

Cromatografía de gases



Profesor: Dr. Juan Manuel Silva

Is.Juanmnuelsilva@gmail.com

*Área tecnología química
Facultad Cs. Bioquímicas y
Farmacéuticas*

Temario

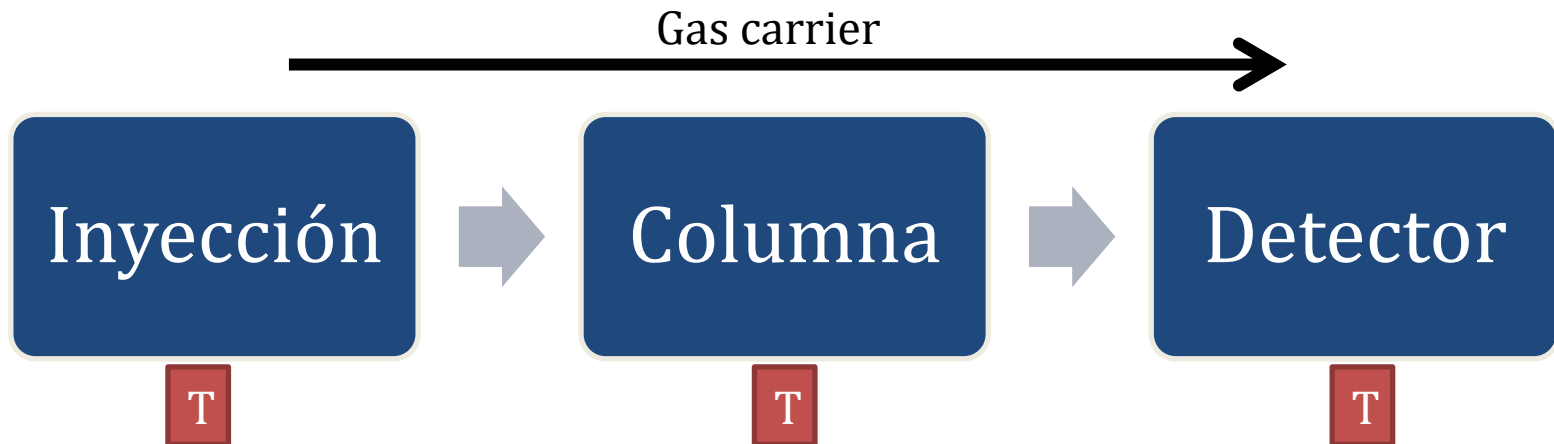
- Aplicaciones de la cromatografía de gases
- Método Cromatográfico
- Equipo de GC
- Tipos de Muestras para GC
- Gases para GC
- Puerto de inyección
- Introducción de muestras
- Columnas
- Problemas típicos en un cromatograma
- Detectores
- Mantenimiento
- GC-Troubleshooting
- GC Manuales

Cromatografía de gases (GC)

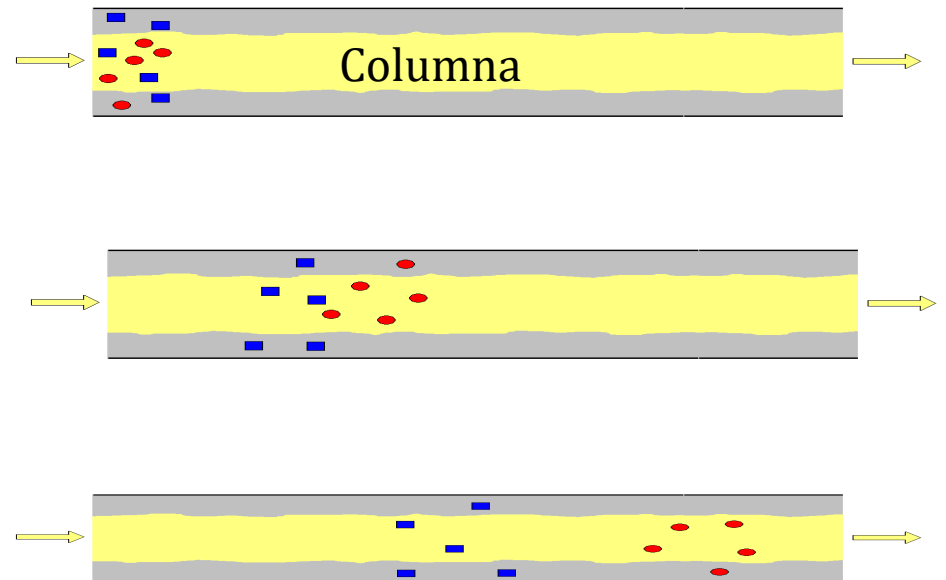
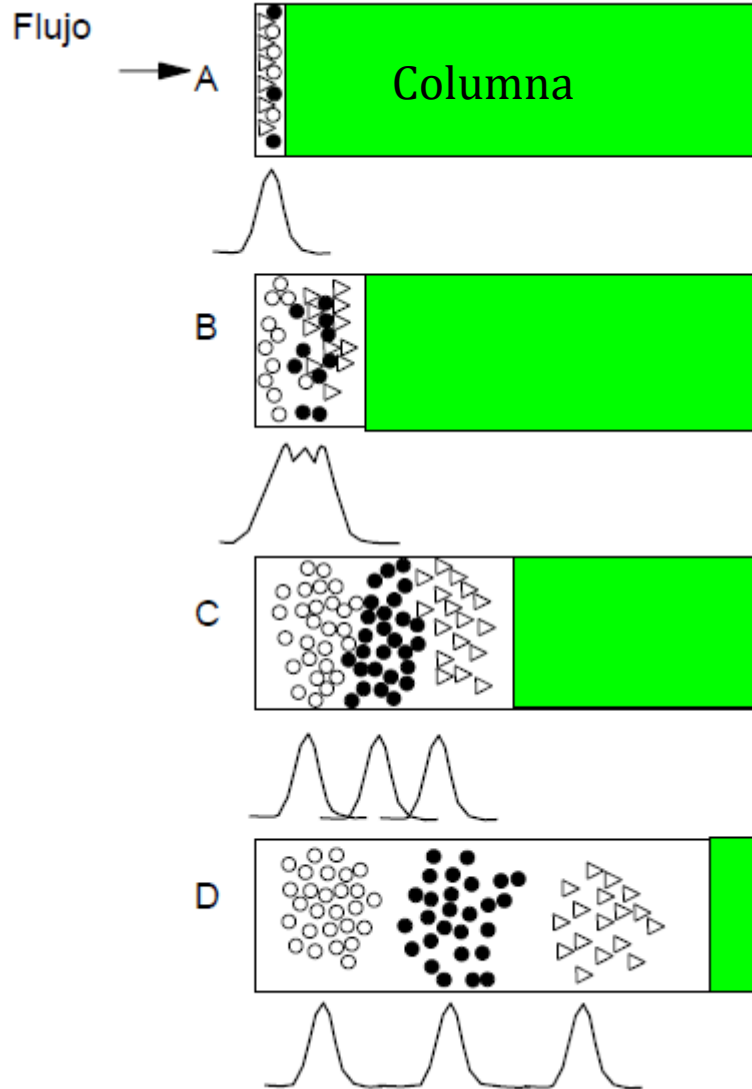
La CG involucra la separación de una mezcla de analitos, facilitando la identificación y la cuantificación.

La muestra es vaporizada en el puerto de inyección(inlet) y arrastrada por el gas de transporte(carrier gas) hacia la columna calefaccionada, que contiene la fase estacionaria.

Los compuestos eluidos, ya separados, entran a un detector, también calefaccionado, donde se genera una señal electrónica, basada en la interacción con el detector.



