



Cromatografia gasosa com detector por ionização de chama

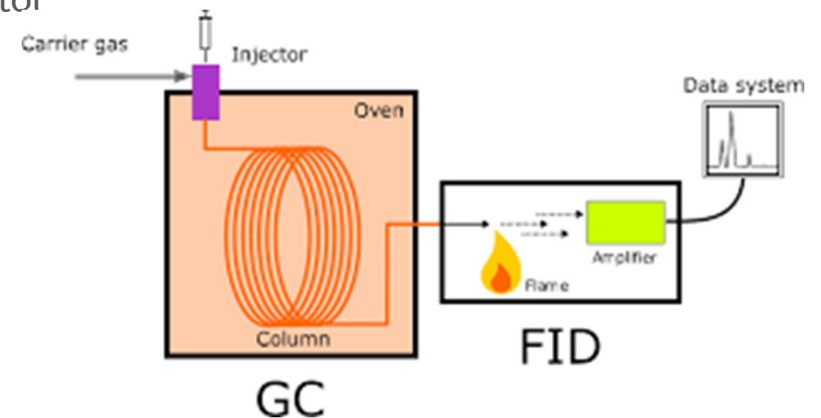
Grupo 2

Gabriel Santos Michelini
Guilherme Nunes
João Marcelo Russo
João Vitor Costa Domingues
Natália Pascoal Lotito
Talles B. Peixoto

NºUSP 5714200
NºUSP 11220970
NºUSP 10718621
NºUSP 11220820
NºUSP 11220729
NºUSP 10874182

Cromatografia Gasosa

1. Cromatografia Gasosa com detector por Ionização de chama
2. Amostra é injetada em coluna capilar ou empacotada em alta temperatura, causando evaporação da amostra
3. Compostos diferentes na amostra terão diferentes tempos de retenção na coluna, com compostos mais voláteis chegando antes no detector
4. Fase móvel é um gás inerte(N_2 , H_2 , etc.)
5. Fase estacionária é feita de material adsorvente

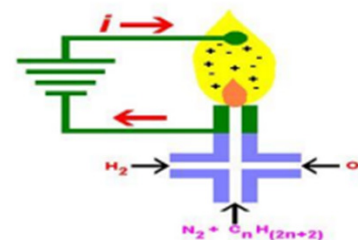
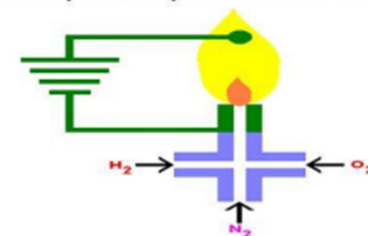


FID

1. Detector mede diferença na corrente elétrica
2. Compostos da amostra chegam à chama, sendo ionizados
3. Íons alteram a corrente elétrica, gerando sinal para o detector

PRINCÍPIO Formação de íons quando um composto é queimado em uma chama de hidrogênio e oxigênio

O efluente da coluna é misturado com H_2 e O_2 e queimado. Como numa chama de $H_2 + O_2$ não existem íons, ela não conduz corrente elétrica.



Quando um composto orgânico elui, ele também é queimado. Como na sua queima são formados íons, a chama passa a conduzir corrente elétrica

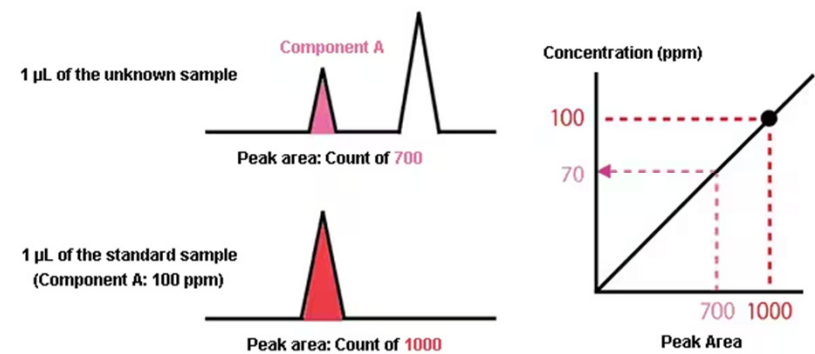
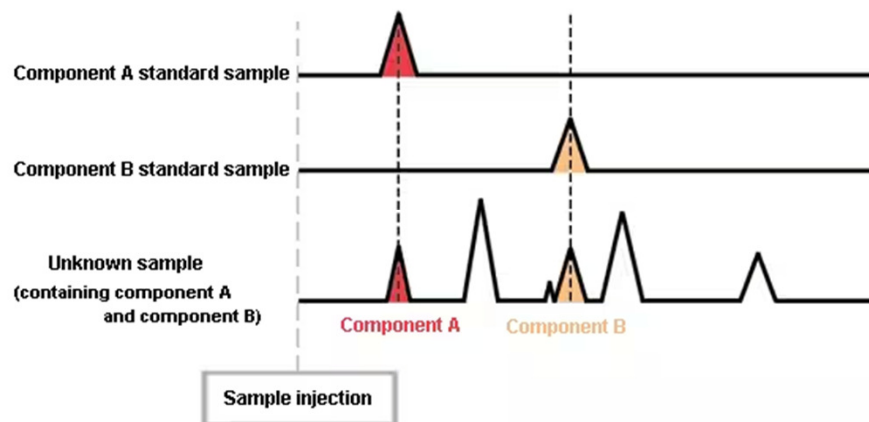


Limitações da amostra

1. Amostra deve ser volátil, possibilitando ser evaporada na injeção
2. Baixa impureza da água e oxigênio, que podem gerar ruído na detecção
3. Estruturas ou impurezas de volatilização similar podem gerar interferências na quantização e perda de resolução

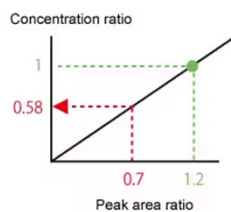
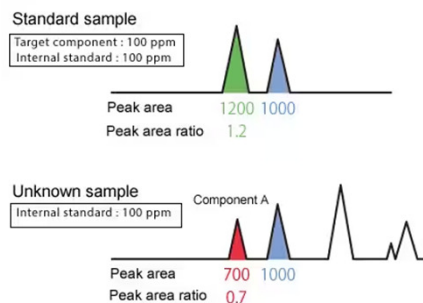
Determinação de concentrações

1. Comparamos a área do pico do analito com a área do pico de uma amostra conhecida
2. Construimos uma curva padrão



Utilização de padrão interno

1. A utilização de padrão interno é indiferente para a determinação estrutural, mas é necessária para quantização.
2. Padrões internos utilizados foram C11, C13 e C16
3. Utilizado para minimizar erros de operador, erros instrumentais
4. Em vez da construção da curva padrão utilizando concentração x área do sinal, utilizamos uma razão entre área do sinal de interesse/área do sinal de padrão interno, aumentando a linearização da curva padrão.



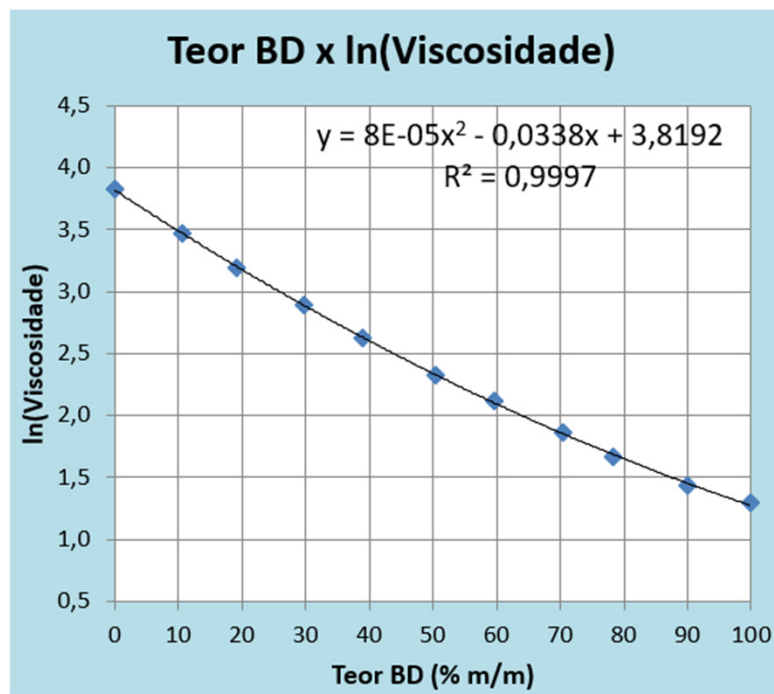
Concentration of target component in unknown sample
 $100 \text{ ppm (concentration of internal standard in unknown sample)} \times 0.7 / 1.2 = 58 \text{ ppm}$
Component A concentration is **58 PPM**



