



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN**

**MANUAL DE LABORATORIO DE ESPECTROSCOPIA DE
INFRARROJO
(INSTRUMENTACIÓN, MANEJO DEL EQUIPO Y PRÁCTICAS)**

**ACTIVIDAD DE APOYO A LA DOCENCIA
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
LICENCIADA EN QUÍMICA INDUSTRIAL
PRESENTA
KARINA ANGÉLICA FLORES ALCÁNTARA**

ASESORA: DRA. ANA MARÍA VELÁZQUEZ SÁNCHEZ



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

U. N. A. M.
 ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES
 SUPERIORES CUAUTITLAN

DRA. SUEMI RODRIGUEZ ROMO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 P R E S E N T E



DEPARTAMENTO DE
 ATN: L. A. ARACELI HERRERA HERNANDEZ
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 26 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el Material Didáctico:

Manual de Laboratorio de Espectroscopia de Infrarrojo
(Instrumentación, Manejo de Equipo y Prácticas)

de la Opción de Titulación por Actividad de Apoyo a la Docencia que presenta: la pasante: Karina Angélica Flores Alcántara con número de cuenta: 40109538-2 para obtener el título de: Licenciada en Química Industrial

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE
 "POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 12 de Mayo del 2008.

PRESIDENTE	<u>QFB. Delia Reyes Jaramillo</u>	
VOCAL	<u>MC. Marina Lucia Morales Galicia</u>	
SECRETARIO	<u>Dra. Ana María Velázquez Sánchez</u>	
PRIMER SUPLENTE	<u>Q. Juana Cabrera Hernández</u>	
SEGUNDO SUPLENTE	<u>QI. Griselda Avila Enriquez</u>	

AGRADECIMIENTOS

A DIOS

*Por darme la vida y brindarme la
oportunidad de realizar la mas grande de
mis metas.*

A LA UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO

*Por su apoyo Institucional y en especial a
la Facultad de Estudios Superiores
Cuautitlán por permitirme realizar mis
estudios profesionales.*

A MIS PADRES
ARTURO y GUADALUPE

*Por el apoyo, confianza y motivación que
me han brindado en el transcurso de mis
estudios. Muchas gracias*

A MI ASESORA
DRA. ANA MARIA VELÁZQUEZ
SÁNCHEZ

*Por su colaboración y tiempo dedicado
para la elaboración de este trabajo y por
contar no sólo con su amistad sino con la
transmisión de su conocimiento y
experiencia.*

A LOS PROFESORES:

*Vicky , Flora, Porfirio, Graciela, Toño y al
Dr. Enrique Ángeles por su apoyo, y
asesoría en la elaboración de este trabajo.*

A LOS SINODALES:
PROFESORAS MARINA, JUANA,
GRISELDA Y DELIA

*Por sus observaciones, tiempo brindado
para mejorar y concluir este trabajo*

DEDICATORIAS

A mi madre porque sus brazos siempre se abren cuando necesito un abrazo, su corazón sabe comprender cuándo necesito una amiga, sus ojos sensibles se endurecen cuando necesito una lección y su fuerza y amor me han dirigido por la vida.

A mi padre porque cuando nací eras un ser que a veces aparecía para aplaudir mis últimos logros. Cuando me iba haciendo mayor eras una figura que me enseñaba la diferencia entre lo bueno y lo malo. Durante mi adolescencia eras la autoridad que me ponía límites a mis deseos. Ahora que soy adulta es el mejor consejero que tengo y la persona que respeta mis decisiones.

A mis hermanos Arturo y Claudia por estar conmigo en todos los momentos que los requerí, tenerme tanta paciencia y respetar mis decisiones. Gracias por ser mis amigos.

A la memoria de los seres que dejaron huella imborrable en mi; porque me inculcaron el estudio desde niña. Abuelitos Vicente, Alicia y Soledad donde quiera que se encuentren les dedico este trabajo.

A mis sobrinas Diana y Paola por hacerme divertidas las noches con sus ocurrencias y siempre llenar mi vida de risas y alegrías.

A mis mejores amigas Maribel y Mary Cruz por todo su apoyo y por todos los momentos amargos y felices que hemos pasado juntas

A mi mejor amigo Israel Díaz por contar con su apoyo y amistad incondicional durante todo este tiempo de estar juntos y por impulsarme a concluir este trabajo con tus consejos y comentarios. T.Q.M.

A mis compañeros de carrera Química Industrial 6ta. generación, con los que compartí tantas cosas agradables, Sandra, Patricia, Nelly, Minerva, Alfredo, Jorge, Hugo, Israel, Natanael, José, Luis, Octavio, Jazmín y Salvador.

Al Q.F.I. Antonio Mesa por tantos consejos y apoyo desde el inicio de mi servicio Social en el InDRE y a través del transcurso de mis estudios, gracias por brindarme su amistad.

A todas las personas que de alguna forma contribuyeron con sus consejos para concluir mis estudios.

“El verdadero poder consiste en saber que sí se puede, pero no se quiere”

JULIET ALICIA JARVIS

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	3
CAPÍTULO 1	
Generalidades	4
1.1. Introducción a los métodos ópticos de análisis	4
1.1.1. Propiedades de la radiación electromagnética	5
1.2. Introducción a la espectroscopia infrarroja	6
1.2.1. Espectro de absorción de infrarrojo.....	7
1.2.2. Fundamentos de la espectroscopia infrarroja	7
1.2.3. Tipos de vibraciones	7
1.2.4. Modelos vibracionales	8
1.2.5. Vibraciones fundamentales	11
1.2.6. Vibraciones secundarias	12
1.3. Análisis cualitativo	13
1.3.1. Características del espectro de infrarrojo de compuestos orgánicos	13
1.3.2. Características del espectro de infrarrojo de compuestos inorgánicos	19
CAPÍTULO 2	
Instrumentación	21
2.1. Características ópticas del espectrofotómetro de infrarrojo	21
2.2. Fuente de radiación	21
2.3. Monocromador	22
2.4. Detector	23
2.4.1. Detectores térmicos	23
2.4.1.1. Termopares	23
2.4.1.2. Bolómetro	24
2.4.1.3. Detector de Golay	25
2.4.2. Detectores Piroeléctricos	25
2.4.3. Detectores Fotoconductores	26
2.5. Espectrofotómetros de infrarrojo.....	26
2.5.1. Espectrofotómetro dispersivo	27
2.5.2. Espectrofotómetro con Transformada de Fourier	28
2.5.3. Espectrofotómetro NICOLET Magna-560	29
CAPÍTULO 3	
Guía Metodológica para el Manejo del Equipo	33
3.1. Encendido del espectrofotómetro de infrarrojo	33
3.2. Selección de los parámetros de colección del espectro de IR.....	34

3.3. Lectura de la muestra	39
3.4. Corrección del espectro de la muestra	43
3.5. Impresión del espectro de infrarrojo	47
CAPÍTULO 4	
Prácticas	51
PRÁCTICA 1. Elaboración de una pastilla de bromuro de potasio (KBr) de cualquier compuesto	51
PRÁCTICA 2. Identificación de nitratos e influencia del catión en la aparición de las bandas en infrarrojo	55
PRÁCTICA 3. Identificación de carbonatos e influencia del catión en la aparición de las bandas en infrarrojo	59
PRÁCTICA 4. Identificación de sulfatos e influencia del catión en la aparición de las bandas en espectrofotometría de infrarrojo	62
PRÁCTICA 5. Identificación de maderas suaves y de maderas duras por espectrofotometría infrarroja	66
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS GENERALES	70
ANEXOS	72
Anexo 1	
PRÁCTICA 1. Resultados, análisis de resultados y conclusiones.....	72
Anexo 2	
PRÁCTICA 2. Resultados, análisis de resultados y conclusiones.....	76
Anexo 3	
PRÁCTICA 3. Resultados, análisis de resultados y conclusiones.....	81
Anexo 4	
PRÁCTICA 4. Resultados, análisis de resultados y conclusiones.....	86
Anexo 5	
PRÁCTICA 5. Resultados, análisis de resultados y conclusiones.....	91

INTRODUCCIÓN

La espectroscopia de infrarrojo es un método espectroscópico utilizado para la identificación de compuestos orgánicos e inorgánicos y ha llegado a ser uno de los métodos más útiles dentro del laboratorio químico, ya sea analítico, de control de calidad o de investigación. Ésta ha experimentado una revolución con la introducción de instrumentos que permiten determinar rápida y convenientemente los grupos funcionales de la estructura química de las muestras, además el análisis se lleva a cabo con cantidades pequeñas de material.

El químico actual necesita una mejor preparación analítica tanto en el aspecto teórico como en el experimental. Este Manual de Laboratorio de Espectroscopia de Infrarrojo pretende ser un auxiliar para lograr dicha preparación presentando los aspectos teóricos básicos e instrumentación de esta técnica espectroscópica, una guía metodológica breve para el manejo del equipo de infrarrojo marca NICOLET Magna-560 y cinco prácticas para la docencia en las diferentes licenciaturas del área de ciencias químicas.

Los alumnos de la carrera de Química Industrial y Química a lo largo de su trayectoria académica cuentan con asignaturas en las cuales pueden aplicar este método espectroscópico, una de ellas es el laboratorio de Química Experimental Aplicada. Esta asignatura tiene como objetivo integrar y aplicar conocimientos adquiridos en asignaturas anteriores y ayudar al alumno en su preparación para que se desarrolle mejor como profesional de la química. El conocer y tener experiencia en el método espectroscópico de infrarrojo le dará a los estudiantes una herramienta más para enfrentar y resolver problemas a nivel industrial y también le permitirá enriquecer el proceso enseñanza-aprendizaje.

Si el alumno selecciona este método espectroscópico, se interesa en el aprendizaje del mismo y en el manejo del equipo, este manual le servirá como guía para el desarrollo de sus proyectos en el laboratorio de Química Experimental Aplicada.

En la realización de este manual se recopiló la información bibliográfica para redactar los principios básicos de la técnica y la instrumentación, posteriormente se desarrolló la guía metodológica para el manejo del equipo de infrarrojo presentando a través de un texto ágil y práctico que orienta de forma clara y concisa a cualquier usuario que requiera llevar a cabo el análisis de una muestra.

Se incluyen 5 prácticas que pueden realizarse como ejemplo de algunas aplicaciones de este método espectroscópico. Para facilitar el desarrollo de las prácticas, se marca en cada una el objetivo que se pretende alcanzar, se presenta la teoría básica del método analítico, la información sobre la naturaleza de la muestra que será sometida al análisis y al final de cada una la bibliografía donde se puede encontrar información adicional sobre los temas tratados.

Además, al final de este manual se presenta un anexo donde se han colocado los resultados obtenidos mostrando los espectros de infrarrojo de las muestras así como el análisis de resultados y conclusiones de cada una de las prácticas.

OBJETIVO GENERAL

Elaborar un Manual de Espectroscopia de Infrarrojo, apoyándose en un estudio bibliográfico, que contenga las herramientas necesarias para apoyar al trabajo experimental de las asignaturas de Química Experimental Aplicada y algunas otras de los planes de estudios de las carreras del área de química.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Presentar un manual de espectroscopia de infrarrojo que incluya los principios teóricos, la instrumentación y la metodología para el manejo adecuado del equipo marca NICOLET modelo Magna-560, con la finalidad de que la persona interesada pueda acceder fácilmente al manejo de este método espectroscópico.
- Diseñar cinco prácticas de espectroscopia de infrarrojo como apoyo didáctico para los estudiantes de las asignaturas de Química Experimental Aplicada de las carreras de Química y Química Industrial para que refuercen el aprendizaje de este método espectroscópico.

CAPÍTULO UNO

GENERALIDADES



GENERALIDADES

1.1. INTRODUCCIÓN A LOS MÉTODOS ÓPTICOS DE ANÁLISIS

Un método óptico de análisis se define como aquel en donde se mide la radiación electromagnética que emana de la materia como resultado de la interacción con ella, se incluyen por lo tanto, todos los campos del espectro electromagnético desde los rayos gamma a las ondas de radio, Figura 1. Estos métodos ópticos de análisis se dividen en dos tipos fundamentales, los espectroscópicos y los no espectroscópicos.

Los *métodos espectroscópicos* se basan en la medida de la intensidad de la luz y la longitud de onda de la energía radiante. Estas medidas se muestran en los gráficos denominados espectros. Los espectros se deben a las transiciones de las partículas subatómicas entre estados de energía característicos y a las vibraciones de los enlaces moleculares. Por otro lado los *métodos no espectroscópicos* se basan en la interacción entre la radiación electromagnética y la materia produciendo como resultado un cambio en la dirección o en las propiedades físicas de la radiación electromagnética. Ejemplos de estos métodos es la refractometría, la difracción de rayos x y la polarimetría.

Los métodos ópticos más utilizados son los espectroscópicos y en la mayoría de ellos el fundamento es la interacción luz materia, en donde se mide la energía de la luz absorbida o emitida y se identifican fácilmente por el prefijo *espectro*, un ejemplo de estos métodos es la espectroscopia de infrarroja (Olsen, 1986; Conley, 1979).

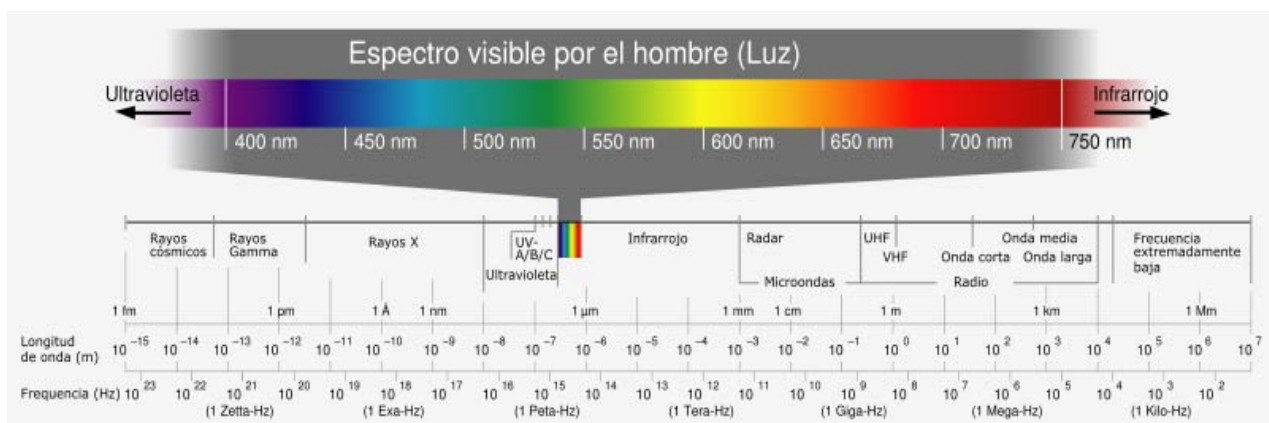


Figura 1. Espectro electromagnético (<http://upload.wikimedia.org>)

1.1.1. PROPIEDADES DE LA RADIACIÓN ELECTROMAGNÉTICA

La radiación electromagnética es la radiación emitida o absorbida en forma de ondas electromagnéticas. Una onda electromagnética está formada por un componente de campo eléctrico y un componente de campo magnético, mutuamente perpendiculares, que oscilan en el espacio con su frecuencia, su velocidad y su intensidad características. Los diferentes tipos de radiación electromagnética se caracterizan generalmente por su longitud de onda (λ) o su frecuencia (ν). En la Figura 2 se muestra el diagrama de una onda.

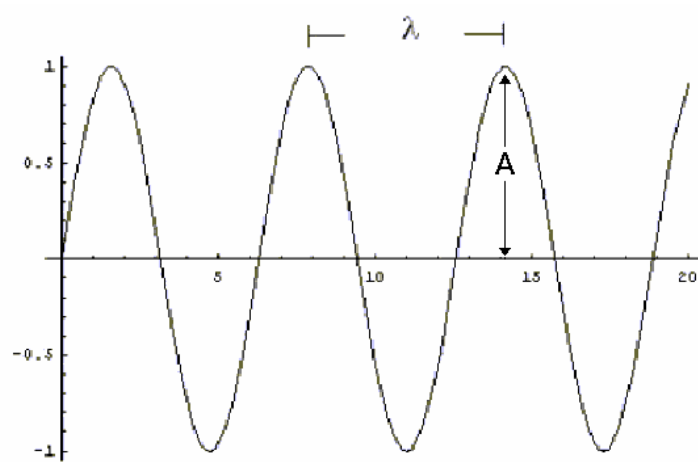


Figura 2. Onda electromagnética

La *longitud de onda* se define como la longitud de un ciclo, o bien como la distancia entre los máximos y mínimos sucesivos. La *frecuencia* es el número de ciclos por segundo. Toda radiación electromagnética se mueve en el vacío con la misma *velocidad* (c), cuyo valor es de $2,9979 \times 10^{10}$ cm/s. Así para toda radiación que se mueva en el vacío, se puede describir la Ecuación 1 en la forma: (Creswell, 1972; Olsen, 1986; Conley, 1979).

$$\lambda = \frac{c}{\nu}$$

Ecuación 1

1.2. INTRODUCCIÓN A LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

La espectroscopia infrarroja ha llegado a ser una de las técnicas más importantes para la determinación de la estructura molecular y de identificación química. En sistemas orgánicos se aplica como técnica analítica cuantitativa y cualitativa, para el estudio de materiales desconocidos, para obtener datos sobre grupos funcionales y otras características estructurales. A pesar de que solo se han estudiado compuestos orgánicos, también los compuestos inorgánicos dan espectros de infrarrojo útiles. La región del infrarrojo suele considerarse como la zona comprendida entre las longitudes de onda de 0.75-1000 μm , que corresponden a los números de onda 13300-10 cm^{-1} , la cual se subdivide a su vez en tres regiones que se muestran en la Tabla 1 (Olsen, 1986; Conley, 1979; Morcillo, 1974).

Tabla 1. Subdivisiones habituales del espectro de infrarrojo

REGIÓN	TIPO DE TRANSICIÓN ENERGÉTICA	INTERVALO DE NÚMERO DE ONDA (cm^{-1})	INTERVALO DE LONGITUD DE ONDA (μm)
Infrarrojo próximo ó cercano	Armónicos	13300 - 4000	0.75 - 2.5
Infrarrojo medio ó fundamental	Vibraciones, rotaciones	4000 - 400	2.5 - 25
Infrarrojo lejano	Vibraciones del esqueleto, rotaciones	400 - 10	25 - 1000

En el *infrarrojo próximo o cercano* la mayoría de las bandas de absorción se deben a armónicos de las vibraciones de tensión del hidrógeno particularmente útiles para el análisis cuantitativo de varios grupos funcionales. Los instrumentos utilizados son similares a los usados en región del visible.

En la región del *infrarrojo medio o fundamental* se obtiene una gran cantidad de información cualitativa y cuantitativa acerca de los grupos funcionales y de la estructura molecular. En esta región aparecen las bandas de absorción debidas a las vibraciones fundamentales de las moléculas, por lo que es la más común y más empleada en espectroscopia de infrarrojo.

La región del *infrarrojo lejano* ofrece información, acerca de las transiciones rotacionales, modos vibracionales de las redes cristalinas y vibraciones del esqueleto de moléculas grandes (Olsen, 1986; Morcillo, 1974).

1.2.1. ESPECTRO DE ABSORCIÓN DE INFRARROJO

El espectro de absorción en el infrarrojo es el registro gráfico del porcentaje de la radiación absorbida (o transmitida) por una muestra, en función de la longitud de onda o del número de ondas de la radiación infrarroja incidente. Este registro representa, para cada longitud de onda, la relación de intensidades transmitidas, con o sin muestra. Esta relación denominada transmitancia **T** puede remplazarse por su porcentaje (%T) o por la absorbancia (**A**), la cual se relaciona con la transmitancia mediante la relación $A = \log (1/T)$. El espectro infrarrojo es característico para cada compuesto, ya que no existen dos espectros iguales para dos compuestos diferentes, cada espectro es como una huella dactilar (Morcillo, 1974; Rouessac F y Rouessac A, 2000).

1.2.2. FUNDAMENTOS DE LA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

La espectroscopia infrarroja se basa en la medición de la absorción de energía luminosa en la región infrarroja, la absorción de esa radiación promueve en una molécula, distintas vibraciones mecánicas de átomos o grupos funcionales. La absorción de radiación infrarroja se limita en gran parte a especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales. Se producen sólo estos efectos, debido a que los fotones producidos en el infrarrojo poseen poca energía como para producir transiciones electrónicas pero pueden provocar que los enlaces se estiren y doblen, es decir pueden causar vibración en las moléculas en las cuales los átomos cambian su posición relativa (Creswell, 1972; Conley, 1979; Olsen, 1986; Skoog, 1994; Rouessac F y Rouessac A, 2000).

1.2.3. TIPOS DE VIBRACIONES

En moléculas sencillas es posible definir los tipo de vibraciones que tienen lugar entre los distintos átomos enlazados e identificar la radiación electromagnética que se absorbe para modificar su estado vibracional.

En moléculas complejas esta posibilidad es más difícil tanto por el elevado número de vibraciones como por las interacciones entre los distintos centros vibracionales que se producen. Hay dos clases de vibraciones básicas o fundamentales; de tensión o alargamiento y de deformación o flexión, Figura 3.

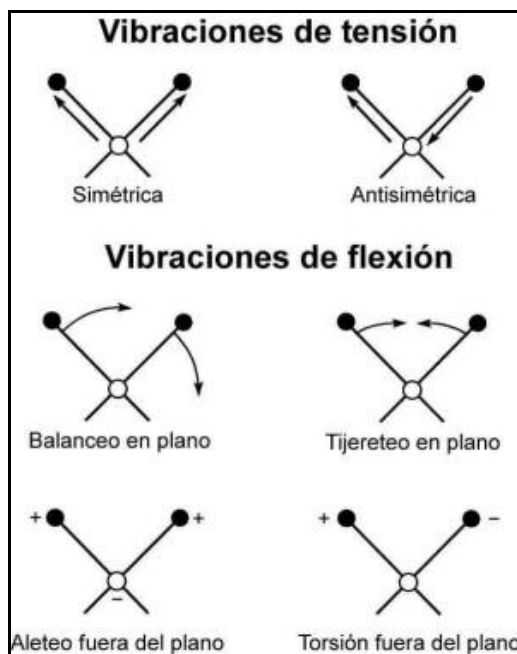


Figura 3. Tipos de vibraciones moleculares (Skoog, 1994).

NOTA: (+) indica un movimiento del plano de la página hacia el lector;
 (-) indica un movimiento del plano de la página alejándose del lector.

Las *vibraciones de tensión o alargamiento* producen un cambio continuo de la distancia entre los átomos sin abandonar el eje de enlace.

Las *vibraciones de deformación o flexión* se caracterizan por un cambio en el ángulo de dos enlaces y se clasifican en cuatro tipos: de tijera, de oscilación en el plano o balanceo, de sacudida fuera del plano o cabeceo y de torsión fuera del plano o trenzado. En moléculas de más de tres átomos, además de las vibraciones descritas, puede producirse interacciones o acoplamientos que dan lugar a cambios en las características de las vibraciones (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979).

1.2.4. MODELOS VIBRACIONALES

Las características de una vibración atómica de tensión en una molécula diatómica son, en principio, similares a un modelo mecánico consistente en dos masas unidas por un muelle (oscilador armónico). Para iniciar el desarrollo se considera la vibración de una masa unida a un resorte que cuelga de un objeto inmóvil, la energía potencial para un desplazamiento de la masa sobre su posición de equilibrio es:

$$E_{potencial} = \left(\frac{1}{2}\right)kd^2$$

En donde k es la constante de fuerza y d la distancia recorrida por la masa.

La curva de energía potencial para una oscilación armónica simple, obtenida a partir de la ecuación anterior es una parábola, Figura 4.

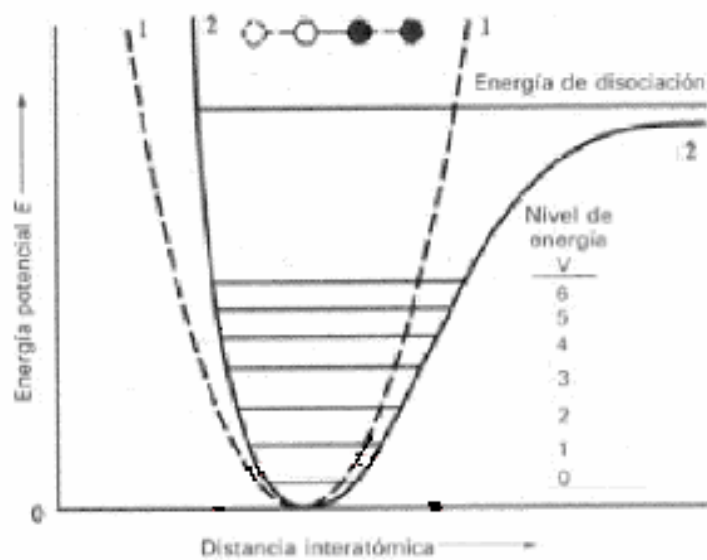


Figura 4. Curvas de energía potencial en un oscilador armónico (1) y oscilador no armónico (2) (Skoog, 1994)

En la posición de equilibrio $d=0$, la energía potencial es nula y alcanza el valor máximo cuando el resorte está extendido o comprimido a máxima amplitud. La frecuencia de esta vibración, en ciclos por segundo, tiene la expresión:

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$$

En donde m es la masa del objeto y k la constante de fuerza.

Esta expresión de la frecuencia de vibración se puede aplicar a un oscilador armónico formado por dos bolas de masas m_1 , m_2 y a dos átomos unidos por un enlace en movimiento vibratorio.

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}}}$$

En donde m_1 y m_2 son la masa de las bolas o de los átomos, $(m_1 m_2 / m_1 + m_2)$ es la masa reducida μ y k la constante de fuerza del muelle o del enlace químico.

Sin embargo, el movimiento vibracional de dos átomos unidos por un enlace químico difiere del sistema de dos masas unidas por un muelle, debido a que la energía vibracional de los átomos en una molécula está cuantificada y solamente son permitidos ciertos niveles energéticos, según la siguiente expresión:

$$E = \left(\frac{1}{2} + \nu \right) h \nu = \left(\frac{1}{2} + \nu \right) \frac{h}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

En donde:

ν es el número cuántico vibracional, el cuál toma valores de (0,1,2,3, etc)

h es la constante de Planck, ($h=6,6252 \times 10^{-27}$ erg seg)

ν es la frecuencia de vibración del enlace

μ es la masa reducida

La transición entre dos niveles energéticos vibracionales consecutivos corresponde a un incremento de energía vibracional, $\Delta E_{vib.}$

$$\Delta E_{vib.} = \frac{h}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

La absorción de radiación con energía igual a esta diferencia da lugar a la transición vibracional que queda reflejada en el espectro. Las radiaciones electromagnéticas con esta energía se encuentran en la región infrarroja del espectro electromagnético. La cuantificación de la energía vibracional en un sistema molecular, no es la única diferencia existente entre dos átomos unidos por un enlace (vibraciones moleculares) y un oscilador armónico definido por dos masas unidas por un muelle (mecánica clásica). Cuando dos átomos se acercan entre sí, en el movimiento vibratorio, se produce una repulsión entre los dos núcleos con una fuerza que actúa en la misma dirección que la fuerza restauradora del enlace. Este efecto hace que en el extremo en el que los átomos se acercan, la energía potencial se eleve rápidamente; mientras que en el extremo, en el que los átomos se alejan al máximo, se produce una disminución de la fuerza restauradora y por tanto de la energía potencial, Figura 4. Las curvas de energía potencial correspondientes a un oscilador armónico (dos masas unidas por un muelle) y un oscilador no armónico (vibraciones moleculares) son muy parecidas, sobre todo a energías potenciales bajas. La transición desde el nivel $v=0$ al primer estado excitado $v=1$ absorbe intensamente la radiación electromagnética exterior dando lugar a bandas espectrales fundamentales (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979).

1.2.5. VIBRACIONES FUNDAMENTALES

Una molécula con varios átomos presenta un número elevado de vibraciones fundamentales que depende de los grados de libertad de ésta. El número de *grados de libertad* de una molécula es igual a la suma de las coordenadas que son necesarias para localizar a todos los átomos en el espacio. Un átomo tiene (3) grados de libertad, pues se necesitan tres coordenadas para localizarlo x, y, z; todos los grados de libertad son traslacionales. Si la molécula tiene " n " átomos, los grados de libertad para ella son $(3n)$, los cuales pueden ser rotacionales, vibracionales y traslacionales. Los grados de libertad rotacionales de una molécula se deben a la rotación de ésta alrededor del eje que pasa por su centro de gravedad y es preciso que en la rotación el átomo cambie de posición.

$$3n \text{ grados de libertad} = \text{traslacionales} + \text{rotacionales} + \text{vibracionales}$$

Para las moléculas lineales	Para las moléculas no lineales
Grados de libertad vibracionales = $3n - 5$	Grados de libertad vibracionales = $3n - 6$

El número de vibraciones fundamentales de alargamiento es $(n - 1)$ y el número de vibraciones fundamentales de deformación es $(2n - 5)$, si la molécula es no lineal, y $(2n - 4)$ si la molécula es lineal (Creswell, 1972; Olsen, 1986).

