



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
ORGANISMO DE INVESTIGACIÓN JUDICIAL (OIJ)
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY
660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY
610 PARA ANALISIS POR ATR**

**PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO**

P-DCF-ECE-FIS-09

VERSION: 06

Rige desde: 05/07/2023

PAGINA: 1 de 25

Elaborado o modificado por: Lic. Max Méndez Sánchez Perito Judicial 2 Sección de Pericias Físicas	Revisado por Líder Técnico: Máster Yennory Saborío Chavarría Líder Técnico de Sección/Unidad de Análisis Químico de Residuos
Visto Bueno Encargado de Calidad: Bach. Jacqueline Chaves Vargas Encargada de Calidad de Sección de Pericias Físicas	Aprobado por: Licda. Kattia Saborío Chaverri Jefatura, Sección de Pericias Físicas

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	18/09/2020	30/03/2021	Versión Inicial del Procedimiento	018-20	KSC
02	30/03/2021	07/06/2021	Revisión y cambios en la redacción. Inclusión de nota 3. Se modifica orden de pasos 7.4.5 al 7.4.15.	011-21	KSC
03	07/06/2021	18/08/2021	Modificación del apartado 6. Inclusión de 7.2; registro de condiciones ambientales. Revisión y cambios en redacción.	019-21	KSC
04	18/08/2021	24/06/2022	Inclusión de líneas en el apartado 4. Inclusión de 7.9.	025-21	KSC



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
ORGANISMO DE INVESTIGACIÓN JUDICIAL (OIJ)
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY
660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY
610 PARA ANALISIS POR ATR**

**PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO**

P-DCF-ECE-FIS-09

VERSION: 06

Rige desde: 05/07/2023

PAGINA: 2 de 25

05	24/06/2022	05/07/2023	Revisión y cambios en la redacción en particular por el uso del accesorio IRIS ATR. Inclusión de notas y apartados 7.5 y 7.7.	010-22	KSC
06	05/07/2023		Revisión y cambios en la redacción producto de la mejora ME-2023-011-FIS. Inclusión de nota 1.	009-23	KSC

**ESTE PROCEDIMIENTO ES UN DOCUMENTO CONFIDENCIAL
PARA USO INTERNO DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
SE PROHÍBE CUALQUIER REPRODUCCIÓN QUE NO SEA PARA ESTE FIN**

La versión oficial digital es la que se mantiene en la ubicación que la Unidad de Gestión de Calidad defina. La versión oficial impresa es la que se encuentra en la Unidad de Gestión de Calidad. Cualquier otro documento impreso o digital será considerado como copia no controlada .

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 3 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

1 Objetivo:

Describir en forma detallada los pasos a seguir para el manejo del espectrómetro Agilent Cary 660 con el microscopio infrarrojo Agilent Cary 610 por la técnica de ATR, de manera tal que permita la obtención de espectros de diferentes tipos de materiales.

2 Alcance:

Este procedimiento pretende describir el uso del espectrómetro Agilent Cary 660 con el microscopio infrarrojo Agilent Cary 610 por la técnica de ATR, para la obtención de espectros IR de diferentes tipos de muestras sólidas o líquidas, activas por esta técnica. No aplica utilizar este equipo con muestras corrosivas, ni aplica para la obtención de espectros por transmisión usando el espectrómetro.

3 Referencias:

- Agilent Technologies, "Espectrómetros y Microscopios FTIR Agilent Cary Serie 600, Guía de usuario", documento digital traducido recibido como parte de los Manuales del equipo.
- Agilent Technologies, "Resolutions Pro, Software Installation Manual", documento digital recibido como parte de los Manuales del equipo.
- Agilent Technologies, "Win-IR Pro System Reference Manual", documento digital recibido como parte de los Manuales del equipo.
- BIO-RAD, "KnowItAll, Installation Instructions & Quick Start Guide", documento digital traducido recibido como parte de los Manuales del equipo.
- PIKE TECHNOLOGIES, "IRIS Single Reflection Diamond ATR Accessory, Installation and user guide".

4 Equipos y Materiales:

4.1 Equipos

- Accesorio IRIS-ATR con punta de diamante
- Accesorio de micro ATR con punta de diamante
- Accesorio de micro ATR con punta de germanio (Ge)
- Computadora similar o superior a marca Hewlett Packard, modelo Z440 (Procesador Intel ® Xeon ® CPU E5-1620 v3, 3.5 GHz, memoria RAM 16,0 GB, con un sistema operativo de 64 bits) y con el software/programa llamado Resolutions Pro, Agilent Technologies.
- Espectrómetro infrarrojo FTIR Agilent Technologies, modelo Cary 660
- Estereoscopio similar o superior al modelo Motic EM 3103
- Microscopio infrarrojo FTIR Agilent Technologies, modelo Cary 610
- Termohigrómetro calibrado, con ámbitos de medición que incluyan el rango de temperaturas de 15 °C a 30 °C y el ámbito de 40% a 80% de humedad relativa.

4.2 Materiales

- Bitácora de control de uso del estereoscopio.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 4 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- Bitácora de control de uso del microscopio infrarrojo.
- Cinta adhesiva transparente
- Dewar de 10 L
- Dewar de 3 L
- Dewar de 1L
- Embudo de plástico pequeño para uso en el microscopio infrarrojo
- Embudo de plástico grande (igual o mayor a 10 cm de diámetro)
- Espátula fina
- Formulario Carta de Control del material de referencia de poliestireno, versión vigente.
- Formulario Registro de condiciones de temperatura de un área de trabajo, versión vigente.
- Gabacha
- Guantes para manejo de N₂(l)
- Hojas de bisturí N° 11 de acero inoxidable
- Hojas de bisturí N° 20 o 22 de acero inoxidable
- Lentes de seguridad
- Mango de bisturí N° 3
- Mango de bisturí N° 4
- Papel óptico similar a Fisher Scientific 11 997
- Pinza de acero inoxidable (reutilizable)
- Portaobjetos de vidrio, nuevos o reciclados
- Soporte de portaobjetos
- Unidad de almacenamiento externa para el microscopio infrarrojo y el microscopio Zeiss.

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

- Isopropanol, calidad para análisis
- Material de Referencia de poliestireno certificado
- Material de Referencia de poliestireno no certificado
- Nitrógeno líquido

6 Condiciones Ambientales:

- 6.1** El sistema de aire acondicionado ubicado en el cuarto de instrumentos se programa a una temperatura nominal a 21 °C. Por recomendación del proveedor del equipo, el ajuste de la temperatura debe mantenerse en un ámbito entre 20 °C y 26 °C aproximadamente.
- 6.2** Si el sistema de aire acondicionado falla, reporte al Proveedor del servicio de mantenimiento de aires acondicionados. Mientras se reestablece el control de temperatura continúe con los análisis sólo si cuenta con la autorización de la persona encargada del equipo, quien valorará principalmente si existe la posibilidad de que la temperatura aumente excesivamente por arriba del ámbito recomendado.
- 6.3** Mantenga la humedad relativa del cuarto por debajo del 75%, considerando tanto la recomendación del proveedor del equipo, como las condiciones controlables que este cuarto permite. El instrumento debe estar protegido contra la humedad excesiva ya que el divisor de haz, los detectores, espejos y otros componentes pueden deteriorarse al

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 5 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

exponerse a la condensación del vapor de agua; aún así el proveedor indica que el sistema puede trabajar a cualquier humedad pero que eventualmente será necesario y costoso el reemplazo de estas partes. Para mayor control y disminución de la humedad, el cuarto de instrumentos debe contar con un equipo deshumidificador. Adicionalmente el equipo cuenta con un sistema de desecador interno que se cambia periódicamente. En caso de tener una humedad relativa mayor a la definida en el cuarto de instrumentos, comunique con la persona encargada del equipo quien deberá valorar principalmente la conveniencia de apagar el equipo o activar el sistema de purga con aire seco.

- 6.4** La temperatura y humedad del cuarto de instrumentos debe registrarse en el Formulario de Registro de condiciones de temperatura de un área de trabajo, al menos una vez durante la jornada laboral (ver 7.2).

