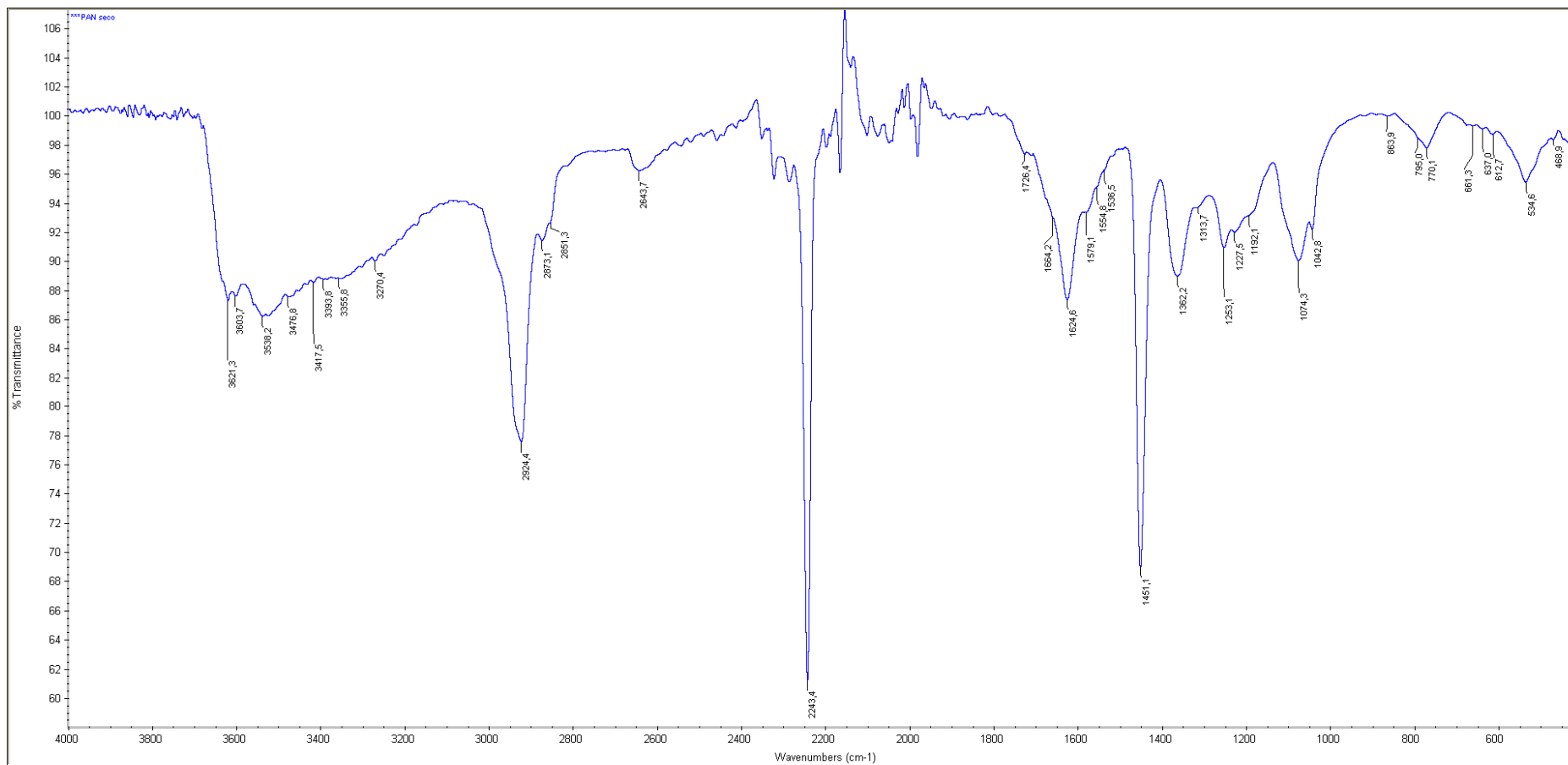


ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

1. Muestra 1: PAN (poliacrilonitrilo)

1a) Espectro:



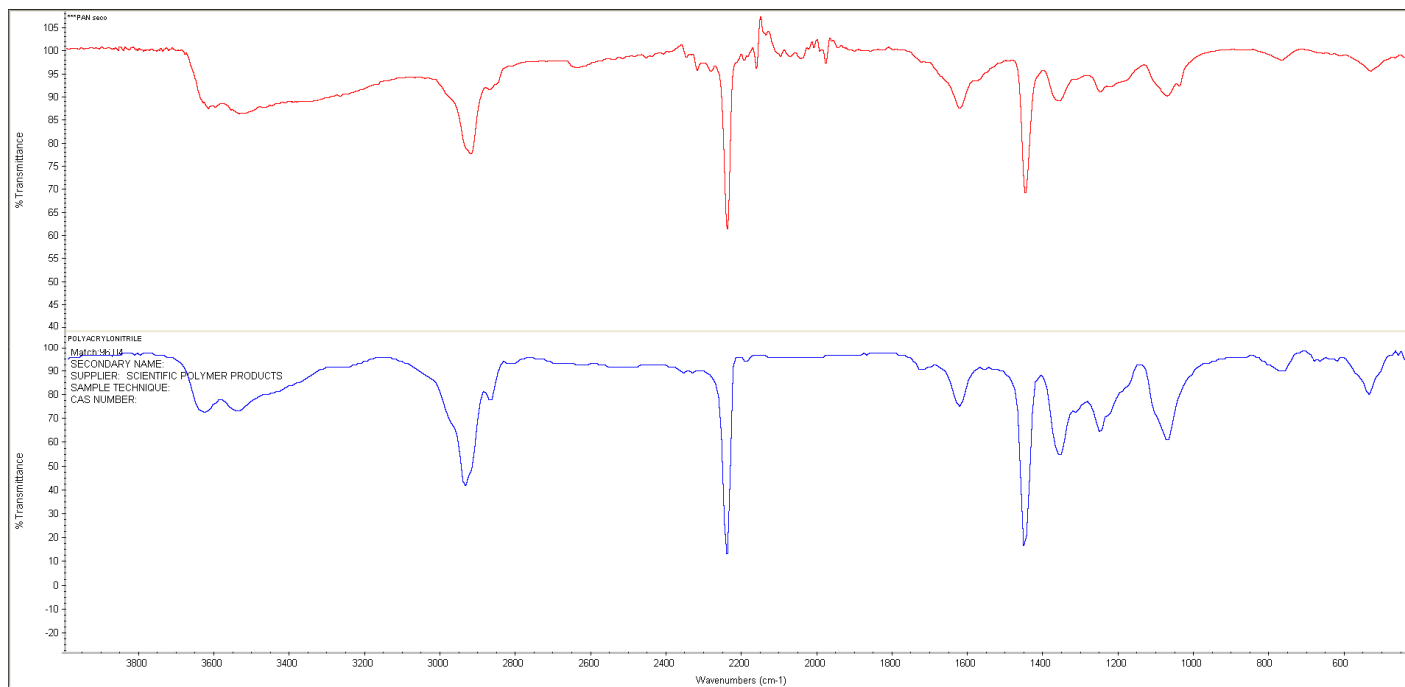
Observaciones:

-Esta muestra contiene las bandas del poliacrilonitrilo

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

1b) Identificación con librerías del equipo:



