

Determinación de azufre en naftas y disolventes muy volátiles mediante inyección refrigerada en el sistema TS-5000V

1. Objeto de estudio

El presente trabajo describe el desarrollo de una aplicación para la determinación de azufre en **naftas y disolventes orgánicos con punto de ebullición cercano a la temperatura ambiente**, empleando inyección refrigerada.

El estudio se centró específicamente en **isopentano (2-metilbutano)**, cuyo punto de ebullición es aproximadamente 30°C. Debido a su elevada volatilidad, la muestra tiende a evaporarse durante el muestreo a temperatura ambiente, lo que puede afectar la exactitud del análisis.

Para evitar pérdidas por volatilización, se implementó un sistema de enfriamiento subambiente tanto del vial como de la jeringa de muestreo.

El objetivo fue:

- Determinar la concentración de azufre en isopentano.
- Comparar los resultados obtenidos mediante medición manual y medición automática.
- Evaluar la reproducibilidad de ambos sistemas.

El análisis se realizó utilizando el [analizador de trazas de azufre TS-5000V de Nittoseiko Analytech](#).

2. Instrumentos utilizados

2.1 Sistema analítico

El sistema empleado estuvo compuesto por:

- **TS-5000V (configuración común):**
 - Horno vertical VF-500
 - Detector de azufre SD-500
- **Sistema de medición manual:**
 - Inyector de volumen constante CRI-500V
- **Sistema de medición automática:**
 - Automuestreador líquido ASC-550L
 - Controlador de temperatura de muestra líquida STC-500L

El módulo STC-500L permitió mantener:

- Rack de muestras: 15 °C
- Jeringa de inyección: 15 °C

2.2 Principio de medición

El método empleado fue **pirólisis oxidativa y detección por Fluorescencia Ultravioleta**.

El procedimiento descrito en el documento original consiste en:

1. La muestra es introducida en el tubo de reacción mediante gas argón (Ar) como gas portador.
2. En el horno a alta temperatura, y en presencia de oxígeno (O₂), los compuestos de azufre se oxidan completamente.
3. El azufre se transforma mayoritariamente en dióxido de azufre (SO₂).



4. El agua generada durante la combustión es eliminada.
5. El SO₂ es excitado por una lámpara pulsada de xenón (190–230 nm).
6. El SO₂ excitado (SO₂^{*}) retorna a su estado fundamental emitiendo fluorescencia (300–400 nm).
7. La señal es detectada mediante un tubo fotomultiplicador (PMT).
8. El valor acumulado del área de la señal se correlaciona con la cantidad absoluta de azufre (ng).

3. Pruebas realizadas

3.1 Preparación de muestra

Se preparó una solución patrón añadiendo **disulfuro de dibutilo (DBDS)** a isopentano, obteniendo una concentración aproximada de:

1 µg/mL de azufre

Se realizó calibración con DBDS en los siguientes niveles:

- 0 ppm
- 0,5 ppm
- 1 ppm
- 2 ppm

3.2 Condiciones analíticas

Temperaturas del horno:

- Entrada (T1): 900 °C
- Salida (T2): 1000 °C

Gases:

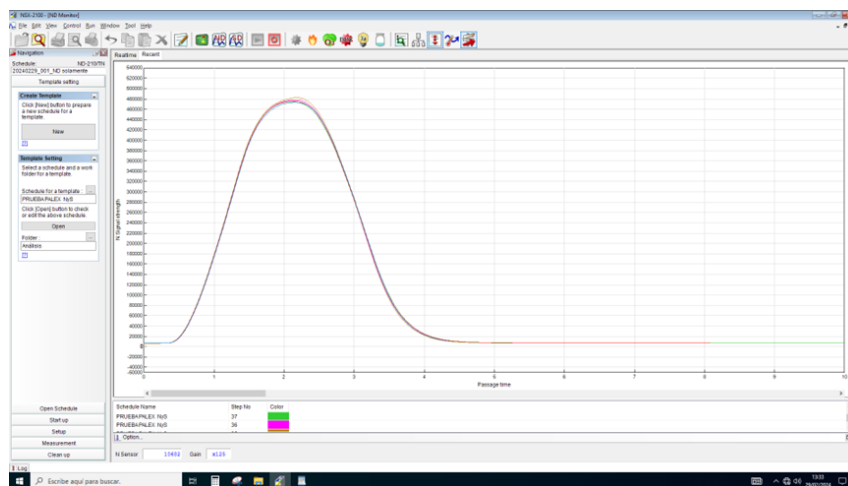
- Argón: 99,995 %
- Oxígeno: 99,7 %
- Argón purga: 99,995 %

Flujos:

- Argón: 100 mL/min
- Oxígeno: 500 mL/min
- Argón purga: 500 mL/min

Condiciones de análisis:

- Volumen de inyección: 90 µL
- Número de réplicas: 5



Temperatura	Entrada T1	900 °C
	Salida T2	1000 °C
Gases	Argon	99,995 %
	Oxígeno	99,7 %
	Argon Purga	99,995 %
Flujos	Argón	100 mls/minuto
	Oxígeno	500 mls/minuto
	Argón	500 mls/minuto
STL-500L	Rack	15 °C
	Jeringa	15 °C
Análisis	90 microlitros	5 replicas
Calibrado	DBDS	0, 0.5, 1, 2 ppm

Nittoseiko Analytech

3.3 Comparación manual vs automático

Se analizaron cinco réplicas de la solución DBDS/isopentano (1 µg/mL-S) mediante:

- Sistema manual CRI-500V
- Sistema automático ASC-550L + STC-500L

Resultados obtenidos

Sistema manual (CRI-500V):

- Valores obtenidos: 0,86 – 0,99 µg/mL
- RSD: 5,5 %
- Concentración media aproximada: 0,91 µg/mL

Sistema automático (ASC-550L + STC-500L):

- Valores obtenidos: 0,89 – 0,93 µg/mL
- RSD: 1,8 %
- Concentración media aproximada: 0,90 µg/mL

Modo analítico	Patrón Isopentano (µg/ml)		RSD %
	Concentración	Media	
CRI-500V	0,86	0,93	5.5
	0,99		
	0,96		
	0,95		
	0,91		
ASC-550L STC-500L	0,93	0,90	1.8
	0,91		
	0,89		
	0,90		
	0,89		

4. Conclusión

A partir de los resultados, se concluye que:

- Existe buena concordancia entre la concentración determinada mediante el sistema manual y el sistema automático.
- La reproducibilidad mejora significativamente con el sistema automático refrigerado (RSD 1,8 %) frente al sistema manual (RSD 5,5 %).
- El control subambiente de 15 °C aplicado al vial y a la jeringa reduce la volatilización del isopentano durante el muestreo.
- El método de pirólisis oxidativa con detección por fluorescencia UV del TS-5000V permite una determinación fiable de azufre en disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición.

Por tanto, la combinación del analizador TS-5000V con el sistema automático ASC-550L y el controlador térmico STC-500L constituye una solución adecuada para el análisis de azufre en matrices altamente volátiles.

Autor: Julio Cruces

Dpto. Comercial - instrumentación analítica, s.a.

Febrero 2026