



## Trabajo Práctico N° 10

# Análisis cuantitativo por Cromatografía Gaseosa

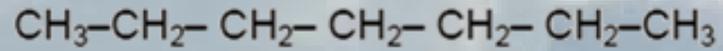
Química Analítica Instrumental  
Facultad de Ciencias Exactas UNLP  
Mayo 2021

Bioq. Christian Byrne

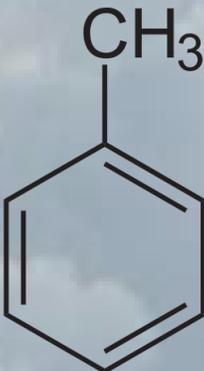
El objetivo de este TP es analizar en forma cuantitativa por CG una muestra que contiene sólo tres líquidos volátiles: benceno, n-heptano y tolueno



benceno



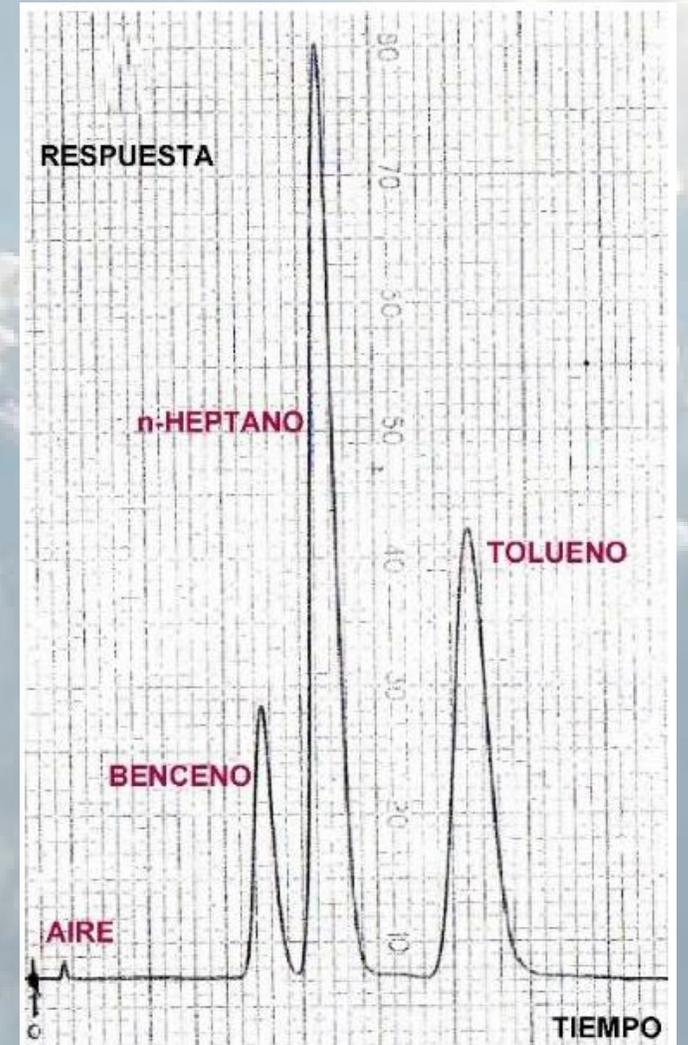
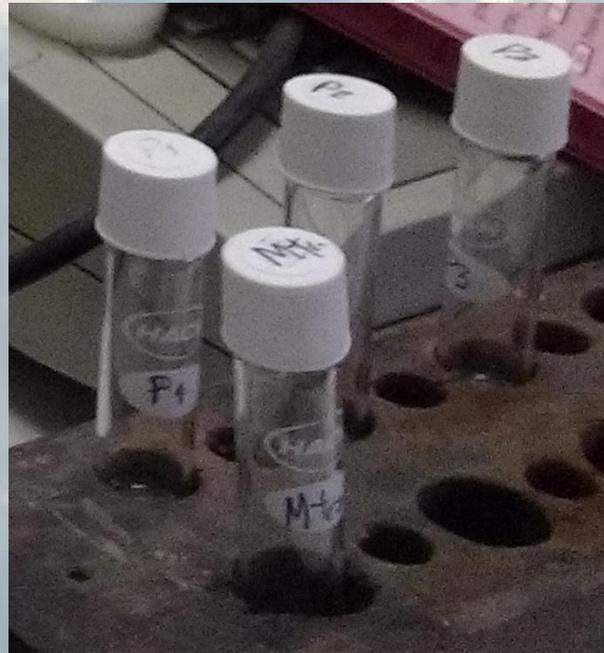
n-heptano



tolueno

➤ separar

➤ cuantificar



El equipo que vamos a utilizar es un cromatógrafo gaseoso GOW-MAC serie 150

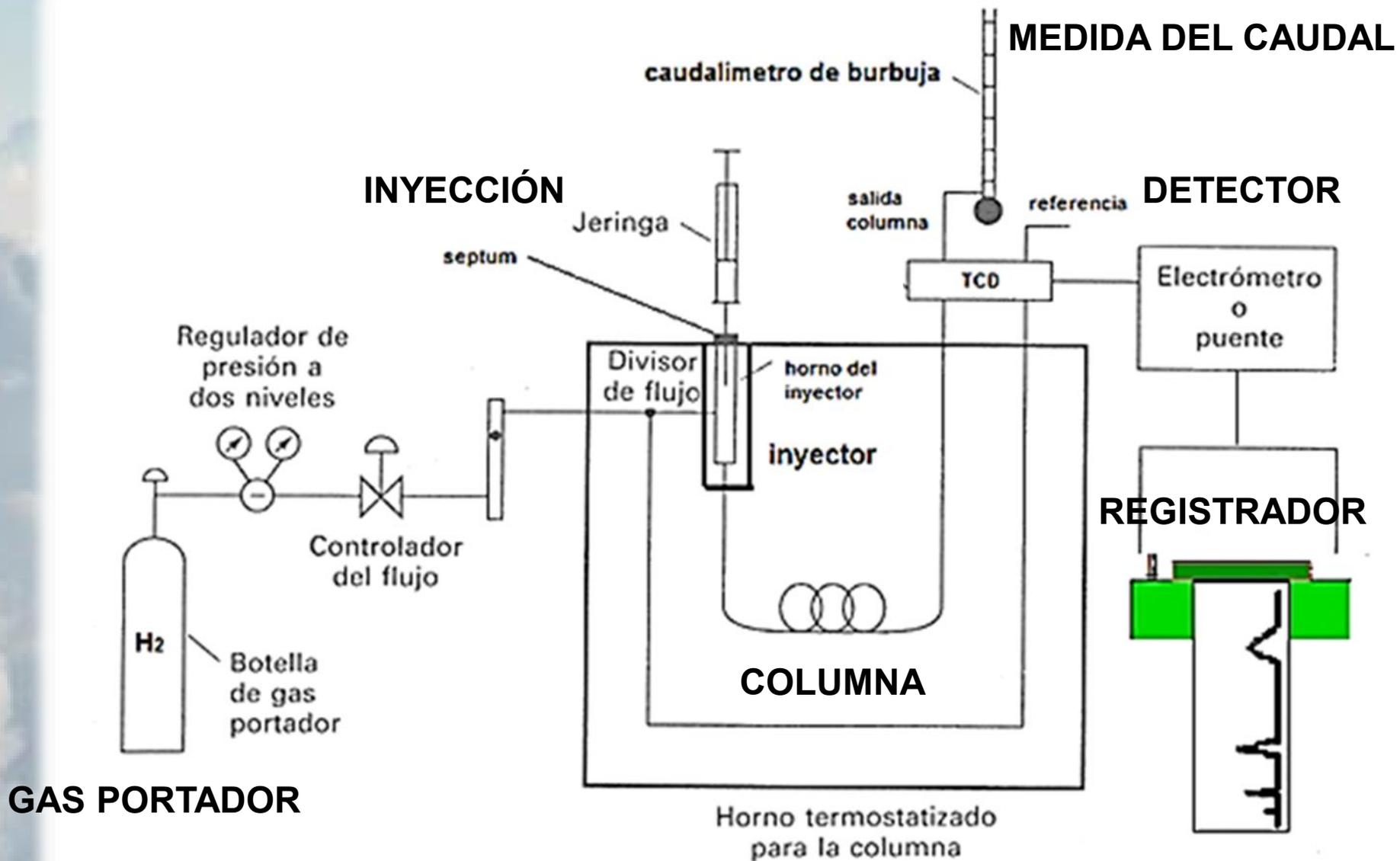


serie 350



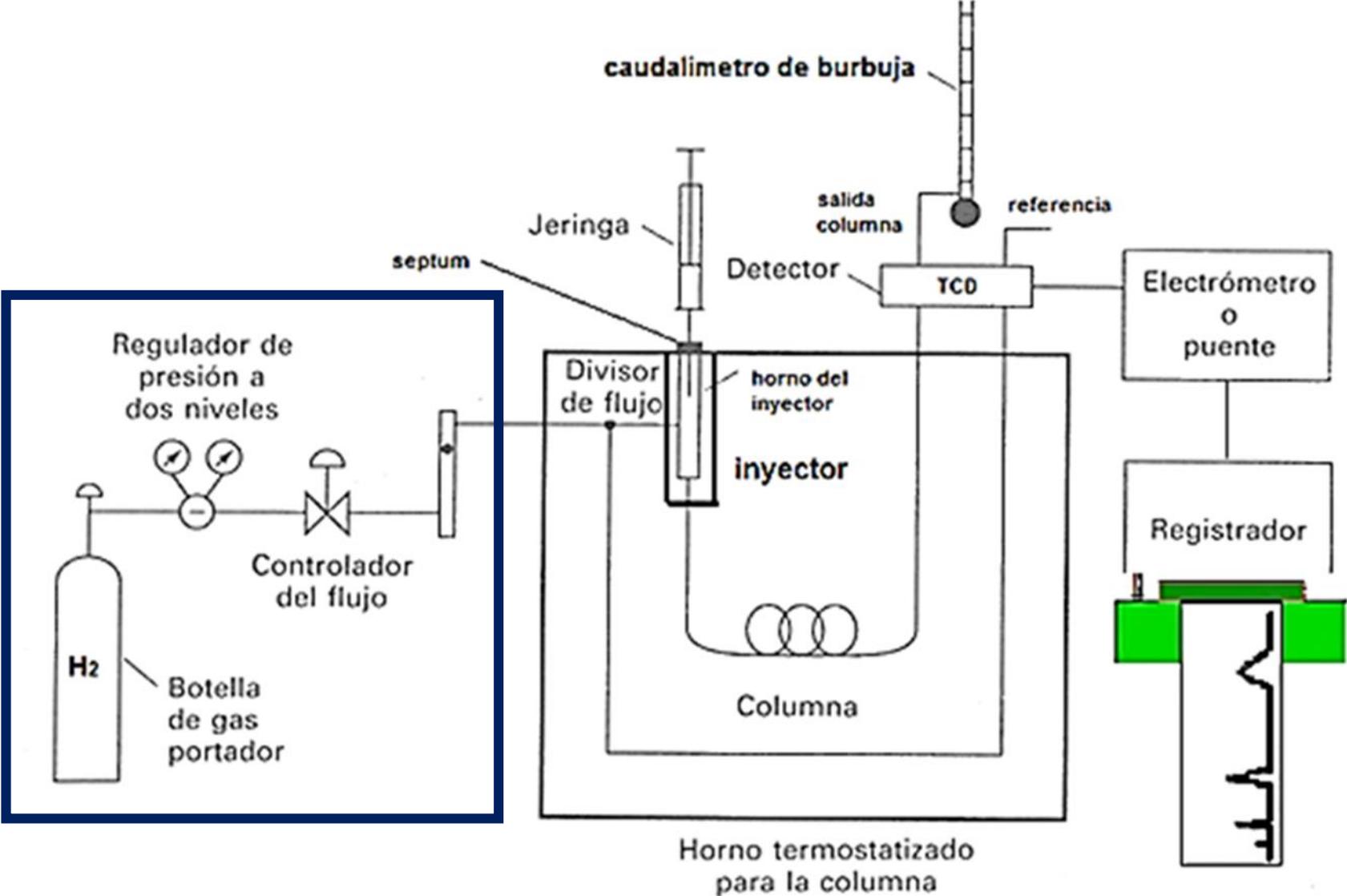
serie 400

# ESQUEMA



HORNO - CONTROL DE LA TEMPERATURA

# GAS PORTADOR



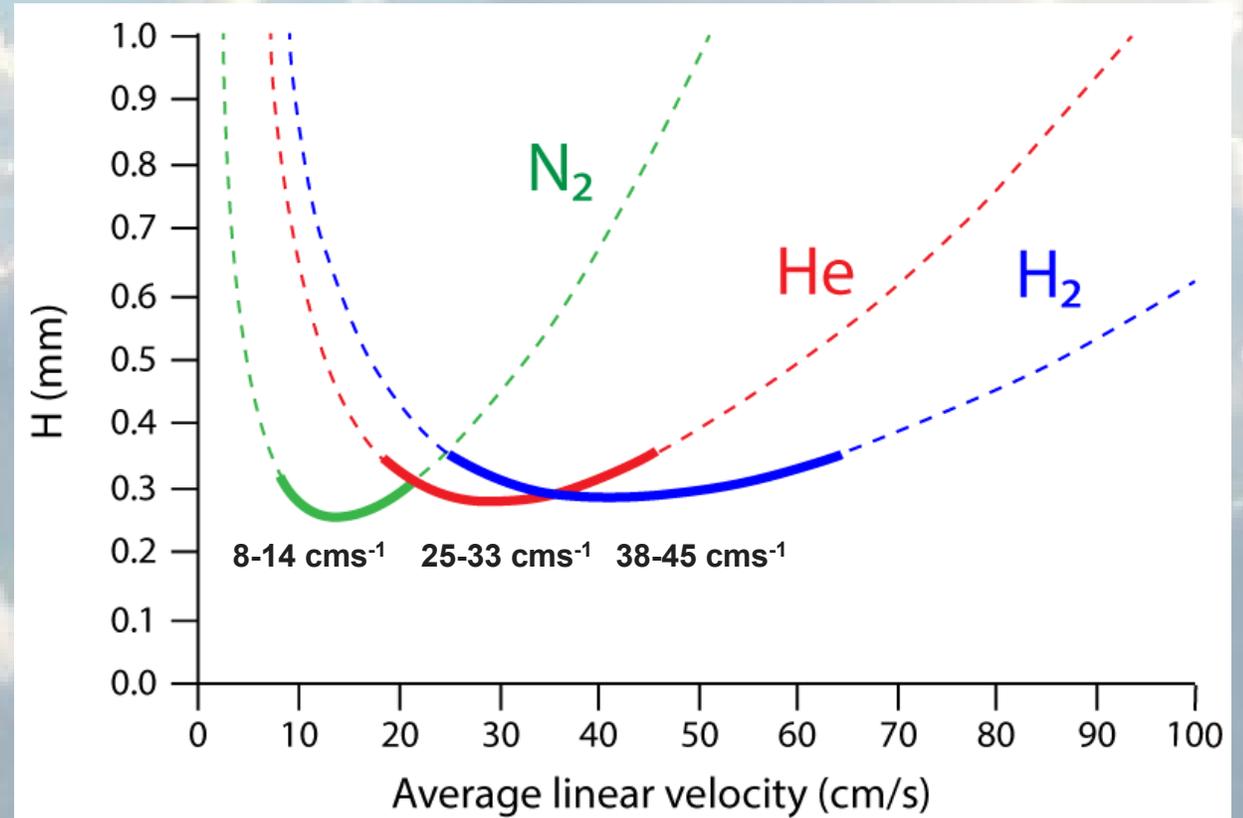
## GAS PORTADOR (gas carrier)

- Químicamente inerte
- Sólo transporta analito a través de la columna
- Calidad cromatográfica (99,9%)
- Los más usados son:

**H<sub>2</sub>**: eficiente a altos caudales y curva más plana, pero es inflamable y explosivo

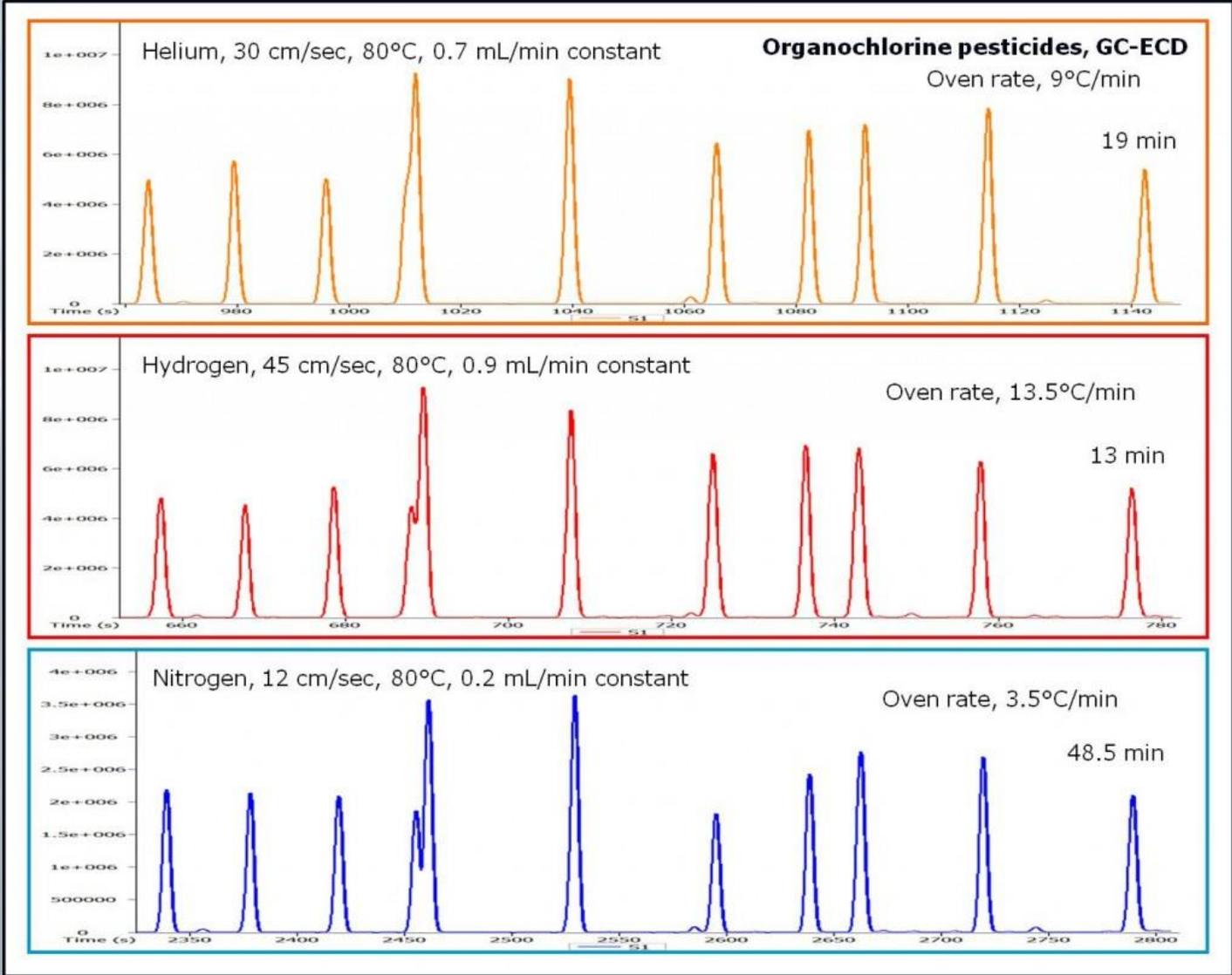
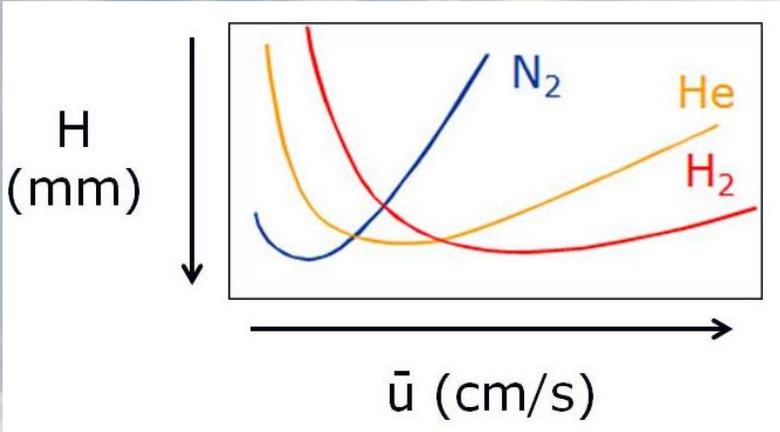
**He**: seguro pero caro

**N<sub>2</sub>**: barato, es el más eficiente pero a bajos caudales (tiempos de análisis más largos), curva más pronunciada



Influencia de la naturaleza del gas portador sobre H

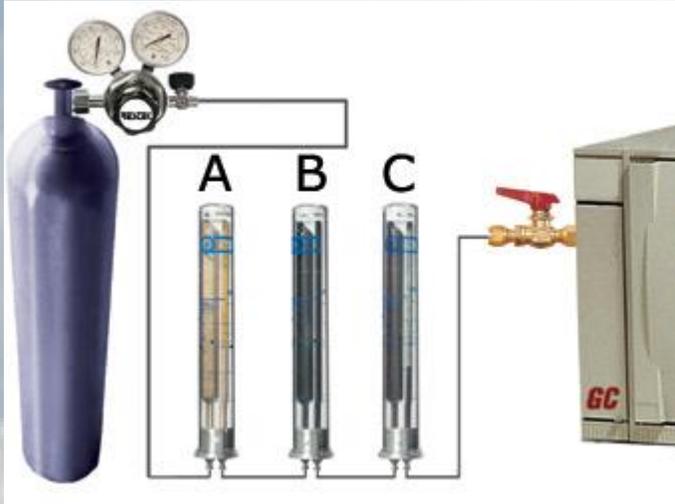
# GAS PORTADOR



# GAS PORTADOR

En el TP usamos  $H_2$  como gas portador

“trampas” para  
eliminar impurezas



- A - filtro de humedad
- B - filtro de hidrocarburos
- C - filtro de oxígeno



Controladores de presión

Reguladores de caudal

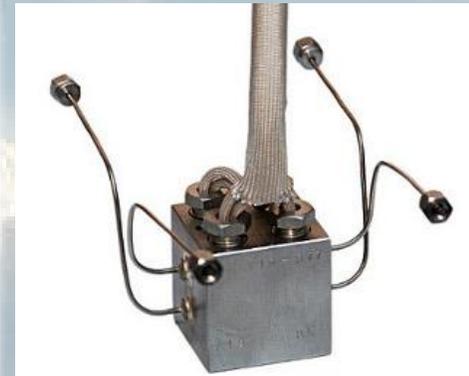
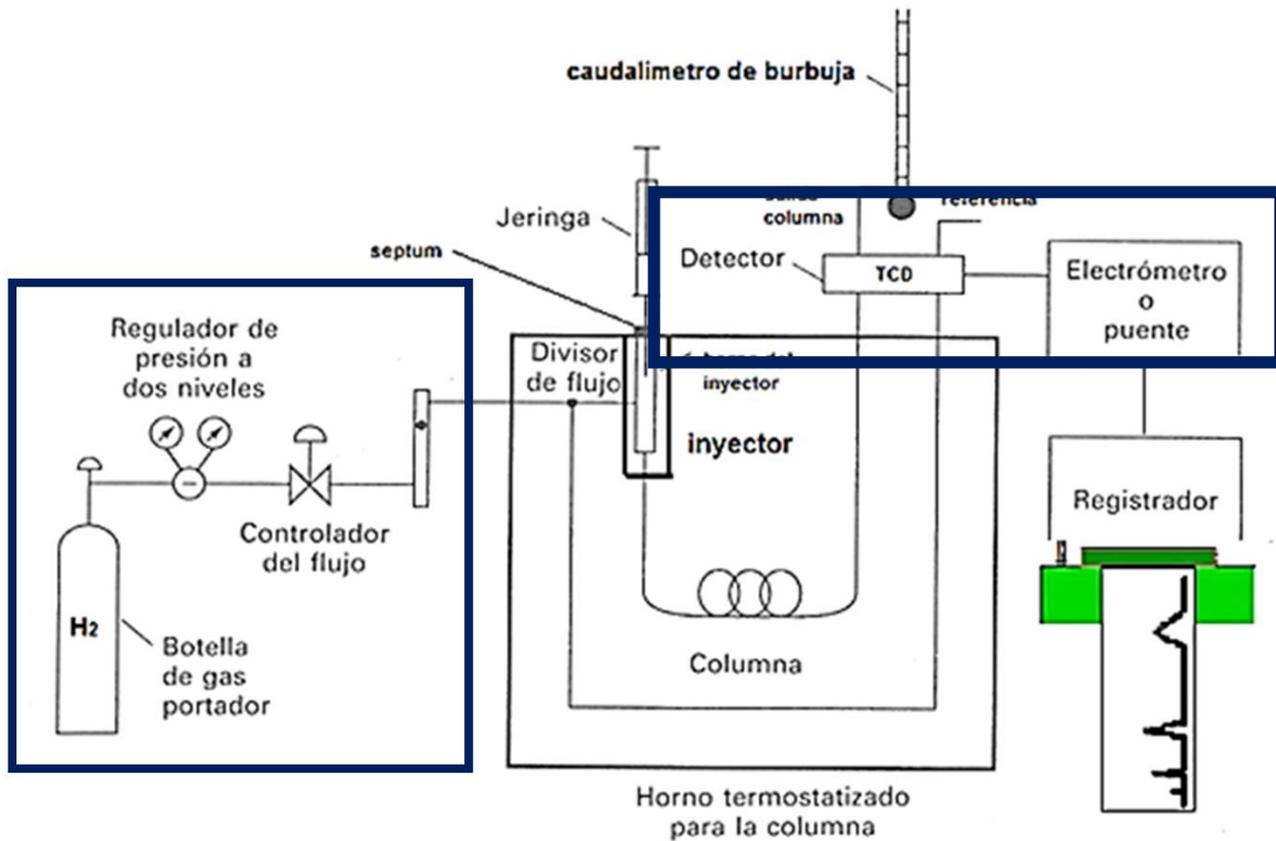
Depósito de gas portador  
(cilindro presurizado, tubo)



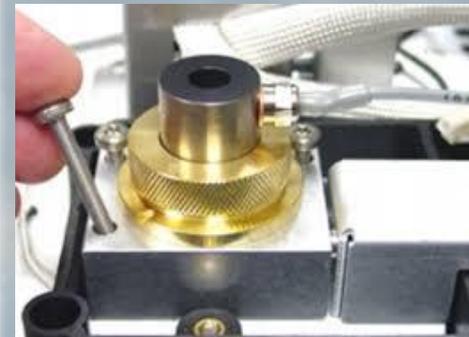
# GAS PORTADOR

**Está determinado por el detector**

Cada detector demanda un gas portador específico para su óptimo funcionamiento



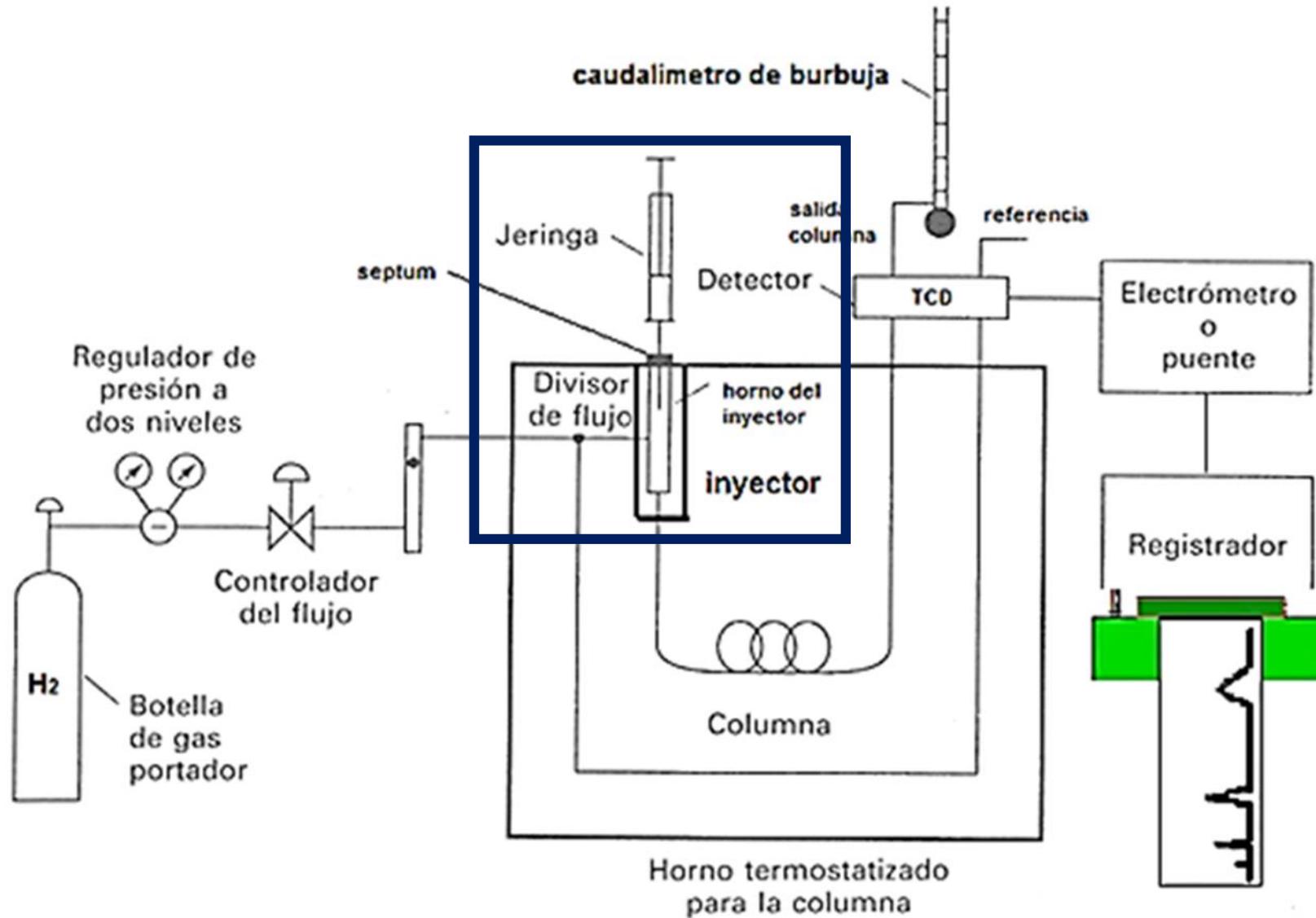
**TCD:**  
**H<sub>2</sub>, He**



**FID:**  
**N<sub>2</sub>, He**

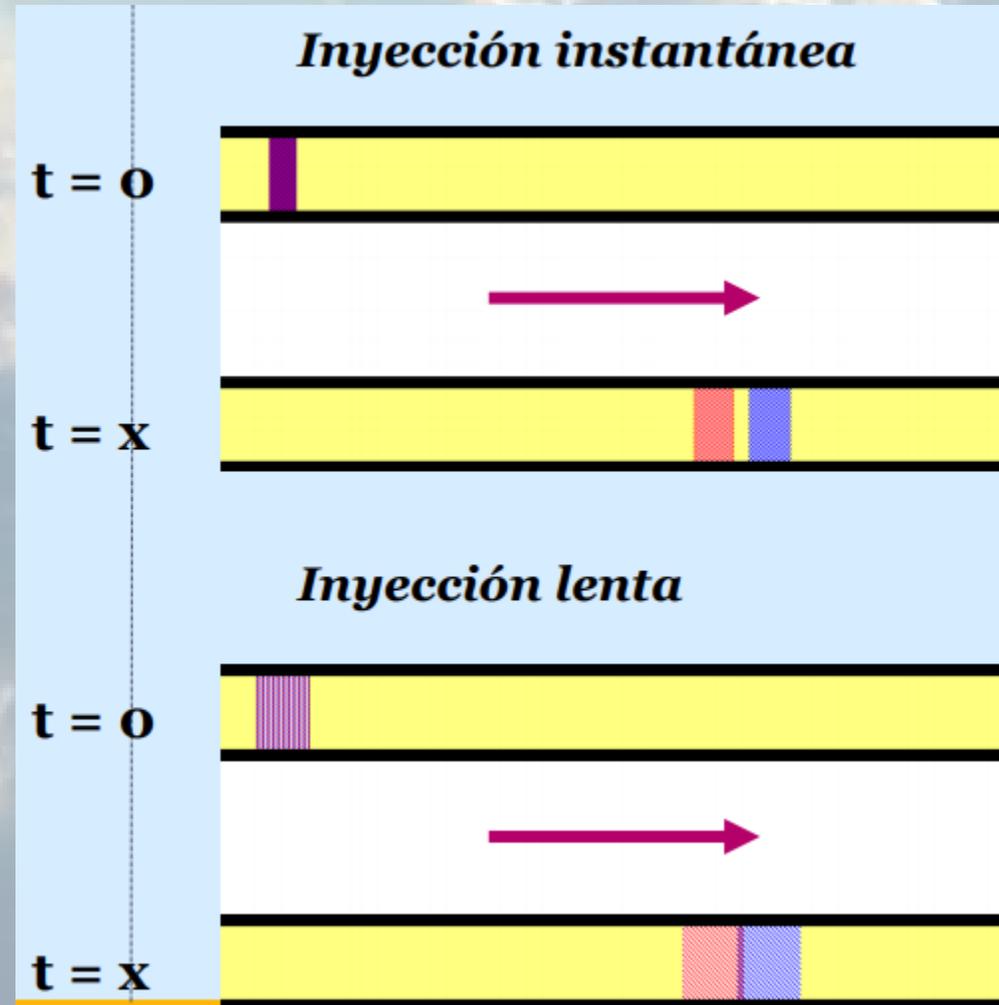


# INYECCIÓN



# INYECCIÓN

Los sistemas de inyección deben permitir la introducción instantánea de la muestra en la columna



# INYECCIÓN

**Manual**  
**Automática**

## Muestras líquidas

- Componentes volátiles (Teb hasta 300°C) y estables térmicamente
- Deben vaporizarse inmediatamente

**Columnas rellenas**

**0,2-20  $\mu$ l**

**Columnas capilares**

**0,01-3  $\mu$ l**

## Muestras gaseosas

- Mezcla de gases
- Fase gaseosa en equilibrio con la muestra (HEAD-SPACE)

