

Laboratorio 5: Preparación de muestras para GC

Introducción

La preparación de muestras para la determinación de analitos por cromatografía gaseosa requiere de dos etapas. La primera es la extracción del/ de los compuesto/s de interés desde la matriz en la que se desea identificarlo/s y cuantificarlo/s. La segunda etapa es el tratamiento de la muestra o *clean-up* en donde se remueven los compuestos que pueden causar interferencias en la determinación. Finalmente se realiza la inyección en el cromatógrafo gaseoso para su análisis.

La cromatografía de gases requiere que la muestra esté disuelta este en un solvente volátil y seco, dentro de los más comúnmente empleados se pueden mencionar el hexano, diclorometano e isooctano.

Objetivos

- Discutir el procedimiento análisis
- Preparar los requerimientos del protocolo
- Ensayar el procedimiento de preparación de muestras
- Analizar los cromatogramas y evaluar los resultados alcanzados

Materiales y métodos

Equipos:

- 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}: 200 °C

Modo: 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}: 340 °C

- Balanza
- Campana de extracción

Materiales

- Matraces
- Probetas
- Ampollas de decantación
- Tubos de ensayo

Reactivos

- Benceno
- Tolueno
- Etilbenceno
- Xilenos
- Diclorometano

Procedimiento

Preparación de soluciones:

Estándar BTEX, en un matraz de 5 mL agregar 25uL de benceno, tolueno, etilebenceno y xilenos. Enrasar a volumen con diclorometano.

Soluciones de calibrado, realizar las siguientes diluciones del estándar BTEX: 0,50; 0,37; 0,25; 0,13; 0,06 en diclorometano.

Preparación de la muestra

- Homogeneizar la muestra. Filtrar en el caso de que exista material particulado
- Medir 50 mL y transferir a una ampolla de decantación
- Agregar 1,5 mL de dicloro metano
- Agitar vigorosamente
- Dejar decantar y separar la fase inferior
- Repetir el procedimiento y juntar las fracciones colectadas
- Inyectar en el sistema cromatográfica 1 mL

Análisis de resultados

Calibrado por estándar externo:

Realizar la curva de calibrado a partir de las soluciones preparadas. Identificar los compuestos en la muestra por comparación de los tiempos de retención de los picos con los picos de los cromatogramas estándar.

Si la respuesta supera para un pico el intervalo de trabajo del sistema, dilúyase el extracto y vuélvase a analizar

Análisis de muestras con adiciones conocidas:

Sobre una matriz blanco, realizar adiciones conocidas de los analitos buscados y comparar las recuperaciones porcentuales de cada compuesto

Bibliografía

- 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
- Método Normalizado 6420B “Método de extracción líquido-líquido con cromatografía de gases”. Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales 17º Ed. Ediciones Díaz de Santos, S. A., 1992
- 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”. Métodos normalizados de análisis de agua