Separación cromatográfica



El gas es el que "empuja" los analitos pero la temperatura es la que los resuelve

Aplicaciones de la cromatografía de gases

Industria del Petróleo

-Naftas, compuestos azufrados volátiles, Gases de Refinería, Azufre en Propileno líquido

Industria Química

-Alcoholes, Hidrocarburos Halogenados, Solventes, Fenoles, Gases Inorgánicos

Ind. Farmacéutica

-Anfetaminas, Barbitúricos, Narcóticos, Alcohol en sangre, Solventes residuales

Medio Ambiente

-VOCs, PAHs, Pesticidas, PCBs, herbicidas, MTBE, Benceno

Alimentos y Sabores

-Aceite de naranja, Aceite de Menta, Aceite de Lavanda, patrones de fragancias, Perfumes, Mentol, FAMES

PAH: Polycyclic aromatic hydrocarbons

PCB: Polychlorinated biphenyl

MTBE: Methyl tert-butyl ether

VOCs: Volatile organic compound

FAMES: fatty acid methyl ester (Éster metílico de ácido graso)

Método Cromatográfico

Es el paso a paso que se setea en el software del equipo.

Es un conjunto de parámetros que describen todo el proceso cromatográfico desde la introducción de muestra hasta la obtención del resultado final.

Esto incluye la descripción de:

- Gas de transporte.
- Tipo de inyección de muestra.
- Tipo de columna.
- Tipo de detector.
- Temperaturas de: inyector, detector y programa de horno.
- Flujos: columna, flujos del detector.
- Ordenes de inyección.
- Concentración del analito en la muestra.
- Forma de cuantificación.
- Parámetros de integración.

Método Cromatográfico

Es el paso a paso que se setea en el software del equipo.

Es un conjunto de parámetros que describen todo el proceso cromatográfico desde la introducción de muestra hasta la obtención del resultado final.

Esto incluye la descripción de:

- Gas de transporte : **Helio, Hidrogeno, Nitrógeno**
- Tipo de inyección de muestra: **Split/splitless, head space, purga y trampa**
- Tipo de columna: **Capilar, empacada**
- Tipo de detector: **FID (ionización de llama), MS, MSMS (espectrometría de masa-masa), TCD (conductividad térmica), ECD (captura de electrones)**
- Temperaturas de: inyector, detector y programa de horno.
- Flujos: columna, flujos del detector.
- Ordenes de inyección.
- Concentración del analito en la muestra: **determina curva de calibración**
- Forma de cuantificación: estándar interno/externo, curva en matrix match
- Parámetros de integración.

La muestra y el objetivo del análisis (*analito en estudio*) determinan la configuración del equipo

Equipo de GC

Definiciones

Gases

Gas de transporte(Carrier Gas): Gas presurizado usado para transportar la muestra a través del sistema(típicamente He, H₂, N₂)

Gases de los Detectores: Gases auxiliares para algunos detectores(ej: He, H₂, N₂ en FID).

Introducción de la Muestra(Puerto de Inyección) Introduce la muestra en la corriente del gas de transporte con una mínima perturbación de la corriente del gas.

Columna Lleva a cabo la separación de los componentes en la muestra.

Detector Reconoce y responde a los componentes de la muestra a medida que eluyen de la columna.

Adquisición y Análisis de datos Convierte la señal del detector en un cromatograma de los picos, brinda una determinación manual o automática de la identidad de los picos y la cantidad de cada uno de los componentes de la muestra.