7 Procedimiento:

Nota 1. La metodología analítica para el uso del espectrómetro Agilent Cary 660 con el microscopio infrarrojo Agilent Cary 610 por la técnica de ATR está conformada por una serie de etapas con un orden establecido; sin embargo, existen pasos del proceso que se pueden realizar de forma no continua, por lo que las distintas etapas podrían ser ejecutadas por diferentes analistas variando ligeramente el orden indicado.

7.1 Recarga de N₂(l):

Nota 2. Este apartado no aplica si el analista sólo va a realizar lecturas con el accesorio IRIS-ATR en el espectrómetro, por lo que después de verificar que se ha procedido con 7.2, se debe continuar con 7.5 (en caso de que no se haya realizado la verificación del espectrómetro) y luego continuar con 7.7.

- 7.1.1** Prepare y reúna el Dewar que contiene el N₂(l) del iN10 (el de 10 L o bien el de 3 L en caso de que sea ese el único que tiene N₂(l)), así como el Dewar de 1 L, un embudo de plástico grande y un embudo de plástico pequeño para uso en el microscopio infrarrojo. Reúna con lo anterior los dos pares de guantes para manejo de N₂(l) (en el proceso se puede solicitar ayuda a una segunda persona por lo que cada una debe usar guantes para manejo de N₂(l), lentes y gabacha).
- 7.1.2** Colóquese los guantes para manejo de N₂(l), así como los lentes.
- 7.1.3** Vierta una cantidad máxima aproximada de 750mL de N₂(l), del Dewar que contiene el N₂(l) al Dewar de 1 L, con la ayuda de un embudo de plástico grande. El equipo puede trabajar con sólo 300 mL de N₂(l) pero puede ser que esto ocasione que el detector funcione por pocas horas.
- 7.1.4** Tape y devuelva el Dewar que contiene el N₂(l) al lugar donde estaba almacenado.
- 7.1.5** Traslade el Dewar de 1 L que ahora contiene el N₂(l), junto con el embudo de plástico pequeño, al cuarto en que está el microscopio infrarrojo.
- 7.1.6** Abra el Dewar del microscopio infrarrojo, coloque el embudo y proceda a verter muy despacio el N₂(l) desde el Dewar de 1 L, haciendo caer el líquido sobre la pared del embudo y procurando no rebasar su capacidad.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 6 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

Nota 3. Es recomendable agregar primero una pequeña cantidad (50 a 100 mL) y esperar al menos un minuto antes de continuar.

7.1.7 Retire el embudo del microscopio infrarrojo y coloque el tapón, al terminar de verter todo el N₂(l). A veces el tapón no se logrará acomodar debido a la evaporación del N₂(l) pero luego de un rato será más fácil colocarlo bien.

7.1.8 Devuelva el Dewar de 1 L y el embudo pequeño, junto con los guantes para manejo de N₂(l) y el embudo de plástico grande, al lugar designado para esto.

7.2 Registro de condiciones ambientales:

7.2.1 Registre, como persona asignada en el mes vigente, sustituto o responsable del equipo, al menos una vez al día, las lecturas de temperatura y humedad desplegadas por el termohigrómetro ubicado en el Cuarto de Instrumentos, excluyendo del registro los días no hábiles como los fines de semana, asuetos, feriados, permisos de ausencia por disposición Institucional (por ejemplo: debido a emergencias naturales) y a manera de excepción cuando por alguna situación puntual (por ejemplo personal escaso) no se puedan realizar las mediciones dentro de la jornada ordinaria (incluyendo la respectiva justificación en la fecha con el registro faltante, por ejemplo evacuación; personal insuficiente por cierre colectivo, personal en teletrabajo, etc.). Esto último no aplica cuando en la jornada ordinaria (o en la jornada extraordinaria si se labora) se realicen análisis con el equipo instrumental en cuyo caso sería la persona usuaria del equipo la encargada de hacer el registro de las condiciones ambientales. Para dicho registro utilice el "Formulario de Registro de condiciones de temperatura de un área de trabajo". Indique el porcentaje de humedad relativa en el apartado de observaciones. Una vez finalizado el mes convierta el archivo a PDF, fírmelo y guárdelo en la carpeta destinada para este fin.

7.2.2 Verifique, como persona asignada (ver 7.2.1), que exista congruencia entre la temperatura programada para el aire acondicionado (Set to) y la temperatura del cuarto (Room) que se indican en el monitor del cuarto de instrumentos, esto con el fin de confirmar que el sistema se encuentra funcionando dentro de lo previsto. Realice una anotación en apartado de observaciones del respectivo día en que registra 7.2.1, cuando el equipo se encuentre apagado o presente algún tipo de falla y reporte al Proveedor del servicio de mantenimiento de aires acondicionados.

7.3 Encendido, preparación y verificación del microscopio infrarrojo:

7.3.1 Encienda la computadora y el equipo en caso de que este se encuentre apagado. El equipo permanece encendido salvo por algún evento o mantenimiento que obligue a su apagado. En caso de estar apagado consulte al encargado del equipo y según su indicación se procede con el encendido; luego de esto, para la estabilidad e inicio de lecturas (después de haber estado apagado) deberá esperar al menos una hora antes de iniciar.

7.3.2 Anote en las bitácoras de control de uso del microscopio infrarrojo y del estereoscopio lo correspondiente al inicio de su uso.

7.3.3 Abra el software "Resolutions Pro" ubicado como acceso directo en el escritorio.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 7 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- 7.3.4** Limpie el accesorio de micro ATR con papel óptico. El accesorio con punta de Ge permite la limpieza con el uso de IPA sin restricción, humedeciendo el papel y frotando suavemente sobre la punta. Para el accesorio con punta de diamante se indica utilizar el papel óptico frotando suavemente sobre la punta, pero cuando se encuentra impregnado de alguna sustancia grasosa, aceitosa o en general muy adherida se puede humedecer el papel óptico con IPA y frotar suavemente hasta limpiar la punta.
- 7.3.5** Coloque el accesorio de micro ATR en el espacio respectivo bajo el objetivo del microscopio, introduciéndolo totalmente.
- 7.3.6** Seleccione como método (en la computadora) "ATR Diamante" ó "ATR Ge" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indicaba "Current Scan" (ver figura 1). El método elegido dependerá del micro ATR en uso.
- 7.3.7** Seleccione el ícono de "Signal Lever Monitor"  para evaluar la señal de lectura del interferograma con el método seleccionado. Debe observarse un centro del interferograma entre 450 y 550 puntos y una intensidad superior a los 2,0V (este valor típicamente se obtiene después de unos minutos de haber agregado el N₂(l), después de unos 20 minutos el valor puede aumentar al doble o más). En caso de no obtener estos valores consulte con el encargado del equipo para que proceda según indique. Si cumple con lo anterior dar "OK" y cerrar la pantalla emergente.

Nota 4. Los métodos de ATR fueron diseñados con los siguientes ajustes, con lo cual se debería obtener esa intensidad bajo una apertura de 150 * 150 µm. Cuando se está analizando la muestra y se requiera aberturas menores que no alcancen esa intensidad proceda a modificar la sensibilidad hasta obtener un valor de intensidad superior a 2,0 V. En tamaños límite de muestras cercanos a los 10 * 10 µm se puede necesitar subir la sensibilidad al máximo de 16 y a pesar de obtener un voltaje aún menor a 1,0 V se puede leer un espectro interpretable (ver 8.2).

