
CONTENIDO

ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS DIVERSOS XVII

SÍMBOLOS FISICOQUÍMICOS XXI

1	INTRODUCCIÓN A LOS MÉTODOS INSTRUMENTALES	1
1.1	Términos Asociados al Análisis Químico	1
1.2	Clasificación de las Técnicas Instrumentales	2
1.3	Repaso de Consideraciones Importantes en los Métodos Analíticos	2
1.4	Funciones Básicas de la Instrumentación	7
1.5	Información Publicada de la Instrumentación Química	9
1.6	Consideraciones Importantes para Evaluar un Método Instrumental	11
	<i>Bibliografía</i>	12
	<i>Publicaciones Citadas</i>	12

2	MEDICIONES, SEÑALES Y DATOS	13
2.1	Introducción	13
2.2	Relación Señal-Ruido	13
2.3	Sensibilidad y Límite de Detección	14
2.4	Fuentes de Ruido	15
2.5	Técnicas para Acentuación de la Relación Señal-Ruido con Equipo Electrónico	17
2.6	Técnicas para Acentuación de la Relación Señal-Ruido con Programas Computacionales	20
2.7	Evaluación de Resultados	28
2.8	Exactitud y Calibración de los Instrumentos	31
2.9	Quimiometría	34
	<i>Problemas</i>	36
	<i>Bibliografía</i>	37
	<i>Publicaciones Citadas</i>	37

-
- 3** ELECTRÓNICA: FUNDAMENTOS Y APLICACIONES DE LOS DISPOSITIVOS DE ESTADO SÓLIDO 39
- 3.1 Componentes Semiconductores 39
 - 3.2 Amplificadores Operacionales 41
 - 3.3 Circuitos Digitales Primarios 48
 - 3.4 Desarrollo de los Circuitos Integrados (IC) 56
 - Problemas* 58
 - Bibliografía* 58
 - Publicaciones Citadas* 58
-
- 4** ANÁLISIS AUXILIADO POR COMPUTADORA 59
- 4.1 Introducción 59
 - 4.2 Equipo Electrónico de Organización por Computadora 62
 - 4.3 Circuitos para el Interfazo de las Microcomputadoras a los Instrumentos 67
 - 4.4 Programas para Organización de Computadora 84
 - 4.5 Representación de los Datos 84
 - 4.6 El Laboratorio Automatizado 86
 - Problemas* 93
 - Bibliografía* 94
 - Publicaciones Citadas* 94
-
- 5** INTRODUCCIÓN A LA ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN 95
- 5.1 Naturaleza de la Radiación Electromagnética 95
 - 5.2 El Espectro Electromagnético 97
 - 5.3 Niveles de Energía Atómica 98
 - 5.4 Niveles de Energía Electrónica Molecular 100
 - 5.5 Niveles de Energía Vibracional 104
 - 5.6 Efecto Raman 106
 - 5.7 Fuentes de Radiación Laser 108
 - 5.8 Comportamiento del Espín Nuclear 110
 - 5.9 Comportamiento del Espín Electrónico 112
 - 5.10 Niveles de Energía de los Rayos X 113
 - Bibliografía* 114
-
- 6** ESPECTROMETRÍA DE ULTRAVIOLETA Y RADIACIÓN: VISIBLE—INSTRUMENTACIÓN 115
- 6.1 Fuentes de Radiación 115
 - 6.2 Selección de la Longitud de Onda 118
 - 6.3 Celdas y Dispositivos de Muestreo 137
 - 6.4 Detectores 138
 - 6.5 Módulos de Lectura 144
 - 6.6 Instrumentos para la Fotometría de Absorción 145
 - Problemas* 153
 - Bibliografía* 154
 - Publicaciones Citadas* 154

7	MÉTODOS DE ABSORCIÓN EN ULTRAVIOLETA Y VISIBLE	157
7.1	Leyes Fundamentales de la Fotometría	157
7.2	Exactitud Espectrofotométrica	162
7.3	Precisión Fotométrica	164
7.4	Metodología Cuantitativa	166
7.5	Espectroscopía Diferencial o de Escala Extendida	170
7.6	Espectroscopía por Diferencias	173
7.7	Espectroscopía de Derivadas	174
7.8	Titulaciones Fotométricas	176
7.9	Otras Técnicas	178
7.10	Correlación del Espectro de Absorción Electrónica con la Estructura Molecular	181
7.11	Turbidimetría y Nefelometría	183
	<i>Problemas</i>	<i>184</i>
	<i>Bibliografía</i>	<i>190</i>
	<i>Publicaciones Citadas</i>	<i>190</i>

