

**PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DE UN EQUIPO DE
INFRARROJO Y ESTUDIO DE MERCADO DEL SERVICIO DE EXTENSIÓN**

**RONALD OSWALDO SÁNCHEZ NÚÑEZ
KAREN PAOLA CACUA MADERO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

**PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DE UN EQUIPO DE
INFRARROJO Y ESTUDIO DE MERCADO DEL SERVICIO DE EXTENSIÓN**

**RONALD OSWALDO SÁNCHEZ NÚÑEZ
KAREN PAOLA CACUA MADERO**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
Ingeniero Químico**

**Director de Proyecto
ING. ÁLVARO RAMÍREZ GARCÍA, PH. D.**

**Codirector
ING. JESÚS MANUEL MENDOZA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

AGRADECIMIENTOS

Al Doctor Álvaro Ramírez,

A los Ingenieros Jesús Manuel Mendoza

y Guillermo Aceros por contribuir a la ejecución de este proyecto.

DEDICATORIA

A Dios en primer lugar por permitirme la vida,

A Mario Sady y Clara Elisa, mis padres por su incansable apoyo y paciencia.

A Oscar Javier y María Isabel, mis hermanos.

A Yecenia, mi novia, gracias por darle un rumbo a mi vida.

A Karen mi compañera de trabajo.

A mi familia por su colaboración.

A mis amigos, gracias muchachos.

Ronald Oswaldo

A Dios, a mis padres por su incansable esfuerzo y apoyo.

A mi hermano.

A Ronald, por su paciencia,

A mi familia.

A mis amigos.

Karen Paola

TABLA DE CONTENIDO

| | |
|--|----|
| INTRODUCCIÓN | 14 |
| 1. CONCEPTOS TEÓRICOS | 15 |
| 1.1. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO | 15 |
| 1.1.1. Aspectos fundamentales. | 15 |
| 1.1.2. Regiones espectrales. | 16 |
| 1.1.3. Tipos de medidas en infrarrojo. | 17 |
| 1.1.3.1. Absorción/Transmisión. | 17 |
| 1.1.3.2. Reflectancia total atenuada (ATR). | 18 |
| 1.1.3.3. Reflectancia difusa. | 19 |
| 1.2 TRANSFORMADA DE FOURIER. | 20 |
| 1.3. DESCRIPCIÓN DEL FTIR- 8400S. | 21 |
| 1.3.5 Compartimiento de la muestra. | 21 |
| 1.3.6 Sistema óptico. | 22 |
| 1.3.7 Detector. | 23 |
| 1.3.8 Sistema eléctrico. | 23 |
| 1.3.5 Especificaciones del FTIR-8400S. | 24 |
| 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL | 25 |
| 2.1 MANEJO DEL EQUIPO | 26 |
| 2.2. ELABORACIÓN DEL PROTOCOLO. | 26 |
| 2.3. ESTUDIO DEL MERCADO PARA EL FTIR-8400S | 26 |
| 2.4 APLICACIONES | 27 |
| 2.4.1 Análisis cualitativo de aceite crudo de palma, fábrica Oleaginosas las Brisas S.A. | 27 |
| 2.4.2 Análisis cuantitativo de 2,4- pentanodienona. | 28 |
| 3. ANÁLISIS Y RESULTADOS | 29 |
| 3.1. MANEJO DEL EQUIPO. | 29 |

| | |
|--|----|
| 3.1.1. Software IRSolution. | 29 |
| 3.1.2. Preparación de muestras. | 29 |
| 3.1.2.1. Muestras sólidas. | 30 |
| 3.1.2.2. Muestras líquidas. | 33 |
| 3.1.3. Alcances del FTIR 8400S. | 34 |
| 3.2. ELABORACIÓN DEL PROTOCOLO. | 36 |
| 3.3. Estudio de mercado para el FTIR- 8400S | 36 |
| 3.4. Aplicaciones a la industria en Santander. | 41 |
| 3.4.1. Oleaginosas las Brisas S.A. | 41 |
| 3.4.2. Análisis cuantitativo de 2,4- pentanodienona en una muestra desconocida | 45 |
| 4. CONCLUSIONES | 48 |
| 5. RECOMENDACIONES | 49 |
| BIBLIOGRAFIA | 50 |
| ANEXOS | 51 |

LISTA DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla1. Especificaciones del FTIR 8400S | 24 |
| Tabla 2. Contenido de humedad de las muestras de Aceite crudo de palma. | 42 |
| Tabla 3. Concentraciones de muestras estándar de 2,4-Pentanodiona en alcohol. | 46 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1. Modos vibracionales de la moléculas | 16 |
| Figura 2. Fenómenos de absorción, transmisión y reflexión de la radiación electromagnética al interaccionar con la materia | 17 |
| Figura 3. Compartimiento de la muestra | 21 |
| Figura 4. Esquema del sistema óptico | 22 |
| Figura 5. Montaje para análisis cualitativo de muestras líquidas | 32 |
| Figura 7. Espectro de aceite de palma crudo (muestra 11). | 43 |
| Figura 8. Comparación de espectro de la muestra 11 con espectros encontrados en la biblioteca del IRSolution. | 44 |
| Figura 9. Sobreposición de los espectros de las muestras de aceite crudo de palma. | 44 |
| Figura 10. Zona de absorción del grupo carbonilo. | 45 |
| Figura 11. Curva de calibración para cuantificar concentración molar de 2,4-Pentanodiona en etanol al 96%. | 46 |

LISTA DE ANEXOS

| | |
|---|----|
| ANEXO A. Espectros generados durante la etapa de experimentación | 52 |
| ANEXO B. Formato de la encuesta realizada en el estudio de mercado. | 61 |
| ANEXO C. Protocolo de Operación del FTIR-8400S | 63 |

TITULO

PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DE UN EQUIPO DE INFRARROJO Y ESTUDIO DE MERCADO DEL SERVICIO DE EXTENSIÓN*.

AUTORES

SÁNCHEZ NÚÑEZ, Ronald Oswaldo; CACUA MADERO, Karen Paola **

PALABRAS CLAVES

Espectroscopia de infrarrojo, Transformada de Fourier, Absorción, Transmitancia, Vibraciones moleculares, Manipulación de muestras, Análisis Cualitativo, Análisis Cuantitativo, FTIR.

CONTENIDO

Procedimientos generales para la manipulación de muestras, obtención de espectros, procesamiento de datos, análisis cualitativo y cuantitativo en el Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR). Estudio de mercado del Servicio de extensión del FTIR-8400S en la industria Santandereana y aplicaciones. Este trabajo se realizó con el fin de proporcionar una herramienta útil en el desarrollo de proyectos de formación e investigación que requieran el uso del FTIR de la Escuela de Ingeniería Química.

En el primer capítulo se realiza una breve introducción a la espectrometría de infrarrojo, fundamentos, definiciones y se describe detalladamente el equipo; seguidamente, en el capítulo dos se explica el desarrollo de cada una de las etapas para cumplir los objetivos de este proyecto, empezando por el manejo del equipo, siguiendo con la elaboración del protocolo y concluyendo con el estudio de mercado, base fundamental para identificar las aplicaciones en la industria en Santander; en el tercer capítulo se muestran los resultados y análisis de los datos obtenidos en la parte experimental y en el estudio de mercado junto con las aplicaciones y alcances del FTIR.

Con el estudio de mercado se pudo constatar la aplicación de la técnica de espectroscopia infrarroja en la industria Santandereana y se mostró el interés por parte de las empresas en vincularse con la escuela de Ingeniería Química para desarrollar proyectos de investigación. Se recomienda adquirir los accesorios mencionados en los alcances del equipo para aumentar su campo de acción ofreciendo diversas alternativas para los análisis.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Química, Ph.D. Álvaro Ramírez García.

TITLE

PROTOCOL OF OPERATION OF A TEAM OF INFRARED AND STUDY OF MARKET OF THE SERVICE OF EXTENSION*.

AUTHORS

SÁNCHEZ NÚÑEZ, Ronald Oswaldo; CACUA MADERO, Karen Paola **

KEY WORDS

Spectroscopy of infrared, Transformed of Fourier, molecular Absorption, Transmittance, molecular Vibrations, Manipulation of samples, Qualitative Analysis, Quantitative Analysis, FTIR.

CONTENT

General procedures for the manipulation of samples, obtaining of spectra, prosecution of data, qualitative and quantitative analysis in the spectrometer of Infrared with having Transformed of Fourier (FTIR). Study of market of the Service of extension of the FTIR-8400S in the industry Santandereana and applications. This work was carried out with the purpose of providing an useful tool in the development of formation projects and investigation that require the use of the FTIR of the School of Chemical Engineering.

In the first chapter a brief introduction to the infrared spectrometry is made, foundations, definitions and the equipment is described in detail; next, in chapter two the development of each of the stages fulfilling the objectives of this project is explained, beginning by the handling of the equipment, following with the elaboration of the protocol and concluding with the market study, it bases fundamental to identify the applications in the industry in Santander; in the third chapter are to the results and analyses of the data collected in the experimental part and the study of market along with the applications and reaches of the FTIR.

With the market study the application of the technique of infrared spectroscopy in the Santandereana industry could be stated and was the interest on the part of the companies in tying with the school of Chemical Engineering to develop investigation projects. It is recommended to acquire the accessories mentioned in the reaches of the equipment to increase to his battle area offering diverse alternatives for the analyses.

* Grade Project

** Faculty of Physico-Chemical Sciences, School of Chemical Engineering, Ph.D. Álvaro Ramírez García

INTRODUCCIÓN

Las aplicaciones de la espectrometría del infrarrojo han aumentado en los últimos años convirtiéndose en una herramienta versátil en el análisis de muestras en el laboratorio y a nivel industrial, disminuyendo los tiempos de medida, la manipulación intensiva de la muestra previa al análisis y la utilización de reactivos.

Actualmente la escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander cuenta con un espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier SHIMADZU FTIR 8400S; este equipo se está utilizando sin una guía metodológica que permita a cualquier estudiante o docente un fácil acceso al servicio.

El presente trabajo tiene por objetivo establecer un Protocolo de uso del FTIR 8400S junto con el tratamiento y análisis de datos para diferentes aplicaciones de investigación y servicio a la industria Santandereana; como soporte se realizará una guía virtual ofreciendo herramientas de aprendizaje más completas y dinámicas para usuarios con poca experiencia.

En el primer capítulo se realiza una breve introducción a la espectrometría de infrarrojo, fundamentos, definiciones y se describe detalladamente el equipo; seguidamente, en el capítulo dos se explica el desarrollo de cada una de las etapas para cumplir los objetivos de este proyecto, empezando por el manejo del equipo, siguiendo con la elaboración del protocolo y concluyendo con el estudio de mercado, base fundamental para identificar las aplicaciones en la industria en Santander; en el tercer capítulo se muestran los resultados y análisis de los datos obtenidos en la parte experimental y en el estudio de mercado junto con las aplicaciones y alcances del FTIR; finalmente se realizan las conclusiones y recomendaciones pertinentes en cada tópico manejado.

1. CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

1.1.1. Aspectos fundamentales.

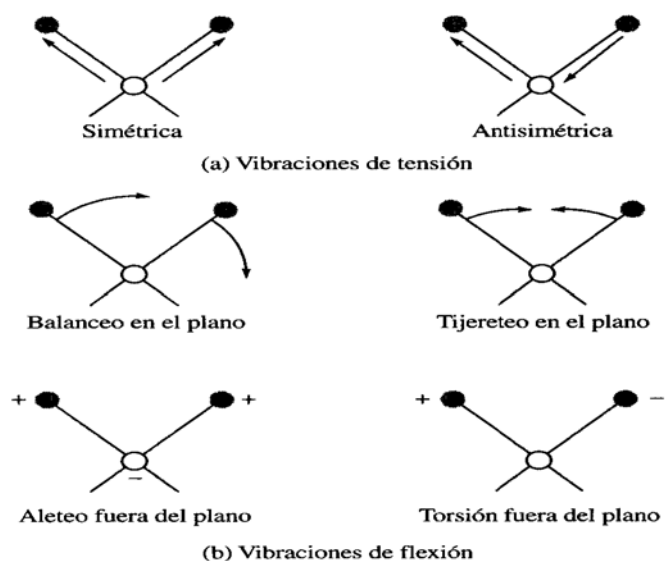
La espectroscopia molecular se basa en la interacción entre la radiación electromagnética y las moléculas. Dependiendo de la región del espectro en la que se trabaje y por tanto de la energía de la radiación utilizada (caracterizada por su longitud o número de onda), esta interacción será de diferente naturaleza: excitación de electrones, vibraciones moleculares y rotaciones moleculares [1]. La molécula, al absorber la radiación infrarroja, cambia su estado de energía vibracional y rotacional. Las transiciones entre dos estados rotacionales requieren muy poca energía, por lo que solo es posible observarlas específicamente en el caso de muestras gaseosas. En el caso del estudio del espectro infrarrojo (IR) de muestras sólidas y líquidas sólo se tienen en cuenta los cambios entre estados de energía vibracional [2].

Utilizando la mecánica cuántica y el modelo del oscilador armónico para representar los enlaces, se demuestra que las bandas en el infrarrojo se producen como consecuencia de transiciones entre niveles de energía en los que el número cuántico vibracional (u) cambia en una unidad ($\Delta u = \pm 1$), denominada banda fundamental, o en más de una unidad ($\Delta u = \pm 2, \pm 3, \dots$), que se denominan sobretonos [3]. Aunque teóricamente son posibles Δu superiores, en la práctica sólo se observan estas tres transiciones. Las bandas de absorción aparecen aproximadamente a frecuencias: u (la banda fundamental), $2u$ y $3u$ (los sobretonos). Estos últimos tienen una menor intensidad que la banda fundamental. También se producen bandas como consecuencia de la interacción de dos vibraciones diferentes:

$$U_{\text{comb}} = n_1 u_1 \pm n_2 u_2 \pm \dots$$

Una molécula poliatómica (n átomos) tiene $3n-6$ modos de vibración diferentes ($3n-5$ si la molécula es lineal). Cada uno de estos modos de vibración viene representado por una curva de energía potencial diferente y da lugar a una banda fundamental y sus correspondientes sobretonos en el infrarrojo. Los modos de vibración que se pueden producir incluyen: cambios en la distancia de enlace (elongaciones o stretching, que pueden ser simétricas o asimétricas) y cambios en el ángulo de enlace, o bending (simétricos en el plano, asimétricos en el plano, simétricos fuera del plano y asimétricos fuera del plano) [4]. (Ver figura. 1.)

Figura1. Modos vibracionales de la moléculas



1.1.2. Regiones espectrales.

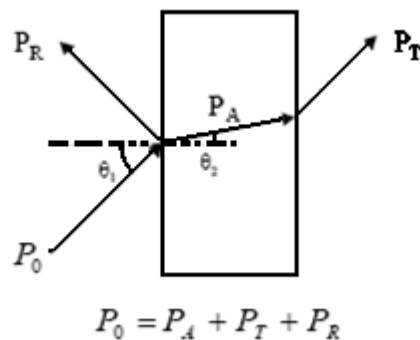
Aunque el espectro infrarrojo se extiende desde 10 a $14\ 300\text{ cm}^{-1}$, desde un punto de vista funcional se divide en tres zonas: IR lejano, donde se producen las absorciones debidas a cambios rotacionales, el IR medio (MIR o simplemente, IR), donde tienen lugar las vibraciones fundamentales y el IR cercano (near infrared, NIR), donde se producen absorciones debidas a

sobretonos y combinaciones de las bandas fundamentales.

1.1.3. Tipos de medidas en infrarrojo.

Cuando la radiación incide en la muestra (Figura 2.), ésta puede sufrir diferentes fenómenos: absorción, transmisión y reflexión. La intensidad de la luz transmitida a través de la muestra (P_T) es menor que la intensidad incidente (P_0). Una parte de esta intensidad incidente se ha reflejado (P_R), mientras que otra parte ha sido absorbida por la sustancia (P_A).

Figura 2. Fenómenos de absorción, transmisión y reflexión de la radiación electromagnética al interactuar con la materia.



La medida más común en el infrarrojo es la que se basa en la absorción (o la intensidad transmitida), aunque también se han desarrollado espectroscopias basadas en el fenómeno de la reflexión como son la reflectancia total atenuada y la reflectancia difusa.

1.1.3.1. Absorción/Transmisión.

El espectro por transmisión a través de la muestra determina P_A , ya que esta pérdida en la intensidad luminosa incidente está relacionada con la concentración de la muestra. La transmitancia, T , se calcula como la fracción de radiación (P_T/P_0) transmitida a través de la muestra. La intensidad de

absorción de la luz, absorbancia (A) se calcula como:

$$A = -\log T = \log (P_T/P_0) \quad [1.1]$$

Donde:

A : Absorbancia

T : Transmitancia

P_T : Potencia transmitida [**W**]

P₀ : Potencia incidente [**W**]

La representación de la transmitancia o de la absorbancia como una función de la longitud de onda, λ , o del número de onda, $\bar{\nu}$, es lo que conforma el espectro de la muestra. La relación que existe entre la concentración y la absorbancia está descrita por la ley de Lambert-Beer:

$$A = abc \quad [1.2]$$

Donde:

a : Absortividad molar [**L mol⁻¹ cm⁻¹**]

b : Anchura de la celda [**cm**]

c : Concentración de la solución [**mol/L**]

Esta ley lineal se cumple únicamente para disoluciones diluidas ($c \leq 0.1M$), pudiéndose producir desviaciones de la linealidad a concentraciones más elevadas al variar a , como consecuencia de cambios en el índice de refracción de la disolución. Otras desviaciones de la linealidad tienen su origen en la propia instrumentación: presencia de luz reflejada y dispersada, luz no estrictamente monocromática o detectores de respuesta no lineal.

1.1.3.2. Reflectancia total atenuada (ATR).

El principio de esta medida se basa en el fenómeno de la reflexión total interna y la transmisión de la luz a través de un cristal con un elevado índice de

refracción. La radiación penetra (unos mm) más allá de la superficie del cristal donde se produce la reflexión total, en forma de onda evanescente [6]. Si en el lado exterior del cristal se coloca un material absorbente (muestra), la luz que viaja a través del cristal se verá atenuada (de ahí el nombre de la técnica) y se puede registrar el espectro de la muestra.

El ángulo de la luz incidente y la geometría del cristal facilitan que se produzcan sucesivas reflexiones en sus caras internas. El espectro medido tiene una apariencia similar al espectro de transmisión, excepto por ciertas variaciones en la intensidad en función de la longitud de onda que se producen.

Esta técnica de muestreo es muy efectiva para el análisis de sólidos y líquidos, especialmente en las regiones del infrarrojo medio y del infrarrojo cercano. Para obtener medidas adecuadas es necesario que exista un contacto íntimo entre la muestra y el cristal del ATR, por lo que esta técnica se utiliza sobretodo en líquidos o en sólidos que se puedan compactar contra el cristal aplicando presión. Esta técnica es especialmente útil, por ejemplo, en el caso de medir muestras viscosas utilizando caminos ópticos muy cortos: una celda de transmisión de estas características sería muy difícil de llenar y limpiar debido a la consistencia de la muestra.

1.1.3.3. Reflectancia difusa.

Otra medida que se basa en el fenómeno de la reflexión es la reflectancia difusa. Cuando la luz incide sobre una muestra opaca y no absorbente tiene lugar el fenómeno de la reflexión especular [2].

Cuando la luz incide sobre una superficie irregular, se puede considerar que la frontera entre el medio y la muestra está formada por una serie de pequeñas interfases orientadas en todos los ángulos posibles. De esta forma aunque cada una de estas pequeñas interfases refleja la luz, el efecto global es una

reflexión de la luz a cualquier ángulo (reflectancia difusa).

La radiación que se transmite a través de la primera interfase puede sufrir absorción por parte de la muestra, por lo que la intensidad de la luz se verá atenuada según la ley de Beer. Esta radiación que ha atravesado la primera capa de partículas se difunde a las siguientes capas a través de reflexiones aleatorias, refracciones y dispersión y puede sufrir nuevos fenómenos de atenuación.

1.2. TRANSFORMADA DE FOURIER.

La espectroscopia convencional se puede denominar espectroscopia de dominio de la frecuencia, en la que los datos de la potencia radiante se registran en función de la frecuencia o de la longitud de onda, que es inversamente proporcional. En contraposición, la espectroscopia en el dominio del tiempo, que se puede conseguir por medio de la transformada de Fourier, relaciona las variaciones de la potencia radiante con el tiempo.

La utilización de instrumentos de transformada de Fourier presenta varias ventajas importantes. La primera es el rendimiento o ventaja Jaquinot, que se obtiene porque estos instrumentos tienen pocos elementos ópticos y carecen de rendijas que atenúen la radiación. Por tanto, la potencia de la radiación que alcanza el detector es mucho mayor que en los instrumentos dispersivos y se observa una relación señal/ruido muy superior.

La segunda ventaja de los instrumentos de transformada de Fourier es su elevadísimo poder de resolución y reproducibilidad en la longitud de onda que posibilita el análisis de espectros complejos en los que el número total de líneas y el solapamiento espectral dificultan la determinación de las características espectrales individuales.

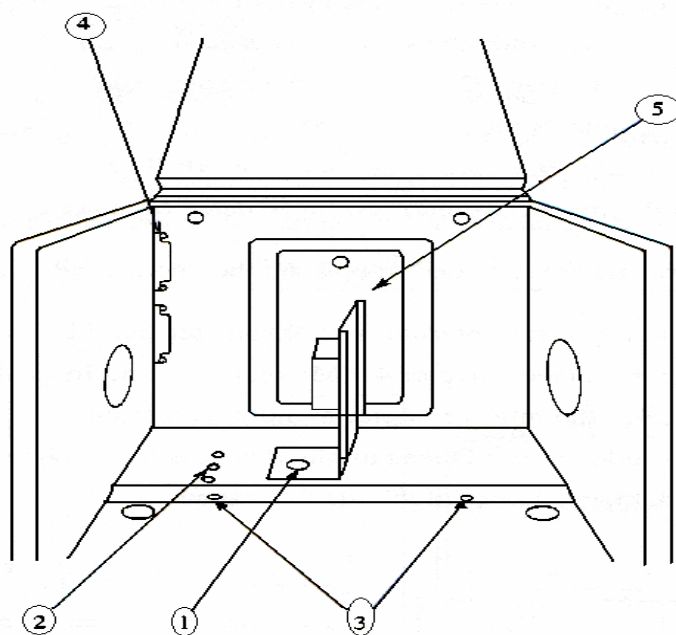
La tercera ventaja surge porque todas las radiaciones de la fuente llegan al detector a la vez. Esta característica permite obtener un espectro completo en un segundo o menos [4].

1.3. DESCRIPCIÓN DEL FTIR- 8400S.

La siguiente es una descripción de los componentes principales del espectrofotómetro de la escuela de ingeniería química (E.I.Q).

1.3.1. Compartimiento de la muestra.

Figura 3. Compartimiento de la muestra

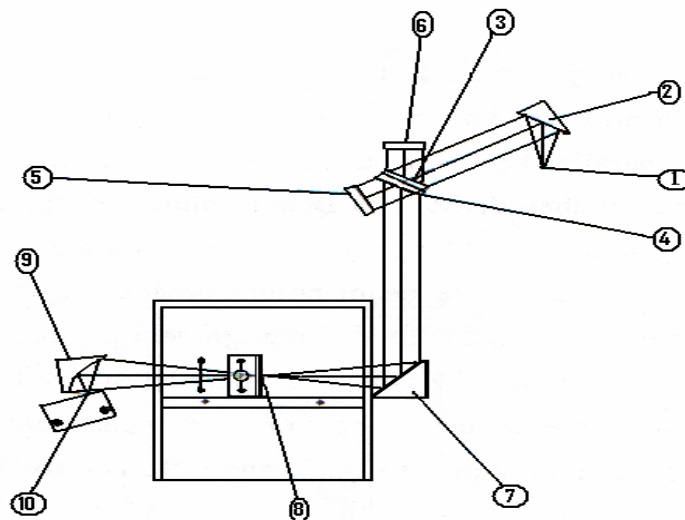


1. Caset (montura de muestras): sostiene una pastilla de KBr o una celda líquida.
2. Pequeños agujeros del Caset: se utilizan para montajes con celdas de gas o celdas de camino largo.
3. Agujeros para instalar accesorios.
4. Terminales ASC (conectores): conecta automuestras opcionales.
5. Compartimiento para gel de sílice; colocar el gel de sílice en este lugar,

para retirar la humedad presente en el compartimiento de la muestra.

1.3.2. Sistema óptico.

Figura 4. Esquema del sistema óptico



El rayo infrarrojo proveniente de la fuente de luz (1), se refleja por en el espejo colimador (2) hacia el interferómetro. Después, un rayo paralelo entra en el interferómetro de Michelson con un ángulo incidente de 30° . El rayo es entonces dividido por la columna divisora (3), los rayos resultantes caen uno en el espejo móvil (4) y el otro en el espejo fijo (5). Ambos rayos son reflejados de regreso a la columna divisora provocando una interferencia antes de proceder al espejo recolector (6). Este arreglo de espejos, está provisto con un mecanismo de alineación automático, para aumentar al máximo la eficacia de la interferencia.

Del espejo recolector, el rayo paralelo infrarrojo crea una imagen (7), de la fuente de luz en el centro del compartimiento de la muestra (8). El espejo recolector (9) atrapa los rayos que pasan a través la muestra y los refleja al detector (10) como un interferograma.

El tamaño de la imagen en el centro del compartimiento de la muestra es aproximadamente $9.1 \times 9.1\text{mm}$.

Algunos aditamentos, como las pastillas de KBr, restringen el tamaño de la imagen, proporcionando datos productivos diferentes a los obtenidos sin los aditamentos. Para tener en cuenta una desviación potencial, los mismos aditamentos deben usarse para el background y las medidas de la muestra.

1.3.3. Detector.

El FTIR usa un detector piroeléctrico sensible, con un elemento DLATGS (L-alamina deuterado con sulfato de triglicina). El detector cuenta con un efecto piroeléctrico, dependiente de la temperatura creada en la superficie del cristal por polarización ferro eléctrica espontánea. Como la temperatura de Curie del DLATGS esta abajo de 61°C, es necesario controlar la temperatura. El nitrógeno líquido para el detector MCT es una opción disponible.

1.3.4. Sistema eléctrico.

Después de alcanzar el detector, el interferograma experimenta ciertos tratamientos antes de ser enviados al PC; es amplificado por el preamplificador y el amplificador de ganancia automático, pasa a través de filtros de altos y bajos conductos y este es digitalizado por el convertidor A/D de 20 bits.

