
UNIVERSIDAD DEL MAR

CAMPUS PUERTO ANGEL



**“DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES CON
MICROEXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA POR CROMATOGRAFÍA
DE GASES Y DETECTOR DE IONIZACIÓN DE LLAMA”**

**TESIS
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO AMBIENTAL**

**PRESENTA:
IRASEMA KARINA GARCÍA MORALES**

DIRECTOR DE TESIS: DR. AITOR AIZPURU

PUERTO ÁNGEL, OAXACA

OCTUBRE, 2008

Agradecimientos

A mis Padres, Francisco J. García y Eulalia Morales, por darme la vida, por su apoyo, cariño y confianza en cada una de mis aventuras. Gracias y continuaremos adelante, porque atrás vienen.

A mis hermanos, Janett, Paco y Ari, por ser mis confidentes y cómplices de mis travesuras, y por estar ahí siempre.

A ese par de angelitos, Ali y Camila por ser las más grandes personitas que alegran mi existencia.

A mi director de Tesis el Dr. Aitor Aizpuru por darme la oportunidad de compartirme sus conocimientos, por su paciencia y principalmente su confianza.

A la Dra. Judith, Dra. Sonia, Dr. Miguel y a la M. en C. María del Rocío, por sus sugerencias y el tiempo para la revisión de esta tesis.

A la Universidad del Mar por el apoyo brindado para la realización del presente trabajo dentro del marco del proyecto PROMEP: "Análisis de olores: conjugar análisis químico y sensorial".

A mi gran emprendedora de travesurillas y mejor amiga, Jovita. Seguiremos buscando en la vida nuestros sueños locos, por siempre amigas.

A mis amigas Vanne, Viry, Sac, Tania, Selene les debo la paciencia de tolerarme y pase lo que pase recordare aquellos pequeños pero significativos momentos juntas.

A mis amigos colegas, Iván, Shammir y David, por permitirme ser parte del equipo.

A Tomas, Eliseo, Marco, Gaspar, Noé, Ania, Liz, Mir, Cris les agradezco mucho su bonita amistad que me brindaron.

A mis maestros-amigos Gabriela Sánchez y Héctor Arjona por su amistad incondicional.

Y a todos aquellos que me permitieron participar en esas convivencias, partidos, charlas, y ser alguien especial en sus vidas, gracias por la dicha de conocerlos y tener una gran amistad.

A todos, estoy para siempre agradecida.

Índice

	Pag.
I. RESUMEN	1
II. INTRODUCCIÓN	3
III. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS	4
IV. GENERALIDADES.....	6
IV.1. Fisiología del olfato	6
IV.2. Compuestos malolientes.....	7
IV.3. Contaminación por olores	9
IV.3.1. Fuentes de malos olores	10
IV.3.2. Legislación.....	11
IV.4. Métodos de determinación de compuestos malolientes	12
IV.4.1. Análisis sensorial.....	13
IV.4.2. Análisis fisicoquímico	14
IV.4.2.1 Muestreo.....	14
IV.4.2.2 Preparación de estándares.....	15
IV.4.2.3 Técnicas de detección	16
a) Detector de ionización de llama	16
b) Detector de espectrometría de masas.....	17
IV.4.2.4 Sistemas de preconcentración de la muestra	17
IV.5. Microextracción en fase sólida.....	20
IV.5.1. Procedimiento de la SPME	21
IV.5.2. Tipos de fibras	22
IV.5.3. Modalidades de extracción.....	24
IV.5.4. Fundamento teórico.....	25
IV.5.5. Variables que afectan el proceso.....	27
IV.5.5.1 Proceso de extracción.....	28
IV.5.5.2 Proceso de desorción	31
IV.5.6. Aplicaciones de la SPME	32
V. DESARROLLO EXPERIMENTAL	34
V.1. Materiales utilizados.....	34

V.1.1.	Instrumento analítico	34
V.1.2.	Equipo menor	35
V.1.3.	Consumibles	36
V.1.3.1	Reactivos.....	36
V.1.3.2	Fibras de SPME	37
V.1.3.3	Consumibles cromatográficos.....	38
V.1.4.	Software.....	41
V.2.	Procedimiento	41
V.2.1.	Condiciones cromatográficas.....	41
V.2.2.	Valoración cuantitativa de los AGVs.....	44
V.2.3.	Optimización de la desorción de las fibras SPME	46
V.2.4.	Análisis de AGVs en muestras gaseosas	46
V.2.5.	Optimización del análisis de AGVs en espacio de cabeza de una fase líquida ...	47
VI.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	52
VI.1.	Optimización de las condiciones cromatográficas	52
VI.2.	Curva de calibración en fase líquida.....	56
VI.3.	Optimización de la desorción de la SPME	58
VI.4.	Análisis de estándares de AGVs	61
VI.4.1.	Muestras gaseosas	62
VI.4.2.	Análisis de una fase líquida en espacio de cabeza	70
VII.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	85
VII.1.	Conclusiones.....	85
VII.2.	Recomendaciones	86
VIII.	ACRÓNIMOS	87
IX.	REFERENCIAS.....	88