**Columnas rellenas**

**0,1-50 ml**

**Columnas capilares**

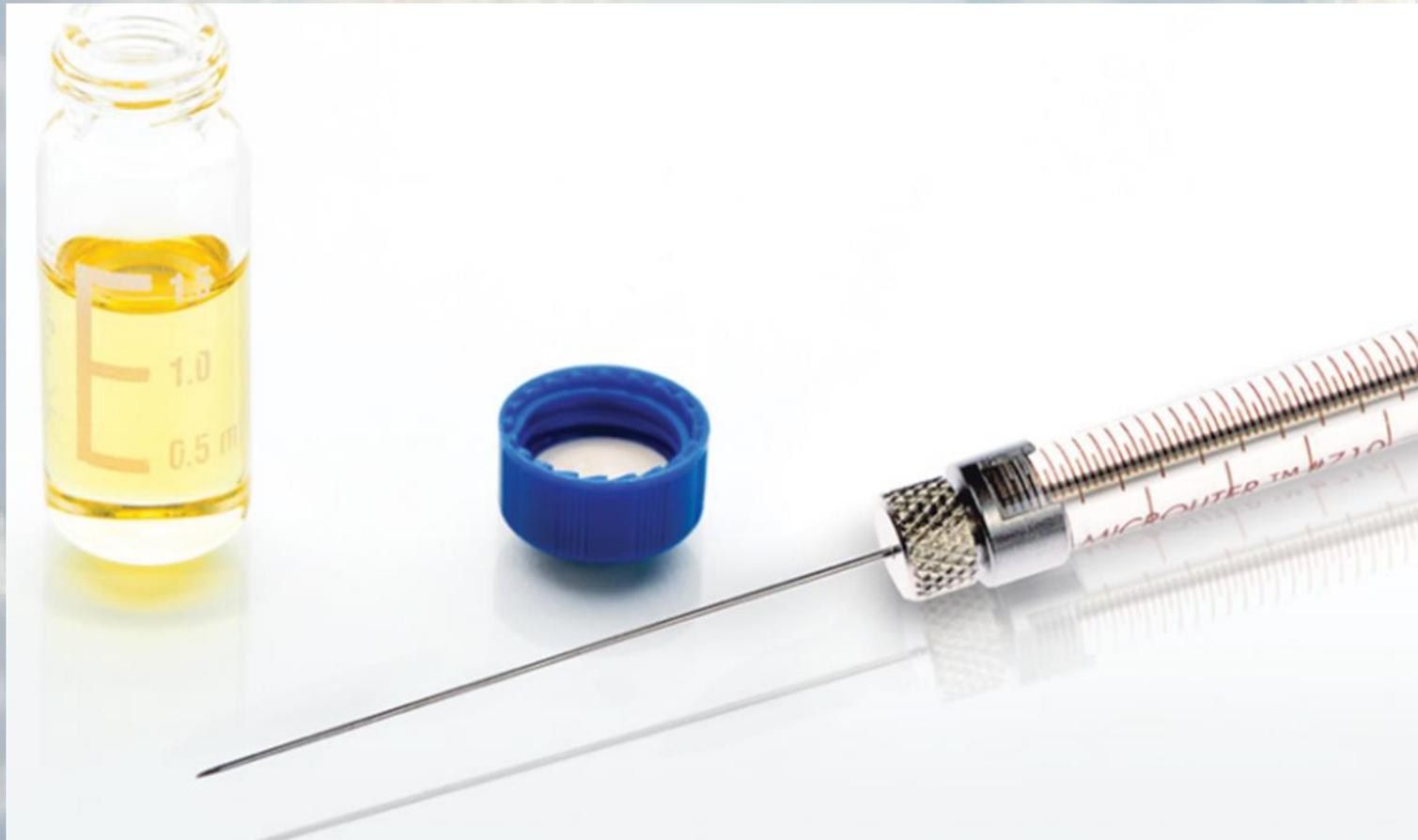
**0,001-1 ml**

**Manual**

## INYECCIÓN

**Muestras líquidas**

Las muestras se miden e inyectan mediante una microjeringa que posee una aguja de punta biselada

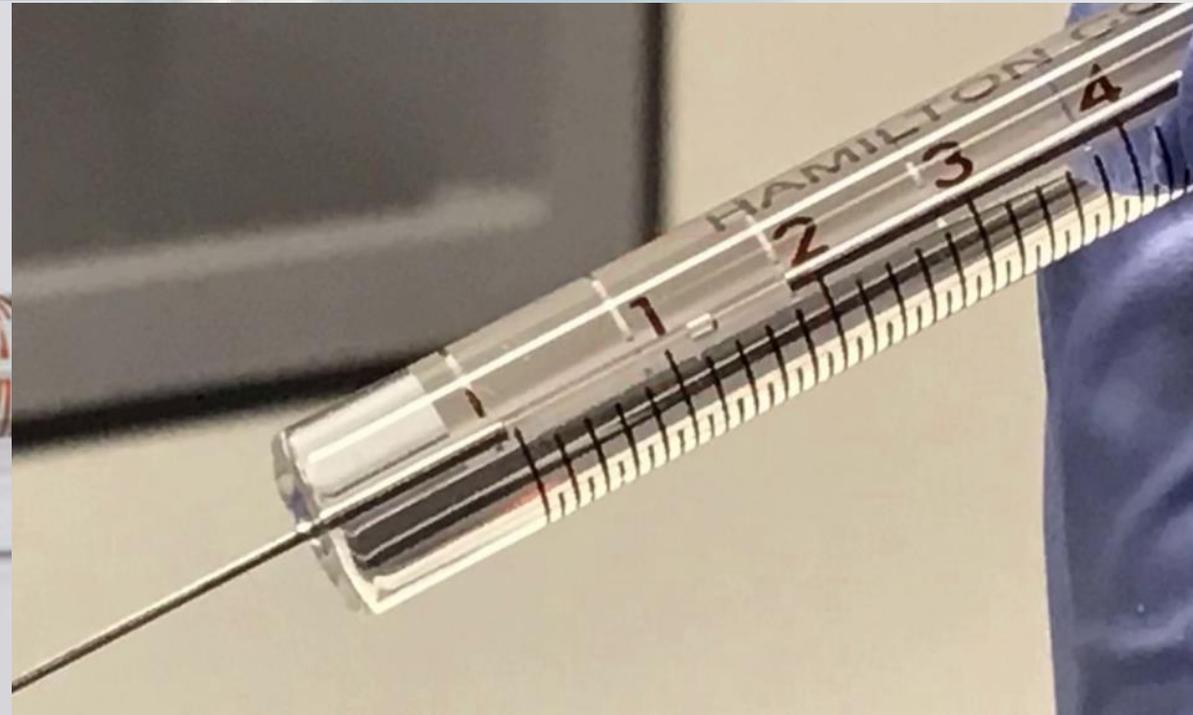


Manual

# INYECCIÓN

Muestras líquidas

Las muestras se miden e inyectan mediante una microjeringa que posee una aguja de punta biselada



## Hamilton® syringe, 700 series, fixed needle

701N, volume 10  $\mu$ L, needle size 26s ga (bevel tip), needle L 51 mm (2 in.)

eCI@ss 32070500



◆ SDS

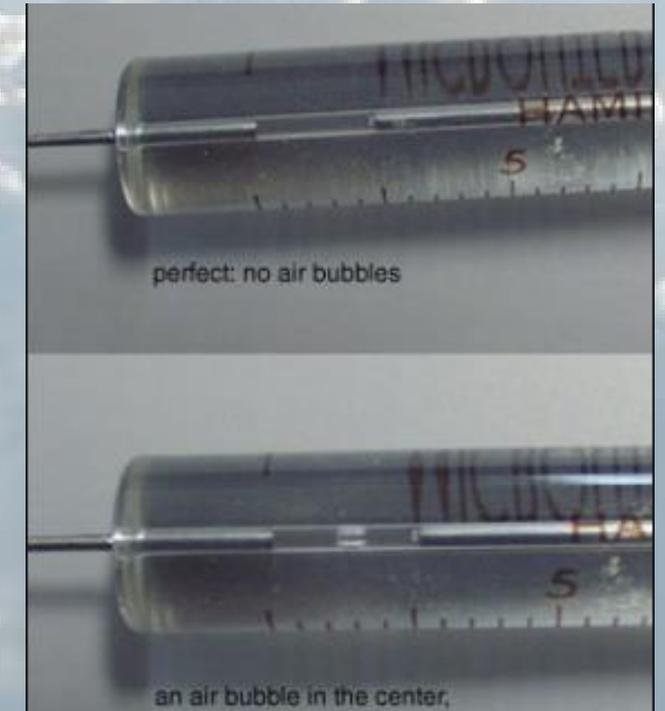
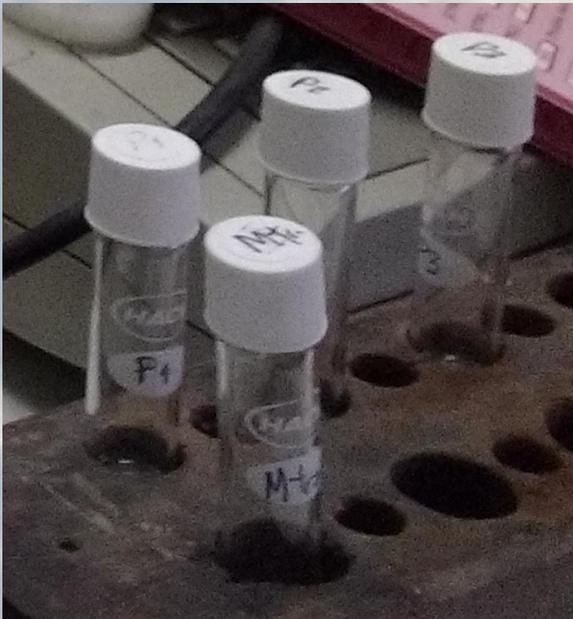
SKU - Tamaño de Envase	Disponibilidad	Tamaño de envase	Precio (USD)
20734	✓ Envío estimado el 23.06.21	1 ea	71.51

Manual

## INYECCIÓN

Muestras líquidas

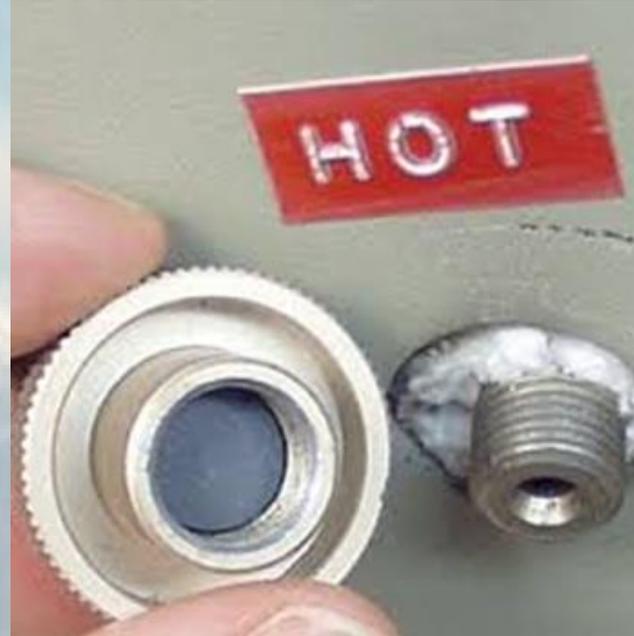
En el TP vamos a inyectar 3  $\mu\text{l}$  de líquido (muestra o patrones que contienen sólo benceno, n-heptano y tolueno) y 2  $\mu\text{l}$  de aire (para poder observar el tiempo muerto, esto es, el tiempo de elución de un soluto no retenido).



Manual

INYECCIÓN

Muestras líquidas

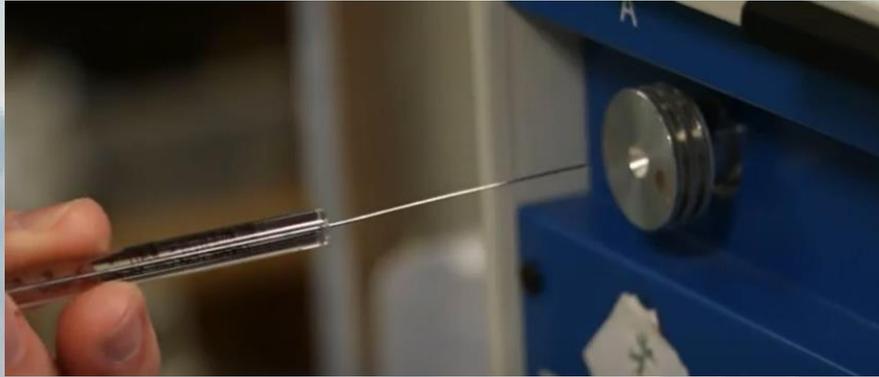


Al insertar la aguja en el **puerto de inyección** (inlet) se debe vencer una cierta resistencia, ya que la aguja debe atravesar un diafragma perforable de goma siliconada llamado **septum**.

**Manual**

## INYECCIÓN

**Muestras líquidas**



La aguja se introduce completamente dentro del puerto de inyección (hay que tener cuidado de no tocarlo, ya que se encuentra a elevada temperatura) y la muestra se inyecta rápidamente en un pulso (de otra manera una inyección lenta contribuiría a que las bandas se ensanchen).



<https://www.youtube.com/watch?v=0fxH9WRKigw>

**Manual**

## INYECCIÓN

**Muestras líquidas**

En el caso de muestras líquidas, la temperatura del inyector debe ser suficientemente elevada como para que todos los componentes se vaporicen inmediatamente, pero sin descomponerse. Como regla general, la temperatura del inyector suele ajustarse a unos  $50^{\circ}\text{C}$  por encima del punto de ebullición del componente menos volátil. Los componentes de la muestra, ahora en estado gaseoso, son entonces arrastrados hacia la columna por el gas portador.



Manual

INYECCIÓN

Muestras líquidas

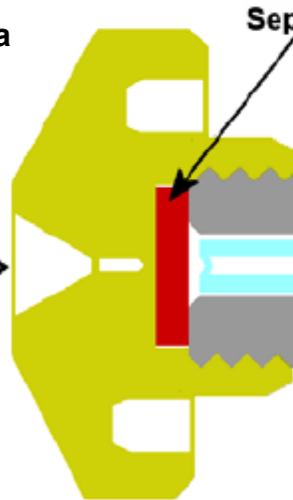
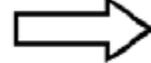
Columnas rellenas

### INYECCIÓN DIRECTA (direct flash vaporization injection)



La muestra es inyectada con microjeringa, atravesando el septum

Muestra



Septum

Cámara de vaporización

Bloque metálico calentado (T)

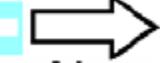


Gas portador

Previamente calentado, pasa de forma continua

La muestra vaporizada es arrastrada rápidamente por la corriente de gas portador hacia la columna

A la columna



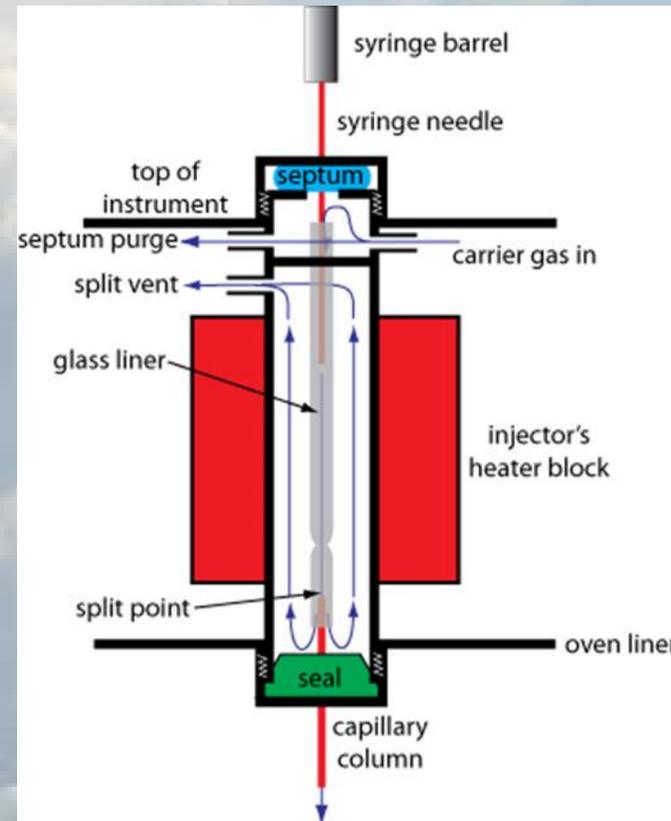
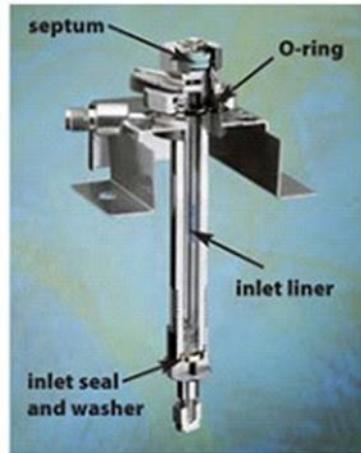
Manual

INYECCIÓN

Muestras líquidas

Columnas capilares

## INYECCIÓN CON/SIN DIVISIÓN DE MUESTRA (split/splitless)



Con la aguja se atraviesa el septum y la muestra ingresa en una cámara de vaporización limitada por un liner de vidrio. En el modo split el flujo de gas portador que pasa a través del inyector (y por ende también la muestra vaporizada) se divide en dos: una parte ingresa a la columna y la otra escapa fuera del sistema a través de una válvula (split vent). De esta manera solo una pequeña fracción de la muestra ingresa en la columna, evitando su sobrecarga.

En el modo splitless se cierra la válvula de split y la totalidad de la muestra se dirige a la columna.

Automática



INYECCIÓN



Muestras líquidas



bandeja con viales

Automática

# INYECCIÓN

Muestras líquidas



## Snap Ring vials, 1.5 mL, 11.6 x 32 mm

volume 1.5 mL, clear glass vial, pkg of 1000 ea



[SDS](#)

SKU - Tamaño de Envase	Disponibilidad	Tamaño de envase	Precio (USD)
854974	✓ Envío estimado el 23.06.21	1000 ea	298.87

[Ordenes a Granel?](#)

## Closures for Snap Ring vials

polypropylene seal, PTFE/red rubber, diam. 11 mm, pkg of 1000 ea



[SDS](#)

SKU - Tamaño de Envase	Disponibilidad	Tamaño de envase	Precio (USD)
24757	✓ Envío estimado el 23.06.21	1000 ea	439.23

**Automática**

**INYECCIÓN**

**Muestras líquidas**





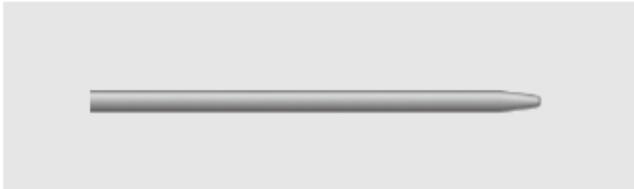
**Automática**

# INYECCIÓN

**Muestras líquidas**

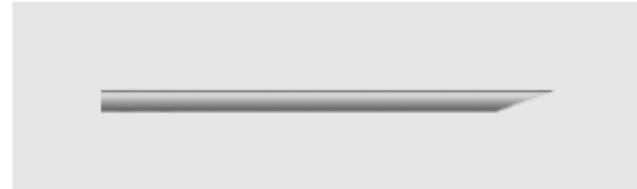
## Tipo de punta de la aguja

### Inyector automático: cónica



La punta de la aguja en forma cónica está especialmente desarrollada para soportar las demandas de múltiples inyecciones y mejorar la vida útil del septum cuando se usa un inyector automático. El diseño cónico "abre" efectivamente el septum durante la perforación en lugar de cortarlo, como lo haría una aguja biselada.

### Inyección manual: biselada



El estilo de punta de aguja estándar de uso general que se suministra con muchas jeringas es una punta biselada de 20°. Es la opción preferida para la inyección manual cuando es difícil perforar el septum exactamente en el mismo lugar. La punta biselada está diseñada para una penetración óptima del septum y previene que arranque trozos del mismo como un sacabocado.

<https://www.shimadzu.eu/syringes>

**Automática**

## INYECCIÓN

**Muestras líquidas**

Nuevos septum con “guía central” (CenterGuide™) poseen un pequeño cono invertido en la zona de inyección que permite guiar la aguja de la jeringa al mismo sitio en cada inyección, lo que aumenta la vida útil.

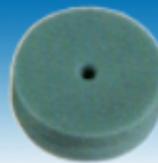
**Nuevo diseño: aumenta vida útil hasta 400 autoinyecciones**

**Septum comunes: gran perforación antes de 100 autoinyecciones**



### **Membrana BTO®**

- Rango de temperaturas máximo con mínimo sangrado
- Temperatura Máxima 400°C
- Elimina prácticamente la adherencia en el inyector
- Preacondicionados. Envase de vidrio para evitar contaminación
- Cada lote con test GC-FID
- Ideal para el uso con columnas con especificación MS



### **Membrana Advanced Green 3™**

- Realmente la membrana verde de alta temperatura y bajo sangrado
- Temperatura Máxima 400°C



### **Membrana Marathon™**

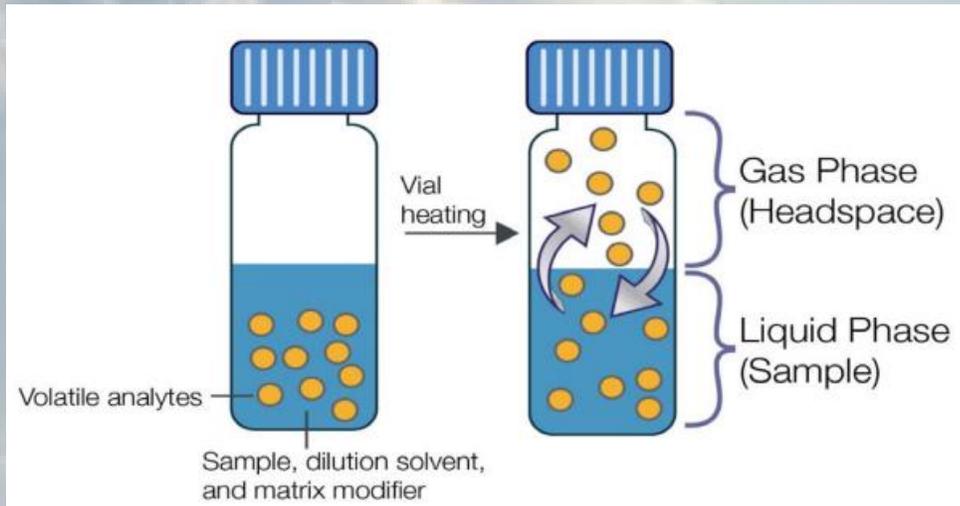
- Extrema duración
- Temperatura Máxima 400°C
- Hasta 400 inyecciones por membrana
- El más indicado para inyectores automáticos

Manual

# INYECCIÓN

Muestras gaseosas  
(head-space)

En esta técnica se analiza la fase gaseosa que está en equilibrio con una muestra sólida o líquida (espacio cabeza o head-space).



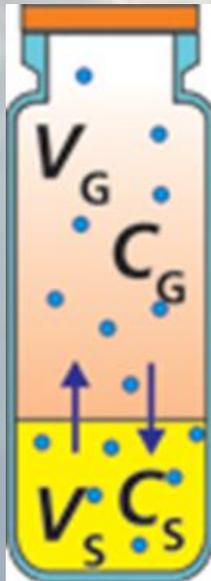
En la técnica HS estático la muestra se introduce en un vial herméticamente cerrado y se somete a una temperatura controlada (previamente fijada) durante un tiempo suficiente para que las distintas fases de los componentes a analizar alcancen el equilibrio.

Manual

## INYECCIÓN

Muestras gaseosas  
(head-space)

Con una jeringa hermética para gases (provista de un cierre Luer) se toma una alícuota del espacio de cabeza y se inyecta en el cromatógrafo.



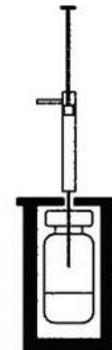
### Etapa 1

La muestra alcanza el equilibrio



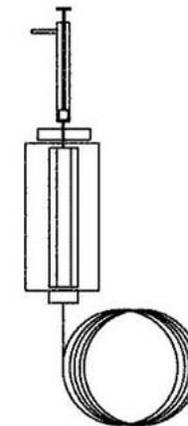
### Etapa 2

La muestra se extrae del Espacio de Cabeza



### Etapa 3

La muestra se inyecta

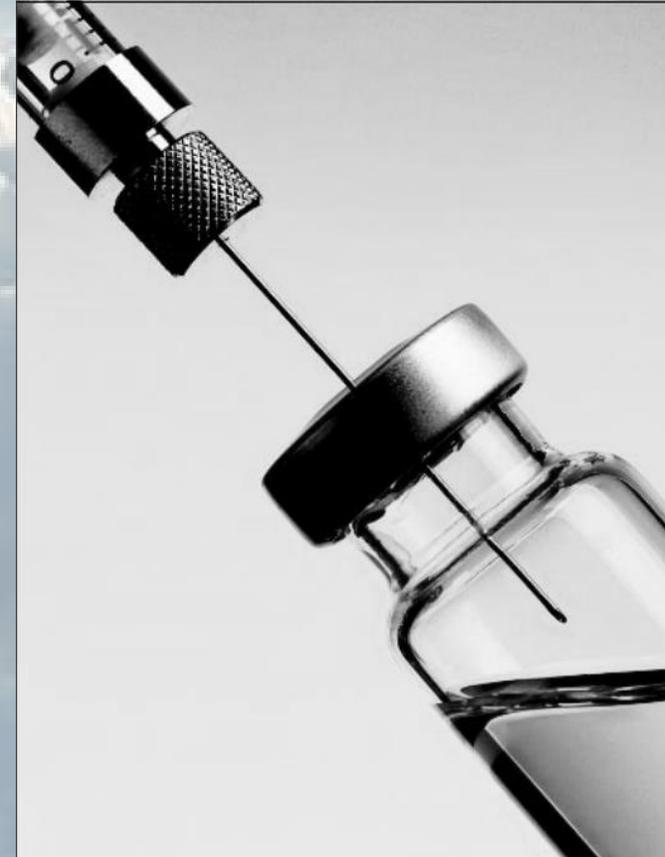


**Manual**

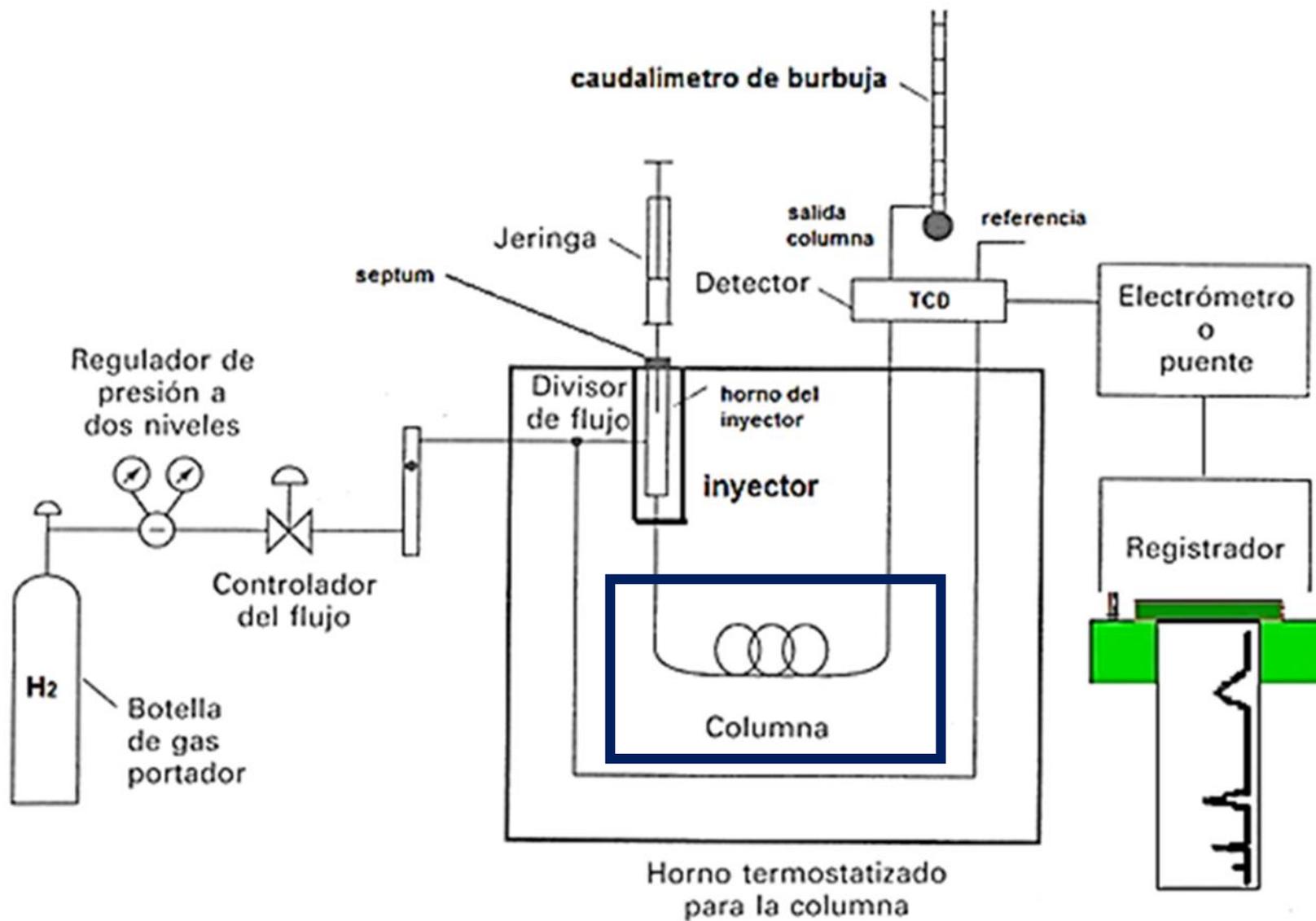
## INYECCIÓN

**Muestras gaseosas  
(head-space)**

Con una jeringa hermética para gases (provista de un cierre Luer) se toma una alícuota del espacio de cabeza y se inyecta en el cromatógrafo.



# COLUMNA



## COLUMNA

**Cromatografía gas-líquido: la fase estacionaria es un líquido inmovilizado dentro de una columna**

### CARACTERÍSTICAS DE LA FASE ESTACIONARIA

Baja volatilidad

Punto de ebullición por lo menos 100°C mayor que la temperatura máxima a la que se utiliza la columna

Estabilidad térmica

Inercia química

$k$  y  $\alpha$  de los analitos dentro de los intervalos recomendados

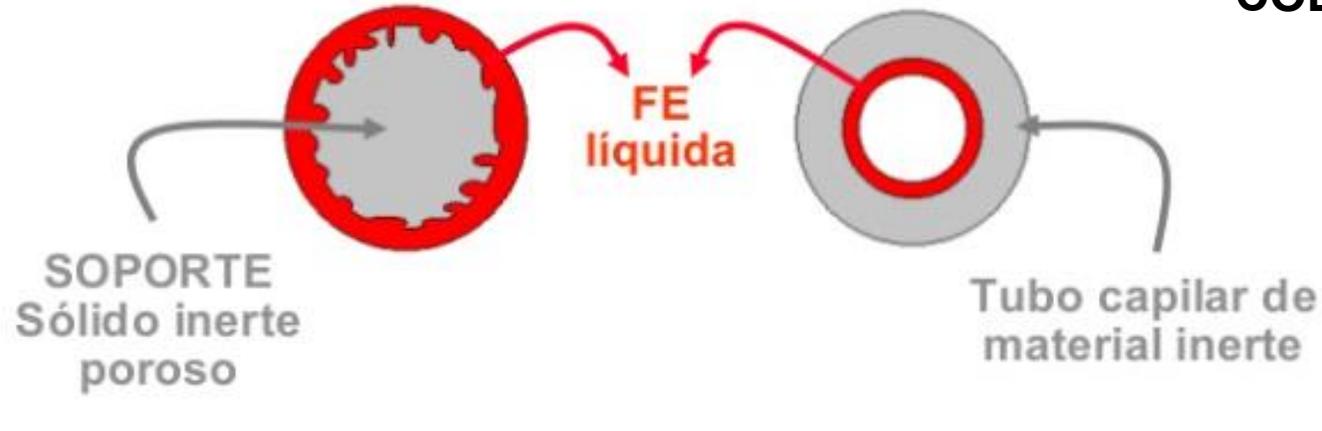
# COLUMNA

**Cromatografía gas-líquido: la fase estacionaria es un líquido inmovilizado dentro de una columna**

## COLUMNAS RELLENAS

la fase estacionaria líquida está embebiendo un material de relleno sólido finamente dividido

$d_i = 2-6 \text{ mm}$   
 $L = \text{hasta } 2-3 \text{ m}$   
 $1000-2000 \text{ platos/m}$



## COLUMNAS CAPILARES

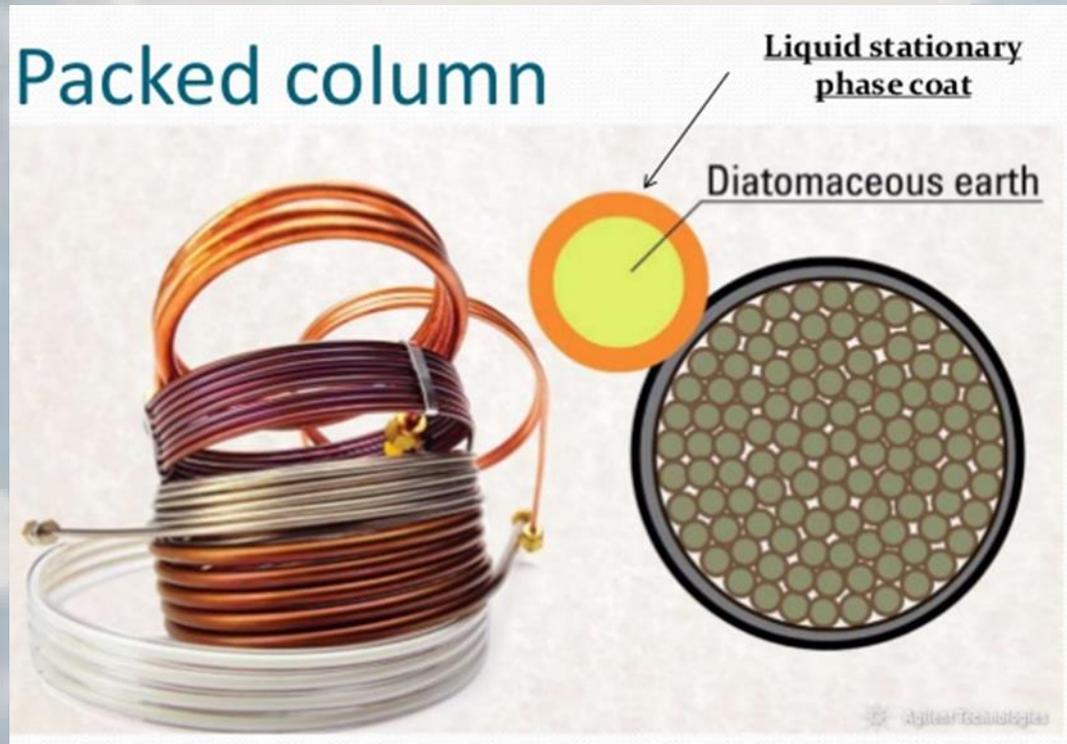
la fase estacionaria líquida está recubriendo la superficie interna de un capilar

$d_i < 1 \text{ mm}$   
 $L = 5-20 \text{ m}$   
 $\text{hasta } 4000 \text{ platos/m}$

