

The background of the slide features a large, faint watermark of the official seal of the University of Complutense. The seal is circular, with a swan at the top and a shield in the center. The shield is divided into four quadrants, alternating between red and yellow. The text 'UNIVERSITAS COMPLUTENSIS' is written around the perimeter of the seal.

# **CAI de Microanálisis Elemental**

## **Universidad Complutense**

**I Jornadas de Difusión de CAIs**  
**24-10-2016**

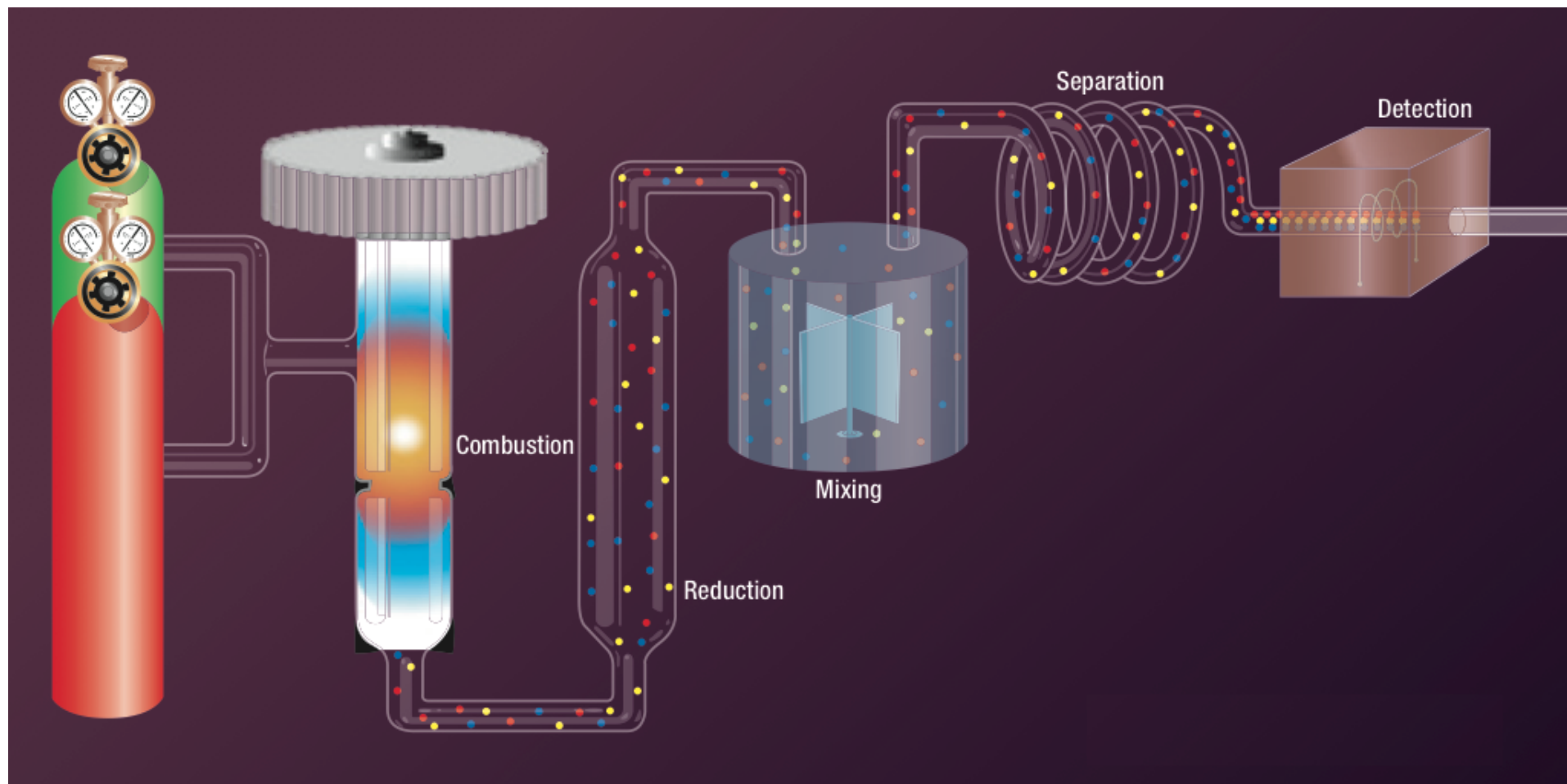
# La técnica de microanálisis por combustión

