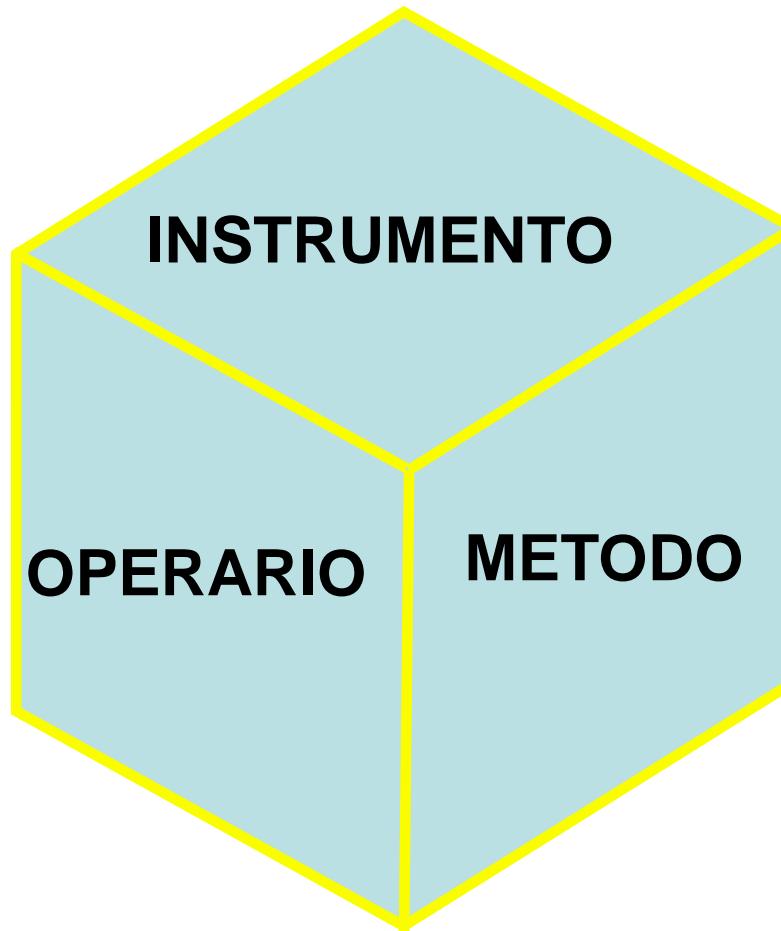


Métodos analíticos instrumentales Trimestre 24P  
Profesor: Dra. Gloria Trejo

# El Sistema Cromatográfico



# Limitaciones y alternativas

## Limitaciones

1. Compuesto de puntos de ebullición superiores a 400°C
2. Pesos moleculares elevados (compuestos aromáticos policíclicos).
3. Concentraciones trazas
4. Muestra de matriz compleja

## Alternativas

1. Derivatización o técnicas alternas (HPLC).
2. HPLC
3. HPLC o CG acoplado a masas.
4. Previo pretratamiento de la muestra al análisis por CG o HPLC

# El instrumento

## ¿Agilent, Shimadzu, GowMac, Perkin Elmer, Varian?



Inyección automática



Inyección manual

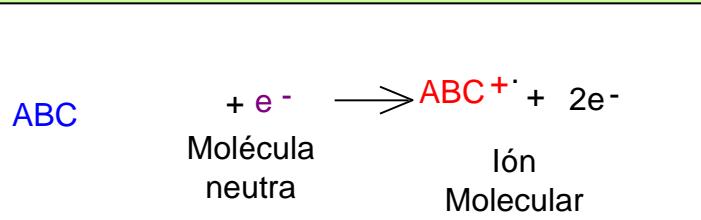


## Tipos de detectores. Descripción

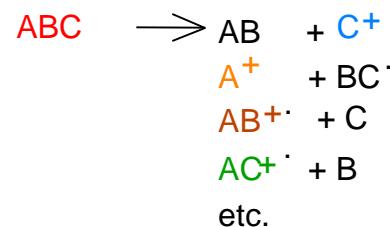
FID	Los compuestos son quemados en una flama, produciendo iones que son colectados y convertidos en corriente.
TCD	El TCD compara la conductividad térmica de dos flujos de gases: el gas portador puro (de referencia) y la muestra.  La temperatura del Filamento se incrementa cuando los analitos están presentes con el paso del gas acarreador, causando que el voltaje de la resistencia se incremente.
MSD	Las moléculas son bombardeadas con electrones que son emitidos por un filamento, produciendo fragmentos ionizados. Los iones son filtrados basados en su relación masa/carga. Se obtienen los espectros de masas que sirven para la identificación del compuesto.

