

Quantificazione dell'urea nell'etanolo mediante spettroscopia Raman

L'urea è ampiamente utilizzata come fertilizzante a rilascio di azoto con oltre il 90% della produzione di urea destinata ad applicazioni agricole[1]. L'urea è anche nota per formare complessi con acidi grassi[2], che sono stati impiegati per la separazione di miscele complesse e processi di purificazione[3]. In questa

Application Note, presentiamo la quantificazione della concentrazione di urea in etanolo mediante spettroscopia Raman e mostriamo come questo metodo può essere impiegato per determinare la percentuale di urea in un composto di inclusione solida con acido stearico[4].

Trovate maggiori informazioni nel video:

ANALISI

Sostanze chimiche: Urea (Aldrich, >99%); acido stearico (SA) (Aldrich, >95%); Etanolo (Soria)

Strumento: i-Raman® Plus 785S

Sono state preparate soluzioni madre di urea (0,0420 gr/gr etanolo) e SA (0,04126 gr/gr etanolo). Le soluzioni standard sono state preparate miscelando queste soluzioni madre in proporzioni diverse in modo da ottenere concentrazioni di urea comprese tra 0 e 0,042 gr/gr di etanolo e mantenendo la concentrazione di massa totale (urea + SA) circa

costante. Gli spettri Raman di 0,5 mL di ciascuna soluzione in contenitori di alluminio sono stati misurati utilizzando un laser a 785 nm (potenza: 30%, ~ 90 mW) e 5000 msec di tempo di acquisizione (20 ripetizioni). Non sono stati osservati effetti di riscaldamento o evaporazione. Gli spettri delle soluzioni standard sono state corrette in background utilizzando il BWSpec® software sono mostrati in **Figura 1**.

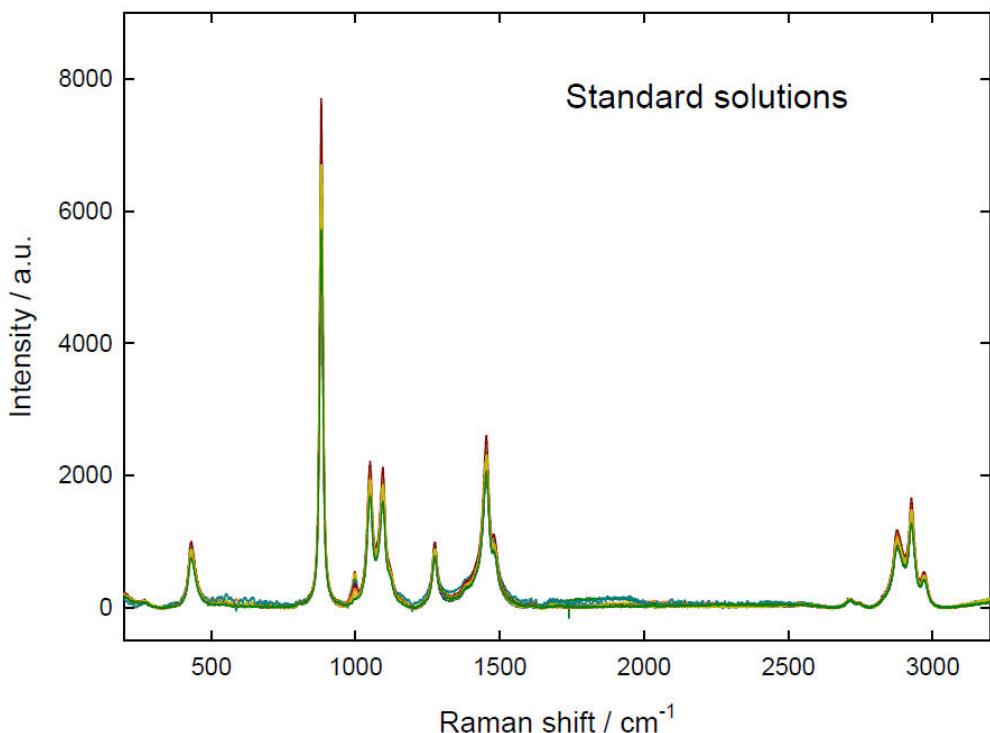


Figure 1. Spettri Raman corretti per la linea di base con sottrazione scura delle soluzioni standard di urea e SA in etanolo.