Número de escaneos: 64

Resolución: 4

Ámbito de escaneo: 4000 – 650 cm⁻¹

Sensibilidad: 2

Apertura de la fuente: 1.0 cm⁻¹ at 4000 cm⁻¹

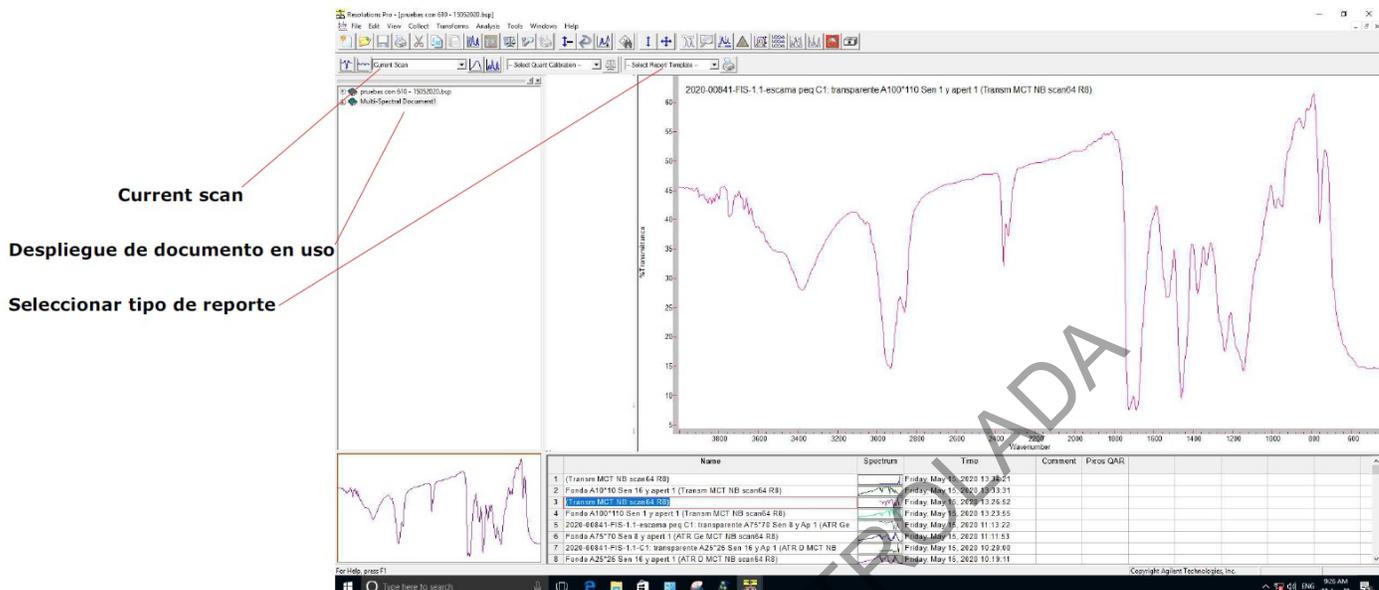


Figura 1. Pantalla del Resolutions Pro.

7.3.8 Mueva la platina hacia abajo lo suficiente para colocar el dispositivo para muestras con el cual leerá el Material de Referencia de poliestireno no certificado. Generalmente este un trozo rectangular del material de referencia, de al menos 5 * 2 cm, estará fijo sobre un soporte de vidrio para realizar la lectura en forma más directa, si esto no está preparado puede utilizar un soporte de portaobjetos y fijar el material de referencia.

Nota 5: Los pasos 7.3.8 al 7.3.27 deben ser realizados por el primer usuario del equipo que lo va a utilizar en la semana respectiva en que se estén realizando casos, de tal forma que se registre esta verificación completa al menos una vez en esa semana. El usuario respectivo debe entonces revisar la bitácora del equipo para asegurarse si le corresponde o no realizar esta verificación.

Nota 6: El Material de Referencia de poliestireno no certificado consiste en una lámina plástica transparente preparada y verificada según 7.4. En caso de que el material en uso se encuentre muy deteriorado por las múltiples lecturas proceda a repetir 7.4 y generar así un nuevo Material de Referencia de poliestireno no certificado.

7.3.9 Coloque el soporte con el trozo del Material de Referencia de poliestireno no certificado (de al menos 5 * 2 cm) en la posición respectiva de la platina asegurando una posición que no se vea afectada por movimientos de la platina.

7.3.10 Deslice hacia afuera el accesorio de micro ATR hasta escuchar y sentir un "Clack", con eso queda libre el objetivo para visión directa.

7.3.11 Mueva el carro hasta colocar en posición el objetivo de 4X.

7.3.12 Encienda el botón "Stop/View" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio, en caso de que no esté encendido.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 9 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- 7.3.13** Enfoque y centre la zona del Material de Referencia de poliestireno no certificado que desea leer. Recuerde que se encuentra con un aumento menor al de la lectura, por lo que todavía se requiere ajustar con el objetivo de ATR.
- 7.3.14** Mueva el carro hasta colocar en posición el objetivo de ATR y ajuste la posición de lectura y área a analizar (apertura) según lo requiera. Ahora se encuentra con el aumento en que hará la medición y para ajustar la apertura utilice los botones superiores del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio, para el poliestireno se analiza siempre con una apertura de 150 * 150 µm.
- 7.3.15** Deslice hacia adentro el accesorio de micro ATR hasta escuchar y sentir un "Clack".
- 7.3.16** Oprima el botón "Background" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura de la señal de fondo. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Background" .
- 7.3.17** Indique el nombre de la carpeta de espectros que está leyendo en la pantalla emergente. El software crea automáticamente una carpeta del tipo "Multi-Spectral Document" que se le cambia el nombre, en este caso a "Poliestireno ddmmaaaa", donde dd es el día, mm es el mes y aaaa es el año.
- 7.3.18** Seleccione el ícono de "Monitor Live Spectrum"  y mueva la platina hacia arriba hasta lograr contacto y presión entre la punta del ATR y el Material de Referencia de poliestireno no certificado. Para evaluar si el contacto y la presión son suficiente se utiliza la ventana que se despliega después de seleccionar el ícono indicado y a medida que se ejerce presión se puede ver el espectro, se utiliza el ícono "Autoscale X%Y"  para visualizar este espectro en tiempo real.
- 7.3.19** Oprima el botón "Scan" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura del espectro. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el botón "Scan" de la pantalla del "Monitor Live Spectrum", ó incluso puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Sample" .
- 7.3.20** Mueva la platina hacia abajo después de obtener el espectro liberando así el Material de Referencia de poliestireno no certificado.
- 7.3.21** Corrija el nombre del espectro generado por el software, el cual se encuentra en la primera línea de la hoja electrónica que se despliega en la parte inferior central. Este nombre es parcialmente editado dentro del método con variables de interés, por lo que debe cambiar "Muestra" por "Poliestireno".
- 7.3.22** Seleccione la opción "Save" del menú "File" para almacenar la lectura realizada.
- 7.3.23** Seleccione del menú "View" la opción "X Axis" y de este la opción "X4 SSP". Con esta opción el eje X por debajo de 2000 cm⁻¹ es expandido por un factor de 4.
- 7.3.24** Seleccione el ícono "Peak Pick" . En la ventana que se despliega anotar una sensibilidad de 4 y dar "OK".

Nota 7. El microscopio con ATR se verifica con el Material de Referencia de poliestireno no certificado, por lo que el perfil total del espectro debe corresponder con el del poliestireno estándar, de forma que se cumpla con la presencia de los siguientes picos: 3060 cm⁻¹, 3026 cm⁻¹, 2920 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 1492 cm⁻¹ y 1028 cm⁻¹ (todos con ± 5 cm⁻¹). Ver Anexo N° 01. Si esto no se cumple consulte con el encargado del equipo para

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 10 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

que proceda según indique, puede requerirse una realineación y luego repetir. Si a pesar de esto no pasa ver apartado 8.

7.3.25 Seleccione "PJ QAR 2" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indica "Select Report Template" (ver figura 1) y luego seleccione el ícono "Apply & Print Report" .

7.3.26 Complete la impresión en PDF del reporte generado, identificando como nombre "Poliestireno ddmmaaaa", donde dd es el día, mm es el mes y aaaa es el año y almacene este archivo en la carpeta "F:/Pruebas y diagnósticos/Año/Verificación Poliestireno".

7.3.27 Ingrese los datos de los picos en el Formulario Carta de Control de material de referencia de poliestireno.

7.4 Selección y verificación del Material de Referencia de poliestireno no certificado para el análisis por ATR:

7.4.1 Seleccione y recorte el material de poliestireno que se convertirá en el Material de Referencia de poliestireno no certificado. Este puede provenir de algún recipiente o artículo transparente con lados planos de los cuales sea posible recortar una lámina rectangular de al menos 7 * 2 cm. Para este efecto por ejemplo existen cajas transparentes de poliestireno y algunos estuches plásticos para discos compactos cuyo lado transparente es de poliestireno.

