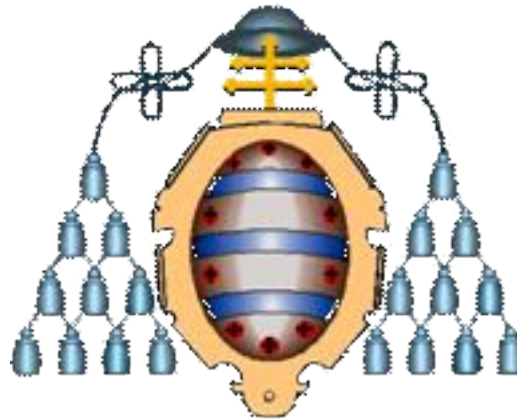


# Unidad de espectroscopía fotoelectrónica, UV-Visible e IR



**Alfonso Fernández González**



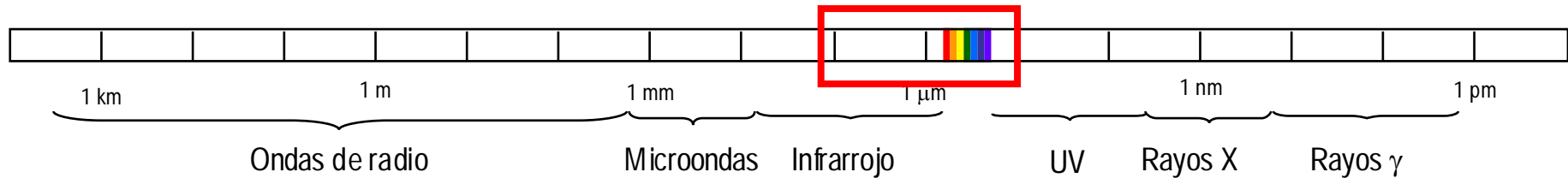
## Equipamiento de la unidad

- 1.- Espectrómetro de fotoelectrones (XPS)
- 2.- Espectrómetro de infrarrojo por transformada de Fourier y microscopio (FTIR)
- 3.- Espectrofotómetro visible-ultravioleta-infrarrojo cercano (UV-Vis)
- 4.- Espectrómetro de dicroísmo circular (CD)
- 5.- Espectrofluorímetro de tiempo resuelto
- 6.- Espectrómetro y microscopio Raman



## ¿Qué tienen (casi) todos los equipos en común?

La **absorción de radiación electromagnética** en una zona concreta del espectro.



Lambda-900  $\longrightarrow$  190 nm – 3300 nm

Varian 620-IR  $\longrightarrow$  2,5  $\mu\text{m}$  – 25  $\mu\text{m}$

Jasco J-815  $\longrightarrow$  175 nm – 800 nm **Luz polarizada**

El **XPS** es el único equipo de la unidad que **no mide radiación electromagnética absorbida**, aunque utiliza rayos X en su funcionamiento.

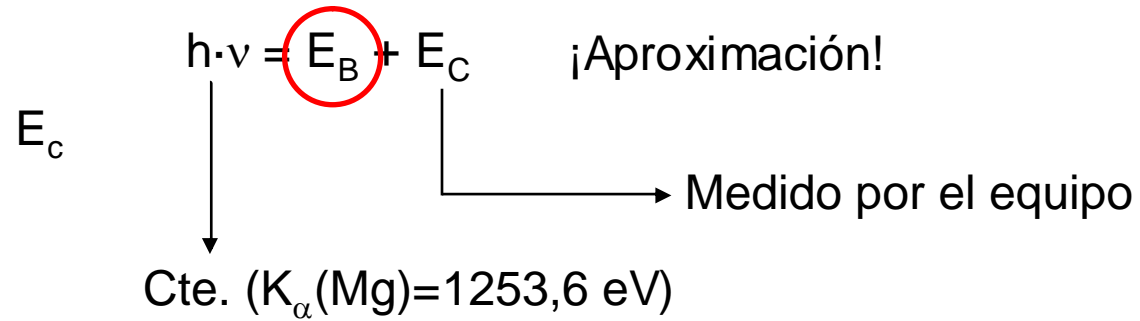
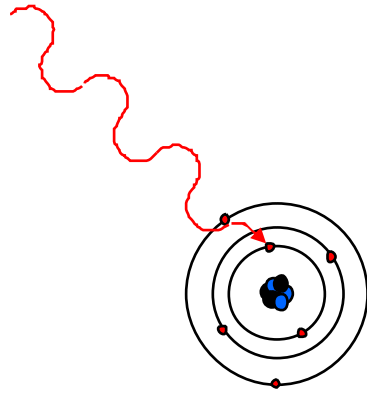


