

CENTRO DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA

DATOS IDENTIFICATIVOS

Curso Académico: 2004-2005

Director: Dr. Manuel Gómez Rubio

1- UNIDAD DE INSTRUMENTACIÓN CIENTÍFICA

CENTRO DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS, ANÁLISIS ELEMENTAL Y TÉCNICAS ASOCIADAS

Datos Identificativos

Ubicación: Facultad de Farmacia.

I. PERSONAL

José María Arribas Bricio - Técnico Especialista de Espectrometría de Masas.
Ana Isabel Albasanz Saiz - Técnico Auxiliar de Análisis Elemental.

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

Este Centro pone a disposición de los investigadores y grupos de investigación de la comunidad universitaria y de empresas públicas y privadas, los equipos científicos relacionados con las siguientes técnicas de análisis químico: espectrometría de masas, análisis elemental y espectroscopía infrarroja. Además, dispone de un laboratorio de reacciones peligrosas ubicado en un edificio anexo al de Farmacia.

El Centro se ocupa también del mantenimiento del depósito de nitrógeno líquido de 8.400 Kg que se encuentra junto al Edificio de Farmacia y que dispensa nitrógeno líquido a los departamentos universitarios y grupos de investigación de la universidad.

III. PRESTACIONES

Dotación instrumental:

1- *Espectrómetro de Masas* “5988 A, HEWLETT-PACKARD” con cromatógrafo de gases “5890. SERIES II” acoplado e Inyector Split/Splitless.

2- *Espectrómetro de Masas* “Automass MULTI, TermoQuest FINNIGAN” con cromatografo de gases (Trace CG) acoplado al espectrómetro de masas CG/MS, con inyector automatico (AS 2000), sondas para compuestos sólidos DIP y DEP, y sistema de cromatografía líquida acoplada a espectrómetro de masas LC/MS con las técnicas de API (APCI y ESI). Detector de array de fotodiodos UV6000LP, Termo Quest acoplado en serie con el espectrómetro de masas.

3- *Analizador elemental* “CHN-O-RAPID (HERAEUS)”.

4- *Analizador elemental* “CHNS-932 Y VTF-900 (LECO)”.

5- *Balanza analítica de precisión* “SARTORIUS SUPERMICRO S4”.

6- *Infrarrojos IR-FT*, “SPECTRUM 2000. (PERKIN-ELMER)”.

7- GPCV “Waters” modelo GPCV-2000.

Líneas de investigación

El Centro apoya con sus determinaciones analíticas, con el mantenimiento del laboratorio de reacciones peligrosas y con el depósito de nitrógeno líquido, la investigación de los grupos más competitivos del área de Química, aunque los pertenecientes a los Departamentos de *Química Orgánica* y de *Química Inorgánica* son los principales usuarios del centro. También se realizan análisis para algunas empresas de la zona relacionadas con el sector químico y para usuarios de otras universidades, Rey Juan Carlos y Castilla-La Mancha.

Espectrometría de Masas

Su objetivo primordial es determinar la masa molecular de la sustancia de interés, así como proporcionar información estructural de la misma. Para ello, es necesario ionizar la molécula mediante diferentes técnicas tales como Impacto Electrónico (EI), Ionización Química (CI), Ionización a Presión Atmosférica (API) ESI-APCI, todas ellas disponibles en este centro de apoyo. Los iones formados son acelerados y enfocados hacia el analizador, que los separa en función de su relación masa/carga (m/z) y son recogidos en un colector o detector, que registra la señal producida. Estas señales son digitalizadas y enviadas a un sistema informático que permite estudiar las señales recibidas, manipularlas y compararlas con librerías comerciales de espectros ya registrados. Las combinaciones cromatográficas de que se dispone, tales como la GC/MS y la LC/MS, permiten, además, realizar determinaciones cuantitativas de mezclas de compuestos en muestras complejas.

