 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 1 de 16

1. OBJETIVO

Describir los pasos necesarios para la operación y mantenimiento del espectrofotómetro FTIR Affinity 1S y su software LabSolutions IR.

2. ALCANCE

Este instructivo describe la operación y precauciones de uso para el FTIR *Affinity 1S*; manejo del software LabSolutions IR para la ejecución de métodos cualitativos y cuantitativos, y la gestión de información generada por el instrumento.

3. DEFINICIONES

Apodización: Función empleada para reducir el submaximo de la señal analítica después de aplicada la transformada de Fourier. Dentro de los parámetros de Apodización están: Box Car, Triangular, Triangular cuadrado, Bessel, Cos y Happ. Cuando se requiere una alta resolución se recomienda Box Car y Happ-Genzel o Triangular cuadrado en los casos donde no se requiere.

Beam Splitter: El BeamSplitter o divisor de Haz, es una pieza hecha de KBr con Ge ocluido, que permite dividir un rayo de radiación electromagnética en dos.

Línea de fondo: Background en inglés. Corresponde a la señal del instrumento sin la muestra presente. Puede emplearse el dispositivo vacío (aire), el dispositivo con la celda vacía o la matriz de disolución de la muestra (solvente).


Número de onda (cm^{-1}): El número de onda es una magnitud de frecuencia que indica el número de veces que vibra una onda por unidad de distancia.

FTIR: Fourier Transform Infrared o Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, es una técnica de medición que permite traducir el patrón de transmisión o interferograma a un espectro infrarrojo.

Poliestireno: Es un polímero termoplástico que se obtiene de la polimerización del monómero estireno, que, por su alta estabilidad y características estructurales, es empleado en la verificación y ajuste de los instrumentos infrarrojo.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

- **Riesgo de Explosión:** Tenga en cuenta que en la mayoría de aplicaciones de interés analítico se requiere el uso extensivo de solventes orgánicos que pueden ser inflamables. El instrumento cuenta con partes eléctricamente activas incluso después de ser apagado. No deje material inflamable cerca del instrumento.
- **Riesgo de Intoxicación:** Procure que el área de trabajo este ventilada cuando trabaja con solventes orgánicos. Esto es especialmente importante cuando se trabaja con solventes tóxicos, sin embargo, existe un riesgo de desplazamiento de oxígeno (hipoxia) por lo que en cualquier caso se debe tener una constante circulación de aire, sin importar la naturaleza del solvente.
- **Riesgo de afectación por contacto:** La medición de muestras en el instrumento requiere la transferencia de solventes y patrones a las cubetas de cuarzo destinadas para este fin. Para evitar contaminación durante este procedimiento se recomienda el uso de elementos de protección personal. En especial bata, guantes de nitrilo y gafas de seguridad.
- **Riesgo de daño por generación de hidruros de halógenos:** Al trabajar con solventes halogenados como difluorometano (CH_2F_2), Diclorometano (CH_2Cl_2), Cloroformo (CHCl_3) o

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 2 de 16

Tetracloruro de Carbono (CCl₄), se debe considerar la potencial generación de los hidruros altamente corrosivos HF y HCl en el compartimiento del interferómetro, lo que puede dañar los lentes y otros elementos ópticos, tornillos y otras partes del instrumento. Para evitar la entrada de estos compuestos se debe tener una adecuada ventilación o purgar con aire seco o nitrógeno cuando se incluya muestras que usen estos solventes.

5. MATERIALES


Cubetas de cuarzo de 10 mm (Recomendada)
 Cilindros de cuarzo porta muestras de 50 mm
 Cilindros de cuarzo porta muestras de 100 mm
 Laminilla de poliestireno*.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

El instrumento está limitado al rango de infrarrojo mediano comprendido entre 4000 y 400 cm⁻¹. A continuación se ejemplifican errores comunes en el instrumento que pueden llegar a interferir con su adecuada operación, así como sus causas y posibles soluciones:

Tabla 1. Errores comunes y su posible solución

Mensaje de error	Significado	Solución
Ninguno de las corridas de línea de fondo (background) corresponde a los parámetros de la muestra.	No hay línea de fondo almacenada que corresponda a la muestra medida (%T o Abs).	Medir una línea de fondo con los parámetros de la muestra
No se puede abrir el archivo	El archivo que se quiere abrir puede estar como "solo lectura" Si es así el archivo no se podrá abrir. Si no es así el contenido del archivo puede estar destruido.	Repetir la captura de datos.
XXX (nombre archivo) ya existe por favor seleccione otro.	Cuando está en modo GLP está prohibido sobrescribir archivos.	Cambie el nombre y grabe nuevamente.
XXX a XXXX numero de onda debe ser incluido	El rango de números de onda esta fuera del rango del beam splitter instalado.	Introduzca un rango correcto.
Errores mostrados en la ventana de Status		
Mensaje de error	Significado	Solución
No Background spectrum! Measurement aborted	No hay línea de fondo almacenada que corresponda a la muestra medida (%T o Abs).	Siempre que cambie las condiciones de toma de muestras se debe volver a hacer el background
Parameter check error	Hay una discordancia en la información de los parámetros de la medida.	Verifique los parámetros y corrijalos.
Diagnostic Power measurement failed	La verificación de la forma del espectro de poder ha fallado.	Ejecute [measurement]-[Auto Adjust] e inténtelo de nuevo.
Could not retrieve diagnostic power results	La verificación de la forma del espectro de poder no pudo ser completada.	Ejecute [measurement]-[Auto Adjust] e inténtelo de nuevo.
Piezo voltage is out of range	La verificación del voltaje del piezo en el diagnóstico ha fallado.	Ejecute [measurement]-[Auto Adjust] e inténtelo de nuevo.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 3 de 16

Piezo voltage can not be obtained	La verificación del voltaje del piezo en el diagnóstico ha fallado.	Ejecute [measurement]-[Auto Adjust] e inténtelo de nuevo.
Not enough memory available! Out of memory	La memory disponible en el PC es insuficiente.	Si está usando otra aplicación ciérrela y reinicie el PC.
Failure of mirror drive in the interferometer	El espejo móvil ha fallado	Ejecute [measurement]-[Auto Adjust] e inténtelo de nuevo.