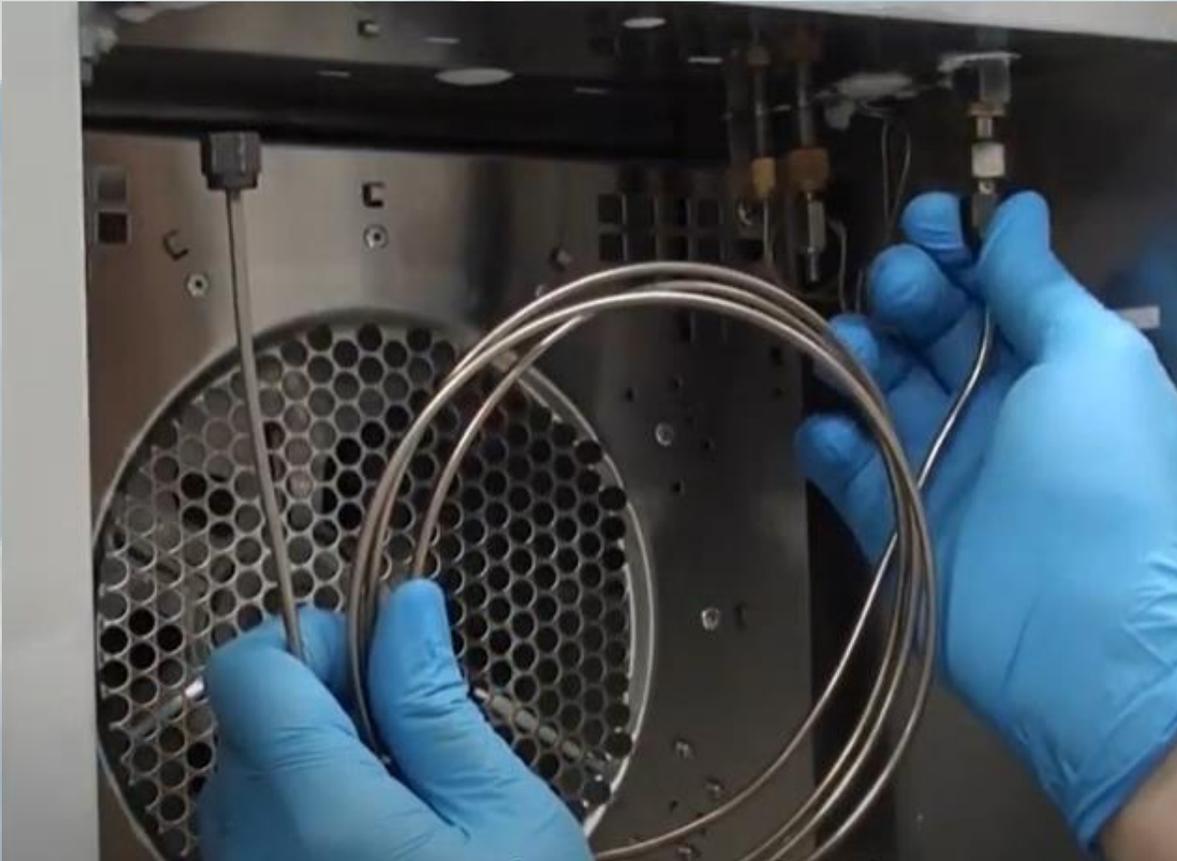


# COLUMNAS RELLENAS

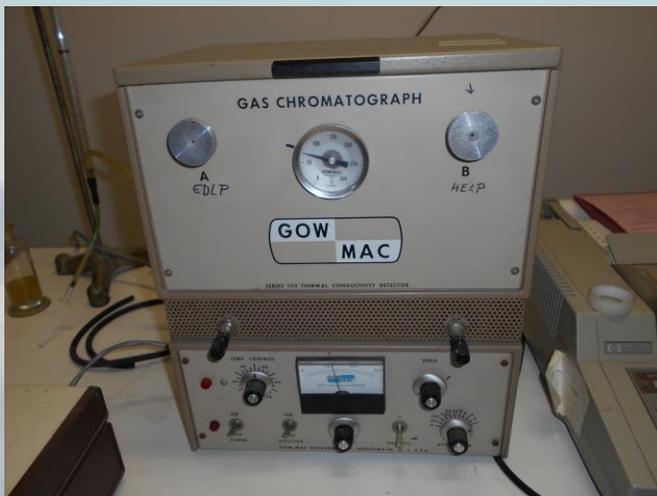
La fase estacionaria líquida está embebiendo un material de relleno sólido finamente dividido (soporte inerte)



# COLUMNAS RELLENAS



## COLUMNAS RELLENAS

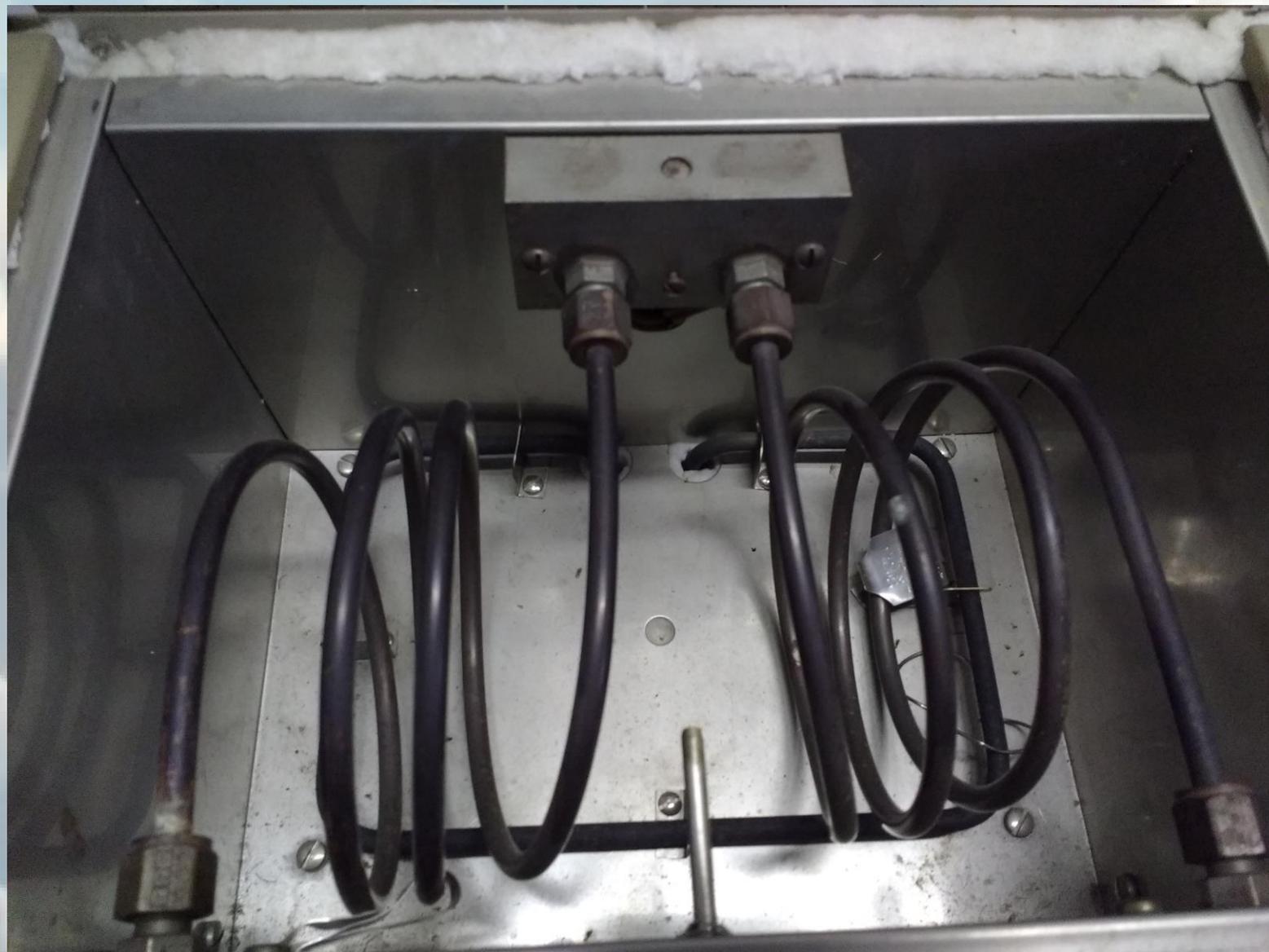


**Columna rellena**

**Fase estacionaria: DC 200  
(metilsilicona)**

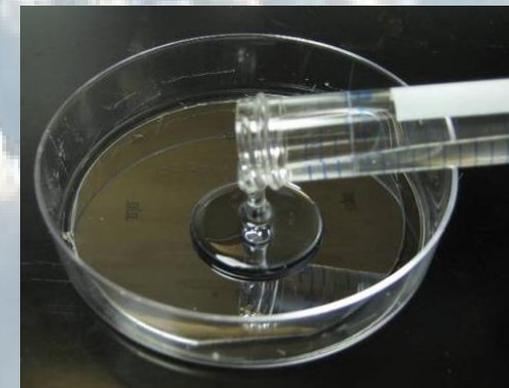
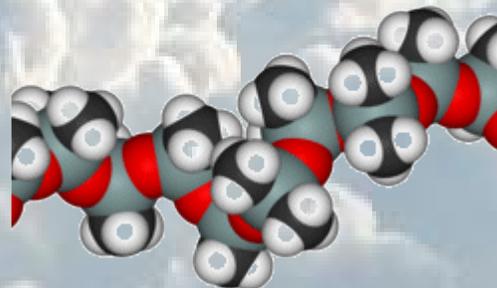
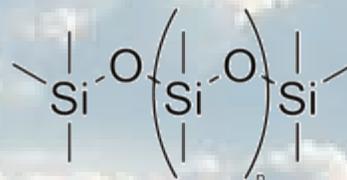
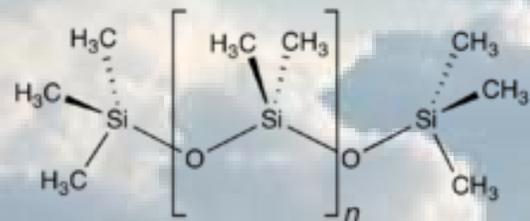
**Soporte inerte: Chromosorb  
P (80-100 mallas)**

**Dimensiones: 1,2 m de largo  
y 6 mm de diámetro**



## COLUMNAS RELLENAS

En el TP vamos a emplear una columna rellena que contiene como fase estacionaria el fluido DC 200 (Dow Corning 200 - aceite de silicona - polidimetilsiloxano). Se trata de una FE no polar de uso general, en donde las interacciones son sólo por fuerzas dispersivas.



Fase estacionaria	Temperatura máxima, °C	Aplicaciones comunes
Polidimetilsiloxano	350	Fase no polar de uso general; hidrocarburos; aromáticos plurinucleares; drogas; esteroides; PCBs

### INTERACCIONES DE LA FASE ESTACIONARIA

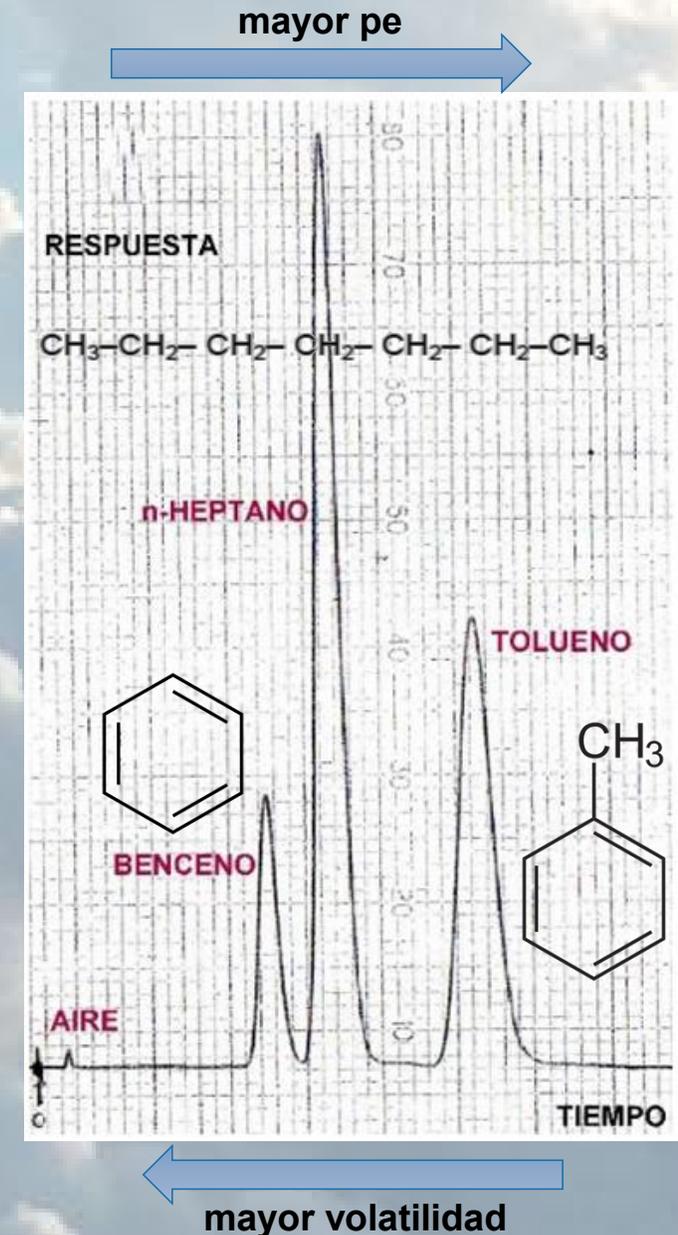
Grupo funcional	Dispersión	Dipolo	Enlaces de H
Metil	Fuerte	Ninguno	Ninguno

## COLUMNAS RELLENAS

En la columna hay una partición de los distintos solutos entre la fase móvil y la fase estacionaria.

En este caso, tenemos una FE y solutos no polares que sólo interactúan por fuerzas dispersivas, por lo que los analitos emergen de la columna según orden creciente de punto de ebullición.

A menor punto de ebullición, mayor presión de vapor presenta el componente (es más volátil), y más rápido eluirá de la columna. Así, el benceno, que es el que presenta menor punto de ebullición (80°C), va a ser el primero en eluir. A continuación eluye el n-heptano (pe 98°C) y finalmente el tolueno, que es el menos volátil (pe 111°C).

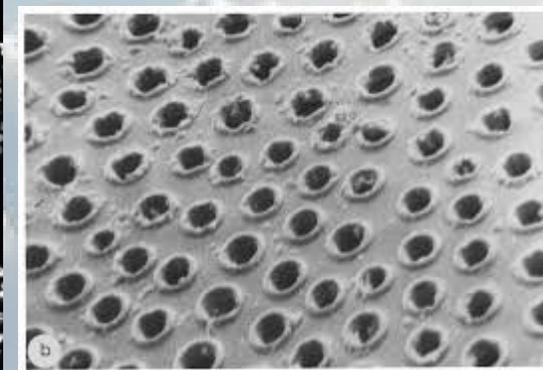
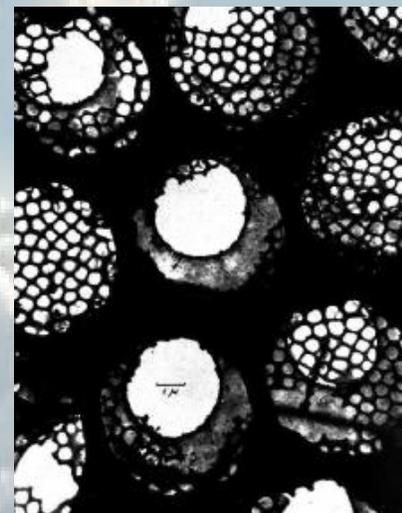


## COLUMNAS RELLENAS

La fase estacionaria líquida DC200 está embebiendo las partículas del soporte sólido inerte Chromosorb P, un material silíceo derivado de tierra de diatomeas



secado  
calcinación  
fusión con NaOH  
lavado ácido  
silanización



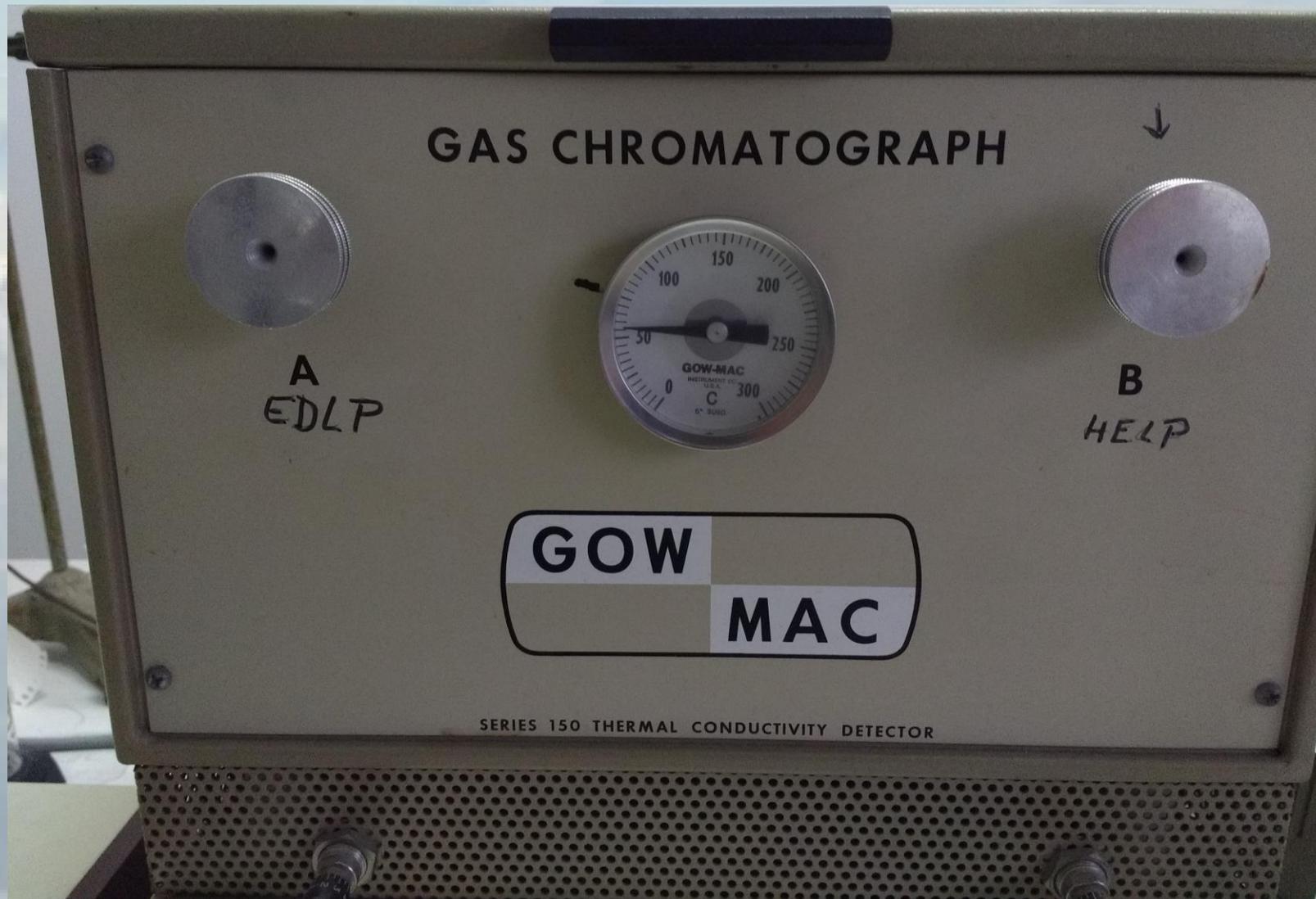
frústulas (paredes celulares) de diatomeas  
(algas unicelulares) fosilizadas  
(SiO<sub>2</sub> + óxidos metálicos)

soportes Chromosorb

Chromosorb P es un material silíceo derivado de tierra de diatomeas de color rosado (P=pink), que ha sido cuidadosamente tamizado y calcinado. El área superficial es de 4-6 m<sup>2</sup>/g. Es el menos inerte de los soportes Chromosorb pero es el que ofrece la mayor superficie específica.



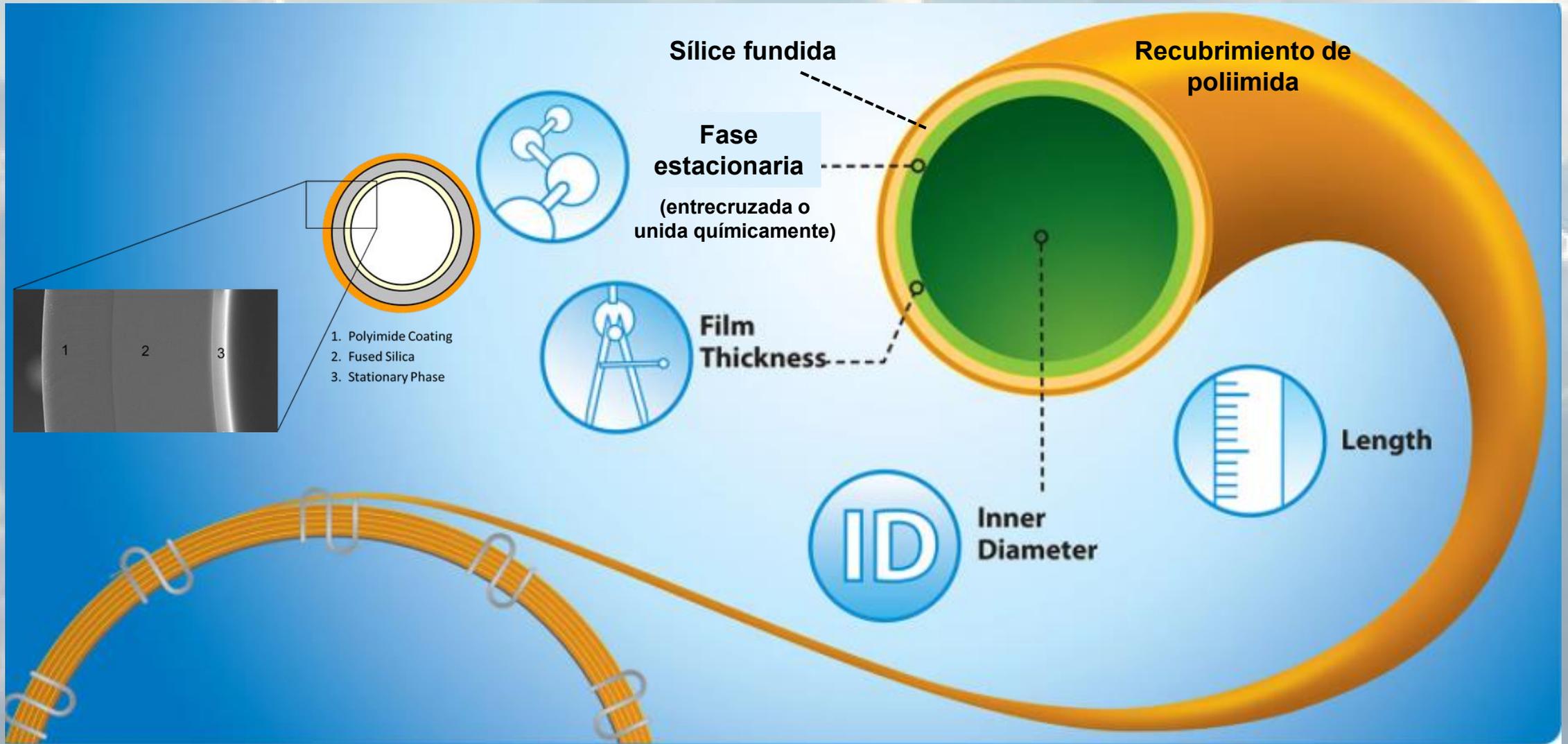
## COLUMNAS RELLENAS



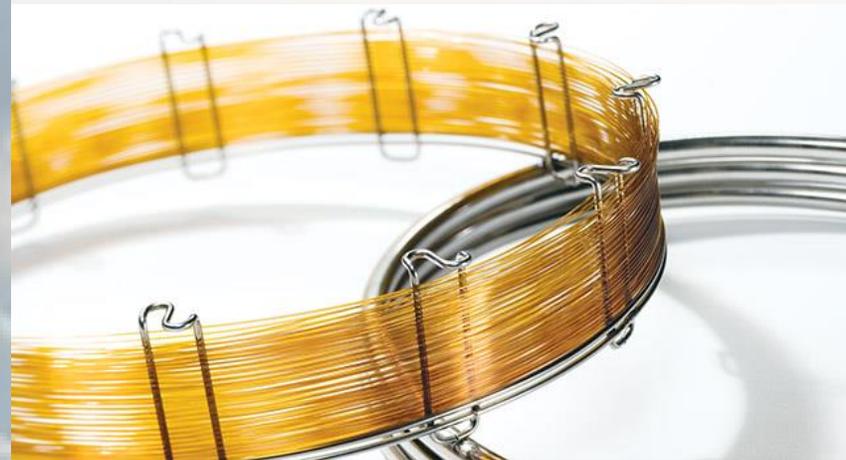
La columna se halla dentro de un horno termostatzado

# COLUMNAS CAPILARES

Las columnas tubulares abiertas de sílice fundida (FSOT) son las más usadas actualmente en CG



# COLUMNAS CAPILARES



# COLUMNAS CAPILARES

## Equity®-5 Capillary GC Column

L × I.D. 30 m × 0.25 mm, d<sub>f</sub> 0.25 μm

NACRES SB.54



◆ SDS

SKU - Tamaño de Envase	Disponibilidad	Tamaño de envase	Precio (USD)
28089-U	✓ Envío estimado el 23.06.21	1 ea	955.90

Ordene a Granel?

## Descripción

### General description

**Application:** This popular column is designed for general purpose applications where a non-polar column is required. The low phenyl content provides thermal stability compared to 100% poly(dimethyl siloxane) columns.

**USP Code:** This column meets USP G27 and G36 requirements.

### Phase:

- Bonded
- Poly(5% diphenyl/95% dimethyl siloxane)

### Temp. Limits:

- ≤0.32 mm I.D., <2 μm: -60 °C to 325 °C (isothermal) or 350 °C (programmed)
- ≤0.32 mm I.D., ≥2 μm: -60 °C to 300 °C (isothermal or programmed)
- ≥0.53 mm I.D., <2 μm: -60 °C to 300 °C (isothermal) or 320 °C (programmed)
- ≥0.53 mm I.D., ≥2 μm: -60 °C to 260 °C (isothermal) or 280 °C (programmed)

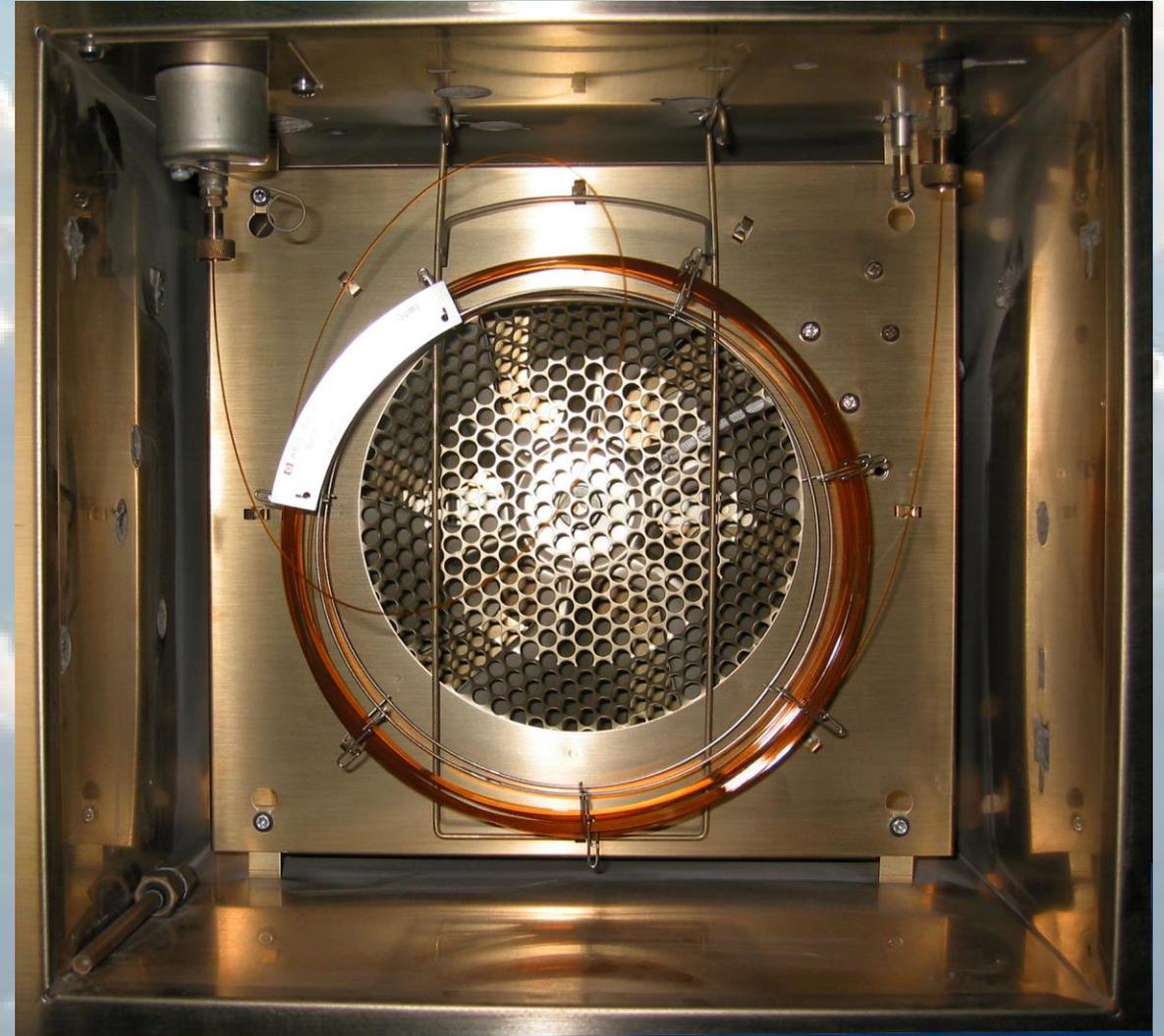
## Propiedades

Related Categories	All Gas Chromatography Columns, Analytical/Chromatography, Capillary GC Columns, Capillary GC Columns, by name, Equity-5, Más...
Quality Level	100
material	fused silica
Agency/Method	EPA 8041,8081,8082,8141,8270
	meets requirements for USP G27 and G36
parameter	-60-325 °C temperature (isothermal)
	-60-350 °C temperature (programmed)
Beta value	250
d <sub>f</sub>	0.25 μm
application(s)	gas chromatography (GC): suitable
L × I.D.	30 m × 0.25 mm
matrix active group	Bonded; poly(5% diphenyl/95% dimethyl siloxane) phase
Featured Industry	Environmental Forensics and Toxicology Pharmaceutical (small molecule)
column type	capillary non-polar

# COLUMNAS CAPILARES



[https://www.youtube.com/watch?v=pl9\\_1n\\_lkrg](https://www.youtube.com/watch?v=pl9_1n_lkrg)

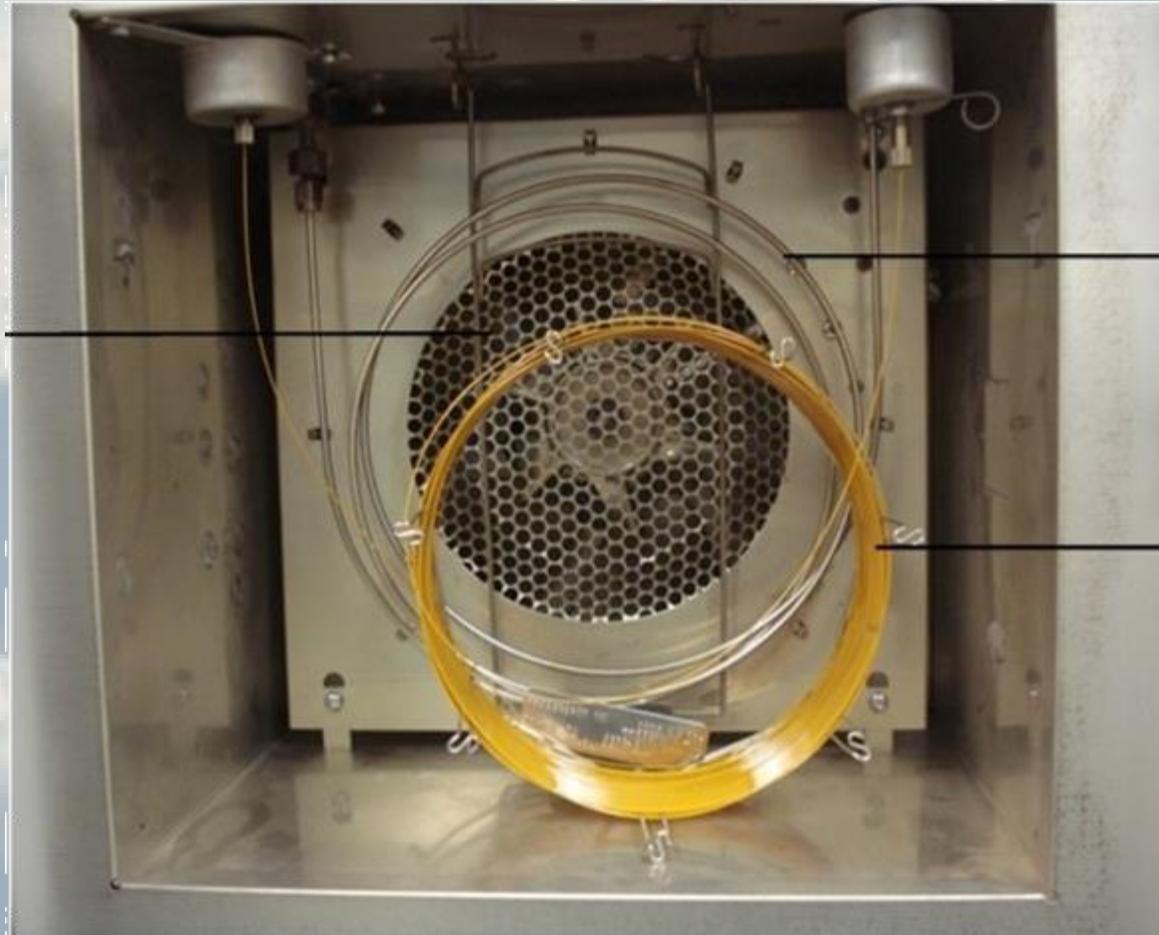


La columna se halla dentro de un horno termostatzado

## COLUMNAS CAPILARES

Columnas rellena y capilar dentro del horno de un cromatógrafo

Horno del  
cromatógrafo con  
ventilador



Columna rellena

Columna capilar

## HORNO – CONTROL DE LA TEMPERATURA

La temperatura es una variable muy importante, ya que de ella va a depender el grado de separación de los diferentes analitos.

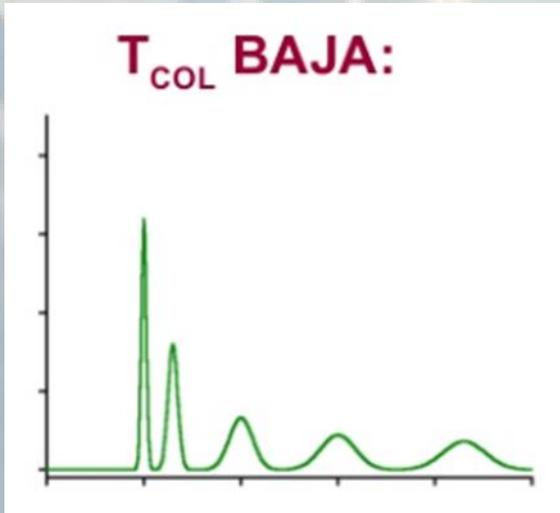
El aumento de la temperatura reduce los tiempos de retención ( $\downarrow k$ ).

En el TP tenemos una mezcla simple de tres componentes con puntos de ebullición parecidos, por lo que es posible resolverla trabajando a una temperatura constante (en este caso de 75°C). Este tipo de corrida se denomina **ISOTÉRMICA**.



# HORNO – CONTROL DE LA TEMPERATURA

Inconvenientes cuando tenemos una mezcla cuyos componentes tienen puntos de ebullición muy diferentes



Los componentes más volátiles son separados.

