

Instituto Politécnico Nacional

E.I.S.Q.I.E.

Química y Catálisis del Petróleo

Investigación

Cromatografía de gases.

Alumno:

Jesús Ricardo Salazar Rosas

Grupo:

2pm1

Cromatografía de gases.

Resumen

La cromatografía de gases es el procedimiento comúnmente utilizado en el análisis químico, en concreto cromatografía de gases consiste en una muestra que se vaporiza y se inyecta en la cabeza de la columna cromatografía. La muestra se transporta a través de la columna por el flujo de fase inerte, móvil gaseosa. La propia columna contiene una fase líquida estacionaria que se adsorbe sobre la superficie de un sólido inerte.

Antecedentes

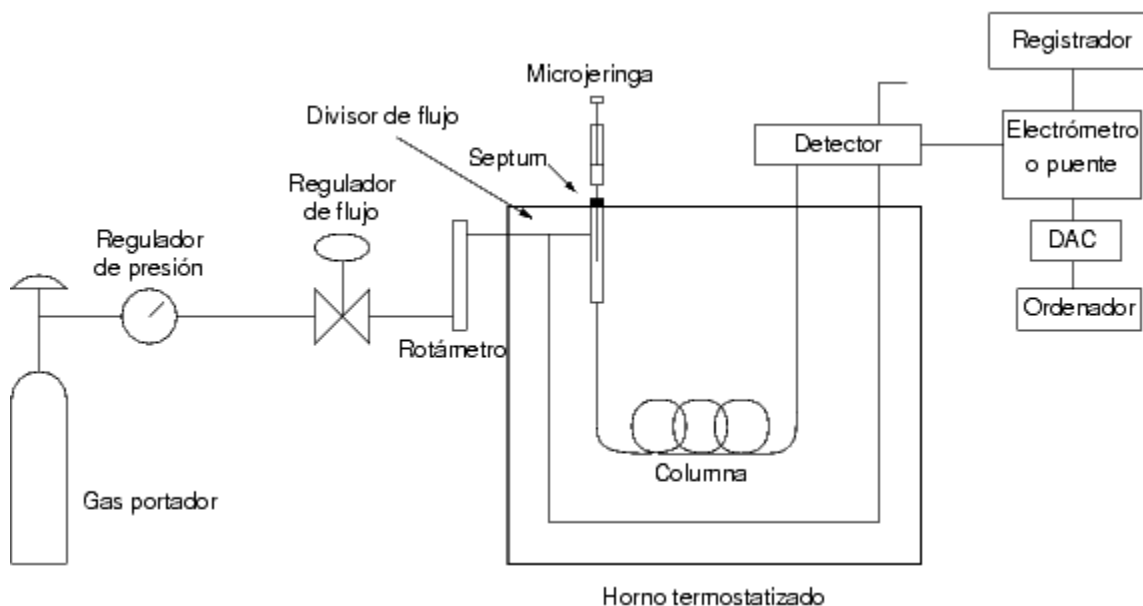
La cromatografía de gases fue inventado por AJP Martin, quien, con RLM Synge, propusieron que la fase líquida móvil utilizada en la cromatografía líquida podría ser reemplazado por un gas adecuado. La base de esta recomendación fue que, debido a difusividad de los gases es mucho más alta de solutos en los gases en comparación con los líquidos, el equilibrio en un proceso cromatográfico sería mucho más rápido y por lo tanto, las columnas mucho más eficiente con tiempos de separación mucho más cortos. Así, el concepto de cromatografía de gases fue concebido hace más de cincuenta años.

La primera separación publicado por cromatografía de gases fue la de una serie de ácidos grasos, un procedimiento de valoración se utiliza, junto con una micro bureta, como detector, tiempo después la bureta se automatizó para proporcionar una respuesta integra más eficaz. El cromatógrafo de gases fue también uno de los primeros instrumentos de análisis que se asocian con un ordenador que controlaba el análisis, procesar los datos e informó de los resultados.

