

PRÁCTICA: PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ESPECTROSCOPIA INFRARROJA.

ELABORÓ: ERNESTINA CERVERA F. Y SILVIA MENDOZA

OBJETIVO:

Caracterizar compuestos por sus espectros de IR y adquirir criterios y destreza para la preparación de muestras.

METAS:

- Aprender a operar un Espectrofotómetro de FTIR
- Aprender las diferentes técnicas de preparación de muestras
- Relacionar la frecuencia de absorción al IR con los grupos funcionales presentes en los compuestos.

ENUNCIADO DEL PROBLEMA:

¿Qué compuesto está presente en cada problema?

INFORMACION ADICIONAL:

- 1.-Se te proporcionan 2 muestras etiquetadas con sus respectivas fórmulas moleculares y algunas constantes físicas
- 2.-Tu profesor te demostrará como se preparan las muestras para IR de acuerdo a la siguiente información:
 - a.-Procedimiento para preparación de **pastilla** de bromuro de potasio:
En un mortero de ágata se colocan aproximadamente 1 mg de muestra y 50 mg de bromuro de potasio previamente seco y se muelen hasta pulverizarlos. La mezcla se pasa a una portapastilla y se somete a presión (se recomienda de 5 ton). El portapastilla se coloca directamente en el equipo.
 - b.-Procedimiento para la preparación de **película**:
Aproximadamente una gota de la muestra se coloca sobre una ventana de bromuro de potasio, con otra ventana se presiona sobre la primera y se extiende perfectamente procurando que el espesor de la película aplicada sea lo más uniforme posible. La ventana se coloca en el portamuestra del equipo.
 - c.-Preparación de **suspensión**:
Se pulveriza en un mortero de ágata al menos 3 mg de muestra, después se agregan unas gotas del agente con que se va a formar la suspensión (nujol, fluorolube, etc) se mezcla hasta homogenizarse. La pasta obtenida se coloca en una ventana de KBr presionandola con otra para obtener una película lo más uniforme posible. La ventana con la muestra se coloca en el portamuestra del equipo.
 - d.-Preparación de muestras en **disolución**:
Aproximadamente tomar 5 mg de muestra (puede ser sólida o líquida) que se disuelva en cloroformo o en algún disolvente no-polar. La disolución se transfiere a una celda sellada de NaCl, KBr, BaF₂, etc de espesor fijo y se coloca ésta en el equipo.
- 3.-El profesor te ayudara a registrar los espectros de las muestras que hayas preparado.
- 4.-El cloroformo, nujol, fluorolube y bromuro de potasio presentan bandas de absorción al IR..

PREGUNTAS Y EJERCICIOS PREVIOS:

- 1.-¿Cuáles son las absorciones en número de onda que presenta el cloroformo, aceite mineral, fluorolube y bromuro de potasio?
- 2.-¿A qué se deben las diferencias que presentan los espectros de un mismo compuesto cuando se registran con diferentes técnicas de preparación de muestra?
- 3.-¿Qué criterio utilizas para escoger el disolvente adecuado en la preparación de una muestra en disolución?

1

LECTURAS Y ACTIVIDADES COMPLEMENTARIAS.

-La bibliografía recomendada es:
E.Pretsch, Clerc, Deibl. Tablas para la elucidación estructural de compuestos orgánicos por métodos espectroscópicos.
Conley, R.T. Espectroscopia Infrarroja
The Sadtler Collection Spectra IR.

Skoog, Holler and Nieman. Principios de Análisis Instrumental. 5ta Edición. Mc Graw Hill 2000.
Koji Nakanishi. Infrared Absorption Spectroscopy. 2 Edición. Holden-Day, Inc. 1977.

EQUIPO, MATERIAL Y REACTIVOS:

Espectrofotómetro FTIR	Celda sellada de KBr ó NaCl ó BaF ₂ .
KBr seco	Ventanas de NaCl ó KBr
Pastilladora	Espátula
2 Llaves españolas	Micropastilladora
3 Tubos de ensaye	Cloroformo
Pipetas Pasteur	Nujol
Fluorolube	Muestras problema
Guantes	Mortero de ágata con pistilo

GUÍA EXPERIMENTAL

- 1.-Prepara las muestras para IR de cada uno de los problemas.
- 2.-Solicita al profesor el registro de los espectros.

CUESTIONARIO:

- 1.-¿Qué técnica de preparación de muestra utilizaste para la muestra 1?
- 2.-¿Qué característica física de la muestra 1 fue determinante para la elección de la técnica de preparación?
- 3.-¿Qué grupos funcionales presenta el compuesto 1?
- 4.-¿Qué técnica de preparación de muestra utilizaste para la muestra 2?
- 5.- ¿Qué característica física de la muestra 2 fue determinante para la elección de la técnica de preparación?
- 6.-¿Qué grupos funcionales encontraste en el compuesto 2?
- 7.-¿Qué técnica de preparación se utilizó ahora para la muestra 2?
- 8.-¿Qué característica física de la muestra 2 fue determinante para la elección de la técnica de preparación?
- 9.-¿Qué grupos funcionales encontraste en el compuesto 2?
- 10.-¿Qué técnica de preparación se utilizó después para la muestra 2?
- 11¿Qué característica física de la muestra 2 fue determinante para la elección de la técnica de preparación?
- 12.-¿Qué grupos funcionales encontraste en el compuesto 2?

ADJUNTA TUS ESPECTROS AL CUESTIONARIO