



UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID
ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR
DE
INGENIEROS DE MINAS

Ríos Rosas, 21
28003 MADRID.

DEPARTAMENTO DE
INGENIERÍA QUÍMICA Y COMBUSTIBLES

PROGRAMA DE LA ASIGNATURA
ANÁLISIS INSTRUMENTAL

Curso : 3º
Cuatrimestre : 2º
Carácter : Optativa

Créditos totales
Teóricos : 1,5
Prácticos : 3

PLAN DE ESTUDIOS 1996

Edición 1: 1999.09.20

ANÁLISIS INSTRUMENTAL: PROGRAMA

a) OBJETIVOS Y CONTENIDOS

BLOQUE 1: Quimiometría y principios básicos del análisis instrumental

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- 1.1 Conocer los distintos aspectos que influyen en la elección de un determinado método de análisis.*
- 1.2 Conocer los aspectos fundamentales del muestreo.*
- 1.3 Aplicar los aspectos fundamentales de la teoría general de muestreo de materiales a granel.*
- 1.4 Comprender los diferentes métodos de preparación de la muestra y el concepto de especiación.*
- 1.5 Aplicar los diferentes métodos de preparación y disgregación de la muestra.*
- 1.6 Comprender los distintos modos de calibración, sus diferencias, ventajas e inconvenientes.*
- 1.7 Comprender los conceptos de exactitud, precisión, repetibilidad y reproductibilidad y de límite de detección.*
- 1.8 Comprender los principios básicos de la espectroscopía de absorción y de emisión.*
- 1.9 Comprender la ley de Beer y aplicarla en función de diferentes objetivos.*
- 1.10 Conocer la clasificación general de los distintos equipos de análisis en función de la señal que procesan.*
- 1.11 Comprender el esquema general de los distintos tipos de espectrofotómetro y las ventajas e inconvenientes de los diferentes tipos que se utilizan.*

CONTENIDOS:

1.1: TOMA Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

- Teoría de Visman para muestreo de materiales de granel.
- Relación entre varianza y reducción de la muestra.
- Extracción. Disgregación. Especiación.

1.2: CUANTIFICACIÓN ANALÍTICA

- Principios básicos de la calibración.
- Conceptos de precisión, exactitud y límite de detección.

1.3: FUNDAMENTOS ESPECTROSCÓPICOS

- Ley de Beer.
- Principales tipos de espectrómetros y sus componentes.

BLOQUE 2: Técnicas espectroscópicas: Absorción Atómica (AAS), Emisión Atómica (AES), Ultravioleta-Visible (UV) e Infrarrojos (IR).

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- 2.1 *Comprender los fundamentos químico-físicos de los procesos de absorción y emisión atómica y de los diferentes procesos de absorción molecular en Ultravioleta-Visible e Infrarrojos.*
- 2.2 *Comprender el esquema general de los espectrofotómetros de Absorción Atómica (AAS), Emisión Atómica (AES), Ultravioleta-Visible (UV) e Infrarrojos (IR).*
- 2.3 *Analizar las ventajas e inconvenientes de las distintas configuraciones de cada uno de los equipos de análisis utilizados en estas técnicas.*
- 2.4 *Conocer los campos de aplicación de cada una de las técnicas, sus ventajas e inconvenientes frente a otras técnicas de análisis.*
- 2.5 *Analizar la configuración del equipo más adecuada para la solución de distintos problemas.*
- 2.6 *Analizar la configuración de diferentes equipos utilizados en control de procesos.*

CONTENIDOS:

2.1: ABSORCIÓN ATÓMICA.

- Esquema básico de un equipo de Absorción Atómica.
- Modos de disociación de la muestra.
- Interferencias.
- Fotometría de llama.
- Aplicaciones.

2.2: EMISIÓN ATÓMICA.

- Esquema básico de un equipo de Emisión de Plasma.
- Tipos de fuente y modos de excitación de la muestra.
- Tipos de instrumentos, ventajas e inconvenientes.
- Emisión de Plasma – Espectrometría de Masas.
- Aplicaciones.

2.3: ULTRAVIOLETA VISIBLE.

- Especies químicas absorbentes: que contienen electrones σ , π y n, que contienen electrones d y f, por transferencia de carga.
- Instrumentación.
- Aplicaciones.

2.4: INFRARROJOS.

- Fundamentos del método. Cambios dipolares y tipos de vibraciones moleculares.
- Características de los equipos de infrarrojos. Instrumentación.
- Espectrofotómetros interferométricos.
- Aplicaciones e interpretación de los resultados.

BLOQUE 3: Otras técnicas: Cromatografía y Espectrometría de Masas

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- 3.1 *Comprender los fundamentos químico-físicos de la cromatografía y de la espectrometría de masas.*
- 3.2 *Conocer las diferentes técnicas cromatográficas.*
- 3.3 *Comprender el esquema general de un cromatógrafo de gases (GC), de líquidos de alto rendimiento (HPLC) y de un espectrofotómetro de masas (MS).*
- 3.4 *Conocer y comprender los diferentes sistemas de inyección de muestra, tipos de columna y detectores utilizados en cromatografía.*
- 3.5 *Analizar las ventajas e inconvenientes de la utilización de cromatógrafos como transductores de concentración en control de procesos.*
- 3.6 *Conocer los campos de aplicación de las diferentes técnicas cromatográficas, solas o en conjunción con otras técnicas analíticas.*
- 3.7 *Analizar el espectro de masas de un compuesto.*
- 3.8 *Conocer las aplicaciones de la espectrometría de masas al análisis cualitativo, cuantitativo y de determinación de pesos moleculares*
- 3.9 *Conocer las aplicaciones de las diferentes asociaciones de la espectrometría de masas con otras técnicas analíticas.*
- 3.10 *Analizar cuál es el tipo de espectrómetro de masas más adecuado para cada aplicación.*

CONTENIDOS:

3.1: CROMATOGRAFÍA.

