

Cuantificación de la urea en etanol por espectroscopía Raman

La urea se emplea ampliamente como fertilizante liberador de nitrógeno con más del 90 % de la producción de urea destinada a aplicaciones agrícolas[1]. También se sabe que la urea forma complejos con ácidos grasos[2], que se han empleado para la separación de mezclas complejas y procesos

de purificación[3]. En esta nota de aplicación, presentamos la cuantificación de la concentración de urea en etanol por espectroscopía Raman y mostramos cómo se puede emplear este método para determinar el porcentaje de urea en un compuesto de inclusión sólido con ácido esteárico[4].

Encuentre más información en el video:

EXPERIMENTAL

Productos químicos: urea (Aldrich, >99%); ácido esteárico (SA) (Aldrich, >95%); Etanol (Soria)

Instrumento: i-Raman® Plus 785S

Se prepararon soluciones madre de urea (0,0420 gr/gr de etanol) y SA (0,04126 gr/gr de etanol). Las soluciones estándar se prepararon mezclando estas soluciones madre en diferentes proporciones para obtener concentraciones de urea entre 0 y 0,042 gr/gr de etanol y manteniendo aproximadamente

constante la concentración de masa total (urea + SA). Los espectros Raman de 0,5 mL de cada solución en recipientes de aluminio se midieron empleando un láser de 785 nm (potencia: 30%, ~ 90 mW) y 5000 mseg de tiempo de adquisición (20 repeticiones). No se observaron efectos de calentamiento o evaporación. Espectros de las soluciones estándar que se corrigieron de fondo empleando el BWSpec® el software se muestra en Figura 1.

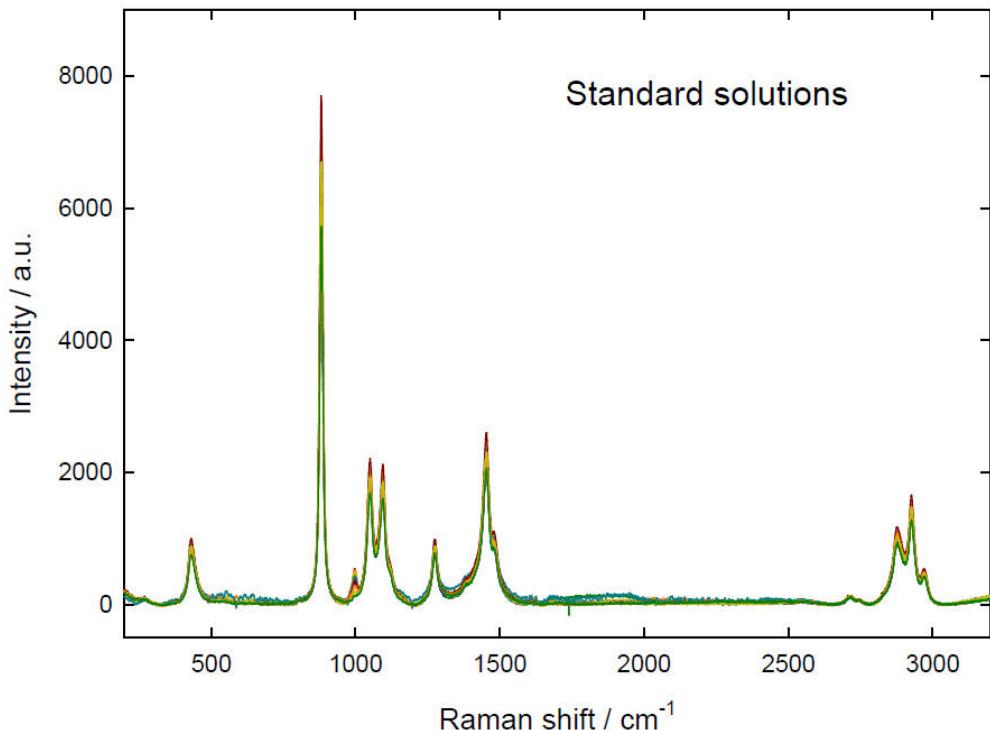


Figure 1. Espectros Raman corregidos de línea base con sustracción oscura de las soluciones estándar de urea y SA en etanol.