No todas las vibraciones fundamentales de una molécula dan bandas de absorción de radiación electromagnética en el espectro, para que esto ocurra han de cumplirse las siguientes condiciones:

- 1) Se debe presentar un cambio en el momento dipolar de la molécula durante la vibración, sólo en estas circunstancias el campo eléctrico de la radiación puede interaccionar con la molécula.
 - El momento dipolar está determinado por la magnitud de la diferencia de cargas y por la distancia entre ambos centros de cargas.
 - Las moléculas diatómicas en las que los dos átomos son iguales (O_2 , N_2) solo producen vibraciones simétricas y por tanto no son activas en el IR.
 - Moléculas simétricas como CH_4 , CCl_4 , C_6H_6 , etc. no tienen momento dipolar permanente, pero se puede desarrollar durante la vibración y son capaces de absorber radiación infrarroja.
- 2) No deben coincidir en la misma frecuencia varias vibraciones fundamentales.
- 3) La banda debe ser suficientemente intensa.
- 4) La energía vibracional debe corresponder a una longitud de onda que esté dentro del intervalo de trabajo del instrumento.

1.2.6. VIBRACIONES SECUNDARIAS

En los espectros de infrarrojos también pueden aparecer vibraciones secundarias conocidas como "*sobretonos*", debidas a transiciones vibracionales de $\Delta v = +2$ ó $+3$ de baja intensidad a frecuencia doble o triple de la fundamental. Las "*bandas de combinación*", pueden aparecer como suma o diferencia de dos o más vibraciones fundamentales. La energía de una vibración, y por consiguiente, la longitud de onda de su banda de absorción, pueden ser influidas por otras vibraciones de la molécula (Skoog, 1994; Olsen, 1986).

1.3. ANÁLISIS CUALITATIVO

1.3.1. CARACTERÍSTICAS DEL ESPECTRO DE INFRARROJO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

El espectro de infrarrojo de un compuesto orgánico muestra un cierto número de bandas de absorción asociadas a ciertas unidades estructurales de la molécula, por ejemplo el grupo CH_2 en un alcano como el $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$ tiene vibraciones parecidas a las encontradas en un gran número de otras moléculas que tienen el grupo funcional metileno formando parte de su estructura molecular. Debido a esto se ha conducido a la asignación de las llamadas frecuencias características de grupo (Conley, 1979).

Para facilitar la interpretación de los espectros de infrarrojo se recomienda seguir la siguiente metodología:

1. Uniones C-H de alcanos, alquenos y compuestos aromáticos.

- Bandas en la región de $2850\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de uniones C-H de compuestos saturados e insaturados.
- Bandas en la región de $3000\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de uniones C-H de alquenos y compuestos aromáticos.

2. Dobles ligaduras de alquenos y anillos aromáticos

- Bandas en la región de $1600\text{-}1670\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de dobles ligaduras de alquenos
- Bandas en la región de $1450\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de anillos aromáticos

3. Triples ligaduras: alquinos y nitrilos

- Bandas en la región de $2000\text{-}2100\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de triples ligaduras o nitrilos

4. Grupos funcionales oxigenados

- Banda amplia e intensa en la región de $3000\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de uniones O-H.
- Banda intensa en la región de $1670\text{-}1900\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de unión >C=O .

5. Grupos funcionales nitrogenados

- Banda en la región de $2000\text{-}2100\text{ cm}^{-1}$ puede indicar la presencia de grupo nitrilo o de triple ligadura.
- Una o dos bandas en la región de $3000\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de uniones N-H.
- Dos bandas, una en 1350 y la otra en 1520 cm^{-1} indican la presencia de grupo nitro.

Después de analizar el espectro en función de los puntos anteriores acudir a las Tablas para completar la interpretación. De la Tabla 2 a la Tabla 6 se muestran algunos ejemplos.

Tabla 2. Características del espectro de infrarrojo de alcanos

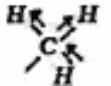
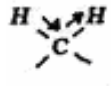
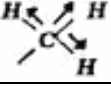

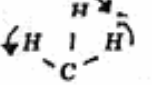
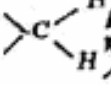
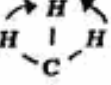
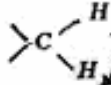
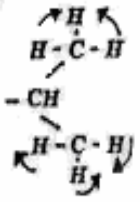

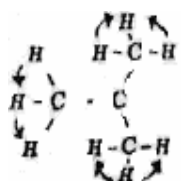

GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)	GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
ALCANOS					
Metilos (-CH ₃)	Estiramiento asimétrico 	2960	Metilenos (-CH ₂ -)	Estiramiento asimétrico 	2925
	Estiramiento simétrico 	2870		Estiramiento simétrico 	2850
	Torsión asimétrica 	1460		Torsión de Tijera 	1470
	Torsión simétrica 	1380		Torsión de Balaceo 	725-720
Isopropilo (CH ₃) ₂ CH-	Estiramiento 	1380 y 1360 1170 y 1145 débiles 	Terbutilo (CH ₃) ₃ C-	Estiramiento 	1380 y 1360 1255 y 1210 

Tabla 3. Características del espectro de infrarrojo de alquenos y alquinos

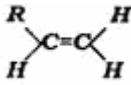
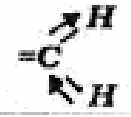
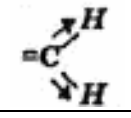
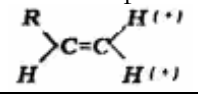
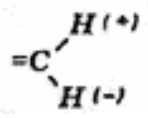
GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)	GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
ALQUENOS					
Vinilo 	Estiramiento asimétrico	3100	Metileno terminal	Estiramiento asimétrico	3100
				Estiramiento simétrico	
	Estiramiento simétrico			Torsión	890
Torsión C-H fuera del plano		990 y 910			
ALQUINOS					
-C ≡ C-H	Estiramiento	3325-3250	-C ≡ C (posición terminal)	Estiramiento	2140-2100
	-C ≡ C-H		-C ≡ C- (posición central)	-C ≡ C-	
	Torsión	750-650		Estiramiento	2260-2190
	≡ C-H ⁽⁺⁾		-C ≡ C-		

Tabla 4. Características del espectro de infrarrojo de aromáticos, alcoholes y éteres


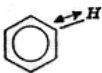




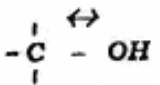
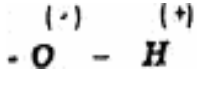
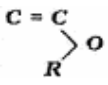
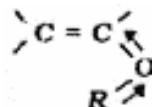
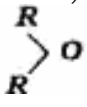
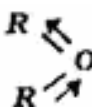
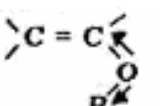
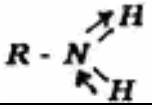
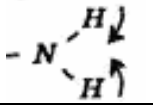
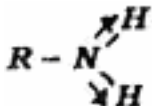
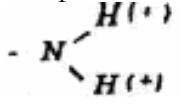
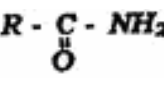
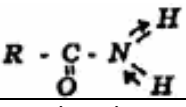
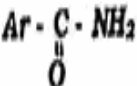
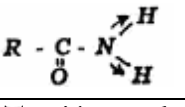
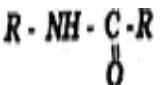
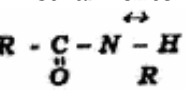
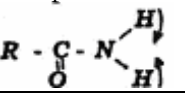
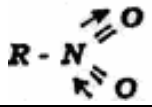
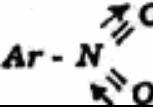
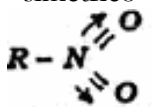
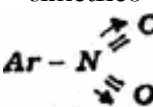
GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)	GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
AROMÁTICOS					
	Estiramiento 	3150-3050 2000-1600 (sobretonos)		Estiramiento 	Hasta cuatro bandas entre 1600-1450
ALCOHOLES					
Alcohol R-OH	Estiramiento 	3650-3200	Alcohol R-OH	Torsión 	1500-1300
	Estiramiento 	1200-1050 1050 primario 1100 secundario 1150 terciario 1200 fenol		Torsión 	650
ESTERES					
Éter (aromático y vinílico) 	Estiramiento asimétrico 	1275-1200	Éter alifático y cíclico 	Estiramiento asimétrico 	1500-1070
	Estiramiento simétrico 	1075-1020	Metoxilo CH₃ - O - R	Estiramiento	2820

Tabla 5. Características del espectro de infrarrojo del grupo carbonilo

GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)	GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
GRUPO CARBONILO					
Ácidos Carboxílicos $R-C(=O)-OH$	Estiramiento $R-C(=O)-O-H$	3500-2500	Anhídrido $R-C(=O)-O-C(=O)-R$	Estiramiento asimétrico $R-C(=O)-O-C(=O)-R$	1820
	Torsión $R-C(=O) \dots H-O-C(=O)-R$	1420-1200		Estiramiento simétrico $R-C(=O)-O-C(=O)-R$	1760
	Estiramiento $R-C(=O)-OH$	1725-1700		Estiramiento simétrico y asimétrico $R-C(=O)-O-C(=O)-R$	1300-1050
Aldehído $H-C(=O)-R$	Resonancia de Fermi C - H	2820-2720	Cetona $R-C(=O)-R$	Estiramiento $R-C(=O)-R$	1715-1680
	Estiramiento $H-C(=O)-R$	1740-1720		Estiramiento $R-C(=O)-R$	1100-1300
Ester $R-C(=O)-O-R$	Estiramiento $R-C(=O)-O-R$	1750-1735	Ester $R-C(=O)-O-R$	Estiramiento simétrico y asimétrico $R-C(=O)-O-R$ $R-C(=O)-O-R$	Dos bandas entre 1300-1050

Tabla 6. Características del espectro de infrarrojo de aminas, amidas y nitro

GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)	GRUPO	TIPO DE VIBRACIÓN	NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
AMINAS					
R - NH ₂	Estiramiento asimétrico 	3500	NH ₂	Torsión en el plano 	1640-1560
Ar - NH ₂	Estiramiento simétrico 	3400		Torsión fuera del plano 	900-650
AMIDAS					
	Estiramiento asimétrico 	3500		Estiramiento asimétrico 	3400
	Estiramiento 	3350-3310		Torsión en el plano 	1640-1560
NITRO					
R - NO ₂	Estiramiento asimétrico 	1550	Ar - NO ₂	Estiramiento asimétrico 	1525
	Estiramiento simétrico 	1370		Estiramiento simétrico 	1345

1.3.2. CARACTERÍSTICAS DEL ESPECTRO DE INFRARROJO DE COMPUESTOS INORGÁNICOS

No es raro encontrar muestras inorgánicas cuyo espectro de infrarrojo resulta diferente a los espectros en compuestos orgánicos ya que las absorciones de carbono-hidrógeno no aparecen y el espectro consta de un número relativo bajo de bandas anchas. En los sólidos iónicos compuestos por iones monoatómicos, como es el caso del cloruro de sodio, yoduro de cesio y bromuro de potasio, las únicas vibraciones de los iones provienen del desplazamiento de estos iones con relación a los iones más próximos a ellos. Este sistema puede esquematizarse como un conjunto tridimensional de bolas y muelles que representan, respectivamente, los iones individuales y las fuerzas que mantienen unido el conjunto de iones. Los movimientos dentro del sistema se denominan vibraciones de red.

Las bandas espectrales resultantes son anchas y van apareciendo a energías cada vez más bajas (frecuencias inferiores, longitudes de onda superiores), al aumentar los pesos atómicos. Estas vibraciones de red son la causa de la limitación que aparece en la zona de baja frecuencia en la transmisión de los cristales de haluros alcalinos.

En un sólido que contenga un ión poliatómico se presentará, además de las vibraciones de red movimientos de la unidad poliatómica respecto a los iones cercanos (movimientos de rotación) y vibraciones internas de la propia unidad poliatómica. Estas últimas vibraciones son muy similares a las que presentan las sustancias orgánicas. La Tabla 7 resume los números de onda característicos que se han establecido para los iones poliatómicos inorgánicos en la región de 3600 a 300 cm^{-1} (Olsen, 1986; Conley, 1979).

Tabla 7. Bandas características de absorción de compuestos inorgánicos (Conley, 1979).

		3600	3400	3200	3000	2800	2600	2400	2200	2000	1800	1600	1400	1200	1000	800	600	400	
Agua de cristalización		M																	
Boro:	BO_2^- $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$												S S		M S				
Carbono:	CO_3^{2-} HCO_3^- CN^- OCN^- SCN^-					W			S S				S		M M M M	M M M			2M
Silicio:	SiO_2^{2-} Silicatos														S S	W			S
Nitrógeno:	NO_2^- NO_3^- NH_4^+		M										W S S	S		W M			
Fósforo:	PO_4^{3-} HPO_4^{2-} H_2PO_4^-						W								2S S S	M M M			
Azufre:	SO_3^{2-} SO_4^{2-} HSO_4^- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ $\text{S}_2\text{O}_5^{2-}$ $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$														S S S S S S	M M M M M M	VS M S S S S		
Selenio:	SeO_3^{2-} SeO_4^{2-}															W S S	S S		
Cloro:	ClO_2^- ClO_4^-															W S	S S		S S
Bromo:	BrO_3^-																S		S S
Yodo:	IO_3^-																S		2 6 3 S
Vanadio:	VO_2^-																S S S		
Cromo:	CrO_4^{2-} $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$																W S M M		W W
Molibdeno:	MoO_4^{2-}																W S		W
Volframio:	WO_4^{2-}																S		
Manganeso:	MnO_4^{2-}																S		
Hierro:	$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$																		

4,0 μm 5,0 μm 10,0 μm 15 μm 20 μm 25 μm

Simbolos de intensidad:
VS = muy fuerte
S = fuerte
M = media
W = débil

CAPÍTULO DOS

INSTRUMENTACIÓN



2.1. CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO

Los tres componentes básicos que caracterizan a un espectrofotómetro de infrarrojo son una *fente de radiación infrarroja*, que suministra la iluminación incidente sobre la muestra que se estudia, un *monocromador* que dispersa la energía radiante en frecuencias y por una serie de rejillas o aberturas, selecciona la banda estrecha de frecuencias que incide sobre *el detector*. Este último componente transforma la energía de la banda de frecuencia en una señal eléctrica que se amplifica lo suficiente para ser registrada, Figura 5 (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979).

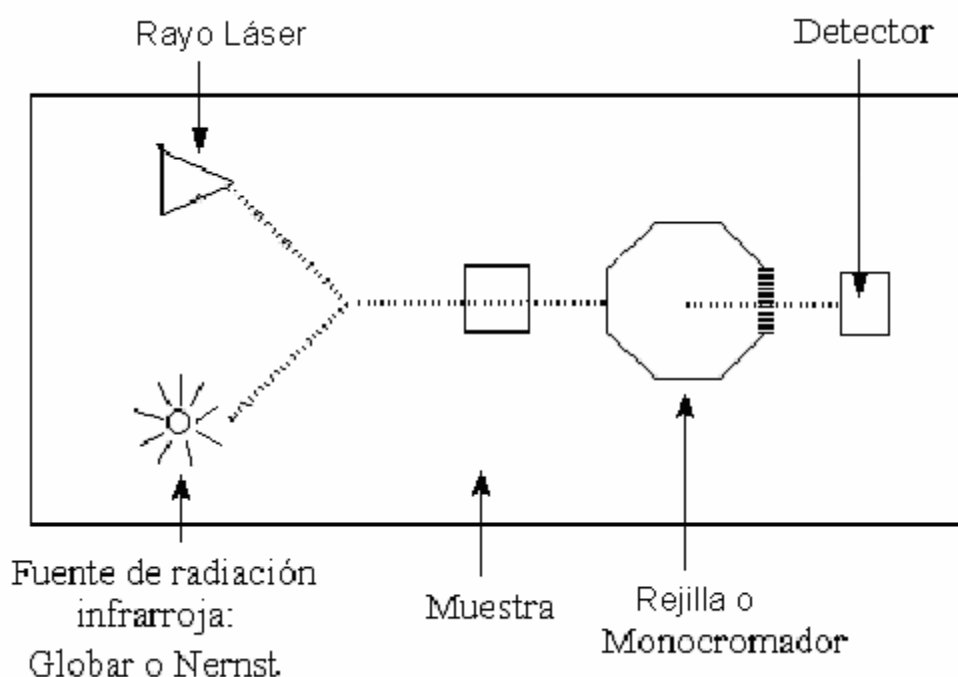


Figura 5. Esquema simplificado de las partes principales de un espectrofotómetro de IR

2.2. FUENTE DE RADIACIÓN

Generalmente se emplea un sólido inerte calentado eléctricamente a temperatura comprendida entre 1,500 y 2,000 K., el cual produce una radiación continua que se aproxima a la de un cuerpo negro. El cuerpo ideal capaz de emitir el máximo de intensidad de radiación para una temperatura y longitud de onda determinada recibe el nombre de cuerpo gris; entre los que destacan los siguientes:

Emisor de Nernst: Es un cilindro de un diámetro 1 a 2 mm y 20 mm de longitud, construido de óxido de zirconio y pequeñas cantidades de óxidos de itrio y torio. En los extremos del cilindro se alojan las resistencias de platino para el paso de la corriente eléctrica, lo que permite alcanzar temperaturas de 2200 °K, y una emisión de un 60 % con respecto al cuerpo negro. La máxima intensidad de radiación se produce entre 1 y 10 μm (10000-1000 cm^{-1}).

Fuente Global: Consiste en una barra de carburo de silicio de 5 cm de longitud y 0.5 cm de diámetro. Se calienta eléctricamente hasta temperaturas de 1500 °K. Tiene una radiación estable entre 1 y 40 μm (10000-250 cm^{-1}) con una emisión del 75% respecto al cuerpo negro. Es semejante al emisor de Nernst excepto en la región inferior a 2000 cm^{-1} donde el Global tiene mejor rendimiento.

Fuente de filamento incandescente: Está formada por un espiral de alambre de níquel-cromo calentado por el paso de la corriente eléctrica hasta una temperatura de 1900 °K. Produce menor intensidad que los anteriores pero tiene una vida más larga (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979; Rouessac F y Rouessac A, 2000).

2.3. MONOCROMADOR

Un monocromador tiene por objeto seleccionar haces estrechos de radiación de pequeños intervalos de frecuencias y hacerlos incidir sobre el detector una vez que han pasado por la muestra, es decir como agentes dispersantes de la radiación se emplean *prismas* y *redes de difracción*.

Prismas. Se construyen de un material transparente a la radiación infrarroja, considerándose desechable cuando la absorción es superior al 50 %. Los materiales más usados son el *cuarzo fundido*, solo aplicable a radiaciones del infrarrojo cercano, el *cloruro de sodio cristalizado* cuando la radiación corresponde al infrarrojo fundamental (2000-660 cm^{-1}) ampliable hasta 4000 cm^{-1} ; el *bromuro de potasio* y el *bromuro de cesio* se emplean en el infrarrojo lejano. Las sales metálicas de las cuales se construyen estos materiales son higroscópicas por lo que es necesario mantener una atmósfera ausente de humedad.

Las **redes de difracción**, como sistema óptico dispersante de la radiación, pueden construirse de material estable como vidrio o plástico, recubierto de aluminio. Ofrecen un mayor poder de resolución (Olsen, 1986; Conley, 1979).

2.4. DETECTOR

Las radiaciones infrarrojas no se pueden medir con detectores eléctricos similares a los utilizados para detectar radiaciones UV-Vis, debido a la energía insuficiente del fotón correspondiente. En los espectrofotómetros de dispersión los detectores son *térmicos* y *piroeléctricos*; en espectrofotómetros con transformada de Fourier los detectores pueden ser *piroeléctricos* o *fotoconductores*.

2.4.1. DETECTORES TÉRMICOS

La respuesta se produce por el efecto de calentamiento que sufre un cuerpo negro al incidir sobre él la radiación infrarroja. El elemento sensible del detector debe ser lo más reducido posible y tener una capacidad calorífica pequeña con el fin de que la diferencia de temperatura que se produzca sea lo mayor posible (del orden de 10^{-6} °C). Asimismo, deben de estar aislados de la radiación térmica que puedan emitir otros objetos próximos dentro del equipo.

Para detectar la radiación en la región del infrarrojo, prácticamente todos los espectrofotómetros de infrarrojo utilizan detectores térmicos, hay tres tipos que son de uso más difundido: *termopares*, que utilizan una unión termosensible de dos metales distintos para generar un pequeño voltaje cuando cambia la temperatura, *bolómetros* estos son resistores que cambian su resistencia al variar la temperatura; y *detectores de Golay* los cuales utilizan una cámara de gas que se expande cuando la temperatura aumenta.

2.4.1.1. Termopares

Consisten en uniones termoeléctricas de dos piezas metálicas diferentes (platino-paladio, antimonio-bismuto, etc.). Entre las dos uniones se produce una diferencia de potencial con la variación de temperatura, entre dichas uniones, al encontrarse dentro de un circuito eléctrico.

Una de las uniones (soldadura fría) se apantalla cuidadosamente y se mantiene a temperatura constante, exponiéndose la soldadura caliente a la radiación infrarroja con lo que aumenta su temperatura. La diferencia de potencial entre los extremos depende de la diferencia de temperatura entre las soldaduras y la cantidad de radiación infrarroja que incide sobre la soldadura caliente. El termopar es capaz de responder a diferencias de temperatura de 10^{-6} °C. La Figura 6 muestra la construcción de un termopar.

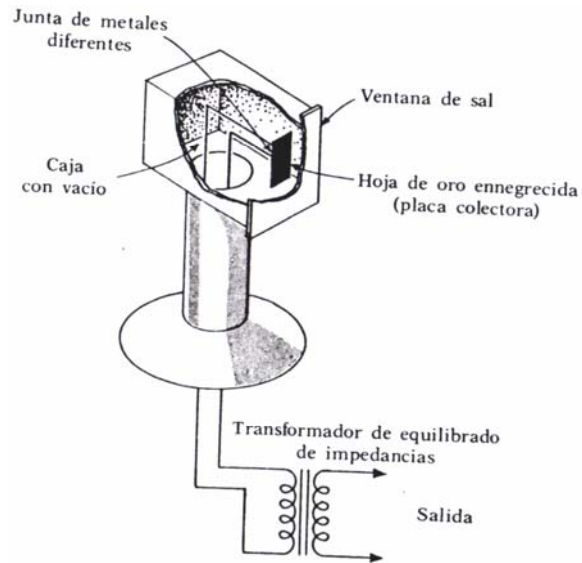


Figura 6. Características de la construcción de un termopar (Conley, 1979).

2.4.1.2. Bolómetro

Es un tipo de termómetro de resistencia construido de platino o níquel, se denomina también, termistor. Estos materiales presentan cambios relativamente grandes en la resistencia al paso de la corriente eléctrica en función de la temperatura. Consiste en una cinta de platino o níquel, como elemento sensible, pintado de negro y montado sobre un puente de Wheatstone por el que pasa la corriente eléctrica; al incidir la radiación cambia la resistencia y varía la diferencia de potencial; el puente se desequilibra y la corriente que pasa por el galvanómetro es proporcional a la intensidad de la radiación. La Figura 7 muestra la construcción de un bolómetro.

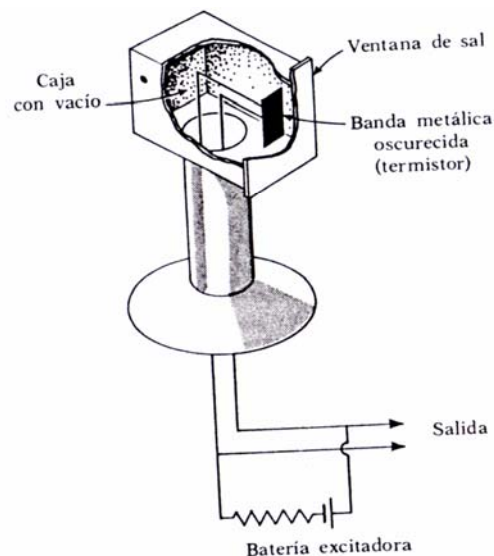


Figura 7. Características de la construcción de un bolómetro (Conley, 1979).

2.4.1.3. Detector de Golay

Es un termómetro de gas que contiene xenón en una pequeña cámara cilíndrica con una membrana negra. En un extremo del cilindro hay una ventana transparente al infrarrojo y en el otro un diafragma flexible plateado por la parte exterior. En la superficie plateada se refleja un haz de luz hacia el cátodo de un fototubo. Al incidir la radiación de infrarrojos se calienta la membrana negra, que hay en el interior del cilindro y calienta al xenón; el resultado es un aumento de presión en el cilindro que hace variar la posición del diafragma plateado. Esto modifica la fracción de radiación que incide en el cátodo del fototubo y la detección del mismo. Un diagrama esquemático de un detector de Golay se muestra en la Figura 8.

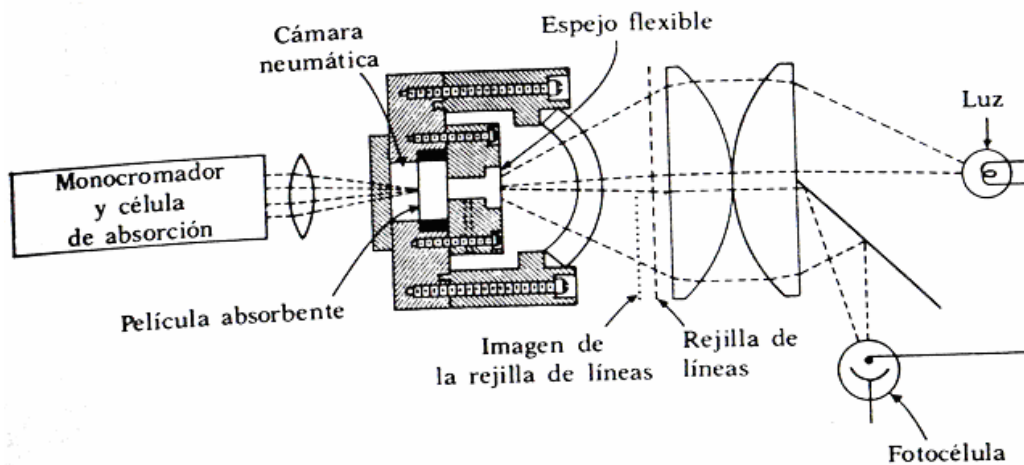


Figura 8. Diagrama esquemático de un detector de Golay (Conley, 1979)

2.4.2. DETECTORES PIROELÉCTRICOS

Estos detectores se construyen con láminas cristalinas de materiales piroeléctricos, como el sulfato de triglicina. El cristal piroeléctrico está situado entre dos electrodos produciéndose una capacitancia que es sensible a la temperatura. Por tanto, al incidir la radiación infrarroja el cristal piroeléctrico se calienta y se modifica la distribución de cargas a través del cristal, lo que provoca una corriente eléctrica en un circuito eléctrico externo.

La intensidad de la corriente depende, entre otras cosas, de la velocidad de cambio de polarización con la temperatura. Una característica de este detector es que tiene respuestas muy rápidas; lo que permite medir las señales procedentes de un interferómetro instalado en equipos con transformada de Fourier.

2.4.3. DETECTORES FOTOCONDUCTORES

Son detectores de telurio de cadmio y mercurio y tienen una respuesta más rápida que los detectores polieléctricos por lo que tienen una amplia aplicación en espectrofotómetros con transformada de Fourier.

Generalmente consisten en una película delgada de un material semiconductor colocada sobre una superficie de vidrio y sellada en una cámara al vacío. La absorción de radiación infrarroja hace que los electrones de valencia no conductores pasen a ser conductores, disminuyendo la resistencia eléctrica del semiconductor.

En estos detectores se colocan en serie un fotoconductor, una fuente de voltaje y una resistencia. El descenso de voltaje en la resistencia del detector está relacionado con la intensidad de la radiación electromagnética que recibe (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979; Rouessac F y Rouessac A, 2000).

2.5. ESPECTROFOTÓMETROS DE INFRARROJO

Estos equipos miden la radiación infrarroja absorbida por las moléculas, lo que ocasiona una modificación en los niveles de energía vibracional, que permite identificar grupos funcionales (átomos enlazados) en la molécula y la identificación de la misma. Los dos tipos de espectrofotómetros más utilizados son los *dispersivos de red* y los espectrofotómetros *con transformada de Fourier*.

Existen claras diferencias entre los dos equipos; los espectrofotómetros con transformada de Fourier son equipos más modernos y presentan una serie de ventajas como:

- Los espectros se obtienen con gran rapidez, porque miden simultáneamente la energía absorbida por la molécula a todas las longitudes de onda, en la zona espectral del infrarrojo fundamental.
- Esta rapidez permite hacer múltiples barridos espectrales para una misma muestra y calcular, posteriormente, la media de todos ellos con lo que se mejora la relación (señal/ruido).
- La identificación de la longitud de onda que incide sobre la muestra es mucho más exacta porque se utiliza un láser para el calibrado de la misma.
- El equipo tiene menos elementos a través de los cuales pasa la radiación electromagnética, por lo que la pérdida de intensidad de la radiación en su recorrido hacia la muestra es menor. Esto permite poder detectar absorciones de energía más débiles.

2.5.1. ESPECTROFOTÓMETRO DISPERSIVO

La Figura 9 muestra un esquema de un espectrofotómetro convencional de doble haz, cuyo funcionamiento se indica a continuación.

