



PERÚ

Ministerio  
de Salud

Dirección General  
de Salud Ambiental



# PROBLEMAS FRECUENTES EN LA DETERMINACIÓN DE PCB POR CROMATOGRAFIA

Quím. Cristina Toro Vilchez

**CURSO – TALLER DETERMINACION DE PCB EN ACEITES DIELECTRICOS POR  
CROMATOGRAFÍA DE.**

***ENFRENTANDO  
PROBLEMAS EN LOS  
SISTEMAS DE  
GC***

**IDENTIFIQUE LA CAUSA DEL  
PROBLEMA SIN PÉRDIDA DE TIEMPO !**

Decorative white lines consisting of several parallel diagonal strokes in the bottom right corner of the slide.

# PAUTAS GENERALES PARA GC

1. Confirme el problema antes de darle una solución.
2. Empiece primero por las cosas más simples.
3. Cambie sólo una pieza del instrumento por vez.
4. Si no encuentra el problema, revise el instrumento de atrás hacia adelante
  - A. *Asegúrese que funcione el detector.*
  - B. *Verifique el funcionamiento de la columna*
  - C. *Verifique el Inyector.*

# PAUTAS GENERALES PARA GC

5. Siga un programa de mantenimiento regular


*A. Cambie el Septum.*

*B. Cambie las Jeringas*

*C. Limpie o reemplace el Liner del inyector antes de que éste se ensucie.*

6. Establezca un nivel de funcionamiento mínimo del instrumento, luego evalúelo en intervalos regulares.

# PAUTAS GENERALES PARA GC

7. Mantenga un registro de toda la documentación relacionada al instrumento.
  8. Use gases de alta pureza con filtros e instale reguladores de gas y tuberías de alta calidad.
  9. No apague el instrumento a menos que cambie el septum, liner o columna.
- 

# HERRAMIENTAS



- **Detector electrónico de fuga de gases**
- **Flujómetro (a burbujas)**
- **Termómetro calibrado**
- **Columna analítica confiable**
- **Jeringas nuevas**
- **Septa y férulas de reserva**


# HERRAMIENTAS (cont.)



- **Accesorios para limpiar detector**
- **Manuales del instrumento**
- **Registros de operación y mantenimiento**
- **Estándares de referencia**
- **'Troubleshooting Table' (Supelco)**

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## ENFOQUE SISTEMÁTICO:

1. Error del Operador
  2. Muestra
  3. Columna
  4. Sistema Eléctrico
  5. Sistema de Gases
- 
- A decorative graphic consisting of several parallel white lines of varying lengths, slanted upwards from left to right, located in the bottom right corner of the slide.



# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 1. Error del operador



→ ***Verificar parámetros operacionales  
(temperaturas, flujo de gases, tipo  
columna, procedimiento de  
inyección)***

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 2. Relacionado con muestra

→ *Inyectar estándar de referencia y revisar cromatograma:*

*OK: muestra*

*NO OK: Columna, Instrumento*



# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA



## 3. Relacionado con Columna


→ *Reemplazar columna por duplicada, y volver a inyectar muestra:*

*OK: Columna original*

*NO OK: Instrumento*

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 4. Relacionado con Sistema Eléctrico (cont.)

- a) *Cables, y conexiones.*
  - b) *Corriente estabilizada*
  - c) *otros*
- 

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 5. Sistema de gases

→ *Verificar todos los componentes*

a) *En general:*

- *Presión del cilindro debe exceder 15 psi como mínimo respecto a necesidades GC.*
- *Revisar conexiones para fuga de gases.*
- *Usar gases UHP y filtros para eliminar oxígeno, agua e hidrocarburos.*



# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 5. Sistema de gases

→ *Verificar todos los componentes (cont.)*

### *b) Gas portador:*



- *Cerrar cilindro → Caída de presión debe ser lenta (> 30 seg.).*

- *Confirmar flujo de gas (columna, purga split y septum) mediante flujómetro a burbujas.*

