

PRÁCTICA 4

CUANTIFICACIÓN DE MEZCLAS GASEOSAS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES A TRAVÉS DE ESTANDAR EXTERNO (CURVA DE CALIBRACIÓN)

OBJETIVOS:

Mediante cromatografía de gases y detector de TCD, identificar y cuantificar los componentes de una mezcla gaseosa.

Objetivos particulares:

- 1) Prender y acondicionar el CG.
- 2) Preparación de una curva de calibración a partir de estándares gaseosos: CO₂ y/o CH₄.
- 3) Determinar la concentración de una mezcla problema usando la curva de calibración preparada.

INTRODUCCION

Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC): Cromatografía gas-sólido (GSC): la fase estacionaria es sólida y la retención de los analitos se produce mediante adsorción. Cromatografía gas-líquido (GLC): la fase estacionaria son moléculas de líquido inmovilizadas sobre la superficie de un sólido inerte. Esta es la que se usa más ampliamente.

La GC es un sistema que está compuesto: de gas portador, sistema de inyección de la muestra, columna, y detector.

Gas portador: Debe ser un gas inerte para evitar que reaccione con el analito o con la columna. Los gases de uso más común son helio, nitrógeno, hidrogeno o argón.

Sistema de inyección de muestra: El analito se inyecta usando una microjeringa en una cámara de vaporización instantánea sellada por una junta de silicona (Septum).

Existen dos tipos de columnas, empaquetadas o de relleno y tubulares abiertas o capilares.

Columnas de relleno: Son tubos de vidrio, metal inerte o teflón de 2 o 3 metros de longitud y 2 a 4 mm de diámetro interno el material de relleno del interior consiste en partículas esféricas para interaccionar con el analito.

Columnas capilares: Entre las columnas capilares tenemos las WCOT: Pared recubierta: son tubos capilares donde la pared interna está recubierta con una fina capa de fase estacionaria. Son más

eficaces. SCOT (soporte recubierto): tienen una capa en su lado interno de superficie adsorbente donde se acopla la fase estacionaria.

Detectores: Dentro de los detectores tenemos dos que son los más utilizados, el detector de ionización de llama: es un quemador de hidrógeno/oxígeno donde se mezcla el eluyente con hidrógeno. En esta cámara se produce una chispa para causar ignición, los compuestos orgánicos al quemarse se pirolizan y producen iones y electrones, aprovechando que se convierte en conductor se induce una corriente eléctrica, para detectar iones desprendidos y el detector de conductividad térmica: se basa en el calentamiento de una resistencia mediante el uso de una corriente eléctrica. Esta resistencia tiene una temperatura que depende del gas circundante. La resistencia es un hilo de tungsteno, platino u oro.

Existen otros detectores como son: detector termiónico, detector de captura de electrones y detector de emisión atómica entre otros.

REACTIVOS

Tanque de Helio 4.5

Tanque de CO₂ (99%)

Tanque de CH₄ (99%)

MATERIAL

Equipo: Cromatógrafo de gases Gow-Mac, con detector conductividad térmica (TCD).

3 Jeringas de Insulina con aguja removible

7 tubos con tapa con septo

3 Botellas serológicas 60 mL

4 septos de goma

3 Jeringas de 5 mL

3 jeringas de 10ml

Parafilm

PROCEDIMIENTO

Preparación estándar de CO₂ y CH₄.

- a) Con la ayuda de bolsas TEDLAR (proporcionadas por la profesora), capturar muestras de estándar de CO₂ y N₂.

- b) Para la preparación de estándares se utilizarán botellas serológicas de 60ml.
- c) Deberán llenar 7 botellas serológicas con solución saturada de NaCl (sin dejar burbujas).
Sellar con septos de goma y arillo de aluminio.
- d) Preparación de la curva de calibración. Preparar de acuerdo con los volúmenes indicados

Volumen de mezcla gaseosa (ml)	Volumen CO ₂ o CH ₄ (ml)	Volumen de N ₂ (ml)
10	0	10
10	2	8
10	4	6
10	6	4
10	8	2
10	10	0

Condiciones del cromatógrafo

Calibrar el flujo de He: 25 mL/min

Condiciones de operación:

$T_{\text{columna}} = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$

$T_{\text{inyector}} = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$

$T_{\text{detector}} = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$

Corriente del detector: 120 mV

Inyección de estándares y muestra:

Con la ayuda de una jeringa de Insulina (1mL) se extrae 0.1 mL de la solución estándar o problema y se inyecta con ayuda en el puerto de inyección del cromatógrafo. Hacer por duplicado.

Se hace lo mismo con la muestra.

Cálculos para conocer la concentración de los estándares.

Para el nitrógeno

$PV=nRT$

$n=P\cdot V/RT$ $n=(0.77\text{atm})(0.003\text{L})/(0.082\text{atmL/mol}^{\circ}\text{K})(298.15^{\circ}\text{K})$

$=9.44\times 10^{-5}\text{ mol}$

$C_1V_1=C_2V_2$ $(9.44\times 10^{-5}\text{ mol})\text{ }28\text{g N}_2/1\text{mol N}_2=2.64\times 10^{-3}\text{g N}_2\text{ en }3\text{mL}$

RESULTADOS

1. Registrar los tiempos de retención de cada gas.
2. Registrar las áreas para cada gas.
3. Calcular la concentración en moles de CO₂ o CH₄ y trazar la curva estándar.
4. Calcular la concentración de la muestra problema.

BIBLIOGRAFIA

ABBOTT, David y ANDREWS, R. S. (1973) Introducción a la Cromatografía. 3ra. Edición. Colección Exedra. Editorial Alhambra. España.

BROWNING, D. R. (1971) Cromatografía-Toray-Masson. España.

GÖTZ, WOLFGANG; SACHS, ALBERT and WIMMER, HANS. (1980) Thin-Layer Chromatography. Gustav Fisher Verlag. Germany.

JORK, H and WIMMER H. TLC Report: (1986) A Collection of Quantitative Papers. GIT Verlag. Germany.

SKOOK, DOUGLAS A. y LEARY, JAMES J. (1994), Análisis Instrumental, 4ta Edición, McGraw-Hill Madrid.

RUBINSON A. KENNETH y RUBINSON F. JUDITH (2001) Análisis instrumental, Prentice-Hall España.

HARRIS DANIEL C. (2003) Análisis Químico cuantitativo 3ra Edición, Editorial, Editorial Reverte. España.