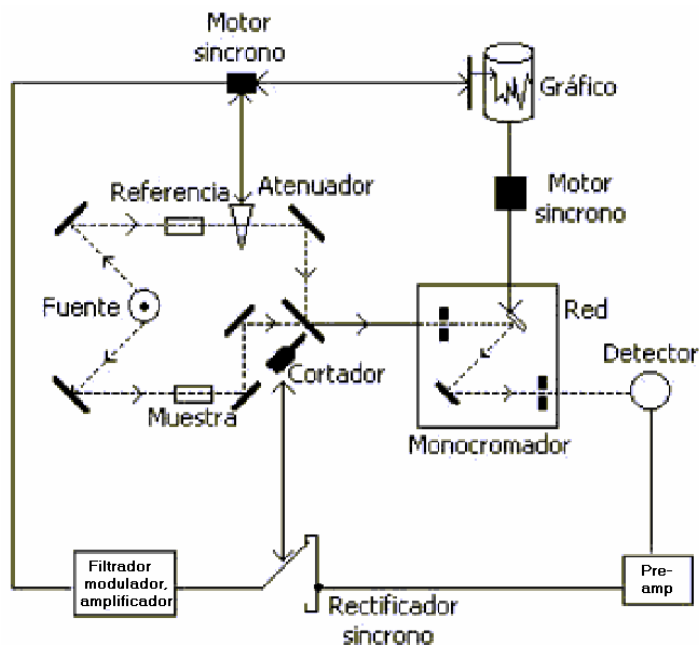


Figura 9. Diagrama de un espectrofotómetro de dispersión de doble haz para líquidos (Skoog, 1994)

La línea oscura gruesa indica enlace mecánico, la línea delgada enlace eléctrico y la línea de trazos trayectoria de la radiación. La radiación procedente de la fuente se divide en dos haces, uno se dirige a la celda que contiene la muestra y el otro a la celda referencia (vacía o con disolvente), el haz de referencia pasa por un atenuador y se dirige al divisor periódico. El divisor periódico es un disco impulsado por un motor que deja pasar alternativamente el haz de muestra y el de referencia.

Se produce la dispersión de la radiación por el prisma (monocromador), los haces llegan alternativamente al detector y dan lugar a una señal eléctrica, esta se amplifica y pasa al rectificador sincrónico, aparato que está acoplado mecánica o eléctricamente al divisor periódico de forma que el interruptor del rectificador y el haz que abandona el divisor periódico cambien simultáneamente. Si los dos haces son idénticos en potencia, la señal del rectificador es una corriente continua; si los haces difieren en potencia se produce una corriente fluctuante o alterna cuya polaridad viene dada por el haz más intenso.

La señal del rectificador se filtra, modula y amplifica para impulsar el motor sincrónico en una dirección u otra según la polaridad de la señal, el motor sincrónico está conectado al atenuador y a la pluma del registro y hace que ambos se muevan hasta alcanzar la anulación, el atenuador del haz es el mecanismo por el cual la potencia del haz de referencia se reduce para igualarse a la del haz que pasa por la muestra, el mecanismo consiste en un peine de dientes finos que se estrecha hacia las puntas, este peine se opone a la radiación eliminando una fracción del haz de la misma, el peine se pone en movimiento cuando el detector percibe una diferencia de potencial entre la muestra y referencia, otro motor sincrónico impulsa el papel y varía la longitud de onda.

2.5.2. ESPECTROFOTÓMETRO CON TRANSFORMADA DE FOURIER

El esquema de un espectrofotómetro basado en la transformada de Fourier se muestra en la Figura 10. En éste se observa que el rayo infrarrojo generado en la fuente A y posteriormente colimado y dirigido hacia el interferómetro C por medio de un espejo fijo toroidal B. El rayo del láser de Helio-Neón sigue a la radiación infrarroja a través del interferómetro con objeto de determinar el desplazamiento del espejo móvil y conocer la longitud de onda a la que se produce la absorción de radiación. A la izquierda del compartimento de la muestra se encuentra un espejo toroidal ajustable D que conduce el rayo procedente del interferómetro a la muestra. Desde el compartimento de la muestra el rayo llega a través de una rendija a un detector térmicamente estable de tantalato de litio (Skoog, 1994; Olsen, 1986; Conley, 1979; Rouessac F y Rouessac A, 2000).

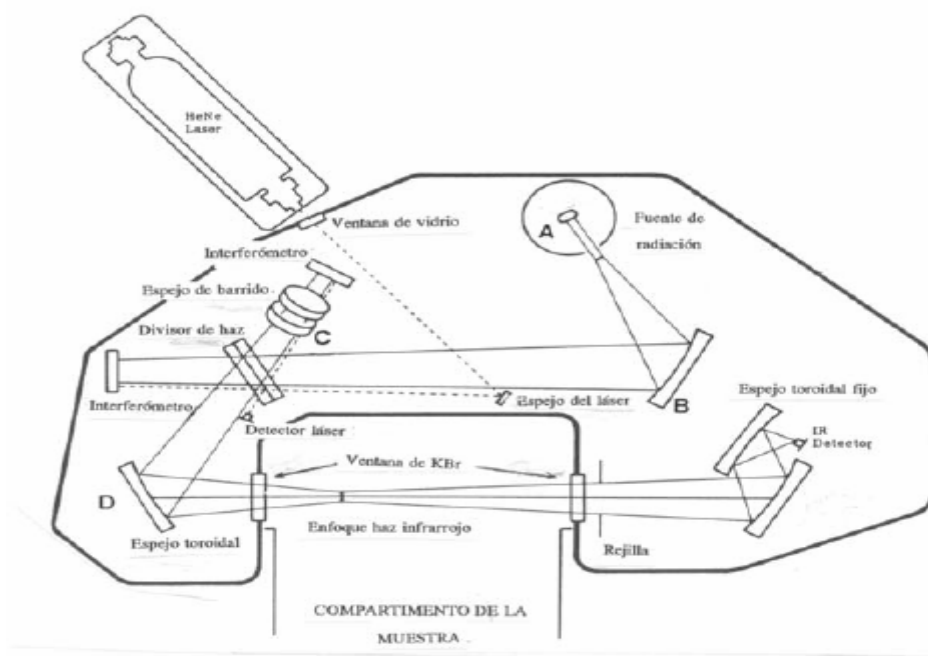


Figura 10. Diagrama de un espectrofotómetro por transformada de Fourier

2.5.3. ESPECTROFOTÓMETRO NICOLET MAGNA-560

La Figura 11 muestra los componentes principales del espectrofotómetro NICOLET Magna-560.

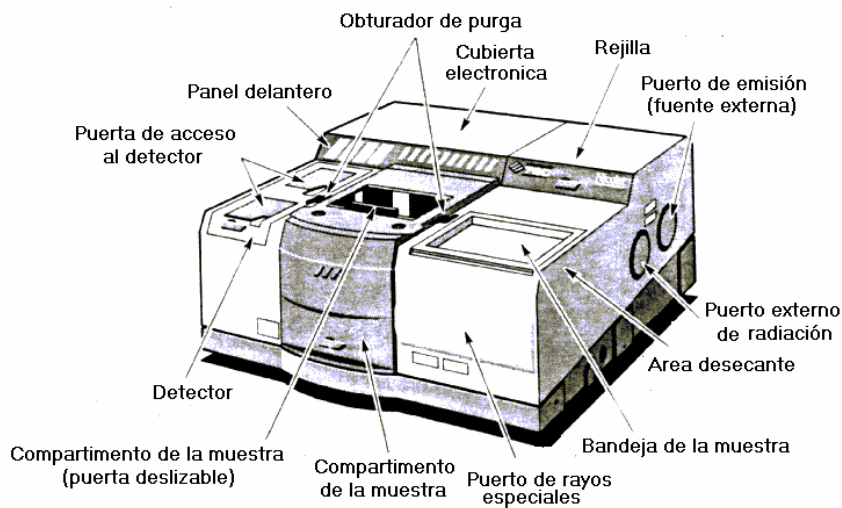


Figura 11. Espectrofotómetro NICOLET Magna-560

En la Figura 12 se observa una vista superior de la disposición óptica del sistema NICOLET Magna-560. La línea discontinua que contiene flechas muestra el camino del rayo infrarrojo y los números corresponden a cada parte del sistema óptico que a continuación se describen:

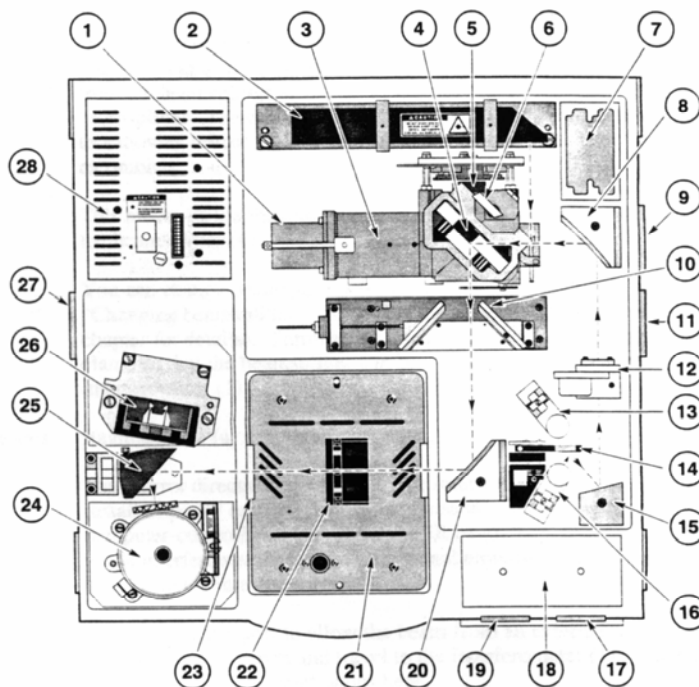


Figura 12. Sistema óptico del equipo NICOLET Magna-560

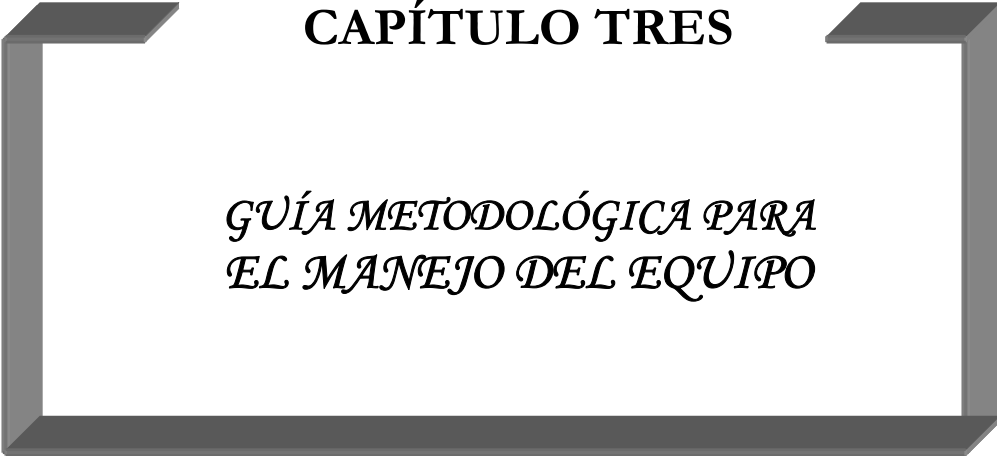
1. **Interferómetro:** El rayo de luz de la fuente se refleja desde los espejos al interferómetro, el cual separa el rayo, modulando la intensidad donde la frecuencia de la luz infrarroja y posteriormente recombina los rayos.
2. **Láser:** Se emplea como un calibrador interno en el instrumento de FT-IR porque esto permite que se emitan luz de frecuencia conocida y constante. Todos los espectros son recogidos en puntos exactos calibrados por el láser, los que generan la exactitud del número de onda de $\pm 0.01 \text{ cm}^{-1}$. El láser ayuda a controlar la posición del espejo móvil (3) y señala la captura de fecha.
3. **Espejo móvil:** Este espejo está dentro del interferómetro (1) y muestra el rayo infrarrojo reflejado hacia la rejilla (4), se mueve hacia y fuera de la rejilla en un ciclo repetidor.
4. **Rejilla:** Las rejillas son intercambiables tiene un soporte Talon^{MR} y esta localizado dentro del interferómetro (1). La rejilla separa el rayo en dos rayos de energía casi igual. Uno de los rayos es reflejado de la rejilla a un espejo fijo (5). El otro rayo es transmitido por la rejilla a un espejo móvil (3) y este regresa a la rejilla donde los rayos se combinan nuevamente.
5. **Espejo fijo:** Este espejo esta dentro del interferómetro (1), refleja el rayo de infrarrojo hacia la rejilla (4).
6. **Pasador de la rejilla:** Se puede cambiar las rejillas (4) para usos diferentes. Girando de este pasador suelta la abrazadera de la rejilla para que ésta pueda ser retirada del interferómetro (1).
7. **Área de almacenaje de la rejilla:** Esta rejilla (4) se almacena aquí cuando no se emplea.
8. **Espejo parabólico:** Este espejo dirige el rayo de infrarrojo al interferómetro (1). Esta óptica, se controla por medio de la computadora la cual dirigen el rayo de infrarrojo de la abertura (11) al interferómetro, o de una fuente de emisión externa al interferómetro.
9. **Puerto de emisión-fuente externa:** Este puerto se puede usar para permitir que el rayo de una fuente externa, entre al banco óptico y viaje al interferómetro (1).
10. **Óptica Passport^{MR}:** Esta óptica es controlada por la computadora, dirige el rayo de IR del interferómetro (1) al espejo del foco interno de la muestra (19) o a uno de los puertos de rayo externos (10 o 26).
11. **Lado derecho del rayo-puerto externo:** Este puerto se puede usar para dirigir el rayo de infrarrojo del interferómetro (1) del banco óptico a un accesorio externo.
12. **Abertura:** Es un variable que uno puede ajustar para controlar la cantidad de radiación infrarroja que recibe la muestra o para alcanzar la máxima resolución espectral.

13. **Fuente Infrarroja Ever-Glo^{MR}**: El rayo de radiación infrarroja es producido por la fuente. El sistema 560 puede estar equipado por una fuente de infrarrojo medio Ever-Glo^{MR} o lejana, una fuente de infrarrojo cercana (16) o ambas fuentes.
14. **Espejo de selección de la fuente**: Este espejo opcional dirige el rayo de la fuente de infrarrojo cercana (16), cuando es seleccionado a la abertura (11). Cuando la fuente Ever-Glo (12) es seleccionada, la fuente de espejo seleccionado mueven el camino de rayo.
15. **Espejo de foco de la fuente**: Este espejo se fija al rayo infrarrojo de la fuente (12) y lo dirige a la abertura (11).
16. **Fuente cercana de IR**: Esto es una fuente opcional.
17. **Fibra óptica del puerto del detector SabIR^{MR}**: Se puede usar este puerto para el detector integrado SabIR. El puerto normalmente se oculta detrás de un plato de cubierta sobre la parte frontal del banco óptico.
18. **Montaje de la Almohadilla del detector espectral**: Esta posición puede usarse para montar un accesorio de detector de rayo de emisión o un detector de SabIR.
19. **Puerto de rayo externo Seaport^{MR}**: Se puede usar este puerto para el accesorio SabIR, un rayo externo o un rayo de emisión. El puerto normalmente se oculta detrás de un plato de cubierta sobre la parte frontal del banco óptico.
20. **Espejo del foco de la muestra**: Este espejo fija al rayo de infrarrojo del interferómetro y lo dirige al compartimento de la muestra.
21. **Compartimento de la muestra**: Es donde se lleva a cabo el análisis de la muestra. Un rayo de infrarrojo enfocado pasa por la muestra que llega al detector (23 o 25). El gas de purga entra en el compartimento bajo la placa de base de compartimento de la muestra y fluye por encima de las ranuras en la placa de base.
22. **Sostenedor de la muestra**: Este sostenedor se usa para colocar las muestras en el rayo de infrarrojo.
23. **Pantalla de energía o filtro**: Se pueden poner pantallas de energía opcionales y filtros, estos controlan la cantidad o la radiación infrarrojo que alcanza el detector (23 o 25). Las pantallas y filtros son montados sobre un sostenedor el cual se puede instalar de todos lados del compartimento de la muestra (20). Se pueden usar filtros restrictivos de amplitud de banda o pantallas de energía para acentuar ciertas regiones espectrales, prevenir la saturación del detector.

24. ***Posición delantera del detector:*** Después de que son absorbidas las frecuencias específicas por la muestra, el resto del rayo de infrarrojo se enfoca en el detector, el cual produce una señal eléctrica en respuesta a la energía que lo golpea. La señal se envía a la computadora para el tratamiento.
25. ***Espejo de detector de monoreflejo:*** Este espejo dirige el rayo de infrarrojo de la muestra al detector seleccionado.
26. ***Posición trasera del detector:*** En esta parte se puede instalar un segundo detector.
27. ***Lado izquierdo del puerto-rayo externo:*** Se puede usar este puerto para dirigir el rayo de infrarrojo de la óptica de pasaporte (9) del banco óptico a un accesorio externo.
28. ***Fuente de energía:*** Esta fuente proporciona el poder con la electrónica del banco óptico.

CAPÍTULO TRES

*GUÍA METODOLÓGICA PARA
EL MANEJO DEL EQUIPO*



*GUÍA METODOLÓGICA PARA
EL MANEJO DEL EQUIPO*

3.1. ENCENDIDO DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO

1. Primero se enciende el equipo de Infrarrojo marca NICOLET Magna-560 con el botón negro que se encuentra en la parte trasera superior izquierda.
2. Después de que concluye el escaneo de la banca óptica se prende la computadora, la cual trabaja con sistema operativo Windows.
3. Se abre el software, en el icono de **OMNIC E.S.P.**, que se encuentra en el escritorio, Figura 13.
4. Se maximiza la ventana de aplicación inicial Figura 14 y se debe esperar 30 minutos para que el equipo se estabilice, antes de utilizarse.

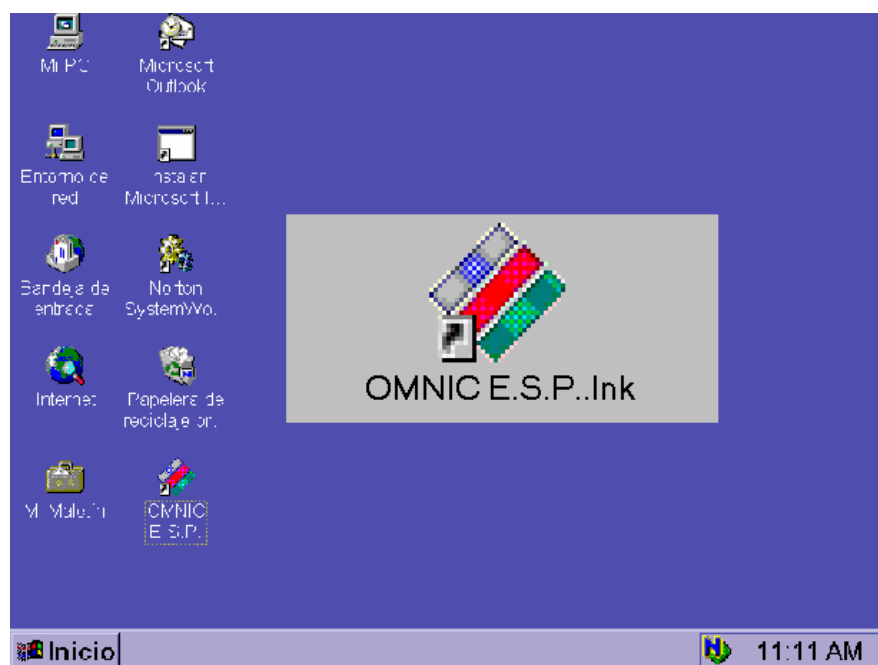


Figura 13. Icono de OMNIC E.S.P.

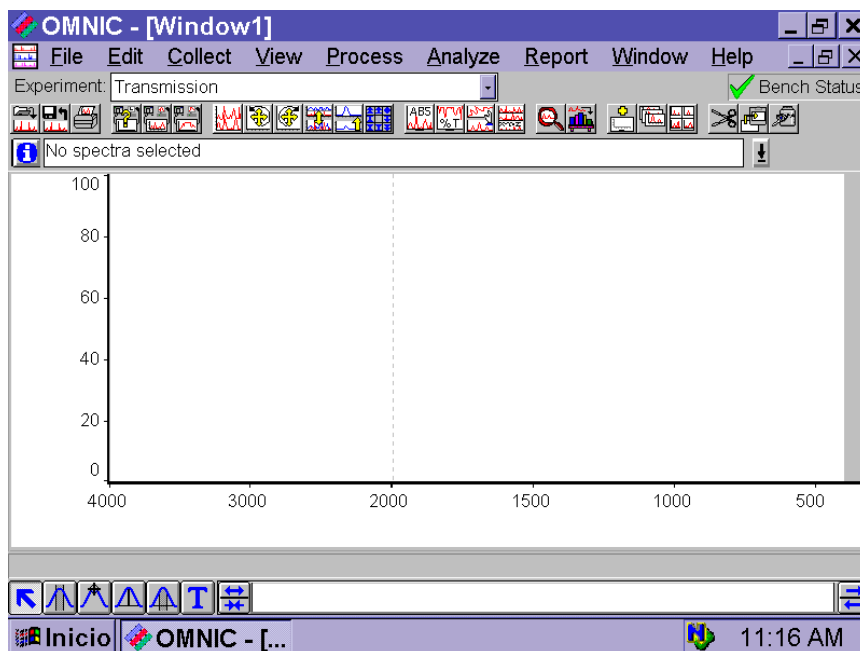


Figura 14. Ventana de aplicación inicial

3.2. SELECCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE COLECCIÓN DEL ESPECTRO DE IR

En el espectrofotómetro de infrarrojo hay variables que controlan su funcionamiento, la resolución espectral, la exactitud fotométrica y la velocidad del barrido. Debido a la relación entre estas, un cambio en una de ellas influirá sobre las demás, por lo tanto estos parámetros han sido establecidos y no se pueden cambiar, con estas condiciones los espectros se obtienen satisfactoriamente.

Para ver estos parámetros se selecciona *Collect*, ubicado en la barra de menú, posteriormente se elige *Experiment Setup*, como se observa en la Figura 15. Inmediatamente se desplegará una pantalla donde aparecerán todos los parámetros, *colección*, *banca óptica*, *calidad*, *avanzado* y *diagnóstico*, estos se muestran desde la Figura 16 hasta la Figura 20.

- ***Colección de Datos***

Esta función permite seleccionar las condiciones en las cuales el espectro de IR va ser realizado. Se usa la resolución y el número de barridos más altas para que el espectro se obtenga con disminución de ruido y se hace corrección de H₂O y CO₂ antes de tomar cada espectro para que las bandas debidas al H₂O y CO₂ se resten automáticamente en el espectro a analizar, Figura 16.

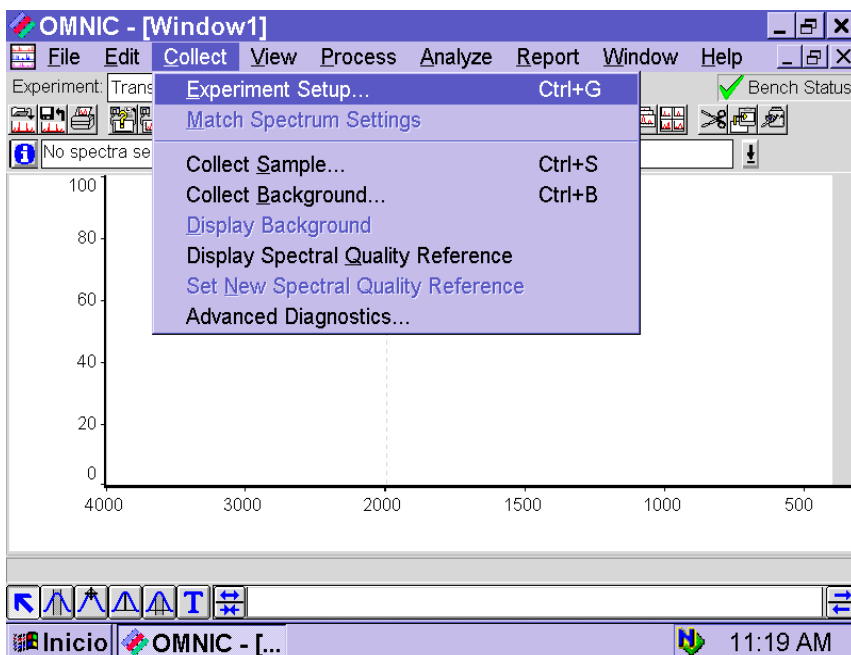


Figura 15. Colección del espectro

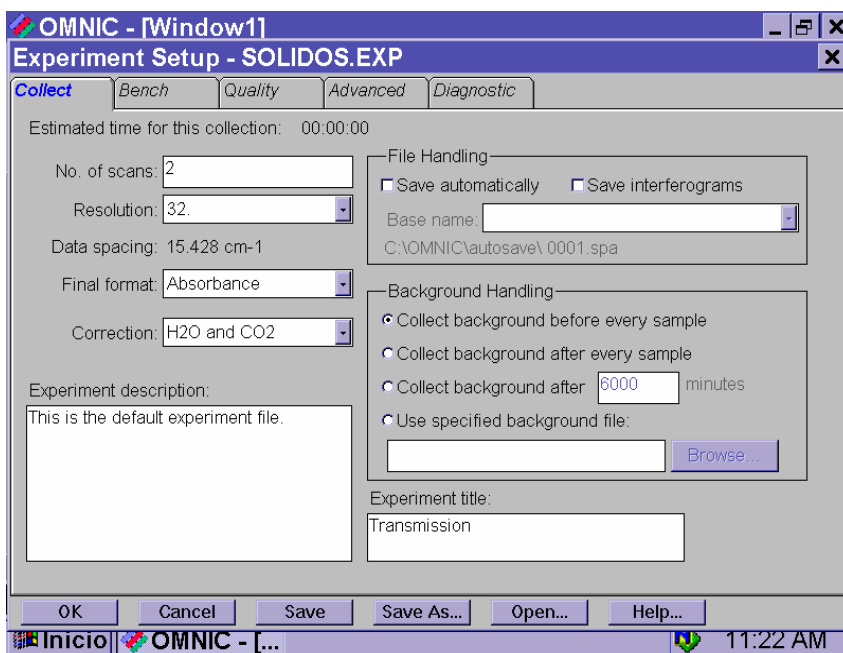


Figura 16. Propiedades con las que se colecta un espectro

- **Banca Óptica**

En esta opción es para observar los parámetros de adquisición como son la ganancia y la velocidad de adquisición, la apertura de las rejillas, la intensidad de la señal del interferograma, el método de adquisición, etc., Figura 17.

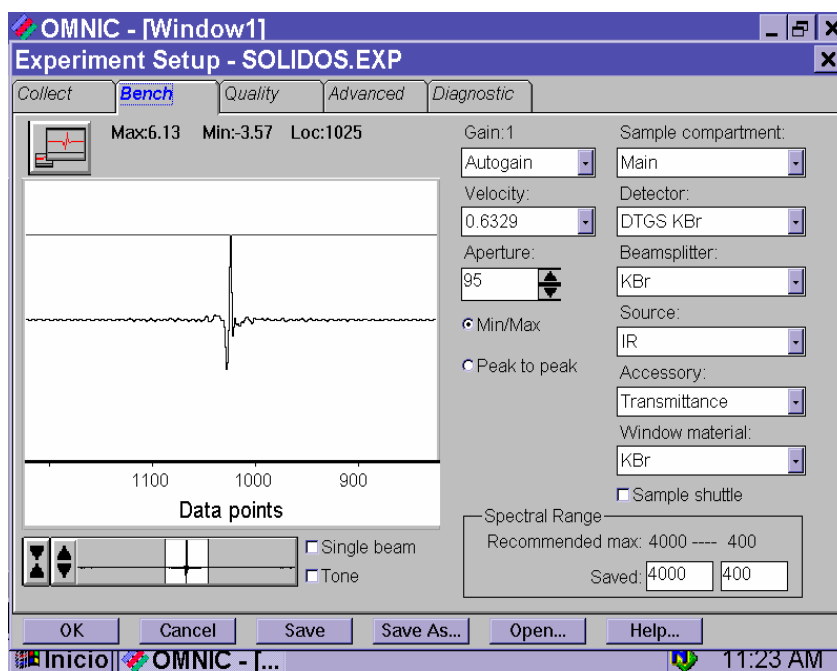


Figura 17. Condiciones de la banca óptica para colección del espectro

- **Calidad**

Esta función sirve para dar la calidad con la que se va a realizar el espectro de infrarrojo. Se selecciona calidad espectro (*spectrum*) y los valores de los otros parámetros se conservan como los maneja el equipo, Figura 18.

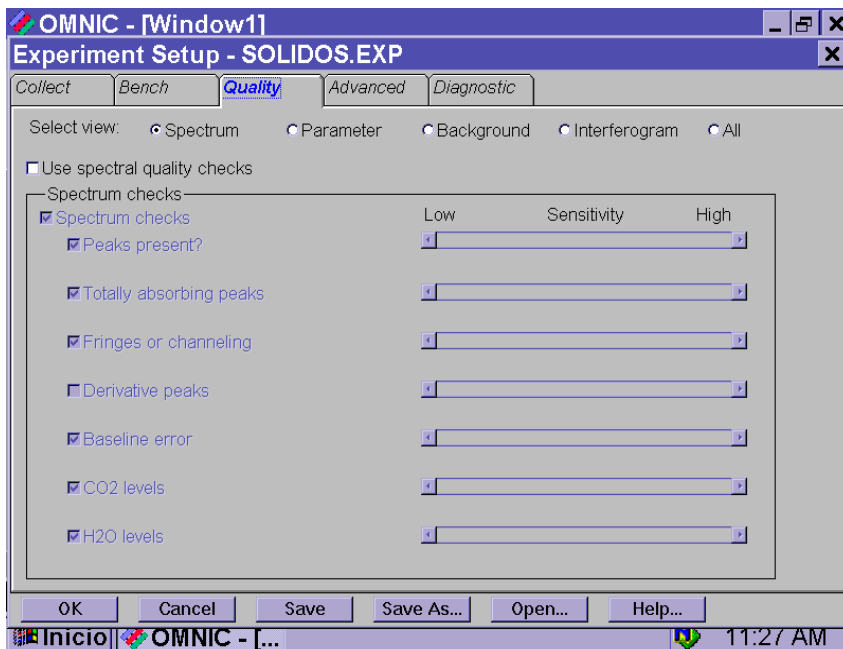


Figura 18. Condiciones de la calidad para colección del espectro

- **Avanzado**

La Figura 19 muestra los parámetros que se debe utilizar para esta opción, los datos contenidos son los que el equipo maneja como mínimo, los cuales funcionan perfectamente para obtener los espectros IR.