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 5. Sistema de gases

→ *Verificar todos los componentes*

### *b) Gas portador (cont.):*

$$U = L / T_0$$

- *Determinar velocidad de gas lineal y comparar con especificaciones fabricante.*
- *Revisar columna, si no está dañada o rota.*
- *Revisar liner, si no está obstruido, dañado o contaminado*

# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 5. Sistema de gases

→ *Verificar todos los componentes (cont.)*

### c) Gases del detector:

- *Confirmar flujo de gas (hidrógeno / aire, auxiliar) mediante flujómetro a burbujas.*





# ENCONTRAR ORIGEN PROBLEMA

## 5. Sistema de gases

→ *Verificar todos los componentes (cont.)*

d) *Minimizar volúmenes muertos:*

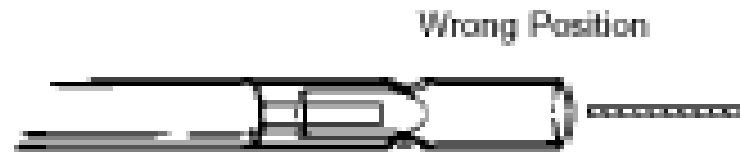
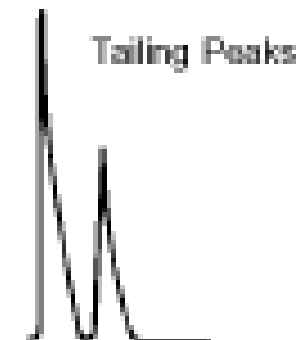
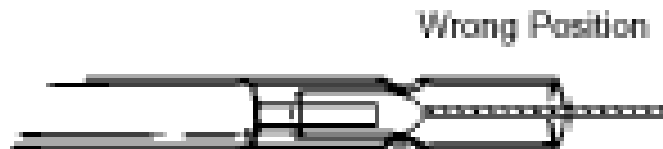
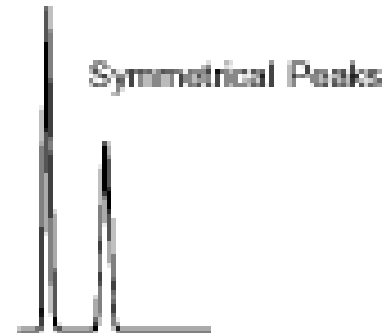
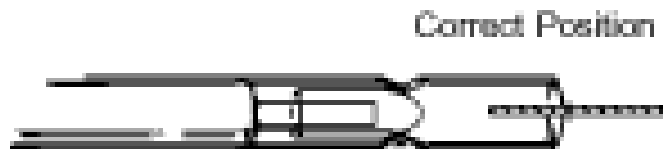
*Sobre todo importante al usar columnas capilares (flujos bajos)*