# Identificación de compuestos por gases-masas

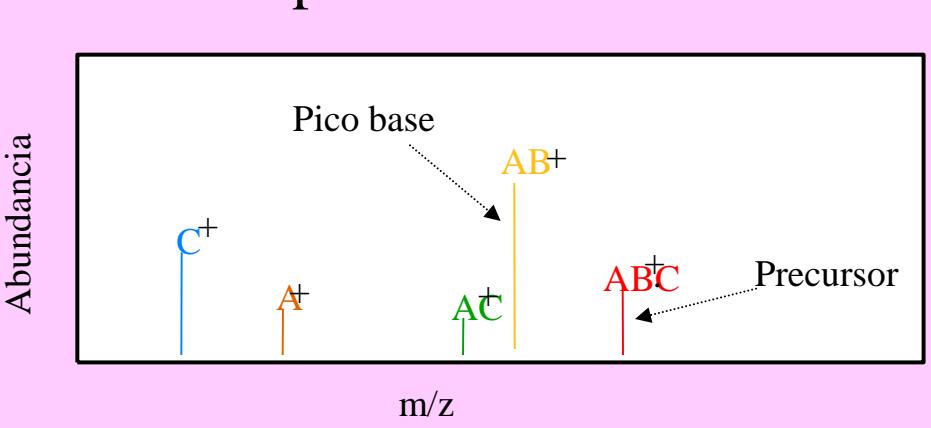
## Ionización



# Fragmentación

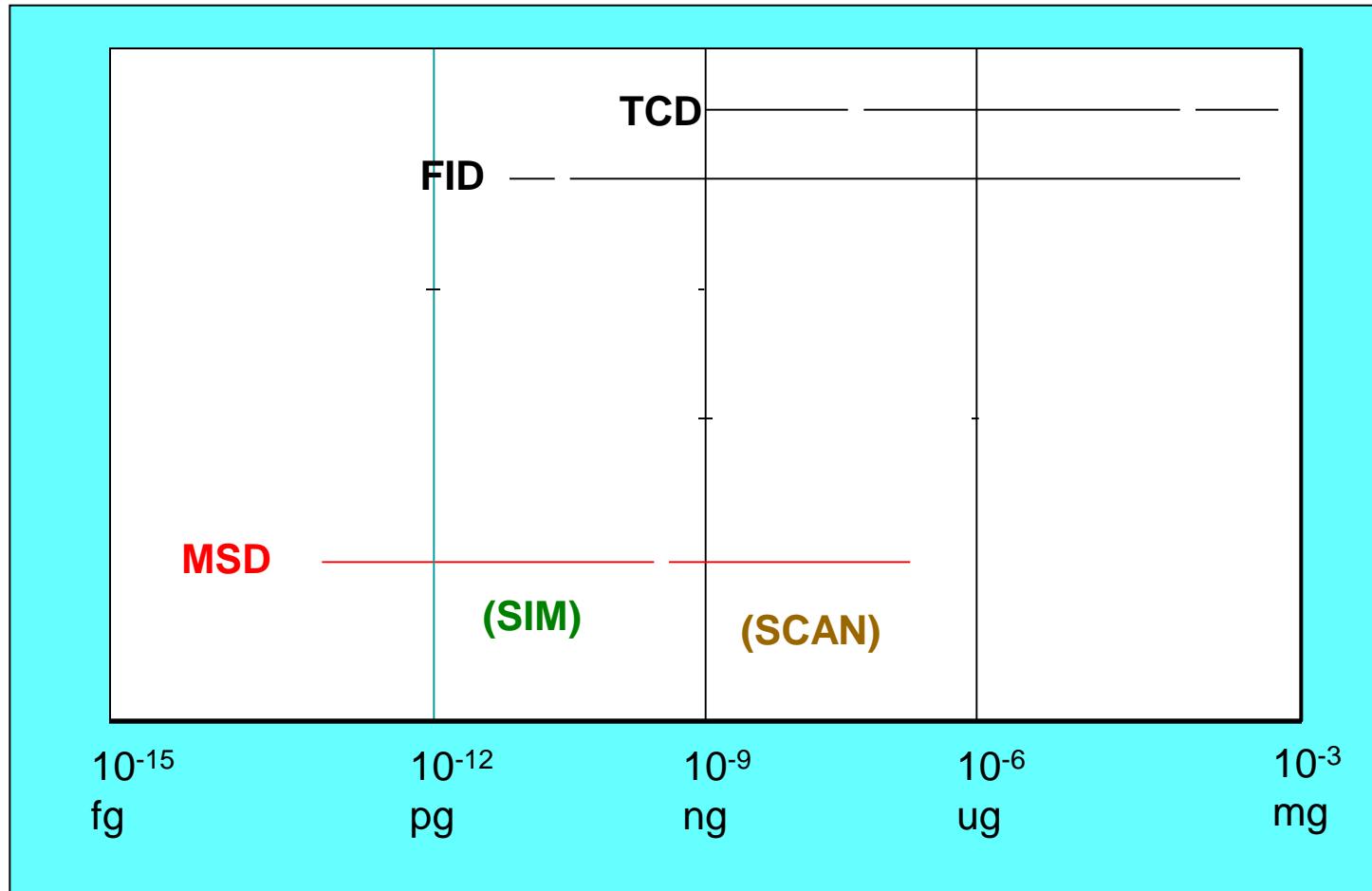


## Espectro de masas



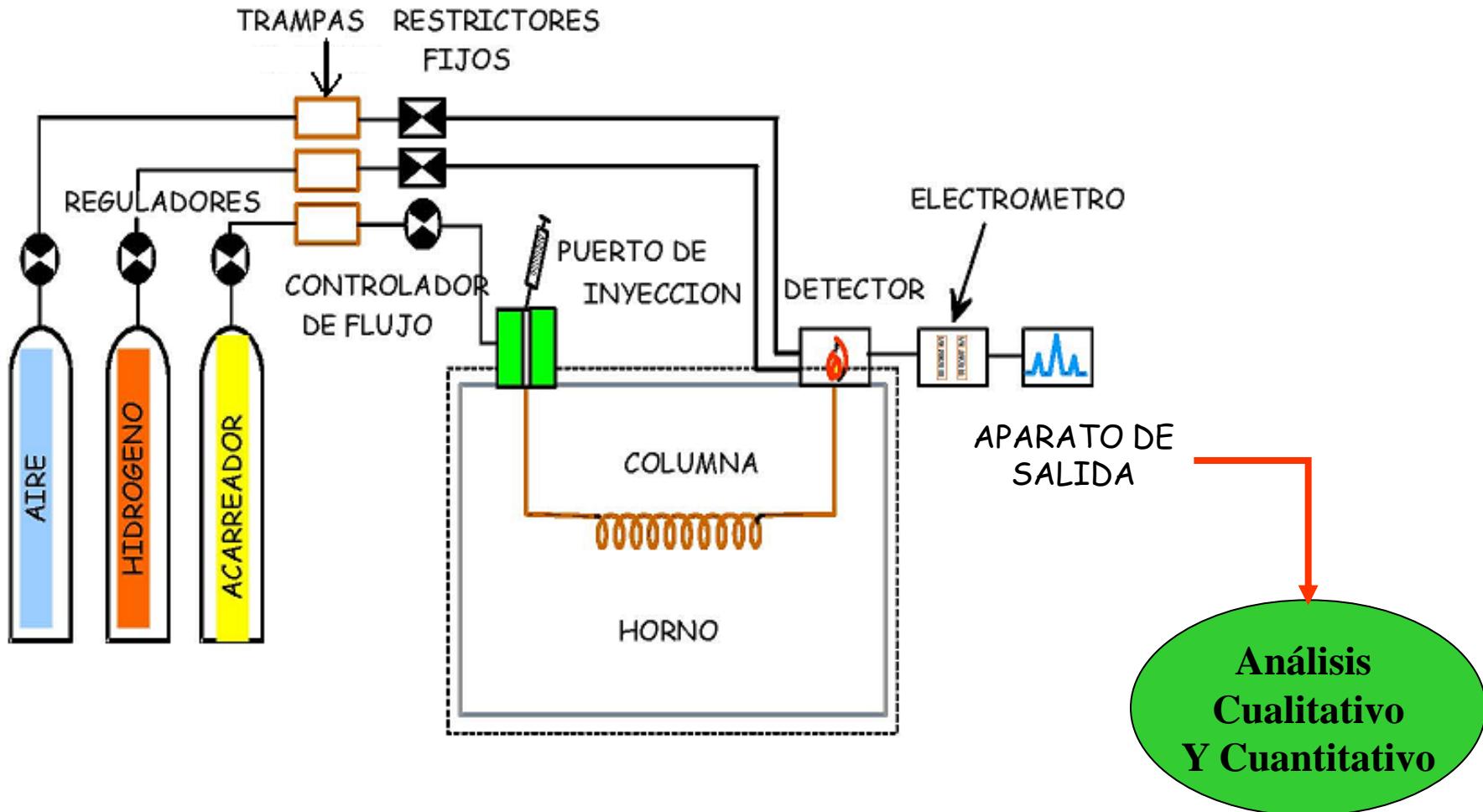
