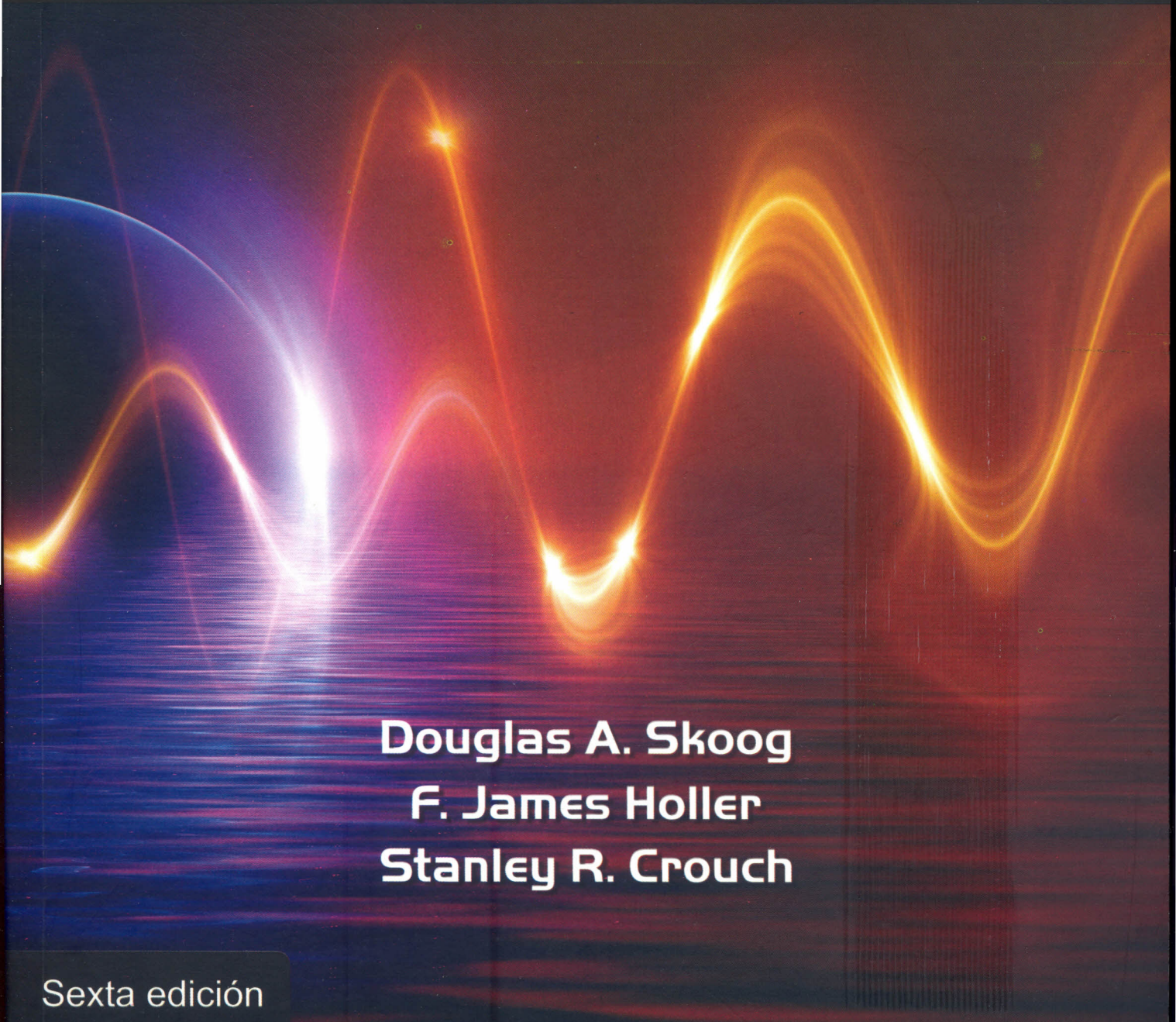
CENGAGE Learning

Principios de análisis instrumental



Douglas A. Skoog
F. James Holler
Stanley R. Crouch

Sexta edición

Contenido breve

Prefacio xi

CAPÍTULO UNO Introducción 1

SECCIÓN UNO

Mediciones básicas 25

CAPÍTULO DOS Componentes y circuitos eléctricos 26

CAPÍTULO TRES Amplificadores operacionales en los instrumentos químicos 59

CAPÍTULO CUATRO Electrónica digital y computadoras 80

CAPÍTULO CINCO Señales y ruido 110

Análisis instrumental en acción
El laboratorio analítico electrónico 127

SECCIÓN DOS

Espectroscopía atómica 131

CAPÍTULO SEIS Introducción a los métodos espectrométricos 132

CAPÍTULO SIETE Componentes de los instrumentos ópticos 164

CAPÍTULO OCHO Introducción a la espectrometría óptica atómica 215

CAPÍTULO NUEVE Espectrometría de absorción atómica y de fluorescencia atómica 230

