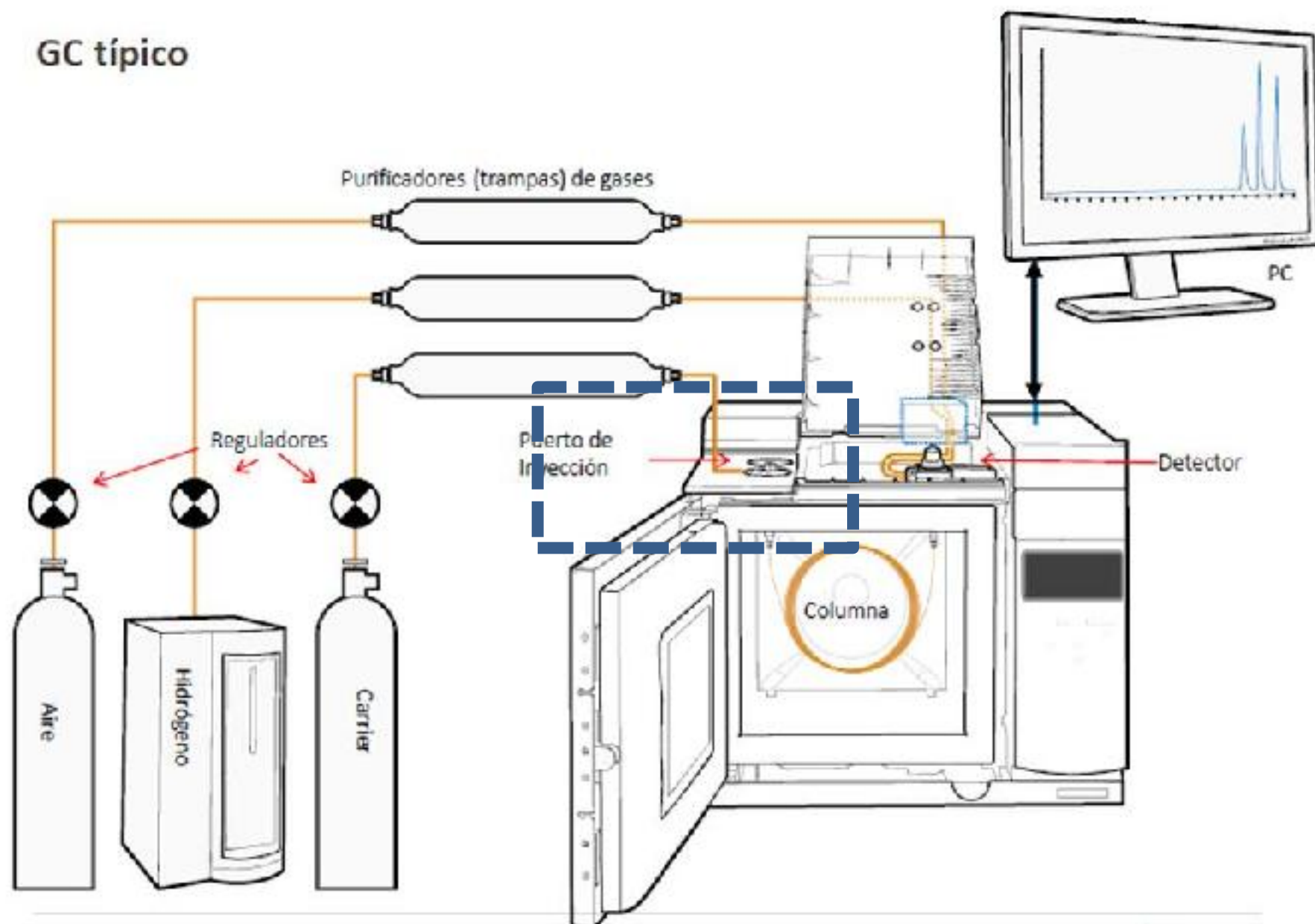


GC típico



Puerto de inyección

Tipos de puerto de inyección

- Puerto “Split/Splitless”(SS).
- Puerto Empacado con Purga de septum (PP).
- Puerto en columna, en frío (COC).
- Vaporizador de Temperatura Programable (PTV).
- Puerto para Volátiles (VI).



Puerto de Inyección	Columna	Modo	Concentración de la Muestra	Comentarios	Muestra a la columna
Split/splitless	Capilar	Split Split pulsado Splitless Splitless pulsado	Alta Alta Baja Baja	Útil para inyecciones grandes	Muy poca Muy poca Toda Toda
COC	Capilar	n/a	Baja o lábil	Distinción y descomposición mínima	Toda
PPI	Empacada Capilar ancha	n/a n/a	Cualquiera Cualquiera	Ok. Si la resolución no es algo crítico	Toda Toda
PTV/ MMI	Capilar	Split Split pulsado Splitless Splitless pulsado Venteo del solvente	Alta Alta Baja Baja Baja	Inyecciones múltiples	Muy poca Muy poca Toda Toda La mayor parte
VI	Capilar	Directo Split Splitless	Baja Alta Baja	El menor volumen muerto	Toda Muy poca Toda

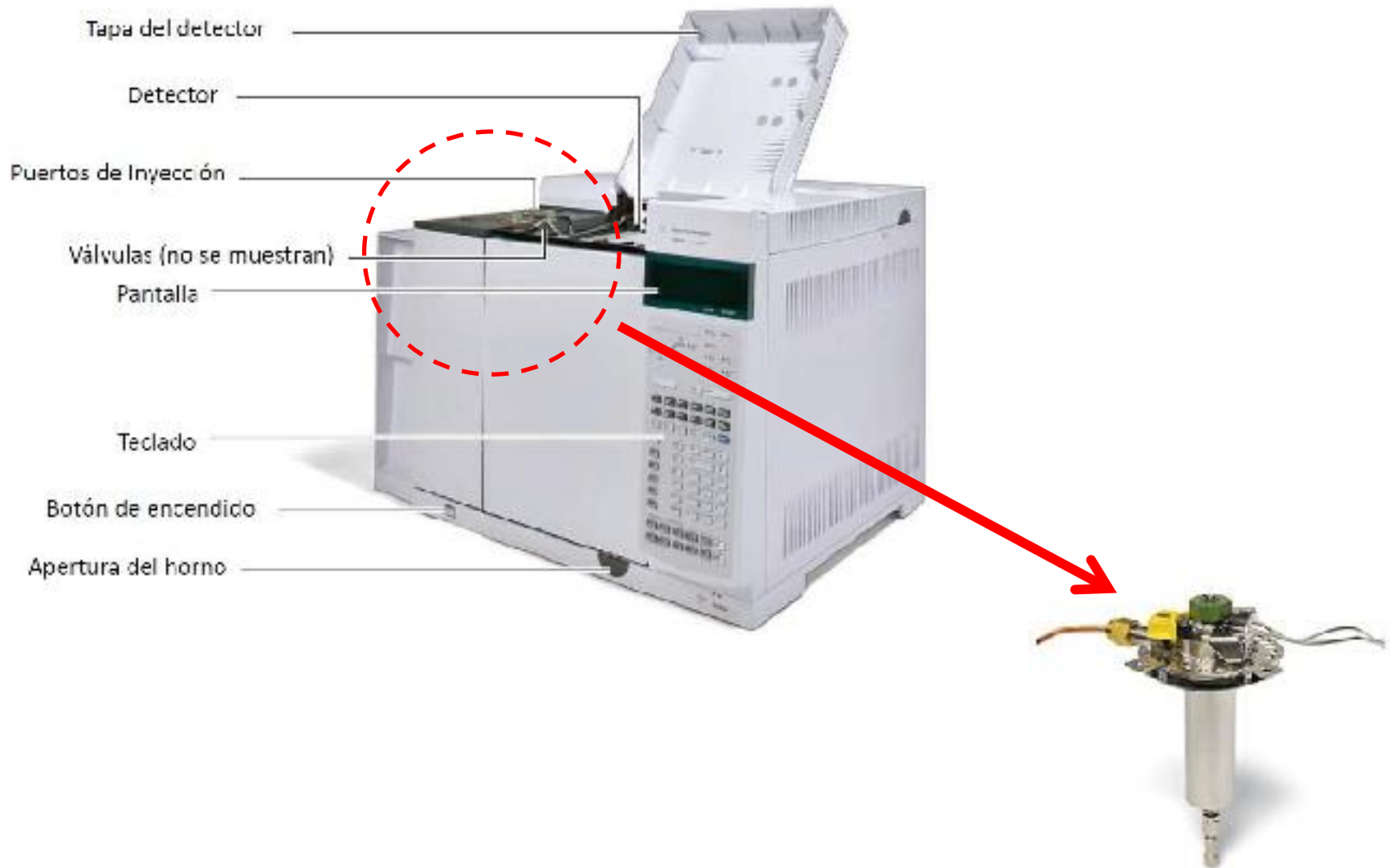
- Puerto "Split/Splitless"(SS).
- Puerto en columna, en frío (COC).
- Puerto Empacado con Purga de septum (PP).
- Vaporizador de Temperatura Programable (PTV).
- Puerto para Volátiles (VI).

Puerto de inyección

Modos de inyección del SSI (Puerto "Split/Splitless")

Modo de Inyección	Propósito
Split	Análisis del compuesto mayoritario.
Split Pulsado	Permite agregar volúmenes de inyección mayores sin que se sobrecargue el liner y con transferencia rápida a la columna.
Splitless	Análisis de trazas.
Splitless Pulsado	Volúmenes de inyección grandes sin sobrecargar el liner y con transferencia rápida a la columna.

Vista de Frente y de Lado del Agilent 7890



Puerto de inyección

Modo split SSI (Puerto “Split/Splitless”)

- Análisis del componente mayoritario.
- Una fracción pequeña de la muestra va a la columna.

Aplicaciones más utilizadas:

- Petroquímicas (gasolinas, naftas, etc.).
- Alimentos y Sabores (aceites esenciales).
- Análisis de rutina para mezclas orgánicas simples o complejas.



