

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA  
CENTRO REGIONAL DE OCCIDENTE  
RECINTO UNIVERSITARIO DE GRECIA

*Fco. Fernández*

CURSO DE TECNICAS INSTRUMENTALES LQ-002  
II SEMESTRE DE 1992

OBJETIVOS GENERALES

- 1- Conocer los diferentes métodos de análisis cuantitativo. (clásicos e instrumentales).
- 2- Conocer los componentes principales del instrumento típico analítico y las operaciones más comunes de los métodos de análisis cuantitativo.
- 3- Reconocer las limitaciones y ventajas de algunos métodos de análisis.
- 4- Aplicar diversas técnicas instrumentales en análisis químico mediante prácticas semanales.

CURSO DE TECNICAS INSTRUMENTALES  
LQ-002, LQ-003  
REGLAMENTO DE EVALUACION

**I TEORIA**

2 exámenes cortos.....30%  
3 exámenes parciales.....70%

**II LABORATORIO**

Quices de laboratorio.....40%  
Informes de laboratorio.....40%  
Trabajo de laboratorio.....20%

**III OBSERVACIONES**

1- El estudiante que pierda un examen corto, parcial o cualquier forma de evaluación se le adjudicará un punto (1.0) de nota.

Salvo casos de fuerza mayor debidamente comprobados, se repetirá la prueba.

2- La nota mínima de aprobación del curso es de siete (7,0).

**IV LABORATORIO**

1- Es requisito indispensable asistir a todas las sesiones de Laboratorio.

2- No habrá reposición de prácticas de Laboratorio.

3- La nota mínima de aprobación del curso es de siete (7,0).

4- Los quices de Laboratorio se realizarán al inicio de la práctica.

5- Cada estudiante deberá presentar un informe de la práctica realizada, en la siguiente sesión de Laboratorio, Después de esta fecha no se aceptará ningún informe y se adjudicará un uno (1.0) de nota.

6- Es obligación del estudiante traer al laboratorio, gabacha, fósforos, 2 limpiadores, etiquetas, marcadores y demás materiales que se le solicite para el trabajo de Laboratorio.

**QUEDA TERMINANTEMENTE PROHIBIDO COMER Y FUMAR DENTRO DEL LABORATORIO.**

SEMANA	TEORIA	EXAMENES	LABORATORIO
03-08 AGOSTO	I UNIDAD Espectrofotometría U.V.-Visible		-Entrega de gavetas y materiales.
10-15 AGOSTO			-Feriado
17-22 AGOSTO			-Balanza Analítica.
24-29 AGOSTO			-Calibración de aparatos volumetricos.
31-05 AGO-SET	II UNIDAD Fluorescencia molecular		-Preparación de soluciones amortiguadoras.
07-12 SETIEM		I Examen corto Und I y II	-Det. densidad de bebidas alcohólicas
14-19 SETIEM	III UNIDAD Absorción Atómica		-Det. de manganeso en aguas.
21-26 SETIEM			-Det. colorimétrica de fósforo en fertilizantes.
28-03 SET-OCT	Fotometría de Llama		-Det. de Acido Acetil Salicílico por U.V.
05-10 OCTUBR		I Examen Parcial Und I, II y III	-Libre
12-17 OCTUBR	Feriado		-Det. de Quinina por Fluorescencia.
19-24 OCTUBR	IV UNIDAD Polarimetría		-Análisis de Calcio por A.A.
26-31 OCTUBR	V UNIDAD Refractometría		-Análisis de Na en orina por emisión.

SEMANA	TEORIA	EXAMENES	LABORATORIO
02-07 NOVIEM	VI UNIDAD Potenciometría	II Examen Corto. Und IV y V	-Análisis pola - rimétrico de Sa- carosa y Glucosa
09-14 NOVIEM			-Det. de mezcla Agua-Glicirina por refractome - tría.
16-21 NOVIEM	VII UNIDAD Cromatografía de Gases	II Examen Parcial. Und IV, V, VI	-Det. Potenciomé- trica de una mezcla Cl- y I-.
23-28 NOVIEM			-Análisis cuanti- tivo por Cromo - tografía de gas.
30-05 NOV-DIC		III Examen Parcial. Und VII	-Devolución de gavetas.