Los componentes menos volátiles demoran en eluir, saliendo como picos mal definidos

**Carrier Gas**  
Nitrogen

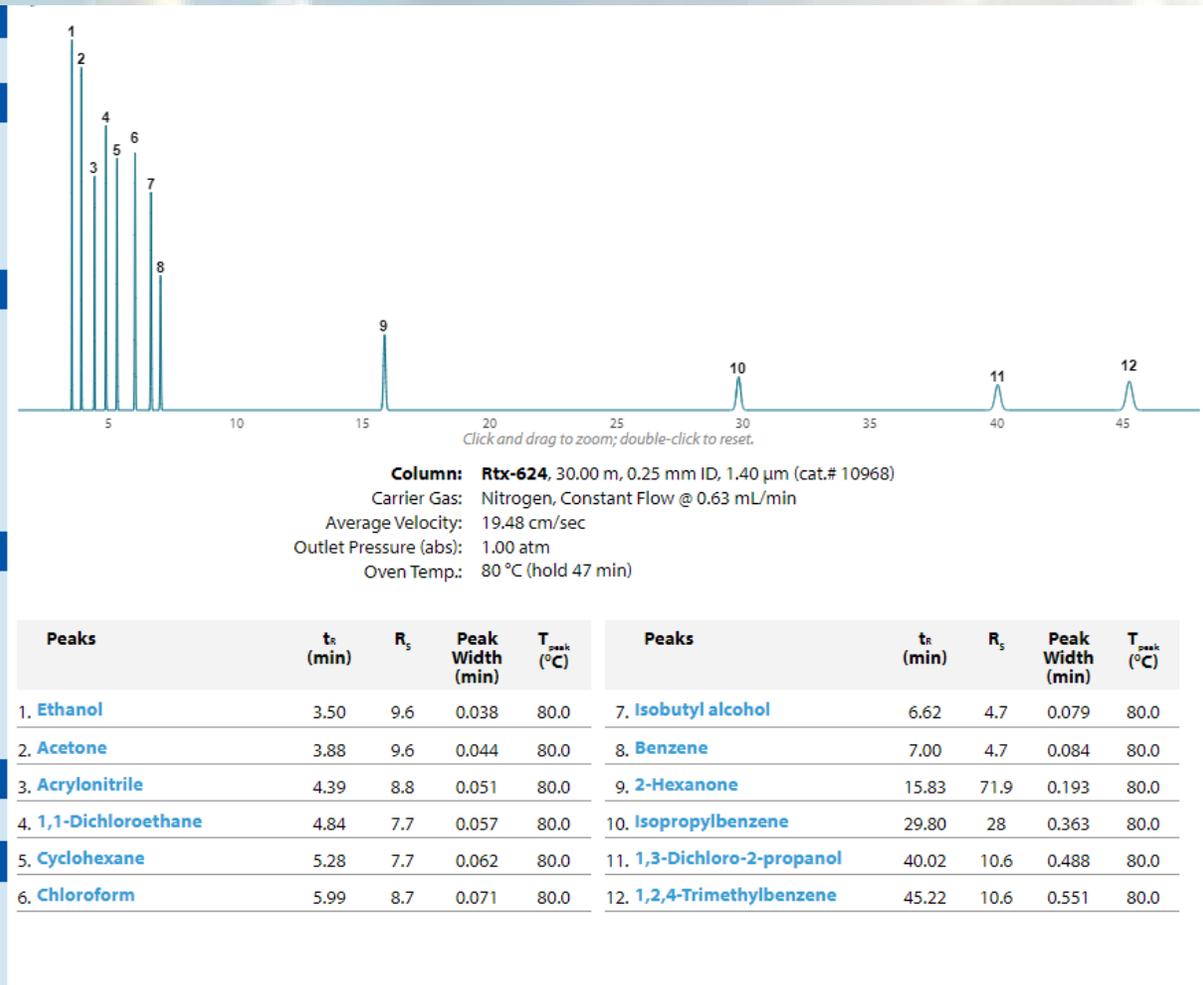
**Column** Rtx-624  
Length: 30.00 m  
Inner Diameter: 0.25 mm  
Film Thickness: 1.40 µm  
Available Columns: 30, 0.25, 1.40

**Control Parameters**  
Column Flow: 0.63 mL/min  
Average Velocity: 19.48 cm/sec  
Holdup Time: 2.57 min  
Inlet Pressure: 0.62 atm  
Outlet Pressure (abs): 1.00 atm

**Oven Program**  
 Isothermal  
 Ramps  
Ramp Rate: 80 °C/min  
Temp: 47 °C  
Hold Time: 47 min  
Target Resolution: 1.50  
Refine Oven Program  
*cat. # 10968 recommended max temperature: 240 °C*

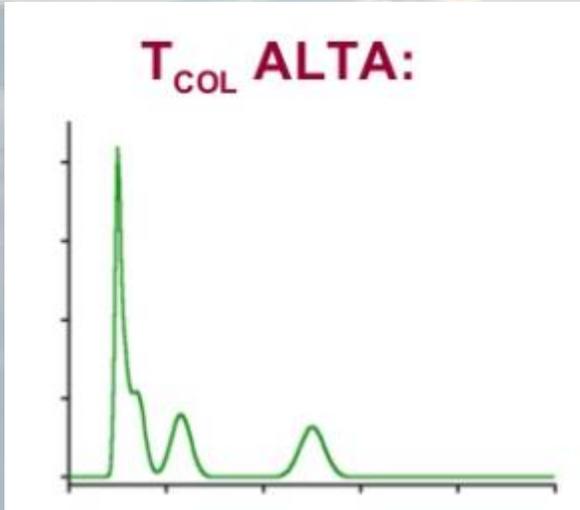
**Control Method**  
Constant Flow

**Results**  
Run Time: 45.20 min  
Compounds Separated: 12



# HORNO – CONTROL DE LA TEMPERATURA

Inconvenientes cuando tenemos una mezcla cuyos componentes tienen puntos de ebullición muy diferentes



Los componentes más volátiles no son separados.

Los componentes menos volátiles eluyen más rápido.

**Carrier Gas**  
Nitrogen

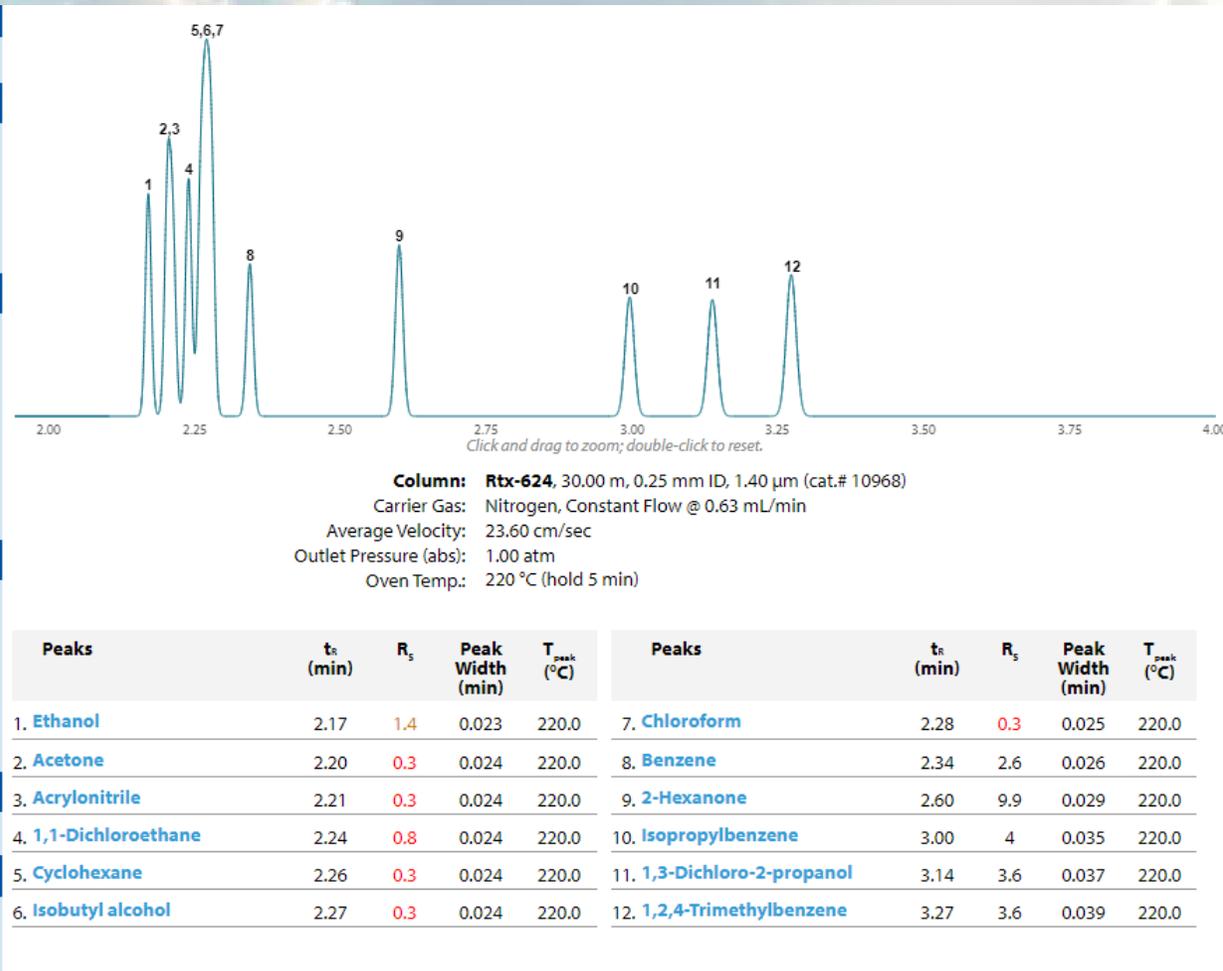
**Column** Rtx-624  
Length: 30.00 m  
Inner Diameter: 0.25 mm  
Film Thickness: 1.40 μm  
Available Columns: 30, 0.25, 1.40

**Control Parameters**  
Column Flow: 0.63 mL/min  
Average Velocity: 23.60 cm/sec  
Holdup Time: 2.12 min  
Inlet Pressure: atm 0.97 atm  
Outlet Pressure (abs): 1.00 atm

**Oven Program**  
 Isothermal  
 Ramps  
Ramp Rate (°C/min): 220  
Temp (°C): 220  
Hold Time (min): 5  
Target Resolution: 1.50  
Refine Oven Program  
cat.# 10968 recommended max temperature: 240 °C

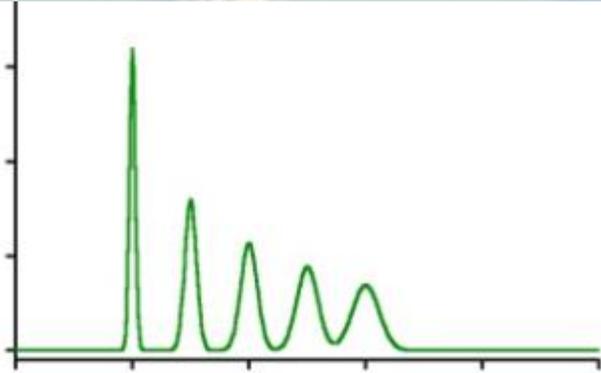
**Control Method**  
Constant Flow

**Results** Change to  Efficiency  Speed  Custom  
Run Time: 3.27 min  
Compounds Separated: 5



# HORNO – CONTROL DE LA TEMPERATURA

Programación lineal de temperatura (rampas de temperatura)



Se consiguen buenas separaciones de los componentes de la muestra en menor tiempo

**Parámetros de una programación de temperatura:**

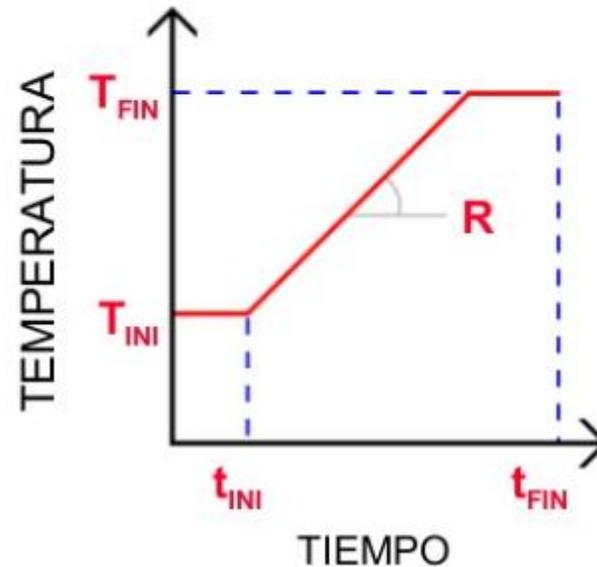
$T_{INI}$  Temperatura Inicial

$T_{FIN}$  Temperatura Final

$t_{INI}$  Tiempo Isotérmico Inicial

$t_{FIN}$  Tiempo Final del Programa

$R$  Velocidad de calentamiento



La temperatura debe ajustarse con exactitud y precisión de  $\pm 0,1$  °C. En los cromatógrafos modernos (desde 1980) el control de temperatura del horno es totalmente operado por microprocesadores

# HORNO – CONTROL DE LA TEMPERATURA

## Programación lineal de temperatura (rampas de temperatura)

**Carrier Gas**  
Nitrogen

**Column** **Rtx-624**

Length: 30.00 m  
Inner Diameter: 0.25 mm  
Film Thickness: 1.40 μm  
Available Columns: 30, 0.25, 1.40

**Control Parameters**

Column Flow: 0.63 mL/min  
Average Velocity: 18.40 cm/sec  
Holdup Time: 2.72 min  
Inlet Pressure: atm 0.55 atm  
Outlet Pressure (abs): 1.00 atm (Atm Vacuum)

**Oven Program**

Isothermal  
 Ramps

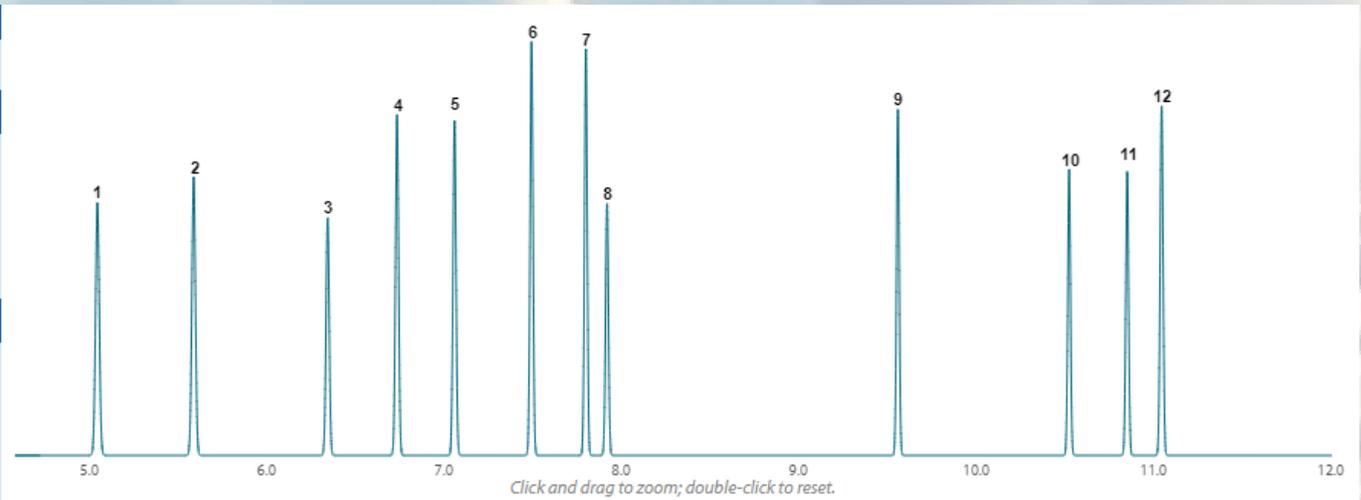
Number of Ramps (1-5)	Ramp Rate (°C/min)	Temp (°C)	Hold Time (min)
1	30	230	2
		50	4.5

Target Resolution: 1.50  
Refine Oven Program  
cat.# 10968 recommended max temperature: 240 °C

**Control Method**  
Constant Flow

**Results** Change to  Efficiency  Speed  Custom

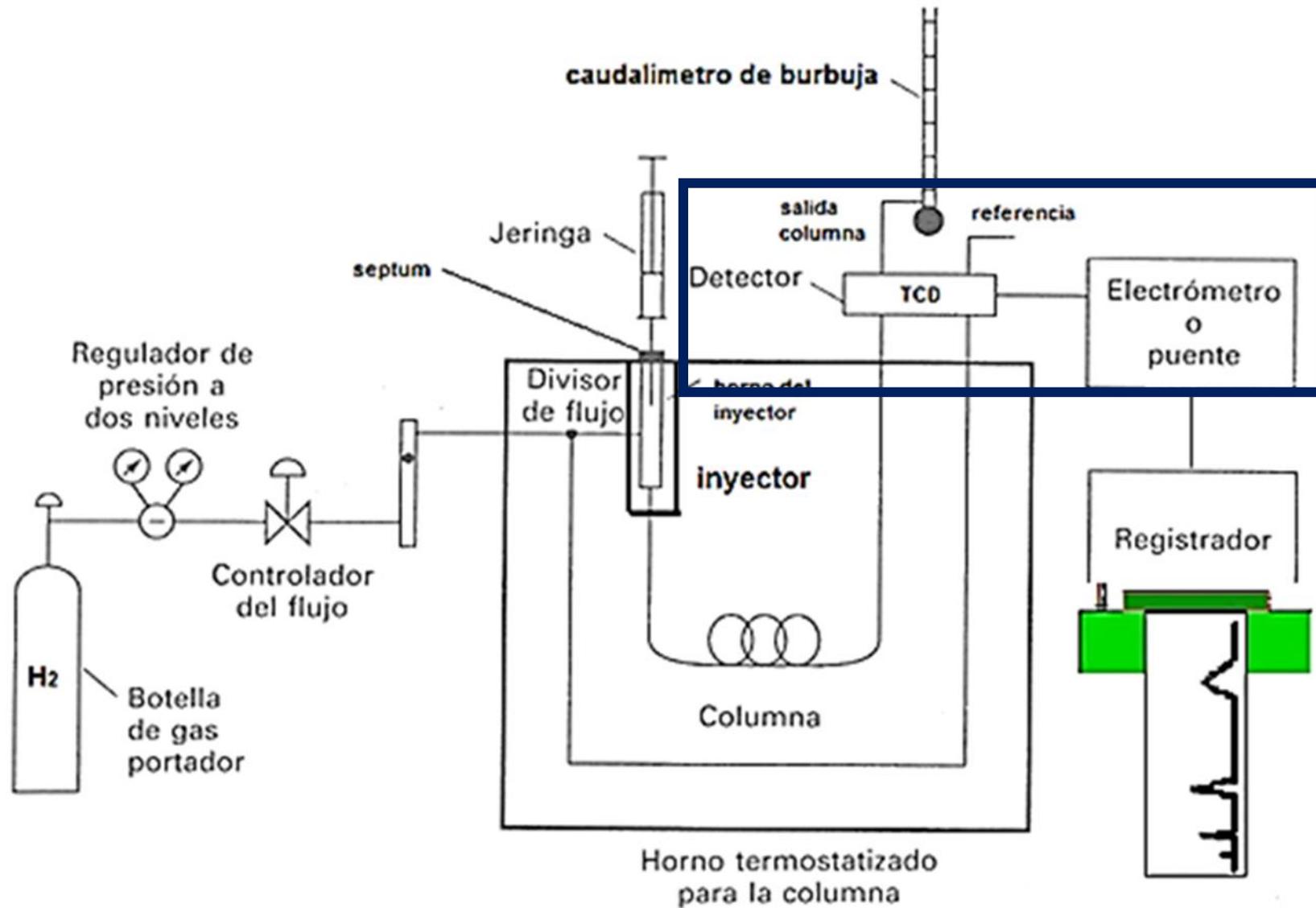
Run Time: 11.00 min  
Compounds Separated: 12



**Column:** Rtx-624, 30.00 m, 0.25 mm ID, 1.40 μm (cat.# 10968)  
**Carrier Gas:** Nitrogen, Constant Flow @ 0.63 mL/min  
**Average Velocity:** 18.40 cm/sec  
**Outlet Pressure (abs):** 1.00 atm  
**Oven Temp.:** 50 °C (hold 4.5 min) to 230 °C @ 30 °C/min (hold 2 min)

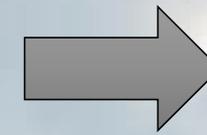
Peaks	t <sub>r</sub> (min)	R <sub>s</sub>	Peak Width (min)	T <sub>peak</sub> (°C)	Peaks	t <sub>r</sub> (min)	R <sub>s</sub>	Peak Width (min)	T <sub>peak</sub> (°C)
1. Ethanol	5.04	11.7	0.046	66.4	7. Isobutyl alcohol	7.80	3.4	0.034	148.9
2. Acetone	5.59	11.7	0.044	82.6	8. Benzene	7.92	3.4	0.036	152.5
3. Acrylonitrile	6.34	9.8	0.040	105.3	9. 2-Hexanone	9.55	28.8	0.034	201.7
4. 1,1-Dichloroethane	6.73	8.4	0.038	117.0	10. Isopropylbenzene	10.52	9.6	0.034	230.0
5. Cyclohexane	7.06	8.4	0.037	126.7	11. 1,3-Dichloro-2-propanol	10.85	5.5	0.035	230.0
6. Chloroform	7.49	8.5	0.036	139.7	12. 1,2,4-Trimethylbenzene	11.04	5.5	0.036	230.0

# DETECTOR



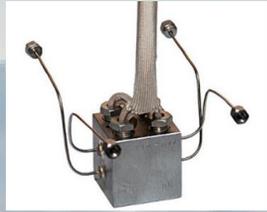
Los componentes se separan en la columna y llegan finalmente al detector.

# DETECTORES UNIVERSALES



Factor de respuesta

Generan señal para cualquier sustancia eluida



**DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA**  
(Thermal Conductivity Detector, TCD)

Gas portador  $H_2$ , He

Diferencial

No destructivo

Responde a la concentración de analito  
(cambia el caudal, cambia la curva de calibración)

Respuesta a todo tipo de compuestos  
(algunos no generan señal en FID: gases nobles,  $N_2$ ,  $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $NH_3$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $CCl_4$ )

**DETECTOR DE IONIZACIÓN EN LLAMA**  
(Flame Ionization Detector, FID)

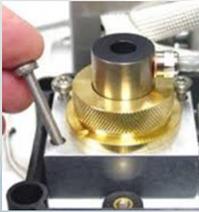
Gas portador  $N_2$ , He

Absoluto

Destructivo

Responde al flujo másico del analito  
(calibración no depende del caudal)

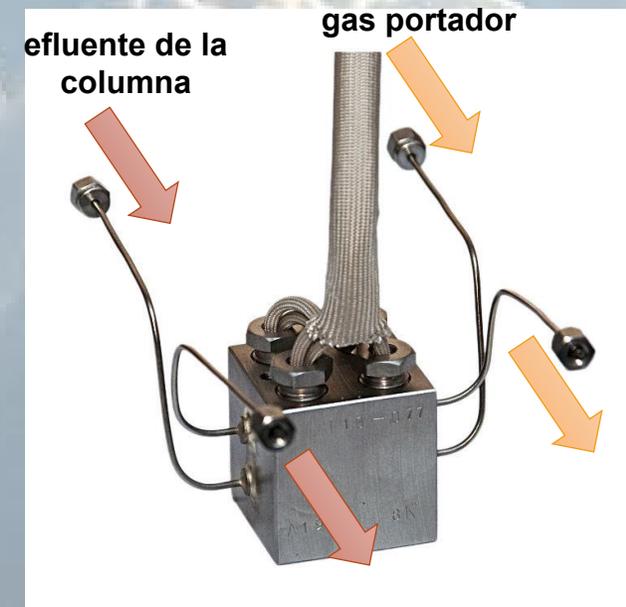
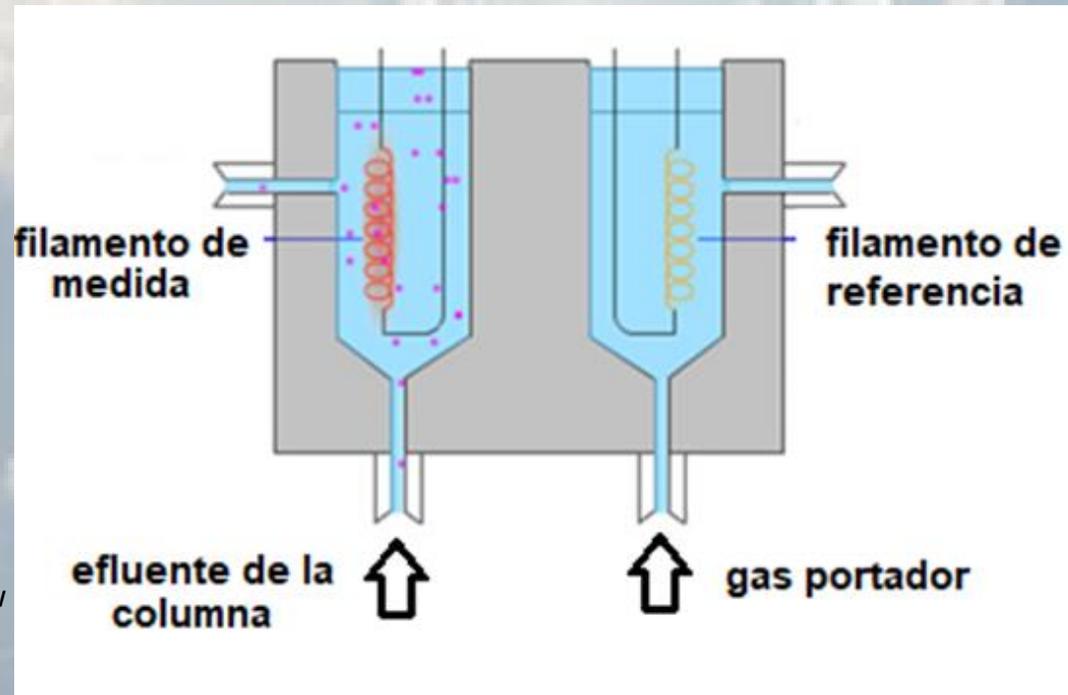
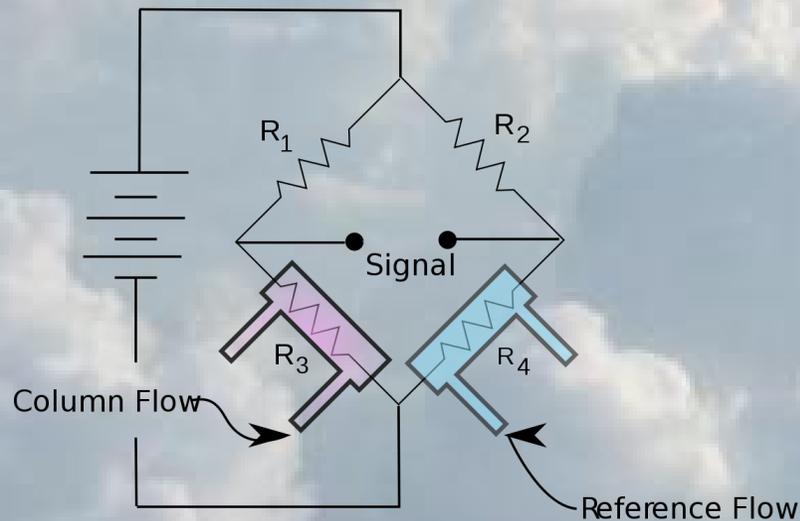
Respuesta a compuestos orgánicos combustibles (uniones C-H)  
(por ej. hidrocarburos)



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

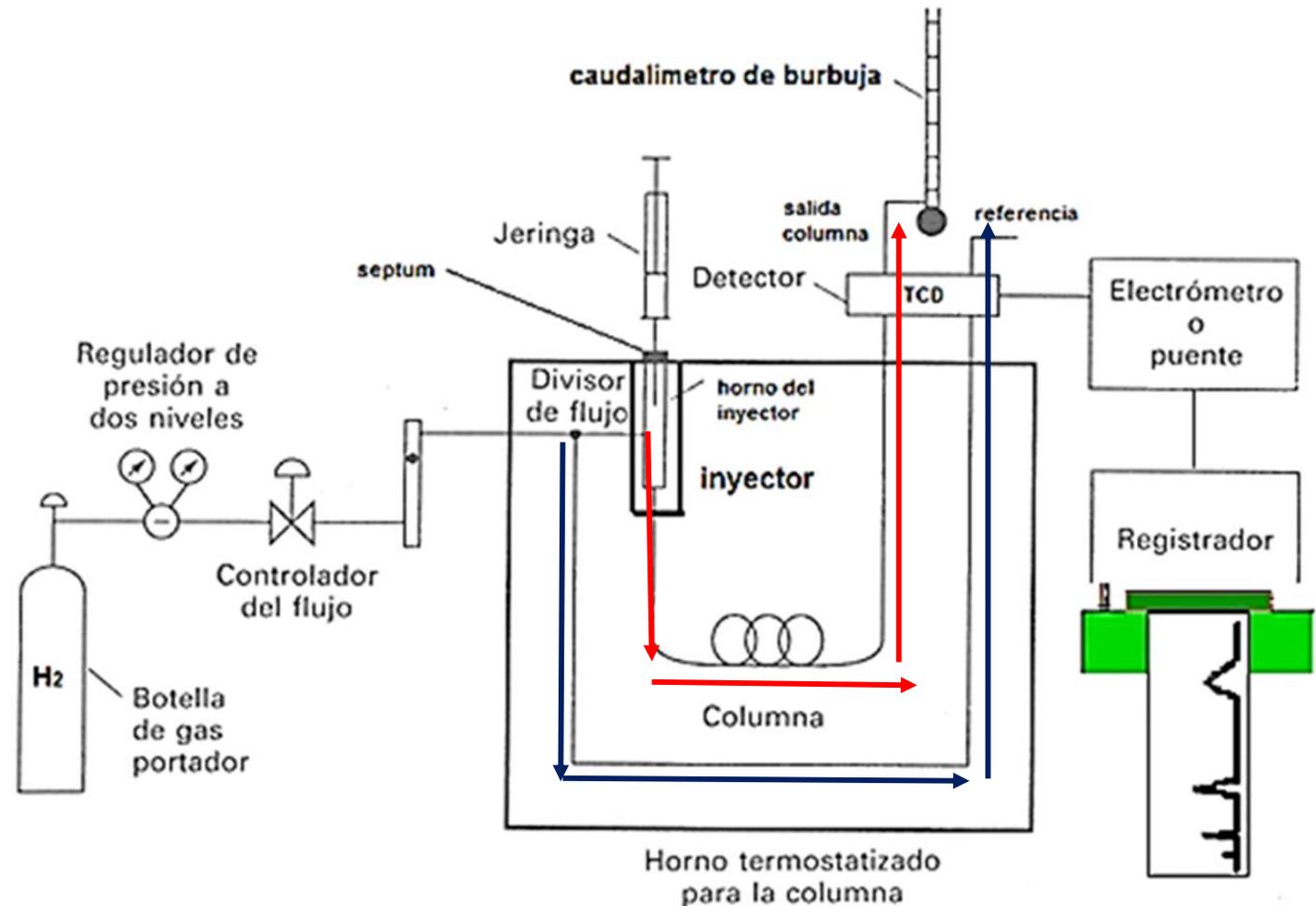
Por lo general posee 2 **filamentos metálicos** (hilo fino de platino, oro o tungsteno): uno de **referencia** donde sólo pasa gas portador, y otro de **medida** (analítico) por donde pasa lo que sale de la columna. Cada uno de ellos es una rama de un puente de Wheatstone.



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

Obsérvese como mediante un divisor de flujo se divide en dos la corriente de gas portador. Una parte ingresa por el inyector y arrastra la muestra a través de la columna, pasando luego por el filamento de medida. La otra parte se dirige directamente hacia el filamento de referencia del detector



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

El puente se alimenta con una fuente regulada de corriente eléctrica (en el caso del TP, se trabaja con 120 mA). Cada filamento alcanza una temperatura constante determinada por la intensidad de corriente y la capacidad del medio gaseoso que lo rodea de disipar el calor (es decir, su conductividad térmica)



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

Como gas portador se utilizan  $H_2$  o He, que son los gases que poseen la mayor conductividad térmica.

Cuando el efluente de la columna consiste sólo en gas portador, ambos filamentos alcanzan una temperatura semejante y tenemos la denominada línea de base en el cromatograma.

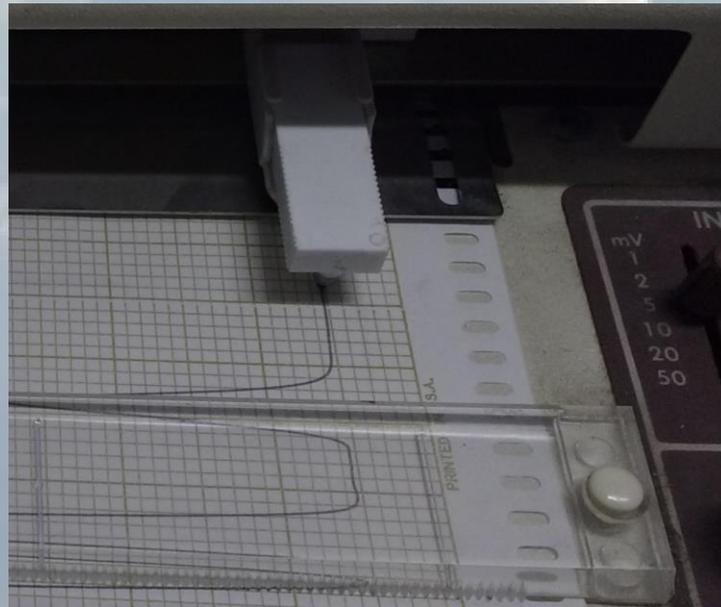
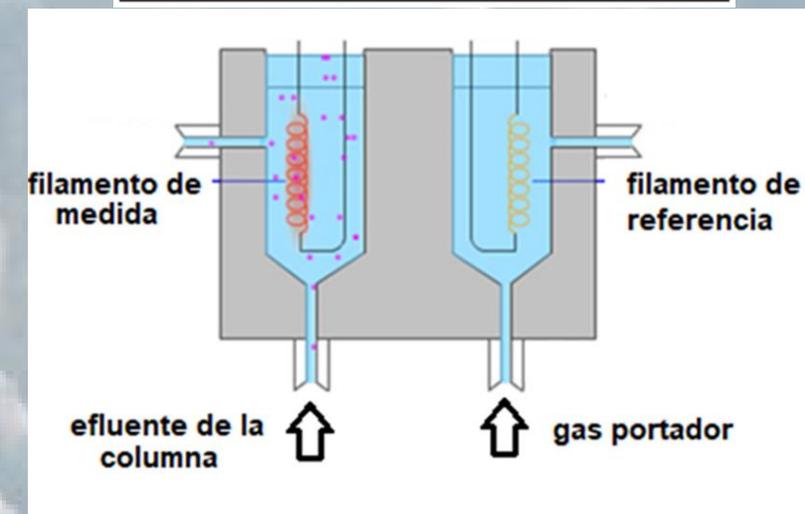


Table I: Thermal conductivity of common gases at 0 °C

Gas	Thermal Conductivity, $\lambda$ ( $\text{cal}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot^\circ\text{C}^{-1} \times 10^{-5}$ )*
Helium	34.8
Hydrogen	41.6
Nitrogen	5.8
Argon	4.0
Oxygen	5.9
Carbon monoxide	5.6
Methane	7.2
Benzene	2.2

\* Values from reference 2.



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

Las conductividades térmicas del helio y del hidrógeno son de 6 a 10 veces mayores que las de la mayoría de los compuestos orgánicos. Por tanto, incluso pequeñas cantidades de materia orgánica ocasionan una **disminución relativamente grande de la conductividad térmica** del efluente de la columna. En consecuencia, el filamento de medida retiene más calor y experimenta un **marcado aumento de T**.

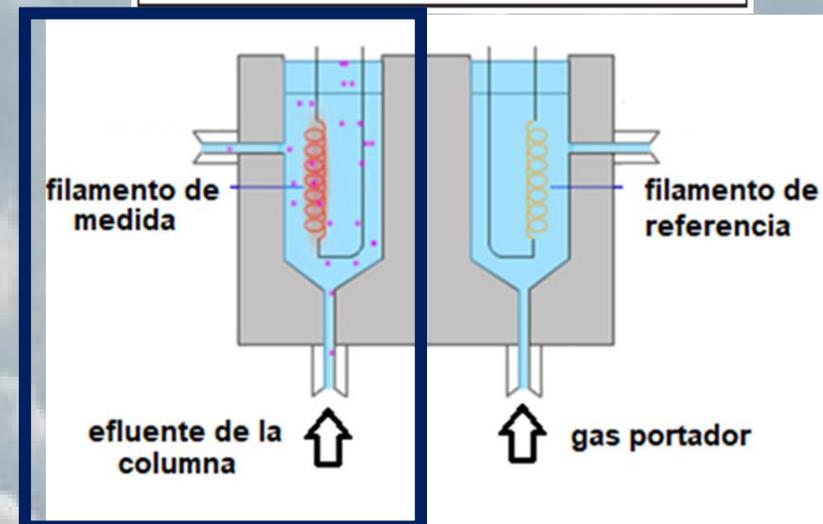
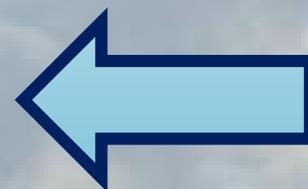
Table I: Thermal conductivity of common gases at 0 °C

Gas	Thermal Conductivity, $\lambda$ ( $\text{cal}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^{-5}$ )*
Helium	34.8
Hydrogen	41.6
Nitrogen	5.8
Argon	4.0
Oxygen	5.9
Carbon monoxide	5.6
Methane	7.2
Benzene	2.2

\* Values from reference 2.