- Ión molecular
  - Pico base

# Comparación de los detectores en CG. Rango de sensibilidad.



# Cromatógrafo de gases

## Detector de ionización de flama (FID)



# Gas acarreador y controladores de flujo

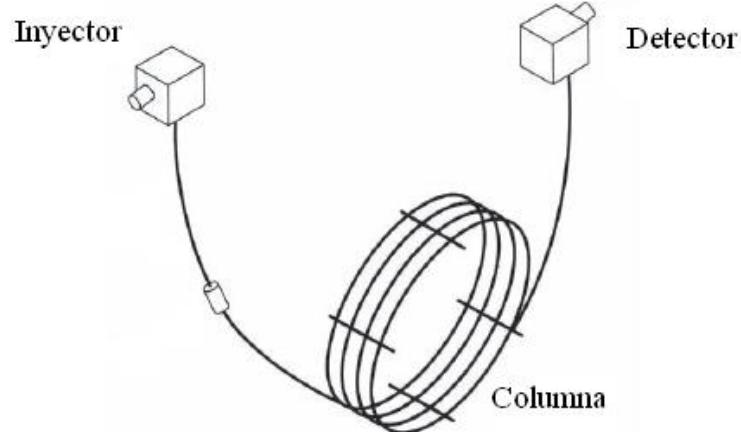
