



**PROCESO SELECTIVO POR EL SISTEMA DE ACCESO LIBRE PARA INGRESO EN LA ESCALA DE TECNICOS ESPECIALIZADOS DE LOS ORGANISMOS PÚBLICOS DE INVESTIGACIÓN, CONVOCADO POR RESOLUCION DE 26 DE OCTUBRE DE 2018 (BOE N° 275 DE 14 DE NOVIEMBRE)**

## **Tercer ejercicio**

### **Supuesto práctico**

Perfil: Técnicas experimentales en física y química

- No abra el **EJERCICIO** ni empiece el examen hasta que se le indique.
- El tiempo para la realización de este ejercicio será de **CIENTO VEINTE (120) minutos**.
- **NO SEPARE** las hojas autocopiativas. Una vez finalizado el ejercicio, el tribunal le indicará los pasos a seguir.
- Debe **ELEGIR UN SUPUESTO** de entre los dos que se proponen
- El **SUPUESTO** solo podrá ser llevado por el opositor al finalizar el tiempo marcado para el ejercicio.



Madrid, 6 de mayo de 2019

## SUPUESTO PRÁCTICO 1

### Análisis y caracterización de una muestra de material sólido

- **Elige un material** entre los tres que se describen a continuación:
  - 1) Un catalizador heterogéneo para fotocatalisis. Se han obtenido una serie de catalizadores de óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) dopados con hierro ( $\text{Fe}^{3+}$ ) en distintas proporciones (entre un 0% y un 10%). A partir de un proceso sol-gel, empleando como precursor isopropóxido de titanio, y nitrato de hierro para los catalizadores dopados, se obtiene, tras la hidrólisis, un óxido de titanio que se separa mediante centrifugación y decantación. Posteriormente, el sólido resultante se lava y se calcina. Este tratamiento de calcinación permite la descomposición completa del precursor, y determina el tamaño de las nanopartículas cristalinas resultantes y los correspondientes agregados, cuya **composición y estructura** se desea estudiar.
  - 2) Nanopartículas de óxido de hierro sintetizadas en el laboratorio. Para su síntesis se han empleado distintos métodos que permiten obtener las formas cristalinas hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), y magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), pero es necesario conocer la **composición y estructura** de los distintos óxidos de hierro en los materiales obtenidos, que tras ser sometidos a tratamiento después de la síntesis, se encuentran en forma de polvo seco.
  - 3) Residuos sólidos provenientes de ensayos de catálisis homogénea. Un complejo organometálico de rodio del que se sabe que contiene al menos un ligando fosfina y un ligando carbonilo, se ha utilizado como catalizador en varios experimentos entre diversos alquinos terminales e hidrosilanos de alto punto de ebullición. Las reacciones se llevan a cabo utilizando un 10% en peso del complejo organometálico. Los experimentos catalíticos se dan por finalizados cuando se ha consumido la totalidad del alquino terminal utilizado en cada una de ellos, y para todos, tras eliminar los disolventes volátiles se obtienen los correspondientes residuos sólidos. Sugerir diferentes posibilidades para separar los productos de reacción del catalizador ya que se desea estudiar la naturaleza de los posibles productos orgánicos resultantes, así como obtener información relevante acerca de la **estructura y composición** del catalizador utilizado.
- En el laboratorio tienes a tu disposición las siguientes técnicas de análisis y caracterización:



- Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-VIS)
- Espectroscopía infrarroja (IR)
- Análisis químico. Espectroscopía de absorción y emisión atómica (ICP)
- Espectrometría de masas (MS)
- Resonancia magnética nuclear (RMN)
- Difracción de rayos X (XRD)
- Microscopías óptica y electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM)
- Microscopía de fuerzas atómicas (AFM) y de efecto túnel (STM)
- Análisis térmico y termogravimétrico
- Cromatografías de gases y líquidos

Haciendo uso de un **máximo de 4 técnicas**, y disponiendo de todo el material de laboratorio necesario para la preparación de muestras, así como de todos los reactivos y gases que puedas necesitar, responde y desarrolla las siguientes cuestiones relativas al análisis y caracterización del material elegido:

**1.-** Describe **brevemente** el fundamento de las técnicas escogidas.

**2.-** Explica el procedimiento de preparación de muestras del material elegido para dichas técnicas.

**3.-** ¿Qué información obtendrías con cada una de las técnicas seleccionadas? Responde esta pregunta **de la forma más exhaustiva posible**, indicando con detalle toda la información que se podía obtener con cada una de las técnicas que hayas escogido para analizar y caracterizar el sólido.



## SUPUESTO PRÁCTICO 2

### Análisis de muestras semiconductoras

- Se reciben en el laboratorio cuatro muestras cristalinas: dos materiales sólidos de  $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$  que se sabe que son semiconductores y dos láminas delgadas que se han crecido por técnicas de deposición en fase vapor usando cada uno de estos materiales. Desafortunadamente en el correo se han mezclado las cajas y no se sabe qué lámina delgada proviene de cada material sólido.
- En el laboratorio tienes a tu disposición las siguientes técnicas de análisis y caracterización:
  - Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-VIS)
  - Espectroscopía infrarroja (IR)
  - Análisis químico. Espectroscopía de absorción y emisión atómica (ICP)
  - Espectrometría de masas (MS)
  - Resonancia magnética nuclear (RMN)
  - Difracción de rayos X (XRD)
  - Microscopías óptica y electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM)
  - Microscopía de fuerzas atómicas (AFM) y de efecto túnel (STM)
  - Análisis térmico y termogravimétrico
  - Cromatografías de gases y líquidos

Haciendo uso de un **máximo de 4 de estas técnicas**, y disponiendo además de todo el material de laboratorio necesario para la preparación de muestras, de todos los reactivos y gases que puedas necesitar, así como todos los instrumentos necesarios para fabricar contactos y caracterización eléctrica, medida del efecto Hall, microscopios ópticos, hornos, morteros, etc. responde y desarrolla las siguientes cuestiones relativas al análisis y caracterización del material elegido, teniendo en cuenta que las técnicas que utilices pueden ser destructivas con el material base pero no con las láminas delgadas:

**1.-** Asocia cada lámina con su material de partida y explica cómo lo harías.

**2.-** Analiza las láminas delgadas en términos de homogeneidad química y estructural, limpieza, estructura cristalina y propiedades eléctricas. Describe brevemente que



equipos utilizarías, cuidados especiales, parámetros experimentales importantes y principio básico de funcionamiento del equipo.

**3.-** Describe las técnicas escogidas.

**4.-** Se utilizan ambos materiales para crecer multicapas alternando capas puras con capas donde se introduce un ión dopante. Esto es, se crece primero una capa usando el semiconductor puro y luego otra añadiendo un pequeño porcentaje de iones dopantes que mejoran su conductividad y así sucesivamente. La multicapa después se parte después en dos (se cliva) para analizar su estructura caracterizando su sección transversal y se introduce a un microscopio electrónico tipo SEM. ¿Qué tipo de contraste obtendrías? ¿Cómo crees que se mediría mejor el espesor de las capas individuales? ¿Qué usarías electrones secundarios o retrodispersados? Justifícalo. ¿Podrías averiguar la naturaleza química del dopante?



**PÁGINA**

**EN**

**BLANCO**