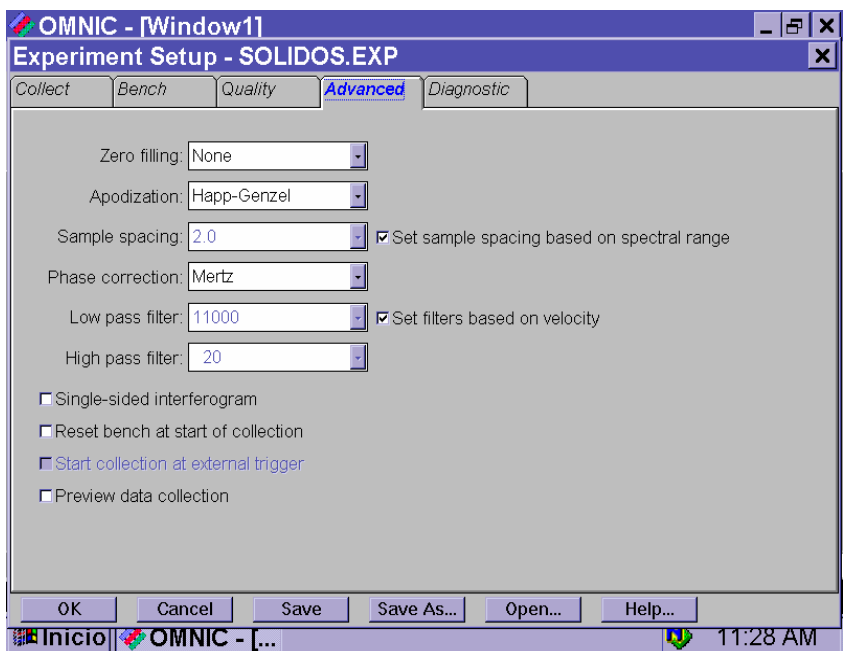


Figura 19. Condiciones del avance para colección del espectro

- **Diagnóstico**

Esta función permite evaluar el estado de cada una de las partes que integran al espectrofotómetro. Además permite alinear la banca óptica y eliminar los datos de la alineación anterior, Figura 20.

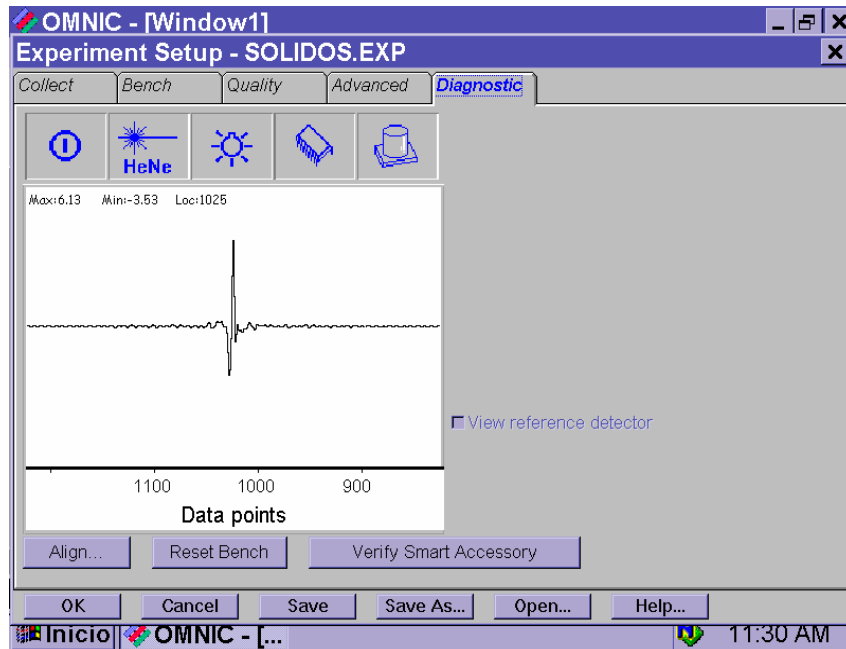


Figura 20. Condiciones para el diagnóstico de la colección del espectro

3.3. LECTURA DE LA MUESTRA

1. Para obtener los espectros de las muestras sólidas preparadas en pastillas de KBr, se da clic en *Collect* que se encuentra en la barra de menú, posteriormente en *Collect Sample*, inmediatamente se desplegará un cuadro de texto, donde se coloca el nombre de la muestra a analizar y se da clic en *OK*, Figura 21 y 22.

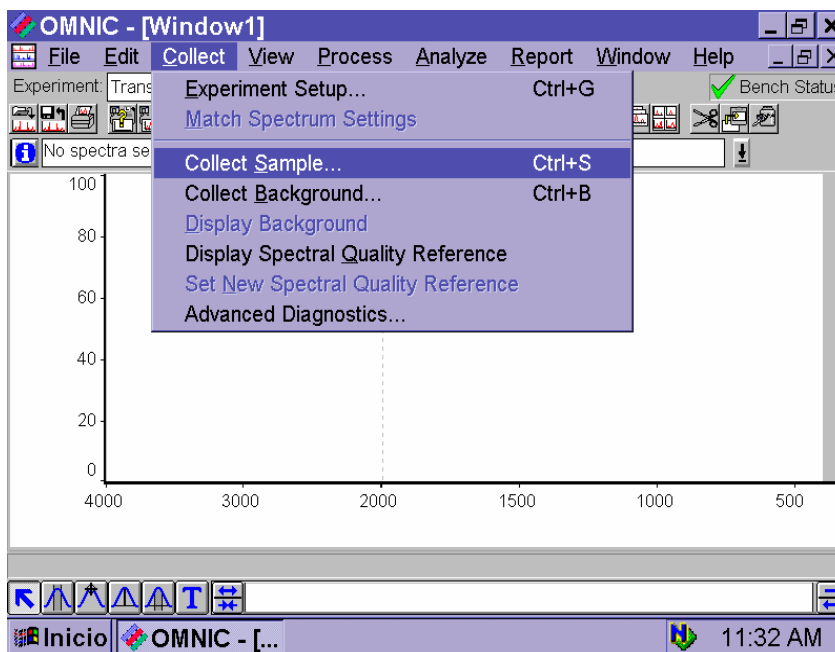


Figura 21. Menú para obtener el espectro de IR

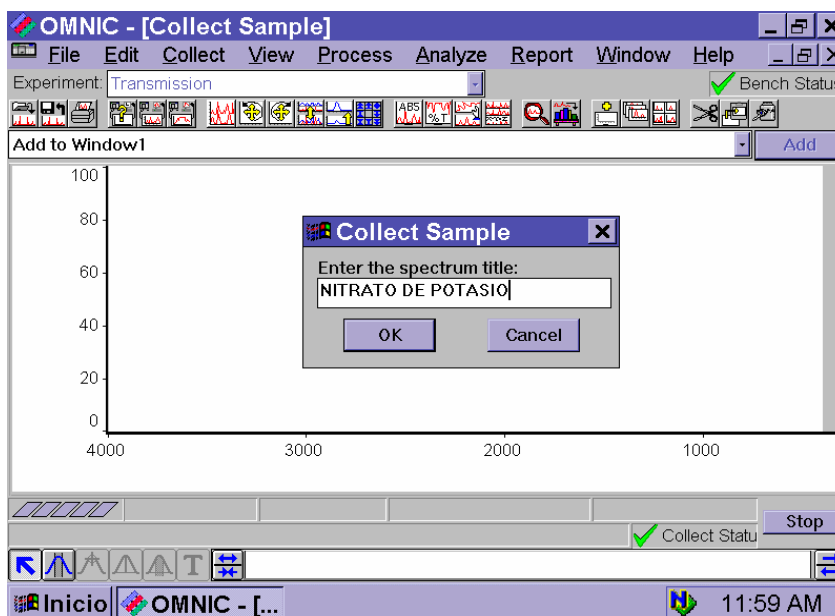


Figura 22. Cuadro de dialogo para etiquetar la muestra

- Posteriormente aparecerá un cuadro de texto Figura 23, el cual confirma si se desea realizar el background, se da clic en aceptar.

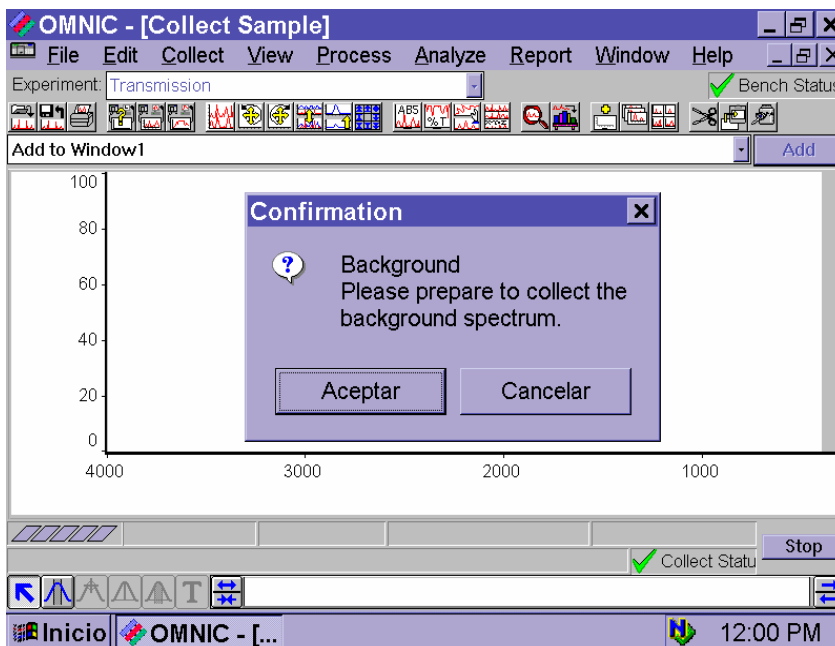


Figura 23. Cuadro de diálogos que indica hacer background

- Quando el equipo termina de adquirir el background aparecerá un cuadro de texto, Figura 24, donde indica que está preparado para leer la muestra, se procede entonces a colocar la pastilla de KBr previamente puesta en el porta-muestra en el equipo, Figura 25 y 26, se da clic en aceptar.

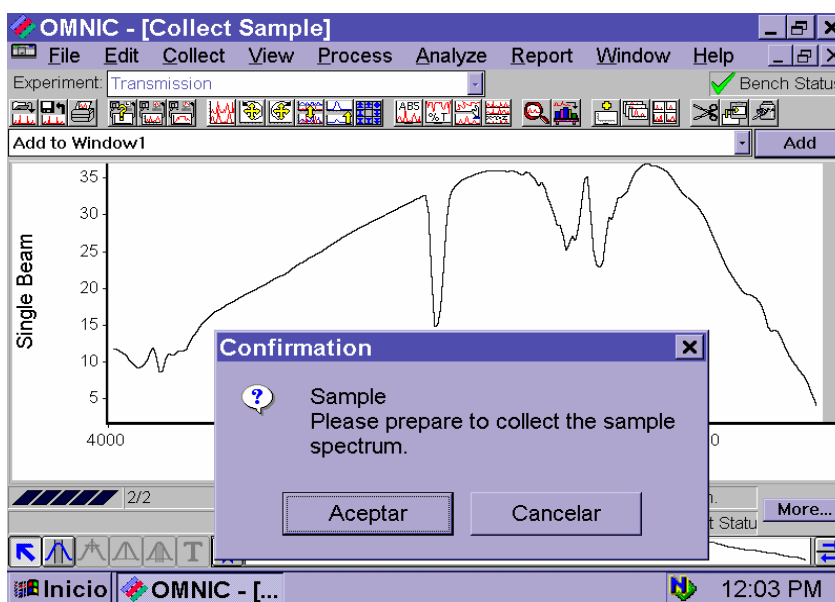


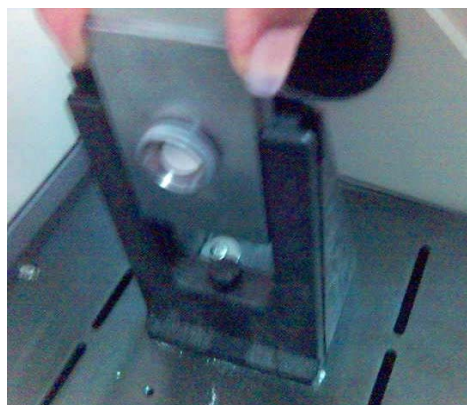
Figura 24. Cuadro de diálogos que indica colocar la muestra en el equipo de IR



Figura 25. Pastilla de KBr en el porta-muestra



(a)



(b)

Figura 26. (a) Equipo de Infrarrojo marca NICOLET Magna-560,
(b) Colocación del porta-muestra en el espectrofotómetro de IR

4. Cuando el equipo termina de leer la muestra aparecerá un cuadro de texto donde confirma que ya está listo el espectro de IR de absorbancia contra número de onda de la muestra, se da clic en *Yes*, Figura 27.

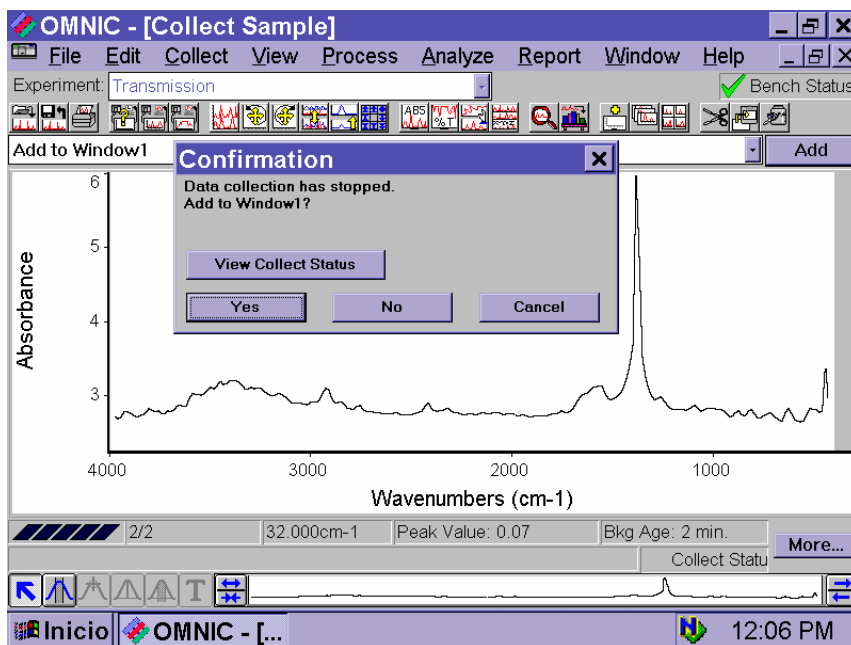


Figura 27. Cuadro de diálogo que indica que ya esta listo el espectro de IR

5. El espectro de IR de la muestra analizada aparecerá en absorbancia contra número de onda, Figura 28, el cual se corrige y se cambia a transmitancia.

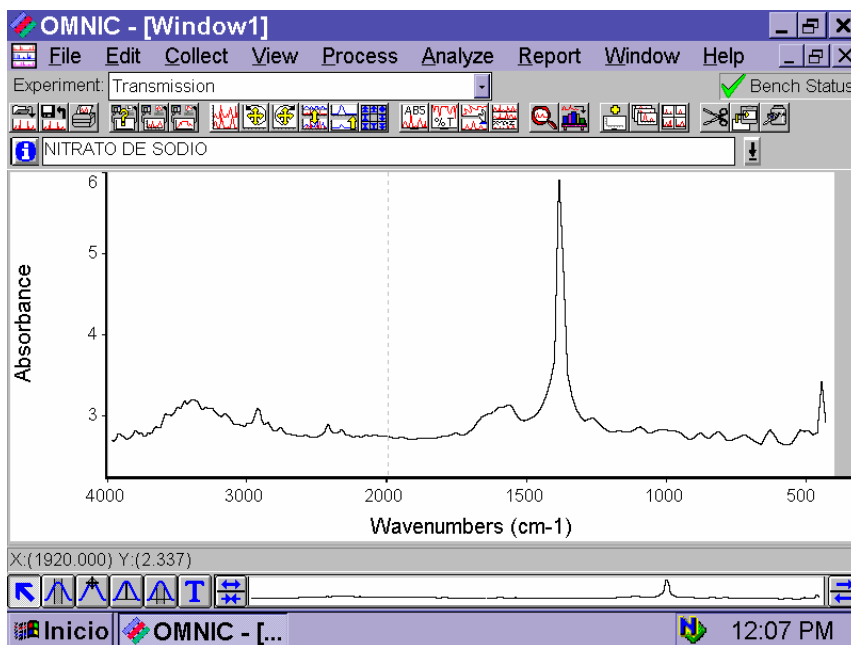


Figura 28. Espectro de la muestra en absorbancia contra número de onda

3.4. CORRECCIÓN DEL ESPECTRO DE LA MUESTRA

1. Si se requiere, se hace corrección de línea base, dando clic en *Process* que se encuentra en la barra de menú y posteriormente en *Automatic Baseline Correct*, inmediatamente aparecerá dos espectros, el original y el espectro corregido, como se muestra en las Figuras 29 y 30.

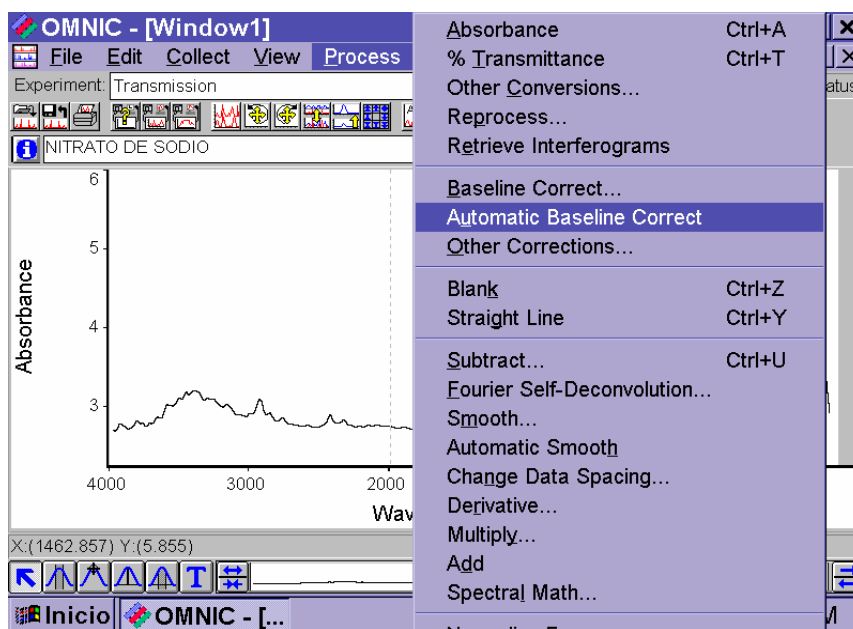


Figura 29. Menú para obtener corrección automática de línea base

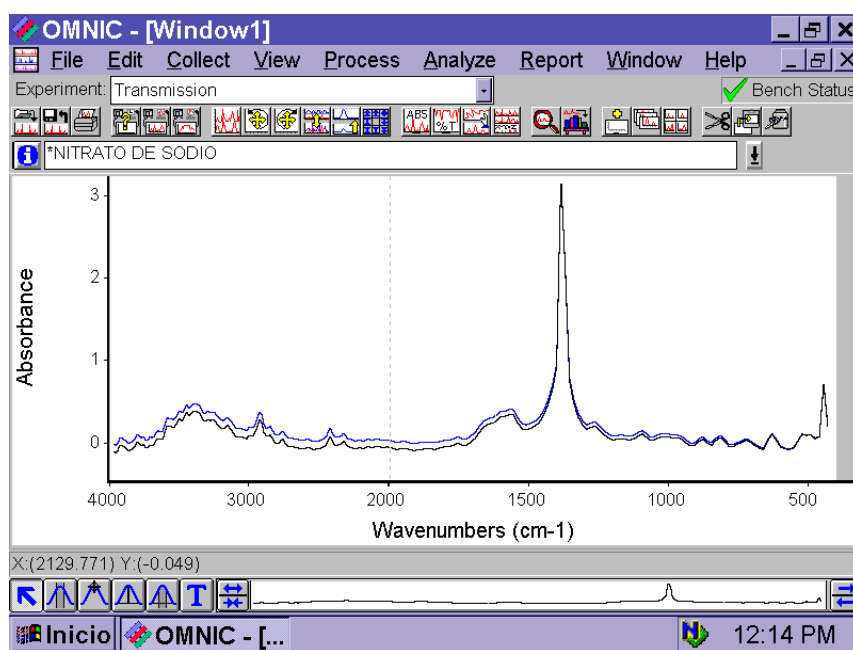


Figura 30. Corrección automática de línea base del espectro de IR

- El espectro que aparece de color negro es el corregido, se puede identificar porque el nombre se muestra con un asterisco y el que está en color lila es el espectro original, por lo tanto es el que se tiene que eliminar, se da clic en el espectro que está de color negro el cual cambia de otro color, luego se da clic en *Edit* que se encuentra en la barra de menú y posteriormente en *Clear* como se muestra en las Figuras 31 y 32.

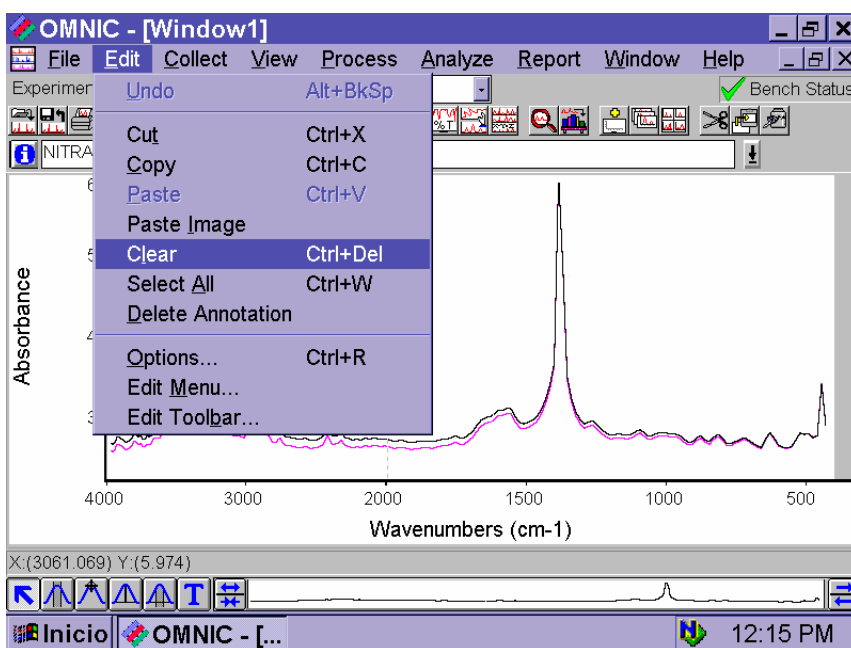


Figura 31. Menú para eliminar el espectro original

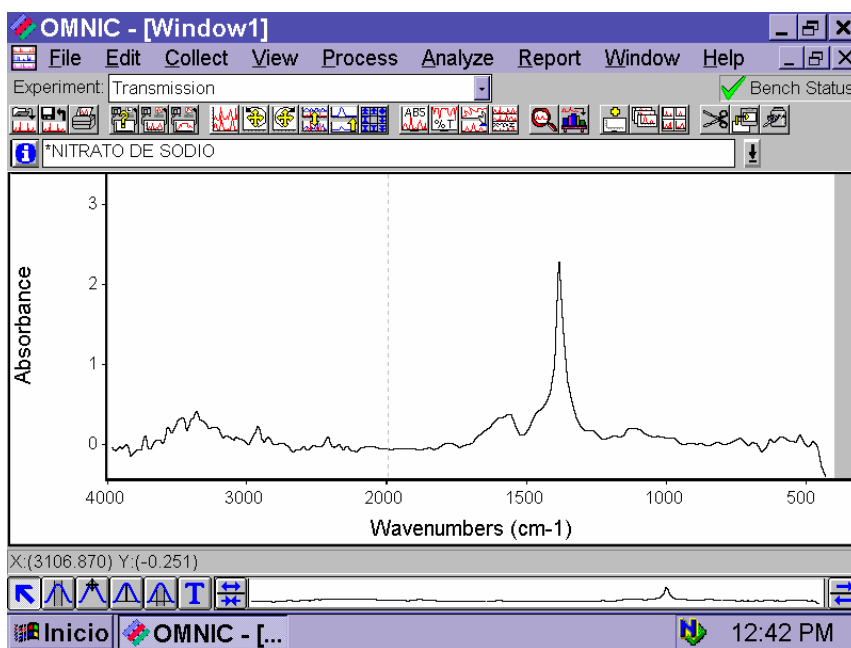


Figura 32. Espectro de IR corregido en línea base

3. Cuando la muestra ya está corregida se procede a cambiar el espectro a transmitancia, se da clic en el icono de %T que se encuentra abajo de la barra de menú, Figura 33.

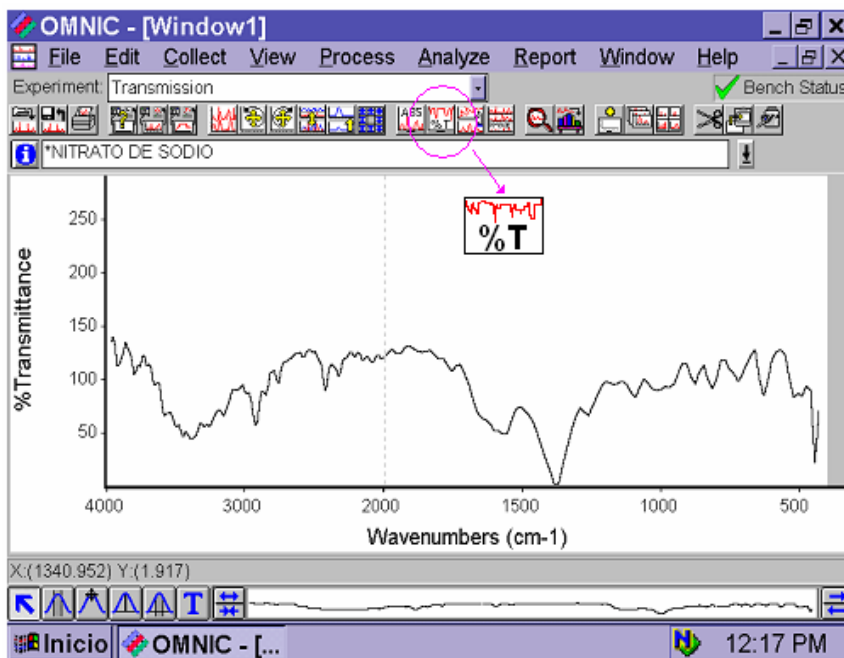


Figura 33. Espectro de nitrato de sodio en transmitancia

4. Para hacer mas grande el espectro se da clic en el icono *roll/zoom* que se encuentra abajo de la barra de menú, Figura 34. Con este icono se ajustará el tamaño a la pantalla y el espectro queda como se muestra en la Figura 35.

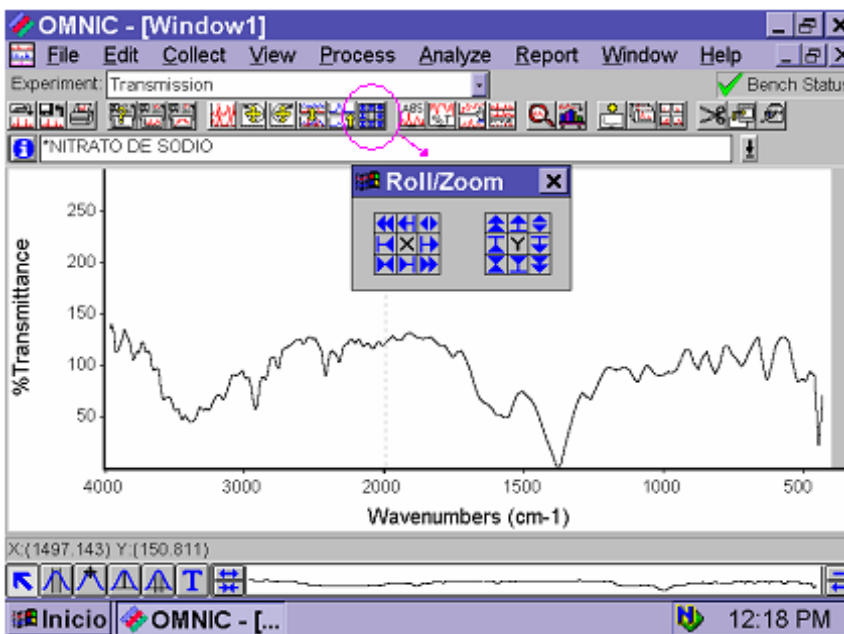


Figura 34. Icono de Rooll/Zoom

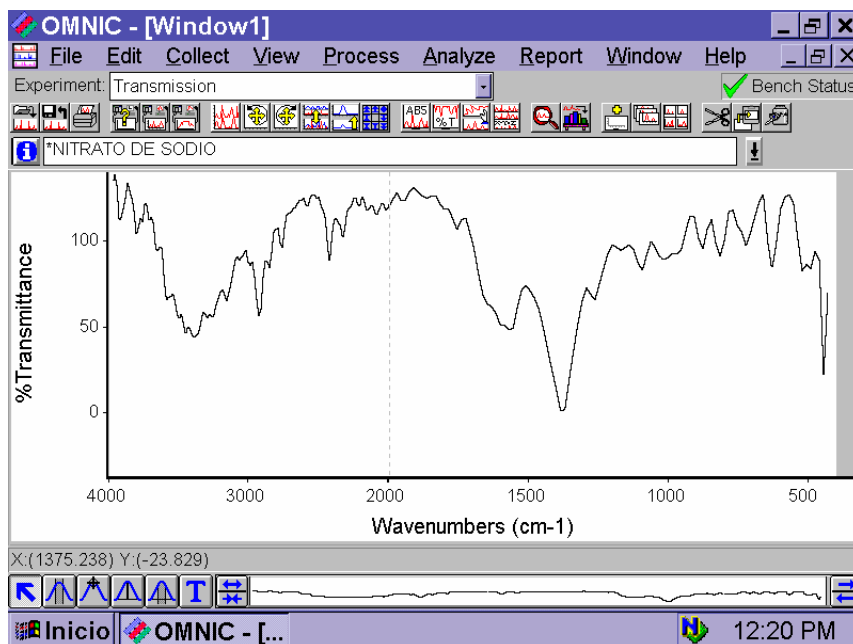


Figura 35. Espectro de IR ajustado al tamaño de la pantalla

5. Para terminar el espectro se colocan los valores de número de onda y de transmitancia en las bandas más significativas. Se da clic en el pico que se desee la banda, con el icono de herramienta de anotaciones, que se encuentra en la paleta de anotaciones y se localiza en la esquina inferior izquierda de la ventana., Figuras 36 y 37.