↓ conductividad térmica del efluente

↑ temperatura del filamento



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

El cambio de T del filamento de medida trae aparejado un **cambio en su resistencia eléctrica**, lo que se traduce en una **señal eléctrica** que alimenta al registrador.

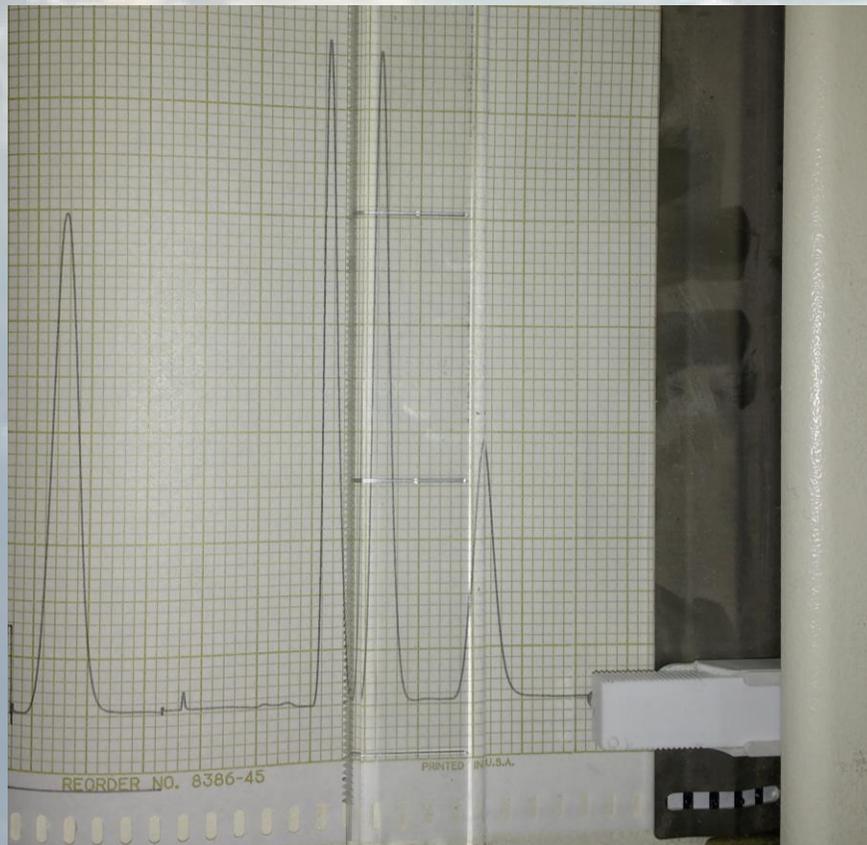
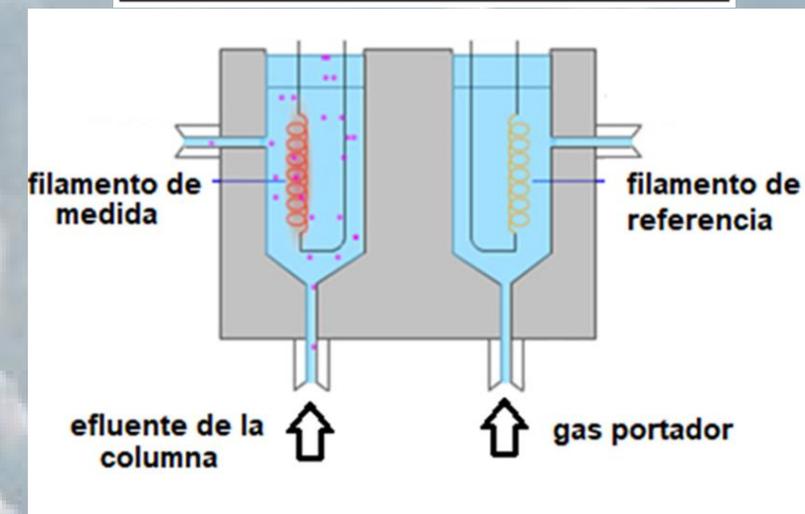


Table I: Thermal conductivity of common gases at 0 °C

Gas	Thermal Conductivity, $\lambda$ ( $\text{cal}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^{-5}$ )*
Helium	34.8
Hydrogen	41.6
Nitrogen	5.8
Argon	4.0
Oxygen	5.9
Carbon monoxide	5.6
Methane	7.2
Benzene	2.2

\* Values from reference 2.

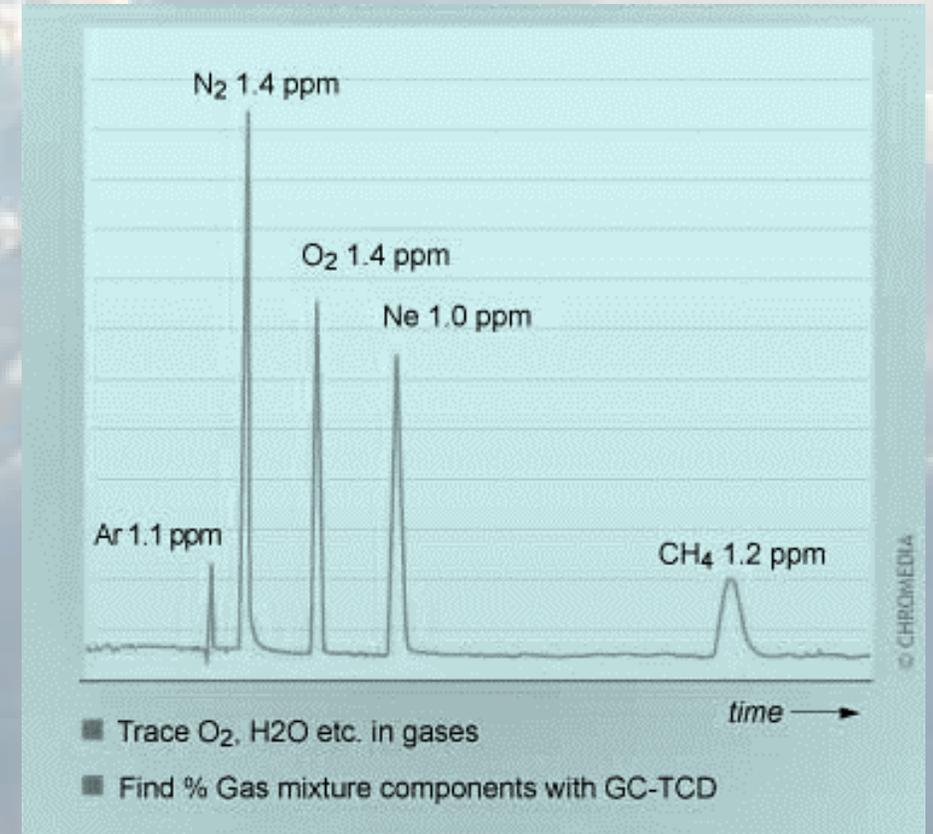


# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (Thermal Conductivity Detector, TCD)

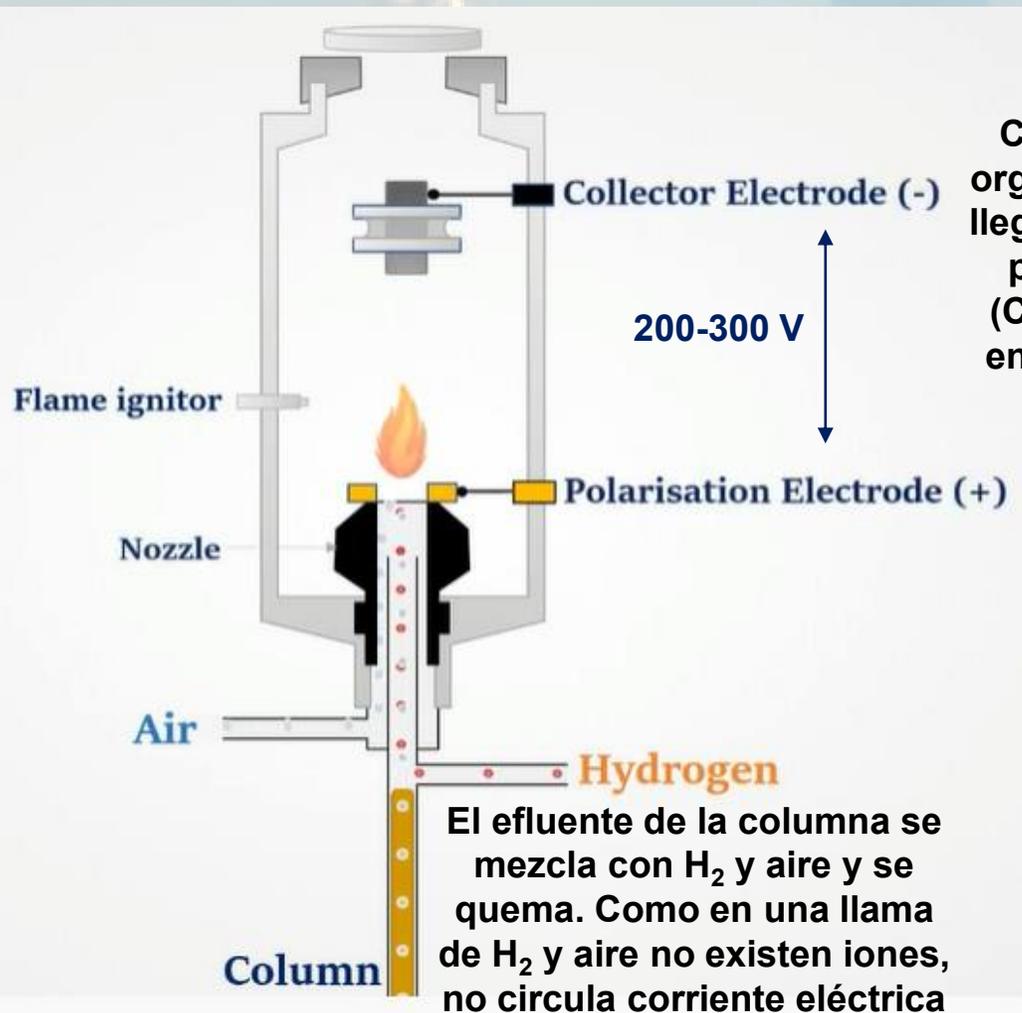
**VENTAJAS:** simplicidad, amplio rango lineal ( $\approx 10^5$ ), Respuesta a todo tipo de compuestos (especialmente aquellos que no generan señal en FID: gases nobles,  $N_2$ ,  $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $NH_3$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $CCl_4$ ), no destructivo (permite recoger los solutos tras la detección)

**DESVENTAJA:** sensibilidad relativamente baja ( $\approx 10^{-8}$  g de soluto/ml de gas portador). Otros detectores son de  $10^4$  a  $10^7$  veces más sensibles.

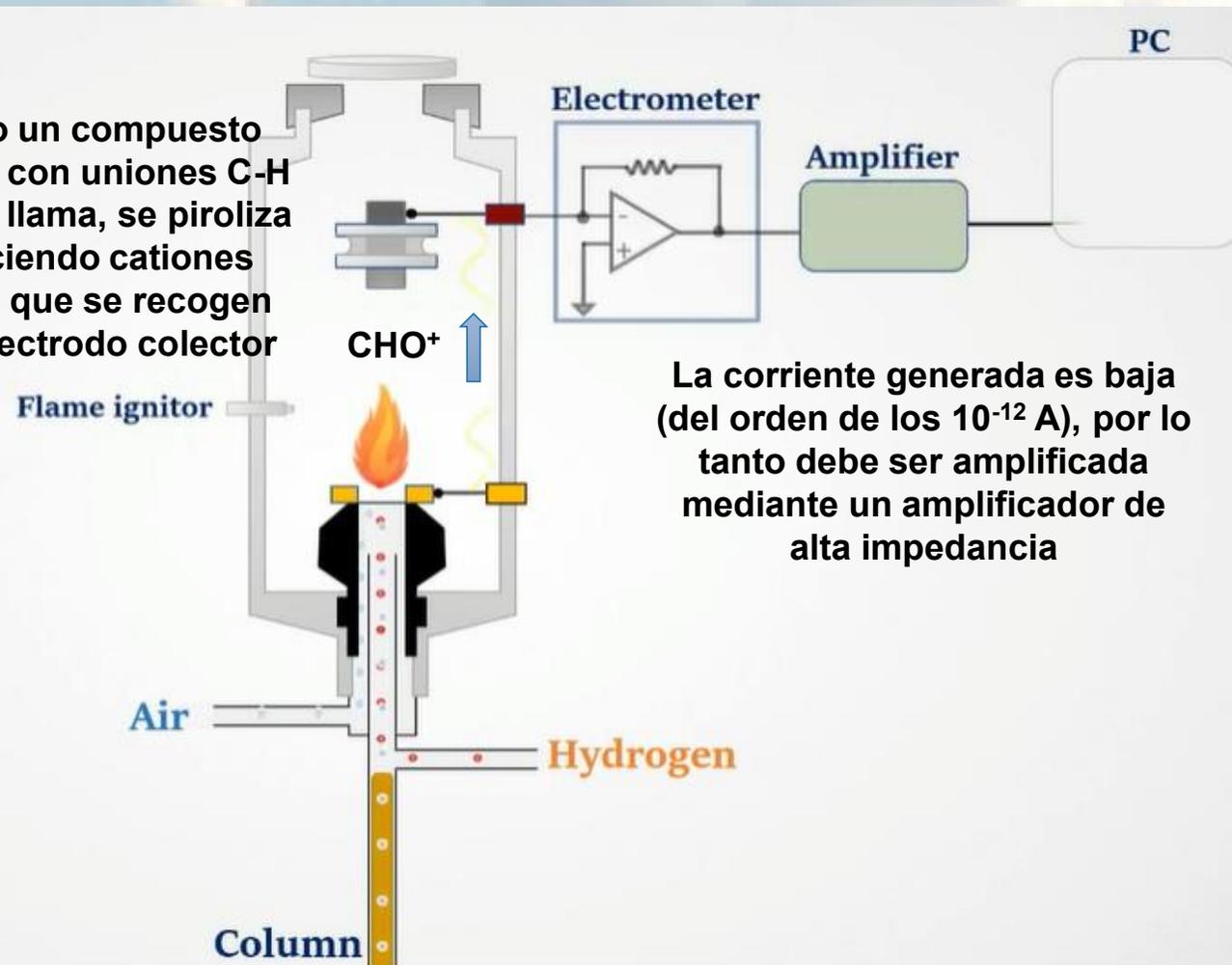


# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE IONIZACIÓN EN LLAMA (Flame Ionization Detector, FID)

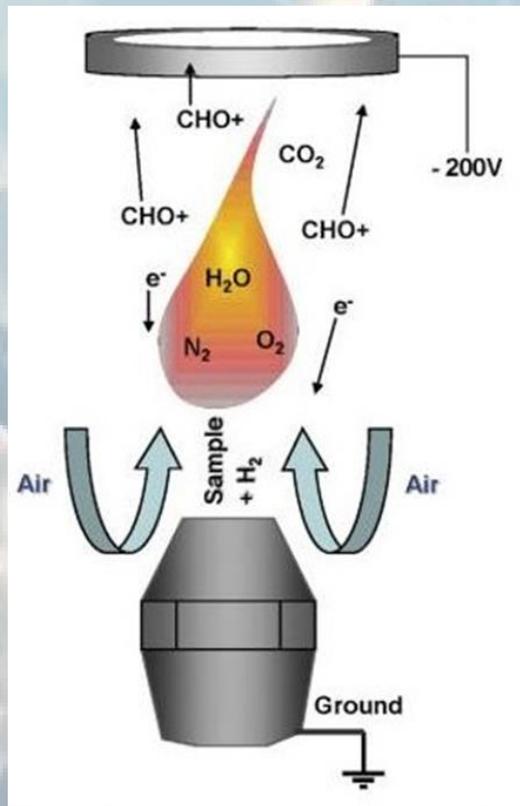
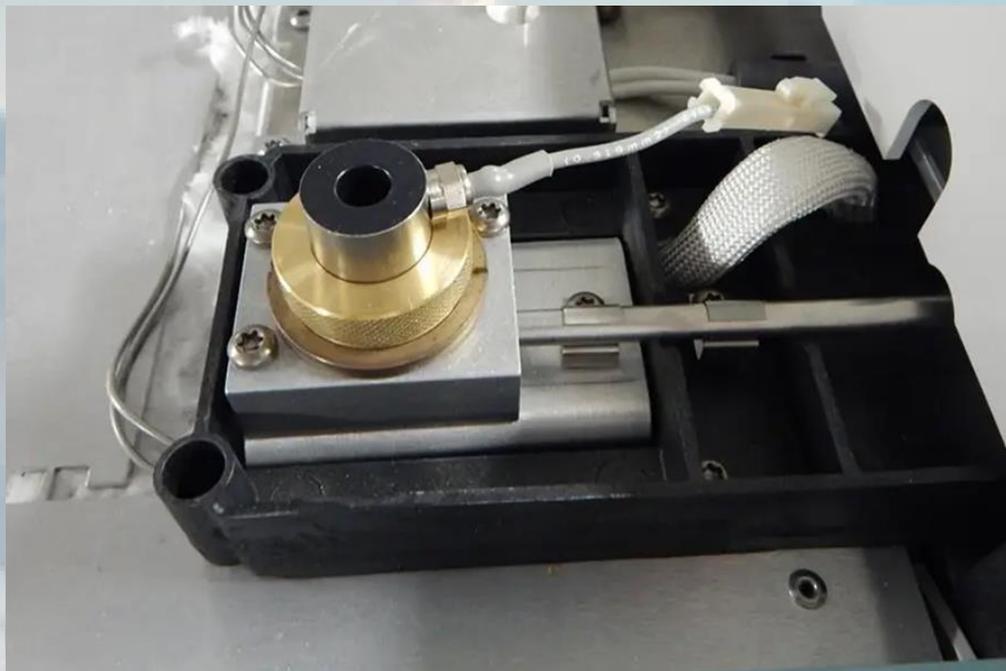


Cuando un compuesto orgánico con uniones C-H llega a la llama, se piroliza produciendo cationes (CHO<sup>+</sup>), que se recogen en un electrodo colector



# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE IONIZACIÓN EN LLAMA (Flame Ionization Detector, FID)



detector sensible al flujo másico

señal analítica ~ n° iones ~ n° átomos de C en la molécula

la presencia de heteroátomos reduce la señal

# DETECTORES UNIVERSALES

## DETECTOR DE IONIZACIÓN EN LLAMA (Flame Ionization Detector, FID)

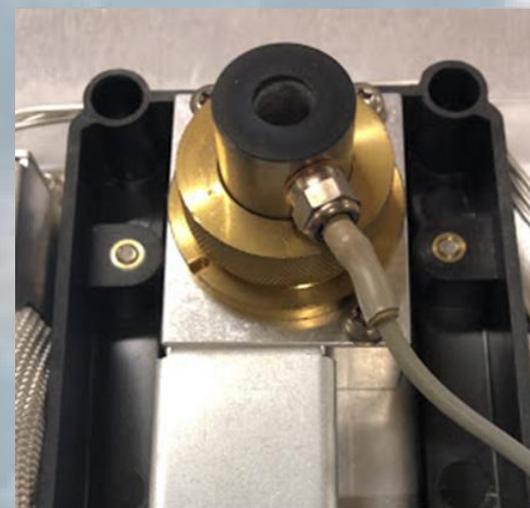
### VENTAJAS:

- Alta sensibilidad, del orden de  $10^{-13}$  g/s.
- Amplio intervalo lineal de respuesta,  $10^7$  unidades.
- Bajo ruido de fondo (elevada relación señal/ruido).
- Bajo mantenimiento, fácil de fabricar.

### DESVENTAJA:

- Destruye la muestra (la piroliza).
- Poco sensible a compuestos muy oxidados

- ❖ no detecta gases nobles,  $N_2$ ,  $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $NH_3$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $CCl_4$
- ❖ algunos grupos funcionales no dan respuesta en este detector, como el carbonilo, alcohol, halógeno o amina



## DETECTORES ESPECÍFICOS

### **Detector de captura de electrones (Electron Capture Detector, ECD)**

moléculas con átomos o grupos electronegativos como halógenos (cloro, bromo, yodo), peróxidos, quinonas y grupos nitro  
pesticidas organoclorados, bifenilos policlorados (PCBs),  
hidrocarburos halogenados

### **Detector de nitrógeno-fósforo (Nitrogen-Phosphorus Detector, NPD)**

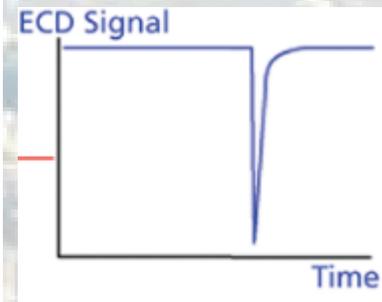
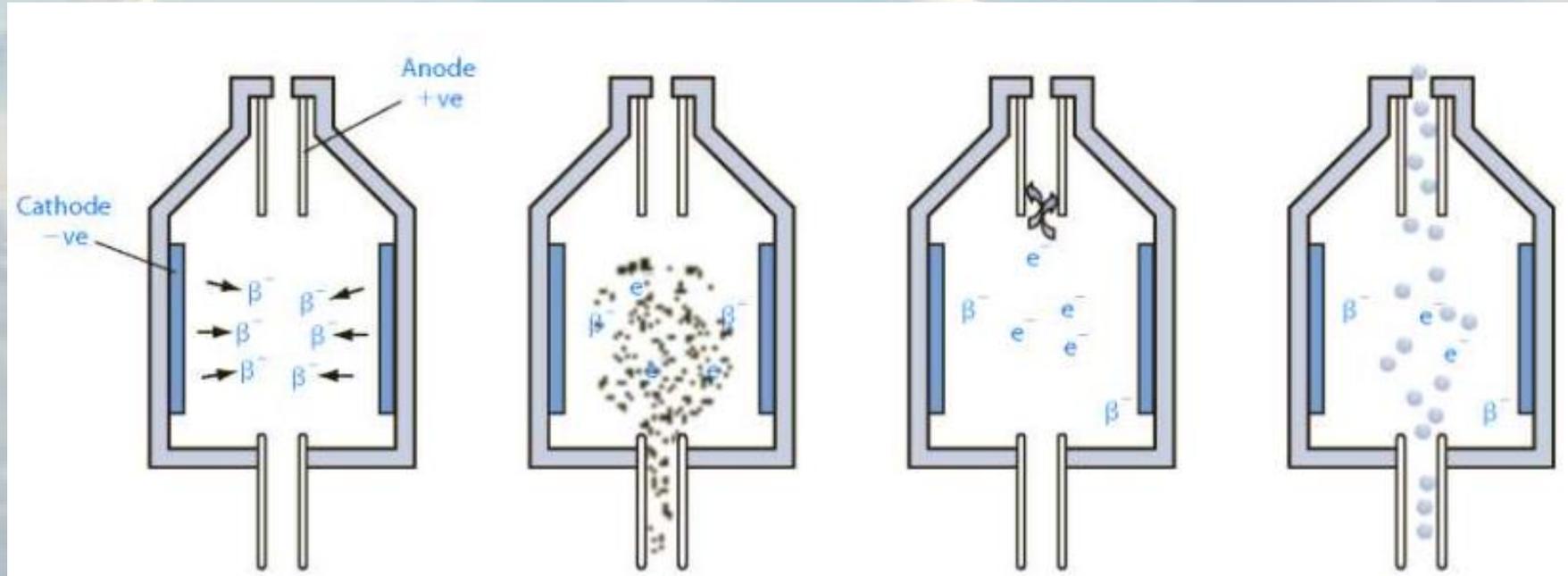
compuestos orgánicos fosforados (pesticidas organofosforados)  
y nitrogenados (aminas, nitratos)

### **Detector fotométrico de llama (Flame Photometric Detector, FPD)**

compuestos como pesticidas e hidrocarburos que  
contengan fósforo o azufre.

# DETECTORES ESPECÍFICOS

## DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES (Electron Capture Detector, ECD)



una fuente radioactiva ( $^{63}\text{Ni}$ ) emite partículas  $\beta$

partículas  $\beta$  ionizan el gas carrier, produciendo electrones térmicos secundarios, de baja energía

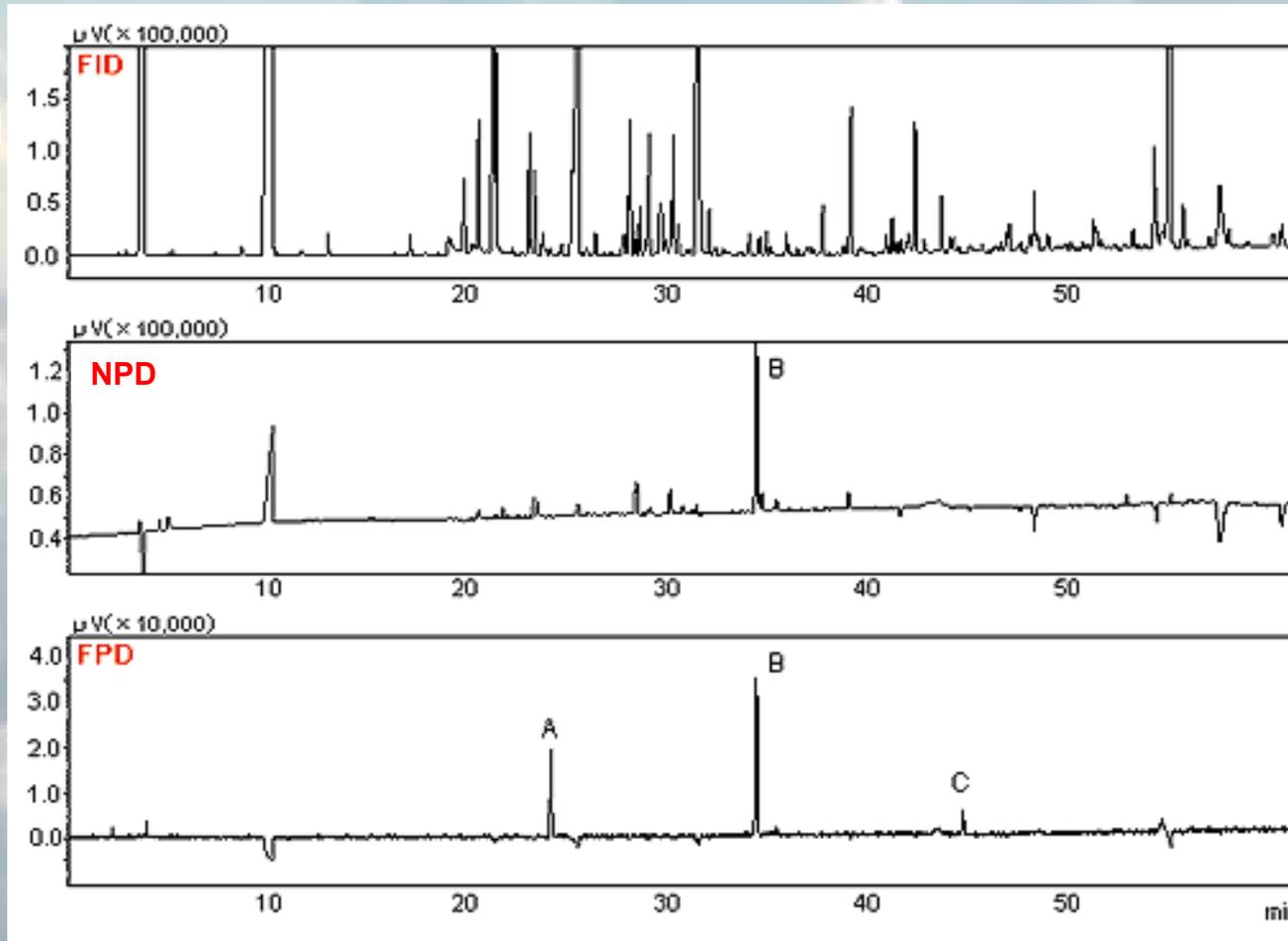
electrones lentos son atraídos hacia el ánodo, estableciéndose una corriente

cuando un analito con átomos o grupos electronegativos eluye de la columna, captura algunos electrones, disminuyendo la corriente eléctrica

gas portador:  $\text{N}_2$  o ( $\text{He}$ ,  $\text{Ar} + 5\%\text{CH}_4$ )

Muy sensible, del orden de  $10^{-14}$  g/ml de gas portador

# DETECTORES ESPECÍFICOS



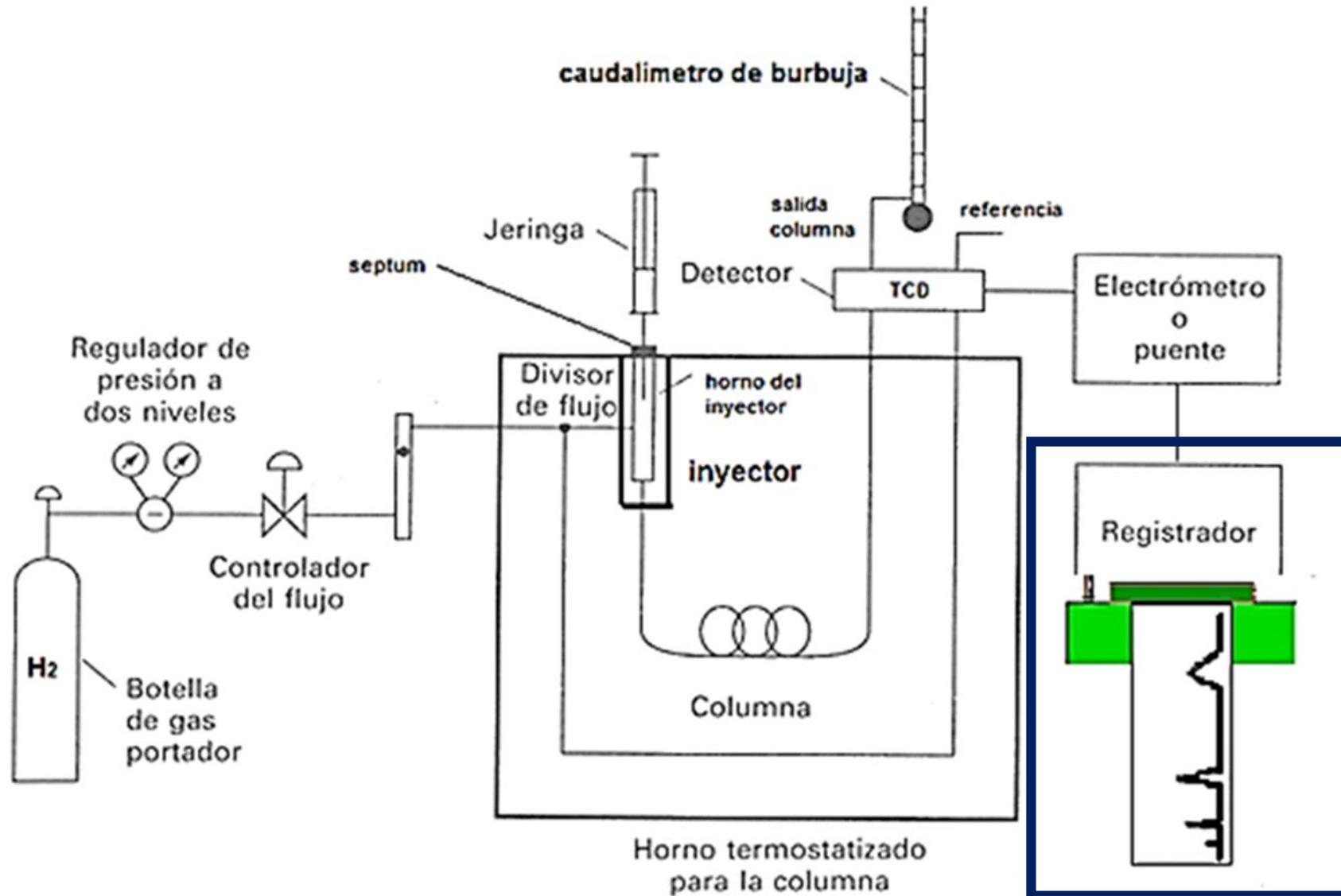
uniones C-H

N y P

P y S

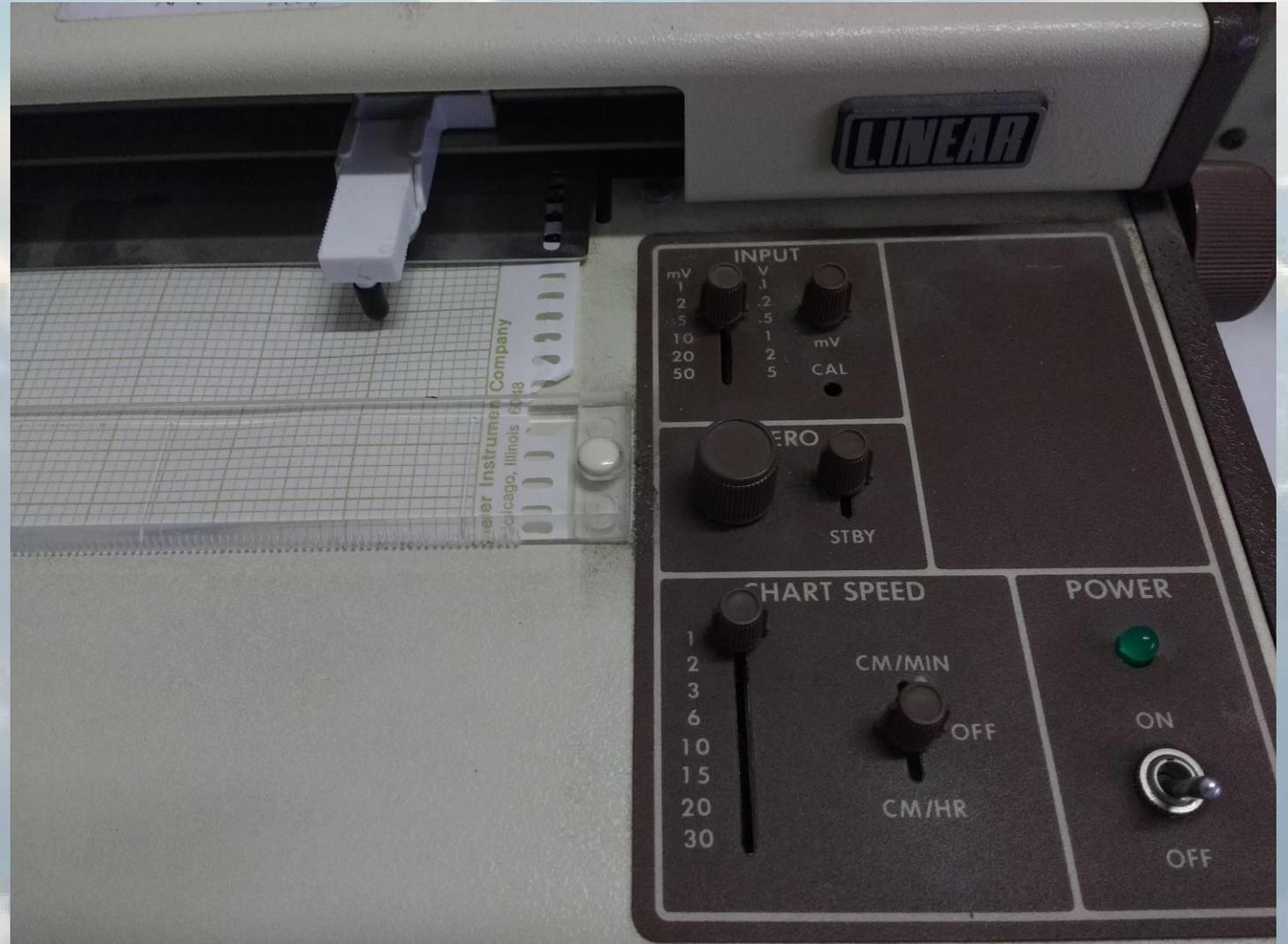
El compuesto B parece tener P, ya que es detectado tanto por el NPD como por el FPD. Los picos A y C son detectados sólo por el FPD, por lo que serían compuestos con S

# REGISTRADOR



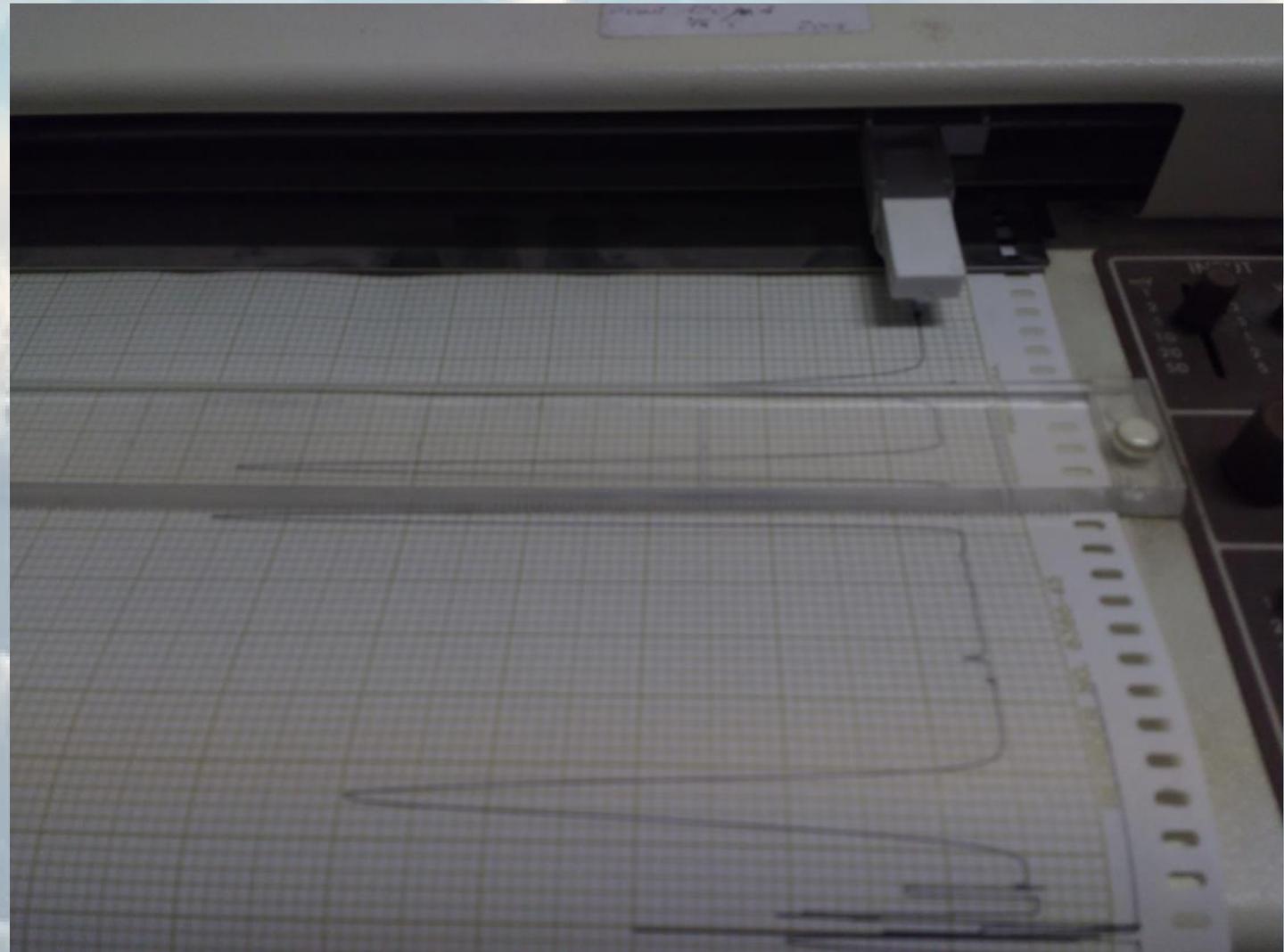
## REGISTRADOR

La señal eléctrica del detector es amplificada y registrada en un papel milimetrado, obteniéndose una serie de picos.



