

SERVICIO DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN (SAI)  
SECCIÓN UNIVERSITARIA DE INSTRUMENTACIÓN CIENTÍFICA (SUIC)



UNIVERSIDAD DE  
MURCIA

Murcia, 30 de Octubre de 2013

## Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente

### Instrumentación:

- Espectrómetro secuencial PerkinElmer
  - Modelo Optima 2000DV.
  - Automuestreador AS93Plus.



### Contacto:

- Delia Bautista Cerezo (responsable) [dbc@um.es](mailto:dbc@um.es)

## Características:

- Óptica dual axial-radial del sistema controlada por software.
- Sistema óptico basado en doble monocromador.
- Rango de longitud de onda: 160-900 nm.
- Generador de radiofrecuencias de tipo estado sólido:
  - De 40 MHz
  - Ajustable desde 750 a 1500 vatios, en incrementos de 1 vatio.
- Antorcha desmontable de cuarzo.
- Inyector de alúmina de 2.0 mm de id resistente a los ácidos.
- Cámara de nebulización tipo Scott.
- Nebulizador de flujo cruzado tipo Gem-tip.

## Espectrómetro secuencial PerkinElmer Optima 2000DV

### Aplicaciones:

- Análisis de metales en muestras líquidas o sólidas, previa disolución o digestión según proceda.

### Resultados:

Identificador_muestra	Mean	StdDev	%RSD
<b>muestra 1</b> -----			
K (766.490nm)	119.1 mg/L	1.51	1,27
Na (589.592nm)	118.0 mg/L	3.03	0,56
<b>muestra 2</b> -----			
K (766.490nm)	153.5 mg/L	0.22	0,15
Na (589.592nm)	15.29 mg/L	0.634	1,15
<b>muestra 3</b> -----			
K (766.490nm)	123.3 mg/L	2.12	1,72
Na (589.592nm)	11.83 mg/L	0.469	0,96

## Cromatografía iónica

### Instrumentación:

- Cromatógrafo iónico Dionex
  - Modelo ICS-2100.
  - Automuestreador AS.

### Contacto:

- Delia Bautista Cerezo (responsable) [dbc@um.es](mailto:dbc@um.es)