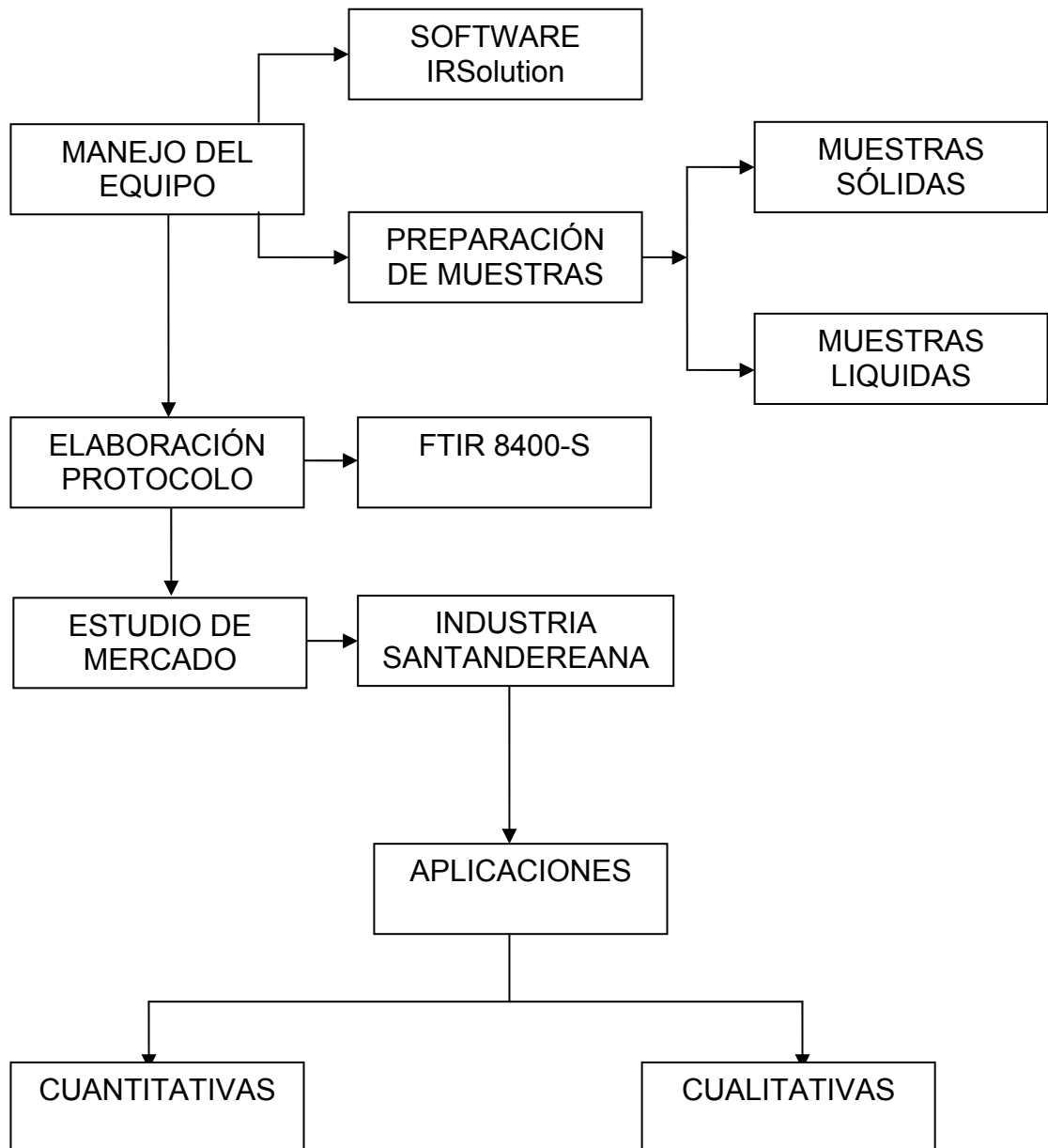
Después de que la señal se digitaliza en la memoria del interferómetro, viaja a través del SCSI al PC dónde IRSolution transforma el interferograma en un espectro.

1.3.5. Especificaciones del FTIR-8400S.

Tabla1. Especificaciones del FTIR 8400S

| | |
|--|---|
| Interferómetro | Interferómetro de Michelson con ángulo de inclinación de 30°, sistema dinámico de alineamiento, desecado y sellado. |
| Sistema óptico | Rayo óptico sencillo. |
| Rayo divisor | De germanio cubierto con una capa de KBr. |
| Fuente de rayo | Cerámico. |
| Detector | Detector piroeléctrico de alta sensibilidad. |
| Rango de número de onda | 7.800 cm^{-1} -350 cm^{-1} . |
| Resolución | 0.85 cm^{-1} , 1.0 cm^{-1} , 2.0 cm^{-1} , 4.0 cm^{-1} , 8.0 cm^{-1} , 16.0 cm^{-1} . |
| Intervalo de cálculo de número de onda | 0.25 cm^{-1} , 0.5 cm^{-1} , 1.0 cm^{-1} , 2.0 cm^{-1} , 4.0 cm^{-1} . |
| Exactitud en el número de onda | + o - 0.25 cm^{-1} . |
| Rata S/N | 20000:1(pico a pico, resolución 4.0 cm^{-1} , aproximadamente 2.100 cm^{-1} , por cada minuto de escaneo). |
| Velocidad del espejo | Se seleccionan tres pasos desde 2.8 mm/s, 5.0 mm/s o 9.0 mm/s, en un escaneo de 4.0 cm^{-1} , tomados entre 2-3 segundos. |
| Fuente del rayo | Láser de He-Ne. |
| Control de ganancia | Automática o manual desde x1-x128 en pasos de 2 ⁿ . |
| Compartimiento de la muestra | 200 (w) x 230 (L) x 170 (H). |
| Dimensión y peso de la unidad | 620 (w) x 580 (L) x 240 (H), 40 Kg. |

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL



2.1. MANEJO DEL EQUIPO

En esta parte del proyecto se estudió a fondo el funcionamiento del FTIR 8400S interactuando con el hardware y el software, a la par se identificó el tipo de muestras que se podían analizar con los accesorios disponibles, realizando medidas de muestras presentes en el laboratorio para corroborar todos los elementos útiles del equipo. Para la ejecución de dichos análisis fue necesario revisar las normas estándar¹ para la adecuada preparación de muestras en cada uno de los casos; en el análisis de muestras sólidas se utilizaron polímeros y arcillas; en los líquidos se manejaron aceites y productos de síntesis. Todos estos materiales pertenecientes a distintos proyectos ejecutados por estudiantes de la E.I.G.

También se investigaron los posibles alcances del equipo para un mayor aprovechamiento del mismo.

2.2. ELABORACIÓN DEL PROTOCOLO.

Una vez recopilada la experiencia con el equipo y el manejo de muestras, en todos sus tópicos, se elaboró el protocolo de operación y funcionamiento, teniendo en cuenta parámetros fijos² utilizados generalmente para este tipo de documentos y procurando establecer procedimientos para cada una de las medidas y sus respectivos análisis; adicionalmente se realizó un protocolo virtual ofreciendo herramientas de aprendizaje mas completas y dinámicas para usuarios con poca experiencia en el campo de la espectrometría del infrarrojo; así mismo compendia procedimientos para las aplicaciones a nivel industrial.

2.3. ESTUDIO DEL MERCADO PARA EL FTIR-8400S

Inicialmente se realizó una descripción detallada del servicio donde se especificaron las fortalezas, debilidades, aplicaciones y elementos especiales que lo favorecen frente a otras técnicas de análisis. Posteriormente se

¹ Norma ASTM E851: Standard Practice For Evaluation Of Espectrochemical Laboratories.

² Norma ASTM E994: Standard Guide For Laboratory Accreditation Systems.

desarrolló la segmentación del mercado útil en la identificaron de los consumidores directos del servicio. Después se escogió el método de análisis y la técnica de procedimiento para el estudio del mercado. Una vez concertados estos requisitos se realizó el estudio, arrojando resultados interesantes.

Conocidos los posibles clientes se efectuó una propuesta por parte de la escuela, escogiendo industrias que presentaran diversidad en sus productos.

2.4. APLICACIONES

Después de realizar el estudio de mercado se escogieron cinco industrias con campos de acción diferentes, y productos en fases distintas:

- Oleaginosas las Brisas S.A. (aceites).
- Lechesan S.A. (lácteos).
- Productora CAVA S.A. (licores).
- Tecnopavimentos S.A. (pavimentos)
- Extrucol S.A. (polímeros)

Se realizaron las propuestas por parte de la E.I.Q y se efectuaron las visitas a cada una de estas industrias. Llevando a cabo entrevistas con los jefes de producción analizando los posibles compuestos a medir con el FTIR.

2.4.1. Análisis cualitativo de aceite crudo de palma, fábrica Oleaginosas las Brisas S.A.

A las muestras proporcionadas por la empresa, se les realizaron análisis cualitativos, utilizando el método general para el análisis cualitativo de muestras líquidas³; la meta, era identificar los grupos funcionales presentes en las muestras, sobretodo los ácidos, siendo estos el principal factor que afecta

³ Anexo C. Protocolo para el FTIR-8400S: Capítulo 5.

los precios del producto en el mercado.

2.4.2. Análisis cuantitativo de 2,4- pentanodienona.

Debido a la falta de muestras patrones por parte de las empresas disponibles para el análisis cuantitativo, se utilizó una sustancia del laboratorio, 2,4-pentanodienona, las especificaciones son las siguientes:

- Peso Molecular: 100.12 g/mol
- Densidad: 0.97 g/cm³
- Pureza: 99%

A la sustancia se realizó una disolución con alcohol etílico al 96.5% V/V.

Inicialmente se realizó una disolución para obtener una concentración 0.1 M; posteriormente se tomaron alíquotas y se disolvieron para formar los patrones estándar. El procedimiento se realizó según lo estipulado en el protocolo para análisis cualitativo⁴.

Para realizar la primera disolución se utilizó el concepto de Molaridad:

$M = \text{moles de Sto} / \text{litros de sln.}$

La preparación de las muestras estándar se obtuvo con la relación:

$$V1 * C1 = V2 * C2$$

⁴ Anexo C. Protocolo para el FTIR-8400S: Capítulo 5.

3. ANÁLISIS Y RESULTADOS

3.1. MANEJO DEL EQUIPO.

Realizados todos los análisis especificados en el capítulo anterior se llegaron a conclusiones específicas en cada uno de los casos estudiados y se generaron métodos y procedimientos generales para cada caso⁵.

3.1.1. Software IRSolution.

Como resultado de la interacción con el software que controla la operación del FTIR, se desarrollaron procedimientos⁶ para realizar las siguientes funciones de análisis:

- Medición de espectros
- Presentación de datos y comparación de espectros
- Procesamiento de datos
- Cuantificación
- Búsqueda en bibliotecas de espectros
- Generación de informes

3.1.2. Preparación de muestras.

Los procedimientos descritos a continuación, se realizaron bajo normas estipuladas a nivel internacional y utilizan como principio de medida la transmitancia. Es imprescindible que todas las muestras se encuentren libres de humedad debido a que esta ocasiona daños en las celdas de KBr y genera picos de interferencia.

⁵ Anexo A. Espectros obtenidos en la etapa experimental.

⁶ Anexo C. Protocolo para el FTIR-8400S: Capítulo 4.

3.1.2.1. Muestras sólidas⁷.

Los siguientes métodos de preparación de muestras se utilizaron para análisis cualitativos; para las medidas cuantitativas se deben tener en cuenta los porcentajes en peso o concentraciones de la muestra y la cantidad utilizada en la medida. Deben identificarse las posibles interferencias provocadas por la presencia de agentes tales como, presión, KBr y agentes ponderados, para poder escoger un método que proporcione mayor exactitud en la medida.

- **Películas y polímeros.**

Los elementos más fáciles para analizar son películas y polímeros de menos de 200 micrómetros de espesor. El mismo procedimiento, es usado, para muestras que pueden rebanarse al espesor apropiado (200 μm).

Método de preparación de películas y polímeros.

1. Revisar el espesor de la muestra, que debe ser menor de 200 μm , de lo contrario rebanar o estirar la película hasta obtener el espesor ideal.
2. Colocar la película en medio de las dos placas magnéticas y ajustarlas al portamuestras.
3. Establecer los parámetros de medida del FTIR-8400S y realizar el Background.
4. Introducir el portamuestras en el compartimiento de la muestra y ejecutar la medida.
5. Coleccionar los resultados para su respectivo análisis.

- **Molienda de la muestra.**

La muestra debe lograr una apariencia glaseada al reflejar la luz, la meta es

⁷ Norma ASTM E1252: Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis.

reducir el tamaño de la partícula, a menos de la longitud de onda del IR (de 1 a 2 micrómetros).

Método para la molienda de la muestra

1. Pesar 25 mg de muestra.
2. Introducir la muestra en el mortero.
3. Con la ayuda de un macerador presione y use movimientos circulares para moler.
4. Realizar la molienda hasta que la muestra tome una apariencia glaseada.

- **Preparación de pastillas de KBr**

Un método de preparación de muestras sólidas, consiste, en realizar bajo presión, pastillas transparentes en el IR (típicamente de KBr o CsI), con una cantidad pequeña de muestra atrapada entre ellas.

Método preparación de pastillas de KBr

1. Realizar la molienda de la muestra.
2. Mezclar aproximadamente 10 mg de la muestra con 300 mg del KBr en polvo⁸.
3. Transferir la mezcla a un disco de prensa de pastillas; inserte el buzo y gire unas veces para distribuir el polvo uniformemente.
4. Hacer vacío en el disco durante uno o dos minutos y presione de tres a cuatro minutos a una presión de 10 a 12 toneladas.
5. Liberar el disco e insertarlo en el portamuestras.
6. Establecer los parámetros de medida del FTIR-8400S y realizar el Background.
7. Introducir el portamuestras en el compartimiento de la muestra y ejecutar la medida.
8. Coleccionar los resultados para su respectivo análisis.

⁸ El KBr debe secarse una vez por semana a 110° C toda la noche.

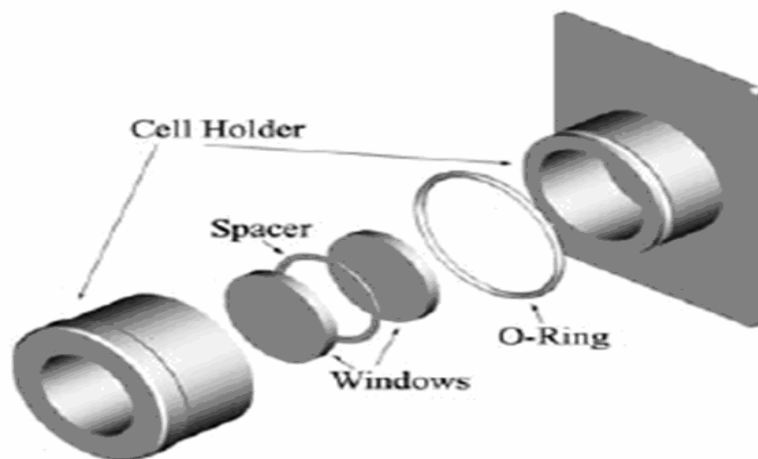
- **Agentes ponderados**

La muestra se suspende en un agente ponderado que puede ser, Nujol (aceite mineral refinado) o Florolube (perfluorhidrocarbano). Nujol y Florolube tienen los rasgos espectrales característicos y en la mayoría de los casos tienen que ser usados como un par, para generar un espectro de IR completo. Este es un procedimiento alternativo cuando la muestra no se puede someter a presión o reacciona con el KBr.

Método para la preparación de suspensiones de muestra en agentes ponderados

1. Realizar la molienda de la muestra.
2. Mezclar 1 ó 2 gotas de agente ponderado con 10 mg de la muestra, hasta que la pasta sea uniforme.
3. Realizar el montaje de la figura 5, con la pasta entre las ventanas.
4. Establecer los parámetros de medida del FTIR-8400S y realizar el Background.
5. Introducir el portamuestras en el compartimiento de la muestra y ejecutar la medida.
6. Coleccionar los resultados para su respectivo análisis.

Figura 5. Montaje para análisis cualitativo de muestras líquidas



3.1.2.2. Muestras líquidas.

La mayoría de los líquidos y sólidos disueltos son fáciles de medir por transmisión. Los líquidos son típicamente los absorbentes más fuertes y su espesor debe reducirse a menos de 1mm (1000 micrómetros).

- **Análisis cualitativo⁹.**

Para medidas de cualificación no es necesario conocer el espesor del espaciador e incluso no utilizarlo (líquidos viscosos).

Método preparación de muestras líquidas, análisis cualitativo

1. Depositar 1 ó 2 gotas de la muestra entre las celdas y realizar el montaje (Figura 5).
2. Establecer los parámetros de medida del FTIR-8400S y realizar el Background.
3. Introducir el portamuestras en el compartimiento de la muestra y ejecutar la medida.
4. Coleccionar los resultados para su respectivo análisis.

- **Análisis cuantitativo¹⁰.**

Debe identificarse el tipo de medida que se va a realizar, para tener en cuenta el espaciador utilizado.

Método preparación de muestras líquidas, análisis cuantitativo

1. Realizar el montaje mostrado en la Figura 6.
2. Medir una cantidad exacta de muestra en una jeringa.
3. La celda se inclina a un ángulo de 30°, se inserta la jeringa en el puerto más bajo de relleno, se llena despacio y se colocan los tapones.

⁹ Norma ASTM E1252: Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis.

¹⁰ Norma ASTM E1655: Standard Practices For Infrared Multivariate Quantitative Analysis.

4. De ser necesario con otra jeringa se realiza vacío por el otro puerto.
5. Establecer los parámetros de medida del FTIR-8400S y realizar el Background.
6. Introducir el portamuestras en el compartimiento de la muestra y ejecutar la medida.
7. Coleccionar los resultados para su respectivo análisis.

Figura 6. Montaje para análisis cuantitativo de muestras líquidas



3.1.3. Alcances del FTIR 8400S.

El FTIR puede obtener los siguientes alcances siempre y cuando se adquieran los accesorios necesarios.

- **Análisis de muestras gaseosas con altas concentraciones.**

Para realizar análisis de gases puros y mezclas de concentraciones entre 5% y 10% se cuenta con celdas de camino corto con diámetros de 25 y 38 mm y longitud de 100 mm; vienen equipadas con llaves para permitir el flujo de gas a través de ellas. Es importante seleccionar los materiales de la ventana compatibles con la muestra investigada.

- **Análisis de muestras gaseosas con bajas concentraciones.**

Para muestras diluidas, con concentraciones de ppm y ppb, se usan celdas de camino largo. El rayo de FTIR ingresa a la celda a través de una ventana

transparente al IR y lo refleja varias veces mediante espejos, antes de salir hacia el detector. El número de reflexiones puede ser condicionado por la configuración óptica de la celda.

- **Control de temperatura.**

En el estudio de descomposición y medidas de muestras gaseosas que evolucionan a elevadas temperaturas, se dispone de controladores que trabajan desde temperatura ambiente hasta 260 °C, con exactitudes de ± 0.1 °C. El calor es aplicado por un manto calorífico que rodea el cilindro de gas y es supervisado por una sencilla termocupla; las celdas pueden resistir presiones hasta de 100 psi.

- **Reflectancia difusa.**

Esta técnica brinda una manera eficiente de coleccionar espectros de polvos y otros materiales sólidos que no requieren de una preparación tediosa de la muestra. Los accesorios de reflectancia difusa son ideales para las aplicaciones farmacéuticas y forenses. Las versiones automatizadas aceleran y optimizan los análisis.

- **Refletancia total atenuada**

ATR, reemplaza las celdas de camino y las pastillas de KBr utilizadas en transmisión para el análisis de líquidos, semi-líquidos y sólidos; ofrece accesorios adaptables fuera del equipo para muestras grandes; entre las aplicaciones se encuentra la agricultura, sustancias óptimamente densas y muestras con alto grado de humedad.

- **Muestras microscópicas.**

La microespectrometría en el infrarrojo se utiliza para obtener los espectros de absorción y reflexión de especies presentes en muestras cuyas dimensiones físicas se encuentran en el intervalo de 10 a 50 μm ; entre sus aplicaciones está la identificación de contaminantes en polímeros, imperfecciones en películas de polímeros, identificación de fibras diminutas, pinturas y explosivos en

criminología entre otras.

- **Bibliotecas virtuales.**

Existen en el mercado colecciones de espectros completas, útiles en la identificación de compuestos.

3.2. ELABORACIÓN DEL PROTOCOLO.

El conjunto de todos los procedimientos junto con la teoría básica conforman el cuerpo principal de protocolo, se exponen guías para el manejo del software útil para los distintos análisis y para las aplicaciones industriales; se realizaron videos como ayuda didáctica en la preparación de muestras¹¹.

3.3. Estudio de mercado para el FTIR- 8400S

- **Planteamiento del problema**

La espectroscopia en el infrarrojo presenta un amplio abanico de aplicaciones en los más diversos campos y se muestra como una importante herramienta analítica en la industria debido a que es una técnica no destructiva, rápida y de fácil ejecución, que posibilita determinar varias propiedades tanto cualitativas como cuantitativas a la vez para una misma muestra.

El mayor inconveniente, es la reticencia de las empresas en la aplicación de nuevos métodos, por el desconocimiento de la aplicación, sus ventajas y el alto coste que supone al principio la adquisición del equipo.

- **Segmentación del mercado potencial y objetivo**

El servicio tiene su área de influencia en el departamento de Santander, por ser la zona de mayor influencia de la universidad industria de Santander; el mercado objetivo son todas aquellas industrias ubicadas en el área metropolitana de Bucaramanga que involucren análisis cualitativo y cuantitativo en cualquier etapa del proceso de producción, siendo los consumidores

¹¹Anexo C. Protocolo para el FTIR-8400S: Capítulo 6.

directos del servicio.

- **Método de estudio**

La investigación que se adelantó, tiene carácter analítico puesto que después de recopilada la información se podrán interpretar los datos para así concluir el objeto de la investigación.

Técnica de procedimiento

- **Fuentes secundarias:** Las fuentes de información escritas que se tomaron para el desarrollo de esta investigación son; el acceso a Internet, directorio telefónico y base de datos de la cámara de comercio.
- **Fuentes primarias:** Se utilizó la encuesta como un método estructurado para obtener diferentes tipos de información especialmente de los consumidores finales del servicio.
- **Tipo de muestreo:** Aleatorio por conglomerados.
- **Método probabilístico:** Muestreo aleatorio simple.
- **Marco muestral:** Directorio telefónico, paginas amarillas de publicar S.A.

La fórmula que se utilizó para hallar la muestra es la siguiente:

$$M = \frac{(Z^2 * P_0) (P * Q)}{(E^2 * P_0) + (Z^2 * P * Q)} \quad ; \text{ donde} \quad [3.3]$$

M: Tamaño de la muestra.

Z: Coeficiente de confianza (1.96).

P₀: Población (mercado objetivo).

E: Margen de error 5% (0.05).

P: Probabilidad de éxito 50% (0.5).

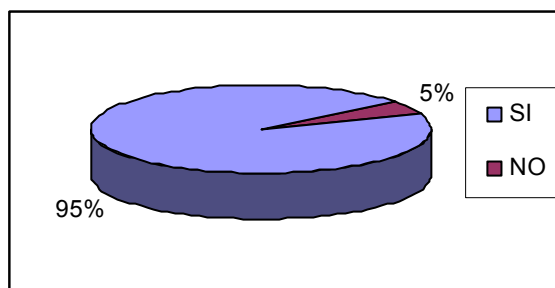
Q: Probabilidad de fracaso 50% (0.5).

- **Resultados y análisis de la encuesta**

Después del estudio de las fuentes se tomaron aleatoriamente veintiún (21) empresas como mercado objetivo; al aplicar la fórmula para la muestra se obtuvo el número de muestras objetivos (20 muestras) para realizar las encuestas¹²; las cuales se realizaron vía telefónica, arrojando los siguientes resultados:

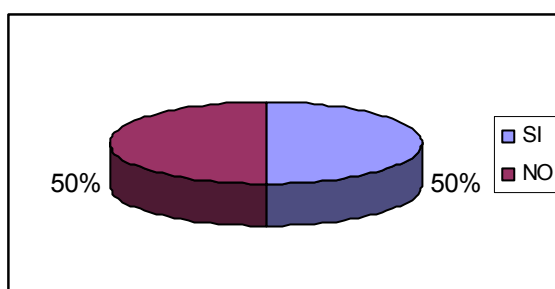
- **Tabulación de datos del estudio de mercado para el FTIR 8400S**

1. ¿Cuenta la empresa en algunas de sus etapas de producción, con análisis fisicoquímicos?



El 95% de las empresas encuestadas, realizan análisis fisicoquímicos en los procesos de producción, mientras un 5% no hacen estos análisis.

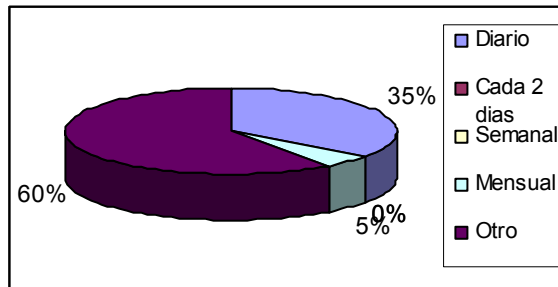
2. ¿Utiliza la empresa algún instrumento analítico para la elaboración de los análisis fisicoquímicos?



Las empresas en un 50% utilizan algún instrumento para la toma de estos análisis.

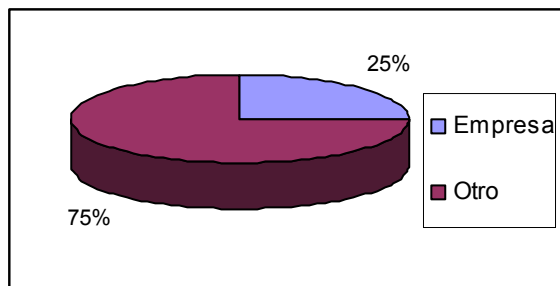
3. ¿Con que frecuencia se realizan los análisis fisicoquímicos en la producción?

¹² Anexo B. formato de encuesta del estudio de mercado.



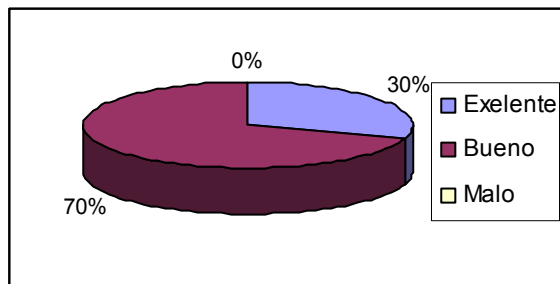
Los análisis que se realizan en las empresas se hacen dependiendo de la producción y lo exigido por la norma, como lo indica el 60%.

4. ¿Donde se realizan estos análisis?



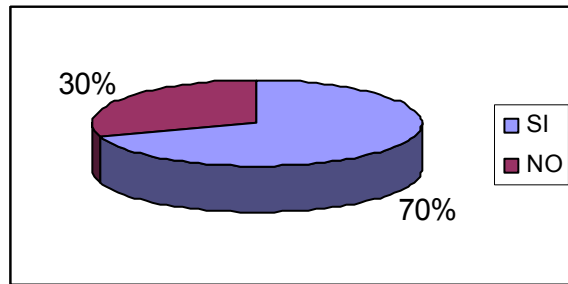
El 75% de los encuestados utilizan laboratorios certificados para la realización de los análisis de los productos. La mayoría fuera de la ciudad.

