ebullición del solvente es suficiente.

En el siguiente capítulo, se hace un análisis de la optimización de los efectos del solvente y de la temperatura inicial de la columna.

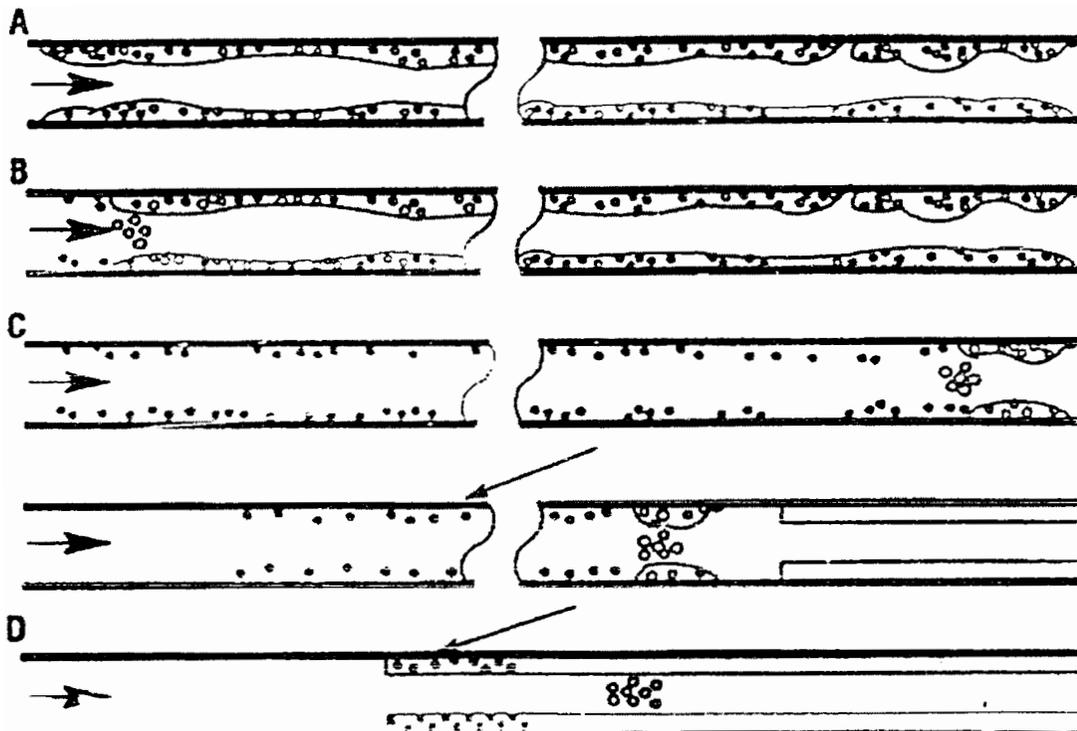




Figura III-10. Ajuste del efecto solvente. Adaptado del “Cromatografía de gas de alta resolución” de K. Hyver (ed), Hewlett-Packard, 1989.

III.4.6. Depuración del *liner*

El último paso en la inyección *split* involucra la depuración del *liner* de la entrada con el gas portador expulsado para eliminar cualquier solvente residual o analito. Si no se hace esta limpieza, el solvente residual continúa entrando a la columna durante más tiempo, pues hay muchos compartimentos dentro y el solvente puede detenerse.

Esta gran emisión a través del *liner* y fuera de la salida hace que el solvente residual sea barrido, mientras se usa la regulación de la presión para mantener el flujo adecuado en la columna.

III.5. Consideraciones generales para el mejoramiento de las inyecciones *splitless*

Cuando se perfeccionan los métodos para las inyecciones *splitless* (lo cual se estudiará con más detalle en el próximo capítulo) se deben considerar los siguientes aspectos. Primero, la temperatura de la entrada se debe programar al máximo valor posible sin que se pierdan los analitos. Segundo, las condiciones de emisión se deben adaptar para disminuir el tiempo de transporte dentro de la entrada (reducir el ensanchamiento de la franja en el tiempo); la alta presión durante la inyección (ritmo de la presión) lo puede hacer.

Luego, la temperatura inicial de la columna se debe programar lo suficientemente baja para que la retención en frío o los efectos del solvente actúen cuando se ajusten las franjas de

analito en la parte superior de la entrada. Por último, las características de las franjas definidas de observan cuando se combina la inyección *splitless* con la programación de la temperatura. En el capítulo siguiente se describen las técnicas para mejorar cada uno de estos procedimientos.

IV. Innovación del método y mejoramiento de la inyección *splitless*

En un método de inyección de CG, los dos objetivos primordiales son que la inyección sea cuantitativa y eficiente. La inyección debe ser cuantitativa de manera que la muestra completa se transfiera a través de la entrada. La inyección tiene que ser eficiente de forma tal que las franjas de muestras inyectadas sean lo más angostas posibles. Por consiguiente, las franjas de analito se transfieren a la columna con precisión, exactitud y con el mínimo espesor. En este capítulo se analizarán las condiciones situacionales que serán útiles para alcanzar estos objetivos.

Existen diversos factores que contribuyen a conseguir inyecciones *splitless* exitosas; la entrada y la columna son responsables de que esto ocurra pues el mejoramiento de la banda sucede después que la muestra abandona la entrada y penetra en la columna. Por tanto, el proceso total debe mitigar el ensanchamiento de la franja en el tiempo y en el espacio. El Cuadro IV-1 muestra los factores más significativos relacionados con la entrada y la columna.

Pese a que es difícil dictar las reglas generales para mejorar las inyecciones (véanse las notas en las primeras páginas de esta guía), se pueden enumerar algunos principios que garantizan un comienzo exitoso. Es necesario que el químico combine estas recomendaciones

con su buen juicio, conforme las aplica y analiza. En la inyección *splitless* no existen reglas únicas.

Mientras se perfecciona cualquier separación, hay que cambiar solo una variable o condición al mismo tiempo y evaluar luego el efecto antes de modificar todo el resto.

Entrada	Columna
Temperatura	Temperatura
Presión (ritmo de emisión/programa de temperatura)	Presión (ritmo de emisión)
Volumen del <i>liner</i> /geometría	Proporción de la fase
Escogencia del gas portador	Dimensiones de la columna
Efectos adicionales	Escogencia de la fase estacionaria
Solvente	Escogencia del gas portador

Tabla IV-1. Factores que repercuten en una inyección *split* exitosa en la cromatografía capilar de gas.

IV.1 Escogencia del *liner* de vidrio

La primera escogencia para ejecutar una inyección efectiva es la del *liner* de vidrio. Debe tener un volumen suficientemente reducido de manera que el tiempo de depuración sea inferior o igual a 1 minuto pero debe tener la capacidad para albergar el volumen de vapor inyectado.

En la mayoría de los casos, el *liner* es un tubo recto y sin obstrucciones. Si el solvente pasa a la zona inferior y se fuga, si la muestra contiene material no volátil o si el núcleo del septo tiene problemas y su material cae dentro del *liner* entonces se puede recurrir a una obstrucción (como lana de cristal) para evitar la contaminación. La inyección se debe efectuar

primero sin ningún obstáculo con el propósito de eliminar, los problemas de polución o reacción con la superficie de vidrio activa.

Cuando se instala el *liner*, no hay que ajustar en exceso los componentes, pues el cristal no es flexible y se rompería si se presiona demasiado. En el Capítulo III, secciones III.2 y III.4.2 se analiza las formas específicas de los *liners* y los volúmenes de vapor solvente. La calculadora del volumen de vapor de *Agilent Technologies* es muy útil en dicha sección.

IV.2 Ajuste de la temperatura de la entrada

La temperatura de la entrada se convierte siempre en uno de los asuntos más interesantes. La respuesta típica que por lo general se obtiene de la mayor parte de los instructores de libros de texto es “250° C” o “lo suficientemente caliente para vaporizar la muestra”. Ambas respuestas son incompletas, pues, por lo general, la entrada debe estar suficientemente caliente como para evaporar en forma eficiente el vapor de muestra sin descomponer los compuestos de analito. Si se sospecha que hay descomposición en la entrada, entonces se debe reducir la temperatura hasta que se observe una mejoría. En la figura IV-I se muestra el efecto de la temperatura de la entrada en una inyección *splitless* de hidrocarburos. Las inyecciones se han realizado a 250° C y a 100° C. Si la inyección a 250° C se considera un estándar, entonces la recuperación del analito con componentes de peso molecular inferior se reduce significativamente cuando disminuye la temperatura de la entrada. Por lo general, se debe usar la temperatura más baja posible de la entrada, pues los ritmos mayores de flujo se pueden obtener a temperaturas menores debido al incremento en la viscosidad del gas con la temperatura. No obstante, se debe tener presente de que la temperatura de la entrada es a

menudo difícil de cambiar entre corrida y corrida, pues la entrada tiene una gran masa termal y necesita más tiempo (posiblemente horas) para equilibrarse por completo después de un cambio de temperatura. Esta es la razón por la cual muchos laboratorios ajustan la entrada a cierto valor (250 grados es lo común) y nunca lo cambian.

IV.3. Efecto de la presión de la entrada

En los sistemas clásicos la entrada o la presión en la “cabeza” se ajusta sólo teniendo la columna en mente. En vista de que la mayoría de los cromatógrafos se regulan con una presión trasera, la presión de la entrada no podría modificarse en ningún momento durante la corrida. Este hecho se traducía en una limitación severa pues la presión apropiada en la cabeza para obtener un flujo óptimo no es necesariamente la presión apropiada para la inyección. Cuando se usa un sistema moderno de presión controlado electrónicamente, se puede recurrir a un pulso de presión para mejorar el ancho de la inyección. Se trata simplemente de aumentar la presión de la entrada durante el tiempo *splitless*, para acelerar la transferencia de muestra dentro de la columna.

En la figura IV-2 se distingue un diagrama de una inyección con el pulso de la presión. Durante el período no segmentado, la presión aumenta en forma significativa para acelerar la transferencia de analitos por la entrada. Al mismo tiempo que se abre la salida de depuración, la presión se reduce a un nivel cercano a la presión óptima de operación de la columna. Nótese que este diagrama del ritmo de presión demuestra que se puede programar dentro del controlador de presión de la entrada.

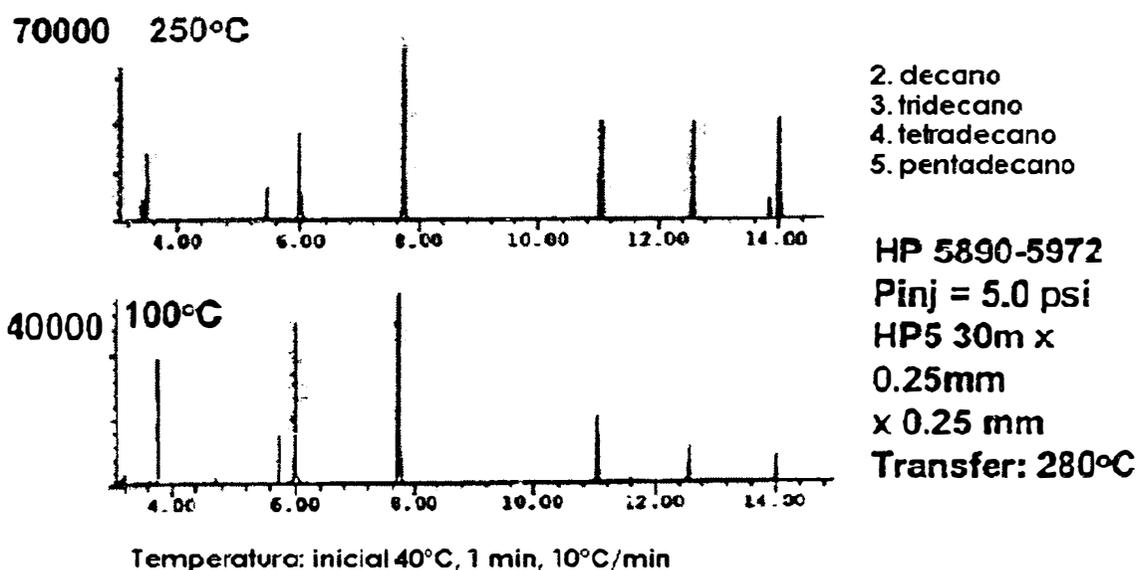


Figura IV-1. Efecto de la temperatura en la entrada *splitless*

La disminución real puede descender y se requieren de 20 a 30 segundos para reestablecer la presión y el equilibrio. En la figura IV-3 se observa el efecto del ritmo de presión durante la separación de hidrocarburos. El primer cromatograma muestra el funcionamiento rítmico sin presión. Se da un ensanchamiento trascendental de los primeros picos elutivos. En la segunda representación, el ritmo de presión permite eliminar más rápido los picos de la entrada. Nótese que se vislumbran pocos efectos en los últimos componentes elutivos ya que se retienen en frío de manera efectiva y el tiempo de inyección implica pocas consecuencias. Se produce un efecto limitante en los primeros picos porque ahora necesitan menos tiempo para abandonar la entrada; comienzan como franjas más estrechas en la columna y por eso aparecen con una forma más definida en el último cromatograma.

IV.4 Efecto de la temperatura inicial de la columna

En la figura IV-4 se observa el efecto de la temperatura inicial de la columna en la amplitud de los picos de analito que provienen de una sola retención en frío para separar el hexano y el heptano.

Al utilizar una microextracción de fase sólida con los restos de analito (sin los solventes líquidos tradicionales) se eliminan los efectos del solvente. A 40° C, cerca del punto de ebullición del hexano, se da muy escasa mejoría y por consiguiente los picos de analito son más anchos. Conforme la temperatura de la columna disminuye, los picos se vuelven más definidos pues los analitos se retienen en frío en la parte superior de la columna.

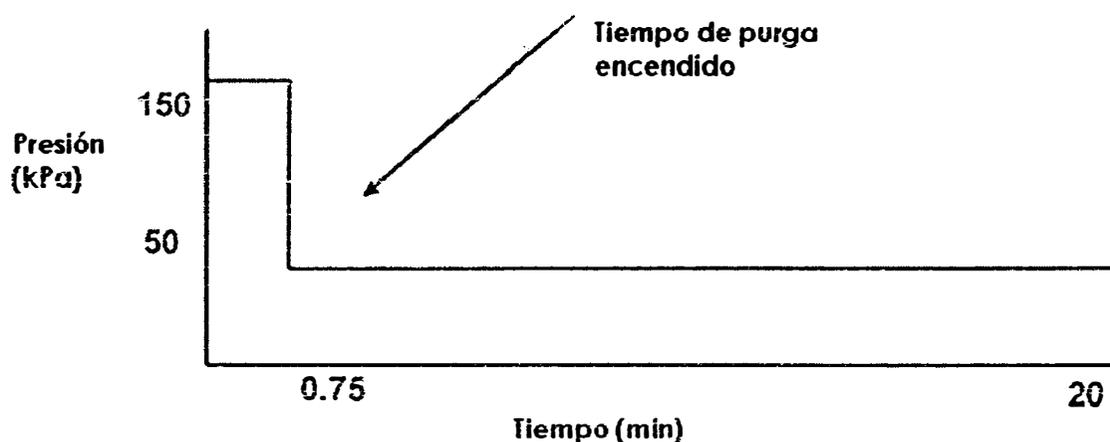


Figura IV-2. Diagrama esquemático del pulso de presión

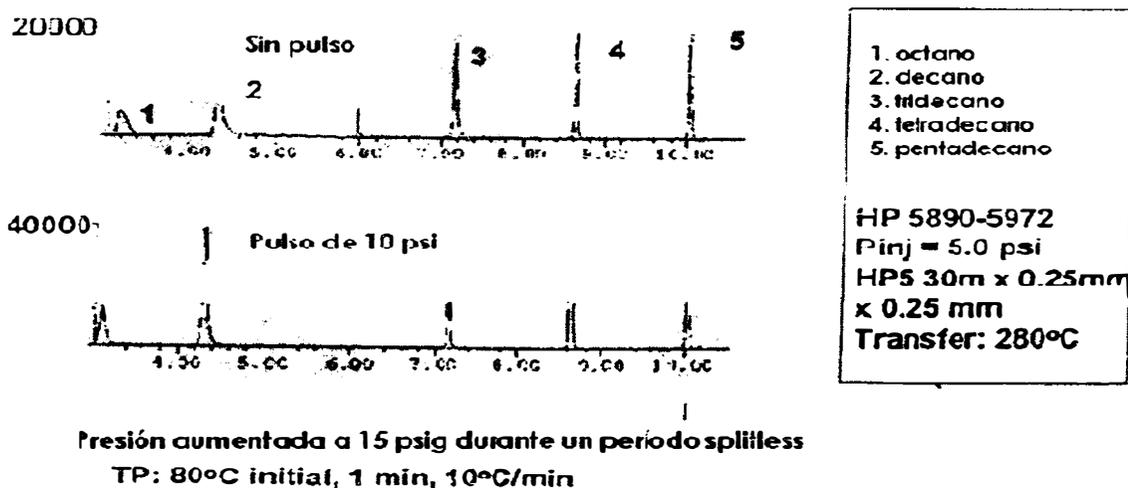


Figura IV-3. Efecto del pulso de presión de una inyección *splitless* de hidrocarburos

Por lo general, se puede esperar que la retención en frío sea efectiva si la temperatura inicial de la columna es de casi 80° C o más, pero menor al punto de ebullición normal del analito.

El resultado de la temperatura inicial de la columna sobre los efectos solventes se ilustra en la figura IV-5 para la separación de una mezcla de hidrocarburo disuelta en ciclohexano. Todas las condiciones son idénticas, con la única diferencia de que para el cromatograma izquierdo, la temperatura inicial es de 40° C mientras que en la derecha es de 60° C. En vista de que 60° C están muy cerca del punto de ebullición normal del ciclohexano, los picos que requieren estar perfilados por los efectos del solvente no lo están. Se recomienda examinar los primeros picos en cada cromatograma (con excepción del pico solvente). Dichos picos no se ajustan bien en el cromatograma del lado derecho como sí lo están en el lado izquierdo. Obsérvese que los últimos picos no sufren alteración.

Si se necesitan los efectos solventes que contribuyen al mejoramiento de la franja, la temperatura inicial se debe programar por lo menos 30 ó 40 grados por debajo del punto de ebullición del solvente. Si el ajuste en frío puede por sí mismo regular las franjas, la temperatura inicial de la columna deja de ser un asunto relevante.

IV.5 Programación del tiempo de depuración

En la inyección *splitless*, la depuración segmentada se desactiva durante un lapso que permita que el vapor de analito penetre en la columna en vez de escaparse por la salida. Al final de este período, el área de depuración se abre y se eliminan los vapores restantes lo cual conlleva a la caída bien definida del pico solvente.

El tiempo de encendido de la depuración se mejora cuando se inyecta la muestra con diferentes tiempos de encendido mientras las otras variables permanecen constantes.

Hay algunas ventajas al completar este proceso con rapidez (véase la sección de las inyecciones con ritmo de presión). Se distingue el aumento de las áreas de los picos con el tiempo de depuración activado a un nivel máximo, y es aquí cuando se estabilizan. El tiempo de encendido de depuración debe programarse a un valor muy corto en esta curva, después del punto en que alcanza el nivel. Lo característico es que esto produce un tiempo de depuración que va de 30 a 60 segundos.

IV.6 Comentarios generales acerca de las dimensiones de la columna y de las fases estacionarias

Estos dos factores tienen considerables repercusiones en las inyecciones *splitless*. A menudo, es difícil variarlos ya que muchos métodos y procedimientos estandarizados de operación funcionan con columnas específicas.

Longitud de la columna. Es otro de los efectos que repercute en menor medida en la caída de la presión y que altera el ritmo de emisión. Se debe tener cuidado de que la columna más larga utilice la mayor cantidad de emisión para mantener una velocidad linear razonable del gas portados. Por tal razón, una mayor presión necesitará producir el mismo ritmo de emisión y el mismo tiempo como con una columna más corta pues una mayor presión eleva el punto de ebullición de todas las moléculas y se necesita una temperatura más elevada en la temperatura de la entrada.

Diámetro interno de la columna. También repercute en las presiones necesarias para alcanzar las emisiones requeridas. Los diámetros más pequeños necesitan mayor presión. La inyección *split* es difícil de efectuar con columnas cuyo diámetro interno mide 0.1 mm pues se sobrecargan y pueden ser problemáticas con diámetros de 0.53 mm ya que el solvente líquido puede alcanzar el detector y extinguirse en *FID* o sobrecargarlo.

Espesor de la película de fase estacionaria Retiene con mayor firmeza los componentes de analito y por eso una columna de película más gruesa puede ayudar en situaciones donde la retención en frío y los efectos solventes no mejoran por completo los picos iniciales de analito.

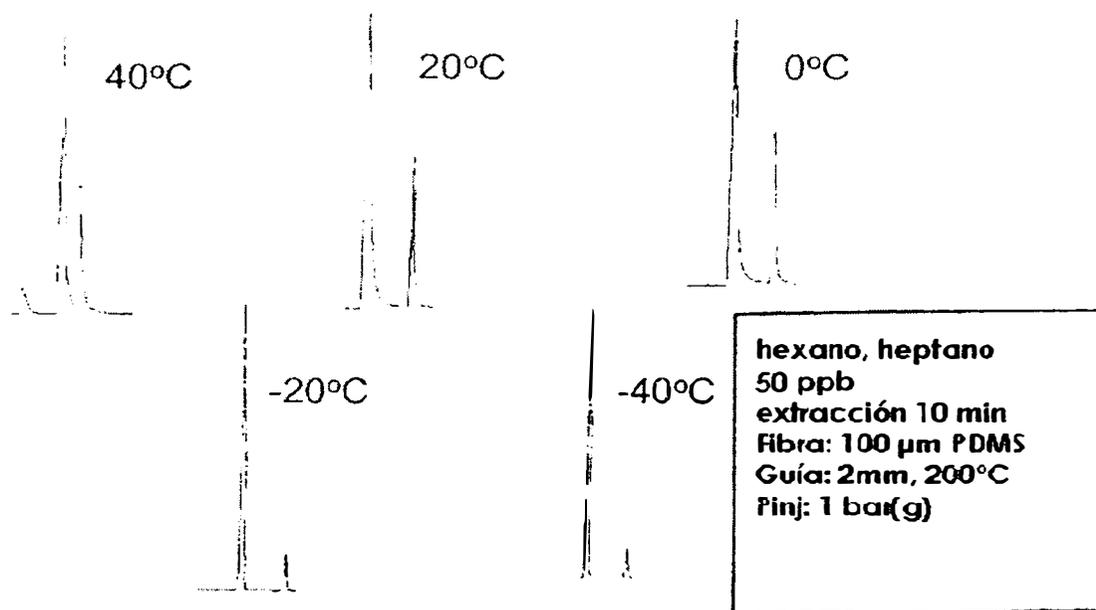


Figura IV-4. Efecto inicial de la temperatura de columna usando una inyección SPME. Se observa el efecto del ajuste en frío

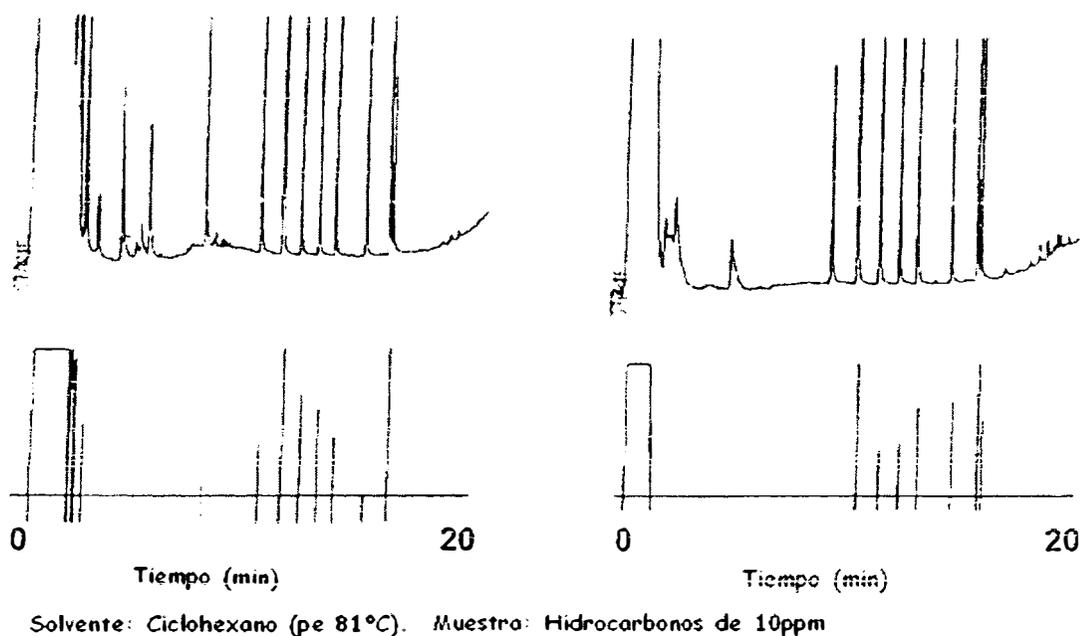


Figura IV-5. Efecto de la temperatura inicial de la columna sobre los efectos solventes



V. Inyección en columna

V.1 Introducción

Ciertos tipos de inyección presentan dificultades significativas relacionadas con la vaporización de los materiales de muestra tanto en la entrada como en la aguja de la jeringa. En las dos técnicas se necesita un paso “extra” de vaporización, transporte y condensación antes de que el material de muestra entre en la columna. En la sección I-1 se revisó este problema de la inyección en la CG en donde las principales dificultades eran: que la jeringa calzara directamente con la columna y que las muestras fueran muy largas (en especial cuando se evaporaban) para calzar en la columna.

Hemos visto que este paso adicional de evaporación ocasiona diversos problemas relacionados con la química para obtener buenas separaciones. Entre estos se encuentran: la discriminación dentro de la aguja y la entrada lo cual provoca la pérdida de analitos de alto y bajo peso molecular, la degradación o reacción de los analitos en superficies metálicas calientes y de cristal activo, la contaminación dentro de la entrada, el exceso de volumen de vapor solvente que ocasiona una nivelación posterior del solvente y del material de muestra dentro de los *liners* o fuera de la salida de depuración del septo, y por último un extraño enfriamiento en la entrada y los efectos de presión que afectan los radios con división o la variación del analito.

En conjunto, estos problemas conllevan a diversas variables interrelacionadas que se pueden superar para alcanzar el éxito con las técnicas clásicas de inyección. Por consiguiente,

sería propicio inyectar las muestras sin el exceso de evaporación que ocurre en la entrada, como se hace con las columnas empacadas.

Como su nombre lo indica, las inyecciones de columna implican una colocación directa de la muestra. Dado que dentro de la columna no hay mucho espacio para que el líquido se evapore, la inyección se debe realizar a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente con el propósito de que toda la muestra entre en la columna. En vista de que las jeringas por lo general son más anchas que el calibre de las columnas, se necesitan medios y procedimientos especiales para las inyecciones.

Por último, el hecho de que la muestra entre por completo en la columna puede ser ventajoso y desventajoso al mismo tiempo porque se mejora la sensibilidad, pero se expone más a la contaminación.

En este capítulo, se describirá y revisará la inyección de columna y se prestará mayor atención a las técnicas prácticas y a su aplicación con muestras reales.

V.2. Equipo de instrumentos para la inyección en columna

En la ilustración V-1 se muestra un diagrama esquemático de una entrada en frío de la columna. En realidad, la entrada es mucho más simple que las que se han mencionado con anterioridad: *split* y *splitless*. En forma similar puede haber una válvula o septo diseñado para permitir que la aguja entre en la columna sin alterar el flujo de gas u ocasionar una fisura. Además, en una inyección de columna es bastante ventajoso bajar el émbolo de la jeringa lentamente para que la válvula o el septo permitan un tiempo de resistencia de la aguja más prolongado sin causar fisuras.

El trayecto del flujo de gas es simple y aparece como una versión en miniatura del flujo de la columna empaquetada. El gas portador circula y su temperatura queda controlada con la cabeza de la columna; luego, paso alrededor de la cabeza de la columna y dentro de la columna.

El flujo de la columna se produce al mantener la entrada a una presión elevada. Algunas entradas de este tipo incluyen un *liner* o una guía para la aguja que permiten introducir delicadamente la aguja dentro de la cabeza de la columna.

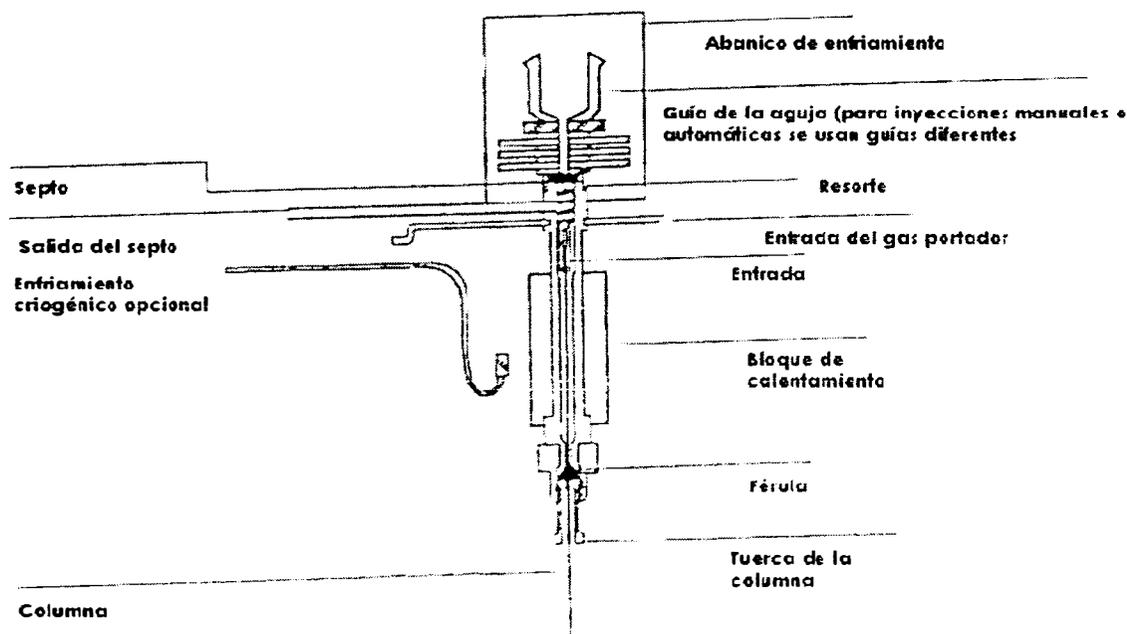


Figura V-1. Esquema de una entrada de columna. Adaptado del “Manual del Usuario HP 6890 Volumen 2: Entradas” Agilent Technologies, 1995.