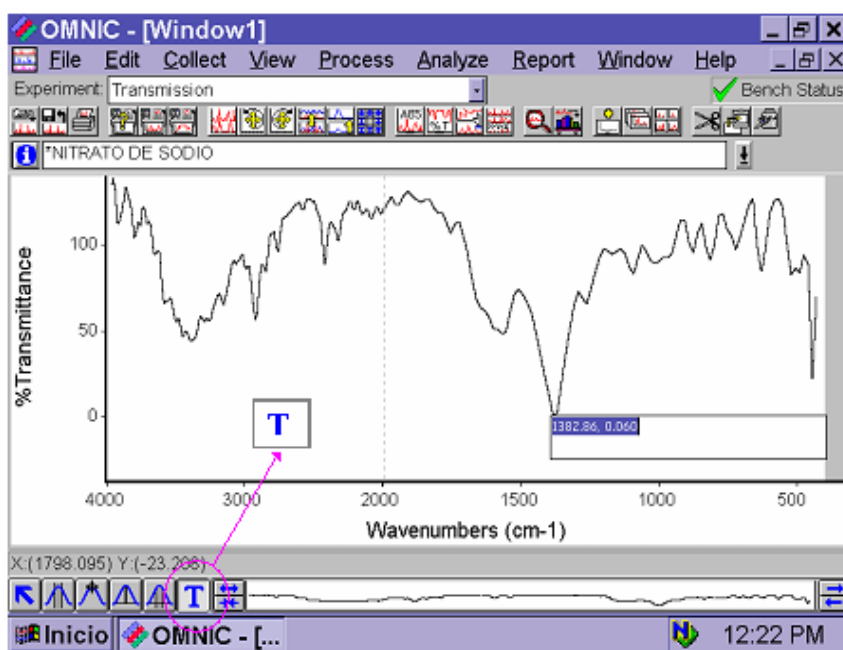


Figura 36. Icono de herramienta de anotaciones

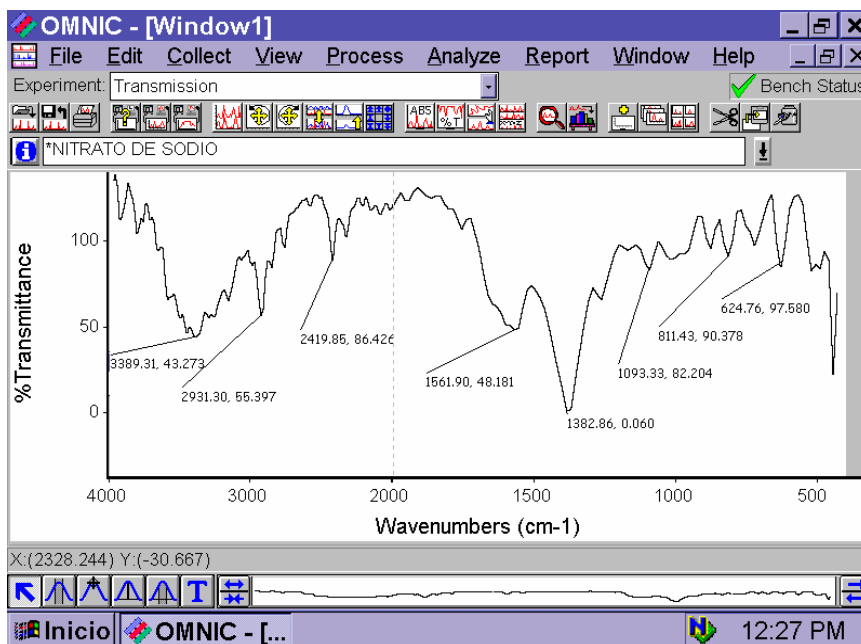


Figura 37. Espectro de infrarrojo de nitrato de sodio

3.5. IMPRESIÓN DEL ESPECTRO

1. Se da clic en *Report* que se encuentra en la barra de menú y posteriormente en *Template*, como se muestra en la Figura 38.

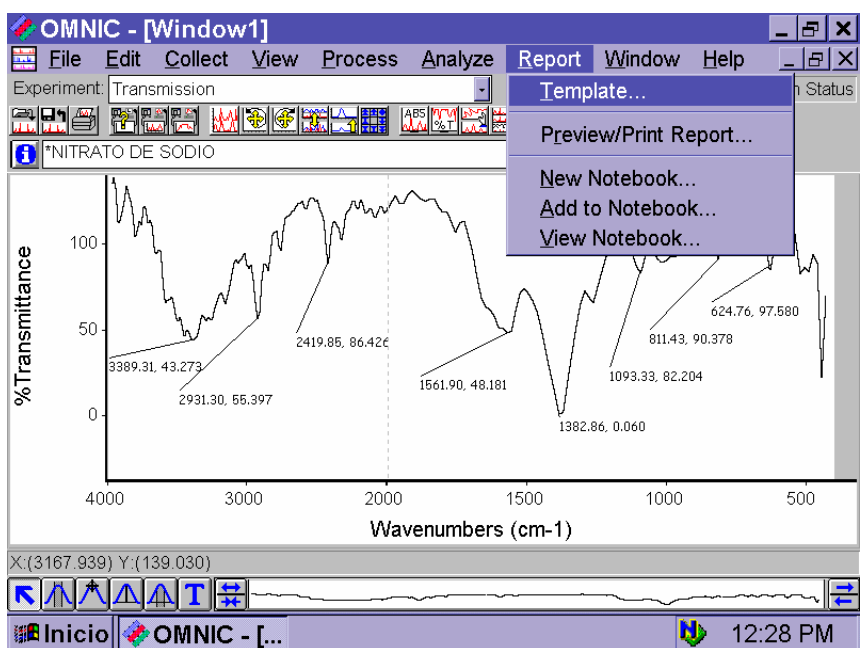


Figura 38. Menú para obtener el espectro de IR impreso

2. Enseguida aparecerá un cuadro de diálogos como el que se muestra en la Figura 39, se da clic en *EJEMPLO.rpt* y elegir *Edit*.

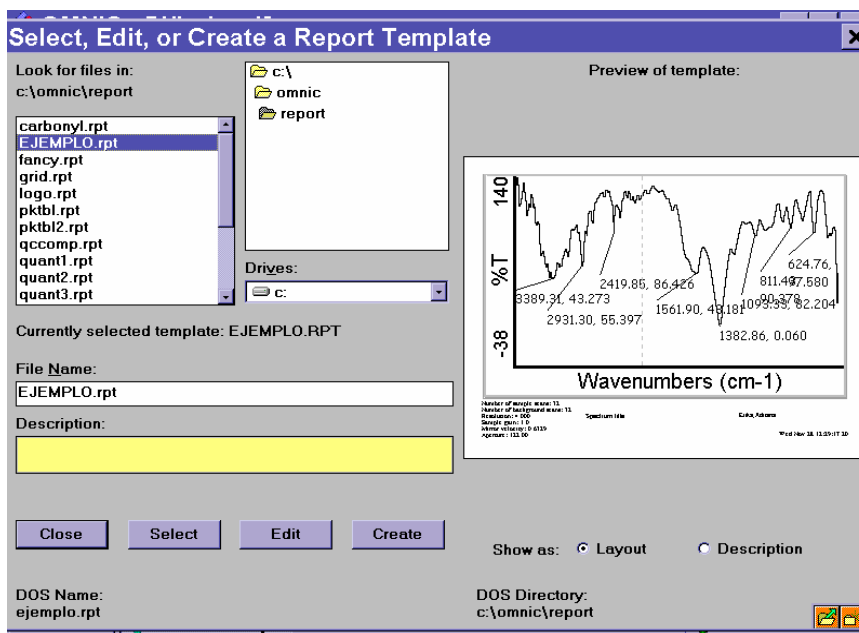


Figura 39. Cuadro de diálogos para el formato de impresión

3. Inmediatamente se desplegará el formato de impresión donde aparece el espectro con el nombre de la muestra que se etiquetó al principio de la lectura, éste no se puede cambiar, solamente se puede escribir algún otro dato adicional en el cuadro de texto que aparece al lado del nombre de la muestra, Figura 40.

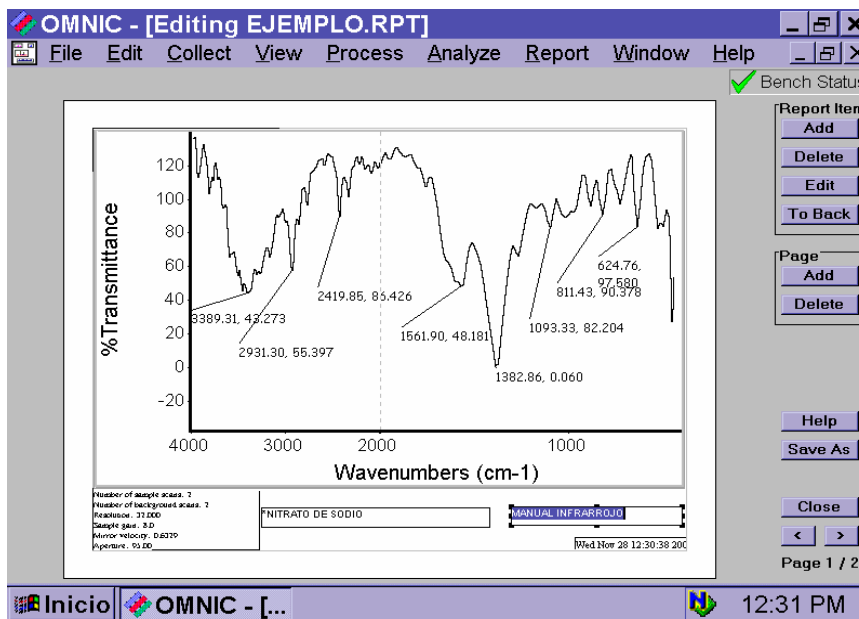


Figura 40. Hoja de impresión del espectro de IR

- Para guardar los cambios, se da clic en *Salve As*, inmediatamente aparecerá un cuadro de texto como se muestra en la Figura 41, y se le da clic en *Sí* y automáticamente se regresará a la pantalla de inicio Figura 37.

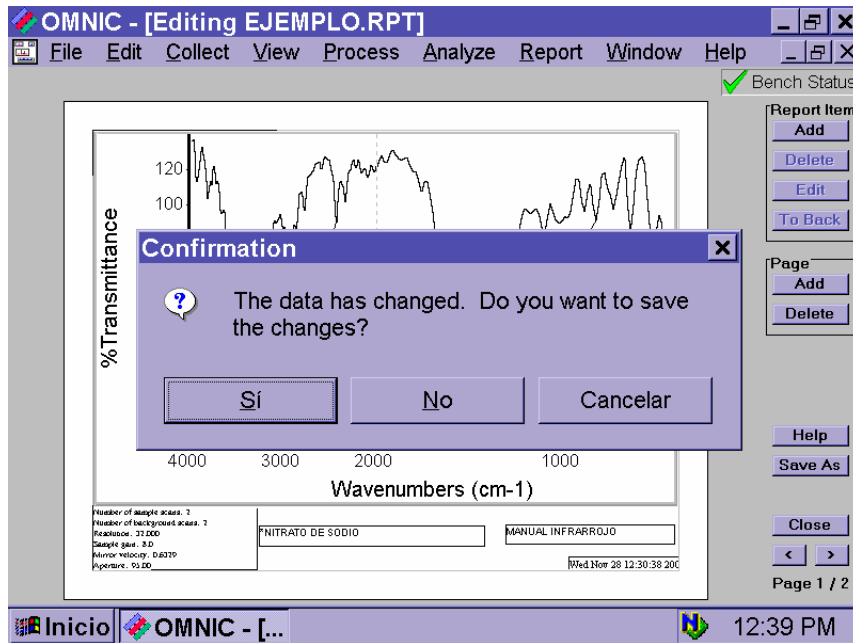


Figura 41., Cuadro de diálogos para guardar cambios

- Para imprimir el espectro de IR en el formato ya editado se da clic en *Report* que se encuentra en la barra de menú y posteriormente en *Preview/Print Report* como se muestra en la Figura 42.

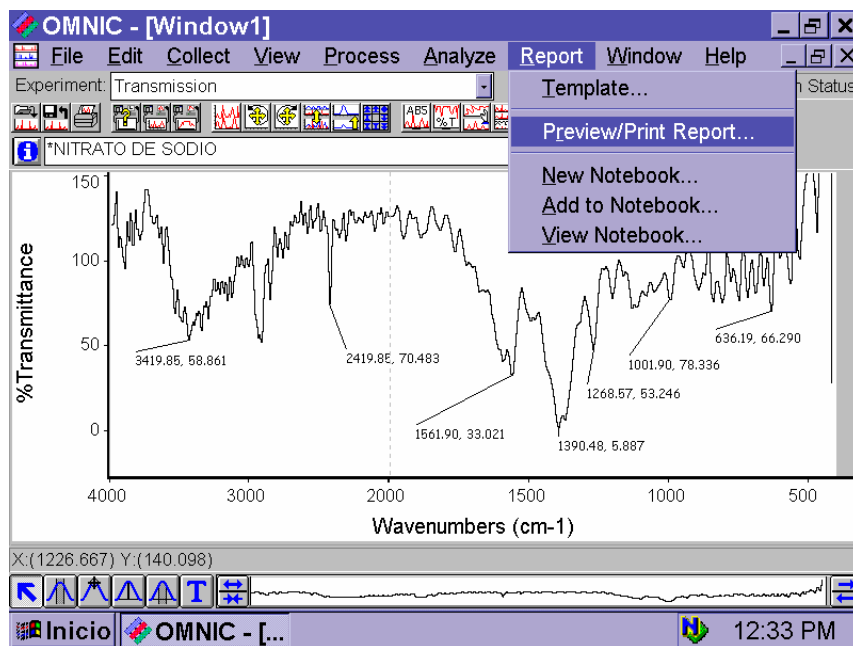


Figura 42. Menú para imprimir el espectro de IR

6. Enseguida aparecerá el formato de como quedará impreso el espectro de IR, como se muestra en la Figura 43, para imprimir se da clic en *Print* y para cerrar la ventana se da clic en *Close* y automáticamente se regresará a la pantalla de inicio Figura 37.

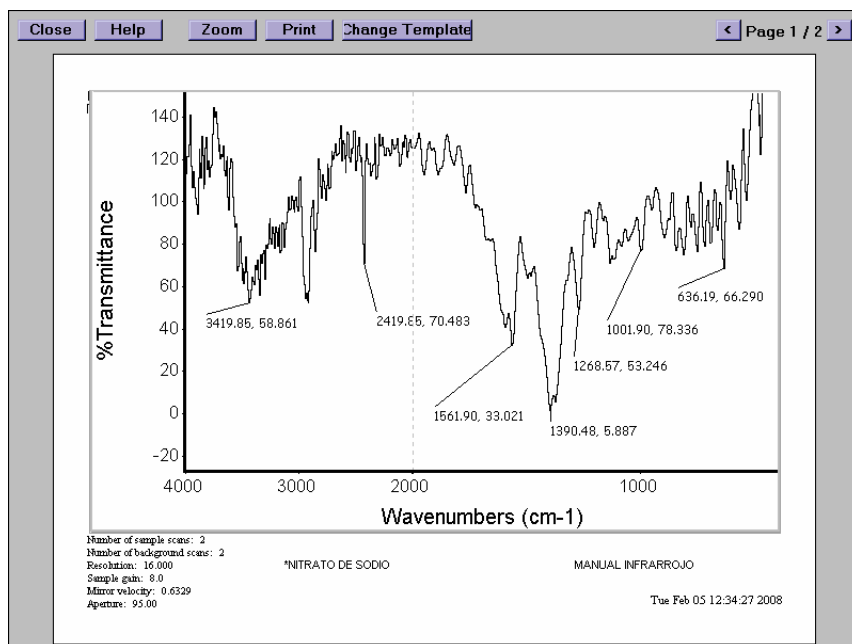


Figura 43. Formato de impresión del espectro de IR

En el siguiente capítulo se presentan una serie de prácticas, en las cuales se analizaron compuestos orgánicos e inorgánicos en donde se aplicó la metodología mostrada en este capítulo.

CAPÍTULO CUATRO

PRÁCTICAS



PRÁCTICA 1

ELABORACIÓN DE UNA PASTILLA DE BROMURO DE POTASIO (KBr) DE CUALQUIER COMPUESTO

OBJETIVO GENERAL

- Tratar una muestra sólida de cualquier compuesto con bromuro de potasio como base por medio de prensado para identificar la muestra en forma de pastilla y aprender el manejo del equipo de espectroscopia de infrarrojo.

OBJETIVO PARTICULAR

- Obtener el espectro de acetona y benzofenona para observar las bandas características en infrarrojo del grupo funcional carbonilo

INTRODUCCIÓN

La espectroscopia infrarroja se pueden analizar compuestos en estado sólido, líquido y gaseoso; el recipiente de la muestra depende del estado de agregación de la misma es construido de un material transparente a la radiación. Cuando se trabaja con muestras sólidas, se tienen dos alternativas: una es disolver la muestra en un disolvente orgánico, sin embargo no existen buenos disolventes que sean completamente transparentes a toda la radiación infrarroja y existe una dificultad para determinar con exactitud la absorbancia por parte de las moléculas, la segunda alternativa es trabajar en estado sólido preparando pastillas de bromuro de potasio o cloruro de sodio que absorben por debajo de 385 y 650 cm^{-1} respectivamente. En caso de que las muestras sean líquidas hay dos metodologías posibles, la primera consiste en colocar directamente el líquido en el recipiente para líquidos, empleando el accesorio ATR y la segunda elaborando una pastilla de bromuro de potasio. En la Tabla 1, se muestran los intervalos de absorción infrarrojo de algunos materiales en donde se podrá comparar el intervalo en el que aparecen las bandas características de IR para cada compuesto estudiado.

Tabla 1. Intervalos de absorción infrarroja de algunos materiales

MATERIAL	INTERVALO DE NÚMERO DE ONDA (cm ⁻¹)
NaCl	4000-625
KBr	4000-400
BaF ₂	4000-740
CaF ₂	4000-1111
AgCl	4000-400
CsI	4000-400
ZnS	4000-720
Ge	4000-600
ZnSe	4000-650
Acetato de metilo	3000-960
Acetona	3100-830
Agua	3650-650
Alcohol isopropílico	3600-650
Benceno	3100-650
Cloroformo	3000-650
Éter dietílico	3000-830
Metanol	4000-650
Tetracloruro de carbono	1610-960
Polietileno	4000-400

El bromuro de potasio es una sal de color blanco, higroscópica y soluble en agua y etanol. Su fórmula es KBr. Es necesario secarlo perfectamente antes de preparar la pastilla, además las pastillas deben prepararse rápidamente o bien secarse antes de la obtención del espectro de infrarrojo.

MATERIAL

- Estufa marca Riossa
- Desecador
- Balanza analítica marca Boeco
- Mortero de ágata
- Prensa
- Pastillador
- Porta muestra
- Pinzas
- Espátula

- Micropipeta
- Pesafiltro

EQUIPO

- Espectrofotómetro de IR marca NICOLET modelo Magna-560

REACTIVOS

- Acetona GR
- Benzofenona GR
- Bromuro de Potasio GR

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Secar en una estufa, bromuro de potasio previamente puesto en un pesafiltro a 105 °C durante una hora, dejar enfriar en un desecador.
2. Pesar de 300 a 400mg de bromuro de potasio en un mortero de ágata, agregar un microcristal o una microgota de la muestra a analizar, triturar hasta que la muestra se haya mezclado por completo y la consistencia del sólido sea de un polvo fino.
3. Pasar la mezcla a un pastillador (Figura 1), comprimir a presiones de 1000 y 3000 Kg/cm², hasta obtener un disco claro o una pastilla lo más compacta posible.
4. En este caso particular hacer dos pastillas, una para acetona y otra para benzofenona.
5. Transferir la tableta al porta muestra (Figura 2), proceder a adquirir el espectro en el espectrofotómetro IR NICOLET Magna-560 siguiendo la metodología referida en el capítulo 3.



Figura 1. Pastillador



Figura 2. Porta muestra

RESULTADOS

- Presentar los espectros de absorción obtenidos de las muestras de acetona y benzofenona.
- Buscar en la literatura o ayudarse de las Tablas referidas en el Capítulo 1 (Tabla 2-6), las bandas características de infrarrojo (cm^{-1}) del grupo carbonilo para la acetona y la benzofenona, anotarlos en la Tabla 1.
- Anotar los valores del número de onda obtenidos experimentalmente en la Tabla 1 para su posterior identificación mediante su comparación.

Tabla 1. Bandas de infrarrojo (cm^{-1}) de acetona y benzofenona

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm^{-1})	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm^{-1})
Acetona		
Benzofenona		

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Realizar el análisis mediante la comparación de las bandas del grupo carbonilo teóricas contra las obtenidas experimentalmente en los espectros de absorción y explicar el comportamiento de la banda del grupo carbonilo para cada muestra en infrarrojo.

CONCLUSIONES

Según los resultados, concluir de acuerdo a los objetivos y análisis de resultados establecidos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alhambra.
2. Olsen, E. O. (1986). *Métodos Ópticos de Análisis*. España: Reventé.
3. Skoog, D. A. (2001). *Principios de Análisis Instrumental*. (5a. ed.). España: Mc Graw-Hill.
4. Morcillo, R. J. (1974). *Espectroscopia Infrarroja*. España: Secretaria General de la Organización de los Estados Americanos Washington, D. C.
5. Silverstein, M. R. (1974). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. (1st ed.). USA: John Wiley & Sons.
6. Muños, M. C. (1981). *Métodos Ópticos, Prácticas de Instrumentación Analítica*. Parte 1. México: Limusa.

PRÁCTICA 2

IDENTIFICACIÓN DE NITRATOS E INFLUENCIA DEL CATION EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN INFRARROJO

OBJETIVO GENERAL

- Aprender a identificar las bandas de diversos nitratos por medio de espectroscopia de infrarrojo, para su estudio en química inorgánica.

OBJETIVO PARTICULAR

- Observar el corrimiento de las bandas del anión nitrato por influencia de tres cationes diferentes de la familia I de la Tabla Periódica de los elementos.

INTRODUCCIÓN

En los nitratos está presente el anión NO_3^- , son incoloros y neutros, son sales correspondientes al ácido fuerte HNO_3 , el cual es fuerte oxidante. Todos los nitratos son solubles en el agua, a excepción de algunas sales básicas, que se disuelven en ácidos. Los nitratos inorgánicos se forman en la naturaleza por la descomposición de compuestos nitrogenados como proteínas, urea etc., los nitratos se encuentran en abonos, pólvoras y explosivos para pirotecnia. El nitrato de plata es un precursor importante para los haluros de plata utilizados como sales fotosensibles en fotografía; el de plomo se emplea en explosivos y fósforos; el de cobalto para decorar porcelana y loza y el de cobre para preparar papeles sensibles para copiado. Como intermediario los nitratos están presentes en el proceso de nitrificación y desnitrificación que se utiliza en las plantas depuradoras de aguas residuales (Burriel et. al., 1985).

Los nitratos son moléculas del tipo XY_3 , por lo tanto experimentan los modos normales de vibración mostrados en la Figura 1, la tensión simétrica no va acompañada por un cambio en el momento dipolar de la molécula y no es activo en el infrarrojo. Los tres modos que quedan son activos en infrarrojo y así moléculas como SO_3 , BF_3 y BCl_3 , presentan tres absorciones en su espectro infrarrojo. Los espectros de infrarrojo de aniones como $[\text{NO}_3]^-$ y $[\text{CO}_3]^-$ pueden registrarse en infrarrojo y el contraíón correspondiente también puede originar bandas en el espectro de infrarrojo.

En las sales de los metales alcalinos las bandas de los espectros pueden asignarse al anión. Las posiciones características de las bandas del grupo nitrato son en 1350-1380 y 815-840 cm^{-1} (Conley, 1979).

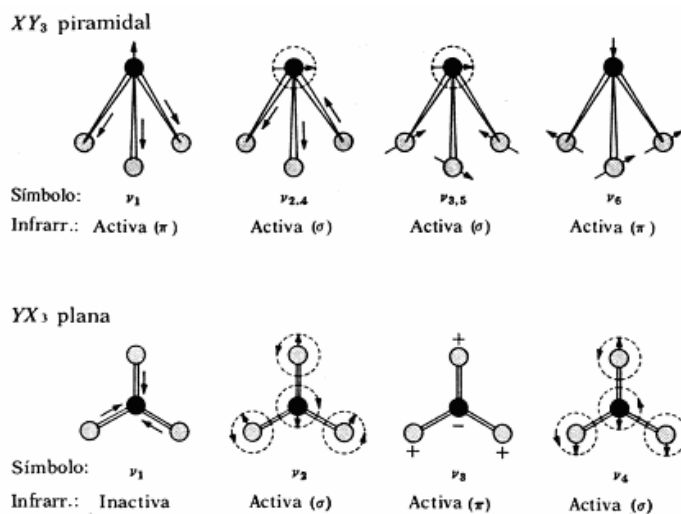


Figura 1. Modos vibracionales para moléculas del tipo XY_3 (Conley, 1979).

MATERIAL

- Estufa marca Riossa
- Desecador
- Balanza analítica marca Boeco
- Mortero de ágata
- Prensa
- Pastillador
- Porta muestra
- Pinzas
- Espátula
- Pesafiltro

EQUIPO

- Espectrofotómetro de IR marca NICOLET modelo Magna-560

REACTIVOS

- Bromuro de Potasio GR
- Nitrato de litio GR
- Nitrato de sodio GR
- Nitrato de potasio GR

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Secar las muestras de los nitratos previamente puestos en pesafiltros en una estufa a 105 °C durante una hora, enfriar en un desecador.
2. Proceder a elaborar las pastillas de las muestras de nitratos a analizar, siguiendo la metodología de la práctica 1.
3. Obtener los espectros de las muestras de los nitratos.
4. Comparar las bandas obtenidas en los espectros de los nitratos con las teóricas y discutir los resultados.

RESULTADOS

- Presentar los espectros de absorción obtenidos de las muestras.
- Buscar en la literatura o ayudarse de la Tabla referida en el Capítulo 1 (Tabla 7), las posiciones de las bandas de los nitratos en infrarrojo (cm^{-1}) y anotarlos en la Tabla 1. Anotar las posiciones de las bandas más representativas obtenidas experimentalmente para su identificación mediante la comparación.

Tabla 1. Bandas de infrarrojo (cm^{-1}) de nitratos

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm^{-1})	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm^{-1})
Nitrato de sodio		
Nitrato de potasio		
Nitrato de litio		

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Realizar un análisis comparando las bandas del anión nitrato teóricas contra las obtenidas experimentalmente en cada espectro de absorción y explicar si las bandas características del anión nitrato aparecen en el mismo número de onda para los tres espectros de la misma familia de la Tabla Periódica.

CONCLUSIONES

Concluir de acuerdo a los objetivos y análisis de resultados establecidos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Barrow, G. M. (1992). *Introduction Molecular Spectroscopy*. USA: Mc Graw-
2. Burriel, M. F., Arribas, J. S., Lucena, C. F. y Hernández, M. J. (1985). *Química Analítica Cualitativa*. (18a ed.). España: Thomson.
3. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alhambra.
4. Housecroft, E. C. (2001). *Inorganic Chemistry*. England: Prentice Hall.
5. Muños, M. C. (1981). *Método Ópticos, Prácticas de Instrumentación Analítica*. México: Limusa.
6. Skoog, D. A. (1994). *Análisis Instrumental*. (5a. ed.). México: Mc Graw-Hill.
7. Silverstein, M. R. (1974). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. (1st ed.). USA: John Wiley & Sons.

PRÁCTICA 3

IDENTIFICACIÓN DE CARBONATOS E INFLUENCIA DEL CATION EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN INFRARROJO

OBJETIVO GENERAL

- Identificar las bandas de diversos carbonatos por medio de espectroscopia de infrarrojo para su estudio, análisis y elucidación.

OBJETIVO PARTICULAR

- Observar el corrimiento de las bandas del anión carbonato por influencia de tres cationes diferentes de la familia I de la Tabla Periódica.