5. ¿El servicio que le ofrecen es?



Las empresas calificaron el servicio de los laboratorios con el 70% que corresponde a bueno y el 30% que corresponde a excelente.

6. ¿Utilizaría la empresa el servicio de análisis fisicoquímicos, con FTIR-8400S de la escuela de ingeniería química de la uis?



El 70% de las empresas estarían dispuestas a utilizar el servicio de análisis fisicoquímicos por espectrometría de infrarrojo.

Como era de esperar la mayoría de las empresas realizan medidas en algunas de las etapas de sus procesos, un gran porcentaje de dichas medidas se pueden realizar con el FTIR 8400S.

El 75% de las empresas efectúan las medidas en laboratorios certificados y algunas fuera de la ciudad, esta es una fortaleza del producto ofrecido por la escuela, ya que se reducirían los costos y los tiempos por medida; debido a estos factores podría aumentar la frecuencia con la cual las empresas utilizan el servicio.

El resultado mas importante es el de la pregunta seis, donde el 70% de las empresas mostraron un interés por el servicio ofrecido, demostrando la versatilidad del equipo y dando un incentivo en la búsqueda de la acreditación de un futuro laboratorio de análisis instrumental; esto contribuiría en una fuente de ingresos y permitiría una mayor interacción entre la escuela y la industria Santandereana.

Los resultados arrojados por las entrevistas con los jefes de planta de cada una de las empresas visitadas, fueron los siguientes:

- Oleaginosas las Brisas S.A.
Se decidió realizar el estudio del aceite crudo por transmitancia para la identificación de ácidos grasos utilizando los procedimientos de análisis cualitativo de muestras líquidas.

- Lechesan S.A.

Esta empresa se interesó en el análisis de lactosa y porcentajes de humedad en la leche utilizada como materia prima, desafortunadamente estas pruebas deben realizarse por reflectancia debido a los altos niveles de humedad presentes (80%).

- Extrucol S.A.

Esta empresa manifestó solo realizar ensayos físicos a los productos, por lo tanto no se encontró ninguna aplicación útil del FTIR.

- Productora CAVA S.A.

La realización de análisis de porcentajes de alcohol tanto en materias primas como en productos se pueden realizar con el equipo, lamentablemente presenta la misma dificultad de la empresa Lechesan.

- Tecnopavimentos S.A.

En la entrevista con el jefe de producción manifestó que todas las muestras eran ópticamente densas, esto es un inconveniente para el análisis por transmitancia, siendo necesario utilizar reflectancia total atenuada.

3.4. Aplicaciones a la industria en Santander.

En base a las visitas realizadas se decidió efectuar el análisis de Oleaginosas las Brisas obteniendo los siguientes resultados:

3.4.1. Oleaginosas las Brisas S.A.

La empresa suministró 11 muestras de aceite crudo tomadas en diferentes cochadas a las cuales se les realizó un análisis cualitativo para determinar los grupos funcionales presentes y observar la diferencia en cantidad de ácido

como parámetro de calidad.

La descripción de las muestras es la siguiente:

Tabla 2. Contenido de humedad de las muestras de Aceite crudo de palma.

| Muestra | Humedad |
|---------|---------|
| 1 | 0.138 |
| 2 | 0.079 |
| 3 | 0.069 |
| 4 | 0.126 |
| 5 | 0.089 |
| 6 | 0.119 |
| 7 | 0.109 |
| 8 | 0.099 |
| 9 | 0.099 |
| 10 | 0.111 |
| 11 | 0.069 |

PROCEDIMIENTO

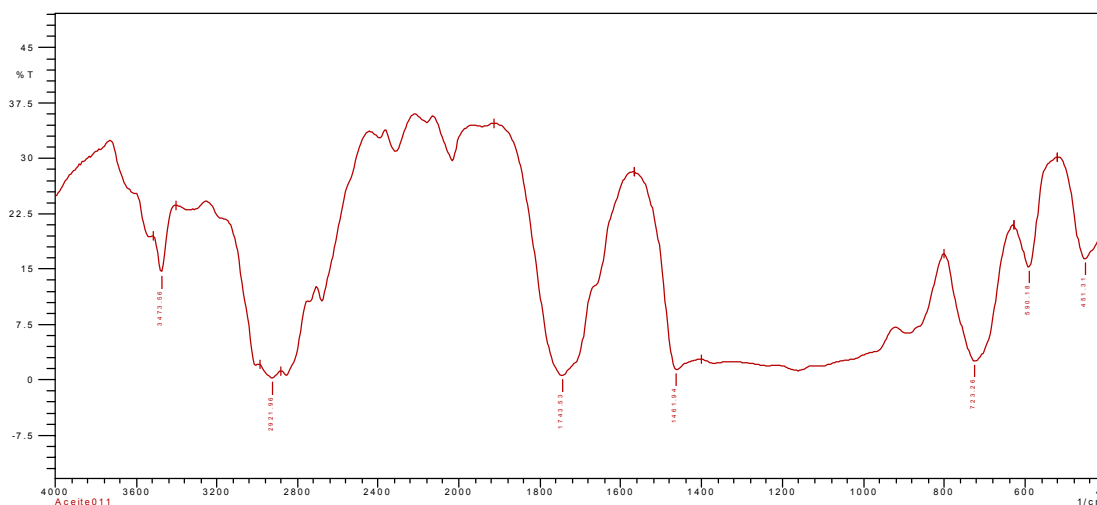
1. Se realizó el montaje para análisis cualitativo en líquidos para cada una de las muestras
2. Se realizó la medición de cada uno de los espectros de absorción de las muestras, ver anexo A.
3. Se tomo una muestra representativa para realizar la identificación de los grupos funcionales presentes
4. Se realizó una sobreposición de los espectros obtenidos para observar la diferencia en las intensidades.

RESULTADOS

Se tomó como representativa la muestra número 11 (figura 7) por presentar los picos más definidos, a esta muestra se le aplicó la función smoothing para

eliminar el ruido.

Figura 7. Espectro de aceite de palma crudo (muestra 11).



Para identificar los grupos funcionales se examinó la región de frecuencias de grupo que comprende la radiación entre 3600 cm^{-1} y 1200 cm^{-1} y se encontró que los grupos funcionales presentes corresponden principalmente al ácido palmítico en el aceite.

Los picos encontrados en esta zona fueron los siguientes:

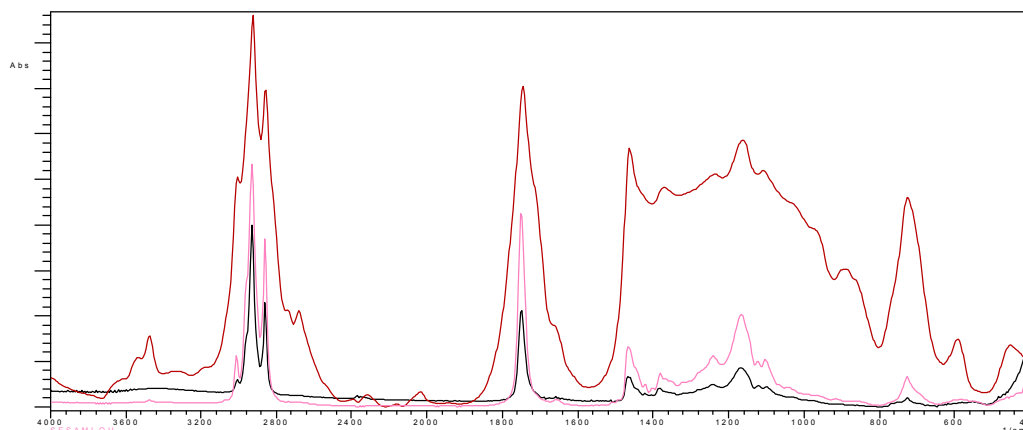
Enlace O-H, provoca una absorción en 3473.56 cm^{-1}

Enlace C-H, provoca una absorción en 2921.96 cm^{-1}

Enlace C=O, provoca una absorción en 1743.53 cm^{-1}

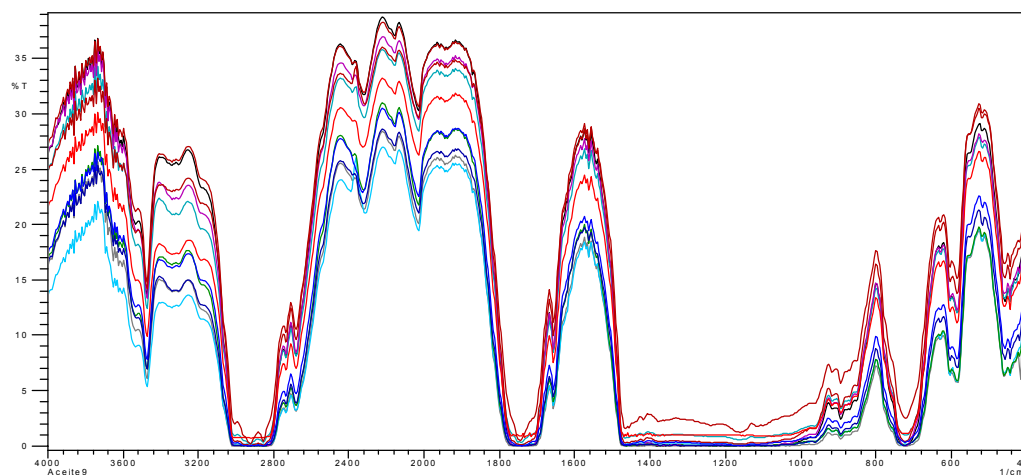
Posteriormente se realizaron comparaciones con espectros de compuestos conocidos en la biblioteca espectral del software IRSolution se encontró similitud de la zona dactilar del aceite de palma con los aceites de oliva y sésamo como se observa en la figura 8.

Figura 8. Comparación de espectro de la muestra 11 con espectros encontrados en la biblioteca del IRSolution.



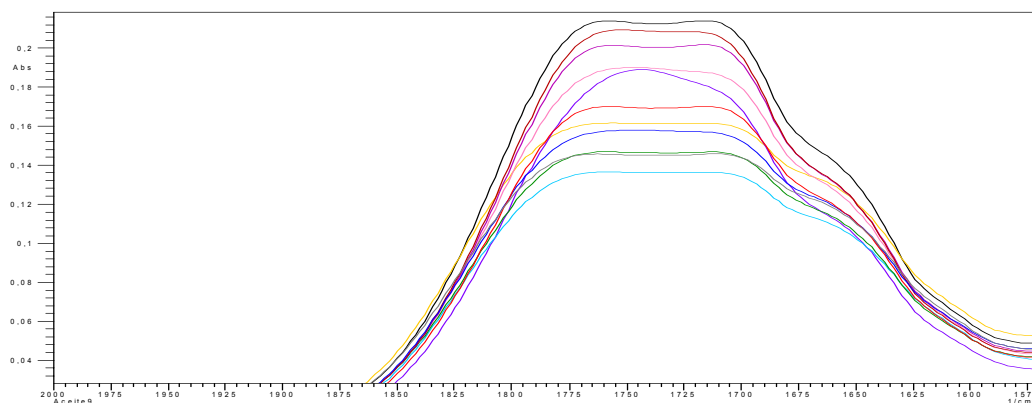
En la figura 9, se presentan los espectros de todas las muestras, sobrepuestos en una misma ventana.

Figura 9. Sobreposición de los espectros de las muestras de aceite crudo de palma.



El área ampliada donde absorbe el grupo carbonilo se muestra en la figura 8, donde se observa la diferencia entre las intensidades de absorción de las muestras lo cual indica que las muestras presentan diferente concentración de ácido.

Figura 10. Zona de absorción del grupo carbonilo.



3.4.2. Análisis cuantitativo de 2,4- pentanodienona en una muestra desconocida

El método de la curva de calibración utiliza la ley de Lamber-Beer y realiza la cuantificación de una muestra desconocida adquiriendo una ecuación de regresión (curva de calibración) la cual representa la interrelación entre la intensidad de picos de un elemento objetivo y la concentración de espectros de muestras estándar.

Procedimiento para la obtención de las muestras de calibración:

1. Se disolvieron 0.52 ml de 2.4-Penatanodienona al 99% en 50 ml de alcohol etílico al 96.5% y se tomaron alicotas de 5 ml.
2. Se tomó cada alicota y se adicionó un volumen conocido de alcohol para obtener la concentración deseada.

En la tabla 3 se presentan las concentraciones obtenidas de 2,4 pentanodienona en alcohol.

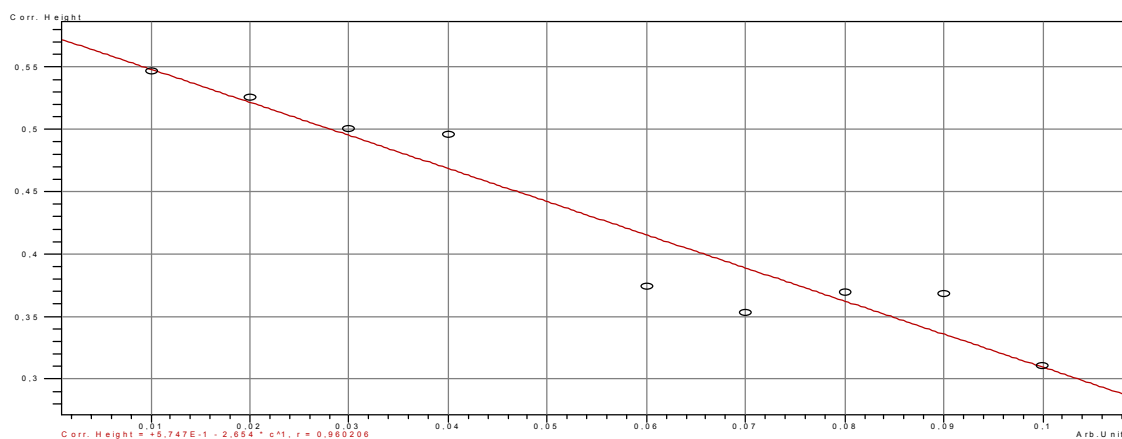
Tabla 3. Concentraciones de muestras estándar de 2,4-Pentanodiona en alcohol.

| Concentración molar de 2,4-Pentanodienona [M] | Volumen de etanol al 96% adicionado (ml) |
|--|--|
| 0.01 | 45 |
| 0.02 | 20 |
| 0.03 | 11.7 |
| 0.04 | 7.5 |
| 0.05 | 5 |
| 0.06 | 3.33 |
| 0.07 | 2.14 |
| 0.08 | 1.25 |
| 0.09 | 0.5 |

Después de medir los espectros en la región del infrarrojo de cada una de las muestras (Anexo C) se determinó el pico característico de la solución de 2,4 pentanodienona entre 1900 y 1950 cm^{-1} para realizar la curva de calibración por el método Multi Point.

La curva de calibración obtenida para la cuantificación de 2,4-pentanodienona en alcohol se presenta en la figura 9.

Figura 11. Curva de calibración para cuantificar concentración molar de 2,4-Pentanodiona en etanol al 96%.



La ecuación de la curva de calibración suministrada por el software IRSolution es la siguiente:

Equation: $\text{Corr. Height} = +5,747\text{E-}1 - 2,654 * c^1, r = 0,960206$

Como se puede observar el coeficiente de correlación de la curva de calibración es 0.960206.

El principal factor de error en la obtención de una curva de calibración es la técnica de referencia utilizada para medir la concentración (error experimental) debido a que el intervalo de concentraciones de las muestras es muy pequeño.

4. CONCLUSIONES

- Se logró estandarizar y ordenar cada uno de los métodos establecidos recopilados como Protocolos, según los recursos disponibles y la normatividad exigida.
- Se establecieron procedimientos generales para las aplicaciones a nivel industrial.
- Se elaboró una presentación interactiva, fundamentada en el protocolo y en las nociones elementales en el manejo del equipo, la cual facilita al usuario una fácil comprensión.
- Con el estudio de mercado se pudo constatar la aplicación de la técnica de espectrometría en el infrarrojo en la industria Santandereana y su interés por contar con este servicio.

5. RECOMENDACIONES

- La adquisición de los accesorios mencionados en los alcances aumentaría el campo de acción de equipo y permitiría llegar a un grupo mayor de empresas ofreciendo diversas alternativas para los análisis a los estudiantes de la escuela de Ingeniería Química.

BIBLIOGRAFIA

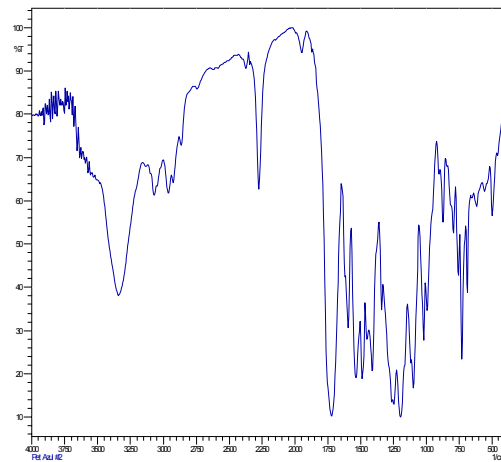
- [1] G. Schwedt, The essential guide to analytical chemistry, John Wiley & Sons, Chichester, **1997**.
- [2] B. G. Osborne, T. Fearn and P. H. Hindle , Practical NIR spectroscopy with applications in food and beverage analysis, Longman Scientific & Technical, 2nd ed. Harlow, England, **1993**.
- [3] J. M. Hollas, Modern Spectroscopy, John Wiley & Sons, 2nd ed. Chichester, England, **1992**.
- [4] SKOOG Douglas A., HOLLER F. James, NIEMAN Timothy A. Principios de Análisis Instrumental. Ed. McGraw-Hill. 5a ed. Madrid España. 2001. págs. 864-875.
- [5] The American Society for Testing and Materials (ASTM), Test Method E994. ASTM Annual Book of Standards, vol. 14.02, West Conshohocken, PA, USA, **2001**.
- [6] The American Society for Testing and Materials (ASTM), Test Method E851. ASTM Annual Book of Standards, vol. 03.06, West Conshohocken, PA, USA, **2001**.
- [7] The American Society for Testing and Materials (ASTM), Test Method E1252-98. ASTM Annual Book of Standards, vol. 03.06, West Conshohocken, PA, USA, **2002**.
- [8] The American Society for Testing and Materials (ASTM), Test Method E1655-05. ASTM Annual Book of Standards, vol. 03.06, West Conshohocken, PA, USA, **2002**.
- [9] Smith, A. L., Applied Infrared Spectroscopy: Fundamentals, Techniques, and Analytical Problem Solving in Chemical Analysis, Wiley, New York, Vol 54, **1979**.
- [7] 1 G. Schwedt, The essential guide to analytical chemistry, John Wiley & Sons, Chichester, **1997**.

ANEXOS

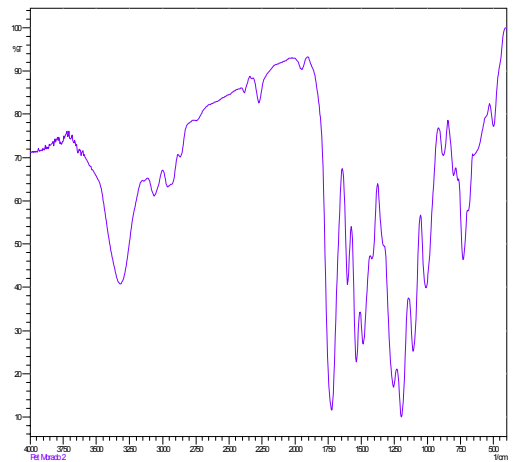
ANEXO A. Espectros generados durante la etapa de experimentación

ESPECTROS DE POLÍMEROS (PET)