RISULTATI

Gli spettri sono stati normalizzati utilizzando l'intensità della banda dell'etanolo a $1049-1050\text{ cm}^{-1}$. Spettri normalizzati (**figura 2**) mostrano chiaramente che l'unico cambiamento apprezzabile dovuto all'incremento della concentrazione relativa di urea si verifica nella fascia a $996-997\text{ cm}^{-1}$, che è attribuito all'urea. Questa banda corrisponde all'allungamento CN simmetrico[5] che è riportato sperimentalmente e teoricamente a circa 1010 cm^{-1} per l'urea solida,[6] ma passa a numeri d'onda inferiori in soluzione.[5,7] Ai fini della quantificazione, gli spettri sono stati deconvoluti, adattando i risultati sperimentali nella regione $950-1200\text{ cm}^{-1}$ da 4 funzioni lorentziane. Questi risultati di adattamento della curva sono mostrati in **Figura 3** per alcune delle soluzioni standard.

Il rapporto tra le intensità dei picchi adattati assegnati all'urea a 996 cm^{-1} (picco 1, a1) ed etanolo a 1049 cm^{-1} (picco 2, a2) è stato impiegato come parametri

analitici. La dipendenza di questo rapporto dalla concentrazione di urea dei campioni è presentata in **Figura 4**. La curva di calibrazione tracciata in questa figura mostra un buon comportamento lineare che indica che questo parametro potrebbe essere impiegato per la quantificazione dell'urea.

Per la determinazione del contenuto di urea di campioni reali contenenti sia urea che SA, il campione solido è stato sciolto in etanolo (0,04299 gr/gr etanolo) e gli spettri Raman sono stati registrati nelle stesse condizioni. Dai valori del rapporto a1/a2 per questo campione, ottenuto montando i picchi a 996 e 1049 cm^{-1} (**Figura 5**), la concentrazione di urea della soluzione è stata determinata in 0,03274 g di urea /gr di etanolo. Pertanto, il contenuto di urea del campione è risultato essere del 76 % p/p. Questo valore è coerente con altri valori riportati per i composti di inclusione formati da acido stearico e urea (ca. 75 %).[2,4]

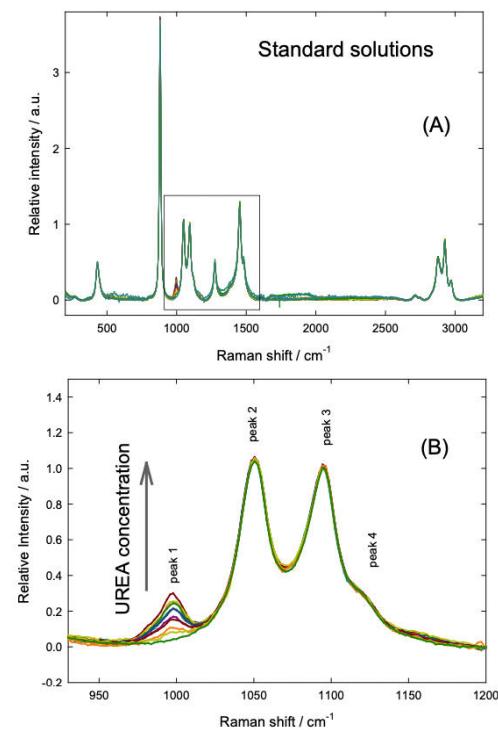


Fig.2: Spettri normalizzati delle soluzioni standard di urea + SA in etanolo. (A) Spettri completi (B) Regione analizzata.

