

DIFRACCIÓN DE RAYOS X, ANÁLISIS TÉRMICO Y ADSORCIÓN DE GASES PARA LA CARACTERIZA

Curso 2017/2018

(Código:21151130)

1. PRESENTACIÓN

Los objetivos generales del Máster en Ciencia y Tecnología Química son:

- Enlazar los conocimientos básicos de Química, propios de unos estudios de grado, con los avances científicos, técnicos y tecnológicos, que se producen en la sociedad actual y que generan más y mejores expectativas de bienestar social.
- Proporcionar a los estudiantes una formación específica en los temas propios de las líneas de investigación presentadas en el programa.

Aunque el carácter de este Máster es mixto es decir comprende tanto el aspecto académico como investigador, de forma que como se refleja en los objetivos generales pretende enlazar los conocimientos adquiridos por los estudiantes durante su formación de Grado con otros más específicos vinculados con la investigación bien pura o aplicada, de forma que éste tenga por un lado una formación académica complementaria a la hasta ese momento adquirida y por otro disponga de las herramientas necesarias para desarrollar su proyecto de investigación si así lo considera.

La asignatura *Difracción de Rayos X, Análisis Térmico y Adsorción de Gases para la Caracterización de Sólidos* es una asignatura optativa que se imparte durante el primer semestre del curso, y se imparte dentro del Módulo III de Química Inorgánica e Ingeniería Química.

El programa facilita al estudiante la adquisición de una perspectiva de logros y líneas de investigación actuales en este campo, y proporciona una base sólida de conocimientos y habilidades con las que pueda abordar la resolución de problemas medioambientales relacionados con los procesos químicos.

2. CONTEXTUALIZACIÓN

Aunque los contenidos de esta asignatura pueden ser de gran ayuda a la hora de abordar cualquier materia, es obvio que está estrechamente relacionada con aquellas que traten de la preparación, caracterización y aplicación de materiales.

En lo que respecta a la formación académica el estudiante, al cursar esta asignatura, va a adquirir una serie de conocimientos específicos relativos a estas tres grandes técnicas de la caracterización de los sólidos como son los fundamentos teóricos y aplicaciones. Pero no solo se trata de que los estudiantes obtengan una sólida formación académica sino que dispongan de las herramientas necesarias para enfrentarse a los problemas que se encontrarán en un laboratorio bien de la industria o de investigación, para lo cual deberán realizar tanto prácticas de laboratorio como problemas numéricos.

Por otro lado esta asignatura está estrechamente relacionada con otras que se proponen en este mismo Módulo que son complementarias, como pueden ser:

- *Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método sol-gel*
- *Presente y futuro del carbón en el medio ambiente*
- *Aplicación de sólidos inorgánicos en Química Verde*

Pero también puede ser de utilidad si la orientación del estudiante es analítica, orgánica o químico-física.

Los contenidos de esta asignatura están estrechamente relacionados como las líneas de investigación del Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica, como son:

- Química Verde y catálisis heterogénea. Tecnologías de uso sostenible.
- Materiales porosos. Química Verde y catálisis heterogénea.
- Preparación y caracterización de materiales porosos (carbones, óxidos, arcillas, composites) y aplicaciones catalíticas.
- Materiales como catalizadores en procesos de química fina y descontaminación.
- Técnicas experimentales de estudio de superficies.

El equipo docente de la asignatura está integrado en los grupos de investigación: "Grupo de Catálisis no convencional aplicada a la Química Verde" y "Grupo de Diseño Molecular de Catalizadores Heterogéneos" (www.uned.es/dpto-qiqt/), del Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica de la UNED, que posee una trayectoria consolidada desde hace años en temas de docencia e investigación relacionados con los contenidos de la asignatura. Por tanto, se dispone de recursos adecuados para la realización de posibles prácticas de laboratorio que son opcionales, aunque se recomienda al estudiante su realización, pues es una oportunidad para poner en práctica los conceptos teóricos asimilados a lo largo de la asignatura.