Puerto de inyección

Modo split SSI (Puerto “Split/Splitless”)

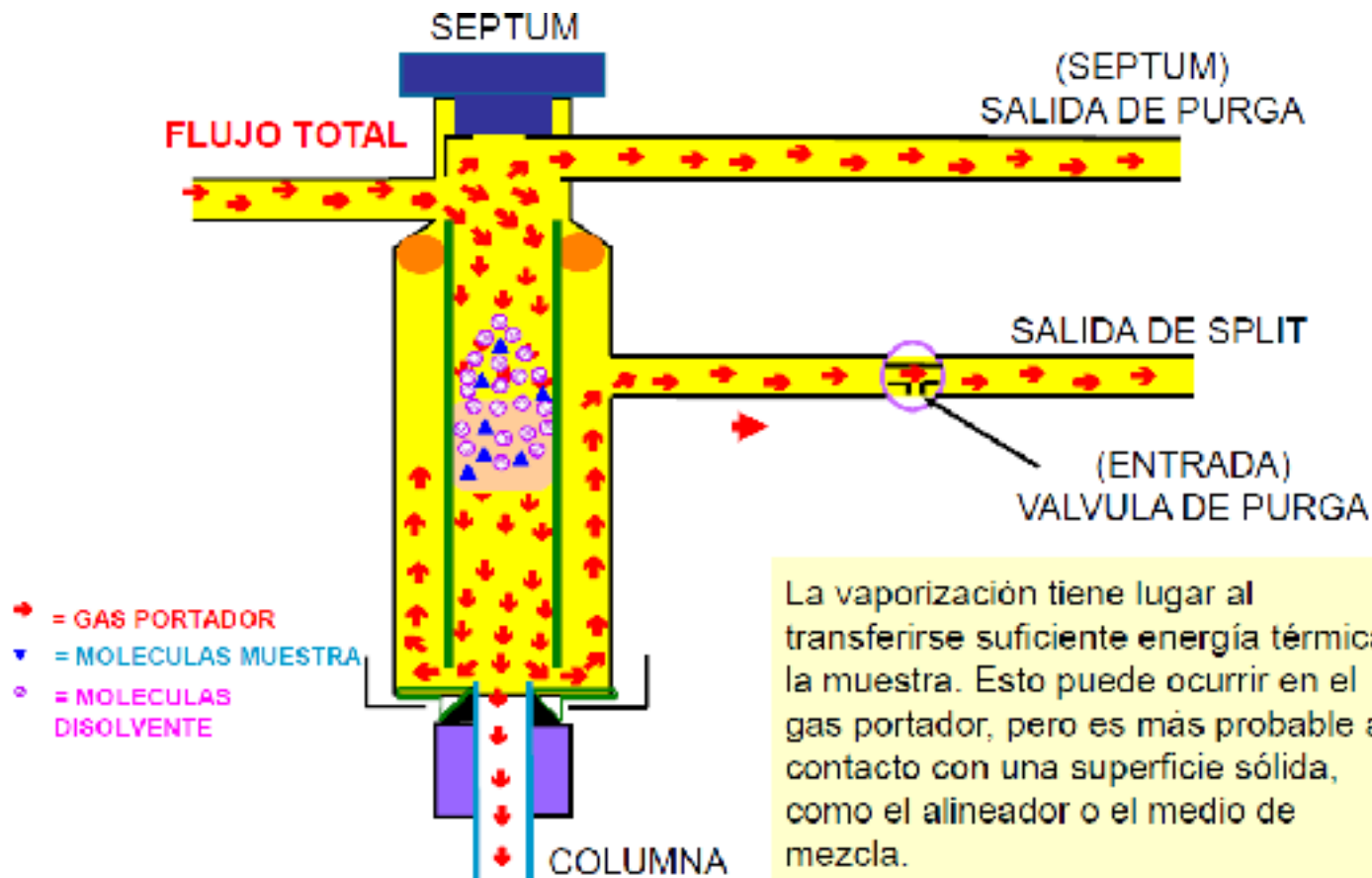
Modo split

Se utiliza un divisor de flujo a la entrada de la columna que desecha parte del analito introducido, lo que permite obtener una menor cantidad de volumen. Para ello, se introduce un flujo adicional de gas portador a través del liner de entrada, lo que acelera la migración de la muestra volatilizada a la columna.



Puerto de inyección

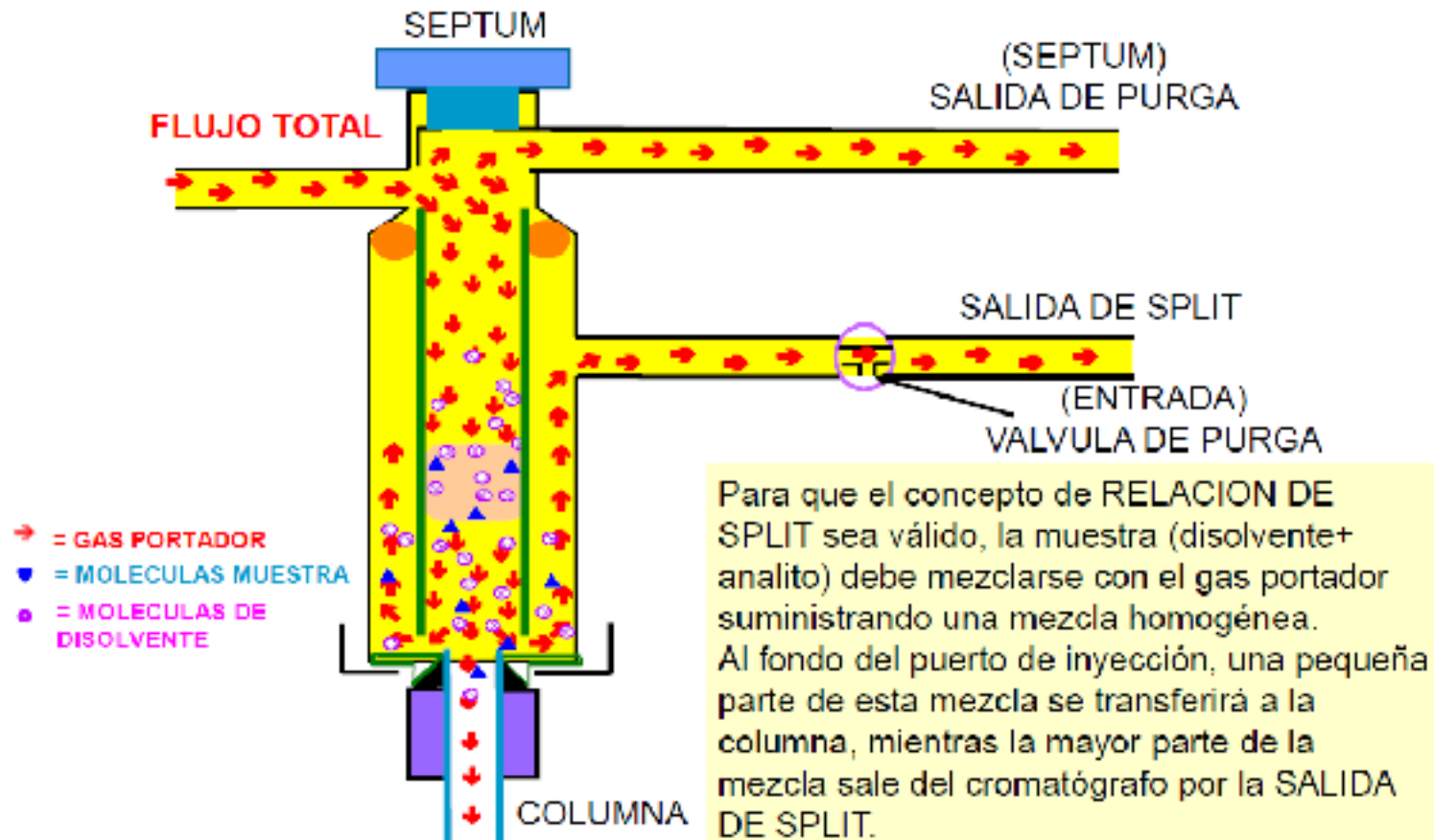
Diagrama de flujo “split”: Vaporización de la muestra



La vaporización tiene lugar al transferirse suficiente energía térmica a la muestra. Esto puede ocurrir en el gas portador, pero es más probable al contacto con una superficie sólida, como el alineador o el medio de mezcla.