Una forma más sofisticada de la cromatografía de gases fue construido por James y Martin y descrito por James en 1955. El instrumento era un dispositivo algo voluminoso con una columna recta llena con una camisa de vapor. Inicialmente, el detector se encuentra en la base de la columna y consistía en el dispositivo de valoración automática, la separación se presenta como un cromatograma en forma de una serie de pasos, la altura de cada paso de ser proporcional a la masa de soluto diluida. El aparato fue utilizado con éxito para separar algunos ácidos grasos, pero la capacidad limitada del dispositivo para detectar sólo material iónico motivado Martin para desarrollar un detector más versátil, el balance densidad del gas.

Investigación

Diagrama de flujo funcional del Cromatografo de gases



Principio de funcionamiento del cromatografo de gases:

Puesto que estoy estudiando ingeniería química petrolera, relacionare al cromatógrafo de gases es con una destilación fraccionada con millones de platos.

Tenemos un gas que buscamos analizar y separar en sus componentes, este se pasa por un aparato a una temperatura fija, en este aparato, el gas pasa por una columna que contiene un sólido ,o en su defecto, un sólido embebido en líquidos; esto se llama Fase Fija y el gas, se llama fase móvil.

La columna es muy larga, como de unos 2 mts y medio cm de espesor, este tubo está lleno de polvo de cerámica, el cual está en forma de espiral metido en un horno a unos 150°C

La separación se efectúa porque los diferentes componentes de la mezcla de gases interactúan con la fase fija. Los que más sean afines a la fase fija, tardan más en salir del tubo y los otros tardan menos. Con este principio, la separación de los componentes.

Luego, a la salida pones un detector que analiza los gases y te informa que componente sale primero y cuál después, a medida que sale se van quemando y por la cantidad de calor sabemos la cantidad y por el tiempo en que salen la sustancia que es y la concentración de cada componente.

Aplicaciones industriales de la cromatografía de gases

La cromatografía de gases se puede aplicar a gases y cualquier compuesto que pueda ser volatilizado o convertido en un derivado volátil; la cromatografía de gases tiene amplia aplicación, en las industrias se enfoca principalmente a evaluar la pureza de los reactantes y productos de reacción o bien a monitorear la secuencia de la reacción, para los fabricantes de reactivos químicos su aplicación para la determinación de la pureza es lo más importante.

En la investigación es un auxiliar indispensable para diversas técnicas de evaluación, entre las principales están los estudios cinéticos, análisis de adsorción a temperatura programada, determinación de áreas específicas por adsorción de gas y determinación de isotermas de adsorción.

En el campo también pueden ser aplicados, principalmente en estudios de contaminantes del agua: insecticidas en agua, pesticidas en aguas de lagos, lagunas, ríos; desechos industriales descargados en ríos o lagunas.

En la industria del petróleo juega una función primordial, por medio de la cromatografía se pueden analizar los constituyentes de las gasolinas, las mezclas de gases de refinación, gases de combustión, etc.

Medición de hidrocarburos mediante cromatografía de gases.

Este método de análisis se ha desarrollado para determinar concentraciones medias ponderadas en el tiempo de vapores de hidrocarburos aromáticos en aire, mediante la utilización de equipos de toma de muestras de bajo caudal, tanto para muestreos personales como en lugares fijos. No puede ser utilizado para medir concentraciones instantáneas ó fluctuaciones de concentración en periodos cortos de tiempo.

Metodología

La muestra se recoge haciendo pasar una cantidad conocida de aire a través de un tubo relleno de carbón activo, mediante una bomba de muestreo personal, que dando los vapores orgánicos adsorbidos sobre el carbón. Posteriormente se desorben con sulfuro de carbono y se analiza la disolución resultante en un cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama.

Se obtienen las áreas de los picos de los analitos de interés y del patrón interno, determinando la cantidad presente en la muestra.

A partir de la masa de los analitos presentes en la muestra se obtienen las concentraciones ambientales.

Reactivos y productos

- Gases
- Nitrógeno purificado
- Hidrógeno purificado

- Aire sintético puro

Reactivos

- Benceno

NOTA: SUSTANCIA TOXICA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE.

- Tolueno

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE.

- Etilbenceno

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA Y FÁCILMENTE INFLAMABLE.

- p-Xileno

NOTA: SUSTANCIA NOCIVA.

- Trimetilbenceno
- n-Propilbenceno

NOTA: SUSTANCIA IRRITANTE.

- Sulfuro de carbono, debe estar exento de compuestos que convivan con los analitos de interés.