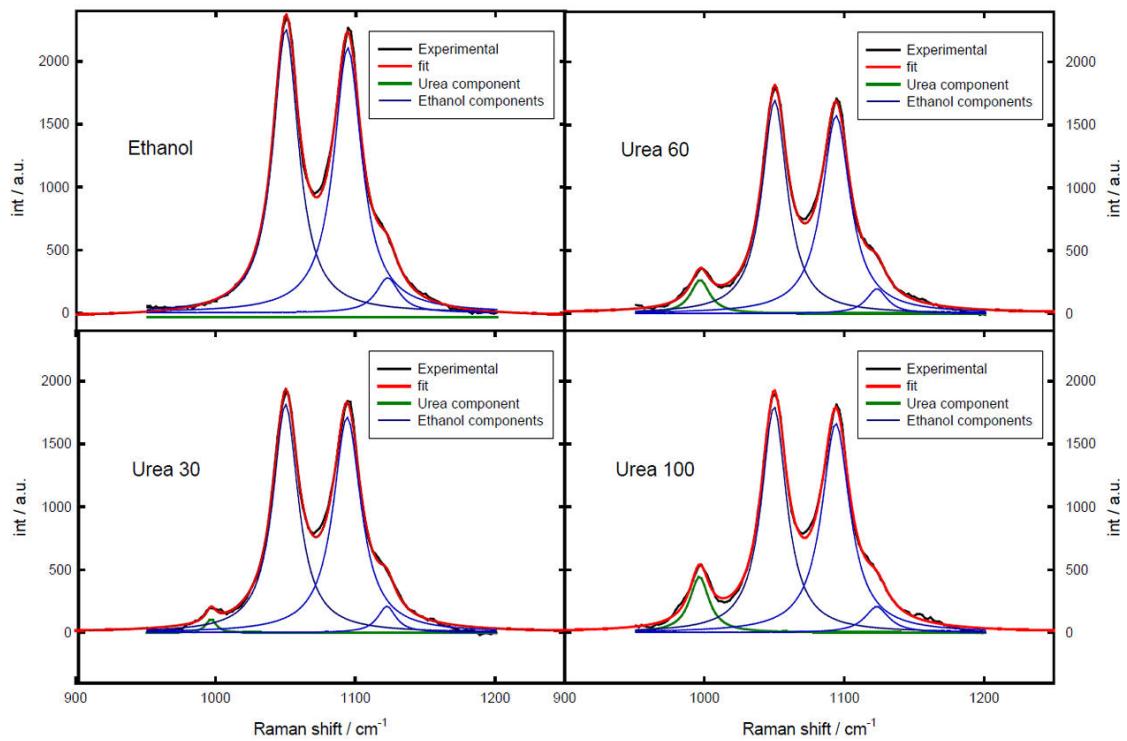


Figure 3. Fitting degli spettri Raman nella regione 950-1200 cm⁻¹. Urea 30, Urea 60 e Urea 100 significano rispettivamente 0,0123, 0,0248 e 0,0413 gr di urea/gr di etanolo.