---

- Permite la determinación cuantitativa en un solo experimento de los principales **elementos relacionados con la vida**: C, H, N, S, O. No asequible por otras técnicas.
- Basada en el método llamado “*dynamic flash combustion*”: combustión de la muestra a unos 1.800 °C y cuantificación de los gases resultantes:
  - Carbono, como  $\text{CO}_2$
  - Hidrógeno, como  $\text{H}_2\text{O}$
  - Nitrógeno, como  $\text{N}_2$  tras la reducción de una mezcla de óxidos
  - Azufre, como  $\text{SO}_2$
  - [Oxígeno (pirólisis)]
- **Escala de trabajo**: Alrededor de 1 mg de muestra, que se introduce en la cámara de combustión en cápsulas de estaño, aluminio o plata.



# La técnica de microanálisis por combustión



# Actividad del CAI



# Actividad del CAI

---

- Apoyo analítico habitual a  $> 80$  grupos de investigación de 13 universidades, 10 centros del CSIC e institutos y 7 empresas.
- Unos 3.500 análisis/año
- **Acreditados por ENAC** desde 2003 según ISO 17025.
- Incluye **requisitos de gestión** similares a los de la norma ISO 9001 y, además, requisitos que garantizan la **competencia técnica**.
- Muy pocos laboratorios españoles de microanálisis cuentan con esta acreditación.
- El nuestro tiene el mayor alcance de acreditación de España.



# Campos de aplicación

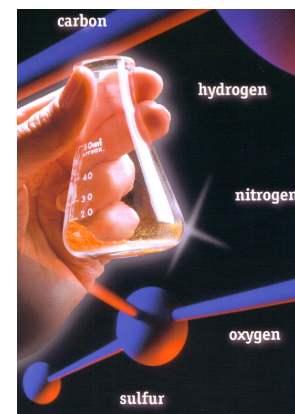
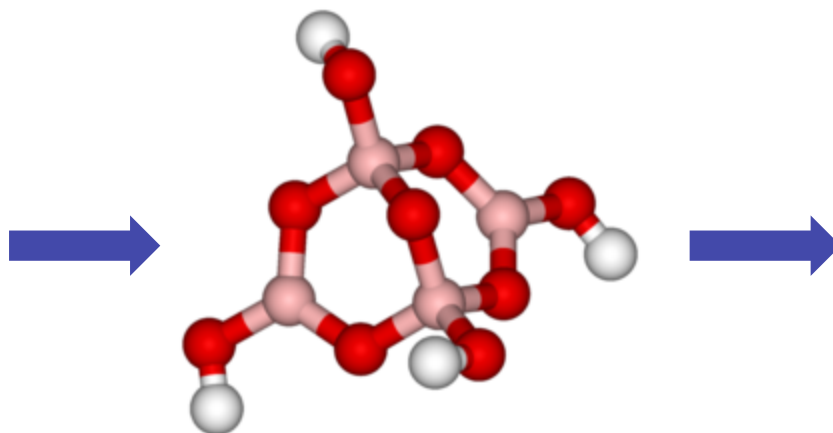
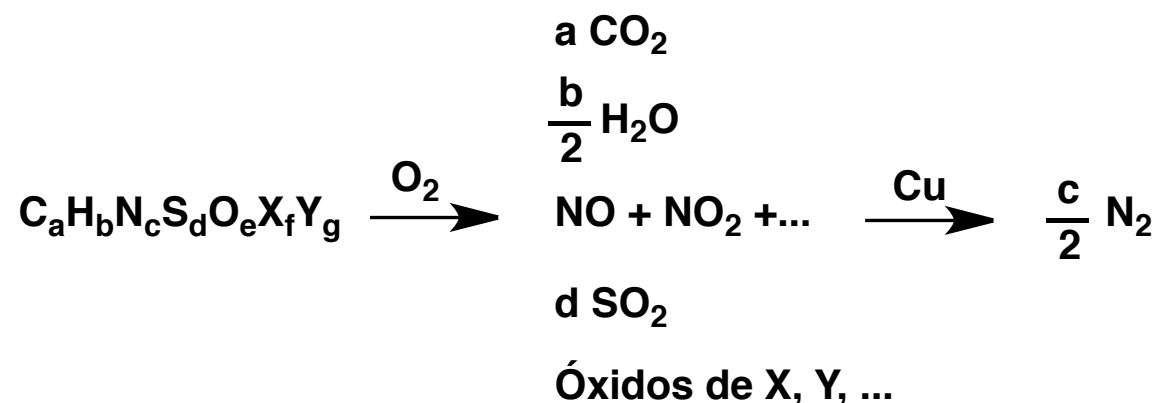
---