NOTA: SUSTANCIA MUY INFLAMABLE Y MUY TOXICA.

Disoluciones

- Disolución desorbente: sulfuro de carbono conteniendo el patrón interno en una concentración de 1 $\mu\text{l/ml}$.
- Disolución patrón para la calibración a un nivel de concentración. Se prepara añadiendo mediante micro jeringas de precisión, una cantidad determinada de cada analito a un volumen de disolución desorbente a fin de obtener una disolución patrón de concentración similar a la muestra a analizar. Dicha concentración se debe expresar en términos de mg/ml de disolución desorbente.
- Disolución patrón para la calibración multinivel. Se preparan cinco disoluciones añadiendo mediante micro jeringas de precisión diferentes cantidades de cada analito a un volumen de disolución desorbente a fin de obtener disoluciones patrón de concentraciones que cubran el intervalo de aplicación del método. Dichas concentraciones se deben expresar en términos de mg/ml de disolución desorbente.

Procedimiento de análisis

- Preparación de muestras y blancos

Añadir 1 ml de la disolución desorbente (4.3.1.) a un tubo roscado y cerrarlo inmediatamente. Hacer una muesca en el tubo de carbón enfrente de la primera sección de carbón activo y romper el tubo. Se saca y se desecha la lana de vidrio. Añadir la primera sección de carbón al tubo con la disolución desorbente y volver a cerrar. Agitar el tubo ocasionalmente durante un período de 30 minutos para asegurarse que la desorción sea máxima. Repetir el mismo procedimiento para la segunda sección de carbón utilizando otro tubo roscado.

- Calibración
- Análisis cromatográfico
- condiciones cromatografías. Las condiciones típicas de trabajo para el cromatógrafo de gases equipado según se indica. son las siguientes:

Temperatura del inyector 230 oC

-Temperatura del horno 100 oC

-Temperatura del detector 250 oC

-Gas portador nitrógeno 30 ml/min

-Hidrógeno 40 ml/min

-Aire sintético 300 ml/min

Determinación de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción de los vapores de hidrocarburos aromáticos puede variar con el tipo y lote de carbón usado, siendo necesario calcularla para cada lote de carbón y para cada analito sobre el intervalo de aplicación del método.

Para calcular dicha eficacia de desorción, se inyectan diferentes cantidades de los analitos de interés en al menos tres tubos conteniendo 100 mg de carbón (primera sección de un tubo de muestreo) para cubrir el intervalo de aplicación del método. Una vez adicionados los contaminantes a los tubos de carbón, se guardan refrigeradas durante toda la noche para asegurar la completa adsorción. Estos tubos se tratan como muestras. Paralelamente debe prepararse un tubo blanco por cada concentración, de la misma manera que las muestras, excepto que no se le ha añadido contaminante.

Asimismo, se preparan dos o tres patrones inyectando el mismo volumen de los contaminantes en 1 ml de disolución desorbente, cola misma micro jeringa utilizada en la preparación de las muestras.

Tanto los tubos blancos como de muestra, se desorben con 1 ml de disolución desorbente, analizándose dichas disoluciones, así como las disoluciones patrón de la misma manera que se ha descrito.

- Cálculos

- Cálculo de la eficacia de desorción

La eficacia de desorción (ED) se calcula basándose en los resultados mediante la siguiente expresión:

$$ED = \frac{m_i - m_b}{m}$$

donde:

m_i es la cantidad promedio (mg) de analito recuperada en la primera sección del tubo de carbón (tubo tratado como muestra).

m es la cantidad promedio (mg) de analito añadida al patrón.

m_b es la cantidad de analito (mg) encontrada en el blanco

- Precisión

El coeficiente de variación del método, calculado a partir de los datos intra laboratorio de muestras captadas en atmósferas de

hidrocarburos aromáticos de concentraciones conocidas, es inferior a 3% en todo el intervalo de aplicación del método

De esta manera, con los cálculos ya mencionados y algunos otros cálculos de calibración, junto con la comparación de anexos, que no hemos adicionado en este trabajo por cuestiones de extensión, podemos obtener las cantidades y concentraciones de los hidrocarburos que mencionamos mediante la cromatografía de los gases.