## REGISTRADOR

La señal eléctrica del detector es amplificada y registrada en un papel milimetrado, obteniéndose una serie de picos.

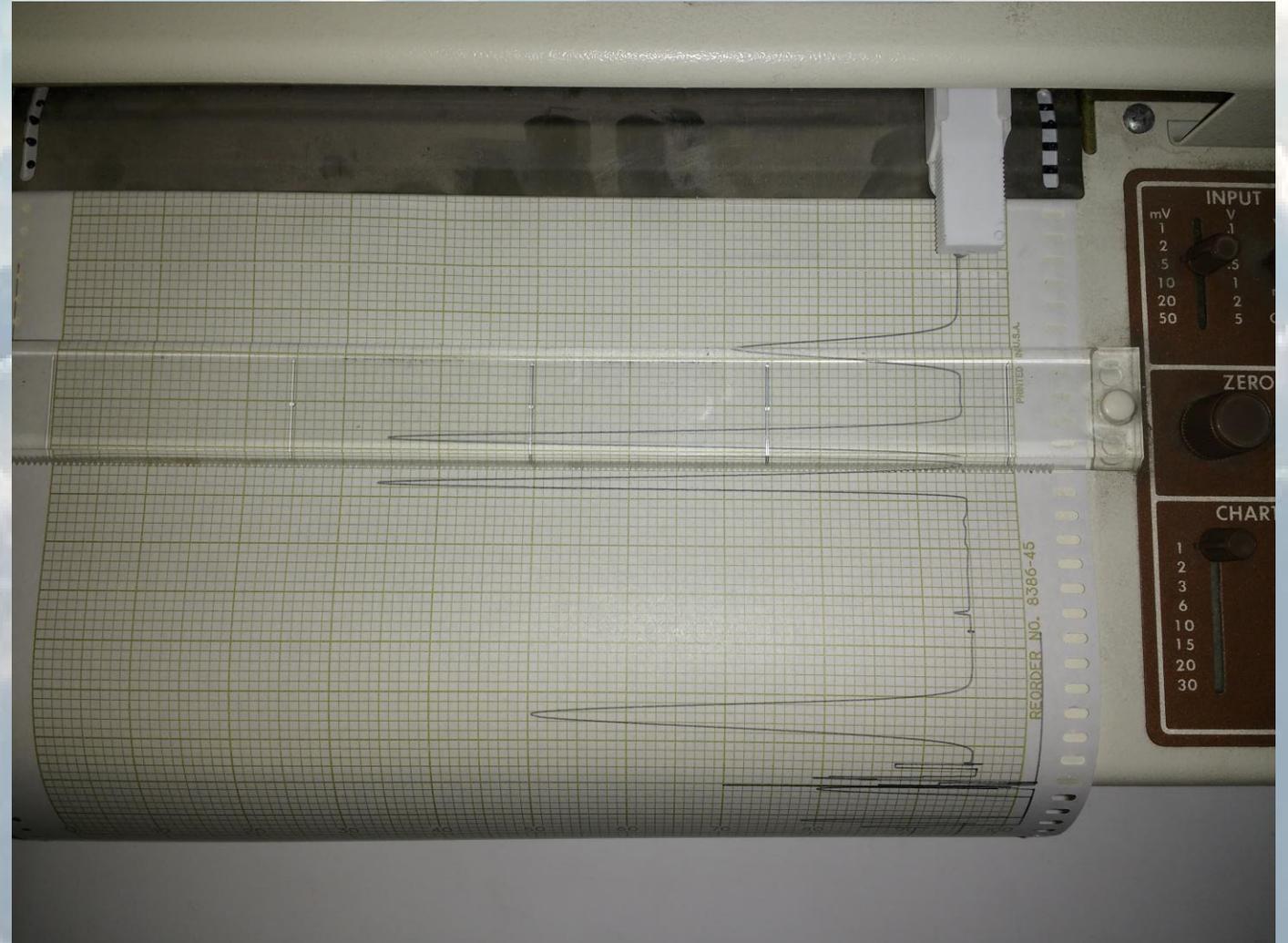




## REGISTRADOR

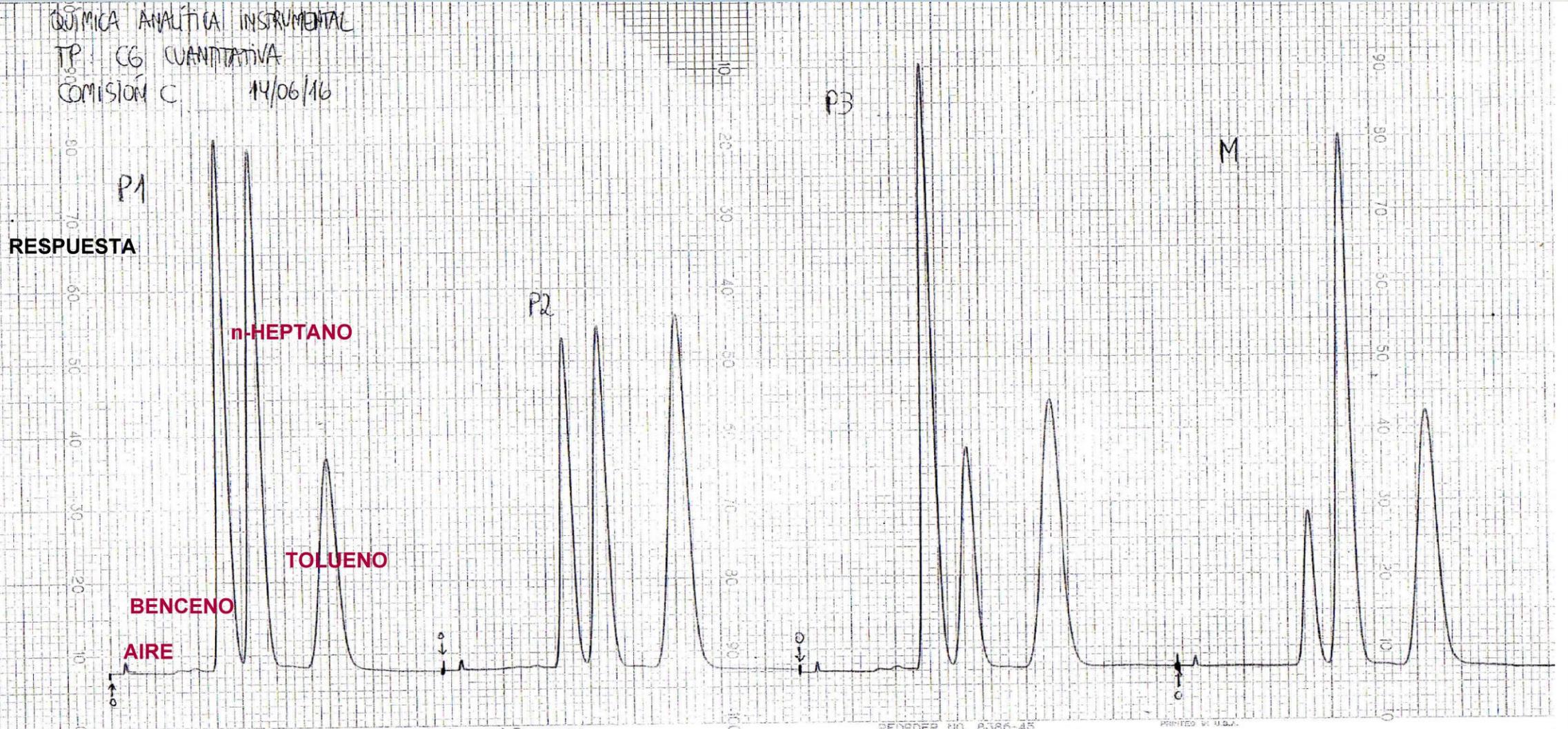
La velocidad a la que se mueve el papel en el registrador se denomina **velocidad de carta**, y nos permite hacer el pasaje de una escala de longitud (cm medidos sobre el cromatograma en el papel) a una escala de tiempo (tiempos de retención en minutos). En este caso emplearemos una velocidad de carta de 1 cm/min.

**Un cambio en la velocidad de carta no afecta de ninguna manera el proceso de separación cromatográfica**





QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL  
TP. CG CUANTITATIVA  
COMISIÓN C. 14/06/16



Cole-Parmer Instrument Company  
Chicago, Illinois 60648

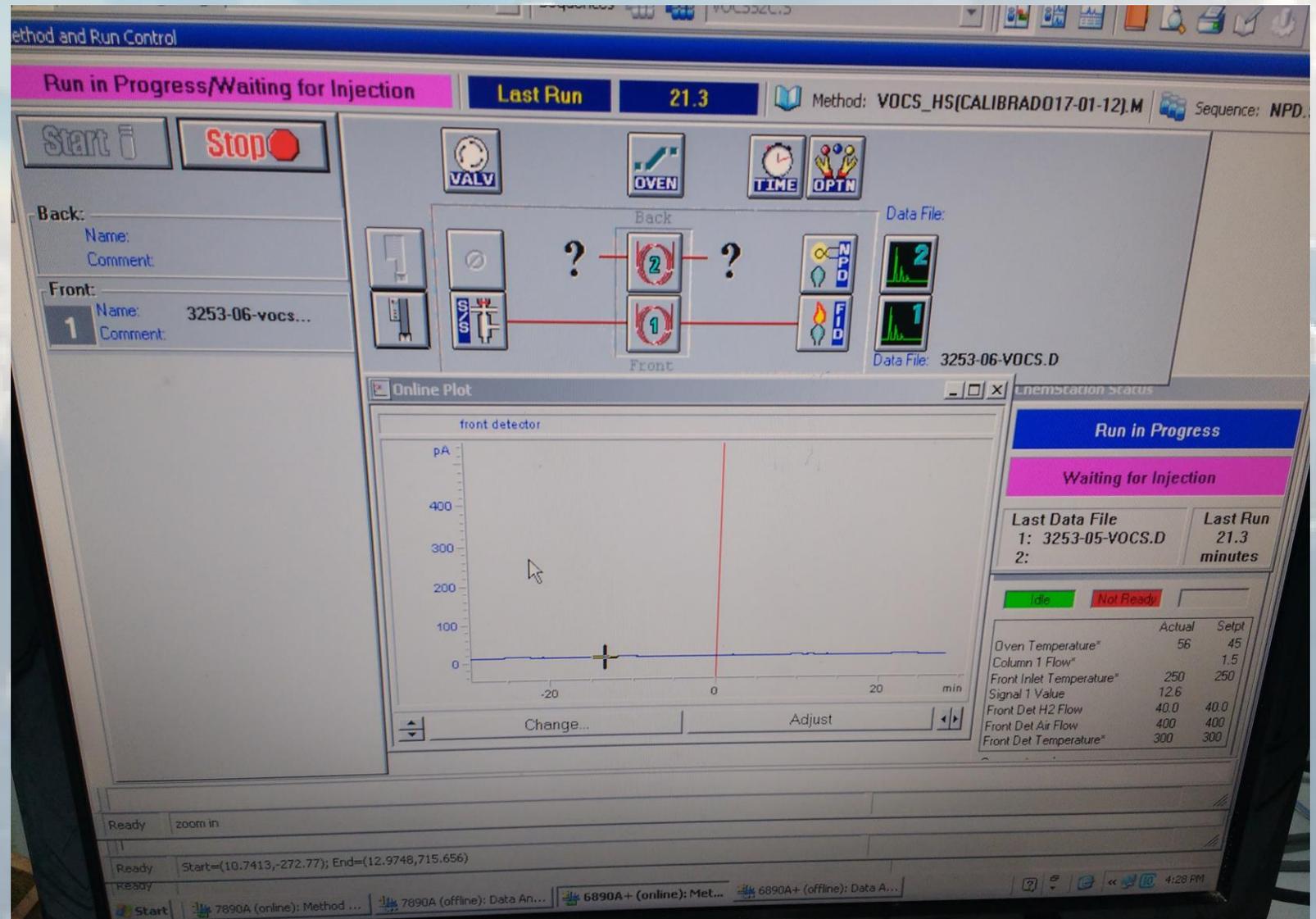
RECORDER NO. 8-386-45

PRINTED IN U.S.A.

TIEMPO

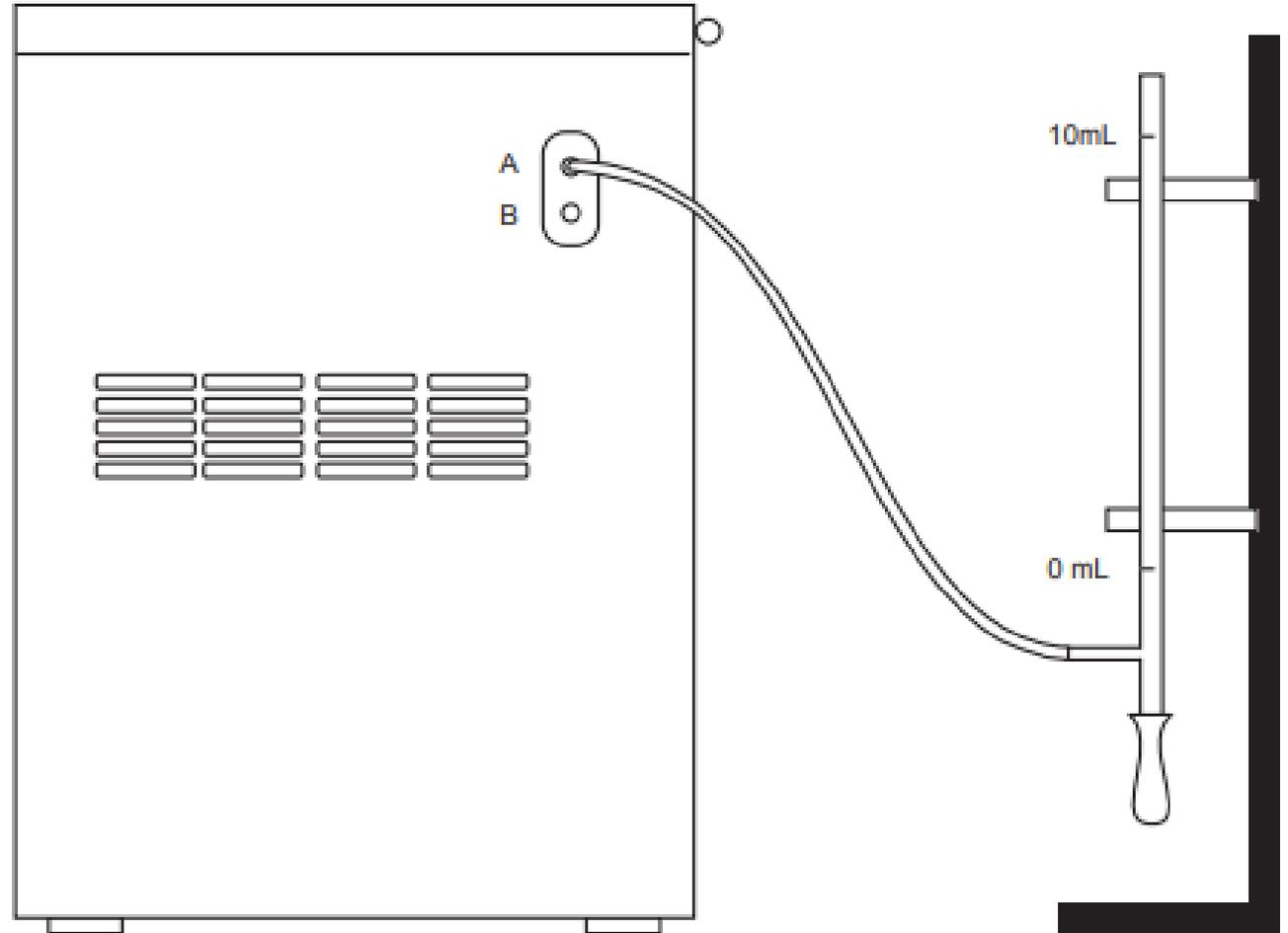
# REGISTRADOR

En los equipos modernos, un software se encarga de controlar al cromatógrafo, y además registra la señal producida por el detector en todo momento



## MEDIDA DEL CAUDAL

El **caudal de gas portador a la salida de la columna** lo vamos a medir con un **caudalímetro de burbuja**. Consiste en una bureta invertida con un reservorio en su parte inferior que posee una solución jabonosa. Mediante una jeringa se insufla aire y se crea una burbuja.



## MEDIDA DEL CAUDAL

El caudal de gas portador a la salida de la columna lo vamos a medir con un **caudalímetro de burbuja**. Consiste en una bureta invertida con un reservorio en su parte inferior que posee una solución jabonosa. Mediante una jeringa se insufla aire y se crea una burbuja.



## MEDIDA DEL CAUDAL

Con un cronómetro se mide el tiempo que tarda la burbuja en desplazarse un cierto volumen, por ejemplo 10 ml. Luego se calculan los ml recorridos en 60 s, obteniéndose el caudal  $F_{\text{medido}}$  en ml/min. Como el caudal se mide fuera de la columna, a temperatura ambiente, el mismo debe corregirse por el factor  $T_{\text{col}}/T_{\text{amb}}$

$$F_0 = F_{\text{medido}} (T_{\text{col}}/T_{\text{amb}})$$

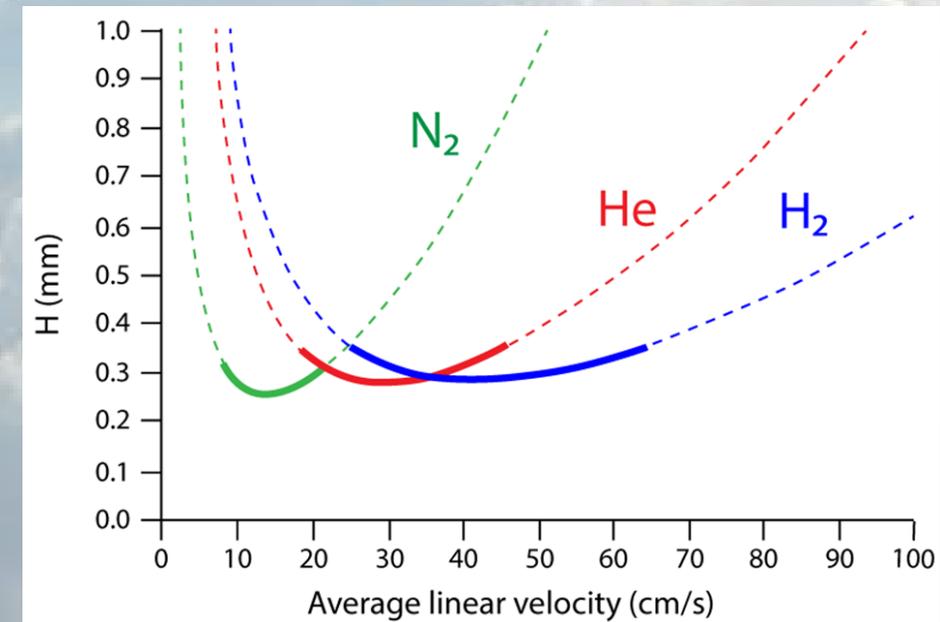


## VELOCIDAD LINEAL PROMEDIO

La velocidad lineal promedio de la fase móvil la obtenemos simplemente dividiendo la longitud de la columna ( $L=1,2\text{ m}=120\text{ cm}$ ) por el tiempo muerto (tiempo de retención del aire en el cromatograma)

$$\bar{u} = L / t_M$$

Recordemos que en el gráfico de  $H$  vs.  $\bar{u}$  (ecuación de van Deemter) tenemos un valor de  $\bar{u}$  para el cual  $H$  es mínimo. Ese valor se denomina  **$\bar{u}$  óptima**. En este TP trabajamos a una velocidad que es aproximadamente el doble de la óptima. Esto ocasiona un ligero incremento en los valores de  $H$ , pero disminuye sensiblemente los tiempos de análisis.

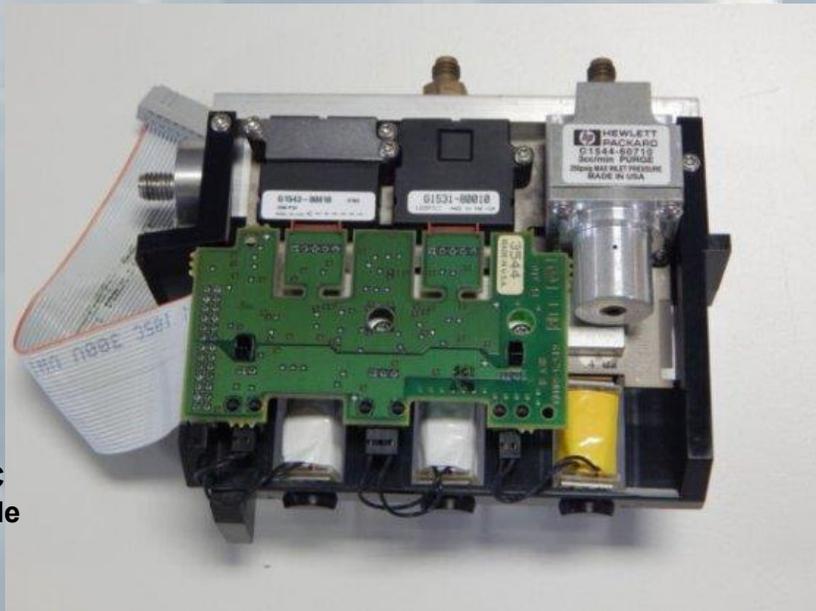


## Módulos de control electrónico de la neumática (electronic pneumatics control, EPC)

válvulas de control de presión electroneumáticas

En los cromatógrafos modernos, la combinación de controles precisos de la neumática y la temperatura conduce a una reproducibilidad del tiempo de retención extremadamente precisa.

El EPC con columnas capilares ofrece cuatro modos de control del flujo de la columna: presión constante, presión en rampa (3 rampas), flujo constante o flujo en rampa (3 rampas). Se calcula la velocidad lineal media de la columna.



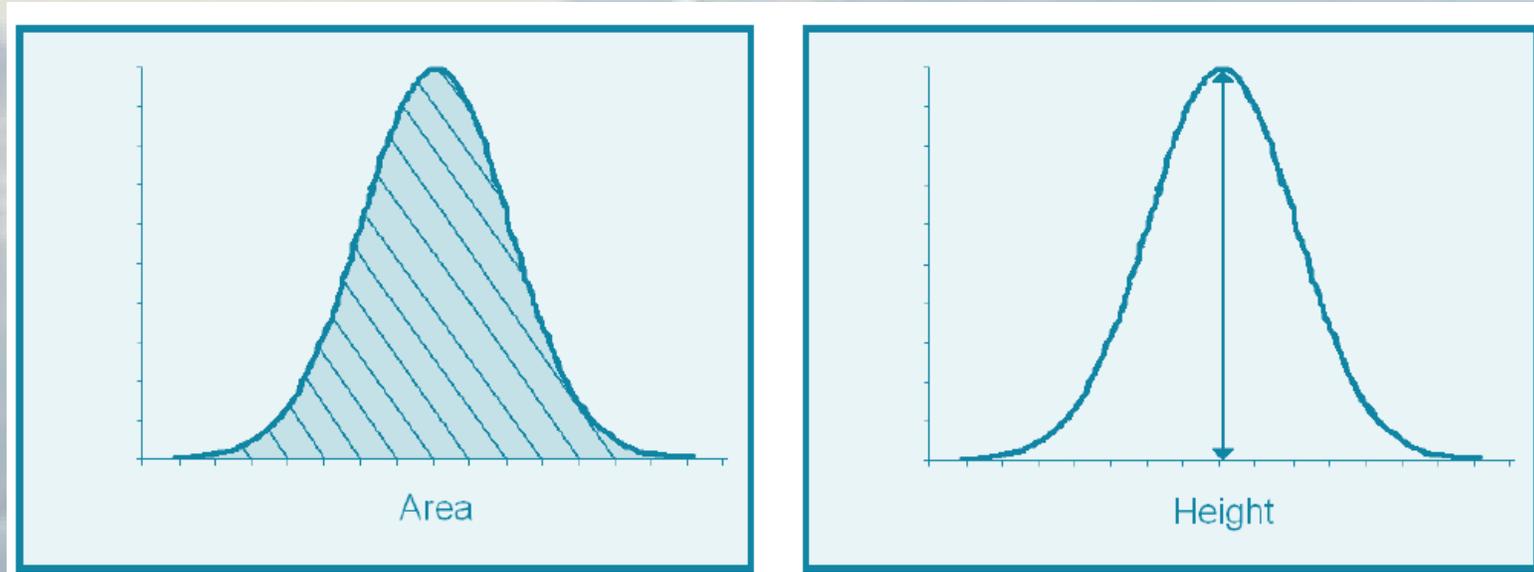
S/S Inlet EPC  
Control Module



FID Assembly with EPC  
for HP / Agilent 6890 G

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

El área o altura de pico de un determinado componente en el cromatograma es proporcional a la cantidad de ese componente que llega al detector

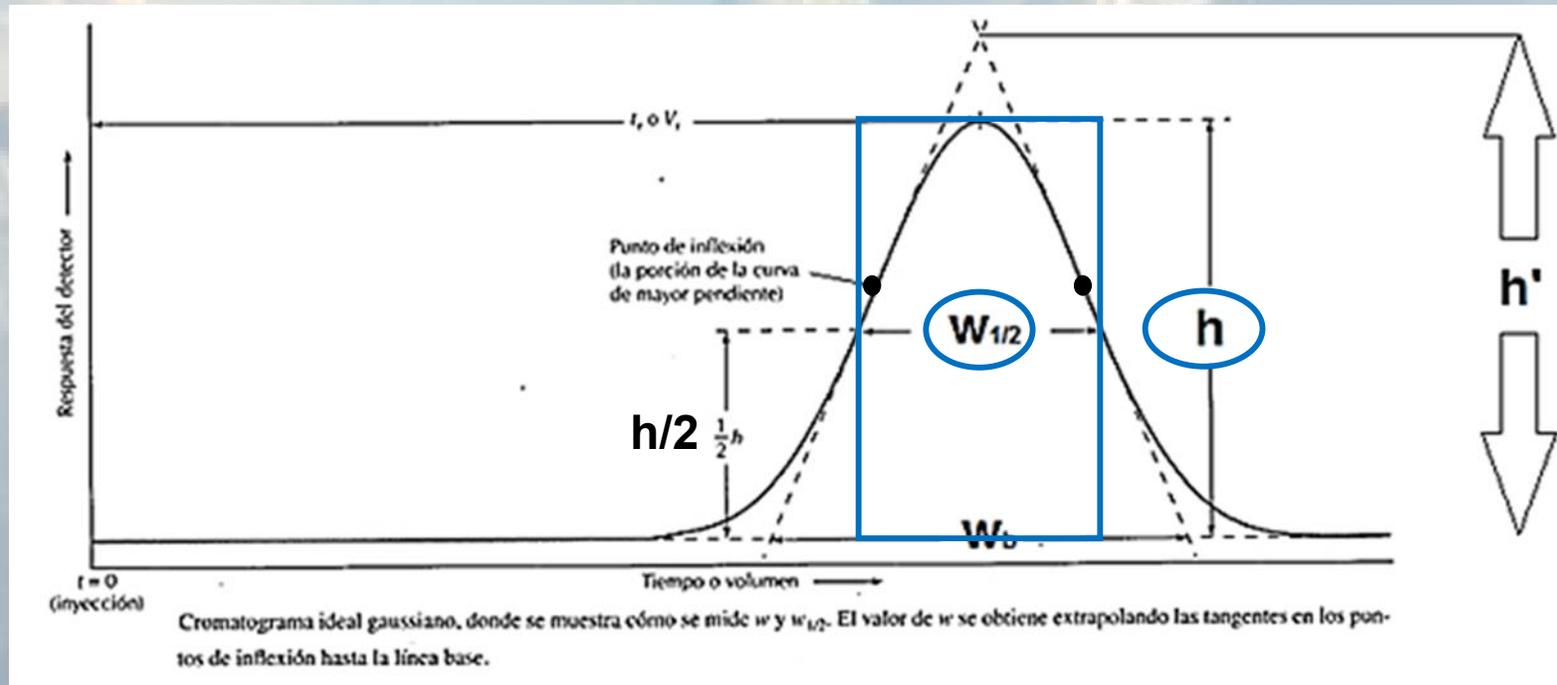


El análisis cuantitativo se basa en el empleo de áreas o alturas de pico para determinar la concentración de un componente en una muestra

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Cálculo de las áreas de pico

Ancho a media altura



$h$ : altura de pico

$w_{1/2}$ : ancho a mitad de altura de pico

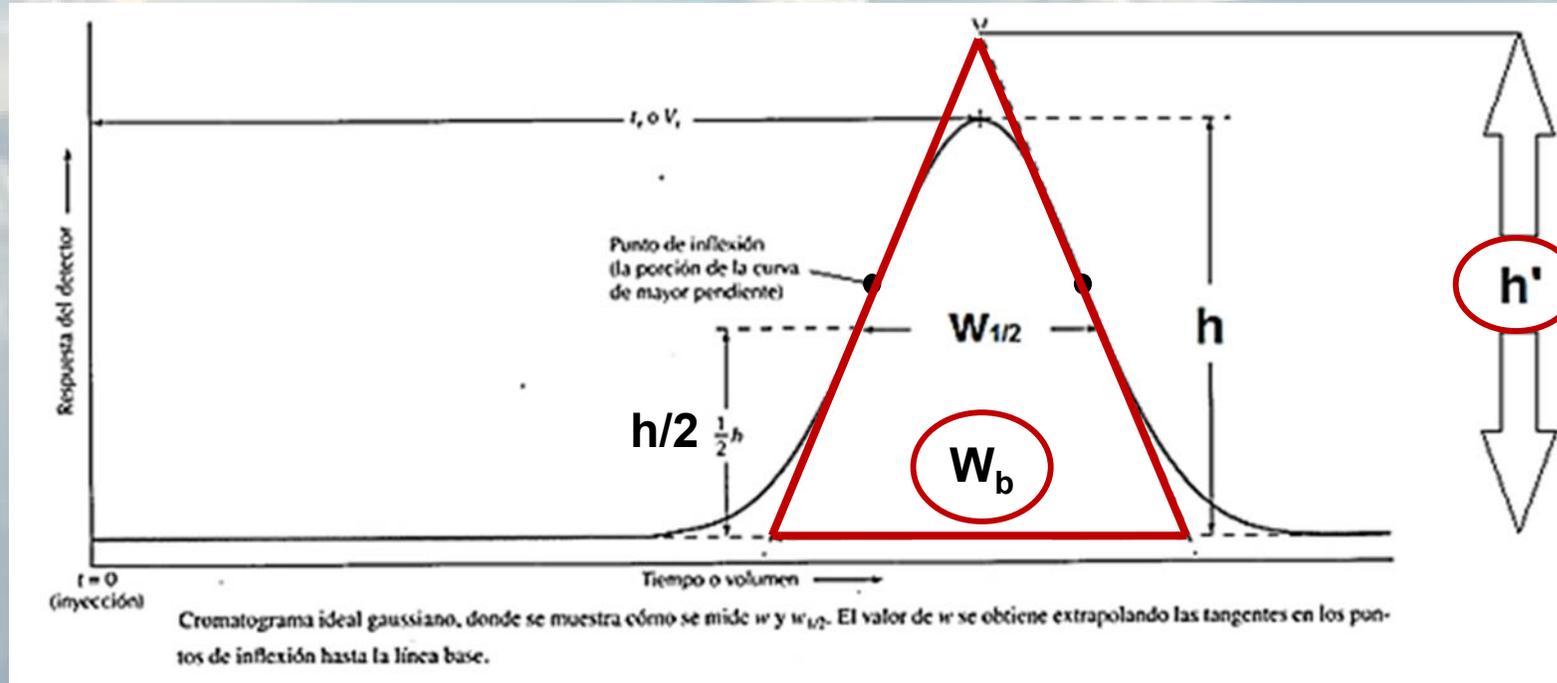
$$A = h \cdot w_{1/2}$$

91% del área bajo la curva

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Cálculo de las áreas de pico

