

PERSONAL

Elisa Rojas Prats

Carlos Medel Osuna

Juan García Olmo

OBJETIVO

Determinación del contenido total de carbono (C), nitrógeno (N) y azufre (S) en muestras de suelo y muestras de origen foliar mediante macroanálisis elemental por combustión. El macroanálisis elemental permite analizar multitud de muestras heterogéneas, difíciles de preparar o con bajo contenido de analito de una forma rápida y eficaz gracias al empleo de mayores cantidades de muestra.

EQUIPAMIENTO

El SCAI ha incorporado recientemente un macroanalizador elemental Leco Serie 928 (LECO Corporation, St Joseph, Michigan, USA) para determinar el contenido de C, N y S en muestras de tipo orgánico e inorgánico (Figura 1). Este equipamiento se basa en la combustión total de la muestra con la posterior detección y cuantificación de los elementos presentes en la misma mediante el empleo de diferentes detectores de forma simultánea.

El macroanalizador está, además, equipado con un autocargador de 100 posiciones para análisis secuencial y no secuencial y un software de pantalla táctil Cornerstone® que permite controlar el análisis de las muestras y el tratamiento de los resultados obtenidos, optimizando el tiempo de análisis y aumentando la productividad, rendimiento y fiabilidad.

**CONTACTO Unidad
ESPECTROSCOPIA NIR / MIR**Edf. Ramón y Cajal, Torre Este,
3ª Planta.

Campus de Rabanales

14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8098

E-Mail: nir@uco.eswww.uco.es/investigacion/portal/scai**ADMINISTRACIÓN**Edf Ramón y Cajal, Torre Este,
1ª Planta

Campus de Rabanales

14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8080

E-Mail: scai@uco.eswww.uco.es/investigacion/portal/scai

Figura 1. Macroanalizador CNS Leco Serie 928.

PROCEDIMIENTO

Se inicia mediante el análisis consecutivo de varias submuestras de un material de referencia, considerado como blanco, para poder reajustar la recta de calibración empleada. Dependiendo del tipo de muestra, se pueden utilizar diferentes referencias desde un patrón de suelo (3,79% C, 0,328% N, 0,045% S) hasta patrones de alfalfa (45,05% C, 3,62% N, 0,38% S) o BBOT (72,55% C, 6,52% N, 7,49% S).

Tras dicho reajuste, se pesan entre 0,1 y 2 g de las muestras a analizar en navcillas de cerámica y se coloca en el cargador automático. Las muestras han de estar previamente secas y molidas. Para muestras de suelo, se añade además una pequeña cantidad de un acelerador de la combustión (COM-Cat®), mientras que para material foliar se suele añadir un retardante de la combustión (COM-Aid®). En el caso de muestras líquidas, se emplea además una navcilla de Sn colocada sobre la navcilla cerámica para evitar las pérdidas de muestra.

Unidad de ESPECTROSCOPIA NIR/MIR

PERSONAL

Elisa Rojas Prats

Carlos Medel Osuna

Juan García Olmo

CONTACTO Unidad ESPECTROSCOPIA NIR / MIR

Edf. Ramón y Cajal, Torre Este,
3ª Planta.

Campus de Rabanales

14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8098

E-Mail: nir@uco.es

www.uco.es/investigacion/portal/scai

ADMINISTRACIÓN

Edf Ramón y Cajal, Torre Este,
1ª Planta

Campus de Rabanales

14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8080

E-Mail: scai@uco.es

www.uco.es/investigacion/portal/scai

A continuación, el equipo transfiere de forma automática la muestra hasta el interior del horno de combustión horizontal a una temperatura de 1350°C y en una atmósfera enriquecida en oxígeno para garantizar la combustión (oxidación) completa y rápida de la muestra. Los gases de combustión generados (SO₂, CO₂ y NO_x) se hacen pasar por un reactivo de anhídrona (Mg(ClO₄)₂) para eliminar la humedad y, posteriormente, se recogen y mezclan en una cámara (*ballast*) de la que se extrae una pequeña alícuota representativa para su análisis. La detección de C y S se lleva a cabo mediante una célula infrarroja no dispersiva (NDIR), mientras que, en el caso del N, se utiliza una celda de termoconductividad (TCD). A diferencia de las células infrarrojas, el detector TCD no es selectivo, por lo que es necesario un tratamiento previo para eliminar interferencias químicas. Para ello, se utiliza un tubo de reducción que convierte las especies de óxido de nitrógeno (NO_x) a nitrógeno gas (N₂) y elimina el exceso de oxígeno. Después, la muestra se hace pasar por un tubo con hidróxido sódico (LECOSORB®) para eliminar el CO₂ generado y un nuevo tubo de anhídrona. En el momento en el que se recogen los gases de combustión en el *ballast*, se comienza el análisis automático de la siguiente muestra.

Todos los parámetros de análisis se controlan fácilmente a través de la interfaz gráfica Cornerstone®, así como la visualización y tratamiento de los resultados obtenidos. La cantidad de C, N y S presente en la muestra puede expresarse en porcentaje en peso o partes por millón (ppm), siendo el límite de detección para este equipo de 0.02 mg en muestra. Los resultados del análisis son exportados finalmente a una hoja de cálculo.

