

ThermoFisher
FTIR
Nicolet Summit X

Manual do Utilizador



CIMA - UAlg

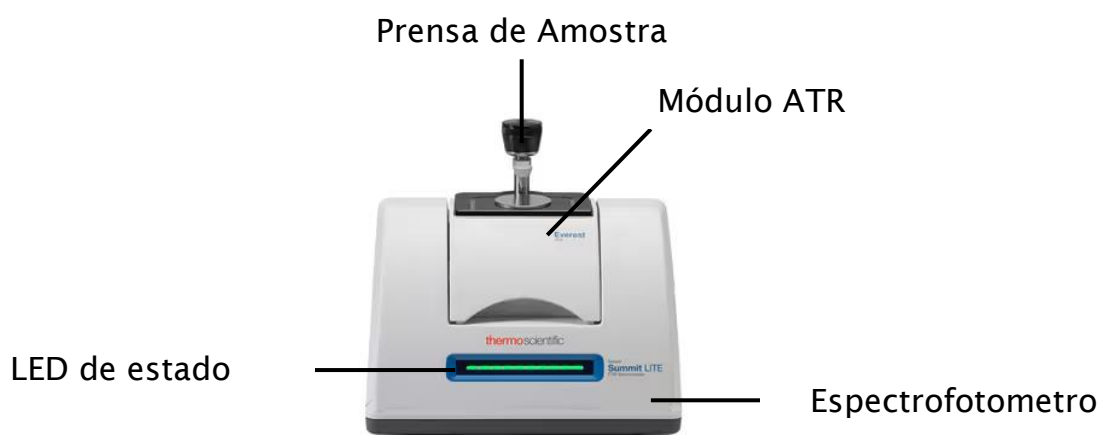
2024

CiMA
Centro de Investigação
Marinha e Ambiental

 **UAlg**
UNIVERSIDADE DO ALGARVE

1. O Equipamento

O equipamento é composto pelo espectrofotómetro principal, ao qual podem ser acoplados módulos detetores diferentes. No caso da imagem representada em baixo é o módulo Everest ATR, o mais utilizado.



O espectrofotómetro está ligado a um computador necessário para a análise dos espectros obtidos através da comparação com bibliotecas.

2. Ligar/Desligar o Sistema

O espectrofotómetro nunca deverá ser desligado devido a um composto presente dentro do mesmo que é higroscópico e suscetível à degradação por absorção de humidade. Apenas o computador deve ser ligado e desligado.

3. Módulo ATR

O módulo ATR é composto por uma célula de diamante na qual se coloca a amostra. O diamante não risca mas pode rachar ou partir se utilizado de forma imprópria. Existem outras células para além de diamante para diferentes propósitos nomeadamente afetando diferentes gamas do espectro infravermelho, sendo o de diamante o mais abrangente e comum.

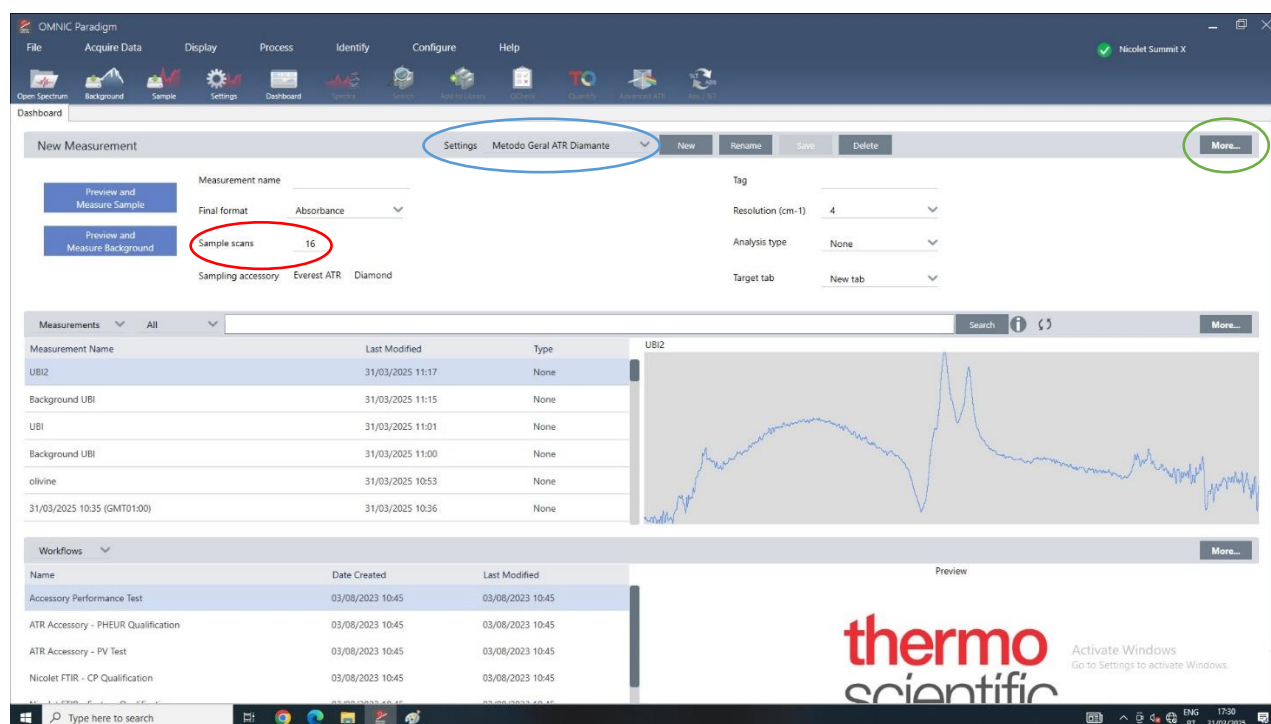
Para a utilização do módulo ATR deve-se primeiro libertada a prensa representada na figura acima, removido o papel de armazenamento e a célula de leitura e disco metálico em redor devidamente limpo com água destilada seguida de etanol 96% (evapora rapidamente e reduz risco de resíduos de água que afetem a leitura.)