Para mayor información remítase a la guía de usuario de Shimadzu [1].

6.1. CONDICIONES AMBIENTALES:

El equipo debe operarse entre 15 y 30°C y la humedad debe ser 70% o menor.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

El instrumento debe encenderse al menos una hora antes de iniciar su uso para estabilizar la energía de la fuente. El programa Labsolutions IR cuenta con un modo de verificación inicial, llamado inicialización, para garantizar que el instrumento se encuentra en condiciones óptimas para su operación. La inicialización se debe hacer mensualmente o cada vez que se haga una modificación significativa al instrumento.

Condiciones para inicializar el instrumento:

- Confirme que no hay nada interrumpiendo el haz de luz en el compartimiento del instrumento. Si hay algo interrumpiendo el haz, la forma del espectro de poder y otros chequeos fallarán.
- Seleccione [Measurement]-[initialize].
- En este momento el diagnostico automático es ejecutado y su resultado mostrado en la ventana de entradas (log window).
- Cualquier ítem que falle en el diagnostico será mostrado en la ventana de error como fallo (failure).
- Después de que todos los ítems son inspeccionados, un mensaje de "INIT SUCCESS" o iniciación exitosa aparece en la ventana de entradas. Después de esto el instrumento está listo para iniciar.

IMPORTANTE: Para mover el equipo de su posición se debe asegurar la óptica. Moverlo sin este ajuste puede desajustarlo.


8. DESARROLLO

8.1. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El espectrofotómetro infrarrojo con transformada de Fourier registra un interferograma para posteriormente hacer una transformación de Fourier de esta señal. El interferograma es medido con un interferómetro de Michelson (figura 1), de la siguiente manera:

Después de pasar la apertura, una onda electromagnética de energía conocida es dirigida en un haz paralelo por un lente colimador que entra en un beam splitter, el cual consiste en un lente de bromuro de potasio con una capa depositada de Germanio, que divide el haz sencillo en dos, reflejando uno al espejo fijo y transmitiendo el otro al espejo móvil. Ambos espejos reflejan sus haces de vuelta al beam splitter y parte de cada haz es reflejado y transmitido. La luz transmitida del espejo fijo y la reflejada del espejo móvil se recombinan e interfieren la una con la otra mientras viajan hacia el espejo colector. La interferencia puede ser constructiva o destructiva.

Asumiendo que la fuente emite luz monocromática de longitud de onda λ (cm). Cuando la distancia l_1 entre el espejo fijo y el beam splitter es igual a la distancia l_2 entre el espejo móvil y el beam splitter, la diferencia entre el camino óptico de los dos haces de luz, $\chi=(l_1-l_2)$, es igual a cero, y los haces están en fase. Mientras están en fase, el haz interfiere constructivamente el uno con el otro. A medida que el espejo móvil se desplaza a $\lambda/4$

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<p align="center">INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity</p>	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 4 de 16

cm, la diferencia de los caminos ópticos es de $\lambda/2$ cm, y los dos haces están fuera de fase, interfiriendo destructivamente. De esta forma, los dos haces interfieren constructivamente cuando $\chi = n\lambda$ y destructivamente cuando $\chi = (n+1/2)\lambda$ donde n es un entero.

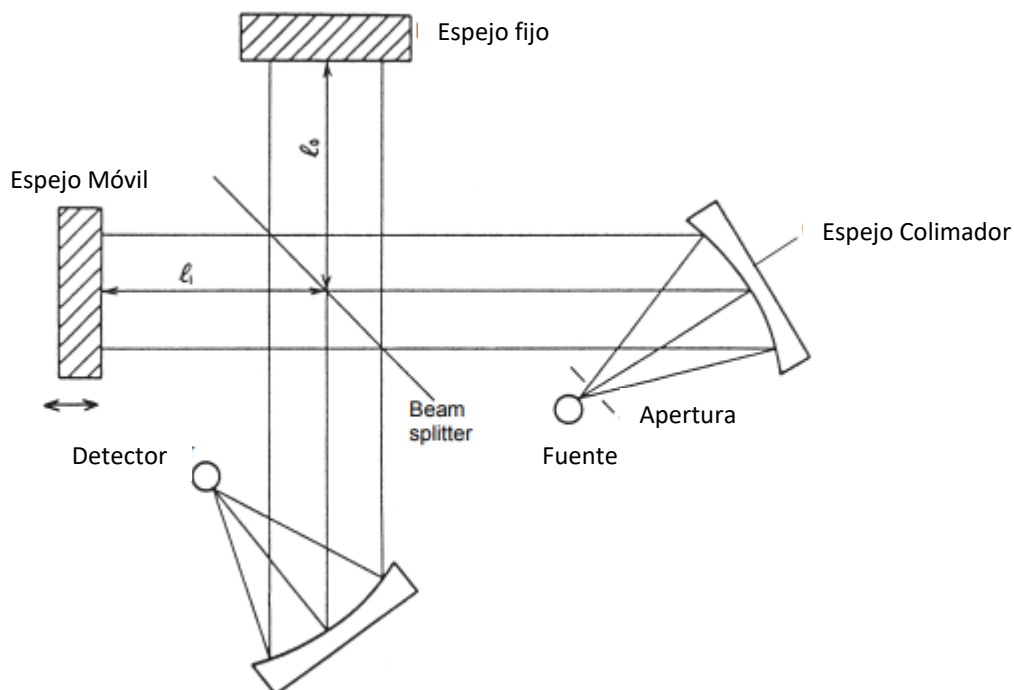


Figura 1. Interferómetro de Michelson

La ecuación 1, extrapolada de los principios mencionados anteriormente, calcula la intensidad $I^*(\chi)$ de luz (longitud de onda λ) incidente al detector:

$$I^*(\chi) = 4RTS(\lambda) \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \cos 2\pi \frac{\chi}{\lambda} \right] \quad (1)$$

Donde R es la energía reflejada por el beam splitter, T la energía transmitida por el beam splitter y $S(\lambda)$: energía radiada por la fuente.

