

## 1. OBJETIVO

Definir los pasos a seguir en la operación, manejo y actividades para ejecutar el mantenimiento de rutina; considerando los componentes, la funcionalidad y especificaciones técnicas del espectrofotómetro UV-VIS Perkin Elmer Lambda XLS+.

## 2. ALCANCE

El presente instructivo hace parte del procedimiento “Análisis de muestras en el Laboratorio Nacional de Suelos”, aplica al proceso de Gestión de Información Geográfica, a los servidores públicos y contratistas del subproceso Gestión Agrológica - Laboratorio Nacional de Suelos – LNS del Instituto Geográfico Agustín Codazzi. Inicia con las generalidades de operación del equipo y finaliza con la descripción de cada uno de los métodos predeterminados por el equipo.

Aplica para todas las determinaciones analíticas que utilicen la técnica colorimétrica para la cuantificación.

## 3. DESARROLLO

### 3.1. GENERALIDADES

- La operación y manejo del equipo la debe realizar una persona competente.
- Antes de iniciar la operación del equipo verificar que se encuentre en uso.
- Encender el equipo 30 minutos antes de su uso y alcanzar una adecuada estabilidad térmica.
- Para el manejo del equipo se debe contar con los elementos de protección personal – EPP adecuados.

### 3.2. CARACTERÍSTICAS

#### 3.2.1. CARACTERÍSTICAS DE IDENTIFICACIÓN

Este equipo se encuentra dentro del inventario de equipos del Laboratorio Nacional de Suelos del IGAC, con las siguientes especificaciones.

Tabla 1. Especificaciones

| <b>Fabricante</b>     | <b>Perkin-Elmer</b> |
|-----------------------|---------------------|
| Modelo                | Equipo Lambda XLS+  |
| Serie                 | L7110193            |
| Versión               | D                   |
| Placa                 | 35261               |
| Código de Laboratorio | Q087                |

#### 3.2.2. CARACTERÍSTICAS METROLÓGICAS

Tabla 2. Características metrológicas

|  |   |     |
|--|---|-----|
| Intervalo de longitudes de onda            | 190 -1100 nm                                    |     |
| Intervalo de barrido de longitudes de onda | 200-950 nm                                      |     |
| Monocromador                               | Rejilla Plana                                   |     |
| Calibración de longitudes de Onda          | Automática cuando el instrumento está conectado |     |
| Ancho de banda espectral                   | 5 nm  | 3nm |

|   |  |
|---|--|
| Precisión de la longitud de onda        | (+/-) 2nm  |
| Reproducibilidad de la longitud de onda | (+/-) 1nm  |
| Fuente de luz                           | Lámpara de Xenón Pulsada                                       |
| Detector                                | CCD de 1024 elementos  |
| Intervalo Fotométrica                   | de -0,300 a 2500 A, de 0% a 199% T                             |
| Linealidad Fotométrica                  | (+/-)0,005 al 1% de la lectura, en valores mayores a 546 nm    |
| Reproducibilidad Fotométrica            | (+/-) 0,003 A (0- 0,5 A), (+/-) 0,007 A (0,5 a 1,0 A)          |
| Luz dispersa                            | ≤0,5% a 220 nm y 340 nm Utilizando NaNO <sub>2</sub>           |
| Estabilidad del cero                    | (+/-) 0,01 A/hora después de 20 min. de calentamiento a 340 nm |
| Ruido                                   | 0,005 pico a pico 0,002 rms                                    |
| Potencia de entrada                     | 100-250 V, 50/60 Hz, Máx. 30 VA                                |
| Salida digital                          | Puerto USB estándar, Bluetooth opcional.                       |

### 3.2.3. CONDICIONES DE USO

Para el funcionamiento adecuado del equipo se debe trabajar en condiciones ambientales e instalaciones controladas, las cuales son:

- Un rango de temperatura de 5 °C a 35°C.
- Humedad Relativa máxima de 80% hasta 31°C, hasta un descenso lineal de 50% de humedad a 40°C.
- El equipo debe enchufarse en los tomacorrientes de la red regulada, con el cable y la fuente de alimentación suministrados. Puede utilizarse con redes de 100-240 V y 50-60 Hz.
- El equipo debe colocarse sobre un banco o mesa nivelado y estable, que pueda soportar su peso (aproximadamente 4,5 kg), con espacio suficiente a su alrededor para que el aire circule libremente.
- El equipo debe situarse en un ambiente libre de polvo y vapores corrosivos.