CAPÍTULO DIEZ Espectrometría de emisión atómica 254

CAPÍTULO ONCE Espectrometría de masas atómica 281

CAPÍTULO DOCE Espectroscopía atómica de rayos X 303

Análisis instrumental en acción
Control de mercurio 332

SECCIÓN TRES

Espectroscopía molecular 335

CAPÍTULO TRECE Introducción a la espectrometría por absorción molecular ultravioleta-visible 336

CAPÍTULO CATORCE Aplicaciones de la espectrometría por absorción molecular en las regiones ultravioleta y visible 367

CAPÍTULO QUINCE Espectrometría molecular por luminiscencia 399

CAPÍTULO DIECISÉIS Introducción a la espectrometría infrarroja 430

CAPÍTULO DIECISIETE Aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo 455

CAPÍTULO DIECIOCHO Espectroscopía Raman 481

CAPÍTULO DIECINUEVE Espectroscopía de resonancia magnética nuclear 498

CAPÍTULO VEINTE Espectrometría de masas molecular 550

CAPÍTULO VEINTIUNO Caracterización de superficies por espectroscopía y microscopía 589

Análisis instrumental en acción
Evaluación de la autenticidad del mapa de Vinland: análisis de superficie al servicio de la historia, el arte y la medicina forense 624

SECCIÓN CUATRO

Química electroanalítica 627

CAPÍTULO VEINTIDÓS Introducción a la química electroanalítica 628

CAPÍTULO VEINTITRÉS Potenciometría 659

CAPÍTULO VEINTICUATRO Coulombimetría 697

CAPÍTULO VEINTICINCO Voltametría 716

Análisis instrumental en acción
Medición de las partes para entender el todo: el microfisiómetro 757

SECCIÓN CINCO

Métodos de separación 761

CAPÍTULO VEINTISÉIS Introducción a las separaciones cromatográficas 762

CAPÍTULO VEINTISIETE Cromatografía de gases 788

CAPÍTULO VEINTIOCHO Cromatografía de líquidos 816

CAPÍTULO VEINTINUEVE Cromatografía y extracción con fluidos supercríticos 856

CAPÍTULO TREINTA Electroforesis capilar, electrocromatografía capilar y fraccionamiento por flujo y campo 867

Análisis instrumental en acción:
Encontrando la acrilamida 890

SECCIÓN SEIS

Métodos diversos 893

CAPÍTULO TREINTA Y UNO Métodos térmicos 894

CAPÍTULO TREINTA Y DOS Métodos radioquímicos 909

CAPÍTULO TREINTA Y TRES Métodos automatizados de análisis 929

CAPÍTULO TREINTA Y CUATRO Determinación del tamaño de partícula 950

Análisis instrumental en acción
El caso John Vollman 964

APÉNDICE UNO Evaluación de datos analíticos 967

APÉNDICE DOS Coeficientes de actividad 994

APÉNDICE TRES Algunos potenciales estándar y formales de electrodo 997

APÉNDICE CUATRO Compuestos recomendados para la preparación de disoluciones patrón de algunos elementos comunes 1001

Respuestas a problemas seleccionados 1003

Índice 1011

Contenido

Prefacio xi

CAPÍTULO UNO

Introducción 1

1A Clasificación de métodos analíticos 1
1B Tipos de métodos instrumentales 2
1C Instrumentos para análisis 3
1D Calibración de métodos instrumentales 11
1E Elección de un método analítico 17
Preguntas y problemas 22

SECCIÓN UNO

Mediciones básicas 25

CAPÍTULO DOS

Componentes y circuitos eléctricos 26

2A Circuitos de corriente directa y mediciones 26
2B Circuitos de corriente alterna 32
2C Semiconductores y dispositivos con semiconductores 43
2D Suministros de potencia y reguladores 49
2E Dispositivos de lectura 51
Preguntas y problemas 54

CAPÍTULO TRES

Amplificadores operacionales en los instrumentos químicos 59

3A Propiedades de los amplificadores operacionales 59
3B Circuitos para los amplificadores operacionales 62
3C Amplificación y medición de las señales de los transductores 66
3D Aplicaciones de los amplificadores operacionales al control del voltaje y la corriente 70
3E Aplicación de amplificadores operacionales a operaciones matemáticas 71
3F Amplificadores operacionales como comparadores 74
Preguntas y problemas 74