TECNICAS INSTRUMENTALES DE ANALISIS  
UNIDAD I

1- Introducción. Principios fundamentales.

1.1 Clasificación de los métodos de análisis cuantitativo.

1.2 Operaciones comunes a todos los métodos analíticos cuantitativos.

1.3 Ventajas y limitaciones de los métodos químicos e instrumentales.

1.4 Instrumentos analíticos.

2- La radiación electromagnética y sus interacciones con la materia.

2.1 Propiedades de la radiación electromagnética.

2.2 La interacción de la radiación con la materia.

2.3 El proceso de absorción en la región visible y ultravioleta.

2.3.1 Ley de Beer y sus limitaciones de aplicación.

2.3.2 Espectro de absorción y curva de calibración.

2.3.3 Aplicaciones de la ley de Beer para una especie absorbente.

2.3.4 Aplicaciones de la ley de Beer para mezclas de sustancias absorbentes.

3- Instrumentación

3.1 Componentes fundamentales en un instrumento para medidas de absorción.

3.1.1 Fuentes de radiación en el ámbito visible, ultravioleta e infrarroja.

3.1.2 Selección de bandas con filtros de absorción o de interferencia.

3.1.3 Monocromadores. Dispersión del haz con prismas o rejillas.

3.1.4 Contenedores para muestras y sus cuidados.

3.1.5 Detectores de radiación. Características de cada uno.

3.1.6 Fotómetros y espectrofotómetros. Características de algunos modelos de simple y doble haz.

3.1.7 Problemas de disolución, haciendo uso de la ley de Beer.

4- Aplicaciones de las medidas de absorción en la región visible y ultravioleta

4.1 Especies responsables de la absorción.

4.1.1 Absorción de la radiación de compuestos orgánicos.

4.1.2 Clases de transiciones, cambios espectrales, cromóforos orgánicos.

4.1.3 Análisis cualitativo.

4.1.4 Análisis cuantitativo, aplicación a especies absorbentes y no absorbentes.

4.1.5 Métodos diferenciales de precisión de absorción, alta, baja absorbancia y método de precisión.

## 4.2 Titulaciones fotométricas.

### UNIDAD II

## 5- Espectroscopia de fluorescencia molecular

### 5.1 Teoría de fluorescencia.

#### 5.1.1 Estados excitados.

5.1.2 Procesos de desactivación. Relajación vibracional, conversión interna y externa, fosforescencia, etc.

### 5.2 Variables que afectan la fluorescencia.

5.2.1 Rendimiento cuántico, eficiencia cuántica, fluorescencia y estructura, efecto estructural de la rigidez, temperatura y efecto del solvente, pH, oxígeno disuelto, concentración, etc.