- Identidad y pureza de compuestos de síntesis
- Análisis farmacéutico
- Análisis de nuevos materiales
- Análisis de combustibles
- Análisis medioambiental
- Estudios paleoclimáticos
- Análisis de alimentos

# Compuestos de síntesis

## Verificación de identidad y pureza

- Aplicación clásica de la técnica.
- Basada en la cuantificación de los gases de combustión. En una sustancia químicamente pura, la composición calculada debe coincidir con la experimental.



# Análisis farmacéutico

## Control de producto terminado: Formas farmacéuticas sólidas

- Aplicable a medicamentos que contienen un único principio activo.
- Basada en la cuantificación de N, ya que la mayor parte de los excipientes carecen de este elemento.

**Table 1.** Results of active ingredient content determination in pure substances by elemental analysis ( $n = 5$ ,  $P = 0.95$ ;  $s_R < 0.6\%$ )

| No | Name of compound | Specified nitrogen content in substance, % | Experimental nitrogen content in substance, % | Content of active ingredient in substance, % |
|----|------------------|--------------------------------------------|-----------------------------------------------|----------------------------------------------|
| 1  | Pentoxifylline   | 20.13                                      | $20.20 \pm 0.03$                              | $100.3 \pm 0.1$                              |
| 2  | Sulfanilamide    | 16.27                                      | $16.34 \pm 0.06$                              | $100.4 \pm 0.4$                              |
| 3  | Captopril        | 6.44                                       | $6.49 \pm 0.04$                               | $100.8 \pm 0.6$                              |
| 4  | Atropine         | 4.84                                       | $4.87 \pm 0.01$                               | $100.6 \pm 0.2$                              |
| 5  | BBOT             | 6.51                                       | $6.54 \pm 0.01$                               | $100.5 \pm 0.1$                              |