En comparación con las entradas *split* y *splitless*, este tipo tiene una masa térmica baja, debe tener la capacidad de enfriarse en forma rápida y por lo general viene equipada con un Peltier o sistema de enfriamiento impulsado con dióxido de carbono. También debe contar

con la capacidad de calentarse con rampas de temperatura similares a las de la columna. Los sistemas equipados con septo poseen una línea de purgado para pasar un flujo pequeño de gas portador por debajo del septo y así mantenerlo limpio. Las partes principales consumibles y reemplazables incluyen septos y adaptadores o guías de aguja las cuales pueden ser reemplazadas conforme se cambia el diámetro de la columna.

La columna se instala usando accesorios de compresión métrica o de 1/16 pulgadas, y como con las entradas *split* y *splitless*, se deben consultar las instrucciones del fabricante para un procedimiento específico. A menudo, para ayudar con los efectos solventes, similares a los de la inyección *splitless* y a los descritos más adelante, se deja un espacio de retención (varios metros de sílice fundida desactivada y sin revestimiento) entre la entrada y la columna analítica y se conecta a la columna por medio de un conector de vidrio o de sílice fundida. La mayor dificultad con este sistema radica en que al conectar el espacio de retención con la columna analítica, usando un conector de ajuste a presión, se pueden producir fisuras y por consiguiente, ocasionar pérdida de analito y coqueo de picos.

Por lo general, una entrada en columna se mantiene a la temperatura de columna más baja que se pueda usar en las pruebas analíticas y se programa a la temperatura inicial de un programa de temperatura antes de la inyección. Debido a que el volumen de la columna es pequeño, se debe evitar la vaporización rápida del solvente durante la inyección. Con la siguiente inyección que se ejecute, la entrada tendrá una temperatura programada totalmente independiente de la columna. Por lo general, lo cual es un excelente punto de comienzo para el mejoramiento del método, la entrada se puede programar para dirigir el programa de temperatura del horno de la columna.

V.3. Jeringas y manipulación de jeringas

Según se ha indicado, la dificultad de colocar las muestras directamente en el diámetro estrecho de las columnas capilares es el problema fundamental con la inyección en columna. Por lo común, se usan jeringas especiales con un tubo de sílice fundida de un diámetro mucho menor, en lugar de la aguja o unidas a ella. Al mismo tiempo, sólo pueden unirse manualmente pues son frágiles y en la mayoría de los casos se rompen después de realizar solo una inyección. Además se ensucian y obstruyen con facilidad. Este inconveniente se mitiga si se emplea una columna con diámetro interno de 0.53 mm (*megabore*), ya que las agujas de calibre 23 calzan directamente dentro del diámetro interno de la columna, sin ninguna modificación. Más adelante, se verá que con inyecciones de columna, de gran volumen, un espacio de retención con diámetro interno de 0.53 mm (que facilita en gran medida la inyección) es una necesidad.

En la actualidad, se dispone de jeringas para la inyección de columna que puede usarse con inyectores automáticos. Este hecho ha ocasionado que las agujas con calibre 26-32 (que calzan dentro de las columnas capilares con diámetro interno de 0.32 ó 0.25 mm) dejen de usarse gradualmente. Cuando se combinan con la guía de la aguja en la entrada es posible usar un inyector automático. Cuando se usa un inyector automático, por lo general se recomienda ajustar la inserción de la aguja y la velocidad del émbolo en forma lenta, si es posible, para no doblar la aguja (la abertura es muy PEQUEÑA) o para no rebasar la cabeza de la columna con solvente. Necesariamente, debido a sus complicaciones, las jeringas de columna son más frágiles y más costosas que las jeringas comunes y deben manipularse con

cuidado extremo. La Figura V-2 muestra una jeringa de columna que se ha insertado en la columna capilar.

V.4. Efectos del solvente en la inyección de la columna

Pese a que la inyección de columna puede realizarse de forma relativamente rápida (en comparación con la *splitless* con un volumen de muestra similar), la técnica es aún susceptible al efecto de expansión de la banda que se debe mitigar para alcanzar una buena separación. La ilustración V-3 muestra estos efectos en la inyección en columna y un espacio de retención (tubo sin revestimiento). Un espacio como este no es siempre un requisito, aunque si es de mucha ayuda. Más adelante, se darán las especificaciones relacionadas con su uso.

Primero, a medida que el tapón solvente entre en la columna, se esparce a través del largo (quizás decenas de centímetros) y las moléculas de analito disueltas lo hacen al mismo tiempo. Conforme el gas pasa sobre el tapón, comienza a evaporarse y a disminuir su tamaño desde la dirección de la cabeza de columna. Puesto que la columna está fría, los analitos de alto peso molecular son atrapados en frío en el espacio de retención (esto se representa con los círculos negros).

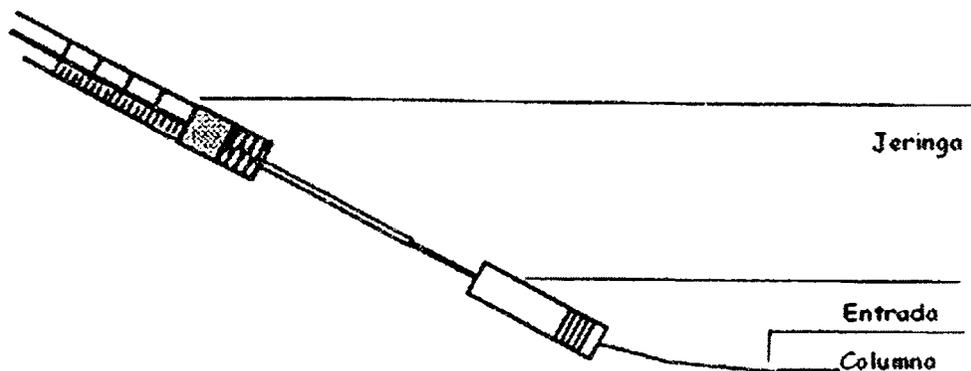


Figura V-2. Jeringa de columna en el momento en que se inserta dentro de la columna capilar. Adaptado del “Manual del Usuario HP 6890 Volumen 2: Entradas” Agilent Technologies, 1995.

Los analitos de menor peso molecular viajan con el tapón solvente, se mueven a lo largo de la columna y se van reduciendo. Los restos del tapón llegan primero a la etapa estacionaria y depositan los analitos de menor peso molecular en forma de una banda estrecha. Los analitos de mayor peso se disuelven lentamente desde el espacio de retención dentro de la fase estacionaria, donde se retienen en frío.

Como es de suponer, hay muchos factores que repercuten en la atención del efecto solvente y de forma similar a la inyección *splitless*. En primer lugar, la inyección debe realizarse con una temperatura del solvente por debajo del punto de ebullición para evitar la evaporación rápida. La evaporación lenta del solvente líquido ayuda a dirigir los componentes de menor peso molecular. En segundo lugar, se debe considerar la naturaleza química del solvente y de la fase estacionaria.

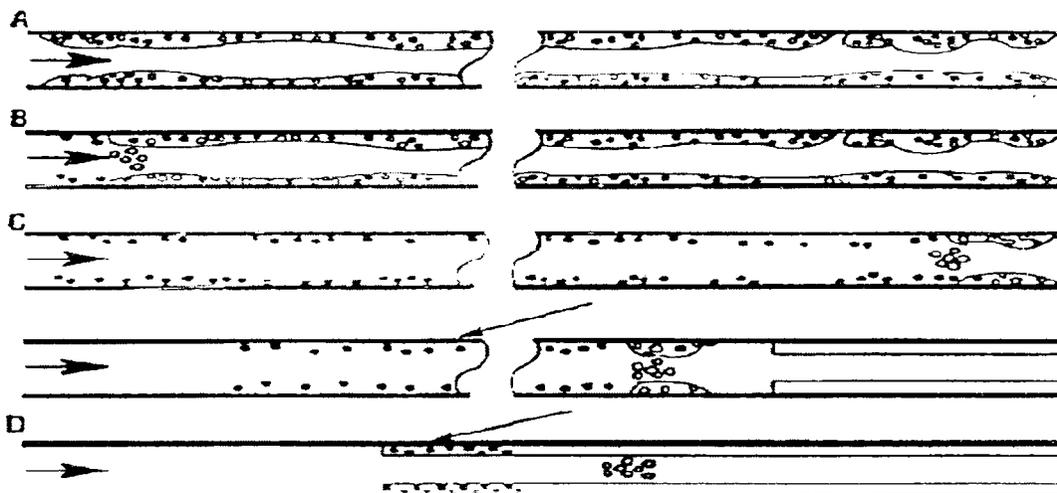


Figura V-2. Efectos solventes en una inyección de columna

Para obtener mejores formas de picos, el solvente debe humedecer levemente la superficie del interior de la columna; de ahí que un solvente polar como el metanol puede dar problemas al usarlo con una columna no polar. Muy a menudo el resultado es un burbujeo del tapón solvente, similar a la forma de gota del agua de lluvia en un auto acabado de encerar. Este burbujeo es el resultado de formas de pico deficientes, que incluyen hombros y líneas dobles. Con los solventes polares, se puede reducir este efecto usando un espacio de retención ya que posee una superficie más polar y fácil de humedecer.

V.5. Temas de desarrollo del método en la inyección en columna

Por lo general, el desarrollo del método en la inyección en columna es directo: los temas principales son si usar o no el espacio de retención, el volumen de inyección y la programación de la temperatura de la entrada. Como se ha descrito con anterioridad, se puede

garantizar un espacio de retención cuando se usan solventes polares de muestra. La inyección en columna y la separación subsiguiente se realiza primero sin el espacio de retención. Si se observa un ensanchamiento de banda en el espacio (hombros y líneas dobles en la mayoría de los picos), hay que instalar un espacio de retención de 2-5 metros entre el tubo sin revestimiento, desactivado entre la entrada y la columna analítica. Una vez más, se debe tener mucho cuidado cuando se emplean conectores de vidrio de ajuste a presión.

Si es significativo el volumen de muestra de la inyección o la temperatura inicial de la entrada es muy alta, es preciso observar la discriminación de todos los picos, ya que la muestra se vuelve a nivelar dentro de la línea de purga del septo. Además, se puede notar el enfrentamiento clásico de pico, que se observa sin sobrecargar la columna capilar. En el primer caso, se recomienda utilizar un volumen menor de muestra; en el segundo, la muestra tiene que diluirse 1:10 y volver a inyectarse. Programar la temperatura inicial de la entrada y el programa de temperatura son también pasos directos. La temperatura inicial debe ajustarse con 30-50 grados por debajo del punto normal de ebullición del solvente muestra, o hay que ajustarlos para que coincidan con la temperatura inicial de la columna.

Cabe recordar que al seguir la ejecución analítica, la entrada debe enfriarse a la temperatura inicial antes de comenzar la siguiente ejecución. Si se ha enfriado demasiado, el tiempo de espera entre cada operación se vuelve excesivamente prolongado. Por lo general, la programación de la temperatura de la entrada se ajusta para registrar la columna; de hecho, muchos instrumentos brindan un modo para registrar la columna de la entrada y que la programa al mismo ritmo de la columna, sólo que con algunos grados más altos, para que así los analitos sean inyectados rápidamente dentro de la columna. La entrada también se puede programar más rápido, esto puede mejorar la forma de los picos anchos.

V.5.1. Ventajas

Las ventajas principales de la inyección en columna consisten en que elimina por completo la discriminación y otros problemas asociados con las inyecciones en caliente y vaporizantes. Debido a que la aguja de la jeringa no se calienta cuando penetra la entrada, esta fuente principal de discriminación se elimina. Si se observa la Figura II-7, en donde las técnicas de inyección y discriminación se describen, se puede notar que la inyección en columna puede ser considerada la regla, en comparación con cualquier otra técnica juzgada.

Las otras ventajas de la inyección en columna son: transferencia cualitativa de los materiales de muestra desde la jeringa a la columna, una reproductibilidad increíble, efectos solventes para volver a ajustar los picos de analito, neumáticos directos y la operación.

V.5.2. Desventajas

La desventaja principal de la inyección en columna radica en que también que la muestra entera que ha sido inyectada entra en la columna. En las técnicas como la *splitless*, *split* y otras que se utilizan en la guía, se da una medida de protección a la columna. La “suciedad” de la muestra por lo general se acumula en el *liner*, y no en la columna. En la inyección en columna, se debe tener mucho cuidado de verificar que las muestras estén “limpias” y secas. Si esto no se cumple, las columnas y los espacios de retención se obstruirán con facilidad. Una columna obstruida puede repararse, pero un espacio de retención obstruido debe sustituirse. Inyectar una sola muestra húmeda es suficiente para que un espacio de retención deje de ser útil. La inyección en columna también se usa mejor (en forma similar a



la *splitless*) con muestras extremadamente diluibles. Las muestras concentradas recargarán fácilmente la columna, lo cual terminará en la distorsión de los picos y una cuantificación pobre.

V.5.3. ¿Cuándo se debe usar la inyección en columna en vez de la *splitless*?

Se recomienda utilizar la inyección en columna en lugar de la *splitless* cuando las muestras poseen una concentración similar, pero están limpias y secas. En el esquema de decisión de inyección que se muestra en el Capítulo I, se puede ver que la mayoría de las recomendaciones concluyen con la inyección en columna. En teoría, esto es verdad; sin embargo, en la práctica la inyección en columna es difícil de desarrollar en forma integral. Surge muchísima presión tanto del analista como del instrumento cuando se utiliza este tipo de inyección.

V.6. Inyecciones de gran volumen usando las entradas en columna

La entrada de la columna también proporciona los principios básicos para la técnica de inyección de gran volumen (por esto se puede inyectar de una sola vez más de 100 μL de muestra líquida) y también inyecciones pequeñas de mililitros de muestra. Con el fin de acomodar un gran volumen de líquido que eventualmente ha de ser vaporizado, se requiere un espacio de retención, junto con una válvula de salida de vapor solvente, en frente de la columna analítica. En la ilustración V-5 se muestra un esquema del sistema modificado. Un espacio de retención de sílice fundido, desactivado con un largo de .53 mm (por lo general es

de 5 m) de diámetro interno se conecta a la entrada. Una pequeña precolumna de retención sigue al espacio de retención, la cual es seguida por una conexión en Y.

Un lado del conector en Y se acopla a la columna analítica y la otra (usando otro largo de tubo desactivado) a una válvula solenoide, que cuando se abre, ofrece una salida para el vapor solvente de exceso, y cuando se cierra garantiza que todo el vapor pase a la columna analítica. Una válvula reductora de sangrado mantiene un flujo reducido y constante a través de la línea de salida de vapor, para permitir que el material que entra en esta línea no se desnivele dentro de la columna analítica.

Cuando se inyecta una gran cantidad de solvente, la válvula de salida de vapor y el solvente líquido cubren el interior del espacio de retención. La salida abierta del vapor genera un caudal muy elevado de gas portador a través del espacio de retención, lo cual sirve para evaporar el volumen de solvente y lo expulsa a través de la salida de vapor. Después de un tiempo predeterminado (se debe determinar empíricamente) que permita que cerca del 95-98% del solvente se evapore a través de la salida de vapor, la válvula se cierra y el resto del solvente y analitos son enviados a la columna analítica.

La capacidad para realizar inyecciones de gran volumen se puede agregar a una entrada fría en columna de forma relativamente simple; esta es una opción disponible muy común en muchos sistemas que ofrecen los vendedores.

A pesar de que en este manual no se encuentra un análisis completo de las inyecciones en columna de gran volumen, es útil recalcar algunos de los temas de desarrollo del método y mostrar algunos de los potenciales de estas técnicas.

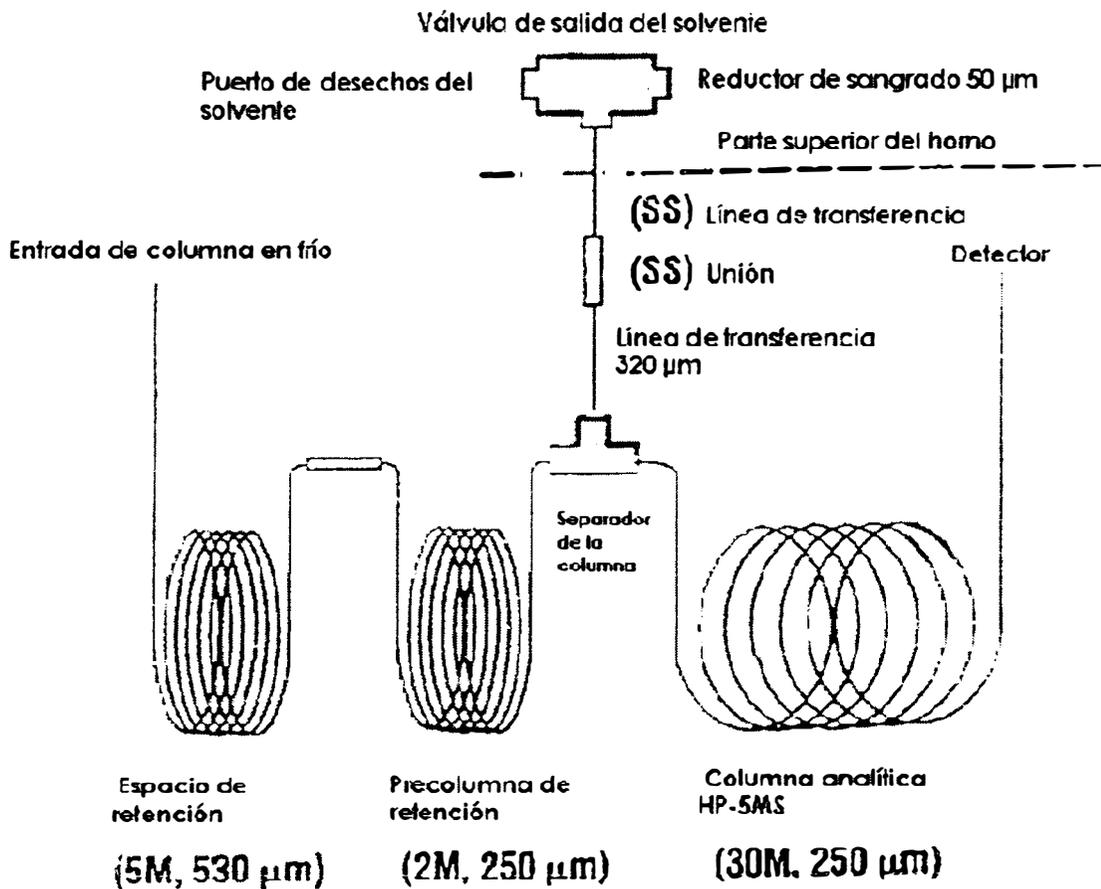


Figura V-5. Esquema de la columna y entrada de columna SVE. Adaptado del "Manual del Usuario del conjunto SVE" Agilent Technologies, 1998.

V.6.1. Cronometraje de la salida del vapor solvente

La Figura V-6 muestra el efecto del cronometraje del cierre de la válvula de salida del vapor solvente. La válvula se abre durante el momento de la inyección y se cierra después de que alrededor del 95-98% de vapor solvente ha sido expulsado a través de la salida de vapor. Este cronometraje se optimiza si se examina la recuperación de los componentes de muestra más volátiles. La figura V-6 muestra cuatro cronometrajes de las válvulas de salida de vapor. Durante 1.25 largos minutos, la mayoría de los componentes, incluso algunos no volátiles, se

pierden. Esto no es de sorprender, pues el solvente se habrá evaporado completamente del espacio de retención, dejando los analitos detrás en una cantidad muy pequeña sobre la superficie descubierta. Con un gas portador que fluya rápidamente y sin una fase estacionaria presente, incluso los componentes de gran valor molecular serán eliminados. Conforme se acortan los tiempos de salida del vapor, las recuperaciones mejoran. Finalmente, sin una salida del vapor, (con el pico del solvente, grande y deforme debido al ensanchamiento en el espacio) los picos de analito se pueden observar. Es probable también que cuando se utilice un FID, produzca suficiente vapor solvente (o líquido) que llegue hasta el detector para extinguir la llama.

V.6.2. Efecto de un flujo reductor de sangrado

El reductor de sangrado es también una parte importante del sistema de inyección en columna de gran volumen. En la figura V-7 se muestra el efecto del ritmo de flujo a través de este reductor: cuando no hay flujo o es muy bajo, el material fluya a la inversa (de la línea de salida del vapor solvente hacia la columna analítica) después de que la salida del vapor solvente ha sido cerrada. Esto produce una referencia muy débil y que aparezcan picos en la parte superior del cromatograma. En la parte inferior de los dos cromatogramas, hay una diferencia mínima.

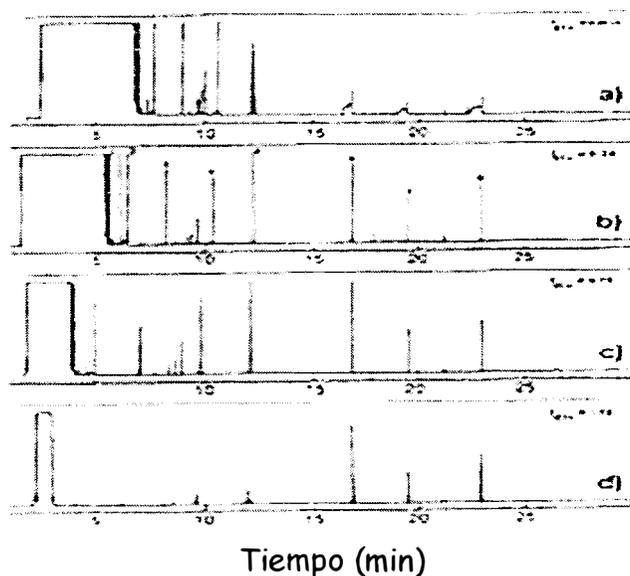


Figura V-6. Efecto de la medición de la válvula de salida del vapor solvente. De: Miller, McCabe y Morabito, HRC, 16, 5-12 (1993)

Si se desea conocer más detalles de las instrucciones específicas de la instalación de las columnas de cada instrumento (ya que el procedimiento varía de uno a otro), se deben estudiar cuidadosamente los folletos que suministra el fabricante.

Si en general se quiere inyectar solventes y analitos tóxicos o no tóxicos, se recomienda colocar un trozo de carbón en el conducto dividido de la salida o colocar las emisiones provenientes de esta área dentro de un toldo para la emisión de gases, así los vapores del solvente y del analito serán expulsados después de cada inyección.

Díámetro interno de la columna (µm)	Calibre de la férula (mm)
530	0.8
320	0.5
250	0.4
200	0.4
100	0.4

Tabla II-2. Diámetros internos de la columna y calibres apropiados de la férula

II.3. Ajuste de la temperatura de la entrada

La regla de oro para ajustar la temperatura dice que debe estar “lo suficientemente caliente para vaporizar la muestra, pero sin permitir que los analitos se descompongan”. Además, se debe mantener la entrada bien caliente para mantenerla limpia. Nótese que solo una pequeña parte de todo el ensamble de la entrada se calienta a la temperatura programada. Por lo general, el sensor de temperatura se sitúa cerca del elemento de calefacción casi siempre está en el punto medio de la entrada. Las temperaturas cerca del septo y de la férula tabique de la columna pueden ser mucho más bajas, y no muy reproducibles; además, pueden variar de un instrumento a otro. En la ilustración II se aprecia el perfil de temperatura de una entrada de un cromatógrafo común que se midió utilizando una unión térmica.

Así como una diferencia de 10 grados en la temperatura entre entradas no es significativa, las grandes variaciones que se observan en la Ilustración II-* lo podrían ser. No es necesario adaptar las temperaturas de la entrada con una precisión mayor de casi 10 grados.

Por último, al calcular la temperatura ha de equilibrarse la entrada durante cierto período, por lo menos de 30 minutos para garantizar que la entrada completa alcance su temperatura máxima.

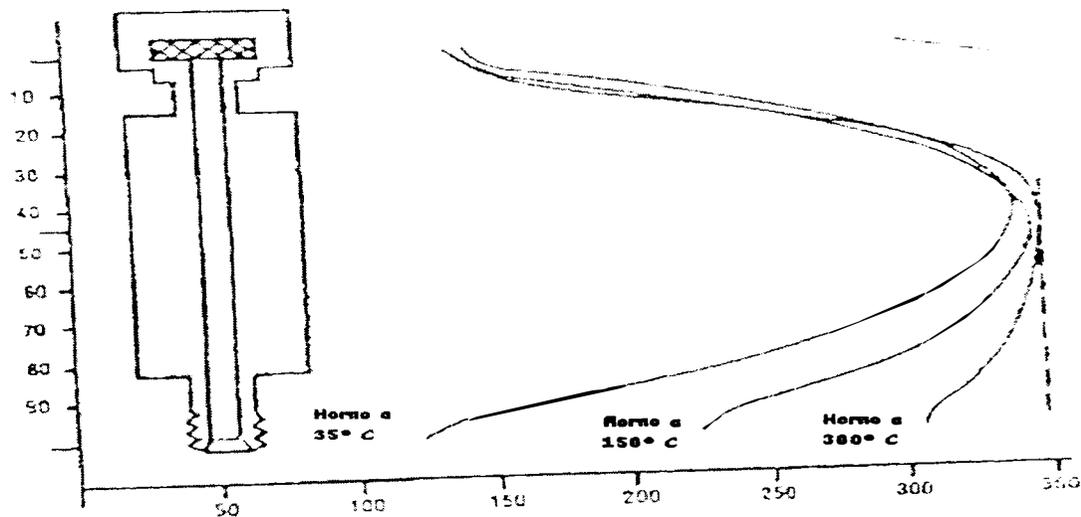


Figura II-5. Perfil de temperatura de la entrada *split/splitless* de un cromatógrafo de gas Hewlett-Packard 15890 (actualmente Agilent Technologies). Adaptado de: “Entradas de cromatografía de gas: Una introducción”, de M.S. Klee, Hewlett Packard, 1991.

II.4. Ajuste de las emisiones y de la proporción *split*

La mayoría de los cromatógrafos de gas cuya entrada opera de modo segmentado, se regulan mediante presión posterior. Esto permite una presión constante en la parte superior de la columna aunque ocurran cambios en el flujo total. Por consiguiente, ajustar la presión varía el ritmo del flujo, mientras que el mismo en la salida segmentada se gradúa con la ayuda de una válvula aguja. La proporción *split* se puede usar para calcular la cantidad de muestra que llega a la columna y se calcula con la siguiente fórmula:

$$R = F_s / F_c$$

en donde ambos flujos se miden en mL/min.

El flujo *split* se mide al conectar un medidor de emisión con una película jabonosa a la salida. Una burbuja de jabón que se produce al colocar y luego presionar una solución jabonosa dentro de la esfera plástica, se desplaza hacia la corriente de gas y permite recorrer el cristal. Si la cantidad de tiempo para 10 mL de gas que pasan dentro del medidor de flujo se mide, entonces el flujo segmentado se puede calcular fácilmente con:

$$FS = 600 (\text{tiempo en segundos})$$

Para realizar esta operación también se puede usar un medidor electrónico. En términos generales, el medidor electrónico da resultados mucho más precisos porque se calibra automáticamente si existen diferencias en la presión del aire. Con este tipo de sistemas, la burbuja de jabón pasa por un sensor electrónico que mide el tiempo necesario para que esta se desplace unos cuantos milímetros y luego determina y muestra en forma digital el ritmo de emisión.

Conviene indicar que la medición del flujo *split* de esta manera es un estimado, de 1 ó 2 dígitos significativos. En primer lugar, el ritmo de emisión se mide a temperatura ambiente mientras que la entrada tiene una temperatura elevada (con una temperatura en la entrada de 298° C, el gas portador se contrae debido a un factor de 2 mientras transcurre el tiempo en que llega a la salida segmentada, la cual está a temperatura ambiente). En segundo lugar, la entrada se encuentra a una presión elevada [de 100 kPa (calibre)], el gas se puede expandir por un factor de 2 mientras llega a la salida. Si bien es cierto estos errores se compensan mutuamente en muchas ocasiones, también demuestran que el flujo segmentado que ha sido medido es un estimado.



De calcular el ritmo de emisión de la columna, no se debe utilizar un medidor de emisión con una capa jabonosa ya que produce errores debido al detector de gases y a las bajas emisiones en la columna (menos de 1 mL/min). Además, la cantidad de emisión de la salida es totalmente diferente a la de la entrada, debido a la compresibilidad del gas. En vez de esto, el ritmo promedio de emisión (notablemente diferente del de la entrada) se puede medir con más frecuencia. Para calcular su ritmo, una sustancia no conservada tal como el aire (Detector de Conductividad Térmico *TCD*) o el metano (Detector de Ionización de Llama *FID* a 40° C o más para las columnas analíticas) que se extrae de un encendedor, se inyecta y su tiempo de retención se calcula. Luego, el ritmo de emisión se mide con la fórmula:

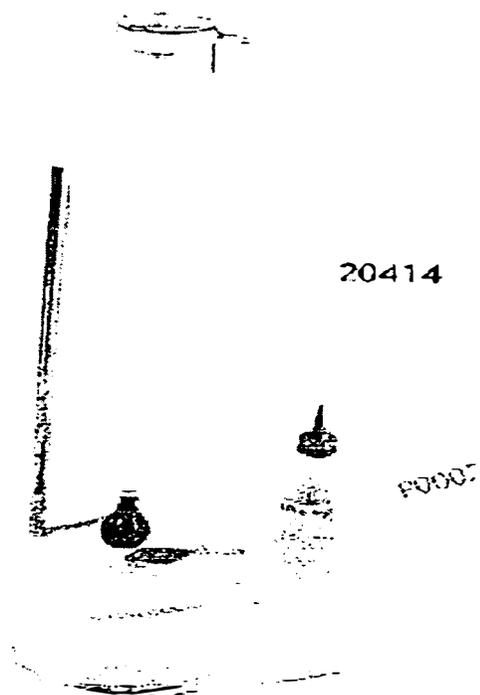


Figura II-5. Medidor de flujo de película jabonosa. Adaptado del Catálogo de Supelco 2000. Supelco, Bellfonte, PA.

$$F_c = \pi r^2 L / t_m$$

donde r es el radio, L es la longitud (ambos en cm) y t_m es el tiempo de retención de las sustancias no retenidas en minutos, lo cual da origen a un ritmo de emisión en mL/min.

Con mayor precisión, la emisión de la columna se debe corregir para la compresibilidad del gas portador. Se puede utilizar la siguiente ecuación que describió Jennings:

$$F_c = \pi r^2 L 298 / t_m T_{col} J$$

en donde

$$J = (3P^2 - 1) / (3P - 1)$$

P es el radio de la presión de la entrada a la salida

Las proporciones *split* se calculan con 1 ó 2 dígitos significativos como máximo. Una proporción *split* calculada como 77.8:1 se debe contar como 80:1. Siempre se promedian teniendo en cuenta de 1-2 dígitos significativos. En cuanto las emisiones del sistema funcionen correctamente, es decir, arrojen emisiones consistentes, dicho error por lo general no es un problema, pues se fragmenta cuando una curva de calibración se genera.

II.4.1. Linealidad de la separación

Con el término “separación lineal” se indica que todos los componentes de la muestra dependen del mismo radio segmentado. No obstante, en la práctica no todos los componentes

responden a esta dependencia, por lo cual se debe seguir el criterio de diferenciación. Por lo tanto, los analitos diferenciados se han expuesto a una mayor cantidad de radios que otros. La separación no lineal ha arrojado resultados inexactos y difíciles de explicar. Al principio se creía que los componentes de gran peso molecular (que dependían de la diferenciación en las agujas de las jeringas) eran propensos a la separación no lineal, pero resultó que este no era el caso.