La intensidad de la luz detectada por el detector es una función de la ecuación 1. $I(\chi)$ denota la intensidad de luz y el número de onda $\sigma(\text{cm}^{-1})$ reemplaza la longitud de onda λ .

$$\begin{aligned} I(\chi) &= 4RTS(\lambda) \frac{1}{2} \cos 2\pi \sigma \chi \\ &= B(\sigma) \cos 2\pi \sigma \chi \end{aligned} \quad (2)$$

Donde $B(\sigma) = 4RTS(\lambda) \cdot 1/2$

La señal $I(\chi)$ observada por el detector tiene el nombre de interferograma, y $4RT$ es nombrada como la eficiencia del beam splitter. Si la fuente emite luz policromática, $I(\chi)$ está dada por la integración de la ecuación 2 con respecto al número de onda.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 5 de 16

$$I(\chi) = \int_0^{\infty} B(\sigma) \cos 2\pi\sigma\chi d\sigma \quad (3)$$

La ecuación 3 demuestra que $I(\chi)$ es la transformada de Fourier de un coseno de $B(\sigma)$. Por tanto, una transformada inversa del coseno de $I(\chi)$ recupera el espectro original $B(\sigma)$.

$$B(\sigma) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi \quad (4)$$

Mientras el espectrómetro dispersivo convencional directamente determina la intensidad de $B(\sigma)$ a determinado número de onda, el detector FTIR detecta el interferograma $I(\chi)$ el cual debe pasar por la transformada de Fourier para obtener el respectivo espectro.

8.2. RESOLUCIÓN Y APODIZACIÓN

Aunque la ecuación 4 mantiene que el interferograma debe ser tomado de $-\infty$ a ∞ , estos límites son imprácticos. En realidad, la integración está limitada a la diferencia del camino óptico L , determinada por el rango del espejo móvil. El espectro experimental $B'(\sigma)$ se diferencia del espectro teórico de forma correspondiente.

$$\begin{aligned} B'(\sigma) &= \int_{-L}^L I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi \end{aligned} \quad (5)$$

$$\text{Donde } A(\chi) = \begin{cases} 1 & \text{si } |\chi| \leq L \\ 0 & \text{si } |\chi| > L \end{cases} \quad (6)$$

De acuerdo con la teoría de la convolución,

$$B'(\sigma) = B(\sigma) * F(\sigma) \quad (7)$$

Donde $F(\sigma)$ es la transformada de Fourier de la función $A(\chi)$ en la ecuación 6.


$$\begin{aligned} F(\sigma) &= 2L \sin(2\pi\sigma L) / (2\pi\sigma L) \\ &= 2L \operatorname{sinc}(\sigma L) \end{aligned} \quad (8)$$

El espectro medido $B'(\sigma)$ es una convolución del espectro teórico $B(\sigma)$ con $F(\sigma)$, una transformada de Fourier de $A(\chi)$, se le llama función instrumental o Forma de línea instrumental (ILS por sus siglas en inglés).

Las funciones $A(\chi)$ y $F(\chi)$, representadas por la ecuación 6 y 8 respectivamente, están dadas por la figura 2, la función $F(\sigma)$. Como está definida por la ecuación 8, primero se convierte en cero a $(\pm 1/2L)$, Donde el valor a la mitad del ancho es $0.605/L$. Entre más grande sea la diferencia de los caminos ópticos, menor será el valor medio del ancho; cuando el movimiento del espejo es llevado más allá, la resolución mejora.

La función instrumental $F(\sigma)$ involucra un máximo local marcado, denominados lóbulos laterales Figura 2. A) como definida en la ecuación 6, se reemplaza por la función triangular definida en la ecuación 9, la ecuación 10 da su respectiva transformada de Fourier.

$$\text{Donde } A(\chi) = \begin{cases} 1 - \frac{|\chi|}{L} & \text{para } |\chi| \leq L \\ 0 & \text{para } |\chi| > L \end{cases} \quad (9)$$

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 6 de 16

$$F(\sigma) = L \sin^2 \frac{\pi \sigma L}{(\pi \sigma L)^2} = L \text{sinc}^2(\sigma L) \quad (10)$$

La figura 2 ilustra que la función instrumental definida por 10 a empeorado la separación, sin embargo, tiene un menor máximo local, que el definido por 8. Usar $A(\chi)$ para reducir el máximo local se le llama Apodización; y a $A(\chi)$ se le llama función de apodización.

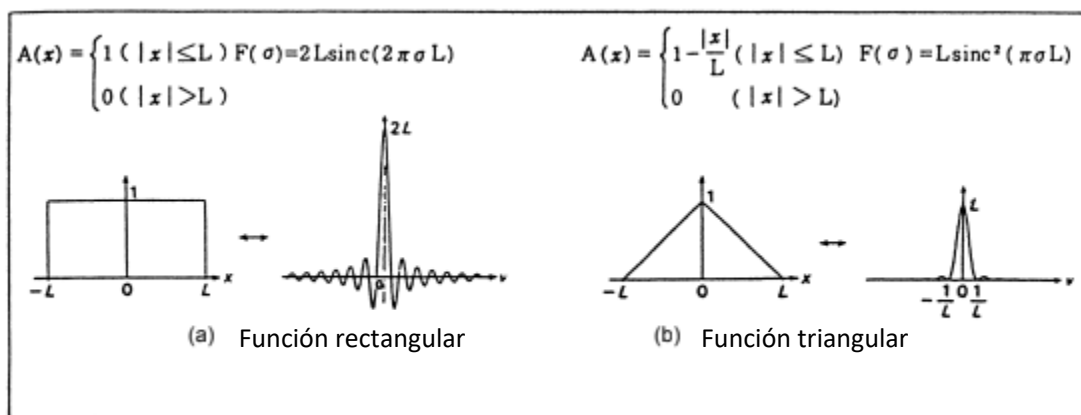


Figura 2 Apodización con funciones rectangulares y triangulares.

Tabla 2. Funciones de Apodización. Nota: a) $A(\chi) = 0(|\chi| > L)$, b) cociente entre el máximo máximo-local del pico al centro del pico mostrado en %.


