

Análisis de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre en un compuesto organometálico de níquel 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 de un compuesto organometálico de níquel suministrado en el 13º Ejercicio de Intercomparación sobre Análisis Elemental Orgánico (Sevilla, 2010) en el que participó el SUIC.



Procedimiento

Para el análisis de la muestra se aplica el procedimiento normalizado de trabajo del laboratorio. Dado que los compuestos organometálicos pueden presentar problemas de combustión, se empleó aproximadamente 1 mg de muestra. Las muestras, una vez pesadas en la microbalanza, 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	1 mg
Tratamiento previo	Ninguno

Resultados

Tabla 1. Porcentajes encontrados

Muestra	Peso (mg)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Compuesto organometálico de níquel (n=10)	1.043	65.20	4.18	3.98	9.05
	1.029	65.36	4.33	3.96	9.00
	1.101	65.42	4.43	4.11	8.81
	1.060	65.44	4.41	3.91	8.81
	0.982	65.20	4.37	3.95	8.79
	1.020	65.35	4.35	3.93	8.81
	1.091	65.45	4.38	3.96	8.82
	1.090	65.38	4.32	3.95	8.73
	1.038	65.26	4.32	3.89	9.02
	1.025	65.34	4.33	3.92	8.86
Promedio		65.34	4.34	3.96	8.87
Desv. estándar		0.09	0.07	0.06	0.11

Tabla 2. Comparación entre los porcentajes obtenidos y los valores de consenso (39 laboratorios, 5 réplicas)

Muestra	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Organometálico de níquel (valor de consenso)	65.44	4.31	3.97	8.97
Promedio (n=10)	65.34	4.34	3.96	8.87
Desviación (% absoluto)	0.10	0.03	0.01	0.10

Conclusiones

Los resultados obtenidos en el SUIC en el análisis elemental de un compuesto organometálico de níquel 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 de consenso encontrados en 39 laboratorios (5 réplicas por laboratorio), presentando desviaciones inferiores a 0.10% en todos los elementos.

En el Ejercicio de Intercomparación también se evaluó el efecto de diferentes aditivos que se suelen emplear para mejorar la combustión de la muestra (V_2O_5 , Sn, mezcla $MgO:WO_3$). Sin embargo, para este compuesto organometálico no se apreciaron diferencias significativas en los porcentajes obtenidos bajo las diferentes condiciones ensayadas. Los valores de consenso obtenidos por todos los laboratorios, incluido el SUIC, se indican en tabla 3.

Tabla 3. Valores de consenso (39 laboratorios, 5 réplicas) obtenidos empleando diferentes aditivos

Muestra (aditivo)	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)
Organometálico de níquel (sin aditivo)	65.44	4.31	3.97	8.97
Organometálico de níquel (V_2O_5)	65.43	4.31	4.00	8.98
Organometálico de níquel (Sn)	65.47	4.25	3.99	8.73
Organometálico de níquel ($MgO:WO_3$)	65.47	4.37	4.00	8.79

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