CAPÍTULO CUATRO

Electrónica digital y computadoras 80

4A Señales analógicas y digitales 81
4B Conteo y cálculos aritméticos con números binarios 81
4C Circuitos digitales elementales 83
4D Computadoras e instrumentos computarizados 90
4E Componentes de una computadora 92
4F Programas para las computadoras 97
4G Aplicaciones de las computadoras 103
4H Redes de computadoras 104
Preguntas y problemas 108

CAPÍTULO CINCO

Señales y ruido 110

5A La relación señal/ruido 110
5B Fuentes de ruido en análisis instrumental 111
5C Intensificación de la relación señal/ruido 113
Preguntas y problemas 124
Análisis instrumental en acción
El laboratorio analítico electrónico 127

SECCIÓN DOS

Espectroscopía atómica 131

CAPÍTULO SEIS

Introducción a los métodos espectrométricos 132

6A Propiedades generales de la radiación electromagnética 132
6B Propiedades ondulatorias de la radiación electromagnética 133
6C Propiedades mecánico-cuánticas de la radiación 144

6D Aspectos cuantitativos de las mediciones espectroquímicas 157
Preguntas y problemas 159

CAPÍTULO SIETE
Componentes de los instrumentos ópticos 164
7A Diseños generales de instrumentos ópticos 164
7B Fuentes de radiación 166
7C Selectores de longitud de onda 175
7D Recipientes para las muestras 190
7E Transductores de radiación 191
7F Procesadores de señales y sistemas de lectura 202
7G Fibras ópticas 202
7H Tipos de instrumentos ópticos 203
7I Principios de las mediciones ópticas de transformada de Fourier 204
Preguntas y problemas 212

CAPÍTULO OCHO
Introducción a la espectrometría óptica atómica 215
8A Espectros ópticos atómicos 215
8B Métodos de atomización 223
8C Métodos de introducción de la muestra 223
Preguntas y problemas 228

CAPÍTULO NUEVE
Espectrometría de absorción atómica y de fluorescencia atómica 230
9A Técnicas de atomización de muestras 230
9B Instrumentación de absorción atómica 237
9C Interferencias en espectroscopía de absorción atómica 241
9D Técnicas analíticas de absorción atómica 247
9E Espectroscopía de fluorescencia atómica 249
Preguntas y problemas 250

CAPÍTULO DIEZ
Espectrometría de emisión atómica 254
10A Espectroscopía de emisión con fuentes de plasma 255
10B Espectroscopía de emisión con fuentes de arco y chispa 269
10C Fuentes diversas para espectroscopía de emisión óptica 273
Preguntas y problemas 276

CAPÍTULO ONCE
Espectrometría de masas atómica 281
11A Algunos aspectos generales de la espectrometría de masas atómica 281
11B Espectrómetros de masas 283
11C Espectrometría de masas con plasma acoplado por inducción 291
11D Espectrometría de masas con fuente de chispa 299
11E Espectrometría de masas con descarga luminiscente 300
11F Otros métodos espectrométricos de masas 301
Preguntas y problemas 301

CAPÍTULO DOCE
Espectroscopía atómica de rayos X 303
12A Principios fundamentales 303
12B Componentes de los instrumentos 310
12C Métodos de fluorescencia de rayos X 317
12D Métodos de absorción de rayos X 325
12E Microsonda de electrones 328
Preguntas y problemas 328
Análisis instrumental en acción
Control de mercurio 332

SECCIÓN TRES
Espectroscopía molecular 335

CAPÍTULO TRECE
Introducción a la espectrometría por absorción molecular ultravioleta y visible 336
13A Medición de la transmitancia y la absorbancia 336
13B Ley de Beer 337
13C Efectos del ruido instrumental en los análisis espectrofotométricos 343
13D Instrumentación 348
Preguntas y problemas 362

CAPÍTULO CATORCE
Aplicaciones de la espectrometría por absorción molecular en las regiones ultravioleta y visible 367
14A La magnitud de las absortividades molares 367
14B Especies absorbentes 367

14C Aplicaciones cualitativas de la espectroscopía de absorción en las regiones ultravioleta y visible 372
14D Análisis cuantitativo mediante mediciones de absorción 374
14E Titulaciones fotométricas y espectrofotométricas 379
14F Métodos espectrofotométricos cinéticos 381
14G Estudios espectrofotométricos de iones complejos 384
Preguntas y problemas 390