Cromatografía de gases - marcas



Agilent



SHIMADZU

Excellence in Science

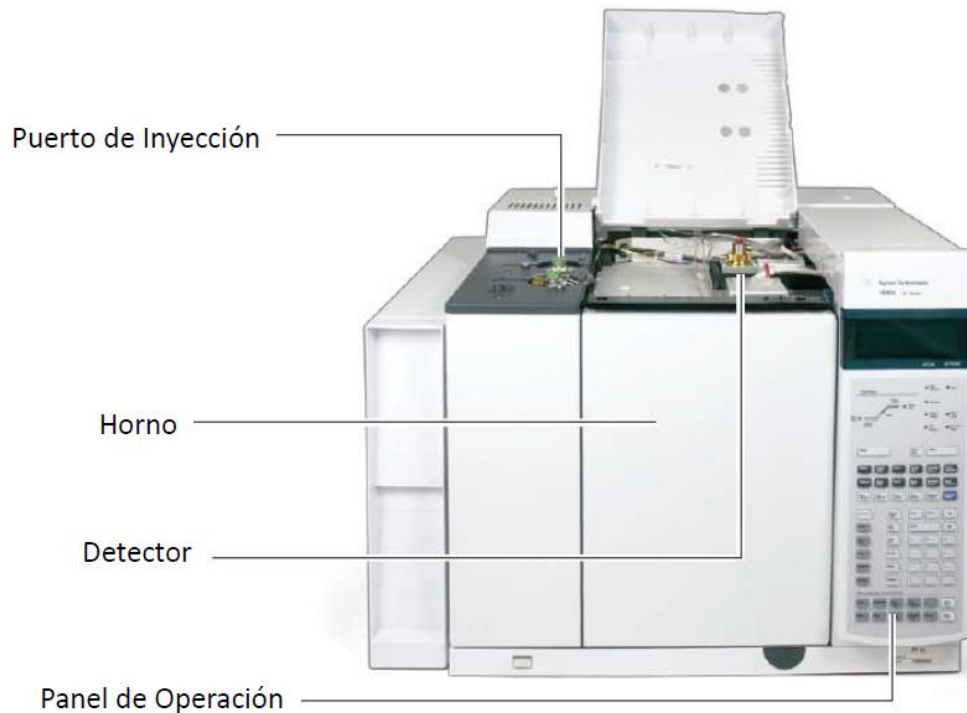
ThermoFisher

S C I E N T I F I C



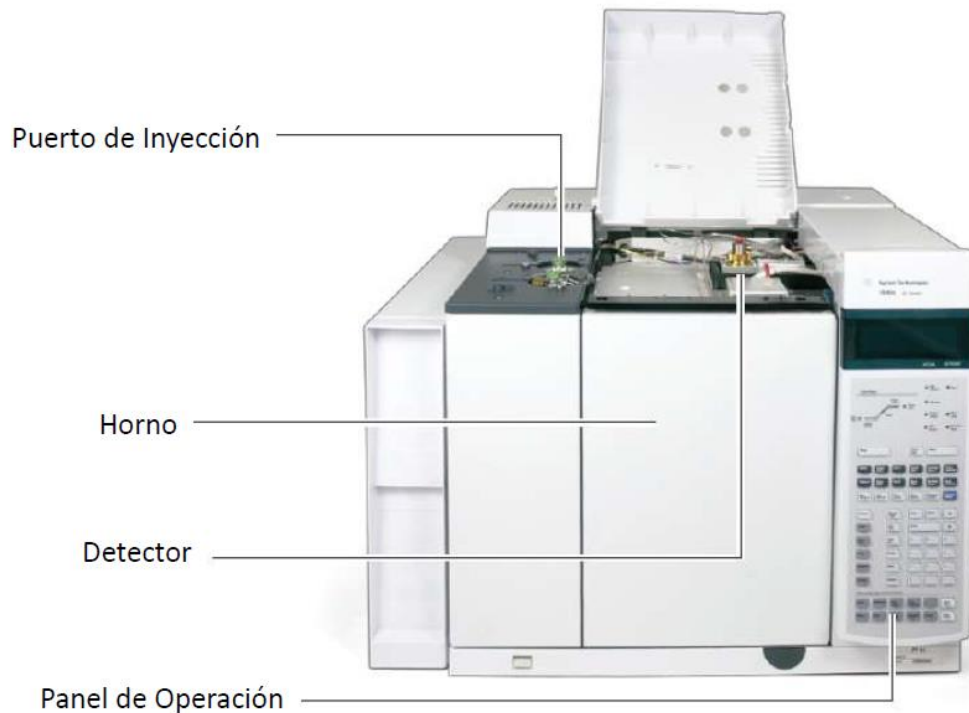
Equipo de GC

Vista frontal de un GC



Equipo de GC

Vista frontal de un GC

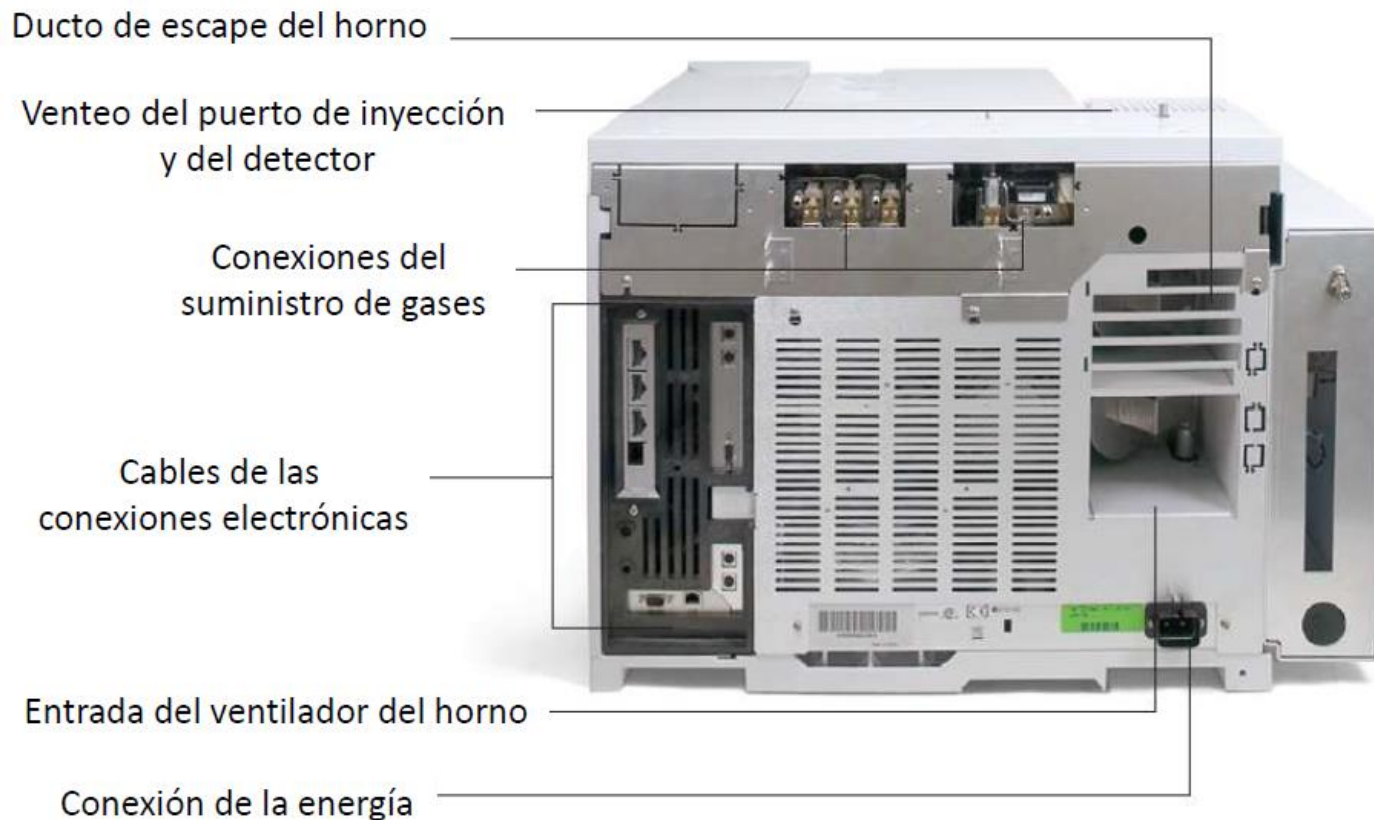


Extractor para gases generados



Equipo de GC

Vista trasera de un GC



Conexión
a UPS
para
