

Análisis de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre en compuestos orgánicos puros con el analizador elemental Leco CHNS-932

Introducción

En el Servicio Universitario de Instrumentación Científica (SUIC) se utiliza rutinariamente el analizador elemental Leco CHNS-932 para la determinación del contenido en carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre en distintos tipos de muestras. En esta ficha de aplicación se ha llevado a cabo el análisis elemental de varios compuestos orgánicos puros comerciales (Leco, Fisons) con diferentes porcentajes de cada uno de los elementos.



Procedimiento

Para el análisis de las muestras se aplica el procedimiento normalizado de trabajo del laboratorio. Según este procedimiento, se pesan aproximadamente 2 mg de muestra en una microbalanza. Las muestras se introducen en cápsulas de plata y se llevan al carrusel del analizador. Previamente el equipo se ha acondicionado y calibrado con el análisis de varios blancos y materiales de referencia certificados. A lo largo de la tanda se analizan periódicamente varios materiales de referencia certificados para verificar la calibración.

Condiciones del análisis

Analizador	Leco CHNS-932
Modo de trabajo	CHNS
Temperatura del horno	1000 °C
Duración del análisis	3 minutos
Material de referencia	Sulfanilamida
Muestra	
Estado de la muestra	Sólida
Cantidad de muestra	2 mg
Tratamiento previo	Ninguno

Resultados

Tablas 1 a 9. Porcentajes encontrados para cada compuesto

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)
Fenantreno (n=10)	1.971	93.67	5.78
	1.963	93.63	5.64
	1.869	93.51	5.59
	1.770	93.44	5.53
	1.793	93.47	5.56
	1.775	93.69	5.57
	1.753	93.48	5.56
	1.894	93.68	5.64
	1.974	93.49	5.62
	1.786	93.70	5.50
Promedio		93.57	5.60
Desv. estándar		0.11	0.08

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)
Acido esteárico (n=10)	1.930	76.08	12.70
	1.910	76.14	12.75
	1.921	76.08	12.55
	1.890	75.94	12.90
	1.801	76.00	12.68
	1.933	75.98	12.88
	1.991	75.99	12.89
	1.837	76.07	12.64
	1.876	76.09	12.72
	1.933	76.02	12.77
Promedio		76.04	12.75
Desv. estándar		0.06	0.12

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
BBOT (n=10)	2.016	72.64	6.43	6.48	7.44
	2.116	72.52	6.20	6.49	7.45
	2.002	72.49	6.08	6.50	7.45
	2.069	72.57	6.13	6.50	7.41
	2.082	72.57	6.12	6.51	7.45
	2.093	72.63	6.12	6.51	7.46
	2.086	72.54	6.11	6.52	7.44
	2.002	72.55	6.06	6.51	7.39
	2.096	72.76	6.12	6.53	7.48
	2.131	72.42	6.11	6.51	7.42
Promedio		72.57	6.15	6.51	7.44
Desv. estándar		0.09	0.11	0.01	0.02

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)
Acetanilida (n=10)	1.989	70.95	6.64	10.25
	2.040	70.90	6.62	10.22
	1.946	71.05	6.58	10.25
	1.902	70.97	6.59	10.22
	1.985	70.95	6.67	10.23
	2.049	70.93	6.63	10.22
	2.011	70.99	6.70	10.25
	1.979	70.88	6.60	10.22
	2.053	70.90	6.65	10.23
	2.090	70.88	6.65	10.22
Promedio		70.94	6.63	10.23
Desv. estándar		0.05	0.04	0.01

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Sulfametazina (n=10)	2.048	51.84	5.04	20.21	11.51
	2.109	51.74	5.06	20.15	11.43
	2.082	51.79	5.06	20.16	11.48
	1.978	51.78	5.10	20.17	11.46
	2.030	51.91	5.09	20.23	11.45
	2.075	51.68	5.11	20.11	11.44
	2.126	51.74	5.12	20.16	11.49
	2.052	51.89	5.09	20.21	11.53
	1.994	51.81	5.08	20.21	11.55
	2.015	51.73	5.08	20.13	11.49
Promedio		51.79	5.08	20.17	11.48
Desv. estándar		0.07	0.02	0.04	0.04

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)
Cafeina (n=10)	1.7630	49.48	5.25	28.82
	1.9740	49.53	5.18	28.80
	1.9040	49.48	5.29	28.78
	1.8800	49.40	5.16	28.72
	1.9440	49.47	5.16	28.73
	1.8100	49.56	5.17	28.79
	1.9090	49.43	5.20	28.72
	1.7780	49.35	5.13	28.72
	1.9820	49.38	5.20	28.72
	1.8890	49.29	5.16	28.67
Promedio		49.44	5.19	28.75
Desv. estándar		0.08	0.05	0.05

