**Informe Pràctica J: Cromatografia de Gasos (GC) (I): Influència de la temperatura a les separacions**

|  |  |
| --- | --- |
| Grup pràctiques: | 1.2 |
| Parella: | M1 |
| Data: | 30/04/25 |
| Alumnes: | Òscar Losada Garcia |
|  | Gerard Moreno Mas |
|  |  |

1. **Descripció de la mostra**

La mostra en aquest cas són 4 alcohols diferents, cadascun en el seu pot original i amb una petita quantitat posada a un pot més petit per a agafar-ne.

L'Etilenglicol és "Etilenglicol per anàlisi" de l'empresa "PANREAC QUIMICA SA" i el codi identificatiu del producte (Nº CE) és 203-47-3. El nombre de lot és "50880BLM".

L'etanol és "Etanol Absolut" i està en un envàs no comercial. S'ha transvassat del envàs original a un envàs del laboratori amb una etiqueta on només apareix el nom i informació rellevant del producte, però cap informació del nombre de lot ni el codi del producte.

El butanol és "1-Butalon para análisis" de l'empresa "MONTPLET & ESTEBAN SA", el codi identificatiu del producte és 131082 i el nombre de lot és "0209D".

Finalment el darrer alcohol és "ALCOHOL n-AMILICO para análisis" de l'empresa "MONTPLET & ESTEBAN SA" amb codi identificatiu 131884.

El dissolvent utilitzat és "Acetona" però l'etiqueta està feta malbé i no es pot veure el fabricant.

1. **Descripció de l’equip**

L'equip és un Shimadzu GC-2014 que està equipat amb autosampler. Aquest autosampler AOC-20i (Shimadzu) s'emplena amb els vials desitjats. A l'interior té una columna WAX de llargada de 30 m, diàmetre intern 0,25 mm, de la marca Alltech. La temperatura límit de la columna és 260 ºC, això ens determinarà el rang de temperatures a què podem treballar.

Condicions del cromatògraf:

La temperatura inicial del forn és de 40 ºC, la temperatura de l'injector 200 ºC, la del detector 250 ºC i el cabal de He (fase mòbil) és de 1,3 mL/min. L'ajust dels manòmetres són a 2 bar per a l'hidrogen i l'aire comprimit (que s'utiltizen per a la flama) i 6 bar per a l'heli (fase mòbil). La relació split és de 1:20.

1. **Anàlisi a T constant**

Empleneu la taula amb els punts d’ebullició de cadascun dels compostos i enganxeu els cromatogrames obtinguts en cadascun dels assajos a temperatura constant (indicant la T a la que correspon) i discutiu breument els resultats obtinguts (elecció de les temperatures assajades creieu que l’anàlisi isoterma és una bona opció?, etc.)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Compost** | Etanol | Butanol | n-pentanol | Etilenglicol | Acetona |
| **Teb (ºC)** | 78,3 | 117,7 | 138 | 197,3 | 56,5 |
| **Font:** Dades de les etiquetes (Etanol i Acetona) i les altres dades han estat extretes de la Viquipèdia. | | | | | |

|  |  |
| --- | --- |
| T baixa: 75 ºC |  |
| T mitja: 120 ºC |  |
| T alta: 210 ºC |  |
| T addicional (només si fa falta): (no ha calgut fer-ne més) |  |

Discussió:

La primera mesura a 75 ºC ens ha permès obtenir 4 pics grans, clars i ben resolts: acetona, etanol, butanol i n-pentanol. El problema ha estat que hi havia força espai entre pics i que faltava un pic (etilenglicol); per tant es podria augmentar la temperatura per a optimitzar el procés i reduir el temps mort entre pics. La segona mesura a 210 ºC ens ha ajuntat massa els pics, han sortit amb temps de retenció molt baixos i només s'observen dos pics. El primer del qual és molt gruixut perquè és l'acumulació de diversos pics. En aquest punt s'ha decidit provar una temperatura intermitja. Hem de tenir en compte que els temps de retenció estaran determinats pel punt d'ebullició dels líquids (alcohols), tot i que dins del circuit està tot en gas. A 120 ºC se segueixen solapant el pic de l'acetona (el primer) amb el de l'etanol.

Convé tenir en compte que en aquest moment el que estem fent és preveure l'ordre d'elució segons els diferents punts d'ebullició dels compostos.

Es passa a provar una rampa, que asseguraria que poguessim tenir la bona separació als primers pics i després accelerar els temps de retenció de la resta que no presentaven tants problemes ni a 210 ni 120ºC.