En vista de que algunos factores como la evaporación completa y el curso de la emisión hacia y alrededor de la parte frontal de la columna son factores en proceso de segmentación, y si la evaporación en la aguja de la jeringa se puede descartar, no se puede atribuir una separación lineal a la matriz de muestra o al camino de la emisión; se debe tratar con un solvente o un *liner* de vidrio distinto. Finalmente, se debe tener presente que es complicado reproducir la segmentación no lineal.

II.5 Inyecciones de muestras

Al llevar a cabo una inyección *split* empleando una jeringa, es importante que la muestra se introduzca con rapidez. Para un trabajo cuantitativo, se debe utilizar un inyector automático y ajustarlo al grado máximo de velocidad. La consistencia es la clave del éxito cuando se trata de inyecciones manuales: por lo tanto, se recomienda practicar y desarrollar un ritmo propio. A lo largo de los años se han descrito muchas técnicas para la manipulación de las jeringas cuando se realizan inyecciones manuales dentro de las cuales están: las agujas llenas, calientes, frías y el lavado con solvente.

En la ilustración II-5, en la cual se observa la discriminación de la aguja en cada una de las técnicas, se puede notar sin dificultad que ninguno de los métodos elimina por completo la diferenciación. En una inyección en donde la aguja está llena, la jeringa contiene muestra líquida. Este es el tipo de técnica que realizan los inyectores automáticos: el brazo mecánico se nivela al volumen deseado y se inyecta.

En la técnica en frío, la muestra se inserta en el cilindro de la jeringa, la aguja se coloca en la entrada y brazo se sumerge inmediatamente. Con este procedimiento, se supone que la aguja no se calienta muy rápido y por eso se le llama la técnica de la "aguja fría".

En la inyección en caliente se utiliza el mismo procedimiento, excepto en que hay un pequeño retraso (de unos segundos) después de insertar la aguja en la entrada caliente para que así se pueda calentar.

En una inyección nivelada con solvente, se coloca un tapón de solvente dentro de la jeringa antes de introducir cualquier otro tipo de material, con el fin de hacer que la muestra corra por la aguja con rapidez mientras expulsa cualquier material de soluto que quede atrás. La clave para evitar o limitar la discriminación está en que se ejecute la presión del brazo y la inyección de la muestra lo más rápido posible para evitar la evaporación del solvente debido a la superficie de la aguja caliente y a la consecuente retención solutos de alto peso molecular en la aguja.

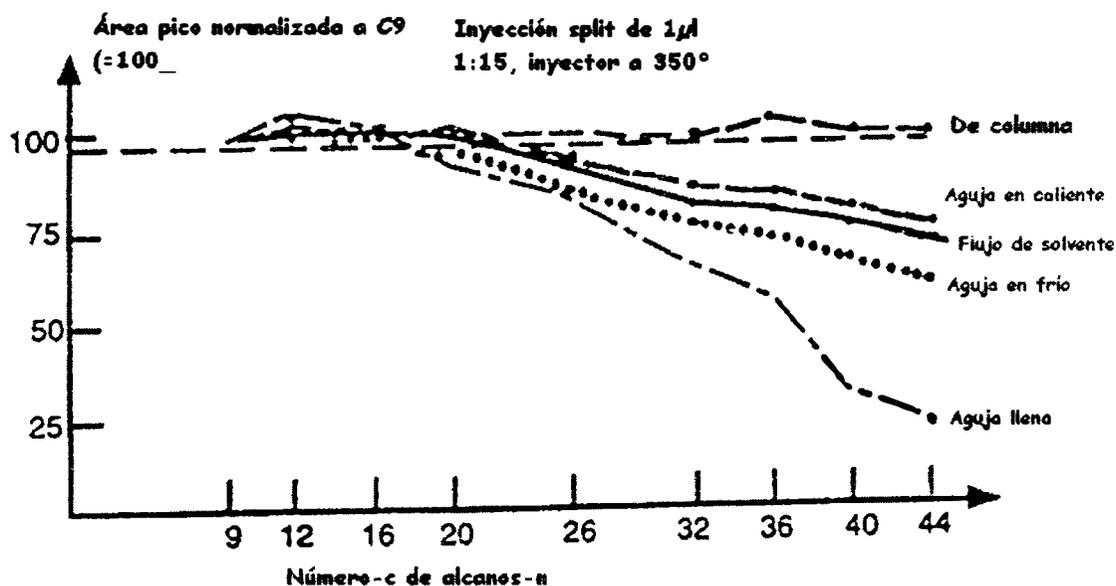


Figura II-7. Técnica por discriminación de la entrada *split*. La inyección de columna representa un 100% de recuperación. Adaptado de “Inyección *Split* y *Splitless*”, 3^{era} edición, 1993 de K. Grob.

II.6. Temas del desarrollo del método

Con el desarrollo de los métodos, por lo general se recomienda la inyección *split* cuando se trata de muestras concentradas en el ámbito de concentración de analito de mid-ppm o mayor. Con menores concentraciones, puede ser difícil alcanzar los límites de detección necesarios. Con mayores concentraciones, la segmentación es la única vía para evitar la saturación de la fase estacionaria. También esta es la mejor forma para los análisis isotérmicos, pues es una técnica rápida, y no es necesario prestarle atención especial a los analitos, como sí ocurre con la *splitless*. Además, este tipo de inyección es más ventajosa cuando se tiene muestras “sucias” o “puras”, o para expulsiones rápidas ya que se necesita perfeccionar muy poco el método para obtener resultados razonables. Si, en particular, las

muestras se encuentran muy sucias, se puede añadir lana de vidrio al *liner* (con cuidado de no tocar las superficies reactivas).

La segmentación da origen a bandas angostas inyectadas (por lo general con un ancho inferior a los 500 ms) que no requieren particular atención en lo térmico o en los solventes, lo cual es muy ventajoso para lograr un trabajo de alta resolución. Las bandas estrechas inyectadas que se utilizan en la inyección *split* también son útiles por su rapidez.

La inyección segmentada se ve afectada por la capacidad limitada para los análisis de prueba, pues la segmentación implica que el volumen de la mayoría de muestra se pierda fuera de la salida *split*. Los componentes lábiles térmicos pueden reaccionar en la entrada caliente, pues se evaporan y los componentes de gran peso molecular pueden perderse por la discriminación en la aguja de la jeringa conforme se va calentando. La discriminación quizás sea la mayor desventaja de la inyección segmentada. Además, los analitos pueden también ser absorbidos irreversiblemente en el *liner* o en el material que lo cubre.

III. Principios básicos de la inyección *splitless*

III.1. Introducción

Según lo visto hasta aquí, la inyección *split* carece de sensibilidad debido a la separación en la salida de la mayoría de la muestra inyectada, que finalmente se desecha. Este método se desarrolló por accidente en los años de 1960 y se ha convertido en la solución más utilizada ante los problemas de sensibilidad.

La invención de la inyección *split* en 1968 por Kart Grob es un excelente ejemplo del dicho “la suerte favorece a la mente preparada” en ciencias y también hace recordar que todo tipo de información, incluso la que surge por “error”, puede conceder información valiosa. Grob había realizado pruebas utilizando el tipo clásico de inyección, pero en cierta ocasión, mientras realizaba una serie de pruebas, inadvertidamente dejó la válvula de la salida *split* cerrada por completo. Llevó a cabo las inyecciones e inició la gráfica de registro. A los pocos minutos descubrió su error y abrió la salida. Aunque esperaba observar un cromatograma escueto, con un pico de solvente que alcanzara el máximo de la hoja y que necesitara un largo periodo (quizás horas) para regresar por completo al punto de referencia, estaba alegremente sorprendido. Pasados unos minutos, el pico descendió, con la referencia de regreso al lugar adecuado, y ahí descubrió los esperados picos analíticos (mucho más largos de lo soñado, y muy puntiagudos). De esta forma, inventó la inyección *split*; desde entonces se ha estudiado exhaustivamente aunque no se ha comprendido a fondo y no todos los cromatógrafos la han utilizado adecuadamente.

En este capítulo y en el siguiente, el analista encontrará una introducción a los principios y a las variables relacionadas con la inyección segmentada así como ejemplos de la innovación del método.

III.2. *Hardware* necesario para las entradas *split*

El diseño de la entrada *split* es muy similar a la *splitless*. De hecho, en la actualidad los cromatógrafos de gas están equipados con solo una entrada capaz de ejecutar los dos tipos de inyección por medio de una válvula solenoide de tres vías, ubicada en la línea de entrada del

gas portador. Esto le permite a la mayor parte del flujo de gas circular por el *liner* de la entrada cuando se quiere utilizar la inyección *split*, mientras se mantiene el flujo adecuado en la columna.

La entrada a menudo se describe según el caso como *split* o *splitless*; se debe tener presente que se trata de dos técnicas diferentes y nunca se deben describir como una sola: se trata de una o de la otra, pero jamás de las dos juntas.

El *liner* de vidrio es la otra gran diferencia. Mientras que el que se utiliza en la inyección *split* es de un volumen relativamente largo (alrededor de 44 mm de diámetro interno) para recibir un gran flujo de gas portador, y posee obstrucciones para facilitar la vaporización, el *liner split* es más angosto (de casi 2mm de diámetro interno) y no tiene obstrucciones. En la ilustración II-1 se hace una comparación de ambos. Nótese que la lana de cristal (que dicho sea de paso, se debe desactivar por completo) a veces se utiliza cuando las muestras están sucias o como ayuda durante la evaporación.

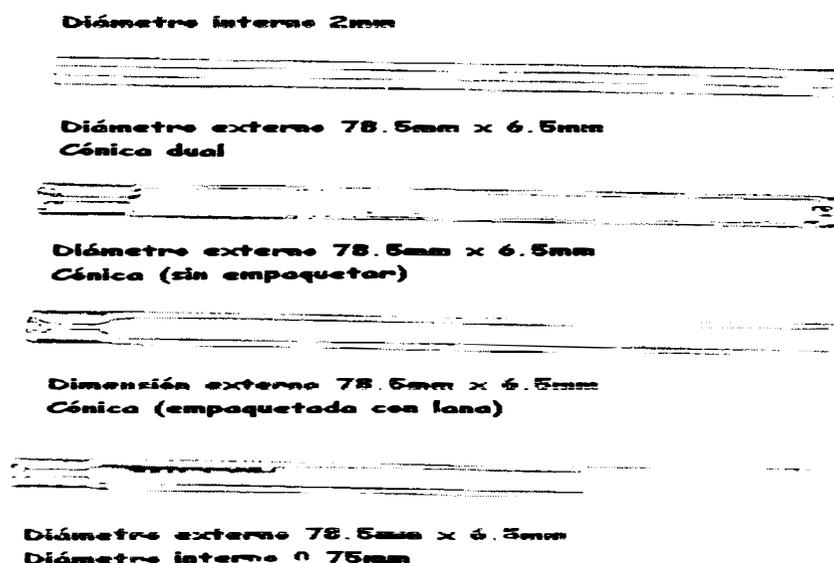


Figura III-1. *Liners* de vidrio para la inyección *splitless*

En las ilustraciones III-2 y III-3 se observan los diagramas esquemáticos de las entradas segmentadas. En la ilustración III-2 se presenta la entrada cuando se realiza una prueba cromatográfica; es muy similar a la que se muestra en la ilustración II-1 excepto que la salida depuradora del solvente está cerrada; de hecho, la inyección se realiza de esta manera. Después de este lapso, se abre (según lo demuestra la Ilustración III-3) y la entrada obtiene la misma configuración que la de la *split*. Luego, la válvula se cierra antes de comenzar otra inyección.

Dicho de otra manera, el equipo utilizado en ambas inyecciones es el mismo y se deben emplear criterios similares. Los gases portadores han de estar limpios, el septo se debe cambiar con frecuencia y la entrada debe tener una temperatura elevada. Mientras la inyección *split* se usa a menudo con la cromatografía de gas isotérmica, veremos que en la *splitless* casi siempre es necesario programar la temperatura, pues es crucial para alcanzar los picos más precisos de analito. La inyección *splitless* es más sensible a la contaminación de la muestra ya que la mayoría del analito alcanza la columna analítica.

III.3 Mecanismos para el ensanchamiento de las bandas

La inyección *splitless* es un proceso lento. Según lo observado, el tiempo de depuración es uno de los parámetros por modificar. Si se calcula un volumen de 0.5-1 mL del *liner*, junto con un cálculo de emisión de 1 mL/min, se necesitarán de 30 a 60 segundos para que el gas portador limpie el volumen del *liner* de una sola entrada. Por consiguiente, las bandas que penetran en la columna analítica tienen entre 30 y 60 segundos de ancho cuando llegan. Este

es el ensanchamiento de la banda en el tiempo, pues todas las bandas de analito comienzan con este proceso.

Además, cuando el solvente se esparce dentro de la columna capilar, como se explica en el último capítulo, las moléculas de analito lo hacen dentro del ancho tapón solvente, a lo cual se denomina ensanchamiento de la banda en el espacio. Conforme la longitud del tapón disminuye durante la primera porción de la prueba analítica, de la misma forma lo hacen el ancho de estos picos. Nótese que la escogencia del solvente y de la fase estacionaria puede repercutir en su grado de concentración. El consejo para la optimización de la entrada se describió para aminorar estos dos efectos del ensanchamiento de las bandas y así obtener bandas reproducibles de inyección.

III.4 Pasos para una inyección *splitless*

A diferencia de la inyección *split*, en la que el proceso por lo general exige menos de un segundo, en este tipo se necesita más de un minuto. Muchos pasos y procesos ocurren y cada uno tiene un efecto profundo en el éxito de la inyección para alcanzar una transferencia de la muestra (reproducibile y cuantitativa) a la columna.

Si bien se conocen los procesos y las etapas particulares, las interrelaciones son complejas y no se saben por completo. El proceso de inyección *splitless* se puede resumir de la siguiente forma:

1. Inyección con la jeringa
2. Evaporación en el *liner* de entrada

3. Transferencia de los vapores a la columna capilar (ensanchamiento de la banda en el tiempo)
4. Condensación de los vapores de la columna capilar (ensanchamiento de la banda en el espacio)
5. Evaporación del solvente
6. Prioridad a las bandas de analito en la columna capilar fría (retención en frío y efectos del solvente)
7. Depuración del *liner*

En el capítulo siguiente se revisará la optimización de las inyecciones *splitless* de acuerdo con la asimilación de estas instrucciones y procesos.

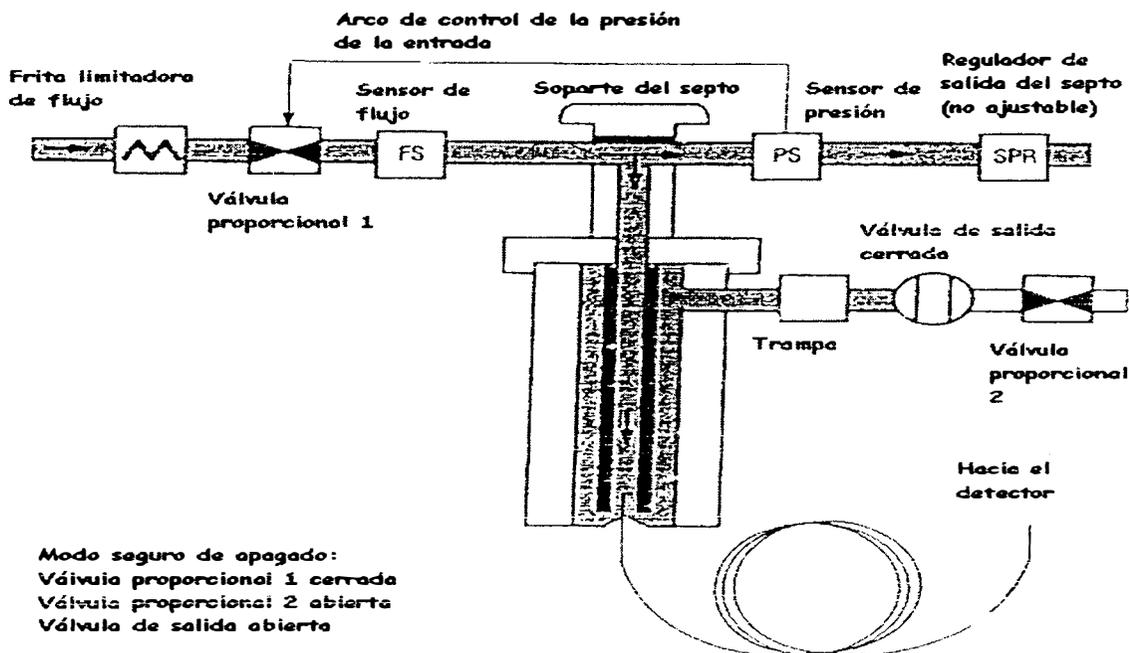


Figura III-2. Entrada *splitless* con la válvula de purga desactivada. Adaptado del Manual de Operación del Cromatógrafo de Gas Serie HP 6890”, Agilent Technologies, 1995.

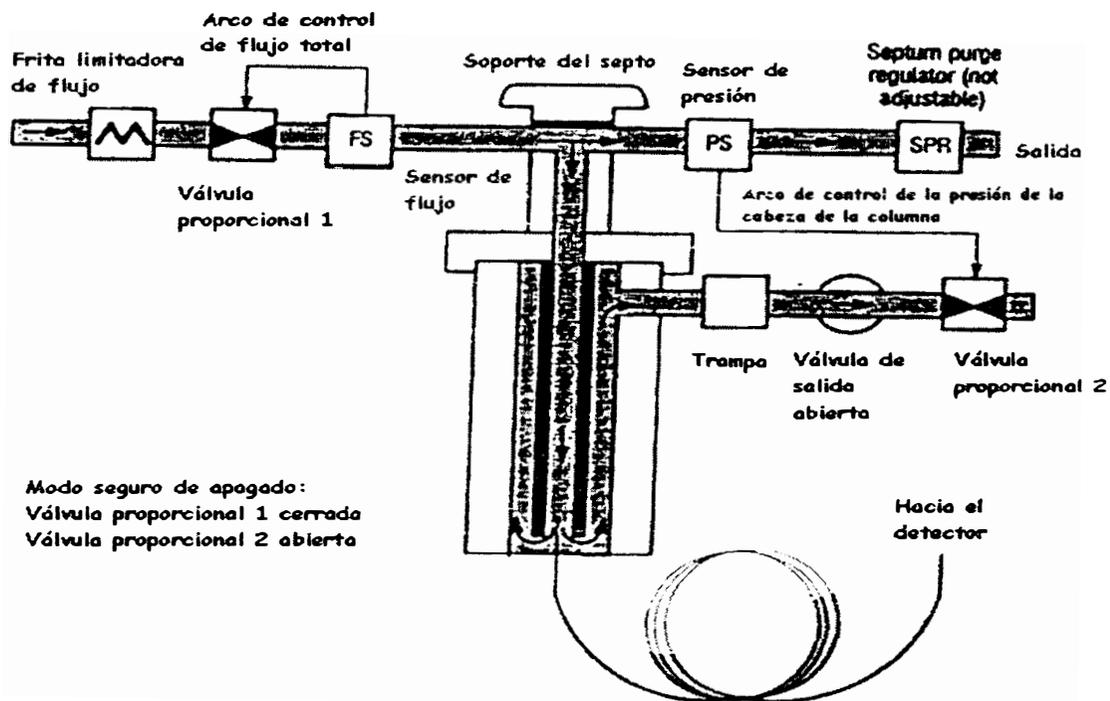


Figura II-3. Entrada *splitless* con la válvula de la purga encendida. Adaptado del Manual de Operación del Cromatógrafo de Gas Serie HP 6890, Agilent Technologies, 1995.

III.4.1. Inyección con jeringa

El primer paso para ejecutar una inyección *split* implica la técnica de la jeringa. Por ejemplo, en la inyección *split* la aguja en frío llena de la solución de muestra penetra en el *liner* caliente y con rapidez comienza a elevarse su temperatura. Cuando la aguja se calienta, también lo hace el solvente. En consecuencia, las moléculas solventes se evaporan dentro de la aguja mientras que las de analito de mayor peso molecular se pueden disolver y depositar dentro de la aguja sin salir de ella. Como resultado, se logra la discriminación (pérdida) de componentes de alto peso molecular.

Se han descrito muchas técnicas para la manipulación de las jeringas como método para corregir las dificultades que surgen; no obstante, ninguna ha resultado completamente satisfactoria ni se han mejorado con el uso de los inyectoros automáticos. Los brazos de estos inyectoros modernos realizan movimientos rápidos con el fin de transferir las muestras lo antes posible. En el capítulo 2 se presentan otros tipos de técnicas manuales con jeringas.

III.4.2. Vaporización en el *liner* de entrada

EL proceso mediante el cual la muestra líquida se evapora dentro del *liner* es quizás la faceta más compleja y al mismo tiempo la menos comprendida de la inyección *splitless*. El modelo clásico y simple es similar al de la *split*.

La muestra sale de la jeringa en forma de nube aerosol y se evapora rápidamente fuera de la aguja, como resultado de la transferencia de energía proveniente de la entrada caliente con alta masa térmica. Posteriormente, dado que el ritmo de emisión del gas portador a través del *liner* no es rápido, los vapores se trasladan con lentitud a la columna capilar. El período de transferencia culmina cuando la salida con división se activa y elimina cualquier muestra residual y solvente fuera de la salida. Sin embargo, este modelo simple presenta numerosas inconsistencias que conducen, en gran medida, a la confusión que muchos usuarios encuentran cuando realizan este tipo de inyección. En primer lugar, no se puede creer que la muestra, cuando sale de la jeringa, lo hace en forma de un aerosol perfecto. o que se evapora de inmediato. El brazo de un inyector automático hace que la aguja dispare 1 microlitro del líquido a una distancia de por lo menos 1 metro (si se duda, se puede hacer manualmente para



comprobar qué tan lejos se puede disparar un microlitro de líquido); y es preferible que la muestra líquida entre directamente en la sección interior de la entrada.

En 1996, K. Grob presentó un vídeo de este experimento en el Simposio Internacional de Cromatografía Capilar. La mayoría de las veces, las muestras completas se transfieren como líquido directamente detrás o en la parte posterior de la entrada y luego se evaporan lentamente dentro de la columna. Esto significa un problema potencial, ya que el sello inferior de la entrada por lo general es metálico lo cual lo convierte en una superficie con un gran potencial reactivo para los compuestos hábiles térmicos o químicos. Este fenómeno se puede mitigar colocando sellos, como lana de cristal desactivada, dentro del *liner*; no obstante, los empaques también son una fuente significativa de contaminación.

En la ilustración III-4 se detalla de forma esquemática el proceso y el resultado cuando se “dispara” la muestra líquida en la parte inferior de la entrada. Una vez que la muestra alcanza el sello, surgen diversos escenarios para la evaporación subsecuente. Se debe estar consciente de que el sello inferior, la mayoría de las veces, está más frío que el centro de la entrada. El líquido puede ser “rechazado” y enviado sobre la parte frontal de la columna. También puede ser absorbido por partículas de septo u otros restos que se encuentran en la zona inferior de la entrada y en donde solo el solvente y algunos analitos escapan o se evaporan lentamente. En algunas ocasiones, este sello inferior se convierte en un componente vital dentro de todo el sistema.

En segundo lugar, el resultado del golpe del líquido no se percibe inmediatamente. Esto se ilustra colocando una pequeña cantidad de agua fría en una olla freidora caliente. ¿Acaso el agua se evapora por completo y de inmediato? No, el agua parece que “baila” sobre la superficie mientras que el vapor surge debajo. En una situación similar a los efectos del

agua caliente, los analitos disueltos y de alto peso molecular se ven obligados a estar sobre la superficie del *liner*.

Por tal razón, se requiere que el área esté limpia y desactivada; en la ilustración III-5 se puede observar este fenómeno. En el primer caso, el líquido de muestra se coloca en la superficie de cristal; se puede observar que el líquido se esparce y eventualmente el material evaporado llega a la columna. Durante esta fase, las interacciones moleculares tales como la adhesión del hidrógeno y las interacciones de ácido base, pueden hacer que los analitos permanezcan en la superficie de cristal. Por lo tanto, se debe contar con *liners* desactivados.

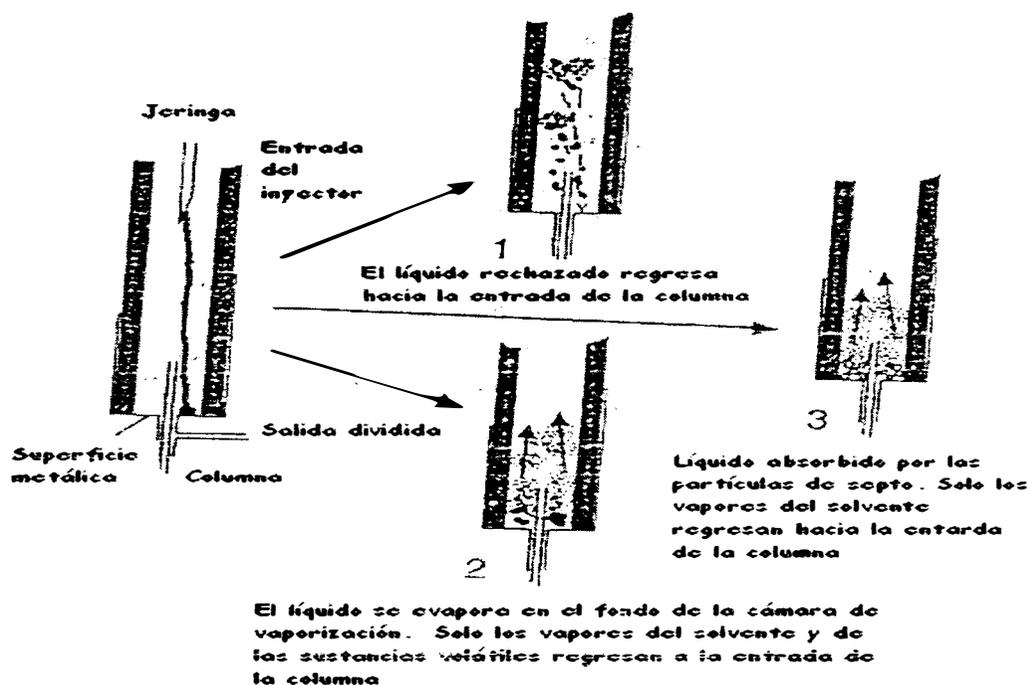


Figura III-4. Muestras se “disparan” a la parte inferior de la entrada, tres posibles resultados. Adaptado de K. Grob, “Inyección *split* y *splitless* en cromatografía capilar de gas” Hughig (ahora Wiley), 1993.

En la segunda situación, el solvente empieza a evaporarse antes de alcanzar la superficie de vidrio y se produzca un amortiguamiento. En la ilustración, se puede notar el espacio de vapor entre el líquido y la superficie. El líquido se repele de la superficie y se dispara a la parte inferior de la entrada.

El volumen del vapor introducido es la consideración final. Mientras las muestras líquidas son generalmente de 1-3 μL , dependiendo del solvente, el vapor que se produce puede tener un volumen de 200 a 1200 mL, dependiendo de la identidad del solvente y de otras condiciones como la temperatura y la presión dentro del *liner*; por eso, se debe conocer el volumen interno y tener cuidado de que el del vapor no exceda el del *liner*. Si esto ocurre, los vapores de muestra pueden salirse y ocasionar una pérdida de todos los componentes de la inyección aplicada. Estos componentes pueden surgir en una próxima inyección y aparecer como picos fantasmas, o extinguirse para siempre.

Solvente	Volumen de vapor (μL)
Hexano	132
Metanol	428
Cloruro de metileno	270
THF	213
Agua	958
Iso-octano	105

Condiciones: inyección de 1 μL , 250°C, presión de la entrada 150 kPa

Cuadro III-1. Volumen de vapor para varios solventes bajo las condiciones típicas de una entrada de cromatografía de gas. Se calculó usando el calculador de flujo y volumen de *Agilent Technologies*.

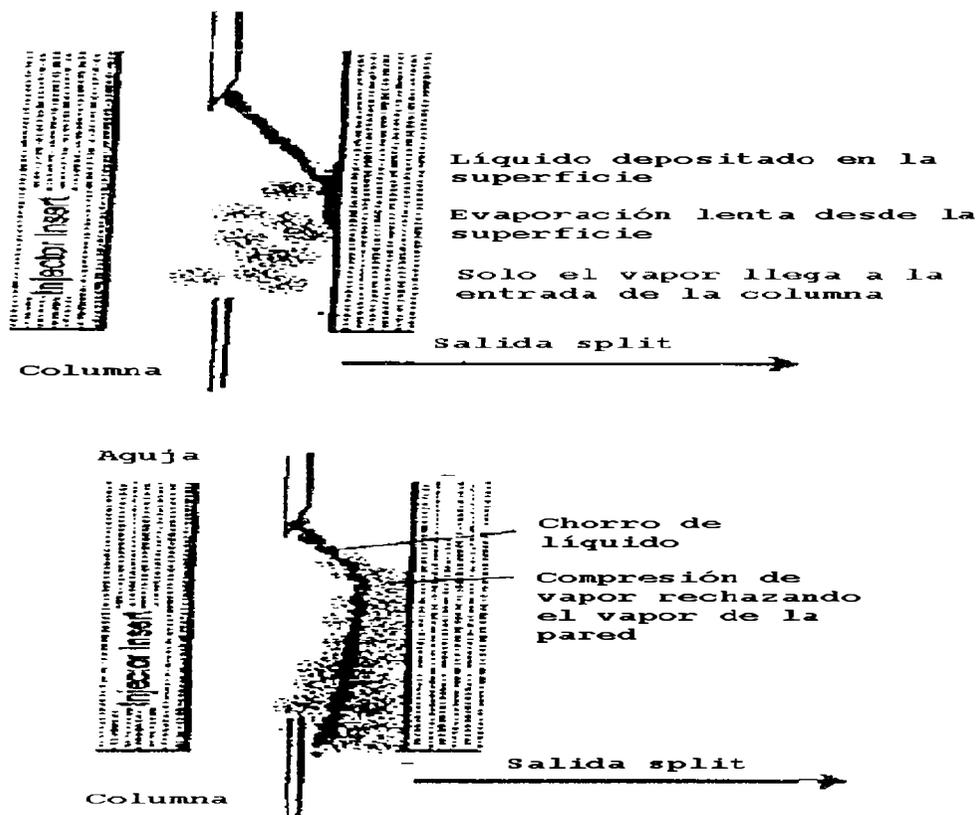


Figura III-5. Efectos en la superficie del *liner* en la inyección *splitless*. Adaptado de "Inyección *split* y *splitless* en la cromatografía capilar de gas" de K. Grob, Huthing (ahora Wiley), 1993.