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Sulfanilamida (n=10)	1.771	41.81	4.69	16.19	18.61
	1.954	41.89	4.73	16.27	18.64
	1.930	41.78	4.66	16.21	18.60
	1.921	41.79	4.63	16.26	18.61
	1.907	41.96	4.70	16.28	18.67
	1.885	41.83	4.65	16.26	18.65
	1.938	41.75	4.64	16.23	18.56
	1.892	41.84	4.62	16.25	18.59
	1.963	41.94	4.67	16.30	18.69
	1.888	41.83	4.66	16.25	18.64
Promedio		41.84	4.67	16.25	18.63
Desv. estándar		0.07	0.03	0.03	0.04

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)
EDTA (n=10)	2.068	40.96	5.42	9.49
	2.027	40.90	5.39	9.46
	2.031	40.93	5.41	9.48
	2.040	41.01	5.45	9.49
	2.048	40.98	5.41	9.48
	2.094	41.04	5.43	9.49
	2.006	41.04	5.40	9.51
	2.005	41.11	5.44	9.51
	2.048	41.00	5.44	9.49
	2.068	40.96	5.42	9.49
Promedio		40.99	5.42	9.49
Desv. estándar		0.06	0.02	0.01

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Cistina (n=10)	1.758	30.04	5.07	11.67	26.66
	1.724	30.06	5.08	11.66	26.71
	1.864	30.00	5.15	11.64	26.81
	1.897	29.98	5.03	11.63	26.72
	1.809	30.09	5.02	11.67	26.76
	1.912	30.06	5.06	11.65	26.80
	1.775	30.12	5.03	11.66	26.83
	1.854	30.14	5.09	11.67	26.77
	1.739	30.00	5.01	11.64	26.77
	1.818	30.08	5.09	11.69	26.82
Promedio		30.05	5.06	11.66	26.76
Desv. estándar		0.05	0.04	0.02	0.06

Tabla 10. Comparación entre los valores teóricos y los valores promedio obtenidos

Muestra	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Fenantreno (valor teórico)	93.54	5.60	---	---
Promedio (n=10)	93.57	5.60	---	---
Desviación (% absoluto)	0.03	0.00	---	---
Acido esteárico (valor teórico)	75.99	12.76	---	---
Promedio (n=10)	76.04	12.75	---	---
Desviación (% absoluto)	0.05	0.01	---	---
BBOT (valor teórico)	72.53	6.09	6.51	7.44
Promedio (n=10)	72.57	6.15	6.51	7.44
Desviación (% absoluto)	0.04	0.06	0.00	0.00
Acetanilida (valor teórico)	71.09	6.71	10.36	---
Promedio (n=10)	70.94	6.63	10.23	---
Desviación (% absoluto)	0.15	0.08	0.13	---
Sulfametazina (valor teórico)	51.78	5.07	20.13	11.52
Promedio (n=10)	51.79	5.08	20.17	11.48
Desviación (% absoluto)	0.01	0.01	0.04	0.04
Cafeína (valor teórico)	49.48	5.19	28.85	---
Promedio (n=10)	49.44	5.19	28.75	---
Desviación (% absoluto)	0.04	0.00	0.10	---
Sulfanilamida (valor teórico)	41.84	4.68	16.27	18.62
Promedio (n=10)	41.84	4.67	16.25	18.63
Desviación (% absoluto)	0.00	0.01	0.02	0.01
EDTA (valor teórico)	41.03	5.55	9.57	---
Promedio (n=10)	40.99	5.42	9.49	---
Desviación (% absoluto)	0.04	0.13	0.08	---
Cistina (valor teórico)	29.99	5.03	11.66	26.69
Promedio (n=10)	30.05	5.06	11.66	26.76
Desviación (% absoluto)	0.06	0.03	0.00	0.07

Conclusiones

Los resultados obtenidos en el SUIC en el análisis elemental de varios compuestos orgánicos puros ponen de manifiesto la bondad del procedimiento empleado en el laboratorio así como la exactitud y precisión del método de análisis. Los porcentajes obtenidos con el analizador elemental concuerdan con los valores teóricos de cada elemento para todos los compuestos, obteniéndose desviaciones inferiores a 0.15% en todos los casos. El rango de trabajo que se abarca en esta ficha de aplicación es el habitual para este tipo de compuestos:

C: 29.99 – 93.54

H: 4.68 – 12.76

N: 6.51 – 28.85

S: 7.44 – 26.69

Las muestras analizadas son compuestos orgánicos de elevada pureza y homogeneidad, idóneos para su utilización como materiales de referencia certificados en la calibración de equipos de análisis elemental.

Contacto

- Raúl A. Orenes Martínez. Correo: raorenes@um.es. Tel. 868 888 633
- María Dolores Hernández Córdoba. Correo: mdhc@um.es. Tel. 868 887 518