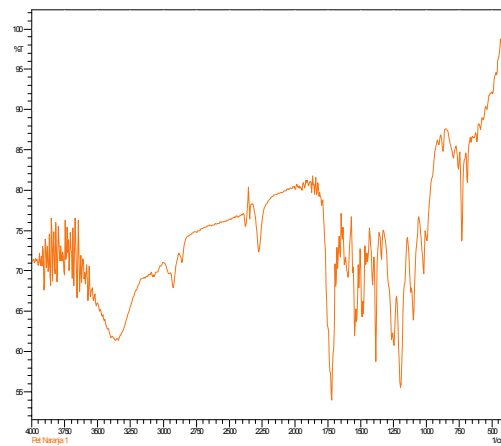
PET AZUL



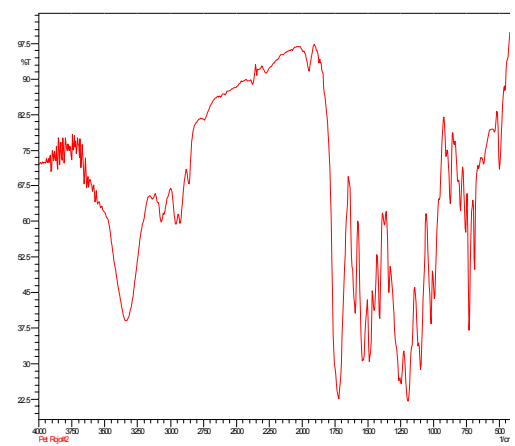
PET MORADO



PET NARANJA

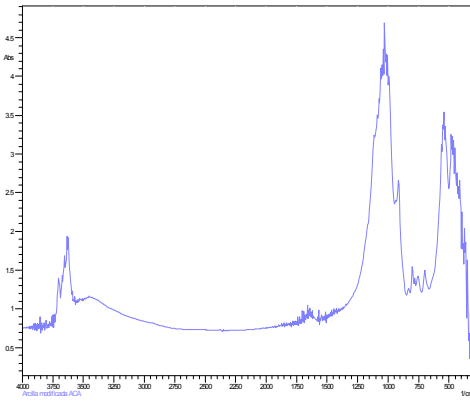


PET ROJO

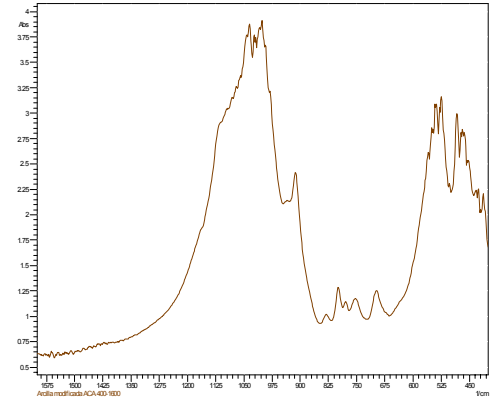


ESPECTROS DE ARCILLAS

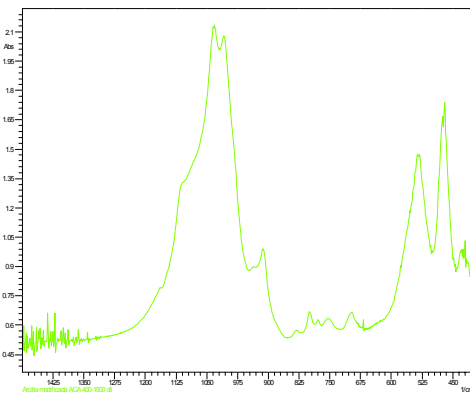
ARCILLAS 1



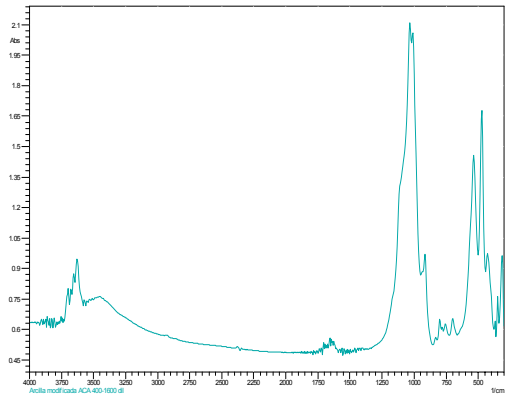
ARCILLAS 2



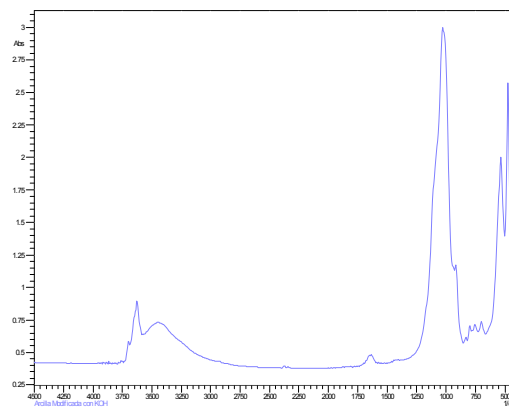
ARCILLAS 3



ARCILLAS 4

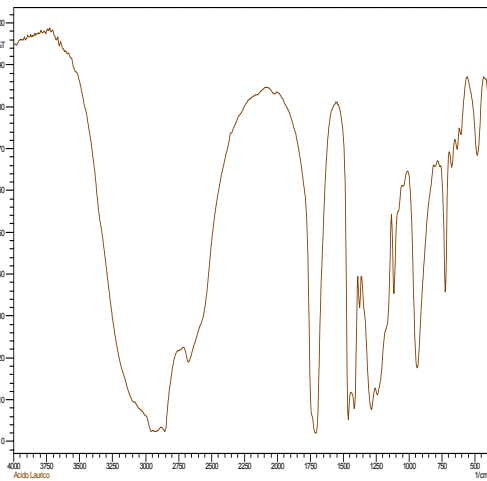


ARCILLAS 5

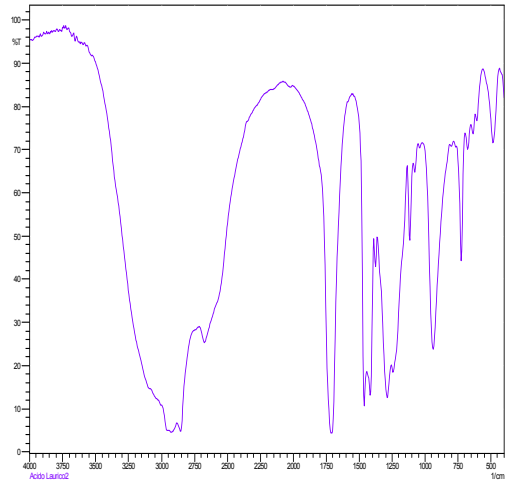


MUESTRAS SÍNTESIS ÁCIDO LAURICO

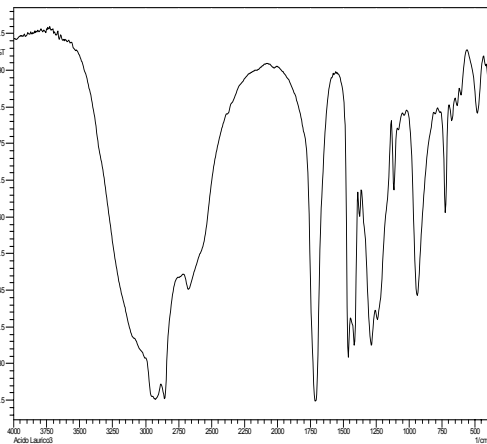
ÁCIDO LAURICO 1



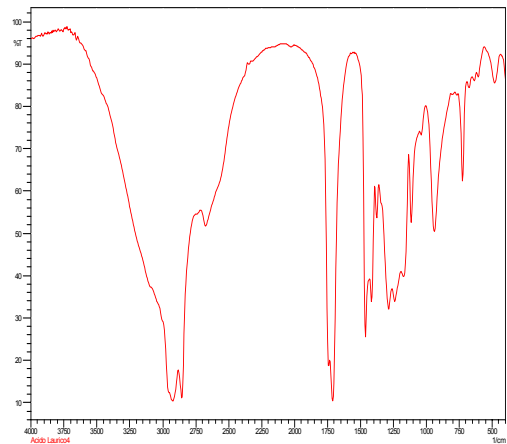
ÁCIDO LAURICO 2



ÁCIDO LAURICO 3

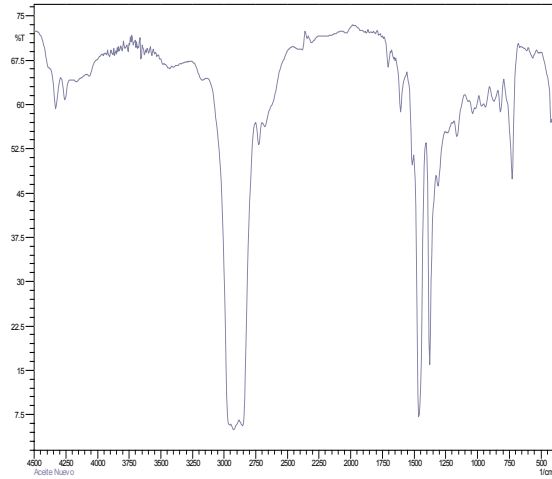


ÁCIDO LAURICO 4

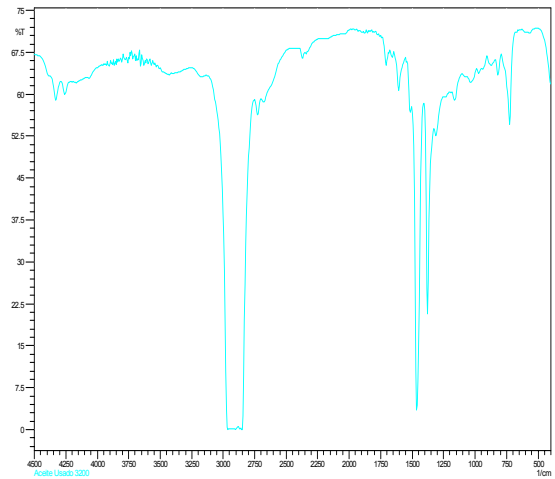


MUESTRAS ACEITES

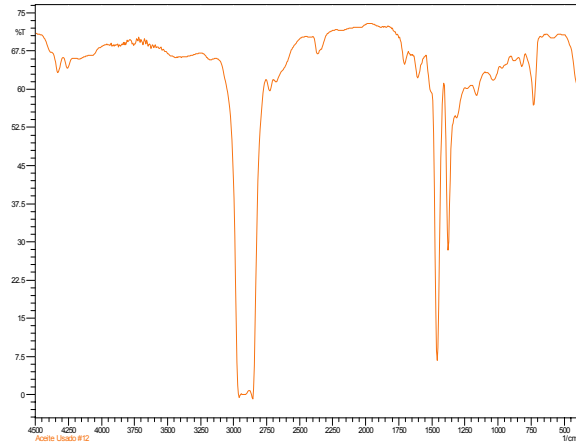
ACEITES 1



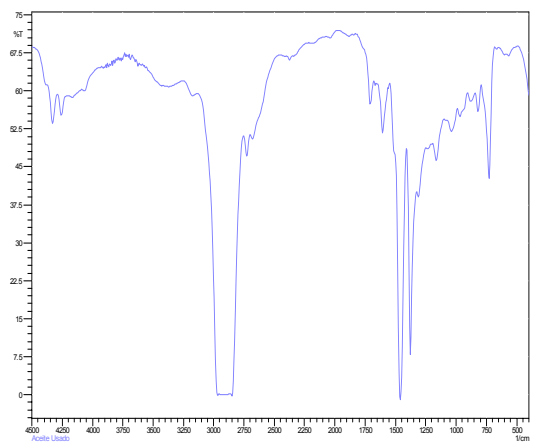
ACEITES 2



ACEITES 3

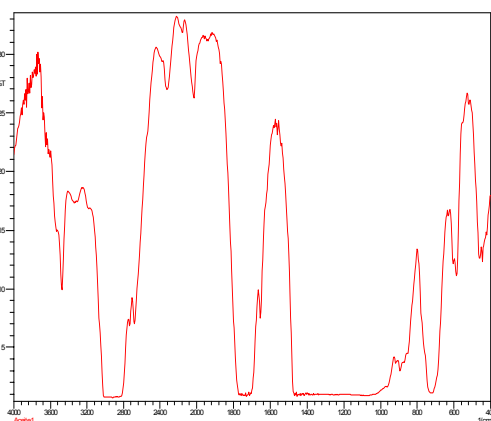


ACEITES 4

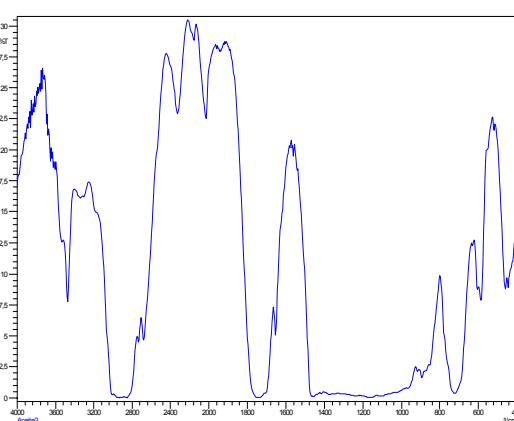


ESPECTROS DE MUESTRAS DE ACEITES EMPRESA OLEAGINOSAS LAS BRISAS S.A.

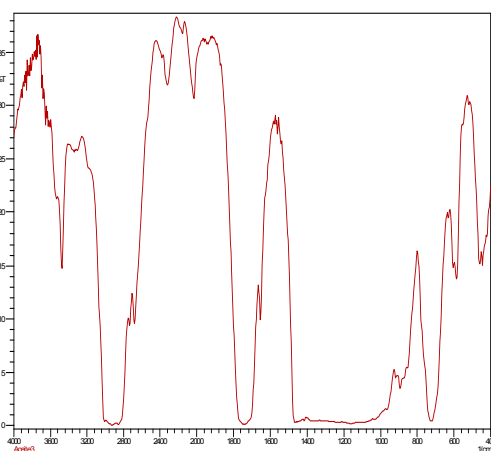
ESPECTRO MUESTRA 1



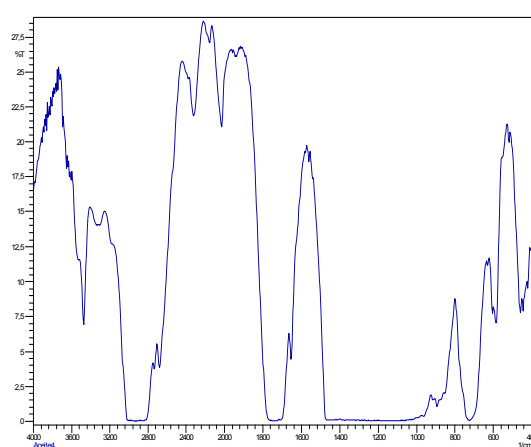
ESPECTRO MUESTRA 2



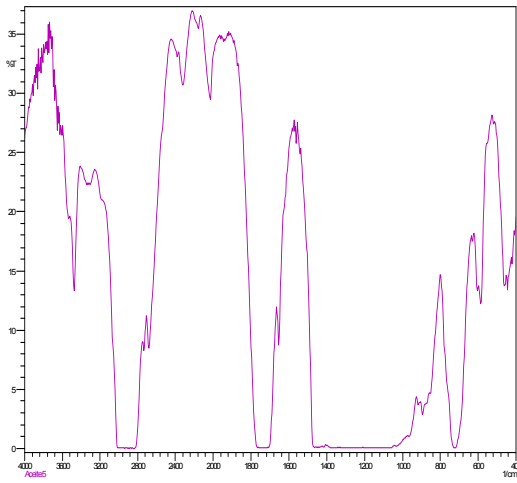
ESPECTRO MUESTRA 3



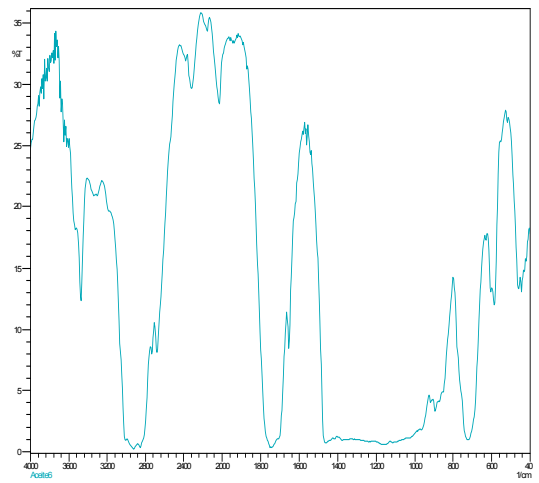
ESPECTRO MUESTRA 4



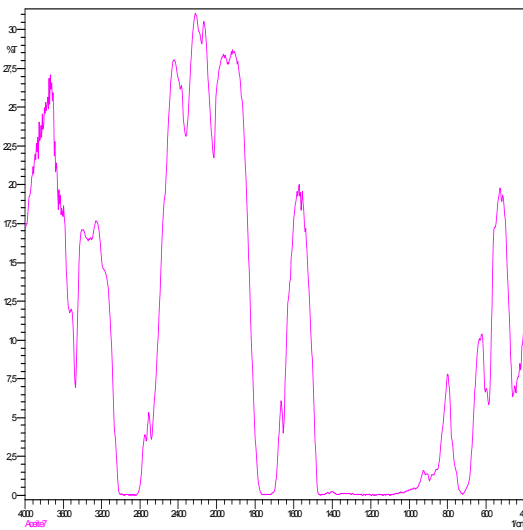
ESPECTRO MUESTRA 5



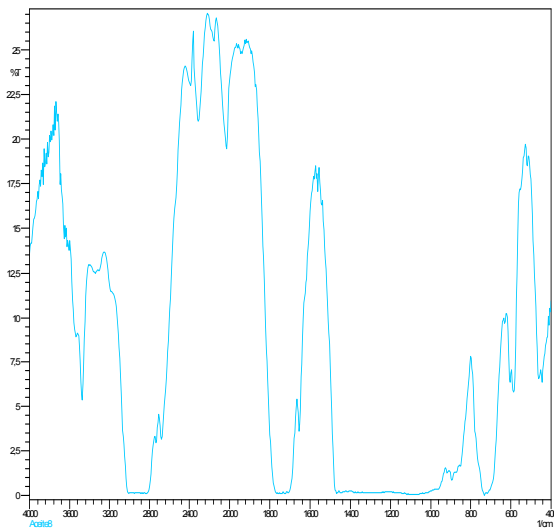
ESPECTRO MUESTRA 6



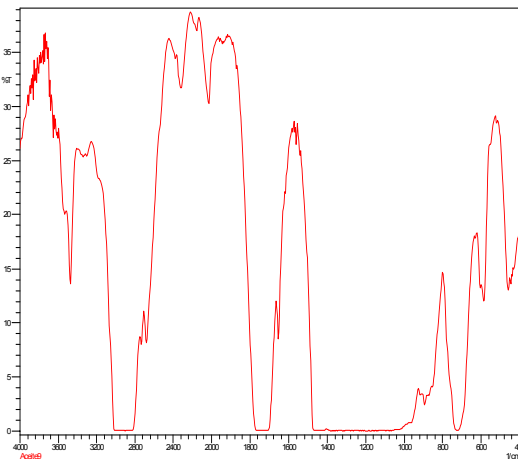
ESPECTRO MUESTRA 7



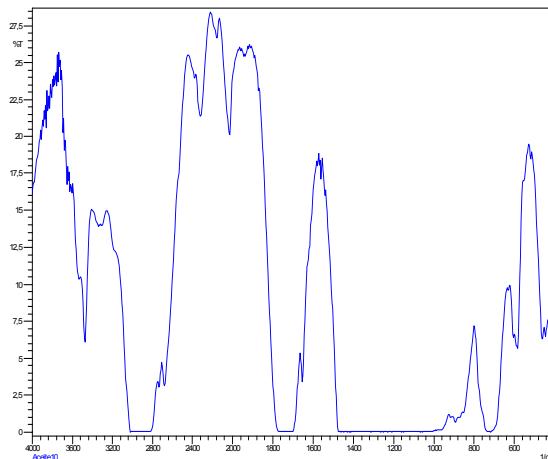
ESPECTRO MUESTRA 8



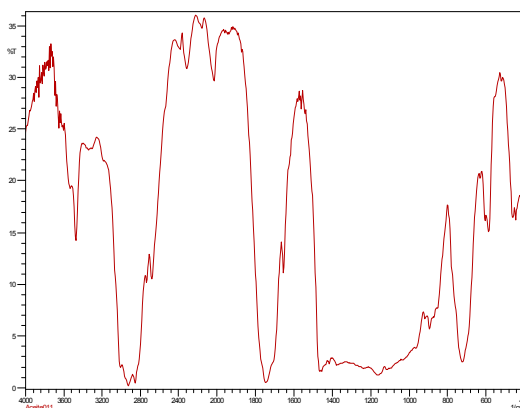
ESPECTRO MUESTRA 9



ESPECTRO MUESTRA 10

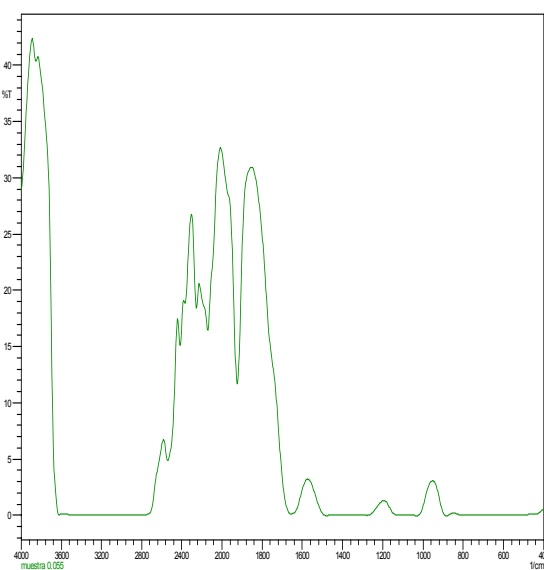


ESPECTRO MUESTRA 11

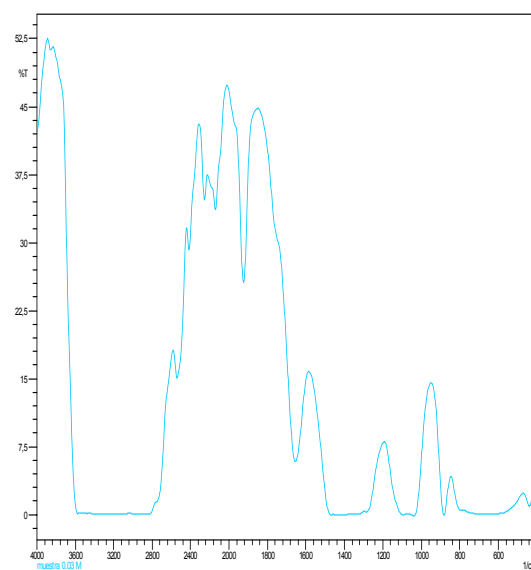


ESPECTROS DE MUESTRAS ESTÁNDAR DE 2,4- PENTANODIENONA

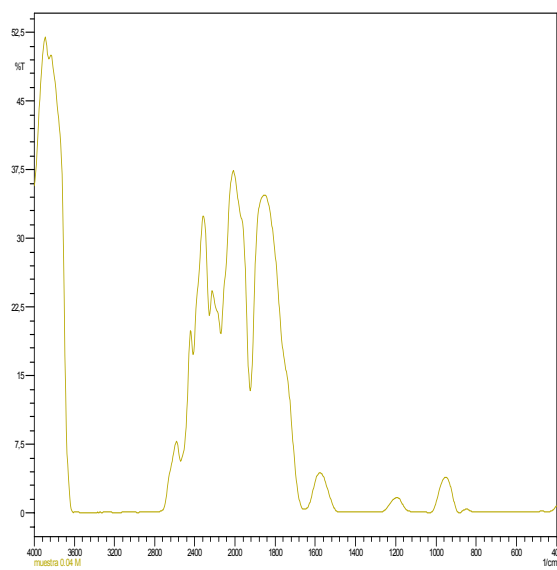
MUESTRA 0.05 M



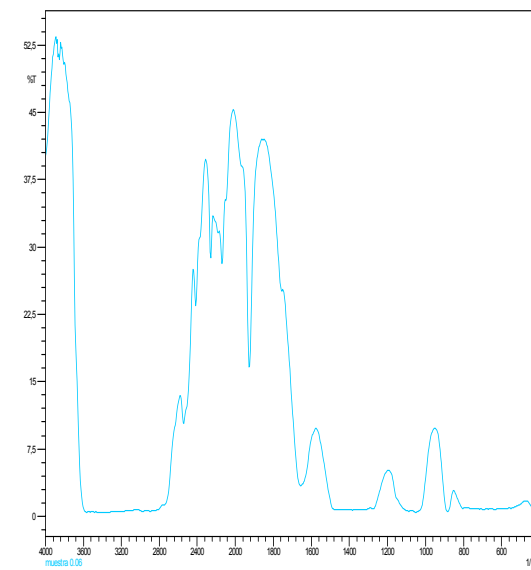
MUESTRA 0.03 M



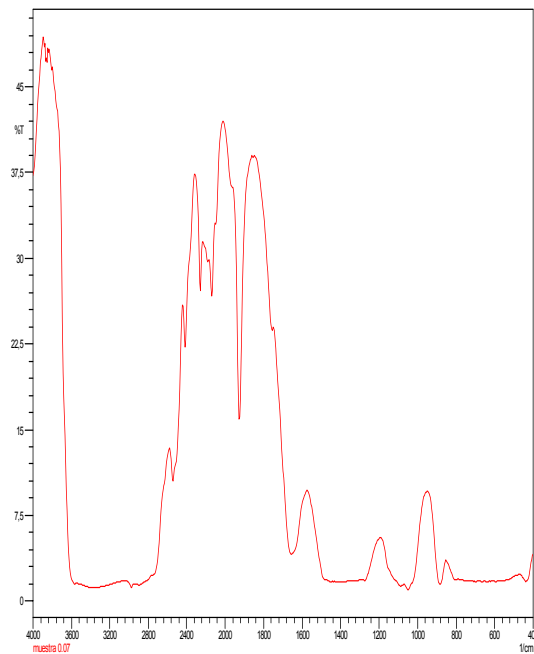
MUESTRA 0.04 M



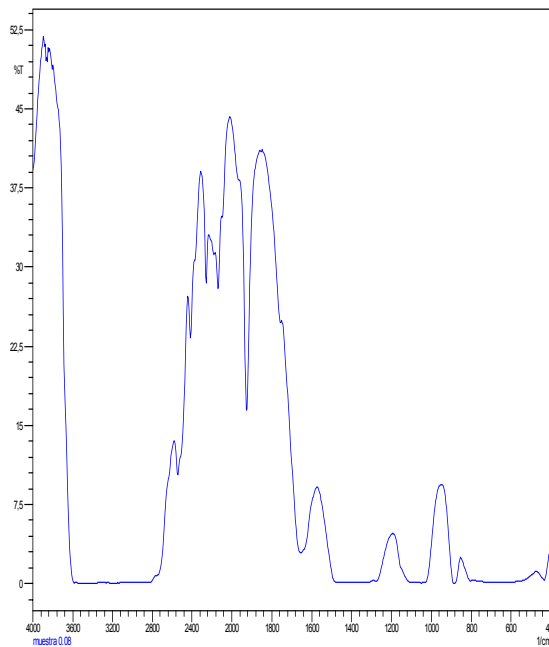
MUESTRA 0.06 M



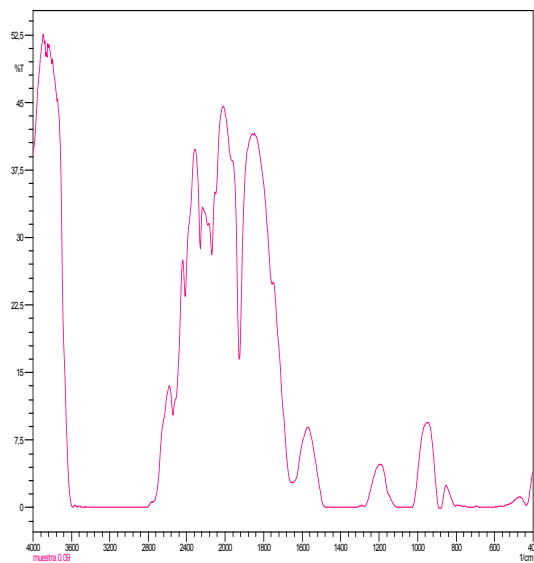
MUESTRA 0.07 M



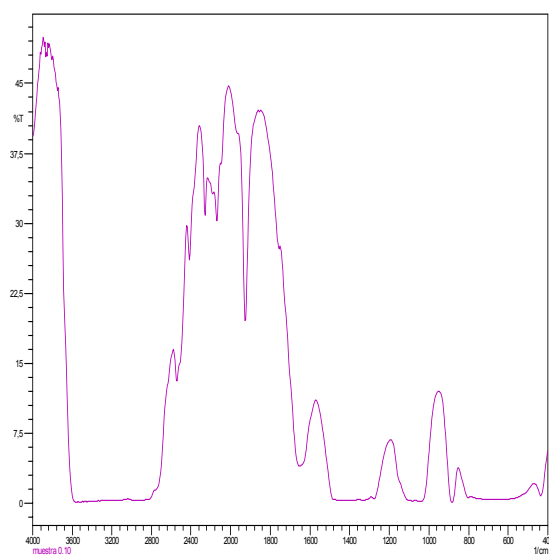
MUESTRA 0.08 M



MUESTRA 0.09 M



MUESTRA 0.1 M



ANEXO B. Formato de la encuesta realizada en el estudio de mercado.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

El objetivo de el siguiente cuestionario es el de conocer las preferencias de los clientes en cuanto a la utilización del FTIR-8400S en los diferentes procesos productivos.

- I. ¿Cuenta la empresa en algunas de sus etapas de producción, con análisis fisicoquímicos?

SI _____ NO _____

- II. ¿Utiliza la empresa algún instrumento analítico para la elaboración de los análisis fisicoquímicos?

SI _____ NO _____

- III. ¿Con que frecuencia de realizan los análisis fisicoquímicos en la producción?

- a. Diario
- b. Cada 2 días
- c. Semanal
- d. Mensual
- e. Otro

- IV. ¿Donde se realizan estos análisis?

- a. En la empresa

b. Lugares externos Cuales _____

V. ¿El servicio que ofrecen es?

a. Excelente

b. Bueno

c. Malo

VI. ¿Utiliza la empresa el servicio de análisis fisicoquímicos, con el FTIR-8400S, la escuela de ingeniería química de la UIS?

SI _____ NO _____

**ANEXO C. PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DEL
ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO CON TRANSFORMADA DE
FOURIER FTIR-8400S**

**PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DEL
ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO CON TRANSFORMADA DE
FOURIER FTIR-8400S**

Autores

**RONALD OSWALDO SÁNCHEZ NÚÑEZ
KAREN PAOLA CACUA MADERO**

Bucaramanga, Agosto 2006

INTRODUCCIÓN

La espectrometría cuenta con técnicas en las que se mide la interacción de la materia con cantidades definidas de energía, permitiendo identificar grupos funcionales, medir concentraciones y predecir propiedades físico-químicas.

Mediante la espectrometría de infrarrojo se pueden realizar todas estas medidas teniendo en cuenta la vibración a nivel molecular, obteniendo resultados de buena exactitud en poco tiempo.

Este recurso es una herramienta versátil para los estudiantes de la escuela de ingeniería química en el desarrollo de investigaciones, tesis y toda clase de experimentos.

Las aplicaciones a nivel industrial son de amplia importancia, este manual proporciona la bases necesarias para poder implementar distintos métodos que permiten al ingeniero realizar análisis que puedan optimizar y mejorar los distintos procesos.

Este protocolo esta organizado de tal manera que el lector asimile gradualmente la información necesaria para un correcto manejo del equipo.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN

| | |
|--|----|
| 1. DEFINICIONES | 6 |
| 1.1. Espectrometría en el infrarrojo | 6 |
| 1.2. Conceptos básicos de ondas electromagnéticas | 8 |
| 1.3. Transformada de Fourier | 12 |
| 1.4. Descripción y especificaciones del FTIR- 8400S (hardware) | 13 |
| 2. TRATAMIENTO DE MUESTRAS | 18 |
| 2.1. Muestras sólidas | 18 |
| 2.1.1. Especificaciones de la muestra | 18 |
| 2.1.2. Películas y polímeros | 19 |
| 2.1.3. Molienda de la muestra | 20 |
| 2.1.4. Pastillas de KBr | 20 |
| 2.1.5. Agentes ponderados | 21 |
| 2.2. Muestras líquidas | 23 |
| 2.2.1. Especificaciones de la muestra | 23 |
| 2.2.2. Análisis cualitativo | 23 |
| 2.2.3. Análisis cuantitativo | 24 |
| 3. PROCEDIMIENTO DE MEDIDA EN EL FTIR 8400S | 25 |
| 3.1. Procedimiento general | 25 |
| 3.2. Manipulaciones básicas para mejorar la calidad del espectro | 28 |
| 3.2.1. Eliminación de ruido | 28 |
| 3.2.2. Normalización | 29 |
| 3.2.3. Corrección línea base | 30 |
| 3.2.3.1. Baseline correction Zero | 30 |
| 3.2.3.2. Baseline correction 3-Point | 31 |
| 3.2.3.3. Baseline correction Multipoint | 32 |
| 4. OPERACIÓN BÁSICA DEL SOFTWARE IRSolution | 34 |
| 4.1. Ventana principal del IRSolution | 34 |

| | |
|--|----|
| 4.2. Pantallas de funciones | 35 |
| 4.3. Medición de espectros | 36 |
| 4.3.1. Scan Parameters | 36 |
| 4.3.1.1. Data | 37 |
| 4.3.1.2. Instrument | 38 |
| 4.3.1.3. More | 39 |
| 4.3.1.4. Files | 40 |
| 4.3.2. Status Monitor | 40 |
| 4.3.3. Measurement file area | 40 |
| 4.4. Presentación de datos y comparación de espectros | 41 |
| 4.4.1. Zoom | 42 |
| 4.4.2. Autoscale | 43 |
| 4.4.3. Range List | 43 |
| 4.4.4. Sobreposición de espectros en una misma ventana | 44 |
| 4.4.4.1. Modos de exhibición | 46 |
| 4.4.5. Barra de herramientas de gráfico | 46 |
| 4.5. Procesamiento de datos | 49 |
| 4.5.1. Tabla de picos | 49 |
| 4.5.1.1. Parámetros para realizar la tabla de picos | 50 |
| 4.5.2. Substracción de espectros | 51 |
| 4.6. Cuantificación | 53 |
| 4.6.1. Curva de calibración por el método Multipoint | 54 |
| 4.6.1.1. Cuantificación de una muestra desconocida | 54 |
| 4.7. Búsqueda de espectros | 56 |
| 4.7.1. Spectrum Search | 58 |
| 4.7.2. Text Search | 60 |
| 4.7.3. Bibliotecas creadas por el usuario | 61 |
| 4.8. Generación de informes | 63 |
| 4.8.1. Impresión con una plantilla estándar | 64 |
| 4.8.2. Impresión con una plantilla predeterminada. | 64 |
| 5. APLICACIONES | 66 |

| | |
|---|----|
| 5.1. Cuantitativas | 66 |
| 5.2. Cualitativas | 69 |
| 6. CALIBRACIÓN DEL FTIR 8400S | 70 |
| 7. CD. DE PRESENTACIÓN INTERACTIVA DEL FTIR 8400S | 73 |

1. DEFINICIONES

1.1 Espectrometría en el infrarrojo

- **Espectrometría:** la espectroscopia es un término general para la ciencia que trata de las distintas interacciones de la radiación con la materia; la espectrometría y los métodos espectrométricos, hacen referencia a la medida de la intensidad de la radiación mediante un detector fotoeléctrico o con otro tipo de dispositivo electrónico.
- **Infrarrojo:** es una región del espectro electromagnético que abarca la radiación con números de onda comprendidos entre 12.800 cm^{-1} y 10 cm^{-1} , que corresponden a longitudes de onda de $0,78\text{ }\mu\text{m}$ a $1.000\text{ }\mu\text{m}$; tanto desde el punto de vista de las aplicaciones como de la instrumentación, es conveniente dividir el espectro infrarrojo en tres regiones, cercana, media y lejana.