Hem provat el gradent de guió però hem optimitzat, fent dos pendents diferents. S'ha aconeguit visualitzar tot correctament, però encara es pot optimitzar per tenir millor separació entre els dos primers i reduir el temps d'espera entre els del final. S'incrementa el pendent del gradient.

1. **Anàlisi amb gradient de T**

Empleneu la taula resum amb els diferents gradients assajats i enganxeu el cromatograma obtingut en les condicions optimitzades. Discutiu breument els resultats obtinguts (canvis duts a terme, idoneïtat, etc.)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Gradient** | **Inici** | **Rampa 1** | **Rampa 2** | **Rampa 3** | **Rampa 3** | **Rampa 4** | **Separació correcta (Sí/No)** | **tanàlisi (min.)** |
| **#1** | T0: 50  Tf:  ΔT:  thold: 1 min | T0: 50  Tf: 200  ΔT: 20  thold: 0,2 min | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | Sí | 8,5 min |
| **#2** | T0: 80  Tf:  ΔT:  thold: 1 min | T0: 80  Tf: 120  ΔT: 40  thold: 0,8 min | T0: 120  Tf: 220  ΔT: 30  thold: 0,2 | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | Sí | 7 min |
| **#3** | T0: 75  Tf:  ΔT:  thold: 1 min | T0: 75  Tf: 120  ΔT: 22  thold: 0,2 min | T0: 120  Tf: 220  ΔT: 40  thold: 0,8 min | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | Sí | 6 min |
| **#4** | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: |  |  |
| **#5** | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: | T0:  Tf:  ΔT:  thold: |  |  |

|  |  |
| --- | --- |
| Gradient #: 3 |  |

**Discussió**

Ja des del primer gradient s'obtenia una bona separació, però el que es desitja és optimitzar i minimitzar els temps d'espera. Així que s'ha plantejat segmentar la rampa per a optimitzar.

El segon hem fet dues rampes diferents, però hem ajuntat massa els dos primers pics (intentaríem tenir espai buit entremig per poder mesurar bé els pics) i encara hi ha molt espai des del quart fins al cinquè pic que apareix. Es planteja un increment de temperatura, respectant el màxim rate indicat i el màxim de temperatura 220 (per sota del límit màxim de la columna).

El gradent final ens permet avaluar-ho tot en 6 minuts i tot ben resolt. Tot i que es podria optimitzar més encara, especialment entre els dos darrers pics, hem de tenir en compte que estàvem sotmesos a un rate màxim de 40ºC per minut. Si s'hagués pogut fer l'increment de teperatura més ràpid haguéssim pogut reduir el temps de retenció de l'últim pic (el del etilenglicol).

1. **Identificació dels compostos**

Enganxeu els cromatogrames obtinguts per cadascun dels compostos de forma individual (indicant de quina de les condicions d’anàlisi de la taula de dalt es tracta) i discutiu breument els resultats obtinguts (ordre d’elució, relació àrees, etc)

Condicions d’anàlisi, gradient: #3 (El més optimitzat que hem aconseguit en el temps donat)

|  |  |
| --- | --- |
| Etanol |  |
| Butanol |  |
| n-pentanol |  |
| etilenglicol |  |

Discussió: De l'estudi individual mantenint el mateix gradient podem verificar quins són els temps de retenció de cada alcohol i comparar-ho amb el gradient realitzat sobre la mostra amb la barreja d'alcohols. Com s'havia previst, el ordre d'elució correspon al mateix ordre de les temperatures del punt d'ebullició. D'aquesta manera es pot verificar de forma definitiva la presència i l'ordre d'elució dels quatre alcohols en la solució d'acetona.

1. **Conclusions**

Hem pogut verificar la previsió de què l'ordre d'elució estaria basat en els punts d'ebullició dels diferents compostos a través de la mesura individual de cada alcohol de la barreja. També ha estat molt interessant veure com, a partir de l'anàlisi de temperatures fixes, s'ha pogut interpretar el rang de temperatures que permetien eluir els diferents compostos en un temps raonable i en base a això, s'ha construit un gradient (compost de dos rampes) personalitzat que intentava optimitzar cada secció. El resultat ha estat una reducció de >12 minuts a temperatura fixa de 75 ºC o bé 10 minuts a 120ºC amb pics de baixa resolució fins a només 6 minuts mantenint pics estrets i alts, amb bona separació entre tots els pics. Ha estat molt interessant anar veient com els paràmetres de la temperatura i com s'ajusta aquesta (rampes, fix, diverses etapes de "hold") afecten al temps de retenció "total" i a la resolució i qualitat dels pics.

1. **Annex: observacions i gràfiques/imatges addicionals**

Gráfico

Descripción generada automáticamente

Gradient #1

Gráfico

Descripción generada automáticamente

Gradient #2



















