	Guía Unificada de Fundamental IV MAESTRIA EN QUIMICA	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 5

1. TITULO

Análisis de un fármaco por Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR)

2. OBJETIVO

El objetivo de la práctica es aprender a utilizar un espectrómetro de infrarrojo, a interpretar un espectro y a predecir a priori qué moléculas son susceptibles de ser detectadas por esta técnica y cuales no. En esta práctica analizaremos el espectro de absorción infrarroja del ácido acetilsalicílico y del ácido salicílico. Se analizará una tableta de aspirina comercial, la cual contiene estas dos moléculas, y se compararán los espectros obtenidos.

3. MARCO TEÓRICO

La radiación infrarroja abarca las longitudes de onda desde aproximadamente 1 a 100 μm , que corresponde en número de ondas al intervalo 10000 a 100 cm^{-1} (esta es la unidad que se suele utilizar en espectroscopia infrarroja). Muchas moléculas absorben eficientemente radiación infrarroja (IR). La energía de los fotones IR absorbidos es almacenada por las moléculas en forma de energía vibracional y rotacional.


Desde el punto de vista del análisis químico, cada molécula tiene un espectro de absorción IR específico que puede servir para la identificación y cuantificación de su presencia en una muestra.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro FTIR	Mortero de Ágata
Balanza Analítica	Toallas de papel
Película de Poliestireno para calibración	Guantes desechables
Espátula Pequeña	Prensa para hacer la pastilla

5. REACTIVOS

KBr (Bromuro de Potasio)	Ácido Acetilsalicílico
Ácido Salicílico	Tableta de Aspirina Comercial

	Guía Unificada de Fundamental IV MAESTRIA EN QUIMICA	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 5

6. PROCEDIMIENTO

A. Encender el espectrómetro IR.

Calentar el espectrofotómetro IR (Mirar el manual de operación del instrumento y leer las instrucciones de operación del equipo) antes de iniciar el experimento.

B. Preparación de la pastilla de KBr :

El material que contenga la muestra debe ser transparente a la radiación infrarroja para asegurar la medida de absorción solo de la muestra. Las sales halogenadas (incluido el KBr) tienen excelente transparencia en el IR. Las muestras líquidas se colocan, por lo general, entre dos cristales pulidos de KBr, los cuales se colocan en el espectrofotómetro. Para las muestras sólidas se mezcla una pequeña cantidad de muestra pulverizada con KBr pulverizado en un mortero de ágata y después se hace una pastilla con esta mezcla, la cual se coloca en el espectrofotómetro. Las muestras gaseosas se colocan en una celda especial para gases y luego esta celda se coloca en el espectrofotómetro.

a) Blanco pastilla de KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Siguiendo las instrucciones de la prensa manual, hacer una pastilla de KBr.

b) Pastilla de Acido Salicílico en KBr


- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de Acido Salicílico al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

c) Pastilla de Acido Acetilsalicílico en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de Acido Acetilsalicílico al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

d) Pastilla de Aspirina comercial en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de aspirina comercial al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

	Guía Unificada de Fundamental IV MAESTRIA EN QUIMICA	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 5

C. Obtención de los espectros IR :

Consultar en el manual del usuario como se opera el FT-IR Prestige 21 de Shimatzu. Obtener todos los espectros utilizando los siguientes parámetros:

Resolution: 2.0 cm^{-1} ,
 Apodization: Strong,
 Range: 4400 cm^{-1} to 450 cm^{-1} ,
 Mode: Ratio
 Number of Scans: 4


a) Espectro del Background

Obtener el espectro del background del IR sin muestra en el equipo siguiendo las instrucciones del manual del usuario.

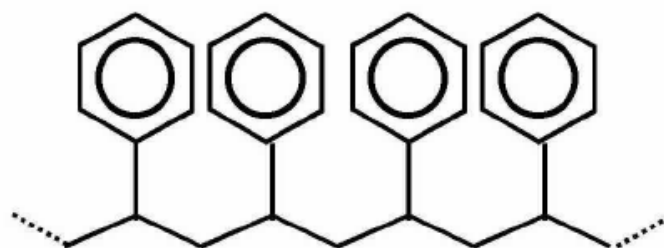
b) Calibración del Espectrofotómetro: Espectro del Poliestireno.