### 3.2.4. DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

El Espectrofotómetro UV/visible lambda XLS+ tiene como descripción de sus componentes las siguientes especificaciones de fácil manejo:

Tabla 3. Componentes

| ELEMENTO  | FUNCIÓN   |
|---|---|
| Pantalla  | La pantalla muestra carpetas y opciones de menú que guían al usuario durante las mediciones y la visualización de resultados. |
|  | Se utiliza para encender y apagar el instrumento  |
|  | Las cuatro flechas se utilizan para navegar por la pantalla y seleccionar el valor necesario de la opción activa (resaltada)  |

| ELEMENTO  | FUNCIÓN  |
|---|--|
|  | La tecla de "Opciones" muestra las opciones disponibles de un método.  |
|  | La tecla 0A/100%T establece una medición de solución de referencia en 0.000 A o en 100%T a la longitud de onda actual. En el modo de barrido, realiza un barrido de referencia.  |
|  | La tecla "Cancelar/Atrás" se utiliza para cancelar una selección y volver a la carpeta anterior, para volver a la pantalla anterior de un método o para detener una medición.  |
|  | La tecla "OK/Próximo/ Medir Barrido" se utiliza para introducir o confirmar una selección, para pasar a la pantalla siguiente o para realizar una medición.  |
| Teclas alfanuméricas  | Estas teclas se utilizan para introducir parámetros, para realizar selecciones en el menú "Opciones" o para escribir descripciones textuales, según corresponda. La primera pulsación de una tecla es para introducir una letra minúscula, la segunda para un valor numérico y la tercera para una letra mayúscula. La siguiente pulsación vuelve a iniciar el ciclo. Antes de introducir el siguiente carácter se debe dejar pasar un (1) segundo.<br>Pulsa 1 para introducir un espacio. |
|  | Se utiliza para borrar un carácter.  |

### 3.3. CALIBRACIÓN

La calibración será realizada por personal técnico calificado, por medio de un organismo acreditado, de acuerdo a lo descrito en el instructivo vigente "Control metrológico de equipos, instrumentos y patrones" y con la frecuencia establecida en el formato vigente "Cronograma de mantenimiento, calibración y verificación de equipos".

#### 3.3.1. MEDICIONES, COMPROBACIÓN Y CALIBRACIÓN

1. Encienda el equipo con el botón "encender" y espere que el equipo realice la respectiva calibración inicial.
2. Selecciona la carpeta de "métodos estándar" en la pantalla inicial del equipo, seguido a esto aparecerá una pantalla como se muestra en la imagen.



Imagen 1. Carpetas "métodos estándar"

1. Pulsa el método "Curva estándar", seleccionando el número (5) con ayuda del teclado alfanumérico.
2. Defina con ayuda del teclado numérico la longitud de onda, de acuerdo con la determinación analítica a realizar. Los instructivos de las determinaciones que utilizan la técnica de espectrofotometría VIS indican la longitud de onda que se debe utilizar.
3. Escriba el número de estándares que se realizará para la creación de la curva lineal, al igual que las unidades. (Las unidades establecidas por el equipo son: ug/ml, pmol/ul, mg/dl, mmol/l, umol/l, g/l, mg/l, ug/l, U/l, %, ppm, ppb, conc o ninguna).
4. Elija la curva en regresión (regresión línea recta), la cual es la establecida en cada uno de los análisis realizados en el Laboratorio Nacional de Suelos del IGAC.
5. Fija el modo de calibración utilizando las flechas izquierda y derecha escogiendo las opciones: "estándares" (para medir estándares preparados) o manual (introduzca valores de absorbancia por teclado).
6. Especifica en la opción de réplicas, las repeticiones que se realizarán por cada una los estándares establecidos en el numeral (3).



Imagen 2. Curva estándar - Parámetros- Estándares

7. Antes de comenzar la medición, introduzca la solución de referencia de la curva y presiona el botón (0A/100%T), tras este proceso puede proseguir a la lectura de cada uno de los estándares en forma progresiva de menor a mayor.

