

MICROANÁLISIS ELEMENTAL: EL ESTUDIO DE LOS ELEMENTOS QUÍMICOS DE LA VIDA

Descripción

La técnica de microanálisis elemental por combustión permite cuantificar en un solo experimento el contenido en peso de los principales elementos relacionados con la vida: *carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre*. Esta determinación se puede llevar a cabo en casi todos los tipos de muestras, sólidas, líquidas y viscosas, y no es accesible mediante otros métodos. Tiene la ventaja, además, de ser una técnica muy rápida y económica.

Los principales campos de aplicación son:

1. Identidad y pureza de compuestos de síntesis

El análisis elemental por combustión se utiliza para establecer la pureza de un compuesto, por comparación entre los contenidos experimentales de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre con los valores teóricos calculados a partir de la fórmula empírica. Además, aporta datos que, utilizados en conjunción con otras técnicas, permiten confirmar la estructura de un compuesto de nueva preparación. Este método requiere cantidades pequeñas de material (en torno a 1 mg), lo cual es muy ventajoso en el estudio de muestras escasas, como los compuestos de nueva síntesis.

2. Análisis de productos farmacéuticos

Debido a que el nitrógeno está ausente de la mayor parte de los excipientes utilizados en la industria farmacéutica, la cuantificación de este elemento permite la determinación del contenido de principio activo en formas farmacéuticas, siempre que no correspondan a combinaciones de fármacos.

3. Análisis de materiales

El análisis CHNS tiene muchas aplicaciones en el estudio de materiales. Un ejemplo es el control de la eficacia del proceso de eliminación de tensoactivos durante la síntesis de nanopartículas de sílices mesoporosas.

4. Análisis de combustibles

Las aplicaciones en este campo son numerosas, e incluyen:

-*Control de calidad: Determinación de impurezas contaminantes.* El análisis de azufre y nitrógeno en combustibles es muy importante, ya que la combustión de estos elementos genera óxidos de azufre o nitrógeno, altamente contaminantes.

-Determinación directa de la *relación hidrógeno/carbono en combustibles.* El valor de H/C está directamente relacionado con la capacidad de un combustible de generar energía, y también con las emisiones de CO₂ derivadas de su combustión.

-Los datos del análisis elemental permiten calcular el *poder calorífico* de un combustible, definido como el calor obtenido en la combustión completa de 1 kg (a veces, 1 m³) de combustible. De nuevo, es un parámetro crucial a la hora de juzgar la capacidad de un combustible de generar energía.

5. Análisis agrícola y medioambiental

Algunos parámetros que pueden determinarse por microanálisis CHNS son de gran importancia en agricultura:

-El *contenido de C y N en suelos* está directamente relacionado con el contenido de materia orgánica del suelo y por tanto con la fertilidad de éste. Así, el contenido de C indica la capacidad del suelo de suministrar nutrientes orgánicos a las plantas mientras que el contenido de N suele ser el factor limitante en el crecimiento de las plantas, al ser esencial para la producción de proteínas y ácidos nucleicos. A menudo se determina el cociente C/N.

-*Análisis de fertilizantes.* Éstos se añaden a los suelos para regular su valor de C/N, gracias a su descomposición por microorganismos del suelo. La determinación de la relación C/N del propio fertilizante es muy importante para juzgar su eficacia.

-*Micronutrientes en plantas:* Niveles adecuados de S y N son necesarios para la biosíntesis de proteínas por las plantas.

Además del análisis de suelos, hay otros aspectos de interés medioambiental que pueden estudiarse con ayuda de la técnica de microanálisis CHNS:



Análisis de muestras y purezas de compuestos.





Universidad Complutense de Madrid

Vicerrectorado de Transferencia del Conocimiento y Emprendimiento
Oficina de Transferencia de Resultados de Investigación (OTRI)

-La **determinación de CHN en filtrados de muestras oceanográficas** permite la monitorización de las cadenas tróficas marinas, al dar una idea de la disponibilidad de nutrientes. De esta manera pueden estudiarse fenómenos de eutrofización, en los que existe una abundancia anormalmente alta de nutrientes en ecosistemas acuáticos, con un aumento de la biomasa de algas y plantas, cuya descomposición consume el oxígeno y por tanto mata a los animales acuáticos.