## XPS

- Es una técnica de **análisis superficial**: sólidos.
- Proporciona información **cualitativa** (qué elementos) y **cuantitativa** (cuánto).
- No fiable para **C** ni, en cierta medida, para el **O**.
- Ultra-Alto vacío (UHV): **CO<sub>2</sub>**, **H<sub>2</sub>O**, **disolventes**, etc.
- Equipamiento **muy delicado** y **muy sensible** (p.e. **cortes de luz**).



# XPS: Fundamento



5 <b>B</b> Boro 1s: 188 eV	6 <b>C</b> Carbono 1s: 284 eV	7 <b>N</b> Nitrógeno 1s: 399 eV	8 <b>O</b> Oxígeno 1s: 532 eV	9 <b>F</b> Flúor 1s: 686 eV
-------------------------------------	--	--	--	--------------------------------------

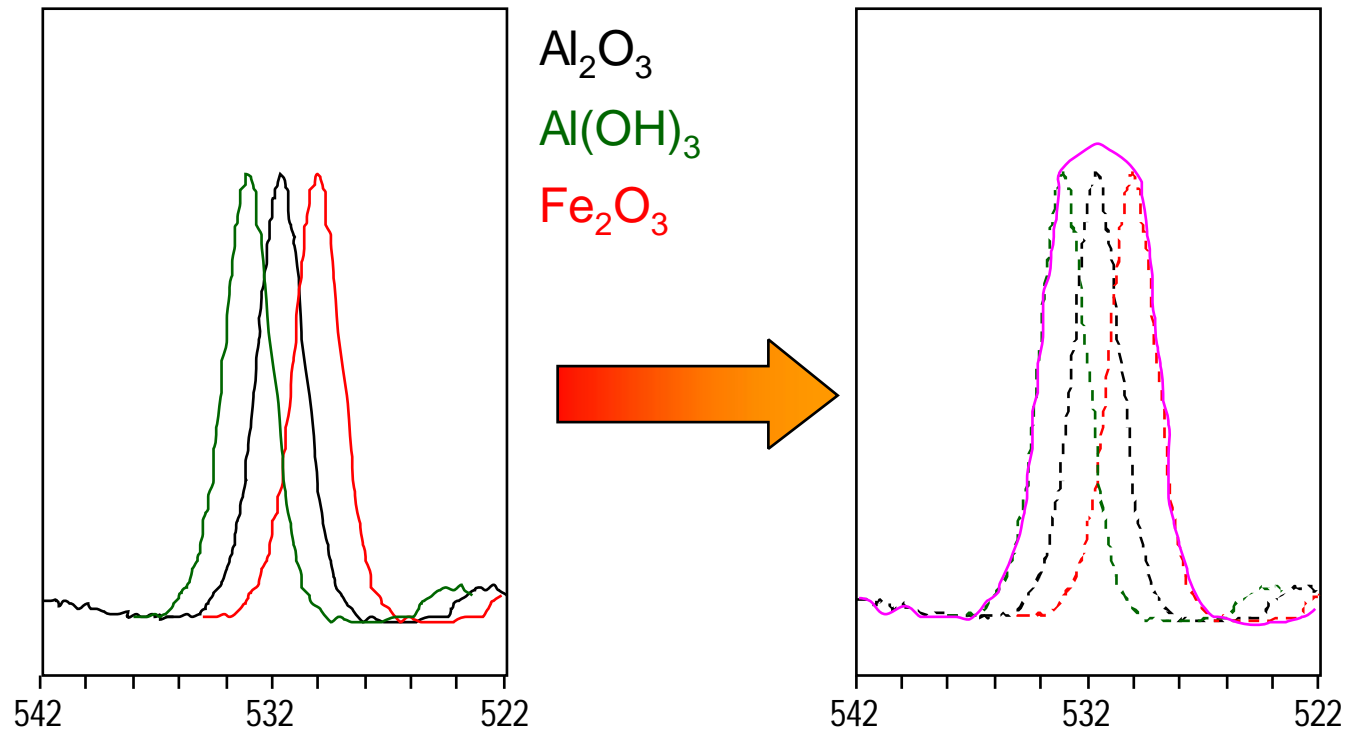
20 <b>Ca</b> Calcio 2p: 347 eV
---

2s:	438 eV
2p1/2:	350 eV
2p3/2:	347 eV
3s:	44 eV
3p3/2:	26 eV.