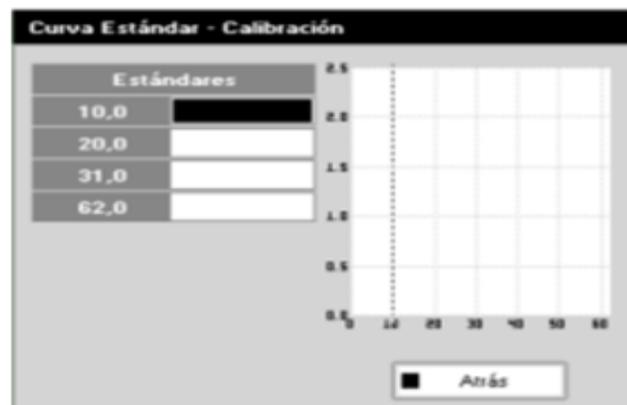


Imagen 3. Curva estándar

8. Mida cada uno de los estándares con las respectivas replicas seleccionadas, observando que estos se encuentren dentro de la curva que el equipo va mostrando en la pantalla. Si es necesario repetir un estándar, selecciónelo y repítalo antes de guardar el método.

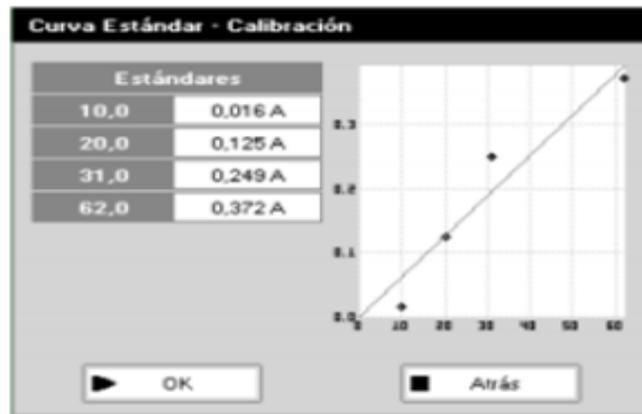


Imagen 4. Puntos curva estándar

- Verifica al finalizar la lectura de los estándares, si los resultados de la curva cumplen con lo establecido en los parámetros de control de calidad del Laboratorio Nacional de Suelos, en relación con el valor del coeficiente de determinación,  $r^2$ , si es así continúe con el paso siguiente de lo contrario, repita los estándares hasta que cumplan con lo establecido.



Imagen 5. Resultados de la curva

- Guarda el método, pulsando la tecla de opciones, la cual desplegará un menú en la que podemos seleccionar la opción guardar, además podemos darle el nombre (con ayuda del teclado alfanumérico) y la ubicación en una de las 9 carpetas disponibles.

### 3.4. MANTENIMIENTO

Debe realizarse por personas que hayan recibido capacitación en el uso de espectrofotómetro y conozcan los riesgos que este puede presentar, en caso de presentar un daño o situación de riesgo, el usuario responsable desconectará la fuente de energía del equipo y comunicará el problema al encargado del tema.

Es importante aclarar que ningún personal del laboratorio puede realizar el mantenimiento a este equipo.

#### 3.4.1. MANTENIMIENTO ESPECIALIZADO

El mantenimiento de los componentes funcionales, electrónicos y mecánicos de este equipo solo puede ser realizado por personal calificado, en lo posible un proveedor certificado por el fabricante

para en este tipo de equipos. Por tal motivo cualquier daño o falla, se deberá remitir al proveedor correspondiente en el tema.

Registre cada una de las actividades que se realizan en este mantenimiento en el formato vigente "Control de operación, comprobación y mantenimiento rutinario de equipos" y anexe el protocolo de mantenimiento suministrado por el proveedor.

El mantenimiento debe incluir:

1. Revisión interna de los contactos eléctricos.
2. Limpieza de las tarjetas electrónicas.
3. Mantenimiento general de limpieza.
4. Verificaciones de longitud de onda y exactitud fotométrica.
5. El informe debe especificar el método de calibración/verificación incluyendo el material utilizado como filtros de densidad certificados y estándar de longitud de onda.
6. Informe de necesidad de repuestos según revisión del estado del equipo.