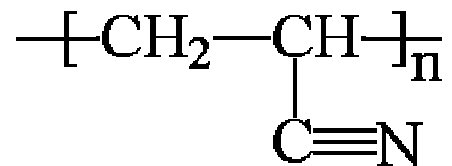
	Index	Match	Compound Name	Library Name
1	30	96.04	POLYACRYLONITRILE	Polymer Additives and Plasticizers
2	285	93.02	Poly(acrylonitrile)	Hummel Polymer and Additives
3	4	92.75	Poly(acrylonitrile)	Hummel Polymer and Additives
4	194	90.77	Poly(acrylonitrile)	Hummel Polymer and Additives
5	21	90.68	POLY(ACRYLONITRILE)	Hummel Polymer Sample Library
6	31	86.32	Poly(acrylonitrile:vinylidene chloride),3:1	Hummel Polymer and Additives
7	800	85.39	Poly(acrylonitrile)	Hummel Polymer and Additives
8	1055	63.85	Poly(acrylonitrile:acrylic acid),97:3	Hummel Polymer and Additives
9	798	61.04	Poly(acrylonitrile:vinyl chloride)	Hummel Polymer and Additives
10	574	55.41	Poly(acrylonitrile:methacrylamide)	Hummel Polymer and Additives

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

1c) Identificación de posibles grupos funcionales

PAN	Asignación posible
3300-3600	Tensión enlaces O-H
2851-2924	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃
2243	Tensión enlace C≡N
1726	Tensión enlaces C=O
1625	Tensión enlace C=N y C=C Flexión enlaces O-H de H ₂ O
1451	Tensión C-N/C=N
1451, 1362	Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1253	Tensión enlace CO
1190-1043	Tensión enlaces C-C y C-CN
770	Deformación CH fuera de plano
537	Flexión C-C-CN

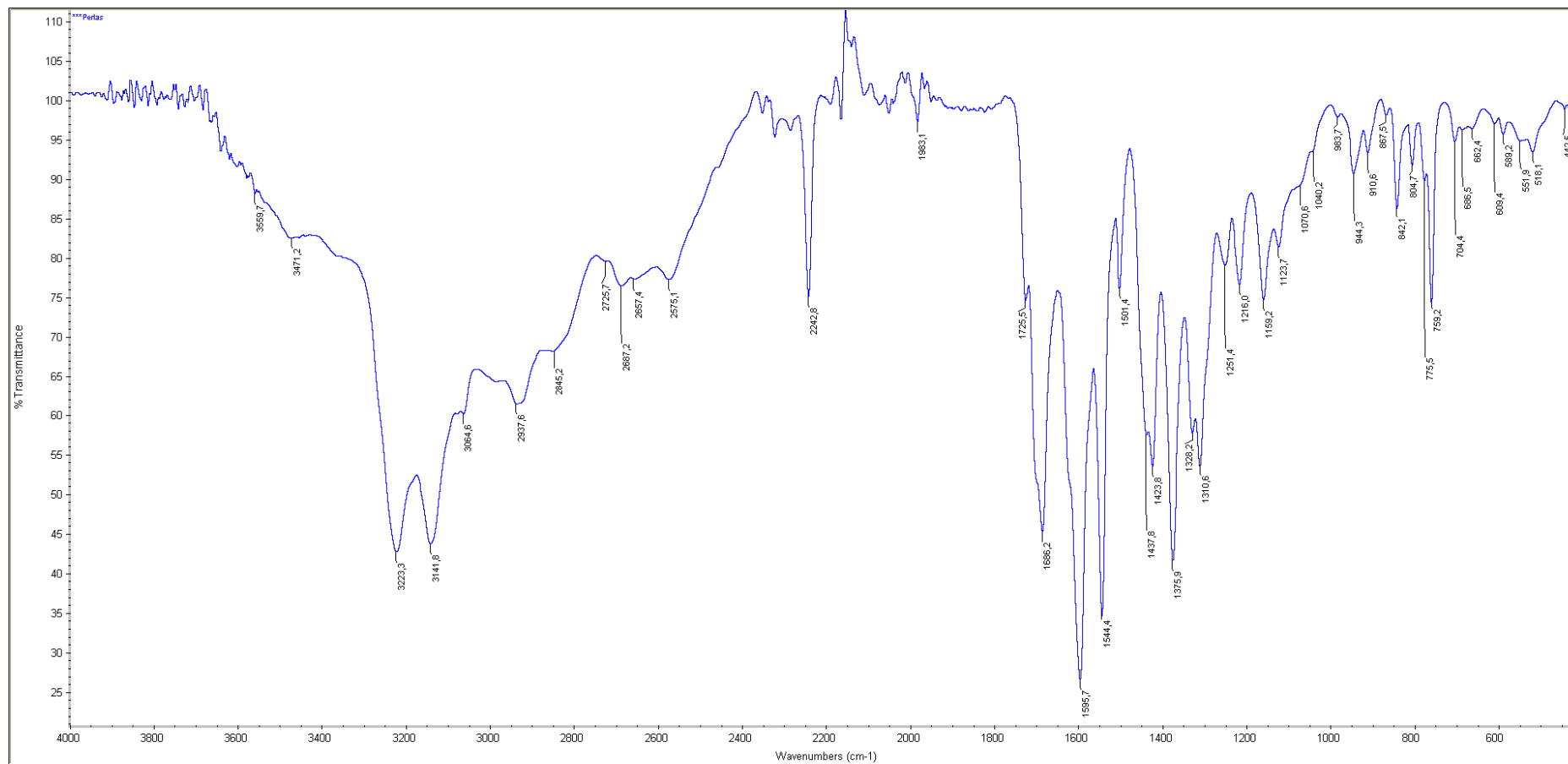
Fórmula: (C₃H₃N)_n



ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

2 Muestra 2: Perlas (poliacrilonitrilo+ 2-metil-imidazol).



Observaciones:

-Se observan las bandas del PAN y del imidazol.

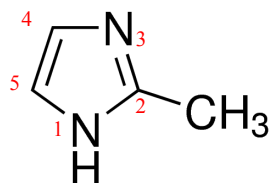
ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

2b) Identificación con librerías del equipo:

Perlas	Asignación posible
3560	Tensión enlaces N-H anillo imidazol
3471	Tensión enlaces O-H
3223	Tensión enlaces C-H del C en posición 2 imidazol
3142, 3065	Tensión enlaces C-H de grupos C4 y C5 del imidazol
2845-2937	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃
2243	Tensión enlace C≡N del PAN
1725	Tensión C=O
1686	Tensión enlaces C=N y C=C de PAN Tensión enlaces N=C-N del anillo imidazol
1596, 1544, 1501, 1437	Tensión C=N y C=C del anillo imidazol+ Flexión N-H del anillo imidazol
1424	Flexión grupos CH ₂ y CH ₃ de PAN y grupo metilo imidazol
1376-1301	Tensión C-N/C=N anillo imidazol Flexión grupos CH ₂ y CH ₃ de PAN y grupo metilo imidazol
1251	Tensión C-N anillo imidazol
1040-1164	Flexión CH de anillo imidazol en el plano+ flexión H-C-N de imidazol
842,	Flexión anillo imidazol en plano
760-700	Flexión anillo imidazol fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH

Fórmula 2-metil-imidazol: C₄H₆N₂

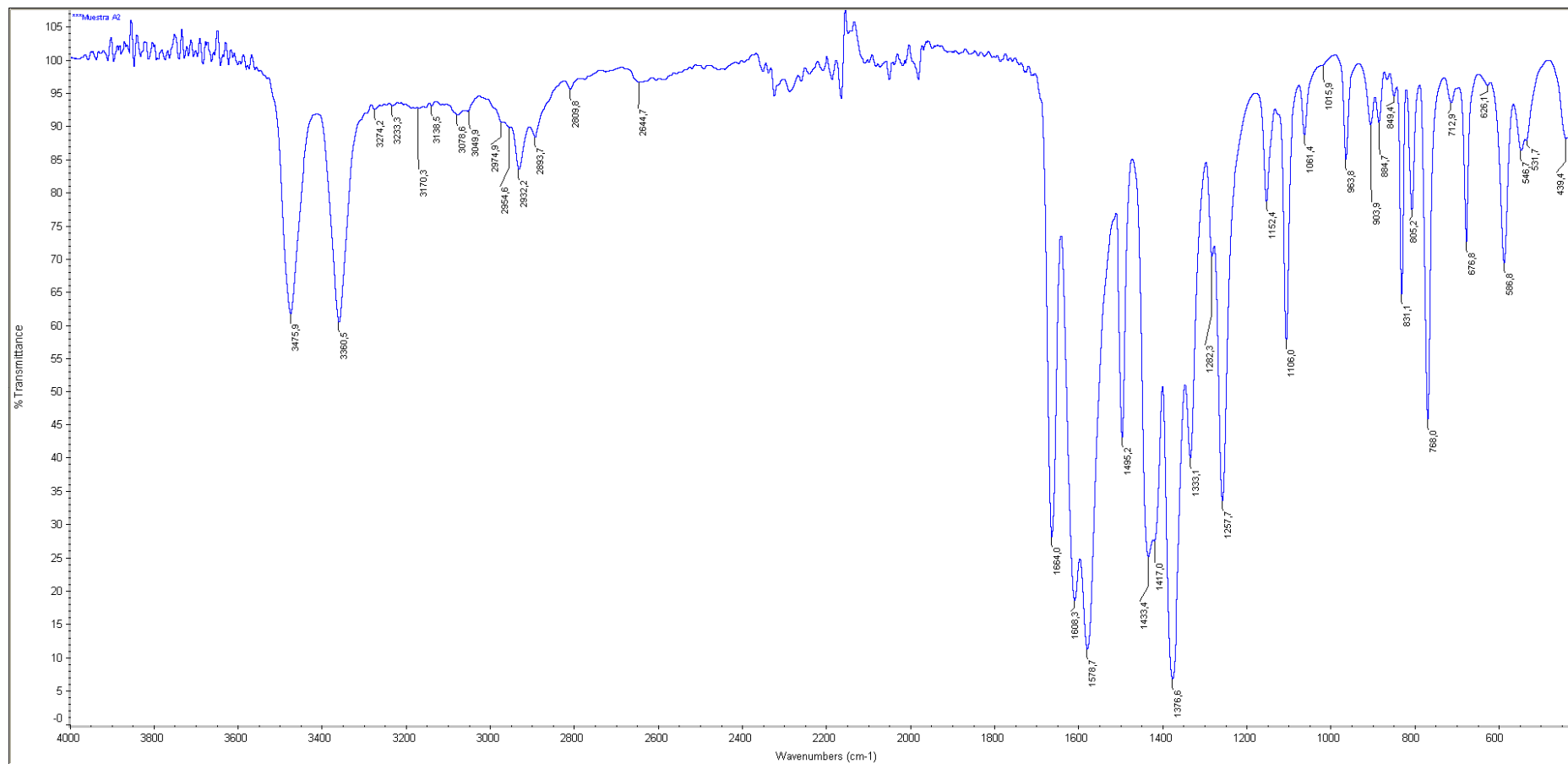


Esta molécula tiene formas resonantes y hay enlaces C=C, C-N, N-H, C=N, C-C, C-H y C=C-H

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

3 Muestra 3: A2 (MOF de cobre)



ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

3b) Identificación de bandas posible:

A2	Asignación posible
3476, 3360	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3050-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2894-3000	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1664	Tensión asimétrica del grupo COO monodentado
1579	Tensión asimétrica del grupo COO bidentado Flexión N-H grupo amino
1608, 1495	Tensión C=C del anillo aromático
1433-1417	Tensión simétrica grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1377	Tensión simétrica COO ⁻ grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1333	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1258	Tensión enlace C-N (ref 6)
1152, 1106, 1061, 1015	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
831	Flexión C-C anillo aromático en plano
768	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión CO del grupo COO
677, 713, 587-531	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO

Observaciones:

-Este ligando puede coordinarse con el metal por los grupos carboxilato COO⁻, y cada uno de esos grupos puede actuar como monodentado o bidentado (ver info en anexo). Cuando es bidentado puede unirse a un solo metal, lo que formaría un quelato, o bien actuar de puente uniéndose a dos átomos del metal. Como presenta una banda intensa en 1433 y otra en 1377 cm⁻¹ parece que el modo de tensión simétrica se ha desdoblado, y esto suele ocurrir cuando actúa como bidentado puente. Sin embargo, también aparecen modos de vibración característicos del modo de unión monodentado que pueden ser debidos a que el otro grupo COO de la molécula se una así al metal.

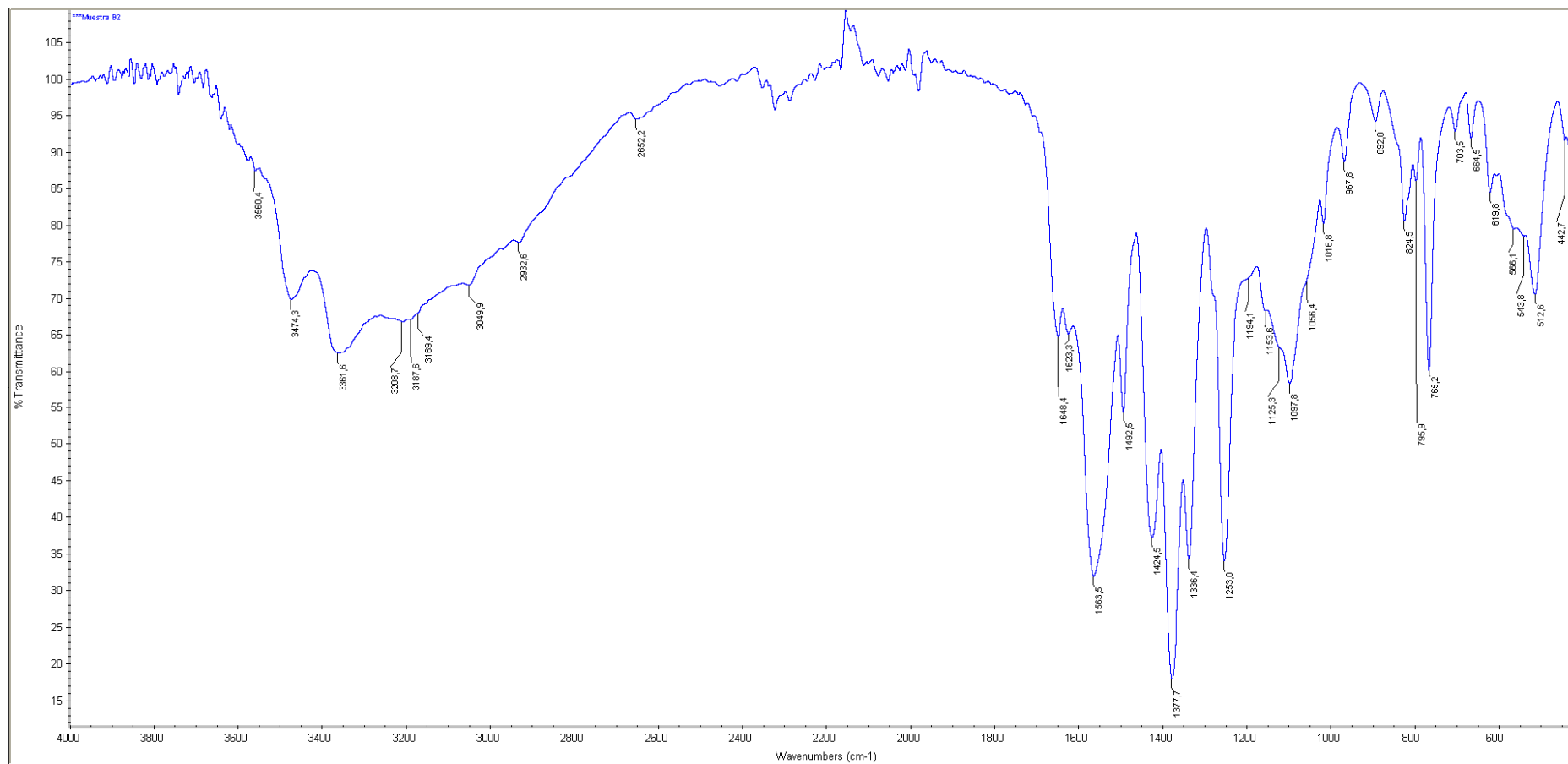
-Como se utilizó acetato de cobre como precursor y éste tiene bandas del carboxilato COO⁻ a 1608 y 1440 cm⁻¹, debemos comprobar que no hay restos de este compuesto por otras técnicas (XRD).