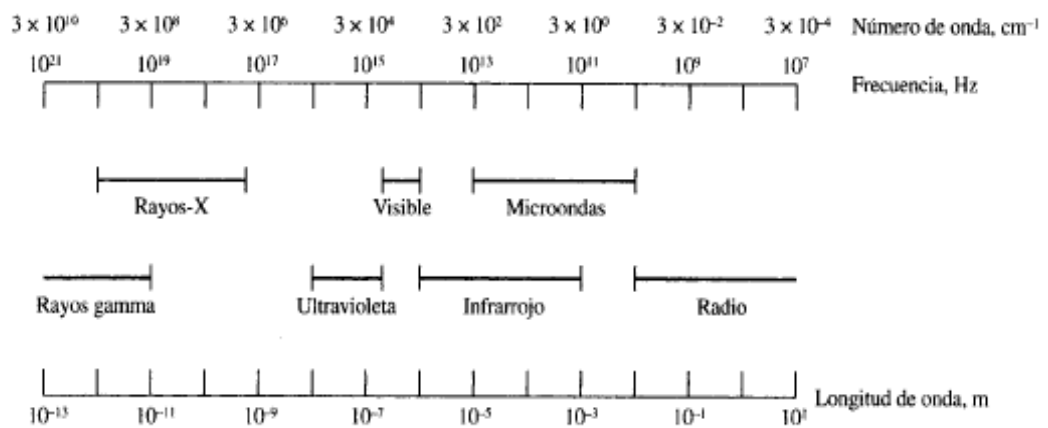
Tabla1. Divisiones del infrarrojo

| REGIÓN | INTERVALO DE LONGITUD DE ONDA (λ), μm | INTERVALO DE NUMERO DE ONDA (ν), cm^{-1} | INTERVALO DE FRECUENCIAS, Hz |
|---------|--|---|---|
| CERCANO | 0,78-2,5 | 12.800-4.000 | $3,8 \times 10^{14}$ - $1,2 \times 10^{14}$ |
| MEDIO | 2,5-50 | 4.000-200 | $1,2 \times 10^{14}$ - $6,0 \times 10^{12}$ |
| LEJANO | 50-1.000 | 200-10 | $6,0 \times 10^{12}$ - $2,0 \times 10^{11}$ |

La espectrometría en el infrarrojo es utilizada para cuantificar o cualificar todo tipo de especies moleculares en la materia, utilizando como principio básico la medición de las vibraciones causadas por la energía en los distintos enlaces de las moléculas.

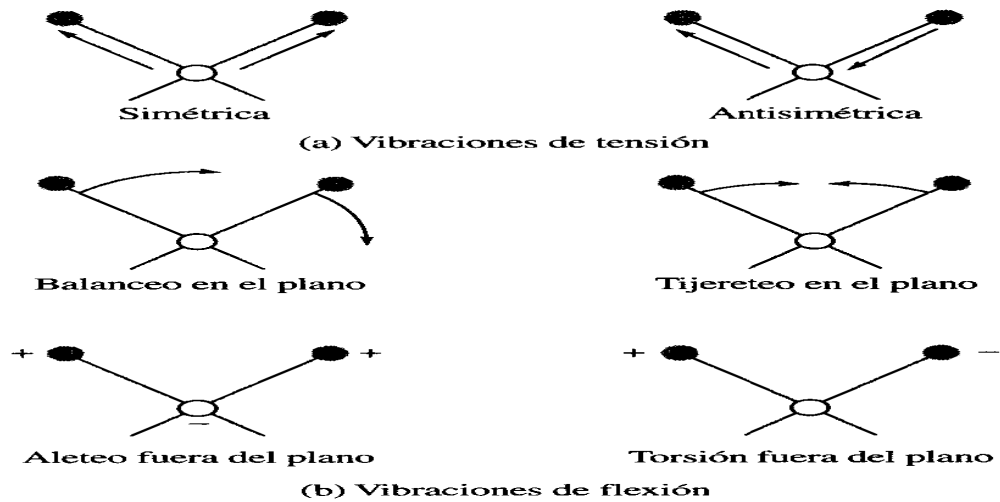
- **Espectro electromagnético:** La radiación electromagnética conforma una combinación de campos magnéticos y eléctricos oscilantes que se propagan a través del espacio llevando energía de un sitio a otro; la aglomeración de todas estas radiaciones en un mapa, es lo que se conoce como el espectro electromagnético.

Figura 1. Divisiones del espectro electromagnético



- **Vibraciones moleculares:** La radiación en el infrarrojo no es lo suficientemente energética para producir la clase de transiciones electrónicas que se dan cuando la radiación es ultravioleta, visible y de rayos X. La absorción de radiación en el infrarrojo se limita así, en gran parte, a especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales.

Figura 2. Modos vibracionales de la moléculas.



CONCEPTOS BÁSICOS DE ONDAS ELECTROMAGNÉTICAS

- Las ondas electromagnéticas no necesitan de un medio para su existencia, ocurren como consecuencia de dos efectos: un campo magnético variable genera un campo eléctrico y un campo eléctrico variable produce un campo magnético, que a la vez, se encuentran en ángulo recto entre sí y también son perpendiculares a la dirección de propagación de la onda.
- **Longitud de onda (λ):** es la distancia lineal entre dos puntos equivalentes de ondas sucesivas, su unidad es el micrómetro (μm).
- **Amplitud:** Es la máxima distancia que se separa cada partícula de su punto de equilibrio. En el Sistema Internacional se mide en metros (m).
- **Número de onda (ν):** se define como el inverso de la longitud de onda $1/\lambda$ en centímetros, su unidad es $1/\text{cm}$ o cm^{-1} .

- **Frecuencia:** es el número de oscilaciones del campo por segundo y es igual a $1/p$ donde p es el periodo (tiempo necesario para el paso de máximos o mínimos por un punto fijo en el espacio); su unidad es el Hertz (Hz).
- **Radiación:** Energía radiada en forma de ondas o partículas (fotones), que viajan a la velocidad de la luz.
- **Potencia de la radiación (P):** es la energía de un haz que llega a una superficie dada por unidad de tiempo.
- **Intensidad (I):** es la potencia por unidad de ángulo sólido.
- **Absorción:** cuando la radiación atraviesa la capa de un sólido, un líquido o un gas, ciertas frecuencias pueden eliminarse selectivamente por absorción, un proceso en el que la energía electromagnética se transfiere a los átomos, iones o moléculas que componen la muestra; en el infrarrojo la absorción se presenta solo a nivel molecular y es el resultado de los distintos cambios energéticos producidos en las transiciones de las moléculas de unos estados de energía vibracionales y rotacionales a otros.
- **Transmitancia (T):** es la relación entre la intensidad de la luz transmitida por la muestra (I_t) y la intensidad de la luz incidente sobre la muestra proveniente de la fuente (I_o).

$$T = I_t / I_o$$

- **Absorbancia (A):** se define como:

$$A = \log (1/T) = abc$$

Esta relación es conocida como la ley de Beer-Lambert, que sirve como base para el análisis cuantitativo de muestras, donde:

A: Absorbancia

a: Absortividad molar (constante)

b: Espesor de la cubeta (cm)

c: Concentración de la muestra (mol/L)

- **Reflectancia:** La reflexión de la radiación es de cuatro tipos: reflexión especular, reflexión difusa, reflexión interna y reflexión total atenuada (ATR). La reflexión especular se observa cuando el medio reflectante es una superficie uniformemente pulida. En este caso, el ángulo de reflexión es idéntico al ángulo de incidencia de la radiación. Si la superficie contiene una sustancia capaz de absorber radiación del infrarrojo, la intensidad relativa de la reflexión es menor en las longitudes de onda donde la superficie absorbe que en las longitudes de onda en las que no hay absorción. Por ello, la representación gráfica de la reflectancia R, que es la fracción de la potencia radiante incidente que se refleja respecto a la longitud de onda o número de onda, proporciona un espectro para un compuesto que es similar, en su aspecto general, al espectro de transmisión de la especie. Los espectros de reflexión especular se puede utilizar para el examen y caracterización de las superficies lisas de sólidos y de sólidos revestidos pero no se utiliza tanto como los espectros de reflexión difusa y total.
- **Espectro:** representación gráfica de la distribución de la intensidad de una radiación en función de una magnitud característica, como la

longitud de onda, la energía, la frecuencia o la masa.

- **Espectrómetro:** es un instrumento que proporciona información sobre la intensidad de la radiación en función de la longitud de onda o la frecuencia.
- **Espectrofotómetro:** es un espectrómetro dotado con una o más rendijas de salida y detectores fotoeléctricos que permiten la determinación de la relación entre la potencia de dos haces en función de la longitud de onda.
- **Interferómetro:** es un instrumento que emplea la interferencia de las ondas de luz para medir con gran precisión longitudes de onda de la luz misma, distancias pequeñas y determinados fenómenos ópticos.
- **Interferómetro de Michelson:** es un dispositivo que divide un haz de radiación en dos haces de similar potencia radiante y posteriormente los recombina de tal forma que, las variaciones de la intensidad del haz recombinado, se pueden medir en función de las diferencias de longitud de los caminos de los dos haces; es el más utilizado en el infrarrojo.
- **Relación señal/ruido:** la relación señal/ruido (S/R) es un parámetro de calidad mucho más útil que el ruido solo para describir la calidad de un método analítico o el funcionamiento de un instrumento. Cada medida analítica consta de dos componentes. La primera, la señal, lleva la información relativa al analito que es de interés para el químico. La segunda, denominada ruido, está compuesta por información ajena que es indeseada porque degrada la exactitud y la precisión de un análisis y además establece un límite inferior en la cantidad de analito que se puede detectar.

TRANSFORMADA DE FOURIER

La espectroscopia convencional se puede denominar espectroscopia de dominio de la frecuencia, en la que los datos de la potencia radiante se registran en función de la frecuencia o de la longitud de onda, que es inversamente proporcional. En contraposición, la espectroscopia en el dominio del tiempo, que se puede conseguir por medio de la transformada de Fourier, relaciona las variaciones de la potencia radiante con el tiempo.

La utilización de instrumentos de transformada de Fourier presenta varias ventajas importantes. La primera es el rendimiento o ventaja Jaquinot, que se obtiene porque estos instrumentos tienen pocos elementos ópticos y carecen de rendijas que atenúen la radiación. Por tanto, la potencia de la radiación que alcanza el detector es mucho mayor que en los instrumentos dispersivos y se observa una relación señal/ruido muy superior.

La segunda ventaja de los instrumentos de transformada de Fourier es su elevadísimo poder de resolución y reproducibilidad en la longitud de onda que posibilita el análisis de espectros complejos en los que el número total de líneas y el solapamiento espectral dificultan la determinación de las características espectrales individuales.

La tercera ventaja surge porque todas las radiaciones de la fuente llegan al detector a la vez. Esta característica permite obtener un espectro completo en un segundo o menos.

1.4. DESCRIPCIÓN Y ESPECIFICACIONES DEL FTIR- 8400S

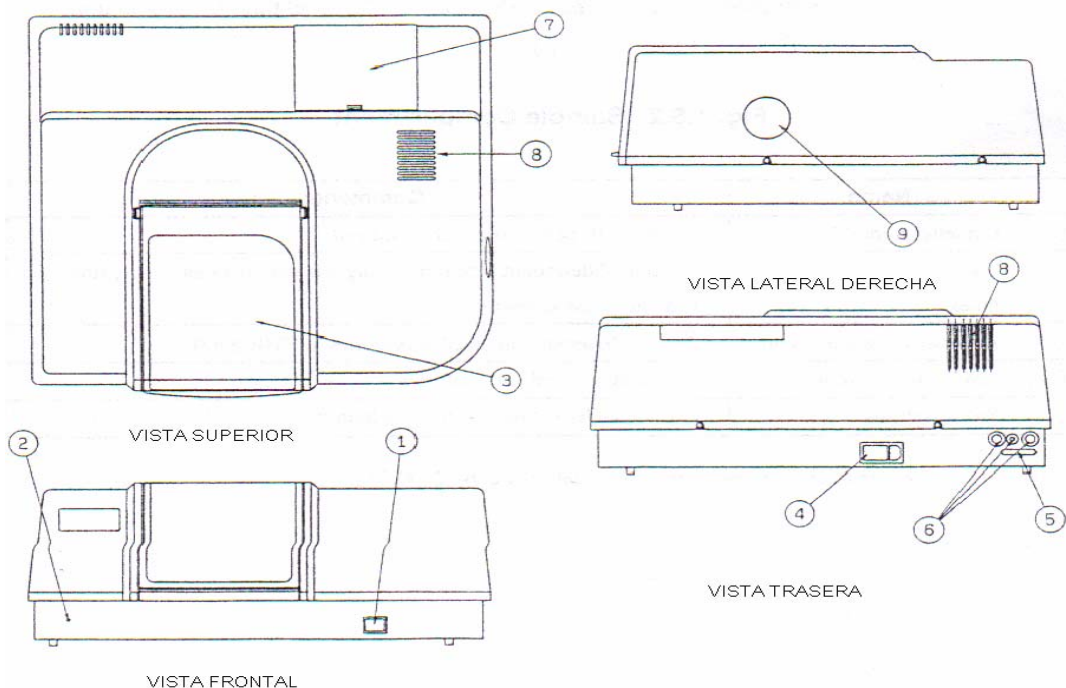
(HARDWARE)

Tabla 2. Especificaciones del FTIR 8400S

| | |
|--|---|
| Interferómetro | Interferómetro de Michelson con ángulo de inclinación de 30°, sistema dinámico de alineamiento, desecado y sellado. |
| Sistema óptico | Rayo óptico sencillo. |
| Rayo divisor | De germanio cubierto con una capa de KBr. |
| Fuente de rallo | Cerámico. |
| Detector | Detector piroeléctrico de alta sensibilidad. |
| Rango de número de onda | 7.800 cm ⁻¹ -350 cm ⁻¹ . |
| Resolución | 0.85 cm ⁻¹ , 1.0 cm ⁻¹ , 2.0 cm ⁻¹ , 4.0 cm ⁻¹ , 8.0 cm ⁻¹ , 16.0 cm ⁻¹ . |
| Intervalo de cálculo de número de onda | 0.25 cm ⁻¹ , 0.5 cm ⁻¹ , 1.0 cm ⁻¹ , 2.0 cm ⁻¹ , 4.0 cm ⁻¹ . |
| Exactitud en el número de onda | + o - 0.25 cm ⁻¹ . |
| Rata S/N | 20000:1(pico a pico, resolución 4.0 cm ⁻¹ , aproximadamente 2.100 cm ⁻¹ , por cada minuto de escaneo). |
| Velocidad del espejo | Se seleccionan tres pasos desde 2.8 mm/sec, 5.0 mm/sec o 9.0 mm/sec, en un escaneo de 4.0 cm ⁻¹ , tomados entre 2-3 segundos. |
| Fuente del rayo | Láser de He-Ne. |
| Control de ganancia | Automática o manual desde x1-x128 en pasos de 2 ⁿ . |
| Compartimiento de la muestra | 200 (w) x 230 (L) x 170 (H). |
| Dimensión y peso de la unidad | 620 (w) x 580 (L) x 240 (H), 40 Kg. |

- **Vista externa**

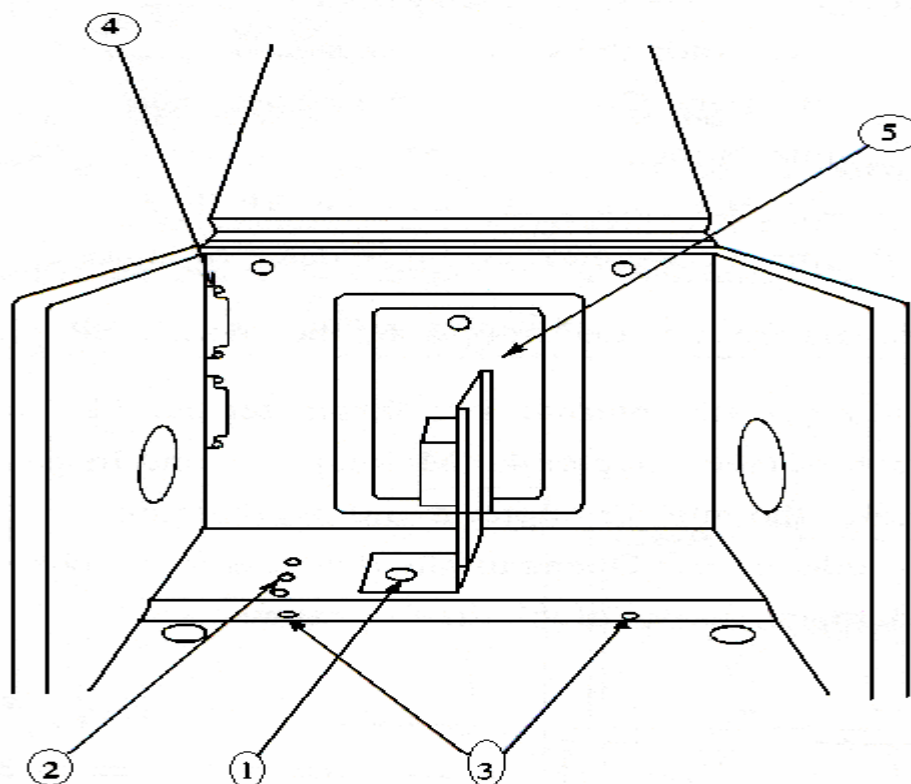
Figura 3. Vista externa del FTIR 8400S



1. Interruptor de encendido: prende y apaga el sistema.
2. Luz indicadora de encendido.
3. Compartimiento de la muestra: sostiene la muestra para la medición.
4. Entrada de AC: conecta el cable de corriente, contiene dos fusibles.
5. Terminal SCSI: conecta el FTIR y el PC.
6. Terminales opcionales: conecta un detector opcional MTC (como el detector de infrarrojo), si no está en uso, debe permanecer cubierto.
7. Cubierta: se abre para permitir supervisar la humedad del interferómetro para reemplazar el gel de sílice.
8. Ventilador: disipa el calor del FTIR. Para evitar daños en el sistema, no bloquear el disipador.
9. Cubierta externa para la salida del rayo: abre para permitir conectar los accesorios.

- **Compartimiento de la muestra**

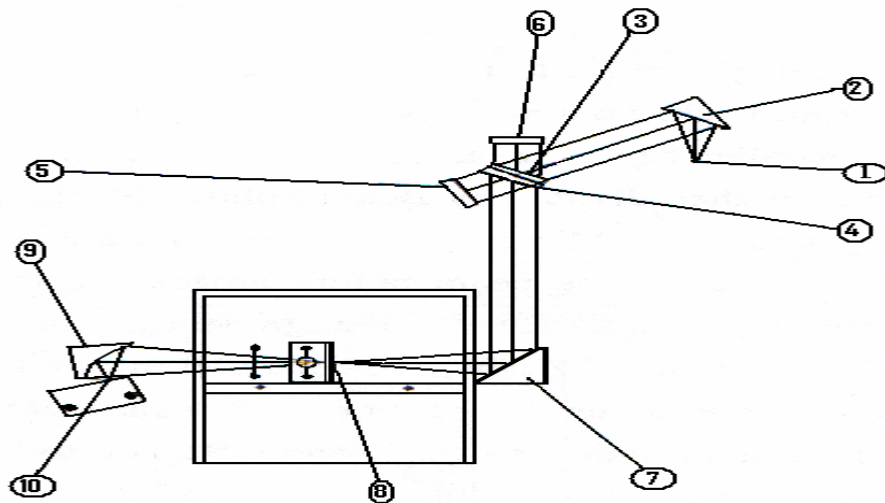
Figura 4. Compartimiento de la muestra del FTIR 8400S



6. Caset (montura de películas): sostiene una pastilla de KBr o una celda líquida.
7. Pequeños agujeros del Caset: se utilizan para montajes con celdas de gas o celdas de camino largo.
8. Agujeros para instalar accesorios.
9. Terminales ASC (conectores): conecta automuestras opcionales.
10. Compartimiento del gel de sílice: colocar el gel de sílice en este lugar, para retirar la humedad presente en el compartimiento de la muestra.

- **Sistema óptico**

Figura 5. Sistema óptico (interferómetro de Michelson)



La rayo infrarrojo provenientes de la fuente de luz (1), se refleja por en el espejo colimador (2) hacia el interferómetro. Después, un rayo paralelo entra en el interferómetro de Michelson con un ángulo incidente de 30° . El rayo es entonces dividido por la columna divisora (3), los rayos resultantes caen uno en el espejo móvil (4) y el otro en el espejo fijo (5). Ambos rayos son reflejados de regreso a la columna divisora provocando una interferencia antes de proceder al espejo recolector (6). Este arreglo de espejos, está provisto con un mecanismo de alineación automático, para aumentar al máximo la eficacia de la interferencia. Del espejo recolector, el rayo paralelo infrarrojo crea una imagen (7), de la fuente de luz, en el centro del compartimiento de la muestra (8). El espejo recolector (9) atrapa los rayos que pasan a través la muestra y los refleja al detector (10) como el interferograma.

El tamaño de la imagen en el centro del compartimiento de la muestra es aproximadamente 9.1×9.1 mm.

Algunos aditamentos, como las tabletas de KBr, restringen el tamaño de la imagen, proporcionando datos productivos diferentes a los obtenidos sin los

aditamentos. Para tener en cuenta una desviación potencial, los mismos aditamentos deben usarse para el background y las medidas de la muestra.

- **Detector**

El FTIR usa un detector piroeléctrico sensible, con un elemento DLATGSC (L-alamina deuterado con sulfato de triglicina). El detector cuenta con un efecto piroeléctrico, dependiente de la temperatura, creado en la superficie del cristal por polarización ferro eléctrica espontánea. Como la temperatura de Curie del DLATGS esta abajo de 61°C, es necesario controlar la temperatura. El nitrógeno líquido para el detector MCT es una opción disponible.

- **Sistema eléctrico**

Después de alcanzar el detector, el interferograma experimenta ciertos tratamientos antes de ser enviados al PC; es amplificado por el preamplificador y el amplificador de ganancia automático, pasa a través de filtros de altos y bajos conductos y este es digitalizado por el convertidor A/D de 20 bits. Después de que la señal se digitaliza en la memoria del interferómetro, viaja a través del SCSI al PC dónde IRsolution transforma el interferograma en un espectro.

2. TRATAMIENTO DE MUESTRAS

Dentro de la técnica de espectrometría en infrarrojo, la fase que más genera errores en las medidas corresponde al de tratamiento de muestras; es por esto que se debe tener especial cuidado en el manejo de estos procedimientos para evitar alterar en lo mínimo las condiciones idóneas de medida.

Los siguientes métodos de preparación de muestras, utilizan como principio de medida la transmitancia y se pueden utilizar tanto para aplicaciones cuantitativas, como cualitativas.

2.1 MUESTRAS SÓLIDAS

2.1.1 CONDICIONES DE LA MUESTRA

- Es imprescindible que todas las muestras que se analicen por transmitancia se encuentren libres de humedad; ya que esta ocasiona daños en las distintas celdas y genera picos de interferencia en los espectros.
- Debe identificarse las posibles interferencias provocadas por la presencia de agentes tales como, presión, KBr y agentes ponderados, para poder escoger el método más eficaz para la medida.

2.1.2 PELÍCULAS Y POLÍMEROS

Los elementos más fáciles para analizar son películas y polímeros de menos de 200 micrómetros de espesor. Ellos simplemente pueden colocarse en un portamuestras magnético e inmediatamente pueden examinarse.

Método para la preparación de películas y polímeros

1. Verifique que el espesor de la película o polímero sea inferior a 200 μm , con la ayuda de un calibrador.
2. De lo contrario rebane o estire hasta conseguir el grosor necesario.
3. Coloque la película o polímero entre los dos imanes del portamuestras magnético y ajuste los imanes en la barra metálica, ver FIGURA 6.
4. Introduzca el montaje en el compartimiento de la muestra.

Figura 6. Montaje para el análisis de películas y polímeros



2.1.3 MOLIENDA DE LA MUESTRA

La muestra debe lograr una apariencia glaseada al reflejar la luz, la meta es reducir el tamaño de la partícula a menos de la longitud de onda del IR, 1-2 micrómetros.



Método para la molienda de la muestra

1. Pese aproximadamente 25 mg de la muestra.
2. Introduzca la muestra en el mortero de ágata.
3. Utilizando el macerador realice movimientos circulares ejerciendo presión sobre la muestra.
4. Con la ayuda de una espátula aglomere la muestra y realice nuevamente la molienda.
5. Realice este procedimiento hasta que la muestra presente una apariencia glaseada.

2.1.4 PASTILLAS DE KBr

Este método es utilizado para muestras fáciles de moler y no sirve para medidas de cuantificación. La muestra y el KBr no se deben moler juntos, porque con esto puede aumentar la absorción de agua por KBr, el cual debe secarse por lo menos una vez por semana en un horno a 110° C toda la noche.