proteger
el equipo

Equipo de GC

Vista de Frente y de Lado del Agilent 7890



Equipo de GC

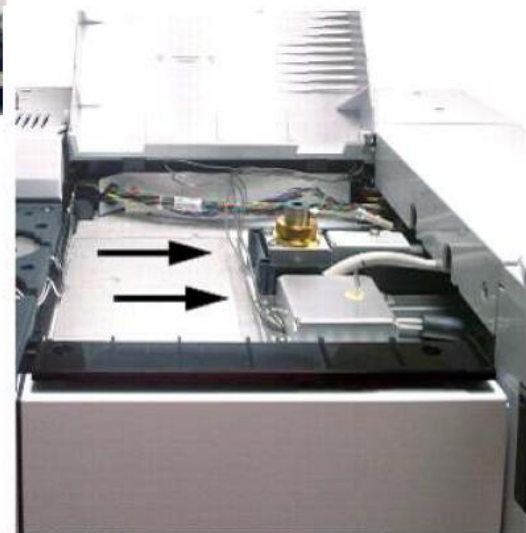
Vista Superior de GC

Puertos de
Inyección



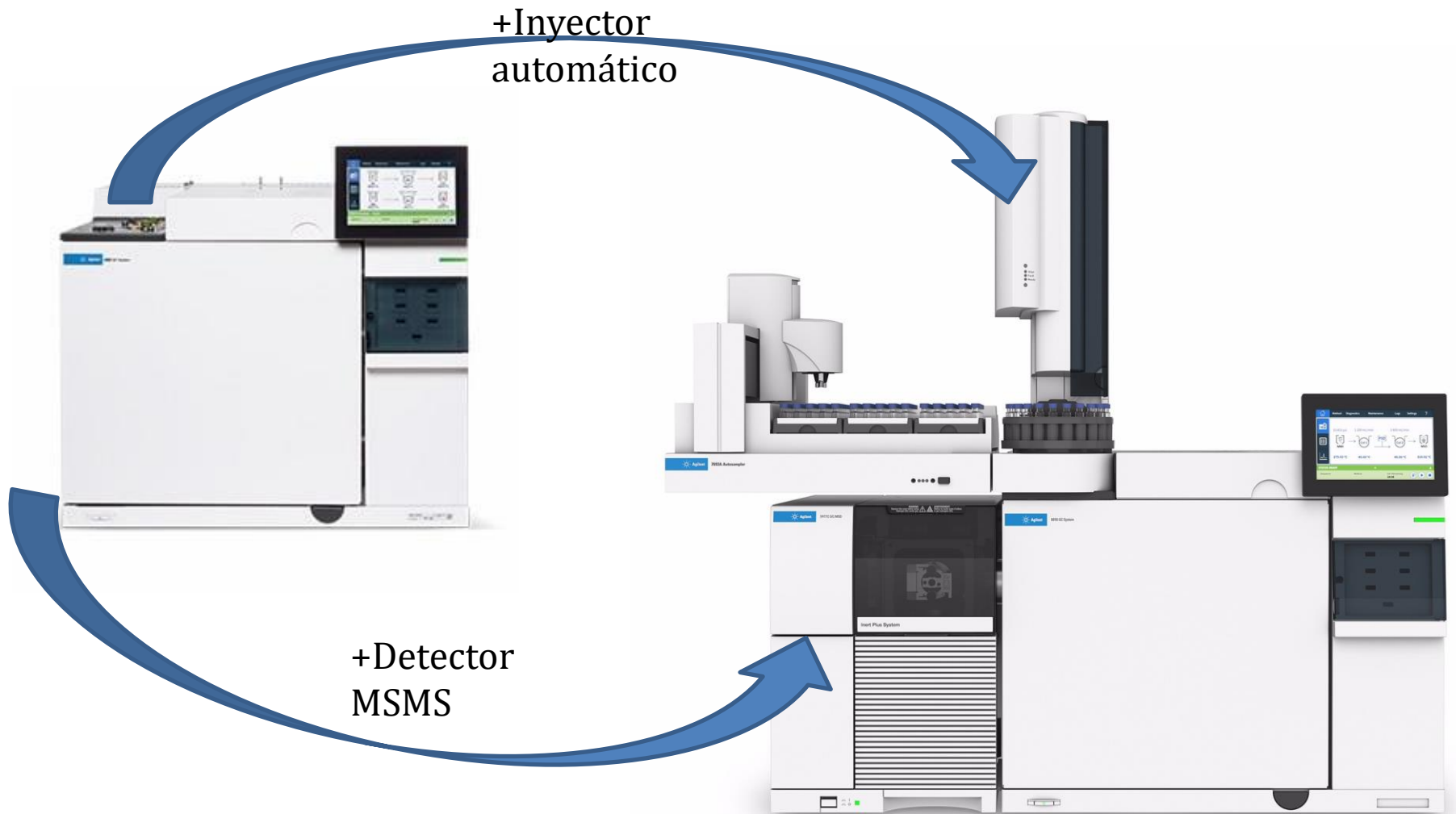
Caja de válvulas,
actuadores y válvulas

Detectores

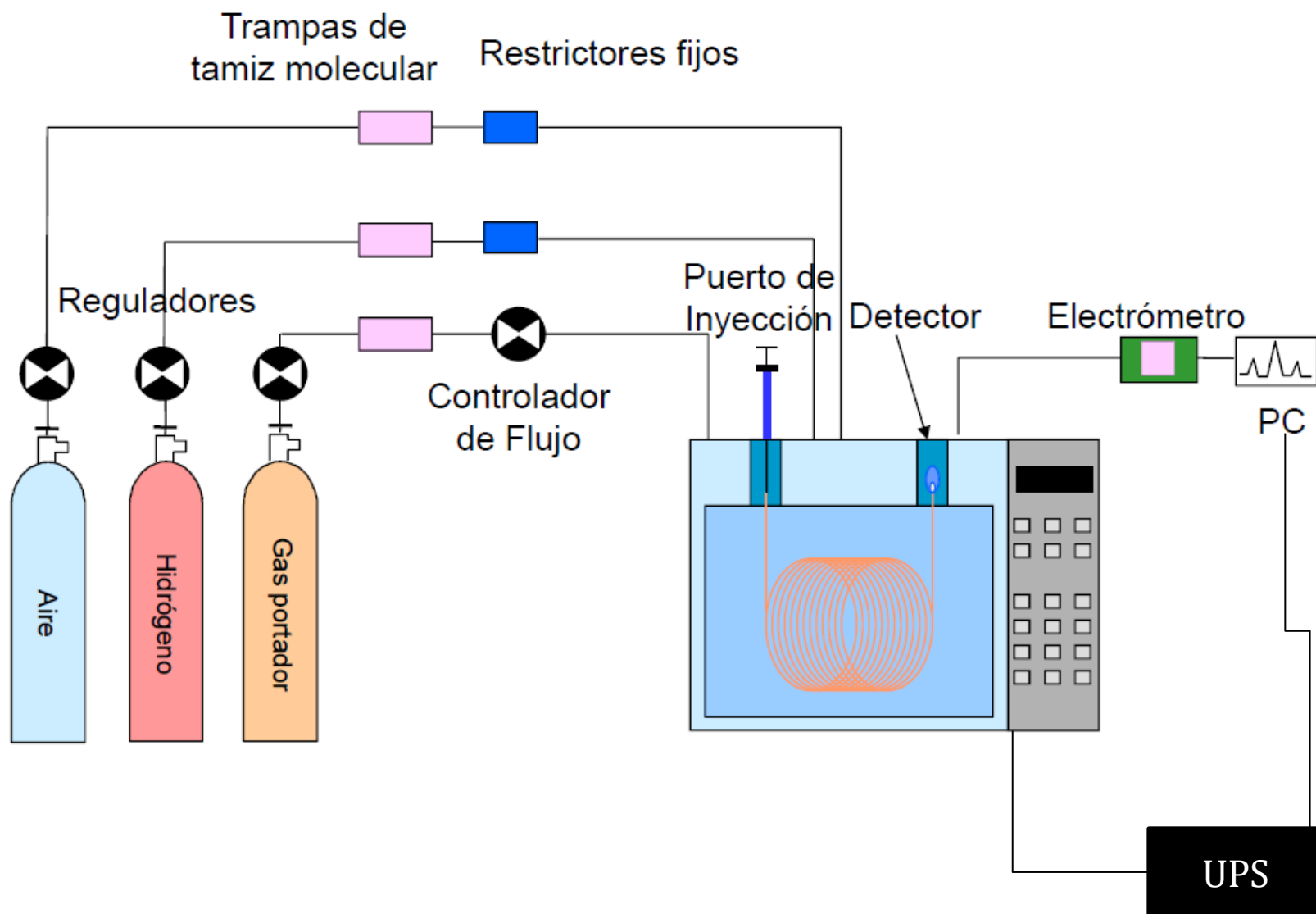


Equipo de GC

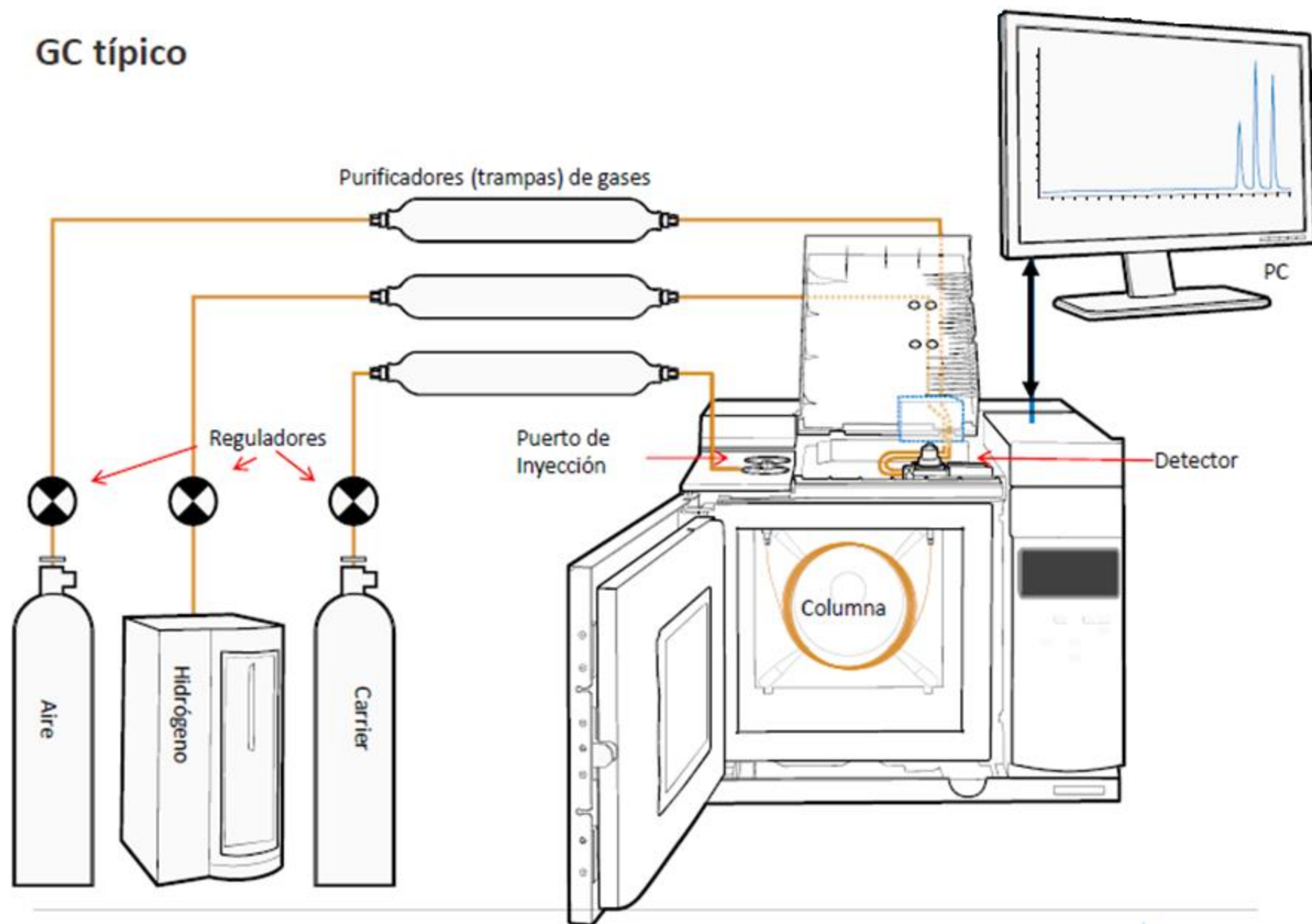
+Inyector
automático



GC en conjunto...