### 3.4.2. LIMPIEZA

#### 3.4.2.1. LIMPIEZA EXTERIOR:

Desconecte la fuente de energía del aparato antes de realizar la limpieza. Limpie el exterior del instrumento con un paño húmedo, si es necesario puede utilizar un detergente líquido que no sea muy agresivo. Realice siempre una prueba en una pequeña superficie de una zona poco visible del instrumento antes de proceder a limpiarlo en su totalidad. Seque adecuadamente la superficie del instrumento antes de proceder a su reconexión y posterior uso.

En caso de derrame, limpie los materiales afectados inmediatamente y séquelos con un paño y papel sin pelusas.

#### 3.4.2.2. LIMPIEZA INTERIOR:

En el caso de presentar un derrame de las muestras en el porta-celdas, éste se deberá extraer para su limpieza de la siguiente manera:

1. Afloje los tornillos de palomilla que lleva la cubierta del portamuestras en la base del instrumento girándolos en el sentido contrario a las manecillas del reloj. (los tornillos de palomilla permanecerán unidos al equipo, en ningún caso fuerce su separación).
2. Saque el porta-celdas del equipo y límpielo.
3. Seque el porta-celdas antes de su reinstalación.
4. Coloque el portamuestras nuevamente en su lugar apretando los tornillos de palomilla.

### 3.5. PROCEDIMIENTO

Antes de usar el equipo es importante tener en cuenta:

Tabla 4. Generalidades operación del equipo

| FUNCIÓN        | DESCRIPCIÓN   |
|----------------|---|
| Calibración    | El equipo al iniciar realizará una prueba de calibración, espere mientras la realiza.                                     |
| Uso del Equipo | Espera diez (10) minutos después que el equipo haya encendido y posterior a la prueba de calibración para poder operarlo. |

| FUNCIÓN                 | DESCRIPCIÓN   |
|-------------------------|---|
| Uso del Software.       | Para un buen manejo de software hay que tener en cuenta que los elementos de la lista se desplegaran solo oprimiendo el número correspondiente a cada uno de los numerales que corresponda a la opción que desee tomar. |
| Navegación              | Las teclas de flechas arriba y abajo permiten mover de un lado a otro la opción deseada.  |
| Introducir un parámetro | Para poder introducir parámetros en el equipo utilice las teclas numéricas.   |

### 3.5.1. OPCIONES

En cada método se pueden seleccionar varias opciones que definen la manera en que se presentan los resultados. Estas opciones pueden ser específicas del método o permitir la impresión de los resultados o la visualización de los parámetros. (Para desplegar este menú oprimir la tecla opciones).

Pulse la tecla  para ver el menú Opciones.



Imagen 6. Menú de opciones

Tabla 5. Opciones

| OPCIÓN | TEXTO                | FUNCIÓN  |
|--------|----------------------|--|
| 1      | Parámetros           | Vuelve a la pantalla "Parámetros del método"   |
| 2      | Imprimir             | Imprime los resultados.  |
| 3-6    | N/A                  | Opciones específicas del método  |
| 7      | Número de Muestra    | Define el número de las muestras con la que desea comenzar a realizar mediciones                   |
| 8      | Salvar el Método     | Le permitirá guardar los ajustes del método común nuevo método en la carpeta "método" o favoritos. |
| 9      | Impresión Automática | Activa y desactiva la impresión automática.  |

### 3.5.2. MÉTODOS Y FAVORITOS

La carpeta "método" permite guardar los métodos modificados por el usuario, basados en los métodos predeterminados del instrumento, que se pueden salvar desde el menú "opciones". Puede guardar hasta nueve (9) métodos en la carpeta. Para recuperar métodos ya guardados, pulsa en el teclado el número correspondiente para entrar en la carpeta de método deseado.

#### 3.5.2.1. NOMBREAR Y RENOMBRAR UNA CARPETA

Para poder nombrar una carpeta siga estos pasos:

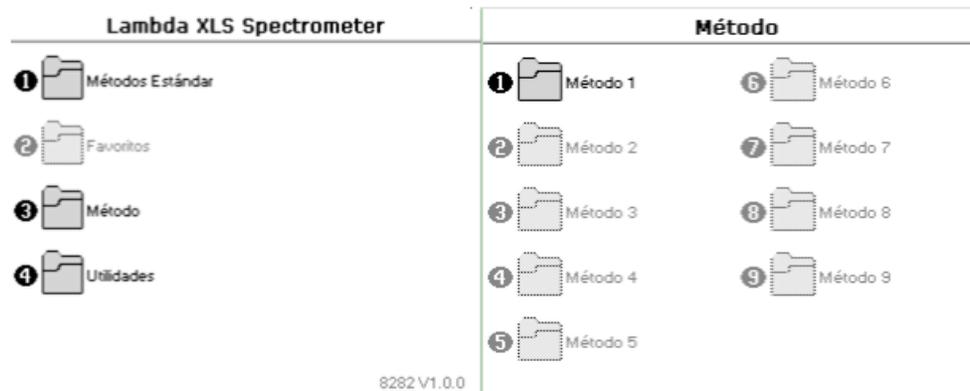


Imagen 7. Nombrar carpeta

1. Encienda el equipo con el botón "encender" y espera que el equipo realice la respectiva calibración inicial.
2. Abra la carpeta "Método", seleccionando la opción (3) desde la pantalla de inicio del equipo.
3. Pulsa el botón de opciones, el cual desplegará las opciones disponibles.
4. Selecciona la opción (1) con ayuda del teclado alfanumérico para nombrar o renombrar.
5. Elija la carpeta que desee nombrar/renombrar utilizando las flechas izquierda y derecha, siguiente a esto pulse el botón de la flecha hacia abajo.

Tabla 6. Opciones nombrar carpeta- opción 1

| OPCIÓN | TEXTO                  | FUNCIÓN  |
|--------|------------------------|--|
| 1      | Nombre de las Carpetas | Permite dar un nuevo nombre a la carpeta método. |
| 2      | Bloquear Carpeta       | Permite al usuario bloquear la carpeta           |
| 3      | Desbloquear Carpeta    | Permite al usuario desbloquear la carpeta.       |
| 4      | Tarjeta de memoria SD  | Permite al usuario abrir la tarjeta SD           |

6. Digita el nombre que desee darle a la carpeta con ayuda del teclado alfanumérico



Imagen 8. Nombres de las carpetas

7. Oprima (OK) para guardar lo realizado.

### 3.5.2.2. BLOQUEAR Y DESBLOQUEAR UNA CARPETA.

1. Encienda el equipo con el botón “encender” y espere que el equipo realice la respectiva calibración inicial.
2. Abra la carpeta “Método”, seleccionando la opción 3 desde la pantalla de inicio del equipo.
3. Pulsa el botón de opciones, el cual desplegará las opciones disponibles.

Tabla 7. Opciones bloquear carpeta- opción 2

| OPCIÓN | TEXTO                  | FUNCIÓN  |
|--------|------------------------|--|
| 1      | Nombre de las Carpetas | Permite dar un nuevo nombre a la carpeta método. |
| 2      | Bloquear Carpeta       | Permite al usuario bloquear la carpeta           |
| 3      | Desbloquear Carpeta    | Permite al usuario desbloquear la carpeta.       |
| 4      | Tarjeta de memoria SD  | Permite al usuario abrir la tarjeta SD           |

4. Selecciona la opción (2) “bloquear carpeta” con ayuda del teclado alfanumérico.
5. Elija la carpeta que desea bloquear con ayuda de las flechas izquierda y derecha del teclado.
6. Introduzca un código de entrada para las carpetas que desea bloquear.
7. Oprima (OK) para terminar la operación.
8. Repita este proceso para la opción de desbloquear carpeta, tenga en cuenta que necesitará el código de desbloqueo establecido por el usuario para poder desbloquear la carpeta seleccionada.



Imagen 9. Bloquear carpeta

### 3.5.3. PROCESO PARA MEDICIONES

Para realizar mediciones en el equipo primero debe seleccionar el método de medición que desea realizar, los métodos predefinidos por el instrumento son:

1. Longitud de onda simple.
2. Longitud de onda múltiple.
3. Barrido de onda.
4. Concentración.
5. Cinética.
6. Razón de absorbancia.
7. Curva estándar.

Cada una de las opciones a seleccionar van dirigidas al desarrollo de los análisis, por ende, la decisión de cuál método utilizar depende del parámetro a cuantificar por la técnica de espectrofotometría. El método más utilizado para los análisis en el Laboratorio Nacional de suelos es "Curva Estándar", ya que permite realizar una curva lineal de absorbancia frente a la concentración de un analito.