8	ESPECTROFOTOMETRÍA DE FLUORESCENCIA Y FOSFORESCENCIA	193
8.1	Factores Estructurales	195
8.2	Relación de la Potencia Fotoluminiscente con la Concentración	197
8.3	Instrumentación	200
8.4	Mediciones del Tiempo de Vida de la Fluorescencia	210
8.5	Instrumentación para las Mediciones de Fosforescencia	213
8.6	Fosforescencia a Temperatura Ambiente	214
8.7	Comparación de los Métodos de Luminiscencia con los de Absorción Ultravioleta-Visible	215
	<i>Problemas</i>	<i>215</i>
	<i>Bibliografía</i>	<i>215</i>
	<i>Publicaciones Citadas</i>	<i>218</i>

9	ESPECTROSCOPIAS DE EMISIÓN DE FLAMA Y DE ABSORCIÓN ATÓMICA	219
9.1	Introducción	219
9.2	Instrumentación para los Métodos Espectrométricos de Flama	222
9.3	Espectrofotometría de Emisión de Flama	235
9.4	Espectrofotometría de Absorción Atómica	237
9.5	Espectrofotometría de Fluorescencia Atómica	243
9.6	Interferencias Asociadas con Flamas y Hornos	244
9.7	Aplicaciones	247
9.8	Comparación de la FES y de la AAS	248
	<i>Problemas</i>	<i>249</i>
	<i>Bibliografía</i>	<i>252</i>
	<i>Publicaciones Citadas</i>	<i>252</i>

10 ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA CON FUENTES DE PLASMA Y DESCARGA ELÉCTRICA 253

- 10.1 Introducción 253
- 10.2 Instrumentación 253
- 10.3 Aplicaciones Típicas 273
- 10.4 Espectroscopía de Fluorescencia Atómica ICP 274
- 10.5 Comparación de los Métodos ICP contra los de la EAA 274
 - Bibliografía 277*
 - Publicaciones Citadas 277*

11 ESPECTROMETRÍA DE INFRARROJO 279

- 11.1 Correlación de los Espectros de Infrarrojo con la Estructura Molecular 280
- 11.2 Instrumentación 284
- 11.3 Manipulación de la Muestra 297
- 11.4 Análisis Cuantitativo 305
 - Problemas 307*
 - Bibliografía 310*
 - Publicaciones Citadas 310*

12 ESPECTROSCOPIA RAMAN 313

- 12.1 Teoría 313
- 12.2 Instrumentación 317
- 12.3 Iluminación y Manejo de Muestras 320
- 12.4 Análisis Estructural 321
- 12.5 Determinación de la Polarización 324
- 12.6 Análisis Cuantitativo 326
- 12.7 Comparación entre las Espectroscopías Raman y de Infrarrojo 327
 - Problemas 328*
 - Bibliografía 330*
 - Publicaciones Citadas 330*

13 MÉTODOS DE RAYOS X 331

- 13.1 Producción y Espectros de Rayos X 333
- 13.2 Instrumentación 338
- 13.3 Métodos Directos de Rayos X 353
- 13.4 Métodos de Absorción de Rayos X 354
- 13.5 Métodos de Fluorescencia de Rayos X 358
- 13.6 Difracción de Rayos X 363
- 13.7 Espectroscopía de Emisión Auger (AES) 372
- 13.8 Espectroscopía Electrónica para el Análisis Químico (ESCA) 377
 - Problemas 384*
 - Bibliografía 387*
 - Publicaciones Citadas 388*