Parámetro	Función de Apodización	Función de instrumento	Valor de mitad de anchura	Residuo del máximo local
Ninguna, Box Car	$A(\chi) = 1$	$2L \text{sinc}(2\pi\sigma L)$	0.605/L	-21%
Triangular	$A(\chi) = 1 - \frac{ \chi }{L}$	$L \text{sinc}^2(\pi\sigma L)$	0.88/L	+4.5%
Cuadrado triangular	$A(\chi) = \left(1 - \frac{ \chi }{L}\right)^2$	$\left\{\frac{4L}{(2\pi\sigma L)^2}\right\} 1 - \text{sinc}(2\pi\sigma L)$	1.18/L	0.7%
Bessel	$A(\chi) = \left\{1 - \left(\frac{\chi}{L}\right)^2\right\}^2$	$L(2\pi\sigma)^{2/5} J_{2/5}(2\pi\sigma L)$	0.952/L	-4.1%
Cos	$A(\chi) = \frac{1}{2} \left\{1 + \cos\left(\frac{\pi\chi}{L}\right)\right\}$	$\frac{\text{sinc}(2\pi\sigma L)}{2\pi(1 - 4L^2\sigma^2)}$	1.00/L	-2.7%
Happ	$A(\chi) = 0.54 + 0.46 \cos\left(\frac{\pi\chi}{L}\right)$	$\left\{\frac{0.54}{\pi\sigma} + \frac{(0.46)4\pi\sigma L^2}{\pi^2 - (2\pi\sigma L)^2}\right\} \text{sinc}(2\pi\sigma L)$	0.91/L	0.6%

8.3. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

NA.

8.4. LIMPIEZA DE VIDRIERÍA Y MATERIAL DE CAMPO

NA.

 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 7 de 16

8.5. EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

Antes de ejecutar cualquier medida tenga en cuenta las condiciones establecidas en el control y aseguramiento de calidad de este documento.

Medición de espectros (Ver figura 4):

- Inicio – Deje calentar la fuente al menos 30 min antes de iniciar la medición.
- Inicialización – Cuando sea necesario según los criterios de aseguramiento de la calidad.
- Defina los parámetros del SCAN – Rango de análisis, número de scans.
- Ingrese el número de archivo y la información de la muestra.
- Medición de la línea de fondo – Emplee el medio adecuado para la medición de la línea de fondo.
- Medición de la muestra
- Postrun

Crear una curva de calibración y cuantificación de muestras desconocidas (Ver figura 5 y 6):

- Inicio
- Inicialización
- Cree una tabla de estándares
- Introduzca los parámetros de la curva de calibración
- Cree la curva de calibración
- Seleccione los parámetros del SCAN
- Guarde la curva de calibración
- Prepare una tabla de muestras desconocidas
- Medición de la línea de fondo
- Haga la medición cuantitativa de las muestras desconocidas.
- Defina las condiciones del modelo de cuantificación (Post procesamiento)
- Cálculos

Búsqueda de espectros y algunos procesamientos para la búsqueda (Ver figura 7)

- Preparación
- Seleccione una librería
- Seleccione un algoritmo
- Ejecute la búsqueda
- Procesamiento post-búsqueda
- Guardar
- Cerrar

Edición e impresión de informes. (Ver figura 5 y)

- Preparación de datos
- Selección de ítems
- Verificación de propiedades
- Registro

	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 8 de 16

8.5.1. CONSIDERACIONES INICIALES

Unidad de secado: Para mantener una señal libre de humedad en el camino óptico, el IRAffinity-1 mantiene el interior del interferómetro a baja humedad secándola incluso mientras el instrumento se encuentra fuera de uso. De acuerdo a esto se debe mantener el instrumento siempre conectado con una fuente de corriente alterna. Confirme que el led naranja (dry indicator) en la parte inferior derecha del equipo se encuentra prendida. Si se espera dejar sin suministro de energía al equipo por un largo periodo de tiempo se debe reemplazar la sílica gel ubicada al lado de la cámara del interferómetro al menos una vez cada dos semanas.

Principio: El interferómetro del IRAffinity-1 usa un deshumidificador de ROSAHL®, como unidad de secado, el cual transporta la humedad del interferómetro al exterior del instrumento.

- ROSAHL® es un deshumidificador que utiliza un polímero sólido electrolítico de membrana, para electrolíticamente descomponer y remover la humedad del aire.
- Cuando un voltaje DC es aplicado a los electrodos porosos pegados a ambos lados de la membrana la humedad en el lado anódico (lado deshumidificado) se disocia en ion hidrógeno (H^+) y oxígeno, el ion de hidrógeno se mueve en la membrana hacia el cátodo hasta alcanzar el lado de descarga de humedad.
- En el cátodo, el hidrógeno reacciona con el oxígeno del aire, resultando en moléculas de agua en estado gaseoso, la cual es descargada.

La unidad de secado está localizada dentro de la cubierta del IRAffinity-1 en la parte trasera. Las siguientes son las precauciones que debe tener cuando se use.

- Evite usar el instrumento en un sitio con pobre ventilación
- No exponga la membrana a agua líquida directamente.
- Evite usar el instrumento si hay partículas finas suspendidas u otras suspensiones.
- Evite el contacto con los electrodos de humidificación/des-humidificación.
- No desarme el instrumento se puede presentar inconvenientes al rearmarse.

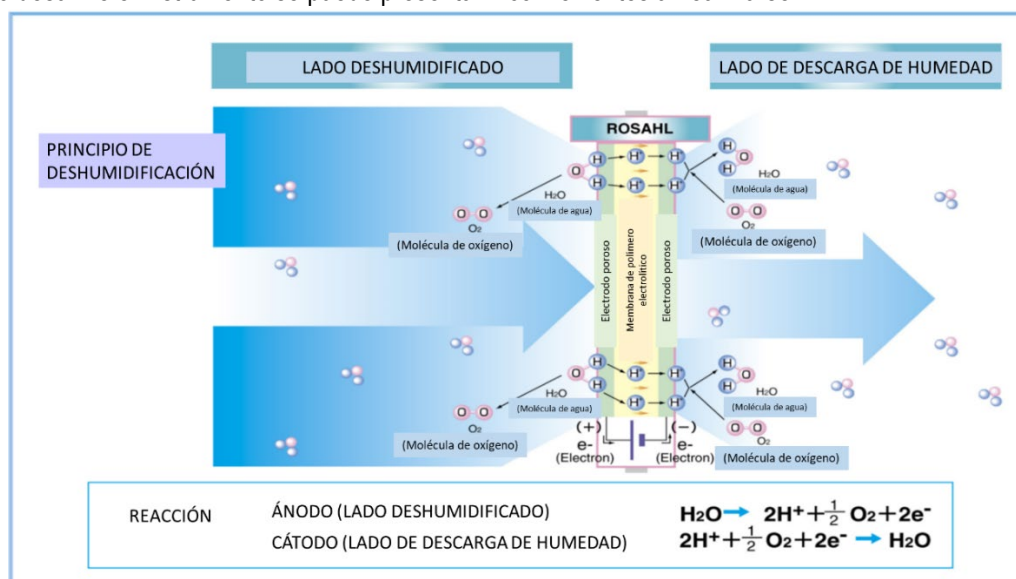



Figura 3. Esquema de des-humificador incorporado el equipo.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 9 de 16