Método para preparar pastillas de KBr

1. Muela la muestra.
2. Mezcle en el mortero de ágata la muestra con el KBr en una proporción 1:30.
3. Utilizando una espátula, homogenice la mezcla.
4. Introduzca una pequeña cantidad de la mezcla en un disco de prensa, colocando uno de los buzos, , en un extremo.
5. Realice pequeñas sacudidas al disco para distribuir la mezcla y verifique que sea uniforme, de lo contrario añada más muestra y sacuda nuevamente.
6. Inserte el otro buzo en la parte superior, gire unas veces para distribuir el polvo uniformemente y ajuste.
7. Introduzca el montaje en la prensa de mano y aplique de 10 a 12 toneladas, por 4 minutos.
8. Retire la presión y libere el disco de la prensa y los buzos.
9. Coloque el disco en un portamuestras, , e introduzca el montaje en el compartimiento de la muestra.

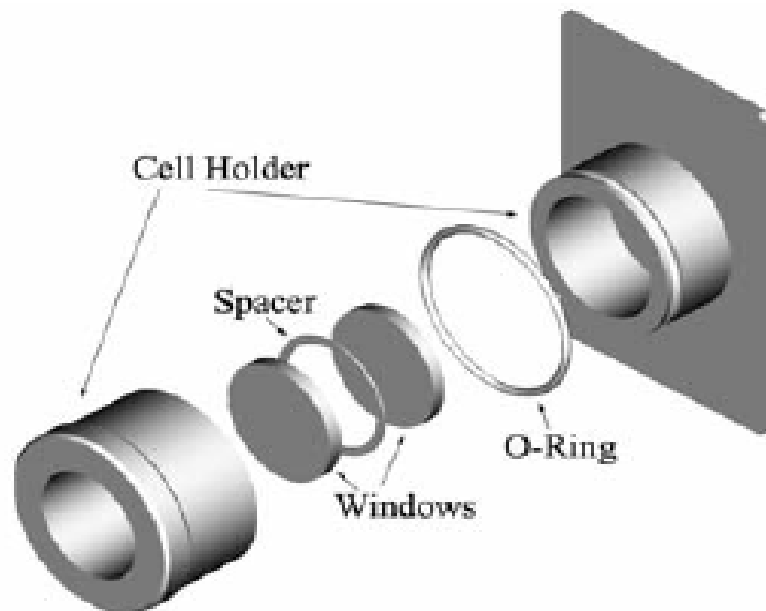
2.1.5 AGENTES PONDERADOS

Una técnica alternativa para muestras sólidas que no se pueden someter a altas presiones o al mezclarse con el KBr reaccionan o interfieren, consiste en suspender la muestra en un agente ponderado: Nujol (aceite mineral refinado) o Florolube (perflorohidrocarbano); en la mayoría de los casos tienen que ser usados como un par, para generar un espectro de IR completo (Nujol se usa debajo de 1.330 cm^{-1} y florolube sobre 1.330 cm^{-1}).

Método para preparar muestras sólidas con agentes ponderados

1. Muela la muestra.
2. Mezcle un miligramo de muestra con dos gotas del agente ponderado.
3. Coloque la mezcla entre dos ventanas de KBr y realice el montaje mostrado en la figura 7.
4. Introduzca el montaje en el compartimiento de la muestra.

Figura 7. Montaje para la preparación de muestras sólidas con agentes ponderados y para análisis cualitativo de muestras líquidas.



2.2 MUESTRAS LÍQUIDAS.

2.2.1 CONDICIONES DE LA MUESTRA

- Es imprescindible que todas las muestras que se analicen por transmitancia se encuentren libres de humedad; ya que esta ocasiona daños en las distintas celdas y genera picos de interferencia en los espectros.
- Para evitar daños en las celdas de KBr, verifique que la muestra no se disuelva ni reaccione con este material.

2.2.2 MEDIDAS DE CUALIFICACIÓN PARA MUESTRAS LÍQUIDAS

Para el análisis cualitativo de muestras líquidas no es necesario conocer el espesor del espaciador incluso para líquidos viscosos se puede suprimir del montaje.

Método para preparar muestras líquidas para medidas de cuantificación

1. Coloque dos gotas de la muestra entre dos ventanas de KBr.
2. Realice el montaje mostrado en la FIGURA 7 de la página....
3. Introduzca el montaje en el compartimiento de la muestra.

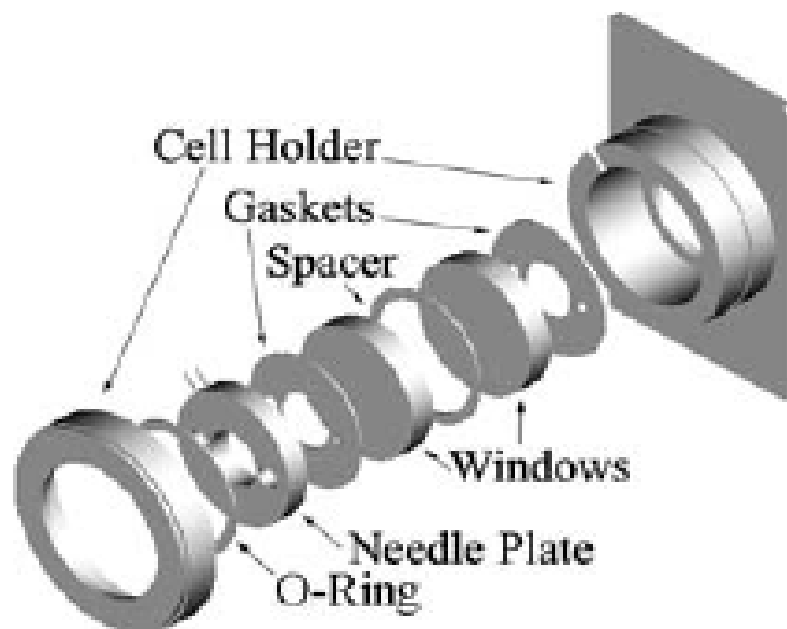
2.2.3 MEDIDAS DE CUANTIFICACIÓN PARA MUESTRAS LÍQUIDAS

Para análisis cuantitativos de muestras líquidas es necesario conocer el espesor del espaciador ya que se requiere para utilizarlo en la ley de Beer.

Método para preparar muestras líquidas en análisis cualitativo

1. Realice el montaje de la figura 8.
2. Incline el montaje en un ángulo de 30°.
3. Con la ayuda de una jeringa introduzca la muestra por el puerto superior.
4. De ser necesario realice vacío con una jeringa en el otro puerto.
5. Retire la jeringa, coloque los tapones e introduzca el montaje en el compartimiento de la muestra


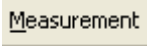

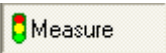

Figura 8. Montaje para muestras líquidas en análisis cuantitativo.



3. PROCEDIMIENTO DE MEDIDA PARA MUESTRAS EN EL FTIR-8400S

El FTIR-8400S registra digitalmente la intensidad de la radiación infrarroja transmitida o absorbida por una muestra en función de su número de onda. El análisis de las bandas de absorción registradas en ciertos intervalos de onda permite obtener datos fisicoquímicos moleculares debido a que cada molécula o especie química tiene un espectro infrarrojo característico.

3.1 Procedimiento general

1. Active el sistema FTIR-8400S-PC(computador)
 - 1.1 Active los estabilizadores correspondientes al FTIR-8400S y al PC.
 - 1.2 Encienda el espectrofotómetro presionando el interruptor ubicado en la parte frontal inferior derecha.
 - 1.3 Encienda el computador.
 - 1.4 Ingrese al software IRSolution seleccionando el link  en el escritorio del PC.
2. Prepare la muestra y realice el montaje correspondiente (ver capítulo 2).
3. En la barra de menú seleccione  y de click en  Initialize para iniciar la interfase entre el equipo y el software.
4. Elija la función  en la barra de funciones del IRSolution.
5. Fije los parámetros de exploración en la ventana Scan parameters ubicada en la parte izquierda de la pantalla.
 - 5.1 Seleccione .
 - 5.1.1 En la opción [Measurement mode] elija de la lista desplegable el modo de presentación del espectro (absorbancia o transmitancia).
 - 5.1.2 En la opción [Apodization] elija de la lista desplegable la función Happ-Genzel.
 - 5.1.3 En la opción [No de Scan] ingrese 10.

5.1.4 En la opción [Resolution] elija de la lista desplegable 4 cm^{-1} .

5.1.5 En la opción [Range cm^{-1}] ingrese 400 en mín y 4000 en máx.

5.2 Seleccione

5.2.1 En la opción [Beam] elija de la lista desplegable Internal.

5.2.2 En la opción [Detector] seleccione de la lista desplegable Standard.

5.2.3 En la opción [Mirror speed] ingrese 2.8.

5.3 Seleccione

5.3.1 En la opción Normal elija de la lista desplegable auto en [Gain] y [Aperture].

5.3.2 En la opción Monitor ingrese 1 en [Gain] y en [Mode] elija de la lista desplegable Interferogram.

5.3.3 Seleccione FILES si desea guardar los parámetros de exploración con la extensión *ftir.

6. En la ventana [Measurement Files] guarde el nombre del espectro que va a medir.

6.1 En la casilla [Comment] ingrese algún comentario relacionado con la medida (nombre de la muestra o el método utilizado en la medida).

6.2 Coloque una marca en View background para exhibir el espectro del fondo después de la medida.

6.3 Coloque una marca en Auto increment cuando desee que el software actualice automáticamente el nombre del archivo.

6.4 En la casilla Data file de click en el botón [...].


6.4.1 En la ventana exhibida ingrese el nombre del espectro y seleccione el directorio donde desea guardar el espectro; de click en guardar.

7. Realice la medida del Background antes de realizar la medida de la muestra.


7.1 Verifique que el compartimiento de la muestra esté vacío y abierto, en la pantalla de medida seleccione , y en el mensaje [Verify that beam is empty for reference scan] de click en OK para iniciar la medida. En la

pantalla se muestra el espectro en tiempo real.


8. Después de realizar la medida del Background introduzca la muestra en el compartimiento de la muestra.

8.1 En la pantalla de medida de click en el botón  para iniciar la medida de la muestra y espere unos segundos hasta que el espectro se exhiba en dos ventanas una superior y una inferior.

9. Después de obtener el espectro guárdelo si desea con otro nombre seleccionando en el menú [Files] la opción [Save as] ó copielo en otra aplicación diferente al IRSolution (p.ej. Power Point) seleccionando en el menú [Edit] la opción [Copy].

10. Si desea imprimir el espectro obtenido en la corrida seleccione la función  de la barra de funciones.

11. En el menú files seleccione la opción [Print] para imprimir el espectro exhibido.

Nota: Usted puede seleccionar una plantilla de impresión predeterminada seleccionando en el menú Files la opción .l

3.2 MANIPULACIONES BÁSICAS PARA MEJORAR LA CALIDAD DEL ESPECTRO

Después de la obtención del espectro de la muestra puede realizar las siguientes manipulaciones para mejorar la calidad del espectro.


Nota 1: Siempre que desee realizar una manipulación en el modo de transmitancia coloque una marca en [Disable Lambert Beer] en el menú [Environment]-[Manipulation Preferences], para que el software convierta automáticamente al modo de absorbancia.


3.2.1 Smoothing

Realiza un suavizamiento del espectro usando el algoritmo de Savitzky-Golay para reducir el ruido en el espectro.

Procedimiento

1. Active o abra el espectro a ser manipulado

1.1 En la función  de la barra de funciones seleccione la pestaña del espectro que desee manipular.

Nota: Para abrir un espectro guardado seleccione el menú [Files] y elija la opción ; la extensión de los espectros guardados en el IRSolution es *.smf.

2. Seleccione el menú [Environment]-[Manipulation preferences] y coloque una marca en [Disable Lambert Beer]; de click en aceptar.

3. Seleccione el menú [Manipulation 1] y elija la opción [Smoothing].

3.1. En la ventana que se exhibe fije el valor de los puntos de suavizamiento en [No. of points] digite el valor directamente o selecciónelo con la barra de deslizamiento.

Nota 3: En la parte inferior de la pantalla se observan las modificaciones realizadas al espectro. Tenga cuidado al ir aumentando el número de puntos de suavizamiento porque puede borrar algunos picos importantes.

3.1.1 Cuando obtenga el resultado deseado en la pantalla inferior de click en el botón [Calc].

3.1.2 De click en el botón [OK] para exhibir el espectro alterado en la pantalla de la función [View].

3.2.2 Normalize


Normaliza la intensidad del espectro completo aplicando un método seleccionado de cálculo con el fin de fijar el valor mínimo de la absorbancia en [0] y el valor máximo en [1].

Nota: Cuando la ley " Lambert Beer's " se activa sin una marca en " Disable Lambert Beer " en el menú [Environment]-[Manipulation Preferences], un espectro en el modo de transmitancia es convertido a absorbancia, entonces se normaliza cada punto del espectro con el fin de fijar el valor mínimo de la absorbancia para $ABS = 0$ y el valor máximo de la absorbancia se fija en $ABS = 1,0$.

Procedimiento

1. Active o abra el espectro a ser manipulado

1.1 En la función View de la barra de funciones seleccione la pestaña del espectro que desee manipular.

Nota: Para abrir un espectro guardado seleccione el menú [Files] y elija la opción ; la extensión de los espectros guardados en el IRSolution es *.smf.

2. Seleccione el menú [Environment]-[Manipulation preferences] y coloque una marca en [Disable Lambert Beer]; de click en aceptar.

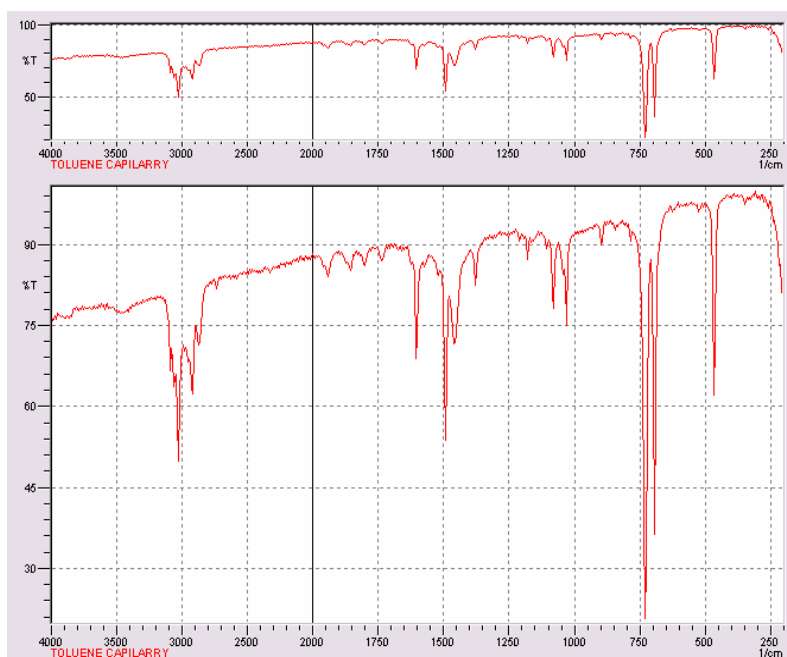
3. Seleccione el menú [Manipulation 1] y elija la opción [Normalize].

4. En la ventana que aparece seleccione el método de cálculo, para una normalización estándar seleccione [Normalize] y de click en el botón [Calc] para exhibir el resultado.
5. Dé click en [OK] para exhibir el espectro alterado en la pantalla de la función View.

3.2.3 Corrección de la línea base

Esta función se utiliza cuando la línea base se encuentra inclinada o cae en algún lugar del espectro debido a la dispersión de la luz en la transmisión de la medida.

Figura 9. Espectro con línea base inclinada.



3.2.3.1 Baseline Correction-Zero

La línea base es corregida con el fin de que el mínimo valor de un espectro se convierta en [abs=0] (el valor es 100%T en el caso de transmitancia). Sin presentarse ningún cambio en la estructura del espectro.

Procedimiento

1. Active el espectro que va a manipular en la pestaña [View].
2. Seleccione el menú [Environment]-[Manipulation preferences] y coloque una marca en [Disable Lambert Beer]; de click en aceptar.
3. Seleccione [Zero] en el menú [Manipulation 1]-[Baseline].
4. De click en el botón [Calc] para realizar la conversión y mostrar el resultado.
5. Click en el botón [OK] para confirmar el resultado y exhibir el espectro alterado en la pantalla View.

3.2.3.2 Baseline correction-3 POINT

La línea base es corregida especificando valores en el eje vertical en tres posiciones de número de onda. Especifique un valor del eje vertical en el máximo número de onda, 2000 cm^{-1} y el mínimo valor de número de onda.

Procedimiento

1. Active el espectro que va a manipular en la pantalla View
2. Seleccione el menú [Environment]-[Manipulation preferences] y coloque una marca en [Disable Lambert Beer]. Dé click en aceptar
3. Seleccione [3 point] en el menú [Manipulation 1-Baseline]
4. Ingrese un valor vertical para cada punto (First Y, Second Y, and Third Y) en [3 Point], utilizando el teclado y de clic en el botón [calc] para

mostrar el resultado de la corrección.

5. De click en el botón [OK] para confirmar los resultados y exhibir el espectro alterado en la pestaña [View].

3.2.3.3 Baseline Correction Multi-point

La línea base es corregida especificando valores del eje vertical arbitrarios (puntos base) sobre el espectro en posiciones arbitrarias de número de onda usando el mouse.

Las posiciones se pueden especificar colocando el cursor sobre la posición y dando click sobre esta; existen dos modos [Cursor selection] y [Surfing].

Procedimiento

1. Active el espectro que va a manipular en la pestaña [View].
2. Seleccione el menú [Environment]-[Manipulation preferences] y coloque una marca en [Disable Lambert Beer]. De click en aceptar
3. Seleccione el comando [Manipulation 1]-[Baseline]-[Multipoint].
4. Seleccione Surfing.
5. Dé click en el botón [Add] y un punto de referencia aparece en el área del espectro
6. Mueva el cursor sobre el área del espectro y seleccione los puntos base dando click en la posición apropiada. El punto seleccionado se marca con una x.

7. Dé click derecho para finalizar la selección de los puntos base.

8. Seleccione o quite los puntos base con los botones [Add] y [Delete] como sea necesario. Para borrar seleccione el número de onda en la lista desplegable, y de click en el botón [Delete].

9. Dé click en el botón [Calc] para ejecutar la corrección de la línea base.

Nota: Usted puede ajustar los puntos bases y después ejecutar nuevamente la corrección de la línea base dando click sobre el botón [Calc].

10. Una vez que obtenga el resultado deseado; de click en el botón [OK] para exhibir el espectro alterado en la pantalla [View].

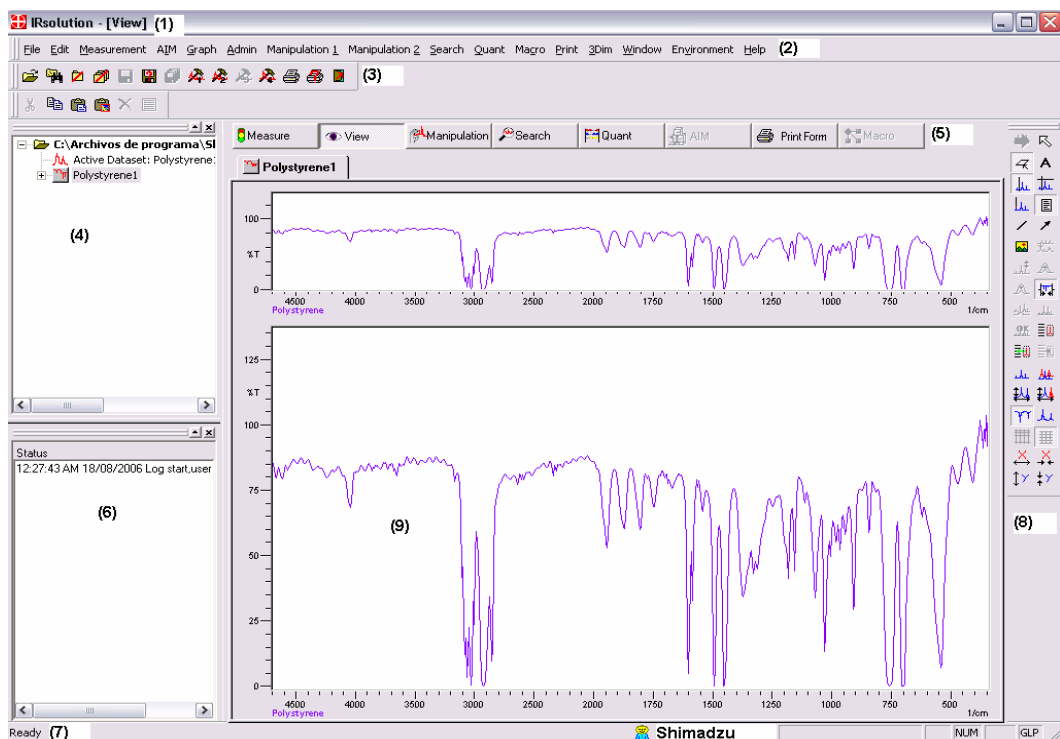
4. OPERACIÓN BÁSICA DEL SOFTWARE IRSOLUTION

El FTIR-8400S se combina con un software que controla toda su operación y procesa los datos obtenidos durante el análisis utilizando pantallas de análisis específicas:

- Medición de espectros
- Presentación de datos y comparación de espectros
- Procesamiento de datos
- Cuantificación
- Búsqueda en bibliotecas de espectros
- Generación de informes

4.1 Ventana principal del IRSolution

Figura 10. Ventana principal del IRSolution



La ventana principal está compuesta de los siguientes ítems:

- (1) **Barra de título:** Muestra el nombre del software y la función seleccionada.
- (2) **Barra de menú:** Exhibe los nombres de los menú. Para abrir un menú de click sobre el nombre ó presione la tecla [Alt]+ la letra subrayada.
- (3) **Barra de herramientas:** Muestra los comandos comúnmente utilizados como iconos. Para mostrar los menús como iconos seleccione el menú [Enviroment]-[Customize].
- (4) **Ventana Tree View:** Muestra en orden jerárquico parámetros de exploración, tablas de picos, historia de datos etc. guardados junto con los espectros. Utilice el menú [Window]-[Show Tree View] para ocultar o mostrar esta ventana.
- (5) **Pestañas de función:** Las pestañas de función cambian los modos de operación tales como [Measure], [View], etc.
- (6) **Ventana de estado:** La ventana Status muestra el nombre del usuario, la historia de trabajo, los mensajes de error, etc. Utilice el menú [Window]-[Show logfile] para ocultar o mostrar esta ventana.
- (7) **Barra de estado:** Exhibe el estado del proceso, el nombre de usuario, etc.
- (8) **Barra de herramientas de gráfico:** La barra de herramientas de gráfico cambia los modos de exhibición del espectro y agrega anotaciones. Utilice la barra de herramientas en la función [View].
- (9) **Espacio de trabajo:** En el espacio de trabajo se exhibe el espectro y varios datos.

4.2 Pantallas de funciones

Las pantallas de IRSolution dependen del tipo de función seleccionada.

Figura 11. Pestañas de funciones



Seleccione cada pestaña para cambiar la pantalla. Usted puede activar las funciones seleccionando un menú para activar la correspondiente función.

4.3 Medición de espectros

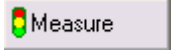
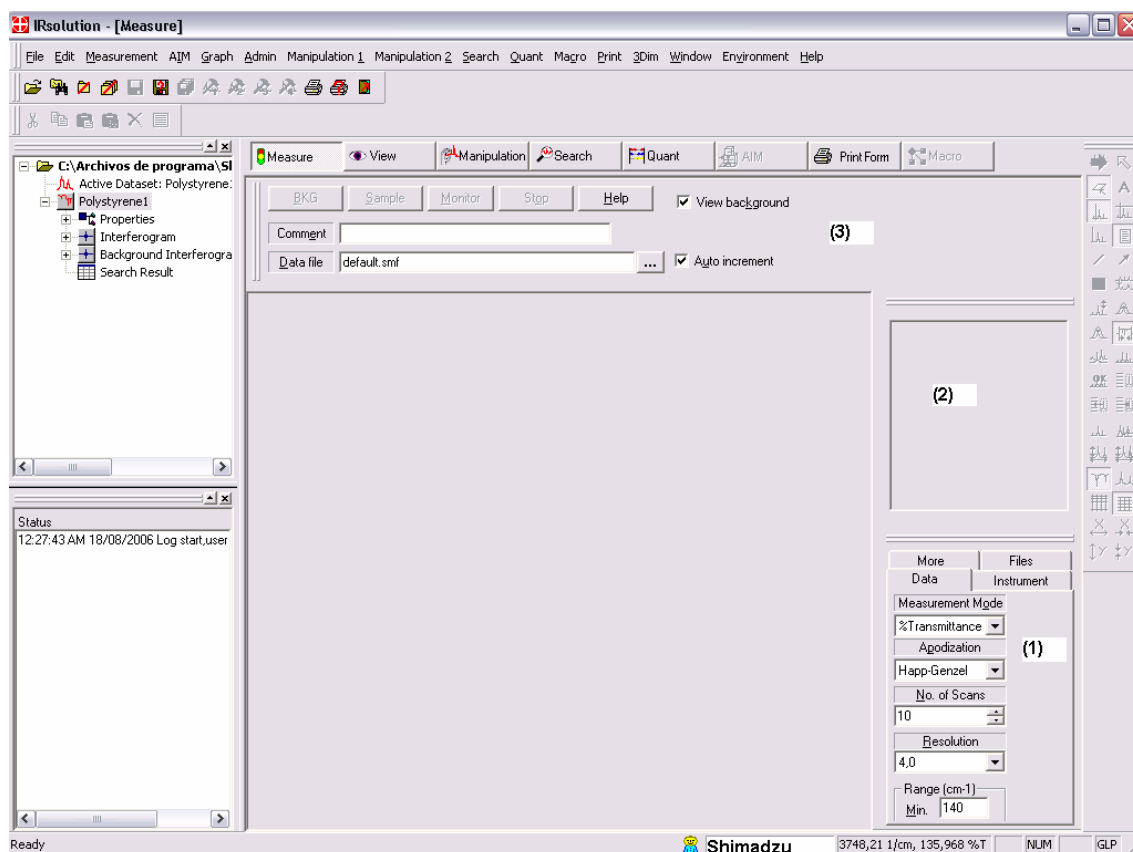
Inicie el software IRsolution y seleccione la función  para activar la pantalla de la medida.

Figura 12. Pantalla de medida



En la pantalla de medida las siguientes ventanas se exhiben:

- (1) Scan Parameters
- (2) Status Monitor
- (3) Measurement File Area

4.3.1 Scan Parameters

En esta ventana se fijan los parámetros del sistema para la exploración y consiste en cuatro pestañas: [Data], [Instrument], [More], [Files].

4.3.1.1 Data

Figura 13. Parámetros en la pestaña Data

The image shows a software interface with two tabs: 'Data' and 'Instrument'. The 'Data' tab is active and contains the following settings:

- Measurement Mode:** A dropdown menu set to '%Transmittance'.
- Apodization:** A dropdown menu set to 'Happ-Genzel'.
- No. of Scans:** A numeric input field set to '10'.
- Resolution:** A dropdown menu set to '4.0'.
- Range (cm⁻¹):** A sub-section with two input fields: 'Min.' set to '400' and 'Max.' set to '4000'.