III.4.3. Transferencia de los vapores a la columna capilar

Conforme la muestra se evapora, lentamente pasa a la columna capilar, y al ser ésta la única salida el ritmo de flujo se puede calcular del volumen del *liner* de la entrada y del ritmo volumétrico del flujo de la columna. El tiempo necesario para pasar el volumen lleno del *liner* a través de él es por lo general el suficiente para transferir alrededor del 95% de los vapores de muestra a la columna. Debido a la presencia de remolinos y sitios complicados dentro de la

entrada, el 5% restante del vapor necesita de un tiempo prolongado para salir de la entrada, hasta que es finalmente expulsado con rapidez a través de la salida.

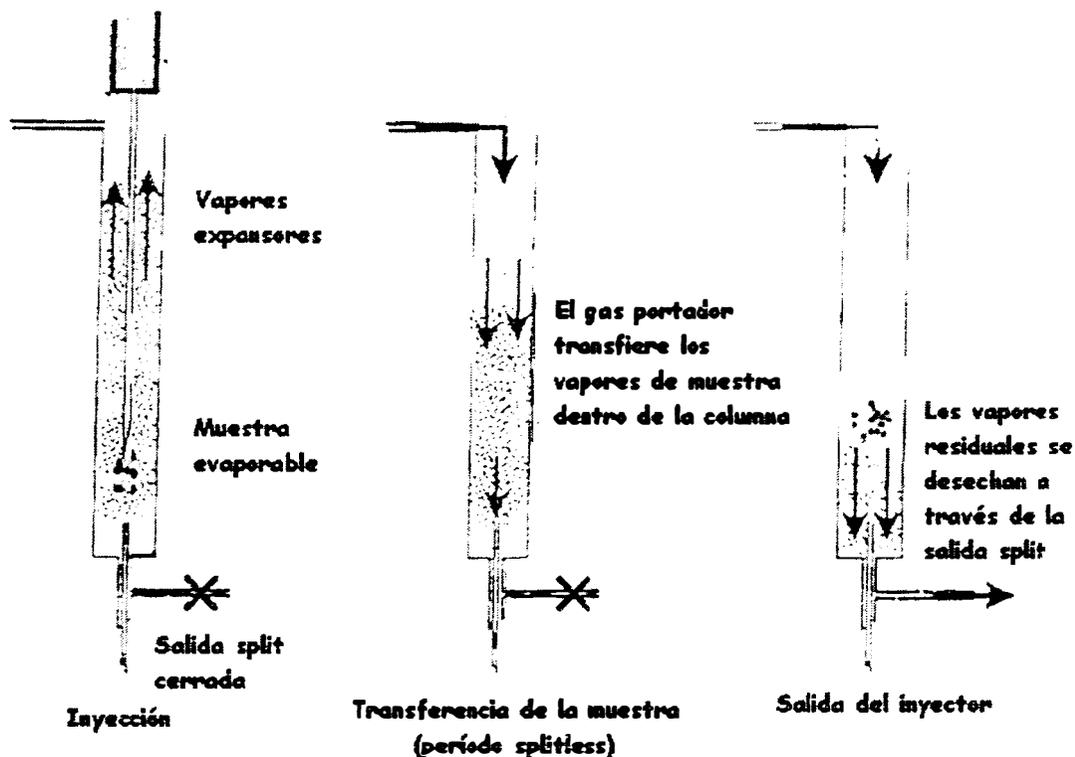


Figura III-6. Pasos en el proceso de inyección *splitless*. Adaptado de K. Grob, "Inyección *split* y *splitless* en la cromatografía capilar de gas" Huthing (ahora Wiley), 1993.

III.4.4. Condensación de los vapores en la columna capilar

En la inyección *split*, durante la transferencia de vapor a la columna, el horno se debe mantener por lo general a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente de muestra. Esto provoca la condensación y el esparcimiento de los vapores de solvente y analito dentro de las secciones de la columna. Puesto que las moléculas de analito son solubles, lo

hacen de la misma forma que a la largo de la extensa franja de solvente. En la figura III-7, se distingue un plan hipotético de este tipo de franja. En el primer caso, un solvente no polar, como el hexano, se usa con una columna no polar, como un silaxone de polidimentil al 100%. La franja de solvente humedece bien la superficie de la columna y genera una distribución pareja de las moléculas de analito. Por último, cuando se retira el solvente, se obtienen picos de analito muy bien definidos.

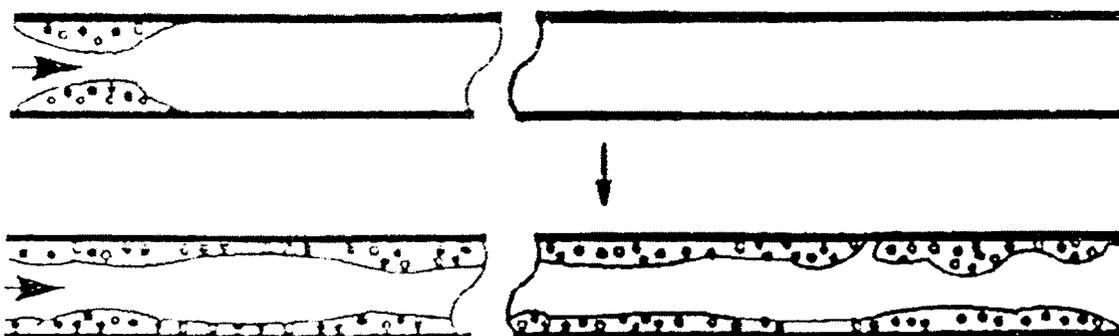


Figura III-7. Esquema de los efectos solventes causando ensanchamiento de las bandas. Adaptado de “Cromatografía de gas de alta resolución” de K. Hyver (ed), Hewlett-Packard, 1989.

En el segundo caso, un solvente polar como el metanol, se utiliza con columnas no polares como el siloxano de polidimetil al 100%. En este caso, la franja se dispersa de manera irregular con lo que se adquiere una distribución dispareja de las moléculas de analito cuando se retira el solvente. Este fenómeno ocasiona picos sin forma definida y que más bien asemejan rabos u hombros o una sucesión indefinida de picos. Por consiguiente, para escoger un solvente se debe tener en mente la columna que se va a usar; sus polaridades deben asemejarse.

III.4.5. Evaporación del solvente y ajuste de las franjas de analito

Una vez que la muestra completa (incluyendo el solvente y el analito) se introduce en la columna, ocurren dos mecanismos (ambos relacionados con la evaporación) de ajuste para disminuir las franjas anchas: ajuste termal o “retención en frío” de los analitos de gran peso molecular y ajuste de los efectos del solvente para aquellas moléculas de menor peso. Para programas de un solo analito, se puede utilizar el ajuste en frío, los efectos solventes, o una combinación de ambos.

III.4.5.1 Ajuste en frío

Este mecanismo se presenta en la figura III-8 y como ya se discutió, se utiliza con analitos de mayor peso molecular. Cuando llegan a la columna, que tiene una baja temperatura, se congelan dentro de los primeros y cortos centímetros de la columna. Las moléculas restantes luego tienen tiempo para “alcanzar” al primer grupo. Esto produce una franja de analito bien definida cerca de la parte superior de la columna.

La retención en frío es el mecanismo más frecuente cuando se trabaja con analitos de gran peso molecular (con pesos superiores a C12). Las variantes más significativas que afectan la retención son: la temperatura inicial y la densidad de la película de fase estacionaria.

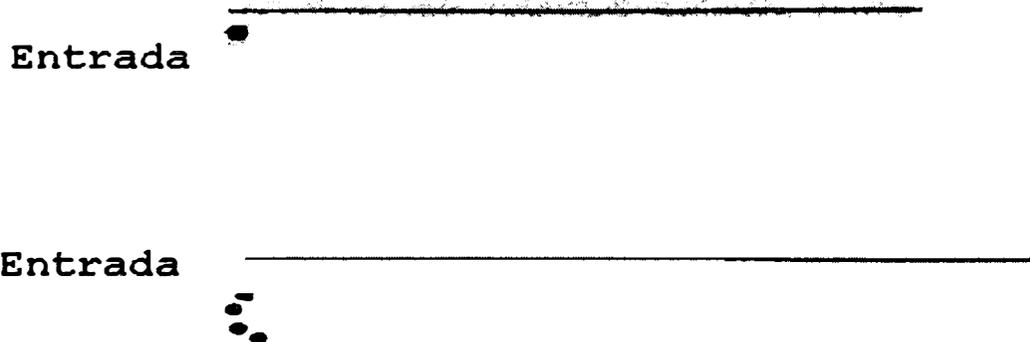


Figura III-8. Esquema del efecto de ajuste en frío

III.4.5.2 Ajuste del efecto solvente

No sorprende que las moléculas de mayor peso o los analitos con menor presión de vapor muestren franjas definidas como resultado de la retención en frío. Sí asombra que las bandas de menor peso molecular (con mayor presión de vapor) que no se retengan en frío también sean precisas cuando se usan en las inyecciones *split*. Tal hecho se le atribuye a los efectos relacionados con la evaporación del solvente líquido inyectado. En la figura III-10 se resalta la evaporación del solvente líquido en la columna capilar en una inyección *split*. En primer lugar, el solvente se esparce a lo largo (de casi 1 metro) de la columna, luego reviste la fase líquida y produce una fase estacionaria bastante gruesa. Las moléculas de soluto se distribuyen a través de tal revestimiento. El gas portador circula de la entrada de la columna hacia la salida. La franja solvente se evapora desde el fondo de la entrada y disminuye su tamaño. Los analitos permanecen disueltos en la gruesa franja solvente a pesar de que se concentran conforme se reduce. Por último, esta ocupa una porción reducida de la columna y

luego desaparece y deja los analitos en una zona concentrada cerca del área superior de la entrada.

Como se analizó anteriormente, la naturaleza del solvente y de la fase estacionaria son de vital importancia para un ajuste apropiado de los efectos del solvente. La temperatura inicial de la columna es trascendental ya que el solvente se debe condensar para que sea efectivo. Una temperatura de 40° C o más pero inferior al punto normal de ebullición del solvente es suficiente.

En el siguiente capítulo, se hace un análisis de la optimización de los efectos del solvente y de la temperatura inicial de la columna.

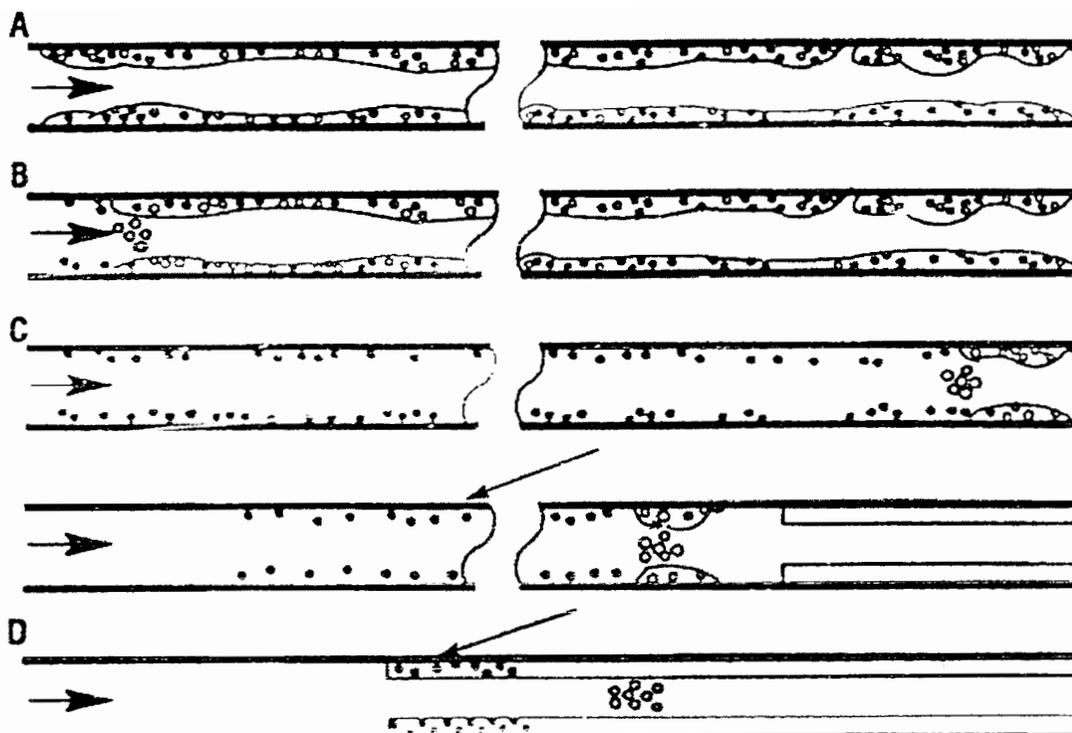


Figura III-10. Ajuste del efecto solvente. Adaptado de "Cromatografía de gas de alta resolución" de K. Hyver (ed), Hewlett-Packard, 1989.

III.4.6. Depuración del *liner*

El último paso en la inyección *split* involucra la depuración del *liner* de la entrada con el gas portador expulsado para eliminar cualquier solvente residual o analito. Si no se hace esta limpieza, el solvente residual continúa entrando a la columna durante más tiempo, pues hay muchos compartimentos dentro y el solvente puede detenerse.

Esta gran emisión a través del *liner* y fuera de la salida hace que el solvente residual sea barrido, mientras se usa la regulación de la presión para mantener el flujo adecuado en la columna.

III.5. Consideraciones generales para el mejoramiento de las inyecciones *splitless*

Cuando se perfeccionan los métodos para las inyecciones *splitless* (lo cual se estudiará con más detalle en el próximo capítulo) se deben considerar los siguientes aspectos. Primero, la temperatura de la entrada se debe programar al máximo valor posible sin que se pierdan los analitos. Segundo, las condiciones de emisión se deben adaptar para disminuir el tiempo de transporte dentro de la entrada (reducir el ensanchamiento de la franja en el tiempo); la alta presión durante la inyección (ritmo de la presión) lo puede hacer.

Luego, la temperatura inicial de la columna se debe programar lo suficientemente baja para que la retención en frío o los efectos del solvente actúen cuando se ajusten las franjas de analito en la parte superior de la entrada. Por último, las características de las franjas definidas se observan cuando se combina la inyección *splitless* con la programación de la temperatura.

En el capítulo siguiente se describen las técnicas para mejorar cada uno de estos procedimientos.

IV. Innovación del método y mejoramiento de la inyección *splitless*

En un método de inyección de CG, los dos objetivos primordiales son que la inyección sea cuantitativa y eficiente. La inyección debe ser cuantitativa de manera que la muestra completa se transfiera a través de la entrada. La inyección tiene que ser eficiente de forma tal que las franjas de muestras inyectadas sean lo más angostas posibles. Por consiguiente, las franjas de analito se transfieren a la columna con precisión, exactitud y con el mínimo espesor. En este capítulo se analizarán las condiciones situacionales que serán útiles para alcanzar estos objetivos.

Existen diversos factores que contribuyen a conseguir inyecciones *splitless* exitosas; la entrada y la columna son responsables de que esto ocurra pues el mejoramiento de la banda sucede después que la muestra abandona la entrada y penetra en la columna. Por tanto, el proceso total debe mitigar el ensanchamiento de la franja en el tiempo y en el espacio. El Cuadro IV-1 muestra los factores más significativos relacionados con la entrada y la columna.

Pese a que es difícil dictar las reglas generales para mejorar las inyecciones (véanse las notas en las primeras páginas de esta guía), se pueden enumerar algunos principios que garantizan un comienzo exitoso. Es necesario que el químico combine estas recomendaciones con su buen juicio, conforme las aplica y analiza. En la inyección *splitless* no existen reglas únicas.

Mientras se perfecciona cualquier separación, hay que cambiar solo una variable o condición al mismo tiempo y evaluar luego el efecto antes de modificar todo el resto.

Entrada	Columna
Temperatura	Temperatura
Presión (ritmo de emisión/programa de temperatura)	Presión (ritmo de emisión)
Volumen del <i>liner</i> /geometría	Proporción de la fase
Escogencia del gas portador	Dimensiones de la columna
Efectos adicionales	Escogencia de la fase estacionaria
Solvente	Escogencia del gas portador

Tabla IV-1. Factores que repercuten en una inyección *split* exitosa en la cromatografía capilar de gas.

IV.1 Escogencia del *liner* de vidrio

La primera escogencia para ejecutar una inyección efectiva es la del *liner* de vidrio. Debe tener un volumen suficientemente reducido de manera que el tiempo de depuración sea inferior o igual a 1 minuto pero debe tener la capacidad para albergar el volumen de vapor inyectado.

En la mayoría de los casos, el *liner* es un tubo recto y sin obstrucciones. Si el solvente pasa a la zona inferior y se fuga, si la muestra contiene material no volátil o si el núcleo del septo tiene problemas y su material cae dentro del *liner* entonces se puede recurrir a una obstrucción (como lana de cristal) para evitar la contaminación. La inyección se debe efectuar primero sin ningún obstáculo con el propósito de eliminar los problemas de polución o reacción con la superficie de vidrio activa.

Cuando se instala el *liner*, no hay que ajustar en exceso los componentes, pues el cristal no es flexible y se rompería si se presiona demasiado. En el Capítulo III, secciones III.2 y III.4.2 se analiza las formas específicas de los *liners* y los volúmenes de vapor solvente. La calculadora del volumen de vapor de *Agilent Technologies* es muy útil en dicha sección.

IV.2 Ajuste de la temperatura de la entrada

La temperatura de la entrada se convierte siempre en uno de los asuntos más interesantes. La respuesta típica que por lo general se obtiene de la mayor parte de los instructores de libros de texto es “250° C” o “lo suficientemente caliente para vaporizar la muestra”. Ambas respuestas son incompletas, pues, por lo general, la entrada debe estar suficientemente caliente como para evaporar en forma eficiente el vapor de muestra sin descomponer los compuestos de analito. Si se sospecha que hay descomposición en la entrada, entonces se debe reducir la temperatura hasta que se observe una mejoría. En la figura IV-1 se muestra el efecto de la temperatura de la entrada en una inyección *splitless* de hidrocarburos. Las inyecciones se han realizado a 250° C y a 100° C. Si la inyección a 250° C se considera un estándar, entonces la recuperación del analito con componentes de peso molecular inferior se reduce significativamente cuando disminuye la temperatura de la entrada. Por lo general, se debe usar la temperatura más baja posible de la entrada, pues los ritmos mayores de flujo se pueden obtener a temperaturas menores debido al incremento en la viscosidad del gas con la temperatura. No obstante, se debe tener presente de que la temperatura de la entrada es a menudo difícil de cambiar entre corrida y corrida, pues la entrada tiene una gran masa térmica y necesita más tiempo (posiblemente horas) para equilibrarse por completo después de un

cambio de temperatura. Esta es la razón por la cual muchos laboratorios ajustan la entrada a cierto valor (250 grados es lo común) y nunca lo cambian.

IV.3. Efecto de la presión de la entrada

En los sistemas clásicos la entrada o la presión en la “cabeza” se ajusta sólo teniendo la columna en mente. En vista de que la mayoría de los cromatógrafos se regulan con una presión trasera, la presión de la entrada no podría modificarse en ningún momento durante la corrida. Este hecho se traducía en una limitación severa pues la presión apropiada en la cabeza para obtener un flujo óptimo no es necesariamente la presión apropiada para la inyección. Cuando se usa un sistema moderno de presión controlado electrónicamente, se puede recurrir a un pulso de presión para mejorar el ancho de la inyección. Se trata simplemente de aumentar la presión de la entrada durante el tiempo *splitless*, para acelerar la transferencia de muestra dentro de la columna.

En la figura IV-2 se distingue un diagrama de una inyección con el pulso de la presión. Durante el período no segmentado, la presión aumenta en forma significativa para acelerar la transferencia de analitos por la entrada. Al mismo tiempo que se abre la salida de depuración, la presión se reduce a un nivel cercano a la presión óptima de operación de la columna. Nótese que este diagrama del ritmo de presión demuestra que se puede programar dentro del controlador de presión de la entrada.

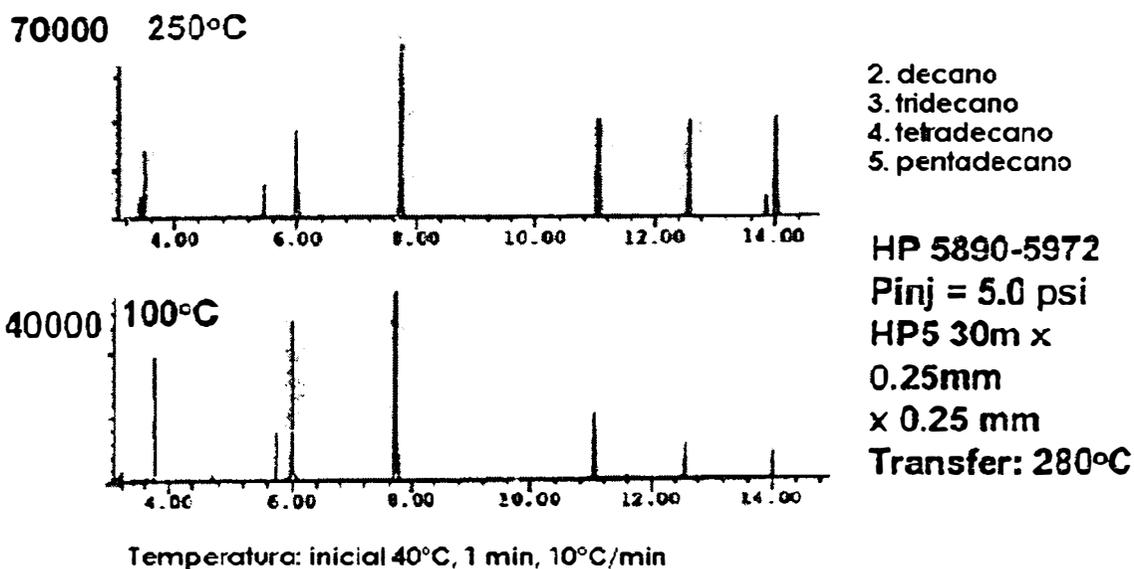
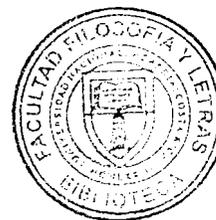


Figura IV-1. Efecto de la temperatura en la entrada *splitless*

La disminución real puede descender y se requieren de 20 a 30 segundos para reestablecer la presión y el equilibrio. En la figura IV-3 se observa el efecto del ritmo de presión durante la separación de hidrocarburos. El primer cromatograma muestra el funcionamiento rítmico sin presión. Se da un ensanchamiento trascendental de los primeros picos elutivos. En la segunda representación, el ritmo de presión permite eliminar más rápido los picos de la entrada. Nótese que se vislumbran pocos efectos en los últimos componentes elutivos ya que se retienen en frío de manera efectiva y el tiempo de inyección implica pocas consecuencias. Se produce un efecto limitante en los primeros picos porque ahora necesitan menos tiempo para abandonar la entrada; comienzan como franjas más estrechas en la columna y por eso aparecen con una forma más definida en el último cromatograma.



IV.4 Efecto de la temperatura inicial de la columna

En la figura IV-4 se observa el efecto de la temperatura inicial de la columna en la amplitud de los picos de analito que provienen de una sola retención en frío para separar el hexano y el heptano.

Al utilizar una microextracción de fase sólida con los restos de analito (sin los solventes líquidos tradicionales) se eliminan los efectos del solvente. A 40° C, cerca del punto de ebullición del hexano, se da muy escasa mejoría y por consiguiente los picos de analito son más anchos. Conforme la temperatura de la columna disminuye, los picos se vuelven más definidos pues los analitos se retienen en frío en la parte superior de la columna.

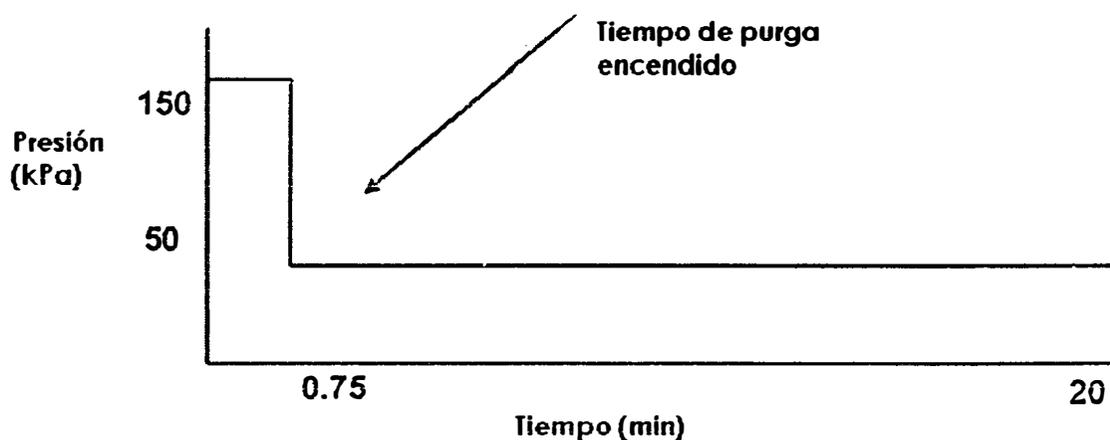


Figura IV-2. Diagrama esquemático del pulso de presión

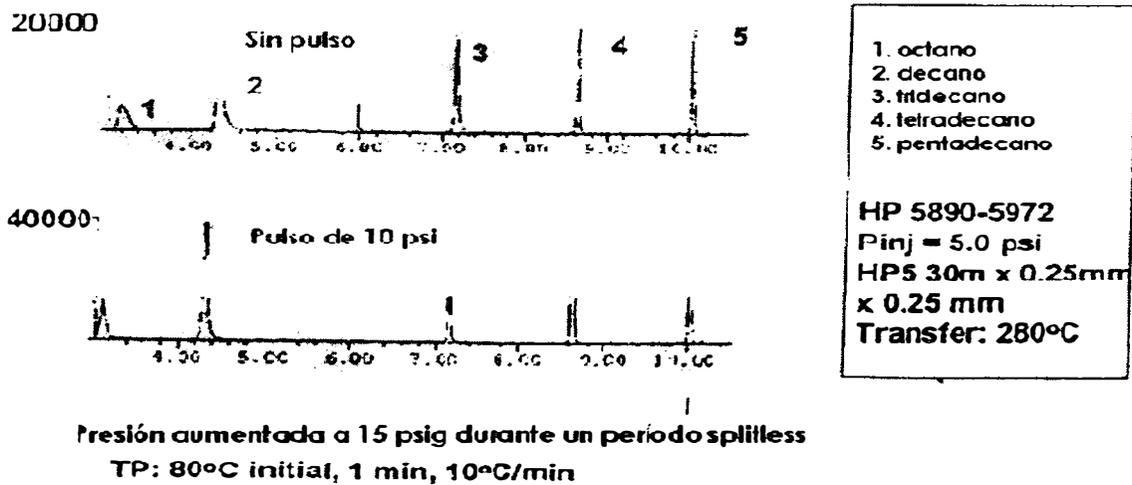


Figura IV-3. Efecto del pulso de presión de una inyección *splitless* de hidrocarburos

Por lo general, se puede esperar que la retención en frío sea efectiva si la temperatura inicial de la columna es de casi 80° C o más, pero menor al punto de ebullición normal del analito.

El resultado de la temperatura inicial de la columna sobre los efectos solventes se ilustra en la figura IV-5 para la separación de una mezcla de hidrocarburo disuelta en ciclohexano. Todas las condiciones son idénticas, con la única diferencia de que para el cromatograma izquierdo, la temperatura inicial es de 40° C mientras que en la derecha es de 60° C. En vista de que 60° C están muy cerca del punto de ebullición normal del ciclohexano, los picos que requieren estar perfilados por los efectos del solvente no lo están. Se recomienda examinar los primeros picos en cada cromatograma (con excepción del pico solvente). Dichos picos no se ajustan bien en el cromatograma del lado derecho como sí lo están en el lado izquierdo. Obsérvese que los últimos picos no sufren alteración.

Si se necesitan los efectos solventes que contribuyen al mejoramiento de la franja, la temperatura inicial se debe programar por lo menos 30 ó 40 grados por debajo del punto de ebullición del solvente. Si el ajuste en frío puede por sí mismo regular las franjas, la temperatura inicial de la columna deja de ser un asunto relevante.

IV.5 Programación del tiempo de depuración

En la inyección *splitless*, la depuración segmentada se desactiva durante un lapso que permita que el vapor de analito penetre en la columna en vez de escaparse por la salida. Al final de este período, el área de depuración se abre y se eliminan los vapores restantes lo cual conlleva a la caída bien definida del pico solvente.

El tiempo de encendido de la depuración se mejora cuando se inyecta la muestra con diferentes tiempos de encendido mientras las otras variables permanecen constantes.

Hay algunas ventajas al completar este proceso con rapidez (véase la sección de las inyecciones con ritmo de presión). Se distingue el aumento de las áreas de los picos con el tiempo de depuración activado a un nivel máximo, y es aquí cuando se estabilizan. El tiempo de encendido de depuración debe programarse a un valor muy corto en esta curva, después del punto en que alcanza el nivel. Lo característico es que esto produce un tiempo de depuración que va de 30 a 60 segundos.

IV.6 Comentarios generales acerca de las dimensiones de la columna y de las fases estacionarias

Estos dos factores tienen considerables repercusiones en las inyecciones *splitless*. A menudo, es difícil variarlos ya que muchos métodos y procedimientos estandarizados de operación funcionan con columnas específicas.

Longitud de la columna. Es otro de los efectos que repercute en menor medida en la caída de la presión y que altera el ritmo de emisión. Se debe tener cuidado de que la columna más larga utilice la mayor cantidad de emisión para mantener una velocidad linear razonable del gas portados. Por tal razón, una mayor presión necesitará producir el mismo ritmo de emisión y el mismo tiempo como con una columna más corta pues una mayor presión eleva el punto de ebullición de todas las moléculas y se necesita una temperatura más elevada en la temperatura de la entrada.

Diámetro interno de la columna. También repercute en las presiones necesarias para alcanzar las emisiones requeridas. Los diámetros más pequeños necesitan mayor presión. La inyección *split* es difícil de efectuar con columnas cuyo diámetro interno mide 0.1 mm pues se sobrecargan y pueden ser problemáticas con diámetros de 0.53 mm ya que el solvente líquido puede alcanzar el detector y extinguirse en *FID* o sobrecargarlo.

Espesor de la película de fase estacionaria. Retiene con mayor firmeza los componentes de analito y por eso una columna de película más gruesa puede ayudar en situaciones donde la retención en frío y los efectos solventes no mejoran por completo los picos iniciales de analito.

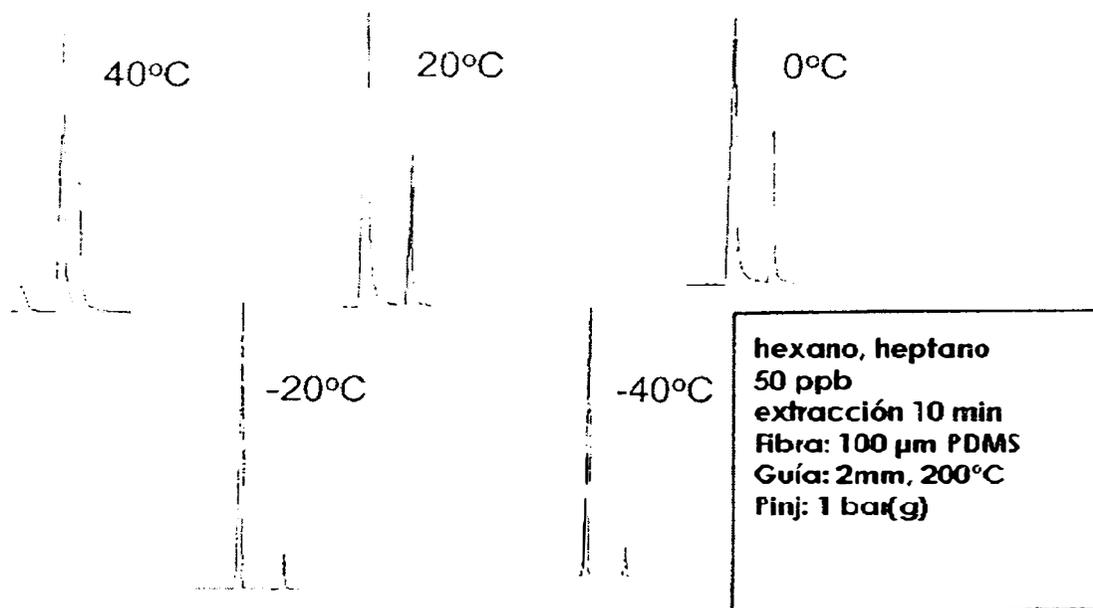


Figura IV-4. Efecto inicial de la temperatura de columna usando una inyección SPME. Se observa el efecto del ajuste en frío

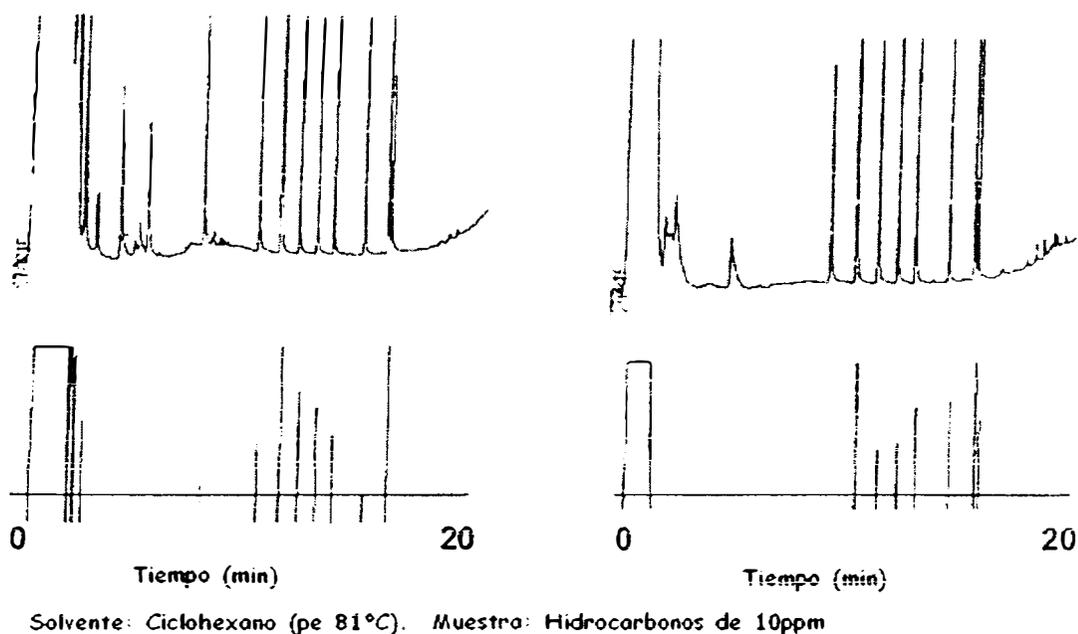


Figura IV-5. Efecto de la temperatura inicial de la columna sobre los efectos solventes



V. Inyección en columna

V.1 Introducción

Ciertos tipos de inyección presentan dificultades significativas relacionadas con la vaporización de los materiales de muestra tanto en la entrada como en la aguja de la jeringa. En las dos técnicas se necesita un paso “extra” de vaporización, transporte y condensación antes de que el material de muestra entre en la columna. En la sección I-1 se revisó este problema de la inyección en la CG en donde las principales dificultades eran: que la jeringa calzara directamente con la columna y que las muestras fueran muy largas (en especial cuando se evaporaban) para calzar en la columna.

Hemos visto que este paso adicional de evaporación ocasiona diversos problemas relacionados con la química para obtener buenas separaciones. Entre estos se encuentran: la discriminación dentro de la aguja y la entrada lo cual provoca la pérdida de analitos de alto y bajo peso molecular, la degradación o reacción de los analitos en superficies metálicas calientes y de cristal activo, la contaminación dentro de la entrada, el exceso de volumen de vapor solvente que ocasiona una nivelación posterior del solvente y del material de muestra dentro de los *liners* o fuera de la salida de depuración del septo, y por último un extraño enfriamiento en la entrada y los efectos de presión que afectan los radios con división o la variación del analito.

En conjunto, estos problemas conllevan a diversas variables interrelacionadas que se pueden superar para alcanzar el éxito con las técnicas clásicas de inyección. Por consiguiente,

sería propicio inyectar las muestras sin el exceso de evaporación que ocurre en la entrada, como se hace con las columnas empacadas.

Como su nombre lo indica, las inyecciones de columna implican una colocación directa de la muestra. Dado que dentro de la columna no hay mucho espacio para que el líquido se evapore, la inyección se debe realizar a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente con el propósito de que toda la muestra entre en la columna. En vista de que las jeringas por lo general son más anchas que el calibre de las columnas, se necesitan medios y procedimientos especiales para las inyecciones.

Por último, el hecho de que la muestra entre por completo en la columna puede ser ventajoso y desventajoso al mismo tiempo porque se mejora la sensibilidad, pero se expone más a la contaminación.

En este capítulo, se describirá y revisará la inyección de columna y se prestará mayor atención a las técnicas prácticas y a su aplicación con muestras reales.

V.2. Equipo de instrumentos para la inyección en columna

En la ilustración V-1 se muestra un diagrama esquemático de una entrada en frío de la columna. En realidad, la entrada es mucho más simple que las que se han mencionado con anterioridad: *split* y *splitless*. En forma similar puede haber una válvula o septo diseñado para permitir que la aguja entre en la columna sin alterar el flujo de gas u ocasionar una fisura. Además, en una inyección de columna es bastante ventajoso bajar el émbolo de la jeringa lentamente para que la válvula o el septo permitan un tiempo de resistencia de la aguja más prolongado sin causar fisuras.

El trayecto del flujo de gas es simple y aparece como una versión en miniatura del flujo de la columna empaquetada. El gas portador circula y su temperatura queda controlada con la cabeza de la columna; luego, paso alrededor de la cabeza de la columna y dentro de la columna.

El flujo de la columna se produce al mantener la entrada a una presión elevada. Algunas entradas de este tipo incluyen un *liner* o una guía para la aguja que permiten introducir delicadamente la aguja dentro de la cabeza de la columna.

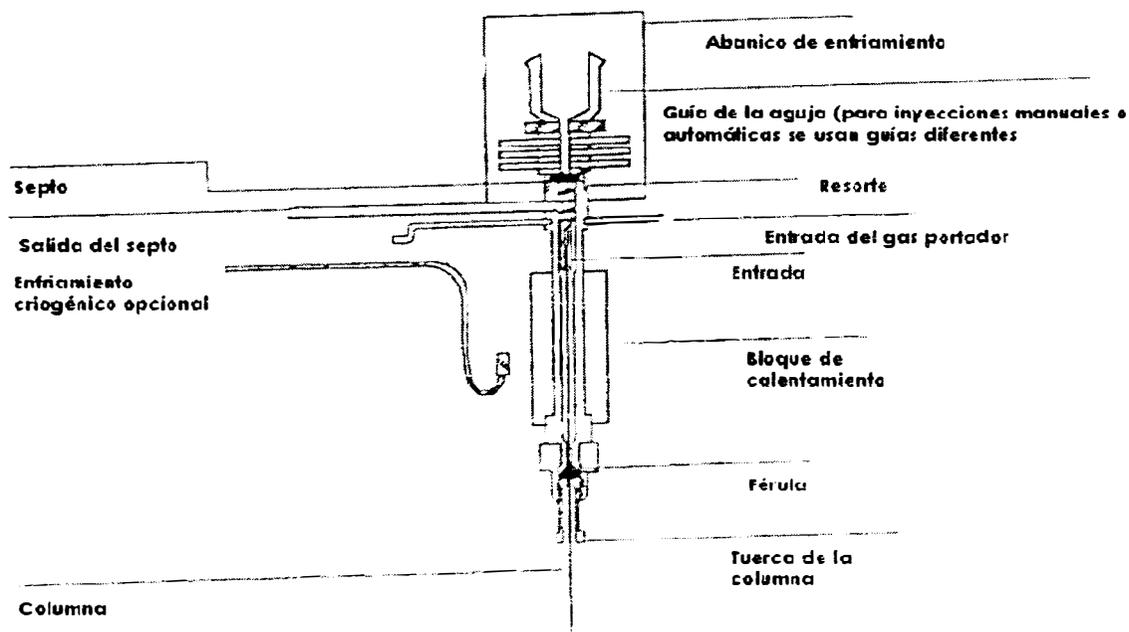


Figura V-1. Esquema de una entrada de columna. Adaptado del “Manual del Usuario HP 6890 Volumen 2: Entradas” Agilent Technologies, 1995.

En comparación con las entradas *split* y *splitless*, este tipo tiene una masa termal baja, debe tener la capacidad de enfriarse en forma rápida y por lo general viene equipada con un Peltier o sistema de enfriamiento impulsado con dióxido de carbono. También debe contar

con la capacidad de calentarse con rampas de temperatura similares a las de la columna. Los sistemas equipados con septo poseen una línea de purgado para pasar un flujo pequeño de gas portador por debajo del septo y así mantenerlo limpio. Las partes principales consumibles y reemplazables incluyen septos y adaptadores o guías de aguja las cuales pueden ser reemplazadas conforme se cambia el diámetro de la columna.

La columna se instala usando accesorios de compresión métrica o de 1/16 pulgadas, y como con las entradas *split* y *splitless*, se deben consultar las instrucciones del fabricante para un procedimiento específico. A menudo, para ayudar con los efectos solventes, similares a los de la inyección *splitless* y a los descritos más adelante, se deja un espacio de retención (varios metros de sílice fundida desactivada y sin revestimiento) entre la entrada y la columna analítica y se conecta a la columna por medio de un conector de vidrio o de sílice fundida. La mayor dificultad con este sistema radica en que al conectar el espacio de retención con la columna analítica, usando un conector de ajuste a presión, se pueden producir fisuras y por consiguiente, ocasionar pérdida de analito y coque de picos.

Por lo general, una entrada en columna se mantiene a la temperatura de columna más baja que se pueda usar en las pruebas analíticas y se programa a la temperatura inicial de un programa de temperatura antes de la inyección. Debido a que el volumen de la columna es pequeño, se debe evitar la vaporización rápida del solvente durante la inyección. Con la siguiente inyección que se ejecute, la entrada tendrá una temperatura programada totalmente independiente de la columna. Por lo general, lo cual es un excelente punto de comienzo para el mejoramiento del método, la entrada se puede programar para dirigir el programa de temperatura del horno de la columna.

V.3. Jeringas y manipulación de jeringas

Según se ha indicado, la dificultad de colocar las muestras directamente en el diámetro estrecho de las columnas capilares es el problema fundamental con la inyección en columna. Por lo común, se usan jeringas especiales con un tubo de sílice fundida de un diámetro mucho menor, en lugar de la aguja o unidas a ella. Al mismo tiempo, sólo pueden unirse manualmente pues son frágiles y en la mayoría de los casos se rompen después de realizar solo una inyección. Además se ensucian y obstruyen con facilidad. Este inconveniente se mitiga si se emplea una columna con diámetro interno de 0.53 mm (*megabore*), ya que las agujas de calibre 23 calzan directamente dentro del diámetro interno de la columna, sin ninguna modificación. Más adelante, se verá que con inyecciones de columna, de gran volumen, un espacio de retención con diámetro interno de 0.53 mm (que facilita en gran medida la inyección) es una necesidad.

En la actualidad, se dispone de jeringas para la inyección de columna que puede usarse con inyector automático. Este hecho ha ocasionado que las agujas con calibre 26-32 (que calzan dentro de las columnas capilares con diámetro interno de 0.32 ó 0.25 mm) dejen de usarse gradualmente. Cuando se combinan con la guía de la aguja en la entrada es posible usar un inyector automático. Cuando se usa un inyector automático, por lo general se recomienda ajustar la inserción de la aguja y la velocidad del émbolo en forma lenta, si es posible, para no doblar la aguja (la abertura es muy PEQUEÑA) o para no rebasar la cabeza de la columna con solvente. Necesariamente, debido a sus complicaciones, las jeringas de columna son más frágiles y más costosas que las jeringas comunes y deben manipularse con

cuidado extremo. La Figura V-2 muestra una jeringa de columna que se ha insertado en la columna capilar.

V.4. Efectos del solvente en la inyección de la columna

Pese a que la inyección de columna puede realizarse de forma relativamente rápida (en comparación con la *splitless* con un volumen de muestra similar), la técnica es aún susceptible al efecto de expansión de la banda que se debe mitigar para alcanzar una buena separación. La ilustración V-3 muestra estos efectos en la inyección en columna y un espacio de retención (tubo sin revestimiento). Un espacio como este no es siempre un requisito, aunque si es de mucha ayuda. Más adelante, se darán las especificaciones relacionadas con su uso.

Primero, a medida que el tapón solvente entra en la columna, se esparce a través del largo (quizás decenas de centímetros) y las moléculas de analito disueltas lo hacen al mismo tiempo. Conforme el gas pasa sobre el tapón, comienza a evaporarse y a disminuir su tamaño desde la dirección de la cabeza de columna. Puesto que la columna está fría, los analitos de alto peso molecular son atrapados en frío en el espacio de retención (esto se representa con los círculos negros).

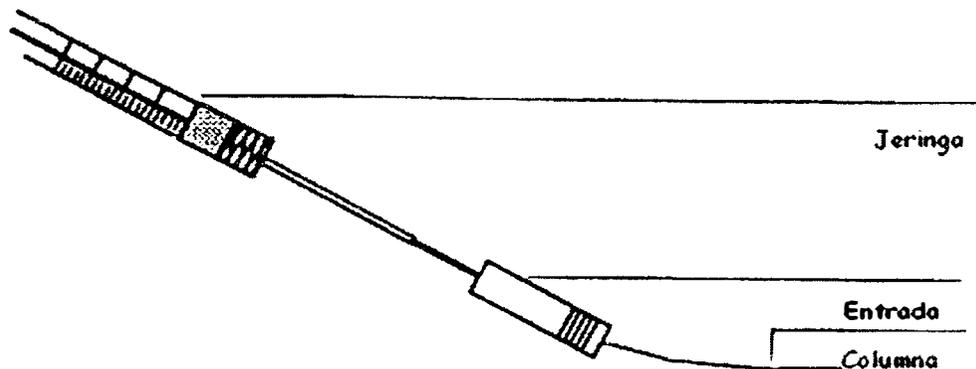


Figura V-2. Jeringa de columna en el momento en que se inserta dentro de la columna capilar. Adaptado del “Manual del Usuario HP 6890 Volumen 2: Entradas” Agilent Technologies, 1995.

Los analitos de menor peso molecular viajan con el tapón solvente, se mueven a lo largo de la columna y se van reduciendo. Los restos del tapón llegan primero a la etapa estacionaria y depositan los analitos de menor peso molecular en forma de una banda estrecha. Los analitos de mayor peso se disuelven lentamente desde el espacio de retención dentro de la fase estacionaria, donde se retienen en frío.

Como es de suponer, hay muchos factores que repercuten en la atención del efecto solvente y de forma similar a la inyección *splitless*. En primer lugar, la inyección debe realizarse con una temperatura del solvente por debajo del punto de ebullición para evitar la evaporación rápida. La evaporación lenta del solvente líquido ayuda a dirigir los componentes de menor peso molecular. En segundo lugar, se debe considerar la naturaleza química del solvente y de la fase estacionaria.

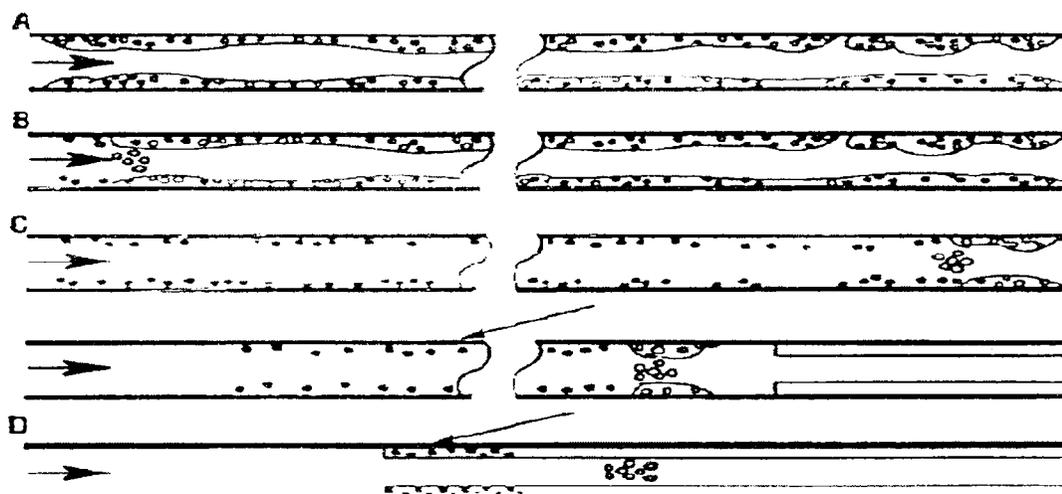


Figura V-2. Efectos solventes en una inyección de columna

Para obtener mejores formas de picos, el solvente debe humedecer levemente la superficie del interior de la columna; de ahí que un solvente polar como el metanol puede dar problemas al usarlo con una columna no polar. Muy a menudo el resultado es un burbujeo del tapón solvente, similar a la forma de gota del agua de lluvia en un auto acabado de encerar. Este burbujeo es el resultado de formas de pico deficientes, que incluyen hombros y líneas dobles. Con los solventes polares, se puede reducir este efecto usando un espacio de retención ya que posee una superficie más polar y fácil de humedecer.

V.5. Temas de desarrollo del método en la inyección en columna

Por lo general, el desarrollo del método en la inyección en columna es directo: los temas principales son si usar o no el espacio de retención, el volumen de inyección y la programación de la temperatura de la entrada. Como se ha descrito con anterioridad, se puede

garantizar un espacio de retención cuando se usan solventes polares de muestra. La inyección en columna y la separación subsiguiente se realiza primero sin el espacio de retención. Si se observa un ensanchamiento de banda en el espacio (hombros y líneas dobles en la mayoría de los picos), hay que instalar un espacio de retención de 2-5 metros entre el tubo sin revestimiento, desactivado entre la entrada y la columna analítica. Una vez más, se debe tener mucho cuidado cuando se emplean conectores de vidrio de ajuste a presión.

Si es significativo el volumen de muestra de la inyección o la temperatura inicial de la entrada es muy alta, es preciso observar la discriminación de todos los picos, ya que la muestra se vuelve a nivelar dentro de la línea de purga del septo. Además, se puede notar el enfrentamiento clásico de pico, que se observa sin sobrecargar la columna capilar. En el primer caso, se recomienda utilizar un volumen menor de muestra; en el segundo, la muestra tiene que diluirse 1:10 y volver a inyectarse. Programar la temperatura inicial de la entrada y el programa de temperatura son también pasos directos. La temperatura inicial debe ajustarse con 30-50 grados por debajo del punto normal de ebullición del solvente muestra, o hay que ajustarlos para que coincidan con la temperatura inicial de la columna.

Cabe recordar que al seguir la ejecución analítica, la entrada debe enfriarse a la temperatura inicial antes de comenzar la siguiente ejecución. Si se ha enfriado demasiado, el tiempo de espera entre cada operación se vuelve excesivamente prolongado. Por lo general, la programación de la temperatura de la entrada se ajusta para registrar la columna; de hecho, muchos instrumentos brindan un modo para registrar la columna de la entrada y que la programa al mismo ritmo de la columna, sólo que con algunos grados más altos, para que así los analitos sean inyectados rápidamente dentro de la columna. La entrada también se puede programar más rápido, esto puede mejorar la forma de los picos anchos.

V.5.1. Ventajas

Las ventajas principales de la inyección en columna consisten en que elimina por completo la discriminación y otros problemas asociados con las inyecciones en caliente y vaporizantes. Debido a que la aguja de la jeringa no se calienta cuando penetra la entrada, esta fuente principal de discriminación se elimina. Si se observa la Figura II-7, en donde las técnicas de inyección y discriminación se describen, se puede notar que la inyección en columna puede ser considerada la regla, en comparación con cualquier otra técnica juzgada.

Las otras ventajas de la inyección en columna son: transferencia cualitativa de los materiales de muestra desde la jeringa a la columna, una reproductibilidad increíble, efectos solventes para volver a ajustar los picos de analito, neumáticos directos y la operación.

V.5.2. Desventajas

La desventaja principal de la inyección en columna radica en que también que la muestra entera que ha sido inyectada entra en la columna. En las técnicas como la *splitless*, *split* y otras que se utilizan en la guía, se da una medida de protección a la columna. La "suciedad" de la muestra por lo general se acumula en el *liner*, y no en la columna. En la inyección en columna, se debe tener mucho cuidado de verificar que las muestras estén "limpias" y secas. Si esto no se cumple, las columnas y los espacios de retención se obstruirán con facilidad. Una columna obstruida puede repararse, pero un espacio de retención obstruido debe sustituirse. Inyectar una sola muestra húmeda es suficiente para que un espacio de retención deje de ser útil. La inyección en columna también se usa mejor (en forma similar a

la *splitless*) con muestras extremadamente diluibles. Las muestras concentradas recargarán fácilmente la columna, lo cual terminará en la distorsión de los picos y una cuantificación pobre.

V.5.3. ¿Cuándo se debe usar la inyección en columna en vez de la *splitless*?

Se recomienda utilizar la inyección en columna en lugar de la *splitless* cuando las muestras poseen una concentración similar, pero están limpias y secas. En el esquema de decisión de inyección que se muestra en el Capítulo I, se puede ver que la mayoría de las recomendaciones concluyen con la inyección en columna. En teoría, esto es verdad; sin embargo, en la práctica la inyección en columna es difícil de desarrollar en forma integral. Surge muchísima presión tanto del analista como del instrumento cuando se utiliza este tipo de inyección.

V.6. Inyecciones de gran volumen usando las entradas en columna

La entrada de la columna también proporciona los principios básicos para la técnica de inyección de gran volumen (por esto se puede inyectar de una sola vez más de 100 μL de muestra líquida) y también inyecciones pequeñas de mililitros de muestra. Con el fin de acomodar un gran volumen de líquido que eventualmente ha de ser vaporizado, se requiere un espacio de retención, junto con una válvula de salida de vapor solvente, en frente de la columna analítica. En la Ilustración V-5 se muestra un esquema del sistema modificado. Un espacio de retención de sílice fundido, desactivado con un largo de .53 mm (por lo general es



de 5 m) de diámetro interno se conecta a la entrada. Una pequeña precolumna de retención sigue al espacio de retención, la cual es seguida por una conexión en Y.

Un lado del conector en Y se acopla a la columna analítica y la otra (usando otro largo de tubo desactivado) a una válvula solenoide, que cuando se abre, ofrece una salida para el vapor solvente de exceso, y cuando se cierra garantiza que todo el vapor pase a la columna analítica. Una válvula reductora de sangrado mantiene un flujo reducido y constante a través de la línea de salida de vapor, para permitir que el material que entra en esta línea no se desnivele dentro de la columna analítica.

Cuando se inyecta una gran cantidad de solvente, la válvula de salida de vapor y el solvente líquido cubren el interior del espacio de retención. La salida abierta del vapor genera un caudal muy elevado de gas portador a través del espacio de retención, lo cual sirve para evaporar el volumen de solvente y lo expulsa a través de la salida de vapor. Después de un tiempo predeterminado (se debe determinar empíricamente) que permita que cerca del 95-98% del solvente se evapore a través de la salida de vapor, la válvula se cierra y el resto del solvente y analitos son enviados a la columna analítica.

La capacidad para realizar inyecciones de gran volumen se puede agregar a una entrada fría en columna de forma relativamente simple; esta es una opción disponible muy común en muchos sistemas que ofrecen los vendedores.

A pesar de que en este manual no se encuentra un análisis completo de las inyecciones en columna de gran volumen, es útil recalcar algunos de los temas de desarrollo del método y mostrar algunos de los potenciales de estas técnicas.

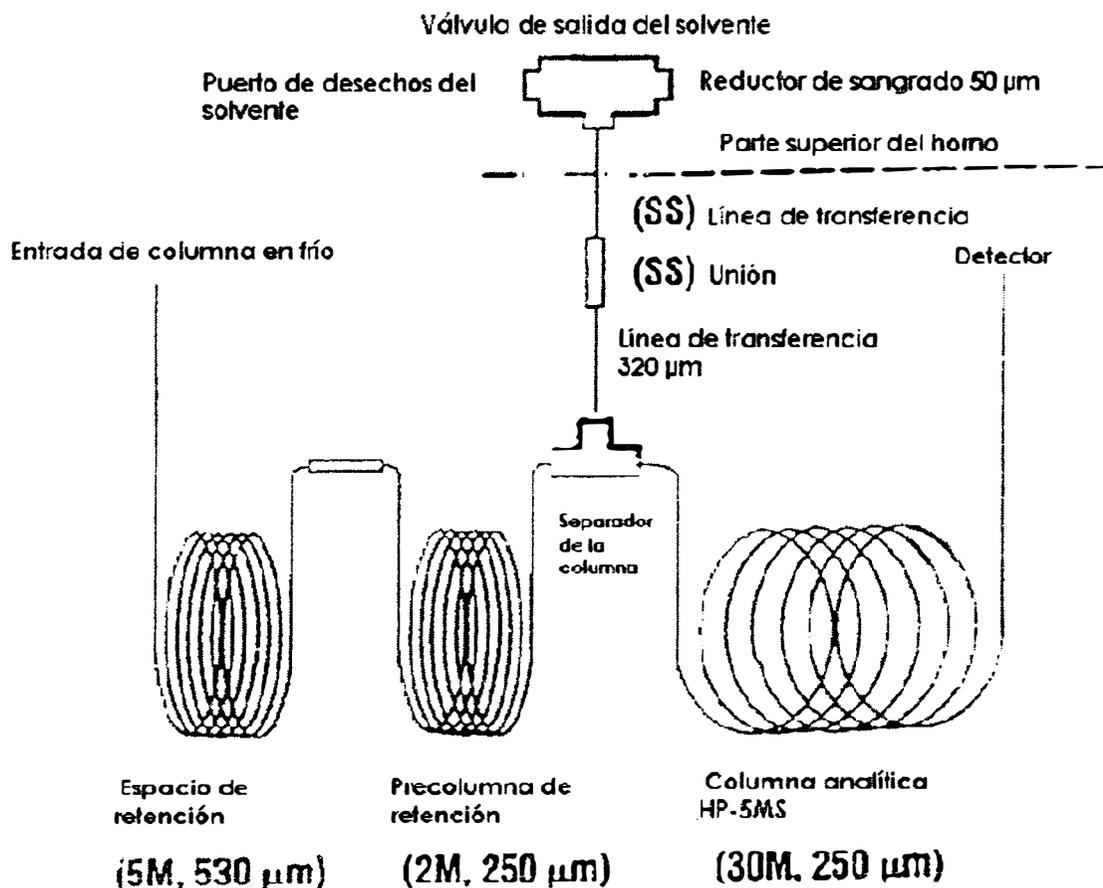


Figura V-5. Esquema de la columna y entrada de columna SVE. Adaptado del "Manual del Usuario del conjunto SVE" *Agilent Technologies*, 1998.

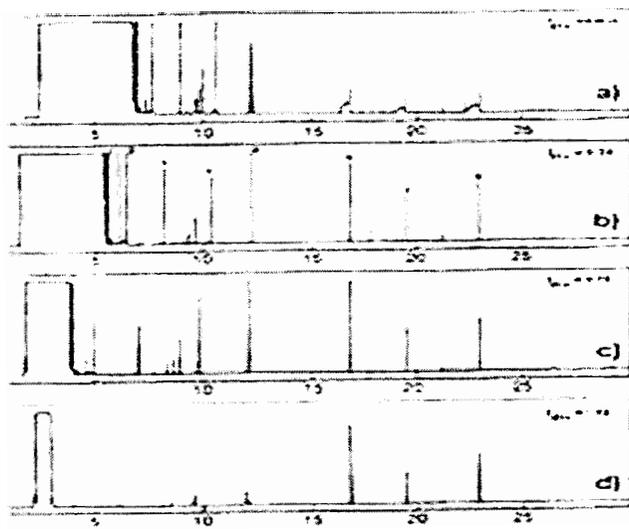
V.6.1. Cronometraje de la salida del vapor solvente

La Figura V-6 muestra el efecto del cronometraje del cierre de la válvula de salida del vapor solvente. La válvula se abre durante el momento de la inyección y se cierra después de que alrededor del 95-98% de vapor solvente ha sido expulsado a través de la salida de vapor. Este cronometraje se optimiza si se examina la recuperación de los componentes de muestra más volátiles. La figura V-6 muestra cuatro cronometrajes de las válvulas de salida de vapor.

Durante 1.25 largos minutos, la mayoría de los componentes, incluso algunos no volátiles, se pierden. Esto no es de sorprender, pues el solvente se habrá evaporado completamente del espacio de retención, dejando los analitos detrás en una cantidad muy pequeña sobre la superficie descubierta. Con un gas portador que fluya rápidamente y sin una fase estacionaria presente, incluso los componentes de gran valor molecular serán eliminados. Conforme se acortan los tiempos de salida del vapor, las recuperaciones mejoran. Finalmente, sin una salida del vapor, (con el pico del solvente, grande y deforme debido al ensanchamiento en el espacio) los picos de analito se pueden observar. Es probable también que cuando se utilice un FID, produzca suficiente vapor solvente (o líquido) que llegue hasta el detector para extinguir la llama.

V.6.2. Efecto de un flujo reductor de sangrado

El reductor de sangrado es también una parte importante del sistema de inyección en columna de gran volumen. En la figura V-7 se muestra el efecto del ritmo de flujo a través de este reductor: cuando no hay flujo o es muy bajo, el material fluya a la inversa (de la línea de salida del vapor solvente hacia la columna analítica) después de que la salida del vapor solvente ha sido cerrada. Esto produce una referencia muy débil y que aparezcan picos en la parte superior del cromatograma. En la parte inferior de los dos cromatogramas, hay una diferencia mínima.