Por otro lado, el Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica ofrece la posibilidad de intercambio Erasmus a sus estudiantes, ya que tiene suscritos varios acuerdos bilaterales con distintos países europeos en temas relacionados con la asignatura, lo que permite realizar labores experimentales en otros laboratorios, que pueden ser complementarios para su formación futura como investigador, profesional en la industria química o como docente.

En definitiva, el programa persigue que el estudiante adquiera una perspectiva amplia en un área multidisciplinar muy reciente en la química que propone prevenir la contaminación desde su origen, haciendo especial énfasis en la

aplicación y combinación de los conocimientos que van a ser demandados por la industria química y la sociedad en general.

3. REQUISITOS PREVIOS RECOMENDABLES

No existe ningún requisito previo adicional a lo que establece el acceso a este Máster de Ciencia y Tecnología Química.

Se recomienda tener un conocimiento básico del inglés, ya que mucha de la documentación del curso está en este idioma.

4. RESULTADOS DE APRENDIZAJE

Podemos distinguir entre los objetivos generales de la asignatura y los particulares de cada una de las técnicas experimentales.

Conocimientos	Habilidades y Destrezas	Actitudes	Objetivos de aprendizaje a desarrollar
X		X	Identificar y clasificar los diferentes tipos de sólidos.
X		X	Familiarizar al estudiante con la terminología y lenguaje de las técnicas de caracterización.
X		X	Presentar los fundamentos físicos de la difracción de rayos X.
	X	X	Discernir el procedimiento de análisis en función de las características cristalinas del sólido
X		X	Presentar los fundamentos de las técnicas de análisis térmico.
	X	X	Comparar las diferentes técnicas de análisis térmico, aprovechando la información que se puede obtener de ellas.
X			Conocer los fundamentos teóricos en los que se basa la adsorción física de gases.
	X	X	Diferenciar la información que se puede obtener en base a los gases utilizados, las características de los sólidos y el modelo que se aplique.
	X	X	Analizar y discutir los resultados obtenidos en algunos casos prácticos para desarrollar su espíritu crítico.
	X		Desarrollar la capacidad de síntesis y análisis en la búsqueda bibliográfica, que esencialmente esta en inglés.

Competencias generales:

1. Acentuar la capacidad de trabajo del alumno de forma autónoma.
2. Desarrollar su capacidad de síntesis, análisis y razonamiento crítico ante los contenidos presentados.
3. Desarrollar su capacidad de organización y planificación.

5. CONTENIDOS DE LA ASIGNATURA

Tema 1: Introducción: Definición de sólidos y clasificación

1. El estado sólido: sólidos amorfos y cristalinos
2. Defectos reticulares
3. Propiedades físicas de los sólidos
4. Tipos de sólidos

Tema 2: Caracterización de sólidos

1. Técnicas de caracterización de sólidos
2. Propiedades eléctricas, magnéticas y ópticas
3. Propiedades mecánicas
4. Propiedades químicas: acidez y basicidad
5. Técnicas de microscopía
6. Propiedades estructurales: difracción de rayos X, análisis térmico y adsorción de gases.

Tema 3: Difracción de rayos-X: Monocristales y sólidos policristalinos.

1. El estado cristalino y clasificación de los cristales. Elementos de simetría. Grupos espaciales. La red recíproca: Definiciones, derivación geométrica y propiedades.
2. Características y obtención del espectro de rayos X.
3. Interacción de los rayos X con la materia.
4. Dirección de los rayos difractados. La ley de Bragg. Condición de difracción de Laue. Intensidades de los rayos difractados.
5. Método del polvo microcristalino. El difractómetro de polvo.
6. Técnicas de monocristal móvil. El difractómetro de monocristales.

Tema 4: Análisis Térmico: Definición técnicas de análisis y limitaciones

1. Introducción. Eventos térmicos (Propiedades físicas)
2. Termogravimetría
3. Análisis térmico diferencial, calorimetría diferencial de barrido
4. Otras técnicas de análisis térmico.
5. Combinación de técnicas.