- **Measurement Mode:** Aquí se determina si los espectros medidos deben ser exhibidos en el modo de transmitancia (%T) o absorbancia (abs).
- **Apodization:** Fija la función utilizada para calcular el espectro de energía a través de la transformada de Fourier del interferograma. La función proporciona efectos en la resolución y la relación S/R (Señal/Ruido) del espectro. Normalmente se utiliza la función Happ-Genzel.
- **No. Of scans:** Fija el número de exploraciones. Un número mayor de exploraciones mejora la calidad del espectro (relación S/R) debido a la acumulación de los resultados de medida. La señal S/R mejora proporcionalmente con la raíz cuadrada del número de las exploraciones (n). Para una medida normal elija 10.
- **Resolution:** Especifica la resolución a ser utilizada en la medida. El rango de resolución disponible es de 0.5 cm⁻¹ a 16 cm⁻¹. Para muestras sólidas o líquidas elija 4 cm⁻¹.

- **Range (cm⁻¹):** Fija el rango del número de onda del espectro para la medida. El rango apropiado de número de onda debe ser ingresado de acuerdo con la muestra y tipo de aplicación. Para una medida normal (sólida o líquida) fije 400 en Mín y 4000 en máx.

4.3.1.2 Instrument

Figura 14. Parámetros en la pestaña Instrument



- **Beam:** Este parámetro se utiliza para seleccionar la trayectoria del haz. Para una medida en el compartimiento del equipo principal (FTIR-8400S) seleccione [internal]. Cuando el haz se utiliza para la medida con un accesorio exterior por ejm. microscopio infrarrojo seleccione [external].
- **Detector:** Este parámetro se utiliza para seleccionar el tipo de detector que se utilizará en la medida, Seleccione [standard] para utilizar un detector estándar en el FTIR. Seleccione [option 1] para utilizar un detector opcional de MCT montado dentro del FTIR. Seleccione [option 2], para utilizar un detector opcional montado fuera del FTIR.
- **Mirror Speed :** Este parámetro se utiliza para seleccionar la velocidad

del espejo móvil. Para utilizar el detector DLAGTS (estándar) seleccione una velocidad baja (2.8 mm/seg) y una velocidad alta para detector MCT.

4.3.1.3 More

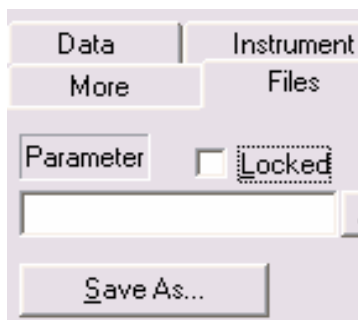
Figura 15. Parámetros en la pestaña More



- **Normal** : En esta ventana se encuentran el parámetro **[gain]** el cual se utiliza para fijar la ganancia (factor de amplificación) del detector para la medida del Background y la medida de la muestra; y **[aperture]** el cual fija la abertura (agujero por donde pasa el haz). Seleccione auto en **[gain]** y **[aperture]** para que el valor de la ganancia y la abertura se ajusten automáticamente al valor óptimo según cada medida.
- **Monitor**: En esta ventana se encuentran los parámetros **[gain]** el cual fija la ganancia del detector para monitorear la intensidad de la luz y **[Mode]** el cual fija el modo para la exploración. Para una medida normal seleccione [1] en [gain] y seleccione un modo de medida cualquiera por ejemplo Interferogram.

4.3.1.4 Files

Figura 16. Pestaña Files



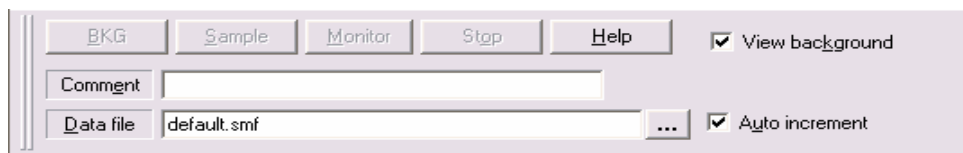
Utilice esta ventana para abrir ó guardar los parámetros de exploración. Presione el botón [...] para abrir un archivo de parámetros de medida ó presione el botón [Save As...] para guardar los parámetros actuales (extensión de destino: * ftir). Seleccione locked para evitar cambios y ajustes en los parámetros.

4.3.2 Status monitor

En esta ventana se ubica en parte superior derecha de la pantalla y muestra información sobre el estado del instrumento, el divisor de haz instalado y los accesorios del FTIR.

4.3.3 Measurement file area


Figura 17. Ventana Measurement file area



Esta ventana proporciona las herramientas para guardar los espectros medidos.

- **Comment:** La información relacionada con el nombre del espectro y el

método de medida se puede agregar como comentario en esta casilla.

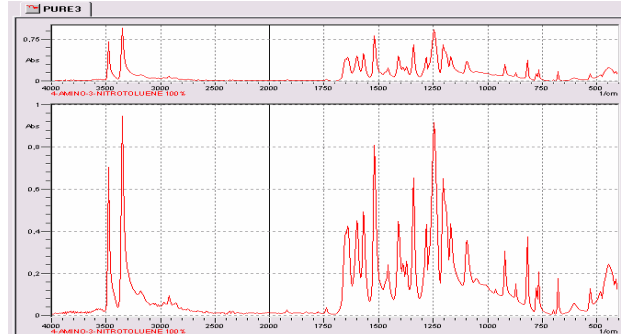
- **Data file:** El IRSolution guarda todos los espectros medidos en el disco duro tan pronto finaliza la medida. Ingrese el directorio (disco duro y carpeta) donde desea guardar el espectro obtenido y el nombre del espectro. De click en el botón  para buscar el destino; la extensión del nombre del archivo es *.smf.
- **View Background:** Coloque una marca para exhibir la medida del fondo cuando esta finalice.
- **Auto increment:** Seleccione esta opción para actualizar automáticamente el nombre del archivo colocando un número en el final del nombre del archivo en cada medida. De lo contrario debe ingresar el nombre del archivo en cada medida.

4.4 Presentación de datos y comparación de espectros

Después de realizar la medida, usted puede usar la función "View" para ampliar (zoom) ciertas áreas o para comparar con otros espectros (superposición).

En la pantalla de la función view se presentan dos ventanas una superior para una visión general del espectro medido y una inferior donde se pueden realizar varias funciones.

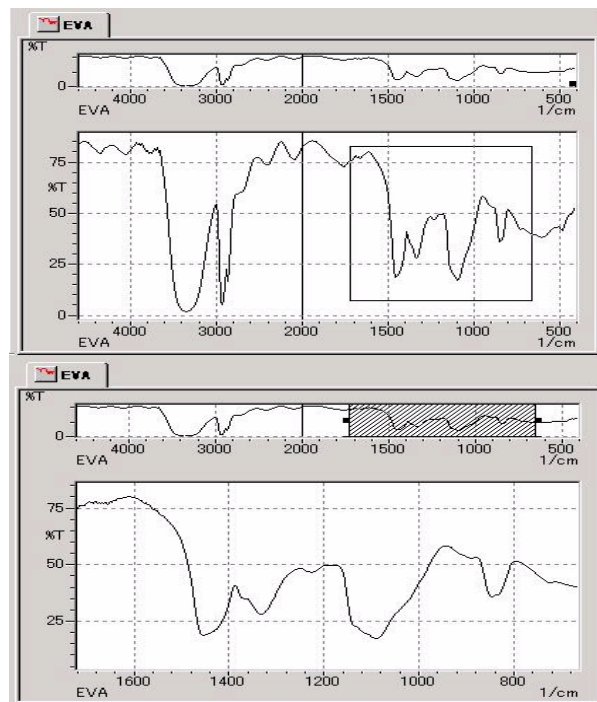
Figura 18. Ventanas de visualización del espectro



Zoom

Esta función permite ampliar ciertas áreas del espectro.

Figura 19. Espectro con zona ampliada



Procedimiento

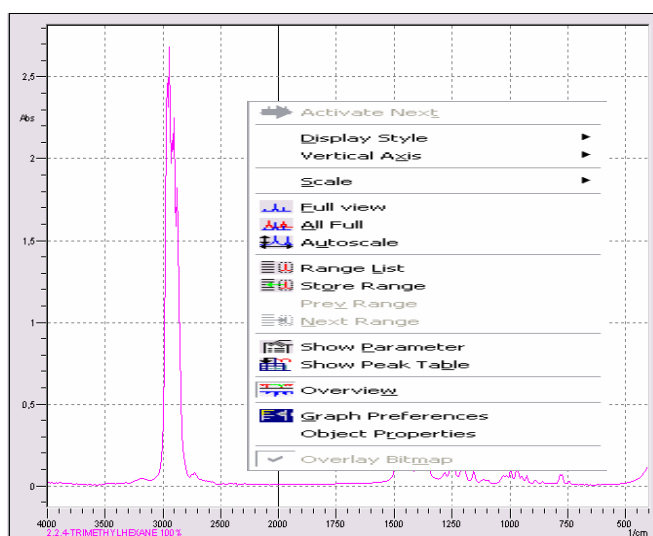
1. Coloque el cursor en la ventana de enfoque y con click sostenido realice un rectángulo situándolo sobre el área que desea ampliar, en la ventana superior aparece la zona del espectro que fue ampliada.

2. Para volver a ver el espectro en su forma normal de click derecho y seleccione [Full view].

Autoscale

Esta función permite una escala en el eje vertical (intensidad) en la cuál todos los picos del espectro puedan ser observados en la pantalla.

Figura 20. Menú de contexto (click derecho)



Procedimiento

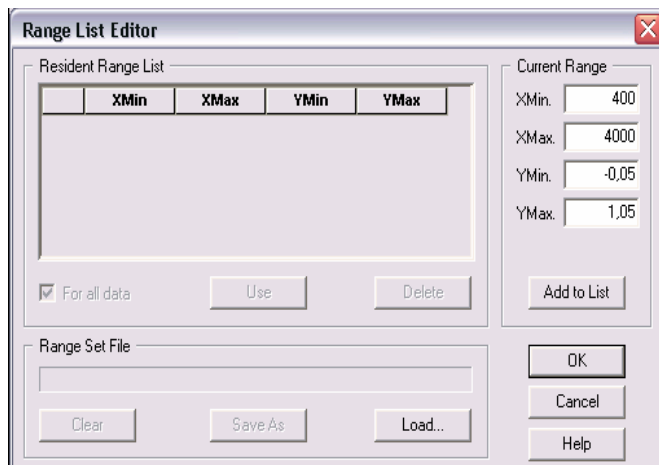
1. En la ventana de exhibición del espectro de click derecho y elija la función autoscale.

Nota: Cuando se exhiben varios espectros en una misma ventana seleccione el menú [Graph]-[Range] y elija la opción [Multi autoscale] para efectuar la misma función.

Range list

Esta función permite fijar el rango de los ejes para la de exhibición del espectro.

Figura 21. Ventana de diálogo para introducir los rangos de visualización



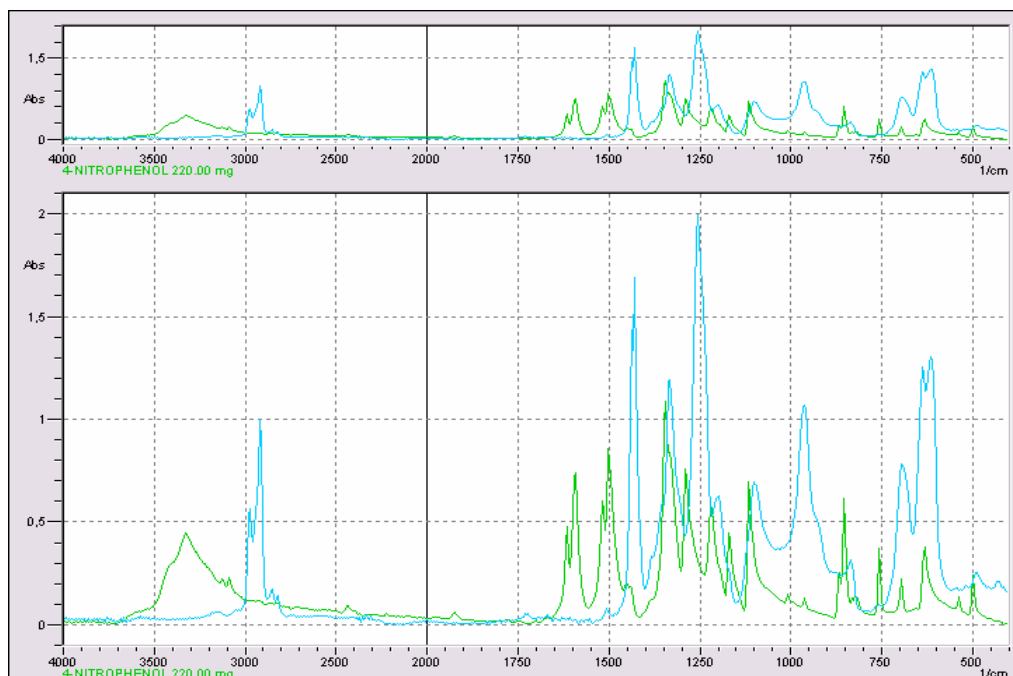
Procedimiento

1. Dé click derecho sobre la ventana de exhibición del espectro y elija [Range list]; en el cuadro de diálogo (Range list Editor) que aparece ingrese el rango del eje X (número de onda) y el rango del eje Y (intensidad) y de click en el botón [add to list] para agregarlo. Se pueden agregar varios rangos para utilizar en la exhibición del espectro.


Sobreposición de espectros



Cuando dos o más espectros se encuentran abiertos estos se pueden superponer para su fácil comparación en una misma ventana.

Figura 22. Espectros sobrepuestos en una misma ventana.



Procedimiento

1. Para abrir dos o más espectros seleccione [file] en la barra de menú y seleccione la opción  para abrir los espectros medidos que han sido guardados, la extensión de los espectros guardados por IRSolution es *.smf.
2. Arrastre con click sostenido los espectros desde la ventana [Tree view] a la ventana del espectro activo o utilice la función [join visible] del menú [window] para superponer todos los espectros abiertos. Para volver los espectros a sus respectivas pestañas seleccione [Split] en el mismo menú.
3. Para cambiar los modos de exhibición de los espectros de click en el menú [window] y seleccione la opción [Multi Spectra]; en el submenú aparecen los diferentes modos de exhibición de espectros.

- Para cerrar o borrar uno ó más espectros de la pantalla de la función view, coloque el cursor en la ventana tree view y de click derecho sobre el nombre del espectro   PVC ;seleccione close para cerrarlo o clear para borrarlo de la pantalla de exhibición.

Modos de exhibición




Los espectros sobrepuestos pueden ser exhibidos de diferentes modos para su fácil comparación.





















- **Overlay:** Sobrepone los espectros abiertos en una sola ventana
- **Stack graph:** Exhibe los espectros sobrepuestos en ventanas separadas en la misma pantalla
- **Vertical:** Sobrepone los espectros abiertos en una sola ventana.
- **Vertical Splitted:** Exhibe los espectros sobrepuestos en ventanas separadas en la misma pantalla.
- **Horizontal splitted:** Divide la ventana de visualización en dos ventanas horizontales, aquí se pueden arrastrar los espectros desde la ventana Tree View.












Barra de herramientas de gráfico

Permite cambiar modos de exhibición, agregar anotaciones, líneas, flechas, imágenes, etc. Muestra los comandos más utilizados.

Tabla 3. Barra de Herramientas de gráfico

| | |
|--|--|
|  Activate Next | Activa el siguiente espectro cuando varios espectros estas exhibidos en una pestaña. |
|  Select | Este cursor se utiliza para seleccionar un espectro activo varios espectros se exhiben en una sola pestaña. |
|  Zoom | Se utiliza para ampliar áreas del espectro con el cursor. De click sobre este comando y arrástrelo a la zona del espectro. |

| | |
|---|---|
|  A Annotation | Se utiliza agregar una anotación en el espectro. |
|  Normal | Muestra cursor normal tipo flecha. |
|  Cross Hair | Muestra un cursor en forma de cruz. Este cursor se puede mover a cualquier punto en la ventana del gráfico. |
|  Surfing | Este es un cursor de referencia. El punto de la intersección de este cursor se mueve siempre a lo largo de la curva del espectro. |
|  Text | Se utiliza para insertar un texto. |
|  Line | Se utiliza para insertar una línea. |
|  Arrow | Se utiliza para insertar una flecha. |
|  Image | Se utiliza para insertar una imagen. Arrastrando con el mouse en el gráfico abre la caja de diálogo [File Open] para seleccionar un archivo de imagen. |
|  Adapt | Cuando múltiples espectros se exhiben en una sola pestaña, usando este comando cada espectro se multiplica por un coeficiente apropiado de modo que todos los espectros muestren la misma intensidad en un número de onda específico. |
|  Y Move | Cuando varios espectros se exhiben en una sola pestaña, al ejecutar este comando multiplica cada espectro por una constante apropiada de modo que todos los espectros demuestren la misma intensidad en un número de onda especificado. |
|  Expand | Cuando varios espectros se exhiben en una sola pestaña, este comando expande la intensidad del espectro activo por una fácil comparación espectral . |
|  Compress | Cuando varios espectros se exhiben en una sola pestaña, este comando comprime la intensidad del espectro activo por una fácil comparación espectral . |
|  Compression | Cuando se selecciona este comando, el rango del número de onda (mayor que 2000 cm ⁻¹) del espectro se comprime en la exhibición. Este ajuste se aplica a todos los espectros exhibidos. |
|  Shift | Cuando varios espectros están sobrepuestos en una sola pestaña, este comando agrega un valor para compensar al valor-Y de cada espectro sobrepuesto. |
|  Unshift | Desactiva la acción de shift |
|  Reset | Restaura los espectros a su posición original. |
|  Range List | Se utiliza para fijar los rangos de intensidad y número de onda. |
|  Prev Range | Aplica el rango anterior almacenado en la lista de rango. |
|  Next Range | Aplica el siguiente rango almacenado en la lista de rango. |
|  Full Scale | Exhibe el espectro activo en escala normal. |

| | |
|--|---|
|  All Full | Muestra el espectro en escala total. |
|  Autoscale | Ajusta el eje Y (eje de la intensidad) automáticamente para exhibir los picos del espectro activo completamente. |
|  Multi Autoscale | Ajusta el eje Y (eje de la intensidad) automáticamente para exhibir los picos de todos los espectros completamente. |
|  Transmittance | Indica la intensidad espectral usando transmitancia. |
|  Absorbance | Indica la intensidad espectral usando absorbancia. |
|  Log | Cambia el eje Y (eje de la intensidad) a escala logarítmica. |
|  Linear | Cambia el eje Y (eje de la intensidad) a escala lineal. |
|  Stretch X | Expande la escala en el eje del número de onda. |
|  Shrink X | Reduce la escala en el eje del número de onda. |
|  Stretch Y | Expande la escala en el eje Y (eje de intensidad). |
|  Shrink Y | Reduce la escala en el eje Y (eje de intensidad). |

Procesamiento de datos

Después de completar la medición, se pueden extraer una variedad de informaciones específicas a partir de los espectros obtenidos. El software IRsolution dispone de muchas funciones tales como operaciones aritméticas entre espectros y entre espectros y constantes, sustracción espectral, detección de picos, suavización, derivatización, corrección de línea de base, corrección de datos, normalización, conversión Kubelka-Munk, análisis Kramers-Kronig y otras funciones.

Los comandos en el menú [Manipulation] se utilizan para calcular y para convertir datos del espectro. IRsolution incluye muchos métodos de manipulación de datos y se dividen en [manipulación 1] y [manipulación 2]. El menú [Manipulation 1] incluye los cálculos básicos que funcionan en un solo espectro. El menú [Manipulation 2] incluye los cálculos avanzados que funcionan en varios espectros.

En el menú [Manipulation 1] y [Manipulation 2] se encuentran las diversas funciones para procesamiento de datos, las cuáles están relacionadas con la ley de Lamberts-Beer.

Tabla de picos (Peak Tablet)

Detecta los picos del espectro y crea una tabla de la posición de los picos y sus intensidades.

Figura 23. Tabla de picos

| No. | Peak | Height | Corr. Height | Base (H) | Base (L) | Area | Corr. Area |
|-----|---------|--------|--------------|----------|----------|---------|------------|
| 1 | 719.45 | 18.469 | 58.777 | 723.31 | 688.59 | 7.822 | 0.943 |
| 2 | 729.09 | 18.474 | 58.963 | 792.74 | 725.23 | 11.828 | 0.883 |
| 3 | 1369.46 | 60.407 | 97.292 | 1373.32 | 1355.96 | 3.523 | 0.084 |
| 4 | 1463.97 | 5.254 | 6.437 | 1510.26 | 1398.39 | 41.146 | 31.267 |
| 5 | 2848.86 | 0.266 | 89.933 | 2850.79 | 2748.56 | 68.225 | 0.438 |
| 6 | 2858.51 | 0.218 | 46.624 | 2872.01 | 2850.79 | 50.920 | 2.955 |
| 7 | 2893.22 | 0.157 | 62.804 | 2897.08 | 2873.94 | 56.529 | 3.623 |
| 8 | 2912.51 | 0.109 | 83.606 | 2916.37 | 2899.01 | 49.645 | 0.627 |
| 9 | 2927.94 | 0.096 | 61.062 | 3132.40 | 2918.30 | 144.832 | 3.448 |
| 10 | | | | | | | |

Calculate...

4.5.1.1 Parámetros para realizar la tabla de picos

| | |
|---------------------------|---|
| Noise (ruido) | Ingrese la intensidad de ruido. Los valores mayores que este valor se identifican como picos. |
| Threshold (umbral) | Picos con absorbancia más grande que [Threshold] se detectan cuando el espectro está en modo de absorbancia. Picos con transmitancia más baja que [Threshold] se detectan cuando el espectro esta en modo de transmitancia. |
| Min Area | Ingrese el área mínima de los picos. Los valores de área mayores que este valor se identifican como picos |

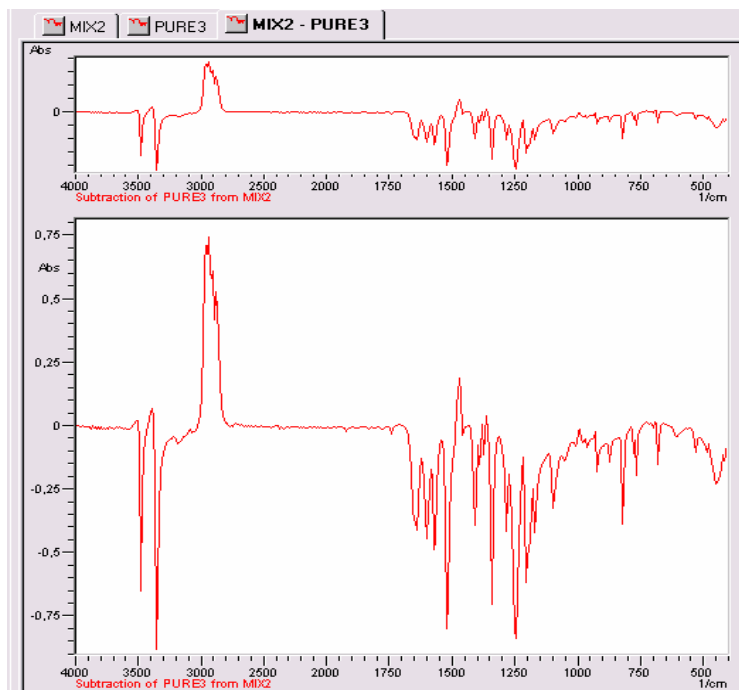
Procedimiento

1. Active la pestaña del espectro que va a manipular en la pantalla [View].
2. En la barra de menú seleccione [Manipulation 1]-[Peak table].
3. Ingrese el valor numérico para los parámetros.
4. Dé click en el botón <Calc> para exhibir el resultado.
5. Dé click en OK para activar la función view y observar la tabla de picos detectados.

Nota: Para exhibir u ocultar la tabla de picos dé click derecho con el mouse y seleccione Show Peak Table.

Substracción espectral

Figura 24. Substracción de espectros



Normalmente, la substracción espectral se utiliza para restar el espectro de un componente conocido de un espectro con varios componentes mezclados, y tiene en cuenta el cálculo del espectro del otro componente.

Por ejemplo, cuando el espectro S (B) del componente conocido B se resta del espectro S(A+B), que contiene los componentes A y B, el espectro S(A) del componente A se puede obtener por el cálculo.

Procedimiento

1. En la pantalla de la función view abra el espectro de la mezcla y el espectro de los elementos que están contenidos en la mezcla, haga activo el espectro de la mezcla.
2. En el menú [Manipulation 2] seleccione [Dataset] para cambiar

automáticamente a la pantalla de la función Manipulation la cual ofrece la ventana de cálculos aritméticos y muestra el espectro de la mezcla.

3. Desde la ventana tree view, arrastre el espectro que contiene el ó los elementos contenidos en la mezcla para exhibir los dos espectros sobrepuestos.
4. En [Arithmetic] seleccione [Subtract 2 Datasets] y de click en el botón calc para mostrar el resultado en la parte inferior de la pantalla. La fórmula de substracción de espectros es la siguiente:

$$\begin{aligned} (\textit{Spectral Subtraction}) &= (\textit{Mixture}) - (\textit{Element}) * k \\ k (\textit{Factor}) &(0 < k < 1) \end{aligned}$$

K en la fórmula indica la proporción del espectro del elemento ocupada en el espectro de la mezcla, el valor de K debe ser estimado. Si el valor de K es más pequeño que el valor actual, la substracción es insuficiente y la absorción del elemento permanece en el resultado, de lo contrario si k es más grande que el valor actual, la substracción es inversa y la absorción del elemento aparece en dirección inversa.

5. Cambie el factor utilizando la barra Scrolling.
Mueva la barra con click sostenido para cambiar el valor del factor y ver los resultados de cálculo con el nuevo valor, cambie el valor del factor debajo de la barra para variar el grado de cambio.
6. Cálculo automático
Seleccione [Auto calc] para poder ingresar un número de onda. De click en [>>] para que el cursor aparezca en el espectro exhibido en la parte superior de la pantalla. Especifique la posición de número de onda para absorbancia=0 y de click en el botón calc.

Nota: Si la absorción de otro elemento existe en la posición especificada por el cursor o si la línea base está inclinada un leve error puede ser introducido en el cálculo espectral con el factor adquirido automáticamente, si esto se presenta seleccione una nueva posición ó ajuste el factor utilizando la barra scrolling.