### 5.3 Medición de la fluorescencia.

5.3.1 Componentes esenciales de un fluorómetro y espectrofluorómetro.

5.3.2 Lámparas: xenón y mercurio. Filtros y monocromadores, detectores y celdas usadas en flurometría.

### 5.4 Aplicaciones de la flurometría.

5.4.1 Análisis inorgánico: cationes, reactivos flurométricos y especies orgánicas.

5.4.2 Aplicaciones y problemas.

### UNIDAD III

## 6- Espectroscopia de Absorción Atómica (AA) y emisión de llama

### 6.1 Principios de absorción atómica.

#### 6.1.1 Espectros de absorción atómica.

6.1.2 Relaciones entre la espectroscopia de llama y la espectroscopia de absorción atómica.

### 6.2 Instrumentación.

6.2.1 Componentes básicos de un espectrofotómetro de absorción atómica.

6.2.2 Fuentes de radiación. Lámpara de descarga, lámpara de cátodo hueco, etc.

### 6.3 Mecanismo para la formación de vapor atómico.

#### 6.3.1 Perfiles de llama.

6.3.2 Tipos de quemadores: consumo total y premezcla.

6.3.3 Clases de oxidantes y combustibles usados en absorción atómica.

#### 6.3.4 Monocromadores y detectores usados.

6.3.5 Interferencias de aniones y cationes.

6.3.6 Técnica analítica en absorción atómica.

6.3.7 Problemas y aplicaciones.

### 6.4 Llamas y espectros de llama.

6.4.1 Temperaturas de excitación y perfiles de llama.

6.4.2 Emisión por el combustible.

6.4.3 Ionización de llamas; consecuencias de ésta: equilibrios de disociación.

6.4.4 Efectos de solventes orgánicos en el espectro de llama.

## 6.5 Instrumentación

- 6.5.1 Componentes básicos de un espectrofotómetro de llama.
- 6.5.2 Fuentes de llama; regulación de la velocidad de flujo de gas; atomizadores, quemadores.
- 6.5.3 Fotómetros y espectrofotómetros.

## 6.6 Análisis cuantitativo.

- 6.6.1 Errores en fotometría de llama; errores instrumentales de radiación por elementos extraños, interferencia de aniones y cationes, radiación de fondo.

## 6.7 Métodos en análisis cuantitativo.

- 6.7.1 Análisis basados en métodos de calibración.
- 6.7.2 Método de adición estándar.
- 6.7.3 Método de estándar interno.

## UNIDAD IV

### 7- Polarimetría

#### 7.1 Polarimetría y actividad óptica.

#### 7.2 Propiedades e interacciones de la radiación polarizada por la materia.

- 7.2.1 Cristales isotrópicos y anisotrópicos.
- 7.2.2 Rayo ordinario y extraordinario.
- 7.2.3 Prisma de Nicol.
- 7.2.4 Compuestos ópticamente activos.
- 7.2.5 Variables que afectan la rotación óptica; longitud de onda, temperatura, longitud de celda, densidad, etc.
- 7.2.6 Rotación específica.

#### 7.3 Instrumentación.

- 7.3.1 Componentes básicos de un polarímetro.
- 7.3.2 Fuentes de radiación.
- 7.3.3 Polarizador, analizador y media sombra.
- 7.3.4 Celdas.

#### 7.4 Aplicaciones de la polarimetría al análisis cualitativo, determinación estructural y análisis cuantitativo.

#### 7.5 Problemas.

## UNIDAD V

### 8- Refractometría.

#### 8.1 Principios generales.

- 8.1.1 Refracción específica y molar.

#### 8.2 Variables que afectan las medidas de los índices de refracción: temperatura, longitud de onda y presión.

#### 8.3 Instrumentación.

- 8.3.1 Angulo crítico y prismas de Amici.
- 8.3.2 Refractómetro de Abbe. Características.
- 8.3.3 Aplicaciones en refractometría: análisis cualitativo y cuantitativo.

## UNIDAD VI

- 9- Métodos potenciométricos.
  - 9.1 Generalidades.
    - 9.1.1 Electrodo metálicos de primero y segundo orden.
    - 9.1.2 Electrodo de membrana.
    - 9.1.3 Electrodo de vidrio, diagrama y composición.
    - 9.1.4 Error ácido y alcalino del electrodo de vidrio.
    - 9.1.5 Electrodo selectivos. De membrana líquida.
    - 9.1.6 Electrodo de estado sólido o precipitado.
  - 9.2 Potenciómetros.
  - 9.3 Aplicaciones.

## UNIDAD VII

- 10- Cromatografía de Gas-Líquido.
  - 10.1 Principios generales.
  - 10.2 El cromatograma y su interpretación.
  - 10.3 Instrumentación.
    - 10.3.1 Componentes fundamentales de un cromatógrafo.
    - 10.3.2 Gas de arrastre, características.
    - 10.3.3 Inyectores.
    - 10.3.4 Columnas. Tipos. Fase líquida y el soporte.
    - 10.3.5 Detectores. Clases.
    - 10.3.6 Análisis cualitativo y cuantitativo.

