

USO DEL ESPECTRÓMETRO FT-IR NICOLET iS5

MODIFICADO POR	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Lic. Jessica Samaniego Lic. Alba Domínguez	Nombre y Apellido: Dra. Ing. Agr. Jadiyi Torales	Nombre y Apellido: Ing. Agr. César Rivas
Cargo:	Cargo:	Cargo:
Técnica Analista Jefa interina del DLQ	Directora de la DL	Director General Técnico
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha: 22/03/2023	Fecha: 24/03/2023	Fecha: 03/04/2023



1. OBJETIVO

Establecer los pasos a seguir para el adecuado uso del Espectrómetro FT-IR.

2. ALCANCE

Se aplica al equipo Espectrómetro FT-IR marca THERMO SCIENTIFIC modelo NICOLET iS5, código interno LC.FTIR.01 para la identificación de Principios Activos de Plaguicidas del LCC y de compuestos orgánicos e inorgánicos del LFERT.

3. SIGLAS Y DEFINICIONES

3.1 SIGLAS

3.1.1. ITR : Instructivo de trabajo

3.1.2. DLQ : Dirección de Laboratorios Químicos

3.1.3. LCC : Laboratorio de Control de Calidad de Insumos Agrícolas.

3.1.4. LFERT: Laboratorio de Fertilizantes.

3.2 Definiciones.

3.2.1. Instructivo (ITR): son los documentos que describen las actividades paso a paso que se realizan en una etapa de un proceso y son complementarias a los procedimientos.

3.2.2. Formularios (FOR): son documentos con formato (físico o digital) preestablecido donde se registrarán los datos resultantes de una actividad.

4. RESPONSABLE

Son responsables de la correcta utilización del equipo Espectrómetro FT-IR los técnicos del laboratorio, quiénes deberán verificar el adecuado cumplimiento del mismo.

5. ACTIVIDADES

5.1 Verificación

- 5.1.1. Conecte el equipo a una toma corriente y enciéndalo subiendo el interruptor ubicado en la parte posterior izquierda del equipo.
- 5.1.2. Ingrese al programa haciendo doble click en el ícono OMNIC.
- 5.1.3. Para realizar la prueba, haga click en el escudo 🥑 de la ventana principal. Se desplegarán varias secciones como sigue:



5.1.4. Haga click en Verificación de Performance > Correr. Se iniciará la verificación del equipo.

🛕 OMNIC - [Ventana1]					
🧮 Archivo Editar Recoger Mostrar Procesar Analiz	tar Informe Ventana Ayuda				_ 6 ×
Ver Estado del Sistema					💌 🧭 Estado de la sistema
Ver Estado del justema Ver Estado del justema Conectado Ver Estado del Instrumento Conectado Ver Indavidad del Sistema Desconectado Ver Unificación de Performance Desconectado No hay Resultado de Calidad No hay Resultado de Calidad	Corre los test de performance basados en ASTM E-1421 en su espectrómetro. Útima vez efectuado: Jule, 29 Dic 2016 Correr Informe Explique el error	R Suttoor Find Pice Sect Al	Bono Burca Lib	Mg Prev Rpi Add NB View NB	CEstado de la sistema
Auda Cerra		2000	1500	1000	500
					44

- No se requiere muestras ni la instalación de ningún accesorio.
- El ícono del estado del Sistema indica el estado actual del sistema y el resultado de diversos test de desempeño:

Escudo Verde: Indica que todos los subsistemas se encuentran operando dentro de las especificaciones y ha aprobado todos los test de desempeño.



Código: ITR-DLQ-120 Emisor: DGT-DL-DLQ Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 4 de 10.

Escudo Amarillo: Indica que el sistema identificó un problema menor, el cual debe ser verificado para determinar los posibles efectos en la calidad de los datos colectados.

Escudo Rojo: Advierte que el sistema se encuentra fuera de las especificaciones o que un subsistema ha fallado. De igual forma, podría indicar que el último test de desempeño no se ajusta a las especificaciones.