RESULTADOS

La calibración se llevó a cabo mediante una regresión lineal empleando cinco cantidades diferentes de un patrón de suelo, por triplicado. Para cada uno de los elementos (C, N y S) se obtuvo una recta de calibración con su correspondiente ecuación que correlaciona el área del pico con la cantidad de analito presente en la muestra, y su coeficiente de determinación (R²). En la Figura 2 se muestra la recta de calibración y la ecuación obtenida para el S. Para el resto de elementos se obtuvieron valores de R² superiores al de la recta del S.

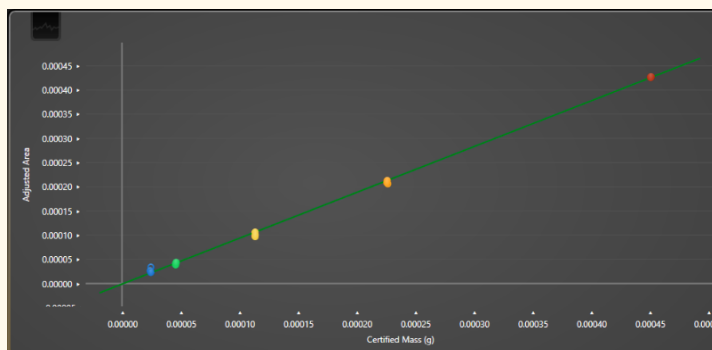


Figura 2. Recta de calibración para el azufre (S).

La interfaz gráfica permite observar la señal recogida de los diferentes detectores en tiempo real y de forma simultánea (Figura 3). El equipo realiza la integración de los picos obtenidos de forma automática, generando un valor del contenido en C, N y S en la muestra.

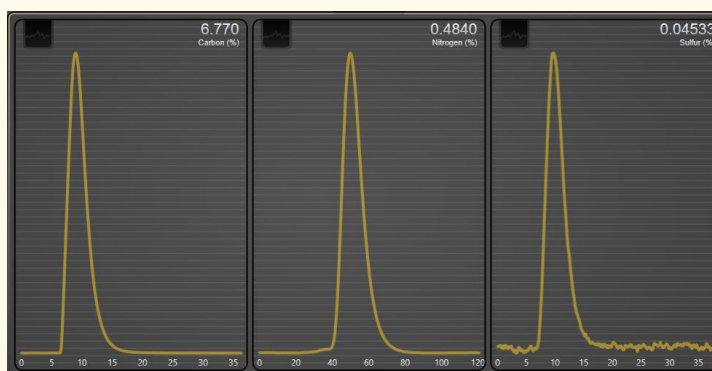


Figura 3. Picos de detección y contenido en C, N y S de una muestra de suelo.



Determinación de carbono, nitrógeno y azufre en suelos y material foliar mediante macroanálisis elemental por combustión.

SERVICIO CENTRAL
DE APOYO A
LA INVESTIGACIÓN

Unidad de ESPECTROSCOPIA NIR/MIR

PERSONAL

Elisa Rojas Prats
Carlos Medel Osuna
Juan García Olmo

La fiabilidad de los resultados obtenidos se corroboró introduciendo una muestra de patrón como referencia interna, comprobando que el contenido de C, N y S estimado se encontraba dentro del intervalo de confianza recomendado para estos elementos por este método de análisis.

APLICACIONES

Esta técnica es aplicable a muestras de tipo orgánico e inorgánico, sólidas o líquidas, siendo muy utilizada en la industria agroalimentaria para el análisis de carnes, forrajes, alimentos secos para animales, granos y productos lácteos, así como suelos, sedimentos, tejido vegetal, fertilizantes, polímeros o productos derivados del petróleo y aditivos.

FINANCIACIÓN

El equipo ha sido adquirido con cargo al proyecto EQC2018-005166-P concedido por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades a través de las "Ayudas para la Adquisición de Equipamiento Científico-Técnico" correspondientes al Subprograma Estatal de Infraestructuras de Investigación y Equipamiento Científico-Técnico (Plan Estatal I+D+i 2017-2020) (convocatoria 2018), cofinanciado por la Agencia Estatal de Investigación (AEI) y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER).



CONTACTO Unidad ESPECTROSCOPIA NIR / MIR

Edf. Ramón y Cajal, Torre Este,
3ª Planta.

Campus de Rabanales
14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8098

E-Mail: nir@uco.es

www.uco.es/investigacion/portal/scai

REFERENCIAS

1. LECO Corporation (2020). *Application Note: Carbon/Nitrogen/Sulfur in Soil Using CNS928*. <https://knowledge.leco.com/app-notes/application-note-carbon-nitrogen-sulfur-in-soil-using-cns928-600/viewdocument/1808>
2. LECO Corporation (2020). *Application Note: Carbon/Nitrogen/Sulfur in Plant Tissue Using CNS928*. <https://knowledge.leco.com/app-notes/application-note-carbon-nitrogen-sulfur-in-plant-tissue-using-cns928-592/viewdocument/1798>

ADMINISTRACIÓN

Edf Ramón y Cajal, Torre Este,
1ª Planta

Campus de Rabanales
14014-Córdoba

Teléfono: 957 21 8080

E-Mail: scai@uco.es

www.uco.es/investigacion/portal/scai