-**Estudios paleoclimáticos.** El valor de C/N indica si un sedimento es de origen marino o terrestre. Estos datos se traducen en información sobre la ecología, clima, corrientes oceánicas, etc. en tiempos pasados.

6. Análisis de alimentos

Dos ejemplos de aplicación del microanálisis CHNS al estudio de alimentos:

-La **determinación de nitrógeno** por análisis por combustión es una alternativa al tradicional método de digestión húmeda de Kjeldahl. Se trata de un método mucho más rápido, limpio y económico y con menor límite de detección y ha sido reconocido como método oficial por numerosas agencias: AOAC, AACC, ISO, DIN, ASBC, AOCS, OIV, etc.

-**Contenido de azufre de residuos de la destilación de grano.** Son un subproducto de la obtención de etanol a partir del maíz para su uso como biocombustible y se utilizan como pienso animal. Su contenido de azufre es variable y muy importante, ya que valores por encima de 0,4% se asocian a la aparición en el ganado de polioencefalomalacia, generalmente mortal.

Cómo funciona

Esta determinación está basada en un método llamado "*dynamic flash combustion*", que implica la combustión de la muestra a alta temperatura en una atmósfera de oxígeno y la cuantificación de los gases resultantes:

- Carbono, como dióxido de carbono.
- Hidrógeno, como agua.
- Nitrógeno, como N_2 tras la reducción de una mezcla de óxidos formada inicialmente.
- Azufre, como dióxido de azufre.

Las técnicas de separación y cuantificación de los gases de combustión varían con cada fabricante de instrumentación.

Además, para obtener buenos resultados cuantitativos, es necesario conocer de forma exacta y precisa la masa de la muestra que se introduce en el horno de combustión, lo que requiere el uso de microbalanzas o, idealmente, ultramicrobalanzas, capaces de apreciar masas de microgramo y décimas de microgramo, respectivamente.



La Entidad Nacional de Acreditación verifica regularmente la competencia técnica y la validez de los resultados emitidos por los laboratorios del CAI

Ventajas

Como puede deducirse de las aplicaciones resumidas anteriormente, el microanálisis elemental por combustión es una técnica importante en numerosos campos de la investigación académica y de la industria.

¿Dónde se ha desarrollado?

El Centro de Apoyo a la Investigación (CAI) de Microanálisis de la Universidad Complutense se creó en 1994 como un servicio analítico centralizado al servicio de los investigadores de la Universidad Complutense. Ha adquirido gradualmente prestigio en toda España y en la actualidad presta apoyo habitual a más de 80 grupos de investigación de 13 universidades, 10 centros del CSIC e institutos de investigación y 7 empresas. Cuenta con tres analizadores elementales automáticos capaces de llevar a cabo la determinación simultánea de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre. Debido a la importancia crucial de la pesada de las muestras en nuestra técnica, también disponemos de dos microbalanzas y dos ultramicrobalanzas.

El CAI de Microanálisis está acreditado desde 2003 para la determinación de contenidos de C, H, N y S por la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC) según la norma de calidad ISO-IEC-17025 para laboratorios de calibración y ensayo. Dicha norma contiene requisitos de gestión muy similares a los de la norma ISO 9001 e incluye también una serie de exigencias adicionales que tienen como finalidad garantizar la veracidad de los resultados y la competencia técnica de los laboratorios que poseen esta acreditación. Muy pocos laboratorios de microanálisis cuentan con ella, siendo el nuestro el que presenta el mayor alcance acreditado de España.

Investigador responsable

José Carlos Menéndez Ramos: josecm@ucm.es

Departamento: CAI de Microanálisis Elemental

Facultad: Farmacia y Ciencias Químicas