7. De click en el botón OK para exhibir el resultado en la pantalla View.

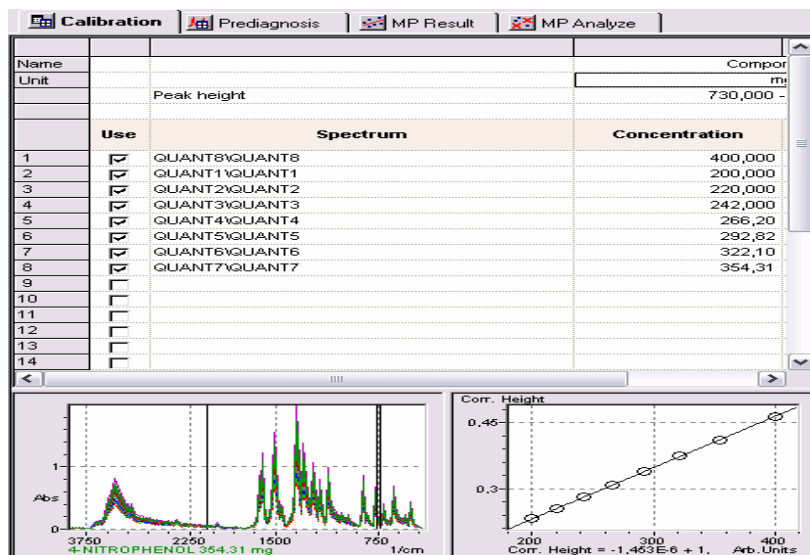
4.6 Cuantificación

Además de los métodos de curva de calibración multi-puntos, el software IRsolution ofrece MLR (regresión multi-lineal) y análisis PLS (cuadrados mínimos parciales) como opcional muy útil sobre todo en mediciones en el NIR (IR cercano).

Entre los métodos de cuantificación, el más utilizado es el método de la curva de calibración (Multi Point/Single Point). El método de la curva de calibración utiliza la ley de Lamber-Beer y realiza la cuantificación de una muestra desconocida adquiriendo una ecuación de regresión (curva de calibración) la cual representa la interrelación entre la intensidad de picos de un elemento objetivo y la concentración de espectros de muestras estándar cuya concentración del elemento es conocida.

4.6.1 Curva de calibración por el método Multi-point

Figura 25. Pantalla de la curva de calibración



Procedimiento

(A) Registre los espectros de las muestras estándar.

1. Seleccione la función [Quant], para exhibir la pantalla de cuantificación y elija el método de calibración Multi point.
2. Abra los espectros de las muestras estándar previamente medidos, estos se registran automáticamente en la tabla de calibración en la columna Spectrum.

Nota: Si los espectros medidos ya están abiertos arrástrelos con el mouse desde la ventana tree view a la tabla para registrarlos.

3. Ingrese la concentración conocida del elemento en la columna [Concentration], ingrese las unidades sobrescribiendo en [Unit].

(B) Selección del número de onda del pico que va a ser utilizado en la cuantificación

1. Primero seleccione [Peak height] en [Evaluation] como método de

evaluación.

2. Ingrese el rango del número de onda del pico que va a utilizar para la cuantificación en las casillas [From] y [To], puede ingresarlo directamente o sitúe el cursor sobre el espectro utilizando el botón [>>] y dando click sobre la posición de número de onda deseada.

(C) Fijando parámetros

a. Preprocessing

Este ítem se utiliza para realizar manipulaciones a los espectros de las muestras estándar antes de realizar la curva de calibración.

b. Evaluation

Para fijar el número de onda seleccione los valores de absorbancia [Peak height], [Peak area] y especifique un número de onda, entonces seleccione [corrected value].

c. Ratio

Utilice este ítem para ejecutar la cuantificación utilizando la relación de dos picos. Utilice este ítem cuando la distancia que viaja la luz a través de la muestra no es constante o cuando la cuantificación es efectuada utilizando espectro con ATR.

d. Order

Fije el orden de la curva de calibración. Debido a que la absorbancia y la concentración tienen una relación lineal en la ley de Lambert-Beer, generalmente seleccione [Linear.]

e. Origin

Fije si el origen es o no utilizado como un punto de cuantificación.

Ignore: No utiliza el origen

Fit: Utiliza el origen como el resultado de la medida de una muestra estándar.

Force: La curva de calibración pasa a través del origen.

En el caso de la curva de calibración Multi point seleccione [Ignore]. En el caso de la curva de calibración Single-point seleccione [Fit].

f. Calibrate

Después de fijar los parámetros (a) hasta (e) de click con el mouse en el botón [calibrate]. Entonces las pestañas [MP Result] y [MP Analyze] serán agregados a la tabla y la curva de calibración creada se muestra debajo de la tabla.

(D) Confirme la curva de calibración

De click con el mouse en la pestaña [MP Result] para exhibir la curva de calibración y su reporte.

(E) La curva de calibración puede ser guardada individualmente, o guardada junto con un espectro estándar. Seleccione en la barra de menú [Quant]-[Save Table As] y guárdela con otro nombre.

4.6.1.1 Cuantificación de una muestra desconocida

Utilizando la curva de calibración creada, de click en la pestaña [MP Analyze] para exhibir la pantalla de cuantificación. En esta pantalla de doble click sobre el espectro de la muestra desconocida en la ventana Tree View para mostrar el resultado de la cuantificación.

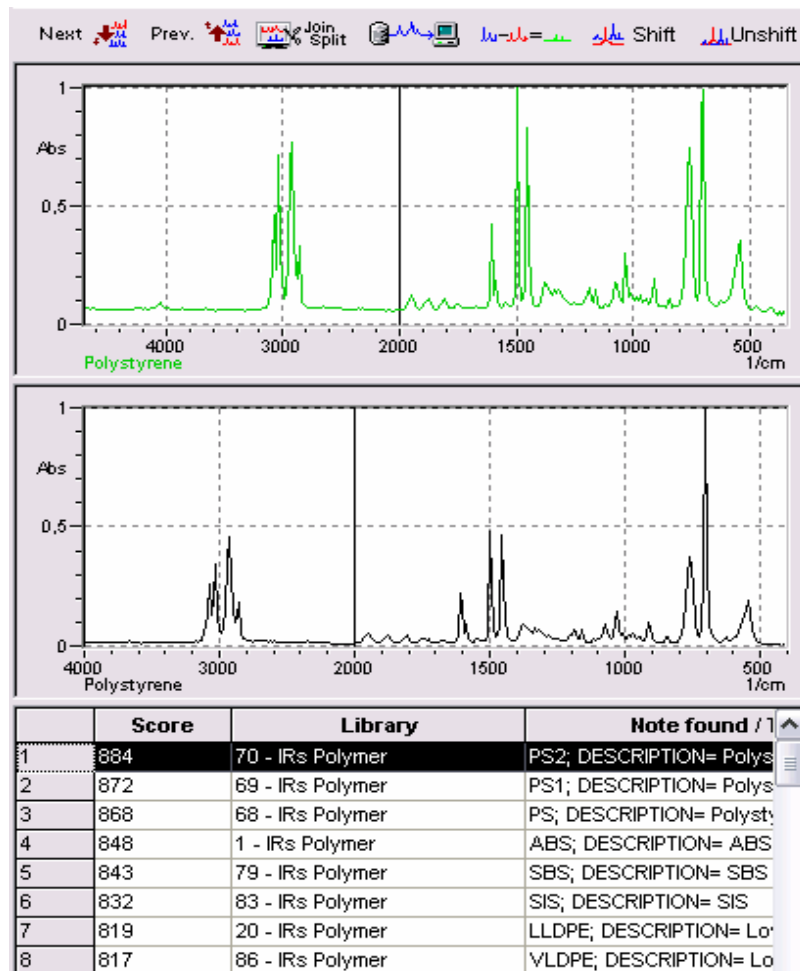
4.7. Búsqueda en bibliotecas de espectros

El software IRsolution permite la creación de bibliotecas de usuario a partir de

los espectros adquiridos, y la búsqueda tanto en bibliotecas del usuario como en bibliotecas comerciales.

La búsqueda de espectros está disponible para análisis cualitativo de un espectro adquirido por medida o procesamiento de datos. Existen los siguientes métodos de búsqueda.

Figura 26. Resultado de Búsqueda de espectros



Spectral Search: Búsqueda basada en el espectro estándar

Peak Search: Búsqueda basada en un pico específico

Text Search: Búsqueda basada en el nombre y palabra clave.

Combined Search: Combinación de búsqueda de espectro y búsqueda de texto.

4.7.1 Spectrum Search

Seleccione la función [Search] para exhibir la pantalla de búsqueda y abra el espectro que desea buscar.

Procedimiento

1. Seleccione una Biblioteca

En la ventana de parámetros seleccione [Libraries] para exhibir los nombres de bibliotecas registrados. Cuando no exista biblioteca de click con el mouse en el botón [Add] y abra una desde la carpeta [Library]. Seleccione la biblioteca que va a utilizar en la búsqueda.

2. Seleccione la pestaña [Parameters] para abrir la ventana de parámetros.

3. Parameters/General

Fije el número máximo de aciertos los cuales son mostrados con un puntaje máximo y mínimo. Ingrese [10] en [Maximun hits] y [250] en [Minimun quality].

4. Parameters/Use Ranges

Active con una marca [Use ranges] para especificar el rango de número de onda utilizado en la búsqueda. Generalmente este parámetro no se activa debido a que se utiliza el rango de número de onda de la medida.

5. Parameters/Spectrum Search

Seleccione el algoritmo de búsqueda. El algoritmo más general es [Difference 1. derivative] el cual calcula la primera diferencial de cada dato, y compara el factor diferencial de cada punto. Este algoritmo puede minimizar el efecto de la línea base y el efecto de picos débiles en el rango de número de onda.


6. [Skip points]


Indica el intervalo entre los puntos de datos utilizados en los cálculos de búsqueda. Generalmente fije [1].

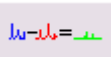
7. Después de fijar los parámetros anteriores, de click en el botón [Search] para iniciar la búsqueda.

8. El resultado de la búsqueda se exhibe en tres ventanas una superior con el espectro objetivo, una en el centro con un espectro encontrado y una inferior con la lista de aciertos (Los espectros encontrados se muestran en orden descendente de puntaje).

Con los botones NEXT y PREV puede cambiar el espectro de la mitad para comparar. Con la tecla [Shift] ó [Ctrl] puede seleccionar más de un espectro de la lista para exhibirlos al tiempo.

9. Dé click en el botón  para superponer el espectro objetivo y el espectro encontrado en la biblioteca. Para volver a la exhibición original presione nuevamente el botón con un click.

10. Dé click en el botón  para guardar el actual espectro encontrado como un archivo.

11. Dé click en el botón  para adquirir la substracción espectral con factor [1] entre el espectro objetivo y el espectro encontrado para comparar la similitud por diferencia espectral.

12. Búsqueda en un rango específico de número de onda.

Para especificar el rango de número de onda seleccione en la pestaña de parámetros [Use ranges], de click en el botón [Show Ranges] y especifique el rango número de onda; para agregar el rango de click sobre el botón [New ranges]. Seleccione uno de los rangos agregados y de click en OK. La lista de rangos también puede ser modificada manualmente.

4.7.2 Text Search

Figura 27. Ventana de diálogo Text Search



Esta función busca espectros basándose en un nombre o palabra clave. Seleccione la pestaña [Libraries] en la ventana de parámetros, y de click sobre el botón [Text Search] para exhibir la ventana de búsqueda.

1. Options

Especifique el número máximo de aciertos [Maximum hits]. Ingrese [10].

2. Search in

Seleccione una cadena de caracteres específica en cada espectro registrado en la biblioteca. Elija [All].

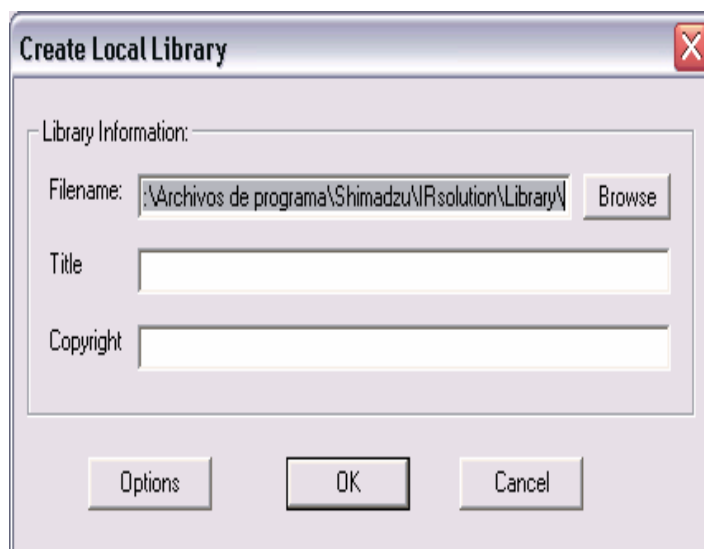
3. Search Text

Ingrese una palabra clave para buscar.

4. De click en el botón OK para iniciar la búsqueda. Los espectros encontrados se exhiben en una tabla en la parte inferior de la pantalla. Si el espectro encontrado tiene la palabra especificada tiene una puntuación de 1000 de lo contrario su puntaje es cero.

Bibliotecas creadas por el usuario

Figura 28. Ventana para crear bibliotecas de usuario



Los espectros medidos pueden ser registrados en bibliotecas y ser utilizados en la búsqueda.

Procedimiento

1. Seleccione la pestaña [Libraries] en la ventana de parámetros y de click en el botón New para exhibir la ventana [Create Local Library].
2. Ingrese el nombre de la librería que será creada en [Title].
3. Dé click en el botón [Option] para determinar el rango de número de onda y el intervalo de datos (el cual corresponde a la resolución) de espectros para ser registrados en la biblioteca.

Nota: No importa si los espectros medidos tienen parámetros de búsqueda diferentes estos son convertidos al rango de número de onda y el intervalo de datos especificado aquí.

4. De click en el botón [OK] en la ventana [Library Creation Parameter] y en la ventana [Create Local Library] para agregar la biblioteca a la pestaña [Libraries] en la ventana de parámetros.
5. Para registrar espectros en la biblioteca creada, primero cargue los espectros en la ventana Tree View.
6. Coloque el cursor sobre el espectro en la ventana Tree View y de click derecho sobre él y elija la opción [Insert into Library] en el menú exhibido. De click en el botón [Yes] para responder la pregunta [Do you want to insert Spectrum into Library xxxx?], para registrar el espectro en

la biblioteca.

4.8 Generador de informes

Los resultados de las mediciones y el procesamiento de los datos se pueden obtener en diferentes formatos. El software IRsolution incluye un generador de informes con personalización de diseño. Usted puede crear plantillas re-usables usando cualquier dato, incluyendo espectros, curvas de calibración, resultados de la cuantificación y tablas de picos.

El IRsolution esta equipado con varias muestras de plantillas de impresión de resultados. Las plantillas de impresión están guardadas con la extensión [ptm] en [c:\Program Files\Shimadzu\IRsolution\PrintTemplates]. Las plantillas pueden ser registradas para especificar pestañas y funciones en el menú [Environment] - [Print Templates]. El nombre y descripción de algunas plantillas registradas se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 4. Descripción de plantillas de impresión

| Nombre | Descripción | Pestaña/función |
|---------------------------|--|---|
| spectrum_l.ptm | Se muestra el espectro activo y sus parámetros de exploración en una hoja horizontal. | Plantilla estándar , pestañas [View] [Measure] |
| spectrum&peak_table_l.ptm | Se muestra el espectro activo, sus parámetros de exploración y el resultado de la detección de picos en una hoja horizontal. | |
| spectrum&peak_table_p.ptm | Se muestra el espectro activo, sus parámetros de exploración y el resultado de la detección de picos en una hoja vertical. | |
| 2_spectra_p.ptm | Muestra los dos primeros espectros, sus parámetros de búsqueda y el resultado de la detección de picos en una hoja vertical. | |

| | | |
|------------------|---|------------------|
| search_p1.ptm | Muestra el resultado de la búsqueda espectral en una hoja vertical. | Pestaña [Search] |
| quantitation.ptm | Muestra el espectro estándar, curva de calibración y el resultado de la cuantificación de una muestra desconocida en dos hojas verticales por separado. | Pestaña [Quant] |

4.8.1 Impresión de un espectro exhibido en la pantalla [View] utilizando una plantilla estándar

1. Exhiba un espectro en la pantalla de la función View.
2. Para imprimir una parte de un espectro o imprimir dos o más espectros sobrepuestos seleccione la pestaña del espectro que desee imprimir para activarla.
3. Seleccione el comando [File]-[Print Preview] desde la barra de menú para mostrar la visión previa de la impresión y se pueda confirmar.
4. De click en el botón Print para abrir la ventana [Print] y efectúe la impresión.

4.8.2 Impresión con otra plantilla

1. Exhiba un espectro
2. Seleccione la función [Print form] para mostrar el diseño estándar de impresión.
3. Abra el menú [file] y seleccione [open] para abrir la caja de diálogo y elegir un diseño de impresión.
4. Seleccione en el mismo menú [Print Preview] para observar el diseño

elegido.

5. Seleccione imprimir en la ventana [Print Preview]

5. APLICACIONES

La espectroscopia en el infrarrojo presenta un amplio abanico de aplicaciones en los más diversos campos y se muestra como una importante herramienta analítica en la industria debido a que es una técnica no destructiva, rápida y de fácil ejecución, que posibilita determinar varias propiedades tanto cualitativas como cuantitativas a la vez para la misma muestra.

Las áreas de aplicación de la presente técnica son muy diversas: Diferentes áreas del sector industrial, plásticos, farmacéutica, petroquímicas, criminología etc.

APLICACIONES CUALITATIVAS

El análisis cualitativo (IR) infrarrojo se realiza para la identificación de grupos funcionales o para la comparación de espectros de absorción de materiales desconocidos.

Cuando un compuesto orgánico es sometido a energía infrarroja los grupos funcionales (-OH, -CO, -NH y -CH) sufren una serie de vibraciones y proporcionan bandas características a determinada longitud de onda. La energía que se absorbe, se recoge en forma de espectros que son la representación gráfica de esta absorción.

Las principales funciones del análisis cualitativo en el IR son las siguientes:

- Caracterización de un compuesto nuevo y comparación con uno de referencia ó búsqueda por medio de bibliotecas espectrales
- Presencia o no de un determinado compuesto, en un mezcla o en una muestra pura

- Seguimiento de la evolución de una síntesis (analiza comportamiento de los distintos compuestos de la reacción y permite identificar los compuestos formados).

Método general para análisis cualitativo de muestras

1. Active el sistema FTIR 8400S – PC (ver sección 3.1).
2. Prepare la muestra (ver sección 2).
3. Obtenga el espectro (sección 3.1)
4. Identifique el compuesto

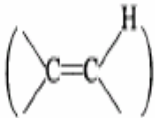
Determine los grupos funcionales presentes, examinando la región de frecuencias de grupo que comprende la radiación entre 3600 cm^{-1} y 1200 cm^{-1} aproximadamente, en la TABLA 3 se encuentran las frecuencias donde absorben los principales grupos funcionales.

Compare detalladamente el espectro desconocido con los espectros de compuestos puros que tienen todos los grupos funcionales encontrados en la etapa anterior, de esta forma podrá determinar la región de la huella dactilar, comprendida entre 1200 cm^{-1} y 600 cm^{-1} la cual es única para cada compuesto. La identificación total de un compuesto utilizando tablas de correlación raras veces es posible es por esto que existen bibliotecas espectrales las cuales cuentan con un amplio número de espectros de compuestos puros que facilitan la identificación cualitativa.

5. Realice sus conclusiones.

NOTA: La identificación del espectro en la región del infrarrojo de una muestra desconocida se puede realizar utilizando la biblioteca virtual del software IRSolution, para realizar este procedimiento revise la sección 4.7.

Tabla 5. Frecuencias a las que absorben los principales grupos funcionales.

| Enlace | Tipo de compuesto | Intervalo de frecuencias, cm^{-1} | Intensidad |
|-----------------|--|--|-------------------------|
| C—H | Alcanos | 2.850-2.970 | Fuerte |
| | | 1.340-1.470 | Fuerte |
| C—H | Alquenos  | 3.010-3.095 | Media |
| | | 675-995 | Fuerte |
| C—H | Alquinos ($-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$) | 330 | Fuerte |
| C—H | Anillos aromáticos | 3.010-3.100 | Media |
| | | 690-900 | Fuerte |
| O—H | Alcoholes y fenoles (monómeros) | 3.590-3.650 | Variable |
| | Alcoholes y fenoles (unidos por puentes de hidrógeno) | 3.200-3.600 | Variable, a veces ancha |
| | Ácidos carboxílicos (monómeros) | 3.500-3.650 | Media |
| | Ácidos carboxílicos (unidos por puentes de hidrógeno) | 2.500-2.700 | Ancha |
| N—H | Aminas, amidas | 3.300-3.500 | Media |
| C=C | Alquenos | 1.610-1.680 | Variable |
| C=C | Anillos aromáticos | 1.500-1.600 | Variable |
| C≡C | Alquinos | 2.100-2.260 | Variable |
| C—N | Aminas, amidas | 1.180-1.360 | Fuerte |
| C≡N | Nitrilos | 2.210-2.280 | Fuerte |
| C—O | Alcoholes, éteres, ácidos carboxílicos, ésteres | 1.050-1.300 | Fuerte |
| C=O | Aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos, ésteres | 1.690-1.760 | Fuerte |
| NO ₂ | Nitroderivados | 1.500-1.570 | Fuerte |
| | | 1.300-1.370 | Fuerte |

APLICACIONES CUANTITATIVAS

El análisis cuantitativo de sustancias químicas es otro de los usos importantes del IR y se utiliza principalmente para estimar el valor de la concentración de un componente o una propiedad.

Para llevar a cabo el análisis cuantitativo, es necesario contar con un conjunto de muestras, mínimo 10, con concentraciones estándar medidas en los laboratorios por métodos comunes; es importante que estas medidas sean de alta exactitud pues de ellas depende la efectividad del método de cuantificación. Adicionalmente el rango de concentración de las muestras estándar debe abarcar todas las posibles concentraciones de la muestra desconocida.

El procedimiento descrito a continuación se utiliza solo para sustancias líquidas, para las sólidas es necesario una celda de reflectancia total atenuada (ATR).

Método general para análisis cuantitativo de muestras líquidas

1. Active el sistema FTIR 8400S – PC (ver sección 3.1).
2. Prepare las muestras líquidas estándar para el análisis cuantitativo (sección 2.2.3).
3. Genere la curva de calibración utilizando las muestras estándar, mínimo 10 (sección 4.6.1).
4. Prepare la muestra líquida de concentración desconocida para el análisis cuantitativo (sección 2.2.3).
5. Realice la medida del espectro de la muestra desconocida (sección 3.1).
6. Utilizando la curva de calibración determine la concentración de la muestra desconocida. (sección 4.6.1.1)

6. VALIDACIÓN DEL FTIR-8400S

El procedimiento de la validación cumple con lo descrito en el 1r apéndice de la 14ta edición de Japanese Pharmacopoeia "Equipment and its adjustment", bajo el título "General test, Infrared absorption spectrum method." El software valida el funcionamiento de los equipos comparando los resultados medidos con los valores estándares. Hay cinco parámetros que son comprobados por este programa: espectro de energía, resolución, exactitud del número de onda, reproducibilidad del número de onda, y reproducibilidad de la transmitancia. El funcionamiento del FTIR se valida con la comparación entre el resultado de la medida y los valores estándares. La validación se debe realizar cuando se observen anomalías significativas en los espectros medidos por el FTIR-8400S.

- **Espectro de energía**

La intensidad del espectro de energía se utiliza para evaluar el funcionamiento básico del FTIR. La intensidad del espectro de energía se compara con un estándar en los números de onda especificados. Los valores estándares se muestran en la siguiente tabla. Los valores estándares impresos en el informe de la validación son calculados por las especificaciones siguientes basadas en el valor máximo real del espectro de energía.

Tabla 6. Parámetros de validación

| Wavenumber (cm-1) | Standard value |
|-------------------|-----------------------|
| 4600 | 10% or more of Max. |
| 4000 | 25% or more of Max. |
| 3000 | 50% or more of Max. |
| Maximum value | 50.0 or more |
| 700 | 10% or more of Max. |
| 500 | 2% or more of Max. |
| 403 | 0.5% or more of Max. |
| 351 | 0.01% or more of Max. |

- **Resolución**

La resolución es validada midiendo el espectro de absorción de una película de poliestireno con un espesor de aproximadamente 0.04 mm. El espectro de absorción medido debe tener una diferencia de transmitancia (%T) del 18% o más entre un mínimo de aproximadamente 2870cm^{-1} y un máximo de aproximadamente 2850cm^{-1} . Debe también tener una diferencia de transmitancia (%T) del 12% o más entre un mínimo de aproximadamente 1589cm^{-1} y un máximo de aproximadamente 1583cm^{-1} .

- **Exactitud del número de onda**

La escala del número de onda es calibrada generalmente usando algunas de las bandas de absorción de la película del poliestireno mostradas abajo, los números en paréntesis indican el rango permisible.

3060.0 (+/-1.5) cm^{-1}
2849.5 (+/-1.5) cm^{-1}
1942.9 (+/-1.5) cm^{-1}
1601.2 (+/-1.0) cm^{-1}
1583.0 (+/-1.0) cm^{-1}
1154.5 (+/-1.0) cm^{-1}
1028.3 (+/-1.0) cm^{-1}

- **Reproducibilidad del número de onda**

La reproducibilidad del número de onda debe satisfacer +/- 5 cm^{-1} alrededor de 3000cm^{-1} del número de onda de absorción del poliestireno y +/- 1cm^{-1} alrededor de 1000cm^{-1} cuando son varios puntos de absorción del poliestireno. Este programa especifica tres puntos para medir los números de onda máximos.

- **Reproducibilidad de transmitancia**

La reproducibilidad de la transmitancia deberá satisfacer 0.5%T cuando varios

puntos de absorción de poliestireno entre 3000 cm^{-1} y 1000 cm^{-1} se miden dos veces.

Este programa especifica el número de onda máximo en tres puntos y la transmitancia en cada punto se mide dos veces. Entonces se determina si las diferencias entre los dos datos están dentro del rango permisible.

Procedimiento de validación

1. Active el sistema IRSolution – PC
2. Verifique que todos los archivos dentro del programa estén cerrados.
3. En la barra de herramientas seleccione el menú [Measurement].
4. Escoja la opción [JPEP2000 Validation].
 - 4.1. En la ventana Selection elija la pestaña [Setting].
 - 4.1.1. Seleccione [Instrument] y escoja FTIR-8400S presione [OK].
 - 4.2. En la ventana Selection elija [Measurement].
 - 4.2.1. Compruebe que los parámetros sean los siguientes:

Instrument: FTIR-8400S; ID: A21014200878;

Temperature: 20; Sample name: POLIESTIRENO

Relative Humidity: nd; Inspected for: AOD

Oprima [OK] y al mensaje, “Remove Sample from sample chamber”, déle [Aceptar] para que se inicie el programa de validación.

Nota: El programa inicia con los test de validación midiendo primero el espectro de energía.

5. Introduzca la película de poliestireno cuando el programa la requiera para realizar el espectro y de click en aceptar para imprimir el reporte.
 6. Después de obtener el reporte observe que todos los análisis estén dentro de los rangos especificados.
- 7. CD Presentación interactiva del protocolo del FTIR-8400S.**