A continuación, se dará una breve descripción de cada uno de los métodos predeterminados por el equipo:

- Longitud de onda simple: mide la absorbancia (A) y el porcentaje de transmisión (%T) en las muestras a través de la cantidad de luz que pasa por la muestra en relación con una referencia (que puede ser aire).
- Longitud de onda múltiple: permite realizar mediciones de absorbancia a hasta 5 longitudes de onda.
- Barrido de ondas: Permite realizar un barrido de ondas de absorción y determinar alturas y posiciones de picos.
- Concentración: realiza sencillas mediciones de concentración de muestras midiendo la cantidad de luz que pasa por la muestra en relación con una referencia (que puede ser el aire).
- Cinética: permite realizar estudios cinéticos en los que es necesario seguir la variación de absorbancia en función del tiempo a una longitud de onda fija.
- Razón de Absorbancia: realiza sencilla mediciones de la razón de absorbancia en las muestras midiendo la cantidad de luz que pasa por la muestra en relación con un blanco (que puede ser aire) a dos longitudes de onda.
- Curva estándar: este método permite construir una curva de calibración multipunto a partir de estándares de concentración conocida que se puede utilizar a continuación para cuantificar muestras desconocidas. Este instrumento tiene la ventaja de que puede guardar esta curva como un método, utilizando hasta nueve estándares.

- Si desea tener un estándar de concentración cero, incluida en el número de estándares a seleccionar, escriba 0.00 para esta concentración, utilizando un blanco de reactivo, cuando sea necesario para introducir el estándar cero.

#### 4. CONTROL DE CAMBIOS

| FECHA      | CAMBIO  | VERSIÓN |
|------------|---|---------|
| 15/12/2021 | <ul style="list-style-type: none"> <li>◦ Se adopta como versión 1 debido a la actualización del Mapa de Procesos en Comité Directivo del 29 de junio del 2021, nuevos lineamientos frente a la generación, actualización y derogación de documentos del SGI.</li> <li>◦ Se ajusta el documento según la nueva Estructura Orgánica aprobada por Decreto 846 del 29 de Julio del 2021.</li> <li>◦ Hace Parte del proceso <b>Gestión de Información Geográfica</b> del subproceso <b>Gestión Agrologica</b>.</li> <li>◦ Se encuentra asociado al procedimiento "Análisis de Muestras en el Laboratorio Nacional de Suelos".</li> <li>◦ Se actualiza el instructivo "Operación y Manejo del Espectrofotómetro UV - VIS Perkin Elmer Lambda XLS+", código <b>I40601-29/18.V1</b>, versión 1, a instructivo del mismo nombre, código <b>IN-AGR-PC01-19</b>, versión 1.</li> <li>◦ Se deroga la circular 266 del 01 de octubre de 2018.</li> <li>◦ Se eliminó la tabla de contenido y se reorganizaron todos los capítulos</li> <li>◦ Se ajustaron las características metrológicas.</li> <li>◦ Se eliminó el anexo 1. y se incluyó el capítulo de mantenimiento.</li> </ul> | 1       |
| 01/10/2018 | <ul style="list-style-type: none"> <li>◦ Se adopta como versión 1 por corresponder a la creación del documento. Emisión Inicial Oficial.</li> </ul>   | 1       |

| Elaboró y/o Actualizó  | Revisó Técnicamente   | Revisó Metodológicamente  | Aprobó   |
|--|---|---|--|
| <p><b>Nombre:</b><br/>Juan Gómez Gómez</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Contratista<br/>Subdirección de<br/>Agrología</p> <p><b>Nombre:</b><br/>Maria Paula Rojas<br/>Rueda</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Contratista<br/>Subdirección de<br/>Agrología</p> | <p><b>Nombre:</b><br/>Juan Camilo García</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Profesional<br/>Especializado<br/>Subdirección de<br/>Agrología</p> <p><b>Nombre:</b><br/>Johanna Katerin<br/>Cordero Casallas</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Contratista<br/>Subdirección de<br/>Agrología</p> | <p><b>Nombre:</b><br/>Marcela Yolanda<br/>Puentes Castrillón</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Profesional<br/>Especializado Oficina<br/>Asesora de Planeación</p> | <p><b>Nombre:</b><br/>Napoleón Ordoñez<br/>Delgado</p> <p><b>Cargo:</b><br/>Subdirector de<br/>Agrología</p> |