8.5.2. CONDICIONES DE INICIALIZACIÓN: El instrumento cuenta con una opción para hacer una verificación del instrumento. Esta opción, llamada inicialización provee un “log” donde se puede identificar el estado de las distintas partes verificadas. La inicialización se debe ejecutar cuando el instrumento se ha mantenido apagado por más de una semana o cuando se considere que es necesario hacer la verificación

8.5.3. OPCIONES PRINCIPALES DE USO DEL EQUIPO

- Tomar espectros (SPECTRUM): Es la forma principal de hacer mediciones con el Affinity 1S. Muestras y patrones, sea para cuantificar o hacer una búsqueda en la biblioteca. La pestaña de espectro recoge la información relevante como rango de número de onda, número de escaneos, resolución entre otros. Ver Figura 4
- Establecer una curva de calibración (QUANTITATION 1): Desde el menú de cuantificación se ingresa la información necesaria para establecer el modelo de calibración, incluyendo tipo de regresión, estándares de calibración, señal analítica, entre otras. Ver Figura 5
- Cuantificar muestras desconocidas (QUANTITATION 2): Después de contar con un modelo de calibración se puede hacer la lectura y posterior cuantificación de las muestras desconocidas desde la pestaña de cuantificación. Ver Figura 6
- Buscar espectros en la biblioteca (SEARCH): una aplicación bastante útil para identificar compuestos puros es la búsqueda de su espectro en las bibliotecas disponibles en el instrumento. Ver Figura 7
- Crear reportes y editar imprimibles (EDIT PRINTFORM): El programa provee una serie de ítems que pueden ser incluidos en los reportes Figura 8
- Otras aplicaciones: El programa LabSolutions IR cuenta con otras aplicaciones que se salen del alcance de este instructivo. Para mayor información consulte el manual de usuario [1].

8.6. FORMATOS

M-S-LC-007 Formato control diario del manejo de equipos.

8.7. CÁLCULOS Y RESULTADOS

NA.



Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity

Código: M-S-LC-I091

Versión: 01

Fecha: 28/03/2022

Página: 10 de 16

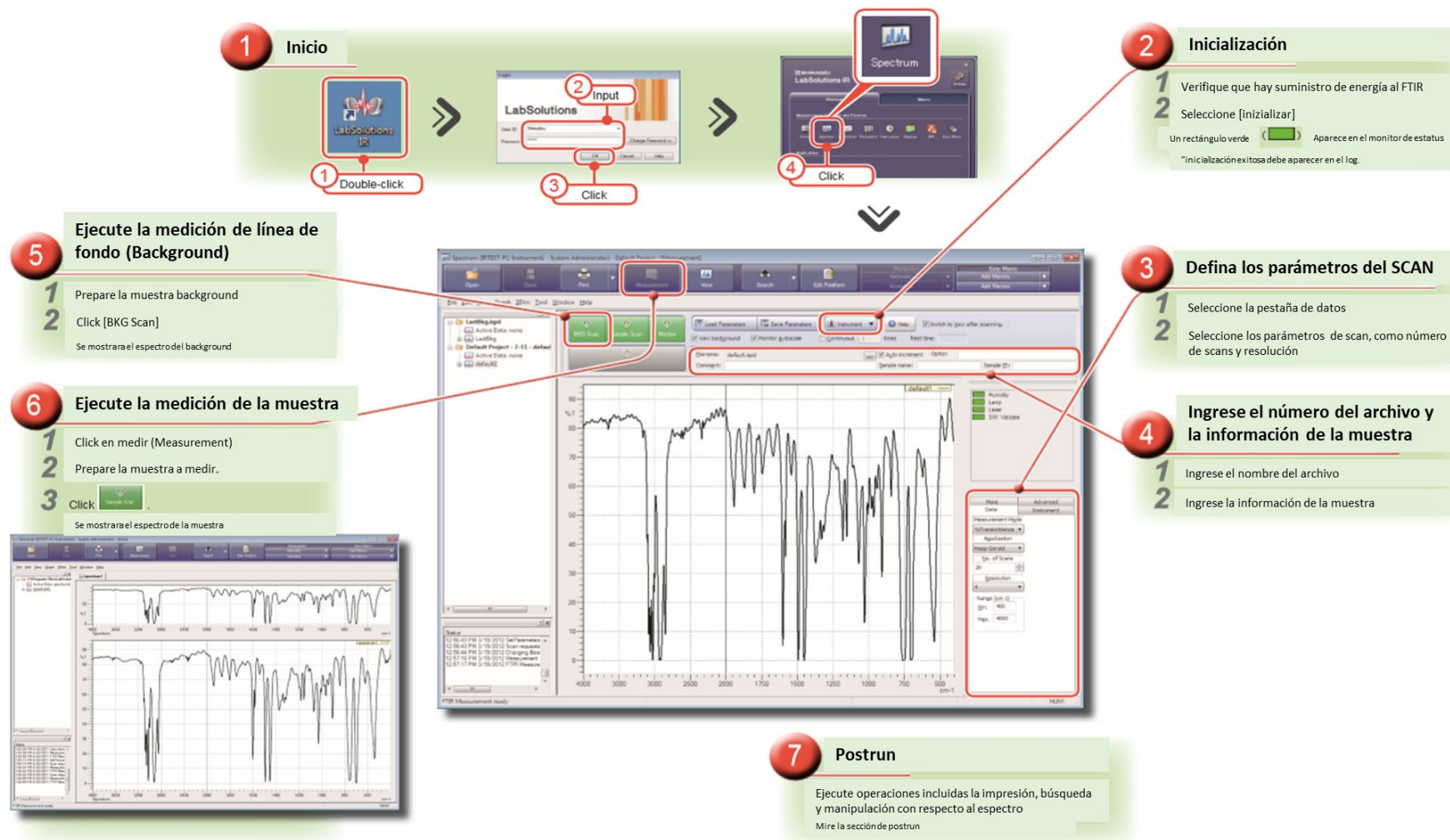


Figura 4. Ventana para la medición de espectros.