7.4.2 Limpie la lámina recortada de poliestireno con papel óptico.

7.4.3 Realice de 7.3.1 a 7.3.27 hasta obtener 7 lecturas independientes de la lámina recortada. En 7.3.17 deberá cambiar "Poliestireno ddmmaaaa" por "Lámina de poliestireno ddmmaaaa". En 7.3.21 deberá cambiar "Poliestireno" por "Lámina de Poliestireno - lectura x" donde x es el número de lectura realizada. En 7.3.26 cambiar "Poliestireno ddmmaaaa" por "Lámina de poliestireno ddmmaaaa - lectura x".

7.4.4 Verifique que el espectro obtenido en cada una de las lecturas de la lámina de poliestireno concuerde con el espectro del Material de Referencia de poliestireno certificado del anexo 01.

Nota 8. El poliestireno es un plástico cuya composición química y estructural no se ven afectados en condiciones típicas de ambiente y temperatura. La lámina de poliestireno que constituye el material de referencia certificado por tanto debe mantener su integridad química durante su vida útil. Adicionalmente debe considerarse que el equipo debe recibir al menos un servicio de mantenimiento y verificación por año por parte de un ente externo y en cuyo protocolo debe incluir una verificación del microscopio infrarrojo con un Material de Referencia de poliestireno certificado.

7.4.5 Ingrese los datos de los picos de cada una de las lecturas de la lámina de poliestireno en el Formulario Carta de Control de material de referencia de poliestireno. Todos los resultados deben cumplir con los criterios de aceptación indicados en el apartado 8, después de los cual la lámina de poliestireno se constituirá en un nuevo Material de Referencia de poliestireno no certificado.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 11 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

7.4.6 Separe el material de referencia preparado al menos en dos partes, una parte mayor será usada como se indica en 7.3.8 y un trozo de forma cuadrada de al menos 2 x 2 cm se usará en 7.5.11.

7.5 Encendido, preparación y verificación del espectrómetro con IRIS-ATR:

7.5.1 Encienda la computadora y el equipo en caso de que este se encuentre apagado. El equipo permanece encendido salvo por algún evento o mantenimiento que obligue a su apagado. En caso de estar apagado consulte al encargado del equipo y según su indicación se procede con el encendido; luego de esto, para la estabilidad e inicio de lecturas (después de haber estado apagado) deberá esperar al menos treinta minutos antes de iniciar.

7.5.2 Anote en las bitácoras de control de uso del microscopio infrarrojo y del estereoscopio lo correspondiente al inicio de su uso.

7.5.3 Abra el software "Resolutions Pro" ubicado como acceso directo en el escritorio.

7.5.4 Levante la tapa del compartimiento de muestra del espectrómetro.

7.5.5 Limpie el accesorio IRIS-ATR con papel óptico humedecido con IPA, frotando suavemente el área del cristal de diamante y la punta de la prensa, hasta limpiar ambas superficies.

7.5.6 Seleccione como método (en la computadora) "IRIS ATR Diamante" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indicaba "Current Scan" (ver figura 1).

7.5.7 Seleccione el ícono de "Signal Lever Monitor"  para evaluar la señal de lectura del interferograma. Debe observarse un centro del interferograma entre 450 y 550 puntos y una intensidad superior a 0,9V. En caso de no obtener estos valores consulte con el encargado del equipo para que proceda según indique. Si cumple con lo anterior dar "OK" y cerrar la pantalla emergente.

Nota 9. El método "IRIS ATR Diamante" fue diseñado con los siguientes ajustes, con lo cual se debería obtener esa intensidad.

Número de escaneos: 16

Resolución: 4

Ámbito de escaneo: 4000 – 400 cm^{-1}

Sensibilidad: 2

Apertura de la fuente: 4.0 cm^{-1} at 4000 cm^{-1}

7.5.8 Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia arriba para liberar el espacio suficiente sobre el cristal de diamante para la colocación de la muestra.

Nota 10: Los pasos 7.5.8 al 7.5.21 deben ser realizados por el primer usuario del IRIS-ATR que lo va a utilizar en la semana respectiva en que se estén realizando casos por esta técnica, de tal forma que se registre esta verificación completa al menos una vez en esa semana. El usuario respectivo debe entonces revisar la bitácora del equipo para asegurarse si le corresponde o no realizar esta verificación.

Nota 11: El Material de Referencia de poliestireno no certificado consiste en un trozo de la lámina plástica transparente preparada y verificada según 7.4. En caso de que el

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 12 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

material en uso se encuentre muy deteriorado por las múltiples lecturas proceda a repetir 7.4 y generar así un nuevo Material de Referencia de poliestireno no certificado.

7.5.9 Oprima el botón "Background" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura de la señal de fondo. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Background" .

7.5.10 Indique el nombre de la carpeta de espectros que está leyendo en la pantalla emergente. El software crea automáticamente una carpeta del tipo "Multi-Spectral Document" que se le cambia el nombre, en este caso a "Poliestireno ddmmaaaa", donde dd es el día, mm es el mes y aaaa es el año.

7.5.11 Coloque el trozo del Material de Referencia de poliestireno no certificado (el cuadrado de al menos 2 x 2 cm) en la posición respectiva sobre el cristal de diamante del IRIS-ATR.

7.5.12 Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia abajo hasta hacer contacto con el Material de Referencia de poliestireno no certificado. Continúe con el movimiento hacia abajo hasta ejercer la presión suficiente (el máximo de esta presión es cuando se siente un "clack" en la prensa lo cual es un sistema de seguridad que evita ejercer una presión excesiva).

7.5.13 Oprima el botón "Scan" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura del espectro. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Sample" .

7.5.14 Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia arriba después de obtener el espectro liberando así el Material de Referencia de poliestireno no certificado.

7.5.15 Corrija el nombre del espectro generado por el software, el cual se encuentra en la primera línea de la hoja electrónica que se despliega en la parte inferior central. Este nombre es parcialmente editado dentro del método con variables de interés, por lo que debe cambiar "Muestra" por "Poliestireno".

7.5.16 Seleccione la opción "Save" del menú "File" para almacenar la lectura realizada.

7.5.17 Seleccione del menú "View" la opción "X Axis" y de este la opción "X4 SSP". Con esta opción el eje X por debajo de 2000 cm^{-1} es expandido por un factor de 4.

7.5.18 Seleccione el ícono "Peak Pick" . En la ventana que se despliega anotar una sensibilidad de 4 y dar "OK".

Nota 12. El IRIS-ATR se verifica con el Material de Referencia de poliestireno no certificado, por lo que el perfil total del espectro debe corresponder con el del poliestireno estándar, de forma que se cumpla con la presencia de los siguientes picos: 3060 cm^{-1} , 3026 cm^{-1} , 2920 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1492 cm^{-1} y 1028 cm^{-1} (todos con $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$). Ver Anexo N° 01. Si esto no se cumple consulte con el encargado del equipo para que proceda según indique, puede requerirse una realineación y luego repetir. Si a pesar de esto no pasa ver apartado 8.

7.5.19 Seleccione "PJ QAR 2" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indica "Select Report Template" (ver figura 1) y luego seleccione el ícono "Apply & Print Report" .

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 13 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

7.5.20 Complete la impresión en PDF del reporte generado, identificando como nombre "Poliestireno ddmmaaaa", donde dd es el día, mm es el mes y aaaa es el año y almacene este archivo en la carpeta "F:/Pruebas y diagnósticos/Año/Verificación Poliestireno".

7.5.21 Ingrese los datos de los picos en el Formulario Carta de Control de material de referencia de poliestireno.

7.6 Lectura de muestras por micro ATR:

7.6.1 Seleccione en la computadora del menú "File" la opción "New", luego "Multi-Spectral Document". En caso de que lo que vaya a analizar sea continuación de un trabajo anterior, en lugar de crear un nuevo "Multi-Spectral Document" puede abrir la respectiva carpeta y continuar en ella.

Nota 13. El software crea una carpeta en que se incluirá todos los espectros que así se desee. Después de realizar la primera lectura (que generalmente será el primer blanco) el software pedirá el nombre de esta carpeta (ver 7.6.15) y el mismo será sustituido en el despliegue de la izquierda (ver figura 1).