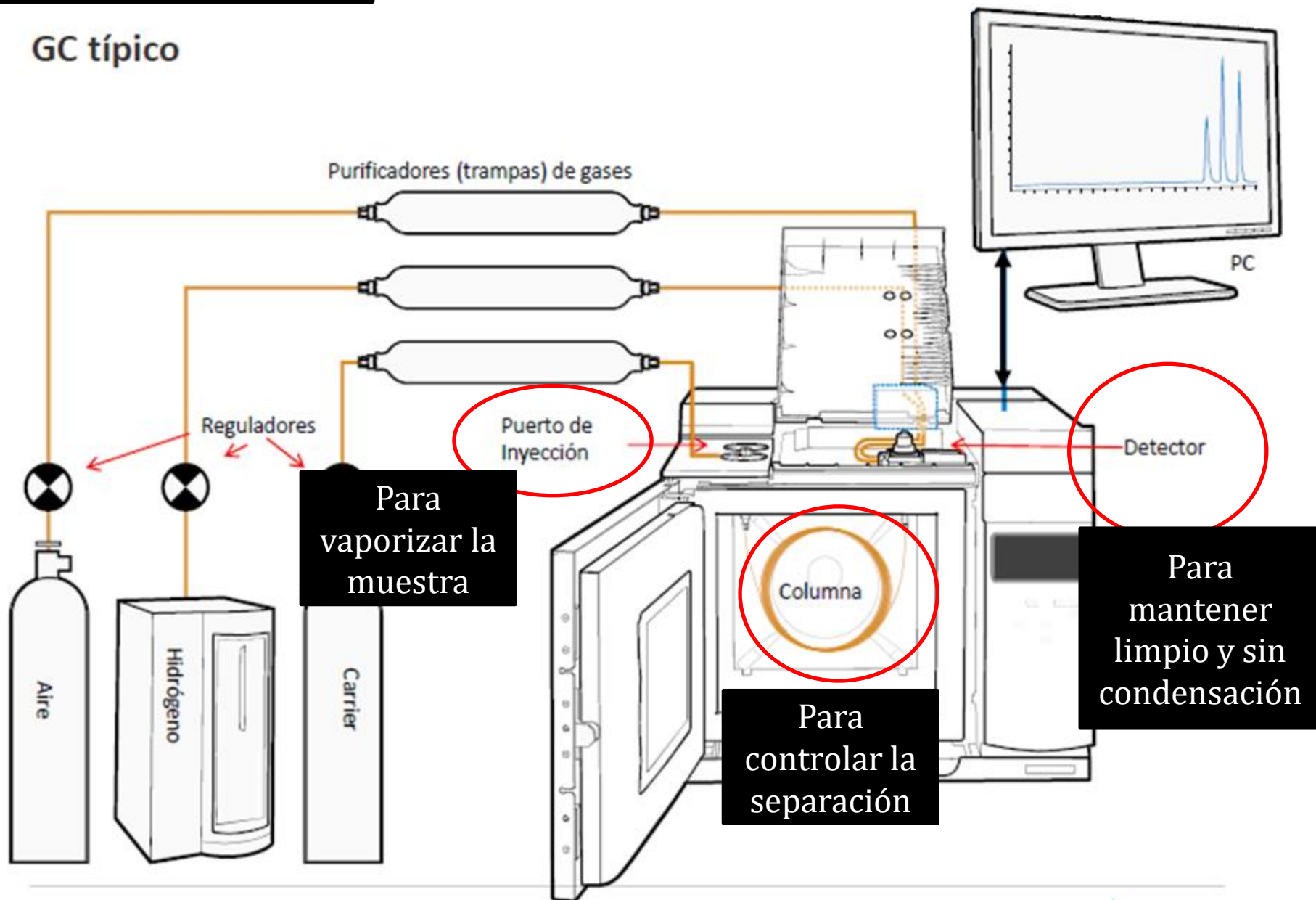


GC típico



Zonas con temperatura

GC típico



Tipos de Muestras para GC

Estado de muestra y modo de inyección

- Líquidos (Jeringa, Autosampler)
- Gases (Válvulas, Jeringas p/gases, Headspace, P&T)
- Sólidos (Pirólisis, Headspace, Desorción Térmica)

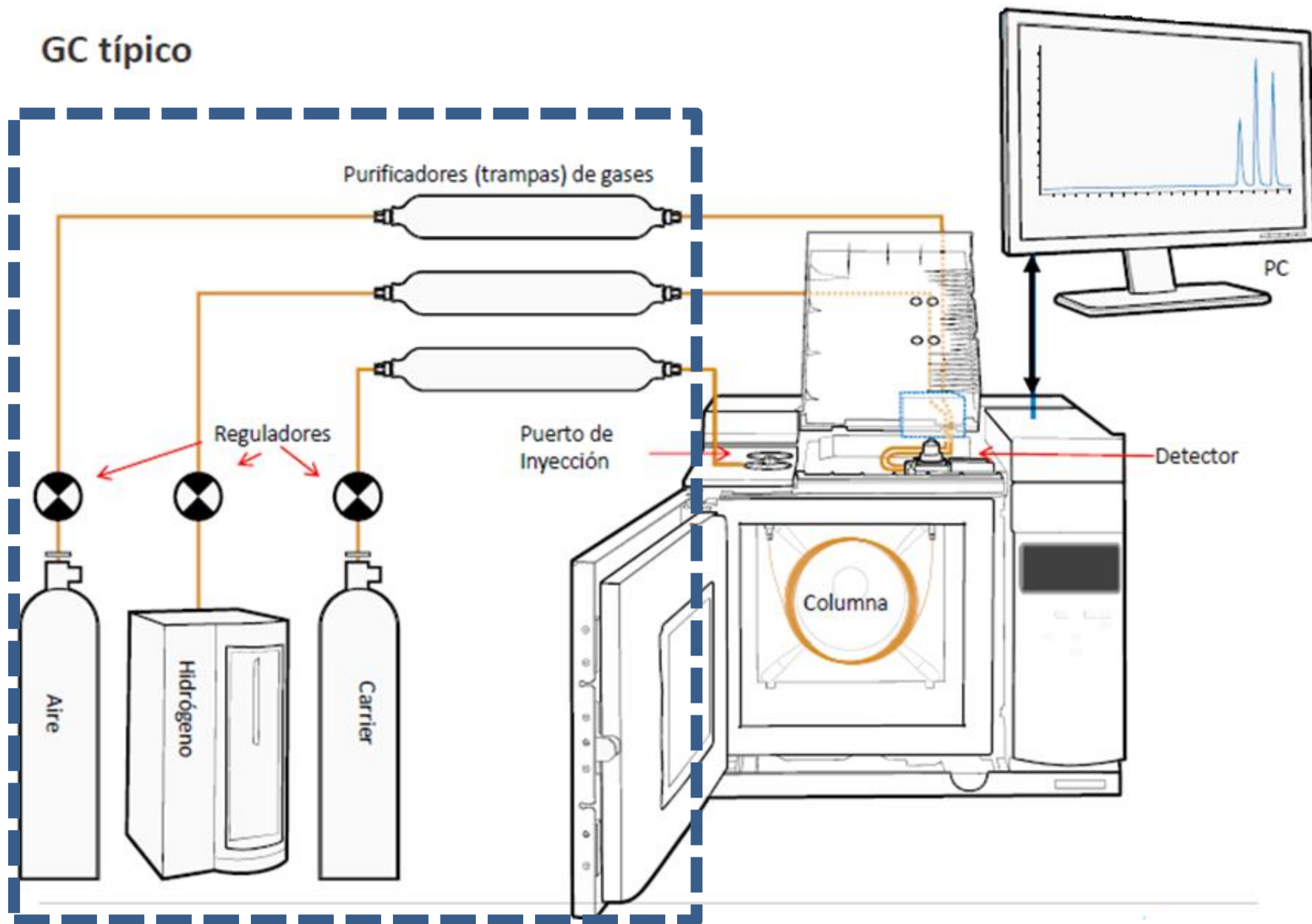
Los componentes de interés de la muestra deben ser
volátiles y térmicamente estables