INSTRUCCIONES GENERALES PARA EL TRABAJO  
CONFECCIONES DE LA LIBRETA Y  
DEL INFORME DE LABORATORIO

Generalidades:

el alumno debe estudiar la teoría relacionada con el experimento que va a realizar, con el objeto de llegar a comprender los principios básicos del método de análisis. Así mismo debe estudiar las técnicas y el instrumental relacionado con cada tipo de análisis.

LIBRETA DE LABORATORIO

a- El cuaderno será revisado por el profesor al inicio de la práctica.

b- Si la libreta no se encuentra completa en los aspectos del laboratorio a efectuar, el alumno sufre una disminución en la nota del trabajo de ese día.

c- Todos los datos deben ser anotados en bolígrafo.

d- Las primeras tres hojas del cuaderno deben ser destinadas al índice.

e- Todas las páginas de la libreta deben estar numeradas.

En cada práctica debe anotarse:

1- Título de la misma.

2- Fecha de realización.

3- Número de la incógnita (si la hay).

4- Procedimiento de análisis. Escrito en forma resumida, tratamiento de la muestra y montaje o calibración de aparatos (si los hay).

5- Datos preliminares. Debe incluir fórmulas, ecuaciones, constantes o cualquier otro dato necesario para el buen desarrollo de la práctica.

6- Cuadro de datos experimentales. En éstos deben aparecer el título correspondiente y unidades e incertidumbres de cada medida realizada.

7- Cálculos. Se debe dejar un espacio prudente para que incluyan éstos, antes de iniciar la confección de la siguiente práctica.

INFORME DE LA LIBRETA

El informe debe redactarse en pasado y en forma personal. El informe debe entregarse en la siguiente sesión al laboratorio efectuado.

El informe debe de incluir los siguientes aspectos:

a-Portada de presentación: Debe aparecer el nombre del estudiante, carné, nombre de la práctica, No. de incógnita (si la hay), fecha de realización, unidad académica a la que pertenece.

b-Resumen: (no más de 10 líneas) que indique en que consistió la práctica, mencionando los objetivos de la misma, técnica empleada y resultados obtenidos.

c-Sección experimental: Aquí se incluyen los datos preliminares, reactivos usados, concentración de disoluciones, aparatos y modelos.

d-Datos experimentales: Deben reunir en cuadros con sus respectivos números (arábicos) y título respectivo. Los datos deben aparecer con sus respectivas incertidumbres absolutas.

e-Resultados: Se hace mención de No. de incógnita (si la hay), se reporta el promedio de los tres resultados (cuando lo amerite) con su incertidumbre y su desvío ppmil.

f-Discusión y conclusiones. Se puede:

1- presentar fuentes de error.

2- justificar a través de esas fuentes las diferencias obtenidas en los resultados

3- recomendaciones para eliminar las fuentes de error. Las conclusiones pueden ser personales, pero deben completarse con la bibliografía disponible sobre el tema tratado en la práctica.

g-Bibliografía: Se deben incluir al mínimo tres referencias.

1- Christian, G. Química Analítica. 2° Edición. Ed. Limusa, México, pp 185, 1984.

2- Skoog, D.A. y West, D.M. Introducción a la Química Analítica, Ed. Reverté, Barcelona, pp 335, 1975.

3-Babcock, K.I. Overstree, R. (1973), Science, 177, 686.

4- Prácticas de Laboratorio de Técnicas de Instrumentales. Universidad de Costa Rica, Centro Regional de Occidente, Recinto de Tacares, pp .

h-Apéndice:

1- Debe de incluir una muestra de los cálculos de las determinaciones verificadas, con sus respectivas incertidumbres absolutas y relativas y el desvío en ppmil.

2- Figuras (gráficos) si los hay, deben de ponerse con sus respectivos números (arábicos), con sus títulos e incertidumbres.

i-Cuestionario: Sólo si la práctica lo contiene.