



CARTA DE AUTORIZACIÓN
Universidad Surcolombiana

CÓDIGO	AP-BIB-FO-06	VERSION	USCO 1 -	VIGENCIA	2014	PÁGINA	1 de 2
--------	--------------	---------	----------	----------	------	--------	--------

NIT. 891.180.084-2

Neiva, 29 DE AGOSTO DE 2014

Señores

CENTRO DE INFORMACIÓN Y DOCUMENTACIÓN

UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA

Ciudad

El (Los) suscrito(s):

MARTHA YESENIA CUELLAR CISNEROS, con C.C. No. 1.075.237.875 DE NEIVA,LEIDY LORENA COLLAZOS CORONADO, con C.C. No. 1.080.293.604 DE PALERMO,autor(es) de la tesis titulado ESPECTROSCOPIA DE ALGUNOS HIDROCARBUROS DE BAJO PESO MOLECULAR presentado y aprobado en el año 2014 como requisito para optar al título deLICENCIADAS EN CIENCIAS NATURALES Y EDUCACION AMBIENTAL;

Autorizamos al CENTRO DE INFORMACIÓN Y DOCUMENTACIÓN de la Universidad Surcolombiana para que con fines académicos, muestre al país y el exterior la producción intelectual de la Universidad Surcolombiana, a través de la visibilidad de su contenido de la siguiente manera:

□□ Los usuarios puedan consultar el contenido de este trabajo de grado en los sitios web que administra la Universidad, en bases de datos, repositorio digital, catálogos y en otros sitios web, redes y sistemas de información nacionales e internacionales "open access" y en las redes de información con las cuales tenga convenio la Institución.

- Permita la consulta, la reproducción y préstamo a los usuarios interesados en el contenido de este trabajo, para todos los usos que tengan finalidad académica, ya sea en formato Cd-Rom o digital desde internet, intranet, etc., y en general para cualquier formato conocido o por conocer, dentro de los términos establecidos en la Ley 23 de 1982, Ley 44 de 1993, Decisión Andina 351 de 1993, Decreto 460 de 1995 y demás normas generales sobre la materia.

- Continúo conservando los correspondientes derechos sin modificación o restricción alguna; puesto que de acuerdo con la legislación colombiana aplicable, el presente es un acuerdo jurídico que en ningún caso conlleva la enajenación del derecho de autor y sus conexos.

De conformidad con lo establecido en el artículo 30 de la Ley 23 de 1982 y el artículo 11 de la Decisión Andina 351 de 1993, "Los derechos morales sobre el trabajo son propiedad de los autores", los cuales son irrenunciables, imprescriptibles, inembargables e inalienables.



GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS

CARTA DE AUTORIZACIÓN
Universidad Surcolombiana



CÓDIGO	AP-BIB-FO-06	VERSION	USCO - 1	VIGENCIA	2014	PÁGINA	2 de 2
--------	--------------	---------	----------	----------	------	--------	--------

NIT. 891.180.084-2

MARTHA YESENIA CUELLAR CISNEROS

LEIDY LORENA COLLAZOS CORONADO

EL AUTOR/ESTUDIANTE:

EL AUTOR/ESTUDIANTE:

Firma: Martha Cuellar

Firma: Leidy Collazos





GESTIÓN SERVICIOS BIBLIOTECARIOS

DESCRIPCIÓN DE LA TESIS Y/O TRABAJOS DE GRADO

Universidad Surcolombiana



CÓDIGO

AP-BIB-FO-07

VERSION **USCO - 1**

VIGENCIA

2014

PÁGINA

1 de 3

NIT. 891.180.084-2

TÍTULO COMPLETO DEL TRABAJO: ESPECTROSCOPIA DE ALGUNOS HIDROCARBUROS DE BAJO PESO MOLECULAR

AUTOR O AUTORES:

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre
CUELLAR CISNEROS	MARTHA YESENIA
COLLAZOS CORONADO	LEIDY LORENA

DIRECTOR Y CODIRECTOR TESIS:

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre
NARVAEZ ZAMORA	LUIS JAVIER

ASESOR (ES):

Primero y Segundo Apellido	Primero y Segundo Nombre
NARVAEZ ZAMORA	LUIS JAVIER

PARA OPTAR AL TÍTULO DE: LICENCIADAS EN CIENCIAS NATURALES Y EDUCACION AMBIENTAL

FACULTAD: EDUCACION

PROGRAMA O POSGRADO: LICENCIATURA EN CIENCIAS NATURALES Y EDUCACION AMBIENTAL

CIUDAD: NEIVA AÑO DE PRESENTACIÓN: 2014 NÚMERO DE PÁGINAS: 103

TIPO DE ILUSTRACIONES (Marcar con una X):

La versión vigente y controlada de este documento, solo podrá ser consultada a través del sitio web Institucional www.usco.edu.co, link Sede Central: Av. Pastrana Borrero Cra. 1a. A.A. 385 y 974 - PBX 8754753 Fax 8758890 - 8759124 - 8752374 - 8752436 Sede de Postgrados: Cra. 5 No. 23 - 40 PBX 8753686 Sede Facultad de Salud: Calle 9 No. 14 - 03 PBX 8718310/12 indebido no es de responsabilidad de la Universidad Surcolombiana.

www.usco.edu.co

NEIVA - HUILA



CÓDIGO

AP-BIB-FO-07

VERSION **USCO -**

VIGENCIA

2014

PÁGINA

2 de 3

NIT. 891.180.084-2

Diagramas___ Fotografías___ Grabaciones en discos___ Ilustraciones en general ___ X Grabados___
Láminas___ Litografías___ Mapas___ Música impresa___ Planos___ Retratos___ Sin ilustraciones___ Tablas
o Cuadros___

SOFTWARE requerido y/o especializado para la lectura del documento:

MATERIAL ANEXO:

PREMIO O DISTINCIÓN (En caso de ser LAUREADAS o Meritoria):

PALABRAS CLAVES EN ESPAÑOL E INGLÉS:

Español

Inglés

1. ESPECTROS

SPECTRUM

2. HIDROCARBUROS

HYDROCARBON

3. ESPECTROFOTOMETRO

SPECTROPHOTOMETER

4. ATR

ATR

RESUMEN DEL CONTENIDO: (Máximo 250 palabras)

Esta investigación tuvo como objetivo obtener los espectros infrarrojos de algunos hidrocarburos presentes en el laboratorio de Química de la Universidad Surcolombiana como lo son el Tetradecano, Hexano, Heptano, Ciclohexano y posteriormente contrastados con la base de datos SDBS (Spectral Database for Organic Compounds) para realizar la respectiva validación de los mismos, los cuales se incorporaron en una base de datos como una librería o espectroteca para el uso de personas interesadas en los espectros de hidrocarburos.

Para la realización de esta investigación se trabajó el espectrofotómetro de marca Shimadzu IRAfinity-1 FT, utilizando un equipo de atenuación total de refractancia ATR.

En cuanto al desarrollo metodológico, inicialmente se calibro el equipo de acuerdo con los estándares del fabricante, posteriormente se efectuó un background para mitigar la presencia del aire contenido y



CÓDIGO

AP-BIB-FO-07

VERSION **USCO -**

VIGENCIA

2014

PÁGINA

3 de 3

NIT. 891.180.084-2

posteriormente se tomaron uno a uno los espectros de los hidrocarburos objetos de estudio, utilizando el sistema ATR, para evitar el uso de pastillas KBr o Nujol como es típico para este tipo de protocolos.

Los espectros obtenidos se compararon con aquellos provenientes de la base de datos SBDS (Spectral Database for Organic Compounds) revisando uno a uno los picos generados y los números de onda correspondiente para identificar la estructura molecular objeto de estudio.

ABSTRACT: (Máximo 250 palabras)

This researching had as a purpose to obtain the spectrum of some hydrocarbons that present in the chemistry laboratory of the Surcolombiana University like the tetradecane, hexane, heptane, cyclohexane and afterwards they will be contrasted with the database SBDS (spectral database for organic compounds) for to make the respective Validation of these, they was incorporated in a database as a library or espectroteca for the use of people interested in the spectrum of hydrocarbons.

For to make this study it was worked with the spectrophotometer of brand shimadzu IRAfinity-1 FT, using an equipment of total attenuation of reflectance ATR.

Regarding the methodological development, initially the equipment was calibrated in accordance with the standards of the manufacturer, thereafter a background is performed to mitigate the presence of air content and subsequently were taken one by one the spectra of hydrocarbons objects of study, using the ATR system, to avoid using KBr pellets or Nujol as is typical of protocols.

The spectra obtained were compared with those of the data base SBDS (Spectral Database for Organic Compounds) reviewing one by one and generated peaks corresponding wave numbers to identify the molecular structure under study.

APROBACION DE LA TESIS

Nombre Jurado: LUZ MARINA BOTERO ROJAS

Firma:

Nombre Jurado: JAIME ROJAS PUENTES

Firma:

**ESPECTROSCOPIA DE ALGUNOS HIDROCARBUROS DE BAJO PESO
MOLECULAR**

Martha Yesenia Cuellar Cisneros

Leidy Lorena Collazos Coronado

UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA

FACULTAD DE EDUCACION

**LICENCIATURA EN CIENCIAS NATURALES: FÍSICA, QUÍMICA Y
BIOLOGÍA**

Neiva

2014

ESPECTROSCOPIA DE ALGUNOS HIDROCARBUROS DE BAJO PESO
MOLECULAR

Martha Yesenia Cuellar Cisneros

Leidy Lorena Collazos Coronado

Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de
Licenciado en Ciencias Naturales: Biología, Física y Química

Asesor:

Luis Javier Narváez Zamora

Magister en Educación

Universidad Surcolombiana

Facultad De Educación

Licenciatura En Ciencias Naturales: Física, Química y Biología

Neiva

2014

Nota de aceptación

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Neiva, 29, Agosto, 2014

CONTENIDO

INTRODUCCION	12
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	14
2. JUSTIFICACION.....	15
3. OBJETIVOS.....	16
3.1 OBJETIVO GENERAL.....	16
3.2 OBJETIVOS ESPECÌFICOS	16
4. ANTECEDENTES	17
5. MARCO TEORICO	18
5.1 ORIGEN DE LA ESPECTROSCOPIA.....	18
5.2 LA NATURALEZA DE LA LUZ	19
5.3 LA MEDICION DE UN ESPECTRO INFRARROJO	20
5.4 MANEJO DEL SOFTWARE IR-SOLUTION	23
5.5 MANEJO DEL SISTEMA ATR (Atenuación Total de Reflectancia)	27
5.5.1 INTRODUCCION.....	27
5.5.2 DESCRIPCION DE ACCESORIOS DEL ATR.....	29
5.5.3 INSTALACIÓN.....	32
5.5.4 VERIFICACION DEL FUNCIONAMIENTO.....	33
5.5.5 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO	35
5.5.5.1 CONFIGURACION PARA MUESTRAS DE LIQUIDOS.....	35
5.5.5.2 CONFIGURACION PARA MUESTRAS SOLIDAS	36
5.5.5.3 PUNTAS ADJUNTAS DE MICROPRENSAS DE PRESION	37
5.5.5.4 MICROPRENSAS DE PRESION DEL MICROMETRO.....	38
5.5.5.5 MICROPRENSAS DE ALTA PRESION.....	40
5.5.6 EL ESPECTRO ATR	40
5.5.7 CORRECCION DEL ATR.....	42
5.5.7.1 MUESTRAS LÍQUIDAS	43
5.5.7.2 MUESTRAS SOLIDAS	43
5.5.8 ECUACIONES	45
5.6 LEY DE BEER-LAMBERT	45
5.7 EL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO	47
5.7.1 REGIONES DEL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO.....	49
5.7.2 TIPOS DE RADIACIÓN	50
5.7.3 CARACTERISTICAS DEL ESPECTRO VISIBLE	54
5.8 CONSTANTE DE PLANCK	56

5.9 NÚMERO DE ONDA	58
5.10 EL ESPECTRO INFRARROJO	59
5.11 APLICACIONES DEL INFRARROJO	61
5.12 REGIONES ESPECTRALES EN EL INFRARROJO	62
5.13 MOVIMIENTOS MOLECULARES	64
5.14 MOVIMIENTO ARMONICO SIMPLE	67
5.15 MODELO MECANICO	67
5.16 HEXANO	69
5.17 HEPTANO	70
5.18 CICLOHEXANO.....	71
5.19 TETRADECANO.....	72
6. METODOLOGIA.....	73
6.1 CALIBRACIÓN DEL EQUIPO	73
6.2 MONTAJE DEL ATR Y TOMA DE BACKGROUND	73
6.3 MUESTREO	73
6.4 RESULTADOS	74
6.5 BASE DE DATOS.....	76
7. INTERPRETACION DE RESULTADOS.....	79
8. DISCUSIÓN	91
8.1 ESPECTRO IR DEL HEXANO (C ₆ H ₁₄).....	91
8.2 ESPECTRO IR DEL HEPTANO (C ₇ H ₁₆).....	92
8.3 ESPECTRO IR DEL CICLOHEXANO (C ₆ H ₁₂).....	94
8.4 ESPECTRO IR DEL TETRADECANO (C ₁₄ H ₃₀).....	95
9. CONCLUSIONES	97
BIBLIOGRAFIA	98

LISTA DE TABLAS

Tabla No 1. Ajuste de la microprensa ATR.....	39
Tabla No 2. Profundidad de penetración del sistema ATR	45
Tabla No 3: Carcateristicas del espectro electromagnético	50

LISTA DE FIGURAS

Figura No 1. Herschel realizando su famoso experimento de calor y los espectros de los colores	19
Figura No 2: Esquema de un espectrofotómetro clásico.	21
Figura No 3: Esquema de un espectrofotómetro con Transformada de Fourier	23
Figura No 4: Ordenador para espectrofotómetro FT	23
Figura No. 5. Ensamble del ATR (accesorio para atenuación total de reflectancia simple)	29
Figura 6: Base del conjunto óptico con tubos de purga	30
Figura No 7: Base del conjunto óptico con tubos de purga.....	30
Figura No 9: Placas Universal.....	31
Figura No 12: Configuración de muestras en líquidos	36
Figura No 13: Clases de Puntas para las microprensas	38
Figura No 15: Corrección del ATR del espectro de poliestireno	42
Figura 16: El detergente líquido y los espectros de agua.	43
Figura No 17: Espectro de una botella de plástico.....	44
Figura No 18: Espectros de material de envoltura de alimentos.....	44
Figura No 19: Espectro electromagnético.....	47
Figura No 20: Espectro Visible.....	53
Figura No 21: Colores del espectro visible y sus longitudes de onda.	54
Figura No 22: Vibraciones moleculares	65
Figura No 23: Una molécula no lineal con n átomos tiene $3n-6$ modos vibratorios fundamentales	66
Figura No 24: flexiones en el plano.....	68
Figura No 25: flexiones fuera del plano.	69

Figura No 26. ESPECTRO DEL HEXANO (C ₆ H ₁₄)	74
Figura No 27. ESPECTRO DEL HEPTANO (C ₇ H ₁₆)	74
Figura No 28. ESPECTRO DEL CICLOHEXANO (C ₆ H ₁₂)	75
Figura No 29. ESPECTRO DEL TETRADECANO (C ₁₄ H ₃₀)	75
Figura No 30. Espectro del CicloHexano	81
Figura No 31. Espectro del Hexano	84
Figura No 32. Espectro del Heptano	87
Figura No 33. Espectro del Tetradecano	90
Figura No 34: Espectro infrarrojo del Hexano de la base de datos SDBS.	91
Figura No 35: Espectro infrarrojo del Heptano de la base de datos SDBS.	92
Figura No 36: Espectro infrarrojo del Ciclohexano de la base de datos SDBS.	94
Figura No 37: Espectro infrarrojo del Tetradecano de la base de datos SDBS.	95

LISTA DE ECUACIONES

Ecuación No.1: Numero de ciclos en una onda	20
Ecuación No.2: Energía electromagnética	20
Ecuación No.3: Ley de Beer Lambert	46
Ecuación No.4: Frecuencia de una onda	48
Ecuación No.5: Ecuación de Plank	48
Ecuación No.6: Constante de Planck	57
Ecuación No.7: Ley de Planck	57
Ecuación No.8: Valor de la Constante de Planck	58
Ecuación No.9: Número de onda	58
Ecuación No.10: Movimiento armónico simple	67

RESUMEN

Esta investigación tuvo como objetivo obtener los espectros infrarrojos de algunos hidrocarburos presentes en el laboratorio de Química de la Universidad Surcolombiana como lo son el Tetradecano, Hexano, Heptano, Ciclohexano y posteriormente contrastados con la base de datos SDDBS (Spectral Database for Organic Compounds) para realizar la respectiva validación de los mismos, los cuales se incorporarán en una base de datos como una librería o espectroteca para el uso de personas interesadas en los espectros de hidrocarburos.

Para la realización de esta investigación se trabajó el espectrofotómetro de marca Shimadzu IRAfinity-1 FT, utilizando un equipo de atenuación total de reflectancia ATR.

En cuanto al desarrollo metodológico, inicialmente se calibró el equipo de acuerdo con los estándares del fabricante, posteriormente se efectuó un background para mitigar la presencia del aire contenido y posteriormente se tomaron uno a uno los espectros de los hidrocarburos objetos de estudio, utilizando el sistema ATR, para evitar el uso de pastillas KBr o Nujol como es típico para este tipo de protocolos.

Los espectros obtenidos se compararon con aquellos provenientes de la base de datos SBDS (Spectral Database for Organic Compounds) revisando uno a uno los picos generados y los números de onda correspondiente para identificar la estructura molecular objeto de estudio.

Palabras claves: espectros, hidrocarburos, espectrofotómetro, ATR.

ABSTRACT

This researching had as a purpose to obtain the spectrum of some hydrocarbons that present in the chemistry laboratory of the Surcolombiana University like the tetradecane, hexane, heptane, ciclohexane and afterwards they will be contrasted with the database SDBS (spectral database for organic compounds) for to make the respective Validation of these, they was incorporated in a database as a library or espectroteca for the use of people interested in the spectrum of hydrocarbons.

For to make this study it was worked with the spectrophotometer of brand shimadzu IRAfinitty-1 FT, using an equipment of total attenuation of reflectance ATR.

Regarding the methodological development, initially the equipment was calibrated in accordance with the standards of the manufacturer, thereafter a background is performed to mitigate the presence of air content and subsequently were taken one by one the spectra of hydrocarbons objects of study, using the ATR system, to avoid using KBr pellets or Nujol as is typical of protocols.

The spectra obtained were compared with those of the data base SBDS (Spectral Database for Organic Compounds) reviewing one by one and generated peaks corresponding wave numbers to identify the molecular structure under study.

Key words: spectrum, hydrocarbon, spectrophotometer, ATR

INTRODUCCION

Hace ya más de 300 años que Newton, admitió que la luz estaba constituida por corpúsculos y sin conocer su naturaleza dual, realizó un gran aporte a la ciencia, propiciando las condiciones para conseguir su refracción, cuando en una habitación a la cual le entraba un rayo de luz colocó sobre este un prisma y observó la subsecuente emisión de ciertos colores, más adelante William Herschel realizó el mismo experimento pero él colocó sobre la trayectoria de los haces de luz de colores, producto de la refracción, termómetros para comprobar que cada uno poseía una temperatura específica y esta aumentaba cuando se observaban colores con longitudes de onda mayores al rojo, esta observación le permitió plantear que existe una región más allá del rojo a la que denominó "ultrarrojo". La porción infrarroja del espectro electromagnético se divide en tres grandes regiones, como el infrarrojo cercano, medio y lejano. El infrarrojo lejano posee baja energía y es usado en espectroscopia rotacional; el infrarrojo medio usado para estudiar las vibraciones fundamentales y la estructura rotacional vibracional y el infrarrojo cercano puede excitar sobretonos o vibraciones armónicas de los átomos constituyentes de cualquier molécula orgánica. De todas las evidencias de un compuesto orgánico, la que da más información acerca de su estructura es su espectro infrarrojo que significa en latín *debajo del rojo* que corresponde a frecuencias que van desde valores inferiores a las frecuencias del visible, hasta valores que colindan con frecuencias más bajas como las microondas y radar, es de resaltar que una molécula vibra constantemente, cuando una sustancia absorbe luz infrarroja es allí donde se producen los cambios en sus vibraciones moleculares. En el desarrollo de este trabajo se pretende junto con la espectroscopia averiguar los números de onda en los cuales cuatro hidrocarburos (Hexano, Heptano, Ciclohexano y Tetradecano) pueden absorber o repeler la mayor energía en forma de luz, para obtener así los correspondientes espectros infrarrojos. Para la obtención de los espectros se utilizó el espectrofotómetro de marca Shimadzu IRAfinity-1FT, con un manejo del SOFTWARE IR-SOLUTION.

Obtenidos los espectros se compararon con la base de datos *SDBS (Spectral Database for Organic Compounds)*.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los laboratorios de Química de la Universidad Surcolombiana y en especial los de la facultad de ciencias exactas poseen equipos de análisis químicos de última generación, adquiridos hace no más de dos años. En tal sentido la presente investigación tiene como principal objeto, utilizar el espectrofotómetro IR para obtener los espectros IR de hidrocarburos de bajo peso molecular. Las autoras durante el desarrollo de la presente propuesta investigativa, presentada como tesis de grado, plantean resolver la siguiente pregunta: ¿Cómo obtener los espectros infrarrojos de algunos hidrocarburos de bajo peso molecular, presentes en los laboratorios de la Universidad Surcolombiana?

2. JUSTIFICACION

La espectroscopia es un método para identificar la estructura molecular de las sustancias químicas gracias a la interacción de la radiación electromagnética con los grupos funcionales moleculares generando espectros particulares a cada sustancia, permitiendo además de su identificación, la cuantificación de la misma.

Actualmente la Universidad Surcolombiana, no cuenta con un registro o una librería donde se hallen análisis de espectros de hidrocarburos de bajo peso molecular, los cuales permitan a los estudiantes efectuar consultas académicas sobre espectroscopia.

Por lo tanto se pretende en este trabajo entregar a las directivas del laboratorio de Química como del Programa de Licenciatura en Ciencias Naturales: Física, Química y Biología y en general a la Universidad Surcolombiana una base de datos de espectros infrarrojos de hidrocarburos de bajo peso molecular.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Obtener los espectros infrarrojos de los hidrocarburos (Hexano, Heptano, Tetradecano y Ciclohexano) presentes en el laboratorio de química de la Universidad Surcolombiana y elaborar una librería para el software IRsolution.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Crear una base de datos con los espectros de los hidrocarburos presentes en la Universidad Surcolombiana.
- Adquirir experiencia en el manejo del equipo IRafinity- 1 TF.
- Conocer los procedimientos necesarios para obtener espectros IR mediante la técnica ATR.
- Interpretar y analizar los espectros infrarrojos obtenidos, identificando los grupos funcionales presentes en algunos hidrocarburos de bajo peso molecular.
- Validar los espectros de los hidrocarburos presentes en el laboratorio con la base de datos Spectral Database for Organic Compounds, SDBS.

4. ANTECEDENTES

La Universidad Surcolombiana hace más de un año adquirió equipos sumamente importantes, como lo son el equipo de Cromatografía, el Espectrofotómetro IR y el de Absorción Atómica, para la realización de prácticas de laboratorio e investigaciones de estudiantes con carreras afines a la Química.

De otra parte, el programa de licenciatura en ciencias naturales: Física, Química y Biología es el mayor usuario de los laboratorios disponibles para la realización de prácticas, en Biología, Química y Física.

El laboratorio de Química ubicado en el tercer piso del bloque correspondiente a los laboratorios adscritos a la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales cuenta con personal altamente capacitado para la realización de las prácticas, pero surgen expectativas en los estudiantes del programa, quienes sienten temor hacia el manejo de los nuevos equipos.

Algunos profesores que orientan diferentes asignaturas de la Química (general, inorgánica, analítica, bioquímica, etc.) en el programa, poco a poco han aplicado sus conocimientos para que los estudiantes se familiaricen con los equipos en este caso con el espectrofotómetro, y han realizado prácticas de laboratorio donde se les exige a los estudiantes que manejen el equipo, sin temor alguno, estas prácticas de laboratorios han generado algunos espectros, pero sigue siendo una estadística muy baja con respecto a otras universidades del país, que poseen el mismo equipo y presentan bases de datos amplios y precisos.

5. MARCO TEORICO

5.1 ORIGEN DE LA ESPECTROSCOPIA

Isaac Newton hizo un descubrimiento sumamente importante, cuando en 1672 dirigió un rayo de sol o un haz de luz que atravesaba los vidrios de una ventana de su habitación sobre un prisma, él observó que la luz blanca se componía de una serie de colores como el violeta, azul, verde, amarillo, naranja y rojo; Newton observó que la luz violeta se inclinó más por el prisma que la luz roja. Sacó la conclusión que esta clase de luz debía consistir en varios "tipos" diferentes, hoy día identificados con diferente longitud de onda, este descubrimiento sirvió posteriormente para dar origen al estudio de la espectroscopia.

Tiempo después en el año 1800 Frederic William Herschel, mostrado en la figura No 1, fue más allá de lo que observó Newton, él creía que en la luz blanca habían otros componentes a los descubiertos por Newton, para esto él utilizó termómetros, los cuales interpuso en la trayectoria de los colores proyectados por el prisma, de acuerdo con los resultados así obtenidos, pasó a plantear que después de la región del color rojo, la cual ya no era visible para el ser humano existe otra región a la cual denominó la región del ultrarrojo. Herschel determinó que cada color presenta una temperatura diferente y la temperatura era aun mucho mayor cuando superaba el color rojo. Con esto Herschel comprobó que el sol emitía radiaciones invisibles más allá de las visibles. Por esta razón se decidió llamar "ultrarrojo" con frecuencias entre 0.3–385 THz teniendo en cuenta que la luz visible para el ojo humano tiene una frecuencia entre 385–750 THz. Hoy día el término ultrarrojo ya no es utilizado, y se cambió por "infrarrojo", siendo un concepto más claro y preciso.