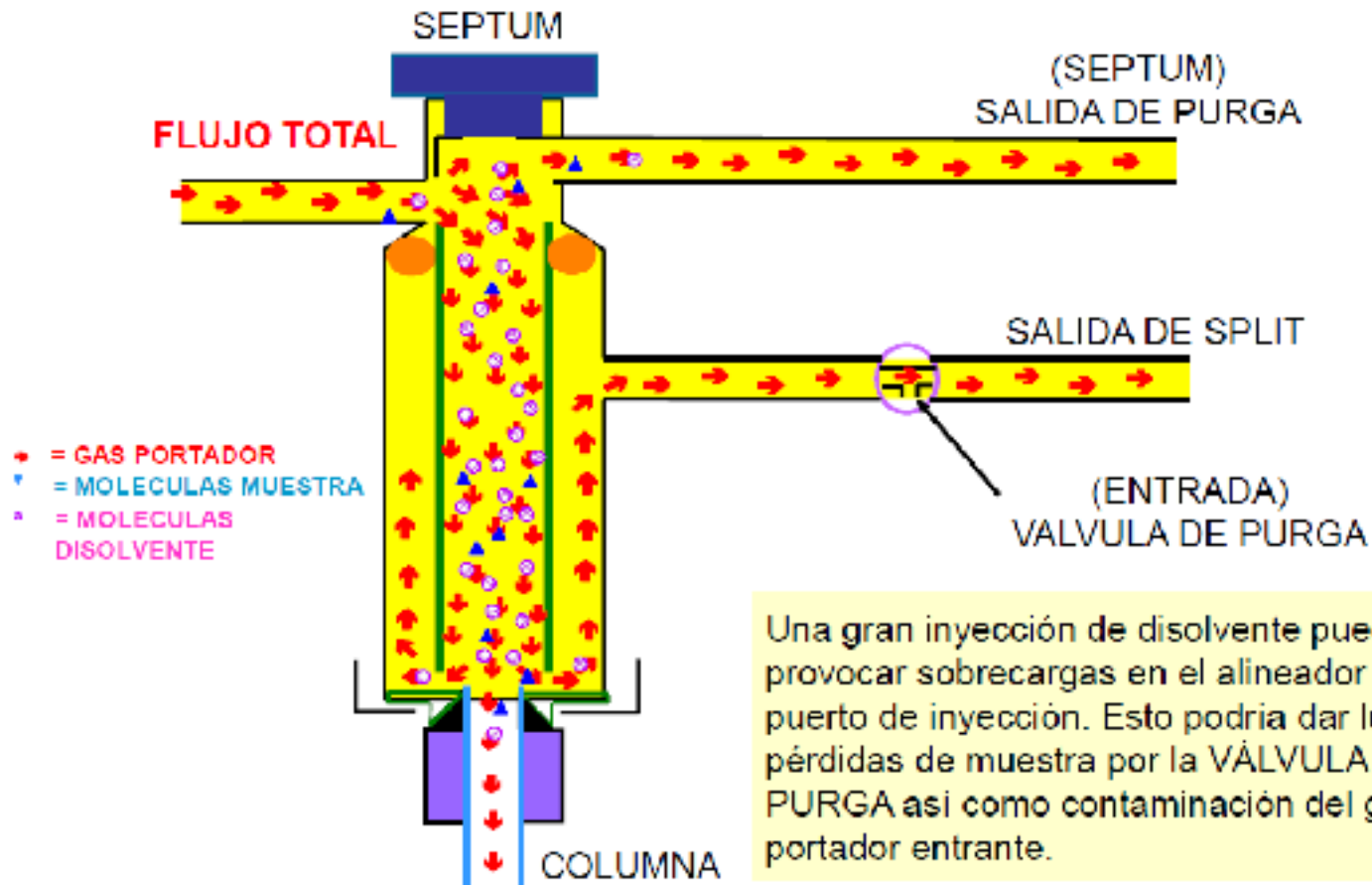
Puerto de inyección

Diagrama de flujo “split”: Mezcla de muestra/gas portador



Puerto de inyección

Diagrama de flujo “split”: Mezcla de muestra/gas portador



Puerto de inyección

Que volumen se puede inyectar?

Volumen del liner normalmente menor de 900 microlitros. Si el volumen de expansión del disolvente excede este volumen tendremos problemas de reproducibilidad.

□ Factor de expansión= $22.4 \times A \times B \times C$

- A= Densidad/ Peso molecular
- B= $k/k+$ Presión en cabeza de columna
- C= (Temperatura del puerto de inyección + 273)/ 273

□ Ejemplo del agua

- 1uL de agua a 250°C, 15 psi
- $FE = 22.4 \times 1/18 \times 15/30 \times 523/273 = 1192$
- Por lo tanto 1 uL de agua se expande a 1,192 ml en esas condiciones.

Puerto de inyección

Factores de expansión

- ▣ Temperatura de inyector = 250 °C
- ▣ Presión en cabeza de columna = 13 psi

SOLVENTE	DENSIDAD	PM	EXPANSION
Isooctano	0,69	114	139:1
Hexano	0,66	86	176:1
Acetato de etilo	0,90	88	235:1
Cloroformo	1,48	119	286:1
Cloruro de metileno	1,33	85	360:1
Metanol	0,79	32	567:1
Agua	1,00	18	1277:1

Puerto de inyección

Modo splitless SSI (Puerto “Split/Splitless”)

- Análisis de trazas
- Practicamente todos los analitos y solvente entran a la columna

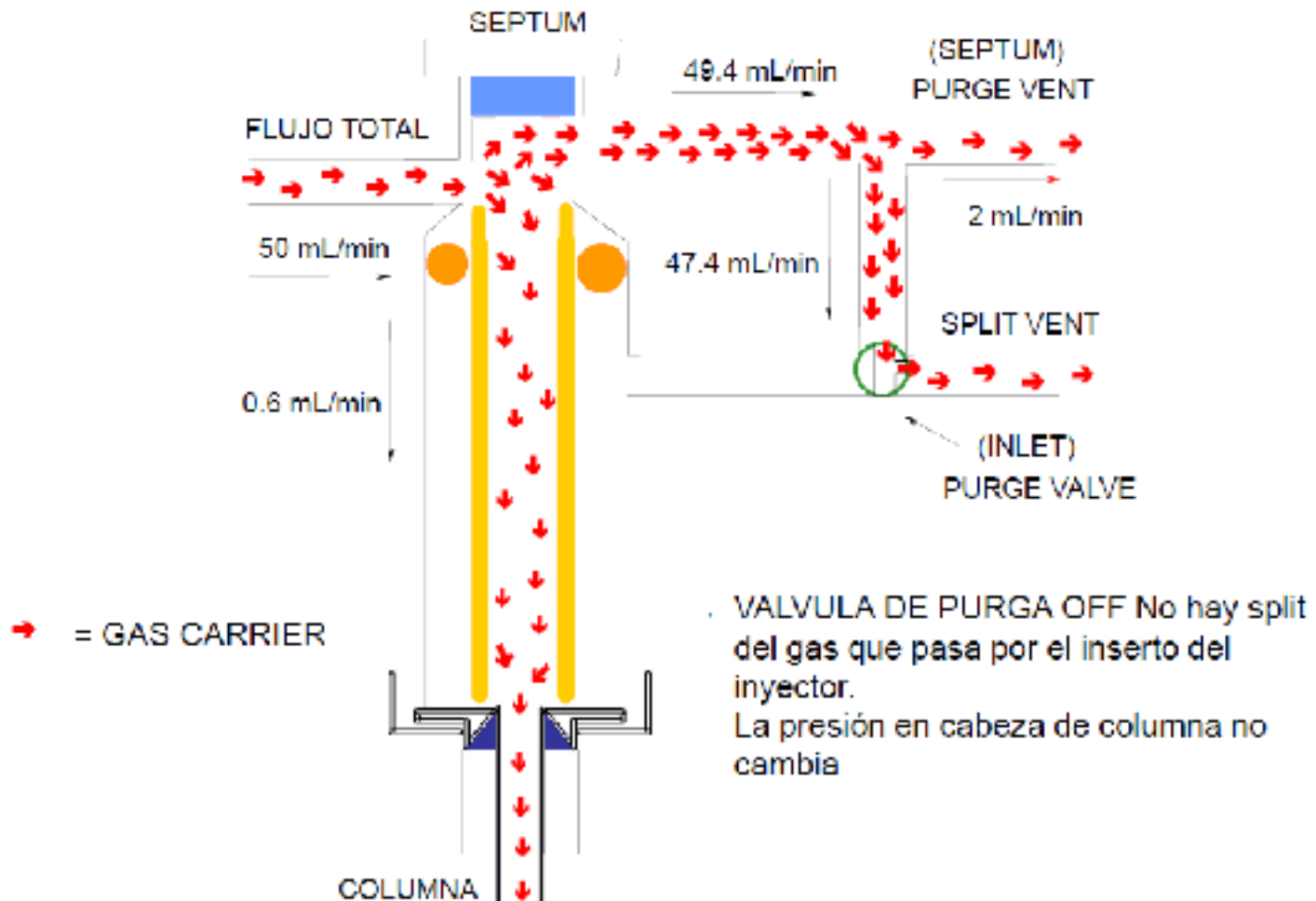
Usos: En general para compuestos a nivel de trazas con concentraciones de 10 ppb a 100 ppm. Ej: Muestras ambientales, biomédicas y sabores

Se utiliza todo el volumen de muestra, y la válvula de split se mantiene cerrada durante un período de tiempo denominado Tiempo de SplitLess, que dura generalmente entre 15 y 60 segundos. Durante este tiempo, el componente mayoritario, el solvente, se evapora y llena en parte el volumen interno del inserto. Este método requiere inyectar la muestra más lentamente que en los métodos split

Puerto de inyección

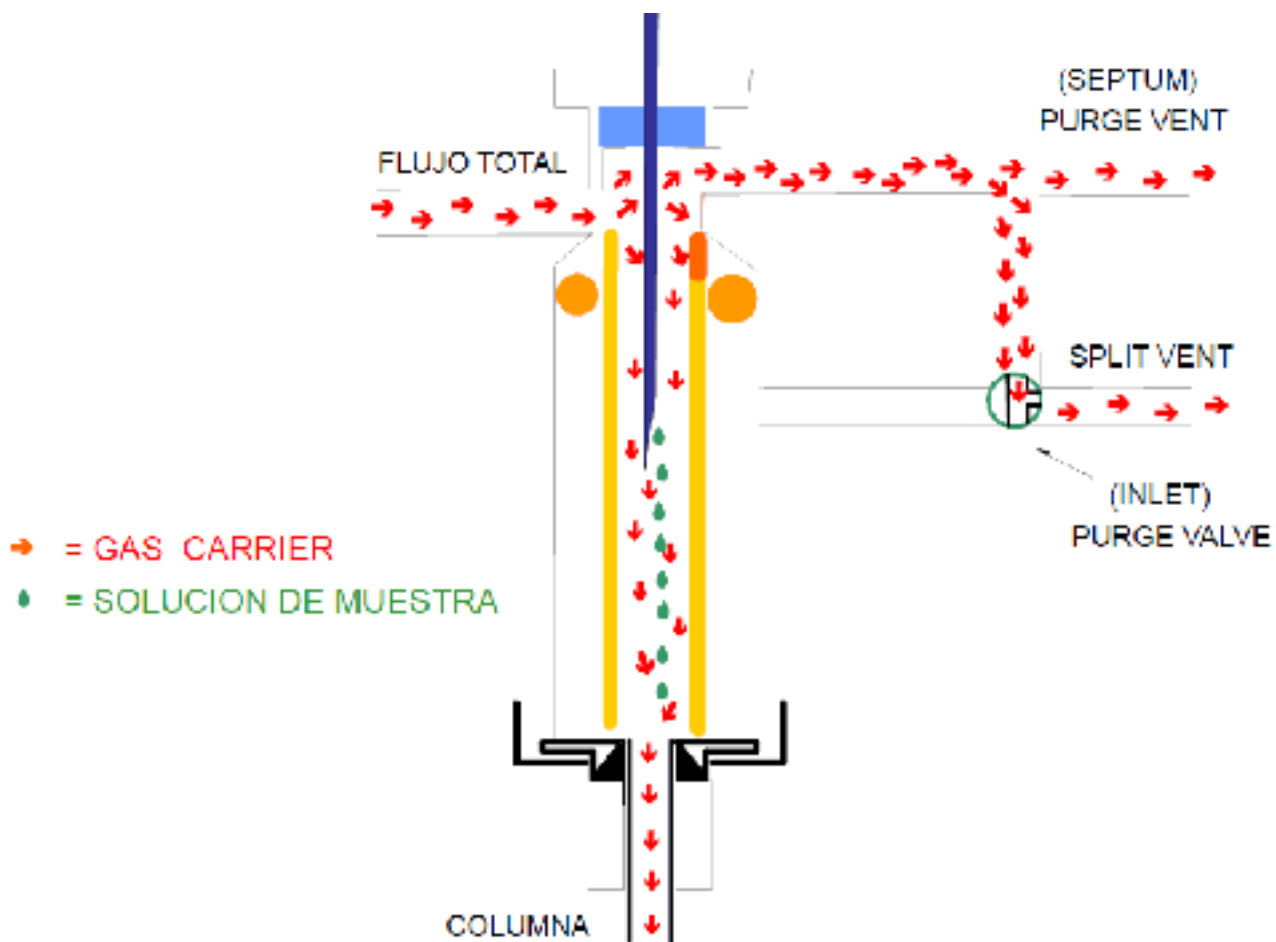
Modo splitless SSI (Puerto “Split/Splitless”)