### Tangentes o triangulación



Se construye el triángulo correspondiente a cada pico trazando tangentes a los puntos de inflexión del pico y tomando la base como la intersección de esas tangentes con la línea base del cromatograma

$W_b$ : ancho de base

$h'$ : altura extrapolada

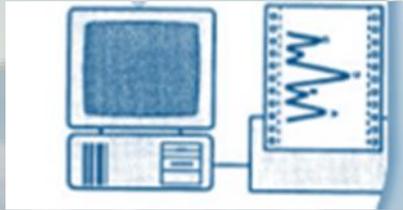
$$A = (h' \cdot W_b) / 2$$

97% del área bajo la curva

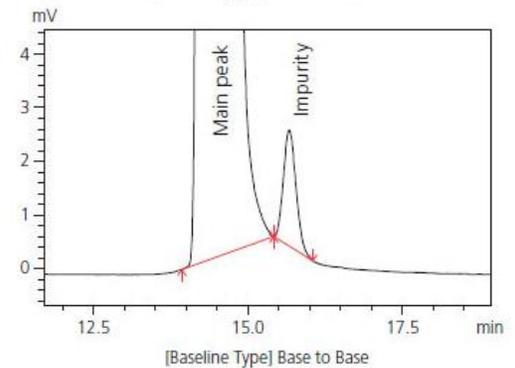
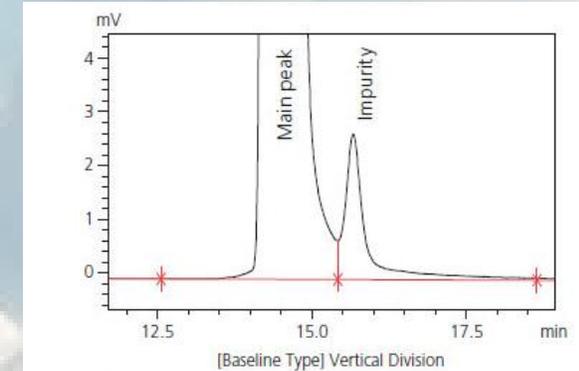
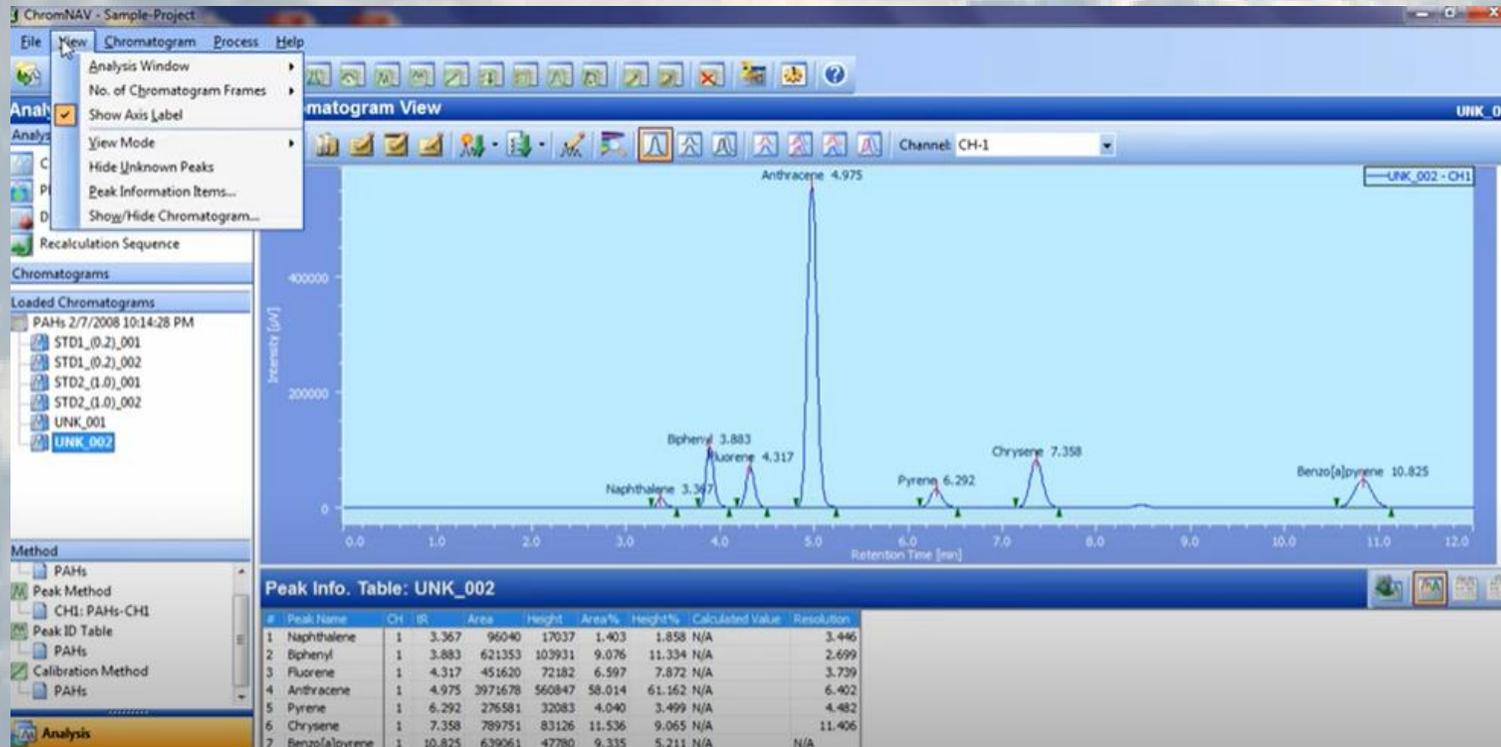


# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Cálculo de las áreas de pico



Software  
cromatográfico



Detection Threshold: 5

Integration Range: 0 - 1000 min

Baseline Type: Vertical Division

Peak Filter

Min. Area:

Min. Height: 10  $\mu$ V

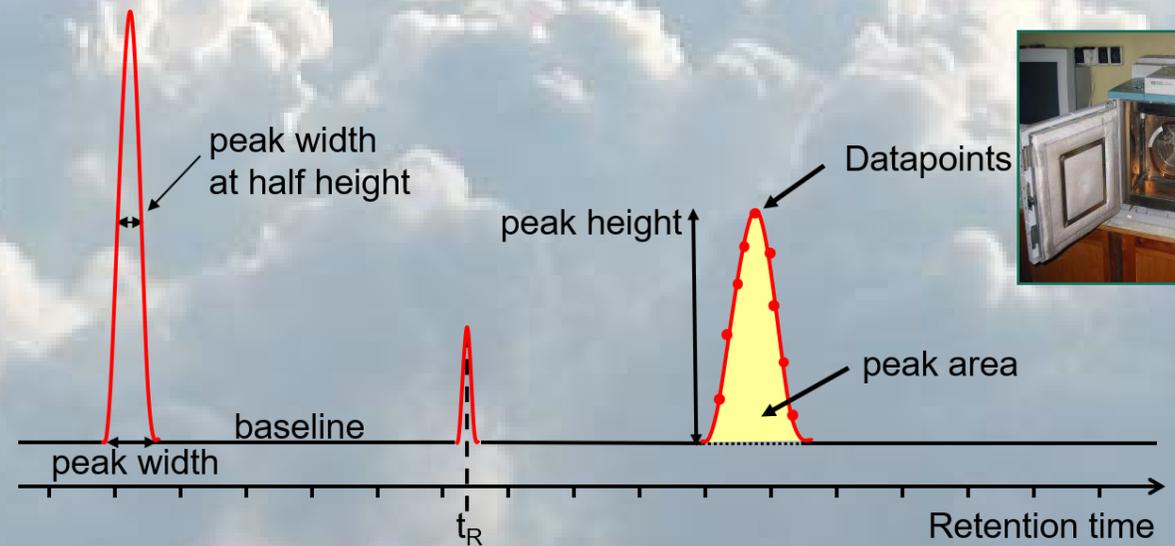
Min. Aspect: 0  $\mu$ V/min

Vertical Division  
Base to Base  
Baseline Length  
Valley/Height Ratio

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Métodos de análisis cuantitativo por CG

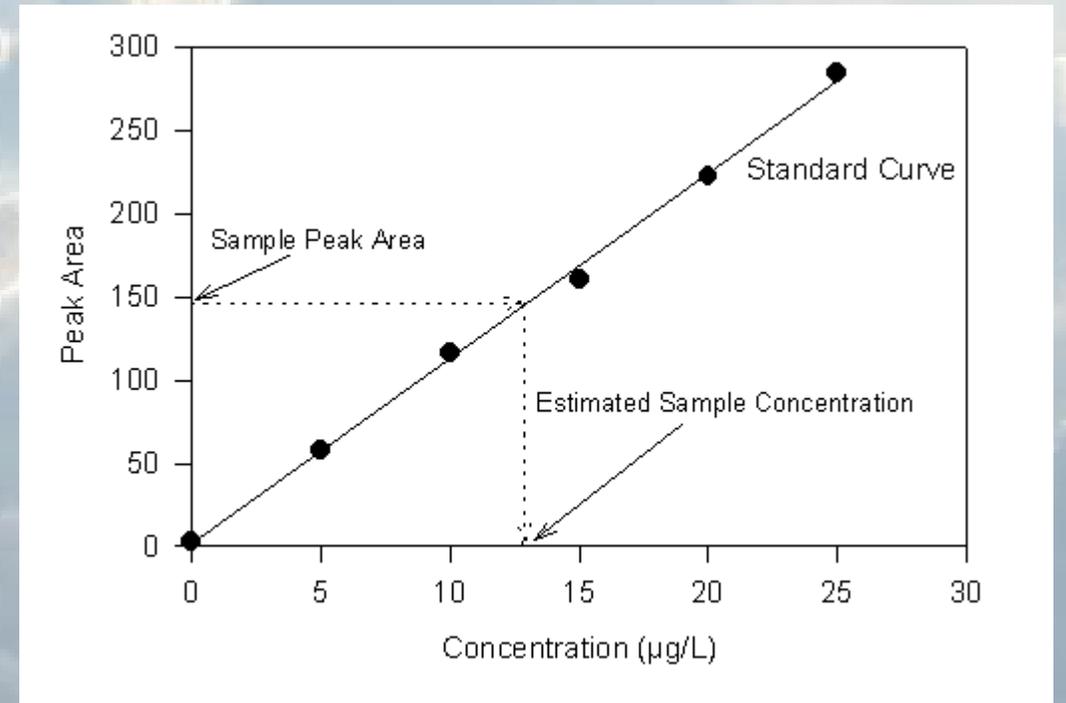
- ❖ Método de estándar externo, absoluto o de la curva de calibración
- ❖ Método de adición de estándar
- ❖ Método del estándar interno
- ❖ Método de normalización de áreas



# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de estándar externo, absoluto o de la curva de calibración

Se prepara una serie de soluciones patrón o estándar a partir de un estándar certificado del analito. Se obtienen los cromatogramas para los patrones y se grafica la altura de los picos o áreas como función de la concentración. La gráfica de los datos debe producir una línea recta que pasa por el origen (curva de calibración o curva de trabajo). Se obtiene el cromatograma de la muestra desconocida y a partir del área o altura del pico del analito en cuestión se obtiene su correspondiente concentración



**Es el método de análisis cuantitativo más ampliamente utilizado en CG**

Desventaja: Los errores en el volumen de inyección de muestra dan lugar a errores en los resultados cuantitativos

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Material de referencia certificado

### BTEX/MTBE Mix, HC

certified reference material, TraceCERT<sup>®</sup>, 2000 µg/mL each component in methanol

NACRES NA.24



◆ SDS Certificate of Analysis (COA)

SKU - Tamaño de Envase	Disponibilidad	Tamaño de envase	Precio (USD)	Cantidad
CRM47505	✓ Envío estimado el 23.06.21	1 pkg	105.39	0

grade	certified reference material
	TraceCERT <sup>®</sup>
feature	standard type calibration
packaging	ampule of 1 mL
concentration	2000 µg/mL each component in methanol
application(s)	HPLC: suitable gas chromatography (GC): suitable
Featured Industry	Environmental Petroleum
format	multi-component solution
storage temp.	2-8°C



**TraceCERT<sup>®</sup>**  
Traceable Certified Reference Materials

**SUPELCO<sup>®</sup>**  
Solutions within.<sup>™</sup>  
555 North Harrison Road - Bellefonte, PA  
16823-0048 USA - Phone(814)359-3441

### Certificate of Analysis

Description: HC BTEX/MTBE Mix, 1x1ml, 2000µg/ml in methanol

Part Number: CRM47505

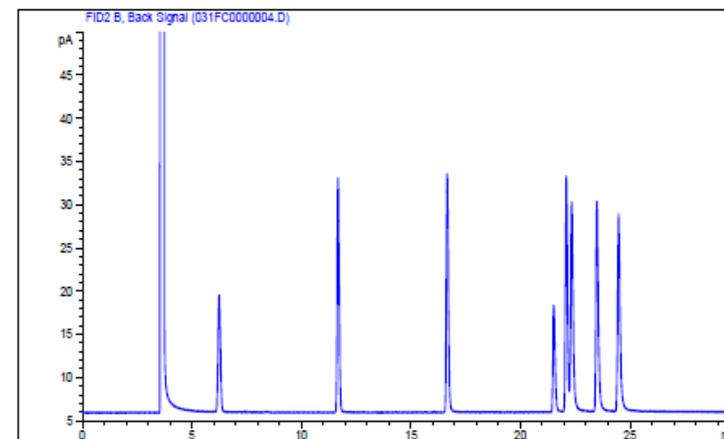
Lot Number: XA20011V

Expiration Date: April 2019

Storage: Refrigerate

#### Analytical Method Parameters:

Column: B-DEX 120 30m x 0.25mm x 0.25µm df  
40°C for 4 min to 90°C at 2°C/min (1 min)  
Detector: FID, 310°C  
Injection Volume: 1µL

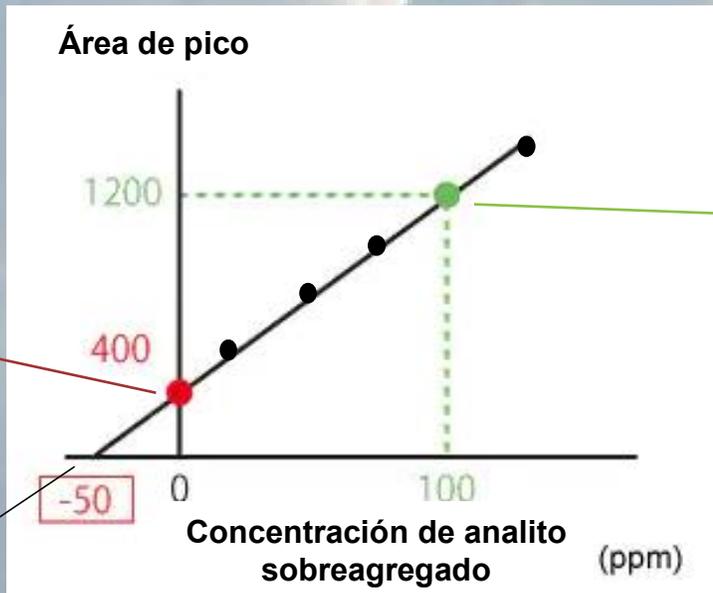
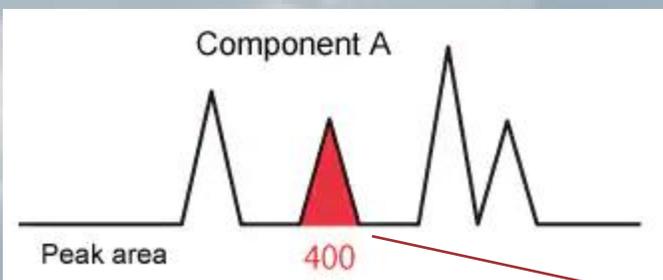


Elution	Analyte	Lot Number	CAS Number	Certified Purity %	Certified Gravimetric Conc. µg/ml	Expanded Uncertainty µg/ml	Analytical Conc. µg/ml
1.	Methyl Tert-Butyl Ether, CRM	LB94137	1634-04-4	99.9	1998.6	±18	1980.4
2.	Benzene, CRM	LB87991	71-43-2	99.9	1998.2	±18	2003.7
3.	Toluene, CRM	LC16572	108-88-3	99.9	1998.0	±17	1997.3
	Internal Standard	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5.	p-Xylene, CRM	LC15731	106-42-3	99.9	1999.0	±12	1994.5
6.	m-Xylene, CRM	LC15075	108-38-3	99.8	1996.4	±6.9	1971.6
7.	Ethylbenzene, CRM	LC16124	100-41-4	99.9	1998.4	±12	2013.0
8.	o-Xylene, CRM	LC15730	95-47-6	99.8	1996.4	±16	1962.0

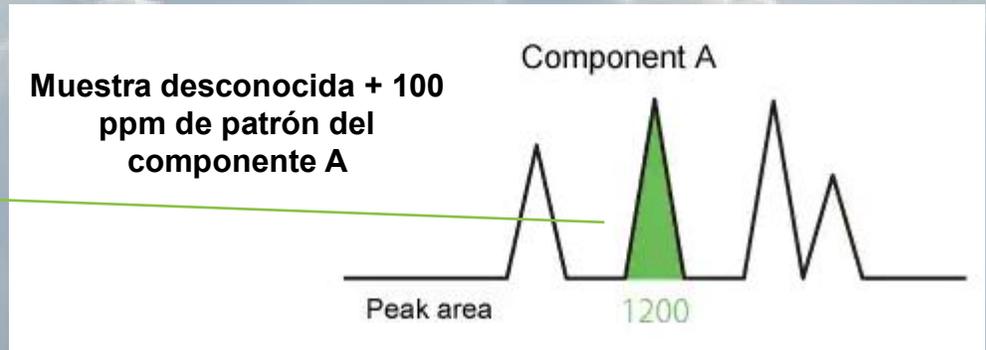
# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de adición de estándar

En este método se analiza una muestra y la misma muestra a la que se le agregan cantidades conocidas de un patrón del analito a determinar. Al graficar el área de pico del analito en función de la concentración de analito sobreagregado se obtiene una recta, de cuya intersección con el eje horizontal se obtiene la concentración de analito en la muestra original. Este método se utiliza cuando la concentración del analito bajo estudio es afectada por la concentración de otros componentes en la muestra, como en el análisis por headspace.



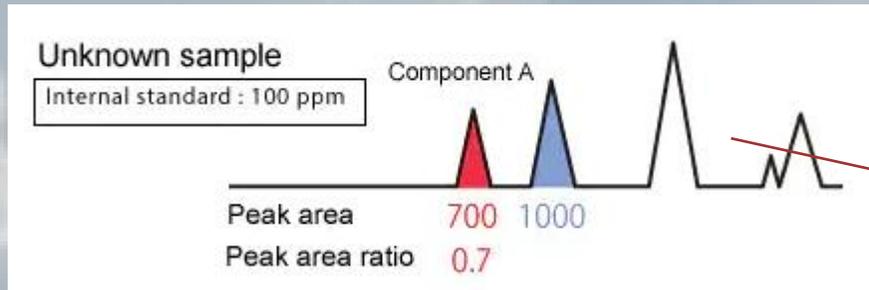
Concentración de analito en la muestra



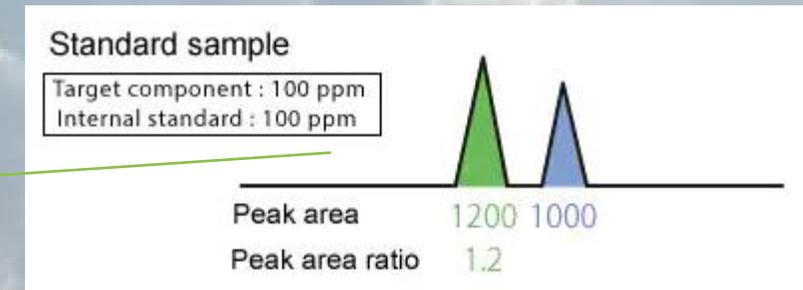
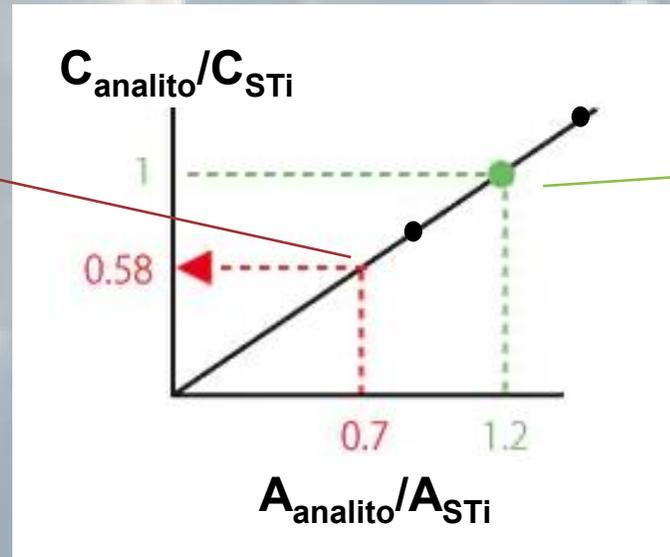
# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método del estándar interno

En este método se analiza una muestra y una serie de soluciones patrón del analito bajo estudio, a las que se les agrega una concentración conocida de un estándar interno. Al graficar el cociente de áreas de pico ( $A_{\text{analito}}/A_{\text{STi}}$ ) en función del cociente de concentraciones ( $C_{\text{analito}}/C_{\text{STi}}$ ) se obtiene una recta. A partir del cromatograma de la muestra se obtiene la relación de áreas, e ingresando luego al gráfico se obtiene la razón de concentraciones, pudiéndose calcular entonces la concentración de analito en la muestra.



$C_{\text{analito}}$  desconocida  
 $C_{\text{STi}}$  conocida



$C_{\text{analito}}$  conocida  
 $C_{\text{STi}}$  conocida

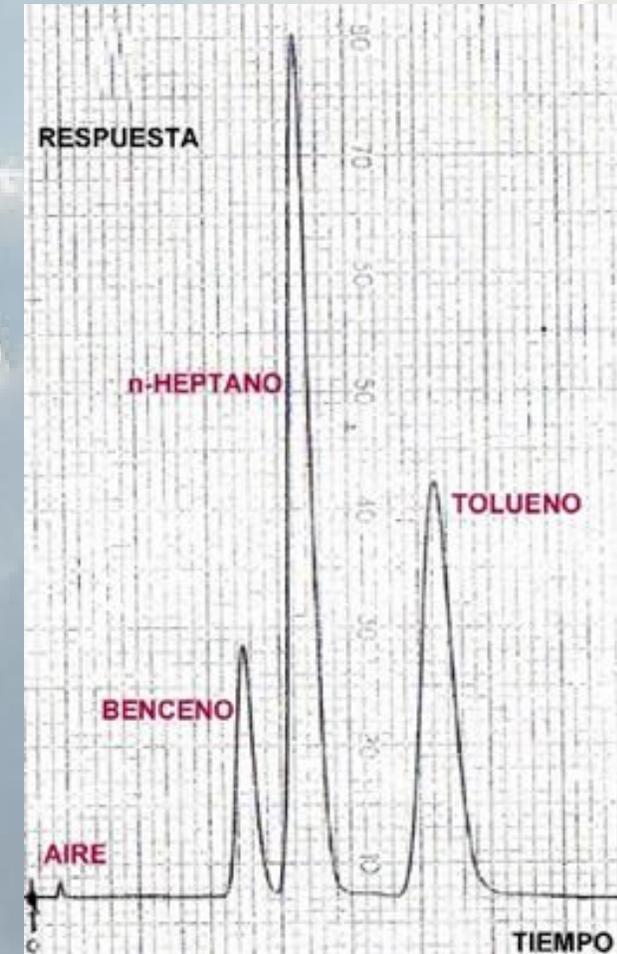
# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

Este método nos permite obtener el porcentaje de un analito en una muestra problema a partir de la relación entre el área de pico de ese analito y el área total de todos los componentes de la muestra.

Para poder aplicarlo es necesario por lo tanto que todos los componentes de la muestra se separen en picos completamente resueltos.

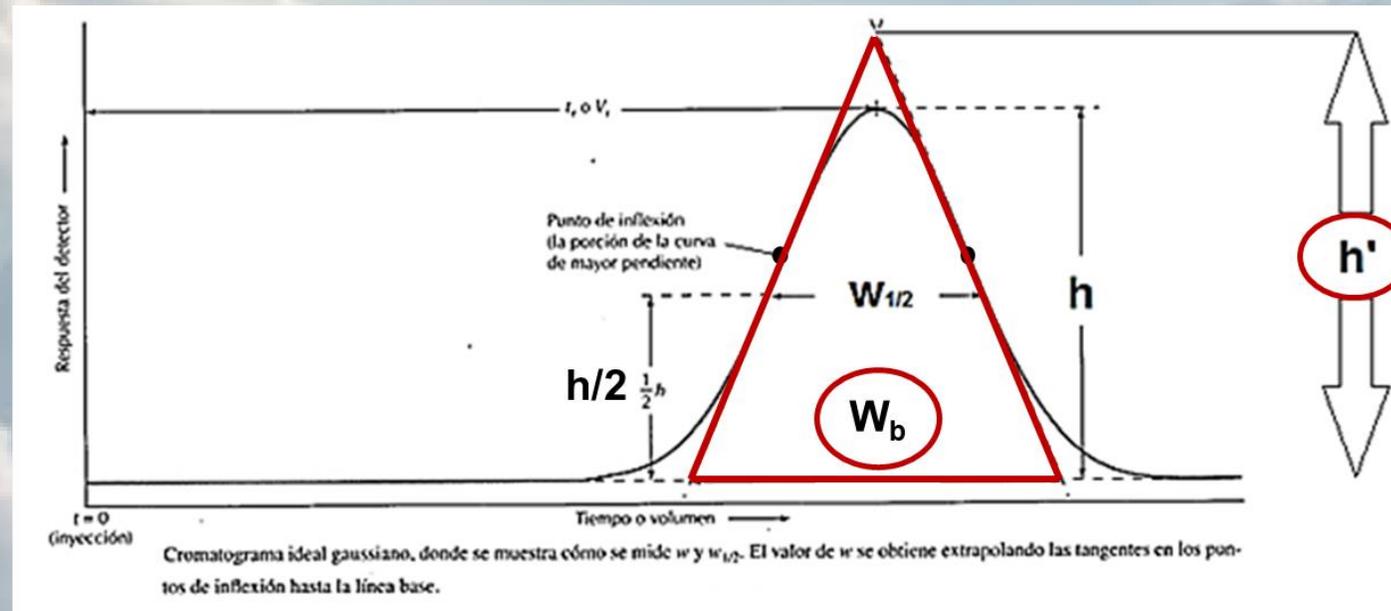
Generalmente se aplica a mezclas sencillas de composición cualitativa conocida.



# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

El primer paso para utilizar este método es calcular el área de cada pico individual. Para determinar el área de cada pico recurrimos alguno de los métodos ya vistos, siendo el método de las tangentes el más recomendado:



$W_b$ : ancho de base

$h'$ : altura extrapolada

$$A = (h' \cdot W_b)/2$$

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

Luego se suman las áreas de todos los picos para obtener el área total. Finalmente, el porcentaje de cada componente individual se obtiene dividiendo el área del mismo por el área total y luego multiplicándola por 100:

$$\%X = \frac{A_x}{\sum_i A_i} \cdot 100$$

Esta fórmula sólo es válida si la respuesta del detector es idéntica para todos los componentes, es decir iguales cantidades de los distintos componentes dan la misma área. En el presente caso no se da esta situación, sino que la respuesta del detector utilizado (detector de conductividad térmica, TCD) es diferente para cada uno de los tres componentes.

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

De esta manera, las áreas calculadas de cada componente deben ser corregidas por su correspondiente **factor de respuesta**:

$$\%X = \frac{f_x A_x}{\sum_i f_i A_i} \cdot 100$$

en donde  $A_i$  es el área del pico cromatográfico de cada componente y  $f_i$  es el correspondiente factor de respuesta del detector.

**$f_x$  nos dice cómo es la respuesta relativa del detector para con un analito con respecto a otro analito tomado como referencia**

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

En este TP le vamos a asignar al benceno un factor de respuesta unitario:  $f_B=1$ .

$$\%X = \frac{f_x A_x}{\sum_i f_i A_i} \cdot 100 \xrightarrow{f_B=1} \%B = \frac{1 \cdot A_B}{\sum_i f_i A_i} \cdot 100$$

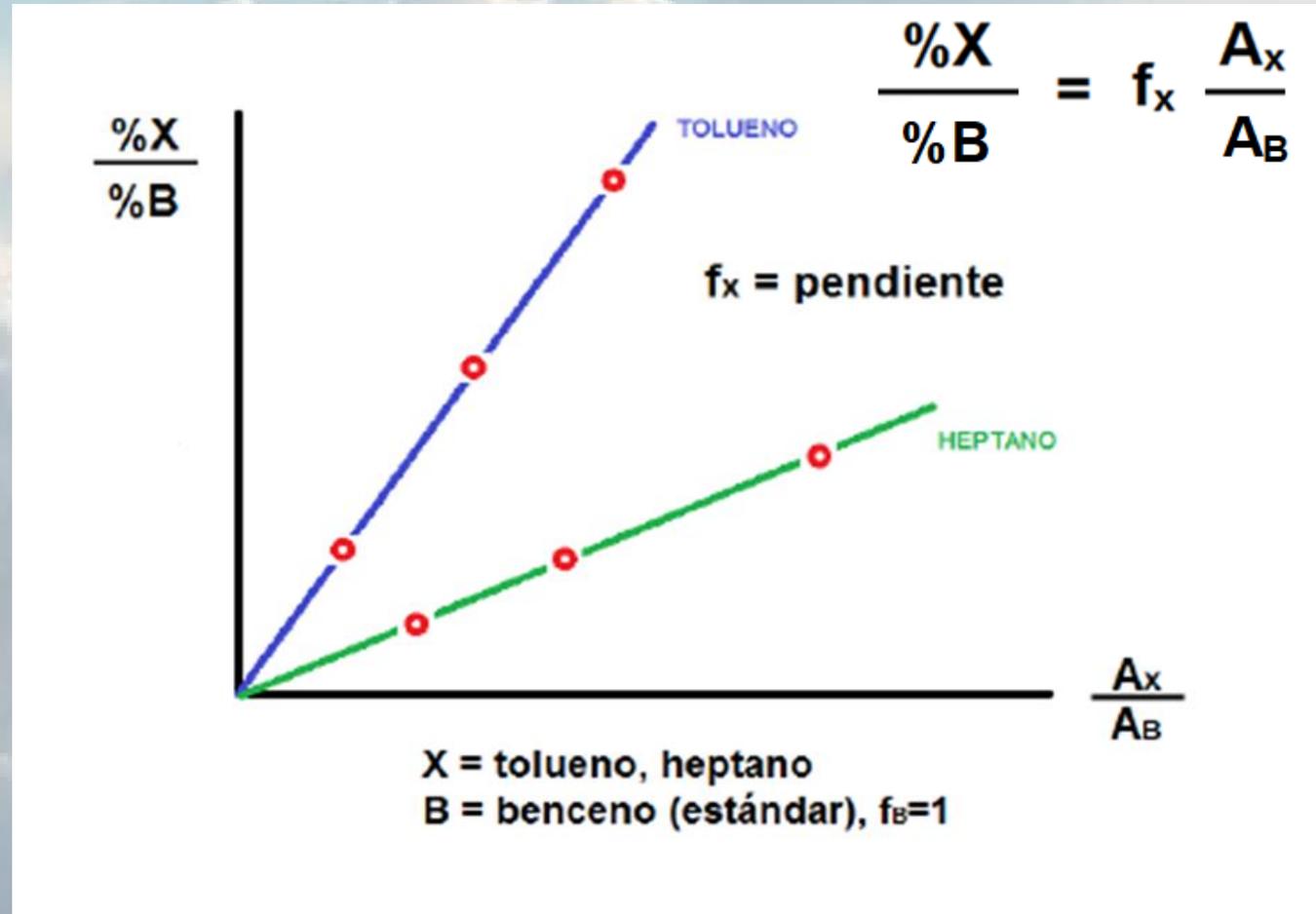
$$\frac{\%X}{\%B} = \frac{f_x A_x}{1 \cdot A_B}$$

X corresponde al heptano o tolueno, y B al benceno.

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

Al graficar  $\%X / \%B$  en función de  $A_X/A_B$  se van a obtener rectas que pasan por el origen, cuya pendiente corresponde a los factores de respuesta  $f_x$ .

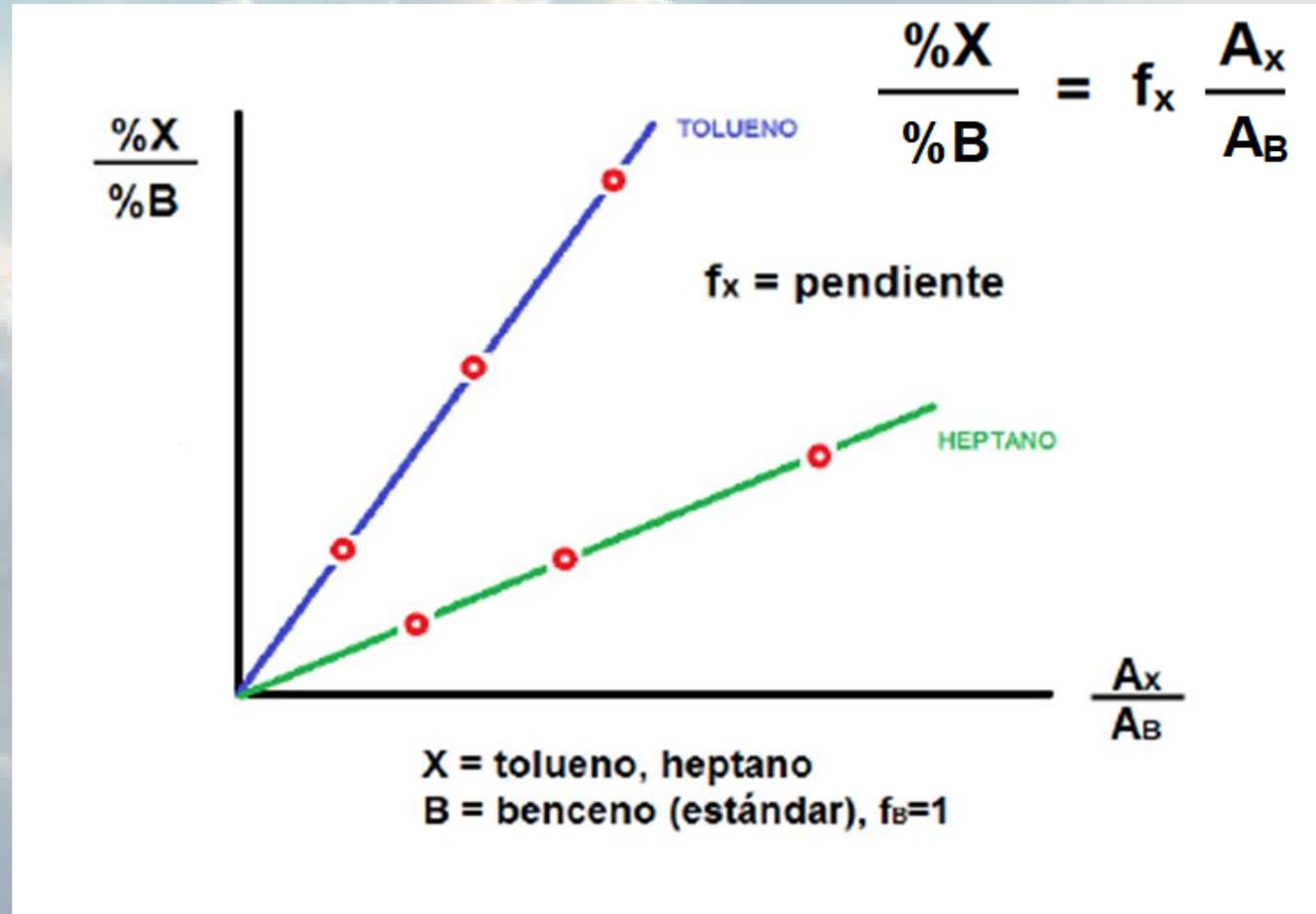


# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

Los factores de respuesta para heptano y tolueno se obtienen a partir de cromatogramas correspondientes a patrones de composición conocida.