Tipos de Muestras para GC

Consideraciones generales de los tipos de muestra Requerimientos de la muestra en cromatografía de gases

- **Suficiente Volatilidad:** Las macro moléculas generalmente no tienen suficiente volatilidad(no pasan a fase gas en las condiciones instrumentales).
- **Libre de residuos:** Esta es una extensión del primer requerimiento. Las impurezas no volátiles en la matriz de la muestra puede derivar en contaminación del inyector y columna que degradará rápidamente la cromatografía.
- **Estabilidad térmica:** Los compuestos de interés no se deben degradar cuando se introducen en el inyector a alta temperatura(por encima de 300°C) o en la columna(por encima de 350°C).

GC típico



Gases para GC

Los Gases deben ser elegidos considerando el tipo de detector a usar:

- Inerte
- Seco
- Puro: 99,9995% pureza(5.5)

Gas carrier	Ventajas	Desventajas
Nitrógeno	Barato, fácil disponibilidad	Baja resolución, corridas largas
Helio	Buena resolución, seguro	Caro, difícil disponibilidad
Hidrógeno	Mejor resolución Barato	Tomar medidas de Seguridad (inflamable)

Usar los Gases Comprimidos con Seguridad

Obtener información de seguridad del Departamento de Seguridad de su compañía ó de su proveedor de gases.

Proveedores en Rosario
Gases Rosario e Indura

Gases para GC

Generadores de Gases:



- Nitrógeno.
- Hidrógeno.
- Aire.

Generador de Aire Cero:

Entrada a 40 - 125 psi.
Hidrocarburos <0,1ppm

Hidrógeno:

Hasta 300mL/min.
Pureza de 99,99999+%.

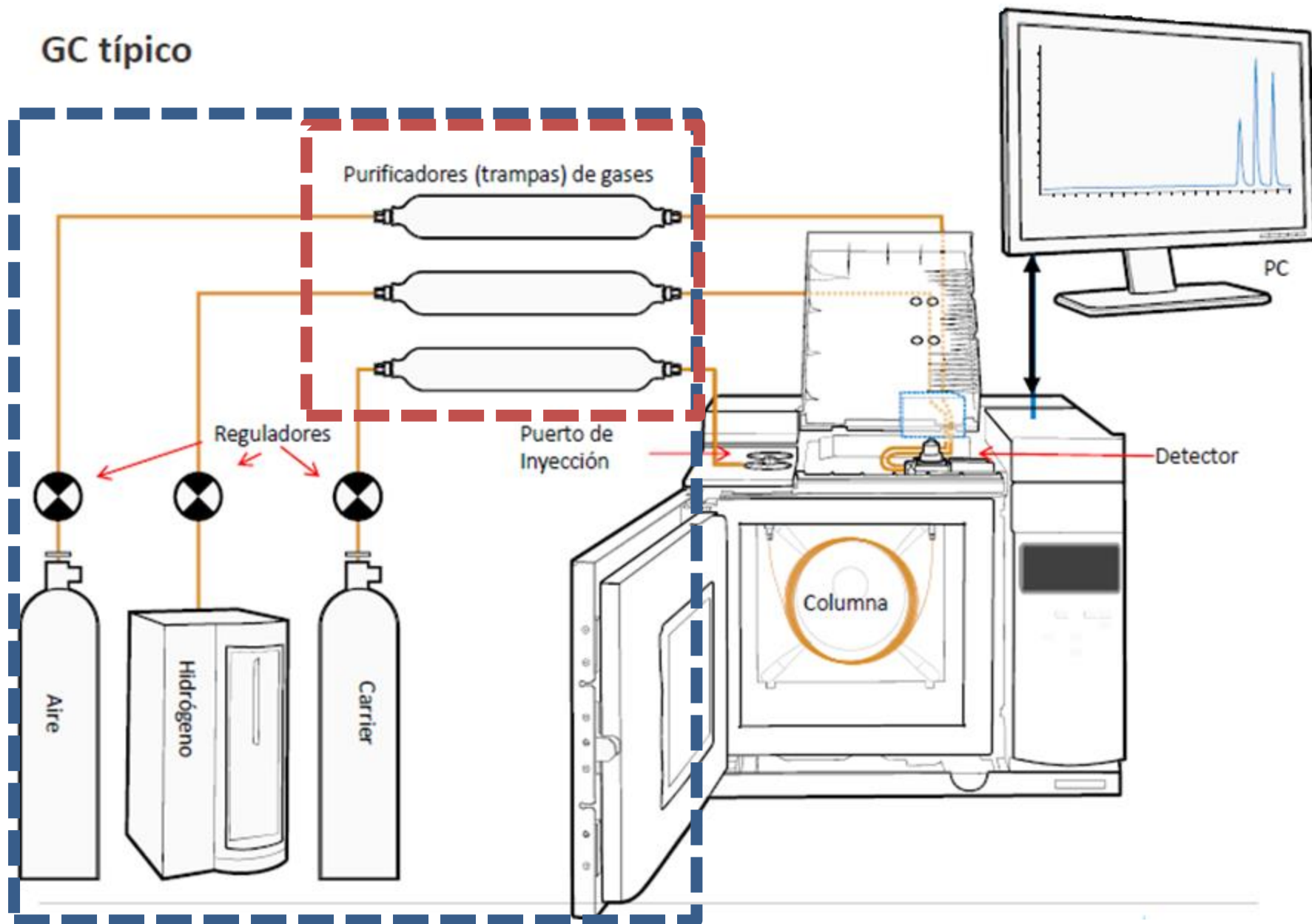
Nitrógeno Ultra Puro:

Hasta 1100 mL/min.
Pureza de 99,9995%.
Hidrocarburos <0,1ppm.
CO, O₂, H₂O, CO₂ <1,0ppm.

Cilindros.