- Desventajas
 - La temperatura inicial de la columna debe ser compatible con el solvente.
 - El tiempo de vida de la columna puede ser acortado debido a la sobrecarga de la columna.
 - El número de solventes que puede usarse es muy reducido.
 - Es difícil separar los compuestos volátiles de la muestra del solvente



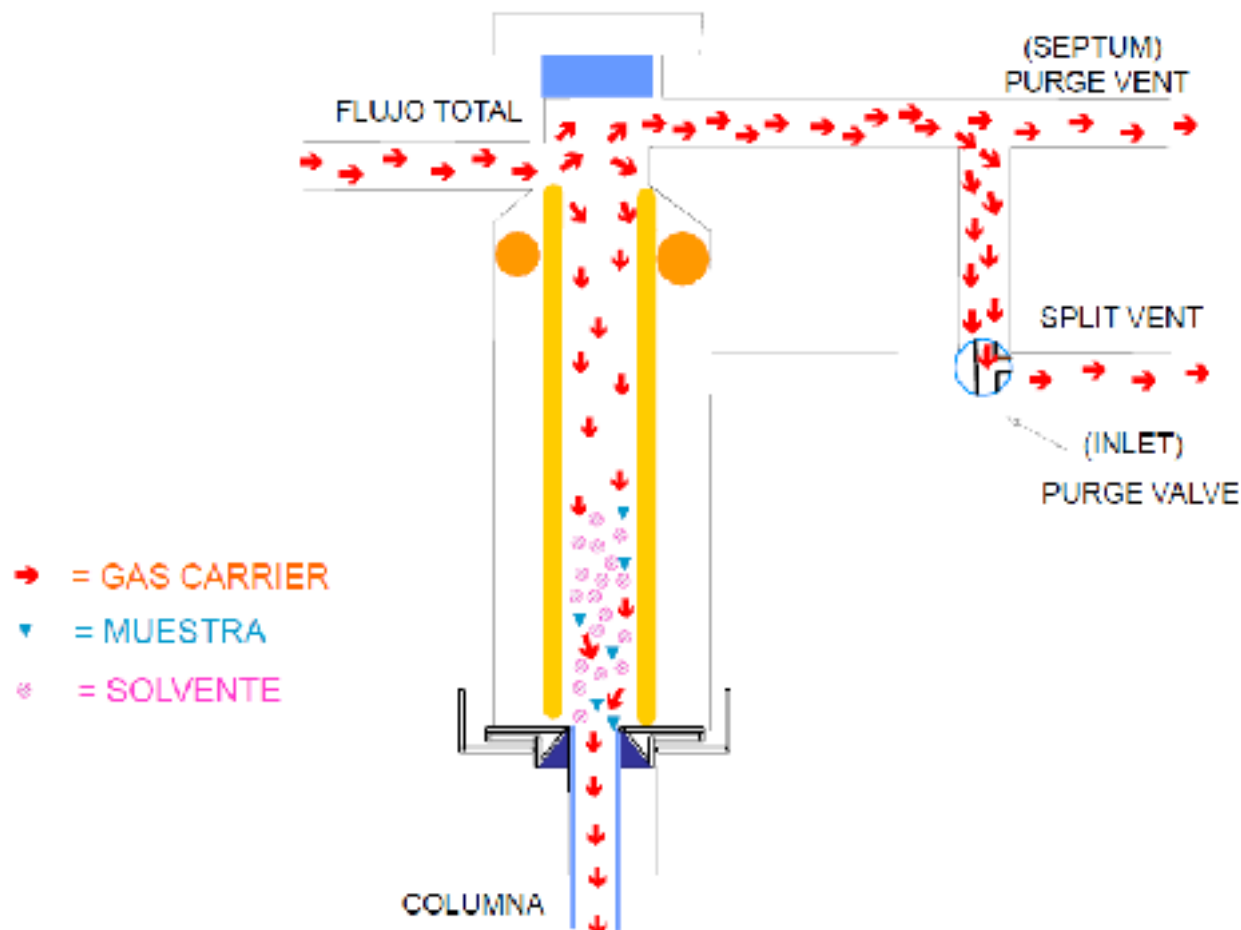
Puerto de inyección

Splitless Inyección de muestra - Purge Off



Puerto de inyección

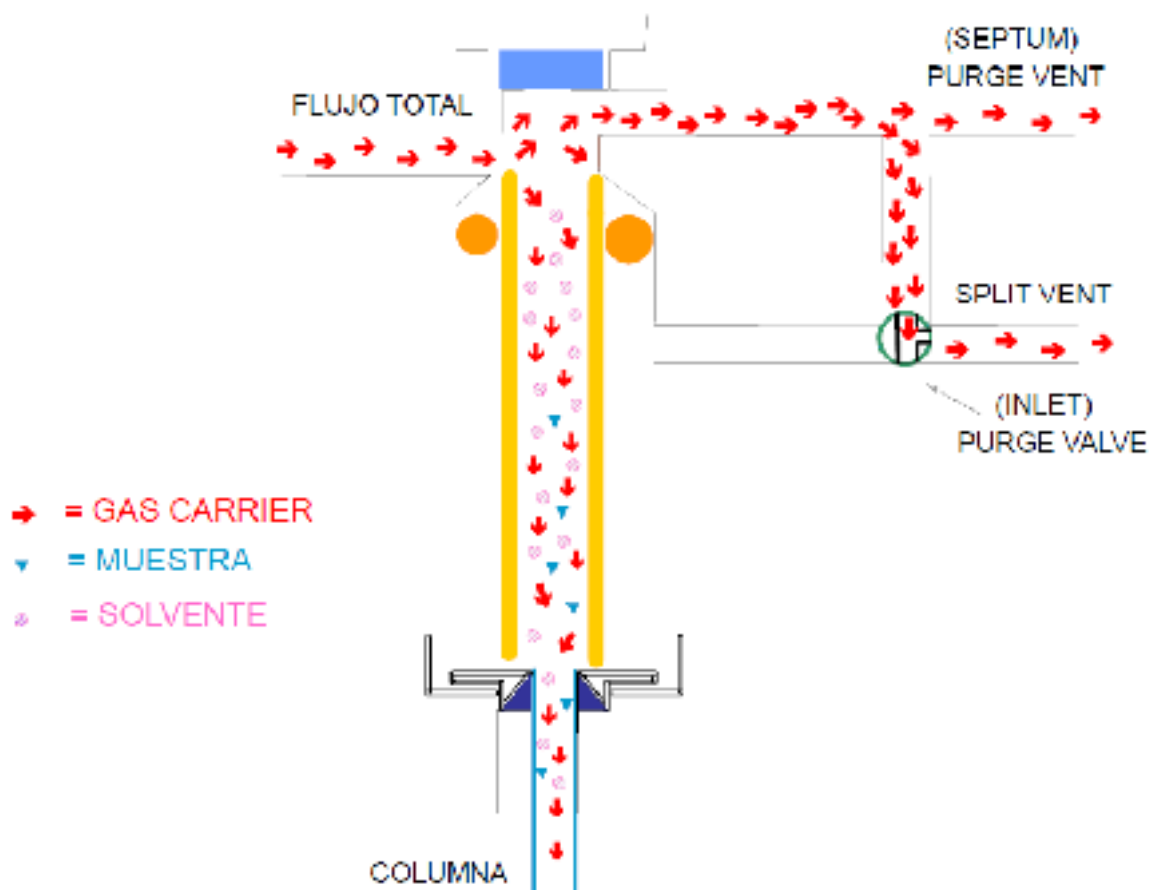
Splitless Vaporización de la muestra - Purge Off