5.2. Uso del Equipo

5.2.1. Ingrese al programa haciendo doble click en el ícono OMNIC. Aparecerá la ventana de entrada como sigue:

Archivo Editar Recoger Mostrar Procesar Analizar	Informe Ventana Ayuda				_ Cerra
Experimento Default - Transmission	(default.exp)			 Estado de la sistema
Expl Set Col Bkg Col Smp	Apilar Espe Full Sci Cmn Sci Aut E	Bish Adv ATR Sustraer Find	19ks Seict All Borrar Bu	💫 🏡 🕍 🔤	View NB
(1) (1) Ningún espectro seleccionado					
100					
90 -					
80 -					
70 -					
60 -					
50 -					
40 -					
30 -					
20 -					
10					
0					
4000 3500	3000	2500	2000	1500 1000	500
C					
RAAAA					之

- 5.2.2. Verifique que el equipo se encuentre conectado, chequeando que aparezca el símbolo junto al estado 🕏 sistema. De lo contrario, desconecte el equipo y vuelva a conectarlo.
- 5.2.3. Coloque la punta en la torre de presión de embrague cónico, sin hacer contacto con el cristal.
- 5.2.4. En el cuadro de diálogo que se despliega seleccione el experimento predeterminado. Para la identificación de principios activos de plaguicidas se utilizará el experimento "iD5ATR ZnSe".
- 5.2.5. Antes de colectar el espectro de una muestra debe colectarse el espectro de fondo para verificar la respuesta del sistema cuando no hay muestras presentes.
- 5.2.6. Seleccione el botón "Col Bkg".



- 5.2.7. Haga click en "OK" para colectar el fondo.
- 5.2.8. Cuando la colecta de datos de fondo haya finalizado, haga click en "Sí" en el mensaje de confirmación para adherir el fondo en una ventana. Se observa un espectro como sigue:



- Asegúrese de que la torre de presión de embrague cónico no se encuentre en contacto con el cristal durante la medición del fondo.
- Limpie con pañuelo de papel y solvente (metanol o alcohol isopropílico) el cristal ubicado en la placa del equipo y la punta intercambiable a ser utilizada, de modo a remover posibles impurezas. Realizar este procedimiento antes y después de cada colecta de datos. Véase punto 4.4 "Recomendaciones de Limpieza de la placa".



Código: ITR-DLQ-120 Emisor: DGT-DL-DLQ Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 6 de 10.

- Para muestras sólidas utilice la punta de base plana. Para muestras líquidas utilice la punta de base cóncava.
- 5.2.9. A continuación, coloque la cantidad suficiente de muestra cubriendo todo el cristal de la placa y baje la torre de presión de embrague cónico de modo a mantener presión constante para la reproducibilidad de muestras.
- 5.2.10. Seleccione el botón ____ "Col Smp" para colectar la muestra.
- 5.2.11. Aparecerá una venta ten donde deberá ingresar un nombre para el espectro de la muestra.

👌 OMNIC -	Hacer M	uestra]			_		-					_		-		100								i x
Archive	e Editar	Recoger	Mostrar	Procesar	Analizar	Informe	Ventana A	yuda																- 6 ×
Experime	nto iD5 /	ATR - ZnSe						(iD5_	ATR_ZnS	Se.exp)												<u> </u>	Estado de	e la sistema
Expt Set	Col Bkg	الملك لاسلسا Col Smp	Abrir	Guardar	imprimir	Apilar	Espe Full Sci	Cmn Scl	Aut Bain	Adv ATR	Sustraer	Find Pks	Selct All	Borrar		Buscar	Lib Mgr	 P	Trev Rpt	Add NB	View NB			
Añadir a V	/entana2																						•	Añadir
10 9 8 7 6 5	10 - 10 - 10 - 10 - 10 -						F	Hacer Muest Introduzca 738/18	tra el título de	el espectro	0;													
4 3 2 1	0 - 10 - 0 -									< (X Can					J 			•					
	4000			3500			3000			250)			2000				1500			1	1000		
000																					E s	stado de re	cogida 🚺	Pausa
84			D		₩A A A	\$X																		44

- 5.2.12. Haga click en "OK". Nuevamente click en "OK" para confirmar.
- 5.2.13. Cuando la colecta de datos de la muestra haya finalizado, haga click en "Sí" en el mensaje de confirmación para adherir el espectro a una ventana.





Código: ITR-DLQ-120 Emisor: DGT-DL-DLQ Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 7 de 10.

5.2.14. Para guardar el espectro, en la barra del menú seleccione Archivo > Guardar como > Ingrese el nombre con el que desea guardar > OK.