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

4 Muestra 4: B2 (MOF de hierro)

4a) Espectro:



Observaciones:

-Como se utilizó sulfato de hierro como precursor y éste tiene bandas del grupo sulfato a SO_4^{2-} a 980-1100 y $\sim 600 \text{ cm}^{-1}$, debemos comprobar que no hay restos de este compuesto por otras técnicas (XRD).

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

4b) Identificación de bandas posible:

B2	Asignación posible
3474, 3351	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3048-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2894-2928	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1648	Tensión asimétrica enlaces COO ⁻ monodentado
1623, 1492	Tensión C=C del anillo aromático
1563	Tensión asimétrica grupo COO ⁻ bidentado Flexión N-H grupo amino
1424	Tensión simétrica grupo COO ⁻ bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1378	Tensión simétrica COO ⁻ bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1336	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1253	Tensión enlace C-N (ref 6)
1194, 1127, 1097, 1017	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
893,824	Flexión C-C anillo aromático en plano
765	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión OCO
674, 703, 566-543	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO
513	Tensión enlace Fe-O

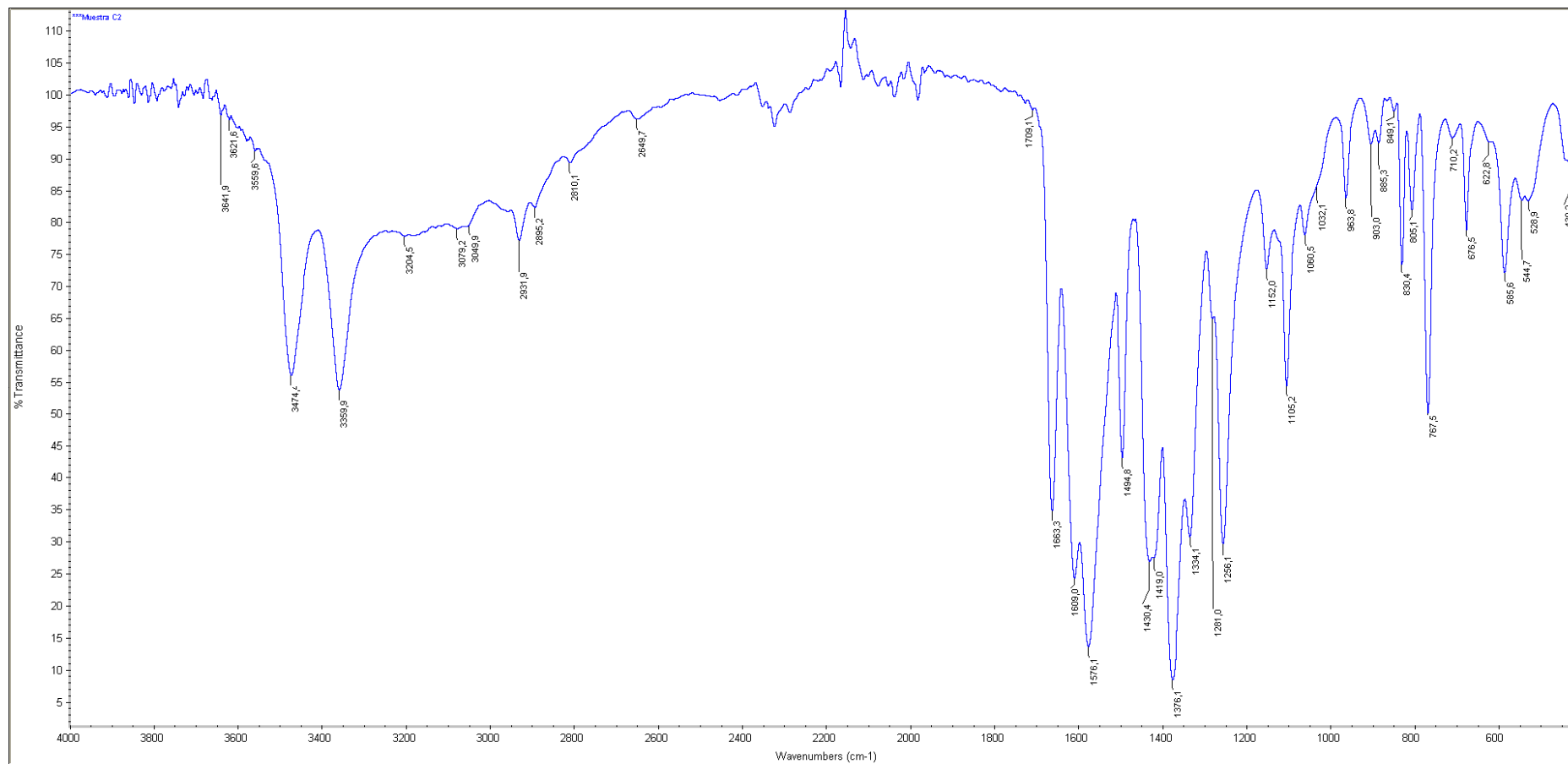
Observaciones:

-Hay una banda intensidad media en torno a 513 cm⁻¹ que podría ser debida a la tensión del enlace Fe-O. Esto debería comprobarse por otras técnicas (XPS).

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

5 Muestra 5: C2 (MOF de hierro y cobre 1:2)



Observaciones:

-Presenta las bandas del MOF de hierro y cobre.

