

Metodología Sistemática para la Identificación Físico-Química de un Sólido Cristalino Desconocido

Julian L. Avila-Martinez

Presentación Basada en el Informe Técnico

October 13, 2025

Tabla de Contenidos

- ① Evaluación Inicial y Caracterización Física No Destructiva
- ② Perfilado Químico Preliminar mediante Ensayos en Solución
- ③ Identificación Molecular y de Grupos Funcionales por Espectroscopia
- ④ Composición Elemental y Análisis Estequiométrico
- ⑤ Identificación Estructural y de Fase por Difracción de Rayos X

Examen Visual y Estereomicroscópico

- **Principio:** Establecer la homogeneidad de la muestra, la morfología general y la posible presencia de mezclas o contaminantes.
- **Procedimiento:**
 - Documentar la muestra *in situ*, anotando color, textura y olor (con precaución).
 - Examinar bajo un estereomicroscopio a magnificaciones crecientes (10x a 50x).
 - Registrar características morfológicas: hábito cristalino, distribución del tamaño de partícula y homogeneidad.

Microscopía de Luz Polarizada (PLM)

- **Principio:** Una técnica potente y no destructiva que revela propiedades ópticas clave basadas en la interacción de la luz polarizada con la red atómica del cristal.
- **Procedimiento:**
 - Determinar Isotropía/Anisotropía: Los materiales isótropos aparecen oscuros, mientras que los anisótropos transmiten luz.
 - Evaluar la Birrefringencia: Los colores de interferencia en cristales anisótropos están relacionados con su birrefringencia.
 - Determinar el Índice de Refracción Relativo: Utilizando el método de la línea de Becke.

Determinación de la Densidad y Punto de Fusión

Determinación de la Densidad por Picnometría de Gas

- **Principio:** La densidad es una propiedad física intrínseca ($\rho = m/V$). La picnometría de gas utiliza un gas inerte como el helio para determinar la densidad verdadera de un polvo.

Análisis Térmico I: Determinación del Punto de Fusión

- **Principio:** El punto de fusión es un potente indicador de pureza y una constante física clave para la identificación. Para una sustancia pura, esta transición ocurre en un rango de temperatura muy estrecho.

Pruebas Sistemáticas de Solubilidad

- **Principio:** "Lo semejante disuelve a lo semejante". El perfil de solubilidad proporciona pistas sobre la polaridad y la presencia de grupos funcionales ionizables.
- **Procedimiento (Guiado por Diagrama de Flujo):**
 - **Prueba en Agua:** Si es soluble, el compuesto es probablemente polar o iónico. Medir el pH de la solución.
 - **Prueba en Disolvente No Polar (Hexano):** Si es soluble, el compuesto es de naturaleza no polar.
 - **Pruebas en NaOH y HCl al 5%:** Para determinar si el compuesto es ácido o básico.

Medición de la Conductividad Eléctrica

- **Principio:** Los compuestos iónicos disueltos (electrolitos) se disocian en cationes y aniones, aumentando la conductividad de la solución.
- **Interpretación:** Un aumento significativo de la conductividad indica que la sustancia es un electrolito (iónico). Un cambio insignificante indica que es un no electrolito (molecular).

Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

- **Principio:** Mide la absorción de radiación infrarroja, que excita las vibraciones moleculares. El espectro sirve como una huella dactilar molecular, permitiendo la identificación de grupos funcionales.
- **Regiones Clave del Espectro:**
 - $> 3000 \text{ cm}^{-1}$: Estiramientos O-H, N-H, C-H.
 - $\approx 1700 \text{ cm}^{-1}$: Estiramiento C=O (carbonilo).
 - $> 1500 \text{ cm}^{-1}$: Región de la huella dactilar, única para cada molécula.

Espectroscopia Raman y UV-Visible

Espectroscopia Raman

- **Principio:** Técnica vibracional complementaria al FTIR, basada en la dispersión inelástica de luz monocromática. Es muy sensible a enlaces simétricos y no polares.

Espectroscopia UV-Visible (UV-Vis)

- **Principio:** Mide la absorción de luz UV o visible, que corresponde a la excitación de electrones. Se utiliza para detectar la presencia de cromóforos, especialmente sistemas π conjugados.

Espectroscopia de Fluorescencia de Rayos X (XRF)

- **Principio:** Técnica no destructiva para el análisis elemental. La muestra se irradia con rayos X, provocando la emisión de rayos X secundarios con energías características de cada elemento.
- **Interpretación:** El espectro muestra picos a energías específicas, que se utilizan para identificar cualitativamente los elementos presentes (típicamente desde Na hasta U).

Espectroscopia de Rayos X de Energía Dispersiva (EDS/EDX)

- **Principio:** Opera con el mismo principio que la XRF, pero la fuente de excitación es un haz de electrones, permitiendo el análisis elemental a escala microscópica.
- **Interpretación:** Los mapas elementales muestran visualmente cómo se distribuyen los diferentes elementos en la muestra, confirmando si es un compuesto homogéneo o una mezcla.

Difracción de Rayos X de Polvos (XRPD)

- **Principio:** Se basa en la interferencia constructiva de rayos X monocromáticos dispersados por la disposición periódica de los átomos en una red cristalina, descrita por la Ley de Bragg:
 $n\lambda = 2d \sin \theta$.
- El patrón de difracción resultante es una huella dactilar definitiva de la estructura cristalina de una sustancia.

Análisis Térmico Avanzado II: Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

- **Principio:** Ofrece una medida cuantitativa del flujo de calor asociado con las transiciones térmicas.
- El proceso de fusión aparece como un pico endotérmico, cuya área es la entalpía de fusión (ΔH_{fus}).
- La forma del pico puede usarse para determinar la pureza con alta precisión.
- Es la herramienta principal para estudiar el polimorfismo.