Figura No 1. Herschel realizando su famoso experimento de calor y los espectros de los colores

Fuente: http://coolcosmos.ipac.caltech.edu/cosmic_classroom/ir_tutorial/discovery.html

5.2 LA NATURALEZA DE LA LUZ

La naturaleza física de la luz ha sido uno de los grandes problemas de la ciencia. Desde la antigua Grecia se consideraba la luz como algo de naturaleza corpuscular, eran corpúsculos que formaban el rayo luminoso. Así explicaban fenómenos como la reflexión y refracción de la luz. Newton en el siglo XVIII defendió esta idea, suponía que la luz estaba formada por corpúsculos lanzados a gran velocidad por los cuerpos emisores de luz¹.

La luz visible y el infrarrojo hacen parte del espectro electromagnético, por presentar una relación eléctrica y magnética en sus oscilaciones. Un campo eléctrico oscilante se puede describir por su longitud de onda (λ), la longitud de un ciclo de oscilación o por su frecuencia (ν).

El número de ciclos que pasan por un punto en un segundo se relacionan por la ecuación No.1:

¹ Disponible en internet: (<http://thales.cica.es/rd/Recursos/rd99/ed99-0504-01/nat-luz.html>)

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

Ecuación No.1: Numero de ciclos en una onda

Donde c es la velocidad de la luz al vacío equivalente a $3,0 \times 10^{10}$ cm/s

Siendo la longitud de onda de cualquier radiación, la que determina su posición en el espectro electromagnético.

Por esto la longitud de onda de la luz roja es mayor con respecto a la luz azul y su frecuencia es menor, aunque la luz roja viaja a una misma velocidad de la luz azul.

A cambio de la longitud de onda resulta más fácil utilizar el número de onda ν , siendo el inverso de la longitud de onda (λ); en estas condiciones la energía de la luz está determinada por la ecuación No. 2:

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

Ecuación No.2: Energía electromagnética

Donde h es la Constante de Planck.

Reemplazando por la frecuencia, se tiene:

$$E = h \nu$$

5.3 LA MEDICION DE UN ESPECTRO INFRARROJO

Se necesita un instrumento para medir la transmisión de radiación electromagnética generada por una sustancia en función de la longitud de onda del haz o rayo incidente, para ello en la actualidad existen dos grandes tipos de espectrofotómetros de infrarrojos: el clásico (dispersivos) y el moderno (con Transformadas de Fourier FT); para la medición respectiva de un espectro. Con los dos espectrofotómetros se puede obtener la misma información.

Los espectrofotómetros clásicos (dispersivos) son los primeros que se utilizaron para la medición de un espectro, aunque muy pocos funcionan actualmente su manera de registro era analógico. El espectrofotómetro clásico se muestra en la Figura No 2. Consta de un tubo en cerámica por donde ingresa la fuente de luz y se calienta eléctricamente a 1200 °C, la luz de la fuente es reflejada por un espejo plano y dos espejos toroidales. La muestra (en color azul) absorbe parte de la luz infrarroja solo por los espejos, estos se reflejan por un espejo giratorio, realizando una función alternada, cuando realiza esto, el haz vuelve y se enfoca con otro espejo toroidal y lo refleja sobre una rejilla de difracción, que dispersa la luz, siendo la función de esta como la del prisma, esta luz dispersada se centra y es enviada a un termopar, actuando como detector. El termopar cumple la función de generar una señal eléctrica proporcional a la cantidad de luz que incide sobre ella, cuando se alternan los haces de referencia, se genera una corriente oscilante, la amplitud de la señal oscilante indica la cantidad de absorción en el infrarrojo y la rejilla de difracción gira lentamente pasando diferentes frecuencias de luz al detector. La grafica de las respuestas del detector a este proceso (numero de onda) recibe el nombre de espectro, la amplitud es el porcentaje de luz transmitida por la muestra. Los colores que se observan en el esquema se han utilizado para representar la luz infrarroja, siendo invisible a nuestros ojos².

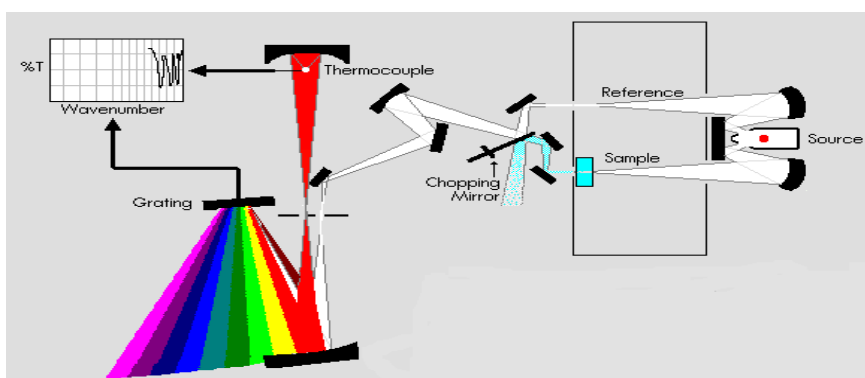


Figura No 2: Esquema de un espectrofotómetro clásico.

Fuente: http://www.columbia.edu/itc/chemistry/chem-c1403/ir_tutor/IRTUTOR.htm

² Disponible en internet: http://www.columbia.edu/itc/chemistry/chem-c1403/ir_tutor/IRTUTOR.htm

Los espectrofotómetros modernos (con Transformadas de Fourier FT), figura numero 3, arrojan la misma información que el clásico, la única diferencia es que el FT-IR utiliza un interferómetro de Michelson en lugar de una rejilla de difracción y su registro se realiza directamente con un equipo de computo.

La función que realiza el interferómetro de Michelson es interferir en las ondas de la luz, para realizar una medición en las longitudes de la misma, en este caso ondas de luz altas. Este instrumento es creación de Albert Abraham Michelson. Cuando la luz llega al interferómetro, este la divide en dos, la primera luz es reflejada y a la vez proyectada hacia el espejo superior dirigiéndola al detector y la segunda luz es reflejada también pero su dirección es hacia el espejo inferior y llega también al detector. El brazo del interferómetro es correspondiente a la distancia entre los espejos y los semiespejos, siempre en estos interferómetros hay un brazo en movimiento y otro donde se le adicionara la muestra a estudiar. Cuando los espejos y semiespejos realizan su debida función, existe un cambio de luz el cual nos determina una amplitud de interferencia donde esta permite que exista una trayectoria de las dos luces para crear un interferograma.

El sistema de transformadas de Fourier se corresponde con un aditamento tecnológico, capaz de hallar el área bajo la curva de los picos generados para facilitar su lectura y otras aplicaciones inherentes a este proceso, además, permite una relación señal/ruido mucho mejor y con mayor rapidez en la obtención de espectros, por lo que son instrumentos muy solicitados ³.

³ Martínez Serrano José Luis. "Espectroscopia Infrarroja 1- fundamentos". Curso: Instrumentación y métodos de análisis químico. Disponible en internet: www.upct.es/~minaees/espectroscopia_infrarroja.pdf

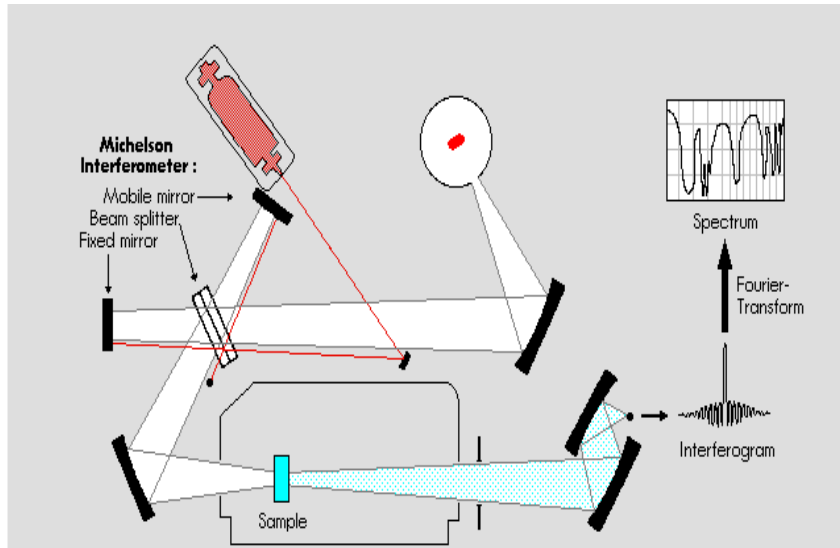


Figura No 3: Esquema de un espectrofotómetro con Transformada de Fourier
 Fuente: http://www.columbia.edu/itc/chemistry/chem-c1403/ir_tutor/IRTUTOR.htm

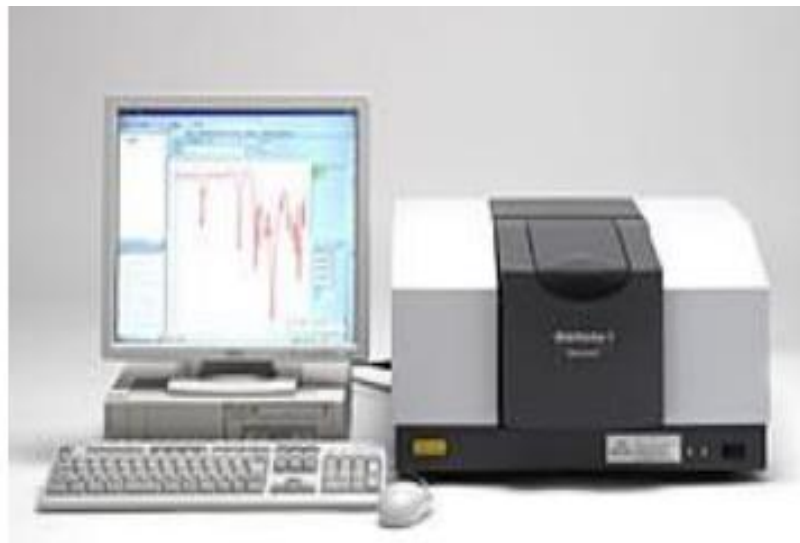


Figura No 4: Ordenador para espectrofotómetro FT
 Fuente: <https://ww2.chemistry.gatech.edu/reynolds/sites/ww2.chemistry.gatech.edu.reynolds/files/FTIR.pdf>

5.4 MANEJO DEL SOFTWARE IR-SOLUTION

El equipo se opera desde un ordenador bajo ambiente Windows a través del software IR- solución, el cual requiere una secuencia de acceso, la cual se describe a continuación.

SECUENCIA

- Preparar la muestra. Dejarla bajo la lámpara IR o en ausencia de humedad.
 - Seleccionar los porta muestras adecuados.
 - Para sólidos y líquidos puede usarse el ATR.
 - Encender el sistema FTIR.
 - Conectar el PC para que se reconozca el equipo.
 - Iniciar el software IR solución.
 - Corregir errores de inicialización.
- - Clic en el botón START
- Seleccionar Program del menú
 - Seleccionar IR solution
 - IR solution Starts
 - Del menú seleccionar MEASUREMENT
 - Del menú seleccionar INITIALIZE
- (Aquí se inicializa el FTIR para comunicarse con el PC)
- a. Refiérase al manual 1-5 ⁴
- Seleccionar del tabulador una de las 8 opciones según la operación que desee realizar:
1. MEASURE: Activa la medición y toma de datos (pantalla de control del FTIR).
 2. VIEW: Activa el pantallazo del espectro.
 3. MANIPULATION: Activa la pantalla para la manipulación de datos.
 4. SEARCH: Activa un pantallazo para la búsqueda en la librería.
 5. QUANT: Pantalla para cuantificar la información.

⁴ INSTRUCTION MANUAL IRPrestige-21, IRAffinity-1, FTIR-8400S. SHIMADZU FOURIER TRANSFORM, INFRARED SPECTROPHOTOMETER.

6. AIM: Activa la pantalla de mapeo usando la serie AIM-8800
7. PRINT FORM: Muestra las opciones de impresión.
8. MACRO: Muestra las opciones para los macros. Es opcional.

Los parámetros requeridos para obtener un espectro se describen a continuación:

A). ESCANEO

Parámetros Del Tabulador

1. **DATA:** Tiene 5 opciones para cambiar los parámetros.
 - 1.1 **Measurement:** permite escoger entre transmitancia y absorbancia.
 - 1.2 **Apodization:** permite varia los efectos sobre la resolución y la línea base.
 - 1.3 **No of seans:** varía entre 1 y 4000. v/R normal 10.
 - 1.4 **Resolution:** permite variar las opciones según el tipo de muestra. v/R por defecto 4.0.
 - 1.5 **Range:** cambia los valores mínimo y máximo de los números de onda. v/R por defecto $400\text{ cm}^{-1} - 4000\text{ cm}^{-1}$.
2. **INSTRUMENT:** Se recomienda usar los valores por defecto.
3. **MORE:** Se recomienda usar los valores por defecto. Si el espectro muestra mucho ruido, aquí se puede cambiar la apertura a valores más pequeños.
4. **FILES:** Guarda los parámetros usados en una corrida. La opción Locked hace que los ajustes realizados sean prohibidos al cambio.
5. **ADVANCE:** Permite cambiar parámetros especiales, tal como el rango de medición, o seleccionar la fuente de luz.

B). MEDICION

1. Seleccione el botón BKG y en seguida aparece un mensaje que dice “Verifique que el rayo de luz este vacío”; es decir que no haya muestra

en el compartimiento dar clic en OK, cuando la medida termina todas las opciones de selección se resaltan. El equipo escanea el aire alojado en el portamuestras y reporta su espectro.

2. Después de medir el BKG, insertar la película de poliestireno en el porta muestras. El equipo elabora el espectro de la película de poliestireno, el cual debe tener las mismas características del espectro impreso en la película de poliestireno; este paso se corresponde con la calibración del equipo para posteriores corridas.
3. Dar clic MEASURE y escoger SAMPLE, el barrido comienza y al final se muestra el espectro de la sustancia objeto de estudio.
4. Escoger la opción VIEW para mostrar los espectros resultantes.

C). MANIPULACIÓN

1. Dar clic en PEAK TABLE para que se muestren los picos detectados en la pantalla.
2. Sobre la ventana dar clic con el botón derecho y escoja SHOW PEAK TABLE, repitiendo la misma opción se ocultan los picos.
3. La LINEA BASE puede corregirse usando BASELINE CORRECTION.
4. Puede escoger entre tres modos de corrección cero, punto y multipunto.

D).PRINT

El IR solución ofrece varias plantillas de impresión, adicionalmente se pueden crear nuevas y guardarlas como plantillas de usuarios. El espectro obtenido debe guardarse en la carpeta y con el nombre correspondiente.

E). SALIR

1. Confirmar que todos los datos han sido guardados.
2. Escoger FILE ----- EXIT
3. Salga de Windows

4. Apagar el PC y desconectarlo
5. Apagar el equipo
6. Dejar conectado para que internamente se mantenga el deshumidificador, la luz naranja debe permanecer encendida.

5.5 MANEJO DEL SISTEMA ATR (Atenuación Total de Reflectancia)

El manejo tradicional de las muestras a través de pastillas elaboradas con KBr y/o con nujol a elevadas presiones mediante el uso de prensas manuales o hidráulicas, ha sido sustituido por el dispositivo denominado ATR, el cuál fue construido con un sistema óptico a base de ZnSe o en su defecto, con ZnGe, ZnSi o diamante, materiales capaces de hacer total atenuación de reflectancia la radiación infrarroja, es decir, producir cero absorbancia para evitar distorsiones en la medición de espectros.

El ATR en consecuencia, es un dispositivo de última generación, capaz de generar atenuación total de la reflectancia producida por la radiación infrarroja que atraviesa los lentes con los cuales fue construido y se emplea en espectrofotómetros con transformadas de Fourier. Su uso se detalla a continuación.

5.5.1 INTRODUCCION

El accesorio de atenuación total de reflectancia producido mediante tecnología de la marca norteamericana PIKE, cuenta con un único diseño óptico para brindar sensibilidad y rendimiento en la adquisición de espectros infrarrojos.

Posee una placa de reflexión de muestreo con una superficie de cristal redondo de 1,8 mm permitiendo un análisis fiable de muestras pequeñas. Los materiales sólidos se pueden poner en buen contacto físico con la zona de muestreo a través de alta presión de sujeción, producida por una prensa manual autoajutable a cada análisis.

Las placas de cristal ATR vienen en varios materiales como el ZnSe, AMTIR, Ge, Si o diamante. Los tres primeros materiales son adecuados para el análisis de líquidos, semilíquidos y sólidos flexibles. El silicio (Si) o el diamante deben utilizarse cuando se trabaja con muestras de reactivos o materiales abrasivos sólidos que necesitan ser presionados con fuerza contra el cristal. El ATR funciona muy bien para el análisis de sustancias que absorben rápidamente por ejemplo (polímeros caucho, residuos de pintura, fibras, etc.).

Las muestras altamente absorbentes, tales como el caucho negro se analizan mejor usando la placa de Ge, debido a la menor profundidad de penetración de la prensa auxiliar. Las muestras ácidas se manejan mejor con AMTIR, Ge, Si o placas de cristal de diamante. Para las muestras con características de absorción relativamente más bajas o cuando están presentes sustancias a nivel de trazas, las nuevas placas de reflexión 3 también están disponibles en la mayoría de los materiales de cristal. Además, la placa de reflectancia especular medio infrarrojo prevé una mayor flexibilidad para hacer el trabajo de 45 grados reflectancia especular y sin la necesidad de cambiar la base de accesorios.

El diseño compacto del accesorio, emplea un espejo para dirigir la transferencia del haz de infrarrojos al sitio de muestreo donde se encuentra empotrado un cristal sobre el cual se colocan las muestras, este cristal transmite con cero reflectancia o reflectancia especular hacia un segundo espejo. Este segundo espejo dirige el haz infrarrojo hacia el detector integrado en el espectrómetro FTIR.

El ATR cuenta con un diseño de la placa de muestreo universal que elimina la necesidad de canal separado y placas planas, para el manejo de líquidos y muestras sólidas, respectivamente. El accesorio puede estar equipado con una amplia variedad de pinzas de compresión, incluyendo un controlado micrómetro de alta presión y alta rotación para elaborar una pequeña pastilla similar a aquellas elaboradas con prensa manual o para atrapar líquidos sujetos a estudio. El conjunto óptico incluye una base con tubos telescópicos susceptibles de ajustado manual para dirigir sin dispersión el haz de radiación infrarroja producida por la fuente del espectrofotómetro. Además viene equipado con un anillo de montaje en cuyo centro se ha fijado un anillo de

teflón donde se colocan las muestras sean sólidas o líquidas. Para estas últimas, cuando se trata de muestras volátiles, se dispone de una cubierta hermética para evitar fugas del analito.

La placa universal del accesorio y la abrazadera de presión son fácilmente intercambiables tal como se ilustra en la figura No. 5

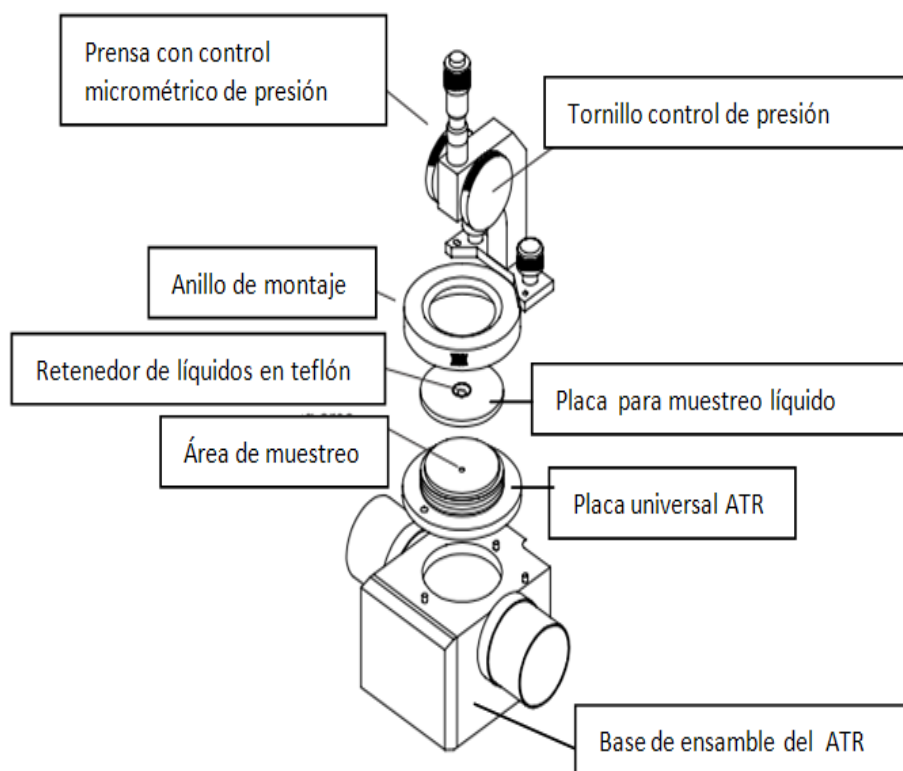


Figura No. 5. Ensamble del ATR (accesorio para atenuación total de reflectancia simple)

Fuente: <http://www.piketech.com/files/pdfs/MIRaclePDS611.pdf>

5.5.2 DESCRIPCION DE ACCESORIOS DEL ATR

El sistema ATR posee una serie de accesorios, los cuales se describen a continuación:

- **Base del conjunto óptico con tubos de purga**

La base del conjunto óptico tiene la placa de cristal para muestreo universal por igual posee dos tubos telescópicos de purga; en la parte inferior de la base tiene un canal para ser insertado a la base del espectrofotómetro, tal como se indica en la figura No. 6



Figura 6: Base del conjunto óptico con tubos de purga. Fuente: Manual del usuario ATR

Adicionalmente, el ATR viene provisto de los siguientes accesorios, mostrados en la figura No. 7.



Figura No 7: Base del conjunto óptico con tubos de purga. Fuente: Manual del usuario ATR

- **MICROPRESAS**

A continuación se presentan las microprensas disponibles en el mercado, de las cuales, el espectrofotómetro de la Usco tiene acoplada una microprensa sencilla. Figura No 8.



Figura No 8: Micropresas de presión. Fuente: Manual del usuario ATR

- **PLACA UNIVERSAL**

Por igual, en la base del ATR se encuentra acoplada una placa de reflexión individual la cual se muestra en la figura No.9



Figura No 9: Placas Universal. Fuente: Manual del usuario ATR

5.5.3 INSTALACIÒN

El accesorio ha sido alineado y probado de acuerdo con la tecnología de la marca PIKE para asegurarse de que funcione de acuerdo a las especificaciones. Sin embargo, alguna variación en la alineación óptica puede ocurrir a partir de cada espectrómetro. Para tener en cuenta esta diferencia, hay cuatro tornillos de ajuste previstos en el conjunto de la óptica de base del medio infrarrojo para ajuste fino, una vez que el accesorio está instalado en el espectrómetro. El siguiente es el procedimiento:

1. El accesorio encaja en el compartimiento de la muestra del espectrómetro FTIR. Se proporciona la muestra adecuada en la placa base para el instrumento FTIR específico. Antes de insertar el accesorio en el compartimiento de la muestra, asegurarse de la alineación del espectrómetro. Si el instrumento no está alineado, proceder a hacerlo para maximizar el interferograma (el rendimiento energético del IR). Además correr un barrido. Para localizar el accesorio en la posición correcta, colocar todo el accesorio en el compartimiento de muestras FTIR con la etiqueta dirigida hacia el operario y alinear la placa base provista de los agujeros en el sitio respectivo.
2. Fijar el accesorio sobre la muestra de la placa base el compartimiento FTIR utilizando el tornillo cautivo situado en la placa base (algunos accesorios pueden tener dos tornillos de montaje o una combinación de tornillo, en función de espectrómetro de configuración).
3. Apretar el tornillo de montaje cautivo (con un destornillador de punta plana o con la mano) para que la posición de la placa base sea correcta para accesorios en el compartimiento de muestras FTIR placa de base. El accesorio ya está listo para la alineación óptica.

5.5.4 VERIFICACION DEL FUNCIONAMIENTO

Los siguientes son los % de transmisión que el accesorio debe lograr con diferentes configuraciones de cristal a 1000 cm^{-1} (con la excepción del valor de Si que se muestra en 2000 cm^{-1}).

Placa ATR de reflexión en ZnSe: más de 22% T

Placa ATR de reflexión en Ge: más de 25% T

Placa de reflexión ATR con lente única en diamante o ZnSe: más de 25% T

Placa ATR reflexión 3 en ZnSe: Más de 12% T

Placa de reflexión ATR lente 3 en diamante o ZnSe: Más de 12% T

Placa de reflectancia especular: Más de 20% T

El rendimiento del ATR en el infrarrojo medio produce diferentes características espectrales de acuerdo con el material del cristal. Una característica notable de los espectros obtenidos por IR es el punto de origen en las ordenadas, correspondiente al número de onda, el cual parte de 400 cm^{-1} .

Para el caso del cristal de ZnSe este presenta un número de onda inicial de aproximadamente 520 cm^{-1} . Para este tipo de cristal, los espectros infrarrojos es de aproximadamente 32 % a 1000 cm^{-1} , Observar figura 10.

Las placas de cristal del ATR genera espectros con bandas muy definidas entre 2600 y 1900 cm^{-1} , tales como las mostradas en la figura 11, con este tipo de bandas se reduce la relación señal-ruido de esta región espectral.

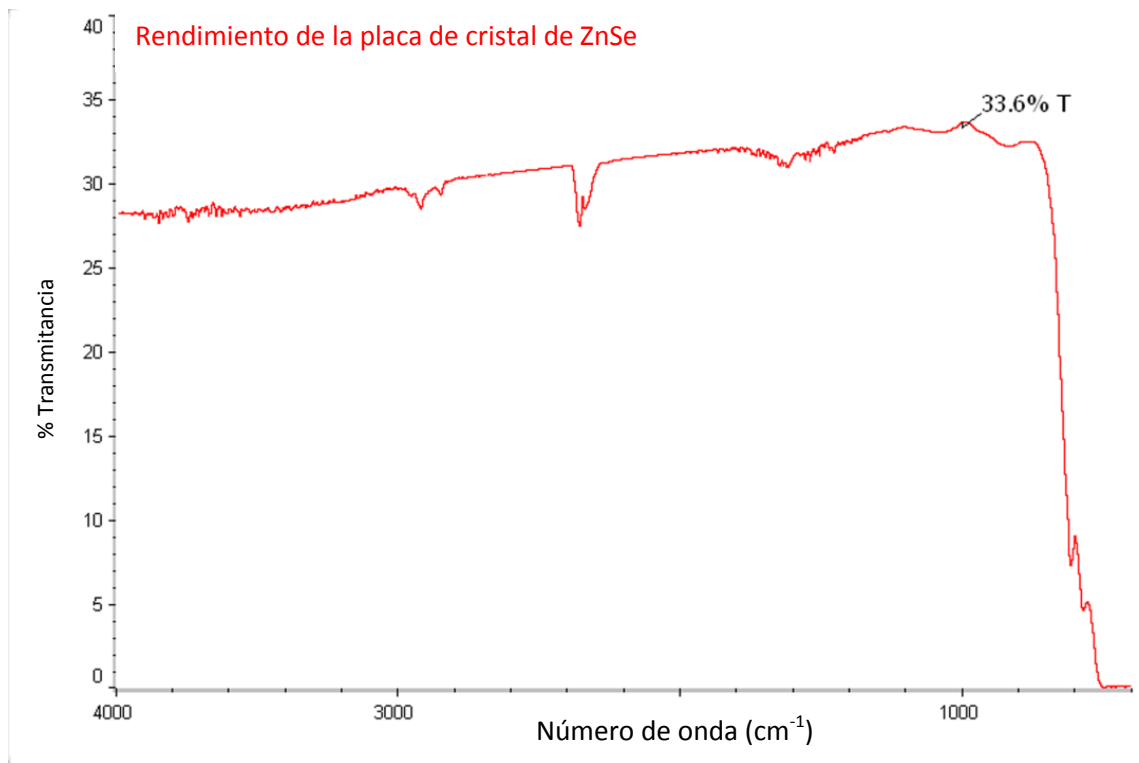


Figura No 10: Rendimiento de la placa de cristal de ZnSe del espectro medio ATR. Fuente: Manual del usuario ATR.

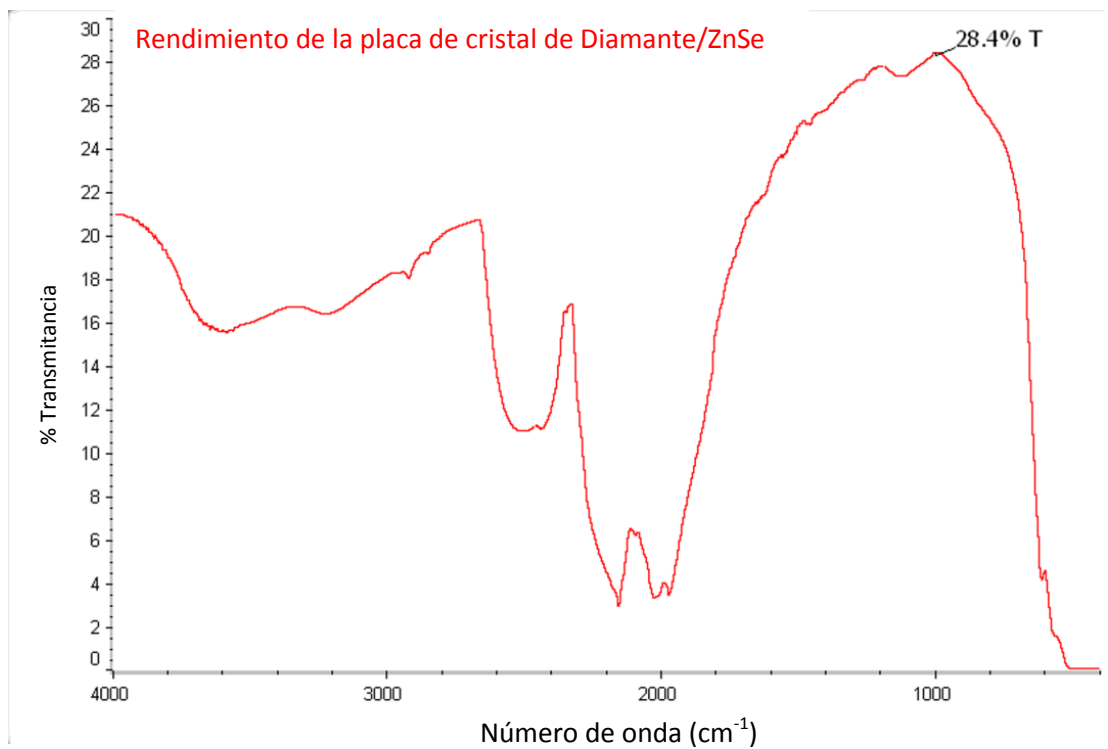


Figura No 11: Rendimiento de la placa de cristal de diamante / ZnSe. Fuente: Manual del usuario ATR.

5.5.5 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

El ATR permite trabajar con muestras líquidas, pastas, películas flexibles suaves y sólidas. En cada caso, el uso del ATR requiere un barrido de fondo inicial con el aire atrapado en su interior y adicionalmente debe calibrarse tomando un espectro de poliestireno suministrado con el equipo para este fin.

5.5.5.1 CONFIGURACION PARA MUESTRAS DE LIQUIDOS

Para trabajar con líquidos como los hidrocarburos objeto de estudio no se requiere de prensa basta con emplear el conjunto de la placa de cristal del ATR para espectros del infrarrojo medio, la cual tiene una superficie de muestreo de 1,8 mm, que se encuentra en el centro de la placa. La muestra debe estar en contacto íntimo con el área de muestreo con el fin de obtener un espectro de FTIR. Para el muestreo de rutina, colocar una gota de la muestra en el cristal de ATR y recopilar datos. Es necesario tener cuidado al retirar la muestra desde el cristal para evitar que se raye la superficie del mismo.

Tener en cuenta que algunos de los cristales utilizados en el accesorio se fabrican de materiales frágiles (tales como ZnSe, Si, Ge o AMTIR). Las muestras no se deben dejar en contacto con el cristal durante un tiempo prolongado ya que algunas muestras pueden degradar el material de cristal y la decoloración del metal de la placa. Una vez que se ha realizado la medición, se debe retirar la muestra del cristal y limpiar la superficie del mismo y también el área de la placa que rodea con un disolvente adecuado. Tener en cuenta que las microprensas de alta presión tienen la capacidad de ir y volver para la facilidad de acceso a la superficie del cristal para su limpieza. Por igual se debe limpiar la punta de la microprensa. Observar la figura No 12.

Para ello se ha de retirar la muestra suavemente con un pañuelo de algodón y enjuagar con solvente. Para una limpieza más a fondo, la placa de cristal se debe limpiar con un apropiado disolvente tal como alcohol isopropílico o un

disolvente fuerte, como acetona. Los copitos de algodón son muy recomendables para facilitar la limpieza sin rayar la superficie del ATR.



Figura No 12: Configuración de muestras en líquidos. Fuente. Manual del usuario ATR

5.5.5.2 CONFIGURACION PARA MUESTRAS SOLIDAS

Para las mediciones de películas flexibles suaves y muestras sólidas seleccionadas, se coloca la muestra sobre la superficie del cristal. Dado que el efecto ATR sólo se lleva a cabo muy cerca de la superficie del cristal, un contacto íntimo tiene que ser hecho por la muestra en la superficie del cristal ATR. Esto se logra mediante el uso de la pinza de presión ordenada con el medio infrarrojo. Montar la microprensa de presión a la parte trasera del accesorio utilizando los dos pasadores de alineación en la parte superior del ATR y ajustar con los dos tornillos de fijación en el bastidor de sujeción. Con la muestra en su lugar en el cristal, bajar la punta de presión, de manera que haga contacto con la muestra. Sin embargo, en la mayoría de los casos, se recomienda aplicar la presión máxima permitida para asegurar el mejor contacto y la sensibilidad más alta del muestreo. La fuerza máxima aplicada por la microprensa de presión del micrómetro es de 8 libras (> 2000 psi). La fuerza máxima aplicada por las microprensas de alta presión es de 40 libra (> 10.000 psi). Las microprensas de alta presión tienen la ventaja adicional de un mecanismo de embrague deslizante para evitar un apriete excesivo.

PRECAUCIÓN: Se debe tener cuidado en la operación de las pinzas de presión desde el dispositivo de presión porque puede deslizar la muestra sobre el cristal. Si la muestra contiene materiales de grano, el movimiento de la muestra puede dañar la superficie del cristal, mientras que se está aplicando la presión. Conviene asegurarse que la muestra permanezca en un mismo lugar mientras se aplica carga a la microprensa. Además, los materiales ATR más suaves, como ZnSe, deben manejarse con cuidado al ejecutar los tipos de muestras duras. No aplicar la presión máxima de este tipo de muestras en placas ATR suaves para evitar arañazos o abolladuras. En todos los casos se debe usar el mortero de ágata y su pistilo para macerar finamente las muestras sólidas.

5.5.5.3 PUNTAS ADJUNTAS DE MICROPRESAS DE PRESION

El éxito de una medición ATR depende de la calidad del contacto entre la muestra y el cristal. Existe un número infinito de formas y tipos de muestra. La microprensa de presión del ATR para el infrarrojo medio está diseñada para aceptar tres puntas diferentes, proporcionando la mejor configuración posible para cualquier muestra dada. Además, las 3 placas de reflexión ATR se proporcionan con una punta de plástico giratoria especial igualando su tamaño de cristal 6 mm de diámetro; como se observa en la figura No 13.

La punta giratoria cuenta con una tapa montada sobre un pequeño eje rotatorio. Tal diseño permite mover la punta de prensa, ajustar su posición a la forma de la muestra y mantener la posición de la muestra paralela a la superficie del cristal. Esto permite un mejor posicionamiento y un contacto óptimo de los materiales finos con la superficie de cristal del ATR. La punta giratoria se utiliza con muestras de forma irregular: películas, polímeros semi – rígidos, el análisis de las fibras individuales y los granos de química combinatoria (ejemplo: los materiales de las tarjetas de crédito).

La punta plana es un barril de metal recto, se utiliza en el análisis de muestras en forma de caucho y otros polímeros elásticos, películas delgadas, fibras,

partículas pequeñas y las muestras en polvo. Tener en cuenta que la profundidad de penetración de un cristal de ATR es sólo en el rango de 0,5 a 2 micrómetros e incluso una pequeña desviación de contacto íntimo con el cristal afectará a la magnitud de la absorción de la muestra.

La punta cóncava dispone de una superficie cóncava, que impide que la muestra se escape por debajo de la prensa, También obliga a la muestra para alojarse en el centro del cristal, garantizando la máxima señal de IR. Se utiliza en el análisis de muestras grandes (gránulos) y pellets de polímero.

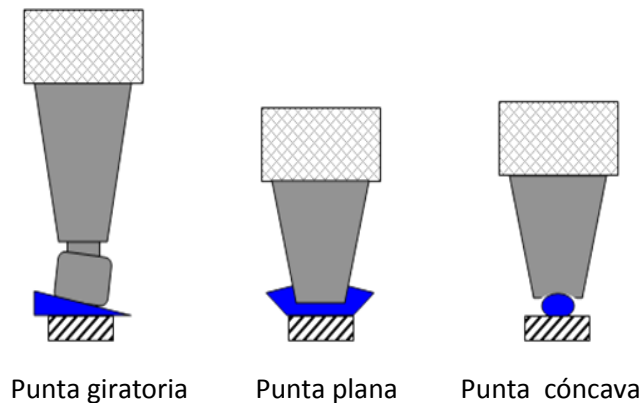


Figura No 13: Clases de Puntas para las microprensas. Fuente: Manual del usuario ATR

5.5.5.4 MICROPRESAS DE PRESION DEL MICROMETRO

El conjunto de la micropresa del micrómetro está compuesto por una base que se conecta a la placa superior y al accesorio en forma de “r” que hace función de brazo de mandos de control para subir y bajar la prensa de la muestra. La micropresa tiene forma de barril en acero inoxidable con el tornillo micrométrico integrado en la parte superior y el émbolo cargado por resorte en la parte inferior. La tensión del resorte se puede ajustar cambiando la posición del tornillo micrométrico. Este ajuste permite la aplicación de mayor o menor presión a la muestra colocada en la placa de toma de muestras del accesorio.

Los números en la escala del tornillo micrométrico sirven como referencia (que no indican la presión real aplicada a la muestra). La presión real por pulgada cuadrada (psi) depende del tamaño de la punta unida a la prensa y a la tensión

del resorte. A continuación, en la tabla No. 1 se enumeran las presiones aproximadas calculadas para los ajustes de las puntas de acero inoxidable (diámetro 0,125 ").

Tabla No 1. Ajuste de la microprensa ATR.

AJUSTE DEL MICROMETRO	PRESION (psi)
3.0	408
2.0	530
1.0	693
0.0	815

Las presiones más ligeras deben utilizarse para muestras blandas y flexibles. Las presiones más altas son necesarias para polímeros duros, gránulos, etc.

El siguiente es un procedimiento corto indicando el uso del ATR para la microprensa del micrómetro (025-3050):

1. Seleccionar la punta apropiada y adjuntarlo a la prensa.
2. Colocar la muestra en la placa de accesorios.
3. Ajustar el tornillo micrométrico a 2,0.
4. Bajar el barril de prensa con los mandos de control, hasta que el borde de la punta de muestreo toque el extremo de latón inferior del cuerpo cilíndrico.
5. Recoger el espectro de la muestra.

Algunos espectrómetros FTIR ofrecen una recopilación de datos en "tiempo real" (nombres como MONITOR, vista previa de datos, configuración de la prueba, etc. se utilizan para su descripción). Si está disponible, se puede determinar experimentalmente la mejor presión para cada caso en particular de

la muestra mediante la observación de la forma del espectro mientras se ajusta el tornillo micrométrico.

5.5.5.5 MICROPRESAS DE ALTA PRESION

Las microprensas de alta presión son aquellas en la que la base se conecta directamente a la placa superior del accesorio, el brazo de punta de presión de acero inoxidable y la perilla de control de presión realizan la función en el mecanismo de deslizamiento del embrague. Un yunque extraíble se encuentra debajo del módulo de presión. Este yunque está posicionado en el centro de la placa de cristal y proporciona una presión directa a la muestra. El módulo de microprensa de presión monta arriba y hacia abajo en un tornillo de avance situado en la columna de la microprensa, con su posición ajustada por el mando de control. La perilla de control dispone de un mecanismo de embrague de tipo trinquete que controla la presión máxima admisible y protege el cristal de un apriete excesivo.

Todos los anteriores accesorios son necesarios para llegar a obtener un excelente resultado en los espectros ATR de las sustancias seleccionadas, de acuerdo si la sustancia es líquida, sólida.

5.5.6 EL ESPECTRO ATR

Los espectros del ATR son similares a los espectros de transmisión. Una comparación de los espectros del ATR y los espectros de transmisión revela que las intensidades de las características espectrales en un espectro ATR son de menor absorbancia que las correspondientes al espectro de transmisión en especial el número de onda es alto. La intensidad del espectro ATR se relaciona con la profundidad de penetración de la onda evanescente en la muestra. Esta profundidad depende del índice de refracción del cristal y la muestra, y sobre la longitud de onda de la radiación IR.

La delgada profundidad de penetración del haz de IR en la muestra permite el principal beneficio del muestreo del ATR. Esto está en contraste con los

tradicionales FT-IR de muestreo por transmisión, en la cual la muestra debe ser diluida con sal transparente, presionado en una pastilla y se reduce a una película delgada, antes del análisis para evitar bandas absorbentes de IR.

Una comparación de la transmisión contra los resultados de muestreo del ATR para una muestra de polímero se observa en la figura No 14, donde la muestra es gruesa para el análisis de la transmisión de alta calidad (se muestra en el espectro de color azul). En la espectroscopia de transmisión, el haz de IR pasa a través de la muestra y la longitud de la trayectoria efectiva se determina por el espesor de la muestra y su orientación al plano direccional del haz IR. Es evidente que en el ejemplo la muestra es demasiado gruesa para realizar un análisis de transmitancia porque la mayoría de la bandas de IR están totalmente absorbentes.

Sin embargo, se puede colocar la muestra de espesor sobre el cristal de ATR y la aplicación de presión genera un resultado de alta calidad espectral (espectro superior de color rojo) - identificado en la biblioteca como Tereftalato de polibutileno. El tiempo de análisis total para el polímero de espesor por ATR era menos de un minuto.

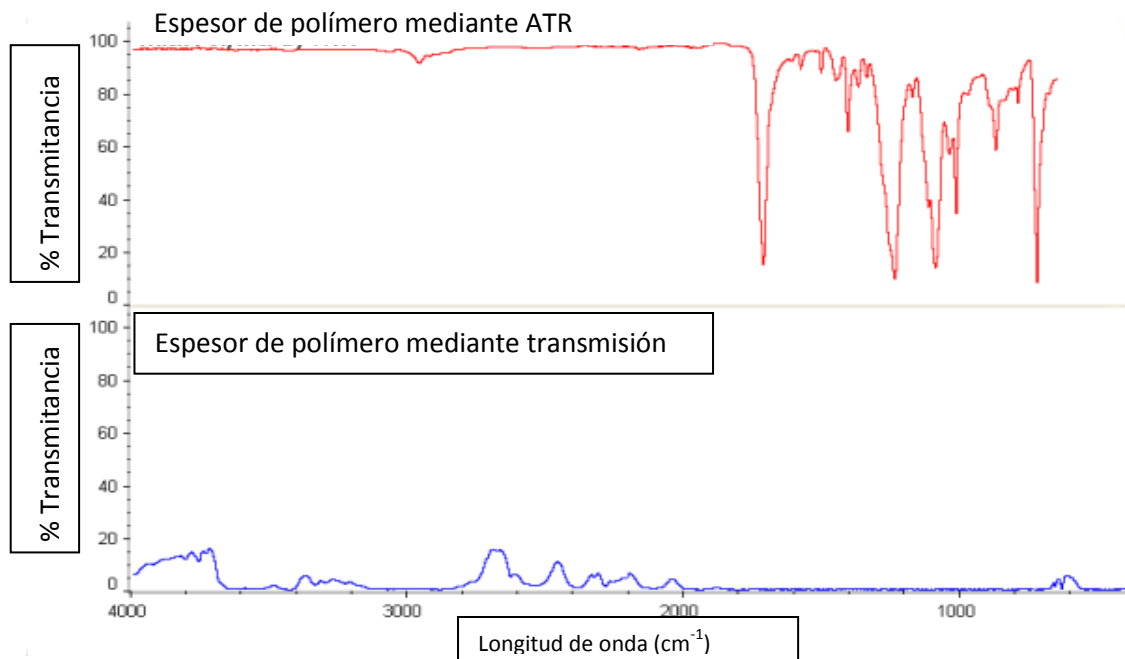


Figura 14: Muestra del espectro del polímero mediante ATR y transmisión recogidas por ATR. Fuente: Manual del usuario del ATR

5.5.7 CORRECCION DEL ATR

Si se desea un buen espectro ATR de un espectro de transmisión, el espectro ATR debe ser procesado por el programa de corrección ATR disponibles en el software del espectrómetro. Un ejemplo del efecto de esta corrección en un espectro se observa en la figura No 15, con el Poliestireno. El espectro del medio es el espectro original ATR del poliestireno, el espectro inferior es el de la transmisión del poliestireno y el espectro superior de color rojo indica la corrección del ATR. Es evidente que las bandas de IR alrededor de 3000 cm^{-1} en el espectro ATR son más débiles con respecto a las bandas de IR de longitud de onda más larga. Sin embargo, en el espectro superior de color rojo después de la corrección ATR, las intensidades relativas de la banda de IR son muy similares a los del espectro de transmisión del poliestireno.

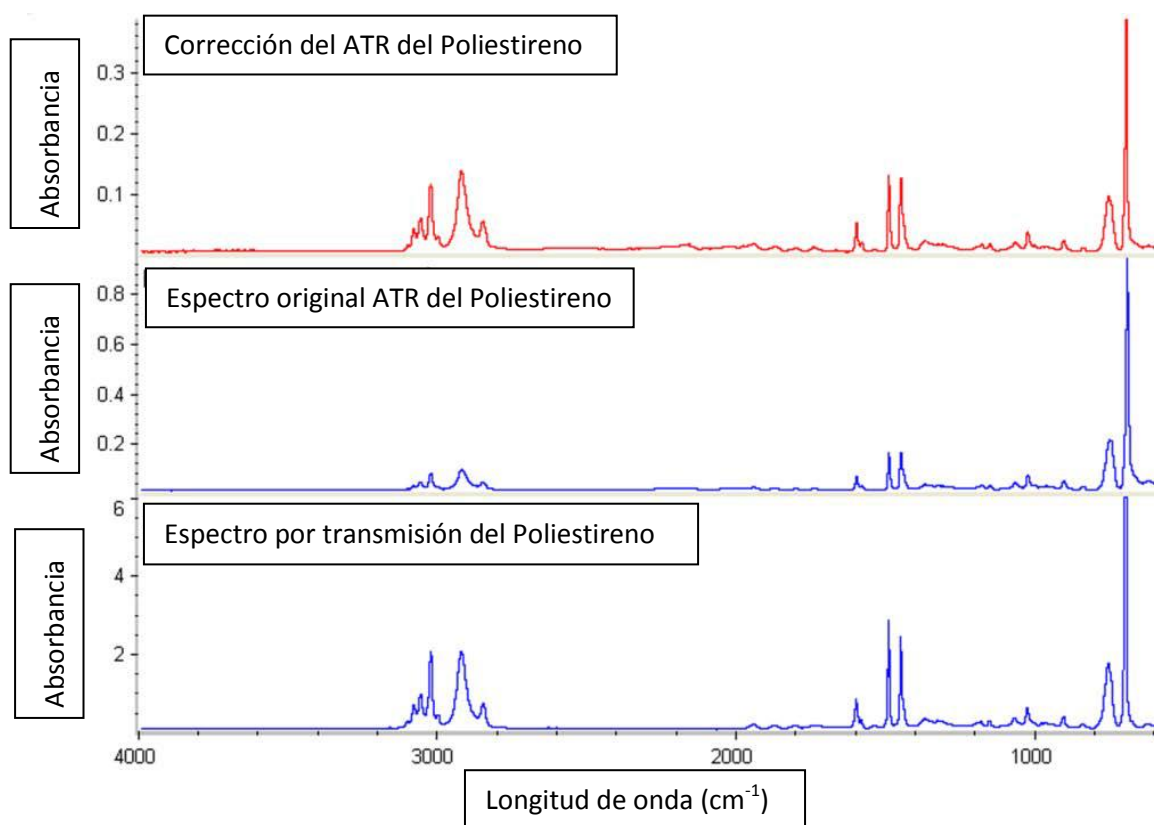


Figura No 15: Corrección del ATR del espectro de poliestireno. Fuente: Manual del usuario del ATR

5.5.7.1 MUESTRAS LÍQUIDAS

Se recogieron una serie de espectros de solución de detergente diluido y agua destilada en el espectro medio con una resolución de cuatro número de onda, estas muestras fueron aplicadas directamente sobre el cristal de diamante ATR del espectro medio para el análisis. Como se observa en la figura No 16.

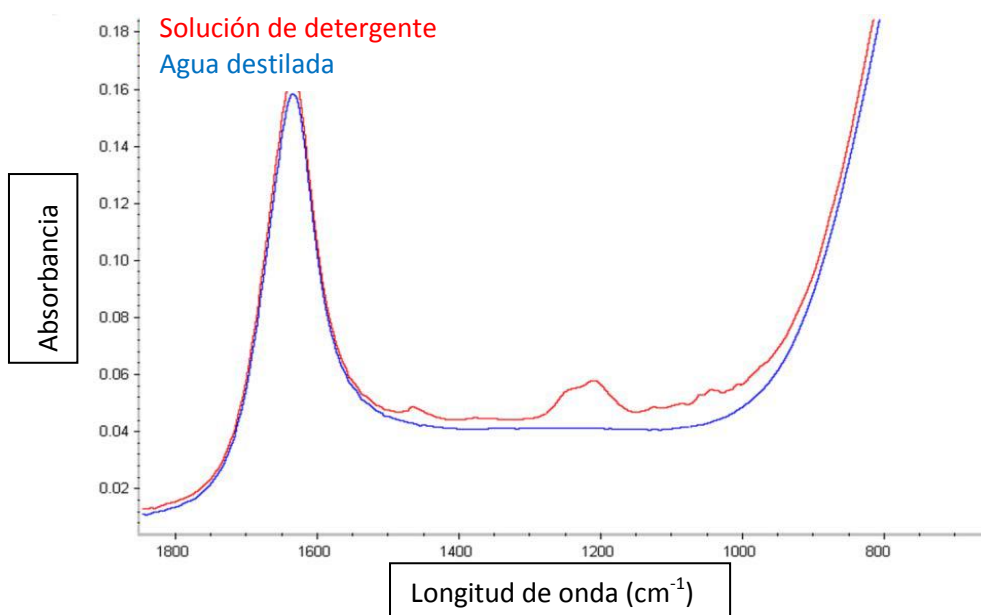


Figura 16: El detergente líquido y los espectros de agua. Fuente: Mnaual del usuario del ATR

El espectro rojo es la solución de detergente y el espectro azul es el agua destilada. Una sustracción espectral se puede aplicar para obtener el espectro de la componente detergente.

5.5.7.2 MUESTRAS SOLIDAS

Para el análisis de muestras solidas se requiere la microprensa de presión del espectro medio, la muestra se debe colocar boca abajo sobre el cristal de diamante y se aplica fuerza para hacer contacto sobre el cristal ATR. La figura No 17 muestra el espectro de una botella de plástico. La muestra se mantuvo en contacto con el cristal ATR con la abrazadera de presión del micrómetro. El

tiempo de adquisición era un minuto a una resolución de cuatro números de onda. El accesorio del espectro medio permite colocar la muestra a un área de características para asegurar que el espectro recogido se toma de la ubicación deseada en la muestra.