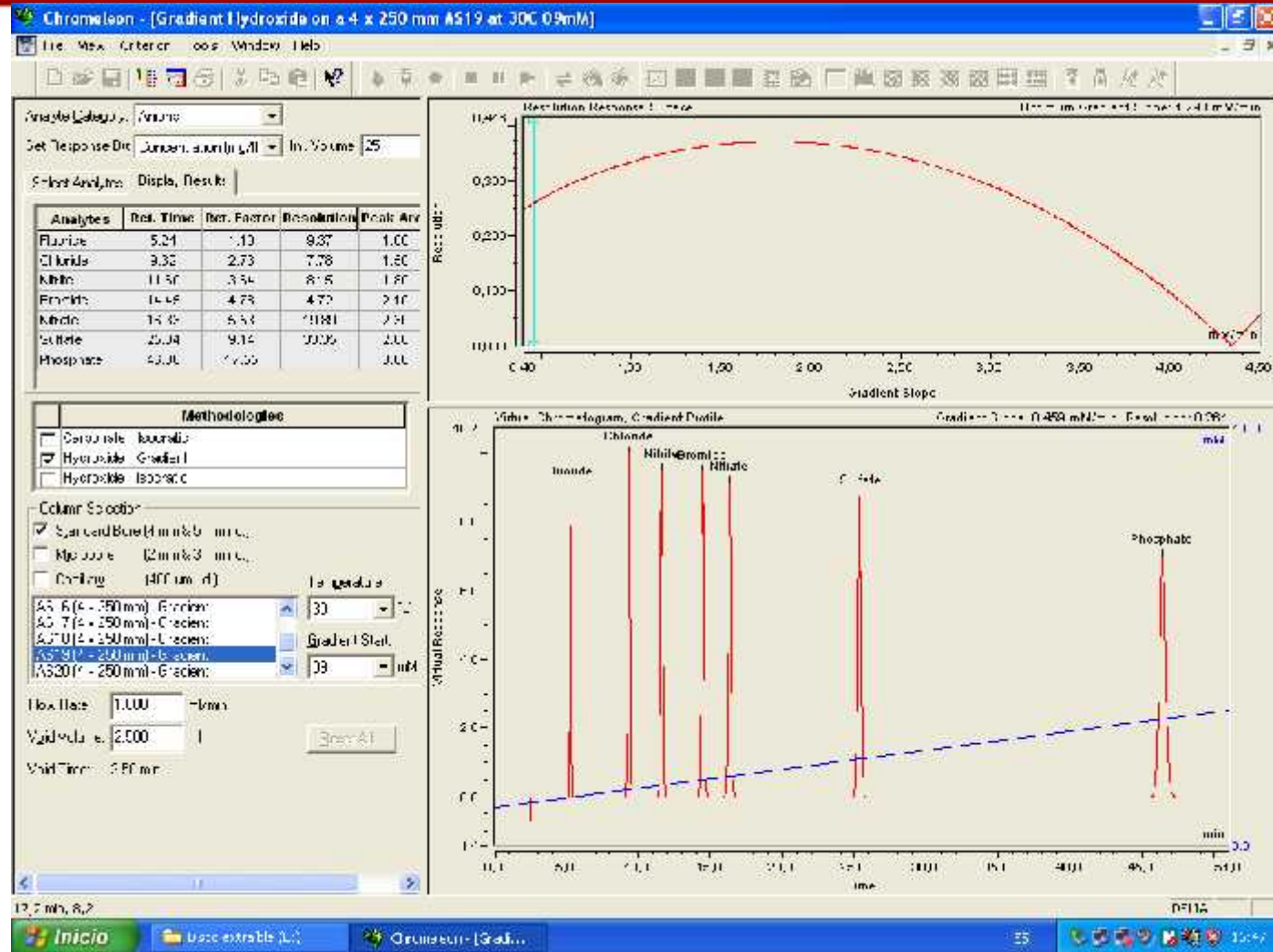
## Características:

- Sistema de generación de eluyente KOH
- Válvula de inyección de 6 puertos.
- Horno termostatzado de columnas de 30° a 60°C.
- Detector de conductividad eléctrica.
- Software de control y análisis Chromeleon.
  - Simulador virtual de separador de columna.