CAPÍTULO QUINCE

Espectrometría molecular por luminiscencia 399

15A Teoría de la fluorescencia y la fosforescencia 400
15B Instrumentos para medir fluorescencia y fosforescencia 411
15C Aplicaciones de los métodos fotoluminiscentes 418
15D Quimioluminiscencia 422
Preguntas y problemas 426

CAPÍTULO DIECISÉIS

Introducción a la espectrometría infrarroja 430

16A Teoría de la espectrometría de absorción en el infrarrojo 431
16B Instrumentos para el infrarrojo 438
16C Fuentes y transductores de infrarrojo 449
Preguntas y problemas 452

CAPÍTULO DIECISIETE

Aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo 455

17A Espectrometría de absorción en el infrarrojo medio 455
17B Espectrometría de reflexión en el infrarrojo medio 469
17C Espectroscopía fotoacústica en el infrarrojo 472
17D Espectroscopía en el infrarrojo cercano 473
17E Espectroscopía en el infrarrojo lejano 476
17F Espectroscopía de emisión en el infrarrojo 476
17G Microespectrometría en el infrarrojo 477
Preguntas y problemas 477

CAPÍTULO DIECIOCHO

Espectroscopía Raman 481

18A Teoría de la espectroscopía Raman 481
18B Instrumentos 487
18C Aplicaciones de la espectroscopía Raman 492
18D Otros tipos de espectroscopía Raman 493
Preguntas y problemas 495

CAPÍTULO DIECINUEVE

Espectroscopía de resonancia magnética nuclear 498

19A Teoría de la resonancia magnética nuclear 499
19B Efectos del entorno en los espectros de resonancia magnética nuclear 510
19C Espectrómetros de resonancia magnética nuclear 521
19D Aplicaciones de la RMN de protones 526
19E Resonancia magnética nuclear del carbono 13 529
19F Aplicación de la resonancia magnética nuclear a otros núcleos 533
19G Impulsos múltiples y resonancia magnética nuclear multidimensional 534
19H Estudios de imágenes por resonancia magnética 537
Preguntas y problemas 542

CAPÍTULO VEINTE

Espectrometría de masas molecular 550

20A Espectros de masas molecular 551
20B Fuentes de iones 551
20C Espectrómetros de masas 563
20D Aplicaciones de la espectrometría de masas molecular 577
20E Aplicaciones cuantitativas de la espectrometría de masas 583
Preguntas y problemas 585

CAPÍTULO VEINTIUNO

Caracterización de superficies por espectroscopía y microscopía 589

21A Introducción al estudio de las superficies 589
21B Métodos espectroscópicos para superficies 590
21C Espectroscopía de electrones 591
21D Técnicas espectroscópicas con iones 602
21E Métodos espectroscópicos de fotones para superficies 604
21F Métodos de microanálisis estimulados por electrones 607
21G Microscopios de sonda de barrido 613
Preguntas y problemas 622

Análisis instrumental en acción
Evaluación de la autenticidad del mapa de Vinland: los análisis de las superficies al servicio de la historia, el arte y las ciencias forenses 624

SECCIÓN CUATRO

Química electroanalítica 627

CAPÍTULO VEINTIDÓS

Introducción a la química electroanalítica 628

22A Celdas electroquímicas 628
22B Potenciales en celdas electroanalíticas 633
22C Potenciales de electrodo 635
22D Cálculo de potenciales de celda a partir de potenciales de electrodo 645
22E Corrientes en celdas electroquímicas 647
22F Tipos de métodos electroanalíticos 653
Preguntas y problemas 653

CAPÍTULO VEINTITRÉS

Potenciometría 659

23A Principios generales 659
23B Electrodos de referencia 660
23C Electrodos indicadores metálicos 662
23D Electrodos indicadores de membrana 664
23E Transistores de efecto de campo selectivos de iones 675
23F Sistemas de electrodo sensible a moléculas 677
23G Instrumentos para medir potenciales de celda 684
23H Medidas potenciométricas directas 686
23I Titulaciones potenciométricas 691
Preguntas y problemas 692

CAPÍTULO VEINTICUATRO

Coulombimetría 697

24A Relaciones corriente-voltaje durante la electrólisis 697
24B Introducción a los métodos coulombimétricos de análisis 701
24C Coulombimetría a potencial controlado 703
24D Titulaciones coulombimétricas 707
Preguntas y problemas 712