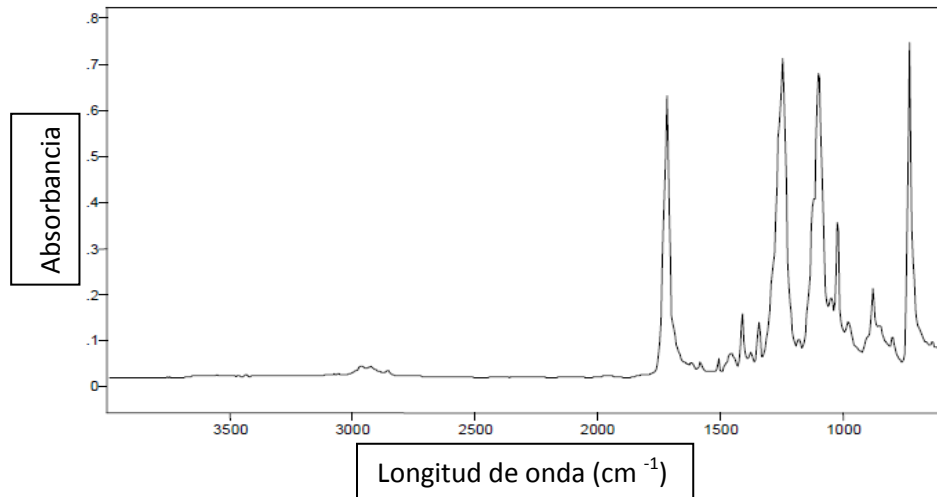


Figura No 17: Espectro de una botella de plástico. Fuente: Manual del usuario del ATR

Los siguientes son dos espectros superpuestos de la envoltura en plástico de un alimento. La muestra se mantuvo en contacto con el cristal ATR utilizando la microprensa. El tiempo de adquisición fue de un minuto a una resolución de cuatro números de onda. Figura No 18.

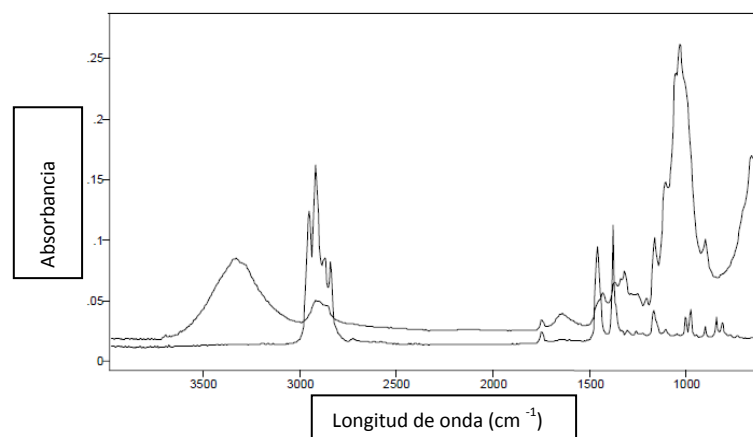


Figura No 18: Espectros de material de envoltura de alimentos. Fuente: Manual del Usuario del ATR

5.5.8 ECUACIONES

A continuación se muestra en la tabla No 2 que indica la profundidad de penetración en micras del material del cristal. La profundidad de penetración se calcula para una muestra con un índice de refracción de 1,5 a 1000 cm^{-1} . También se indica el rango de pH seguro de muestras para su uso con cada material.

Material	Índice Refracción	45 grados	Rango de pH
ZnSe	2,4	2,0	5-9
AMTIR	2,5	1,7 θ	1-9
Ge	4	0,66	1-14
Si	3,4	0,85	1-12
Diamante	2,4	2,0	5-8

Tabla No 2. Profundidad de penetración del sistema ATR

NOTA: El rango espectral Citado también depende de la configuración del espectrómetro FT-IR, de la fuente, divisor de haz, detector y otros componentes.

5.6 LEY DE BEER-LAMBERT

El equipo utiliza como base de funcionamiento la Ley de Beer-Lambert esta ley se relaciona con la cantidad de luz absorbida la cual es proporcional a la cantidad de medio absorbente que se halle presente. Este enunciado fue hecho hace muchos años por Beer y todavía se denomina Ley de Beer. Posteriormente Lambert añadió más información al señalar que la absorción de

luz a una longitud de onda dada es independiente de la intensidad de la fuerza luminosa ⁵.

Para deducir la ecuación que se busca, se postula en primer lugar, que cada cuanto de luz que penetra en la solución tiene igual oportunidad de ser absorbido. Esto implica que la luz sea monocromática. En segundo lugar, se postula que cada molécula de la sustancia que absorbe tiene igual oportunidad de interceptar y absorber un cuanto de luz, cualquiera que sea su situación dentro de la cubeta. Esto implica que la solución es suficientemente diluida para que ninguna molécula quede oculta en la sombra de otra⁶.

La combinación de las leyes de Beer y de Lambert lleva a la ecuación No. 3:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon cl = A$$

Ecuación No. 3: Ley de Beer Lambert

Donde I_0 es la intensidad de la luz monocromática incidente, I es la intensidad de la luz monocromática emergente; ϵ es la absortividad molar (a veces denominada coeficiente de extinción); c es la concentración; l es el recorrido luminoso (en centímetros); y A es la absorbancia o densidad óptica⁷.

La fracción de luz transmitida, que es I/I_0 recibe el nombre de *transmitancia*. La *transmitancia* por ciento es simplemente $100 I/I_0$. Los cuadrantes de los espectrofotómetros generalmente llevan dos escalas, una graduada en unidades de absorbancia y otra en transmitancia por ciento. En el análisis espectrofotométrico diario se lee la absorbancia, pues esta es directamente proporcional a la concentración, si se cumple la ley de Beer. Pero por otra parte, la escala de transmitancia es lineal y es más fácil de leer por interpolación entre las divisiones, particularmente cuando la transmitancia es inferior al 10%. En este intervalo la escala de absorbancias es casi inútil. Es preferible, pues, leer la transmitancia lo más exactamente que se pueda y

⁵ H.D Durst, G.W. Gokel. Química Orgánica Experimental. Barcelona, España: Editorial Reverte, 1985

⁶ Harold F. Walton, Jorge Reyes. Análisis químico e instrumental moderno. Barcelona, España: Editorial Reverte, 1983

⁷ H.D Durst, G.W. Gokel. Química Orgánica Experimental. Barcelona, España: Editorial Reverte, 1985

luego convertirla en absorbancia por medio de la tabla de logaritmos o de la escala logarítmica de una regla de cálculo ⁸.

Con la ley de Beer-Lambert se desarrollaron los primeros métodos espectroscópicos que corresponden a la región visible del espectro electromagnético. De acuerdo con lo anterior se da paso al estudio del espectro electromagnético principalmente a la radiación infrarroja.

5.7 EL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO

El campo del infrarrojo pertenece a una región del espectro electromagnético (o simplemente espectro) el cual es el rango de todas las radiaciones electromagnéticas posibles. El espectro de un objeto es la distribución característica de la radiación electromagnética de ese objeto, que emite (espectro de emisión) o absorbe (espectro de absorción) una sustancia ⁹.

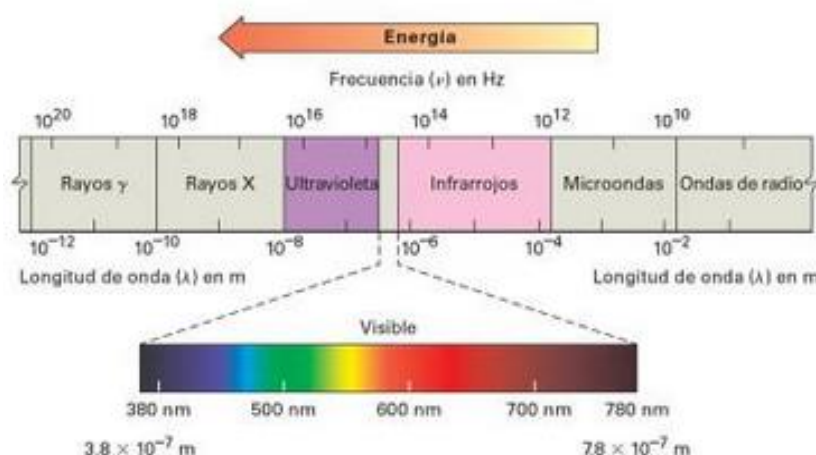


Figura No 19: Espectro electromagnético. Fuente: http://books.google.com.co/books?id=okQZdnD_MvQC&pg=PA434&dq=espectro+electromagnetico&hl=en&sa=X&ei=eXR5UpfLMsGskQf42IHgAQ&ved=0CGcQ6AEwCA#v=onepage&q=espectro%20electromagnetico&f=false

La luz visible, infrarroja, ultravioleta, las microondas y las ondas de radio son ejemplos de radiación electromagnética como se observa en la figura No 19.

⁸ Harold F Walton, Jorge Reyes. Análisis químico e instrumental moderno. . Barcelona, España: Editorial Reverte, 1983

⁹ El espectro electromagnético. Disponible en internet: http://www.espectrometria.com/espectro_electromagnetico

Todas ellas viajan a la velocidad de la luz, pero se diferencian en cuanto a su frecuencia y longitud de onda. La *frecuencia* de una onda es el número de ciclos ondulatorios que pasan por un punto fijo en un segundo, es representada por la letra griega ν (nu), y sus unidades son en hertz (Hz), que quiere decir ciclos por segundos. La *longitud de onda*, representada por la letra griega λ (lambda) es la distancia entre dos picos (o dos valles) cualquiera de la onda¹⁰. Esta relación se muestra en la ecuación No.4.

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad \text{o} \quad \nu = \frac{c}{\lambda}$$

Ecuación No.4: Frecuencia de una onda

Al igual que la materia que únicamente viene en unidades discretas llamadas átomos, la energía electromagnética solo se transmite en cantidades discretas llamadas *cuantos*. La cantidad de energía ε , que corresponde a 1 cuanto de energía (1 fotón) de una frecuencia dada, ν , se expresa por la ecuación de Planck.

$$\varepsilon = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

Ecuación No. 5: Ecuación de Plank

Donde h = constante de Planck ($6,62 \times 10^{-34}$ J/S = $1,58 \times 10^{-34}$ cal/s)

La ecuación de Planck indica que la energía de un fotón dado varía directamente con su frecuencia ν pero *inversamente* con su longitud de onda λ . Las frecuencias altas y longitudes de onda cortas corresponden a una radiación de alta energía como los rayos gamma; las frecuencias bajas y longitudes de onda largas corresponden a radiaciones de baja energía como las ondas de radio. Al multiplicar ε por el número de Avogadro N_A da la misma ecuación en unidades más familiares, donde E representa la energía del número de Avogadro (un “mol”) de fotones de longitud de onda λ :

¹⁰ L.G.Wade. Química Orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993

$$E = \frac{N_A hc}{\lambda} = \frac{1,20 \times 10^{-4} \text{ kJ/mol}}{\lambda (m)} \text{ o } \frac{2,86 \times 10^{-5} \text{ kcal/mol}}{\lambda (m)}$$

Cuando se expone un compuesto orgánico a un haz de radiación electromagnética, absorbe energía de algunas longitudes de onda pero pasa, o transmite, energía de otras longitudes de onda. Si irradiamos la muestra con energía de varias longitudes de onda diferentes y determinamos cuáles se absorben y cuáles se transmiten, podemos medir el espectro de absorción del compuesto¹¹.

5.7.1 REGIONES DEL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO

El espectro electromagnético ha sido dividido en diferentes regiones cuyos límites son más o menos arbitrarios y dependen en buena medida en nuestra capacidad de poder producir o detectar esas regiones del espectro. El descubrimiento y especialmente el desarrollo de las aplicaciones prácticas de las diferentes regiones ha dependido de la capacidad tecnológica de producir fuentes de radiación apropiadas y detectores o medidores sensibles a esas respectivas regiones. En la Tabla 3 se indican los rangos aproximados de frecuencias (en Hz ó ciclos/s) y longitudes de onda (en metros) y energías promedio (eV) de las diferentes regiones del espectro electromagnético ¹².

¹¹ McMurry John . Química orgánica. Mexico: Editorial Cengage learning. Octava edición.

¹² Fontal Bernardo. "El espectro electromagnético y sus aplicaciones". Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

Region	Frecuencia (Hz ò ciclos/s)	Longitud de onda (m)	Energia del fotòn (eV, promedio)
Rayos Gamma	$10^{22} - 10^{19}$	$10^{-11} \text{ ---- } 10^{-14}$	10^{10}
Rayos – X	$10^{17} - 10^{20}$	$10^{-8} \text{ ---- } 10^{-11}$	10^5
Ultravioleta	$10^{15} - 10^{17}$	$10^{-6} \text{ ---- } 10^{-8}$	10^3
Visible	$10^{14} - 10^{15}$	$4 \times 10^{-6} \text{ ---- } 7 \times 10^{-6}$	1
Infrarrojo	$10^{11} - 10^{14}$	$10^{-3} \text{ ---- } 10^{-5}$	10^{-3}
Microondas	$10^9 - 10^{11}$	$10^{-1} \text{ ---- } 10^{-3}$	10^{-5}
Ondas de radio	$10^3 - 10^9$	$10^5 \text{ --- } 10^{-1}$	10^{-10}
Corriente alterna	$10^2 - 10^3$	$10^7 \text{ --- } 10^5$	10^{-15}

Tabla No 3: Carcateristicas del espectro electromagnètico

Fuente: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

5.7.2 TIPOS DE RADIACIÓN

Existen muchos tipos de radiación conocidos, a menudo somos rodeados por radiación ya sea con el horno microondas, el sol, la energía eléctrica, se enunciaran algunos tipos aunque el esquema de clasificación suele ser preciso, en realidad existe algo de trasposición entre tipos vecinos de energía electromagnética. Por ejemplo, las ondas de radio a 60 Hz pueden ser recibidas y estudiadas por astrónomos, o pueden ser conducidas a lo largo de cables como energía eléctrica. También, algunos rayos gamma de baja energía realmente tienen una longitud de onda más larga que algunos rayos X de gran energía. Esto es posible porque "rayo gamma" es el nombre que se le da a los fotones generados en la descomposición nuclear u otros procesos nucleares y subnucleares, mientras que los rayos X son generados por transiciones electrónicas que implican electrones interiores muy energéticos. Por lo tanto, la

diferencia entre rayo gamma y rayo X está relacionada con la fuente de radiación más que con la longitud de onda de la radiación¹³.

1. **Las ondas de radio o también conocidas radiofrecuencias:** Las ondas de radio suelen ser utilizadas mediante antenas del tamaño apropiado (según el principio de resonancia), con longitudes de onda en los límites de cientos de metros a aproximadamente un milímetro. Se usan para la transmisión de datos, a través de la modulación. La televisión, los teléfonos móviles, las resonancias magnéticas, o las redes inalámbricas y de radio-aficionados, son algunos usos populares de las ondas de radio.

Las ondas de radio pueden transportar información variando la combinación de amplitud, frecuencia y fase de la onda dentro de una banda de frecuencia. El uso del espectro de radio está regulado por muchos gobiernos mediante la asignación de frecuencias. Cuando la radiación electromagnética impacta sobre un conductor, se empareja con él y viaja a lo largo del mismo, induciendo una corriente eléctrica en la superficie de ese conductor mediante la excitación de los electrones del material de conducción. Este efecto (el efecto piel) se usado en las antenas¹⁴.

2. **MICROONDAS:** Las microondas son ondas electromagnéticas con longitud de onda mayores que el infrarrojo, pero menores que las ondas de radio. Las microondas tienen longitud de onda aproximadamente en el rango de 30 cm (frecuencia = 1GHz) a 1 mm (300 GHz). También se incluye el rango de 1 GHz a 1000 GHz, aunque la mayoría de las aplicaciones van de 1 a 40 GHz. El límite entre el infrarrojo lejano, las microondas y las ondas de radio de ultra alta frecuencia son bastante arbitrarias. El rango de microondas incluye: frecuencia ultra alta (UHF) (0,3 – 3 GHz), súper alta frecuencia

¹³ El espectro electromagnético. Disponible en internet: (http://www.espectrometria.com/espectro_electromagnitico)

¹⁴El espectro electromagnético. Disponible en internet: (http://www.espectrometria.com/espectro_electromagnitico)

(SHF) (3- 30 GHz) y extremadamente alta frecuencia (EHF) (30- 300 GHz). Las microondas interactúan principalmente con los movimientos de rotación de moléculas gaseosas y con movimientos moleculares rotacionales en líquidos y sólidos. En esto se basa la capacidad de hornos de microondas para calentar los alimentos, pues el agua que contienen absorbe la energía de microondas y se calienta. La región de microondas tiene muchas aplicaciones: en hornos de microondas para calentar y cocinar alimentos; transmisiones de radiodifusión y telecomunicaciones debido a un ancho de banda grande, como por ejemplo en televisión vía microondas; comunicación satelital; radar para transporte aéreo y radar doppler para seguir huracanes y tornados; protocolos inalámbricos (wireless) en comunicaciones e Internet (banda ISM, 2,4 GHz; 5GHz) ; redes en áreas metropolitanas (MAN) (2 a 11 GHz); televisión de cable e Internet (en cable coaxial); redes de teléfonos celulares; procesamiento de semiconductores (proceso de plasma); transmisión de energía; máser.¹⁵

3. **INFRARROJO:** El infrarrojo (IR) es radiación electromagnética de una longitud de onda mayor que la luz visible, pero menor que microondas. El nombre indica que está “por debajo” del rojo, que es el color visible de mayor longitud de onda. El IR se extiende desde 700 nm a 1 mm (1000 μm). La zona de IR del espectro no se puede ver, pero sí se puede detectar. El IR frecuentemente se subdivide en 3 regiones: a) Infrarrojo cercano (NIR, 780 -3000 nm); b) Infrarrojo medio (MWIR, 3000-6000 nm); c) Infrarrojo lejano (LWIR, 6000- 15000 nm)¹⁶. Muchos animales, incluyendo los humanos, son “sensibles” a la radiación infrarroja y tienen sensores (generalmente en la piel) que indican cuando recibimos radiación infrarroja, que la detectamos como sensación de calor.

¹⁵ Fontal Bernardo. “El espectro electromagnético y sus aplicaciones”. Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

¹⁶ Fontal Bernardo. “El espectro electromagnético y sus aplicaciones”. Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

Igualmente muchos animales (por ejemplo reptiles, que se dicen que tienen “sangre fría”) necesitan absorber energía calórica para su metabolismo, y se colocan en el sol diariamente a conseguir ese calor. Muchas de las aplicaciones interesantes de la región infrarrojo se han desarrollado gracias a la gran variedad de detectores de infrarrojo que ya existen entre esas tenemos detectores térmicos (la termopilas), detectores cuánticos, fotoconductores, fotodiodos, control remoto, visión nocturna, detectores de movimiento, espectroscopia infrarroja.¹⁷

4. **LUZ VISIBLE:** Los seres humanos son bañados constantemente por radiaciones electromagnéticas, entre ellas, la radiación que puede verse o luz visible. Un típico ojo humano responderá a longitudes de onda desde 400 a 700 nm aunque algunas personas pueden ser capaces de percibir longitudes de onda desde 380 a 780 nm. La luz visible consta de un espectro de colores que abarca desde el rojo en el extremo de mayor longitud de onda del espectro, hasta el violeta en el extremo de longitud de onda más corta.¹⁸

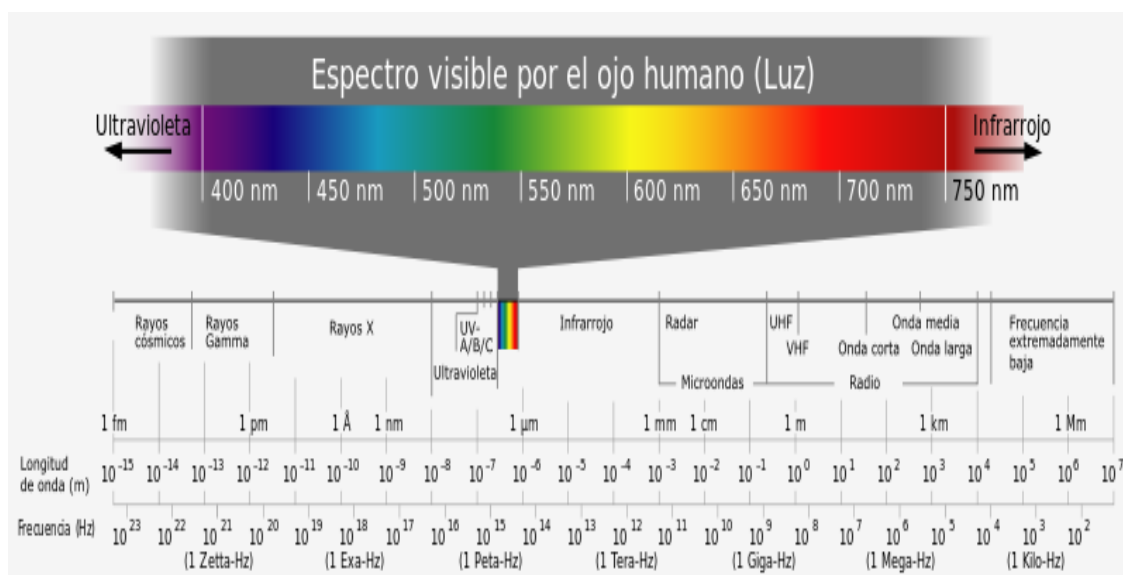


Figura No 20: Espectro Visible. Fuente: http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Electromagnetic_spectrum-es.svg

¹⁷ Ibid.

¹⁸ Kotz, c John; P. M. Química y reactividad química. Massachusetts : Editorial Thomson,2005

5.7.3 CARACTERISTICAS DEL ESPECTRO VISIBLE

En la luz visible se incluyen todos los colores que hacen parte del arco iris y que pueden ser producidos por la luz visible con una amplia gama de longitud de onda (violeta, azul, verde, amarillo, naranja y rojo). El espectro visible no agota los colores que el hombre es capaz de distinguir. La longitud de onda (la cual está relacionada a la frecuencia y la energía) de la luz es la que determina el color que percibimos. El rango de estos diferentes colores es bastante amplio y extenso, habiendo numerosos colores entre los que nos es posible distinguir. Como se observa en la figura No 21¹⁹.

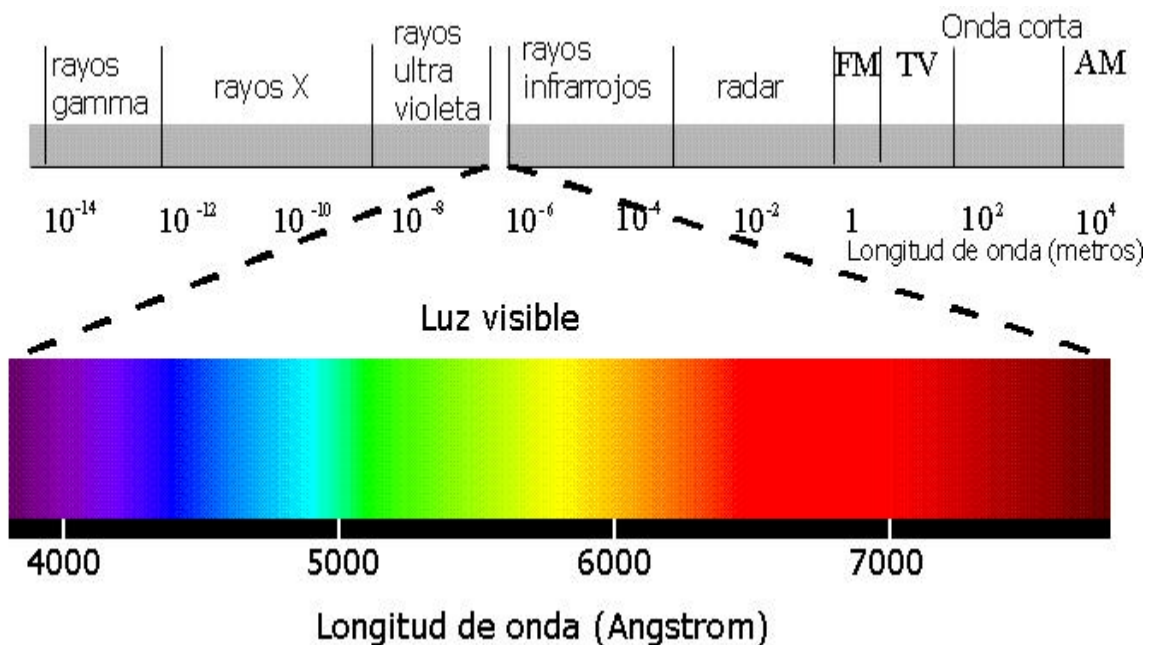


Figura No 21: Colores del espectro visible y sus longitudes de onda. Fuente:

<http://reflexionesfotograficas.blogspot.com/2011/01/el-espectro-visible-los-colores.html>

5. **ULTRAVIOLETA:** La radiación ultravioleta (UV) (que significa “más allá del violeta”), la luz visible (Vis) y el infrarrojo (IR) forman parte de la región óptica del espectro electromagnético. El UV tiene longitud de onda menor que la región visible, pero mayor que los rayos X suaves. El UV se subdivide en UV cercano (370- 200 nm de longitud de onda) y UV

¹⁹ El espectro visible de luz. Disponible en internet: <http://www.ojocientifico.com/2011/10/02/el-espectro-visible-de-luz>

extremo ó del vacío (200- 10 nm). Algunos animales, incluyendo pájaros, reptiles e insectos como las abejas, pueden ver en el UV cercano. Muchas frutas, flores y semillas, plumaje de aves sobresalen en la región UV. El Sol es nuestra principal fuente de luz visible en el planeta Tierra. El sol emite radiación UV en las bandas UVA, UVB y UVC, pero debido a la absorción en la capa de ozono de la atmósfera, el 99% de la radiación UV que llega a la superficie terrestre es UVA (La región UVC es la responsable de la generación del ozono). La variedad de aplicaciones prácticas de la región UV se han desarrollado debido a la variedad y sensibilidad de los detectores de radiación en esta región. Los principales detectores son: tubo fotomultiplicador (PMT), detectores de semiconductores, fotodiodos, dispositivos acoplados de carga (CCD)²⁰.