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

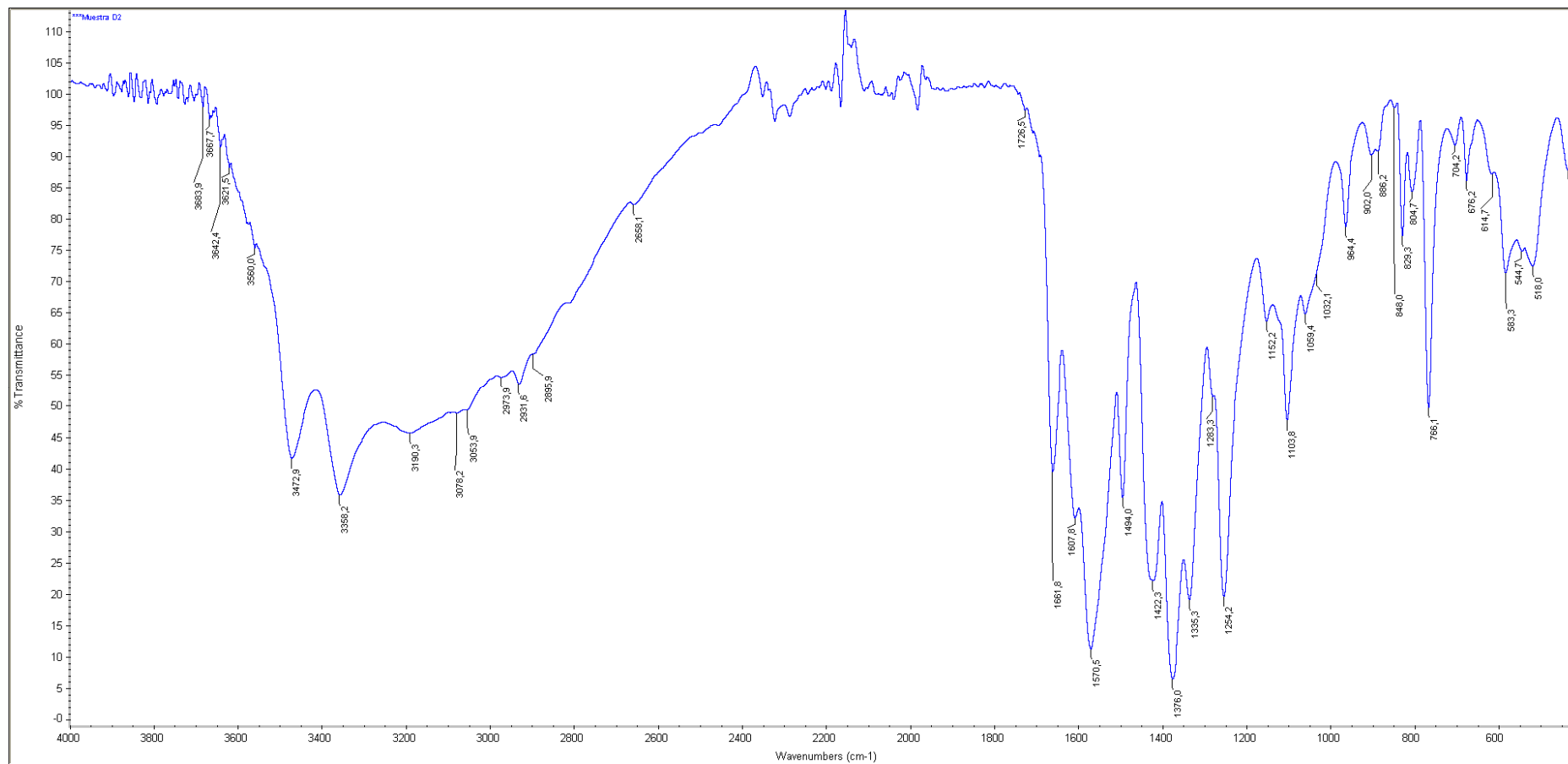
5b) Identificación de bandas posible:

C2	Asignación posible
3474, 3360	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3050-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2895-3000	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1663	Tensión asimétrica del grupo COO monodentado
1576	Tensión asimétrica del grupo COO bidentado Flexión N-H grupo amino
1609, 1495	Tensión C=C del anillo aromático
1430-1419	Tensión simétrica grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1376	Tensión simétrica COO ⁻ grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1334	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1256	Tensión enlace C-N (ref 6)
1152, 1106, 1060, 1032	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
885, 830	Flexión C-C anillo aromático en plano
767	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión OCO
676, 713, 585	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

6. Muestra 6: D2 (MOF de hierro y cobre 2:1)



Observaciones:

-Presenta las bandas del MOF de hierro y cobre.

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

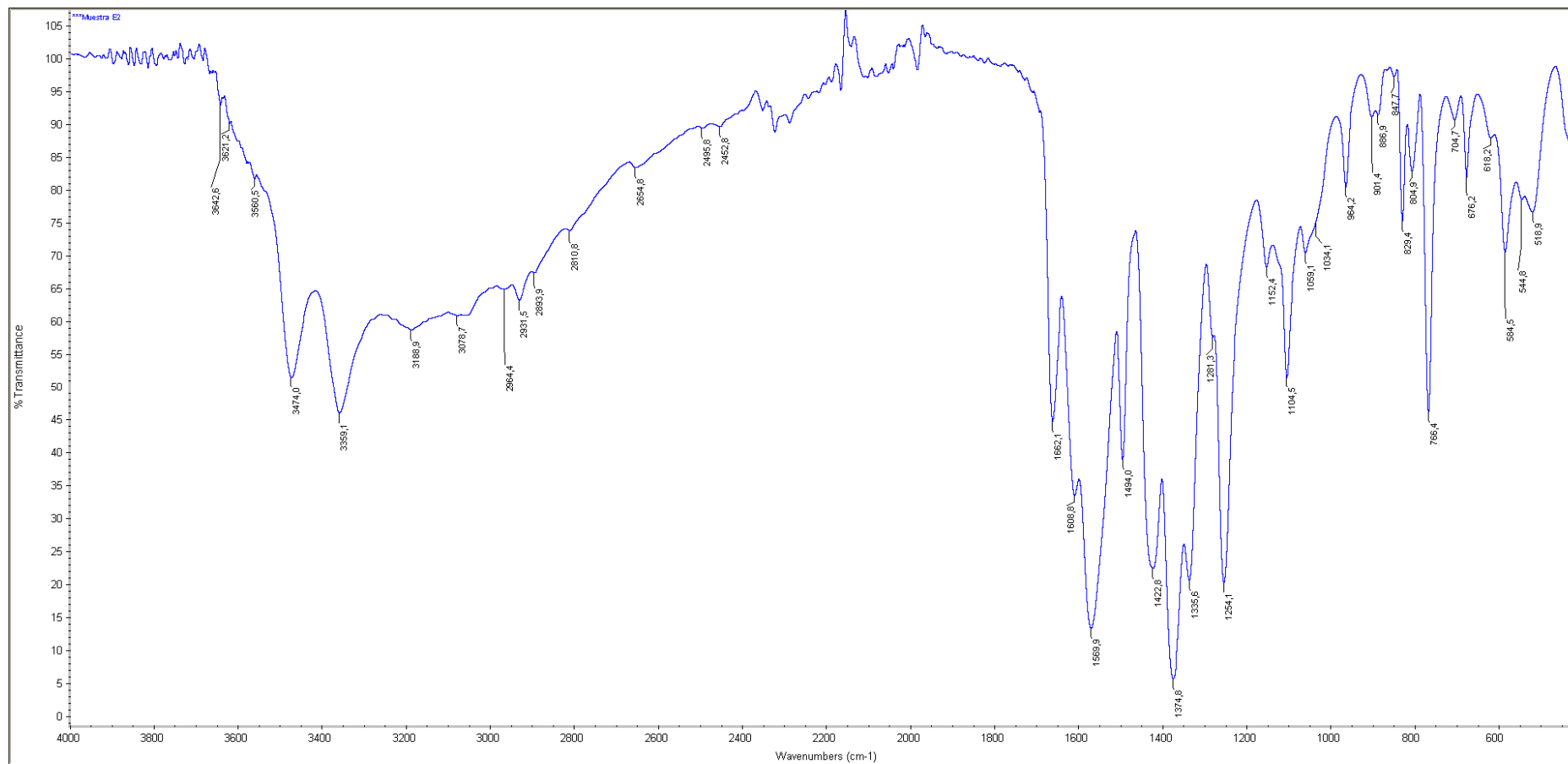
6b) Identificación de bandas posible:

D2	Asignación posible
3473, 3358	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3050-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2895-3000	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1662	Tensión asimétrica del grupo COO monodentado
1570	Tensión asimétrica del grupo COO bidentado Flexión N-H grupo amino
1608, 1494	Tensión C=C del anillo aromático
1422	Tensión simétrica grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1376	Tensión simétrica COO ⁻ grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1335	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1254	Tensión enlace C-N (ref 6)
1152, 1106, 1059, 1032	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
886, 829	Flexión C-C anillo aromático en plano
766	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión OCO
676, 713, 583	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO
518	Tensión enlace Fe-O

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

7. Muestra 7: E2 (MOF de hierro y cobre 1:1)



Observaciones:

-Presenta las bandas del MOF de hierro y cobre.

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

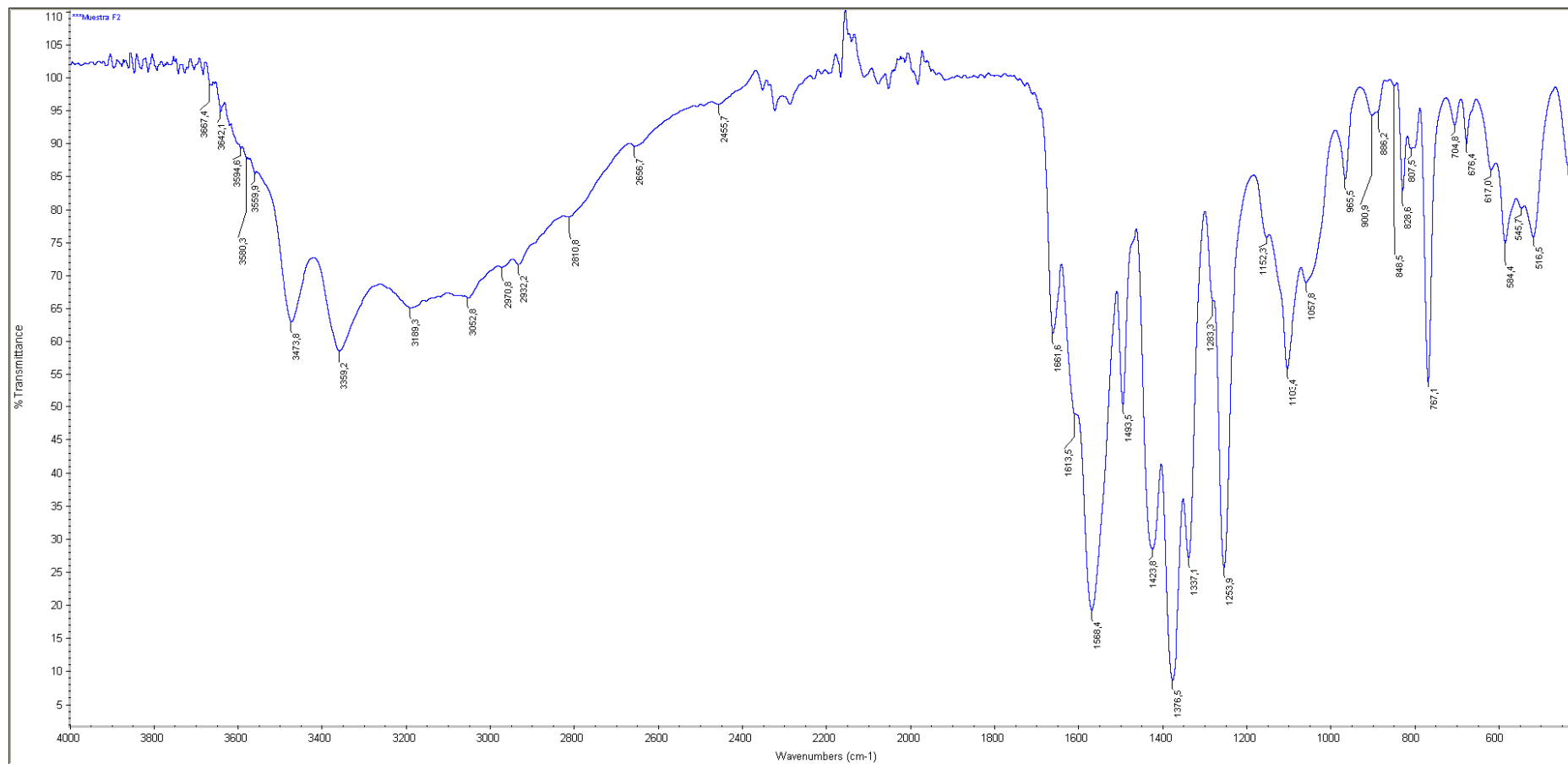
7b) Identificación de bandas posible:

E2	Asignación posible
3474, 3359	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3050-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2895-3000	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1662	Tensión asimétrica del grupo COO monodentado
1570	Tensión asimétrica del grupo COO bidentado Flexión N-H grupo amino
1609, 1494	Tensión C=C del anillo aromático
1423	Tensión simétrica grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1375	Tensión simétrica COO ⁻ grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1335	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1254	Tensión enlace C-N (ref 6)
1152, 1106, 1059, 1034	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
887, 829	Flexión C-C anillo aromático en plano
766	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión OCO
676, 713, 584	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO
519	Tensión enlace Fe-O?

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

8. Muestra 8: F2 (MOF de hierro y cobre 2:1)



Observaciones:

-Presenta las bandas del MOF de hierro y cobre.

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

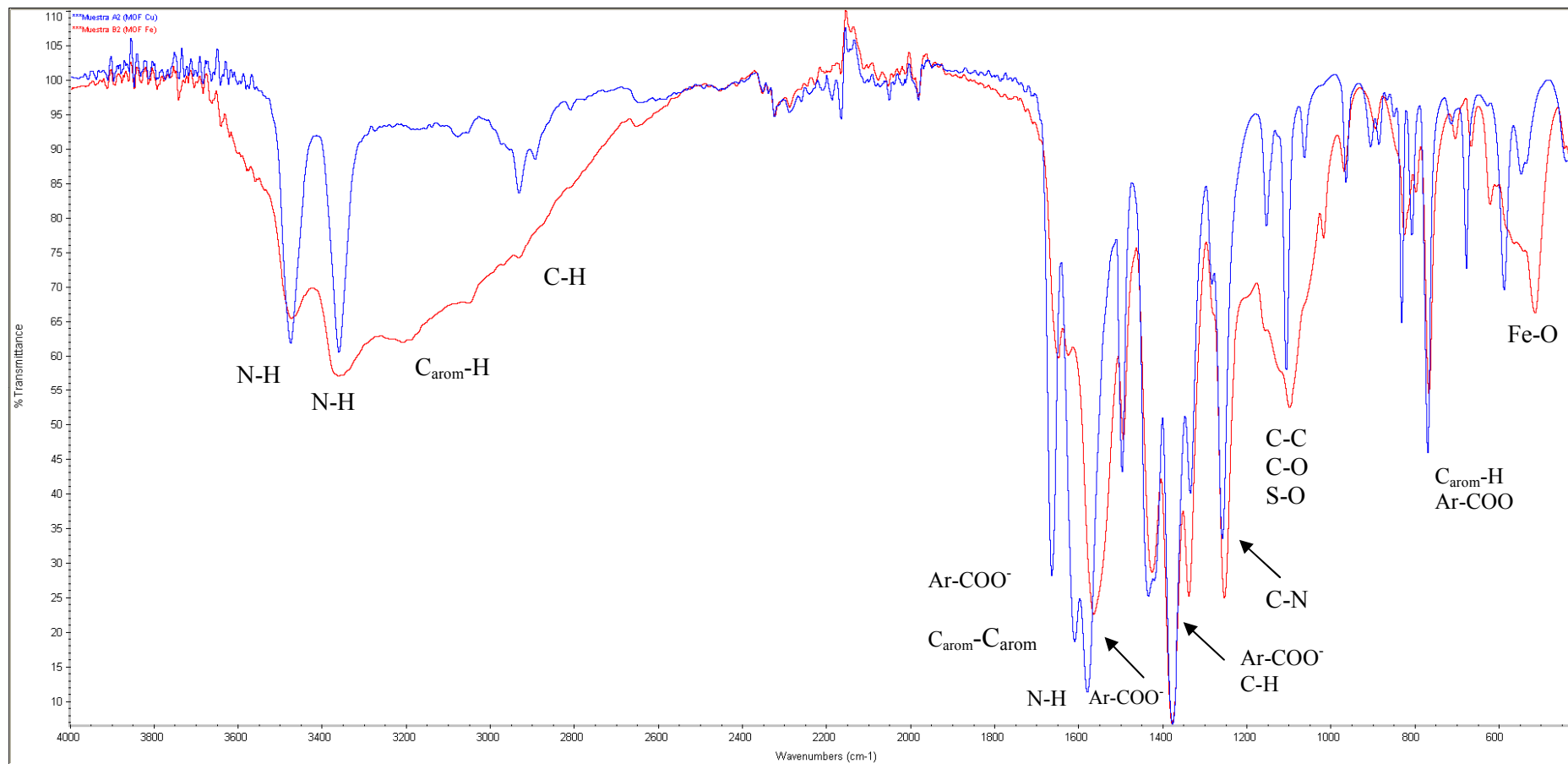
8b) Identificación de bandas posible:

F2	Asignación posible
3474, 3359	Tensión enlaces N-H (ref 6)
3050-3100	Tensión enlaces C-H de grupos C _{arom} -H
2895-3000	Tensión enlaces C-H de grupos CH ₂ y CH ₃ alifáticos
1662	Tensión asimétrica del grupo COO monodentado
1568	Tensión asimétrica del grupo COO bidentado Flexión N-H grupo amino
1613, 1493	Tensión C=C del anillo aromático
1424	Tensión simétrica grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1376	Tensión simétrica COO ⁻ grupo COO bidentado Flexión grupos CH ₂ y CH ₃
1337	Tensión simétrica del grupo COO monodentado
1254	Tensión enlace C-N (ref 6)
1152, 1103, 1058, 1032	Flexión CH de anillo aromático en el plano Tensión enlaces C-O
886, 829	Flexión C-C anillo aromático en plano
767	Flexión anillo aromático fuera de plano+ Flexión tipo wagging NH Flexión OCO
676, 713, 584	Flexión C-C anillo aromático Deformación fuera de plano del grupo COO
517	Tensión enlace Fe-O?

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

9. Comparación entre A2 (MOF Cobre) y B2 (MOF hierro):



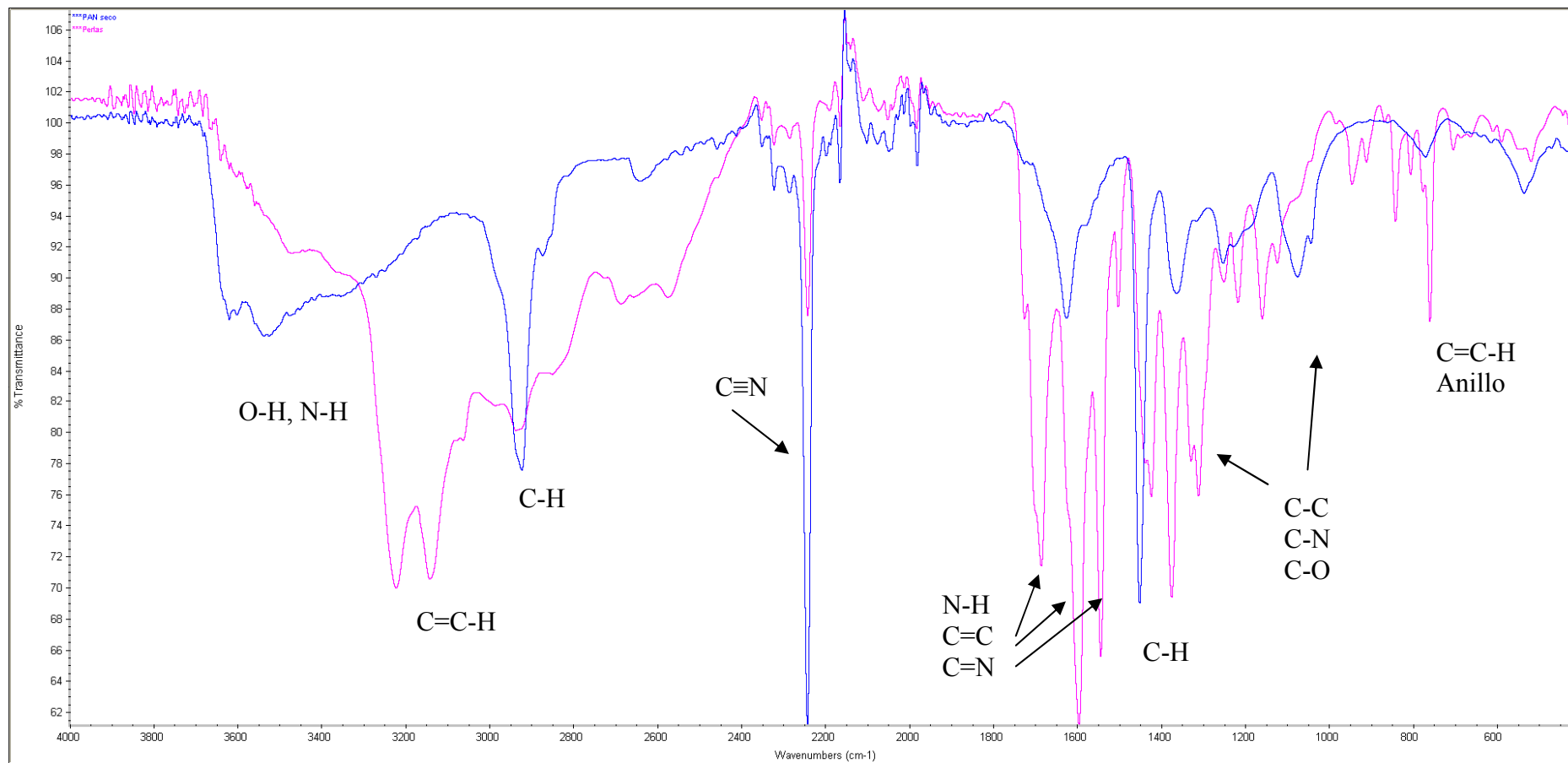
Observaciones:

-Estas muestras tienen en común algunas bandas pero otras no por lo que el metal añadido al MOF influye en la estructura del compuesto formado.

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

10. Comparación entre Perlas y PAN:



Observaciones:

-En las perlas se pueden ver las bandas del PAN. Se conserva el pico correspondiente al nitrilo $\text{C}\equiv\text{N}$.