INTRODUCCIÓN

Los carbonatos son sales resultado de la reacción del ácido carbónico y diversas bases; éstas son incoloras y no presenta propiedades óxido reducción. Según el pH, en solución la especie CO_3^{2-} está en equilibrio con el bicarbonato y el dióxido de carbono. La mayoría de los carbonatos, excepto los de los metales alcalinos, son poco solubles en agua. Debido a esta característica son importantes en geoquímica y forman parte de muchos minerales y rocas. Los carbonatos se aplican en multitud de campos. A menudo su utilización va ligada al compuesto como la obtención de cal viva (CaO) del carbonato cálcico. Industrialmente uno de los carbonatos más importantes es el carbonato de sodio (sosa Solvay). El cual es un intermedio en la obtención de productos como el jabón, el percarbonato sódico utilizado como blanqueador, el vidrio, la sosa (NaOH) etc., el carbonato de calcio forma parte de la formulación de las pastas dentales, etc., (Burriel et. al, 1985).

Los carbonatos son moléculas del tipo XY_3 y experimentan las formas de vibración mostradas en la Figura 1 de la práctica 2; también presentan tres absorciones en su espectro de infrarrojo. Las posiciones características del grupo carbonato son: 1400-1450 y 825-885 cm^{-1} (Conley, 1979).

MATERIAL

- Estufa marca Riossa
- Desecador
- Balanza analítica marca Boeco
- Mortero de ágata
- Prensa
- Pastillador
- Porta muestra
- Pinzas
- Espátula
- Pesafiltro

EQUIPO

- Espectrofotómetro de IR marca NICOLET modelo Magna-560

REACTIVOS

- Bromuro de potasio GR
- Carbonato de litio GR
- Carbonato de sodio GR
- Carbonato de potasio GR

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Secar las muestras de carbonatos previamente puestos en pesafiltros en una estufa a 105 °C durante una hora, enfrían en el desecador.
2. Elaborar la pastilla de bromuro de potasio de las muestras de carbonatos que se desee analizar como se indica en la práctica 1.
3. Obtener los espectros de los carbonatos siguiendo la metodología referida en el capítulo 3.
4. Comparar las bandas experimentales con las teóricas y discutir los resultados.

RESULTADOS

- Presentar los espectros de absorción obtenidos de las muestras.
- Buscar en la literatura o ayudarse de la Tabla referida en el Capítulo 1 (Tabla 7), las posiciones de las bandas del anión carbonatos en infrarrojo (cm^{-1}) y anotarlos en la Tabla 1. Anotar también las posiciones de las bandas más representativas obtenidas experimentalmente para su posterior identificación mediante su comparación

Tabla 1. Bandas de infrarrojo (cm^{-1}) de carbonatos

COMPUESTO	BANDA DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm^{-1})	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm^{-1})
Carbonato de litio		
Carbonato de sodio		
Carbonato de potasio		

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Realizar un análisis comparando las bandas del anión carbonato teóricas contra las obtenidas experimentalmente en cada espectro de absorción y explicar si las bandas del anión carbonato aparecen en el mismo número de onda para los tres espectros de la misma familia de la Tabla Periódica.

CONCLUSIONES

Concluir de acuerdo a los objetivos y análisis de resultados establecidos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Barrow, G. M. (1992). *Introduction Molecular Spectroscopy*. USA: Mc Graw-
2. Burriel, M. F., Arribas Jimeno S. A., Lucena C. F. y Hernández M. J. (1985). *Química Analítica Cualitativa*. (18a ed.). España: Thomson.
3. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alhambra.
4. Housecroft, E. (2001). *Inorganic Chemistry*. England: Prentice Hall.
5. Skoog, D. A. (1994). *Análisis Instrumental*. (5a. ed.). México: Mc Graw-Hill.

PRÁCTICA 4

IDENTIFICACIÓN DE SULFATOS E INFLUENCIA DEL CATIÓN EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJO

OBJETIVO GENERAL

- Aprender a identificar las bandas de diversos sulfatos por medio de espectroscopia de infrarrojo, para aplicar el conocimiento en la elucidación espectral en química.

OBJETIVO PARTICULAR

- Observar el corrimiento de las bandas del anión sulfato por influencia de tres cationes diferentes.

INTRODUCCIÓN

Las sales derivadas del anión SO_4^{2-} con cualquier metal de las familias I y IIA son incoloras, neutras, y generalmente procedentes del ácido sulfúrico. Los sulfatos en la naturaleza se encuentran en forma de yeso, o aljez, (sulfato de calcio dihidratado $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), baritina (sulfato de bario) o sulfato de sodio (Na_2SO_4). Por oxidación de estas sales se forman los sulfuros de muchos elementos cuando estos entran en contacto con el oxígeno del aire. Las aplicaciones de los sulfatos varían enormemente según el metal al que están unidos. Estas sales se encuentran en los abonos, en forma de sulfato de amonio o de potasio; en los productos curtientes, como sulfato de aluminio; en algunos pigmentos, como sulfato de plomo o de bario; en materiales de construcción, como sulfato de calcio; en tintas y mordientes, como sulfato de cromo, de hierro o de zinc. El sulfato de magnesio es un purgante que se sigue empleando actualmente (Burriel et. al., 1985).

Los sulfatos son moléculas del tipo YX_4 , tiene nueve modos normales de vibración, pero solo seis de ellos son activos en infrarrojo, como se muestra en la Figura 1. Los espectros de infrarrojo de especies como CCl_4 , TiCl_4 , OsO_4 , $[\text{ClO}_4]^-$ y $[\text{SO}_4]^{2-}$ exhiben absorciones debido a la degeneración. Las posiciones características del grupo sulfato son: 1080-1130 y 610-680 cm^{-1} (Conley, 1979).

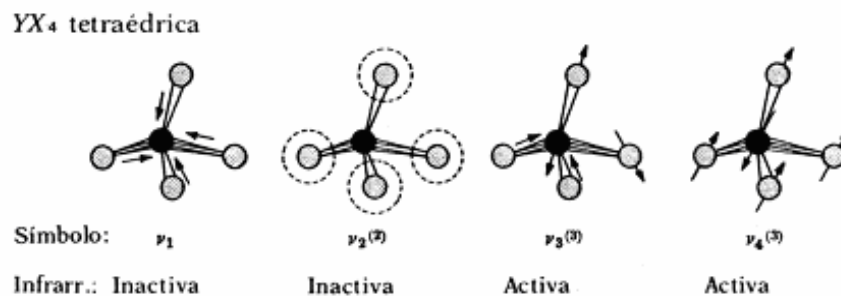


Figura 1. Modos vibracionales para moléculas del tipo YX₄ activos e inactivos en infrarrojo (Conley, 1979)

MATERIAL

- Estufa marca Riossa
- Desecador
- Balanza analítica marca Boeco
- Mortero de ágata
- Prensa
- Pastillador
- Porta muestra
- Pinzas
- Espátula
- Pesafiltro

EQUIPO

- Espectrofotómetro de IR marca NICOLET modelo Magna-560

REACTIVOS

- Bromuro de potasio GR
- Sulfato de sodio GR
- Sulfato de calcio GR
- Sulfato de zinc GR

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Secar las sales de sulfato previamente puestos en pesafiltros en una estufa a 105 °C por una hora, enfriar en el desecador.
2. Elaborar las pastillas de bromuro de potasio de las muestras de sulfatos que se desee analizar, siguiendo la metodología de la práctica 1.
3. Obtener los espectros de lo sulfatos.
4. Comparan las bandas obtenidas de las muestras de sulfatos con las teóricas.
5. Discutir los resultados.

RESULTADOS

- Presentar los espectros de absorción obtenidos de las muestras.
- Buscar en la literatura o ayudarse de la Tabla refererida en el Capitulo 1 (Tabla 7), las posiciones de las bandas del anión sulfato en infrarrojo (cm^{-1}) y anotarlos en la Tabla 1. Anotar las posiciones de las bandas más representativas obtenidas experimentalmente para su posterior identificación mediante su comparación.

Tabla 1. Bandas de infrarrojo (cm^{-1}) de sulfatos

COMPUESTO	BANDA DE INFRARROJO TEÒRICAS (cm^{-1})	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm^{-1})
Sulfato de sodio		
Sulfato de zinc		
Sulfato de calcio		

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Realizar el análisis comparando las bandas del anión sulfato teóricas contra las obtenidas experimentalmente en cada espectro de absorción y explicar si las bandas del anión sulfato aparecen en el mismo número de onda para los tres espectros o tiene alguna influencia que los cationes sean de diferente familia de la Tabla Periódica.

CONCLUSIONES

Concluir de acuerdo a los objetivos y análisis de resultados establecidos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Barrow, G. M. (1992). *Introduction Molecular Spectroscopy*. USA: Mc Graw-Hill.
2. Burriel, M. F., Arribas Jimeno S. A., Lucena C. F. y Hernández M. J. (1985). *Química Analítica Cualitativa*. (18a ed.). España: Thomson.
3. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alhambra.
4. Housecroft, E. C. (2001). *Inorganic Chemistry*. England: Prentice Hall.
5. Muños, M. C. (1981). *Método Ópticos, Prácticas de Instrumentación Analítica*. Parte 1. México: Limusa.
6. Skoog, D. A. (1994). *Análisis Instrumental*. (5a. ed.). México: Mc Graw-Hill.

PRÁCTICA 5

IDENTIFICACIÓN DE MADERAS SUAVES Y DE MADERAS DURAS POR ESPECTROFOTOMETRÍA INFRARROJA.

OBJETIVO

- Aplicar la espectroscopia de infrarrojo para clasificar las maderas en duras o suaves con base en el comportamiento del grupo carbonilo.

INTRODUCCIÓN

Los árboles se pueden clasificar botánicamente en gimnospermas y angiospermas. En selvicultura, las gimnospermas y angiospermas se refieren a maderas suaves y maderas duras respectivamente. Las especies de madera dura son de hojas anchas y las especies de madera blanda son de hojas en forma de escamas o aciculares. La composición general tiene ciertas características comunes en todas las especies.

Esta composición consta de tres compuestos poliméricos principales: celulosa, hemicelulosa y lignina. El porcentaje de cada uno tiende a variar de acuerdo al tipo de madera.

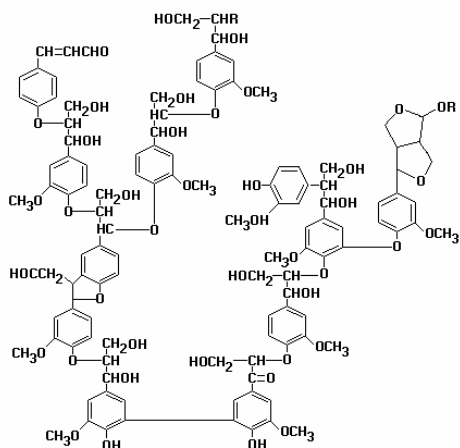


Figura 1. Lignina

La lignina, Figura 1, es una macromolécula componente de la madera, formada por la polimerización deshidrogenada al azar de alcoholes p-hidroxí cinámicos. Las ligninas son fracciones no carbohidratadas de la madera libre, extremadamente complejas y difíciles de caracterizar. Constituyen un polímero aromático, heterogéneo, ramificado, donde no existe ninguna unidad repetida definitivamente. Esta sustancia amorfa se localiza como componente de la lámina media y también en la pared secundaria de la madera. Durante el desarrollo de la célula, la lignina se incorpora como último componente de la pared

celular interpenetrando las fibrillas y fortaleciendo la pared celular.

La lignina de las maderas suaves está compuesta principalmente de derivados del alcohol coniferílico, con pequeñas porciones de alcohol cumarílico, mientras que las maderas duras tienen lignina compuesta de alcohol coniferílico y sinapílico, con pequeñas cantidades de derivados de alcohol cumarílico.

La posición del grupo carbonilo 1510 cm^{-1} es indicativo del tipo de madera. Las maderas suaves tienden a absorber a un rango mayor a 1510 cm^{-1} , mientras que las maderas duras tienden a absorber por debajo de 1510 cm^{-1} .

MATERIAL

- Estufa marca Riossa
- Desecador
- Balanza analítica marca Boeco
- Espátula
- Mortero de ágata
- Prensa
- Pastillador
- Porta-muestra
- Pinzas
- Matraz de bola 100mL
- Vaso de precipitados 100 mL
- Embudo de filtración rápida
- Pipeta graduada de 10 mL
- Papel pH
- Parrilla

EQUIPO

- Espectrofotómetro de IR marca NICOLET modelo Magna-560

REACTIVOS

- Bromuro de Potasio GR
- Hidróxido de sodio al 10%
- Ácido sulfúrico concentrado GR
- Diferentes muestras de maderas

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Obtención de la lignina: hervir la madera en una solución de NaOH al 10% a temperatura de 170-180°C por 3 horas y filtrar (en el filtrado se obtiene el lignato de sodio).
2. Agregar al filtrado H₂SO₄ concentrado gota a gota hasta tener un pH entre 2 - 3 (el producto precipita).
3. Filtrar el producto precipitado lavar y secar.
4. Preparar la pastilla de KBr como en la práctica 1.
5. Obtener los espectros correspondientes para cada una de las muestras.

RESULTADOS

- Presentar los espectros de absorción obtenidos de las muestras.
- Buscar en la literatura la banda característica de infrarrojo (cm⁻¹) del grupo carbonilo para las maderas suaves y como para las maderas duras y anotarla en las Tablas 1 y 2 respectivamente.
- Clasificar los diferentes muestras de maderas en las Tablas 1 y 2 de acuerdo a la bandas característica obtenida experimentalmente

Tabla 1. Banda de infrarrojo (cm⁻¹) de maderas suaves

MUESTRA	BANDA DE INFRARROJO TEÒRICA (cm ⁻¹)	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTAL (cm ⁻¹)
1		
2		
3		

Tabla 2. Banda de infrarrojo (cm^{-1}) de maderas duras

MUESTRA	BANDA DE INFRARROJO TEÓRICA (cm^{-1})	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTAL (cm^{-1})
1		
2		
3		

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Realizar el análisis mediante su comparación de la banda del grupo carbonilo teórica contra las obtenida experimentalmente en cada espectro de absorción y clasificar las diferentes muestras de maderas ya sea en suaves o duras.

CONCLUSIONES

Concluir de acuerdo al objetivo y análisis de resultado establecido.

BIBLIOGRAFIA

1. Brady, B, & Owen, N. (1999). Identifying Softwoods and Hardwoods by Infrared Spectroscopy. *Journal of Chemical Education*, 76(9-12).
2. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alhambra.
3. Kirk, R. y Othmer, D. F. (1962). Maderas. En *La Enciclopedia de Tecnología Química*. (Tomo X). México: Hispano-Americana.
4. Skoog, D. A. (2001). *Principios de Análisis Instrumental*. (5ta. ed.). España: Mc Graw-Hill.
5. Silverstein, M. R. (1974). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. (1st ed.). USA: John Wiley & Sons.

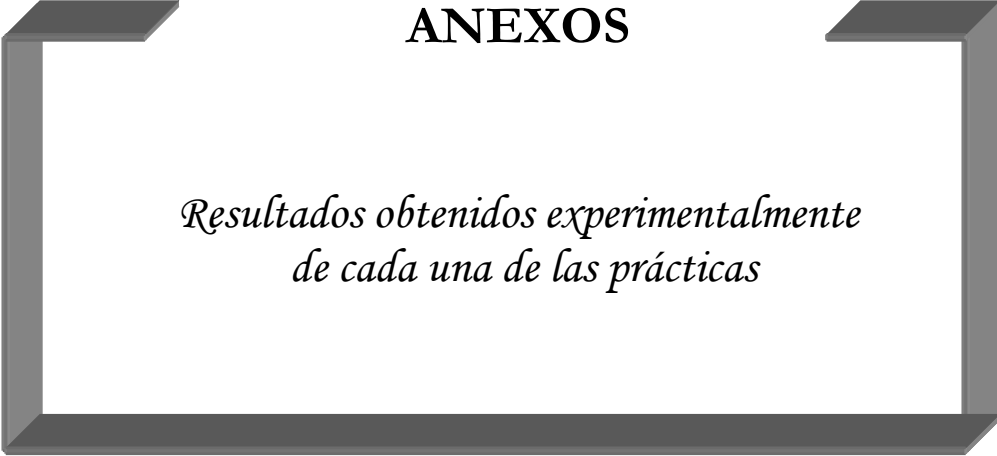
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS GENERALES

1. Barrow, G. M. (1962). *Introduction to Molecular Spectroscopy*. USA: Mc Graw-Hill, p. 25-30.
2. Brady, B, & Owen, N. (1999). Identifying Softwoods and Hardwoods by Infrared Spectroscopy. *Journal of Chemical Education*, 76(9-12), 1706-1709.
3. Burriel, M. F., Arribas, J. S., Lucena, C. F. y Hernández, M. J. (1985). *Química Analítica Cualitativa*. (18a ed.). España: Thomson, P. 902-903, 867-869 y 843-846.
4. Conley, R. T. (1979). *Espectroscopia Infrarroja*. (1a. ed.). España: Alambra, p. 23-35 y 208-209.
5. Creswell, C. (1972). *Spectral Analysis of Organic Compounds*. (2nd ed.). USA: Burgess Publishing Company, p. 64-70.
6. Housecroft, E. C. (2001). *Inorganic Chemistry*. England: Prentice Hall. p. 92-93.
7. Kirk, R. y Othmer, D. F. (1962). Maderas. En *La Enciclopedia de Tecnología Química*. (Tomo X, pp.291-293). México: Hispano-Americana.
8. Morcillo, R. J. (1974). *Espectroscopia Infrarroja*. España: Secretaria General de la Organización de los Estados Americanos Washington, D. C., p. 1-3.
9. Morcillo, R. J. y Orza, S. J. (1972). *Espectroscopia*. (1a. ed.) España: Alambra, p. 1-4.
10. Muños, M. C. (1981). *Método Ópticos, Prácticas de Instrumentación Analítica*. (1ª ed.). México: Limusa, p. 82-94.
11. Nakamoto, K. (1970). *Infrared and Ramam spectra of Inorganic and Coordination Compounds*. (2nd ed.). USA: John Wiley & Sons, p. 9-13.
12. Nicolet. Magna-560 FT-IR. Quick IR. User`s Guide version 3.1. OMNIC FT-IR Software

-
-
13. Olsen, E. O. (1986). *Métodos Ópticos de Análisis*. España: Reventé, p. 163-165.
 14. Silverstein, M. R. (1974). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. (1st ed.). USA: John Wiley & Sons, p. 91-94.
 15. Skoog, D. A. (2001). *Principios de Análisis Instrumental*. (5ta. ed.). España: Mc Graw-Hill, p. 412-419 y 427-429.
 16. System 560 User's Guide. Magna-560 FT-IR Spectrometer. Madison (1996)
 17. Pecsok, R. y Donald, S. L. (1990). *Métodos Modernos de Análisis Químico*. (5a ed.). México: Limusa, p. 209-216.
 18. Robinson, J. W. (1974). *Principios de Análisis Instrumental*. España: Acribia, p. 90-91.
 19. Rouessac, F & Rouessac, A. (2000). *Chemical Analysis, Modern Instrumental Methods and Techniques*. USA: John Wiley & Sons, p. 162-168.
 20. Willar, H. H., Merritt, L. L., Dean, J. A. y Settle F. A. (1991). *Métodos Instrumentales de Análisis*. México: Iberoamericana, p. 282-283.
 21. La lignina. (2004). Obtenida el 11 de febrero de 2008, de <http://papelera.eurofull.com/shop/detallenot.asp?notid=46>

ANEXOS

*Resultados obtenidos experimentalmente
de cada una de las prácticas*



PRÁCTICA 1

ELABORACIÓN DE UNA PASTILLA DE BROMURO DE POTASIO (KBr) DE
CUALQUIER COMPUESTO

RESULTADOS.

Resultados obtenidos experimentalmente de la acetona y la benzofenona.

Tabla 1

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm ⁻¹)	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm ⁻¹)
Acetona	2923 1695 1428 1260 1074 712 537	1900-1670 (Grupo Carbonilo)
Benzofenona	3061 2931 1680 1596 1443 1310 1280 1154 940 921 699 640	1900-1670 (Grupo Carbonilo)

Grafico 1. Espectro de acetona (pastilla de KBr)

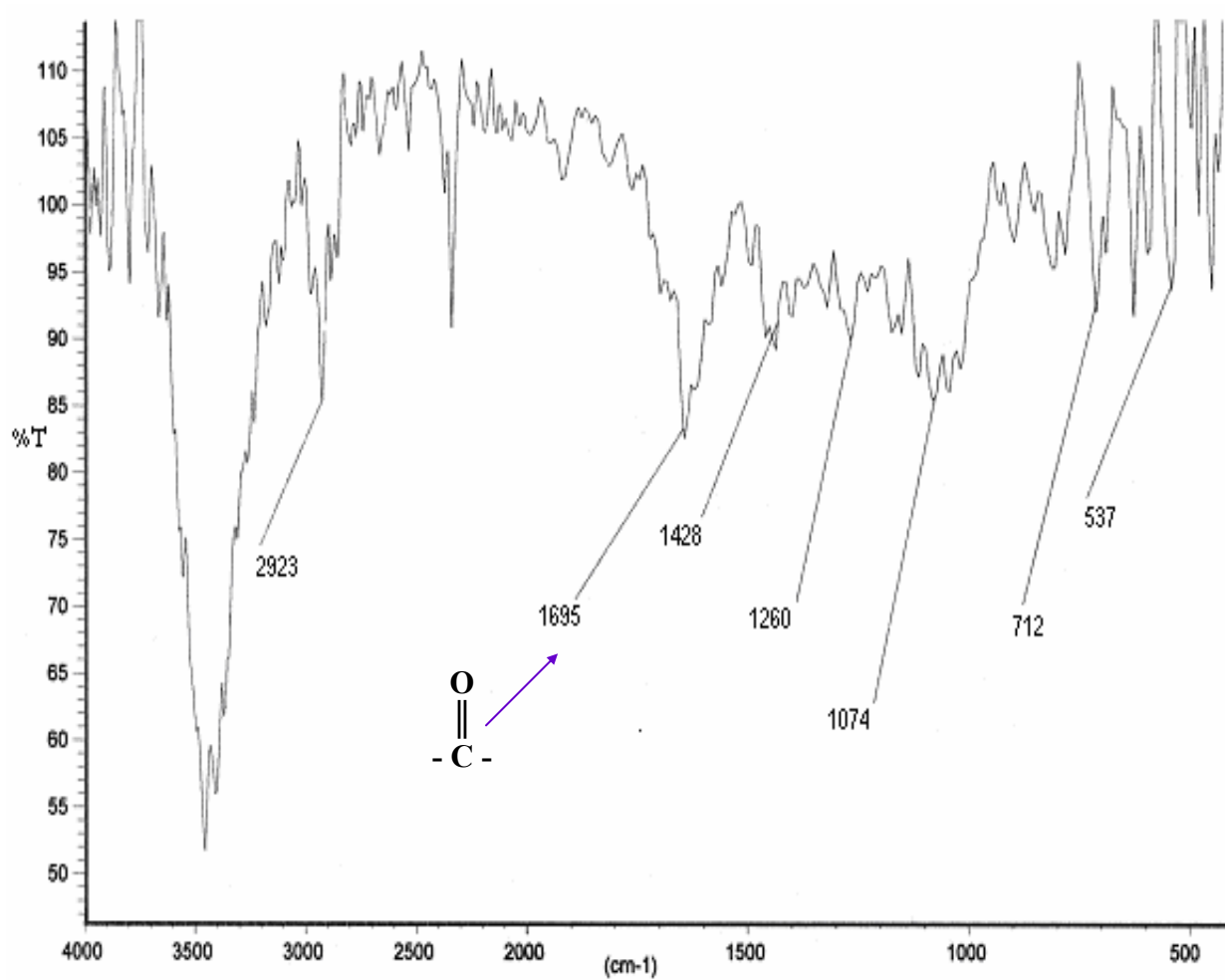
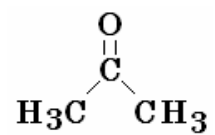
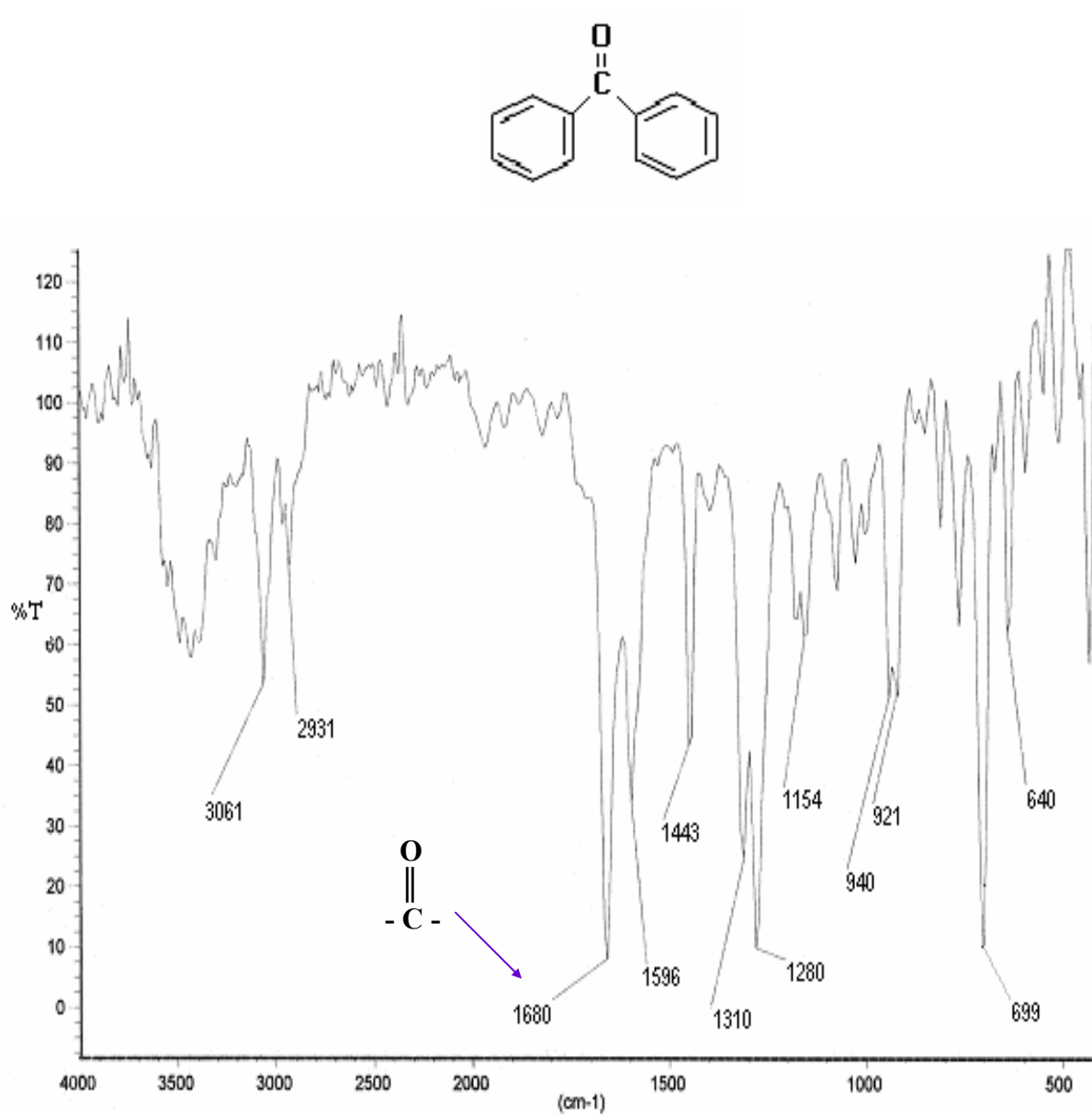


Grafico 2. Espectro de benzofenona (pastilla de KBr)



ANÁLISIS DE RESULTADOS

En la Tabla 1 se muestra las bandas de infrarrojo de acetona y benzofenona obtenidas experimentalmente.

Se puede observar en el espectro de acetona (Gráfico 1) una banda muy intensa característica del grupo carbonilo en 1695 cm^{-1} . Comparando el espectro del Gráfico 2 (benzofenona) la banda aparece en 1680 cm^{-1} como el grupo carbonilo está conjugado con un anillo aromático los electrones π se deslocalizan sobre un espacio mayor y la fuerza de la unión $\text{C}=\text{O}$ disminuye observándose las vibraciones a una frecuencia menor. La diferencia en los valores de la banda del grupo carbonilo para la acetona y la benzofenona se puede explicar por los grupos adyacente al grupo carbonilo ya que es diferente un metilo a un fenilo.

CONCLUSIONES

Se aprendió la técnica para realizar pastillas de bromuro de potasio así como el manejo del equipo de infrarrojo y se obtuvo la banda esperada del grupo carbonilo tanto para el espectro de acetona (1695 cm^{-1}) como para el espectro de benzofenona (1680 cm^{-1}) en el rango reportado en la literatura de $1900\text{-}1670\text{ cm}^{-1}$.

PRÁCTICA 2

IDENTIFICACIÓN DE NITRATOS E INFLUENCIA DEL CATÓN EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN INFRARROJO

RESULTADOS

Resultados obtenidos experimentalmente de tres nitratos de la familia I de la Tabla Periódica.