Perfiles de concentración en profundidad (*depth-profiling*).



## XPS: Fundamento



La “**deconvolución**” es lo mas complejo del análisis por XPS.

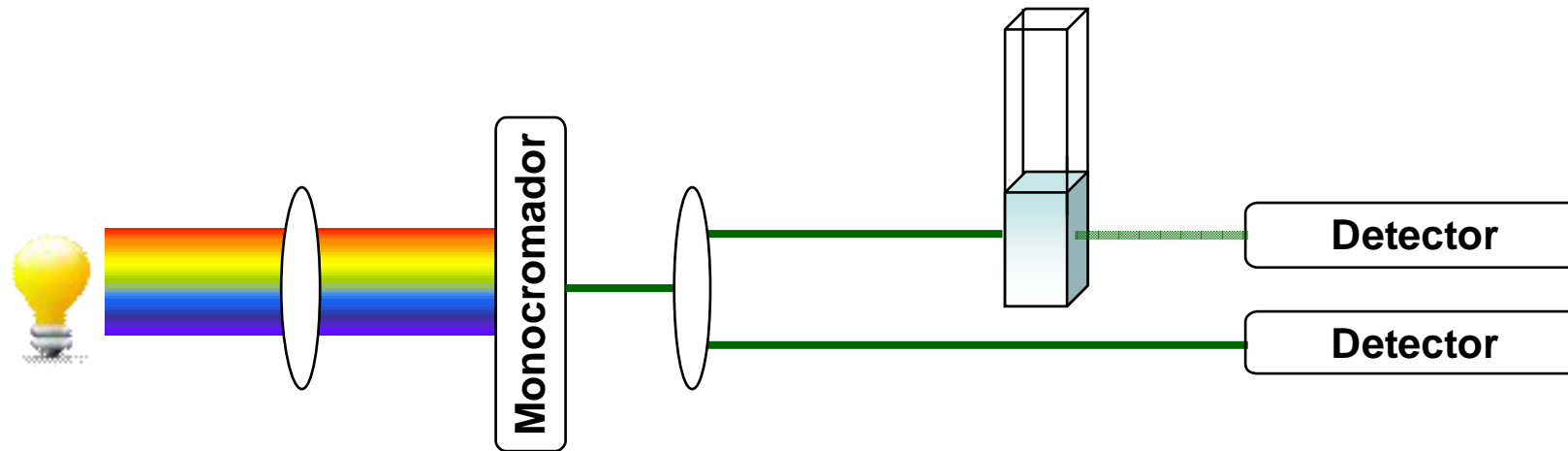


## XPS: Ejemplos y usuarios

- Usuarios de **química (in)orgánica y analítica** para estudiar el estado de oxidación de metales en compuestos sintéticos.
- Usuarios de **ingeniería química** para estudiar el oxígeno y ciertos metales en catalizadores soportados sobre carbono activo.
- Usuarios de **geología** para determinar las alteraciones ocurridas en la química superficial de ciertos minerales tras someterlos a vapores tipo  $\text{SO}_2$ ,  $\text{NO}_x$ .
- Usuarios de **ingeniería mecánica (tribología)** para estudiar la alteración ocurrida en una superficie lubricada con un determinado producto.
- Empresas **spin-off** (*Dropsens*) para comprobar la presencia/ausencia de ciertos metales (Bi) en sus productos.