Los Gases deben ser:

- Inertes
- Secos
- Puros

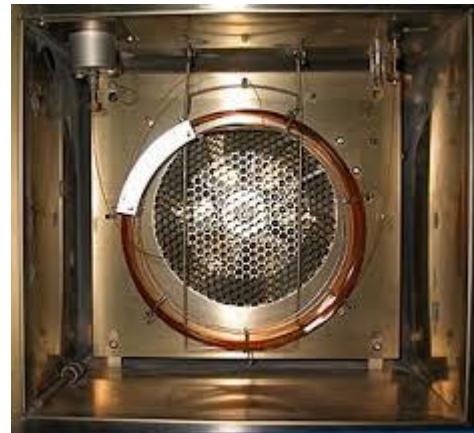


## Puerto de inyección

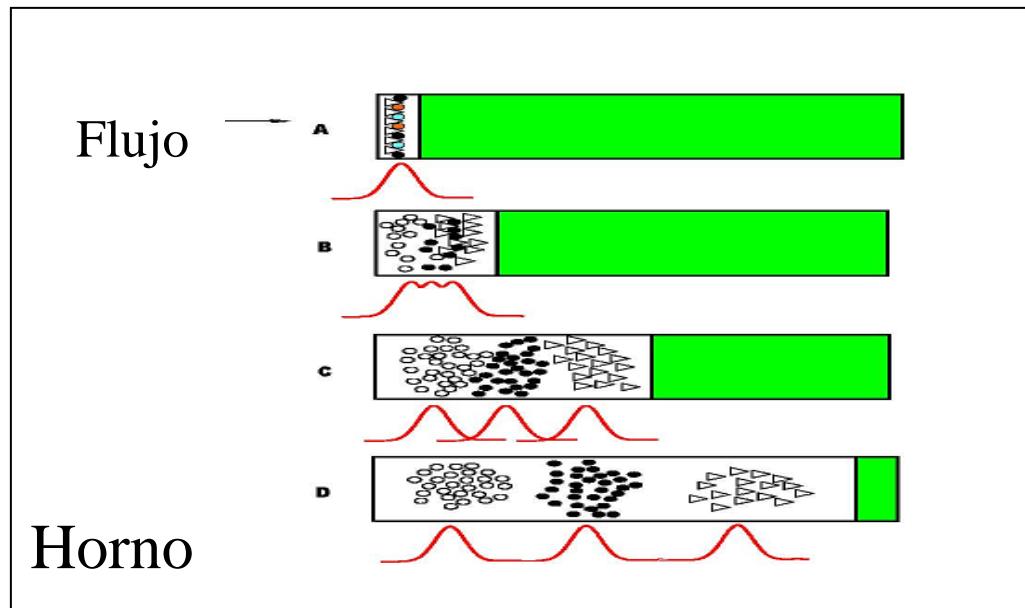
Propósito: Introducir la muestra en la columna en estado de vapor.



