

Universidad de San Carlos de Guatemala  
Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia  
Escuela de Química  
Departamento de Fisicoquímica

PROGRAMA DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL III  
Código 71355

1. Información general del curso

1.1 Nombre del curso:	Análisis Instrumental III	Código del curso: 71355
1.2 Ciclo:	Séptimo	
1.3 Número de créditos:	4 (cuatro) créditos: 2 horas de teoría a la semana 3 horas de laboratorio a la semana	
1.4 Requisitos:	Análisis Instrumental II (Q)	
1.5 Carrera a la que sirve:	Química	
1.6 Nombre del docente:	Lic. Rony Estuardo Ayala Jiménez	
1.7 Nombre del auxiliar de cátedra:	Lic. Rony Estuardo Ayala Jiménez	
1.8 Fecha de inicio:	19 de enero de 2015	
Fecha de finalización:	8 de mayo de 2015	
1.9 Horario de teoría:	Lunes de 18:00 a 19:00 y Martes de 16:00 a 17:00 horas (Teoría)	
Horario de prácticas de laboratorio:	Martes de 17:00 a 20:00 horas (Laboratorio)	
1.10 Ciclo y fecha:	Séptimo, 1er. Semestre de 2015 (20 de enero a 8 de mayo de 2015)	
1.11 Aulas:	Salón 301, Edificio T-11; Laboratorio de Fisicoquímica, Edificio T-12, 2do. Nivel.	

2. Descripción del curso

El curso abarca el estudio de los principios físicos y químicos de las técnicas instrumentales de análisis para la elucidación y caracterización de elementos y compuestos químicos en materiales simples y compuestos de origen biológico, mineral y sintético, como plantas, alimentos, suelos, agua, aire, medicamentos, materias primas para la industria, procesos y productos terminados. Se cubre las técnicas más modernas de análisis instrumental como espectrometría de rayos X (fluorescencia y difracción de rayos X), espectrometría de masas y resonancia magnética nuclear.

3. Objetivos generales y específicos

3.1 Objetivos generales

3.1.1 Estudiar los fundamentos teóricos y las aplicaciones en Química Analítica de la espectrometría de rayos X (fluorescencia y difracción).

3.1.2 Estudiar los fundamentos teóricos y las aplicaciones en Química Analítica de la espectrometría de masas y de la resonancia magnética nuclear.

3.1.3 Estar en capacidad de resolver una muestra problema usando las técnicas espectroscópicas y espectrométricas estudiadas.

### 3.2 Objetivos específicos

3.2.1 Estudiar los espectros de rayos X (de fluorescencia y de difracción) y su relación con la composición elemental y la estructura molecular de las sustancias, así como su utilidad en el estudio de sistemas cristalinos orgánicos e inorgánicos.

3.2.2 Estudiar los espectros de masas y su interpretación para la identificación y caracterización de compuestos químicos (orgánicos e inorgánicos), productos naturales, metales y aleaciones.

3.2.3 Estudiar los espectros de resonancia magnética nuclear y su interpretación para la elucidación de estructuras y para la caracterización de compuestos orgánicos.

3.2.4 Conocer los componentes fundamentales de los aparatos utilizados en las técnicas siguientes: fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X, espectrometría de masas y resonancia magnética nuclear. Entender los principios físicos y químicos de su funcionamiento.

### 4. Metodología

- a) Conferencias magistrales
- b) Prácticas de laboratorio
- c) Trabajo de investigación teórico-practico
- d) Revisión y presentación de artículos científicos
- e) Exámenes

- a) Las conferencias estarán a cargo del profesor y serán dos veces por semana con una duración de 60 minutos cada una.
- b) El trabajo de investigación aplicada se asignará a inicios del curso. Su realización requerirá de un proyecto escrito cuya parte experimental se llevará a cabo durante el semestre. Al finalizar el estudiante presentará un informe final.

