

Laboratorio 1: Operación de un cromatógrafo de Gases

Introducción

La cromatografía de gases es una metodología que permite separar e identificar compuestos en una mezcla. En esta técnica, los analitos en estado gaseoso, son acarreados por un gas portador (fase móvil) a través de una columna para finalmente ser analizados en el detector.

La separación se logra, principalmente, por el programa de temperatura del horno y las interacciones entre los analitos de la mezcla con el relleno de la columna (fase estacionaria). Para estudiar tales fundamentos se propone evaluar el efecto de diferentes programas de temperatura sobre la separación de los analitos en una mezcla.

Objetivos

- Conocer la configuración de un cromatógrafo de gases
- Confeccionar métodos de corrida discutiendo todos los parámetros de relevancia.
- Analizar una mezcla siguiendo un método de referencia
- Identificar analitos individuales en la mezcla
- Realizar modificaciones en el método de referencia y evaluar cómo repercuten dichos cambios sobre los parámetros cromatográficos de los analitos.

Procedimiento:

Equipamiento:

Equipo: Cromatógrafo de gases Shimadzu 2010 con detector FID, Columna: Rtx-WAX 30m x 0.25 mm 1- μ m film

Configuración:

Gas Carrier: N₂, flujo 15 mL/min

Gas de Makeup: N₂, flujo 40 mL/min

Inyector:

T_{iny}: 225 °C

Modo: Split

Relación de Split: 1/50

Temperatura del horno

T_{inicial}: 45 °C, mantener 4 min;

Gradiente: 45 a 220 °C, incremento 12 °C/min

T_{final}: 220 °C, mantener 3 min

Detector:

T_{det}: 250 °C

Soluciones:

Estándar BTEX en dicloro metano 25uL/5mL

Estándar individual de Etilbenceno en diclorometano 25 uL/5mL

Desarrollo:

Configurar el método cromatográfico.

Correr el estándar BTEX

Correr el estándar de Etilbenceno

Evaluar los parámetros cromatográficos de los analitos en el cromatograma

Proponer modificaciones es en el método para mejorar los parámetros cromatográficos de los picos en la mezcla.

Métodos de referencia

- Método Normalizado 6210 “Compuestos Orgánicos Aromáticos Volátiles”. Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales 17º Ed. Ediciones Díaz de Santos, S. A., 1992
- EPA method 8015b, revision 2 – 1996 “Nonhalogenated organics using GC/FID”.