1 Inicio

1 Double-click

2 Input

3 Click

4 Click

2 Inicialización

1 Verifique que hay suministro de energía al FTIR

2 Seleccione [Inicializar]

*Inicialización exitosa debe aparecer en el log.

3 Cree una tabla de estándares

1 Haga Click en [Importar]

Va a aparecer la ventana de importación de espectros.

2 Seleccione el espectro del estándar y haga click en Importar

3 Haga Click en [cerrar] para cerrar la ventana de [Importar espectro]

4 Ingrese la concentración en cada fila

4 Introduzca los parámetros de la curva de calibración

1 Haga click en la ventana [Curva de calibración]

2 Haga click en [Settings]

Se va a abrir la ventana [Editar curva de calibración].

3 Defina los parámetros de la curva de calibración

El procedimiento de ingreso muestra a la derecha

4 Haga Click en [Ok]

5 Cree la curva de calibración

1 Haga click en [Calibrar]

Se mostrará la curva de calibración.

6 Seleccione los parámetros del SCAN

1 Haga click en la pestaña [Parámetros de SCAN]

2 Haga Click en [Settings]

Se mostrará la ventana [Parámetros del instrumento].

3 Seleccione los parámetros de SCAN como número de scans y resolución

4 Haga Click en [Ok]

7 Guarde la curva de calibración

1 Haga click en [Guardar curva de calibración]

2 Ingrese el nombre y haga click en [Guardar]

8 Click

4 Click

7 Click

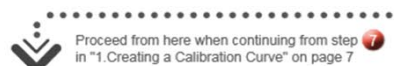
5 Select

6 Enter a wavenumber

Si ya tiene una curva de calibración guardada proceda con el paso 2 de la siguiente sección.

Continúe desde el paso 3 de la siguiente sección

Figura 5 Ventana para la cuantificación. Creación de curvas de calibración.



1 Inicio

See "Quantitation 1. Creating a Calibration Curve" on page 6

2 Cargue una curva de calibración

- Haga click en [cargar curva de calibración]
- Se muestra la ventana de diálogo [Abrir]
- Ingrese un nombre de archivo y haga click en [Abrir]
- Se mostrará curva de calibración

3 Prepare el archivo

- Click [...]
- Se mostrará la ventana de especificación del archivo
- Ingrese el nombre del archivo de cuantificación y haga click en [OK]

4 Prepare una tabla de muestras desconocidas

- Haga click en [Insertar línea]
 - Ingrese el nombre del espectro y la información de la muestra.
- Seleccionar múltiples celdas de muestras y haciendo click en [Editar todo] permite el ingreso colectivo en la ventana [Información del lote de muestras].

5 Ejecute la medición de la línea de fondo (background)

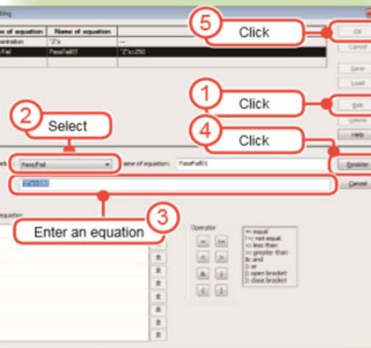
- Prepare la muestra background
 - Click [Background]
- Se muestra el espectro de la línea de fondo

6 Ejecute la medición cuantitativa de las muestras desconocidas

- Prepare la muestra desconocida
 - Click [Measure]
- Muestra un espectro. Cuando la medida este completa, la concentración de la muestra desconocida es mostrada en la tabla.

7 Post-procesamiento

- Haga click en la ventana de [Ecuación]
 - Haga click en editar
 - Se mostrara la ventana de [Parámetros de ecuación]
 - Ajuste la ecuación
- El procedimiento se muestra debajo



8 Cálculos

- Haga click en la ventana de [Cálculos]
- El resultado es actualizado en la tabla de muestra desconocida

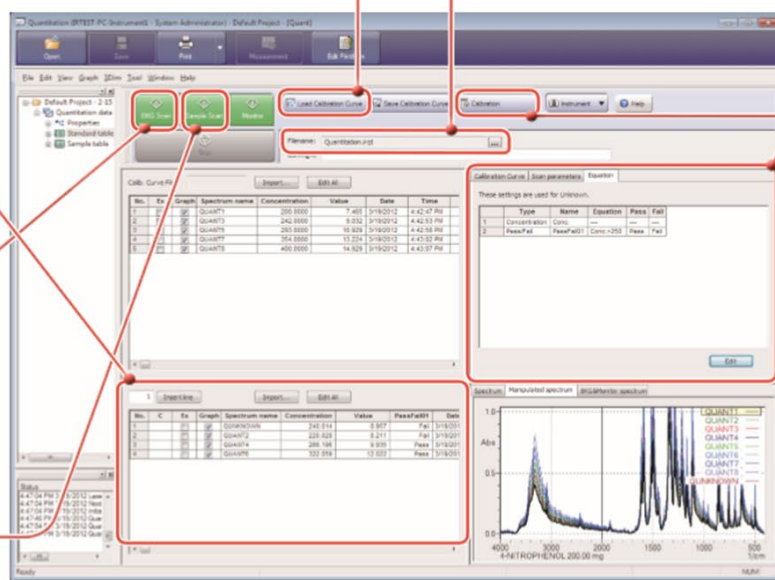


Figura 6 Ventana para la cuantificación. Cuantificación de muestras desconocidas.