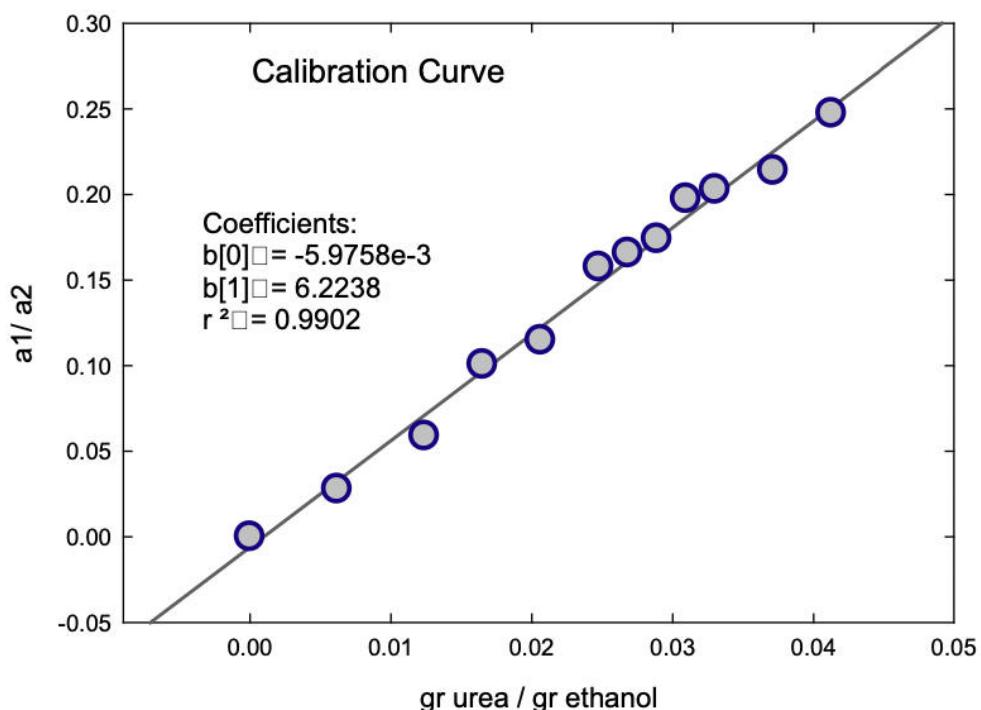


Figure 4. Curva di calibrazione per la quantificazione dell'urea in etanolo. Rapporto delle intensità delle bande montate di urea (a1) ed etanolo (a2) in funzione del contenuto di urea delle soluzioni standard.

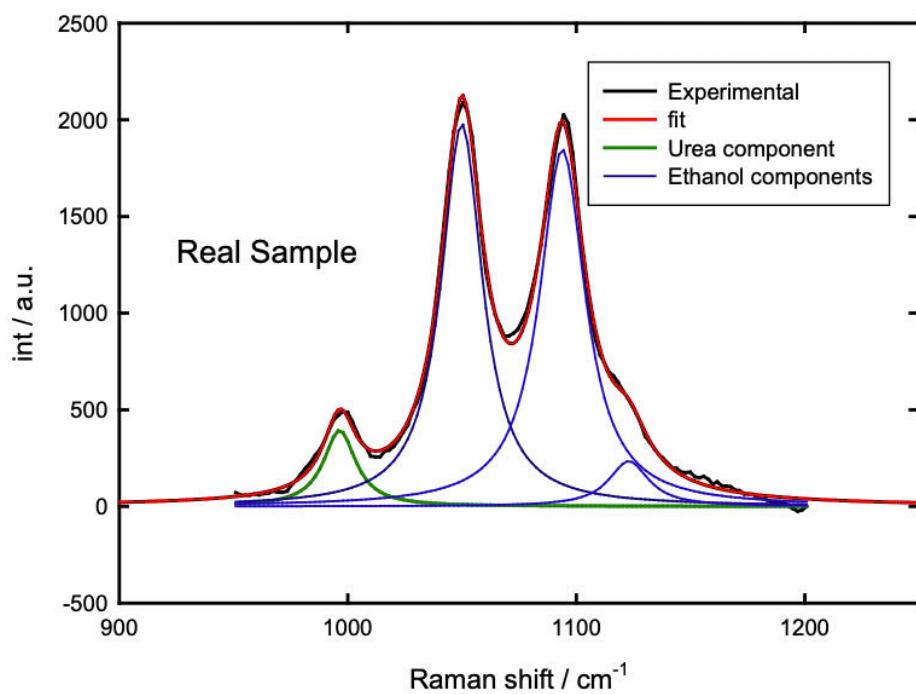


Figure 5. Adattamento dello spettro del campione.

CONCLUSIONE

Abbiamo presentato un metodo semplice per la quantificazione della concentrazione di urea in soluzioni etanoliche mediante spettroscopia Raman. La curva di calibrazione presenta una buona linearità nell'intervallo di concentrazione analizzato (fino a 0,042 gr urea / gr etanolo). La presenza di acido

stearico nei campioni non modifica in modo apprezzabile gli spettri Raman (almeno fino a 0,042 gr/gr di etanolo), quindi questo metodo permette la quantificazione dell'urea in campioni binari solidi contenenti sia urea che acido stearico.