Limitações do padrão interno

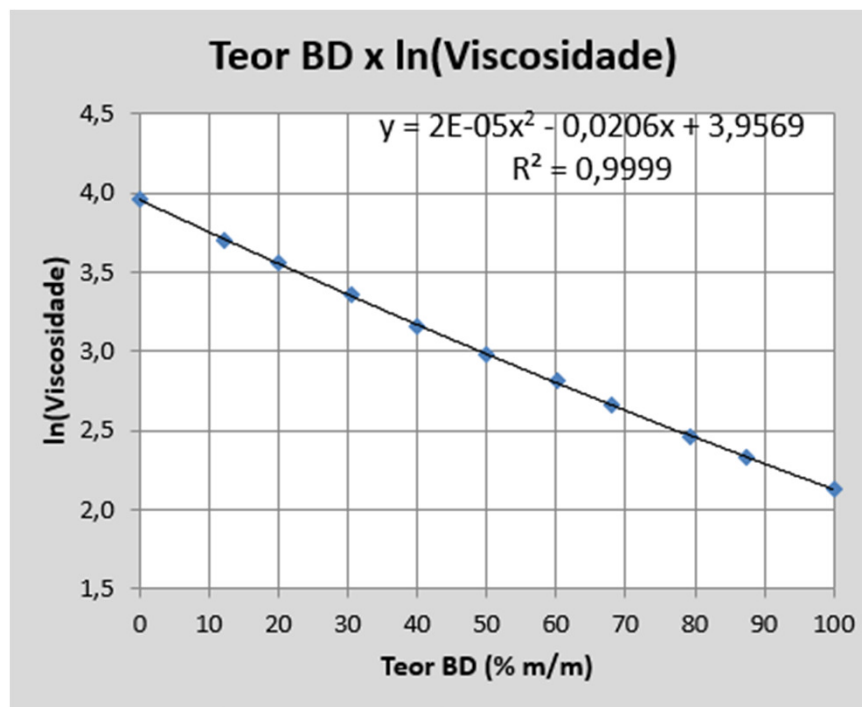
1. Deve se eluir perto do componente de interesse
2. Deve ter o pico separado dos componentes da amostra
3. Ter propriedades parecidas com o componente de interesse
4. Ser quimicamente estável

Determinação do rendimento (OB)



Grupo	Teor (%m/m)
G1-1	15.805
G2-1	65.212
G3-1	32.649
G4-1	15.361
G1-2	34.453
G2-2	41.287
G3-2	15.419
G4-2	36.207
G1-3	52.784
G2-3	48.316
G3-3	43.354
G4-3	42.719
Média	36.964

Determinação do rendimento (OCA)