- Tipos de cromatografía.
- Cromatografía de gases. Fundamentos y equipo. Detectores.
- Cromatografía de líquidos y cromatografía iónica.
- Aplicaciones.

3.2: ESPECTROMETRÍA DE MASAS.

- Fundamentos de la espectrometría de masas.
- Equipos. Tipos y principales características. Analizadores de masas magnéticos y otros analizadores.
- El espectro de masas. Interpretación.
- Análisis cuantitativo. La dilución isotópica.
- Aplicaciones y conexión con otras técnicas.

BLOQUE 4: Técnicas analíticas de rayos X.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- 4.1 *Conocer los diferentes métodos analíticos que utilizan rayos X: fluorescencia de rayos X (XRF), difracción de rayos X (XRD), microscopio electrónico de barrido (SEM) y microsonda electrónica (MXA).*
- 4.2 *Comprender los fundamentos y las diferencias existentes entre los diferentes métodos analíticos que utilizan rayos X.*
- 4.3 *Conocer la notación que se utiliza para distinguir entre las diferentes líneas de emisión en rayos X.*
- 4.4 *Conocer el esquema general de los diferentes equipos analíticos.*
- 4.5 *Decidir cómo deben prepararse las muestras para análisis en los diferentes métodos*

- 4.6 *Comprender las diferencias entre los equipos dispersores de longitudes de onda, los dispersores de energía y los no dispersivos.*
- 4.7 *Comprender el funcionamiento de los principales detectores utilizados en XRF*
- 4.8 *Conocer las principales aplicaciones, las limitaciones y los factores que intervienen en la interpretación de los resultados de un análisis para cada una de las diferentes técnicas*

CONTENIDOS:

4.1: DIFRACCIÓN DE RAYOS X

- Fundamentos. Ley de Bragg.
- Instrumentación. Aplicaciones e interpretación de los resultados analíticos.

4.2: FLUORESCENCIA DE RAYOS X

- Fundamento. Notación y selección de las líneas para análisis.
- Instrumentación. Tipos de equipos.
- Aplicaciones e interpretación de resultados.

4.3: MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

- Microscopio electrónico de barrido. Instrumentación. Aplicaciones y limitaciones.
- La sonda electrónica.

b) BIBLIOGRAFÍA

BÁSICA:

- EWING, G.W., 1978. Métodos Instrumentales de Análisis Químicos. McGraw Hill.
- LLAMAS, J.F. y DE MIGUEL, E., CANOIRA, L. 1998. Quimiometría y Métodos Instrumentales de Análisis. ETSI Minas, Madrid.
- LLORENTE, E., LLAMAS, J.F. y DE MIGUEL, E., 1999. Apuntes sobre disgregación. ETSI Minas, Madrid.
- SKOOG, D.; WEST, D.; HOLLER, F.J., 1995. Química Analítica, 6ª Ed. McGraw-Hill.
- SKOOG, D.; WEST, D., 1994. Análisis Instrumental. McGraw-Hill.

COMPLEMENTARIA:

- BORMAN, S.A., 1982. Instrumentation in Analytical Chemistry. American Chemical Society.
- BUTLER, L.R.P., 1985. Analytical Chemistry in the Exploration, Mining and Processing of Materials. Blackwell Sci. Publ.
- DAY, R.A., UNDERWOOD, A.L., 1991, Quantitative Analysis, 6ª Ed. Prentice Hall.
- INGAMELLS, C. Y PITARD, F., 1986. Applied Geochemical Analysis. Wiley Interscience.
- MILLER, J.C. y MILLER J.N., 1993. Statistics for Analytical Chemistry. Ellis Horwood PTR Prentice Hall.

c) PRÁCTICAS EN GRUPOS REDUCIDOS

Realización de un proyecto en grupos de 3 a 5 alumnos. Elección libre (supervisada) del objeto del proyecto por parte de los alumnos. Duración y organización del trabajo: flexible.

Relación de contenidos

Cualquiera de los del curso

Lugar de realización

Campo, laboratorio y aula

d) PROCEDIMIENTO DE EVALUACIÓN

Los alumnos, en pequeños grupos, realizaran su proyecto de prácticas que deberán exponer ante el gran grupo.

Los alumnos que hayan cumplido el requisito anterior realizarán un ejercicio teórico-práctico al final del curso.

La calificación será la resultante del ejercicio teórico-práctico. En el caso de que el alumno no supere la prueba, tendrá la oportunidad de mejorar su calificación realizando un ejercicio de aplicación de las partes que no haya superado a partir de los resultados reales obtenidos en su proyecto de prácticas. En aquellos casos en los que el alumno supere la prueba, la calificación será corregida al alza en función de los resultados obtenidos en el proyecto de prácticas.