ULTERIORI INFORMAZIONI

Application Notes correlate

[Scelta della lunghezza d'onda laser più adatta](#)

[Quantificazione del metanolo negli alcolici contaminati con Raman](#)

RINGRAZIAMENTI

Si ringrazia il Dott. Waldemar A. Marmisollé del Soft Matter Laboratory INIFTA – Universidad Nacional de

La Plata (UNLP), Buenos Aires, Argentina – CONICET per aver condiviso questi risultati della ricerca.

RIFERIMENTI

1. J. H. Meessen, H. Petersen, a Enciclica di Ullmann. ind. Chimica, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000.
2. H. Schlenk, R. T. Holman, J. Sono. Chimica. soc. 1950, 72, 5001–5004.
3. D. G. Hayes, Y. C. Bengtsson, J. M. Van Alstino, F. Setterwall, J. Sono. Chimica dell'olio. soc. 1998, 75, 1403–1409.
4. UN. Strocchi, G. Bonaga, Chimica. Phys. Lipidi 1975, 15, 87–94.
5. R. Keuleers, H. o. Desseyn, B. Rousseau, C. Van Alsenoy, J. Phys. Chimica. UN 1999, 103, 4621.
6. B. Rousseau, C. Van Alsenoy, R. Keuleers, H. o. Desseyn, J. Phys. Chimica. UN 1998, 102, 6540–6548.
7. D. Gangopadhyay, S. K. Singh, P. Sharma, H. Mishra, V. K. Unnikrishnan, B. Singh, R. K. Canta, Spettrochim. Acta parte A Mol. Biomol. Spettrosc. 2016, 154, 200–206.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Spettrometro Raman portatile i-Raman Plus 785S

i-Raman® Plus 785S fa parte della nostra serie di spettrometri Raman portatili insignita di premi ed è dotato della nostra innovativa tecnologia spettrometrica intelligente. Questo spettrometro Raman portatile utilizza un sensore con array CCD ad elevata efficienza quantica, il raffreddamento termoelettrico e un intervallo dinamico elevato per garantire prestazioni eccezionali con il minimo rumore, anche in caso di tempi di integrazione che arrivano fino a 30 minuti. In questo modo è possibile misurare anche segnali Raman deboli.

Lo strumento i-Raman Plus 785S si caratterizza per la combinazione unica di ampia gamma spettrale ed elevata risoluzione con configurazioni che consentono di effettuare misure da 65 cm^{-1} a 3.350 cm^{-1} . La base piccola, la leggerezza e il consumo ridotto di energia permettono di eseguire analisi Raman dappertutto, a livello di ricerca. i-Raman Plus è dotato di sonda a fibra ottica per un campionamento facile ed è utilizzabile con un supporto per cuvette, un videomicroscopio, un tavolo scorrevole XYZ con supporto per sonda, nonché con il nostro software per l'analisi multivariata BWIQ® e il software per l'identificazione BWID®. Con lo strumento i-Raman Plus, avrete sempre una soluzione Raman ad alta precisione per l'analisi qualitativa e quantitativa.



Porta cuvette Raman per sonda di misura da 9,5 mm

Il porta cuvette Raman BCR100A consente all'utente di misurare facilmente lo spettro Raman di liquidi e polveri fissando una sonda Raman al supporto. Per una riproducibilità senza pari, questo accessorio utilizza uno specchio interno con chiusura di precisione a tre punti e rafforza il segnale Raman fino a tre volte rispetto ai porta cuvette tradizionali. È stato progettato in modo tale che lo stelo della sonda non tocchi direttamente la cuvetta e comprende un dispositivo di intercettazione della luce per ridurre la fluorescenza di base. L'accessorio BCR100A è disponibile in versioni per sonde con diametro da 9,5 mm o 12 mm e può essere utilizzato con qualunque cuvetta standard con diametro esterno di 12,5 mm x 12,5 mm (lunghezza del percorso 1 cm) per la campionatura di liquidi o polveri.