



MASTER EN
TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA
Dpto. de Química Analítica y Dpto. de Química Inorgánica

PNT_MTEQ001
Rev0
05/12/2022
Pag. 1 de 4

MATERIA I: LABORATORIO AVANZADO DE TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA
Asignatura 1: Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas

**Identificación de compuestos típicos en aceites
esenciales comerciales mediante GC-FID**

ÍNDICE	Pag.
1.- Objetivo	2
2.- Fundamento de la técnica/metodología	2
3.- Instrumentación y protocolo de utilización	2
4.- Material y Reactivos	2
5.- Metodología experimental	2
6.- Obtención de resultados	3
7.- Cálculo de índices de retención	3
8.- Elaboración de la memoria	3
9.- Prevención de riesgos	4
10.- Bibliografía	4

Elaborado por: Prof. Daniel Gallart Mateu Dpto. de Química Analítica	Revisado por: Prof. Salvador Garrigues Mateo Dpto. de Química Analítica	VºBº Prof. Francesc Esteve Turrillas Director del Master
Fecha / firma:	Fecha / Firma:	Fecha / Firma:

	MASTER EN TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA Dpto. de Química Analítica y Dpto. de Química Inorgánica MATERIA I: LABORATORIO AVANZADO DE TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA Asignatura 1: Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas	PNT_MTEQ001 Rev0 05/12/2022 Pag. 2 de 4
---	---	--

1.- Objetivo

Identificación de compuestos desconocidos en una muestra problema a partir de cromatografía de gases junto con un detector de ionización de llama y cálculo de los índices de retención. Búsqueda, empleo de datos bibliográficos y comparación con los datos experimentales.

2.- Fundamento de la técnica/metodología

El empleo de detectores de ionización en llama (FID) está ampliamente difundido y es fácil encontrar aplicaciones en las que se emplea. No obstante, en realizar la identificación de analitos en muestras desconocidas es una ardua tarea, sobre todo cuando se desconoce su naturaleza y no se dispone de patrones adecuados.

En esta práctica se utilizará la cromatografía de gases junto con la detección FID para la identificación de compuestos en muestras. Para ello, se calcularán los índices de Kováts y los índices de retención de los analitos para realizar una identificación de los analitos presentes en la muestra analizada. Dicha identificación se realizará por comparación con los datos bibliográficos.

Así mismo, se comparará la identificación obtenida a partir de los índices de retención obtenidos a partir de cromatogramas independientes y aquellos obtenidos a partir de un único cromatograma.

3.- Instrumentación y protocolo de utilización

- Cromatógrafo de gases acoplado a un detector FID.

Para el manejo del equipo se emplearán los softwares correspondientes.

4.- Material y Reactivos

Los estudiantes deberán establecer, al inicio de la práctica, qué material será necesario para la realización de la misma, que podrá variar dependiendo como se opte por preparar las disoluciones patrón y los volúmenes de las mismas.

- Pipetas Pasteur de vidrio.

Reactivos y patrones:

- Disolución patrón de hidrocarburos lineales (C₁₀-C₂₄) (ya preparada).
- Muestra (ya preparada).

5.- Metodología experimental

5.1. Método cromatográfico.

- Se desarrollará el método cromatográfico (bajo la supervisión del profesor) empleando las condiciones cromatográficas que se indican en la tabla:



MASTER EN
TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA
Dpto. de Química Analítica y Dpto. de Química Inorgánica

PNT_MTEQ001
Rev0
05/12/2022
Pag. 3 de 4

MATERIA I: LABORATORIO AVANZADO DE TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA
Asignatura 1: Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas

Tipo de columna	HP-5 (o equivalente)
Inyector	250°C, 1 µL, split 1:10
Temperatura del detector	290°C
Flujo de N₂ (gas portador)	2.5 mL min ⁻¹
Programa horno cromatográfico	60°C durante 1 min. 15°C min ⁻¹ hasta 290°C mantenido 2 min.

5.6. Medida de las disoluciones.

- Empleando el método cromatográfico anterior, se medirá la tanto la disolución patrón de alcanos lineales como la muestra.
- Por otro lado, se tomará un volumen de 200 µL de cada una de las anteriores, se mezclará y se inyectará en el equipo.

6.- Obtención de resultados.

- A partir de los cromatogramas, se tomarán los valores de los tiempos de retención de todos los picos cromatográficos detectados.

7.-Cálculo de los índices de retención.

Se aplicará la expresión (1) para el cálculo de los índices de retención (RI).

$$RI = 100n + 100 (m - n) * \frac{(tr_i - tr_n)}{(tr_m - tr_n)} \quad (1)$$

Donde:

- RI: índice de retención
- Analito desconocido
- Número de átomos de átomos de carbono del alcano lineal que eluye antes que "i".
- Número de átomos de átomos de carbono del alcano lineal que eluye después que "i".
- tr_i: tiempo de retención del analito "i".
- tr_n: tiempo de retención del hidrocarburo lineal "n".
- tr_m: tiempo de retención del hidrocarburo lineal "m".

Se contrastarán los valores de índice de retención experimentales (de ambas estrategias) con los encontrados en la bibliografía para realizar la identificación de los analitos presentes en la muestra.

8.- Elaboración de la memoria

- Redactar una breve memoria en el que se indiquen los resultados obtenidos para la identificación de los analitos por ambas estrategias y la comparación de los índices de retención con los datos bibliográficos.

	MASTER EN TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA Dpto. de Química Analítica y Dpto. de Química Inorgánica MATERIA I: LABORATORIO AVANZADO DE TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA Asignatura 1: Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas	PNT_MTEQ001 Rev0 05/12/2022 Pag. 4 de 4
---	---	--

9.- Prevención de riesgos

Adoptar las precauciones y medidas de seguridad necesarias para el manejo de las siguientes sustancias:

- hexano

10.- Bibliografía

- Babushok, V.I., Zenkevich, I.G. Retention Indices for Most Frequently Reported Essential Oil Compounds in GC. Chroma 69 (2009) 257–269. <https://doi.org/10.1365/s10337-008-0872-3>.
- Nikolić B, Todosijević M, Ratknić M, et al. Terpenes and n-Alkanes in Needles of Pinus cembra. Natural Product Communications. 13(8) 2018. <https://doi.org/10.1177/1934578X1801300828>.