Los espectros se normalizaron empleando la intensidad de la banda de etanol a 1049-1050 cm^{-1} . Espectros normalizados (**Figura 2**) muestran claramente que el único cambio apreciable debido al incremento en la concentración relativa de urea ocurre en la banda de 996-997 cm^{-1} , que se atribuye a la urea. Esta banda corresponde al estiramiento CN simétrico[5] que se reporta experimental y teóricamente a unos 1010 cm^{-1} para la urea sólida,[6] pero cambia a números de onda más bajos en solución.[5,7]

Para fines de cuantificación, los espectros se desconvolucionaron, ajustando los resultados experimentales en la región 950-1200 cm^{-1} por 4 funciones lorentzianas. Estos resultados de ajuste de curvas se muestran en **figura 3** para algunas de las soluciones estándar.

La relación de las intensidades de los picos ajustados asignados a la urea a 996 cm^{-1} (pico 1, a1) y etanol a 1049 cm^{-1} (pico 2, a2) se empleó como parámetro

analítico. La dependencia de esta relación con la concentración de urea de las muestras se presenta en **Figura 4**. La curva de calibración trazada en esta figura muestra un buen comportamiento lineal que indica que este parámetro podría emplearse para la cuantificación de urea.

Para la determinación del contenido de urea de muestras reales que contenían tanto urea como AS, la muestra sólida se disolvió en etanol (0,04299 gr/gr de etanol) y se registraron espectros Raman en las mismas condiciones. A partir de los valores de la razón a1/a2 para esta muestra, obtenido ajustando los picos a 996 y 1049 cm^{-1} (**Figura 5**), se determinó que la concentración de urea de la solución era de 0,03274 gr de urea/gr de etanol. Así, el contenido de urea de la muestra resultó ser del 76 % p/p. Este valor es consistente con otros valores informados para los compuestos de inclusión formados por ácido esteárico y urea (aprox. 75 %).[2,4]

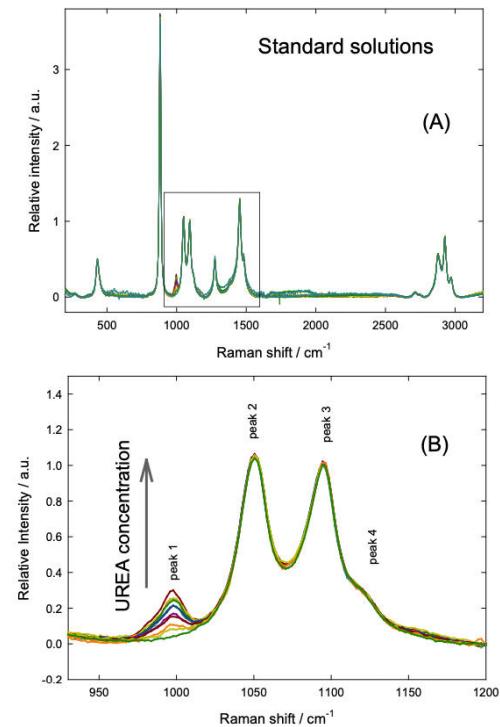


Fig.2: Espectros normalizados de las soluciones patrón de urea + SA en etanol. (A) Espectros completos (B) Región analizada.