Análisis Elemental

La técnica de análisis elemental determina los porcentajes de Carbono, Hidrógeno, Nitrógeno, Azufre y Oxígeno, presentes en muestras puras, homogéneas y libres de disolventes. Es por tanto, un indicador de pureza utilizado para control de calidad, en síntesis de productos, tanto nuevos como de rutina, en líneas de producción, etc. Las muestras a analizar pueden ser de muy distintos orígenes: productos de síntesis, farmacéuticos, polímeros, suelos, aceites, productos de refino del petróleo y otros. Esta técnica, es importante tanto para determinar la pureza de los compuestos como para confirmar estructuras de moléculas de nueva síntesis.

Espectroscopia infrarroja

Se emplea en procesos de control de calidad y seguimiento analítico, o bien para completar información estructural. Aunque se ofrece a Empresas, éstas no suelen solicitar el servicio de IR, siendo los usuarios más habituales los investigadores y becarios de los Departamentos de Química Orgánica e Inorgánica.

Caracterización de polímeros

La técnica de GPCV se basa en la utilización de un cromatógrafo de permeación de gel y se utiliza para la caracterización de polímeros a alta temperatura mediante cromatografía líquida, utilizando dos detectores: refractómetro y viscosímetro.

Laboratorio de reacciones peligrosas

Existe una demanda creciente de lugares que posean las medidas de seguridad necesarias para realizar ciertas reacciones que, en un ambiente de laboratorio común, resultarían peligrosas. Por ello, se ha dotado a este Servicio de un laboratorio independiente del edificio general, con instalaciones adecuadas para la realización de tales experimentos. El laboratorio dispone de: i) líneas de gases con hidrógeno de alta y media presión, etileno, propileno, argón, cloruro de hidrógeno, y monóxido de carbono; ii) Varias campanas de extracción para el trabajo que requiera el aislamiento de la reacción del medio de trabajo; iii) Detectores de fuga de alta sensibilidad para los gases más peligrosos con los que se trabaja, y detectores de presión para monitorizar la presión en la línea de gas, antes de que ésta se quede vacía.

Además, el edificio posee cámaras con diseño antideflagración, para la instalación de autoclaves para hidrogenaciones a alta y media presión. Todos los gases están instalados en una caseta exterior como exige la normativa vigente de Seguridad e Higiene. En los últimos años se han mejorado estas instalaciones, con financiación del Servicio de Seguridad e Higiene y del propio CAI. Dadas sus características, este servicio sólo se ofrece a los investigadores de la UA, siendo los usuarios pertenecientes a los Departamentos de Química Orgánica y de Química Inorgánica.

El Centro y sus técnicos se encargan de la supervisión, mejoras y cuidado de este laboratorio y paga una revisión anual de las líneas de gases de la instalación que lleva a cabo AIR LIQUIDE ESPAÑA, SA.

Depósito de nitrógeno líquido

Los Departamentos y grupos de investigación de Farmacia, Medicina y Ciencias son los usuarios principales de este servicio.

V. CONTRATOS DE INVESTIGACIÓN

Existen contratos para la realización de análisis y estudios de espectrometría de masas con la Universidad Rey Juan Carlos y con la empresa Química Sintética.

VI. PUBLICACIONES Y OTROS RESULTADOS

El Centro no realiza investigación propiamente dicha, pero sus análisis sirven a un buen número de investigadores de las áreas de Química Orgánica e Inorgánica fundamentalmente, que publican en prestigiosas revistas internacionales de sus respectivas especialidades.

VII. OTROS ÍNDICES VALORABLES

Se han realizado 597 muestras de Análisis Elemental, 731 muestras de Espectrometría de Masas y 49 muestras de GPC, la mayor parte para usuarios internos y un pequeño porcentaje para universidades de la CAM y para varias empresas químicas de nuestro entorno. Esto supone un fuerte apoyo a la investigación por parte de este servicio, para los grupos y líneas de investigación más productivas de nuestros centros, fundamentalmente de los departamentos de química, y una colaboración importante con las empresas químicas de nuestra área geográfica más próxima, un sector que está experimentando una fuerte expansión en el corredor del Henares.