Tiempo (min)

Figura V-6. Efecto de la medición de la válvula de salida del vapor solvente. De: Miller, McCabe y Morabito, HRC, 16, 5-12 (1993)

MEMORIA

INTRODUCCIÓN

REFERENCIA AL TEXTO

Dentro del ámbito de la tecnología contemporánea, la cromatografía de gas es una técnica quizás poco conocida por muchos, pero sumamente importante para todos. El libro *Modern Injection Techniques for Gas Chromatography: A Practical Guide*, de Nicholas H. Snow, ofrece técnicas innovadoras en esta área. La cromatografía de gas es una técnica útil usada en la química analítica la cual permite conocer la composición química (contaminantes, insecticidas, pesticidas) que contienen los alimentos, agua y otros elementos con los cuales el ser humano tiene estrecho contacto.

Las técnicas que se describen en el texto traducido son un estudio exhaustivo para mejorar las prácticas y los resultados. Es una propuesta para contribuir con las políticas y tendencias ambientales, pues es bien sabido que la cuestión ambiental es un tema de interés mundial y que organismos internacionales y nacionales aportan presupuestos y esfuerzos para este tipo de investigaciones.

Por este motivo, en el marco internacional, la ONU¹ también contribuye con la investigación en asuntos de impacto ambiental, pues han sido muchos los efectos adversos que el planeta verde ha tenido en los

¹ La Agencia Internacional de Energía Atómica de la Organización de las Naciones Unidas patrocinó la publicación de la guía práctica.

últimos años como parte de los avances en la tecnología que no necesariamente se han desarrollado de la mano con la naturaleza (ver Anexo I). Por lo tanto, las grandes, medianas y pequeñas entidades se preocupan por la protección del ambiente. De hecho, los estudios nos han indicado que muchos de los recursos que antes se consideraban inagotables, ya no lo son (como es el caso del agua). De ahí que las investigaciones en asuntos ambientales tengan tanta relevancia e impacto en la actualidad y que estén presentes en todas las esferas del quehacer humano.

En Costa Rica también existe un gran interés político y educativo en este campo; son varios los entes que se preocupan por investigar, desarrollar y contribuir en la conservación y protección de las especies. Las técnicas de cromatografía no son ampliamente utilizadas. Su uso está casi limitado a los laboratorios que realizan pruebas a ríos, suelos, aires para así determinar el nivel de contaminantes que ponen en peligro la vida de los ecosistemas y de los seres humanos en particular.

ANTECEDENTES Y JUSTIFICACIÓN

La razón principal para la traducción del manual ha sido tratar de aportar un texto traducido al español en Costa Rica que revele este tipo de técnicas de cromatografía tan importantes. Más específicamente, el texto será un valioso aporte para los estudiantes e investigadores del Centro de investigación en Contaminación Ambiental (CICA) de la Universidad de Costa

Rica (ver Anexo III). El perfeccionamiento de dichas técnicas repercutirá en un mejor aprovechamiento del equipo. El desarrollo científico y tecnológico también se puede observar en la formación académica de los profesionales de hoy; muchos de los potenciales lectores son bilingües y entre su vocabulario ya integran como regla general las palabras en inglés. No obstante, el usuario meta al cual está destinada esta traducción es el profesional que tiene poco o ningún conocimiento de este idioma extranjero. Por otra parte, la mayor parte de la bibliografía que se encontró a lo largo de esta investigación está en inglés. Las pocas traducciones existentes en nuestro país son publicaciones viejas que han sido realizadas mayormente en México y España. Para ilustrar este punto, cabe mencionar que se consultaron libros sobre el tema de la cromatografía en dos universidades estatales (Universidad Nacional y de Costa Rica) y las fuentes que se encontraron son de publicaciones efectuadas entre 1965 y 1981.

La traducción de la guía de cromatografía tiene implicaciones técnicas, políticas, científicas y culturales:

a) TÉCNICAS: El texto, por tratarse de un manual del usuario, pretende aportar nuevos conocimientos a los novatos en el área de la cromatografía. Al mismo tiempo, se convierte en una valiosa herramienta para las personas que ya tienen experiencia pues se hace una revisión de las técnicas, se les recomienda nuevas técnicas y bibliografía de reciente publicación. Al mismo

tiempo, todo este bagaje tendrá sus frutos a la hora de poner en práctica las técnicas y obtener los resultados.

b) CIENTÍFICAS: El texto es una ayuda para mejorar las prácticas cromatográficas, con la cual quedan demostrados los avances que se han venido obteniendo conforme más y más personas las realizan. La ciencia no siempre trae consigo efectos negativos, y la cromatografía es un vivo ejemplo de ello. Se trata de una técnica desarrollada por científicos para colaborar con la protección del medio ambiente.

c) POLÍTICAS: La publicación de la guía forma parte de las nuevas políticas ambientalistas en donde el hombre mismo trata de enmendar todos los daños ocasionados a la naturaleza. Por ejemplo, entre los objetivos del CICA están: "propiciar investigaciones tendientes al mejoramiento o a la sustitución de productos químicos de acción ambiental". La naturaleza del centro de investigación en donde se utilizará el texto tiene como propósito investigar, determinar y recomendar soluciones para detener los factores contaminantes que atenten contra la salud nacional.

d) CULTURALES: La traducción del texto está inmersa en varios mundos: científicos, sociales, lingüísticos y políticos que no se pueden pasar por alto. El impacto cultural es intrínseco a la traducción misma del texto. El manual

y los equipos han sido desarrollados en países que van a la vanguardia en este tipo de tecnologías, y la transferencia de dicha tecnología en nuestro país trae consigo una serie de consecuencias culturales, como casi todo lo que ocurre en este mundo globalizado. A propósito de este tema, el CICA, en su página electrónica www.cica.ucr.ac.cr, tiene muy claro el declarar como otro de sus objetivos: "desarrollar metodologías propias, evaluar y adaptar métodos internacionales para el análisis de contaminantes, para adecuarlos a las condiciones de trabajo de los laboratorios de Latinoamérica"(ver Anexo II).

En cuanto a los **APORTES A LA TRADUCTOLOGÍA**, la traducción del texto *Técnicas modernas de inyección para la cromatografía de gas: Una guía práctica* pone al descubierto los aspectos técnicos, científicos, políticos y culturales que se conjugan al realizar la traducción de un texto científico en un entorno en particular. Como aclara Gentzler cuando se refiere a la teoría de los polisistemas de Itamar Even-Zohar: "Although the analysis of translated literature is just one aspect of his investigation, it proves more than marginal, for his data shows that translated literature functions differently depending upon the age, strength, and stability of the particular literary "polysystem"(1985: 115)".

La traducción de textos que describen las técnicas de cromatografía es un campo de estudio poco desarrollado en el medio costarricense pero. sin embargo, es importante pues gracias a él se realizan investigaciones

científicas que responden a las políticas ambientalistas de gran interés mundial. Los países desarrollados invierten en tecnología para rescatar los ecosistemas en países en vías de desarrollo, que aunque no cuentan con la tecnología suficiente y los recursos económicos, poseen una biodiversidad invaluable y personal con conocimiento. Por lo tanto, una constante capacitación en materia científica e investigativa traerá consigo bienestar en todos los niveles.

SITUACIÓN DE LA TRADUCCIÓN SEGÚN EL CONTEXTO

El análisis del discurso según el entorno en el que se realice una traducción nos lleva a la Teoría de la Manipulación en donde el contexto científico, en efecto, se ve inmerso en un mundo de poder. Tal y como lo afirma Dora Sales Salvador en su ensayo *La relevancia de la documentación en teoría literaria y literatura comparada para los estudios de traducción*: "Además, el estudio de las traducciones y otras reescrituras nos ayuda a observar mecanismos y procesos de canonización, integración, exclusión y manipulación, a diversos niveles, no sólo en la literatura, sino en la sociedad y la cultura en general, y por ello es relevante incluso más allá de la esfera de los estudios literarios".

Por lo tanto, según se verá, no es lo mismo realizar la misma traducción para:

- **La Real Academia Española:** Si el destinatario del texto fuera esta entidad, se debería usar la menor cantidad de anglicismos posibles porque no pertenecen al léxico castellano. Y para incorporarlos a nuestro idioma, habría que someterlos a un largo proceso de investigación para buscar equivalentes o crear terminología nueva.
- **Universidades:** En el ámbito universitario, como es el caso de este manual, existe una tendencia a utilizar vocabulario en inglés pues los equipos y la tecnología provienen del extranjero. Otro dato importante es que las instrucciones se encuentran en inglés. Por otra parte, los usuarios están familiarizados con este tipo de vocabulario.
- **Empresas:**
Alta tecnología: La traducción de este tipo de manuales permitirá el uso de calcos y préstamos porque el personal que labora en estas compañías y el público meta están familiarizados con los procesos y partes. En muchos de los casos, no es ni siquiera necesario recurrir a una traducción, sino más bien, utilizar el texto en inglés.

Meramente comercial: Para la empresa meramente comercial sería más efectivo dejar la mayoría del manual en inglés, esto le da mayor atractivo al producto pues parece innovador. Y en el caso de que contara con alguna traducción, se trataría de un resumen traducido de los pasos que se deben seguir, tal y como ocurre con muchos de los productos importados que contienen un resumen traducido del manual en inglés, o tan solo una pequeña etiqueta de los pasos básicos de uso. Tal es el caso de algunos aparatos eléctricos (como máquinas de fax, teléfonos) y artículos comestibles (como aderezos, cosméticos).

APORTES PARA EL TRADUCTOR

Asimismo, uno de los objetivos de este estudio es aconsejar al traductor a cómo desenvolverse cuando tenga que enfrentarse a un entorno en vías de globalización, en donde se debe contar con fortalezas lingüísticas y extralingüísticas para desempeñar un papel exitoso en el ámbito traductológico. Así lo confirma García Yebra en el libro *En torno a la traducción*: “Y en las instituciones destinadas a formar traductores e intérpretes se ha establecido firmemente la convicción de que no les basta a sus alumnos una formación puramente práctica, simplemente pragmática, pues el futuro traductor debe estar capacitado para dominar

lingüísticamente un proceso eminentemente lingüístico, que implica la atentísima confrontación de dos lenguas y la valoración de la potencia o capacidad expresiva de dos textos o manifestaciones de ambas (1984: 16-17)".

Esto nos llevó a buscar soluciones ante los dilemas que se presentan en el campo de la traducción. De hecho, en el mismo libro, el autor realiza una diferenciación muy clara entre un traductor conocedor de la teoría y uno que no. El que conoce la teoría puede comprender porqué se usa un CALCO, o porqué se utiliza un PRÉSTAMO DE TÉRMINOS de la tecnología, porqué debe existir una tolerancia del DISCURSO TÉCNICO ESCRITO Y ORAL en cuestiones de traducción y el porqué de este tipo de movimientos dinámicos que van más allá del contexto lingüístico.

Por lo tanto:

(...) la Escuela de la Manipulación intenta que el traductor adopte una postura crítica ante el mundo, concretamente frente a aquellas instituciones que son, aparentemente, neutrales e independientes. Considera que el traductor debe ser capaz de descubrir los procesos sociales (...) que han dado lugar a un texto concreto y a su significado en vez de a otro. En realidad, nos enseña las relaciones entre discurso y poder (...) Hay que ser conscientes de la importancia de preguntarse '¿Quién habla?' , '¿Quién escribe?', '¿Quién traduce?' (Vidal, 1995: 88).

En la traducción del texto técnico hemos procurado aplicar toda esta teoría a la práctica, recientemente, ya se comienza a hablar sobre una cultura híbrida. Por lo tanto, vemos como este proceso de "hibridación" se filtra hasta los textos y se convierte en una necesidad. A propósito de esto,

Georges Mounin nos dice: "Los problemas teóricos de la traducción no pueden ser comprendidos, y quizás resueltos, más si se aceptan en lugar de eludirlos, de negarlos, a veces incluso de ignorar estos hechos aparentemente destructores de toda posibilidad de traducir (1971: 76)".

OBJETIVOS GENERALES Y ESPECÍFICOS DE LA MEMORIA

A. Aplicar los principios fundamentales que la Teoría de los Polisistemas tiene en la traducción de textos técnicos.

A.1 Analizar los principios de dicha teoría que respaldan la repercusión de los Polisistemas en la traducción técnica.

A.2 Explicar las repercusiones que un mundo en vías de globalización tiene en la traducción de un manual de un laboratorio costarricense de cromatografía de gas.

B. Demostrar el grado de influencia que la Escuela de la Manipulación tiene en la traducción de textos científicos.

B.1 Explicar lo que se conoce como Escuela de la Manipulación.

B.2 Diferenciar los registros utilizados cuando existen grupos de poder detrás de la traducción de textos científicos.

C. Aplicar el principio de teoría y práctica en la traducción de textos científicos (García Yebra).

C.1 Reafirmar el proceso de constante vigilancia ante los cambios globales que repercuten en la traducción.

C.2 Aceptar que el perfil profesional del traductor supone un conocimiento medianamente aceptable de tecnologías de la información y además, una renovación constante de dichos conocimientos.

D. Comprobar la necesidad de crear un texto híbrido cuando se traducen textos técnicos.

D.1 Reconocer la necesidad de recurrir al calco y al préstamo de terminología cuando se traduce términos técnicos.

D.2 Demostrar que a la hora de traducir textos técnicos, atender el uso predominante se convierte en una necesidad.

A MODO DE SUMARIO

De la misma manera en que un prisma refleja la luz y los colores del mundo en el que está inmerso, así mismo la traducción de un manual de técnicas de cromatografía refleja los matices, variantes y situaciones que se mezclan en un laboratorio universitario de Costa Rica.

Este estudio ha querido demostrar la fuerza moldeadora que la sociedad y el mundo contemporáneo tienen en el proceso de traducción en todos los ámbitos.

Por un lado, surgen situaciones cotidianas tales como los cambios en la tecnología y las políticas mundiales que no podemos detener. Con la Escuela de la Manipulación reafirmaremos que no estamos exentos de recibir este tipo de influencias, y que, a pesar de que el estudiante esté muy apegado a las teorías que se enseñan en los pupitres, nuestro mundo exterior lo hace, forzosamente, modificar su registro y adaptarlo a las exigencias de los grupos de poder que están detrás de la traducción. Por otro lado, precisamente, es imperativo reconocer las estrategias adecuadas para poder aceptar las nuevas corrientes y recordar el movimiento evolutivo que conlleva el proceso de traducción. A modo de conclusión, Kiraly nos dice:

Today, most translation scholars would agree that acts of translation involve an intricate interplay of social, cognitive and cultural as well as linguistic processes. Many of us now believe that the translator's basic tools include intuition, creativity, multi-cultural experience, and the awareness of his or her own mental problem-solving strategies, along with collaborative skills

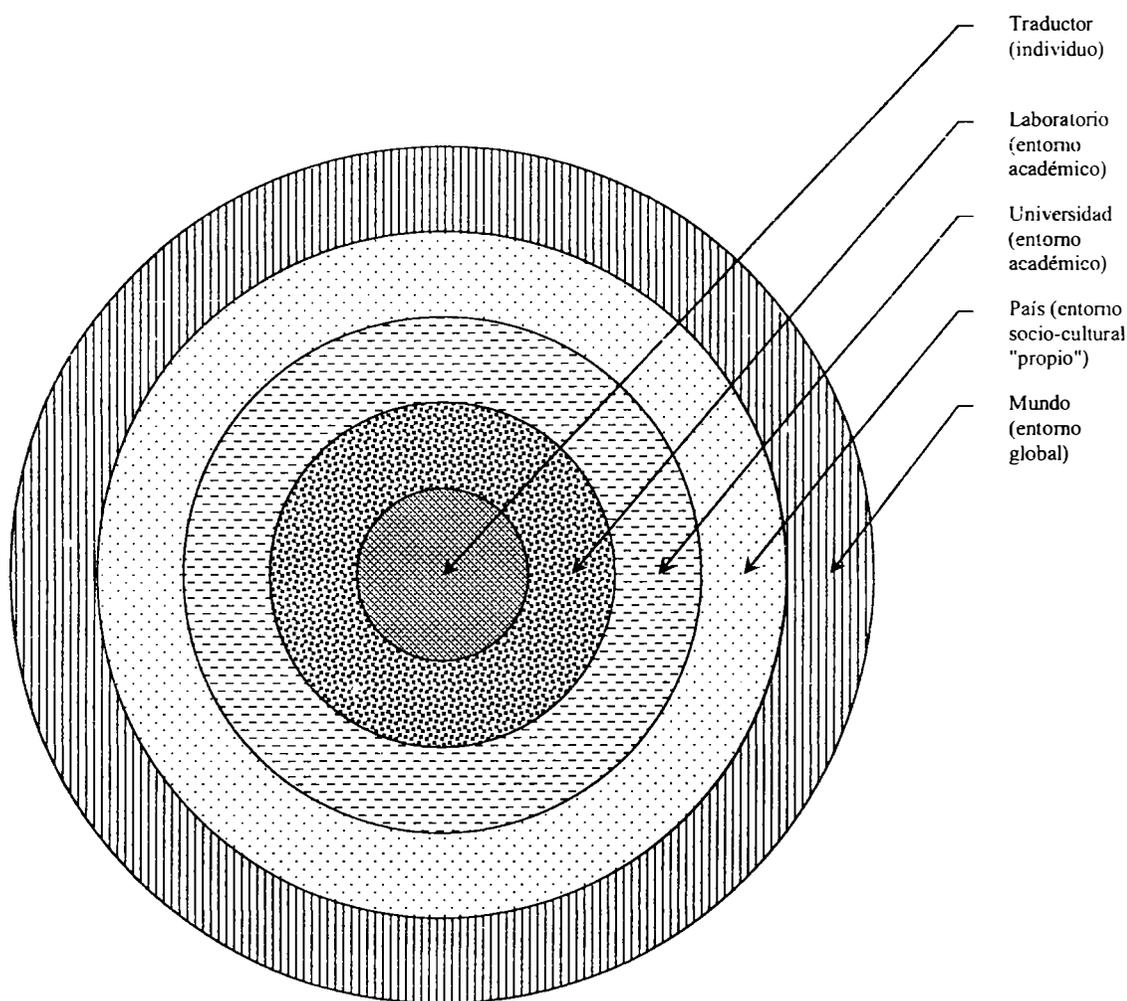
of negotiating with clients, coordinating and participating as a team member in a large-scale project, and seeking out expert assistance as necessary (2003: 13).

Capítulo I

BASES TEÓRICAS Y METODOLÓGICAS

El proceso que experimenta un traductor a la hora de trabajar con un texto en un laboratorio de cromatografía costarricense puede compararse con la metamorfosis que sufre la larva en su capullo. Es un cuerpo atrapado en varios mundos que se mezclan, que chocan y que al final, debe engendrar la más bella obra pues son muchos los espectadores de tal acto de creación.

Si lo vemos desde una especie de figura concéntrica, el traductor es un individuo que lleva consigo una serie de valores y experiencias que lo han de acompañar desde su gestación. Realiza una traducción en un laboratorio, lugar que se caracteriza por contar con su propio código y sus reglas. Este laboratorio recibe influencias de las culturas, la propia y las extranjeras. A esto se debe agregar que el laboratorio pertenece a una institución estatal que también determina las políticas y medidas que en él se toman. Por otro lado, dicha institución estatal universitaria pertenece a un país con toda una idiosincrasia. Finalmente, este país pertenece a un mundo que está en vías de globalización y cuyos cambios se pueden percibir en todos los rincones del planeta. Esta realidad, puede observarse en el siguiente gráfico:



Ante esta combinación de mundos y fuerzas que no son ajenas, el traductor puede experimentar una etapa de autoreflexión que fácilmente puede convertirse en conflicto interno: ¿cómo debo traducir?; ¿debo seguir mi instinto, mi formación o las exigencias sociales?; ¿debo ser leal a mi pensamiento?; ¿debo aplicar lo que aprendí en las aulas o más bien obedecer los cánones de ciertas entidades públicas o privadas?; ¿debo desistir en mi intento de traducir? Muchas han sido las personas que en determinado momento de sus vidas han experimentado esta misma situación y no sólo en

esta década, sino desde años y generaciones atrás. Han existido estudiosos que se han cuestionado los “caos” relacionados con la traducción y que se han dado a la tarea de luchar por el espacio que, como disciplina, merece la traductología.

En torno a la teoría de los polisistemas

Para comprender esta situación existencialista, vale la pena echar un vistazo al pasado y navegar entre las mareas de las recientes teorías de traducción. Un expositor que ha defendido la posición de dichos estudios es el israelí Itamar Even-Zohar con su teoría de los polisistemas, con la cual pretende primordialmente resolver asuntos relacionados con las teorías de traducción, así como la estructura histórica de la literatura hebrea.

Dicha teoría tiene sus bases en el Formalismo Ruso² de la década de 1920 y en el estructuralismo checo, que buscaba dar soluciones a los

² Escuela estética y de crítica literaria del llamado *Círculo Lingüístico* de Moscú que se impuso entre diversos estudiosos rusos durante el primer tercio del siglo XX y que sirvió de inspiración, sobre todo a través de Roman Jakobson, para la elaboración de algunos principios representativos del *Círculo Lingüístico* de Praga (1926). En esencia, se trataba de aplicar un método inmanentista sobre la obra literaria, con lo que ésta era concebida como un mundo independiente formalmente autónomo compuesto por elementos constitutivos sintácticamente ordenados cuya interpretación no requería referencias a la historia de la época, a la psicología del autor o a otros factores externos a la obra misma. El formalismo ruso reunió a una decena de investigadores de Leningrado y Moscú entre 1915 y 1930. Se constituye a partir del rechazo a considerar la literatura como la transposición de cualquier otra serie (sea cual fuere la naturaleza de la serie: biografía del autor, sociedad contemporánea, teorías filosóficas o religiosas). Los formalistas se atienen a lo que la obra tiene de específicamente literario (la "literaridad"). Es Jakobson quien formula en 1919 el punto de partida de toda poética: "Si los estudios literarios quieren llegar a ser una ciencia, deben reconocer en el *procedimiento* su personaje único". Sus investigaciones, por consiguiente, no se concentrarán en la obra individual sino en las estructuras narrativas (Shklovski, Tomashevski, Propp), estilísticas (Eichenbaum, Tinianov, Vinogradov, Bashtin, Voloshinov), rítmicas (Brik, Tomashevski), sonoras (Brik, Jakobson), sin excluir la evolución literaria (Shklovski, Tinianov), la relación entre

problemas de “la literatura como un conjunto de sistemas (o polisistemas) jerárquicamente estructurados que, a pesar de que se imbrican cual las escamas de los peces, están en conflicto permanente y en continua transformación.

Conflictos entre el centro del sistema y el margen o periferia, entre los estratos canonizados y los no canonizados (que luchan por salir de los márgenes donde se han movido para ocupar el centro del sistema), entre los tipos primarios o innovadores y los secundarios o conservadores” (Moya, 2004: 136).

Pero como el mismo autor lo dice, esta teoría no se puede confinar solamente a la teoría literaria, sino que se debe aplicar también a la traducción que por mucho tiempo no se consideraba un área de estudio. Durante décadas se pensó que la teoría literaria tampoco lo era, y de hecho los funcionalistas dinámicos habían querido demostrar que la teoría literaria es una ciencia, con la gran diferencia que sus leyes parecen ser pseudoleyes debido al campo de acción en el que se desenvuelve. El autor, además, considera que las nuevas teorías y métodos que surgen son una negociación intelectual para plasmar conceptos abstractos y situaciones locales abstractas. Por lo tanto, Itamar Even-Zohar propone aceptar la teoría de los polisistemas pero sin encasillarla en una teoría rígida y estática.

literatura y sociedad (Tinianov, Voloshinov), etcétera". [Ducrot Oswal y Todorov, Tzvetan: *Diccionario enciclopédico de las ciencias del lenguaje*. Buenos Aires: Siglo XXI, 1974, S. 101-102]

Si la teoría se usa solamente para clasificar textos y escritores o solo dentro de un marco de trabajo conceptual el cual identifica la literatura exclusivamente con sus productos textuales y no establece la correlación entre repertorio y sistema o entre producción, productos y consumo, o entre un marco de trabajo que asigne la noción de relaciones de conexiones, se convertirá en una teoría inútil. Por este motivo, Even-Zohar considera que la literatura y las lenguas deberían estar exentas de los requisitos que se les piden a otras ciencias. De todas formas, se ha perdido el interés en la teoría, no solo en el área de la literatura, también en lingüística y en estudios culturales en general: la ciencia se ha dedicado a crear reglas y leyes en vez de producir actividad.

¿Qué es la teoría de los polisistemas?

Even-Zohar propone que los modelos semióticos (modelos de comunicación humana regidos por signos como la cultura, la literatura, la sociedad y el lenguaje) se comprendan y estudien en forma de sistemas en vez de conglomerados para así detectar leyes que dirijan la diversidad y complejidad de los fenómenos por encima del registro y la clasificación de estos.

Por lo tanto, la Teoría de los Polisistemas se opone a la Teoría de los Sistemas Estáticos.

- ✓ Teoría de los Sistemas Estáticos (o doctrina de Saussure): que emana de la Escuela de Ginebra y que "se concibe como una red estática de relaciones, en la que el valor de cada elemento es una función de las relaciones específicas en que toma parte" (Even-Zohar 01).
- ✓ Teoría de sistemas dinámicos: cuyo propósito es hacer explícita una concepción del sistema como algo dinámico y heterogéneo, opuesta al enfoque sincronístico (Even-Zohar 01).

En la teoría también se hace referencia a la estabilidad e inestabilidad de los sistemas al afirmar que para que un sistema sociocultural pueda operar sin necesidad de depender de sistemas extraños (esto es, de sistemas paralelos de otras comunidades), deben satisfacerse varias condiciones como la *ley de proliferación* (inventario creciente de opciones alternativas (Moya, 2004: 16). De lo contrario, la única solución o la más decisiva, es la transferencia intersistémica. Por lo tanto, el uso de calcos o préstamos se convierte en una necesidad, en vez de mantener el idioma o repertorio estático. Esta necesidad es más tangente en ciertos ámbitos que en otros. En el Capítulo II veremos con más detalles dichas aplicaciones.

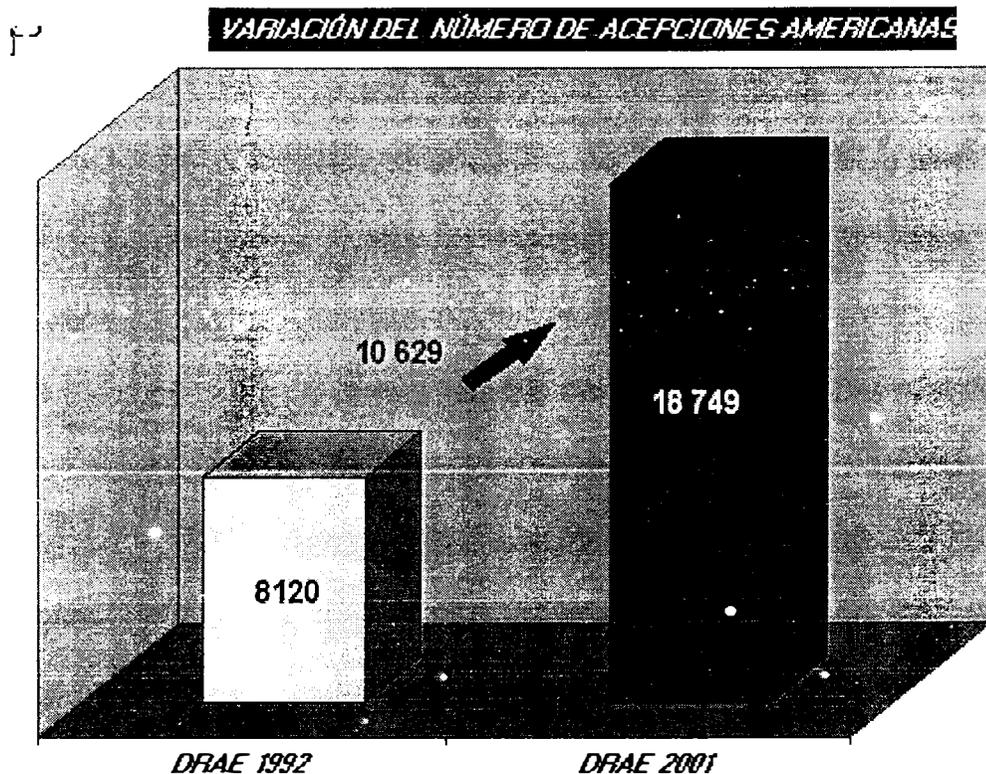


La teoría de los polisistemas aplicada a la traducción técnica

Esta dinamicidad es el mayor aporte que se le reconoce a dicha teoría pues pone al descubierto un complejo mundo de jerarquías que compiten por convertirse en el centro (o centros) de un sistema. Es esta dinámica la que permite enriquecer el terreno de la literatura y en particular de la traducción. A partir de este hecho, se empieza a hablar de estratos canonizados (normas y obras que en una cultura se aceptan como legítimas y se preservan para que formen parte de la herencia histórica) y no canonizados (normas y textos aceptados como ilegítimos), los cuales son universales y complementarios el uno de otro. Las tensiones dinámicas entre ambos estratos, según el autor, permite que los sistemas culturales no se estanquen: "Como un sistema natural que necesita, por ejemplo, regulación térmica, los sistemas culturales necesitan también un equilibrio regulador para no colapsar o desaparecer (Even-Zohar 7)". Para ejemplificar este punto, podríamos pensar en la Real Academia Española, la cual siempre ha sido percibida como una institución canonizada, cuyas reglas y normas trascienden la barrera histórica. La institución fue creada precisamente para controlar y preservar "la pureza" del lenguaje, en la página electrónica de dicha institución (www.drae.com) se explica esta realidad:

La Real Academia Española se fundó en 1713 por iniciativa de Juan Manuel Fernández Pacheco, marqués de Villena. Felipe V aprobó su constitución el 3 de octubre de 1714 y la colocó bajo su "amparo y Real Protección". Su propósito fue el de "fijar las voces y vocablos de la lengua castellana en su mayor propiedad, elegancia y pureza". Se representó tal finalidad con un emblema formado por un crisol al fuego con la leyenda *Limpia, fija y da esplendor*, obediente al propósito enunciado de combatir cuanto alterara la elegancia y pureza del idioma, y de fijarlo en el estado de plenitud alcanzado en el siglo XVI. La institución ha ido adaptando sus funciones a los tiempos que le ha tocado vivir. Actualmente, y según lo establecido por el artículo primero de sus Estatutos, la Academia «tiene como misión principal velar porque los cambios que experimente la Lengua Española en su constante adaptación a las necesidades de sus hablantes no quiebren la esencial unidad que mantiene en todo el ámbito hispánico».