*- Inyectar compuesto no retenido para evaluar simetría del pico.*

*- Revisar correcta distancia de inserción columna al lado inyector y detector*

# Posición Columna en Liner

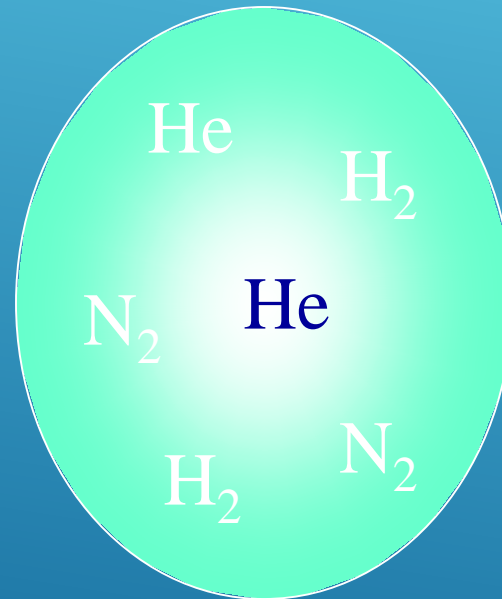


712-0084

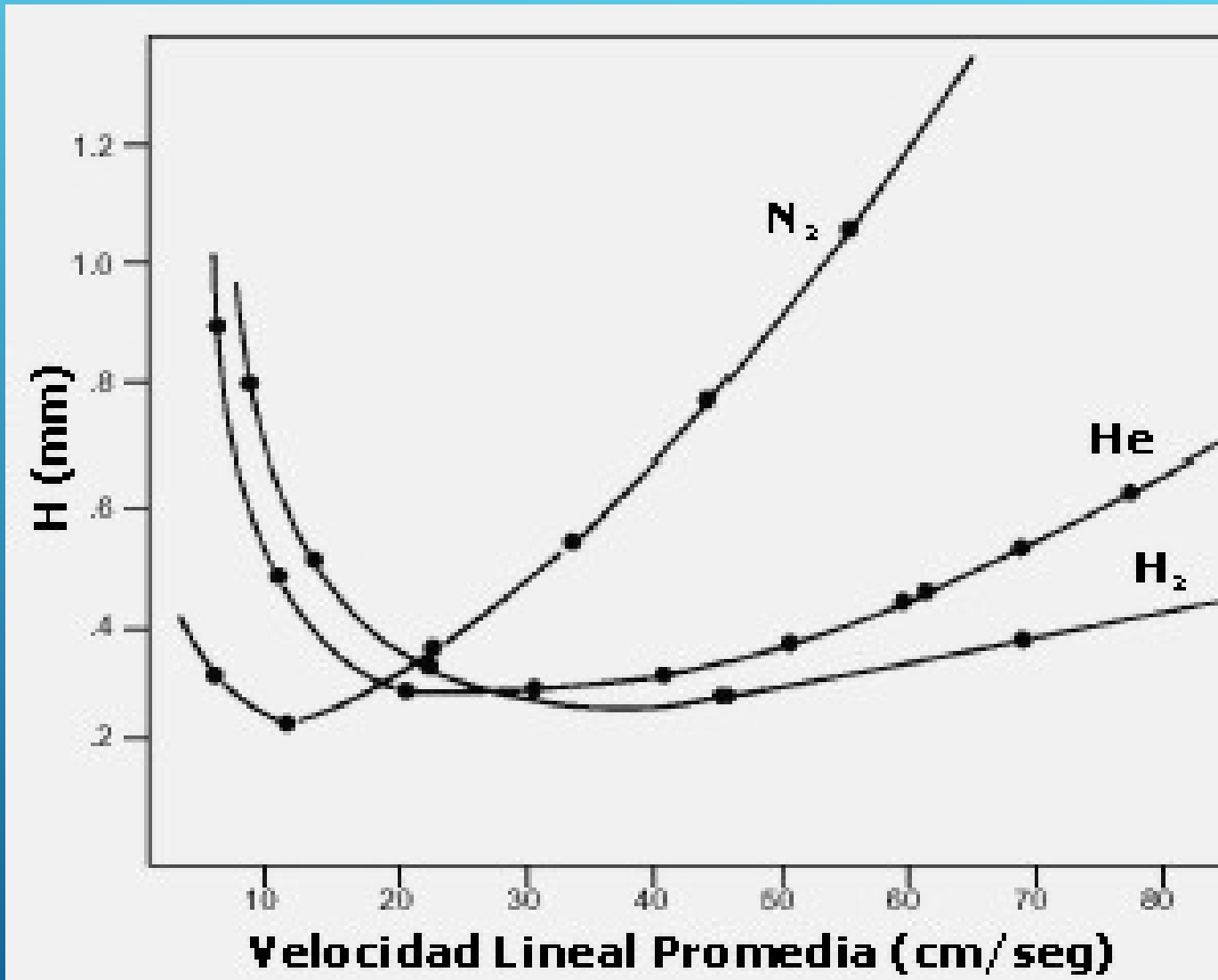
# ALGUNOS CONSEJOS PARA PREVENIR PROBLEMAS

## 1. Selección del gas portador

- Hidrógeno
- Helio
- Nitrógeno



# Curva H-U para Gases



# ALGUNOS CONSEJOS PARA PREVENIR PROBLEMAS

## 2. Selección de método de inyección adecuado para transferir analitos a la columna capilar:

Injection Method	Sample Characteristics			
	Approx. Range	Conc. (ng)	Thermal Stability	Activity
Split	C1-C19	10+	good	low
Splitless	C1-C40	<20	good	low
Direct	C1-C100	<20	good	high
On-column	C1-C40	<20	poor	high
Programmed Temp. Vaporization	C1-C140	<20	poor	low