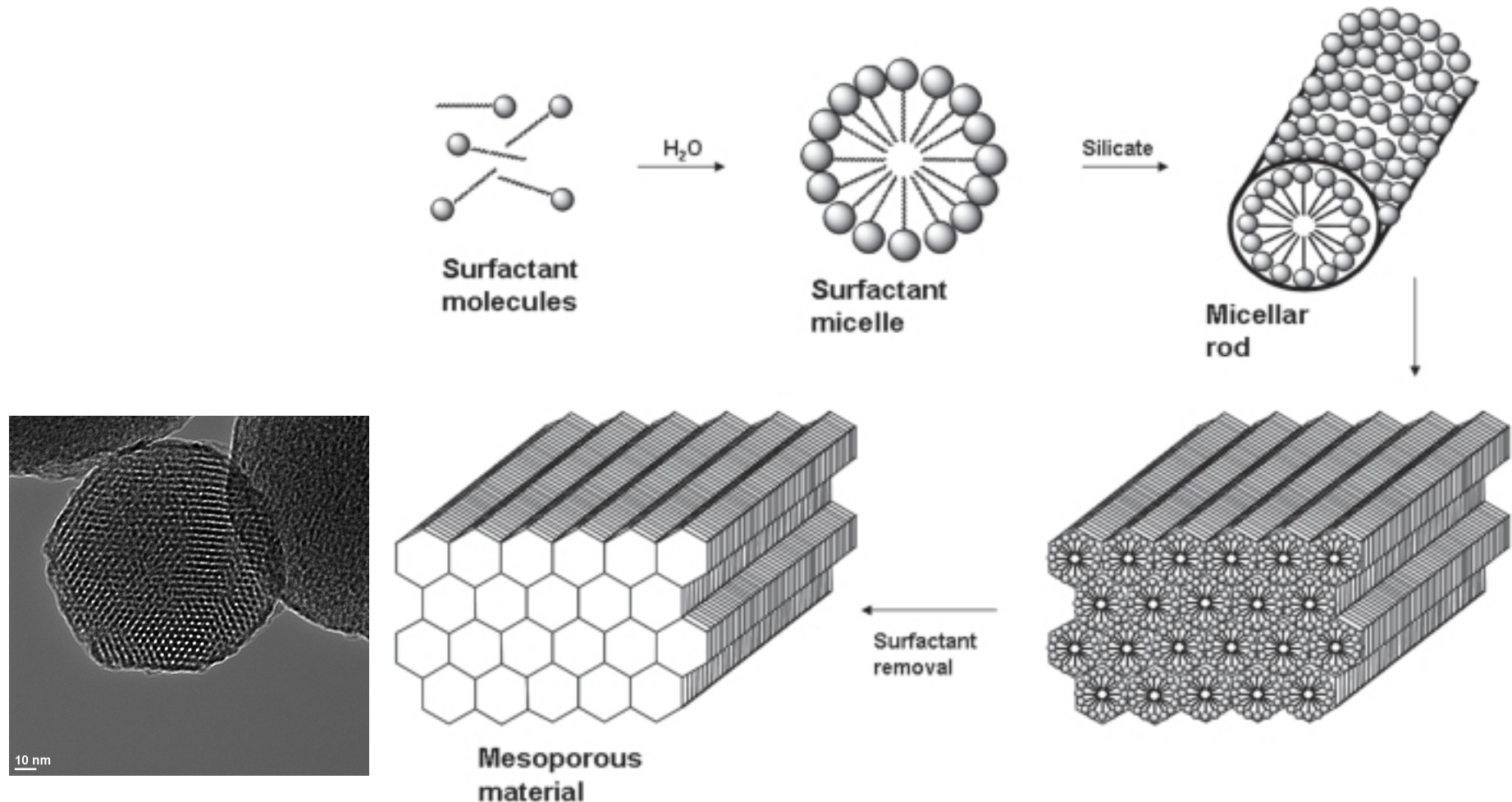
*Drug Test. Analysis 2010, 2, 452–454*



# Análisis de materiales

## Sílices mesoporosas

- Control de la eficacia del proceso de eliminación de tensioactivos durante la síntesis de nanopartículas de sílices mesoporosas.

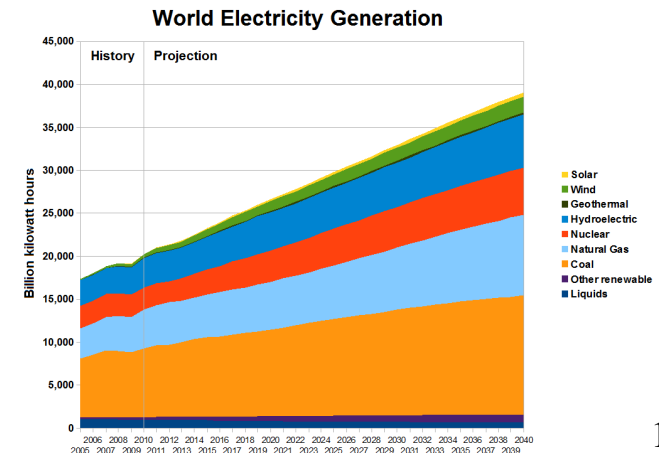
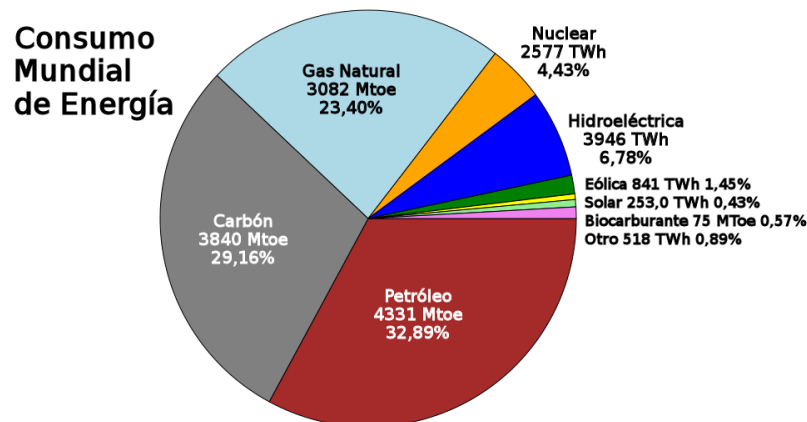