Puerto de inyección

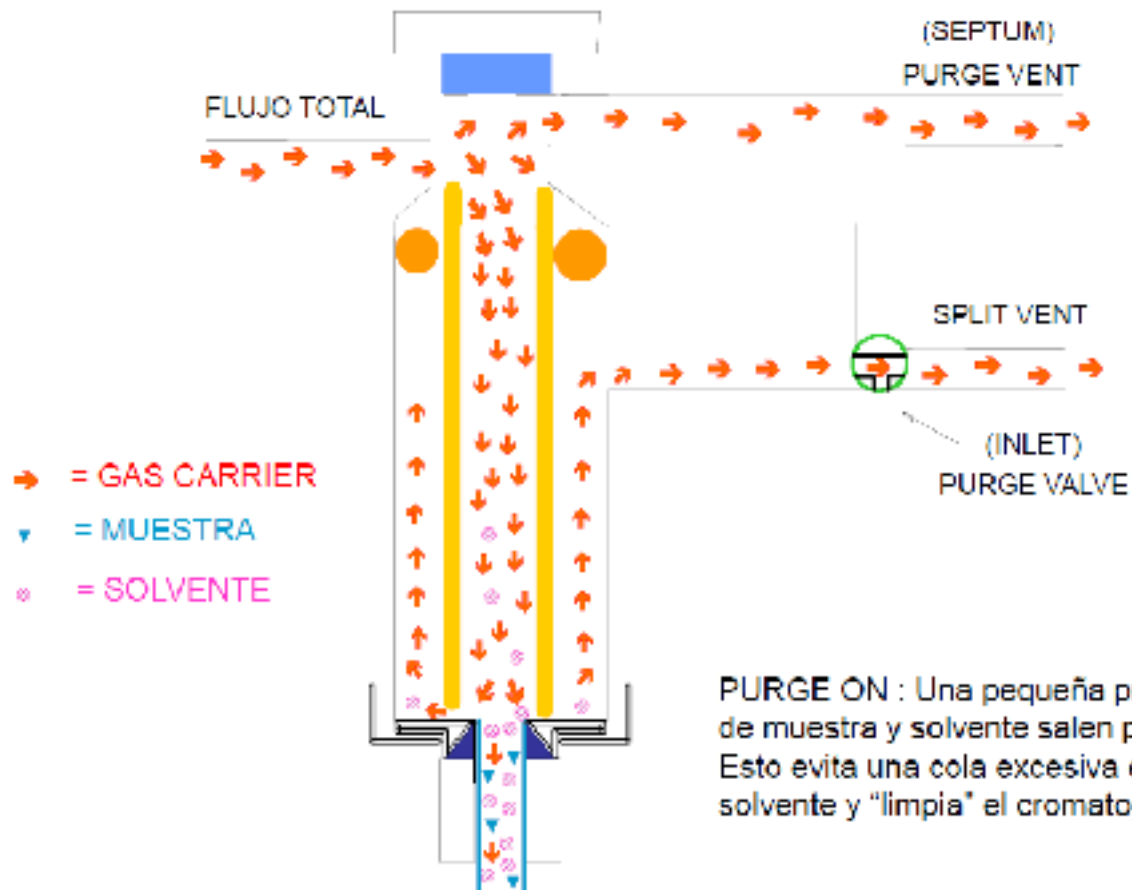
Splitless

Transferencia de muestra a la columna - Purge Off



Puerto de inyección

Splitless Purga On



Puerto de inyección

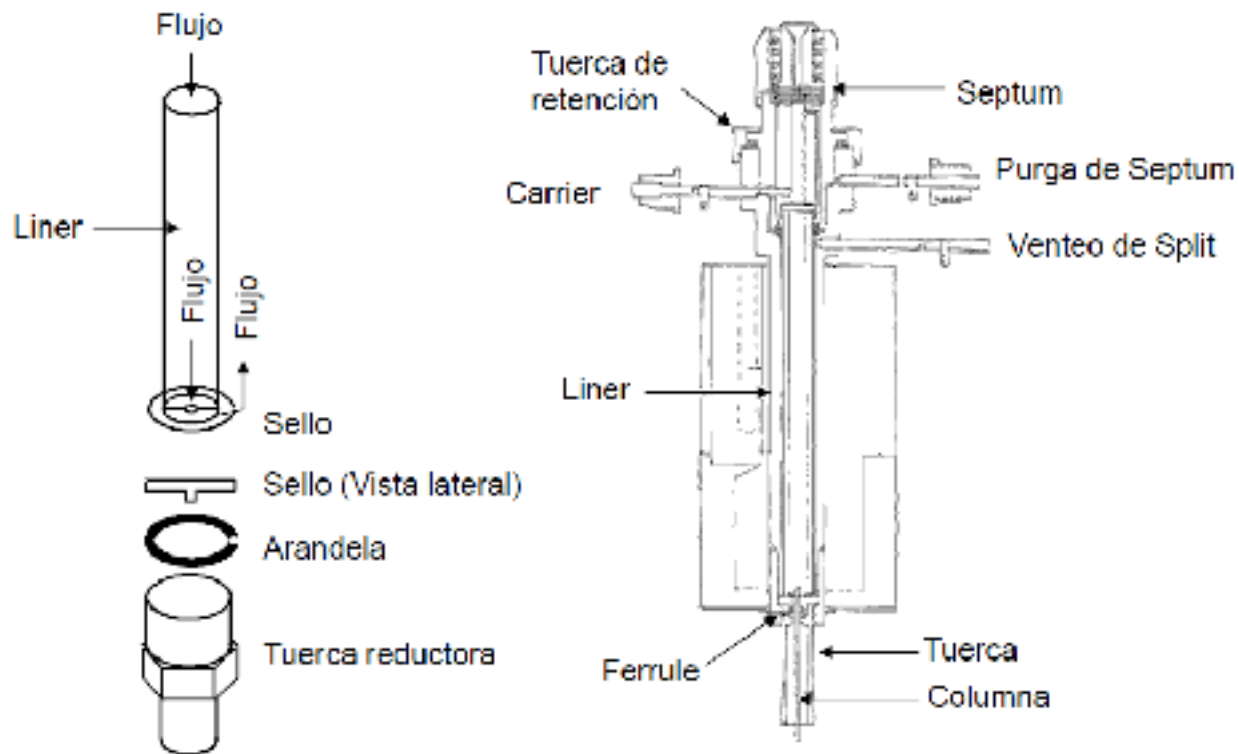
Cuerpo de puerto de inyección

- Girar la lengüeta de bloqueo para acceder al liner y al O-ring. No se requieren llaves.
- No hay que adivinar cuán tenso tiene que estar para prevenir una pérdida ya que tiene la tensión apropiada.
- Se evita ruptura de liners por ajuste desalineado.