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Botella de dilución estática.....	15
Figura 2. Esquema del dispositivo de la SPME.....	21
Figura 3. Etapas del proceso de la SPME.....	21
Figura 4. Modos de extracción de la SPME: (a) inmersión directa, (b) espacio de cabeza, (c) con membrana de protección. Muestra, 1; Fibra, 2.....	24
Figura 5. Efecto del tiempo de extracción en la cantidad de analito extraída.....	30
Figura 6. Cromatógrafo de Gases.....	34
Figura 7. Efecto del volumen del inserto en la desorción térmica.....	39
Figura 8. Septo Merlin Microseal: Sello O-ring y Sello Duckbill.....	40
Figura 9. Proceso de retención en cabeza de columna.....	42
Figura 10. Material utilizado para la preparación en espacio de cabeza.....	47
Figura 11. Muestreo en espacio de cabeza con agitación.....	48
Figura 12. Efecto del pH.....	49
Figura 13. Áreas obtenidas variando las condiciones de operación del instrumento.....	53
Figura 14. Cromatograma de la mezcla de AGVs.....	55
Figura 15. Primera curva de calibración en líquido utilizando el estándar WSFA.....	56
Figura 16. Segunda curva de calibración en líquido utilizando soluciones puras de cada AGV.....	57
Figura 17. Análisis de AGVs en un bulbo con 1 μ L WSFA con las fibras a) DVB/CAR/PDMS (260 °C) y b) CW/DVB (210 °C).....	61
Figura 18. Análisis a 5 min de extracción con la fibra DVB/CAR/PDMS.....	62
Figura 19. Análisis a 30 min de extracción con la fibra DVB/CAR/PDMS.....	63
Figura 20. Análisis de la bolsa Tedlar con los seis AGVs.....	65
Figura 21. Análisis de 5 AGVs, sin ácido acético.....	66
Figura 22. Análisis del lavado de la bolsa Tedlar con aire comprimido grado cero.....	67
Figura 23. Análisis del fragmento de bolsa Tedlar en una botella de dilución estática.....	68
Figura 24. Cantidad extraída por espacio de cabeza-SPME (C ₄ -C ₅).....	72
Figura 25. Cantidad extraída en espacio de cabeza-SPME (C ₂ -C ₃).....	73
Figura 26. Relación entre el peso molecular y masa extraída.....	75
Figura 27. Efecto de la temperatura de extracción.....	76
Figura 28. Influencia del pH y del contenido de NaCl en muestras con ácido acético.....	80
Figura 29. Influencia del pH y del contenido de NaCl en muestras con ácido valérico.....	81
Figura 30. Influencia del pH y del contenido de NaCl en la muestra con los seis AGVs.....	82

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Principales compuestos malolientes.....	8
Tabla 2. Fuentes industriales, municipales y agrícolas que generan malos olores.....	10
Tabla 3. Comparación de métodos de preconcentración de la muestra.....	20
Tabla 4. Tipos de fibras comercializadas para uso en SPME.....	22
Tabla 5. Constantes de distribución en la modalidad de espacio de cabeza.....	26
Tabla 6. Técnicas de agitación en SPME.....	28
Tabla 7. Columnas capilares utilizadas para separar AGVs.....	35
Tabla 8. Temperatura de operación y de acondicionamiento de fibras para la SPME.....	38
Tabla 9. Modificación de parámetros cromatográficos.....	43
Tabla 10. Curva de calibración líquida I.....	44
Tabla 11. Curva de calibración líquida II.....	45
Tabla 12. Valores de pKa de los analitos de los AGVs.....	49
Tabla 13. Condiciones instrumentales establecidas para el análisis de AGVs.....	54
Tabla 14. Tiempos de retención de los seis AGVs.....	55
Tabla 15. Tiempos de retención y ecuaciones de la curva de calibración I.....	57
Tabla 16. Tiempos de retención y ecuaciones de la curva de calibración II.....	58
Tabla 17. Algunos compuestos encontrados en las bolsas Tedlar.....	69