# Análisis de combustibles

## Relación H/C en combustibles

- Directamente relacionado con la capacidad del combustible de generar energía, y también con las emisiones de CO<sub>2</sub>.

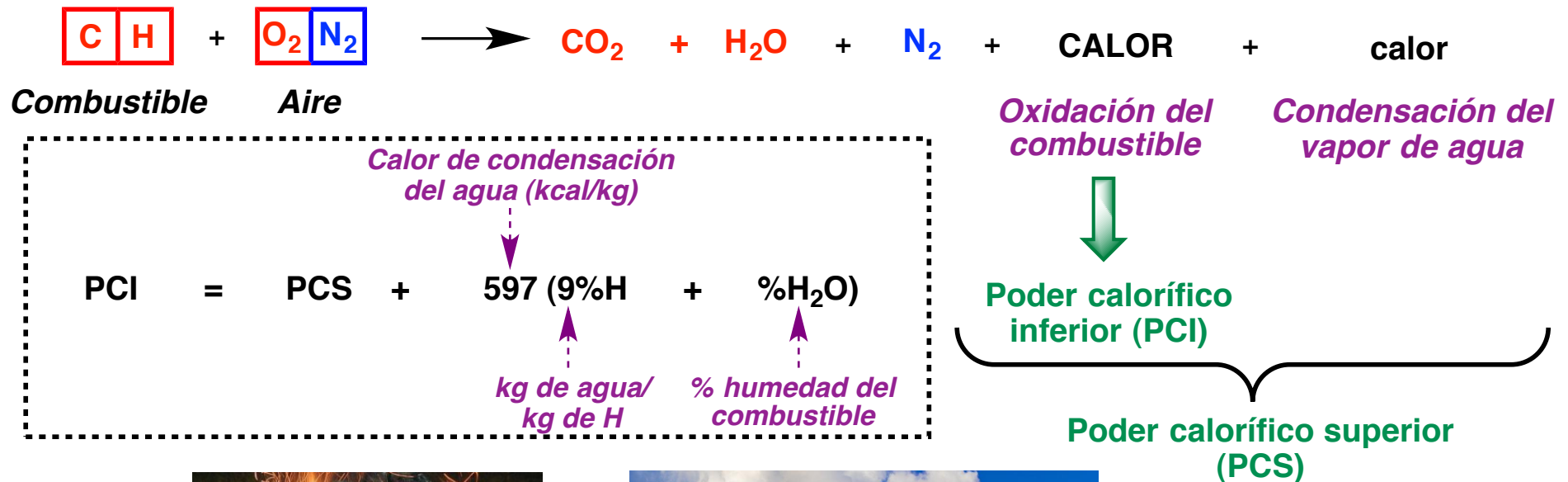
| Combustible | H/C | kJ/g | CO <sub>2</sub> (mol/<br>10 <sup>3</sup> kJ) |
|-------------|-----|------|----------------------------------------------|
| Hidrógeno   | --  | 120  | --                                           |
| Metano      | 4/1 | 51,6 | 1,2                                          |
| Gasolina    | 2/1 | 43,6 | 1,6                                          |
| Antracita   | 1/5 | 39,3 | 2,0                                          |
| Etanol      | 3/1 | 27,3 | 1,2                                          |



# Análisis de combustibles

## Poder calorífico de combustibles industriales

- Definición: Calor obtenido en la combustión completa de 1 kg (a veces, 1 m<sup>3</sup>) de combustible.
- Se diferencia entre poder calorífico inferior y superior, según se tenga en cuenta o no el calor de condensación del vapor del agua procedente de la humedad del combustible.