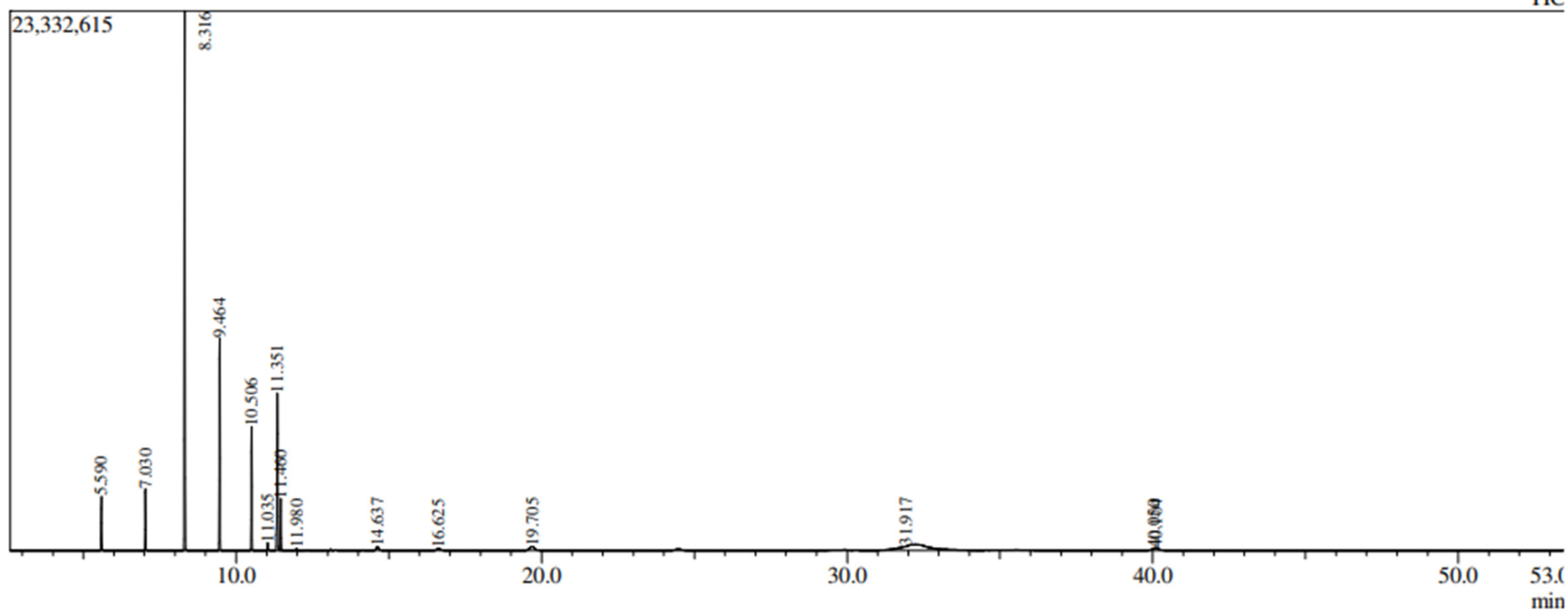


	Teor(%m/m)
Síntese G5-1	61,909
Síntese G5-2	47,745
Síntese G5-3	35,875
Síntese G6-1	47,696
Síntese G6-2	55,076
Síntese G6-3	51,830
Síntese G7-1	49,249
Síntese G7-2	38,069
Síntese G7-3	53,829
Síntese G8-1	49,195
Síntese G8-2	45,510
Síntese G8-3	30,433
Média	47,201



Determinação de estruturas

1. Coleta de dados cromatográficos: A amostra de biodiesel é injetada no sistema de cromatografia gasosa e os compostos voláteis são separados na coluna cromatográfica. Durante a separação, o detector por ionização de chama registra o sinal elétrico correspondente a cada composto à medida que eles passam pela chama.
2. Obtenção do cromatograma: O sinal elétrico registrado pelo detector é convertido em um cromatograma que mostra a intensidade do sinal em função do tempo de retenção. Cada pico no cromatograma corresponde a um composto separado na coluna cromatográfica.



3. Identificação preliminar dos compostos: Os tempos de retenção dos picos no cromatograma podem ser comparados com os tempos de retenção de compostos de referência conhecidos

Peak Report										
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	5.590	5.558	5.683	3108489	4.09	2321890	4.40	1.34		Octanoic acid, ethyl ester
2	7.030	6.992	7.117	3762413	4.95	2656083	5.03	1.42		Decanoic acid, ethyl ester
3	8.316	8.275	8.408	31319718	41.17	23330026	44.18	1.34		Dodecanoic acid, ethyl ester
4	9.464	9.425	9.533	12671001	16.66	9180392	17.38	1.38		Tetradecanoic acid, ethyl ester
5	10.506	10.475	10.575	7154875	9.41	5327111	10.09	1.34		Hexadecanoic acid, ethyl ester
6	11.035	11.008	11.092	554348	0.73	335836	0.64	1.65	V	Dodecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester
7	11.351	11.292	11.417	10366782	13.63	6810169	12.90	1.52		(E)-9-Octadecenoic acid ethyl ester
8	11.460	11.417	11.525	2983608	3.92	2229626	4.22	1.34	V	Octadecanoic acid, ethyl ester
9	11.980	11.950	12.025	126162	0.17	76338	0.14	1.65		Tetradecanoic acid, 2-hydroxy-1-(hydroxypropyl)-3-(octanoyloxy)propan-2-yl de
10	14.637	14.525	14.725	852472	1.12	158027	0.30	5.39		1-Hydroxy-3-(octanoyloxy)propan-2-yl de
11	16.625	16.525	16.750	475130	0.62	68069	0.13	6.98		Hexadecanoic acid, 1-[[[(2-aminoethoxy)h
12	19.705	19.517	19.867	1710844	2.25	163438	0.31	10.47		Dodecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-1,2-e
13	31.917	31.875	32.025	71842	0.09	13194	0.02	5.45		Dodecanoic acid, 1,2,3-propanetriyl ester
14	40.050	39.942	40.067	273610	0.36	59097	0.11	4.63		Dodecanoic acid, 1,2,3-propanetriyl ester
15	40.104	40.067	40.308	643259	0.85	78455	0.15	8.20	V	Dodecanoic acid, 1,2,3-propanetriyl ester
				76074553	100.00	52807751	100.00			