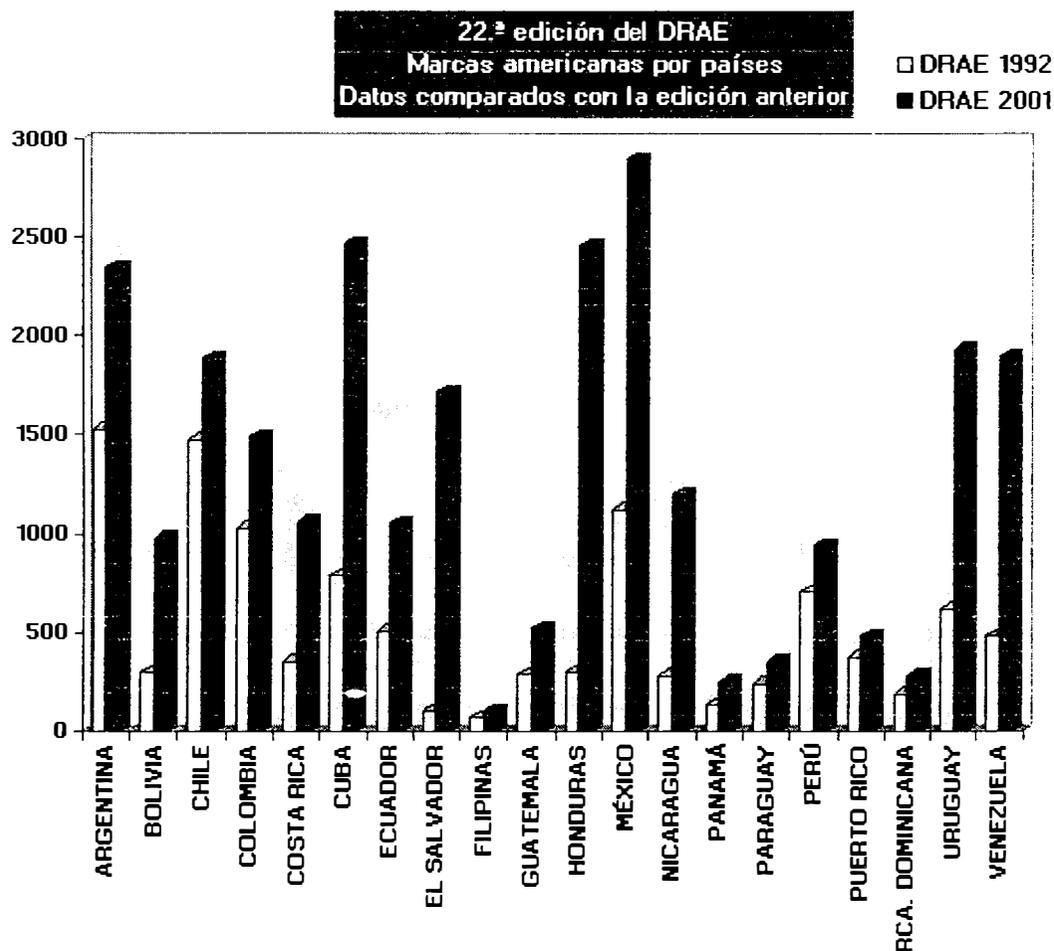
Al mismo tiempo, podemos ver con la rigidez bajo la cual la Real Academia operaba y cómo ha tenido que "abrirse a los cambios", pues las exigencias léxicas durante todos los tiempos así lo han exigido. Por ejemplo, en el pasado dicha Academia veía con ojos despectivos los americanismos pues consideraba que no pertenecían al "castellano puro". Hoy día, la realidad es otra y así lo muestran las estadísticas que se encuentran en la página electrónica de dicha institución:



Tomado de: www.drae.com

Las estadísticas que el cuadro presenta pueden considerarse como el triunfo del uso sobre las reglas y los cánones que una élite escoge como puras. Además, podemos notar cómo la acepción de americanismos va en aumento pues una cantidad significativa de hispanohablantes se encuentra en todo el continente americano.

En el cuadro siguiente vemos este aumento pero cuantificado de acuerdo a los países:



Tomado de: www.drae.com

Es importante rescatar en el cuadro anterior el papel protagonista que comienzan a tener los países latinoamericanos en la consolidación de las bases de datos que conforman los diccionarios de uso cotidiano. Este hecho, a parte de la apertura que ha mostrado tener la Academia Española, parece ser un evento sin precedentes.

Por otro lado, esta interacción entre los estratos puede palpase con la literatura traducida que surge como fuerza moldeadora en la dinámica

cultural. Se somete la canonización de los textos como algo subjetivo pues dependerá mucho de quién selecciona dicha literatura y a qué grupo pretende satisfacer determinada traducción.

Por lo tanto, es en este punto en donde podemos corroborar en forma tangible la aplicabilidad de la teoría de los polisistemas a la traducción técnica. La creación y utilización de un texto híbrido (con sus calcos y préstamos) responde a una necesidad que exige el laboratorio de cromatografía. Dicha literatura traducida ocupa una posición primaria dentro del polisistema, y no una secundaria o no canonizada. Como lo dice José Lambert en su ensayo Aproximaciones sistémicas: “Incluso aquellos grupos más aislacionistas (y tradicionalistas: el aislamiento va parejo a la tradición) no pueden evitar plegarse a las reglas básicas de la nueva sociedad” (Pág. 68).

Al mismo tiempo, podemos agregar las apreciaciones que Virgilio Moya ha hecho sobre la teoría de los polisistemas en relación con el espacio que debe ocupar la traducción literaria y que también le concierne a la traducción técnica:

“El mejor caldo de cultivo para que las sistémicas traducciones ocupen un lugar de privilegio en el polisistema literario receptor es el siguiente: a) que la literatura de un país esté todavía por cristalizar, es decir, que sea «joven» o en proceso de desarrollo; b) que sea «periférica» (con arreglo a otras) o «débil», o ambas cosas a la vez; y c) que pase por momentos críticos o vacíos literarios” (1990, 47).

Por lo tanto, dicho espacio de privilegio que ocupe la traducción técnica del texto de cromatografía de gas va a depender en gran medida de los usuarios del texto que en este caso se convierten en el grupo de poder que va a regir los cánones a los cuales el traductor se debe adaptar.



En torno a la teoría de la manipulación

Con lo anterior en mente, se introduce todo un movimiento en torno a la llamada teoría de la manipulación que explica los movimientos de poder que hay detrás de las traducciones en todos los contextos culturales. En España, donde los estudios contemporáneos de traducción son toda una realidad, ya se empiezan a elaborar estudios de investigación en torno a esta teoría. De acuerdo con Dora Sales, en su ensayo “Traducción y polisistema. Escuela de la manipulación”, “la denominada *escuela de la manipulación (Manipulation School)* entiende los estudios de traducción como una rama de la Literatura Comparada: ...el grupo está formado en realidad por los representantes de los llamados *Translation Studies*³ (James S. Holmes) de los Países Bajos y los de la teoría de los polisistemas (Ithamar Even-Zohar y

³ A raíz de la publicación del libro editado por Theo Hermans, *The Manipulation of Literature: Studies in Literary Translation*, y dadas las semejanzas entre las teorías sistémicas y los primeros estudios de traducción, se comienza a llamar a ambos enfoques *Escuela de la Manipulación*, aunque los traductólogos de Tel Aviv no estén muy de acuerdo con que se les encasille bajo el mismo epígrafe. De todas formas, también existen divergencias entre las dos corrientes. Uno de los puntos de divergencia, por ejemplo, entre los discípulos de los estudios de traducción y los representantes de las tesis polisistémicas es que, mientras los primeros no creen sino en la habilidad subjetiva del traductor para producir un texto equivalente que, a su vez, influya en las convenciones literarias y culturales de una sociedad particular, los segundos apuestan por lo contrario, a saber, que lo que

Gideon Toury, entre otros) desde Tel Aviv..." No obstante, parece que el desarrollo de la teoría de la manipulación comienza a finales de la década de 1980 en donde se apunta la conveniencia de adoptar un modelo menos formal y más cultural, especialmente atento a las articulaciones de poder en el seno de todo polisistema o cultura. Esta teoría pretende crear en el traductor un instinto de constante vigilancia ante los cambios globales que repercuten en la traducción. Como lo explica Hurtado:

Se incide ahora en el papel de la ideología y del mecenazgo, entendido como las personas o instituciones (editores, medios de comunicación, partidos políticos, clases sociales, etc.) que promueven o impiden la lectura, escritura o reescritura de la literatura y que ejercen como mecanismo regulador del papel que ocupa la literatura de una sociedad. Se pone de relieve la importancia de la traducción como elemento configurador de una cultura, se cuestiona el concepto de universalismo, se incide en la idea de la traducción como reescritura, en la intervención de los aspectos ideológicos, culturales y de las relaciones de poder, en el papel de instituciones y de todos los mecanismos de control (2001: 566).

Por lo tanto, el traductor debe reconocer que no está inmune a estas fuerzas que pueden "manipular" el proceso traductológico, a pesar de que no esté de acuerdo con tales cambios. Por suerte, también existen estudios en esta área que dan un aporte de cómo aplicar el principio de teoría y práctica en la traducción de textos (y en este caso la traducción de textos científicos en un entorno particular).

mediatiza las decisiones traslatorias son las normas sociales y convencionales literarias vigentes en la cultura meta y en el traductor, como partícipe que es de esa cultura (cfr. Gentzler, 1993, 107).

Muchos de los aportes del profesor García Yebra, por ejemplo, están orientados a brindar un respiro al traductor que se tope con tales circunstancias. Su consejo primordial va dirigido principalmente a los traductores formados académicamente en esta área de estudio y es el de transmitir un sentimiento de tolerancia ante las “agresiones” que sufren las traducciones cuando son manipuladas por grupos de poder o por traductores empíricos.

En su libro *En torno a la traducción*, García Yebra narra sus experiencias como traductor de las obras de Aristóteles. A partir de este hecho trascendental, el autor recalca la importancia que tiene para el traductor conocer las teorías que alimentan los procesos de traducción pues así el traductor contará con bases sólidas para comprender las situaciones, cambios y movimientos que ocurren en entornos diversos cuando se debe trabajar con textos de diferentes naturalezas y en diferentes contextos:

“Creemos, sin embargo – prosigue -, que el saber y el entender pertenecen más al arte [es decir, a la teoría] que a la experiencia, y consideramos más sabios a los conocedores del arte que a los expertos, pensando que la sabiduría corresponde, en todos, al saber. Y esto, porque unos [es decir, los conocedores del arte o de la teoría] saben la causa, y los otros no. Pues los expertos, [los que sólo tienen experiencia o práctica] saben el qué, pero no el porqué. Aquéllos, en cambio [es decir, los conocedores del arte o de la teoría] conocen el porqué y la causa” (García Yebra, 1989: 18).

Por lo tanto, el traductor debe estar preparado para hacer suyo el conocimiento y convertirlo en una carta a su favor. El mundo en vías de globalización exige cambios acelerados que hasta incluso pueden parecer

vertiginosos. No sólo es preciso conocer las teorías en traducción, también es importante informarse de otros campos del saber tales como las tecnologías de la información. El traductor debe ser una especie de esponja que succione los temas de actualidad mundial. Y utilizando una analogía que Aristóteles hace para comparar la relación entre hombre-máquina y arte-teoría nos dice:

Y así como el hombre con sus propias fuerzas puede levantar cuarenta, setenta, algunos hasta cien, pero no mil kilos, y levanta en cambio este o mayor peso valiéndose de un polispasto, del mismo modo el traductor simplemente experto podrá resolver dificultades de cierto peso, pero no otras que excedan a su experiencia. El «arte», la teoría (*téchnē*), puede proporcionarle máquinas (*mēchanás*), instrumentos intelectuales con que dominar lo que por naturaleza, es decir, atacado con la sola fuerza natural desarrollada por su experiencia, sin duda le vencería (García Yebra, 1989: 20).

Con esta cita podemos respondernos la pregunta del porqué muchos traductores rechazan las teorías. La razón principal podría entonces encontrarse en el hecho de que para muchos, este acto no es trascendental. Es cierto que existen traductores empíricos que realizan trabajos excepcionales en esta área, sin embargo, son incapaces de explicar los cambios que ocurren en sus traducciones o la razón de sus escogencias léxicas. Al mismo tiempo, no se dan cuenta de que si lograran complementar y enriquecer su quehacer con la teoría, la convertirían en una ayuda valiosa, como lo demuestra el caso del hombre y la máquina.

A manera de recapitulación, cabe recalcar que en este informe se aplicaron las propiedades cualitativas de dichas teorías para obtener una traducción que se adaptara a las necesidades de los usuarios. Aunque estas

teorías se han aplicado por lo general al estudio de la literatura, podemos aplicarlas a la traducción del lenguaje técnico.

Por otra parte, la traducción de un texto de esta índole ofrece su aporte a la traductología cuando se incorpora en el campo de estudio de la teoría de los polisistemas y la teoría de la manipulación. En este momento se trata de explicar las fuerzas que se combinan cuando una traducción se convierte en una herramienta para demostrar el poder de un grupo. Muchas veces estas manifestaciones pueden ser involuntarias y perceptibles solo a los ojos del traductor, mientras que en otros casos, las intenciones son evidentes y obvias, especialmente cuando se trata de factores comerciales que luchan por lograr un puesto importante en un mundo en vías de globalización. Para apoyar esta idea, Even-Zohar afirma:

“Evidentemente, para un individuo cualquiera, lo que importa es el producto último de cualquier actividad: para el consumidor individual el único objeto de interés son normalmente los productos industriales, antes que los factores que rigen la industria que hace los productos. Es evidente, con todo, que para cualquiera que se interese por entender la industria como una actividad compleja, ésta no puede analizarse exhaustivamente por medio de sus productos, incluso aunque los productos puedan parecer la razón de ser misma de sus operaciones. En el sistema literario, los textos, más que desempeñar un papel en los procesos de canonización, son el resultado de estos procesos. Sólo en su función de representantes de modelos son los textos factor activo en las relaciones sistémicas” (p. 9).

Por su parte, la teoría de los polisistemas demuestra que dentro de las sociedades existen centros o sistemas que se rigen por patrones muchas

veces perpetuados de generación en generación dentro de las cuales existen jerarquías que luchan por convertirse en el centro del sistema y dominarlo con todo un conjunto de “leyes”. A raíz de estas luchas internas, la traducción encuentra su dinamicidad y enriquecimiento pues hay grupos de poder que influyen en los modelos tradicionalistas y los hacen cambiar, quieran o no y adaptarse a las exigencias contemporáneas. Esto lo podemos visualizar mejor si pensamos en algún producto que ha existido durante mucho tiempo en el mercado y de repente, sale a la venta una versión innovadora del mismo producto. Al poco tiempo vemos como los fabricantes originales buscan como mejorar su tradicional producto y luchar porque sus compradores no se vayan con la competencia.

La teoría de los polisistemas es muy fructífera y una de sus hijas es la teoría de la manipulación, que estudia precisamente los tentáculos de poder que existen en todo polisistema. Esta teoría le ayudará a quien traduce a reafirmar su posición ante lo que va a ser traducido y a prestar atención a los grupos de poder o fuerzas que existen detrás de cada traducción. Tal y como lo señala Dora Sales:

“Gracias a los aportes de la escuela de la manipulación, se contextualiza la traducción en su espacio histórico y sociológico, se cuestiona y al tiempo se desarrolla tanto la reflexión teórica como la investigación de casos, se potencia la conciencia crítica (y también la ética), en definitiva, se presta atención tanto a las palabras como al sistema que se encarga de otorgarles sentido” (2003).

Capítulo II

DE LA TEORÍA A LA PRÁCTICA

Procedimiento anecdótico

Érase una vez, una estudiante de traducción que se topó con la suerte de traducir un manual de técnicas de cromatografía para un laboratorio universitario. Muchas fueron las peripecias por las que tuvo que atravesar para obtener un trabajo satisfactorio. En la primera versión de la traducción que realizó, se aseguró de traducir al pie de la letra desde la primera palabra hasta el último punto final. Se tomó el tiempo de elaborar un glosario en el cual había traducido todas las palabras técnicas.

Como parte de su método de traducción, concertó una cita con la encargada del laboratorio de cromatografía para corroborar la escogencia léxica de los términos técnicos de su trabajo. Antes de llegar al lugar de la entrevista, la estudiante traía ideas preconcebidas acerca de la encargada, sabía que era una persona instruída y con amplio conocimiento en el área de la cromatografía, por lo tanto, tuvo la cautela de usar un registro muy formal y que se adaptara a las reglas del español tanto gramatical como lingüísticamente. Pero cuál fue su sorpresa al conversar con la experta, cuando notó que ella incorporaba palabras del inglés en su discurso técnico.

En este momento comprendió que el entorno lingüístico en aquel laboratorio ya estaba contaminado, y lo reafirmó cuando la encargada le presentó un manual del usuario de un equipo que presentaba las mismas características de contaminación. Fue en ese momento en que comprendió que sus prejuicios de traductora inexperta no le habían permitido visualizar aquel panorama. Después de esta experiencia, la estudiante entró en una etapa de aceptación y negociación que le permitiera brindar una versión de aquella traducción con un nuevo discurso acorde a las necesidades del centro de investigación.

Pero también surgieron otras cuestiones como el formato del manual que requería el uso de otros programas de cómputo para plasmar los gráficos que en él se mostraban. Por lo tanto, se dio a la tarea de investigar un poco acerca de los diversos programas existentes en la actualidad que le permitieran lograr una traducción que se adaptara a las exigencias. La misma encargada del laboratorio le recomendó utilizar un programa de escaneo y otro llamado *Paint Brush*. Con ambos programas informáticos pudo reproducir las figuras que se detallan en el manual. Así, la traductora comprendió que el proceso traductológico conlleva diversas facetas que muchas veces no se consideran pero que, afortunadamente, existen soluciones teóricas y prácticas.

Análisis del discurso de acuerdo al contexto

“Es obvio que estos fenómenos no son específicos de los estudios de traducción, ni de los de Literatura Comparada, ni siquiera de los estudios literarios. Ésta es precisamente la cuestión. No existen bases sólidas para que los estudios de traducción y los literarios se aislen de los estudios de la cultura y las sociedades, especialmente en los casos en los que existe una fuerte evidencia de que la traducción y la literatura (y la literatura traducida) se encuentran en una interacción continua con los marcos culturales” (Lambert, 1999: 271).

Por lo ya anunciado, la traducción de *Modern Injection Technics for Gas Chromatography: A Practical Guide* no puede encasillarse solamente en un ambiente científico pues su alcance y campo de acción sobrepasan esta barrera. Lambert apoya esta afirmación, pues nos transporta a una concepción global de la traducción en donde no podemos confinarla a una sola área de trabajo o a una única actividad lingüística. Las repercusiones del trabajo del traductor pueden alcanzar escalas inimaginables, que sí dependerán del contexto en donde el proceso se realice, como ya lo hemos mencionado en el Capítulo I, con las teorías de los polisistemas y de la manipulación.

La Real Academia Española

Para demostrar esto podríamos pensar que si el público meta de la traducción fuese la Real Academia, en el texto traducido no se podrían

incluir tan fácilmente los anglicismos, ni con la misma facilidad que si se tratase de una traducción para una empresa comercial pues habría menos flexibilidad debido a los cánones que rigen el idioma “castellano”. La situación sería muchísimo más grave si la traducción se hubiese tenido que entregar años atrás pues no solo hubiese sido sancionado por los anglicismos, calcos y la escogencia léxica debido a la rigidez con la que dicha institución aceptaba los términos en el pasado, como se ha explicado con mayor detalle en el Capítulo I. No obstante, en la época actual vemos una Academia más flexible y abierta a acoger los cambios, en especial aquellos que surgen como parte del progreso tecnológico. Un ejemplo de esto es la aceptación de términos como: clic, escáner, estándar, entre otros.

Por mucho tiempo, la Real Academia, como grupo de poder, ha vigilado los repertorios orales y escritos en castellano. Pero poco a poco, esta institución ha tenido que aceptar cambios que anteriormente hubiesen sido inconcebibles, tal y como lo hemos visto en la información proporcionada en la página electrónica de dicha institución. Itamar Even-Zohar, en su publicación *Teoría de los Polisistemas*, ha notado este papel controlador de la institucionalidad cuando nos dice que:

“la institución se define como el conjunto de factores implicados en el control de la cultura. La institución regula las normas, sancionando y rechazando otras. También remunera y reprime a productores y agentes. Determina qué modelos–y qué productos cuando éstos son relevantes–serán conservados por una comunidad por un largo período de tiempo. En pocas palabras, la institución puede verse al igual que el mercado, como la intermediaria entre las fuerzas sociales y los repertorios de la

cultura. Pero a diferencia del mercado, tiene el poder de tomar decisiones que perviven durante mayor tiempo” (1995: 49).

Por lo tanto, aplicando estos principios a la traducción técnica del texto en cuestión, la escogencia léxica para dos ejemplos particulares hubiese quedado plasmada de la siguiente manera:

Terminología en inglés	Traducción actual	Traducción tentativa para la Real Academia Española
split injection	inyección <i>split</i>	inyección dividida, segmentada, fragmentada
splitless injection	Inyección <i>splitless</i>	inyección sin división, no fragmentada, no segmentada

Como podemos ver en este cuadro, si el contexto fuera un texto dirigido a un ente que vela por proteger la riqueza del español, muy probablemente los términos *split* y *splitless* deberían traducirse, pues en español existe un equivalente del término en inglés. No obstante, si el público meta de esta misma frase fuera la universidad en cuestión, se conservarían los términos en inglés debido al contexto y a los cánones como se verá con más detalle en la sección *La Universidad*.

Otro ejemplo lo encontramos en el título III.2 *Hardware for Splitless Inlets*:

Real Academia	Universidad	Empresa
Equipo físico para las entradas sin división	<i>Hardware</i> para las entradas <i>splitless</i>	<i>Hardware</i> para las entradas <i>splitless</i>

Todas las palabras que aparecen en el título tienen una traducción aceptada en español, que incluso podemos encontrar en los diccionarios; por lo tanto, existe un equivalente en nuestro idioma. Sin embargo, por las razones que se han venido mencionando, el panorama cambia para los entornos universitarios y empresariales, en donde en este caso, la traducción resulta ser la misma.

La Universidad

Si por otra parte delimitamos la misma traducción a un contexto universitario, existiría la posibilidad de encontrar más tolerancia a la hora de incorporar palabras en inglés dentro de la traducción. Esto quedó comprobado cuando se entrevistó a la encargada del área de plaguicidas del CICA pues cuando se refería a términos comunes en la cromatografía de gas, las decía en inglés: *split*, *splitless*, *liner*, *snoop*. Al mismo tiempo, en el Manual de *Agilent Technologies* (en su versión en español), también los términos técnicos venían en inglés.

Un ejemplo de esta situación la podemos ver con la traducción del título VI. 2 *Instrumentation for PTV Inlets*, en donde para dos contextos distintos se traduciría de la siguiente manera:

Real Academia	Laboratorio de plaguicidas
Equipo de instrumentos para las entradas de vaporización de temperatura programable	Equipo de instrumentos para las entradas <i>PTV</i>

En este ejemplo, vemos cómo se usa un acrónimo en inglés para sustituir una palabra que tiene un equivalente en español. Pero, además, hay que destacar que se debe hacer también una adaptación fonética pues en el laboratorio se pronuncia [pe-te-be] en vez de [pe-te-uve].

De esta forma, los entes universitarios tienen la autonomía y autoridad de convertirse también en moldeadores del lenguaje pues cuentan con poder gracias al factor conocimiento. Esto lo confirma Even-Zohar en su publicación *Dependencias en la cultura*:

“Los intelectuales en general, y especialmente los hombres de letras, han conseguido en algunas sociedades la condición de productos legítimos de repertorios, y hasta de productores oficiales autorizados para el conjunto de la sociedad. Esto significa que a menudo se espera de ellos, y en todo caso se les permite, que proporcionen nuevas opciones, incluso si éstas no son requeridas explícitamente ni continuadas en último término” (1999: 47).

Además, las universidades reciben el impacto de un mundo en vías de globalización; ejemplo de ello es que la mayoría de los instrumentos

tecnológicos que ahí se manipulan provienen del extranjero. De hecho, los especialistas en usar estas máquinas tienen que recibir capacitaciones en el extranjero pues en Costa Rica algunos procedimientos son totalmente nuevos.

Otro ejemplo del proceso de hibridación del lenguaje lo vemos en la traducción de la siguiente oración:

Versión en inglés 5. Rinse the deactivated liners with hexane and place them in a cool, dry place.
Versión en función de la Real Academia 5. Enjuague los <i>alineadores</i> desactivados con hexano y colóquelos en un sitio fresco y seco.
Versión para la universidad 5. Enjuague los <i>liners</i> desactivados con hexano y colóquelos en un sitio fresco y seco.
Versión para una empresa comercial 5. Enjuague los <i>liners</i> desactivados con hexano y colóquelos en un sitio fresco y seco.

En mucho de los casos podemos notar cómo el léxico utilizado por los universitarios se asemeja mucho al del personal de empresas privadas que tienen contacto con instrumentos tecnológicos importados.

Otro factor importante por considerar es que la mayoría del personal que utiliza estos instrumentos tiene conocimiento, aunque sea básico, de cierto vocabulario técnico en el idioma inglés por lo que se les hace más sencillo incorporar la terminología en ese idioma, en vez de darse a la tarea de traducir todo. Además, insistimos en que si un sistema no cuenta con el repertorio léxico que supla las necesidades, la ley de proliferación permite

que se den las transferencias intersistémicas, “que se lleven a cabo a pesar de las resistencias” (Even-Zohar, 1990: 16).

Proceso utilizado para el uso de préstamos y calcos



A la hora de trabajar con el texto científico, se encontró una gran cantidad de términos de la tecnología (tecnolectos) los cuales le dan a la traducción un nivel de mayor dificultad pues el traductor debe realizar un proceso minucioso de investigación para encontrar un significado lógico a tales términos. A continuación se mencionan los pasos principales que se siguieron para trabajar con estos acertijos:

1. La mayor incidencia de uso de calcos y préstamos se da con los tecnolectos. Por esta razón, el método empleado en el desarrollo de esta traducción fue la elaboración de un glosario con estas frases y palabras.
2. Posteriormente se realizó una búsqueda en fuentes primarias y secundarias. Se buscaron textos paralelos en bibliotecas y vía electrónica.
3. Se creó una traducción tentativa y se realizó una entrevista al especialista.

4. Una vez que se descartaron los vocablos que no respondían al uso predominante, se incorporaron los que sí lo hacían en otra traducción.
5. El especialista o investigador verificó su validez y lo aprobó.

Para ejemplificar este procedimiento, podemos utilizar la palabra *septum*. Si bien los diccionarios de inglés al español la traducen como diafragma, al consultar textos paralelos y al conversar con el personal del laboratorio que utiliza este tipo de instrumentos, se detectó que resultaba más apropiado mantener la palabra *septo*. Al mismo tiempo, surgió otra duda con la palabra en plural pues el personal del laboratorio dice *septa* y *septos* para referirse al término en plural. La traductora decidió utilizar la palabra septos por dos motivos: los textos paralelos también lo emplean y el personal del laboratorio la comprende y la usa, al igual que lo hace con *septa*.

Estos pasos no pretenden ser una guía rígida o exclusiva para los traductores, sino más bien un procedimiento modelo que funcionó en el caso de la traducción de un texto técnico. Conforme el traductor complementa sus conocimientos con más práctica, los métodos y las técnicas para obtener vocabulario mejoran. Por lo tanto, queda en manos de quien traduce mejorar los pasos que en esta memoria se mencionan.

Empresas comerciales

Cuando hablamos de empresas de alta tecnología o meramente comerciales, es fácil que a nuestra mente vengan ideas de las grandes compañías multinacionales que compiten por ser competitivas dentro de un mundo en vías de globalización. La globalización supone una unión del mundo tanto en términos de mercado como de lenguaje. En estos momentos, la potencia mundial es Estados Unidos, país cuya influencia se hace presente en todas las esferas. El lenguaje es uno de los rasgos de dominación y el inglés se convierte en un instrumento de poder.

Si este manual fuera traducido para una empresa de alta tecnología, su traducción no sería necesaria si todo el personal fuese bilingüe. Tal como ocurre con muchas multinacionales que operan en nuestro país en donde la documentación y los mensajes se transmiten solo en inglés; algunos ejemplos son empresas como Intel, Western Union, Maersk Sealand, entre otras. Para asegurarse de que esto sea así, a la hora de la contratación se realizan pruebas del dominio de dicho idioma. Por otra parte, en empresas en donde se deben realizar procesos de ensamblaje, al estilo de las maquilas, y en donde el personal que realiza la manufactura no conoce el idioma inglés, entonces la información debe traducirse para que los empleados puedan realizar sus funciones. En el caso de compañías que realizan procesos muy especializados, como implantes maxilares, productos farmacéuticos y

microchips, las traducciones estarán llenas de préstamos, calcos y tecnolectos debido al tipo de tecnología que se utiliza en los laboratorios.

Para ilustrar esta situación, podemos tomar como ejemplo el encabezado del manual:

Versión en inglés FAO/IAEA Training and Reference Center for Food and Pesticide Control
Versión en función de la Real Academia (o la universidad) Centro de Capacitación y Referencia para el Control de los Alimentos y Plaguicidas FAO/OIEA
Versión comercial (o la universidad) <i>FAO/IAEA Training and Reference Center for Food and Pesticide Control</i>

Dependiendo del público que va a utilizar el manual, resulta innecesario realizar una traducción del título, pues si los usuarios están familiarizados con la terminología o con la institución, no se requerirá de una incorporación al español. Además, existe una tendencia a creer que los títulos de instituciones en inglés tienen más prestigio que las que están en español.

Para la empresa meramente comercial también sería más atractivo utilizar manuales en inglés, debido al “boom” tecnológico pues esto crea un efecto psicológico de avance, progreso, innovación y tecnología de punta en el consumidor. Probablemente si en Costa Rica no existiese una ley que exige la traducción de las etiquetas y manuales de los productos importados, y de que no toda la población es bilingüe, este tipo de información permanecería por siempre en inglés. Esto lo podríamos visualizar también en la portada del manual, que dependiendo del público meta se conservaría en inglés por cuestiones de mercadeo:

Nicholas H. Snow
Department of Chemistry and Biochemistry
Center for Analytical Research and Education
Seton Hall University
400 South Orange Avenue
South Orange, NJ 07079
Snownich@shu.edu

La versión para el laboratorio de cromatografía se tradujo al español, pues se consideró el público al cual está dirigido el manual. La versión quedó de la siguiente manera:

Nicholas H. Show
Departamento de Química y Bioquímica
Centro para la Investigación Analítica y la Educación
Universidad Seton Hall
400 South Orange Avenue
South Orange, NJ 07079
Snownich@shu.edu

Ante esta realidad, el traductor debe comprender que, tal y como lo afirma José Lambert:

“Las modernas multinacionales constituyen una clara ilustración de la manera ecléctica de colonizar: el comercio internacional y las redes internacionales de exportación no requieren necesariamente de un poder político (aunque puede ayudar), pero los mercados económicos se encuentran bastante inevitablemente ligados a la importación moral, lingüística, social y artística.” (1999: 276).