Civinic - [Ventanas]							
Archivo Editar Recoger Mostrar Procesa	ar Analizar Informe	Ventana Ayuda					- 8
🛕 Guardar como - 610/18							🗾 🥑 Estado de la sistema
Guardar en: 🔒 Spectra	🗈 💣 💷 -					. 123 Ht Wa	
Nombre	Fecha de modifica	Tipo	Tamaño	*	Buscar Lib	Mor Prev Bot Add NB View NB	
Emamectina 23-10-17	23/10/2017 02:59	Carpeta de archivos					
Emamectina 24-10-17	24/10/2017 12:59	Carpeta de archivos		=			\square
🔐 qcheck for eva	19/12/2016 12:15	Carpeta de archivos			-		
📔 鷆 QCheck Nutraceuticals	19/12/2016 12:15	Carpeta de archivos					
📔 🎉 gcheck rc plastics	19/12/2016 12:15	Carpeta de archivos					
2 15-03-18	15/03/2018 10:31 a	OMNIC	127 KB				L I
Dec 506-17 2	17/05/2017 09:17 a	OMNIC	126 KB				٩ ا
Mabsorb 🛃	18/11/2015 05:37	OMNIC	9 KB				
Acetominophen Caffeine Acetylsalicylic acid	18/11/2015 05:37	OMNIC	74 KB				N
Madvatrcor	18/11/2015 05:37	OMNIC	11 KB				
Madvatrref	18/11/2015 05:37	OMNIC	11 KB				1
Matrcor	18/11/2015 05:37	OMNIC	8 KB				/
🌽 baseline	18/11/2015 05:37	OMNIC	31 KB				4
Mistline	18/11/2015 05:37	OMNIC	9 KR	•			Y*
Nombre:				- Guardar			
Tipo: Espectros (*.SPA)				✓ Cancelar			/
R Solo Lectura					A		
Poper el Ti	itulo al Nombre de Arci	auto			$-I\Lambda$	J	
	nulo al reolitore de ven						
Titulo:					$ / _{\mathbf{N}}$. Mar	
610/18						Much	
0.02		~			1		
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·							
4000 3500		3000	250	0 2000	1500	1000	500
				Número de Ondas (cm-1)			
X:(2410.466) Y:(0.286)							
O O O O O O O O O O O O O O O O O O O							~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~

- 5.2.15. Para comparar el espectro obtenido de la muestra con otros datos guardados en la biblioteca, en la barra del menú seleccione Analizar > Seleccionar Bibliotecas.
- 5.2.16. En la sección "Búsqueda en grupos y bibliotecas disponibles" seleccione el grupo con el cual desee comparar, luego haga click en "añadir >" y "OK".

ColBkg ColSmp		Prev Rpt Add NB View NB	
Ningún espectro sele	Busineer fundices Busineers Directorios de bibliotecas. Busineers		
100			
90 -	Aldrich Condensed Phase Sample Library Plaguicidas		
80 -	Addrich Vapor Phase Sample Library Georgia State Crime Lab Sample Library HR Nicolel Sampler Library		
70 -	Hummel Polymer Sample Library Organics by RAMAN Sample Library		
60 -	Plaguicidas Sigma Biological Sample Library		
50			
40	Visualizar contenidos grupo seleccionado:		
**	Borrar grupp		
30 -	Cuardar lista de búsqueda como grupo		
20 -			
10 -			
°.	Ayuda Buscar Comparación QC Guardar como OK Cancelar		
4000		1000	500



USO DEL ESPECTRÓMETRO IR 🛛 🔍

5.2.17. En la venta principal, haga click en "buscar". Aparecerán los espectros de la biblioteca seleccionada con los porcentajes de coincidencia más próximos al espectro de la muestra.