## Columna y horno



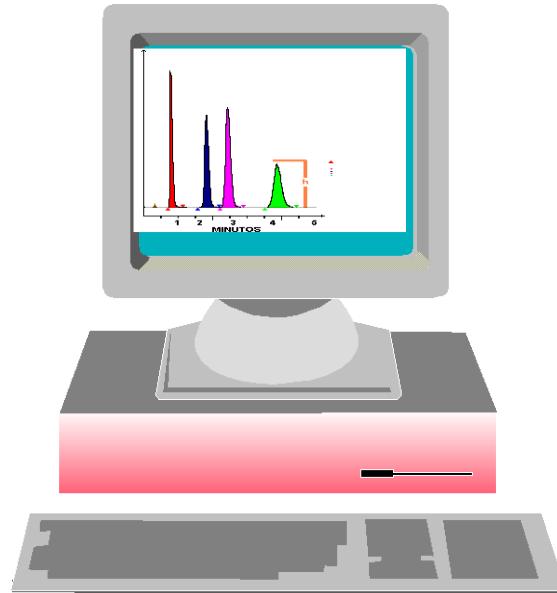
### Modelo del proceso cromatográfico



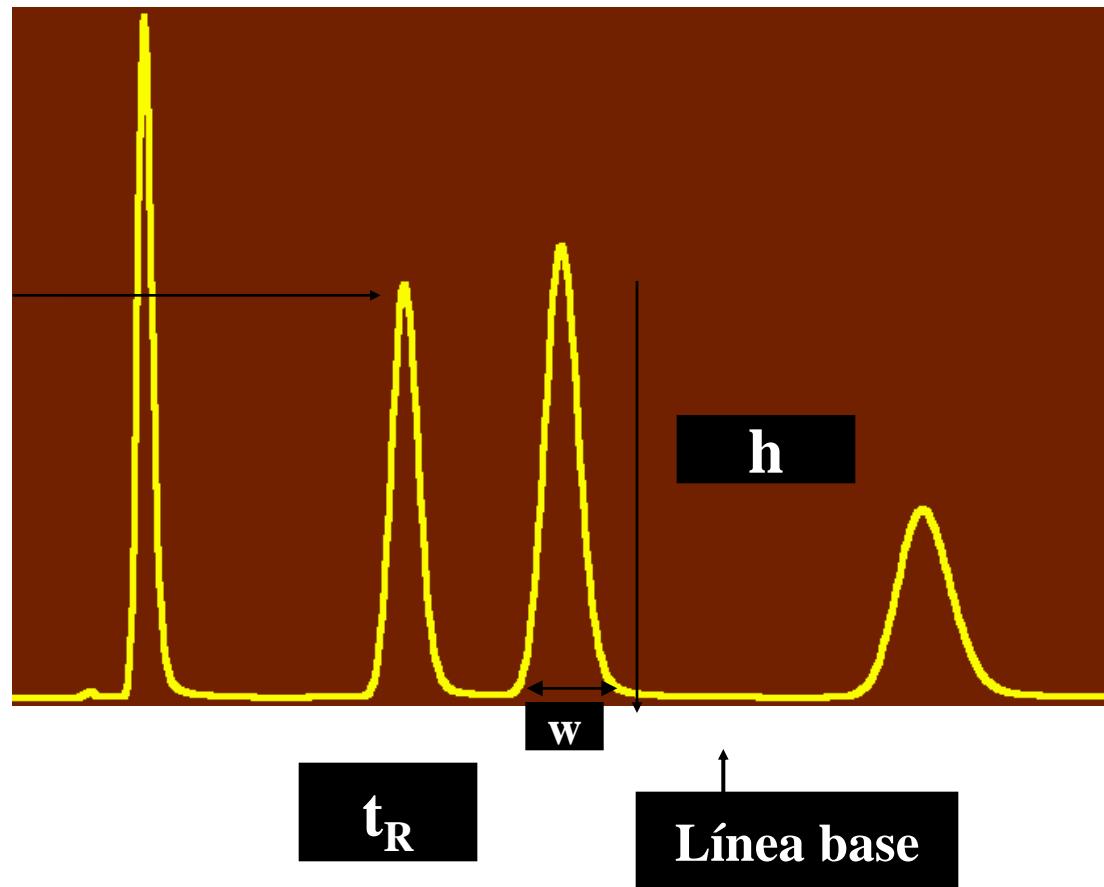
Generalmente  
Lo polar interacciona con lo polar<sup>9</sup>