-
- 14** MÉTODOS RADIOQUÍMICOS 389
- 14.1 Radiaciones y Reacciones Nucleares 389
 - 14.2 Medición de la Radiactividad 393
 - 14.3 Fuentes de Neutrones 398
 - 14.4 Análisis por Activación 398
 - 14.5 Análisis por Dilución Isotópica 403
 - 14.6 Sistemas de Centelleo en Líquido 404
 - 14.7 Otras Aplicaciones de los Radionúclidos 407
 - Problemas* 408
 - Bibliografía* 410
-
- 15** ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR 413
- 15.1 Principios Básicos 413
 - 15.2 Espectrómetros de RMN de Onda Continua 422
 - 15.3 Espectrómetro de RMN de Transformada de Fourier de Pulsos 428
 - 15.4 Espectros y Estructura Molecular 430
 - 15.5 Elucidación de los Espectros de RMN 438
 - 15.5 Análisis Cuantitativo e Integración 445
 - 15.5 Formación de Imágenes de RMN en Medicina 449
 - Problemas* 449
 - Bibliografía* 453
 - Publicaciones Citadas* 454
-
- 16** ESPECTROMETRÍA DE MASAS 455
- 16.1 Flujo de la Muestra dentro de un Espectrómetro de Masas 456
 - 16.2 Sistemas de Introducción de Muestras 457
 - 16.3 Métodos de Ionización en Espectrometría de Masas 458
 - 16.4 Analizadores Másicos 464
 - 16.5 Sistemas de Colección de Iones 476
 - 16.6 Sistemas de Vacío 479
 - 16.7 Manejo de Datos 479
 - 16.8 Espectrometría de Razón o Relación Isotópica 480
 - 16.9 Correlación de los Espectros de Masas con las Estructuras Moleculares 481
 - 16.10 Análisis Cuantitativo de Mezclas 488
 - 16.11 Espectrometría de Masas de Transformada de Fourier 490
 - 16.12 Espectrómetros de Masas en Tándem 493
 - 16.13 Espectrometría de Masas con Fuente de ICP (ICP-MS) 495
 - 16.14 Espectrometría Másica de Iones Secundarios (SIMS) 496
 - 16.15 Analizador Másico de Microsonda Iónica (IMMA) 497
 - Problemas* 498
 - Bibliografía* 502
 - Publicaciones Citadas* 502

-
- 17** CROMATOGRAFÍA: PRINCIPIOS GENERALES 505
- 17.1 Clasificación de los Métodos Cromatográficos 505
 - 17.2 Comportamiento Cromatográfico de los Solutos 506
 - 17.3 Eficiencia de la Columna y Resolución
 - 17.4 Procesos en la Columna y Ensanchamiento de la Banda 516
 - 17.5 Tiempo de Análisis y Resolución 520
 - 17.6 Determinaciones Cuantitativas 521
 - 17.7 Datos de Retención para la Caracterización de la Muestra 526
 - Problemas 528*
 - Bibliografía 530*
 - Publicaciones Citadas 530*
-
- 18** CROMATOGRAFÍA DE GASES 531
- 18.1 Cromatografía de Gases 531
 - 18.2 Formación de Derivados 536
 - 18.3 Columnas para Cromatografía de Gases 536
 - 18.4 Fases Líquidas y Selección de Columnas 539
 - 18.5 Detectores para Cromatografía de Gases 543
 - 18.6 Optimización de las Condiciones Experimentales 551
 - 18.7 Cromatografía Gas-Sólido 557
 - 18.8 Acoplamiento de la Cromatografía de Gases con la Espectrometría de Masas 560
 - 18.9 Acoplamiento de la Cromatografía de Gases a la Espectrometría de Infrarrojo 563
 - Problemas 564*
 - Bibliografía 568*
 - Publicaciones Citadas 568*
-
- 19** CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTO RENDIMIENTO:
TEORÍA E INSTRUMENTACIÓN 569
- 19.1 Optimización del Funcionamiento de la Columna 569
 - 19.2 Elución por Gradiente y Procedimientos Relacionados 576
 - 19.3 Derivación 579
 - 19.4 Instrumentación para HPLC 581
 - 19.5 Sistema de Suministro de la Fase Móvil 582
 - 19.6 Introducción de Muestra 585
 - 19.7 Columnas de Separación 586
 - 19.8 Detectores 589
 - 19.9 Acoplamiento de la HPLC con Espectrometría de Masas 597
 - Problemas 599*
 - Bibliografía 601*
 - Publicaciones Citadas 601*
-
- 20** CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTO RENDIMIENTO:
MÉTODOS Y APLICACIONES 603
- 20.1 Introducción 603
 - 20.2 Tipos Estructurales de los Empaques de Columna 605

- 20.3 Cromatografía de Adsorción 606
- 20.4 Cromatografía con Fase Enlazada 611
- 20.5 Cromatografía de Fase Inversa 616
- 20.6 Cromatografía de Pares de Iones 618
- 20.7 Cromatografía de Intercambio Iónico 622
- 20.8 Cromatografía de Iones 629
- 20.9 Cromatografía de Exclusión 632
- 20.10 Cromatografía de Afinidad 638
- Problemas 639*
- Bibliografía 641*
- Publicaciones Citadas 641*