6. **RAYOS X:** Los rayos X (o rayos Röntgen en honor a su descubridor) es otra región del espectro electromagnético cuya longitud de onda (λ) está en el rango de 10 nanómetros a 100 picómetros (10^{-8} a 10^{-11} cm) y energías entre 200 y 100000 eV. Es una forma de radiación ionizante, por lo que puede ser peligrosa. Rayos X con longitud de onda mayor que 0.1 nm se llaman rayos X suaves. A longitudes de onda menores se llaman rayos X duros. Los rayos X son generados por procesos electrónicos energéticos²¹. La aplicación de los rayos X es también de gran importancia, sobre todo a la rama de la salud, pues gracias a ella la radiología a tomado un gran avance a lo largo de los años, para los tratamientos de personas con cáncer, las mamografías, resonancia magnética, ultrasonidos, tomografía axial computarizada, entre otros.

²⁰ Fontal Bernardo. "El espectro electromagnético y sus aplicaciones". Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

²¹ Ibíd.

7. **RAYOS GAMMA:** Los rayos gamma (γ) corresponden a la región de fotones más energéticos del espectro electromagnético, con energías en MeV (10^6 eV) y pueden llegar a 10^{10} eV, o sea son 10000 a 10000000 veces más energéticos que fotones de luz visible. Los rayos γ están asociados a los rayos cósmicos, que son partículas cargadas altamente energéticas que chocan con la atmósfera terrestre y vienen desde los confines del Universo²².

Son útiles a los astrónomos en el estudio de objetos o regiones de alta energía, y son útiles para los físicos gracias a su capacidad penetrante y su producción de radioisótopos. La longitud de onda de los rayos gamma puede medirse con gran exactitud por medio de dispersión Compton. No hay ningún límite exactamente definido entre las bandas del espectro electromagnético²³.

De acuerdo con lo señalado el espectro electromagnético reúne todas las diferentes regiones del infrarrojo que se deben estudiar, para ello la constante de Planck va relacionada con las determinaciones de la energía de un fotón con variaciones de frecuencias a distintas longitudes de onda.

5.8 CONSTANTE DE PLANCK

En 1900, el físico alemán Max Planck anunció que efectuando una extraña modificación en el cálculo clásico había podido deducir una función $P(\lambda, T)$ que concordaba con los datos experimentales a todas las longitudes de onda. Planck encontró primero una función empírica que se ajustaba bien a los datos y luego buscó la manera de modificar el cálculo clásico²⁴.

²² Fontal Bernardo. "El espectro electromagnético y sus aplicaciones". Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet: http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf

²³ El espectro electromagnético. Disponible en internet: (http://www.espectrometria.com/espectro_electromagnético)

²⁴ Tipler, P, A. Física Preuniversitaria, volumen 2. Barcelona, España: Editorial Revertè. 1998.

En el año 1901, Planck afirmó que sólo era posible describir la radiación del cuerpo negro con una fórmula matemática que correspondiera con las medidas experimentales, si se aceptaba la suposición de que la materia sólo puede tener estados de energía discretos y no continuos²⁵. Esto quiere decir que ciertas propiedades físicas sólo toman valores múltiplos de valores fijos en vez de un espectro continuo de valores.

La constante de Planck desempeña un papel central en la física porque revolucionó la mecánica clásica para dar inicio a lo que hoy conocemos como Mecánica Cuántica.

La constante de Planck es la relación entre la cantidad de energía y de frecuencia asociadas a un cuanto o a una partícula elemental, donde E es la energía del foton, f es la frecuencia de su onda electromagnética asociada y h es la constante de Planck.

$$E = hf$$

Ecuación No 6: Constante de Planck

La idea de Planck era que la radiación electromagnética emitida por un cuerpo negro se podía modelar como una serie de osciladores armónicos con una energía cuántica. Relacionando la energía (E) de los fotones de la radiación, con su frecuencia y con su momento angular, se obtiene:

$$E = h\nu = h \frac{\omega}{2\pi} = \frac{h}{2\pi} \omega = \hbar\omega$$

Ecuación No 7: Ley de Planck

Este modelo se mostró muy exacto y desde entonces se denomina ley de Planck y significa que el universo es cuántico y no continuo.

²⁵ Disponible en internet: (<http://astrojem.com/teorias/constantedeplanck.html>)

A nivel macroscópico no parece ser así, pues el valor de la constante de Planck es tan pequeño que el efecto de esta "cuantización" o "discretización" de los valores de la energía de cualquier sistema aparentemente varían de forma continúa.

$$h = 6.6260693 (11) \times 10^{-34} J \cdot s = 4.13566743(35) \times 10^{-15} eV \cdot s$$

Ecuación No 8: Valor de la Constante de Planck

Los dos dígitos entre paréntesis denotan la incertidumbre en los últimos dígitos del valor²⁶.

Por otro lado, el número de onda, se define de acuerdo a la frecuencia emitida dentro del espectro, tal como se define a continuación.

5.9 NÚMERO DE ONDA

El número de onda es una magnitud de frecuencia, puede interpretarse como el número de longitudes de onda completas en una longitud dada. Los números de onda se informan en centímetros recíprocos (cm^{-1}). En la literatura científica se suele representar con la letra griega nu con virgulilla: $\tilde{\nu}$.

Esta magnitud se define como la inversa de la longitud de onda

$$\tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda}$$

Ecuación No 9: Número de onda

Donde λ es la longitud de la onda en el medio²⁷.

De acuerdo al número de onda en el espectro infrarrojo, se presentan longitudes de onda más largas en relación a las longitudes de onda visibles que refleja el espectro.

²⁶ Disponible en internet: (<http://astrojem.com/teorias/constantedeplanck.html>).

²⁷ Atkins Peter, Julio de Paula. Química Física. Buenos Aires: Médica Panamericana. Octava edición.2008.

5.10 EL ESPECTRO INFRARROJO

De todas las propiedades de un compuesto orgánico, la que da más información acerca de su estructura es su espectro infrarrojo. Una molécula vibra constantemente: sus enlaces se *alargan* (y se contraen) y se *comban* recíprocamente. La absorción de la luz infrarroja produce cambios en las vibraciones de una molécula: la luz que se encuentra más allá (frecuencia, menor, longitud de onda mayor, energía menor) del rojo del espectro visible²⁸.

Las partes específicas del espectro infrarrojo se denotan por su longitud de onda o por su frecuencia. La longitud de onda se expresa en micrones, μ ($1\mu = 10^{-4}$ cm o 10^4 Å). La frecuencia no se expresa en hertz, sino en *número de ondas*, cm^{-1} , a menudo llamados *centímetros recíprocos*; el número de onda es simplemente el número de ondas por centímetro y es igual al recíproco de la longitud de onda en centímetros²⁹.

El espectro infrarrojo ayuda a conocer la estructura de un compuesto nuevo al informar de los grupos que se encuentran en una molécula, o que no están en ella. Un grupo de átomos determinado da origen a *bandas de absorción características*; es decir, un grupo específico absorbe luz de frecuencias determinadas, que son prácticamente las mismas de un compuesto a otro³⁰.

La región del infrarrojo (del latín *infra*, que quiere decir “debajo” del rojo) del espectro corresponde a frecuencias que van desde valores inferiores a las frecuencias del visible hasta valores que colindan con frecuencias más altas de microondas y radar: longitudes de onda desde unos 8×10^{-5} cm hasta 1×10^{-2} cm. Los espectros infrarrojos normales trabajan a la mitad de esta región. Aunque los fotones infrarrojos no tienen suficiente energía para provocar transiciones

²⁸ Morrison Thornton Robert, R. N. Química Orgánica. Massachusetts: Pearson Addison Wesley. Quinta edición. 1998.

²⁹ Ibid

³⁰ Morrison Thornton Robert, R. N. Química Orgánica. Massachusetts: Pearson Addison Wesley. Quinta edición. 1998.

electrónicas, pueden hacer que vibren grupos de átomos con respecto a los enlaces que los unen³¹.

La posición de una banda de absorción infrarroja se especifica por su longitud de onda (λ) medida en *micras*. Una micra (o *micrometro*). Sin embargo, una unidad más empleada es el **número de onda** ($\bar{\nu}$), que corresponde al número de ciclos (longitud de onda) de la onda en un centímetro. Este número de onda es simplemente el recíproco de la longitud de onda (en centímetros)³².

La región del infrarrojo se subdivide a su vez en tres regiones: la del *infrarrojo próximo o cercano*, la del *infrarrojo medio o fundamental* y la del *infrarrojo lejano*.

La región del *infrarrojo próximo o cercano* se caracteriza por presentar bandas o absorciones en la región de 400 nm a 2500 nm (2500 cm^{-1} a 400 cm^{-1}), las cuales son el resultado de armónicos o combinación de bandas originadas en la región del infrarrojo medio. Los espectros infrarrojos están constituidos por la representación gráfica de la energía absorbida en función de la longitud de onda. Está prácticamente orientada a la determinación y cuantificación de compuestos orgánicos, los cuales se caracterizan por la presencia de grupos funcionales como -OH, -NH, -CO y -CH en las muestras que se analizan. La línea de base del espectro asciende con el incremento de la longitud de onda³³.

La región del *infrarrojo medio o fundamental*, comprendida entre 2,5 – 25 μm ($4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$), se suele llamar también “infrarrojo de prisma”, porque los primeros instrumentos comerciales utilizados estaban equipados con prismas (de NaCl y KBr), para dispersar la radiación. En esta región aparecen las bandas de absorción debidas a las vibraciones fundamentales de las

³¹ L.G.Wade. Química Orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993

³² *Ibíd.*

³³ Disponible en internet: (http://www.ecured.cu/index.php/Espectro_infrarrojo)

moléculas, por lo que es la más importante y más empleada en espectroscopia infrarroja³⁴.

En la región del *infrarrojo lejano* las primeras aplicaciones químicas de esta técnica consistieron en estudios de absorción en el intervalo entre 400 y 10 cm^{-1} (25 y 1000 μm). La ventaja energética del sistema interferométrico sobre el dispersivo da lugar por lo general a una significativa mejora en la calidad de los espectros. Es útil en los estudios inorgánicos ya que la absorción causada por las vibraciones de extensión y flexión de los enlaces entre átomos metálicos y ligandos inorgánicos u orgánicos, se produce por lo general a frecuencias menores de 600 cm^{-1} ($>17\mu\text{m}$). Los estudios en el infrarrojo lejano de sólidos inorgánicos han proporcionado también información útil acerca de las energías de los retículos cristalinos y la energía de transición de los materiales semiconductores. Las moléculas que solo contienen átomos livianos, absorben en la región del infrarrojo lejano y presentan modalidades de flexión estructural en la que participan más de dos átomos de hidrogeno distintos. Como ejemplos importantes, se pueden citar los derivados del benceno que por lo general muestran varios picos de absorción. En el infrarrojo lejano los gases presentan absorción rotatoria pura siempre que las moléculas tengan momentos bipolares permanentes³⁵.

De acuerdo con lo expuesto anteriormente, es importante resaltar las funciones primordiales que tiene la región del infrarrojo del espectro electromagnético.

5.11 APLICACIONES DEL INFRARROJO

La identificación de grupos funcionales específicos, especialmente en moléculas orgánicas, es la aplicación principal de la espectroscopia IR, en tanto que permite la caracterización de sustancias desconocidas y el seguimiento de

³⁴ Rubio Morcillo Jesús. "Espectroscopia Infrarroja". Departamento de Química, Física, Facultad de ciencias. Universidad Complutense de Madrid. Monografía No 12, Pag 80.

³⁵ Disponible en internet: (http://www.ecured.cu/index.php/Espectro_infrarrojo)

especies concretas³⁶. A continuación se presentan las principales familias de compuestos en los que esta técnica ha encontrado aplicación cualitativa.

Compuestos orgánicos

Una de las principales aplicaciones de la Espectroscopia IR es la identificación de compuestos orgánicos.

Compuestos inorgánicos

Los compuestos inorgánicos son estudiados habitualmente por IR. Reciben especial atención los compuestos de boro, silicio y fósforo.

Polímeros

Esta técnica es un método habitual para la caracterización de polímeros, ofreciendo información sobre la estructura y composición del material. Así, se obtienen datos de isomería conformacional y configuracional, enlaces por puente de hidrógeno, orden en la cadena y cristalinidad.

Sistemas biológicos

La comprensión de las relaciones entre la estructura y la función de los materiales biológicos es uno de los retos en la biología actual. La Espectroscopia IR ha demostrado ser una herramienta poderosa en el estudio de moléculas biológicas, especialmente las proteínas y los lípidos³⁷.

5.12 REGIONES ESPECTRALES EN EL INFRARROJO

El infrarrojo medio se suele estudiar en cuatro zonas:

³⁶ Martínez Serrano José Luis. "Espectroscopia Infrarroja 1- fundamentos". Curso: Instrumentación y métodos de análisis químico. Disponible en internet: www.upct.es/~minaees/espectroscopia_infrarroja.pdf

³⁷ Ibíd.

1. Región de vibración de extensión X-H (4000-2500 cm⁻¹)

Esta absorción corresponde a la extensión de enlaces con hidrógeno (alcoholes, aminas y enlaces C-H), y no se ve muy afectada por el resto de la molécula por lo que las bandas son bastante constantes en esa zona. Las vibraciones de stretching C-H de los grupos metilo y metileno son las más características a la hora de identificar un compuesto como orgánico conteniendo al menos un centro alifático, y aparecen entre 3000-2850 cm⁻¹ ³⁸.

El O-H stretching produce una banda ancha en el rango 3700-3600 cm⁻¹, que probablemente es una de las más dominantes y características entre las absorciones de grupos funcionales. Si hay enlace por puente de hidrógeno (muy frecuente aunque en distinta extensión) se produce un ensanchamiento de las bandas y una ligera disminución en la frecuencia de absorción. La distinción entre alcoholes primarios, secundarios y terciarios se hace con la ayuda de las bandas C-O- stretching y O-H bending ³⁹.

El N-H stretching se suele observar entre 3400 y 3300 cm⁻¹ y generalmente es una absorción más aguda que la O-H. Los compuestos con el grupo NH₂ presentan una estructura doblete mientras que las aminas secundarias tienen una única banda aguda ⁴⁰.

2. Región del triple enlace (2500-2000 cm⁻¹)

En esta región absorbe un número muy limitado de compuestos, de modo que su presencia se hace fácilmente evidente (-C≡N, C≡O, -C≡C-, -N+≡C--). Mientras que el -C≡C- stretching se presenta como una banda muy débil, las demás son de intensidad media ⁴¹.

³⁸ Martínez Serrano José Luis. "Espectroscopia Infrarroja 1- fundamentos". Curso: Instrumentación y métodos de análisis químico. Disponible en internet: www.upct.es/~minaees/espectroscopia_infrarroja.pdf

³⁹ *Ibid.*, pág. 25.

⁴⁰ *Ibid.*, pág. 25

⁴¹ Martínez Serrano José Luis. "Espectroscopia Infrarroja 1- fundamentos". Curso: Instrumentación y métodos de análisis químico. Disponible en internet: www.upct.es/~minaees/espectroscopia_infrarroja.pdf

3. Región del doble enlace (2000-1550 cm^{-1})

Las bandas principales se deben al grupo carbonilo C=O (1830-1650 cm^{-1}) y al doble enlace C=C, siendo la primera mucho más intensa que la segunda y una de las más fáciles de reconocer en el espectro. Otras bandas en esta zona son la C=N y la flexión de aminas y alcoholes. Una serie de bandas débiles de combinación entre 2000 y 1650 cm^{-1} se suelen utilizar para asignar el grado de sustitución en anillos bencénicos⁴².

4. Región de huella dactilar (1500 a 600 cm^{-1})

En esta región del espectro pequeñas diferencias en la estructura y la constitución de una molécula dan por resultado cambios importantes en la distribución de los picos de absorción. Como consecuencia, la correspondencia de dos espectros en esta región constituye una prueba de su identidad. Muchos enlaces sencillos absorben en esta región y se produce fuerte interacción entre enlaces vecinos. Debido a su complejidad, es muy difícil interpretar de forma exacta el espectro en esta región (a diferencia de las anteriores), pero es esta complejidad y singularidad la que permite la utilidad de identificación como “huella dactilar”⁴³.

5.13 MOVIMIENTOS MOLECULARES

Antes de describir las absorciones infrarrojas características, se debe comprender algo de la teoría sobre las energías vibratorias de las moléculas. La figura No 22 indica que un enlace covalente entre dos átomos funciona como un resorte. Si se estira el enlace, una fuerza de restauración jala entre sí a los dos átomos hacia la longitud del enlace en equilibrio. Si se comprime el enlace, la fuerza de restitución empuja los dos átomos, apartándolos. Si se estira o se comprime el enlace y después se suelta, los átomos vibran⁴⁴.

⁴² Ibíd. Pág. 26.

⁴³ Ibíd. Pág. 27.

⁴⁴ L.G.Wade. Química Orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993

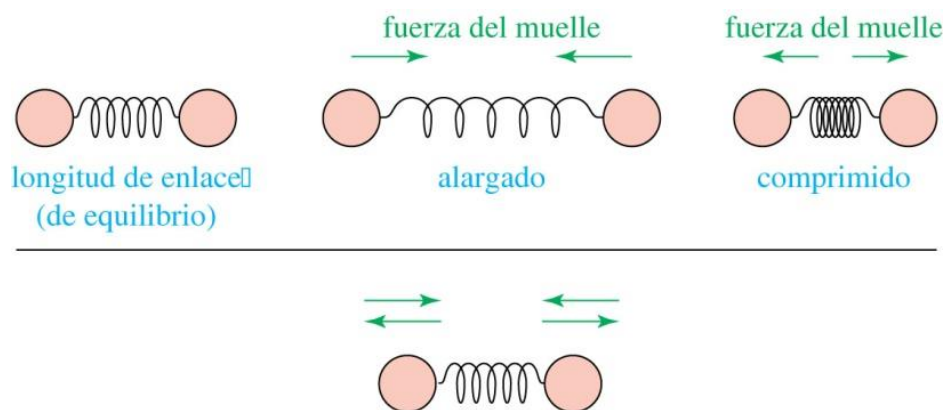


Figura No 22: Vibraciones moleculares Fuente:

https://www.google.com.co/search?q=vibraciones+moleculares&espv=210&es_sm=93&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ei=cGB4UquxHpW0sQSWuIHgDA&ved=0CAcQ_AUoAQ&biw=1366&bih=659#facrc=_&imgdii=_&imgrc=BFVFrQbWE GNWTM%3A%3B5Wls8im6weFgwM%3Bhttp%253A%252F%252Forganica1.org%252Fteoria1411%252F12_files%252Fslide0004_image017.jpg%3Bhttp%253A%252F%252Forganica1.org%252Fteoria1411%252F12_files%252Fslide0004.htm%3B816%3B354

La frecuencia de la vibración de tensión depende de dos cantidades: las masas de los átomos y la rigidez del enlace. Los átomos más pesados vibran más lentamente que los más ligeros. En un grupo de enlaces con energías similares de enlace, la *frecuencia disminuye cuando aumenta el peso atómico*. Los enlaces más fuertes por lo general son más rígidos y necesitan de mayor fuerza para extenderlos o comprimirlos. Por ello, vibran más rápidamente que los enlaces más débiles. Por ejemplo, los enlaces O-H son más fuertes que los C-H, y los anteriores vibran a mayor frecuencia. Los triples enlaces son más fuertes que los dobles enlaces, y por lo tanto, vibran a mayor frecuencia. Igualmente, los dobles enlaces vibran a mayores frecuencias que los enlaces sencillos. En un grupo de enlaces que tienen átomos de masas semejantes, la *frecuencia aumenta con la energía de enlace* ⁴⁵.

En el caso de los compuestos simples, los espectros infrarrojos tienen muchas absorciones diferentes, y no sólo una absorción por cada enlace. Muchas de esas absorciones se originan en las vibraciones de tensión de la molécula como un todo, o por vibraciones de flexión. En una vibración de flexión las longitudes de los enlaces permanecen constantes, pero los ángulos de enlace vibran con respecto a sus valores de equilibrio ⁴⁶. Consideremos los tipos de vibración fundamentales de una molécula de agua figura No 23. Los dos enlaces O—H se pueden tensionar en fase (tensión simétrica), o se pueden

⁴⁵ Ibíd.

⁴⁶ L.G.Wade. Química Orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993

tensionar fuera de de fase (tensiòn antisimètrica) el àngulo de enlace H—O—H tambien puede variar en una vibraciòn de flexiòn porque se tiene un movimiento como el de las tijeras ⁴⁷.

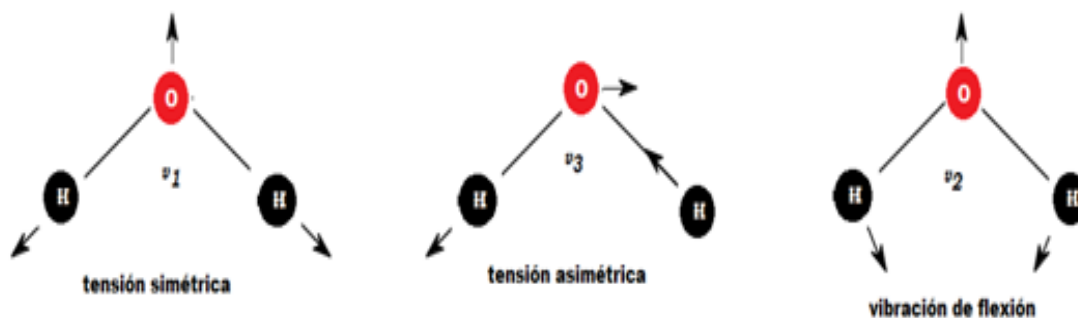


Figura No 23: Una molécula no lineal con n átomos tiene $3n-6$ modos vibratorios fundamentales. El agua tiene $3(3)-6 = 3$ modos. Dos de ellos son modos de tensión, y uno es un modo de flexión.

Fuente:

http://datateca.unad.edu.co/contenidos/401582/ContenidoLinea/leccin_19_aplicacin_de_la_teora_de_grupos_a_la_espectroscopia_infrarroja.html

Una molécula no lineal con n átomos tiene por lo general $3n - 6$ modos fundamentales de vibración. Por lo tanto, el metano tiene $3(5) - 6 = 9$ modos fundamentales, y el etano tiene $3(8) - 6 = 18$ modos fundamentales. También se observa combinaciones y múltiplos de estos modos simples o “fundamentales” de vibración. Como se puede apreciar, el número de absorciones en un espectro infrarrojo puede ser bastante grande, aun para moléculas sencillas⁴⁸.

Es poco probable que dos compuestos diferentes tengan las mismas frecuencias para todas sus vibraciones complejas. Por este motivo se considera que el espectro infrarrojo da una “huella dactilar” de una molécula. En efecto, la región del espectro infrarrojo que contiene la mayor parte de estas vibraciones complejas (600 a 1400 cm^{-1}) se llama normalmente **región dactilar** del espectro. Como las vibraciones de tensión simple son las más

⁴⁷ Ibid.

⁴⁸ Ibid.

características y predecibles, el estudio de la espectroscopia infrarroja se concentrará en ellas⁴⁹.

En relación, con el movimiento armónico simple, el cual describe el movimiento de una partícula sobre un eje en función del tiempo. Se explicara con más detalles a continuación.

5.14 MOVIMIENTO ARMONICO SIMPLE

Es el movimiento periódico en ausencia de rozamiento, producido por una fuerza de restitución, que es directamente proporcional al desplazamiento y aplicada en la misma dirección pero del sentido opuesto.

Este tipo de movimiento como modelo se utiliza en la espectroscopia IR debido a que esta técnica permite medir las frecuencias de vibración, las oscilaciones y los alargamientos que sufren dinámicamente los enlaces que conforman una molécula. Es de anotar que en el modelo explicativo un enlace se comporta como un resorte en donde

$$F = -KX$$

Ecuación No 10: Movimiento armónico simple

La frecuencia de vibración se evalúa mediante la expresión $f = \frac{1}{2\pi} \frac{\sqrt{k}}{m}$, en donde k, es la contante del resorte y m la masa de la partícula.

5.15 MODELO MECANICO

Se aplica para la vibración de tensión de una molécula diatómica. Las características de una vibración de tensión entre dos átomos, se puede aproximar a las de una molécula mecánica que consta de dos masas unidas mediante un resorte.

⁴⁹ L.G.Wade. Química Orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993

Flexión simétrica en el plano (“scissors”): el ángulo de enlace aumenta y disminuye porque los dos átomos de los extremos se acercan o se alejan entre ellos. Este acercamiento-alejamiento se da en el mismo plano formado por los tres átomos. Figura No 24 ⁵⁰.

Flexión asimétrica en el plano (“rock”): el ángulo de enlace aumenta y disminuye porque el átomo central se acerca a uno de los dos extremos y por tanto se aleja del otro, manteniéndose siempre los tres átomos en el mismo plano⁵¹. Figura No 24.

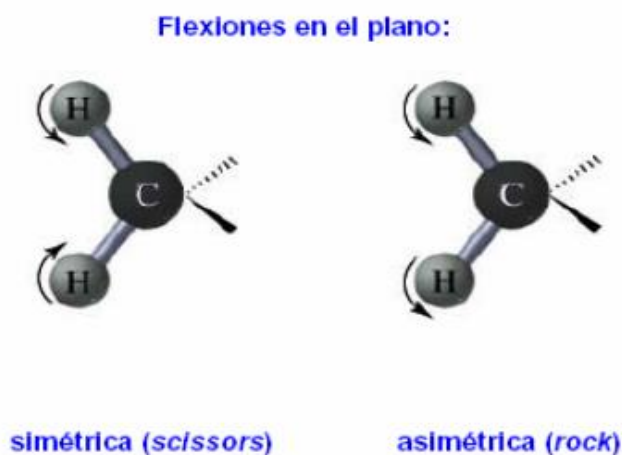


Figura No 24: flexiones en el plano. Fuente:
https://www5.uva.es/guia_docente/uploads/2012/469/45757/1/Documento14.pdf

Flexión simétrica fuera del plano (“twist”): el ángulo de enlace aumenta y disminuye porque los dos átomos de los extremos se acercan o se alejan entre ellos. Este acercamiento-alejamiento se da fuera del plano formado por los tres átomos⁵². Figura No 25.