CAPÍTULO VEINTICINCO

Voltametría 716

25A Señales de excitación en voltametría 717
25B Instrumentos en voltametría 718
25C Voltametría hidrodinámica 723
25D Voltametría cíclica 737
25E Voltametría de pulsos 742
25F Voltametría de alta frecuencia y alta velocidad 745
25G Aplicaciones de la voltametría 746
25H Métodos de redisolución 748
25I Voltametría con microelectrodos 751
Preguntas y problemas 753
Análisis instrumental en acción
Medición de las partes para entender el todo: el microfisiómetro 757

SECCIÓN CINCO

Métodos de separación 761

CAPÍTULO VEINTISÉIS

Introducción a las separaciones cromatográficas 762

26A Descripción general de la cromatografía 762
26B Velocidades de migración de los solutos 765
26C Ensanchamiento de banda y eficiencia de la columna 768
26D Mejoramiento del rendimiento de la columna 775
26E Resumen de las ecuaciones cromatográficas 781
26F Aplicaciones de la cromatografía 781
Preguntas y problemas 785

CAPÍTULO VEINTISIETE

Cromatografía de gases 788

27A Principios de la cromatografía gas-líquido 788
27B Instrumentos para la cromatografía gas-líquido 789
27C Columnas para cromatografía de gases y fases estacionarias 800
27D Aplicaciones de la cromatografía de gases 806
27E Innovaciones en cromatografía de gases 808
27F Cromatografía gas-sólido 810
Preguntas y problemas 811

CAPÍTULO VEINTIOCHO

Cromatografía de líquidos 816

28A Campo de aplicación de la cromatografía de líquidos de alta resolución 816
28B Eficiencia de la columna en la cromatografía de líquidos 817
28C Instrumentos para cromatografía de líquidos 818
28D Cromatografía de reparto 828
28E Cromatografía de adsorción 837

28F Cromatografía iónica 839
28G Cromatografía de exclusión por tamaño 844
28H Cromatografía por afinidad 848
28I Cromatografía en capa fina 848
Preguntas y problemas 851

CAPÍTULO VEINTINUEVE

Cromatografía y extracción con fluidos supercríticos 856

29A Propiedades de los fluidos supercríticos 856
29B Cromatografía de fluidos supercríticos 857
29C Extracción con fluidos supercríticos 862
Preguntas y problemas 865

CAPÍTULO TREINTA

Electroforesis capilar, electrocromatografía capilar y fraccionamiento por flujo y campo 867

30A Panorama de la electroforesis 867
30B Electroforesis capilar 868
30C Aplicaciones de la electroforesis capilar 875
30D Electrocromatografía en columna empacada 883
30E Fraccionamiento por flujo y campo 884
Preguntas y problemas 888
Análisis instrumental en acción
Encontrando la acrilamida 890

SECCIÓN SEIS

Métodos diversos 893

CAPÍTULO TREINTA Y UNO

Métodos térmicos 894

31A Análisis termogravimétrico 894
31B Análisis térmico diferencial 898
31C Calorimetría de barrido diferencial 900
31D Análisis microtérmico 904
Preguntas y problemas 906

CAPÍTULO TREINTA Y DOS

Métodos radioquímicos 909

32A Núclidos radiactivos 909
32B Instrumentos 916
32C Métodos de activación de neutrones 918
32D Métodos de dilución isotópica 924
Preguntas y problemas 925

CAPÍTULO TREINTA Y TRES

Métodos automatizados de análisis 929

33A Panorama general 929
33B Análisis por inyección en flujo 931
33C Microflujos 940
33D Sistemas automáticos discretos 942
Preguntas y problemas 948

CAPÍTULO TREINTA Y CUATRO

Determinación del tamaño de partícula 950

34A Introducción al análisis del tamaño de partícula 950
34B Dispersión de luz láser de ángulo bajo 951
34C Dispersión dinámica de luz 955
34D Fotosedimentación 958
Preguntas y problemas 962
Análisis instrumental en acción
El caso John Vollman 964

APÉNDICE 1 Evaluación de datos analíticos 967
a1A Precisión y exactitud 967
a1B Tratamiento estadístico de los errores aleatorios 971
a1C Pruebas de hipótesis 983
a1D Método de mínimos cuadrados 985
Preguntas y problemas 988

APÉNDICE 2 Coeficientes de actividad 994
a2A Propiedades de los coeficientes de actividad 994
a2B Evaluación experimental de los coeficientes de actividad 995
a2C La ecuación de Debye-Hückel 995

APÉNDICE 3 Algunos potenciales estándar y formales de electrodo 997

APÉNDICE 4 Compuestos recomendados para la preparación de disoluciones patrón de algunos elementos comunes 1001

Respuestas a problemas seleccionados 1003

Índice 1011