21 INTRODUCCIÓN A LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS ELECTROQUÍMICOS 643

- 21.1 Celdas Electroquímicas 644
- 21.2 Relaciones Corriente-Potencial 646
- 21.3 Transferencia de Masa por Migración y Convección 649
- 21.4 Transferencia de Masa por Difusión 650
- 21.5 Clasificación de Electroodos Indicadores 655
- Bibliografía 656*
- Publicaciones Citadas 657*

22 POTENCIOMETRÍA 659

- 22.1 Celdas Electroquímicas 659
- 22.2 Electroodos de Referencia 659
- 22.3 Medición de pH 662
- 22.4 Electroodos Selectivos de Iones 669
- 22.5 Métodos de Evaluación 675
- 22.6 Interferencias 676
- 22.7 Titulaciones Potenciométricas 679
- Problemas 681*
- Bibliografía 683*
- Publicaciones Citadas 683*

23 TÉCNICAS VOLTAMPEROMÉTRICAS 685

- 23.1 Instrumentación 686
- 23.2 Corriente Capacitiva 690
- 23.3 Voltamperometría (CD) Lineal de Barrido de Potencial 691
- 23.4 Métodos de Escalón de Potencial 697
- 23.5 Voltamperometría de Barrido Cíclico de Potencial 701
- 23.6 Voltamperometría de Corriente Alterna con Detección de Fase (o sensibilidad a la Fase) 703
- 23.7 Métodos Hidrodinámicos 705
- 23.8 Voltamperometría de Redisolución 706
- 23.9 Comparación de Métodos Voltamperométricos 709

- 23.10 Aplicaciones Voltamperométricas 710
 - Problemas* 716
 - Bibliografía* 718
 - Publicaciones Citadas* 718

24 ELECTROSEPARACIONES, COULOMBIMETRÍA Y MÉTODOS DE CONDUCTANCIA 719

- 24.1 Electroseparaciones con Potenciales de Electrodo Controlados 719
- 24.2 Coulombimetría a Potencial Controlado 724
- 24.3 Coulombimetría a Corriente Constante 728
- 24.4 Métodos de Conductancia 734
 - Problemas* 742
 - Bibliografía* 745
 - Publicaciones Citadas* 745

25 ANÁLISIS TÉRMICO 747

- 25.1 Calorimetría de Barrido Diferencial y Análisis Diferencial 749
- 25.2 Termogravimetría 753
- 25.3 Análisis y Detección de Gas Emitido 754
- 25.4 Metodologías de Termogravimetría, Calorimetría Diferencial de Barrido y Análisis Térmico Diferencial 755
- 25.5 Análisis Termomecánico 760
- 25.6 Análisis Mecánico Dinámico 762
- 25.7 Titulometría Termométrica y Entalpimetría por Inyección Directa 763
 - Problemas* 766
 - Bibliografía* 770
 - Publicaciones Citadas* 770

26 INSTRUMENTOS DE PROCESO Y ANALISIS AUTOMATIZADO 771

- 26.1 Introducción 771
- 26.2 Analizadores de Procesos Industriales 774
- 26.3 Métodos Basados en las Propiedades a Granel 775
- 26.4 Analizadores de Proceso de Infrarrojo 779
- 26.5 Analizadores de Oxígeno 784
- 26.6 Analizadores Potenciométricos en Línea 787
- 26.7 Sensores Químicos 787
- 26.8 Cromatografía de Gases de Proceso
- 26.9 Control de Procesos Continuo en Línea 793
- 26.10 Analizadores Químicos Automáticos 795
- 26.11 Analizadores Elementales Automáticos 805
- 26.12 Robots de Laboratorio 808
 - Problemas* 810
 - Bibliografía* 811
 - Publicaciones Citadas* 811

APÉNDICES 813

- A. Técnicas Comunes de la Química Analítica
- B. Fuentes de Experimentos para Laboratorio
- C. Potenciales a 25°C de Semirreacciones Seleccionadas
- D. Potenciales de Media Onda de Sustancias Inorgánicas Seleccionadas
- E. Reacciones de Transferencia de Protones de Algunos Materiales en Agua a 25°C
- F. Constantes de Formación Acumuladas de Complejos Metálicos a 25°C
- G. Una comparación de los Límites de Detección de Elementos Traza entre los Métodos de Espectroscopía Atómica

RESPUESTAS A LOS PROBLEMAS 831

ÍNDICE 861