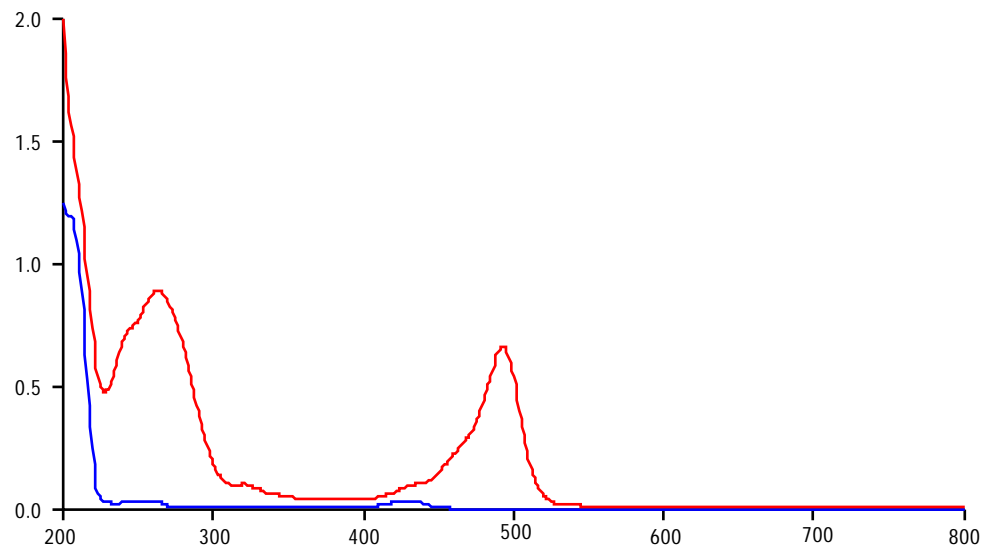


## PE Lambda-900 (UV-Vis-NIR)



%Luz transmitida (transmitancia)

Absorbancia =  $-\log(T)$



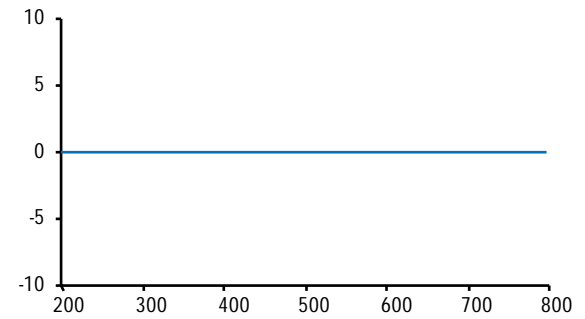
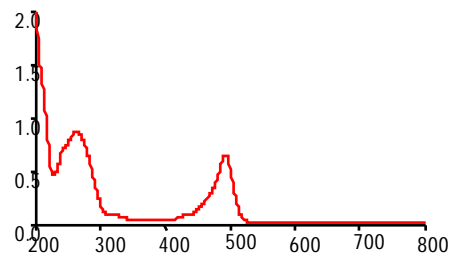
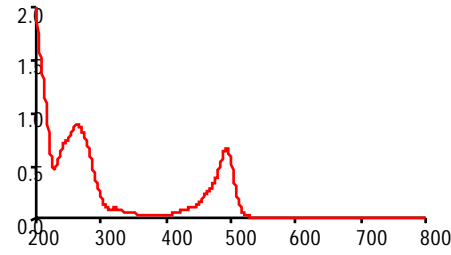
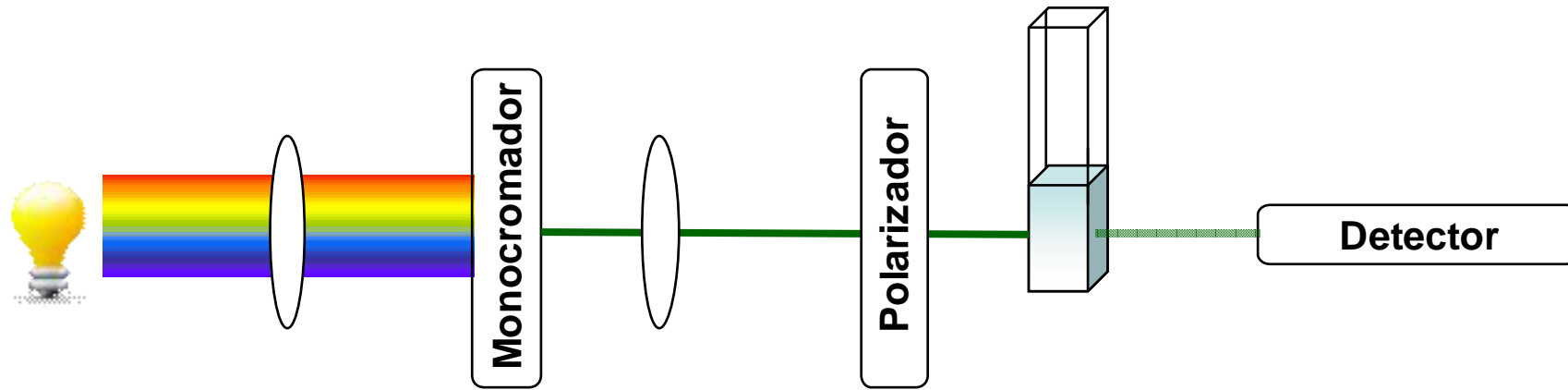