Por lo tanto, en los textos traducidos para empresas comerciales no es de extrañar encontrarse con gran cantidad de términos en inglés, a pesar de que se les puede encontrar traducción en español.

Aplicando estas ideas a la traducción del manual de cromatografía, en el siguiente cuadro se muestra un ejemplo de esta situación:

Versión en inglés
Figure II-3. Duckbill Valve used in Merlin Microseal septum replacement device
Traducción actual
Figura II-3. Válvula de boca plana que se utiliza en el dispositivo de repuesto del septo <i>Merlin Microseal</i>
Posible traducción para una empresa comercial
Figura II-3. Válvula <i>Duckbill</i> que se utiliza en el dispositivo de repuesto del <i>septum Merlin Microseal</i>

El cuadro muestra que si la traducción fuese para una empresa comercial, muchos de los términos se dejarían en inglés, aún y cuando existe una palabra en español.

Con este ejemplo y con hechos que vemos a diario en nuestro entorno (centros comerciales, en supermercados, en el lenguaje de los jóvenes, en la televisión, en los periódicos y en la publicidad), podemos comprender que la hibridación del lenguaje es una realidad constante que no podemos pasar por alto. A propósito de esto, Even-Zohar afirma lo siguiente: "Si la élite reclama sofisticación y excentricidad (o lo contrario, esto es, "sencillez" y conformismo) para satisfacer su gusto y controlar el centro del sistema cultural, el repertorio canonizado se adherirá a estos rasgos tan firmemente como le sea posible (1999: 9)"

Ante este panorama el traductor, como ente social, debe contar con la preparación y el criterio para comprender la metamorfosis que ocurre en los polisistemas y contar con los mecanismos de adaptación y las fortalezas léxicas y técnicas que le permitan salir airoso de un proceso global que cada día toma más dimensiones comerciales.

Por otra parte, no se puede negar que las teorías de los polisistemas y la manipulación aplicadas, en este caso, a un contexto científico vienen a dar una explicación científica a los procesos de adaptación lingüísticos que se presentan en los diferentes cánones. Dichos cambios ya de por sí no pueden ignorarse pues día tras día son más acelerados y repercuten de una u otra forma en todas las áreas del quehacer humano, pero quizás ahora con muchas más fuerza en un mundo en vías de globalización. Por consiguiente, resulta valioso conocer tales procesos y entenderlos para lograr un proceso de adaptación satisfactorio.

CONCLUSIONES

La traducción del texto *Técnicas modernas de inyección para la cromatografía de gas: Una guía práctica* muestra varios crisoles que surgen en una sociedad del siglo XXI, en un contexto costarricense. El manual desenmascara técnicas de laboratorio que se utilizan en otros países, pero que, afortunadamente, no son ajenas a nuestro acontecer científico, especialmente en los campos universitarios (las técnicas de cromatografía surgen como una herramienta auxiliar para detectar los contaminantes que existen en el medio ambiente). Al mismo tiempo, refleja el interés de la ciencia en abordar los temas de impacto ecológico a escala internacional; por lo tanto, la traducción de este tipo de textos repercute en las esferas científicas, políticas y culturales, como se mencionó en la introducción. Por este motivo, los organismos internacionales patrocinan este tipo de investigaciones porque es una forma de buscar soluciones al daño que el mismo hombre (con su misma ambición de conquistar los mercados), le ha causado a los ecosistemas poniendo en peligro su propia existencia.

El traductor debe estar capacitado para explicar las escogencias lingüísticas y apoyarlas con hechos y teorías, a pesar de que al final el cliente sea el que escoja el producto final, pues “en cualquier caso, aquellos que encargan u ordenan también pagan, y los que pagan y están a cargo de la cuestión por lo general también ordenan” (Lambert, 269).

Al mismo tiempo, es importante saber que los traductores no pueden permanecer estáticos ante los cambios que ocurren en los idiomas (en este caso, en el inglés y el español); deben conocerlos, entenderlos y aceptarlos (en vez de rechazarlos a toda costa) pero eso sí, como Lambert también lo recomienda, la importación debe ser más selectiva en vez de impuesta. En este punto podemos retroceder a los principios de García Yebra y valorar la importancia de los cambios que surgen en el lenguaje y aceptarlos como una herramienta a nuestro favor, en vez de desecharlos. Podemos remontarnos también a la historia y recordar la transición pluma-pluma fuente-máquina de escribir-máquina de escribir eléctrica-computadora. Los cambios que se asocian a ella no fueron fáciles, pero sí lo es recordar la lucha por el poder que surgió detrás de cada herramienta.

A todo esto, debemos agregar que la preparación en tecnología hace al traductor más competente y mejor capacitado para enfrentarse a una lucha en igualdad de condiciones. Para ilustrar este punto, debemos tener presente que por más destrezas idiomáticas que tenga el traductor, si no cuenta también con conocimientos de computación y de otras áreas del saber (como un tercer idioma, mecanografía, entre otros) sus posibilidades de encontrar un empleo se reducen. Al mismo tiempo, es importante recordar que las compañías multinacionales (empresas que contratan la mayor cantidad de traductores e intérpretes) cuentan con recursos tecnológicos muy novedosos

y si el traductor posee las destrezas y los conocimientos para trabajar con estos medios, todo esto se convertirá en un as bajo su manga.

Al mismo tiempo, el contar con este bagaje de conocimiento en tecnologías de la información, hace que el traductor sea independiente y no tenga que pagarle a terceros para que realicen estos trabajos. Esto le da a su trabajo una plusvalía. Por ejemplo, en el caso de la traducción del manual de cromatografía, si no se cuentan con los recursos para reproducir los gráficos, el traductor deberá incurrir en gastos que repercuten en el valor total de la traducción y que lo hace menos competitivo en el mercado.

A modo de sumario

A. Sobre los objetivos generales

1. Se aplicaron en lo que correspondía los principios fundamentales que la teoría de los polisistemas tiene en la traducción de los textos técnicos.
2. Se consideró el grado de influencia que la escuela de la manipulación ejerce en la traducción de textos científicos.

3. Se organizó y aplicó el principio de teoría y práctica de García Yebra en la traducción de textos científicos, según García Yebra.
4. Se confirmó la necesidad de crear un texto híbrido cuando se traducen textos técnicos.

B. Sobre los resultados específicos

5. Se analizaron los principios fundamentales de la teoría de los polisistemas, los cuales se aplican no solo a la literatura, sino también a la traducción técnica.
6. Se explicaron las repercusiones que un mundo en vías de globalización tiene en la traducción de un manual de un laboratorio costarricense de cromatografía de gas.
7. Se acudió, en lo pertinente a los conceptos de la escuela de la manipulación, a sus potenciales aplicaciones en la traducción de textos técnicos.

8. Se delimitaron las variaciones de un mismo discurso cuando existen grupos de poder detrás de la traducción de un texto científico (Real Academia, Universidad, empresas comerciales, entre otros).
9. Se explicó por qué el traductor debe mantenerse en constante vigilancia ante los cambios globales que repercuten en las sociedades y por ende, en la traducción.
10. Se explicó por qué el perfil profesional del traductor requiere del conocimiento de las tecnologías de la información, así como de un deseo constante de renovación de conocimientos.
11. Se demostró la necesidad de acudir a los préstamos y calcos de terminología cuando se traducen términos técnicos.
12. Se comprobó que para traducir textos técnicos, dependiendo del contexto, se debe atender el uso en un entorno cultural, social y lingüístico específico.

C. De las aportaciones

13. Se consiguió incorporar la teoría de los polisistemas a la práctica de traducción.
14. Se aplicaron los principios de la teoría de la manipulación en la traducción de un texto científico.
15. Se emplearon, en lo pertinente, dos teorías destinadas a la literatura al lenguaje de la tecnología avanzada.
16. Se propuso una traducción aceptable a un contexto costarricense particular: un laboratorio de cromatografía.
17. Se “negoció” un texto híbrido en un contexto universitario.
18. Se demostró que el lenguaje técnico no es neutro; más bien, está modificado por el contexto.
19. Se hizo conciencia de que en el proceso de traducción intervienen los grupos de poder que existen detrás de una traducción.

20. Se hizo hincapié en la importancia de conocer a los grupos de poder para así poder comprender los procesos que experimentan las traducciones.
21. Se recomendó al traductor instruirse en áreas tecnológicas y de información con el fin de que sea más competente.
22. Se aconsejó al traductor tener un espíritu conciliador, tolerante y negociador cuando esté en el campo laboral.

ANEXOS

ANEXO I

CORTE INTERNACIONAL DE JUSTICIA

Comité de Estado Mayor
Comités Permanentes y Organos Especiales
Tribunal Internacional para la ex Yugoslavia
Tribunal Internacional para Rwanda
Comisión de las Naciones Unidas de Vigilancia, Verificación e Inspección (Inraq)
Comisión de Indemnización de las Naciones Unidas
Misiones Y Operaciones de Mantenimiento de la Paz

CONSEJO DE SEGURIDAD

ÓRGANOS SUBSIDIARIOS

Comisiones principales
Otras Comités del período de sesiones
Comités permanentes y órganos especiales
Otros órganos subsidiarios

ASAMBLEA GENERAL

CONSEJO ECONÓMICO Y SOCIAL

COMISIONES ORGÁNICAS
Comisión de Desarrollo Social
Comisión de derechos Humanos
Comisión de Estupefacientes
Comisión de Prevención del Delito y Justicia Penal
Comisión de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo
Comisión sobre el Desarrollo Sostenible
Comisión de la Condición Jurídica y Social de la Mujer
Comisión de Población y Desarrollo
Comisión de Estadística

COMISIONES REGIONALES
Comisión Económica para África (CEPA)
Comisión Económica para Europa (CECE)
Comisión Económica para América Latina y el Caribe (CEPAL)
Comisión Económica y Social para Asia y el Pacífico (CESPAP)
Comisión Económica y Social para Asia Occidental (CESPAC)

OTROS ÓRGANOS
Foro Permanente para las Cuestiones Indígenas (PFI)
Foro de la ONU sobre los Bosques
Comités del período de sesiones y Comités permanentes
Grupos de expertos, grupos especiales y conexos

ÓRGANOS CONEXOS

OIEA
Organismo Internacional de Energía Atómica

OMC
Organización Mundial del Comercio

CTBTO Comisión Preparatoria
Comisión Preparatoria de la Organización del Tratado de Prohibición de los ensayos nucleares

OPAQ
Organización para la Prohibición de las Armas Químicas

CONSEJO DE ADMINISTRACIÓN FIDUCIARIA

ORGANISMOS ESPECIALIZADOS*
OIT
Organización Internacional del Trabajo
FAO
Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación
UNESCO
Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura
OMS
Organización Mundial de la Salud
GRUPO DEL BANCO MUNDIAL
BIRF Banco Internacional de Reconstrucción y fomento
AIF Asociación Internacional de fomento
CFI Cooperación Financiera Internacional
OMGI Organismo Multilateral de Garantía de Inversiones
CIADI Centro Internacional de Arreglo de diferencias relativas a Inversiones

FMI Fondo Monetario Internacional
OACI Organización de Aviación Civil Internacional
OMI Organización Marítima Internacional
UIT Unión Internacional de Telecomunicaciones
UPU Unión Postal Universal
OMM Organización Meteorológica Mundial
OMPI Organización Mundial de la Propiedad Intelectual
FIDA Fondo Internacional de desarrollo Agrícola
ONUDI Organización de las Naciones Unidas para el desarrollo Industrial
OMT Organización Mundial del Turismo

SECRETARÍA

DEPARTAMENTOS Y OFICINAS
Oficina del Secretario General
OSSI
Oficina de Servicios de Supervisión Interna
OAJ
Oficina de Asuntos Jurídicos
DAP
Departamento de Asuntos Políticos
DAD
Departamento de Asuntos de Desarme
Departamento de Operaciones de Mantenimiento de la Paz
Oficina de Coordinación de Asuntos Humanitarios
DAES
Departamento de Asuntos Económicos y Sociales
Departamento de la Asamblea General y de Gestión de Conferencias
DIP
Departamento de Información Pública
DG
Departamento de Gestión
Oficina del Coordinador de Asuntos de Seguridad de las Naciones Unidas
Oficina del Alto Representante para los Países Menos Adelanzados, los Países en Desarrollo sin Litoral y los Pequeños estados insulares en desarrollo
OPOPD
Oficina de Fiscalización de Drogas y de Prevención del Delito

ONUJ
Oficina de las Naciones Unidas en Ginebra
ONUW
Oficina de las Naciones Unidas en Viena
ONUN
Oficina de las Naciones Unidas en Nairobi

PROGRAMAS Y ÓRGANOS

UNCTAD
Conferencia de las Naciones Unidas sobre Comercio y Desarrollo

CCI
Centro de Comercio Internacional
UNCTAD/CIAC

PNUFID
Programa de las Naciones Unidas para la Fiscalización Internacional de Drogas

PNUMA
Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente

PNUAH
Programa de las Naciones Unidas para los Asentamientos Humanos
ONU - Hábitat

PNUO
Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo

UNIFEM
Fondo de Desarrollo de las Naciones Unidas para la Mujer

VNU
Voluntarios de las Naciones Unidas

FNUOC
Fondo de las Naciones Unidas para el Desarrollo de la Capitalización

FNUAP
Fondo de Población de las Naciones Unidas

ACNUR
Oficina del Alto Comisionado de las Naciones Unidas para los Refugiados

UNICEF
Fondo de las Naciones Unidas para la Infancia

PMA
Programa Mundial de Alimentos

OOPS**
Organismo de Obras Públicas y Socorro para los Refugiados de Palestina en el Cercano Oriente

INSTITUTOS DE INVESTIGACIÓN Y CAPACITACIÓN

INSTRAW
Instituto Internacional de Investigaciones y Capacitación para la Promoción de la Mujer

UNICRI
Instituto Interregional para Investigaciones sobre la Delincuencia y la Justicia

UNITAR
Instituto de las Naciones Unidas para Formación Profesional e Investigaciones

UNRISD
Instituto de las Naciones Unidas de Investigación para el Desarrollo Social

UNIDIR**
Instituto de las Naciones Unidas de Investigación sobre el Desarme

OTROS ÓRGANOS DE LAS NACIONES UNIDAS

OACDH
Oficina del Alto Comisionado de las Naciones Unidas para los Derechos Humanos

UNOPS
Oficina de las Naciones Unidas de Servicios para Proyectos

UNU
Universidad de las Naciones Unidas

UNSSC
Escuela Superior del Sistema de las Naciones Unidas

ONUWIDA
Programa conjunto de las Naciones Unidas sobre el VIH/SIDA

ANEXO II



VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN

Universidad de Costa Rica



IPAL HISTORIA SITIO DE LA UCR ORGANIZACIÓN INTERNA CONTÁCTENOS

Centro en Investigación en Contaminación Ambiental (CICA)

ÁREAS DE INVESTIGACIÓN

OBJETIVOS

SERVICIOS QUE OFRECE

INFRAESTRUCTURA TÉCNICA

SERVICIOS DE INFORMACIÓN

CONTACTO



Fundado en 1982

Área académica:
CIENCIAS BÁSICAS

SISTEMAS

- Sistema Editorial y de Divulgación de la Investigación
- Sistema de Bibliotecas, documentación e Información
- Sistema de Estudios de Posgrado

UNIDADES DE INVESTIGACIÓN

- Centros
- Estaciones y fincas experimentales
- Institutos
- Laboratorios
- Programas

FINANCIAMIENTO PARA INVESTIGACIÓN

- Becas y Financiamiento
- Fundación de la Universidad de Costa Rica para la Investigación

INFORMACIÓN Y SERVICIOS

- Girasol Digital
- Formulación de Proyectos
- Formularios
- Sitios de Interés
- Suplementos Especiales
- Contáctenos

ÁREAS DE INVESTIGACIÓN

Calidad de aguas.

Lluvia ácida.

Evaluación de aguas de desecho.

Cuerpos de agua superficiales.

Aguas subterráneas.

Trazas de metales en aguas y suelos.

Química y análisis de plaguicidas.

- Residuos de plaguicidas en matrices ambientales.
- Biodegradabilidad de plaguicidas.
- Resistencia de las plagas a los plaguicidas.
- Emisiones de fuentes fijas (chimeneas).
- Poscosecha de productos perecederos.
- Manejo de desechos sólidos.
- Aseguramiento de calidad de los laboratorios

OBJETIVOS

Determinar mediante la investigación científica, el grado de contaminación ambiental antropogénica y de origen natural.

Realizar investigación básica relativa a los campos de estudio del Centro.

Desarrollar metodología propias, evaluar y adaptar métodos internacionales para el análisis de contaminantes, para adecuarlos a las condiciones de trabajo de los laboratorios de Latinoamérica.

Participar en programas mundiales de calibración de métodos.

Propiciar y coordinar por medio de su participación efectiva, la investigación científica que en su campo de acción se lleve a cabo en la Universidad, de acuerdo con los lineamientos de la Vicerrectoría de Investigación.

Propiciar investigaciones tendientes al mejoramiento o a la sustitución de productos químicos de acción ambiental.

Procurar mediante la suscripción de convenios, el apoyo y la colaboración de otras instituciones de enseñanza superior, del Estado y de los organismos internacionales.

Promover la formación y capacitación de científicos, proporcionando las facilidades para su adiestramiento.

Ligar la investigación a la acción social, especialmente en lo referente a la divulgación científica y académica.

Dirección:

Ciudad Universitaria
"Rodrigo Facio",
detrás de la Facultad de Medicina,
San José, Costa Rica.

Correo electrónico:

ecarazo@cariari.ucr.ac.cr

Teléfono:

(506) 207-4479

(506) 207-4731

Facsimil

(506) 253-1363

SERVICIOS QUE OFRECE

Servicios técnicos repetitivos

- Ensayos de resistencia a plaguicidas.
- Determinación de DL50 y CL50 en insectos y otros organismos.
- Análisis de metales pesados en aguas y suelos.
- Efectos de plaguicidas en parasitoides.
- Tratamiento de aguas residuales.
- Pruebas de eficacia biológica de plaguicidas.
- Análisis de agua de riego, de desecho, de proceso y para consumo humano.
- Análisis de residuos de plaguicidas en suelos, plantas y vegetales.
- Control de emisiones.
- Determinación de contaminantes atmosféricos.
- Control de aguas de piscina.

Asesoría y consultoría

- Estudios de degradación y metabolismo de plaguicidas en los compartimentos ambientales, como suelos, aguas y vida silvestre.
- Estudios de eficacia biológica de plaguicidas.
- Estudios de laboratorio en problemas relacionados con contaminación ambiental con trazadores radioactivos.

INFRAESTRUCTURA TÉCNICA

- Laboratorio de análisis de residuos (CG y ECD, FPD; NPD; MS; CIAR, etc.).
- Laboratorio de análisis de calidad de aguas (VAA, CIAR, VV/VIS, etc.).
- Laboratorio de metabolismo y degradación de plaguicidas usando radiotrazadores.
- Laboratorio de análisis de contaminación del aire.
- Ojam de aseguramiento de calidad.
- Laboratorio de inmunoensayos.
- Laboratorio de desechos sólidos.
- Laboratorio microbiología de aguas.

SERVICIOS DE INFORMACIÓN

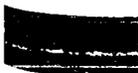
CONTACTO

Dirección:
 Ciudad Universitaria
 "Rodrigo Facio",
 Detrás de la Facultad de Medicina
 San José, Costa Rica

Correo electrónico:
ecarazo@cariari.ucr.ac.cr

Teléfono:
 (506) 207-4479
 (506) 207-4731

Facsimil
 (506) 253-1363



Centros

Estaciones y Fincas

Institutos

Laboratorios

Programas

PRINCIPAL

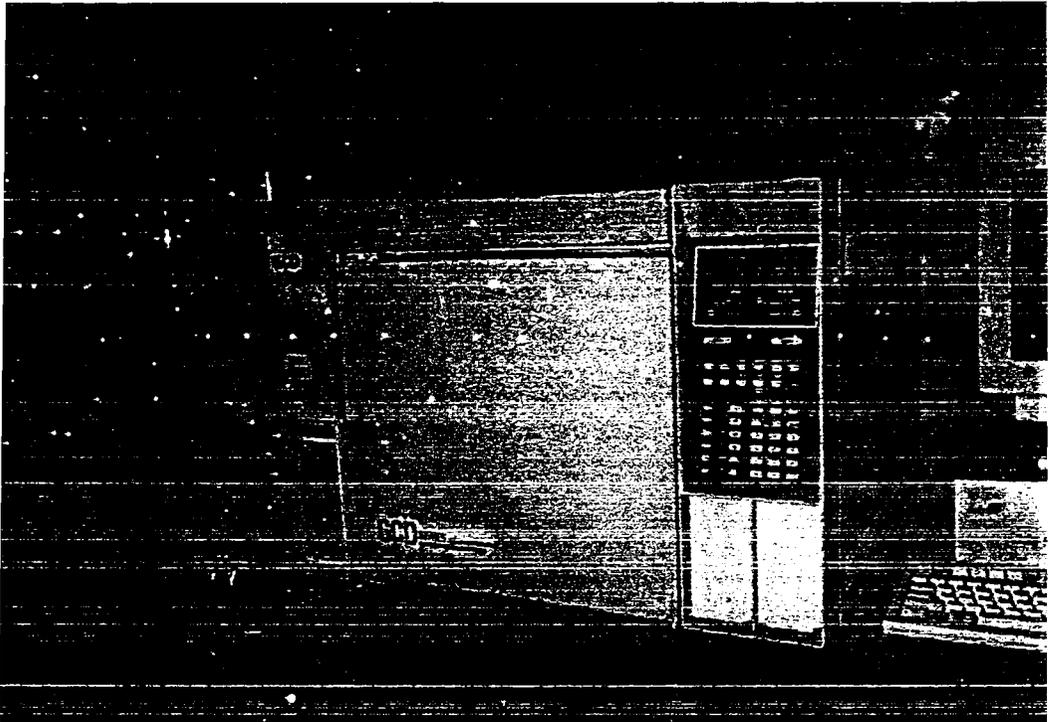
HISTORIA

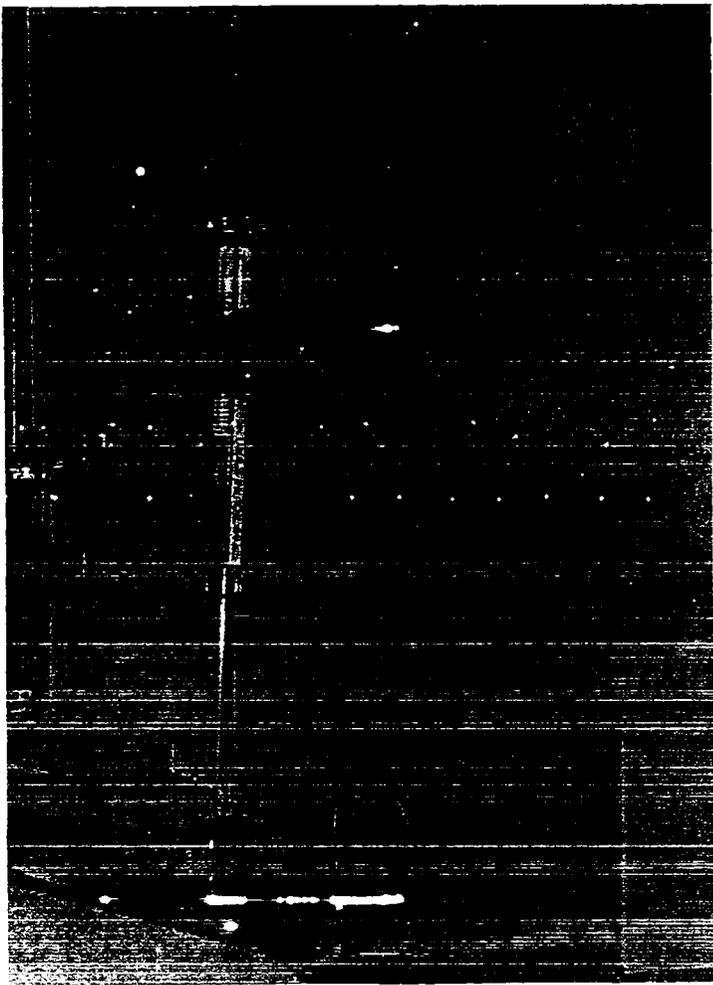
SITIO DE LA UCR

ORGANIZACIÓN INTERNA

CONTÁCTENOS

ANEXO III





BIBLIOGRAFÍA

- Abbot, David y R. S Andrews. *Introducción a la cromatografía*. Madrid: Editorial Alambra, 1973.
- Acuña, Flora. *Práctica de laboratorio para los cursos de química orgánica*. San José: Editorial de la Universidad de Costa Rica, 1994.
- Agilent Technologies. *Soluciones y suministros para cromatografía y espectroscopia. Guía de referencia 2002-2003*. Agilent Technologies Inc., 2001.
- Alcaraz, Enrique. *El inglés profesional y académico*. Madrid: Alianza Editorial, 2000.
- Ayres, Gilbert. *Análisis químico cuantitativo*. Texas: Harper and Row Publisher Inc., 1970.
- Basil, Hatim y I. Mason. *Discourse and the Translator*. New York: Longman Group, 1990.
- Bigbender Atieza, F. *Diccionario politécnico de las lenguas española e inglesa*. Madrid: Ediciones Díaz de Santos, 1988.
- Bonthrone, Robin. "A Hard Way to Make Money". *Translation Journal*. Volumen 4, Número 3 (Julio 2000):n. pag. En línea. Internet. 12 Abril 2005.
<<http://www accurapid.com/journal/13prof.htm>>
- Britton, E, E. Cruz, R. Ortiz y Ortiz, C. White. *Translation Strategies. Estrategias de traducción*. Macmillan, 1981.
- Browning, D.R. *Cromatografía*. Barcelona: Toray-Masson, 1971.
- Calzada Pérez, María. "Lengua, identidad y ética del traductor". *Translation Articles*. Volumen 10, Número 04 (Otoño 2002): n. pag. En línea. Internet. 8 Abril 2005.
<<http://www.intrades.org/Translation/articles/art.voll0no4.mariaCalzada.html>>.
- Castellán, Gilbert. *Fisicoquímica*. 2^{da} ed. Delaware: Adisson-Wesley Iberoamericana, 1987.
- Centro en Investigación en Contaminación Ambiental. "Página principal": n. pag. En línea. Internet. 18 Abr. 2005.
<<http://www.vinv.ucr.ac.cr/centros/cica.html>>.

- Dabrio, Bañul. *Cromatografía de gases I*. Madrid: Alambra, 1971.
- Dabrio, Bañul. *Cromatografía de gases II*. Madrid: Alambra, 1973.
- Diccionario enciclopédico de las ciencias del lenguaje*. Buenos Aires: Siglo XXI, 1974
- Diccionario internacional Simon and Schuster*. New York: Mcmillan, inc., 1997.
- Diccionario manual ilustrado de la lengua española*. Barcelona: VOX, 1984.
- Diccionario técnico inglés*. New York: Routledge, 1997.
- Enciclopedia Salvat. Volumen 6. Madrid: Salvat Editores, 2004.
- Entrevista con Edipsia Roque. Jefa del Departamento de Plaguicidas del C.I.C.A. (Agosto 2004, San José).
- Even-Zohar, Itamar. "Polysystem Theory." *Poetics Today*. The Porter Institute for Poetics and Semiotics, 1990.
<<http://www.tau.ac.il/~itamarez>>.
- Fessenden, J.S. y R. Fessenden. *Química orgánica*. México: Iberoamericana, 1983.
- Gamero Pérez, Silvia. *La traducción de textos técnicos*. España: Ariel, 2001.
- García Yebra, Valentín. *Traducción: Historia y teoría*. Madrid: Gredos, 1994.
- García Yebra, Valentín. *En torno a la traducción. Teoría. Crítica. Historia*. Madrid: Gredos, 1984.
- Gentzler, Edwin. *Contemporary Translation Theories*. London: Routledge, 1993.
- Haensch, G. *La lexicografía. De la lingüística teórica a la lexicografía práctica*. Madrid: Editorial Gredos, 1982.
- Iglesias Santos, Monserrat. *Teoría de los polisistemas*. Arco/Libros. S.L. Madrid: 1999.

- Kiraly, D.C. «From instruction to collaborative construction: A passing fad or the promise of a paradigm shift in translator education?», en Baer, J. B. y G. Koby (eds.) *Beyond the Ivory Tower. American Translators Association*. Amsterdam/Filadelfia: John Benjamins, 2003.
- Knox, John. *Cromatografía de gases*. México: Rabasa, 1965.
- Knox, John. *Cromatografía de gases*. Londres: Methuen & Co. Ltda, 1965.
- Lefevre, André. *Translation/History Culture*. New York: Routledge, 1992.
- López, Juan Gabriel y J. Minnett. *Manual de traducción inglés/castellano*. Madrid: Gedisa, 1999.
- McNair, Harold. *Cromatografía de gases*. Washington D.C: The General
- Montero, Max. Entrevista con Max Montero (Noviembre 2002, Alajuela).
- Mounin, Georges. *Los problemas teóricos de la traducción*. Madrid: Gredos, 1971.
- Moya, Virgilio. *La selva de la traducción*. Madrid: Cátedra, 2004.
- Newmark, Peter. *Manual de traducción*. Madrid: Cátedra, 1999.
- Random House Webster's*. New York: Random House, 1990.
- Real Academia Española. *Diccionario de la Real Academia* 22ª Edición. En línea. Internet. 8 Abr. 2005.
- Roque, Edipsia. Entrevista con Edipsia Roque. Jefa del Departamento de Plaguicidas del C.I.C.A. (Agosto 2004, San José).
- Sager, Juan C. *Curso práctico sobre el procesamiento de la terminología*. Madrid: Pirámide, 1993.
- Sales, Dora. «Traducción y polisistema. Escuela de la manipulación». *Translation Journal*, Vol. 7. No. 3, Julio 2003. 02 de mayo de 2005 <<http://accurapid.com/journal/25documents.htm>>.

- Sánchez Vignau, Bárbara Susana y J.V. Rodríguez. "La información como recurso en el desarrollo de la organización de las administraciones públicas". *Anales de Documentación*. Número 3 (2002): Páginas 155-165. En línea. Internet. 8 Abril 2005.
<<http://www.um.es/fccd/anales/ad03/AD10-2000.PDF>>.
- Snow, Nicholas. *Modern Injection Techniques for Gas Chromatography: A Practical Guide*. Seton Hall University, 2000.
- Solís, Patricio. Entrevista con Patricio Solís, ingeniero agrónomo (Junio 2001, San José).
- Tranchant, Jean. *Manual práctico de cromatografía en fase gaseosa*. Barcelona: Masson et Cie, 1972.
- Vásquez-Ayora, Gerardo. *Introducción a la traductología: Curso básico de traducción*. Washington D.C: Georgetown University Press, 1977.
- Vega, Miguel Ángel. *Textos clásicos de teoría de la traducción*. Madrid: Cátedra, 1994.
- Vidal Claramonte, María Carmen África. *Traducción, manipulación, deconstrucción*. Salamanca: Ediciones del Colegio de España, 1995.
- Webster's II New Riverside Dictionary*. New York: Berkley Books, 1984.