Antes de realizar una asignación cuantitativa de bandas en los espectros, es necesario realizar un calibrado de frecuencias del espectrofotómetro. Dicho calibrado suele realizarse mediante la medida del espectro de una película de poliestireno de espesor conocido.

- 1) Colocar la película de poliestireno en el soporte de la muestra del espectrofotómetro y registrar el espectro a la máxima resolución posible y a la resolución de 16cm^{-1} y 2cm^{-1} .
- 2) Identificar las bandas principales del espectro obtenido con las frecuencias numeradas y tabuladas en la Figura 1.
- 3) A la vista de la estructura del poliestireno, utilizar la información incluida en el apéndice para interpretar las bandas observadas. Asignar, por ejemplo, las bandas del espectro asociadas con los modos vibracionales de estiramiento de los enlaces C-H y C-C del anillo bencénico.
- 4) Representar finalmente gráficamente las frecuencias experimentales frente a los de la tabla anterior y realizar una regresión lineal para obtener los parámetros de calibrado.

	Guía Unificada de Fundamental IV MAESTRIA EN QUIMICA		Código	FLA-23 V. 00
			Página	4 de 5

Banda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$\tilde{\nu}; \sim (\text{cm}^{-1})$	699	907	1029	1155	1181	1494	1601	1801	1943	2850	3027



Poliestireno $[\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{CH}_2]_n$

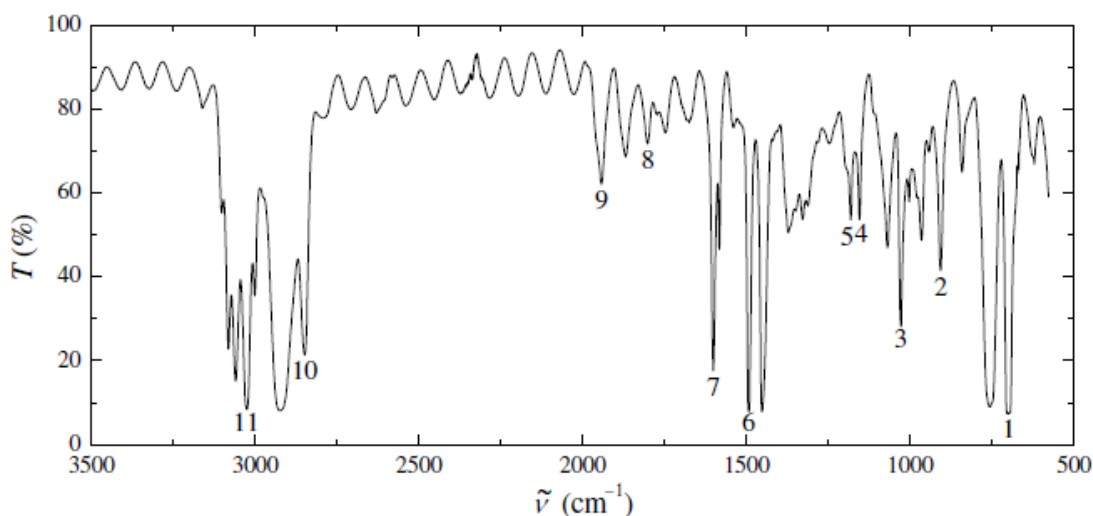


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). Abajo: Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco pastilla de KBr


Colocar la pastilla de KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

d) Espectro del Acido Salicílico

Colocar la pastilla de Acido Salicílico/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

e) Espectro del Acido Acetilsalicílico

Colocar la pastilla de Acido acetilsalicílico/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

	Guía Unificada de Fundamental IV MAESTRIA EN QUIMICA	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 5

f) Espectro de la Aspirina Comercial

Colocar la pastilla de Aspirina Comercial/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos químicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

1. Explique porque el espectro IR del background tiene picos a pesar de que el compartimiento de la muestra se encontraba vacío.
2. Compare el espectro de la película de calibración de poliestireno obtenido a las resoluciones de 16.0 cm^{-1} y 2.0 cm^{-1} . Cuales son las diferencias?
3. Examinar el espectro del ácido salicílico y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
4. Examinar el espectro del ácido acetilsalicílico y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
5. Examinar el espectro de la aspirina comercial y determinar las contribuciones espectrales del ácido salicílico y del ácido acetilsalicílico.