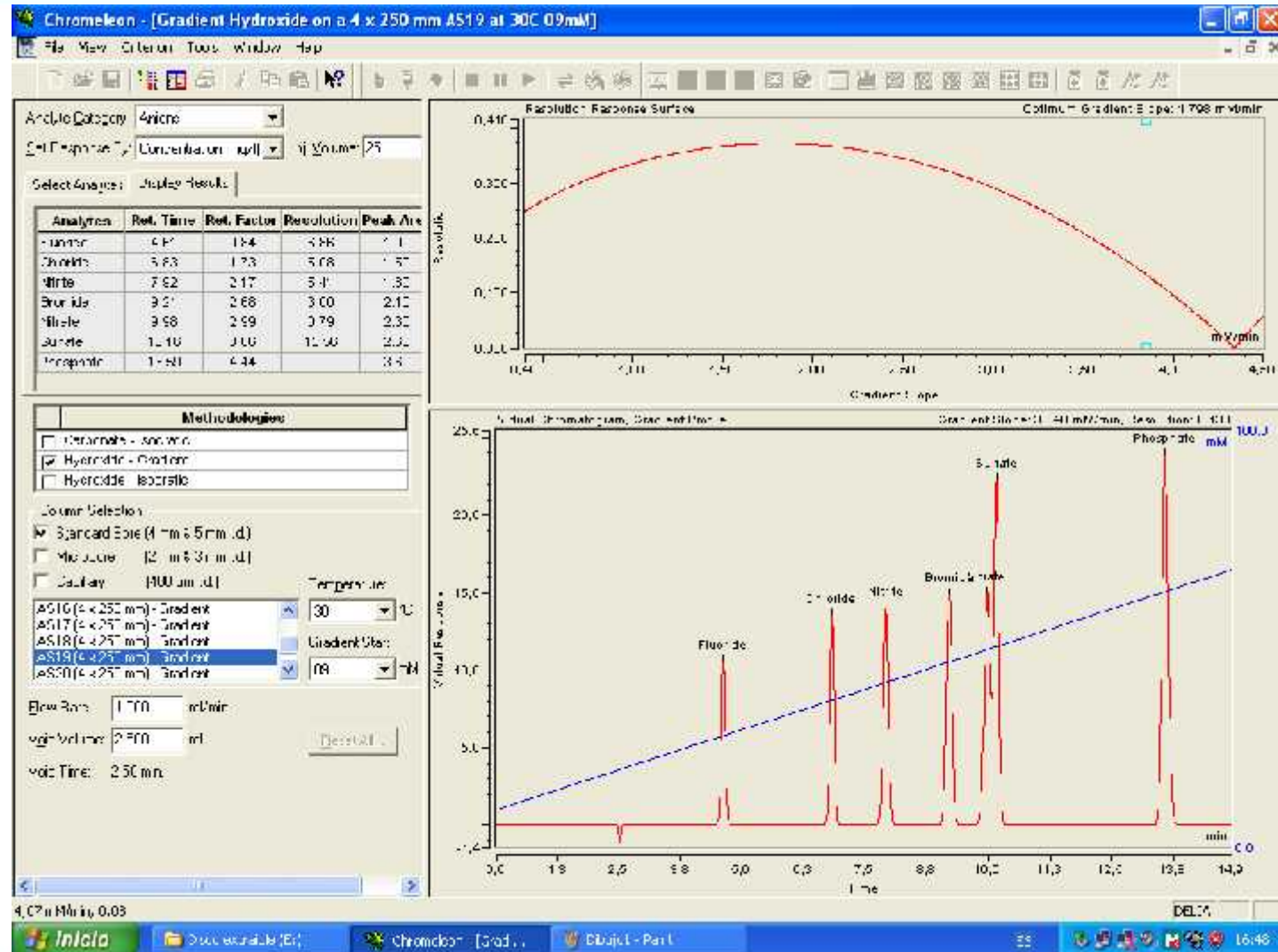
# Cromatografía iónica- Simulador virtual de separador de columna

UNIVERSIDAD DE  
MURCIA



# Cromatografía iónica- Simulador virtual de separador de columna

UNIVERSIDAD DE  
MURCIA





## Cromatógrafo iónico Dionex ICS-2100

### Aplicaciones:

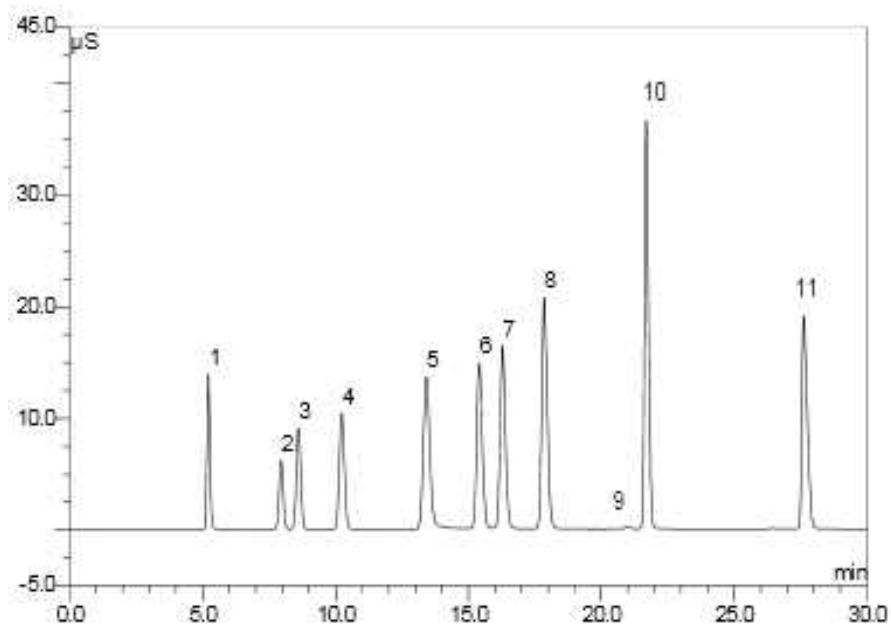
- Columna de aniones AS-19 y supresora modelo ASRS-300:
  - Determinación:  $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $NO_2^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$
- Columna de cationes CS-12A y supresora modelo CSRS-300:
  - Determinación :  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $NH_4^+$ .