Tabla 1

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm ⁻¹)	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm ⁻¹)
Nitrato de litio	3348 1638 1363 826	1350-1380
Nitrato de sodio	1384 825	y 815-840
Nitrato de potasio	1764 1384 825 618	

Gráfico 1. Espectro de nitrato de litio (pastilla de KBr)

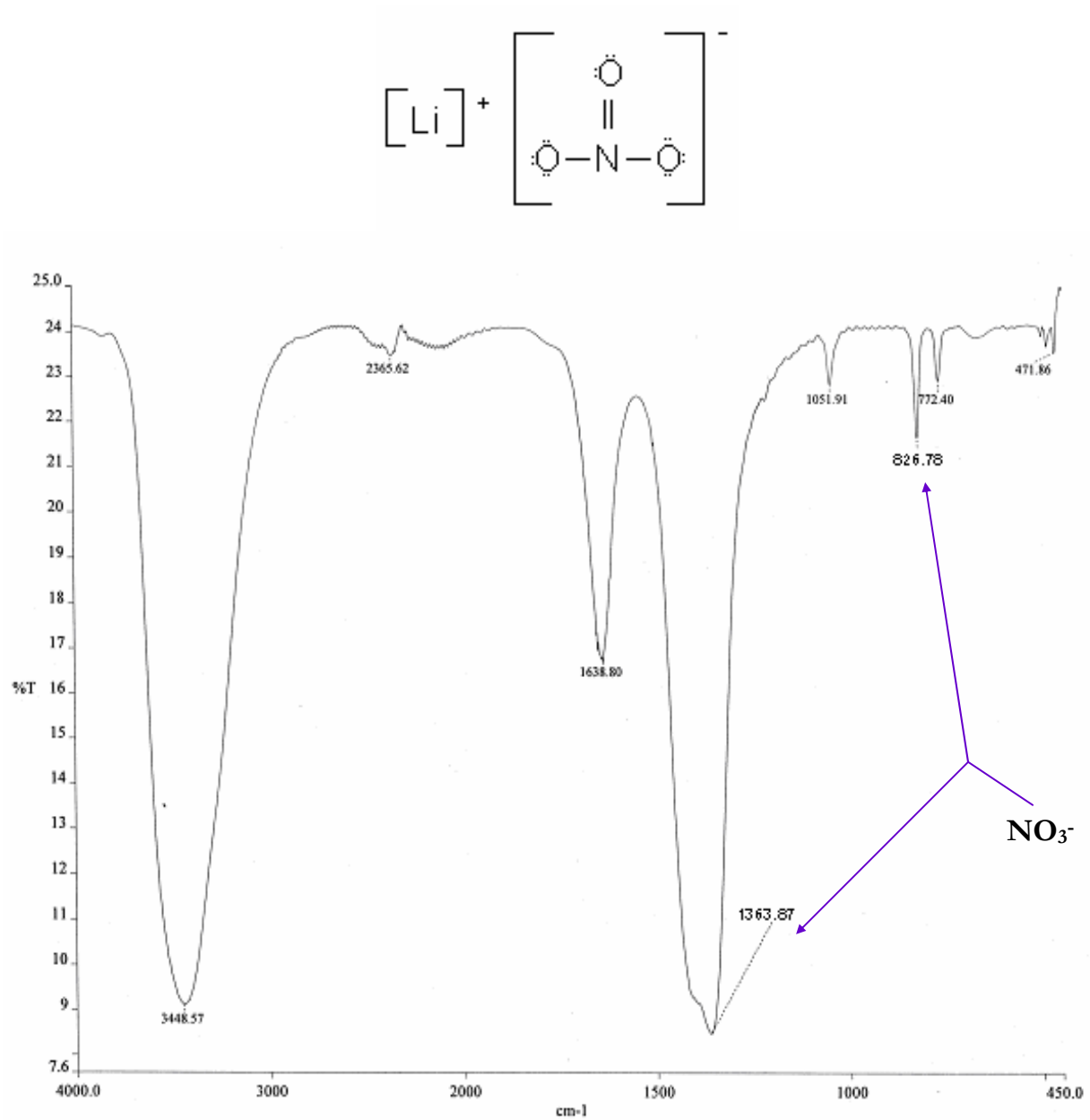


Gráfico 2. Espectro de nitrato de sodio (pastilla de KBr)

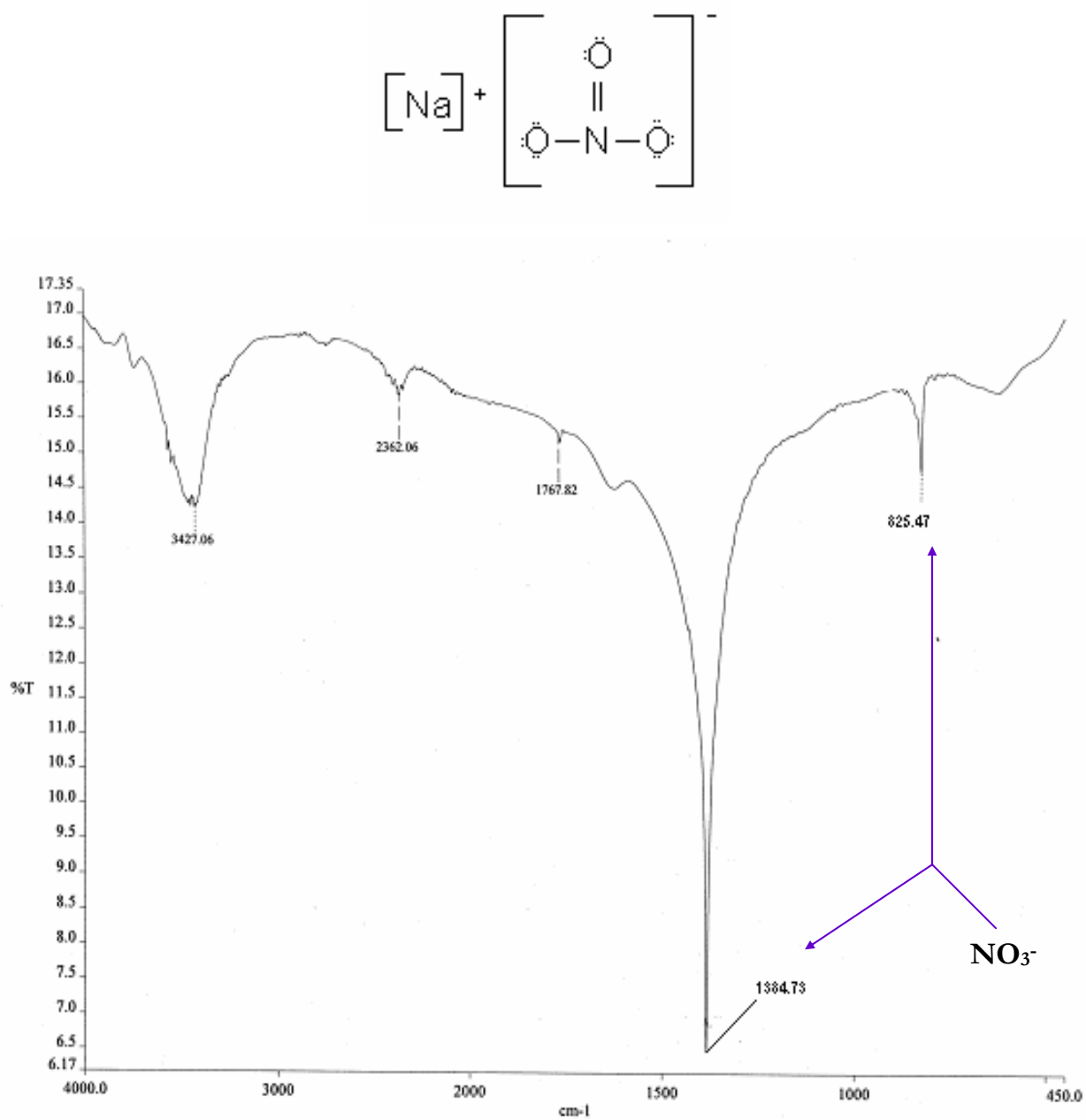
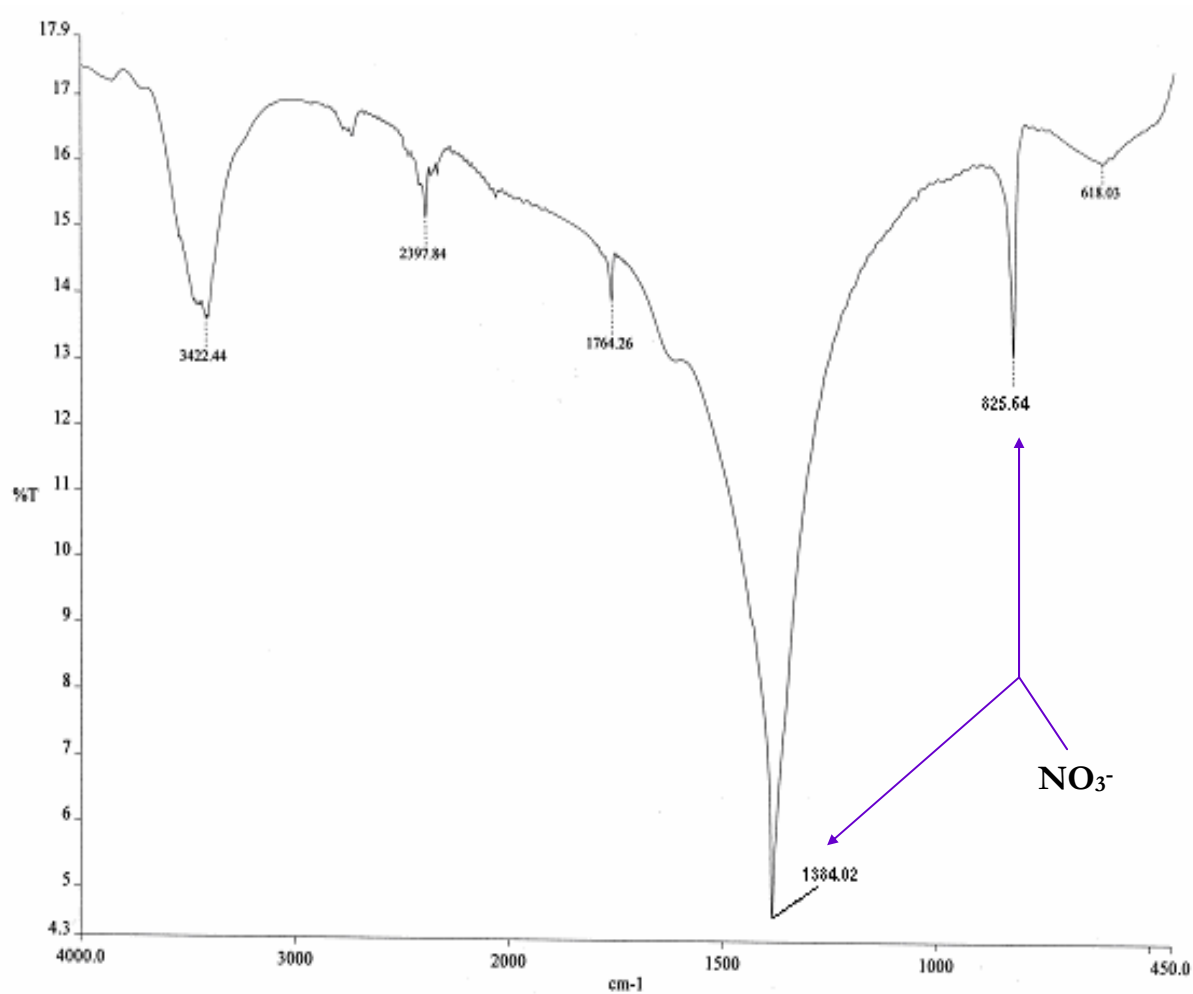
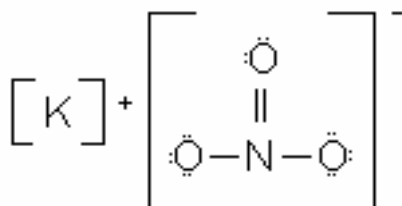


Gráfico 3. Espectro de nitrato de potasio (pastilla de KBr)



ANÁLISIS DE RESULTADOS

El siguiente análisis de resultados es con base a los resultados obtenidos de las bandas de infrarrojo de algunos nitratos de la familia I de la Tabla Periódica. En la Tabla 1, se muestran las bandas de infrarrojo en cm^{-1} de tres nitratos analizados experimentalmente.

En el Gráfico 1, se puede observar que en el espectro del nitrato de litio aparecen dos bandas características del ion nitrato (NO_3^-). Destaca una absorción muy intensa en la región de 1363 cm^{-1} , junto con otra banda, aguda y menos intensa en la región de 826 cm^{-1} . Comparando el espectro del Gráfico 2 (nitrato de sodio) y el Gráfico 3 (nitrato de potasio) contra el del nitrato de litio, puede notarse unos pequeños desplazamientos dentro de las regiones características del grupo nitrato, ya que éstos presentan las bandas de 1384 cm^{-1} y 825 cm^{-1} , los cuales se pueden deber a que los radio de los diferentes cationes influyen sobre las frecuencias vibracionales de la unidad poliatómica aniónica. El radio atómico para litio es de 167 pm; para sodio es de 190 pm y para potasio de 243pm., por lo anterior el nitrato de sodio y potasio presentan las mismas bandas y el nitrato de litio si presenta diferentes bandas.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron los espectros de infrarrojo para los compuestos de la familia I y las bandas esperadas para el anión nitrato de acuerdo a los rangos reportados en la literatura de $1350\text{-}1380$ y $815\text{-}840 \text{ cm}^{-1}$. Para el nitrato de litio (1363 cm^{-1} y 826 cm^{-1}), para el nitrato de sodio y nitrato de potasio presenta las mismas bandas (1384 cm^{-1} y 825 cm^{-1}).

PRÁCTICA 3

IDENTIFICACIÓN DE CARBONATOS E INFLUENCIA DEL CATION EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN INFRARROJO

RESULTADOS

Resultados obtenidos experimentalmente de tres carbonatos de la familia I de la Tabla Periódica.

Tabla 1

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm ⁻¹)	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm ⁻¹)
Carbonato de litio	3423 1432 1385 1088 864 512	1400-1450 y 825-885
Carbonato de sodio	3434 2928 2541 1927 1619 1452 1296 836 695	
Carbonato de potasio	3196 2257 1451 1380 1060 883 705	

Gráfico 1. Espectro de carbonato de litio (pastilla de KBr)

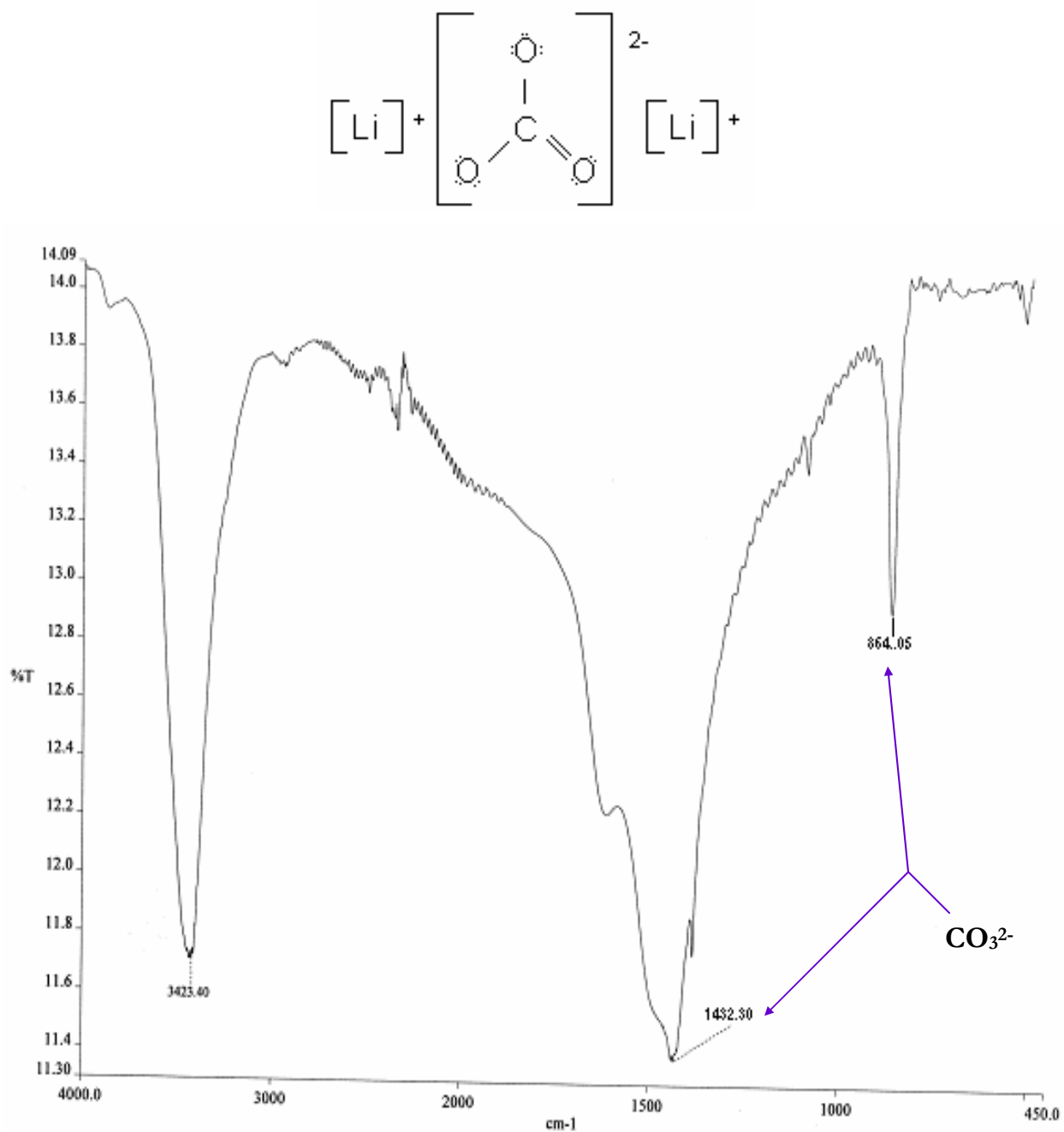


Gráfico 2. Espectro de carbonato de sodio (pastilla de KBr)

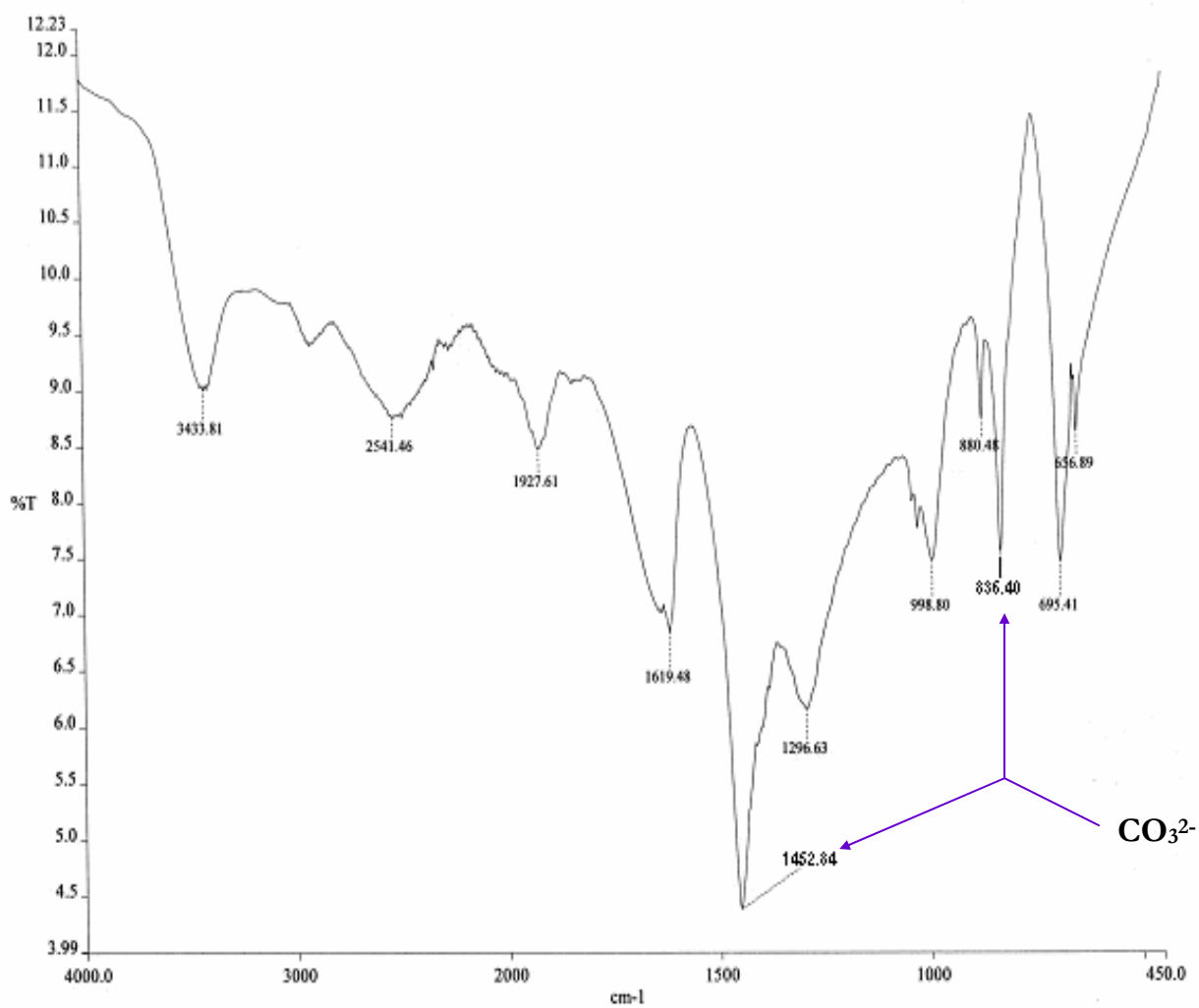
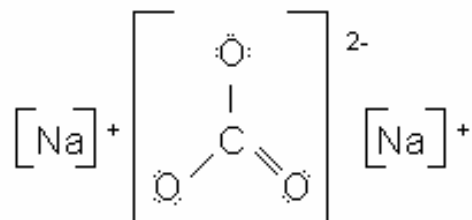
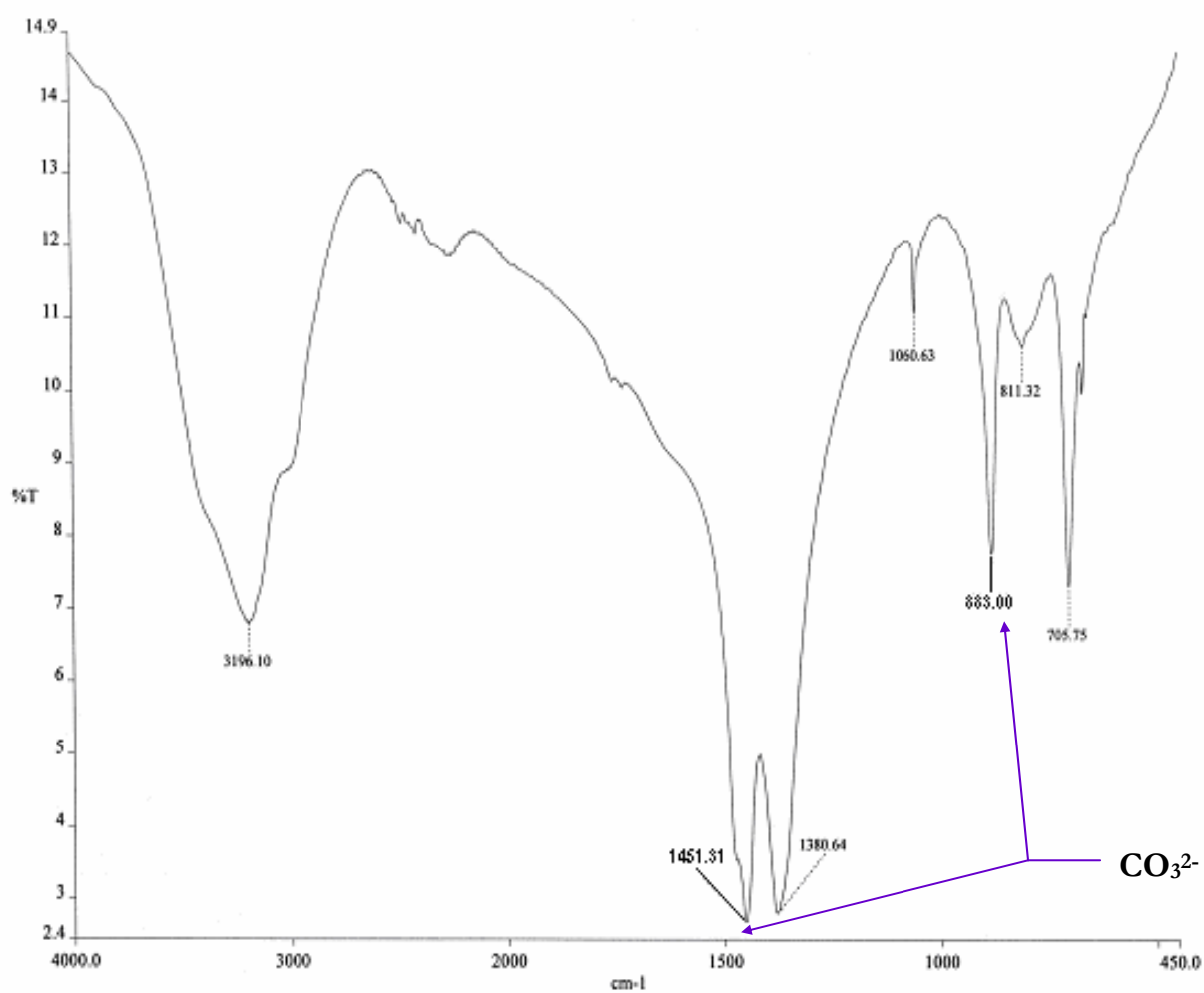
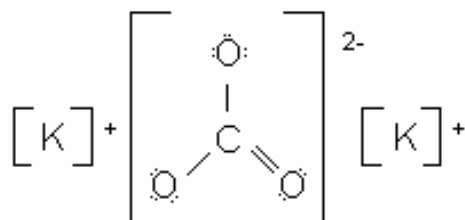


Gráfico 3. Espectro de carbonato de potasio (pastilla de KBr)



ANÁLISIS DE RESULTADOS

En la Tabla 1, se muestran los resultados obtenidos experimentalmente de las bandas de infrarrojo de tres carbonatos obtenidos en el espectrofotómetro de infrarrojo. En el Gráfico 1 se puede observar el espectro del carbonato de litio en donde aparecen dos bandas características del ión carbonato (CO_3^{2-}). Destaca una banda ancha e intensa que absorbe en la región de 1432 cm^{-1} y otra menos intensa que aparece en la región de 864 cm^{-1} . Comparando el espectro del carbonato de sodio (Gráfico 2) con el del carbonato de litio, pueden notarse algunos pequeños desplazamientos dentro de las regiones características del grupo carbonato, ya que este presenta bandas 1452 cm^{-1} y 836 cm^{-1} mientras que el espectro de carbonato de potasio (Gráfico 3) presenta bandas de 1451 cm^{-1} y 883 cm^{-1} . El corrimiento de las bandas se debe al tamaño del catión.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron los espectros de infrarrojo para los compuestos de la familia I y las bandas esperadas para el ión carbonato en los compuestos analizados, ya que el rango reportado en la literatura para el grupo carbonato (CO_3^{2-}), las bandas aparecen entre $1400\text{-}1450$ y $825\text{-}885\text{ cm}^{-1}$. Para el carbonato de litio (1432 cm^{-1} y 864 cm^{-1}), para el carbonato de sodio (1452 cm^{-1} y 836 cm^{-1}). y para el carbonato de potasio (1451 cm^{-1} y 883 cm^{-1}).

PRÁCTICA 4

IDENTIFICACIÓN DE SULFATOS E INFLUENCIA DEL CATION EN LA APARICIÓN DE LAS BANDAS EN ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJO

RESULTADOS

Resultados obtenidos experimentalmente de tres sulfatos de diferentes familias de la Tabla Periódica.