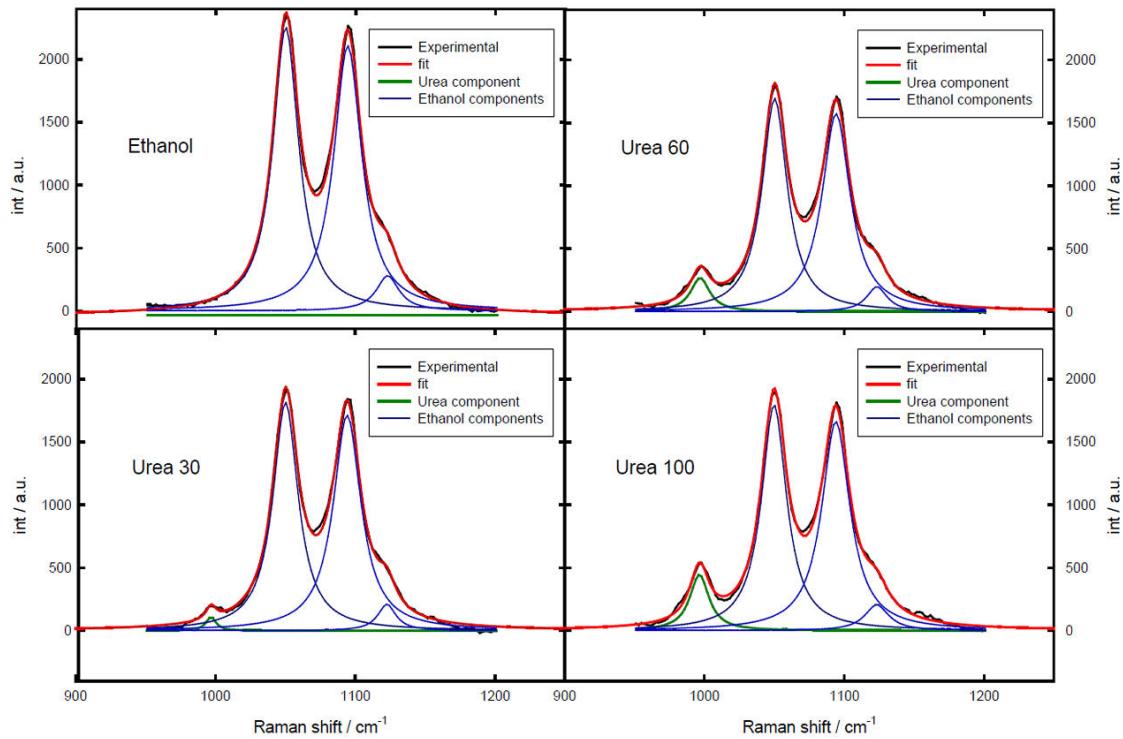


Figure 3. Ajuste de los espectros Raman en la región 950-1200 cm⁻¹. Urea 30, Urea 60 y Urea 100 significan soluciones 0,0123, 0,0248 y 0,0413 gr urea/gr etanol respectivamente.