## Cromatógrafo iónico Dionex ICS-2100

### Resultados:

Injection volume: 25  $\mu$ L  
Column: AS19 Analytical column + AG19 Guard column  
Eluent: Potassium hydroxide: 10 mM from 0 to 10 min and 10 to 45 mM from 10 to 25 minutes  
Eluent Source: EGC KOH Cartridge  
Flow Rate: 1 mL/min  
Temperature: 30  $^{\circ}$ C  
Suppressor: Anion Self-Regenerating Suppressor (ASRS 300, 4-mm)  
Suppressor Mode: AutoSuppression Recycle



Peaks	ppm
1. Fluoride	3
2. Chlorite	10
3. Bromate	20
4. Chloride	6
5. Nitrite	15
6. Chlorate	25
7. Bromide	25
8. Nitrate	25
9. Carbonate	-
10. Sulfate	25
11. Phosphate	40

## Técnicas de Rayos X en el SUIC

- **Fluorescencia de Rayos X.**
  - Espectrómetro secuencial de rayos X de Philips Magix Pro.
- **Difracción de Rayos X de monocristal.**
  - Difractómetro Bruker SMART APEX.
  - Difractómetro Bruker D8 Quest Mo
  - Difractómetro Bruker D8 Quest Cu

## Espectrometría secuencial de Fluorescencia de Rayos X de longitud de onda dispersiva de

### Instrumentación:

- Espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos X de longitud de onda dispersiva:
  - Philips Magix Pro.
  - Automuestreador.



### Contacto:

- Delia Bautista Cerezo (responsable) [dbc@um.es](mailto:dbc@um.es)

## Características:

- Tubo de Rh de 4 Kw con ventana de berilio.
- Cristales analizadores: PE, LiF200, LiF220, Ge, PX1 y PX9.
- Detectores de Flujo y centelleo.
- Cargador para muestras para pastillas de 37 mm y para perlas de 27 mm.
- Software semicuantitativo IQ+.





# Espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos X de longitud de onda dispersiva Philips Magix Pro

### Aplicaciones:

- Se puede determinar cualquier elemento químico con número atómico mayor que 4 (berilio) en muestras sólidas.
- Su campo de aplicación es muy amplio y englobaría a la Ciencia de Materiales, Química Inorgánica, Mineralogía, Geología, Química Analítica, Edafología, Química Industrial, Metalurgia, Cerámica y Materiales de Construcción, Ciencias Ambientales, etc.
- Análisis de elementos mayoritarios en material vegetal.
- ...