Flexión asimétrica fuera del plano (“wag”): el ángulo de enlace aumenta y disminuye porque el átomo central se acerca a uno de los dos extremos y por

⁵⁰ Disponible en internet: https://www5.uva.es/guia_docente/uploads/2012/469/45757/1/Documento14.pdf

⁵¹ *Ibíd.*

⁵² *Ibíd.*

tanto se aleja del otro. Este movimiento del átomo central se da fuera del plano formado por los tres átomos implicados⁵³. Figura No 25.

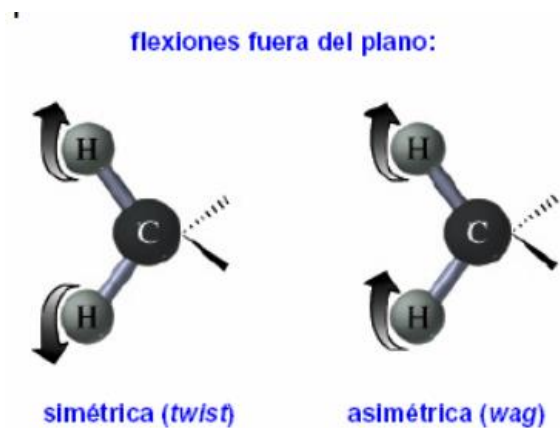


Figura No 25: flexiones fuera del plano. Fuente:
https://www5.uva.es/guia_docente/uploads/2012/469/45757/1/Documento14.pdf

5.15.1 HUELLA DACTILAR

La constitución de la molécula y pequeñas diferencias en la estructura dan lugar a cambios significativos en la distribución de los picos de absorción en la zona de absorción comprimida entre 1500 cm^{-1} y 700 cm^{-1} . Por lo tanto un estrecho parecido entre dos espectros en esta región es fuerte evidencia de la identidad de los compuestos que producen los espectros.

Esta zona que caracteriza los espectros de las sustancias es la que comúnmente se denomina huella dactilar del espectro.

Debido a su complejidad, rara vez es posible la interpretación exacta de los espectros de esta región; por otra parte esta complejidad es la que conduce a la utilidad de la región para fines de identificación.

A continuación se describen las propiedades fisicoquímicas de los Hidrocarburos objeto de estudio.

5.16 HEXANO

Nombre químico: Hexano

⁵³ Disponible en internet: https://www5.uva.es/guia_docente/uploads/2012/469/45757/1/Documento14.pdf

Sinónimos: n-hexano

Formula molecular: C₆H₁₄

Masa molar: 86,18 g/mol

Es un hidrocarburo alifático alcano con 6 átomos de carbonos, insoluble en agua. El hexano es una sustancia química derivada del petróleo crudo. Es un líquido incoloro de olor levemente desagradable, sumamente inflamable y sus vapores pueden explotar⁵⁴. Su estructura molecular resulta de la sumatoria de 2 grupos metilo y 4 grupos -CH₂- sensibles a la interacción con la radiación infrarroja.

USO

La mayor parte del hexano usado en industria se mezcla con sustancias químicas similares llamadas solventes el uso principal de los solventes que contienen hexano es en la extracción de aceites vegetales de cosechas. También se usa en los laboratorios⁵⁵.

Estos solventes también se usan como agentes para limpiar en imprentas, en industrias textiles, de muebles y de calzado. Ciertos tipos de pegamentos especiales usados en industrias de techado y de zapatos y cueros también contienen hexano. Varios productos de consumo tales como gasolina, pegamentos de secado rápido usados y cemento para pegar contienen hexano⁵⁶.

5.17 HEPTANO

Nombre químico: Heptano

Sinónimos: n-heptano

⁵⁴ Disponible en internet: (<https://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/138600-Hexano.pdf>)

⁵⁵ Disponible en internet: (<https://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/138600-Hexano.pdf>)

⁵⁶ *Ibíd.*

Formula molecular: C₇H₁₆

Masa molar: 100,2019 g/mol

Es un hidrocarburo saturado lineal de la familia de los alcanos, a temperatura ambiente es un líquido incoloro con un olor característico. Se trata de un compuesto fácilmente inflamable, irritante para la piel, peligroso para el medio ambiente y nocivo.⁵⁷ Su estructura molecular resulta de la sumatoria de 2 grupos metilo y 5 grupos –CH₂- sensibles a la interacción con la radiación infrarroja.

USO

El heptano es ampliamente utilizado en los laboratorios como un disolvente no-polar.

5.18 CICLOHEXANO

Nombre químico: Ciclohexano

Formula molecular: C₆H₁₂

Masa molar: 84,160 g/mol

El ciclohexano se produce por dehidrogenación catalítica de benceno de alta pureza. Es un cicloalcano (o hidrocarburo alicíclico) formado por 6 átomos de carbono, y 12 átomos de hidrógeno. Es un hidrocarburo líquido a temperatura ambiente y volátil, de color parecido al del benceno⁵⁸. Su estructura molecular resulta de la sumatoria de 6 grupos –CH₂- formando un anillo hexagonal, sensibles a la interacción con la radiación infrarroja.

⁵⁷ Disponible en internet: (<http://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/138599-Heptano.pdf>)

⁵⁸ Disponible en internet: (<http://www.ecopetrol.com.co/contenido.aspx?catID=222&conID=37382>)

USO

Se utiliza como materia prima para la producción de caprolactama y en la elaboración del ácido adípico, que a su vez es materia prima de la fabricación del nylon⁵⁹.

PRECAUCIONES

El ciclohexano es un líquido inflamable y volátil, por lo cual debe almacenarse lejos de posibles fuentes de ignición. Adicionalmente, bajo una exposición prolongada puede causar envenenamiento⁶⁰.

5.19 TETRADECANO

Nombre químico: Tetradecano

Formula molecular: C₁₄H₃₀

Masa molar: 198,39 g/mol

El tetradecano es un alcano de 14 átomos de carbono y cuya cadena es lineal, su estructura molecular resulta de la sumatoria de 2 grupos metilo y 12 grupos -CH₂- sensibles a la interacción con la radiación infrarroja.

⁵⁹ *Ibíd.*

⁶⁰ *Ibíd.*

6. METODOLOGIA

El desarrollo práctico se implementó en las siguientes etapas, descritas a continuación.

6.1 CALIBRACIÓN DEL EQUIPO

Este procedimiento se lleva a cabo de acuerdo con los criterios estipulados en el manual del usuario, descritos en el apartado 5.4.

6.2 MONTAJE DEL ATR Y TOMA DE BACKGROUND

Por igual se procede de acuerdo con el manual del usuario de este aditamento, tal como se describió en el apartado 5.5.

6.3 MUESTREO

Utilizando las espátulas del ATR, se transfiere al cristal de lectura algunas gotas de cada hidrocarburo y finalmente se selecciona la opción Measure del software para seleccionar el link Sample. Con este procedimiento el equipo empieza a calcular y graficar el espectro solicitado, el cual se muestra en el monitor. Para terminar, el espectro se guarda en la carpeta Espectros hidrocarburos. Con los demás hidrocarburos se realiza el mismo procedimiento.

Es importante anotar que las muestras utilizadas fueron reactivos tipo cromatografía, donadas por la empresa Casa Científica, estas muestras inicialmente se encontraban almacenadas en sendas ampollas de vidrio para evitar su contaminación y evaporación, cada ampolla contiene 1 mL de hidrocarburo.

6.4 RESULTADOS

Los espectros obtenidos a través de la metodología antes citada, se muestran en las figuras No 26, 27,28 y 29.

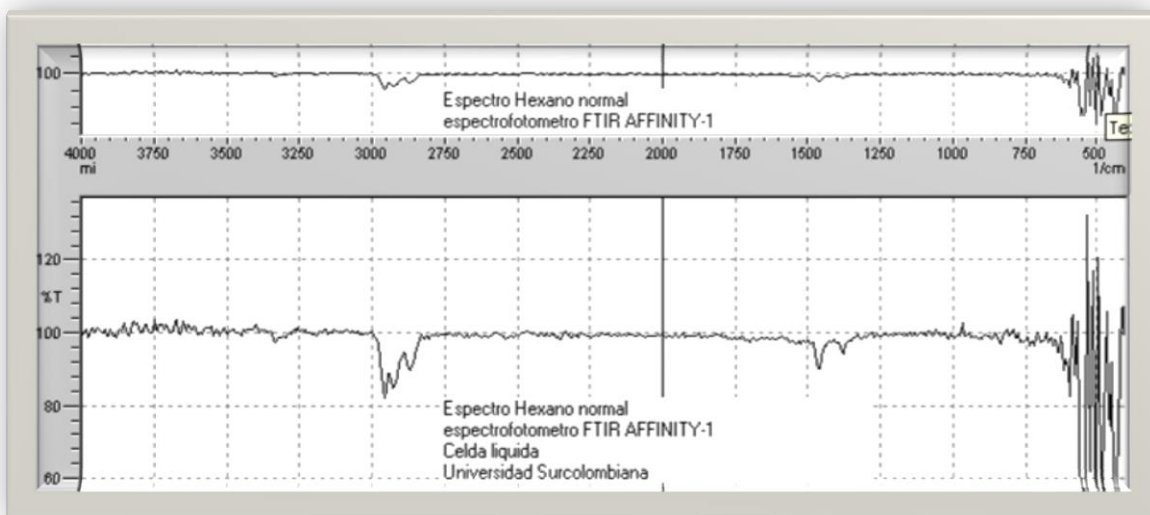


Figura No 26. ESPECTRO DEL HEXANO (C_6H_{14})

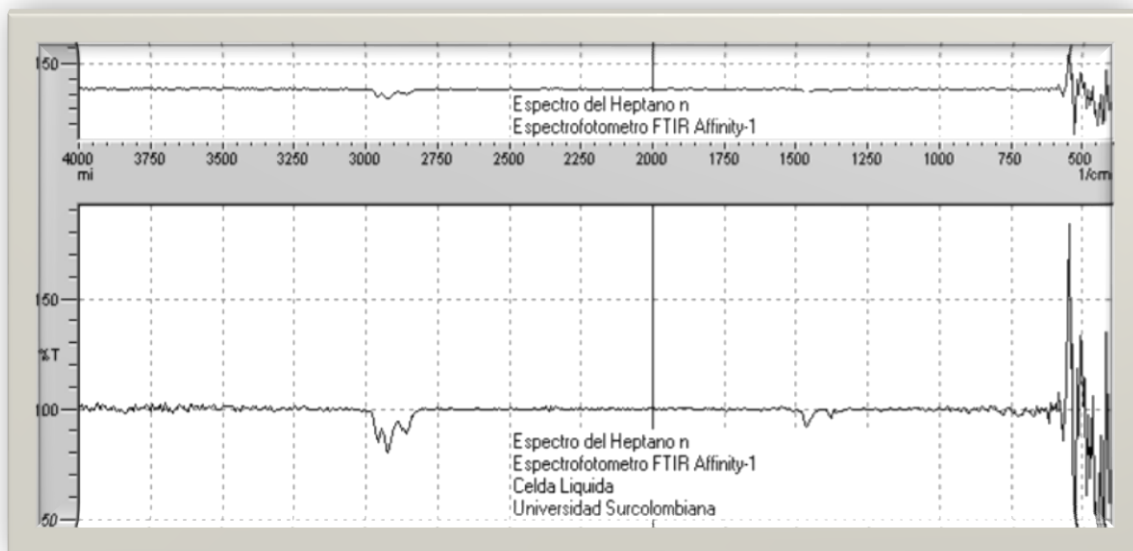


Figura No 27. ESPECTRO DEL HEPTANO (C_7H_{16})

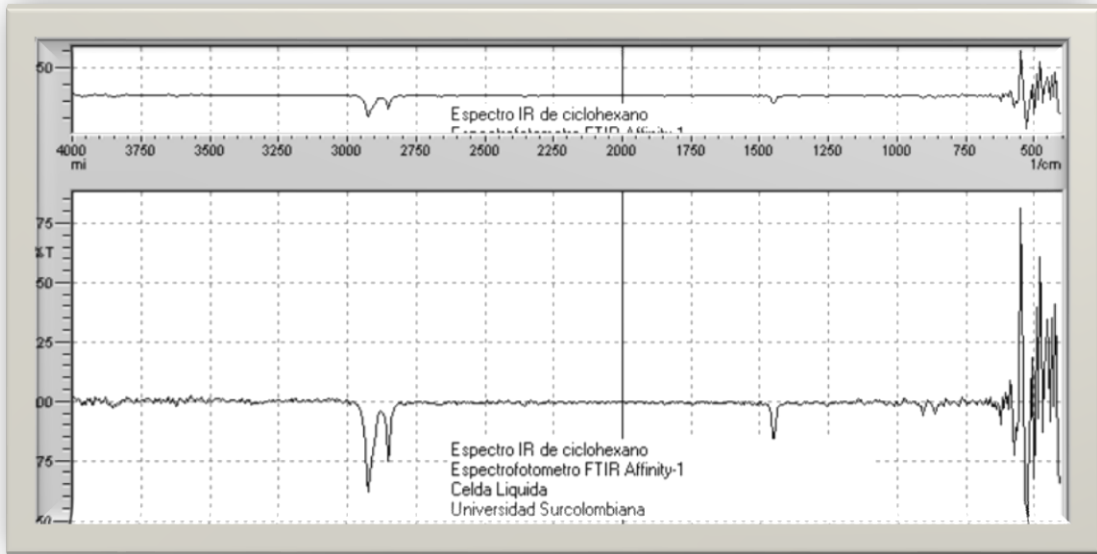


Figura No 28. ESPECTRO DEL CICLOHEXANO (C_6H_{12})

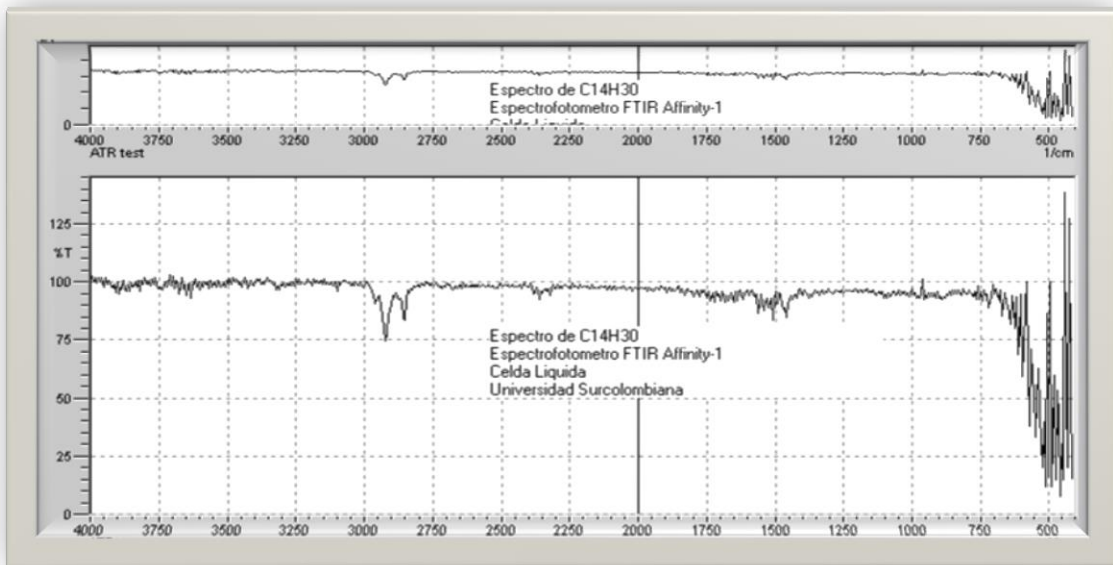
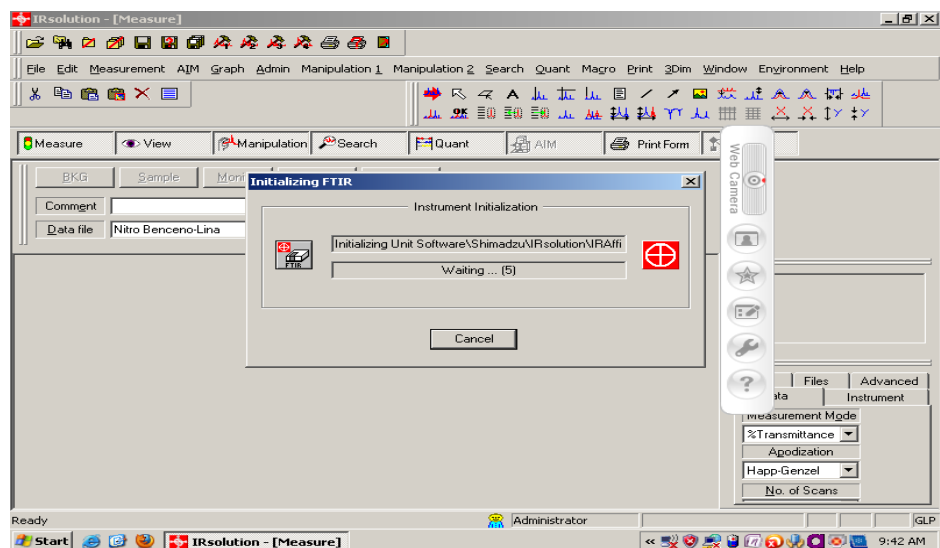


Figura No 29. ESPECTRO DEL TETRADECANO ($C_{14}H_{30}$)

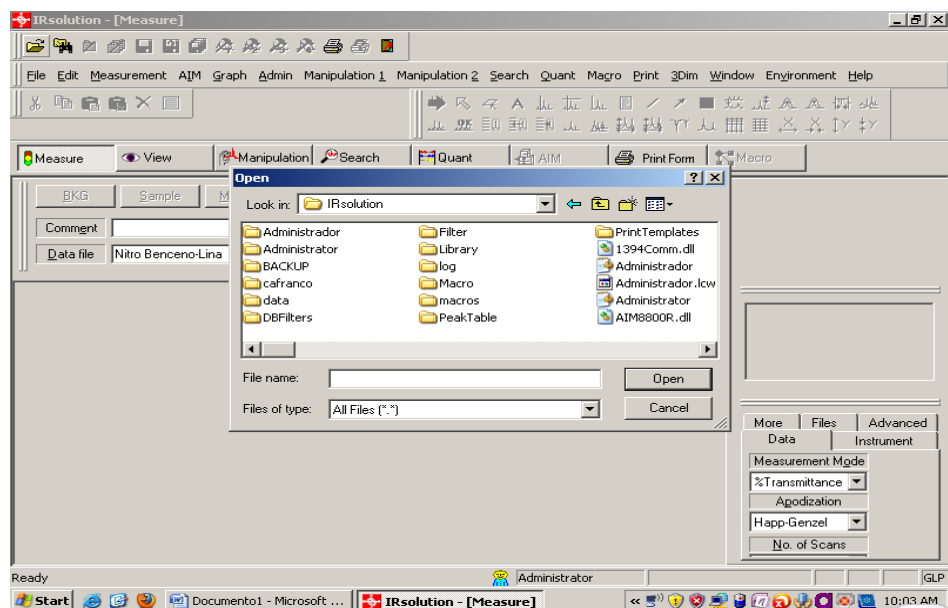
6.5 BASE DE DATOS

La base de datos se encuentra ubicada en el computador del espectrofotómetro.

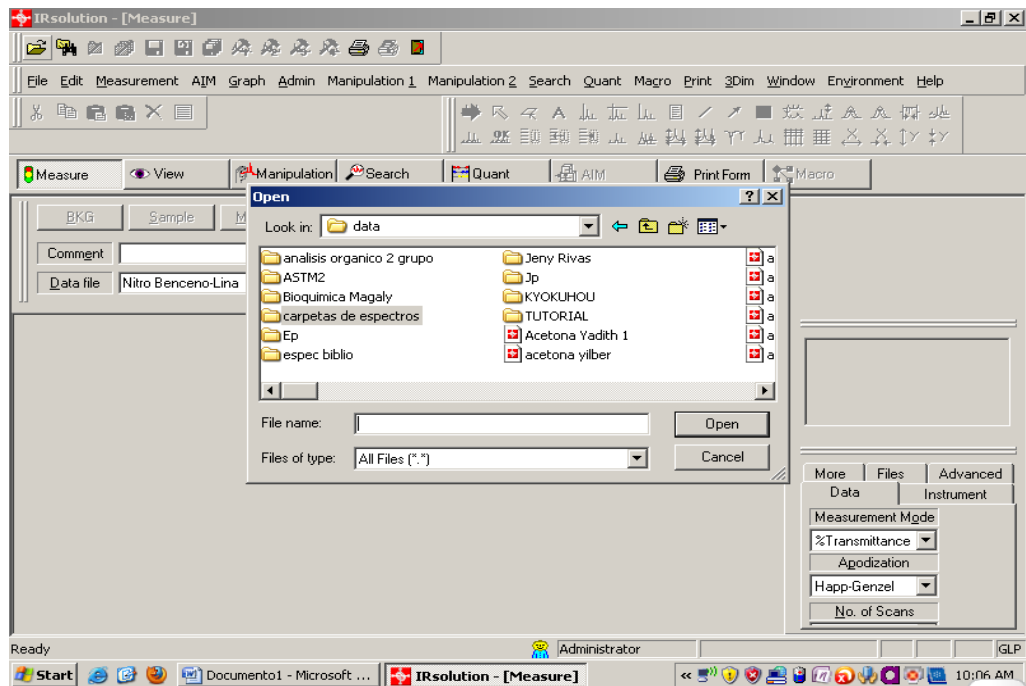
1. Ir a la barra inferior de la pantalla, INICIO, dar clic y seleccionar el icono del software IRsolution. Enseguida aparece el software con una subventana Initializing FTIR, esperar que se procese la información e inicie el software en cero.



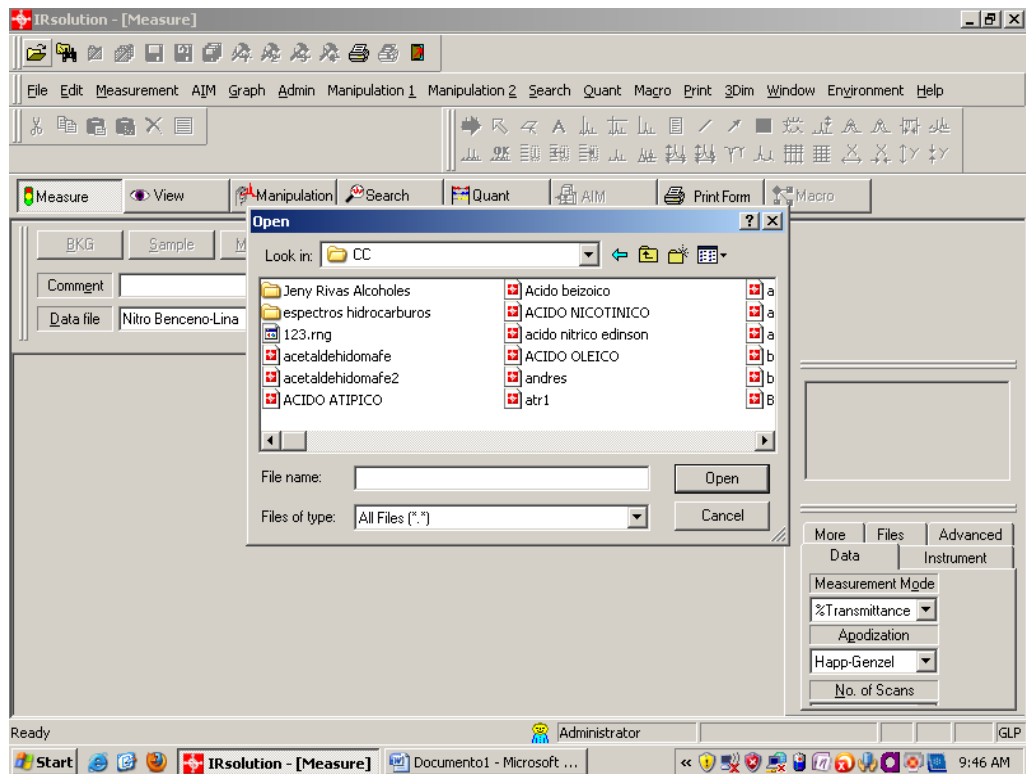
2. Ir al icono abrir, seleccionar la carpeta IRsolution y seleccionar la subcarpeta data.



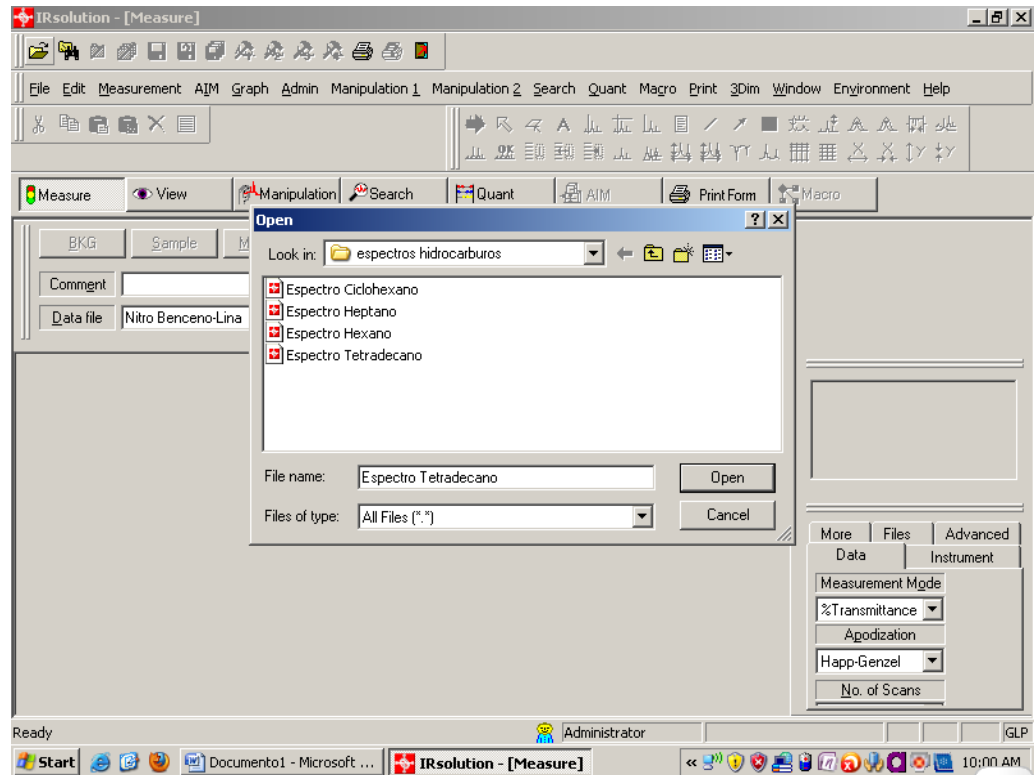
3. En la subcarpeta data aparece una carpeta que lleva el nombre de carpeta de espectros, dar clic en ella.