- c) Las prácticas de laboratorio tendrán una duración de tres horas, una vez por semana. Es necesario un mínimo de 90% de asistencia a las prácticas para tener derecho a nota de laboratorio.
- d) Los exámenes parciales serán efectuados en las fechas programadas por la Facultad, salvo causa de fuerza mayor y que sea acordado e informado con suficiente anticipación.
- e) Los artículos científicos serán revisados por el profesor; luego de su aprobación, los estudiantes deberán presentarlo en forma verbal a sus compañeros; de ser necesario deberá hacer la traducción respectiva.

#### 5. Programación de actividades académicas

Unidades	Contenido detallado por cada Unidad	Actividades a realizar	Calendarización de las actividades	Modalidad de evaluación
I. INTRODUCCIÓN	Rol de la espectrometría de rayos X en el campo de las técnicas analíticas nucleares. Ventajas del análisis espectroquímico por fluorescencia de rayos X. Sistemas dispersivos en energía versus sistemas dispersivos en longitud de onda.		Enero 19 y 20	Clases magistrales, ejercicios, comprobación de lectura y exámenes
II. ESPECTROMETRIA DE RAYOS X	Emisión de espectros característicos de rayos X. Estados electrónicos, energías críticas de excitación, líneas características y reglas de selección, series espectrales, ley de Moseley, intensidad de líneas, producto fluorescente. Atenuación de rayos X. Absorción fotoeléctrica, aristas de absorción, ley de Bragg-Pierce, saltos de absorción y factores de salto. Dispersión de rayos X y efecto Compton, dispersión incoherente y coherente. Componentes de los espectrómetros de rayos X: descripción y funcionamiento. Cálculo de las intensidades teóricas fluorescentes. Calibración de un espectrómetro de rayos X en geometría de 45 grados por parámetros físicos fundamentales, métodos de cuantificación utilizando muestras finas, transparentes y		Enero 26 y 27 Febrero 2, 3, 9, 10, 16 y 17 Primer examen parcial (Feb 9-20)	Clases magistrales, ejercicios, comprobación de lectura y exámenes

	<p>gruesas. Análisis y deconvolución de espectros por software. Aplicaciones para el análisis de muestras sólidas, minerales, muestras líquidas y objetos.</p> <p>Reflexión total de rayos X: conceptos y definiciones. Fondo espectral, relación señal/ruido, formas de reducir el fondo espectral, ángulo crítico, profundidad de penetración, excitación en geometría de reflexión total de rayos X, descripción y funcionamiento de los componentes del espectrómetro de rayos X en geometría de reflexión total. Aplicaciones para el análisis de trazas y ultratrazas.</p>			
III. DIFRACCION DE RAYOS X	<p>Introducción a la difracción de la luz, difracción de rayos X, Ley de Bragg, celda unitaria, parámetro de celda, índices de Miller, interpretación de difractogramas, método de cristal rotativo, método de Laue, método de polvo en cámara Debye-Scherrer. Componentes de un difractómetro de polvo. Componentes de los instrumentos ópticos. Fuentes de radiación.</p>		<p>Febrero 23 y 24; Marzo 2, 3 y 9</p> <p>Segundo examen parcial (Mar 2 -13)</p>	<p>Clases magistrales, ejercicios, comprobación de lectura y exámenes</p>
IV. ESPECTROMETRIA DE MASAS	<p>El espectrómetro de masas, sus componentes y operación. Técnicas de introducción de la muestra, técnicas de ionización (impacto de electrones, ionización química, bombardeo de átomos rápidos, desorción de matriz asistida por láser). Analizadores de masas: magnéticos, electromagnéticos (incluye cuadrupolo), tiempo de vuelo, trampa de iones. El detector del EM. Resolución de masas en los espectrómetros magnéticos y cuadrupolo. Técnicas híbridas: MS-MS, GC-MS, HPLC-MS, sistemas de introducción de muestra. Espectrometría de masas en la determinación de isótopos estables y radioactivos. Aplicaciones de la espectrometría de masas en el análisis químico: metalurgia, química orgánica, geoquímica.</p>		<p>Marzo 10, 16 y 17</p>	<p>Clases magistrales, ejercicios, comprobación de lectura y exámenes</p>