7.6.2 Limpie el accesorio de micro ATR con papel óptico. El accesorio con punta de Ge permite la limpieza con el uso de IPA sin restricción, humedeciendo el papel y frotando suavemente sobre la punta. Para el accesorio con punta de diamante se indica utilizar el papel óptico frotando suavemente sobre la punta, pero cuando se encuentra impregnado de alguna sustancia grasosa, aceitosa o en general muy adherida se puede humedecer el papel óptico con IPA y frotar suavemente hasta limpiar la punta.

7.6.3 Coloque el accesorio de micro ATR en el espacio respectivo bajo el objetivo del microscopio, introduciéndolo totalmente.

7.6.4 Seleccione como método (en la computadora) "ATR Diamante" ó "ATR Ge" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indicaba "Current Scan" (ver figura 1). El método elegido dependerá del micro ATR en uso.

7.6.5 Coloque la muestra a leer sobre el dispositivo para muestras seleccionado para esto. Generalmente se utiliza un soporte de portaobjetos y sobre este un portaobjetos en el cual se fija la muestra con ayuda de cinta adhesiva. Debido a que generalmente la muestra puede ser muy pequeña es conveniente el uso del estereoscopio para lograr seleccionar y colocar el mejor sector de interés, según el tipo de muestra y criterio del analista, para ello utilice pinzas y/o bisturí y trozos de cinta adhesiva.

7.6.6 Mueva la platina hacia abajo lo suficiente para colocar el dispositivo con la muestra.

7.6.7 Coloque el dispositivo con la muestra en la posición respectiva de la platina asegurando una posición que no se vea afectada por movimientos de la platina.

7.6.8 Deslice hacia afuera el accesorio de micro ATR hasta escuchar y sentir un "Clack", con eso queda libre el objetivo para visión directa.

7.6.9 Mueva el carro hasta colocar en posición el objetivo de 4X.

7.6.10 Encienda el botón "Stop/View" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio, en caso de que no esté encendido.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 14 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- 7.6.11** Enfoque y centre la zona de la muestra que desea leer. Recuerde que se encuentra con un aumento menor al de la lectura, por lo que todavía se requiere ajustar con el objetivo de ATR.
- 7.6.12** Mueva el carro hasta colocar en posición el objetivo de ATR y ajuste la posición de lectura y área a analizar (abertura) según lo requiera. Ahora se encuentra con el aumento en que hará la medición y para ajustar la apertura utilice los botones superiores del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio.
- 7.6.13** Deslice hacia adentro el accesorio de micro ATR hasta escuchar y sentir un "Clack".
- 7.6.14** Oprima el botón "Background" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura de la señal de fondo. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Background" .
- 7.6.15** Indique el nombre de la carpeta de espectros que está leyendo en la pantalla emergente, generalmente es un caso por lo que puede indicar aaaa-xxxxx-FIS, donde aaaa es el año y xxxxx es el número de caso. Aquí es donde se le da nombre a la carpeta "Multi-Spectral Document" creada en 7.6.1.
- 7.6.16** Seleccione el ícono de "Monitor Live Spectrum"  y mueva la platina hacia arriba hasta lograr contacto y presión entre la punta del micro ATR y la muestra. Para evaluar si el contacto y la presión son suficiente se utiliza la ventana que se despliega después de seleccionar el ícono indicado y a medida que se ejerce presión se puede ver el espectro, se utiliza el ícono "Autoscale X%Y"  para visualizar este espectro en tiempo real.
- 7.6.17** Oprima el botón "Scan" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura del espectro. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el botón "Scan" de la pantalla del "Monitor Live Spectrum", ó incluso puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Sample" .
- 7.6.18** Mueva la platina hacia abajo después de obtener el espectro liberando así la muestra.
- 7.6.19** Corrija el nombre del espectro generado por el software, el cual se encuentra en la primera línea de la hoja electrónica que se despliega en la parte inferior central. Este nombre es parcialmente editado dentro del método con variables de interés, por lo que debe cambiar "Muestra" por datos específicos de esta, por ejemplo "2022-00841-FIS-1.1-C1 Transparente". Todos los espectros que se vayan obteniendo y que se despliegan en esa hoja electrónica quedarán almacenados en la carpeta activa, por lo que cada vez que realiza cambios en los nombres debe salvar el cambio.
- 7.6.20** Repita de 7.6.8 a 7.6.19 (omitiendo 7.6.14 y 7.6.15) para lectura de otras áreas en la misma muestra o retire el dispositivo con la muestra de la platina y proceda a retirar la muestra ya sea para eliminarla o almacenarla según proceda. El dispositivo se debe limpiar con IPA y papel óptico para su posterior uso. Adicionalmente puede ser necesario limpiar de nuevo la punta del accesorio de micro ATR en caso de que el analista así lo considere, para lo cual hay que repetir 7.6.2., ya sea directamente bajo el objetivo, ó retirándolo un momento de su posición.
- 7.6.21** Repita de 7.6.5 a 7.6.20 (omitiendo 7.6.14 y 7.6.15) según lo requiera para otras muestras del mismo caso, o desde 7.6.1 cuando se analice otro caso. De acuerdo con su criterio al ver los espectros que se van obteniendo entre un mismo caso o entre casos

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 15 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

diferentes puede actualizar la señal de fondo leyéndola nuevamente repitiendo 7.6.14, manteniendo una separación entre la punta del micro ATR y la muestra.

7.6.22 Retire totalmente el accesorio de micro ATR del objetivo del microscopio y almacénelo en el lugar que se tiene asignado.

7.7 Lectura de muestras por IRIS-ATR:

Nota 14. El perito a cargo del caso decide según su criterio la conveniencia de analizar una muestra por IRIS-ATR. Esta conveniencia puede deberse a situaciones como por ejemplo no existir limitante en el tamaño de la muestra o a la necesidad de analizar en el ámbito total de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ como es el caso de muestras de pirotecnia.

7.7.1 Seleccione en la computadora del menú "File" la opción "New", luego "Multi-Spectral Document". En caso de que lo que vaya a analizar sea continuación de un trabajo anterior, en lugar de crear un nuevo "Multi-Spectral Document" puede abrir la respectiva carpeta y continuar en ella.

Nota 15. El software crea una carpeta en que se incluirá todos los espectros que así se desee. Después de realizar la primera lectura (que generalmente será el primer blanco) el software pedirá el nombre de esta carpeta (ver 7.7.7) y el mismo será sustituido en el despliegue de la izquierda (ver figura 1).

7.7.2 Levante la tapa del compartimiento de muestra del espectrómetro, en caso de que se encuentre abajo.

7.7.3 Limpie el accesorio IRIS-ATR con papel óptico humedecido con IPA, frotando suavemente el área del cristal de diamante y la punta de la prensa, hasta limpiar ambas superficies.

7.7.4 Seleccione como método (en la computadora) "IRIS ATR Diamante" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indicaba "Current Scan" (ver figura 1).

7.7.5 Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia arriba para liberar el espacio suficiente sobre el cristal de diamante para la colocación de la muestra.

7.7.6 Oprima el botón "Background" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura de la señal de fondo. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Background" .

7.7.7 Indique el nombre de la carpeta de espectros que está leyendo en la pantalla emergente, generalmente es un caso por lo que puede indicar aaaa-xxxxx-FIS, donde aaaa es el año y xxxxx es el número de caso. Aquí es donde se le da nombre a la carpeta "Multi-Spectral Document" creada en 7.7.1.