	and - F	buscuij							_	_	_			_	-	-		<u> </u>	
۹	Archivo	Editar Rec	oger Mostrar	Procesar	Analizar	Informe Ventana Ag	ruda												- 8 ×
Ex	periment	o iD5 ATR ·	ZnSe				(iD5_ATR_a	InSe.exp)										🛨 🥑 Estado d	e la sistema
E×	ot Set C	ol Bkg Col S	mp Abrir	Guardar	imprimir	Apilar Espr Full Sci	Cmn Scl Aut B	sh AdvATR	Sustraer	Find Pks	Selct All E	Kana) Autor Roman	Q Buscar	Lib Mgr	Prev Rpt	Add NB	View NB		
bsorbancia Absorbancia Absorbancia	0.20 0.10 0.00 0.20 0.10 0.00 0.10	738/18 738/18 Emparejar: 308/18 Emparejar:	100.00															2	
₫				3500		3000		2500	0		20	00		~~~	1500			000	
L								Nú	imero de C	Ondas (cm	-1)								
1 2 3 4 5 6 7 8	Índice 296 89 114 26 166 113 110 115	Comparar 100.00 63.29 56.22 32.04 31.47 30.57 28.97 26.67	738/18 308/18 DL.02-073/18 433/17 Std Emamecti Soia Fosfato de Ca DL.02-072/18	Fertilizanti in Benzoat Icio Fertilizanti	es e 31-05-18 es	Nombre del com	puesto			5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5	Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas Plaquicidas		Nomb	re de la bi	blioteca				•
Reg	egión: 3999.64 - 649.89 Superponer Portapapeles Info. Modificar visualización Imprimir ayuda Cerrar																		

5.2.18. Salar desea buscar datos guardados anteriormente, haga click en "Organizador de Bibliotecas"

Commite - Conganizador de Bibliotecasi	
🗊 Archivo Editar Recoger Mostrar Procesar Analizar Informe Ventana Ayuda	_ Ø ×
Experimento Default - Transmission (default.exp)	💌 🧭 Estado de la sistema
Nombres de bibliotecas Euscar texto Info bibliotecas Espectros de bibliotecas	
Cerrar Ayuda Crear biblioteca Combinar biblioteca Comprimir biblioteca Seleccionar Añadir a la Ventana Añadir a la Biblioteca Borrar Recoger Espectro	
Bibliotecas de búsqueda Indice Nombre del compuesto	Fecha Del
Bibliotecas de Comparación QC Bibliotecas de Accordes	



Código: ITR-DLQ-120 Emisor: DGT-DL-DLQ Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 9 de 10.

5.2.19. Seleccione "Bibliotecas de búsqueda" > Plaguicidas (en el caso del LCC)



5.2.20. Haga click en la muestra > añadir > OK

5.3. Apagado del equipo

- 5.3.1. Al terminar de realizar las mediciones, realice la limpieza final de la placa y las puntas.
- 5.3.2. Cierre el programa OMNIC.
- 5.3.3. Baje el interruptor para apagar el equipo.
- 5.3.4. Desenchufe el equipo.

5.4. Recomendaciones de Limpieza de la placa.

- 5.4.1. No utilice toallas o papel normal para limpiar la superficie del cristal de la placa. Esto podría generar el desgaste severo de la superficie del material.
- 5.4.2. Utilice pañuelos de papel o algodón para limpiar la superficie.
- 5.4.3. Utilice alcohol isopropílico (IPA) o metanol como agentes de limpieza.
- 5.4.4. No utilice mucha cantidad de solvente.
- 5.4.5. No utilice acetona, ya que podría dañar el cristal epoxy.
- 5.4.6. Evite los ácidos y bases fuertes.

5.5. Mantenimiento

El responsable de la Unidad de Mantenimiento de Equipos de Laboratorio será el encargado de realizar el mantenimiento de este equipo. La frecuencia de mantenimiento es anual, verificándose en el "Plan de Mantenimiento" FOR-DL-004



6. CONTROL DE CAMBIOS

Ítem	Página	Cambios
NA	1	Proviene de un Sistema de Gestión de Calidad de la Norma NP-ISO/IEC 17025:2018. La DL adopta el SGCI del SENAVE en cumplimiento de la Resolución SENAVE N° 42/2023 "Control de documentos", versión 04. Se realiza el cambio de formato al SGCI del ITR-LCC-120 ver: 02 Vigencia: 22/05/2020, pasa a la versión 01, teniendo en cuenta lo establecido en la Nota 02 del PRO-DSGC-001 "Control de documentos".

7. REGISTRO

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Plan de Mantenimiento	FOR-DL-004	Sala de archivo, Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Plan de Calibración	FOR-DL-003	Sala de archivo, Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Protocolo de Trabajo	FOR-LCC-189	Sala de archivo,Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación
Informe de Resultados de Ensayo LCC	FOR-LCC-134	Sala de archivo, Página web enlace del Sistema de Gestión de Calidad	Jefe de área	5 años	Eliminación

8. ANEXOS

No Aplica