## PE Lambda-900 (Ejemplos y usuarios)

- Usuarios de **química analítica** para caracterizar compuestos, y para hacer determinaciones cuantitativas.
  
- Usuarios de **física en colaboración con el HUCA** para estudiar la derivatización de nanopartículas con streptavidina.
  
- Empresas como **Lurederra (Navarra)** o la **Confederación Hidrográfica del Norte** para caracterizar la absorción de membranas o la determinación de cianatos.
  
- Otros centros de investigación como el **SERIDA** para estudiar la absorción en NIR de medios de cultivo.
  
- Circunstancialmente, *otras unidades* de los SCTs.

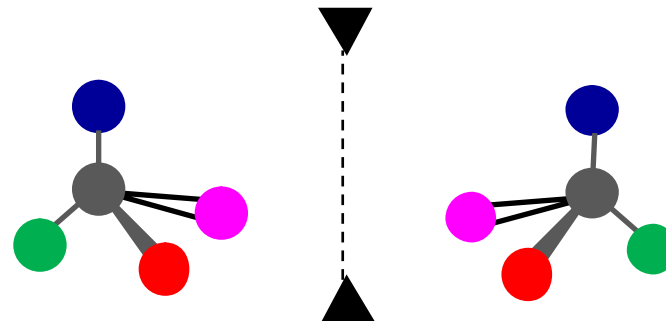


# Jasco CD-815

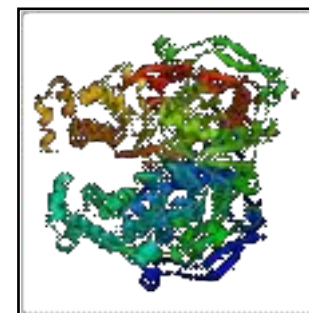
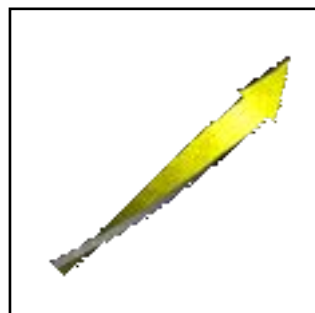


## Jasco CD-815

- ✓ Solamente dan señal positiva o negativa en dicroísmo circular aquellas moléculas que sean **quirales**, es decir, que tengan **simetría especular**.



- ✓ Las señal de dicroísmo circular de las **proteínas** está relacionada con su **estructura tridimensional**.



