



MASTER EN TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA

PNT_MTEQ
Rev3
04/12/2023
Pag. 1 de 4

Asignatura: **Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas**
PRÁCTICA 2: Identificación de compuestos típicos en aceites esenciales comerciales
mediante GC-FID

PRÁCTICA 2: 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.- Prevención de riesgos	2
5.- Material y Reactivos	2
6.- Metodología experimental	3
7.- Obtención de resultados	3
8.- Elaboración de la memoria	4
10.- Bibliografía	4

Elaborado por: Prof. Daniel Gallart Mateu Dpto. de Química Analítica	Revisado por: Prof. Yolanda Martín Biosca 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

PNT_MTEQ
Rev3
04/12/2023
Pag. 2 de 4

Asignatura: **Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas**
PRÁCTICA 2: Identificación de compuestos típicos en aceites esenciales comerciales
mediante GC-FID

1.- Objetivo

Identificación de compuestos desconocidos en una muestra problema mediante cromatografía de gases 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) en cromatografía de gases está muy extendido, siendo fácil encontrar numerosas aplicaciones en las que se emplea. No obstante, la identificación de analitos en muestras desconocidas es una tarea ardua, especialmente 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. La identificación se realizará por comparación con los datos bibliográficos.

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

3.- Instrumentación y protocolo de utilización

- Cromatógrafo de gases acoplado a un detector FID. Consultar el protocolo de manejo del software en el siguiente vídeo: [Cromatógrafo de gases-FID-Agilent y software Chemstation](#) (NOTA: el nombre de los métodos y secuencia mostrados en el vídeo no corresponden con los de la presente práctica).

4.- Prevención de riesgos

- Leer el documento Normas generales de seguridad en el laboratorio.
- Revisar la etiqueta de los reactivos, en particular las consideraciones de seguridad.
- Localizar el recipiente de residuos correspondiente a esta práctica y vaciar todas las disoluciones generadas en él.
- Adoptar las precauciones y medidas de seguridad necesarias para el manejo del hexano.

5.- Material y Reactivos

Material:

- Pipetas Pasteur de vidrio
- Viales de cromatografía de gases

Reactivos y patrones:

- Disolución patrón de hidrocarburos lineales (C₈-C₄₀) (ya preparada)
- Muestra (ya preparada)



MASTER EN TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA

PNT_MTEQ
Rev3
04/12/2023
Pag. 3 de 4

Asignatura: **Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas**
PRÁCTICA 2: Identificación de compuestos típicos en aceites esenciales comerciales
mediante GC-FID

6.- Metodología experimental

6.1.- Método cromatográfico

- Se seleccionará el método cromatográfico más apropiado (bajo la supervisión del profesor/a) para llevar a cabo la separación de los hidrocarburos lineales. Para ello se ensayarán tres temperaturas iniciales (T_i) en el programa de temperatura (140, 100 y 60 °C). El resto de los parámetros instrumentales se muestran en la tabla 1.

Tabla 1.- Parámetros instrumentales para la separación cromatográfica de hidrocarburos lineales

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	T _{inicial} durante 1 min 15 °C/min hasta 290 °C Mantener 2 min

6.2.- Medida de las disoluciones

- Empleando el método cromatográfico seleccionado en el apartado anterior, se inyectarán la disolución patrón de alcanos lineales y la disolución de 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.

7.- Obtención de resultados

- A partir de los cromatogramas, se tomarán los valores de los tiempos de retención de todos los picos cromatográficos detectados.
- A partir de los datos de retención, se aplicará la siguiente expresión para el cálculo de los índices de retención (RI).

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

Donde:

- RI = índice de retención
 - i = analito desconocido
 - n = número de átomos carbono del alcano lineal que eluye antes de "i"
 - m = número de átomos de carbono del alcano lineal que eluye después de "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.



MASTER EN TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA

PNT_MTEQ
Rev3
04/12/2023
Pag. 4 de 4

Asignatura: **Técnicas cromatográficas y afines. Acoplamiento de técnicas**
PRÁCTICA 2: Identificación de compuestos típicos en aceites esenciales comerciales
mediante GC-FID

8.- Elaboración de la memoria

- Redactar una breve memoria en el que se indiquen los resultados obtenidos en la etapa de selección del método cromatográfico, la identificación de los analitos por las dos estrategias empleadas y la comparación de los índices de retención obtenidos experimentalmente con los datos bibliográficos.

9.- 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>.