## Sistema de adquisición de datos

- Registrador gráfico
- Integrador
- Computadora



# Nomenclatura y Cálculos: Cromatograma



## **6. Cromatografía de gases como herramienta de análisis.**

Análisis cualitativo

Análisis cuantitativo

## 6.1. Análisis cualitativo

Columna: Acero inoxidable, 6ft x 1/8" OD, Porapak QS,80/100

Temperatura del horno: 175°C

Gas acarreador: Helio a 30mL/min

Detector: FID a 225°C

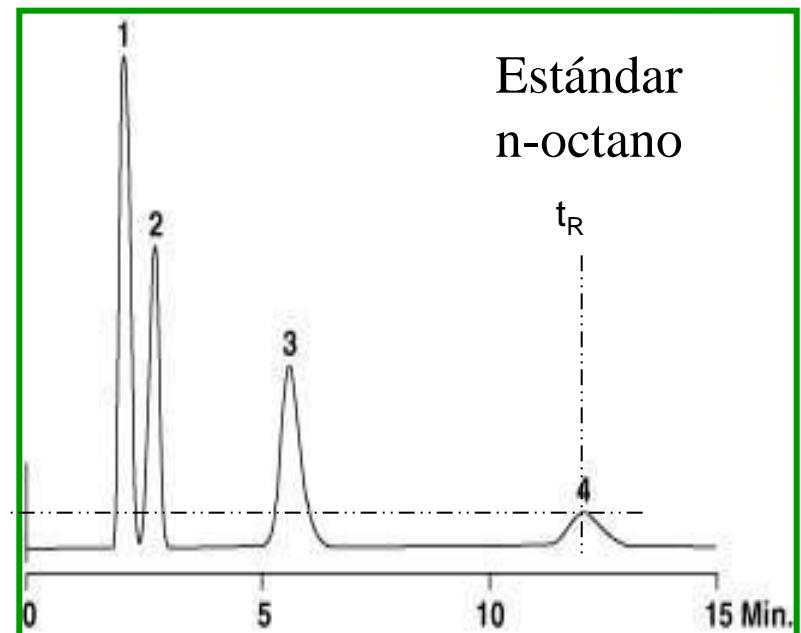
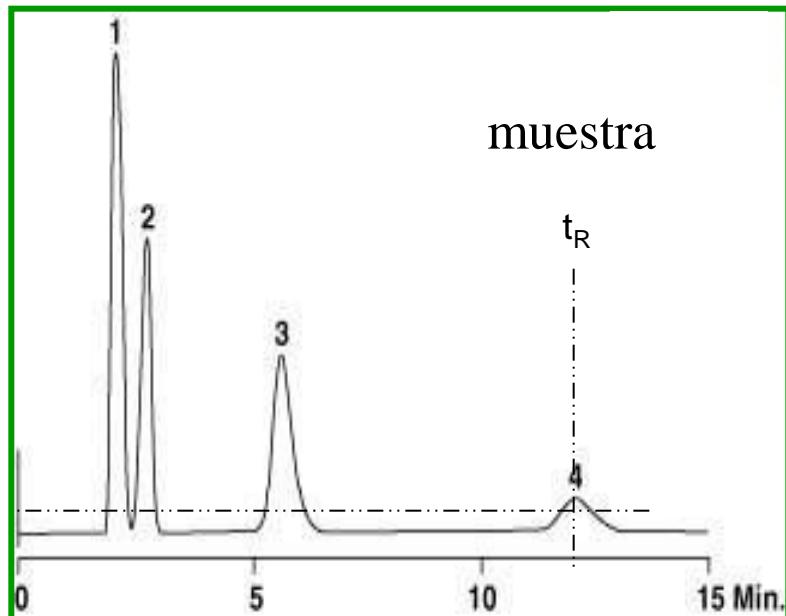
Inyector: a 230°C