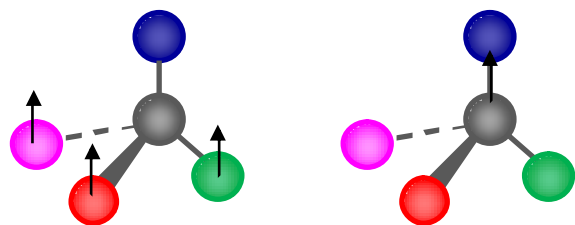
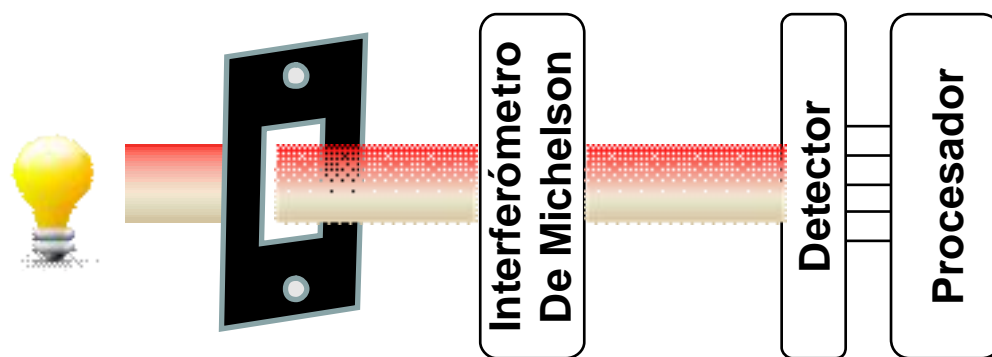
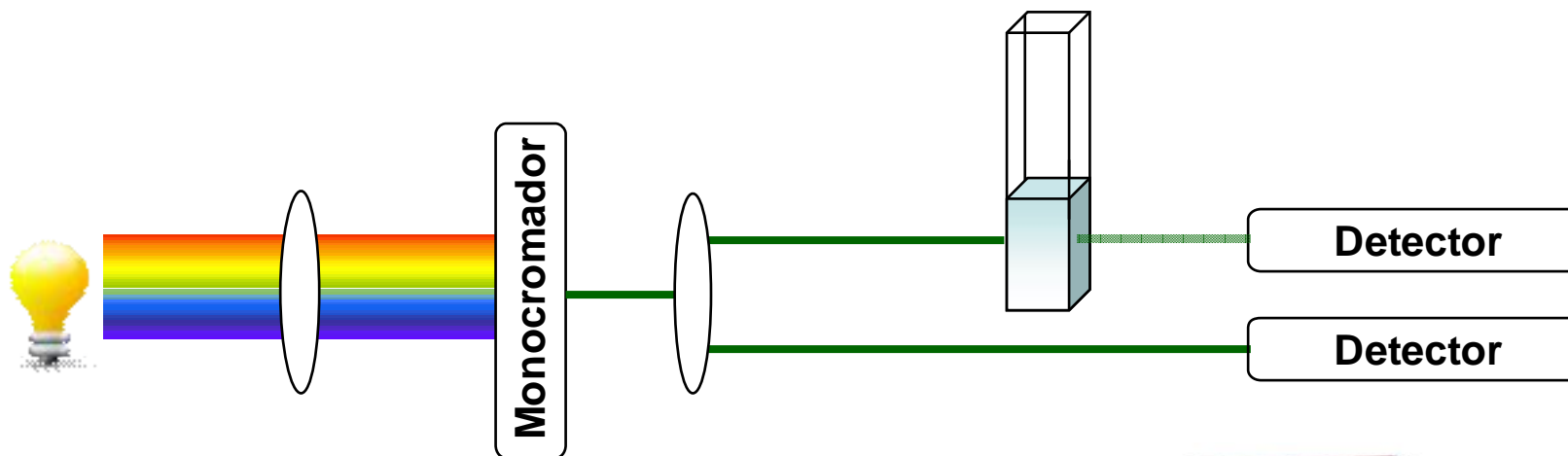
- ✓ En el caso de los **ácidos nucleicos**, puede distinguirse la estructura del ADN **A, B y Z**.
- ✓ También puede determinarse el **exceso enantiomérico**.