4. Dar clic en la carpeta espectros de hidrocarburos



5. En la carpeta de espectros hidrocarburos respectivamente se encuentran los espectros de los 4 hidrocarburos seleccionados y mencionados.



7. INTERPRETACION DE RESULTADOS

1. ESPECTRO IR del C₆H₁₂

a. ESTABLECIMIENTO DEL TIPO DE HIDROCARBURO

El exámen de la región en que aparecen las vibraciones de tensión de los enlaces C-H (3500 - 2800 cm⁻¹), no muestra bandas arriba de 3000 cm⁻¹ lo que descarta la presencia de un doble enlace o la presencia de un anillo aromático. Sin embargo aparecen bandas entre 2840 – 2950 cm⁻¹ que corresponden a la presencia de restos alifáticos.

El examen de la región 1700 – 1500 cm⁻¹ permite excluir la presencia de un doble enlace. En efecto, en esta región no aparecen bandas, los cuales descartan la presencia de insaturaciones, que corresponderían a la vibración del enlace C=C.

b. DETALLES DE LA ESTRUCTURA

Se trata de un hidrocarburo alifático. Por la simplicidad del espectro y por la definición simple de las bandas permite prever que se trata de un hidrocarburo simétrico saturado que no tiene grupos CH₃; lo que proyectaría a un cicloalcano. El examen del resto del espectro permite deducir otros detalles acerca de su estructura:

1. Se trata de un compuesto del tipo R-CH₂-R, como indica la presencia de bandas en:
 - Bandas simples a 2930 cm⁻¹ vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H del CH₂.
 - Bandas simples a 2840 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₂.

Se observa también la presencia de una banda en 1450 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones de flexión de grupos CH₂.

2. La naturaleza de la porción alifática puede deducirse de la región 1500 – 1300 cm^{-1} , en que aparecen las vibraciones las bandas correspondientes a vibraciones de flexión de grupos metilo, metileno, isopropilo, terbutilo, etc. La presencia de una sola banda hacia 1380 cm^{-1} excluye la presencia de grupos isopropilos y terbutilo. Se trata pues probablemente de una lineal.
- La banda simple hacia 1450 cm^{-1} según lo anterior corresponde a las vibraciones de flexión del grupo CH_2 .
 - La ausencia de banda en 1380 cm^{-1} descarta la presencia de vibración de flexión simétrica del grupo CH_3 .
 - Las bandas que aparecen entre 800 - 900 cm^{-1} indican la existencia de grupos CH_2 que corresponden a flexiones fuera de un plano, posiblemente al intercambio conformacional de los ciclos.
 - La ausencia de señales por debajo de los 2000 cm^{-1} descarta la presencia de anillos aromáticos.
 - Estos datos permiten mostrar que se trata de un hidrocarburo cíclico del orden C_5 - C_6 .

El análisis precedente se resume en la figura No 30.

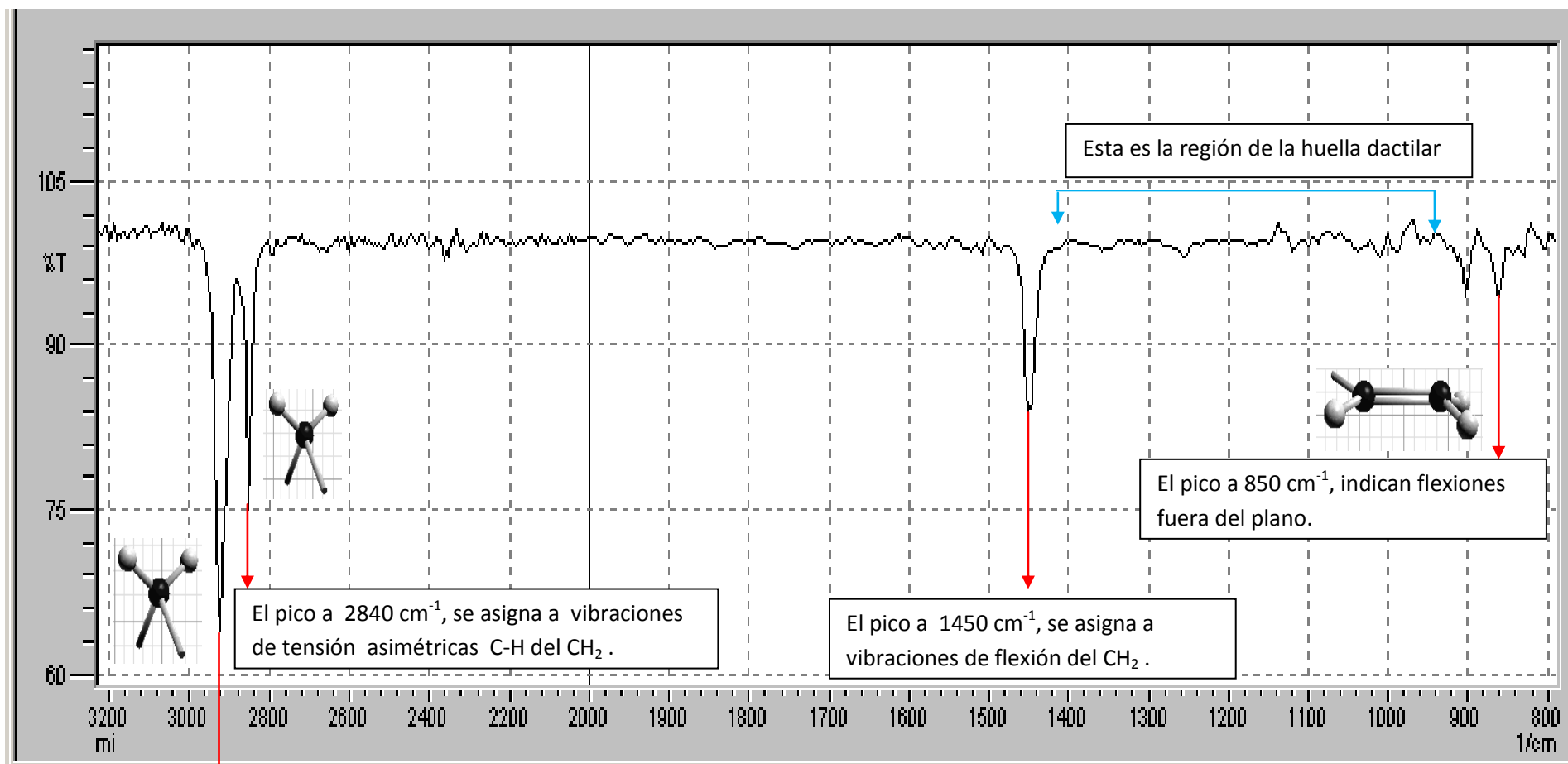


Figura No 30. Espectro del CicloHexano

El pico a 2930 cm^{-1} , se asigna a vibraciones de tensión simétrica con enlace C-H del CH₂

2. ESPECTRO IR DEL C₆H₁₄

a. ESTABLECIMIENTO DEL TIPO DE HIDROCARBURO

El exámen de la región en que aparecen las vibraciones de tensión de los enlaces C-H (3500 - 2800 cm⁻¹), no muestra bandas arriba de 3000 cm⁻¹ lo que descarta la presencia de un doble enlace o la presencia de un anillo aromático. Sin embargo aparecen bandas entre 2850 – 2950 cm⁻¹ que corresponden a la presencia de restos alifáticos.

El examen de la región 1700 – 1500 cm⁻¹ permite excluir la presencia de un doble enlace. En efecto, en esta región no aparecen bandas, los cuales descartan la presencia de insaturaciones, que corresponderían a la vibración del enlace C=C.

b. DETALLES DE LA ESTRUCTURA

Se trata de un hidrocarburo alifático. El examen del resto del espectro permite deducir otros detalles acerca de su estructura:

- Se trata de un compuesto del tipo R-CH₂-CH₃, como indica la presencia de bandas en
 - 2950 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₃.
 - 2920 cm⁻¹ vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H de CH₃.
 - 2850 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₂.

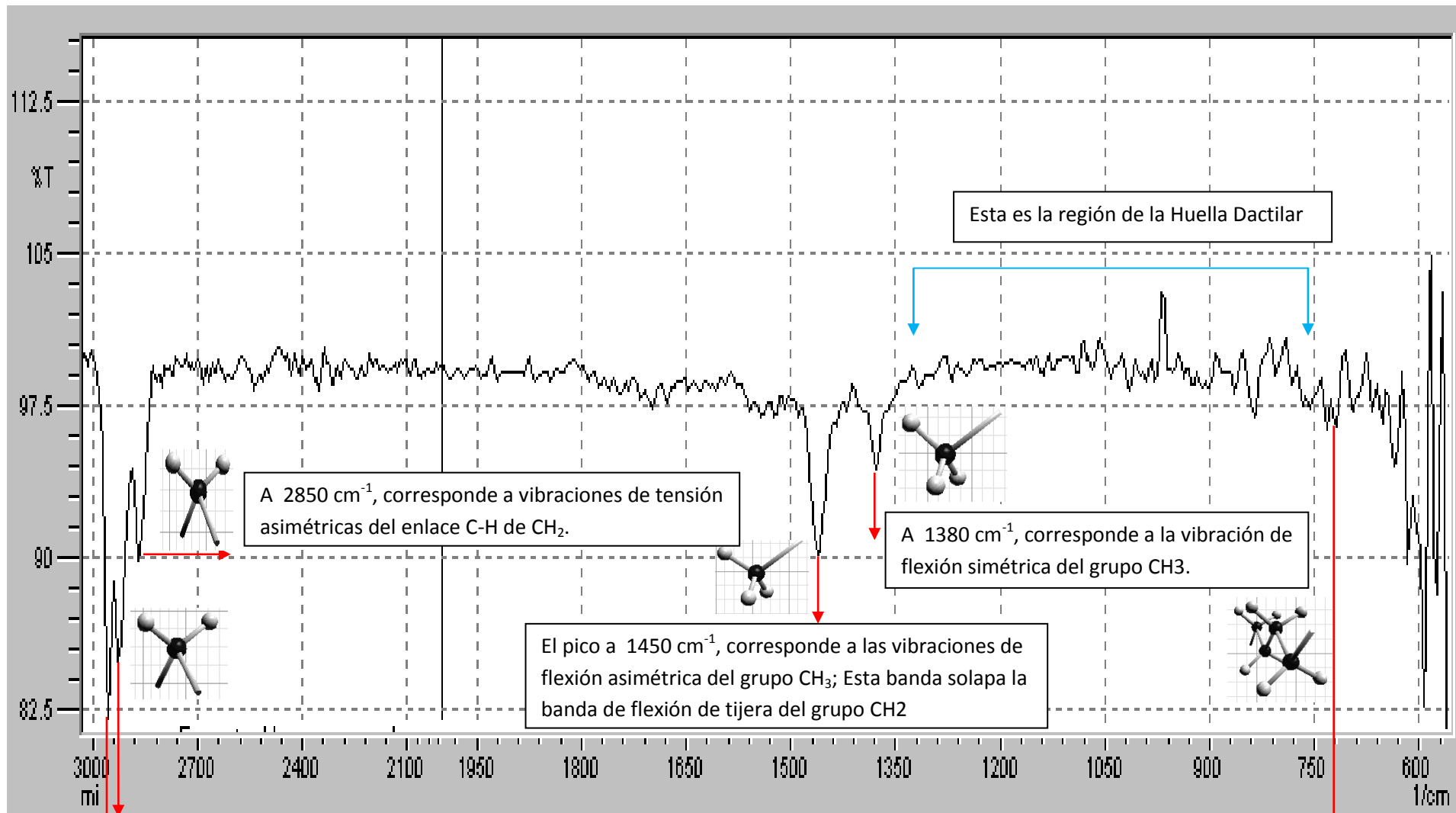
Nótese también la presencia de bandas entre 1350 – 1450 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones de flexión de grupos CH₂ y CH₃.

- La naturaleza de la porción alifática puede deducirse de la región 1500 – 1300 cm⁻¹, en que aparecen las vibraciones las bandas correspondientes a vibraciones de flexión de grupos metilo, metileno, isopropilo, terbutilo, etc. La presencia de una sola banda hacia 1380 cm⁻¹ excluye la presencia de grupos isopropilos y terbutilo. Se

trata pues probablemente de una de una lineal.

- La banda hacia 1450 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de flexión asimétrica del grupo CH_3 ; Esta banda solapa la banda de flexión de tijera del grupo CH_2 .
- La banda en 1380 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión simétrica del grupo CH_3 .
- La banda que aparece hacia 725 cm^{-1} indica la existencia de varios grupos CH_2 - consecutivos.
- La ausencia de señales por debajo de los 2000 cm^{-1} descarta la presencia de anillos aromáticos.
- Estos datos permiten mostrar que se trata de un hidrocarburo lineal del orden C5-C10.

El análisis precedente se resume en la figura No 31.



A 2850 cm^{-1} , corresponde a vibraciones de tensión asimétricas del enlace C-H de CH_2 .

A 1380 cm^{-1} , corresponde a la vibración de flexión simétrica del grupo CH_3 .

El pico a 1450 cm^{-1} , corresponde a las vibraciones de flexión asimétrica del grupo CH_3 ; Esta banda solapa la banda de flexión de tijera del grupo CH_2

Esta es la región de la Huella Dactilar

A 2920 cm^{-1} , corresponde a vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H de CH_3 .

A 725 cm^{-1} , indica la existencia de varios grupos CH_2 consecutivos.

El pico a 2950 cm^{-1} , corresponde a vibraciones de tensión asimétricas del enlace C-H de CH_3 .

Figura No 31. Espectro del Hexano

3. ESPECTRO IR DEL C₇H₁₆

a. ESTABLECIMIENTO DEL TIPO DE HIDROCARBURO

El exámen de la región en que aparecen las vibraciones de tensión de los enlaces C-H (3500 - 2800 cm⁻¹), no muestra bandas arriba de 3000 cm⁻¹ lo que descarta la presencia de un doble enlace o la presencia de un anillo aromático. Sin embargo aparecen bandas entre 2850 – 2950 cm⁻¹ que corresponden a la presencia de restos alifáticos.

El examen de la región 1700 – 1500 cm⁻¹ permite excluir la presencia de un doble enlace. Como en esta región no aparecen bandas, permite descartar la presencia de insaturaciones, que corresponderían a la vibración del enlace C=C.

b. DETALLES DE LA ESTRUCTURA

Se trata de un hidrocarburo alifático. El examen del resto del espectro permite deducir otros detalles acerca de su estructura:

- Se trata de un compuesto del tipo R-CH₂-CH₃, como indica la presencia de bandas en:
2950 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₃.
2900 cm⁻¹ vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H del CH₃.
2850 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₂.

Observamos también la presencia de bandas entre 1350–1450 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones de flexión de grupos CH₂ y CH₃.

- La naturaleza de la porción alifática puede deducirse de la región 1500–1300 cm⁻¹, en que aparecen las vibraciones las bandas correspondientes a vibraciones de flexión de grupos metilo, metileno,

isopropilo, terbutilo, etc. La presencia de una sola banda hacia 1380 cm^{-1} excluye la presencia de grupos isopropilos y terbutilo. Se trata pues probablemente de una de una lineal.

- La banda hacia 1450 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de flexión asimétrica del grupo CH_3 ; Esta banda solapa la banda de flexión de tijera del grupo CH_2 .
- La banda en 1380 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión simétrica del grupo CH_3 .
- La banda que aparece hacia 725 cm^{-1} indica la existencia de varios grupos CH_2 - consecutivos.
- La ausencia de señales por debajo de los 2000 cm^{-1} descarta la presencia de anillos aromáticos.
- Estos datos permiten mostrar que se trata de un hidrocarburo lineal del orden C5-C10.

El análisis precedente se resume en la figura No 32.

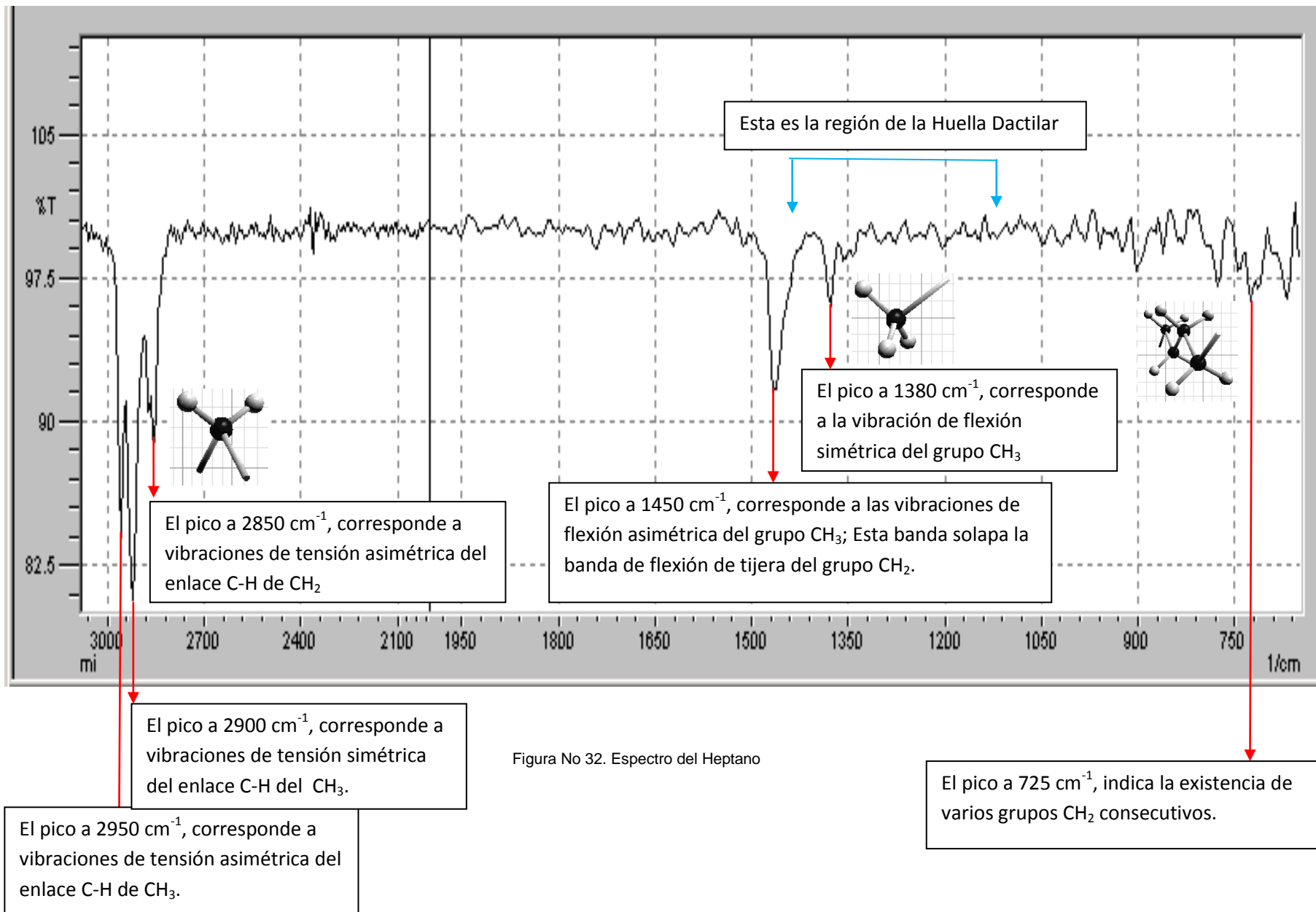


Figura No 32. Espectro del Heptano

4. ESPECTRO IR DEL C₁₄H₃₀

a. ESTABLECIMIENTO DEL TIPO DE HIDROCARBURO

El exámen de la región en que aparecen las vibraciones de tensión de los enlaces C-H (3500 - 2800 cm⁻¹), no muestra bandas arriba de 3000 cm⁻¹ lo que descarta la presencia de un doble enlace o la presencia de un anillo aromático. Sin embargo aparecen bandas entre 2840 – 2960 cm⁻¹ que corresponden a la presencia de restos alifáticos.

El examen de la región 1700 – 1500 cm⁻¹ permite excluir la presencia de un doble enlace. En efecto, en esta región no aparecen bandas, los cuales descartan la presencia de insaturaciones, que corresponderían a la vibración del enlace C=C.

b. DETALLES DE LA ESTRUCTURA

Se trata de un hidrocarburo alifático. El examen del resto del espectro permite deducir otros detalles acerca de su estructura:

- Se trata de un compuesto del tipo R-CH₂-CH₃, como indica la presencia de bandas en
2950 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₃.
2930 cm⁻¹ vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H del CH₃.
2870 cm⁻¹ vibraciones de tensión simétrica del enlace C-H de CH₂.
2850 cm⁻¹ vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-H de CH₂.

Observamos la presencia de bandas entre 1350 – 1500 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones de flexión de grupos CH₂ y CH₃.

- La naturaleza de la porción alifática puede deducirse de la región 1500 – 1300 cm⁻¹, en que aparecen las vibraciones las bandas correspondientes a vibraciones de flexión de grupos metilo, metileno, isopropilo, terbutilo, etc. La presencia de una sola banda hacia

1380 cm^{-1} excluye la presencia de grupos isopropilos y terbutilo. Se trata pues probablemente de una de una lineal.

- La banda hacia 1450 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de flexión asimétrica del grupo CH₃; Esta banda solapa la banda de flexión de tijera del grupo CH₂.
- El desdoblamiento que aparece hacia 1500 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión simétrica del grupo CH₃; junto con las flexiones del grupo CH₂.
- La banda que aparece hacia 725 cm^{-1} indica la existencia de varios grupos CH₂- consecutivos.
- La ausencia de señales por debajo de los 2000 cm^{-1} descarta la presencia de anillos aromáticos.

- Por la cadencia de la línea base y los continuos sobresaltos de la misma, muestra que hay presencia de humedad bien sea del ambiente o alguna mínima porción en la sustancia. Por otro lado, se puede deducir que hay algunas impurezas como lo muestran las vibraciones alrededor de 2400 cm^{-1} y 1650 cm^{-1} ; esto puede obedecer también a señales espuria o de ruido que entorpecen la nitidez del espectro.
- Estos datos permiten mostrar que se trata de un hidrocarburo lineal del orden C₁₀- C₁₈.

El análisis precedente se resume en la figura No 33.

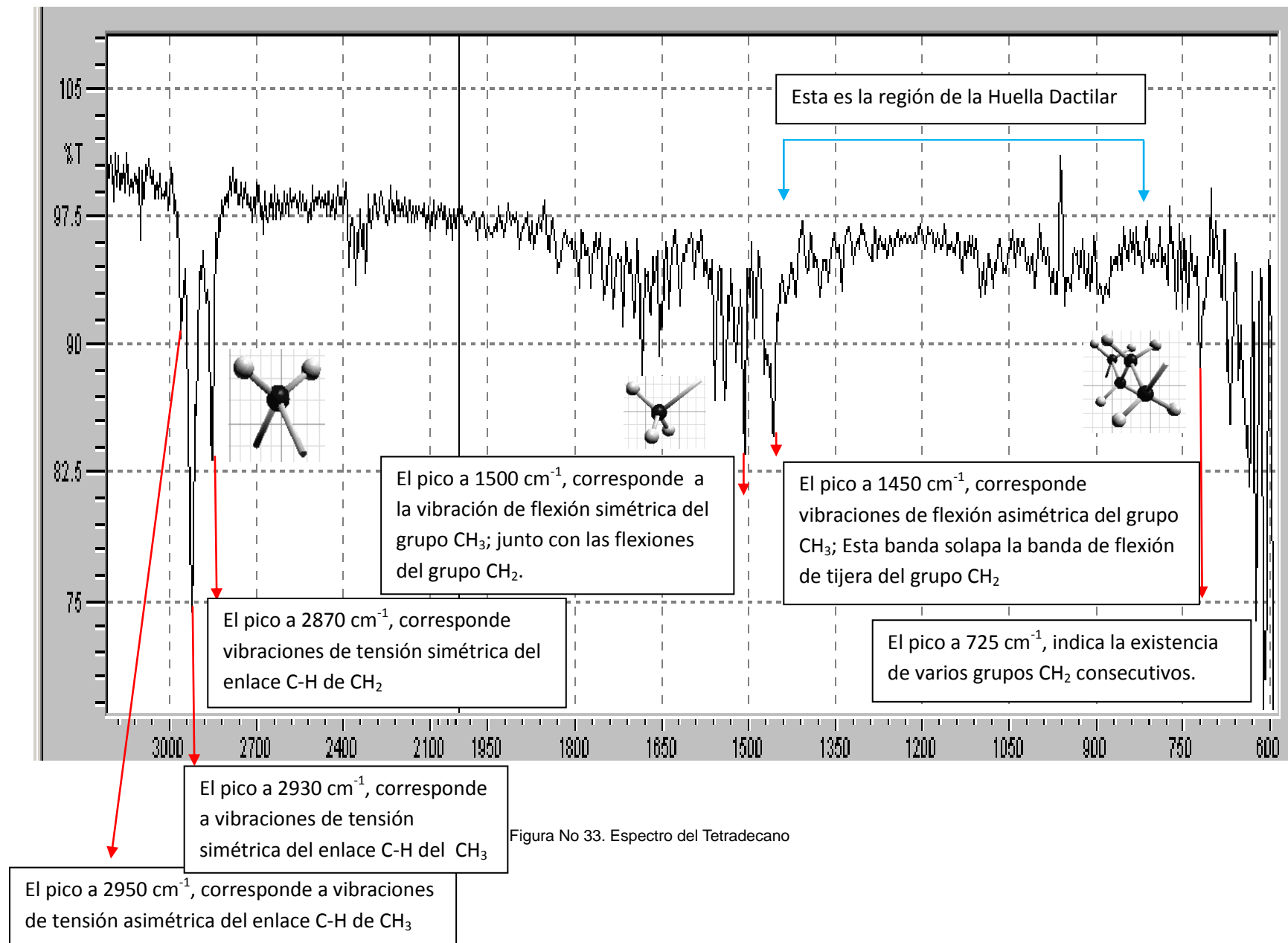


Figura No 33. Espectro del Tetradecano

8. DISCUSIÓN

Comparación de los espectros obtenidos en el laboratorio de la Universidad Surcolombiana con la base de datos *spectral database for organic compounds (SDBS)*.