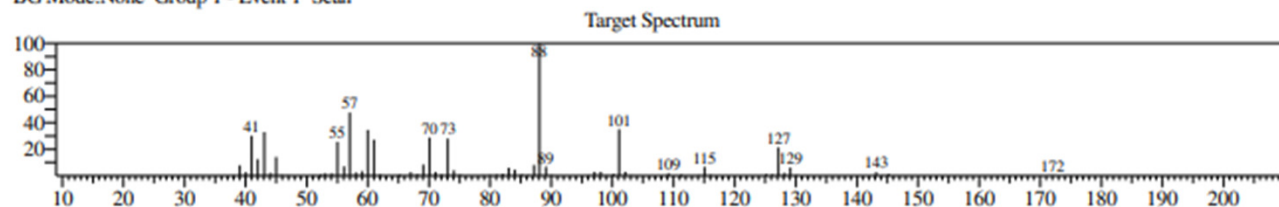
4. Determinação da estrutura por CG-EM: Para confirmar a identidade dos compostos e determinar sua estrutura química, são necessárias técnicas complementares, como a espectrometria de massa (CG-EM), onde os picos cromatográficos obtidos no GC-FID são direcionados para um espectrômetro de massa que ioniza os compostos e fragmenta suas moléculas, gerando um espectro de massa característico. Esse espectro é então comparado com bancos de dados de espectros de massa conhecidos para identificar os compostos e determinar sua estrutura molecular.

<< Target >>

Line#:1 R.Time:5.592(Scan#:360) MassPeaks:67

RawMode:Averaged 5.583-5.600(359-361) BasePeak:88.05(317693)

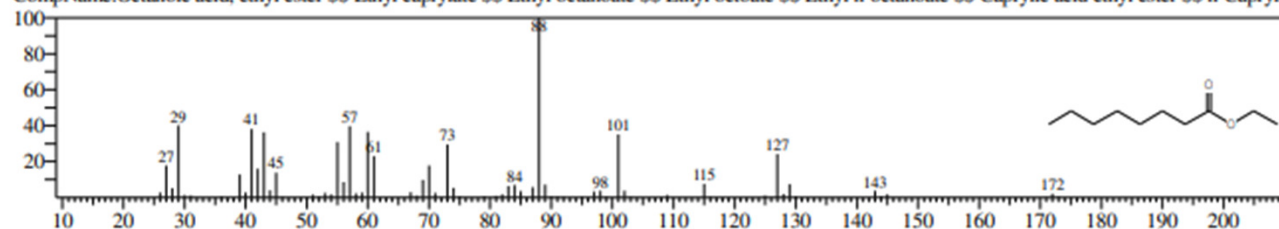
BG Mode:None Group 1 - Event 1 Scan



Hit#:1 Entry:13682 Library:NIST14s.lib

SI:96 Formula:C₁₀H₂₀O₂ CAS:106-32-1 MolWeight:172 RetIndex:1183

CompName:Octanoic acid, ethyl ester \$\$ Ethyl caprylate \$\$ Ethyl octanoate \$\$ Ethyl octoate \$\$ Ethyl n-octanoate \$\$ Caprylic acid ethyl ester \$\$ n-Caprylic





Conclusão

1. FID é adequado para determinação quantitativa
2. Recomendado padrão interno para determinação quantitativa
3. Necessária a utilização de espectrometria de massas ou RMN em conjunto com o FID para determinação estrutural



Referências

1. *Analysis results of GC. (n.d.). Wwww.shimadzu.com. Acessado em 6 de Julho de 2023, from <https://www.shimadzu.com/an/service-support/technical-support/analysis-basics/fundamentals/results.html#:~:text=The%20peak%20area%20is>*
2. *elio, F., Chaves, M., & Silva Costa, J. (n.d.). TEOR E RENDIMENTO DE EXTRATO DAS FOLHAS DE TRES MORFOTIPOS DE Arrabidaea chica (Bonpl.) B. Verl. EM FUNÇÃO DE ADUBAÇÃO ORGÂNICA EM MANAUS, AM. Acessado em 6 de Julho de 2023, from <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/76033/1/667-1.pdf>*