# Análisis de combustibles

## Poder calorífico de combustibles industriales

- Fórmula de Dulong y relacionadas: Permiten calcular el poder calorífico a partir de los datos de análisis elemental:

$$\text{PCI} = \underset{\substack{\text{Calor de combustión} \\ \text{del C (kcal/kg)}}}{8.140 \%C} + 29.000 \left[ \%H - \underset{\substack{\text{Se descuenta el H que} \\ \text{reacciona con el O del} \\ \text{combustible}}}{\frac{1}{8} \%O} \right] + 2.220 \%S - \underset{\substack{\text{Calor de condensación} \\ \text{del agua (kcal/kg)}}}{597 \%H_2O}$$

## Determinación de impurezas contaminantes

- Análisis de azufre en combustibles [emisión de  $\text{SO}_2$ ].
- Análisis de nitrógeno en combustibles [emisión de  $\text{NO}_x$ ].



# Análisis medioambiental

- La determinación de C y N en **suelos** es de gran importancia medioambiental y en agricultura. Directamente relacionado con el contenido de materia orgánica del suelo y con la fertilidad de éste.
- Puede diferenciarse C inorgánico de C orgánico (tras acidificación).
- El contenido de C indica la capacidad del suelo de suministrar nutrientes orgánicos a las plantas.
- 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 medioambiental

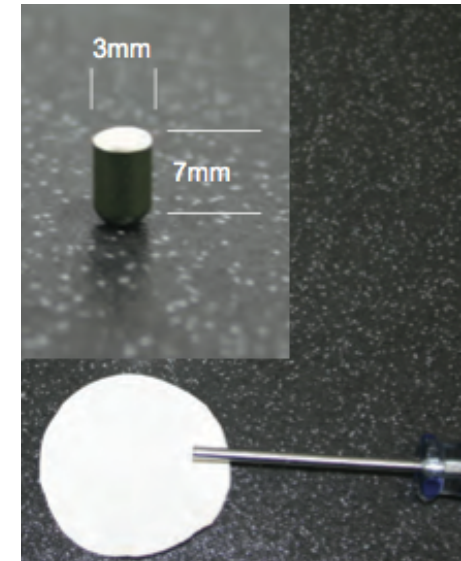
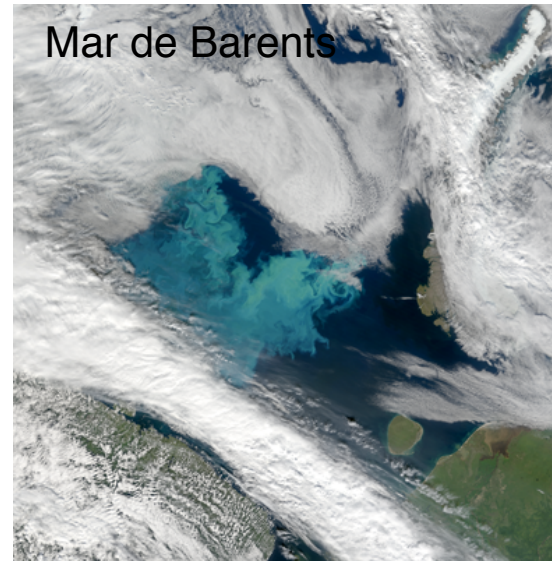
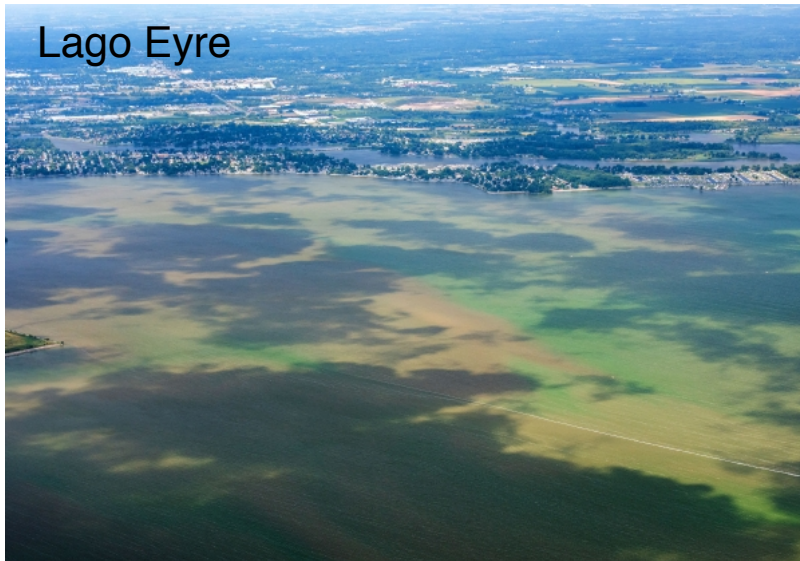
- Los **fertilizantes** se añaden a los suelos para regular el valor de C/N, gracias a su descomposición por microorganismos del suelo.
- La determinación de la relación C/N del propio fertilizante es muy importante para juzgar su eficacia.
- Valor orientativo: C/N para el compost  $\approx 20-30$ .
- Valores demasiado altos de C/N [poco nitrógeno] hacen que el fertilizante sea contraproducente, ya que cuando se agota los microorganismos consumen el N del suelo.