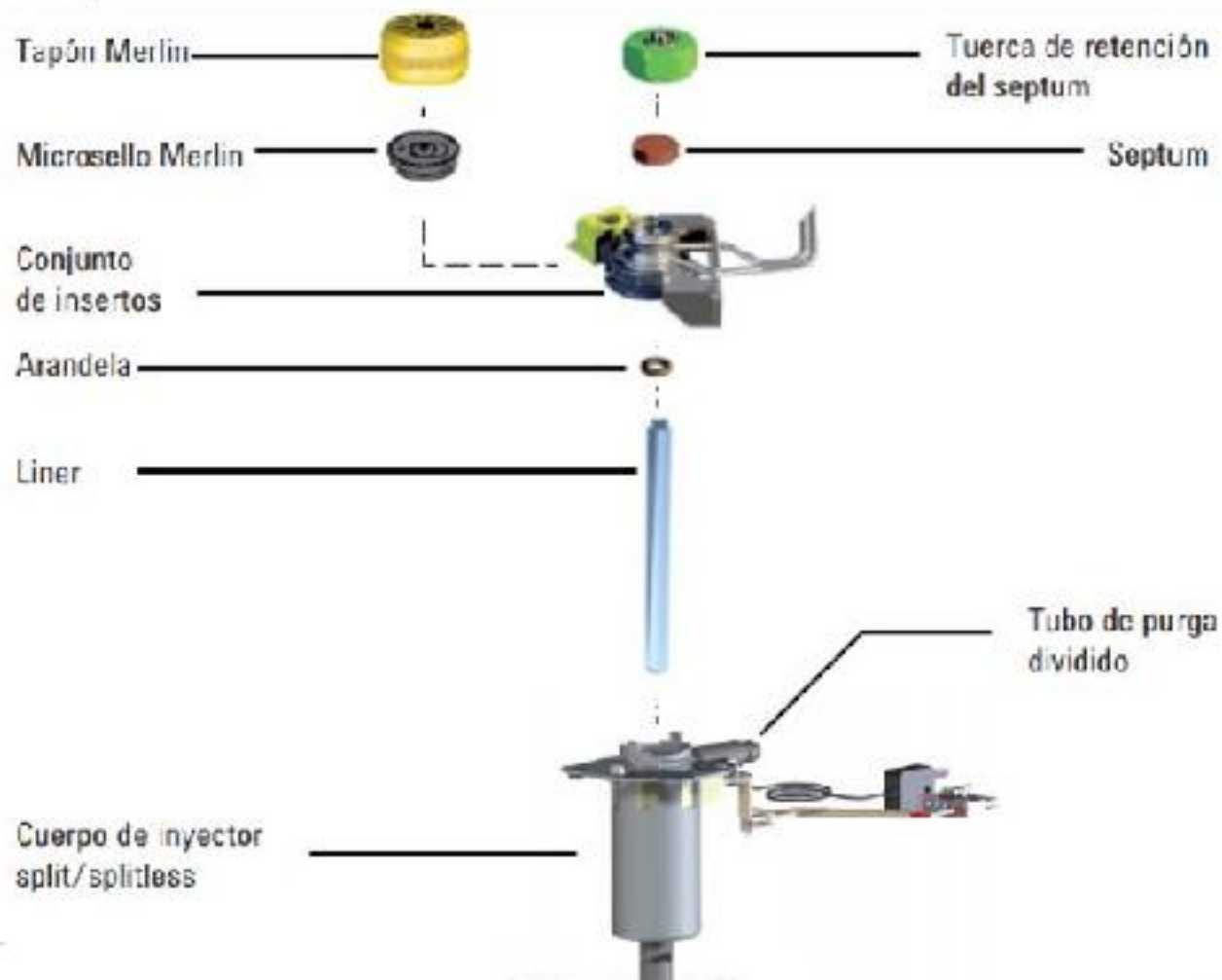


Puerto de inyección

Cuerpo de puerto de inyección



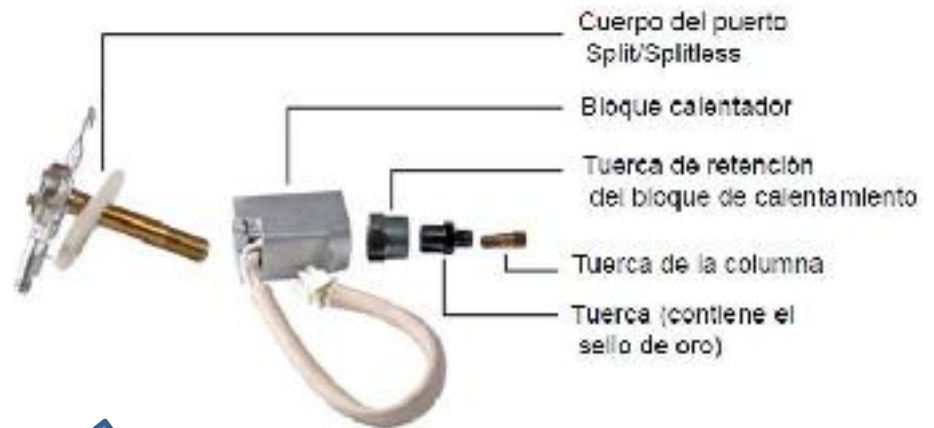
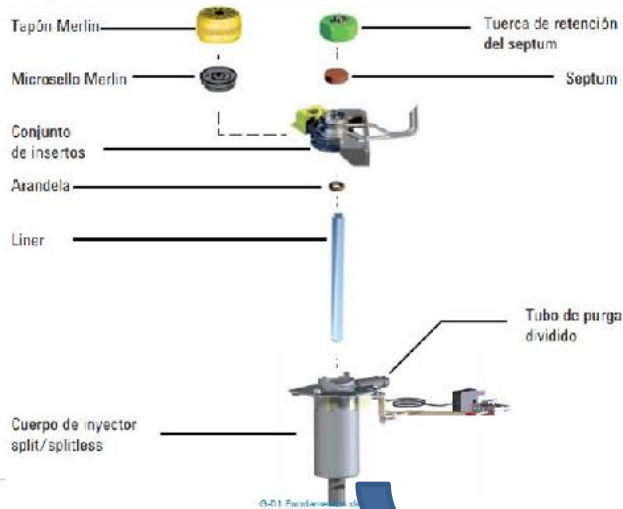
Montaje del SSI



Puerto de inyección

Cuerpo del puerto SS

Montaje del SSI



Puerto de inyección

Septas(o septums) y microsello/tapon merlin



- Análisis a temperaturas altas.
- Bajo sangrado.
- Menor rotura del séptum.
- Envasado en vidrio para mantener su pureza.
- Diámetro de 11-mm.



- Alternativa de mayor duración.
- Diseño tipo "Duckbill".
- Presiones: 3-100 psi.
- Temperaturas: 100-300°C.

El microsello Merlin requiere usar jeringas con agujas tamaño 23 con punta cónica.

Puerto de inyección

Liners



Liners más usados comúnmente

Split Liners



Part number	Use	
5183-4647	General purpose for split, good precision	870 ul
5183-4711	General purpose for split, different packing	870 ul
19251-60540	Older liner, general purpose for split, less precise	990 ul
18740-80910	Older liner, not typically used	
18740-60840	Older liner, not typically used	

Splitless Liners



Part number	Use	
5181-3316	General purpose for splitless, best inertness	900 ul
5062-3587	General purpose for splitless, best for dirty samples	900 ul
5181-3315	General purpose for splitless, restricts back flash	
5181-8818	Older splitless liner, not typically used	260 ul
18740-80200	2mm direct liner for samplers like headspace	140 ul
18740-	1.5mm direct liner, minimal volume	

•Descargar "Solvent Vapor Calculator" del sitio www.chem.agilent.com

Puerto de inyección

Liners - mantenimiento

Síntomas de un liner sucio:

- Picos extraños.
- Picos con colas de los compuestos activos.
- Perdida de compuestos activos
- Perdida de sensibilidad en los picos.

Mejor práctica: mantener un inventario de los liners y cuando ocurre un síntoma de liner sucio, reemplazar septum, liner, o-ring, y recortar 3" a 4" de la columna. Si no corrige el problema limpiar el inlet/injector.

Liners, o-rings, y septas deben manipularse con guantes.



Puerto de inyección

Liners - mantenimiento

Sin desactivar

LIMPIEZA:

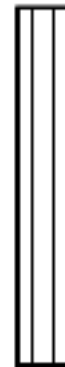
1. QUITAR LA LANA DE VIDRIO
2. SONICAR EN SOLVENTE , ACIDO U OXIDANTE
3. ENJUAGAR Y SECAR
4. REPONER LANA DE VIDRIO DESACTIVADA-SILILADA
5. SECAR

LINERS PARA PESTICIDAS

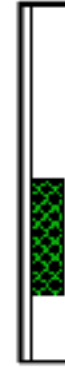
LIMPIEZA:

1. QUITAR LA LANA DE VIDRIO
2. SONICAR EN SOLVENTE
3. SECAR

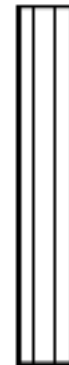
18/40-80220
250 uL



11/251-60540
1000 uL



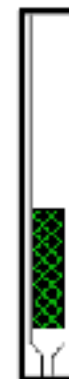
18/40-60840
<1000 uL



5181-8818
200 uL



5101-3010
900 uL



8062-3887
900 uL



6181-3315
800 uL

Plan B: Reemplazar Liner

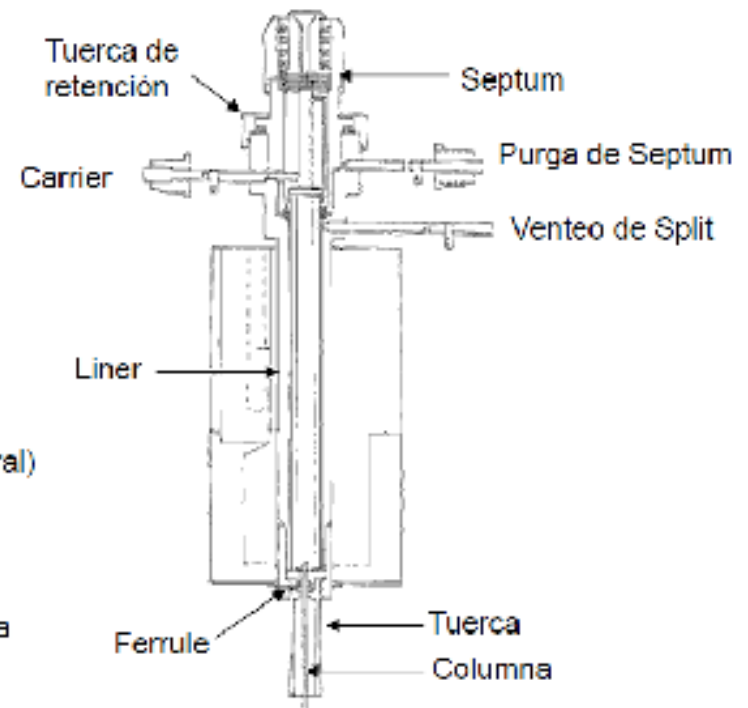
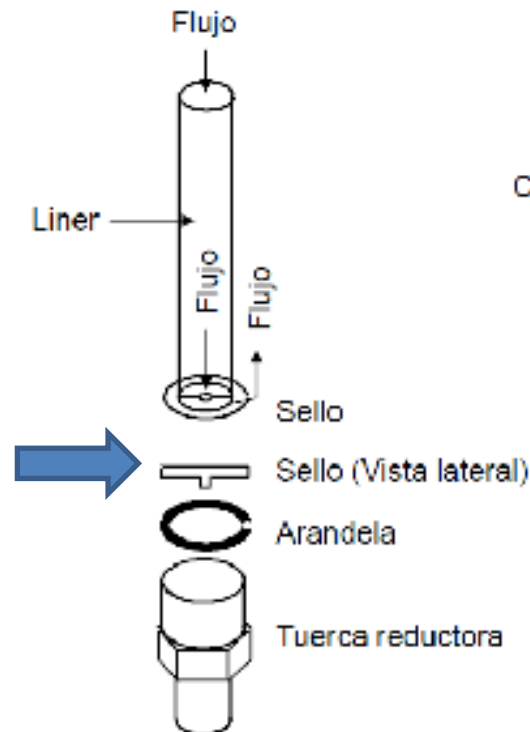
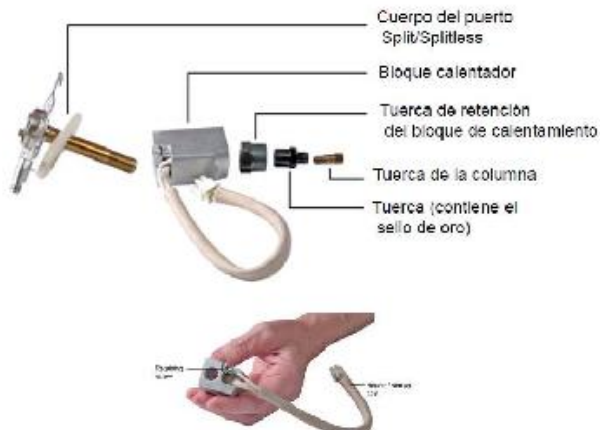
Puerto de inyección

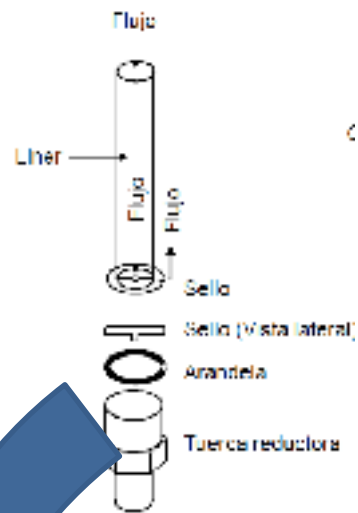
Liners – Lana de vidrio

- La posición y cantidad de lana de vidrio indicadas son típicas. Pueden optimizarse dependiendo de las condiciones analíticas y de la muestra.
 - En algunos casos puede ser mejor aumentar la cantidad de lana de vidrio, por ejemplo cuando se analizan muestras con alto calor específico de vaporización. Al contrario, se disminuirá cuando el analito tenga alta tendencia de adsorberse.
 - En algunos casos puede ser más conveniente no poner lana de vidrio al utilizar splitless o inyección directa (previene adsorción y descomposición)
 - Generalmente, se mejora la reproducibilidad cuando la lana de vidrio está justo debajo de la punta de la aguja
 - Sin embargo, para matrices complejas o absorbentes, la reproducibilidad y la recuperación se puede mejorar colocando la lana de vidrio en la base del inserto
 - Cuando se analiza compuestos de alto punto de ebullición la recuperación se suele mejorar bajando la lana de vidrio unos 10 a 20 mm.
- La lana de vidrio utilizada debe estar desactivada, para prevenir adsorción y descomposición de los analitos en el puerto de inyección.