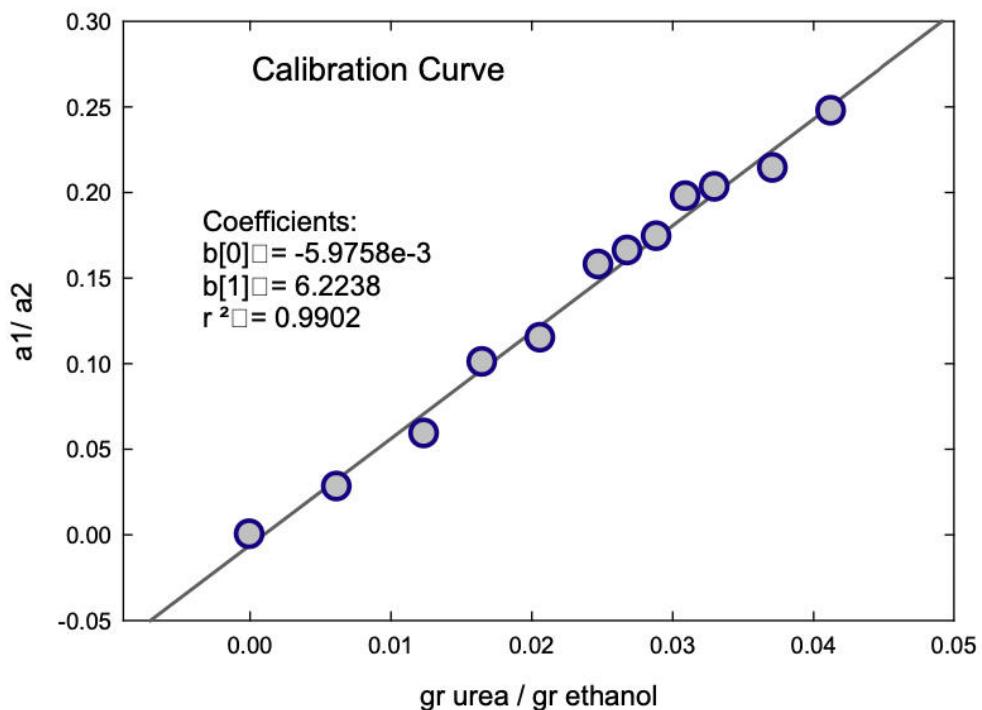


Figure 4. Curva de calibración para la cuantificación de urea en etanol. Relación de las intensidades de las bandas ajustadas de urea (a1) y etanol (a2) en función del contenido de urea de las soluciones patrón.

RESULTADOS

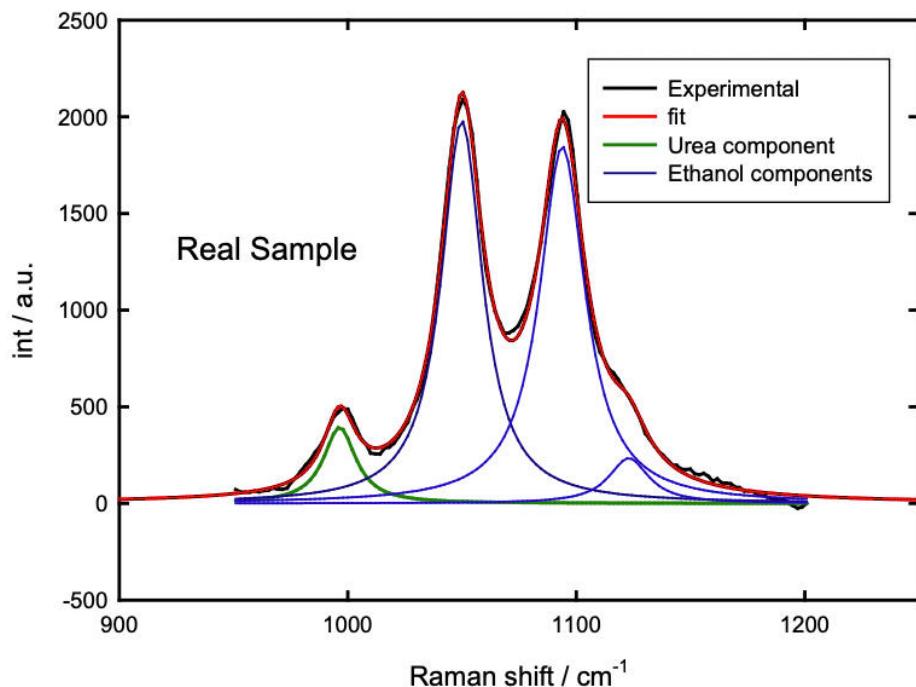


Figure 5. Ajuste del espectro de la muestra.

CONCLUSIÓN

Presentamos un método simple para la cuantificación de la concentración de urea en soluciones etanólicas por espectroscopía Raman. La curva de calibración presenta buena linealidad en el rango de concentración analizado (hasta 0,042 gr urea/gr etanol). La presencia de ácido esteárico en las

muestras no modifica apreciablemente los espectros Raman (al menos hasta 0,042 gr/gr de etanol), por lo que este método permite la cuantificación de urea en muestras binarias sólidas que contienen tanto urea como ácido esteárico.