# ALGUNOS CONSEJOS PARA PREVENIR PROBLEMAS

## 3. Jeringas de Inyección:



- Selección de una técnica de inyección adecuada
- Mantener jeringa limpia y en buen estado para evitar:

*Picos Fantasmas - Errores de Cuantificación - Daño del Septum - Fragmentos Septum en Liner*

## 4. Cromatograma de referencia

- Inyectar periódicamente una mezcla de prueba para evaluar desempeño sistema GC.

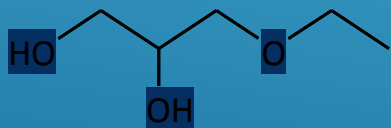
## 5. Interacción fuerte con sitios activos en el sistema GC - Ms(inlet, columna y fuente de iones)

### Combination de compuestos protectores

Ventajas.

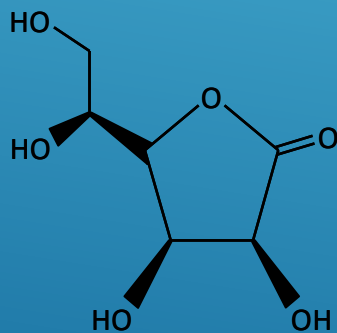
Disminuye la degradación y adsorción

Picos mas angostos, menos colas, mas resistencia menor LOD



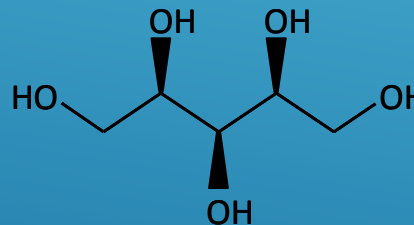
**ethylglycerol**

**1 mg/ mL**



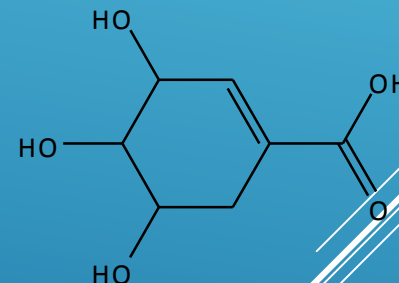
**gulonolactone**

**0.1 mg/ mL**



**sorbitol**

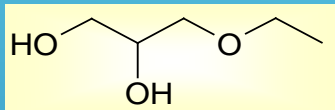
**0.1 mg/ mL**



**shikimic acid**

**0.05 mg/ mL**

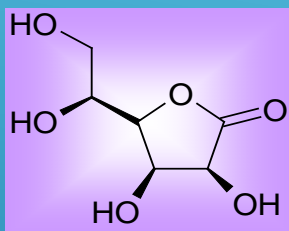
# Combination of Analyte Protectants for GC Pesticide Residue Analysis



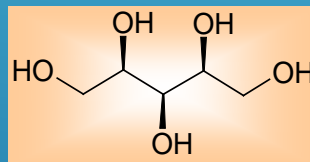
ethylglycerol (10  $\mu\text{g}$ )

Signal enhancement:

— moderate  
— strong



gulonolactone (1  $\mu\text{g}$ )

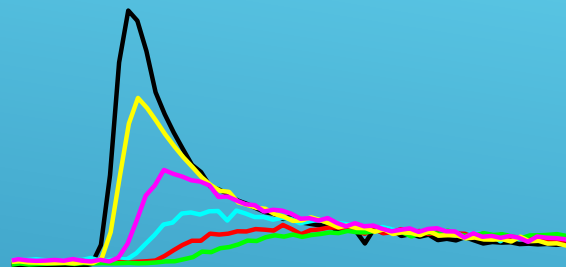


sorbitol (1  $\mu\text{g}$ )