7.7.8 Prepare la muestra a leer. El cristal de diamante del IRIS-ATR tiene un área de análisis de 1,8 mm de diámetro, por lo cual ese es el tamaño limitante del área a analizar en una muestra sólida. El analista debe preparar la muestra logrando una superficie lo más plana posible sobre el cristal, para hacerlo es conveniente el uso de un estereoscopio, pinzas y/o bisturí y de ser necesario, trozos de cinta adhesiva para asegurar que al presionar la punta de la prensa del IRIS-ATR la muestra se mantenga en la posición elegida. En el caso de material en polvo el analista debe utilizar una espátula fina para trasladar la cantidad suficiente del polvo para cubrir la superficie del cristal.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 16 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- 7.7.9** Coloque la muestra en la posición respectiva sobre el cristal de diamante del IRIS-ATR.
- 7.7.10** Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia abajo hasta hacer contacto con la muestra. Continúe con el movimiento hacia abajo hasta ejercer la presión suficiente (el máximo de esta presión es cuando se siente un "clack" en la prensa lo cual es un sistema de seguridad que evita ejercer una presión excesiva).
- 7.7.11** Oprima el botón "Scan" del panel que se encuentra al lado derecho del microscopio para iniciar la lectura del espectro. Esto de igual manera puede hacerlo seleccionando el ícono "Collect Sample" .
- 7.7.12** Mueva la punta de la prensa del IRIS-ATR hacia arriba después de obtener el espectro liberando así la muestra.
- 7.7.13** Corrija el nombre del espectro generado por el software, el cual se encuentra en la primera línea de la hoja electrónica que se despliega en la parte inferior central. Este nombre es parcialmente editado dentro del método con variables de interés, por lo que debe cambiar "Muestra" por datos específicos de esta, por ejemplo "2022-00902-FIS-1.1- polvo blanco". Todos los espectros que se vayan obteniendo y que se despliegan en esa hoja electrónica quedarán almacenados en la carpeta activa, por lo que cada vez que realiza cambios en los nombres debe salvar el cambio.
- 7.7.14** Repita de 7.7.9 a 7.7.13 (omitiendo 7.7.6 y 7.7.7) para lectura de otras áreas en la misma muestra o proceda a retirar la muestra ya sea para eliminarla o almacenarla según proceda. El accesorio IRIS-ATR se debe limpiar con IPA y papel óptico para su posterior uso.
- 7.7.15** Repita de 7.7.8 a 7.7.14 (omitiendo 7.7.6 y 7.7.7) según lo requiera para otras muestras del mismo caso, o desde 7.7.1 cuando se analice otro caso. De acuerdo con su criterio al ver los espectros que se van obteniendo entre un mismo caso o entre casos diferentes puede actualizar la señal de fondo leyéndola nuevamente repitiendo 7.7.6, manteniendo libre el área del cristal de diamante.
- 7.7.16** Al final de la medición de todas las muestras, baje la tapa del compartimiento de muestra del espectrómetro.

7.8 Análisis, procesamiento e impresión de espectros:

- 7.8.1** Seleccione uno o dos espectros de la carpeta activa, los cuales se despliegan en la hoja electrónica. En caso de que requiera procesar de otra carpeta deberá abrirla seleccionando del menú "File" la opción "Open".
- 7.8.2** Seleccione los íconos "Autoscale X&Y"  y "Display – Overlay/Stack"  para desplegar los espectros en el ámbito total en que se midieron y separarlos entre sí.
- 7.8.3** Seleccione del menú "View" la opción "X Axis" y de este la opción "X4 SSP". Con esta opción el eje X por debajo de 2000 cm⁻¹ es expandido por un factor de 4.
- 7.8.4** Seleccione el ícono "Peak Pick" . En la ventana que se despliega anotar una sensibilidad de 4 o 5 y dar OK. Esto genera la anotación de picos en los espectros y se puede ajustar al repetir y seleccionar otro número de sensibilidad según la cantidad de picos que desea identificar en el espectro. El analista puede en este paso eliminar picos al seleccionarlos con el botón derecho del mouse y la opción "Delete". También puede

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 17 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

indicar un punto de interés en el espectro al seleccionar el punto con el botón derecho del mouse y la opción "New" "Position Label", luego marca el punto o la etiqueta que se generó con el botón derecho del mouse y la opción "Properties", ahí puede por ejemplo eliminar decimales a la etiqueta y colocarla en vertical como el resto de picos.

7.8.5 Seleccione "PJ QAR 1" del despliegue superior izquierdo donde inicialmente indica "Select Report Template" (ver figura 1) y luego seleccione el ícono "Apply & Print Report" . Si el analista requiere de otro tipo de reporte, editar alguno o acomodar la visualización de los picos, puede hacerlo al seleccionar del menú "File" la opción "Print Composition" "Open" y de ahí seleccionar el "archivo".BPT con el cual va a trabajar ("archivo" es por ejemplo PJ QAR 1).

7.8.6 Complete la impresión en PDF del reporte generado, identificando el nombre con los espectros trabajados, por ejemplo "IR - 1.1.- 1° Y 2° capas"; y almacene este archivo en la carpeta "F:/Casos/Año/Area/caso", donde "caso" es el la identificación del caso de esa muestra.

7.9 Búsqueda de espectros en bibliotecas:

7.9.1 Seleccione el espectro de interés para búsqueda. Puede hacerlo marcándolo en la hoja electrónica o directamente en la ventana de espectros.

7.9.2 Seleccione del menú "File" la opción "Export spectrum". Si no se despliega una ventana es porque el nombre del espectro de interés puede contener un carácter no aceptado como lo es el ":", por tanto debe eliminar todos estos y se podrá hacer la exportación.

7.9.3 Salve el espectro con la terminación ".spc" en la carpeta "F:/Espectros para búsqueda".

7.9.4 Abra el software "KnowItAll" ubicado como acceso directo en el escritorio.

7.9.5 Seleccione el ícono "SearchIt"  del sector izquierdo.

7.9.6 Seleccione o elimine bibliotecas a usar para la búsqueda según lo que se despliega en la pestaña "Databases".

7.9.7 Active el botón "Spectral - IR", elija el archivo que contiene el espectro de interés y active OPEN.

7.9.8 Indique la técnica usada para obtener el espectro seleccionando "ATR-IR" del desplegable al lado izquierdo de la ventana que se desplegó, luego "OK".

7.9.9 Active el botón "Search". Esto activa la búsqueda y al final genera la pantalla "Minelt" donde se enlista los espectros encontrados y su índice de similaridad.

7.9.10 Active la pestaña "ReportIt" y seleccione el tipo de reporte a usar, eligiendo entre las opciones que aparecen en la ventana que se desplegó, luego "OK".

7.9.11 Active el ícono "Print".

7.9.12 Complete la impresión en PDF del reporte generado, identificando el nombre con el espectro buscado y almacene este archivo en la carpeta "F:/Casos/Año/Area/caso", donde "caso" es el la identificación del caso de esa muestra.

7.10 Apagado del equipo:

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 18 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

7.10.1 Proceda únicamente con colocarle el cobertor al equipo sin tapar la parte de atrás del mismo. Para efectos de trabajo ordinario el equipo permanece siempre encendido.

7.10.2 Cierre el software "Resolutions Pro" y el "KnowItAll" en caso de haberlo utilizado.

7.10.3 Apague la computadora.

7.10.4 Anote en las bitácoras de control de uso del microscopio infrarrojo y del estereoscopio lo correspondiente al final de su uso.

7.11 Respaldo de la información:

7.11.1 Proceda como encargado del equipo a realizar un respaldo externo de toda la información recolectada con el microscopio infrarrojo (espectros de las muestras), cada tres meses, con el uso de la unidad de almacenamiento externa destinada para este fin.