## Jasco CD-815

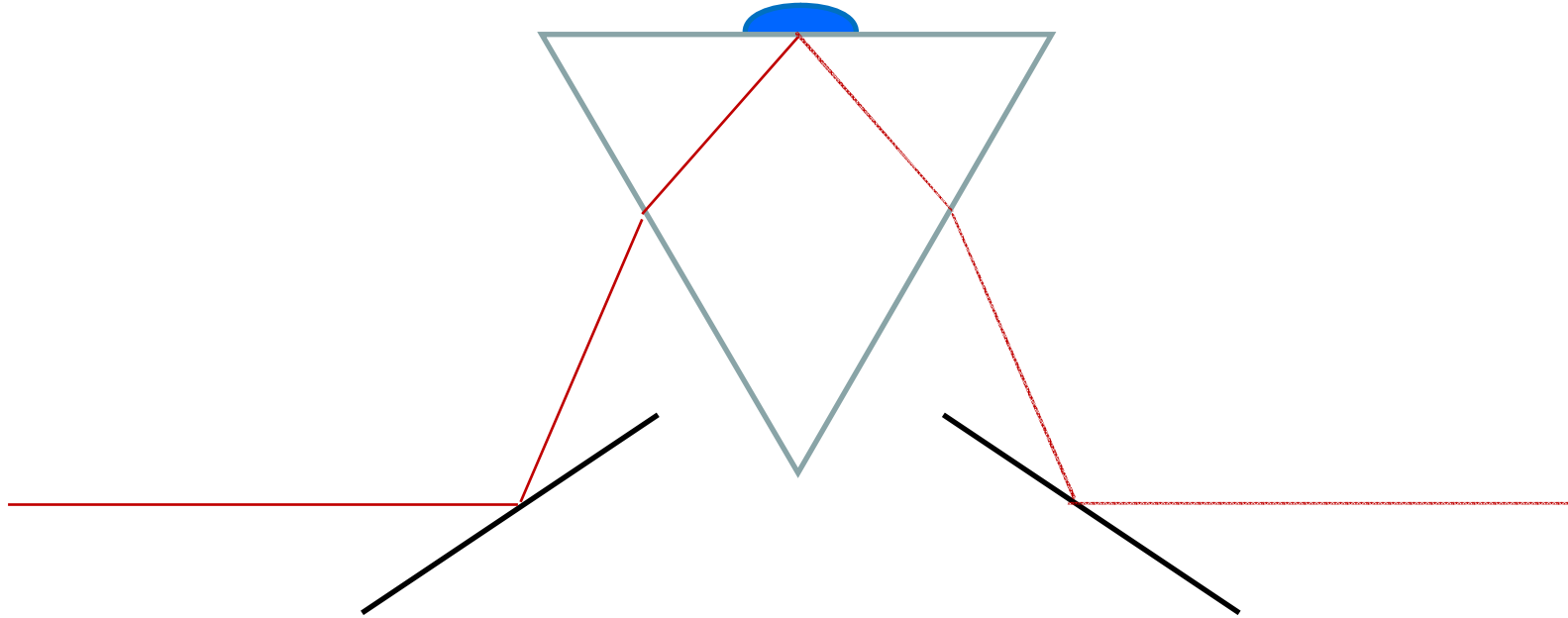
- Usuarios de **química inorgánica** para estudiar la quiralidad de compuestos sintéticos.
- Usuarios de **bioquímica** para estudiar la desnaturalización química y/o térmica de proteínas.
- Empresas *spin-off* como **Entrechems** para estudiar la quiralidad de sus compuestos químicos.
- Usuarios de **química analítica** para tratar de seguir la formación de complejos entre ORMOSILs y antibióticos.



# FTIR



## ATR - FTIR



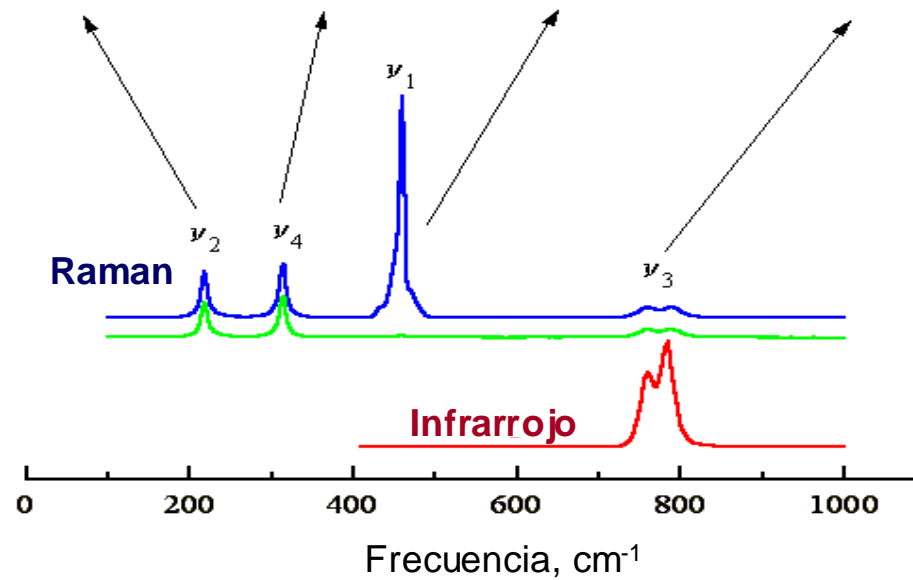
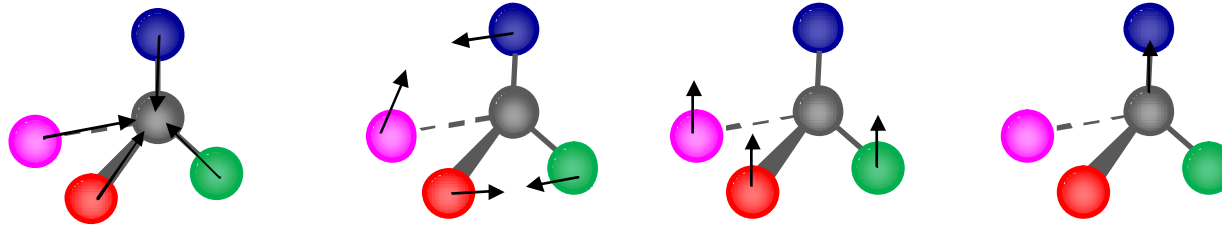
- Medida directa** de sólidos y líquidos.
- Es una **técnica superficial** (penetración, pocas micras).
- Se requiere que  $n_{\text{muestra}} < n_{\text{cristal}}$ : diamantes, germanio.