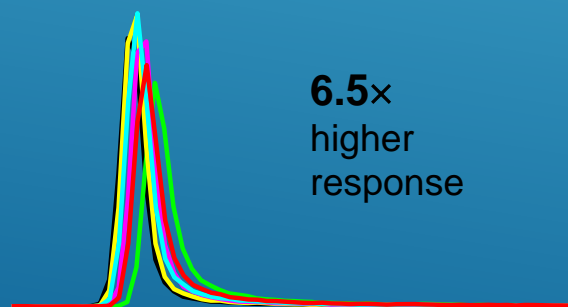


Sin AP



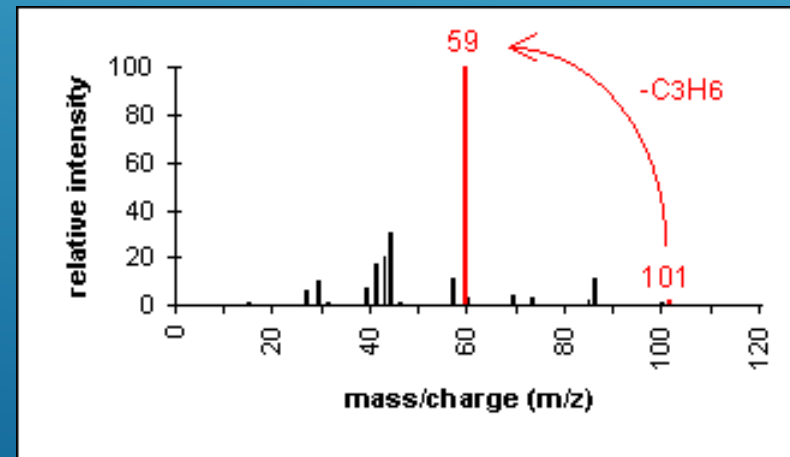
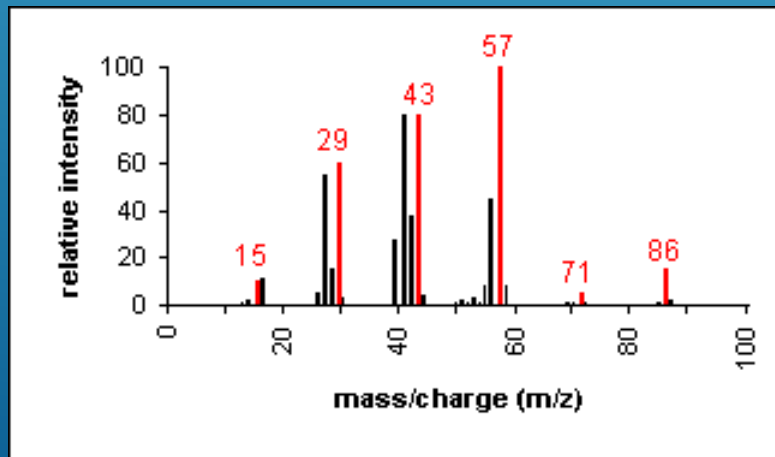
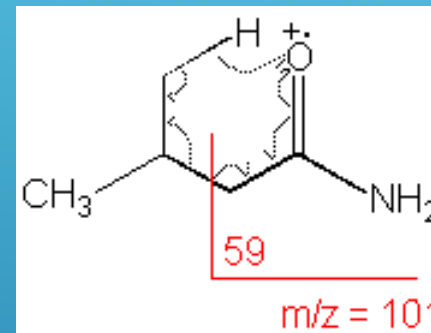
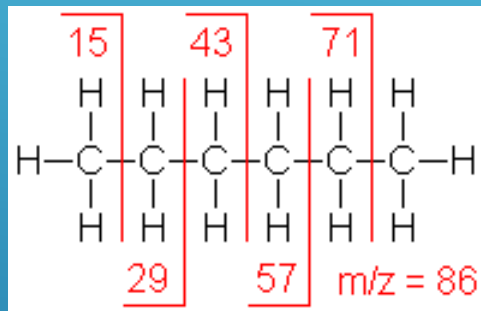
o-phenylphenol

CON AP



**6.5x**  
higher  
response

# FRAGMENTACIÓN DE LAS MOLÉCULAS



# FRAGMENTACIÓN DE LAS MOLÉCULAS