6. Aplicaciones: estudios cinéticos y determinación de pureza

Tema 5: Adsorción de gases

1. Introducción al fenómeno de la adsorción. Isotherma de adsorción. Tipos de isothermas. Fuerzas de adsorción. Termodinámica de adsorción.
2. Sólidos adsorbentes. Clasificación del tamaño de poro. Superficie específica y tamaño de partícula.
3. Adsorción física de gases por sólidos no porosos. Modelos de adsorción: B.E.T., Frenkel-Halsey- Hill y Dubinin-Raduskevich. Concepto de "isoterma standard".
4. Determinación de la superficie específica a partir de isothermas de adsorción.
5. Adsorción de gases por sólidos mesoporosos. Isotherma de tipo IV. Histéresis y condensación capilar. Estimación de la superficie específica y distribución del tamaño de poros a partir de la isoterma de tipo IV.
6. Adsorción de gases por sólidos microporosos. Isotherma de tipo I. Campos de fuerza en poros muy estrechos. Evaluación de la microporosidad. Histéresis a baja presión. Constricciones y técnicas de preadsorción con n-nonano.

6.EQUIPO DOCENTE

- [ANTONIO JOSE LOPEZ PEINADO](#)
- [JUAN JOSE FERNANDEZ BERMUDEZ](#)

7.METODOLOGÍA

El equipo docente ofrecerá una completa tutorización de la asignatura a través del curso virtual en CyberUned. Este curso virtual será la principal herramienta de comunicación entre el Equipo Docente y el estudiante. En él se podrá encontrar todo el material necesario para el estudio de la asignatura (material didáctico, documentación teórica y práctica, lecturas, artículos, enlaces a páginas Web) así como herramientas de comunicación en forma de Foros de Debate para que el estudiante pueda plantear al Equipo Docente las dudas que se le vayan surgiendo durante el estudio. A través de este curso, el Equipo Docente informará a los estudiantes de los cambios y/o novedades que vayan surgiendo. Por consiguiente, es fundamental que todos los estudiantes matriculados utilicen esta plataforma virtual para el estudio de la asignatura y, si ello no fuera posible, que se pongan en contacto con los profesores del Equipo Docente para que tengan constancia de esto y les faciliten el material necesario.

Respecto a las clases de prácticas de laboratorio (10 horas), se realizarán en una sesión de un día completo o en dos sesiones de mañana en los laboratorios de la Facultad de Ciencias de la Sede Central de Madrid. Se procurará concentrar la realización de las prácticas de las asignaturas de cada semestre en una única semana, con objeto de facilitar los desplazamientos de los estudiantes.

TEMAS	Horas totales	INTERACCIÓN CON EL DOCENTE EN ENTORNOS VIRTUALES							TRABAJO AUTÓNOMO		
		Audio o video-clases. Materiales de Estudio	Seminario Presencial/ en línea	Prácticas Presenciales/ en línea	Prácticas Externas	Tutoría en línea	Evaluación	Total	Trabajo grupo	Trabajo individual	Total
Tema 1: Introducción: Definición de sólidos	15	X				X	X			X	
Tema 2: Caracterización de sólidos	15	X				X	X			X	
Tema 3: Difracción de rayos X	25	X	X	X		X	X			X	
Tema 4: Análisis Térmico	25	X	X	X		X	X			X	
Tema 5: Adsorción de gases	25	X	X	X		X	X			X	
Actividad Práctica	10					X	X			X	
Cuestionario de Seguimiento	35					X	X			X	
Total	150										

Cronograma:

	Semana	Horas
Tema 1	1 y 2	15

Tema 2	2 y 3	15
Tema 3	4, 5 y 6	25
Tema 4	6, 7 y 8	25
Tema 5	9, 10 y 11	25
Actividad Práctica	11, 12 y 13	10
Cuestionarios de Seguimiento	14, 15, 16 y 17	35

8. BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

Comentarios y anexos:

- Técnicas de Análisis y caracterización de materiales
M. Faraldos y C Goberna, Eds.
Biblioteca de Ciencias, CSIC, 2002
- Introduction to Thermal Analysis: Techniques and Applications
Michael E. Brown
Kluwer Academic Publishers, 2001
- Cristalografía de Materiales. De la estructura a las propiedades de los sólidos inorgánicos.
C Pico, ML López, ML Veiga
Editorial Síntesis, 2007
- Métodos de Difracción de Rayos X. Principios y aplicaciones.
J. Bermúdez
Ediciones Pirámide, 1981
- Presentación de Datos de Fisorción en Sistemas gas /sólido
IUPAC 1984
- Adsorption, Surface Area and Porosity
S.J. Gregg, K.S.W. Sing
Academic Press, 1982
- Adsorción Física de Gases y Vapores por Carbones.
J.M. Martín
Universidad de Alicante, 1988

9. BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

10. RECURSOS DE APOYO AL ESTUDIO

El equipo docente ofrecerá una completa tutorización de la asignatura a través del curso virtual en CiberUned y en las sesiones prácticas presenciales. Dentro de él dispondrá tanto del material necesario para el estudio de la asignatura (material didáctico, documentación teórica y práctica, lecturas recomendadas, artículos relacionados, enlaces a páginas Web) como de las herramientas de comunicación habituales, Foros de Debate y correo interno, que permitirán una fluida comunicación, entre el estudiante y el Equipo Docente, y facilitará la resolución de las posibles dudas que se le vayan surgiendo durante el estudio. A través de este curso, el Equipo Docente informará a los estudiantes de las actividades, los cambios y/o las novedades que vayan surgiendo, por lo que es fundamental que todos los matriculados utilicen esta plataforma virtual y accedan periódicamente, si ello no fuera posible deben ponerse en contacto con los profesores del Equipo Docente para que tengan constancia de esto y les faciliten el material necesario. Hay programada una jornada presencial de clases de prácticas de laboratorio en los laboratorios de la Facultad de Ciencias de la Sede Central de Madrid con una carga lectiva de 10 horas, cuya fecha se notificará con tiempo suficiente en el Tablón de anuncios del Curso Virtual.

11. TUTORIZACIÓN Y SEGUIMIENTO

El equipo docente ofrecerá una completa tutorización de la asignatura a través del curso virtual en CiberUned. Este curso virtual será la principal herramienta de comunicación entre el Equipo Docente y el estudiante. En él se podrá encontrar todo el material necesario para el estudio de la asignatura (material didáctico, documentación teórica y práctica, lecturas, artículos, enlaces a páginas Web) así como herramientas de comunicación en forma de Foros de Debate para que el estudiante pueda plantear al Equipo Docente las dudas que se le vayan surgiendo durante el estudio. A través de este curso, el Equipo Docente informará a los alumnos de los cambios y/o novedades que vayan surgiendo. Por consiguiente, es fundamental que todos los alumnos matriculados utilicen esta plataforma virtual para el estudio de la asignatura y, si ello no fuera posible, que se pongan en contacto con los profesores del Equipo Docente para que tengan constancia de esto y les faciliten el material necesario.

12. EVALUACIÓN DE LOS APRENDIZAJES

La valoración del nivel de conocimientos alcanzado por el estudiante se reflejará en una calificación que será la suma de varios componentes:

1. Evaluación continua y personalizada con metodología a distancia, a través de distintas actividades a lo largo del curso, como son: trabajos monográficos de búsqueda bibliográfica sobre algún tema relacionado con el contenido de la asignatura, resúmenes, realización de cuestionarios sobre el temario, etc. (que contribuirá en un 90% en la nota global).
2. Realización de prácticas: se valorará la actitud del estudiante así como su espíritu crítico en el análisis de los resultados obtenidos que contribuirá con un 10% en la nota global.

13.COLABORADORES DOCENTES

Véase equipo docente.