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor Límite	Corrección Aplicable
8.1	Material de Referencia de poliestireno no certificado.	Picos de referencia: 3060 cm^{-1} , 3026 cm^{-1} , 2920 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1492 cm^{-1} y 1028 cm^{-1} ; todos con $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$ con respecto a la carta de control del material de referencia de poliestireno.	Si el reporte indica que no pasa se debe realinear y repetir de nuevo la prueba. Si persiste el fallo interno indica que el espectrómetro presenta una falla de operación por lo que el encargado del equipo deberá comunicarlo al Líder Técnico para que proceda a sacar de funcionamiento el equipo. El encargado del equipo o la Jefatura procederán entonces a comunicarse con el proveedor del servicio de mantenimiento.
8.2	Intensidad de transmitancia mínima	8% (con relación señal/ruido = 5/1 en la banda menos intensa).	Los espectros de infrarrojo se caracterizan por generar un patrón de bandas característico, donde el ruido generalmente no sobresale sobre su línea base y permite la búsqueda en bibliotecas sin generar mayores dificultades a los algoritmos de comparación. Se establece como un criterio mínimo de aceptación de un espectro infrarrojo obtenido por este equipo, aquel que aunque alcance una intensidad de transmitancia de tan solo 8%, la relación señal a ruido con su banda

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 19 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

			menos intensa no sea menor a 5/1. En caso de que el espectro no cumpla lo anterior se debe rechazar y repetir con una cantidad de muestra mayor (por ejemplo aumentar la abertura).
8.3	Intensidad de transmitancia máxima	Picos con forma definida (no achatados)	Cuando un espectro alcanza intensidades de transmitancia que abarcan casi completo el ámbito de 0 a 100%, se debe considerar si el espectro está bien resuelto (bandas separadas por arriba de su resolución espectral y con intensidades que generen picos no achatados). En caso de que el espectro no esté bien resuelto se considera que está saturado y por tanto el espectro se debe rechazar y repetir con una cantidad de muestra menor (por ejemplo disminuir la abertura).

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

Para la ejecución de este procedimiento no se requieren cálculos ni evaluación de la incertidumbre.

10 Reporte de Análisis y Resultados:

El análisis de cada muestra queda registrado por medio de su espectro. Es el perito a cargo quien decide de acuerdo con su criterio cómo reprocesar ese resultado para su análisis, procesamiento e interpretación (ver 7.6, 7.7 y 7.8), para luego imprimirlo digitalmente e incluirlo dentro del legajo correspondiente.

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- 11.1** Usar gabacha, guantes para manejo de $N_2(l)$ y lentes de seguridad en la recarga de $N_2(l)$.
- 11.2** Para la preparación de muestras se sugiere el uso de bisturí por lo que el analista debe extremar cuidados para no sufrir accidentes por corte.
- 11.3** El $N_2(l)$ es extremadamente frío ($-195,8\text{ °C}$ a una presión de una atmósfera) y por lo tanto potencialmente peligroso. Cuando se llena el Dewar del detector tener el cuidado de no hacer contacto entre el líquido y la piel por salpicaduras. Usar anteojos de seguridad, gabacha y guantes para manejo de $N_2(l)$.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 20 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

- 11.4** Mantener el Dewar o Dewars que contengan N₂(l) en un lugar en que no produzcan derrames ni se vean expuestos a posible fractura, generalmente se puede utilizar un congelador.
- 11.5** Tratándose en la mayoría de los casos de muestras pequeñas siempre existe la posibilidad de que tiendan a fragmentarse más, dificultando su manipulación. De ahí que se recomienda realizar un manejo con precisión, sin ejercer fuerzas que tiendan a fracturar o desmenuzar la muestra. Cuando se sospeche por pruebas preliminares (físicas, organolépticas, etc.) que se está trabajando con material infectocontagioso o tóxico, proceder con el uso de lentes de seguridad, guantes y gabacha.

12 Simbología:

%	Símbolo de porcentaje
°C	Símbolo de grado centígrado
µm	Símbolo de micrómetro
ATR	Reflectancia total atenuada
cm	Símbolo de centímetro
cm ⁻¹	Símbolo de centímetro recíproco
CPU	Unidad central de procesamiento
DCF	Departamento de Ciencias Forenses
ECE	Específico, Calidad, Equipo
FIS	Sección de Pericias Físicas
FTIR	Técnica de infrarrojo con transformada de Fourier
GB	Símbolo de gigabyte
Ge	Símbolo de germanio
GHz	Símbolo de gigahercio
IPA	Alcohol isopropílico
IR	Radiación infrarroja
L	Símbolo de litro
mL	Símbolo de mililitro
Nº	Número
N ₂ (l)	Símbolo de nitrógeno líquido
N/A	No aplica
P	Procedimiento
PDF	Formato de documento portatíl
QAR	Unidad de Análisis Químico de Residuos
SCD	Solicitud de cambio documental
V	Símbolo de voltio

13 Terminología:

ATR: La reflexión total atenuada es una técnica de análisis en espectroscopía infrarroja, la cual funciona midiendo los cambios que ocurren en un haz IR reflejado internamente cuando el haz entra en contacto con una muestra. Un haz de luz infrarroja se dirige a un cristal ópticamente denso con un alto índice de refracción (por ejemplo diamante o germanio) en un cierto ángulo, se produce una reflectancia interna que crea una onda evanescente que se extiende más allá de la superficie del cristal llegando a la muestra que está en contacto con ese cristal. En las

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 21 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

regiones del espectro IR donde la muestra absorbe energía, la onda evanescente se atenuará. El haz atenuado regresa al cristal, luego sale por el extremo opuesto de éste y se dirige al detector en el espectrómetro IR. El detector registra el haz IR atenuado como una señal de interferograma, que luego se utiliza para generar un espectro IR.

Dewar: es un recipiente diseñado para proporcionar aislamiento térmico, disminuir las pérdidas de calor por conducción, convección o radiación. Se utiliza para almacenar líquidos, fríos o calientes, su principal uso es en el almacenamiento de N₂(l). El vaso Dewar es llamado así por su inventor, el físico escocés James Dewar, (1842 – 1923).

Espectro IR: El espectro IR de una muestra es una gráfica de la cantidad de energía IR (eje y) que es absorbida a determinadas frecuencias (eje x) en la región infrarroja del espectro electromagnético.

Espectroscopía: La palabra viene de la raíz latina spectrum (aparición) y de la palabra griega skopia (ver). Por lo tanto, por definición la espectroscopía es la ciencia que estudia la interacción de la luz y la materia.

Espectrómetro infrarrojo: Equipo donde se lleva a cabo la medición (interacción) entre una muestra y la radiación infrarroja.

Icono: Dibujo sobre una ventana de una aplicación de computadora el cual activa un comando específico.

IRIS-ATR: Herramienta o accesorio que se coloca en la cámara de muestra de un espectrómetro infrarrojo y que permite realizar el proceso de contacto directo para análisis en infrarrojo por reflectancia total atenuada.

Micro-ATR: Herramienta o dispositivo que se coloca bajo el objetivo del microscopio infrarrojo y que permite realizar el proceso de contacto directo para análisis en infrarrojo por micro-reflectancia total atenuada.

Microscopio infrarrojo: Equipo que se acopla a un espectrómetro infrarrojo para el análisis de muestras microscópicas a través de esta técnica.

Objetivo: Es un dispositivo que consiste de un sistema de lentes que dirigen y reciben la luz de un objeto que se esté observando y analizando.

Platina: Dispositivo del microscopio en que se coloca el objeto que se quiere observar.

Transformada de Fourier: Es un método matemático que convierte datos de un dominio a otro. En espectroscopía infrarroja se transforman datos de distancia y frecuencia a datos de absorción y longitud de onda.

14 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo
01	Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno.
02	Fotografía del espectrómetro Cary 660 con microscopio infrarrojo Cary 610.
03	Fotografía del accesorio IRIS-ATR.

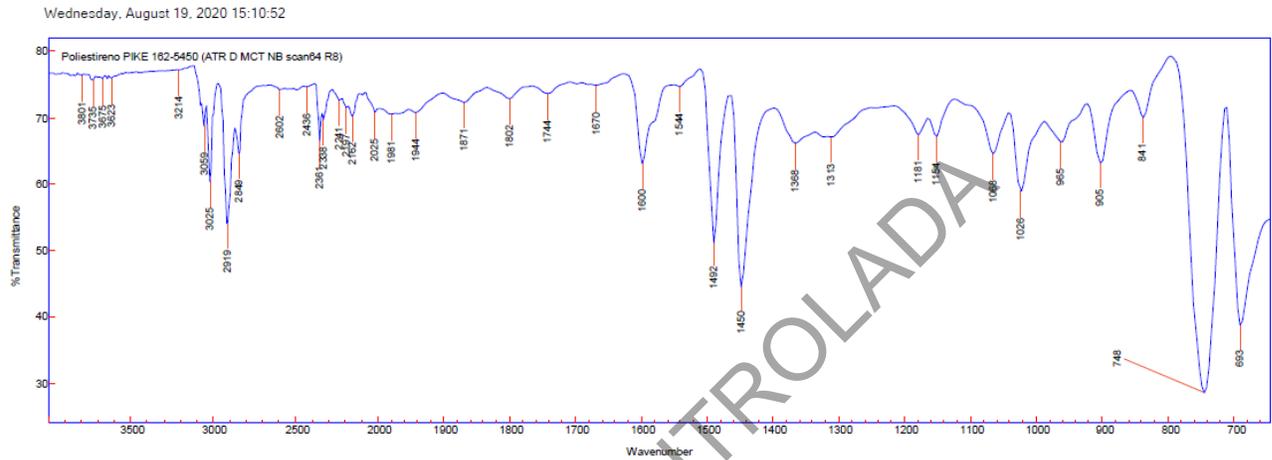
Anexo Número 01**Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno.**

Figura 2. Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno 162-5450 Infrared Wavelength Standard, PIKE Technologies, emitido el 07-03-2019, S/N-2428. Lectura realizada con el microscopio infrarrojo Cary 610 con micro ATR de diamante.