## FTIR y ATR-FTIR

- Usuarios de **química analítica** para estudiar la estructura de compuestos sintetizados, o la eficiencia de una derivatización.
- Determinaciones cuantitativas de **alcohol en vodka** o **aditivos en gasolinas** en las prácticas del Máster de Análisis químico, bioquímico y estructural.
- Usos esporádicos de instituciones externas como la **ESAPA** o de departamentos como **Ingeniería Química** o **Química Inorgánica**.
- Usuarios de **química analítica** para tratar de seguir la formación de complejos entre ORMOSILs y antibióticos.
- Usuarios habituales el **SERIDA**, para estudios de viabilidad de embriones bovinos.
- Proyectos de investigación de **Química Analítica** para clasificar manzanas.



# RAMAN



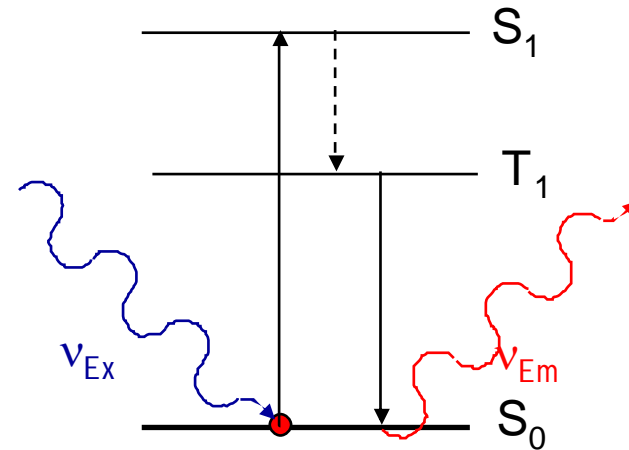
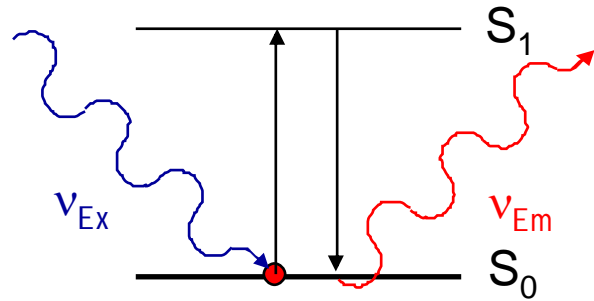
El número de picos está relacionado con los grados de libertad de la molécula

Grados de libertad =  $3N - 6$  (flexión) o  $3N - 5$  (lineal) para  $N$  átomos





## Luminiscencia



→ Proceso con emisión o absorción de radiación  
---→ Proceso sin emisión o absorción de radiación

**Fluorescencia**

$$\nu_{Ex} > \nu_{Em}$$

**Fosforescencia**

$$\tau_{\text{Fluorescencia}} \ll \tau_{\text{Fosforescencia}}$$

- Espectrofluorímetro (luminómetro) de **tiempo resuelto**.
- Estudios de **desactivación** (*quenching*): estático o dinámico.





## Actividad docente de los equipos

- **XPS** para licenciatura en física.
- **FTIR** para el **máster de análisis químico, bioquímico y estructural**.
- **DC** para el **máster de análisis químico, bioquímico y estructural**.
- Visitas del grado en química.
- Visitas de otros másteres.