1. n-pentano

2. n-hexano

3. **n-heptano**

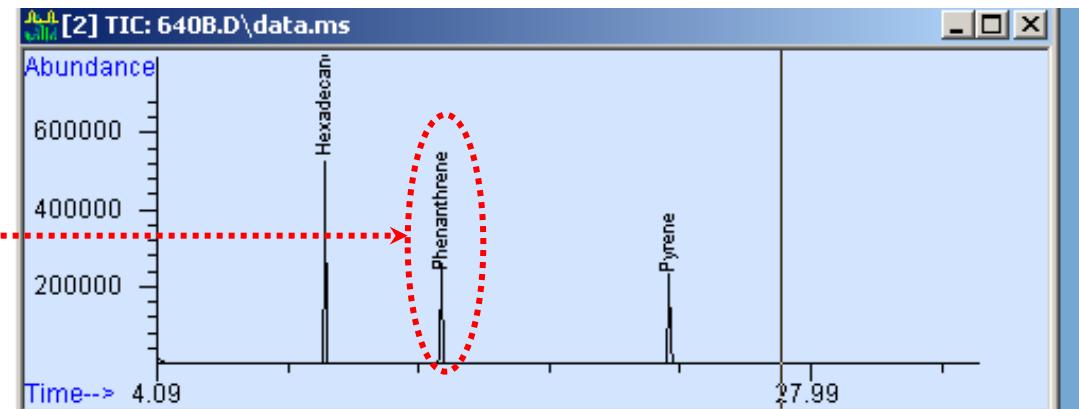
**4. n-octano**



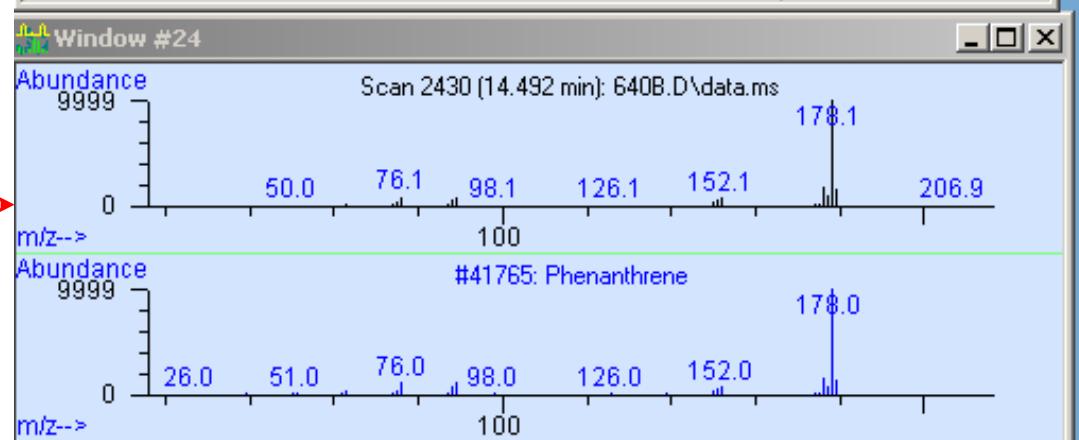
Tiempo de Retención ( $t_R$ )