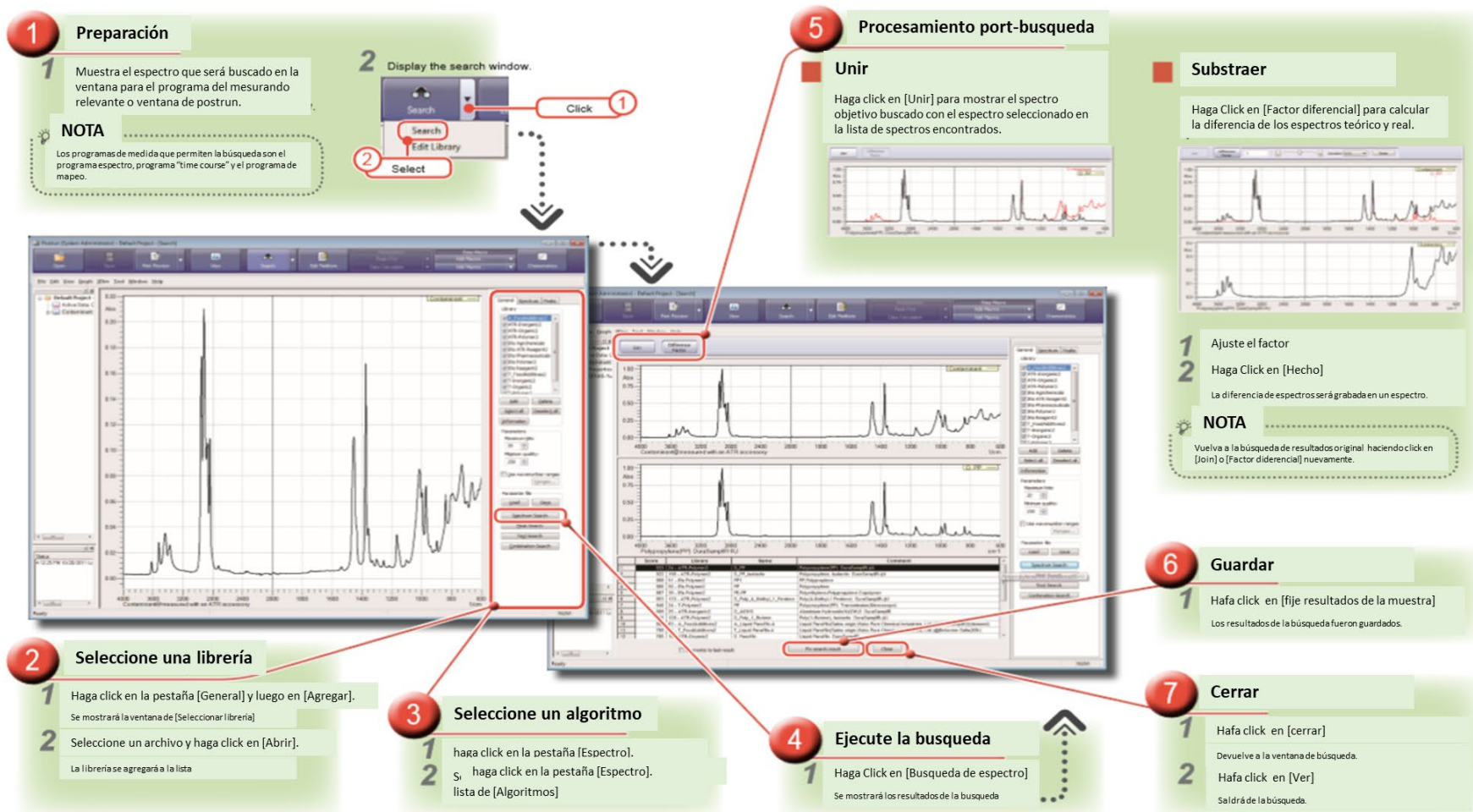
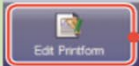


Figura 7 Búsqueda de espectros y algunos procesamientos para la búsqueda.

1 Preparación de datos

- 1 Muestra los datos a imprimir en la ventana del programa de la medida o la ventana depostrun.
- 2 Muestra la ventana de editar imprimible


Click

4 Registro

Imprimir se puede hacer más fácilmente registrando el reporte creado en la plantilla.

- 1 Haga click en [Preferencias de impresión] en el menú [herramienta]
- 2 Registre el reporte de la plantilla

El procedimiento de registro se muestra a la derecha.

2 Seleccionar items

- 1 Arrastre el elemento seleccionado a la ventana del reporte
- 2 Mueva el cursor del ratón para ajustar el tamaño y luego haga click
- 3 Ajuste la disposición del reporte

NOTA

- Las partes del reporte en la ventana se mueven arrastrándose
- Estas partes pueden ser agrandadas o reducidas arrastrando los puntos en el marco que lo contiene.

3 Verificar Propiedades

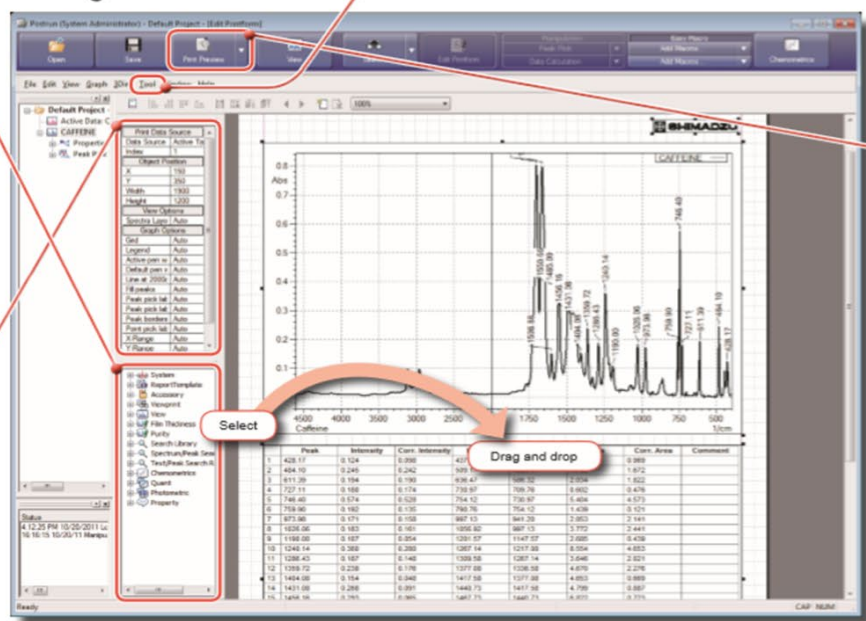
Haga Click en elemento del reporte para ver información sobre las propiedades de la ventana.