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

11. Grado de similitud entre la muestra A2 y C2, D2, E2 y F2. Rango 400-4000 cm^{-1} :



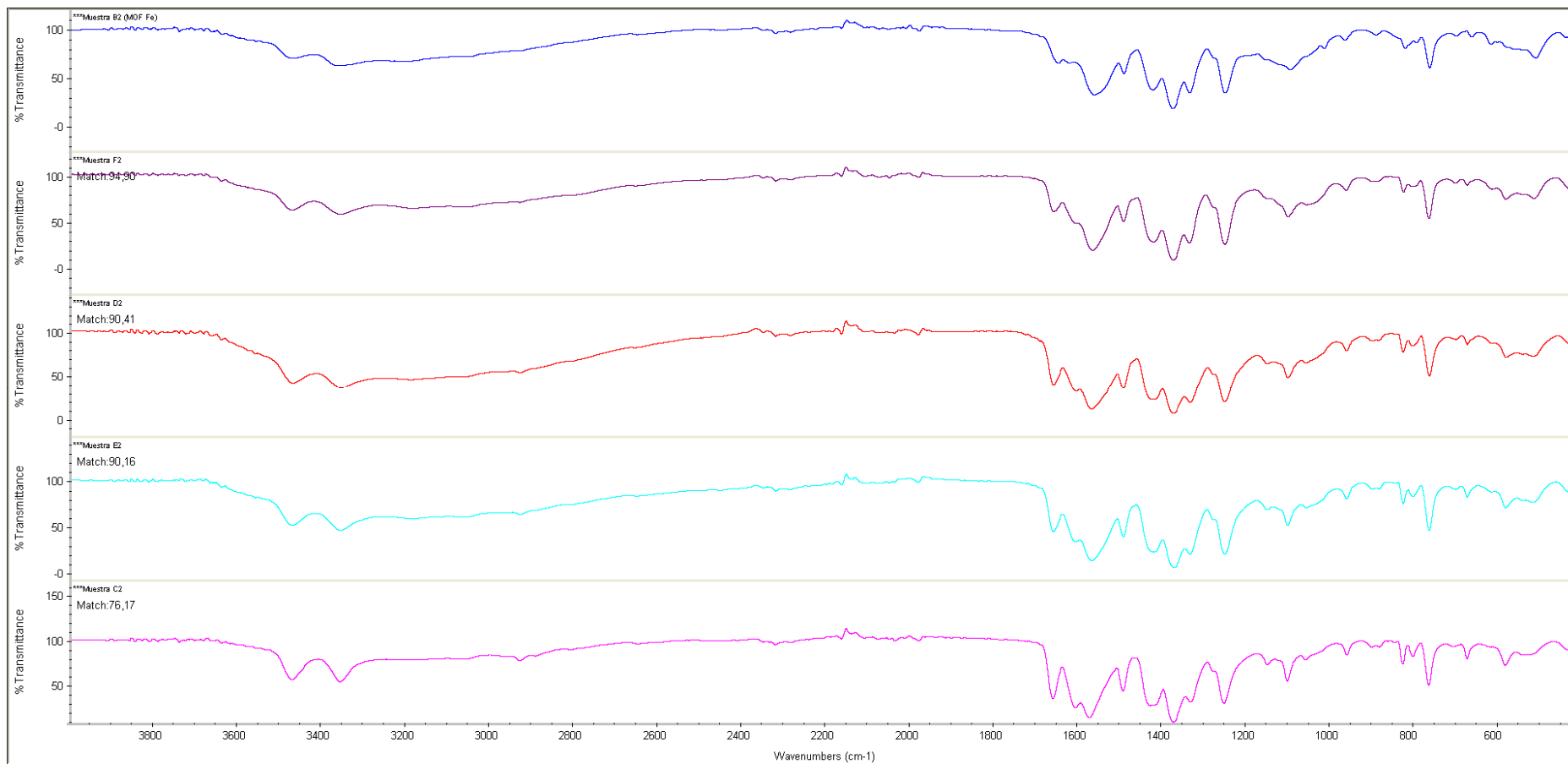
Observaciones:

-El que presenta mayor similitud es el que contienen mayor cantidad de MOF Cu

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

12. Grado de similitud entre la muestra B2 y C2, D2, E2 y F2. Rango 400-4000 cm^{-1} :



Observaciones:

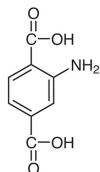
-Los que presentan mayor similitud son los que contienen mayor cantidad de MOF Fe

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

Anexo:

Fórmula: Ácido Amino tereftálico



Este ligando puede coordinarse con el metal por los dos grupos carboxilato COO^- , y cada uno de ellos puede actuar como monodentado o bidentado. Cuando es bidentado puede unirse a un solo metal, lo que formaría un quelato, o bien actuar de puente uniéndose a dos metales.

Modos de coordinación del grupo carboxilato:

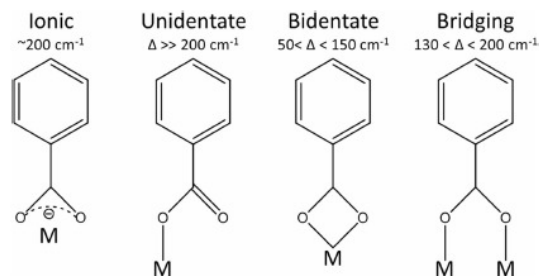


Figure 4. Possible binding types of carboxylate anion to the metal cation and the corresponding peak separation distances (Δ) of the asymmetric and symmetric vibrations of the carboxylic group^{[1],[2]}.

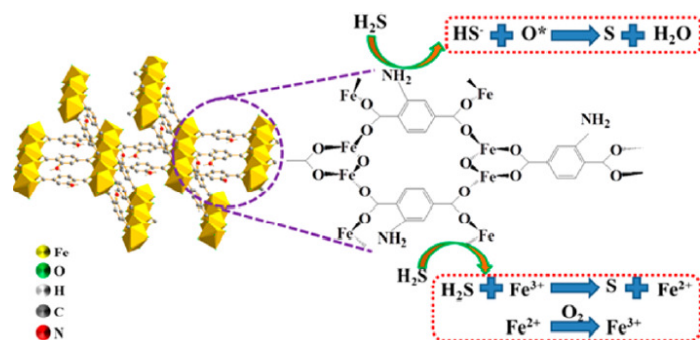
La frecuencia de vibración a las que aparecen las tensiones simétricas y asimétricas de cada grupo COO^- está influenciada por el entorno químico que tiene el grupo carboxilato. La diferencia entre $\nu_{\text{asim-sim}}$ es indicativo de la fuerza de coordinación y del modo de coordinarse al metal, que puede ser iónico monodentado, bidentado o puente.

En bibliografía se indica que si se produce el desdoblamiento de la banda de tensión simétrica COO^- en dos, indica que el carboxilato tiene dos modos de vibración, quelato y puente (ref 5).

ESPECTROS DE INFRARROJO

Informe 22-CMA-2064

Estructura propuesta MOF-Fe en ref 6:



ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

Bibliografía utilizada:

1-“Physical and Structural Characterization of Biofield Treated Imidazole Derivatives “

Mahendra Kumar Trivedi, Alice Branton, Dahryn Trivedi, Gopal Nayak, Gunin Saikia and Snehasis Jana

Nat Prod Chem Res 2015, 3:5

<http://dx.doi.org/10.4172/2329-6836.1000187>

2-“Synthesis, conformational studies, vibrational spectra and thermal properties, of new substituted dicationic based on biphenylenedimethylene linked bis-1-methylimidazolium ionic liquids”

Mostefa Boumediene , Boumediene Haddad, Annalisa Paolone , Mohammed Amin Assenine, Didier Villemin, Mustapha Rahmouni, Serge Bresson

doi:10.1016/j.molstruc.2020.128731

3- “Synthesis and characterization of hybrid molecular material prepared by ionic liquid and silicotungstic acid”

T. Rajkumar, G. Ranga Rao

Materials Chemistry and Physics 112 (2008) 853–857

4- “The Influence of Thermal Stabilization Stage on the Molecular Structure of Polyacrylonitrile Fibers Prior to the Carbonization Stage”

Ismail Karacan and Gulhan Erdogan

Fibers and Polymers 2012, Vol.13, No.3, 295-302

5- “Thermal properties of lanthanide (III) complexes with 2-aminoterphthalic acid”

Z. Rzaczyńska, M. Wozniak, W. Wolodkiewicz, A. Ostasz and S. Pikus

Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 91 (2008) 3, 951–956

6- “Amino-Modified Fe-Terephthalate Metal–Organic Framework as an Efficient Catalyst for the Selective Oxidation of H₂S”

Xiao-Xiao Zheng, Li-Juan Shen, Xiao-Ping Chen, Xiao-Hai Zheng, Chak-Tong Au, and Li-Long Jiang

Inorg. Chem. 2018, 57, 10081–10089

ESPECTROS DE INFRARROJO
Informe 22-CMA-2064

7- “Variable Denticity in Carboxylate Binding to the Uranyl Coordination Complexes”

Gary. S. Groenewold, Wibe A. de Jong, Jos Oomens, and Michael J. Van Stipdonk
J Am Soc Mass Spectrom 2010, 21, 719–727

Trabajo e informe realizado por:

Dra Estefanía López
TS Análisis Instrumental
CACTI, Vigo