GC típico



Gases para GC

Trampas de gases y filtros

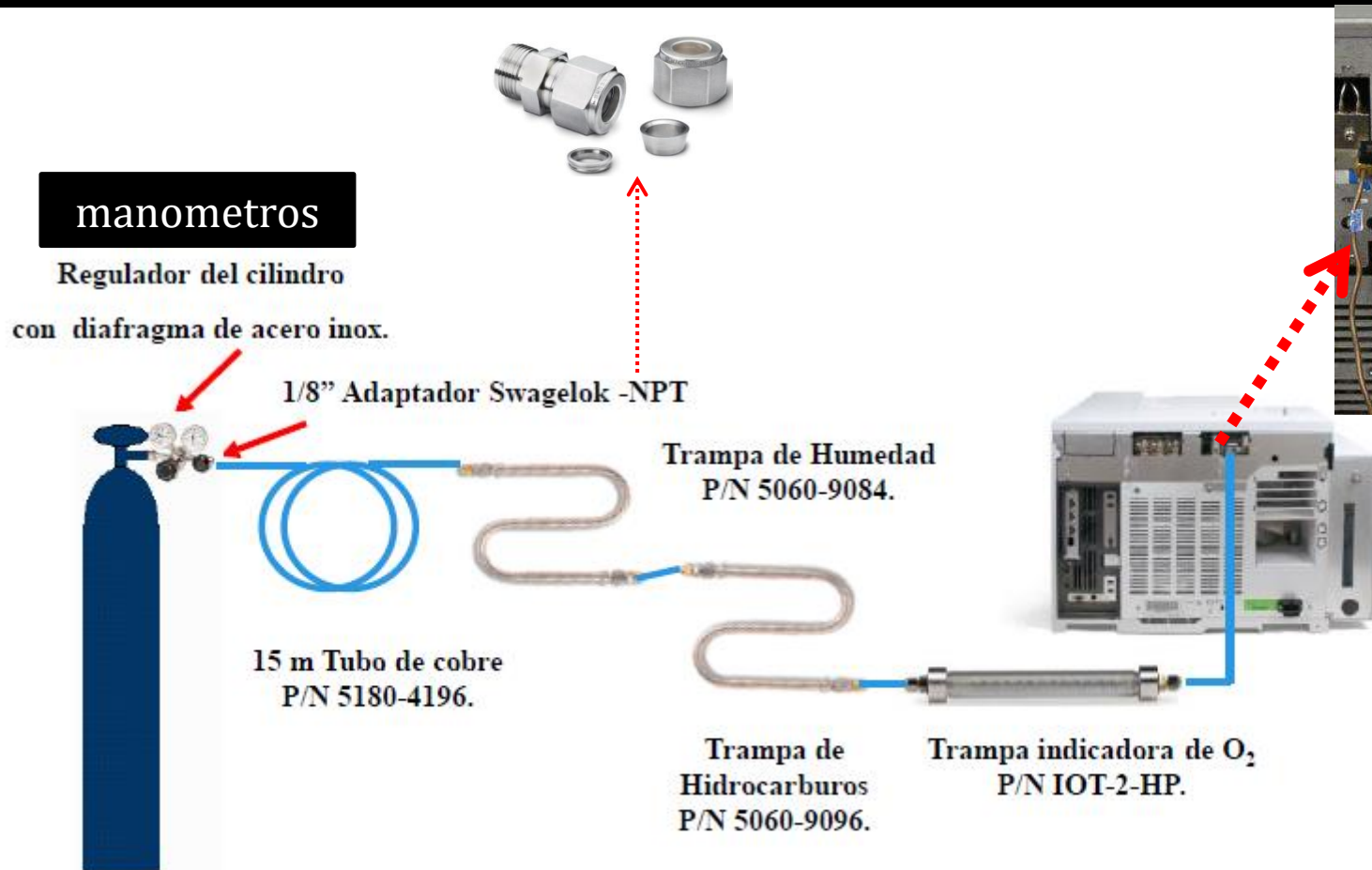
Necesarios para el filtro de interferencias e impurezas presentes en el gas y en su línea/tubería

- Trampa de Tamiz Molecular (atrapa la humedad).
- Trampa de Oxígeno.
- Filtro de Hidrocarburos.
- Sistemas de Purificación.



Gases para GC

Tubería Recomendada para Gas de transporte



Gases para GC

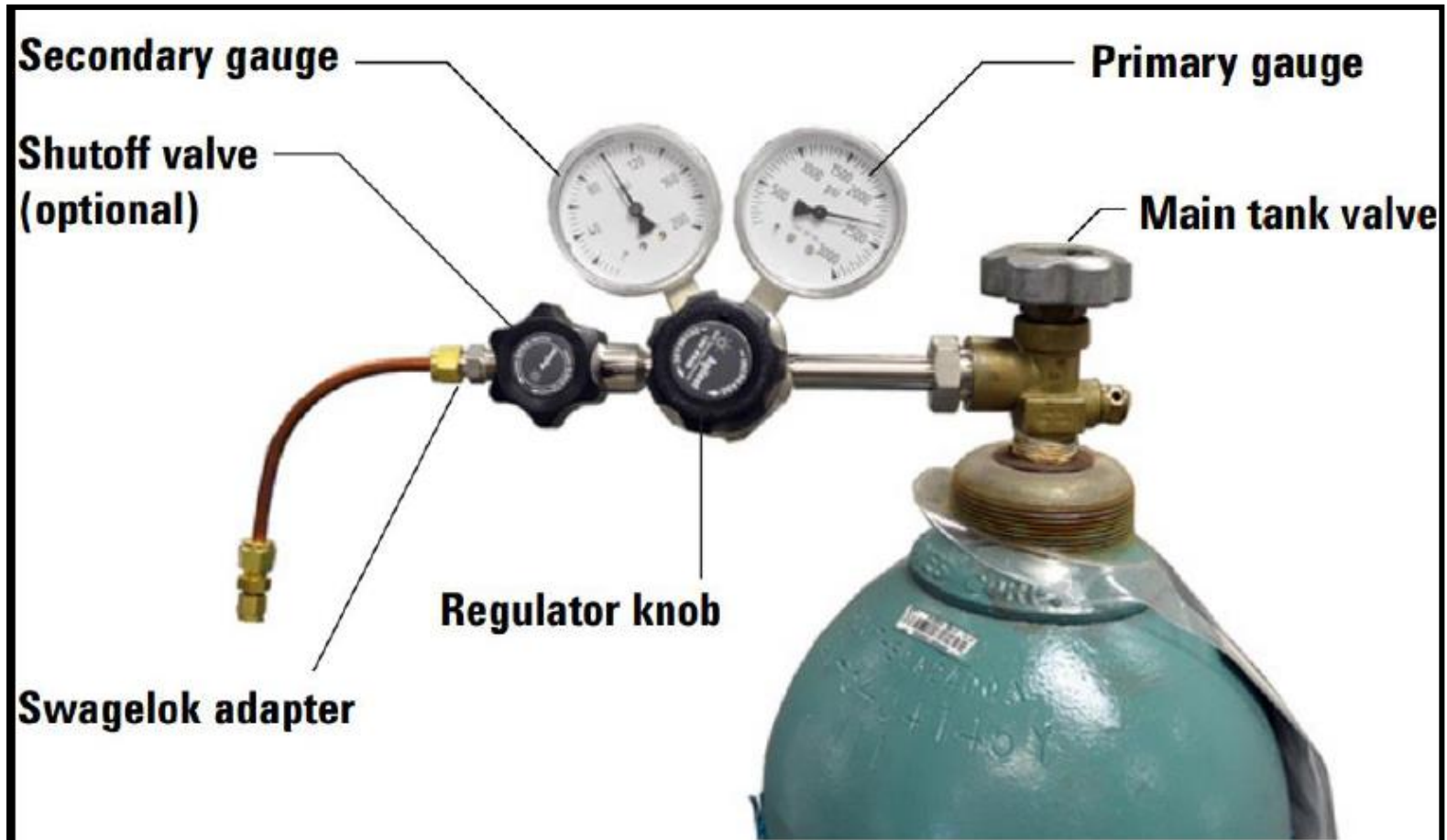
Controladores del Sistema de Gases

- Los gases suministrados deben estar regulados para proveer una presión constante al sistema de flujo del GC.
 - Usar reguladores de dos etapas en los cilindros.
 - El regulador de presión requiere una diferencia de 10-15 psi para que controle bien la presión.
- Ajustar apropiadamente las presiones de los suministros:
 - Carrier: 60-100 psi.
 - Aire: 60-80 psi.
 - Hidrógeno: 50-60 psi.
- Pueden usarse válvulas de encendido/apagado individuales de forma conveniente y así aislar las líneas de suministros de los instrumentos.
- Se pueden usar reguladores en línea y medidores para controlar/monitorear individualmente las presiones de los grupos de instrumentos.