## Resultados:

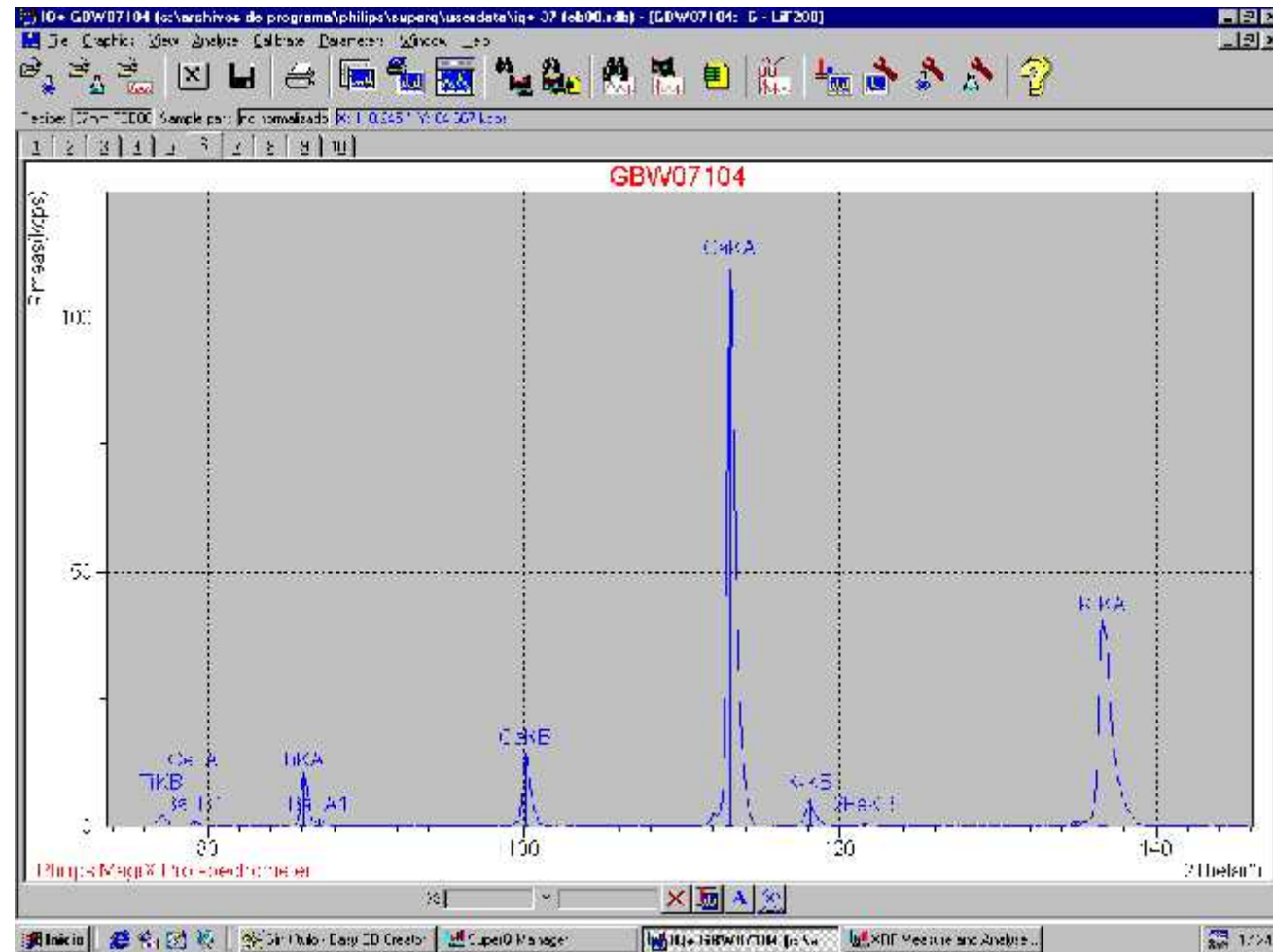
Expresado como óxidos:

Analyte	Compound formula	Concentration (%)
Na	Na <sub>2</sub> O	0.139
Mg	MgO	2.111
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.017
Si	SiO <sub>2</sub>	31.815
P	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.192
S	SO <sub>3</sub>	0.148
K	K <sub>2</sub> O	1.977
Ca	CaO	33.758
Ti	TiO <sub>2</sub>	0.561
Mn	MnO	0.069
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.101

Expresado como elementos:

Element	Conc. (%)	Element	Conc. (%)	Element	Conc. (%)
Mn	0.053	Ti	0.336	Al	5.301
S	0.059	Mg	1.273	Si	14.871
P	0.084	K	1.642	Ca	24.127
Na	0.103	Fe	2.868		

## Resultados:



## Difractometría de Rayos X de Monocristal

### Instrumentación:

- Difractómetro Bruker Smart Apex
- Difractómetro Bruker D8 Quest Mo
- Difractómetro Bruker D8 Quest Cu.