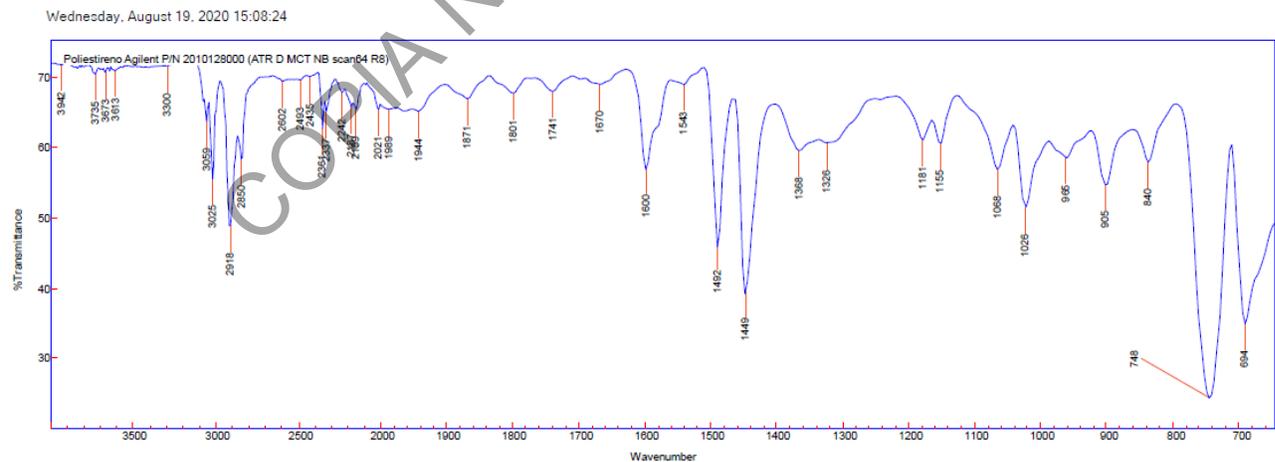


Figura 3. Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno Agilent Technologies P/N 2010128000. Lectura realizada con el microscopio infrarrojo Cary 610 con micro ATR de diamante.

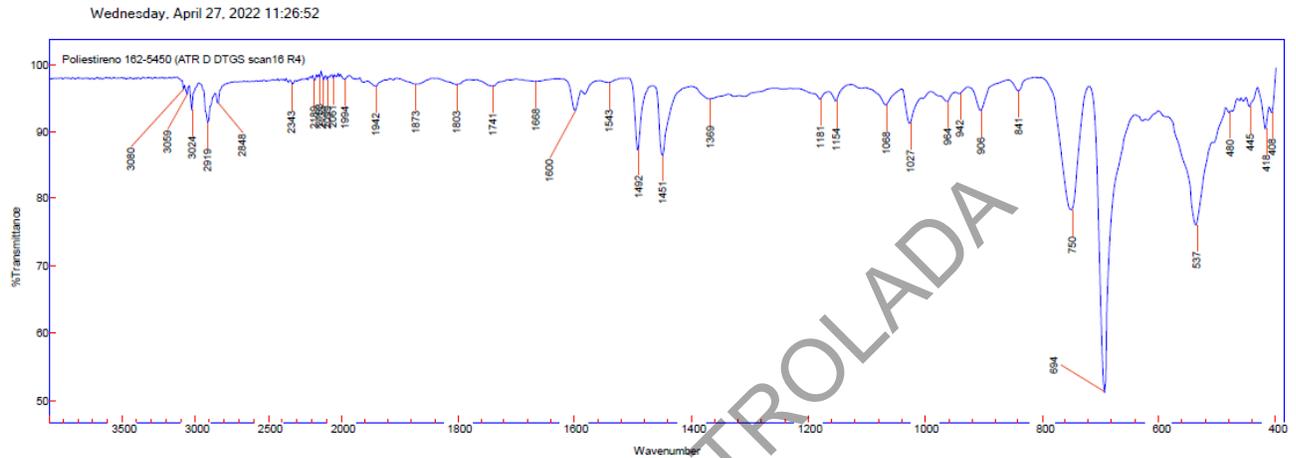


Figura 4. Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno 162-5450 Infrared Wavelength Standard, PIKE Technologies, emitido el 07-03-2019, S/N-2428. Lectura realizada en el espectrómetro infrarrojo Cary 660 con el accesorio IRIS-ATR con punta de diamante.

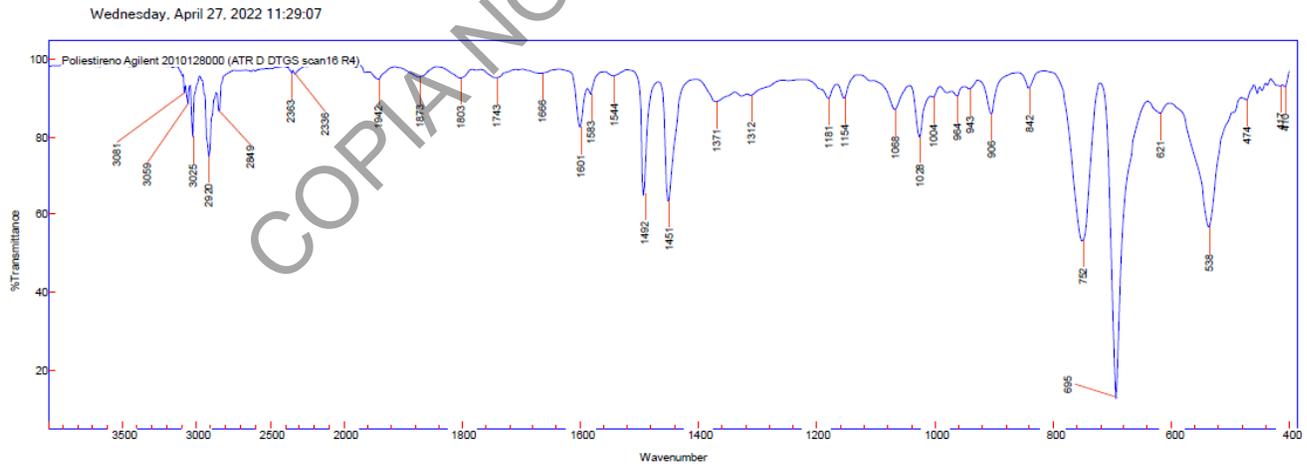


Figura 5. Espectro infrarrojo del material de referencia de poliestireno Agilent Technologies P/N 2010128000. Lectura realizada en el espectrómetro infrarrojo Cary 660 con el accesorio IRIS-ATR con punta de diamante.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 24 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

Anexo Número 02

Fotografía del espectrómetro Cary 660 con el microscopio infrarrojo Cary 610.



Figura 6. Espectrómetro Cary 660 con microscopio infrarrojo Cary 610.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 06	PAGINA: 25 de 25
USO Y MANEJO DEL ESPECTROMETRO CARY 660 CON MICROSCOPIO INFRARROJO CARY 610 PARA ANALISIS POR ATR	P-DCF-ECE-FIS-09	

Anexo Número 03

Fotografía del accesorio IRIS-ATR.



Figura 7. Accesorio IRIS-ATR.