Tabla 1

COMPUESTO	BANDAS DE INFRARROJO EXPERIMENTALES (cm ⁻¹)	BANDAS DE INFRARROJO TEÓRICAS (cm ⁻¹)
Sulfato de sodio	3417 1617 1384 1119 616	
Sulfato de calcio	3407 1686 1620 1138 668 601	1080-1130 y 610-680
Sulfato de zinc	3481 1619 1152 611	

Gráfico 1. Espectro de sulfato de sodio (pastilla de KBr)

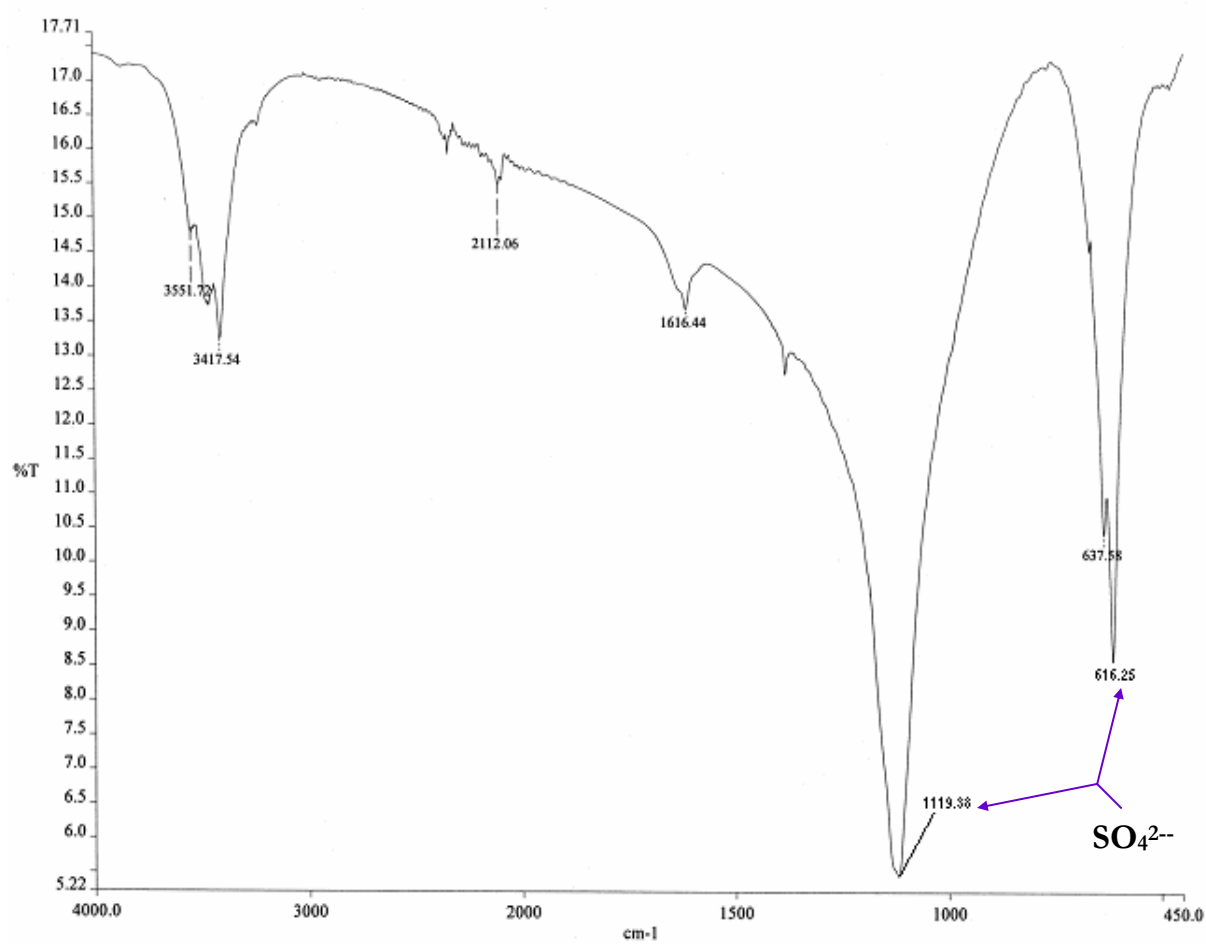
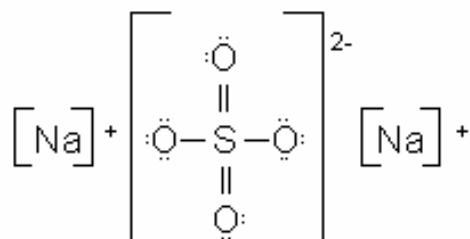


Gráfico 2. Espectro de sulfato de calcio (pastilla de KBr)

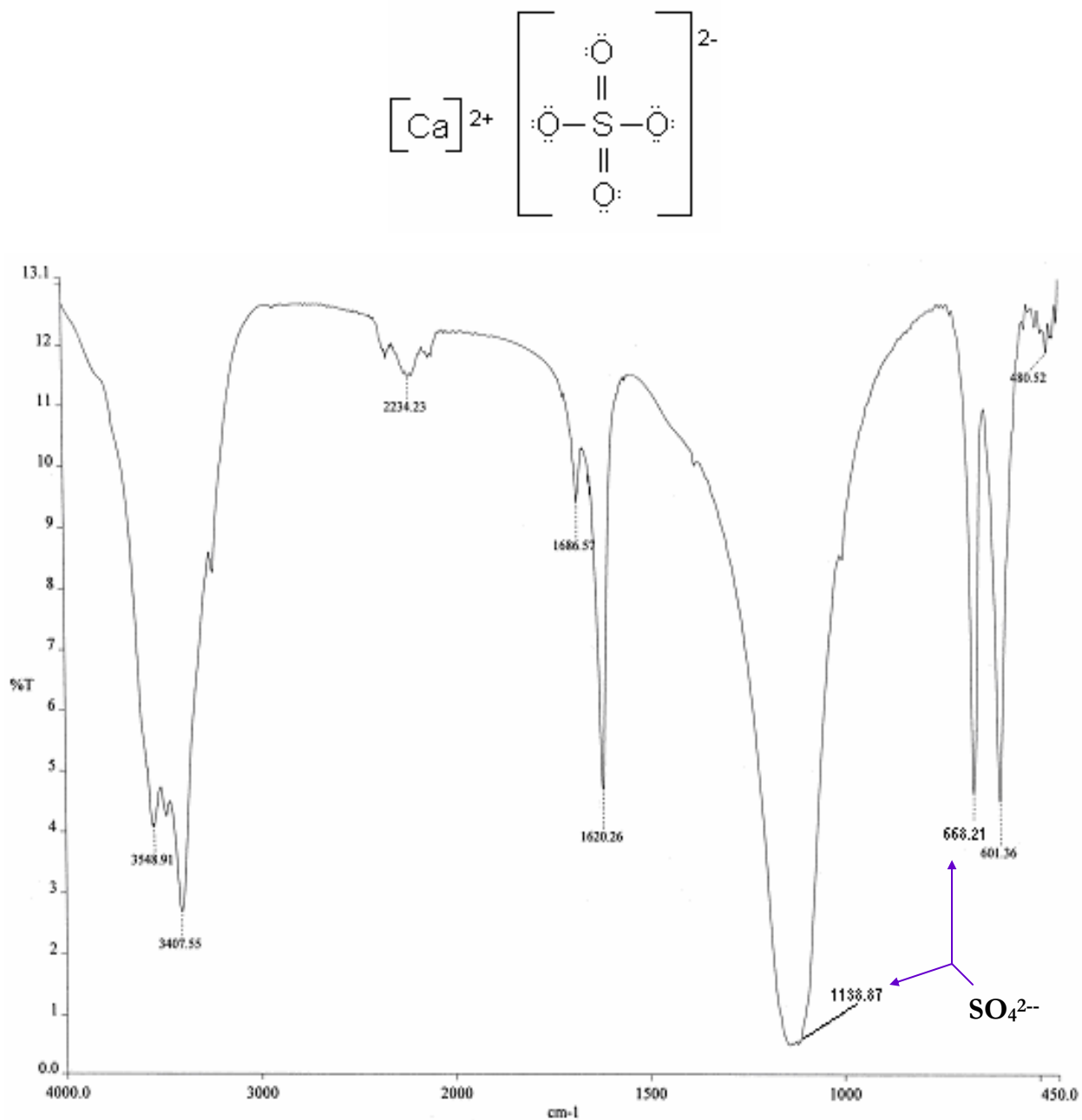
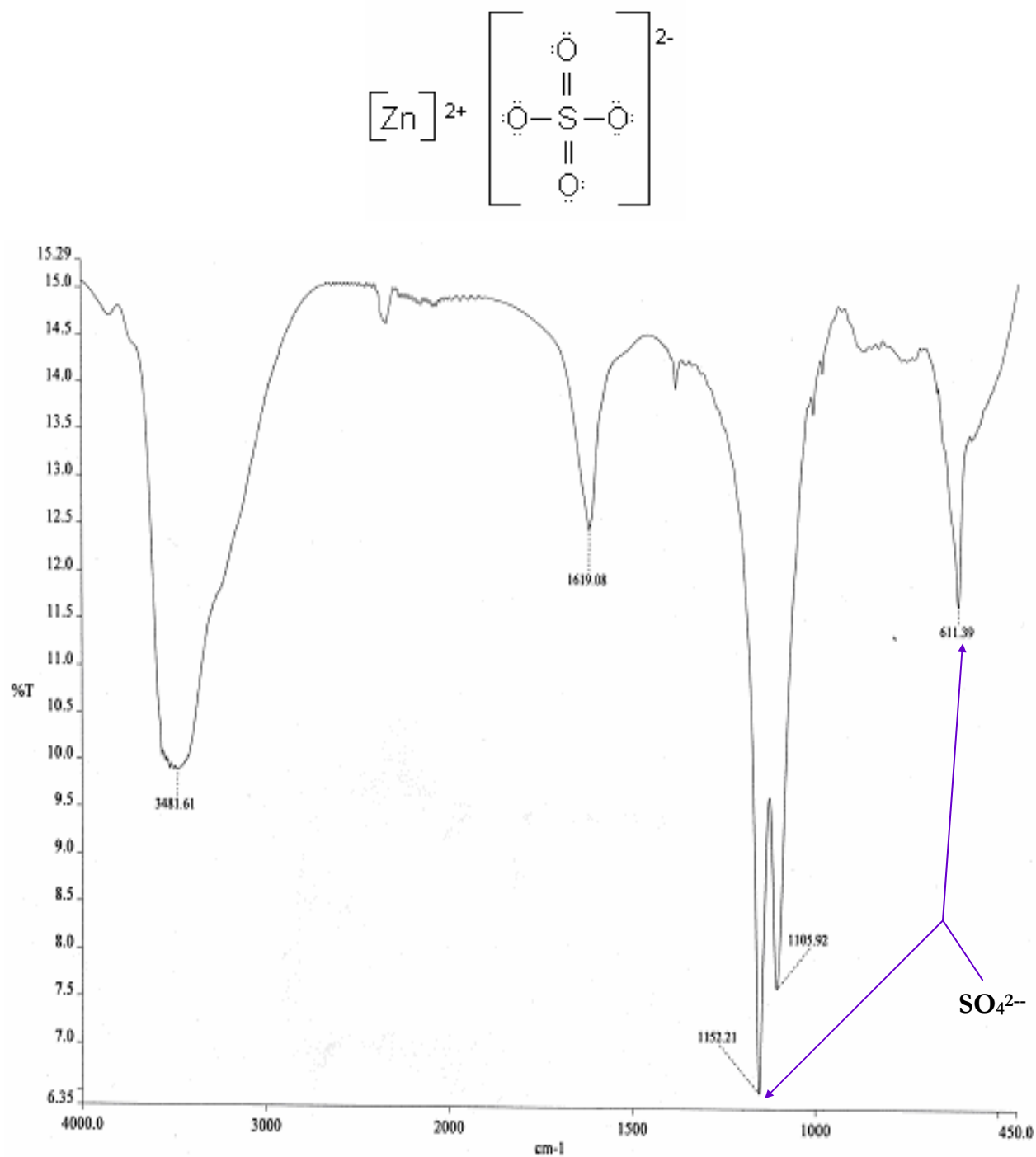


Gráfico 3. Espectro de sulfato de zinc (pastilla de KBr)



ANÁLISIS DE RESULTADOS

La Tabla 1, muestra las bandas de infrarrojo del sulfato de sodio, de calcio y de zinc obtenidas experimentalmente por medio del espectrofotómetro de infrarrojo.

En el espectro del sulfato de sodio (Gráfico 1) se puede observar las dos bandas características del ión sulfato (SO_4^{2-}), que aparecen en el rango 1080-1130 y 610-680 cm^{-1} . Una banda ancha e intensa absorbe en la región de 1119 cm^{-1} y otra menos intensa aparece en la región de 616 cm^{-1} . Comparando el espectro del sulfato de calcio (Gráfico 2) contra el del sulfato de sodio, pueden notarse unos desplazamientos, éste presenta bandas 1138 cm^{-1} y 668 cm^{-1} mientras que el espectro de sulfato de zinc (Gráfico 3) presenta las bandas 1152 cm^{-1} y 611 cm^{-1} . Las diferentes posiciones de las bandas se debe a que los cationes pertenecen a familias diferentes y al tamaño de su radio atómico ya que para sodio el valor es de 190 pm, para calcio 194 pm y para zinc 142 pm y a su valencia del catión.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron los espectros de infrarrojo para los compuestos de las diferentes familias y las bandas esperadas para los sulfatos se obtuvieron en el rango reportado en la literatura para el grupo sulfato (SO_4^{2-}): en 1080-1130 y 610-680 cm^{-1} . Para el sulfato de sodio (1119 cm^{-1} y 616 cm^{-1}), para el sulfato de calcio (1138 cm^{-1} y 668 cm^{-1}) y para el sulfato de zinc (1152 cm^{-1} y 611 cm^{-1}).

PRÁCTICA 5

IDENTIFICACIÓN DE MADERAS SUAVES Y DE MADERAS DURAS POR
ESPECTROFOTOMETRÍA INFRARROJA

RESULTADOS

Resultados obtenidos experimentalmente de cuatro maderas: pino, cedro, tiao y eucalipto

Tabla 1. MADERAS SUAVES

MUESTRA	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTAL (cm ⁻¹)	BANDA DE INFRARROJO TEÓRICA (cm ⁻¹)
Pino	1512	> 1510
Cedro	1529	
Tiao	1536	

Tabla 2. MADERA DURA

MUESTRA	BANDA DE INFRARROJO EXPERIMENTAL (cm ⁻¹)	BANDA DE INFRARROJO TEÓRICA (cm ⁻¹)
Eucalipto	1490	< 1510

ESPECTROS DE MADERAS SUAVES

Gráfico 1. Espectro de pino (pastilla de KBr)

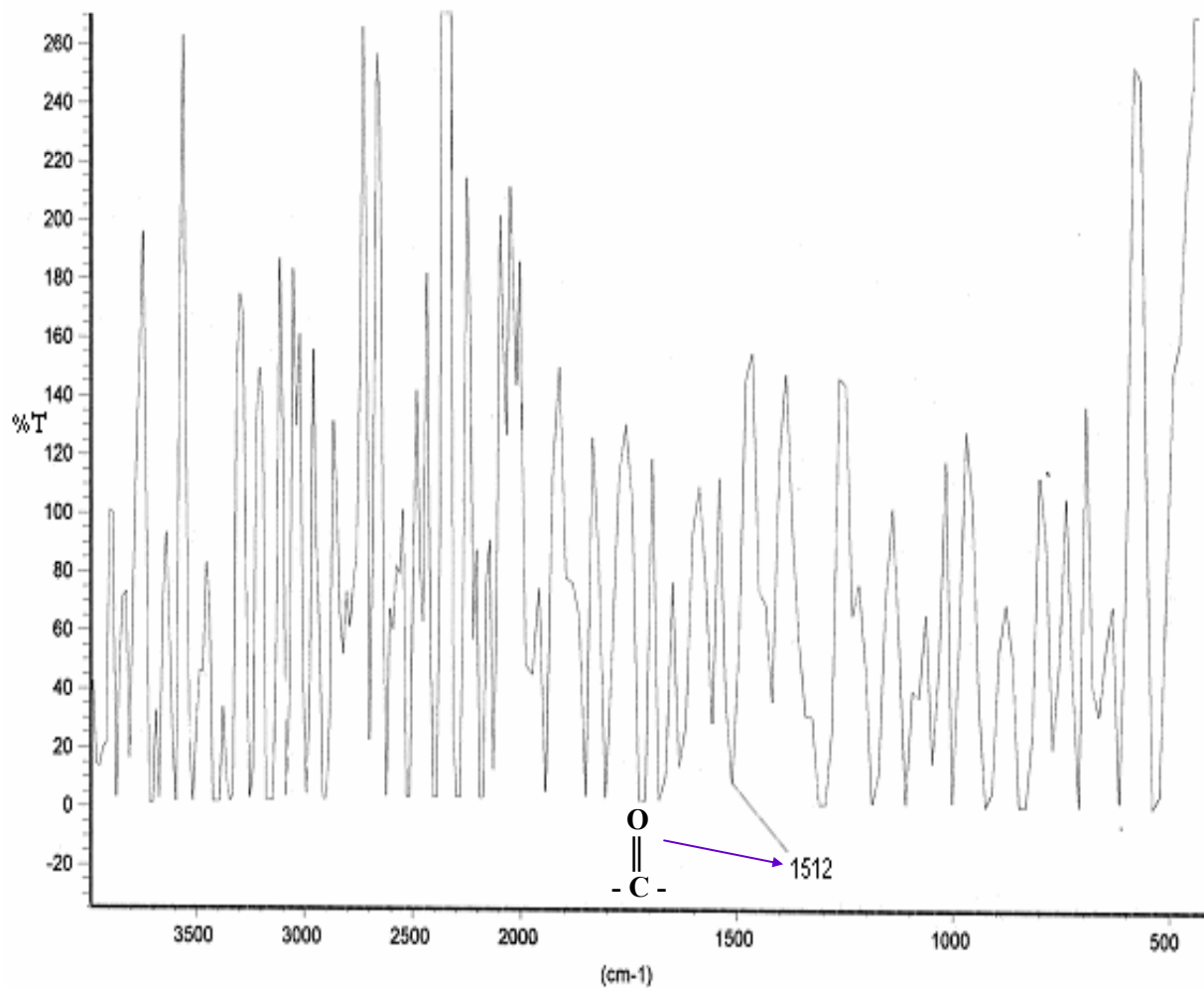


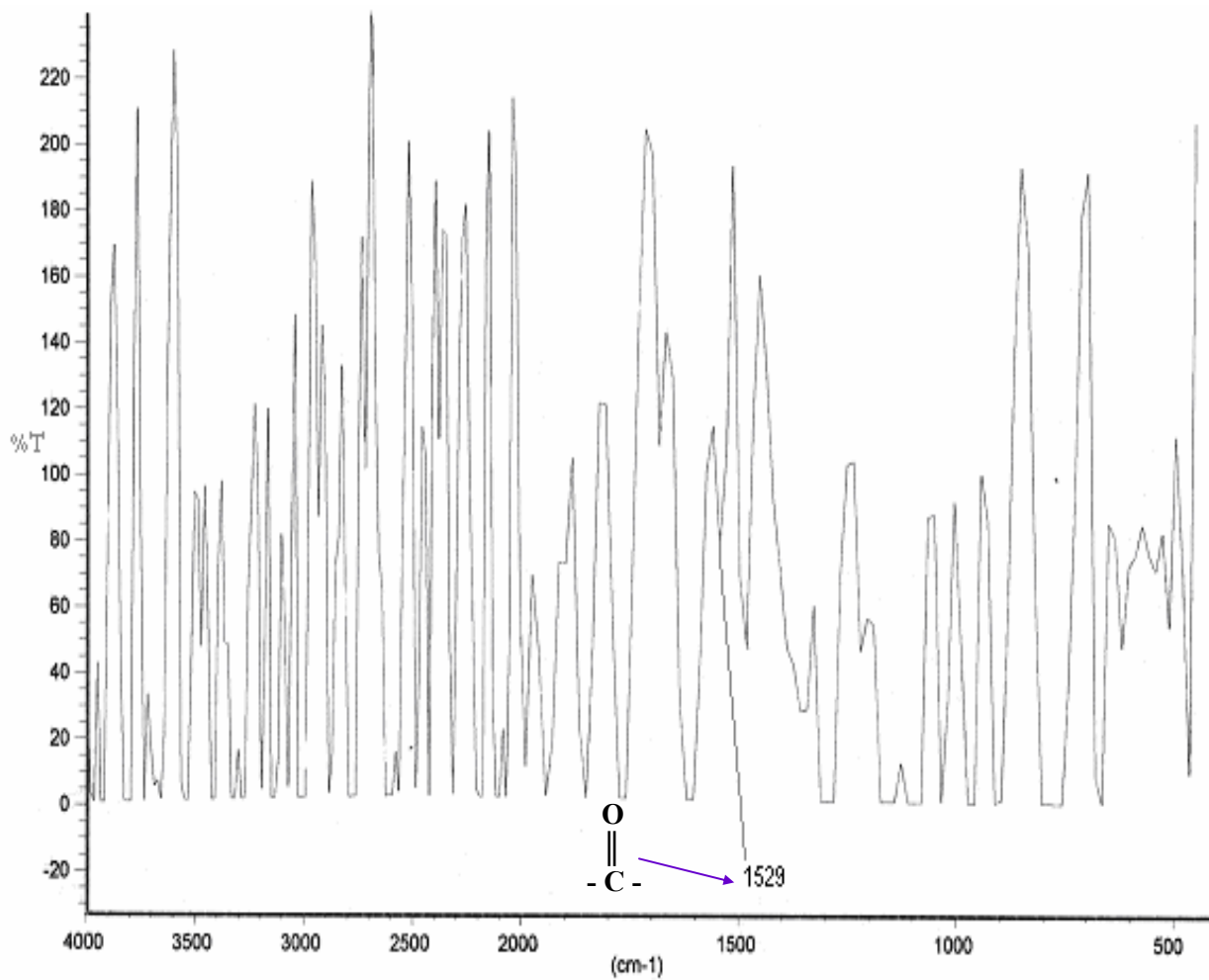
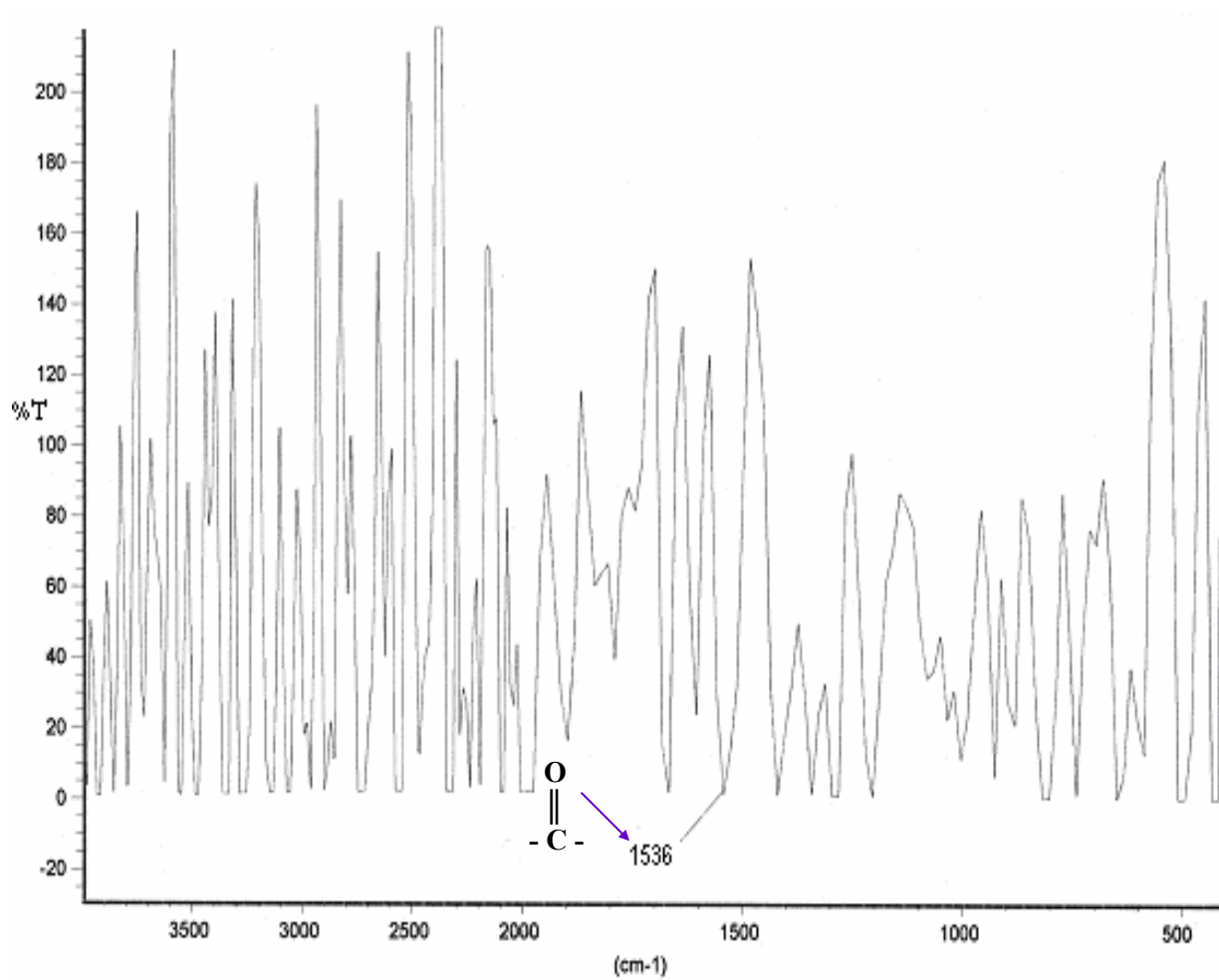
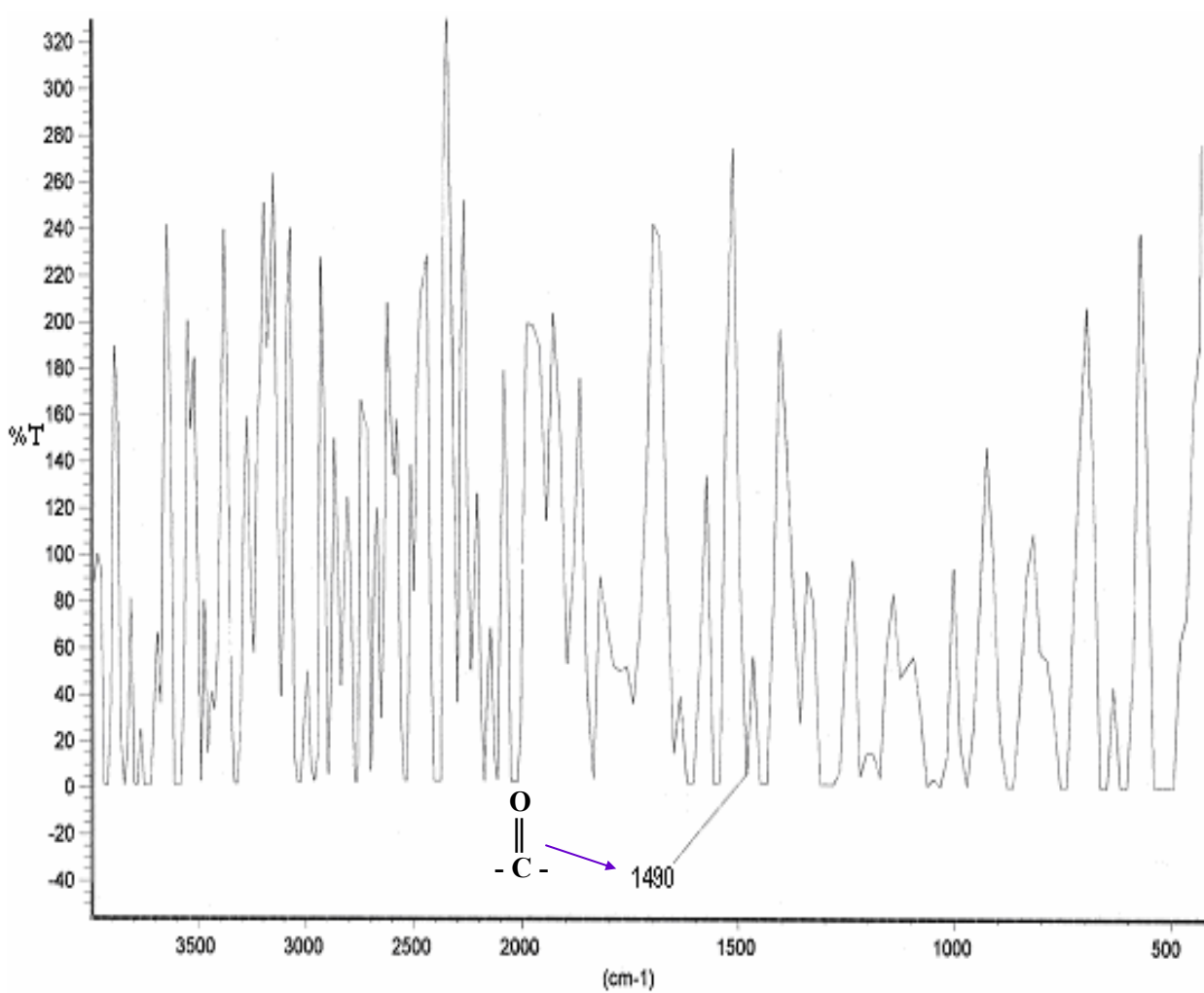
Gráfico 2. Espectro de cedro (pastilla de KBr)

Gráfico 3. Espectro de tiao (pastilla de KBr)



ESPECTRO DE MADERA DURA

Gráfico 4. Espectro de eucalipto (pastilla de KBr)



ANÁLISIS DE RESULTADOS

Las Tablas 1 y 2 muestran la banda de infrarrojo del grupo carbonilo obtenidas experimentalmente por medio el espectrofotómetro de infrarrojo de las algunas maderas suaves y dura respectivamente

En el espectro del pino (Gráfico 1) se puede observar la banda del grupo carbonilo en 1512 cm^{-1} por lo que se puede clasificar a esta madera como madera suave; en el Gráfico 2 (espectro de cedro) la banda del grupo carbonilo aparece en 1529 cm^{-1} esta madera se clasifica como suave y en el Gráfico 3 (espectro de tiao) la banda del grupo carbonilo se obtuvo en 1536 cm^{-1} y esta madera también se clasifica como madera suave. Por último en el espectro del eucalipto (Gráfico 4) se obtuvo la banda del grupo carbonilo por debajo del 1510 cm^{-1} en 1490 cm^{-1} por lo tanto se clasifica como madera dura.

CONCLUSIONES

Se pudo aplicar la técnica analítica de espectroscopia de infrarroja para la identificación del tipo de maderas suaves o duras. Esta técnica fue una herramienta importante para el análisis de las muestras de maderas, debido a fue que es un método eficiente. Ya que la posición del grupo carbonilo determina la suavidad o dureza de la muestra. Se clasificaron como maderas suaves al pino, cedro y al tiao y como madera dura el eucalipto.

COMENTARIO

La aplicación de esta práctica en la industria puede orientar a clasificar las maderas en duras y suaves para el uso de diversas necesidades. Estas maderas provienen de diferentes especies vegetales que acumulan celulosa en diferentes cantidades lo que ayuda, por ejemplo, en la elaboración del papel. La pulpa de las maderas duras mejora la calidad y resistencia del papel, ya que contienen un porcentaje más elevado de celulosa al separar eficientemente las fibras celulósicas de la lignina sin modificar las características iniciales.