8.1 ESPECTRO IR DEL HEXANO (C_6H_{14})

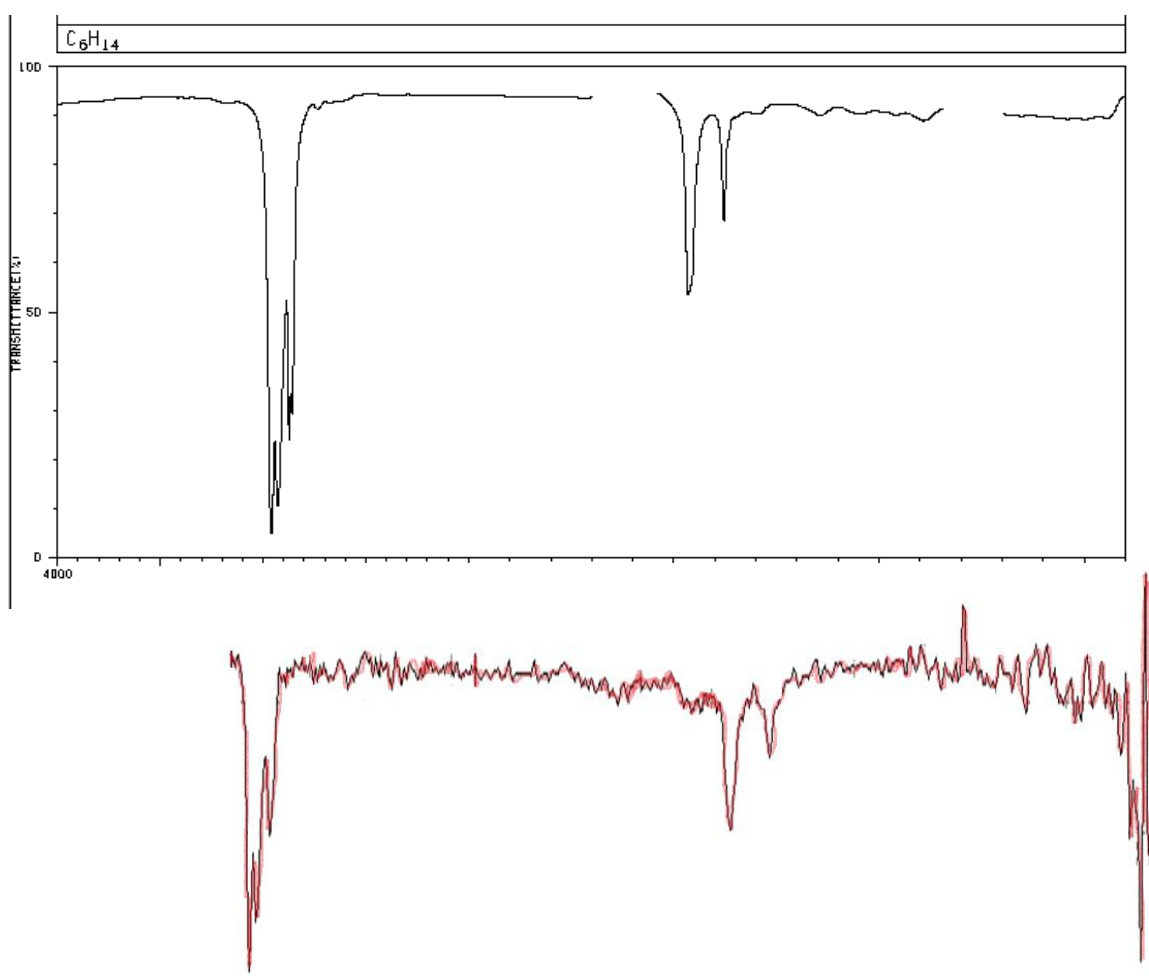


Figura No 34: Espectro infrarrojo del Hexano de la base de datos SDBS. Fuente: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

Comparando el espectro del Hexano obtenido en los laboratorios (ver figura No 31) con el de la base de datos SDBS concluimos que el desdoblamiento de la banda de número de onda más altos para los picos 2950 y 2920 corresponden

a las tenciones CH y son las mismas tanto en el espectro de referencia como el de la muestra del laboratorio de química. En el espectro obtenido del hexano aparece una banda a 2870 cm^{-1} cuya resolución es baja con respecto al espectro del patrón pero que aparece en el mismo desplazamiento, lo que permite mostrar señales para un mismo tipo de hidrocarburo; Entre 1500 y 1300 aparecen dos bandas que coinciden exactamente en los dos espectros. En el espectro de la base de datos no se muestra ninguna señal debajo de 1000 cm^{-1} , mientras que en el espectro obtenido se notan algunas señales que pueden corresponder a señales de ruido del equipo, aunque inicialmente se hayan atribuido a posible señal de CH_2 continuos. Por lo anterior podemos afirmar que el espectro obtenido en los laboratorios de la Universidad Surcolombiana de la muestra C_6H_{14} corresponde al espectro del patrón de la base de datos SDBS llamado Hexano.

8.2 ESPECTRO IR DEL HEPTANO (C_7H_{16})

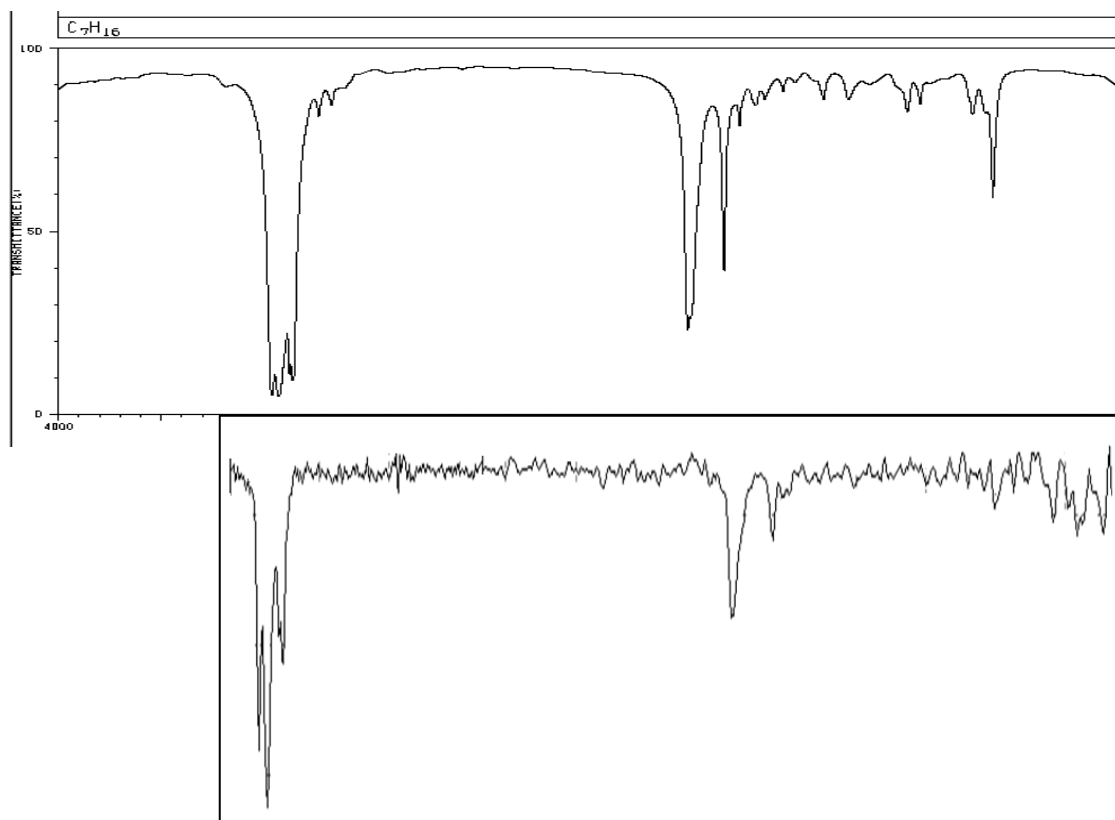


Figura No 35: Espectro infrarrojo del Heptano de la base de datos SDBS. Fuente: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

Comparando el espectro del Heptano obtenido en los laboratorios (ver figura No 32) con el de la base de datos SDBS concluimos que los desdoblamientos de las bandas a 2950 y 2900 cm^{-1} coinciden en cuanto al desplazamiento, en el espectro de la base de datos estas bandas se desdoblan con una aparente simetría mientras que el espectro obtenido hay una pequeña diferencia en la intensidad. Sin embargo, se puede notar en el espectro del laboratorio por la definición de las bandas una alta resolución de las mismas. En los dos espectros aparece el mismo desdoblamiento hacia los 2850 cm^{-1} . Las bandas simples que aparecen en los dos espectros a 1450 cm^{-1} y a 1380 cm^{-1} , hacen parte de la huella dactilar de la sustancia que permite mostrar la correspondencia entre los dos espectros. La diferencia solo se da en el valor de la transmitancia que puede ser debido a la altura de la línea base. En el espectro de la base de datos se ven algunas vibraciones a rededor de los 1000 cm^{-1} que no se resuelven en el espectro obtenido debido posiblemente a la baja intensidad de las bandas que pueden confundirse con señales de ruido. En consonancia con lo enunciado anteriormente la banda de CH_2 continuos que aparece a 725 cm^{-1} esta apantallada para el espectro de la muestra mientras que si se ve resulta en el espectro de la base de datos, sin embargo, se puede afirmar que los dos espectros corresponden a la misma sustancia.

8.3 ESPECTRO IR DEL CICLOHEXANO (C₆H₁₂)

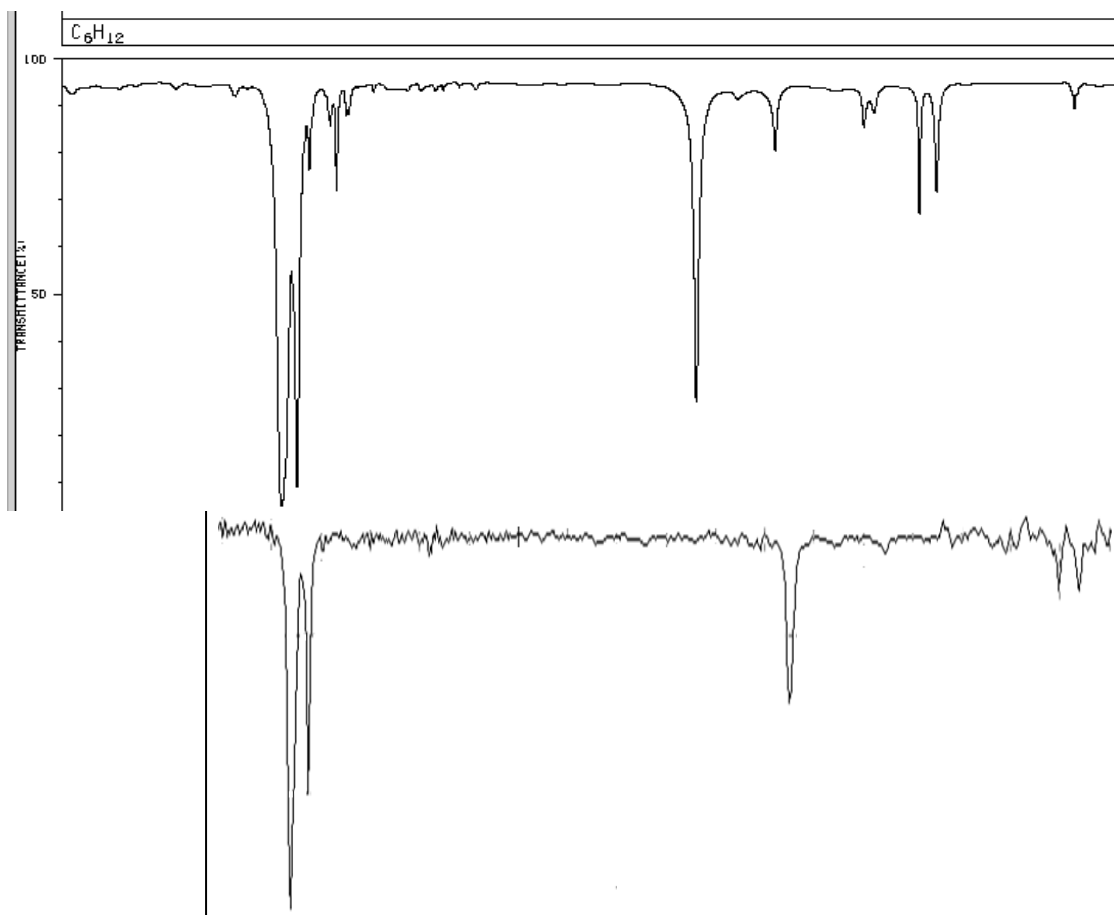


Figura No 36: Espectro infrarrojo del Ciclohexano de la base de datos SDBS. Fuente: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/sdb/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

Comparando el espectro del Ciclohexano obtenido en los laboratorios (ver figura No 30) con el de la base de datos SDBS concluimos que la baja intensidad de las bandas en cuanto al espectro obtenido no permite mostrar todas las absorciones, las dos señales en ambos espectros a 2930 cm^{-1} y 2840 cm^{-1} corresponden una a una. Es significativa para los dos espectros de la correspondencia y resolución de la banda que aparece a 1450 cm^{-1} , se observa en ambos espectros dos señales vecinas hacia los 850 cm^{-1} . En el espectro de la base de datos SDBS se observan señales hacia 2750 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} y 1025 cm^{-1} que no se detectan claramente en el espectro obtenido. Una posible razón sea debido a los tiempos de retención o al tiempo de barrido del espectro. Podemos decir que las diferencias no son significativas por

cuanto la única base para ambos está bien definida y no se ven señales de ruido. A diferencia de las absorciones que se presenta en el espectro de la base de datos hacia 2800 cm^{-1} , se afirma que los dos espectros corresponden a la misma sustancia.

8.4 ESPECTRO IR DEL TETRADECANO ($\text{C}_{14}\text{H}_{30}$)

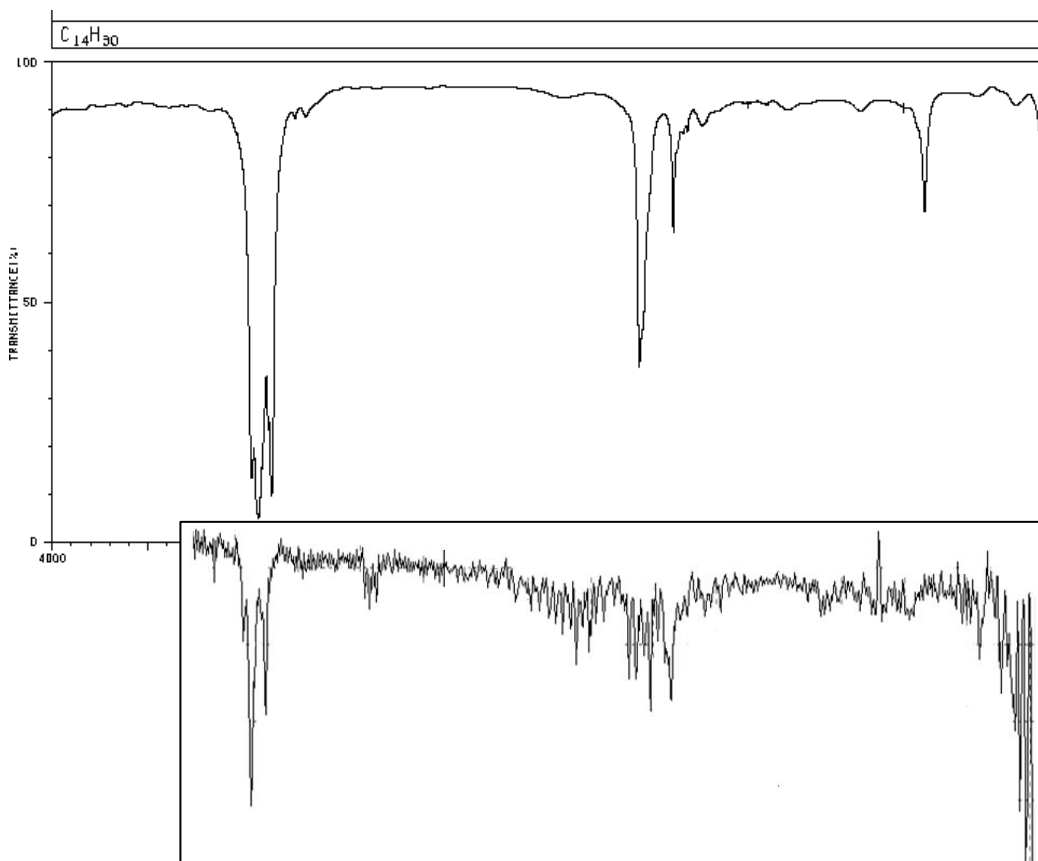


Figura No 37: Espectro infrarrojo del Tetradecano de la base de datos SDBS. Fuente: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

Comparando el espectro del Tetradecano obtenido en los laboratorios (ver figura No 33) con el de la base de datos SDBS concluimos que el espectro de la base de datos tiene bien definidas tanto las bandas de absorción, como la línea base y su interpretación corresponde a la de un hidrocarburo saturado mientras que el espectro obtenido presenta muchas señales de ruido, la línea base no es uniforme y por sus características podría pensarse en que la muestra está contaminada o hay presencia de humedad o que en la recámara hubo filtración de luz que no se descartó con el background. Entre los 2800

cm^{-1} y los 3000 cm^{-1} , los dos espectros presentan las mismas señales de absorción, se halla un pequeño desfase en las bandas que aparecen debajo de 1500 cm^{-1} , hacia los 2350 cm^{-1} en el espectro obtenido presenta unas vibraciones que no aparecen en el espectro de la base de datos. La señal bien definida a 725 cm^{-1} que aparece en el espectro de la referencia correspondiente a los CH_2 continuo, no se ve con mucha resolución en el espectro de obtenido. En conclusión el espectro obtenido es efectivamente el del Tetradecano.

9. CONCLUSIONES

- ✓ Se logro obtener los cuatro espectros correspondientes a los hidrocarburos presentes en los laboratorios de química de la Universidad Surcolombiana y se elaboro la correspondiente librería de los mismos para el software IR-solution.
- ✓ Se adquirió experiencia en el manejo del equipo IRAfinity-1TF y los respectivos procedimientos para la obtención de los espectros mediante la técnica ATR.
- ✓ Logramos identificar e interpretar los grupos funcionales de cada espectro, siendo similares en los cuatro hidrocarburos, todo se debe también a que son de bajo peso molecular.
- ✓ Comparamos los espectros de los hidrocarburos obtenidos con la base de datos Spectral Database For Organic Compounds, SDBS, siendo los espectros del hexano, heptano y ciclohexano similares a los de la base de datos.
- ✓ El espectro del hidrocarburo del tetradecano presento muchas señales de ruido, pero en ciertas longitudes de onda coincidían con el espectro de la base de datos.
- ✓ Se logró comprobar que los espectros obtenidos en el laboratorio, si corresponden a las sustancias estudiadas, debido a que en el momento de comparación con los espectros hallados en la base de datos SDBS, se evidencia un alto grado de similitud en cuanto se refiere al estudio de la transmitancia.

BIBLIOGRAFIA

ADAMS, David Michael; RAYNOR, J. B. Química inorgánica: práctica avanzada. Barcelona: Editorial Revertè, 1966.

ATKINS, Peter; PAULA, Julio de. Química Física. Buenos Aires: Editorial Médica Panamericana. Octava edición, 2008.

ATKINS, Peter William; JONE Loretta. Principios de química: los caminos del descubrimiento. Buenos Aires: Editorial médica panamericana. Tercera edición, 2007.

CICLOHEXANO. Disponible en internet:
(<http://www.ecopetrol.com.co/contenido.aspx?catID=222&conID=37382>)

DURST, H.Dupon; GOKEL, G.W. Química orgánica experimental. Barcelona, España: Editorial Reverte, 1985.

El espectro visible de luz. Disponible en internet:
<http://www.ojocientifico.com/2011/10/02/el-espectro-visible-de-luz>.

El espectro electromagnético. Disponible en internet:
http://www.espectrometria.com/espectro_electromagntico

El universo y el hombre. Constante de Planck. Disponible en internet:
<http://astrojem.com/teorias/constantedeplanck.html>

ESPECTRO infrarrojo. Disponible en internet:
http://www.ecured.cu/index.php/Espectro_infrarrojo

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA. Disponible en internet:
https://www5.uva.es/guia_docente/uploads/2012/469/45757/1/Documento14.pdf

FREIFELDER, David. Técnicas de Bioquímica y Biología Molecular. Barcelona, España: Editorial Revertè, 2003.

FONTAL, Bernardo. "El espectro electromagnético y sus aplicaciones". Mérida: Editorial Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química, 2005. Disponible en internet:
http://www.saber.ula.ve/bitstream/123456789/16746/1/espectro_electromagnetico.pdf.

HARRIS, C Daniel. Análisis químico cuantitativo. Barcelona, España: Editorial Revertè, 2007. Pág. 485

HERRERO, Galàn Elías. El espectro electromagnético. Disponible en internet:
http://bbm1.ucm.es/public_html/divul/EHG.pdf

Instruction Manual IRprestige-21, IRAffinity -1 FTIR-8400S. SHIMADZU FOURIER TRANSFORM, INFRARED SPECTROPHOTOMETER.

IRTUTOR. Disponible en internet: http://www.columbia.edu/itc/chemistry/chem-c1403/ir_tutor/IRTUTOR.htm

KOTZ, C John; P.M. Química y reactividad química. Massachusetts: Editorial Thomson, 2005.

LEVINE, I.N. Fisicoquímica. España: Editorial: McGraw Hill. Cuarta Edición, 1999.

Manual Shimadzu IRAffinity-1. Segunda edición. Abril 2012. Disponible en internet:

<https://ww2.chemistry.gatech.edu/reynolds/sites/ww2.chemistry.gatech.edu/reynolds/files/FTIR.pdf>

MARTINEZ, Alvarez Roberto; RODRIGUEZ, Yunta María Josefa y SANCHEZ, Martin Luis. Química un proyecto de la ACS American chemical society. Barcelona, España: Editorial Revertè SA, 2007.

MARTINEZ, Serrano José Luis. Espectroscopia Infrarroja 1- fundamentos. Curso: Instrumentación y métodos de análisis químico. Disponible en internet: www.upct.es/~minaees/espectroscopia_infrarroja.pdf.

MCMURRY, John. Química orgánica. México: Editorial Cengage Learning. Octava edición. 2012.

MIRacle™ ATR for FTIR Spectrometers. Installation and user guide. Disponible en internet: <http://www.piketech.com/files/pdfs/MIRaclePDS611.pdf>

MONTSE, Villar. Espectroscopia. Instituto de Astrofísica de Andalucía. Disponible en internet: <http://www-revista.iaa.es/35/leyendo-entre-1%C3%ADneas-i>

MORENO, C. Francisco; MARTHE, Z, Norma y REBOLLEDO, Luis Alberto. Cómo escribir textos académicos según normas internacionales: APA, IEEE, MLA, VANCOUVER E ICONTEC. Barranquilla: Ediciones Uninorte, 2010.

MORRISON, Thornton Robert; R.N. Química Organica. Massachusetts: Editorial Pearsòn Addison Wesley. Quinta edición. 1998.

PANDO, Ramos Enrique; MARTIN, Madero María Carmen. Problemas de determinación estructural orgánica por espectroscopia IR. Anales de la Universidad Hispalense. Publicaciones de la Universidad de Sevilla. Serie: ciencias – N° 23-1979.

PHILIP, French Anthony. Mecánica Newtoniana. Barcelona, España: Editorial Revertè, 2006.

RADIATIVIDAD y ondas electromagnéticas. Disponible en internet: <http://thales.cica.es/rd/Recursos/rd99/ed99-0504-01/nat-luz.html>

REGION DE MURCIA. Consejería de Sanidad. Dirección General de salud pública. Disponible en internet: (<https://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/138600-Hexano.pdf>)

REGION DE MURCIA. Consejería de Sanidad. Dirección General de salud pública. Disponible en internet: (<https://www.murciasalud.es/recursos/ficheros/138599-Heptano.pdf>)

RUBIO MORCILLO, Jesus. Epectroscopia Infrarroja. Departamento de química, física Facultad de ciencias. Universidad Complutense de Madrid. Monografía No 12, pg 80.

Spectral Database for Organic Compounds SDBS. Disponible en internet: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre_index.cgi

SKOOG, Douglas; HOLLER, F James y CROUCH, Stanley R. Principios de análisis instrumental. MEXICO: Editorial Cengage Learning. Sexta edición.2008.

SULLIVAN, Michael. Trigonometría y geometría analítica. México: Editorial Pearson Education. Cuarta Edición, 1997.

TIPLER, P.A. Física preuniversitaria, volumen 2. Barcelona, España: Editorial Revertè, 1998.

TIPLER, Paul Allen; Mosca, Gene. Física para la ciencia y la tecnología. Volumen 1. Barcelona, España: Editorial Revertè, 2005.

WADE, L.G. Química orgánica. México: Editorial Pearson Education. Segunda edición, 1993.

WALTON, F Harold; REYES, Jorge. Análisis químico e instrumental moderno. Barcelona, España: Editorial Reverte, 1983.

Weininger, Stephen J; Stermitz, R Frank. Química Orgánica. España: Editorial Revertè, 1988.