

CURSO BÁSICO EN CROMATOGRAFÍA GASEOSA ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS

DESCRIPCIÓN

Este curso está orientado a personas que trabajen en el área de la Química instrumental, que requieren comprender como esta técnica permite realizar análisis de identificación y cuantificación de sustancias conocidas o desconocidas. A través del estudio de los fundamentos de la espectrometría de Masas aplicada a cromatografía gaseosa.

OBJETIVOS

- Identificar y comprender la operación de los diferentes componentes físicos del sistema, para así mejorar la operatoria y rendimiento del sistema.
- Generar procedimientos para el trabajo rutinario de cromatografía Gaseosa, incluyendo buenas prácticas preparativas.
- Proporcionar las herramientas básicas para la identificación e interpretación de los problemas inherentes a la técnica instrumental.
- Reconocer y aplicar los diferentes modos de trabajo y su aplicación.
- Reconocer y aplicar las diferentes metodologías de cuantificación e identificación.
- Realizar la mantención básica del equipo.

PARTE I

Introducción a la cromatografía gaseosa

- ¿Qué es la cromatografía Gaseosa?
- El proceso cromatográfico
- Separación cromatográfica
- Conceptos relacionados

Sistema cromatográfico

- Componentes de un GC:
 - Columnas
 - Gases para carrier y detectores
 - Filtros
 - Inyectores
 - Detectores

Procesos fundamentales en cromatografía de gases

- Focalización
- Elusión
- Detección
- Selección del mejor gas carrier según la aplicación.

Tipos de Cromatografía gaseosa

- Capilar
- Empacada

Tipos de inyección en cromatografía

- Split
- Splitless
- Head Space
- On-Column
- PTV

Tipos de detección en GC

- Detectores no específicos
- Detectores específicos

Parte II

FUNDAMENTOS DE LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS APLICADAS A LA CROMATOLOGRAFÍA GASEOSA.

Historia y evolución de la espectrometría de masas

¿Que es la espectrometría de masas?

- Como funciona
- Cual es su objetivo
- Que requiere

Mecanismos por los cuales aplicamos la espectrometría de masas

- Genérico (sistema de separación y enlace)
- Cromatografía de gases
- Cromatografía Liquida
- Otros

Espectrometría y GC, Buena sociedad.

- Ventajas
- Desventajas
- Requerimientos

Conceptos importantes en CG, relacionados con la espectrometría de masas

- Transfer line
- Férulas
- Columnas
- Inyectores
- Hornos
- Otros

Partes Fundamentales de un espectrómetro de masas

- Sistema de vacío
- Transfer line
- Fuentes de Ionización
- Prefiltros o pre cuadrupolo
- Cuadrupolo
- Detector
- Sistema de adquisición de datos

Vacío, ambiente fundamental

- Bombas turbo moleculares
- Bombas de manutención o soporte
- Sistemas de refrigeración
- Medidores de vacío (Penning y pirani)

Tipos de ionización en aplicación con GC, fundamento químico

- EI+
- CI+
- CI-

Prefiltros, para que sirven

- Descripción
- Función
- Funcionamiento

Cuadrupolo, ¡filtro de masas!

- Descripción
- Función
- Funcionamiento

Sistemas de adquisición de datos

- Tipos de programas (Integrales o parciales)
- Necesidades fundamentales
- Biblioteca de espectros
- Comparación e ingreso de espectros

Modos de adquisición

USOS Y LIMITACIONES PRÁCTICAS EN GC-MS

El espectrómetro y la columna

- Diámetros máximos de columnas
- Largos máximos de columna
- Rellenos de columna
- Referente al sangrado de columna

Fases de vacío

- Exigencias prácticas de vacío
- Bombas de vacío necesarias

Dispositivos de sellado y unión

- Férulas
- Septas

Sustancias de referencias más usadas en espectrometría

- Reservorio de referencia
- Heptacosano
- Compuestos específicos

TRABAJANDO CON EL ESPECTROMETRO

Comenzando de cero

- Filtros y líquidos refrigerantes
- Encendiendo el espectrómetro
- Sistema de vacío (bombas e indicadores)
- Detección de fugas (Leaks)
- Cuando comenzar a operar

Trabajo normal con el espectrómetro

- Monitoreando el contenido gaseoso dentro del sistema de detección
- Uso del compuesto de referencia
- Temperaturas de trabajo (interfase y fuente)
- Uso del Solvent Delay

Trabajando en modo EI+

- Reseña
- Referencia
- Tuning en EI+
- Problemas de Tuning

Trabajando en modo CI+

- Reseña
- Gas Ionizante
- Referencia

CONCEPTOS APLICADOS A PARAMETROS DE INTEGRACIÓN Y MANEJO ANALÍTICO EN GC-MS

- Estándar externo
- Estándar interno
- Adición estándar

CUIDADOS EN TRABAJO CON EL GC-MS

Filtros, aceites y refrigerantes

- Uso, mantención y recambio

Solvent Delay, un gran aliado

- Precauciones en las inyecciones
- Posibles problemas por malas técnicas o programaciones de inyección
- Estimando el Solvent Delay

Cuidados del filamento

- El filamento y las diferencias térmicas
- El filamento y las diferencias de vacío
- El filamento y los golpes

LIMPIEZA Y MANTENCION BASICO DEL SISTEMA (0.5 horas)

El cambio de aceite

- Tipos de aceite
- Frecuencia del cambio

Filtros

- Limpieza de filtro de aire
- Limpieza de filtros de aceite