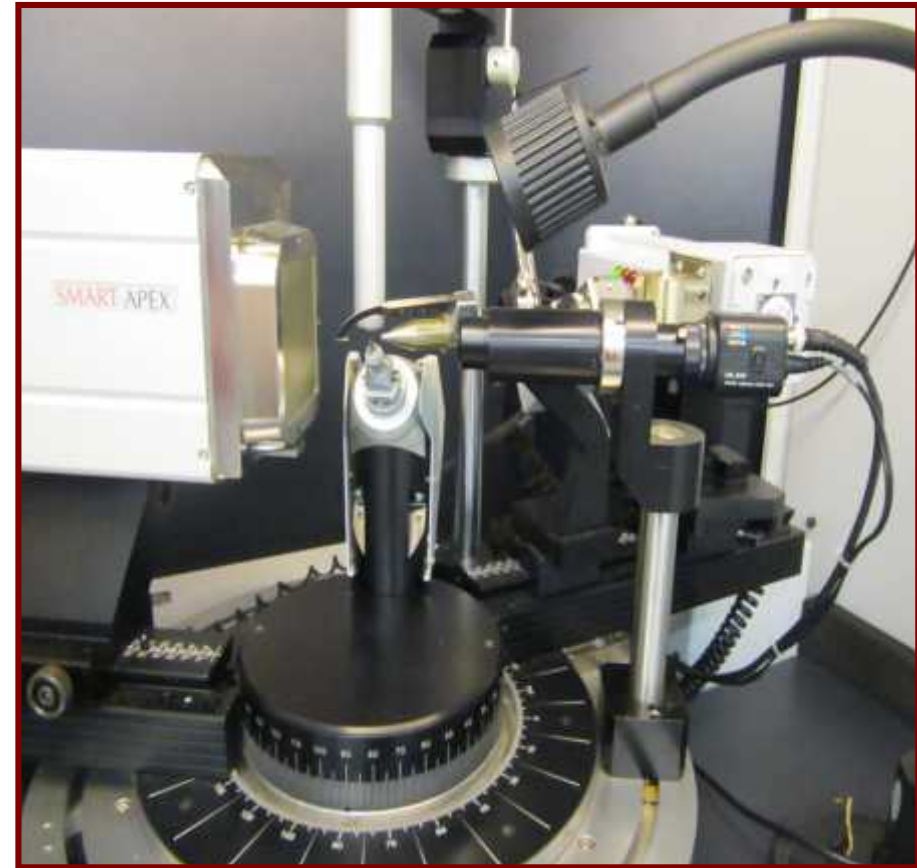
### Contacto:

- Delia Bautista Cerezo (responsable) [dbc@um.es](mailto:dbc@um.es)



## Características:

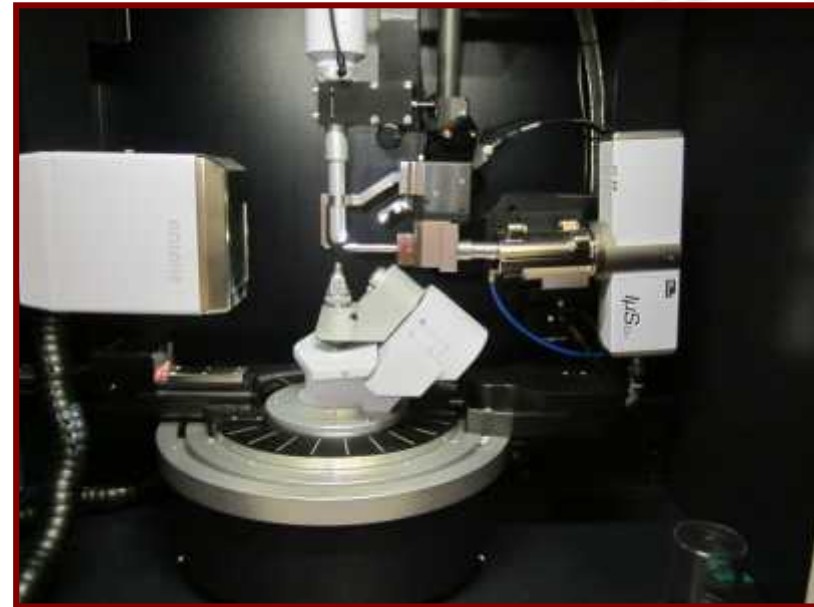
- Goniómetro de tres círculos.
- Tubo de rayos X de Molibdeno.
- Detector Smart Apex
- Sistema de baja temperatura con N<sub>2</sub> líquido