# Análisis medioambiental

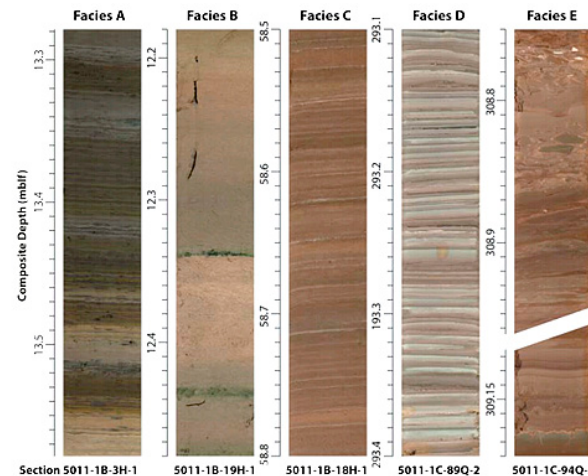
## Otras aplicaciones

- **Micronutrientes en plantas:** Niveles adecuados de S y N son necesarios para la biosíntesis de proteínas por las plantas.
- Niveles de CHN en **muestras oceanográficas** filtradas:
  - Monitorización de las cadenas tróficas marinas, al dar una idea de la disponibilidad de nutrientes.
  - Calibración de las medidas por satélite para el seguimiento de las proliferaciones dañinas de algas .



# Estudios paleoclimáticos

- El valor de C/N indica si un sedimento es de origen marino o terrestre.
  - Plantas terrestres:  $C/N > 20/1$ .
  - Algas: Carecen de celulosa,  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , mayor contenido de proteínas.  $C/N \approx 4/1$  en la superficie,  $10/1$  a profundidad intermedia,  $15:1$  a mucha profundidad ( $> 2500$  m).
- Estos datos se traducen en información sobre la ecología, clima, corrientes oceánicas, etc. en tiempos pasados.
- Ejemplo: En el lago Yunoko (Japón) se han detectado variaciones bruscas en C/N, que se interpretan como transiciones entre épocas de aguas profundas (predominio de algas) seguidas de otras de aguas superficiales (predominio de plantas vasculares).



# Análisis de alimentos

- **Determinación de nitrógeno** en todo tipo de alimentos ( $\approx$  método de Dumas).
- A diferencia del tradicional método de digestión húmeda de Kjeldahl, el microanálisis por combustión permite la determinación del nitrógeno total, incluyendo nitratos, nitritos, nitrógeno presente en ácidos nucleicos, etc.
- Método mucho más rápido, limpio y económico, y con menor límite de detección.
- Reconocido como método oficial: AOAC, AACC, ISO, DIN, ASBC, AOCS, OIV, etc.



# Análisis de alimentos

- **Residuos de la destilación de grano** como piensos.
- Subproducto de la producción de etanol como biocombustible.
- Su contenido en S es variable y muy importante, ya que valores por encima de 0,4% se asocian a la aparición en el ganado de poliencefalomalacia, generalmente mortal.