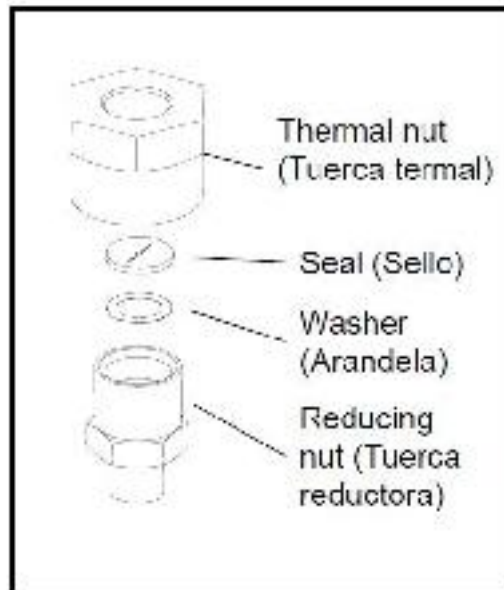
Puerto de inyección

Sello de puerto de inyección





Sellos del SSI



Sello de oro (original)



Sello de oro (cruz)

18740-20885	Sello chapado en oro
5182-9652	Sello chapado en oro (cruz)
18740-20880	Sello de acero inoxidable
5061 - 5869	Arandela



Puerto de inyección

Sello de puerto de inyección

- Sonicar en Solvente
- Limpieza con pulemetales
 - Cuidar de no dejar rastros de pulemetales
- Sonicar en Solventes
 - Para remover restos de abrasivos
- Secar en horno
- Desactivar con solventes no clorados y silanizar
 - HMDS
 - BSTFA
 - BSA
 - TSIM
- Lavar con solventes
 - Primero con solvente aprótico – Tolueno
 - Segundo lavado con alcohol – Metanol
- Secar en horno



MANTENIMIENTO

Puerto de inyección

Thermo Fisher Scientific

Buscar

Busque por número de catálogo, nombre del producto, palabra clave, aplicación

Contáctenos Orden rápido Iniciar sesión

Inicie > Comprando todos los productos > Consumibles de cromatografía > Reactivos de cromatografía y espectrometría de masas > Reactivos de siliación > HMDS (Hexametildisilazano)

Thermo Scientific™

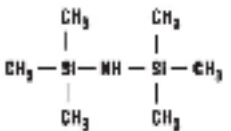
HMDS (Hexametildisilazano)

Número de catálogo: TS-84769

Aplicaciones relacionadas: [Chromatography](#)

Have Questions? [Contacto](#)

El HMDS (hexametildisilazano) Thermo Scientific™ amplía perfectamente el rango práctico de GC, con lo que mejora los resultados cromatográficos en la siliación de azúcares y sustancias relacionadas.



HMDS
MW 161.4
bp 128°C
n_D²⁰ 1.4071

- HMDS
- BSTFA
- BSA
- TSIM

-Lavar con solventes

- Primero con solvente aprótico – Tolueno
- Segundo lavado con alcohol – Metanol

-Secar en horno

Puerto de inyección



Inicio > [Comprar todos los productos](#) > [Cromatografía de gases](#) > [Reactivos de cromatografía de gases](#) > [Reactivos de derivatización](#) > [Reactivos de derivatización GC/MS](#)



Thermo Scientific™

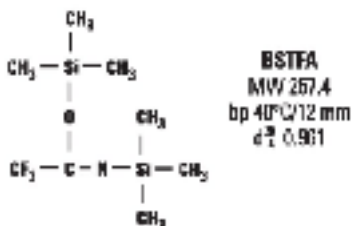
Reactivo de sililación BSTFA

Número de catálogo: 1 S-38830

Aplicaciones relacionadas: [Chromatography](#)

Have Questions? [Contacto](#)

Mejora el análisis de cromatografía de gases (GC) con el reactivo de sililación BSTFA Thermo Scientific™. Los derivados de gran inestabilidad mono(trimetilsilo)trifluoroacetamida (BSTFA) y trifluoroacetamida se eluyen con el frente del disolvente para garantizar unas excelentes separaciones cromatográficas. Este reactivo de sililación reacciona con una amplia gama de compuestos polares y resulta especialmente idóneo para los análisis de GC de algunos derivados trimetilsilo (TMS) de aminoácidos y trimetilsilo de ácidos del ciclo de Krebs con bajo punto de ebullición.



- HMDS

- BSTFA
- BSA
- TSIM

-Lavar con solventes

- Primero con solvente aprótico – Tolueno
- Segundo lavado con alcohol – Metanol

-Secar en horno

Puerto de inyección

Problemas en el puerto de inyección

- Muestra no-Representativa (Discriminación).
 - Temperatura Incorrecta.
 - Bloqueo (acumulación de muestras no volatilizadas en el sello)
 - Contaminación.
 - Fugas.
- 
- Descomposición
 - No Volatilización
 - Reacciones

Detección de fugas

- Detector electrónico de fugas.
- Test de presión.
- Cambios Cromatográficos (comparar corrimientos en los tiempos de retención y en las cuentas de las áreas).

Puerto de inyección

Mantenimiento del puerto de inyección

- Limpiar o reemplazar el sello y su arandela.
- Cambiar septum.
- Usar la temperatura más baja posible.
- Purgar con flujo.
- Reemplazar O-rings.
- Lavar o reemplazar liners.
- Limpiar o reemplazar jeringas.

Introducción de muestras

Tipos

- Inyección Manual
- Muestreador Automático (ALS)
- Muestreador Headspace (HS)
- Microextracción en Fase Sólida (SPME)

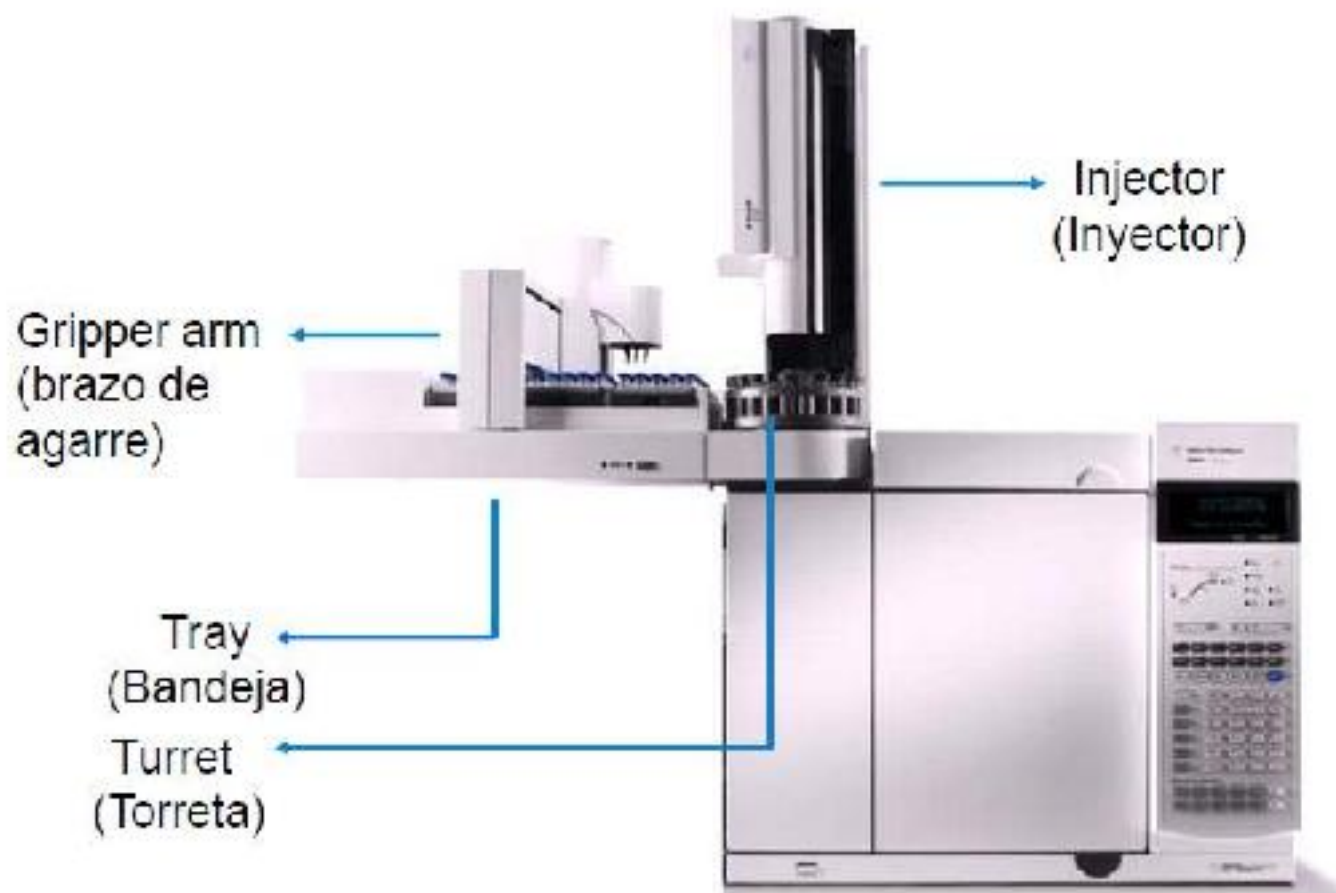
Introducción de muestras

Vista frontal de un GC



Introducción de muestras

Inyector Automático Líquido del Agilent 7693A



Introducción de muestras



SHIMADZU

Excellence in Science

Introducción de muestras



ThermoFisher
S C I E N T I F I C

Introducción de muestras

Agilent 7693A: Sistema de Muestreo Automático de Líquidos



Agilent

Authorized
Distributor



**Torre Inyectora con 16
posiciones para Viales
de 2 mL**



**Bandeja con 150
posiciones para Viales de 2mL**

Bandejas de viales (Racks)



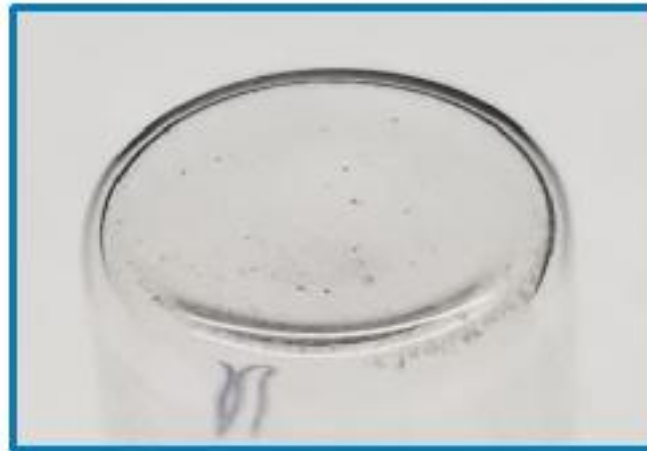
Introducción de muestras

Viales de lavado de aguja



Limpiar frecuentemente o reemplazar viales de lavado
Las trazas de muestras anteriores se pueden acumular a lo largo del tiempo.