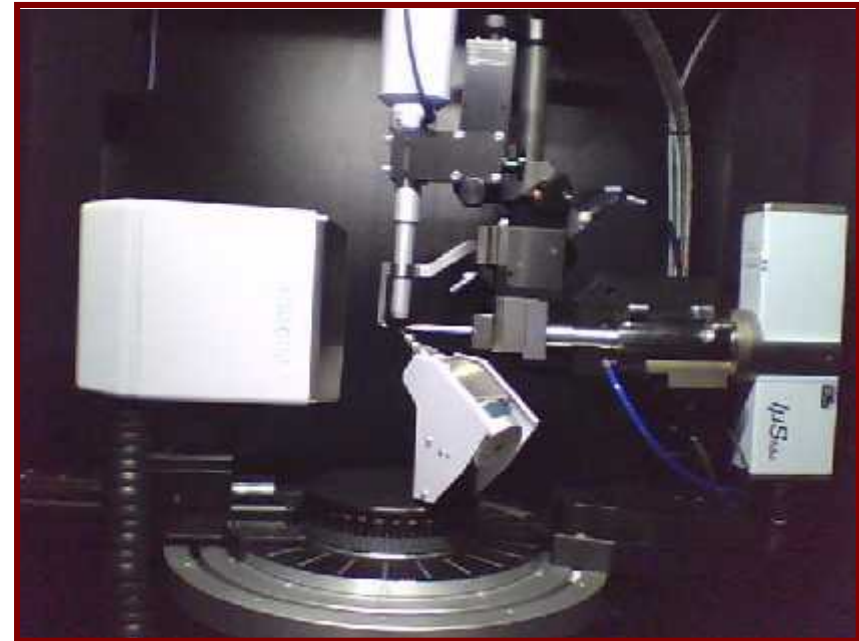
## Características:

- Goniómetro de cuatro círculos.
- Microfuente de Cobre.
- Detector Photon.
- Sistema de baja temperatura con N<sub>2</sub> líquido



## Características:

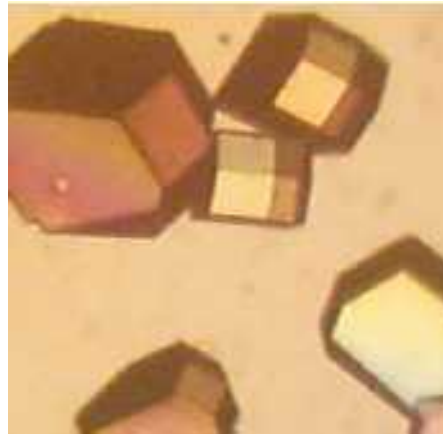
- Goniómetro de tres círculos.
- Microfuente de Molibdeno.
- Detector Photon
- Sistema de baja temperatura con N<sub>2</sub> líquido



# ¿Qué se debe llevar al difractómetro?

- Sólidos cristalinos
  - De tamaño aproximado a 0.25 mm en cada una de sus dimensiones.
    - Si son más grandes se pueden cortar!!.
    - Si son más pequeños---!!LO INTENTAREMOS!!!
  - Con uno basta, si hay más mejor.
- !!Lo que cristalice!! -----!!Y ya decidiremos!!

Esto son monocristales



## Resultados:

- Determinación de la estructura molecular de los compuestos:
  - Medida de los ángulos de enlace.
  - Medida de distancias de entre átomos.
  - Determinación de la configuración absoluta de compuestos orgánicos.
  - Estudios de interacciones por puente de hidrógenos, halógeno-halógeno, interacciones pi-pi...
  - Estudio de empaquetamientos...