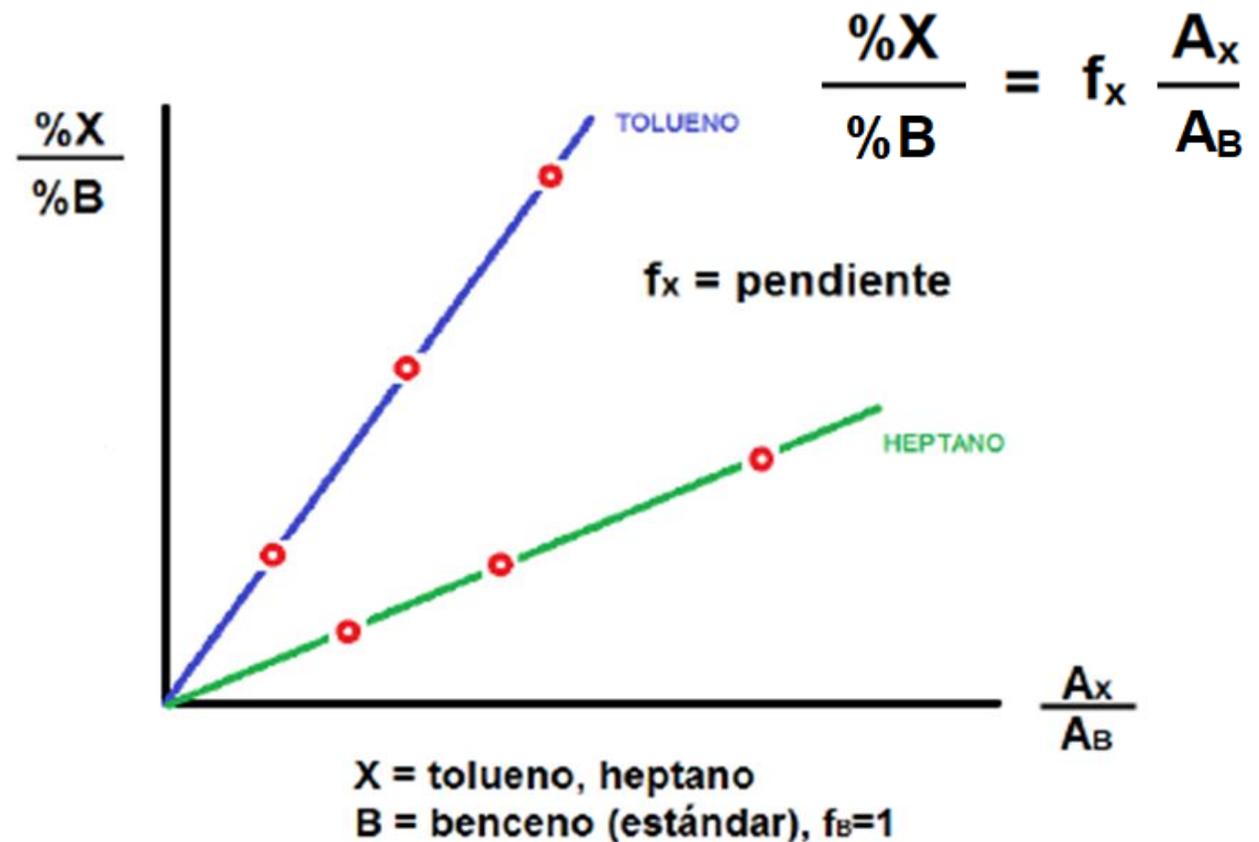
Para cada patrón vamos a tener una relación  $\%X / \%B$  conocida, y a partir del cromatograma se va a poder determinar una relación de áreas  $A_X/A_B$ .



# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

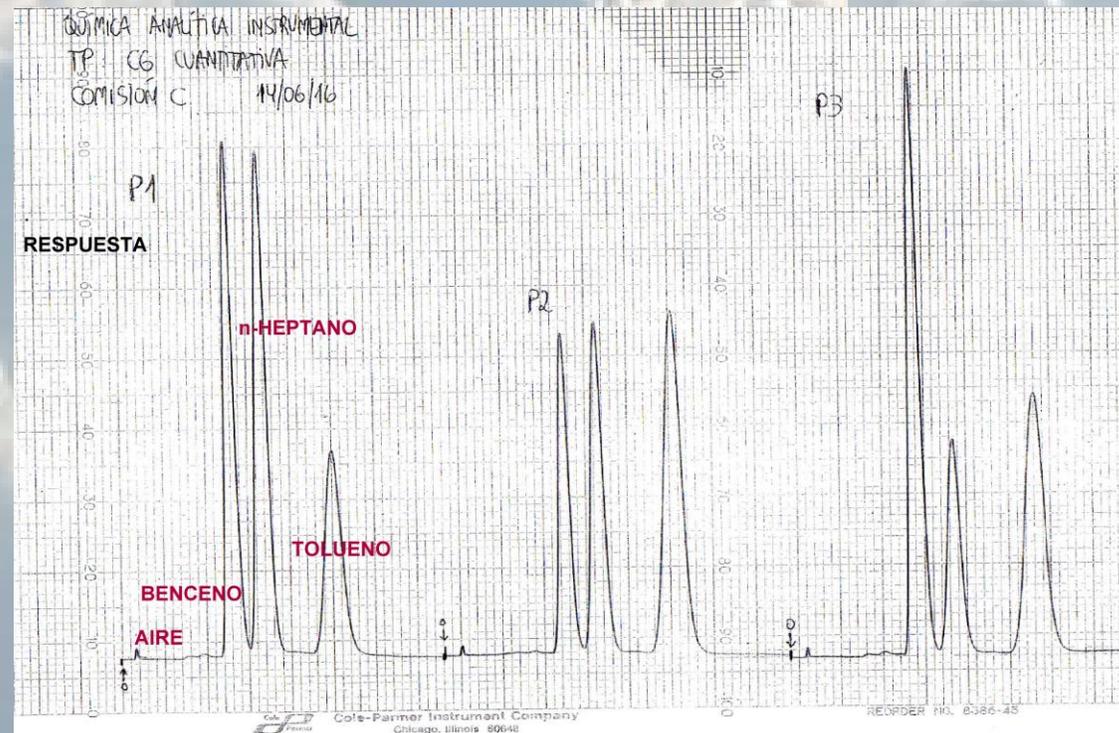
Vamos a usar 3 patrones, por lo que tendremos 3 puntos para cada componente, debiéndose tener en cuenta además que las rectas deben pasar por el (0,0).



# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

% p/p	benceno	n-heptano	tolueno
Patrón 1	37,2	38,3	24,5
Patrón 2	24,2	28,0	47,8
Patrón 3	47,0	18,1	34,9

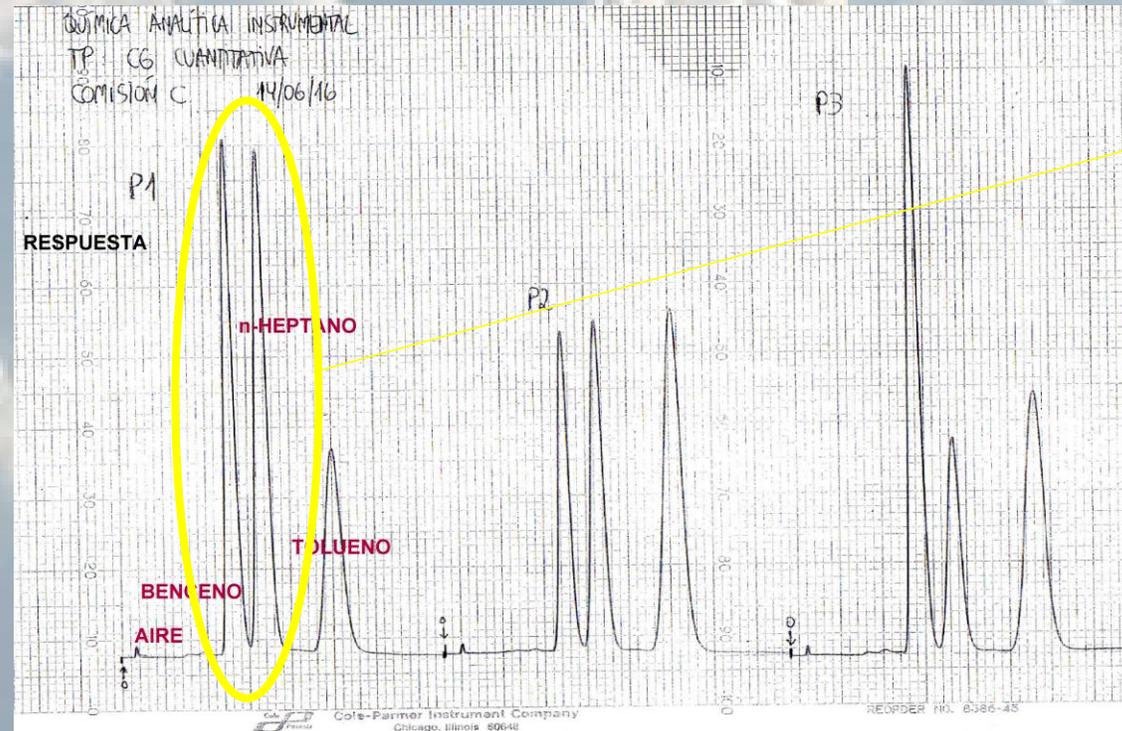


# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

% p/p	benceno	n-heptano	tolueno
Patrón 1	37,2	38,3	24,5
Patrón 2	24,2	28,0	47,8
Patrón 3	47,0	18,1	34,9

$$\frac{\%H}{\%B}$$



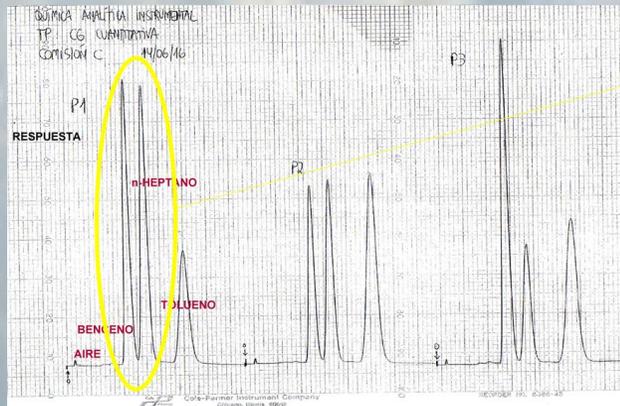
$$\frac{A_H}{A_B}$$

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

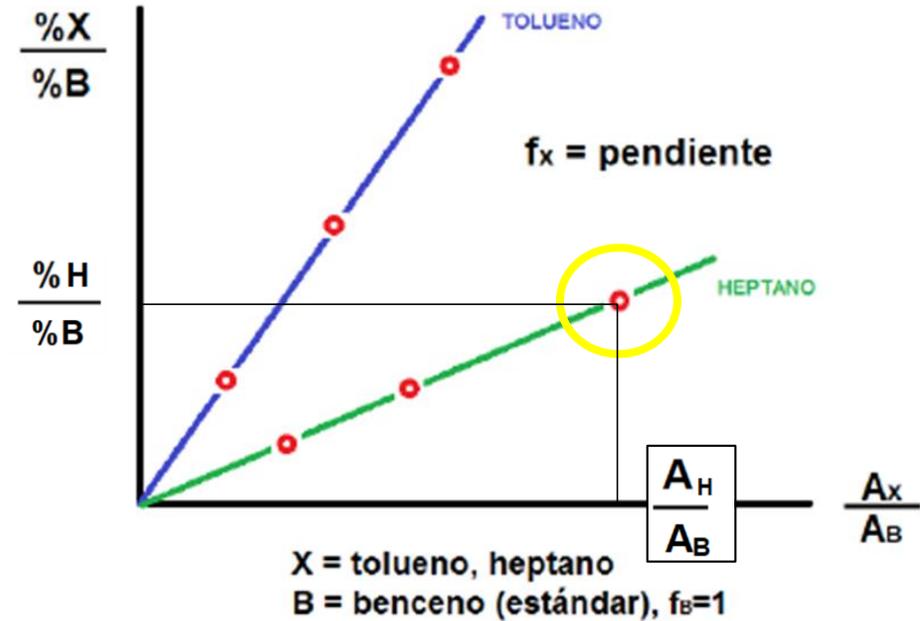
## Método de normalización de áreas

% p/p	benceno	n-heptano	tolueno
Patrón 1	37,2	38,3	24,5
Patrón 2	24,2	28,0	47,8
Patrón 3	47,0	18,1	34,9

$\frac{\% H}{\% B}$



$\frac{A_H}{A_B}$

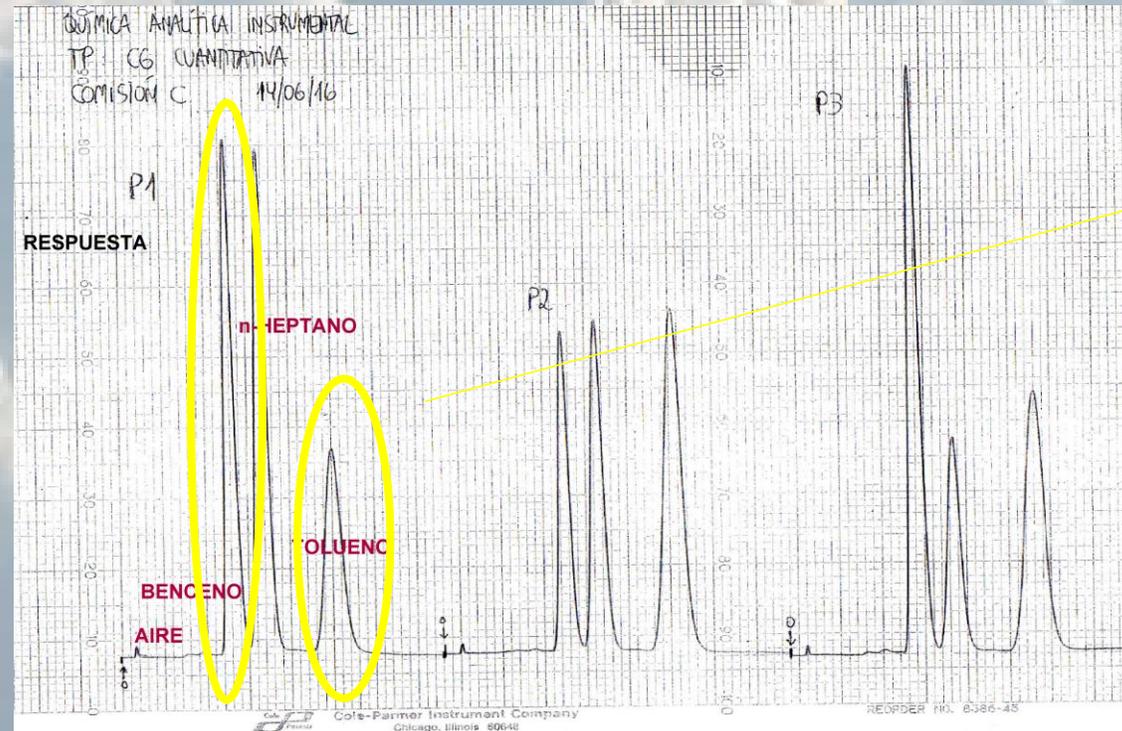


# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

% p/p	benceno	n-heptano	tolueno
Patrón 1	37,2	38,3	24,5
Patrón 2	24,2	28,0	47,8
Patrón 3	47,0	18,1	34,9

$$\frac{\%T}{\%B}$$



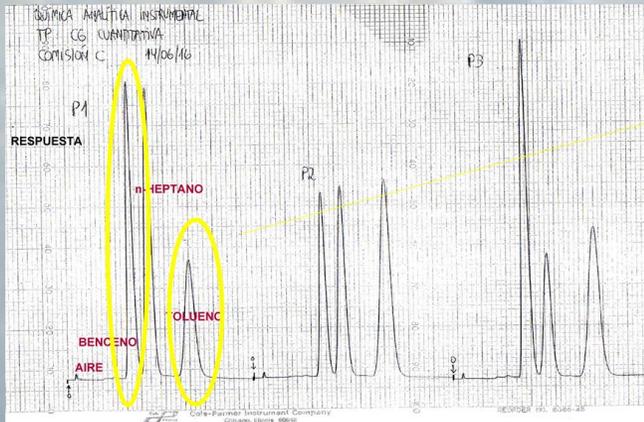
$$\frac{A_T}{A_B}$$

# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

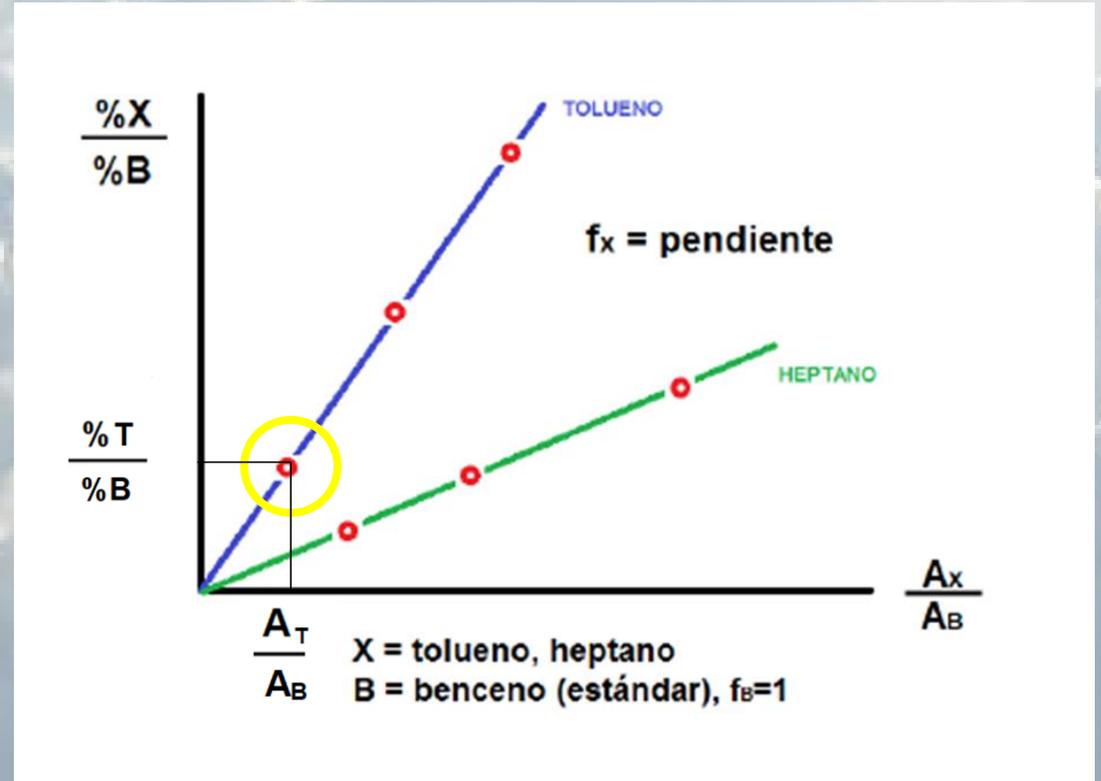
## Método de normalización de áreas

% p/p	benceno	n-heptano	tolueno
Patrón 1	37,2	38,3	24,5
Patrón 2	24,2	28,0	47,8
Patrón 3	47,0	18,1	34,9

$\frac{\%T}{\%B}$



$\frac{A_T}{A_B}$

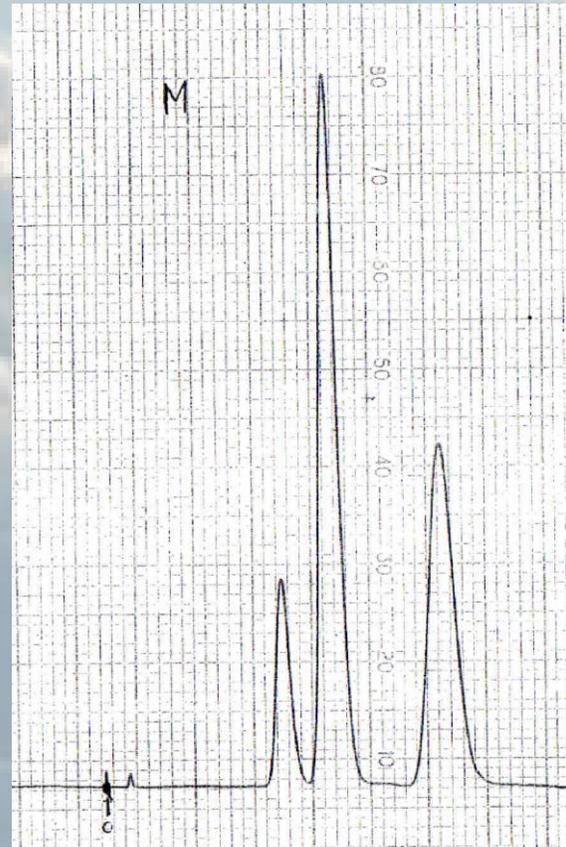


# ANÁLISIS CUANTITATIVO POR CROMATOGRAFÍA GASEOSA

## Método de normalización de áreas

Finalmente inyectamos la muestra problema, determinamos las áreas de los picos y calculamos el %p/p de cada componente utilizando los factores de respuesta hallados.

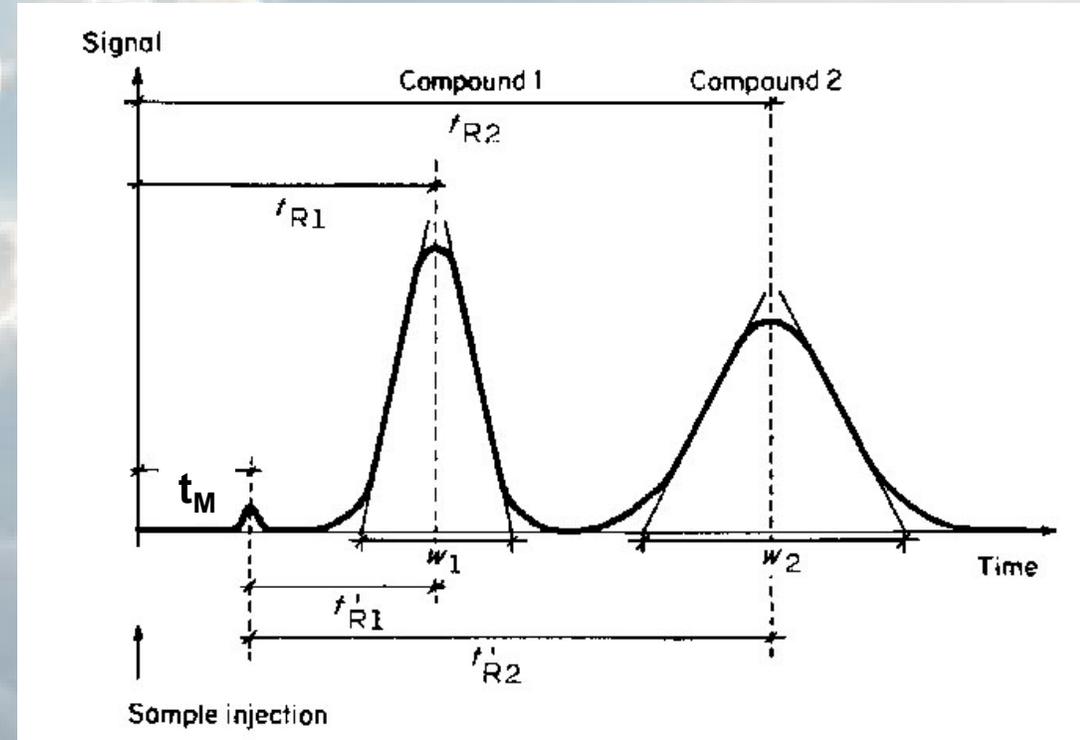
$$\%X = \frac{f_x A_x}{\sum_i f_i A_i} \cdot 100$$



## OTROS CÁLCULOS A REALIZAR

Empleando uno de los cromatogramas obtenidos, para cada uno de los componentes determinar:

- El tiempo de retención  $t_R$
- El tiempo de retención ajustado  $t_R' = t_R - t_M$
- El factor de retención  $k = (t_R / t_M) - 1$
- El número de platos teóricos  $N = 16 (t_R / w_b)^2$
- La altura de plato  $H = L / N$



## OTROS CÁLCULOS A REALIZAR

Calcular también:

- La selectividad entre benceno y heptano, y entre heptano y tolueno

$$\alpha = k(2) / k(1)$$

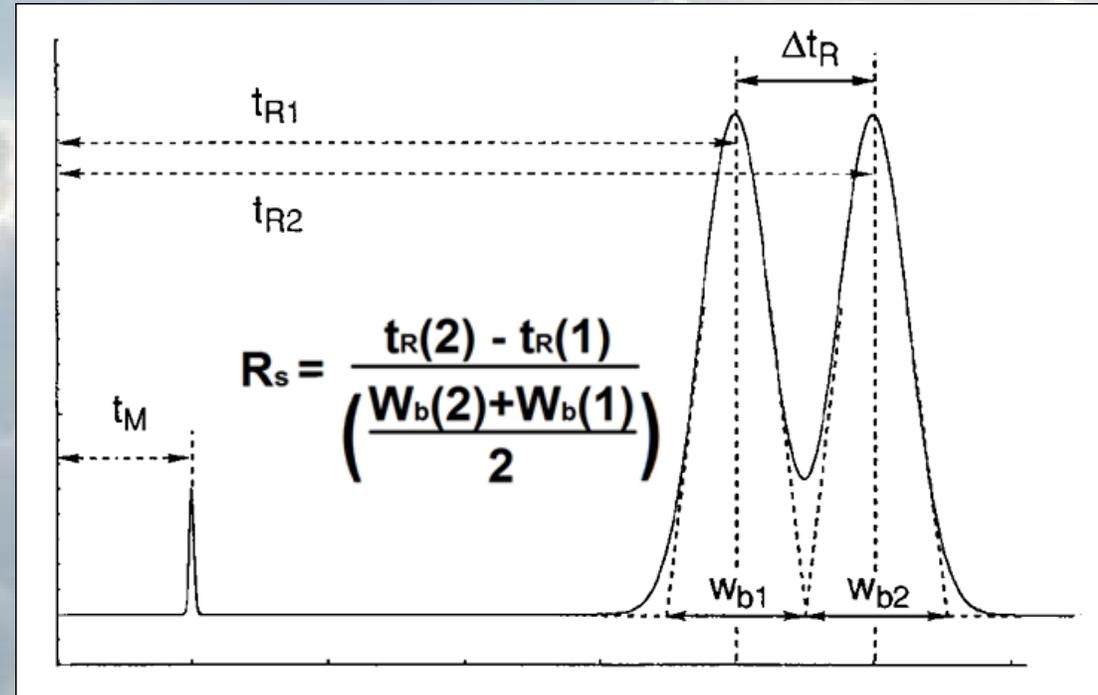
- La resolución entre benceno y heptano, y entre heptano y tolueno

$$R_s = \frac{t_R(2) - t_R(1)}{\left(\frac{W_b(2) + W_b(1)}{2}\right)}$$

- El caudal de gas portador a la salida de la columna :

$$F_O = F_{\text{medido}} (T_{\text{col}} / T_{\text{amb}})$$

- La velocidad lineal promedio de la fase móvil  $\bar{u} = L / t_M$



# RESULTADOS DEL TP

Christian Byrne · 11d

## TP 10 Cromatografía gaseosa

Christian Byrne · 11d

### Composición patrones

%P/P	BENCENO	$\alpha$ -HEPTANO	TOLUENO	$t_R$
P1	34,86	13,56	51,58	$t_R' = t_R$
P2	15,12	28,08	17,80	$t_2 = \frac{t_R}{t}$
P3	18,84	43,93	37,18	$N = 16$

→ MUESTRA

$H = L/$

Christian Byrne · 11d

### Cromatogramas (1)

Cromatogramas Comisión A1 6-6-...  
PDF document  
padlet drive

Christian Byrne · 11d

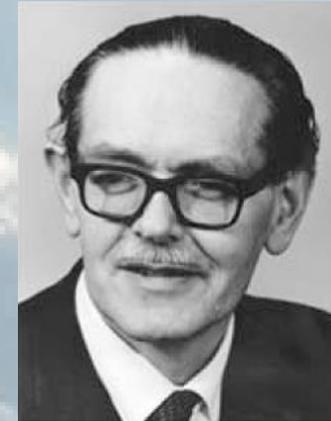
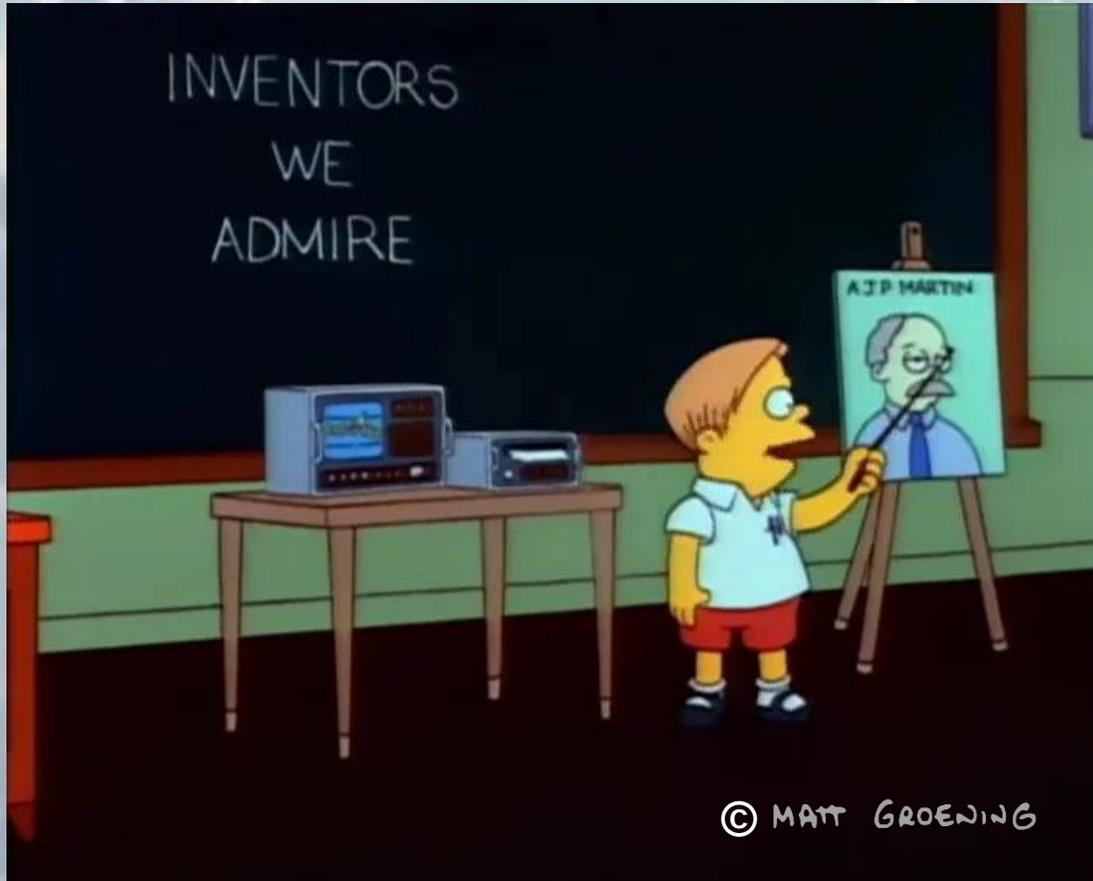
### Cromatogramas (2)

Cromatogramas CG Comisión A2 ...  
PDF document  
padlet drive



[https://padlet.com/cbyrne1978/TP\\_10\\_CG](https://padlet.com/cbyrne1978/TP_10_CG)

# ¡Muchas gracias por su atención!

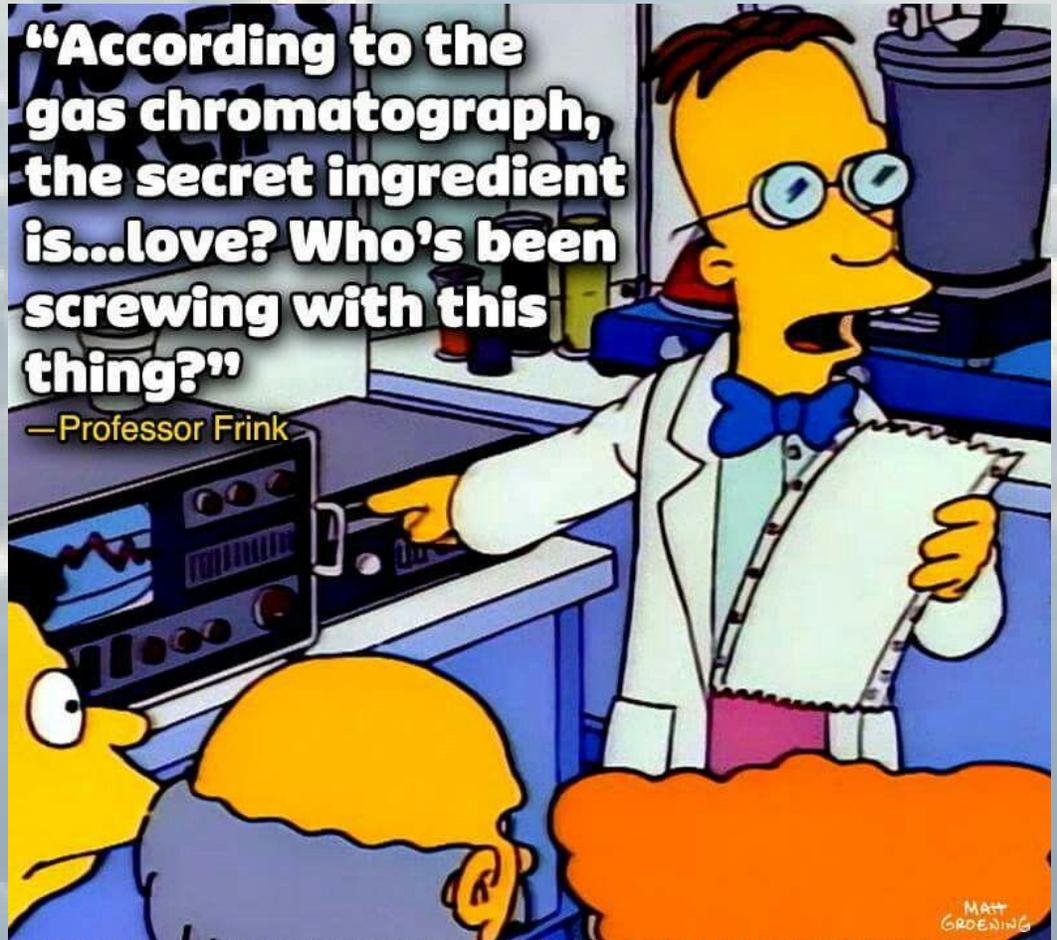


**Archer John Porter Martin**

Premio Nobel de Química (1952) junto a Syngé, por el descubrimiento de la cromatografía de partición gas-líquido

So the next time you'll use a gas chromatograph, remember to thank Mr. A. J. P. Martin!

¡Muchas gracias por su atención!



© MATT GROENING

MATT GROENING