Gases para GC

Reguladores y conexiones



Gases para GC

Cañería de Suministro de Gases

- Usar cañerías de cobre grado GC o acero inoxidable.
- Usar el diámetro de cañería apropiado, basándose en el largo del camino y en la demanda de volumen ($1/8"$, $1/4"$ ó $1/2"$ DI).
- Pre acondicionar la cañería con solvente de lavado (metanol, acetona y hexano) y secarlo purgándolo con gas carrier .
- Usar conexiones de compresión y adaptadores de calidad (Swagelock).

NO USAR cañería de plástico.

La instalación la llevan a cabo los proveedores



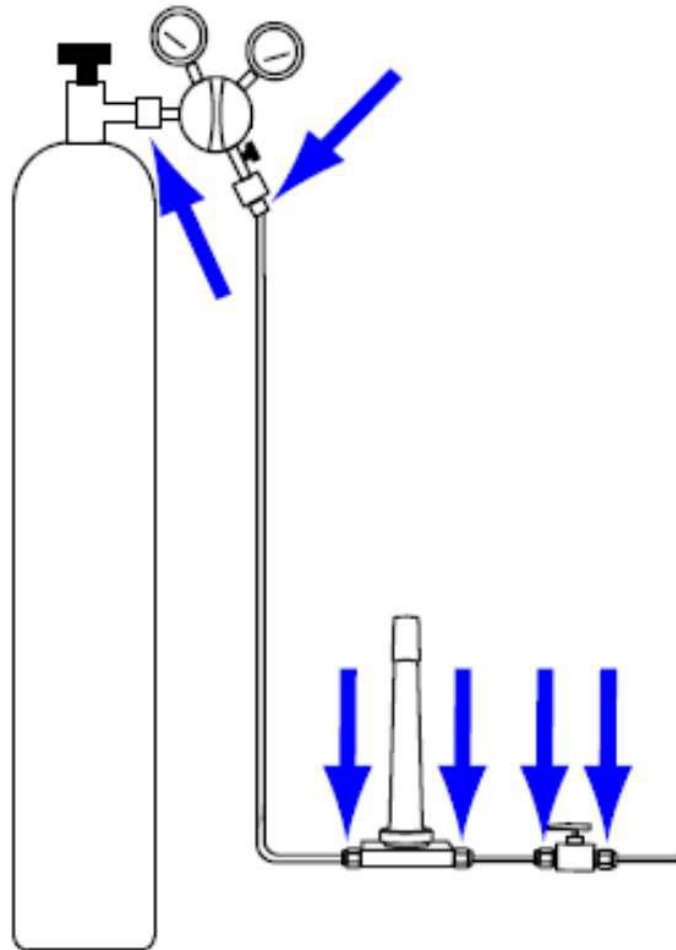
Gases para GC

Mantenimiento del Sistema de Gases

- Filtros/Trampas:
 - Re acondicionar o reemplazar según el intervalo recomendado por el fabricante.
 - El reemplazo estándar es cada 3 cilindros.
- Pérdidas:
 - Cada 4 a 6 meses controlar todas las cañerías externas y conexiones por si hay pérdidas.
 - Se recomienda usar un detector de pérdidas electrónico para detecciones de pérdidas internas y externas.

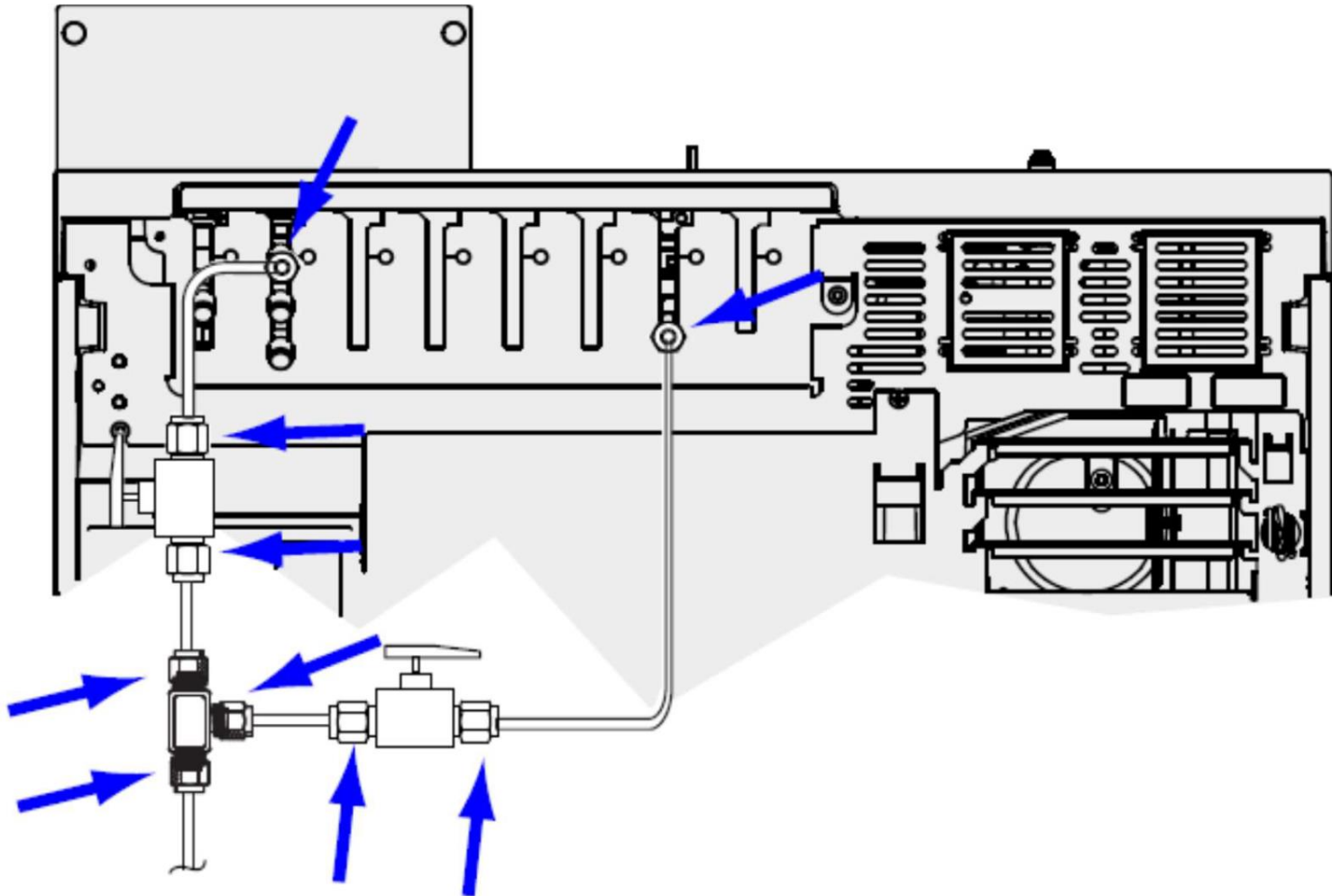
Gases para GC

Puntos de fuga en línea de gases



Gases para GC

Puntos de fuga en línea de gases



Puerto de inyección

Definición

Es un dispositivo que permite la inserción (inyección) de la muestra dentro del cromatógrafo gaseoso de forma repetible y reproducible.

La muestra inyectada debería ser una muestra representativa de la muestra original y a menos que así se lo desee, no debería experimentar ningún cambio químico.