MÁS INFORMACIÓN

Notas de aplicación relacionadas

[Elección de la longitud de onda láser más adecuada](#)

[Cuantificación de metanol en bebidas espirituosas contaminadas con Raman](#)

RECONOCIMIENTOS

Nos gustaría agradecer al Dr. Waldemar A. Marmisollé del Laboratorio de Materia Blanda INIFTA – Universidad Nacional de La Plata (UNLP), Buenos

Aires, Argentina – CONICET por compartir estos resultados de investigación.

REFERENCIAS

1. J. H. Meessen, H. Petersen, en Encyclopedia de Ullmann. Indiana Chem., Wiley-VCH Verlag GmbH & Compañía KGaA, 2000.
2. H. Schlenk, R. T. Holman, *J. Soy. Química Soc.* 1950, 72, 5001–5004.
3. D. GRAMO. Hayes, Y. C. Bengtsson, J. METRO. Van Alstin, F. Setterwall, *J. Soy. Química del aceite. Soc.* 1998, 75, 1403–1409.
4. A. Strocchi, G. Bonaga, *Química física lípidos* 1975, 15, 87–94.
5. R. Keuleers, H. o Desseyn, B. Rousseau, c. Van Alsenoy, *J. Física Química A* 1999, 103, 4621.
6. B. Rousseau, c. Van Alsenoy, R. Keuleers, H. o Desseyn, *J. Física Química A* 1998, 102, 6540–6548.
7. D. Gangopadhyay, S. K. Singh, P. Sharma, H. Mishra, V. K. Unnikrishnan, B. Singh, R. K. Cantar, *Especroquím. Acta Parte A Mol. Biomol. Espectrosc.* 2016, 154, 200–206.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



Espectrómetro Raman portátil i-Raman Plus 785S

El i-Raman® Plus 785S forma parte de nuestra serie premiada de espectrómetros Raman portátiles i-Raman con nuestra innovadora tecnología de espectrómetro inteligente. Este espectrómetro Raman portátil utiliza un detector equipado con una matriz de CCD con una alta eficiencia cuántica, refrigeración termoeléctrica y elevado rango dinámico, y proporciona un funcionamiento excepcional con poco ruido, incluso con tiempos de integración de hasta 30 minutos. Por lo tanto, también se pueden medir las señales Raman débiles.

El i-Raman Plus 785S ofrece una combinación única de amplio rango espectral y alta resolución con configuraciones que permiten medidas de 65 cm^{-1} a 3350 cm^{-1} . El pequeño tamaño del sistema, su diseño ligero y su bajo consumo de energía permiten el análisis Raman en el ámbito de investigación en todas partes. El i-Raman Plus está equipado con una sonda de fibra óptica para facilitar el muestreo y se puede utilizar con un soporte de cubeta, un microscopio de vídeo, un carro de rodillos dobles XYZ con soporte de sonda y nuestro software de análisis multivariado BWIQ® y el software de identificación BWID®. Con el i-Raman Plus, siempre tendrá una solución Raman de alta precisión para el análisis cualitativo y cuantitativo.



Soporte de cubetas Raman para sonda de medida de 9,5 mm

El soporte de cubetas Raman BCR100A le permite medir fácilmente el espectro Raman de líquidos y polvos mediante la fijación de una sonda Raman al soporte. Este accesorio utiliza un espejo interno con un bloqueo de precisión de tres puntos para una reproducibilidad insuperable, amplificando la señal Raman hasta tres veces más que los soportes de cubetas convencionales. Está diseñado para que el eje de la sonda no toque directamente la cubeta e incluye una trampa de luz para reducir la fluorescencia de fondo. El BCR100A está disponible en versiones de modelo para sondas con un diámetro de 9,5 mm o 12 mm y se puede utilizar con cualquier cubeta estándar de 12,5 mm x 12,5 mm de diámetro exterior (recorrido de 1 cm) para líquidos o polvos de muestreo.