



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICO-QUÍMICA



**VALIDACIÓN MENOR DE MÉTODOS DE ANÁLISIS POR
CROMATOGRAFÍA DE GASES PARA REACCIONES DE
HIDROGENACIÓN CATALÍTICA**

Trabajo presentado para optar al grado de Licenciado en Análisis
Químico y al Título de Químico Analista

Autor: Daniela Paz Rivera Vera

Profesor Guía: Dr. Cristian H. Campos Figueroa
Profesor co-Guía: Dra. Gina A. Pecchi Sánchez

ENERO 2018
CONCEPCION, CHILE

RESUMEN

En este trabajo de grado se comprobó la efectividad de métodos analíticos por medio de cromatografía gaseosa para la determinación cuantitativa de productos de tres reacciones de hidrogenación catalítica empleando como sustrato: i) cinamaldehído; ii) 4-cloro-nitrobenzénico; iii) fenol. El equipo utilizado consistió en un cromatógrafo de gases (GC) con detector de ionización de llama empleando Nitrógeno (N_2) y Helio (He) como gases de arrastre y aire e Hidrógeno (H_2) como gases para el detector. La columna utilizada para la validación en las tres reacciones fue una HP-5 crosslinked 5%phenilmetilpolisiloxano (15m x 0,53mm d.i. x 1,5 μ m film). Para cada reacción, a través de los datos obtenidos por inyecciones repetidas de los analitos en mezcla en zona de calibración lineal se validaron los parámetros de intervalo lineal, límite de detección, límite de cuantificación y exactitud en términos de veracidad y de precisión.

Se encontró que, en las condiciones de trabajo establecidas, había una buena separación del sustrato y de sus productos de la reacción de hidrogenación para cinamaldehído y 4-cloro-nitrobenzénico. Para el sustrato fenol y los productos ciclohexano, benzénico, ciclohexanona y ciclohexanol no se consiguió separar los analitos CH y BZ. El no conseguir la cuantificación con una certeza mínima requerida se atribuye a la baja selectividad que muestra la columna para esos analitos.

Para el sustrato cinamaldehído y los productos de reacción hidrocinaldehído, 3-fenil-1-propanol y alcohol cinámico y para el sustrato 4-cloro-nitrobenzénico y los productos anilina, nitrobenzénico y 4-cloro-anilina se consiguió una cuantificación confiable, se validaron los parámetros previamente señalados y el rango lineal se estableció entre 0,001- 0,150 mol/L para todos los analitos

identificados. Para los analitos hidrocenamaldehido, 3-fenil-1-propanol, cinamaldehido, alcohol cinámico se determinó el límite de detección en los valores de 0,0004, 0,0005, 0,0005, 0,0005 mol/L respectivamente, y para todos los analitos presentes en la mezcla de reacción para la hidrogenación de 4-cloro-nitrobenceno el límite de detección fue de 0,0005 mol/L. Los límites de cuantificación, se establecieron en 0,001, 0,002, 0,002, 0,002 mol/L para hidrocinaldehido, 3-fenil-1-propanol, cinamaldehido, alcohol cinámico y en 0,002, 0,001, 0,001, 0,001 para anilina, nitrobenceno, 4-cloro-anilina y 4-cloro-nitrobenceno respectivamente. La exactitud, se comprobó con parámetros estadísticos de coeficiente de variación y de t-student, encontrándose que sólo para las reacciones de cinamaldehido y 4-cloro-nitrobenceno, se cumple con los criterios, y por tanto, se validan en las condiciones sugeridas.

