



**PREPROTOCOLO PARA EL
ENSAYO DE APTITUD TÉCNICA**

**VALIDACIÓN DE ESPECTROFOTÓMETROS
INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE
FOURIER**

1. Objetivo.

Proveer una herramienta objetiva para evaluar el desempeño y demostrar la capacidad técnica de los laboratorios en los análisis químicos realizados con la técnica de Espectroscopia Infrarroja de Transformada de Fourier.

2. Procedimiento General.

2.1 Requisitos y recomendaciones

- Muestra: Película de poliestireno, montada en una tarjeta, previamente caracterizada en el Centro Nacional de Metrología.
- Como parte del envío de resultados, debe adjuntar los datos crudos de cada una de las mediciones realizadas, preferentemente en formato .CSV o bien, sino es posible en .txt.

2.2 Medición.

- *Medición del número de onda.*

Número de onda. Para la evaluación respecto a la determinación del número de onda, basada en lo establecido en la Norma ASTM E1421-99 (2015), es necesario determinar la posición del pico de las siguientes bandas características en sus números de onda nominales:

3082 cm ⁻¹	2850 cm ⁻¹	1028 cm ⁻¹
3060 cm ⁻¹	1601 cm ⁻¹	907 cm ⁻¹
3026 cm ⁻¹	1155 cm ⁻¹	540 cm ⁻¹

La medición debe de realizarse por triplicado por día durante tres días.

- *Medición de la Resolución.*

La evaluación de la resolución respecto al % de transmitancia en este ensayo de aptitud solo se realizará a manera de ejercicio de comparación, en analogía a los parámetros establecidos en la Norma ASTM E1421-99 (2015). Para tal efecto se evaluarán las siguientes relaciones del % Transmitancia en los máximos (picos) y mínimos de los números de onda correspondientes:

$$R_1 = \%T_{3082} / \%T_{2849}$$

$$R_2 = \%T_{1583} / \%T_{1154}$$

$$R_3 = (\%T_{3082} - \%T_{3096}) / (\%T_{2849} - \%T_{2870})$$

$$R_4 = (\%T_{1601} - \%T_{1564}) / (\%T_{1583} - \%T_{1564})$$

$$R_5 = (\%T_{1028} - \%T_{994}) / (\%T_{1002} - \%T_{994})$$

- Medición de número de onda por ATR.
Para el caso de la medición del número de onda por reflectancia total atenuada, el análisis se enfoca principalmente a lo establecido en la Farmacopea Europea 10.0 para la verificación de la exactitud en el número de onda en dispositivos de reflectancia total atenuada, para lo cual es necesario determinar el pico de los siguientes números de onda nominales: 907 cm⁻¹, 1028 cm⁻¹, 1601 cm⁻¹ y 3060 cm⁻¹.

Esta actividad deberá ser realizada posteriormente a la determinación del número de onda por transmisión ya que implica un potencial daño físico de la película por la presión del sistema de ATR. Se deberán reportar los mismos números de onda nominales que se establecen por transmisión.

3. Criterio de Evaluación.

El criterio de evaluación a utilizar es el el error cuadrático medio relativo (ECMR), el cual utiliza el sesgo y la dispersión de sus mediciones y la relación que existe con respecto a la incertidumbre reportada por CENAM; se calcula de la siguiente manera:

$$ECMR = \frac{ECM}{U}$$

$$ECM = \sqrt{b^2 + s^2}$$

Donde:

ECM = Error Cuadrático Medio

U = Incertidumbre (U) reportada por CENAM correspondiente al parámetro.

b = sesgo.

s = desviación estándar.

Para el caso del número de onda por transmitancia, se determinará el ECMR para cada una de las bandas características solicitadas en el presente ensayo de aptitud.

En el caso de la evaluación de la resolución del %T, este solo es un ejercicio de intercomparación, incluyendo a CENAM por lo que no será evaluado con el ECMR. De igual manera para el caso de la medición del número de onda por ATR. Lo anterior, debido a que ambos mensurandos no están certificados en el material de referencia certificado de poliestireno de CENAM, e incluso a nivel mundial.