

# 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  $\pi$  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 ( $\Delta H_{fus}$ ).
- La forma del pico puede usarse para determinar la pureza con alta precisión.
- Es la herramienta principal para estudiar el polimorfismo.