- No rellenar o “llevar a nivel” el vial.
- Se debe vaciar, limpiarlo y luego reemplazar el solvente
- Usar un hisopo sin pelusas para quitar partículas de la superficie del vidrio.



Fondo de un vial de lavado contaminado



Solvente de lavado contaminado

Viales de lavado

- Las tapas de **difusión** son importantes
 - Disminuye la **difusión** del solvente volátil
 - Es una buena alternativa al septum, el cual podría convertirse en un núcleo y luego contaminar el solvente de lavado → picos de sangrado del septum



5182-0551, 4 mL wash vials with fill markings and caps 25/pk
07673-40180, Diffusion inserts with black open top screw caps 12/pk



Iones comunes de
moléculas de siloxano:

73

147

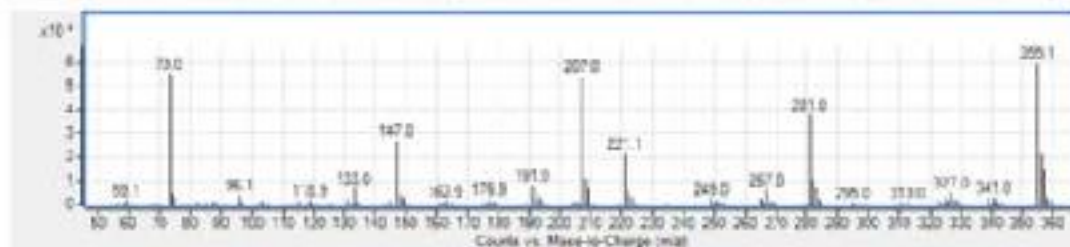
207

281

355

La contaminación del septum en los viales de lavado o en el liner pueden diagnosticarse buscando polímeros de siloxano en el cromatograma de ión total. Cada pico dentro del cromatograma corresponde a una molécula de siloxanociclado (estructura de anillo). Estos fragmentos de moléculas tienen patrones muy similares.

Ejemplo de un espectro:



Introducción de muestras

Viales de lavado de aguja - Solventes

Idealmente, el uso de 4 lavados con volumen máximo(80%), reduce el *carryover* en 1 parte en 10.000



	PreInj	PostInj	Volume (µl)
Solvent A Washes:	4	4	Max
Solvent B Washes:	0	0	Max
Sample Washes:	1		Max
Sample Pumps:	3		

Introducción de muestras

Headspace

1-La muestra en vial cerrado se calienta en baño a temperatura constante hasta alcanzar el equilibrio.

2-Un alícuota del gas en el headspace se toma con jeringa de gases o un sistema automático de muestreo de jeringa y válvula de gases.

3-La muestra es inyectada o transferida al GC



Introducción de muestras

Consideraciones sobre headspace

Útil para analizar volátiles en:

- Muestras contaminantes para el GC.
- Muestras sólidas (barros ,film, etc.)
- Muestras con compuestos de alto punto de ebullición y no son de interés.
- Muestras con alto contenido de agua.

Viales de Headspace

Utilice viales color ámbar en las muestras que son sensibles a la luz

- Compruebe la compatibilidad de los viales con su inyector de HS
- Mantenga el tamaño del vial en el método y secuencia
- Evite re-utilizar viales
- Recuerde que el vial se expondrá al calor, por lo que siempre utilice tinta resistente al calor

Introducción de muestras

HeadSpace - Algunas aplicaciones

JOURNAL ARTICLE

Determination of Methanol in Cosmetics by Headspace and Multidimensional Gas Chromatography with Mass Spectrometric Detection

Xionghai Yi , Dehua Guo, Xiaojun Deng, Bo Li, Xiang Fan, Jian Zhu

Journal of AOAC INTERNATIONAL, Volume 94, Issue 2, 1 March 2011, Pages 655–659,

<https://doi.org/10.1093/jaoac/94.2.655>

Published: 27 November 2019 [Article history](#) ▼

Método EPA

METHOD 5021A

VOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN VARIOUS SAMPLE MATRICES
USING EQUILIBRIUM HEADSPACE ANALYSIS

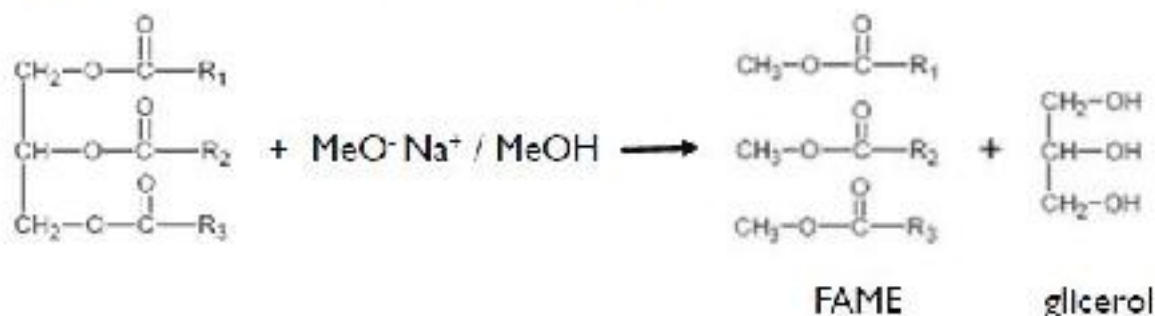
Acetona
Benceno
Cloroformo
Dibromo metano
Etanol
Isopropanol
otros...

BIODIESEL

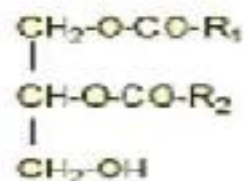
■ Metanol en Biodiesel – EN14110

- EN 14110 requires a headspace GC method, based on either polar or non-polar columns, and is applicable for a concentration range from 0.01% m/m to 0.5% m/m of methanol

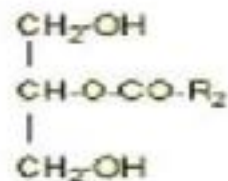
■ Mono-, di-, trigliceridos – EN14105



intermedios
(reacción incompleta):



diglicérido



monoglicérido



Introducción de muestras

Consideraciones sobre headspace

Crimpadora Manual

Se envía junto con cada muestreador
Headspace 7697^a

Con una presión lenta y constante, apriete
los mangos hasta llegar al tornillo de ajuste,
para así sellar el vial.

Use la perilla de ajuste
ajustándola/desajustándola para que la
crimpadora funcione correctamente



Introducción de muestras

Consideraciones sobre headspace

Ajustar con Crimpadora manual



Demasiado suelta
(gira fácilmente)

Óptima
(difícil de girar)

Un poco sobreajustada
(no gira)

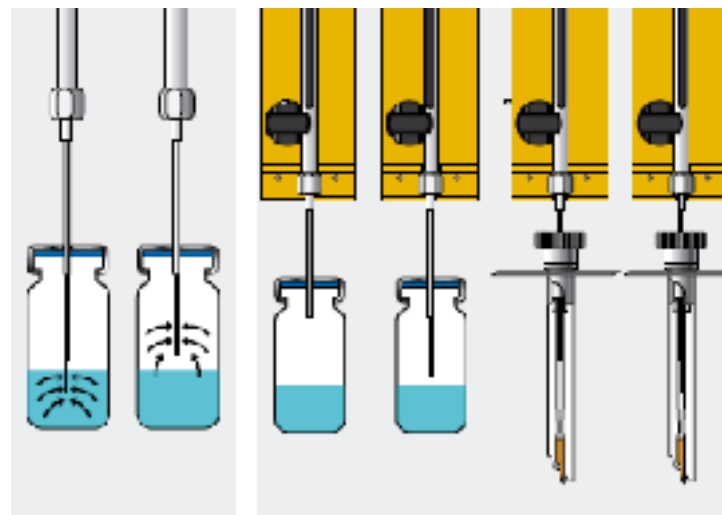
Demasiado sobreajustada
(no gira)

- Crimpadora manual de Agilent 20mm (5040-4869) con tapas de aluminio
- Ajuste de la crimpadora. Gire completamente a la derecha, vuelva X vueltas a la izquierda
- Poco ajustado – Compresión insuficiente, va a haber pérdida
- Muy ajustado – Se deforma la tapa de aluminio en la parte superior/lateral, abultamiento del septum
- En este experimento, el ajuste óptimo fue de 4 vueltas a la izquierda



Introducción de muestras

Microextracción en Fase Sólida (SPME)



Introducción de muestras

Muestreador Headspace SPME

- Fibra de sílice fundida recubierta en su superficie por una fase estacionaria polimérica, no volátil.
- La aguja penetra el septum del vial, para exponer la fase estacionaria de la fibra a los volátiles del headspace, o sumergirla en la muestra líquida para extraer los no-volátiles.
- Los compuestos volátiles de la muestra son particionados en la fase estacionaria de la fibra.
- La fibra se retira del vial.
- La fibra es transportada al puerto de inyección, donde la septa es perforada por la aguja.
- La fibra es expuesta en el puerto calefaccionado del CG.
- Los compuestos volátiles son liberados por desorción térmica.