	Semana Huelga de Dolores		Marzo 23 a 27	
	Receso de Semana Santa		Marzo 30 a Abril 3	
V. RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR	Introducción a la resonancia magnética nuclear. Número cuántico de spin nuclear, número cuántico magnético, átomos RMN en dominio de frecuencia, RMN pulsada en dominio de tiempo con transformada de Fourier, experimentos en RMN. Componentes de los espectrómetros de resonancia magnética nuclear.		Abril 6, 7, 13 y 14  Tercer examen parcial (Abr 20-30)	Clases magistrales, ejercicios, comprobación de lectura y exámenes
	Presentación de artículos científicos.		Mayo 20, 21, 27 y 28	

## 6. Evaluación

<i>Actividad de evaluación</i>	<i>Punteo Neto</i>	<i>% de la nota final</i>
Primer parcial	15	15%
Segundo parcial	13	13%
Tercer parcial	11	11%
Trabajo de investigación	10	10%
Prácticas de laboratorio	18	15%
Revisión y presentación de artículo científico	03	4%
<i>Zona</i>	70 puntos	70%
<i>Examen Final</i>	30 puntos	30%

**Nota: La NOTA DE PROMOCION es de Sesenta y un (61) puntos como mínimo, de acuerdo al Artículo No. 46 del Reglamento de Evaluación y Promoción Estudiantil de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia.**

## PRÁCTICAS DE LABORATORIO

No.	Nombre de la práctica
1.	Uso, cuidado y operación del espectrofotómetro de rayos X.
2.	Calibración en energías del espectrómetro de rayos X e identificación de las líneas espectrales.

3.	Análisis cualitativo de una muestra conocida y de una muestra problema.
4.	Calibración teórica de un espectrómetro de rayos X en geometría de 45 grados.
5.	Excitación en geometría de reflexión total de rayos X para el análisis de trazas.
6.	Calibración del espectrómetro de reflexión total de rayos X.
7.	Métodos de cuantificación utilizando muestras finas, transparentes y gruesas.
8.	Aplicaciones para el análisis de muestras sólidas, minerales, muestras líquidas y objetos.
9.	El espectrómetro de masas y sus componentes.
10.	Análisis e identificación de compuestos orgánicos por espectrometría de masas y cromatografía de gases.
11.	Realización del trabajo de investigación teórico-práctico.

## BIBLIOGRAFÍA

### Libros guía recomendados:

- R.E. Ayala Jimenez, Espectrometría de Rayos X Dispersiva en Energía, Fundamentos y Aplicaciones. Ayala&Jimenez Editores. Guatemala, 2006.
- A.A. Markowicz, Handbook of X-Ray Spectrometry: Methods and Techniques (R. E. Van Grieken and A.A. Markowicz, Ed.) Marcel Dekker, Inc. New York, 1993.
- E. P. Bertin. Principles and practice of x-ray spectrometric analysis, Plenum Press, New York, 1975.
- Tertian R. Claisse F. Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis. Heyden & Son Ltd. 1982 UK.
- Skoog A Leary J. Análisis Instrumental. Madrid: Editorial McGraw Hill, 1994.
- Willard, Hobart II, Morriet, Jr. Leyne L. & Dean John A. Métodos Instrumentales de Análisis. Traducción de la 7a. Edición 1988. México: Grupo Editorial Iberoamericano, 1991.

### Otros libros:

1. Ayres Gilbert H. Análisis Químico Cuantitativo. Harper & Row Publishers Inc. 1970.
2. Meclan, Clifton W.Y. Kiser, Robert W. Problemas y experimentos de Análisis Instrumental. Editorial Reverté Mexicana, S.A. 1973.
3. Pecksok, Robert L. Y Shield L. Donald. Métodos Modernos de Análisis Químico. Editorial Limusa, Wiley, S.A. 1971.
4. Strobel, Howard A. Instrumentación Química. Editorial Limusa, Wiley, S.A. 1971.
5. Creswell C., Runquist A. Campbell M. Análisis Espectral de Compuestos Orgánicos. Editorial Diana, 1979.
6. Senenk G., Hahn R., Harkopf A. Química Analítica Cuantitativa. Editorial CECSA, 1984.

REAJ/reaj