5 Imprimir

- 1 Seleccione [Vista previa de impresión]
- 2 Muestra la ventana de vista previa.
- 3 Seleccione [Imprimir] en la ventana de vista previa de impresión
- 4 Muestra la ventana de impresión.
- 5 Ajuste cada ítem y haga click en [Ok]

NOTA

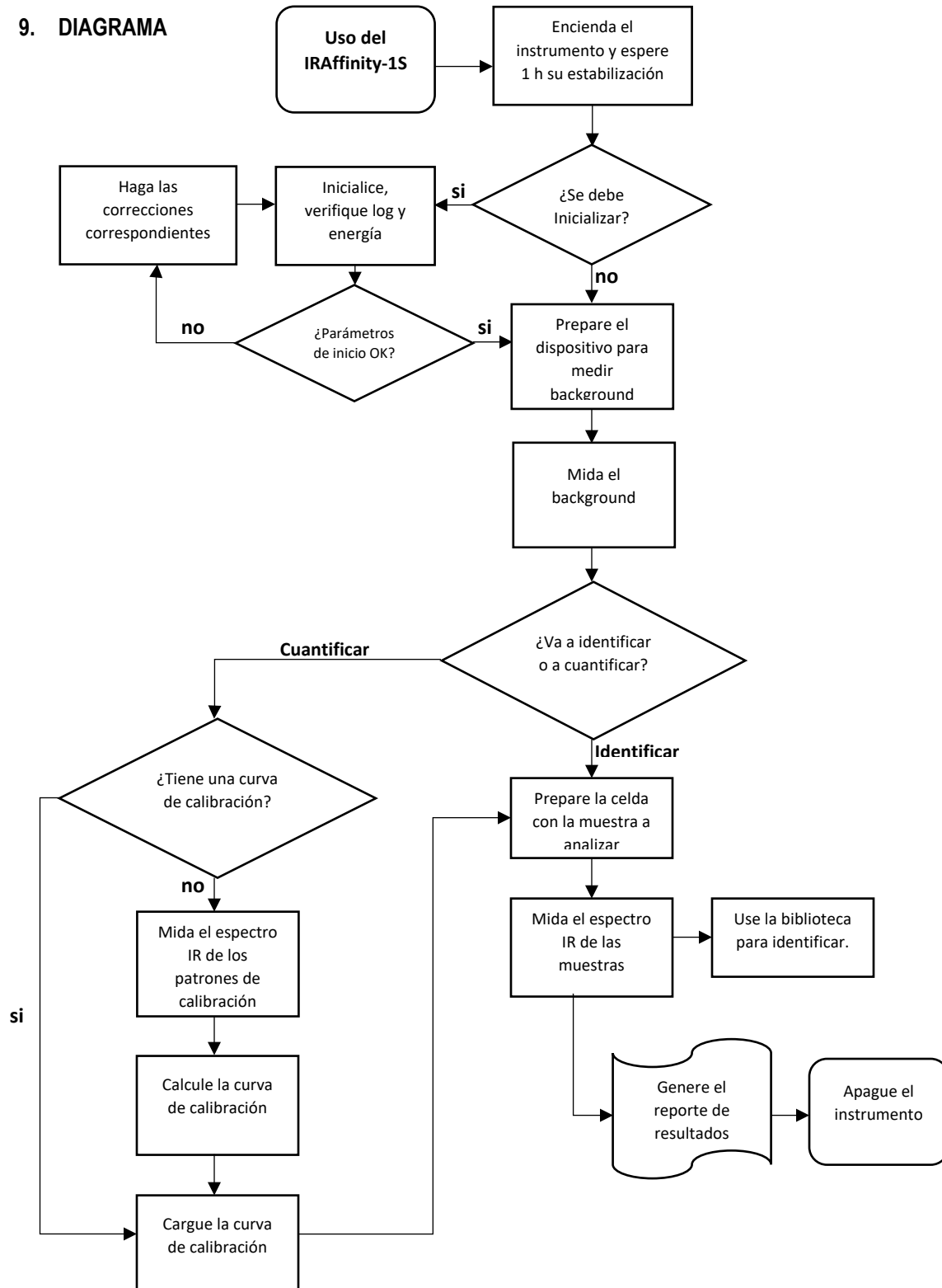
Seleccione [Imprimir] en la ventana de editar formato de edición sin revisar la salida usando vista previa de impresión




Peak	Intensity	Comp. Intensity	Comp. Area	Comment
1	428.17	0.124	0.088	428.17
2	484.10	0.245	0.242	484.10
3	611.28	0.184	0.190	611.28
4	727.11	0.180	0.174	727.11
5	746.40	0.174	0.158	746.40
6	758.96	0.182	0.135	758.96
7	871.88	0.171	0.158	871.88
8	1038.36	0.183	0.161	1038.36
9	1188.08	0.187	0.254	1188.08
10	1248.14	0.268	0.288	1248.14
11	1288.43	0.187	0.148	1288.43
12	1358.72	0.228	0.178	1358.72
13	1458.08	0.184	0.242	1458.08
14	1471.08	0.280	0.281	1471.08
15	1494.94	0.181	0.181	1494.94

Figura 8 Edición e impresión de reportes.

9. DIAGRAMA



 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTOMETRO FTIR Affinity	Código: M-S-LC-I091
		Versión: 01
		Fecha: 28/03/2022
		Página: 16 de 16

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

[1] Instruction manual user system guide IRAffinity-1 Shimadzu Fourier transform infrared Spectrophotometer; Shimadzu, Kyoto Japón; enero 2009. https://drive.google.com/file/d/1mdcsKS_UCE-ERjC8DS3wSIG8lvJWAuHt/view?usp=sharing

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	28-03-2022	Creación del documento con base en la estructura del SGI y las capacitaciones recibidas del instrumento por Rodrigo Pérez

ELABORO:	REVISO:	APROBO:
Rodrigo Pérez Rodríguez Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Claudia María Ávila Laverde Coordinadora Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental