

TÉCNICAS ESPECIALES DE ESPECTROSCOPÍA INFRARROJA. FTIR/MICROSCOPÍA

Marisela P. Gutiérrez Franco,*
Benjamín Ruiz Loyola**

El objetivo de este trabajo es el acercar al lector al conocimiento de una técnica especial de la espectroscopía infrarroja. Desde luego, no está dirigido a especialistas en el área, lo que se busca es solamente la introducción al tema o la actualización de algunos sectores de usuarios actuales o potenciales de la espectroscopía FTIR. En pocas palabras, queremos colaborar en un esfuerzo de actualización y de educación continua de los lectores de *Educación Química*.

La barrera entre la revisión de la investigación sobre un tema especializado y una contribución para la actualización de la docencia es difusa. En el tren del desarrollo científico, tal vez el primer paso que se da después del descubrimiento sea el de su sistematización en forma de un artículo de revisión. De allí a su utilización en el proceso docente sólo hay un paso más. Esta sección PROFESORES AL DÍA recoge, pues, artículos de revisión escritos de tal forma que su "digestión" no desemboque en "congestión", sino en actualización docente.

Para obtener un mejor aprovechamiento de la espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier, se han desarrollado diversas técnicas especiales para trabajar muestras, las cuales permiten mayor rapidez para el análisis, reducen la manipulación debida a la preparación de las muestras, eliminan la necesidad de una previa separación, etcétera. En esta ocasión trataremos acerca de la técnica combinada de FTIR/microscopía.

El acoplamiento de un microscopio a un espectrómetro de infrarrojo no es ni remotamente algo nove-

doso. En 1949 (Barer, Cole y Thompson, 1949) el científico inglés Sir Harold Thompson logró este acoplamiento. Su colaboración a la elucidación de la estructura de la penicilina lo hizo ver todos los problemas a que se enfrentaba aquella persona que estudiaba metabolitos biológicos. A este primer informe de Thompson siguieron otros trabajos, hasta que en 1953 hizo su aparición un microscopio IR comercial (el primero), el modelo 85 desarrollado por Perkin Elmer (Coates, Offner y Siegler, 1953).

Los problemas debidos al muy deficiente uso de la energía por parte de los espectrómetros dispersivos de aquellos años, así como serias limitaciones en el sistema de microscopía, provocaban que los análisis fueran tediosos y en muchas ocasiones poco reproducibles e inexactos. Por ello, esta técnica no se desarrolló y cayó en el abandono casi total.

De manera general, los aparatos actuales consisten de dos partes principales: un microscopio y un espectrómetro. El microscopio se diseña de manera que puede ser acoplado a diferentes espectrómetros, con características ligeramente diferentes según cada fabricante.

A su vez, cada microscopio consta de dos sistemas ópticos principales, el sistema óptico propiamente dicho

*Depto. Química Analítica, Facultad de Química, UNAM.

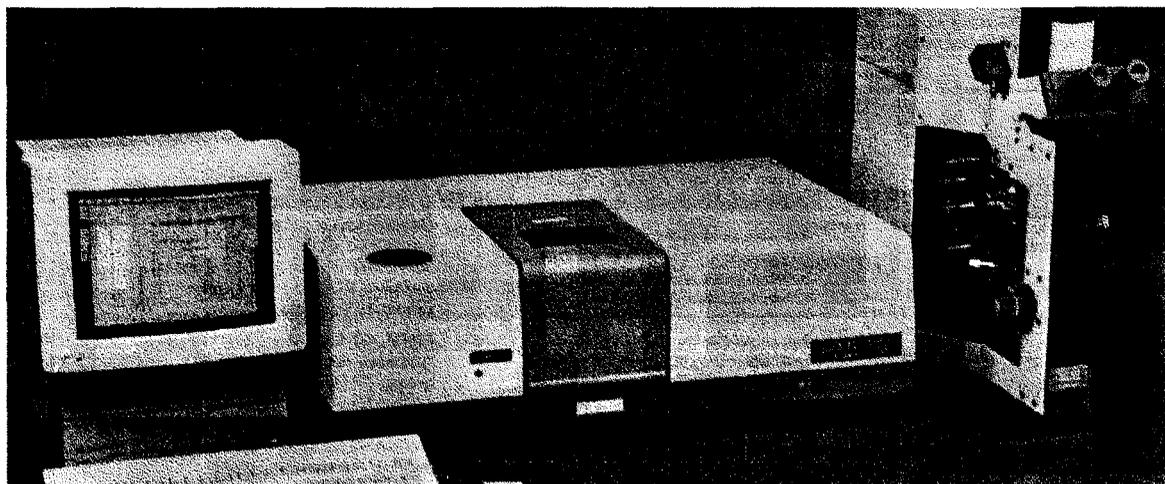
**Depto. Química Orgánica, Facultad de Química, UNAM.

Recibido:

10 de enero de 1993

Aceptado:

13 de abril de 1993



y el sistema óptico microespectroscópico FTIR que permite trabajar juntas a las dos partes principales. Desde el punto de vista del microscopio, se trabaja con cada sistema por separado.

"Un microscopio FTIR debe funcionar en las regiones espectrales visible y de IR. Este requisito implica restricciones para el diseño del microscopio, debido a que no existe para el IR un material correspondiente en propiedades al vidrio en el visible. Se necesita, entonces, de un sistema esférico de espejo doble para el manejo del complejo óptico, que asegure el alineamiento y la facilidad de limpieza sin afectar el comportamiento del sistema" (Schiering, Young y Byron, 1990).

El empleo del microscopio en esta técnica mixta permite tener una mejor vista de la muestra para colocarla en un punto exacto del haz de luz infrarroja, además de, por ejemplo, analizar la morfología de un cristal aislado, revisar el número de capas en un laminado y ver el color o colores que presente la muestra.

La técnica FTIR/microscopía utiliza un estereomicroscopio para manejar las opciones de visualización, debido a que permiten un mejor estudio de las irregularidades de la superficie de la muestra, y pueden ser de agrandamiento fijo o variable. En algunos aparatos se han podido acoplar cámaras fotográficas y han llegado a usarse cámaras de video. Esta última opción permite efectuar todo el proceso de visualización de la muestra a través de la cámara de video y controlarlo mediante un monitor de color, lo cual permite aliviar la fatiga asociada al uso de los oculares del microscopio por largo tiempo.

Los pasos a seguir para la obtención de un espectro de IR por esta técnica, son: preparar la muestra, visualizar, verificar la posición, aislar la mejor parte de la muestra (o la de mayor interés) y correr el espectro.

La muestra generalmente se prepara bajo un estereomicroscopio y puede tratarse de removerla de un sustrato, de adelgazarla o de homogeneizarla, para colocarla en una ventana adecuada. Una vez preparada la muestra, se coloca en el sitio que es a la vez punto de muestra de IR y de visualización del microscopio, donde puede ser vista, revisada y ajustada en posición. Se decide el área y se ajusta el foco y, una vez hecho esto, ya se puede obtener el espectro correspondiente. El aparato tiene un accesorio deslizante para colocación de muestras montado frente al sistema óptico IR, que permite la medición de muestras de rutina tales como pastillas en KBr o suspensiones de muestras sólidas, o bien el empleo de celdas cerradas para líquidos. Para minimizar los efectos de la absorción atmosférica y proveer un ambiente libre de polvo, se puede utilizar una cubierta para purgas que es opcional.

Esta técnica puede ser utilizada cuando se tienen micromuestras que requieran cierta caracterización molecular, o bien cuando por razones específicas se deba trabajar la muestra sin preparación previa.

Por indicar solamente algunos ejemplos de aplica-

ción, podemos mencionar que se emplea para el análisis de materiales poliméricos, imperfecciones de geles en películas de polímero, así como estratos individuales en estructuras laminadas multicapas, lo cual permite modificar o controlar características finales tales como la permeabilidad, la dureza, la resistencia química y la transmisión de luz, entre otras (Schiering, Young y Byron, 1990; Beauchaine y Rosenthal, 1987). Este tipo de caracterización permite un buen aseguramiento de calidad y un análisis para efectos de competitividad, insertándose dentro de los conceptos modernos del control de calidad total como una herramienta de excelente aplicación.

También se ha utilizado esta técnica para analizar, con fines judiciales, muestras como fibras textiles, laminillas de pintura, drogas, trazas de explosivos, etcétera. Además, para fines de control de calidad, se han analizado con esta técnica diversos empaques, que pueden ser materiales poliméricos o bien envases de aluminio para alimentos, recubiertos, tanto internamente (para evitar la corrosión) como externamente (identificación del contenido), para encontrar huecos microscópicos o regiones de materiales no compatibles que puedan provocar contaminación o, aún más, promover el crecimiento de bacterias dañinas para el consumidor. 

BIBLIOGRAFÍA

- Barer, R., Cole, A.R.H. y Thompson, H.W., *Nature* **163**, 198 (1949).
Beauchaine, J.P. y Rosenthal, R.J., *Microbeam Analysis*, 1987.
Coates, V.J., Offner, A. y Siegler, E.H., *J. Opt. Soc. Am.* **43**, 984 (1953).
Schiering, D.W., Young, E.F. y Byron, T.P., *American Laboratory*, noviembre 1990.