# Identificación de compuestos por Gases-Masas

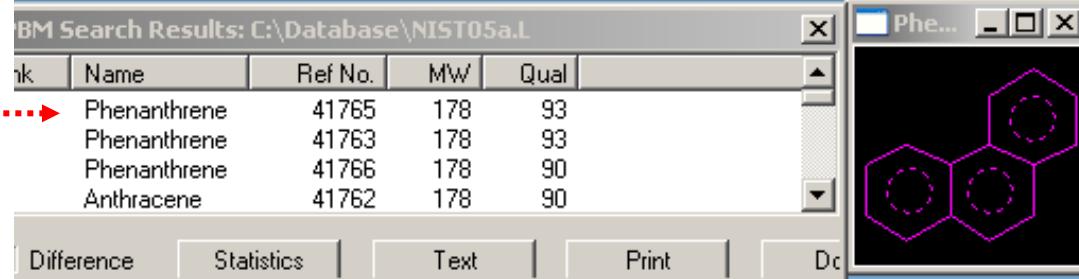
Compuesto  
de interés



Búsqueda en  
Bibliotecas



Compuesto  
identificado

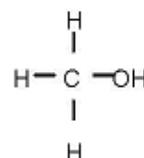
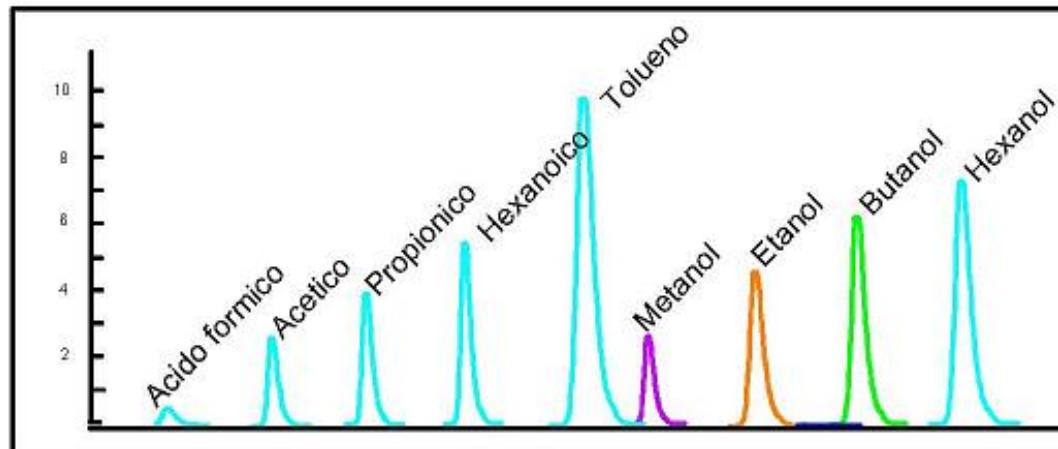


## 6.2. Análisis cuantitativo

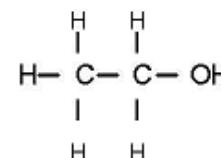
Área bajo la curva  
parámetro utilizado para conocer la cantidad del componente

CG-FID:

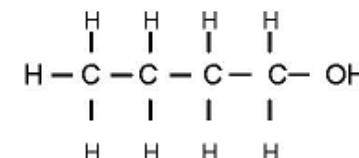
- La respuesta producida es proporcional al número de uniones carbono-hidrógeno



Metanol



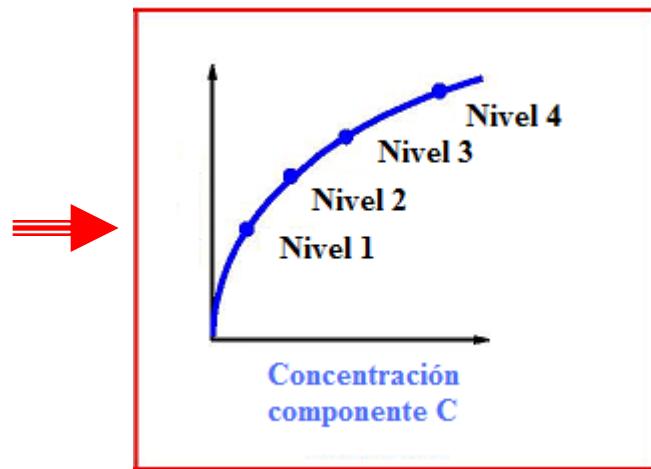
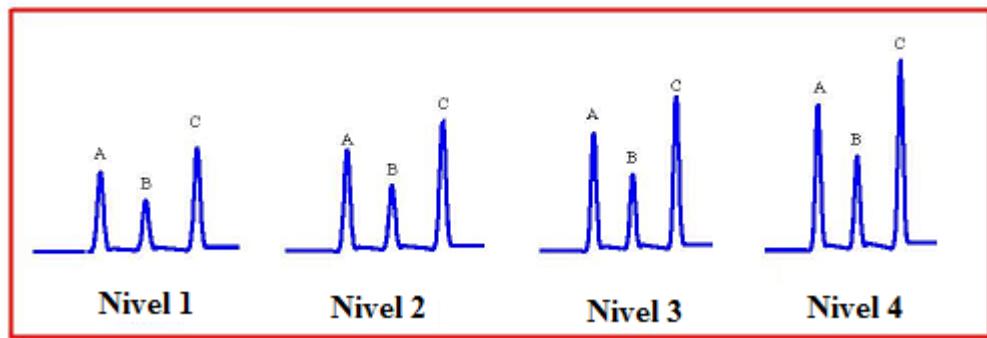
Etanol



Butanol

# Métodos de cuantificación

## Estándar Externo



## Estándar Interno