O módulo analisa amostras sólidas e líquidas. Para amostras líquidas deve-se utilizar água destilada ou MilliQ como branco e nunca se deve fechar e apertar a prensa,

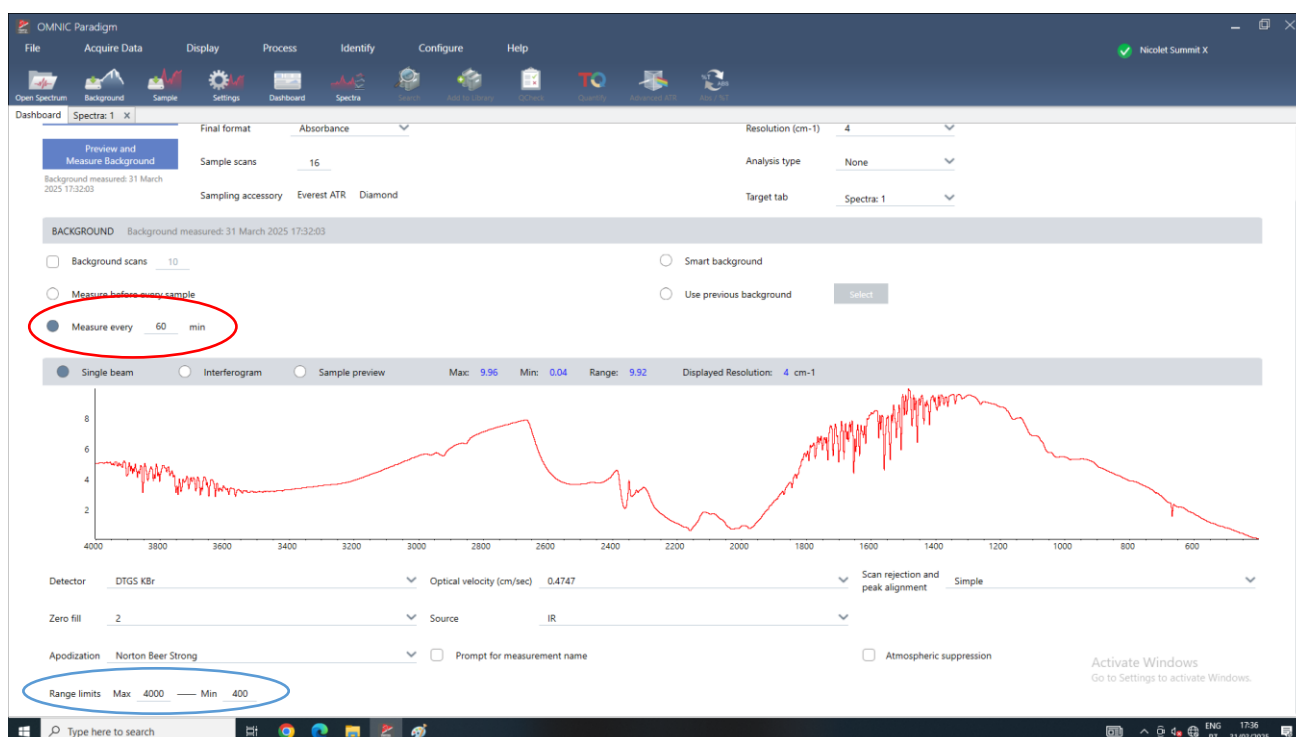
correndo o risco de quebrar o diamante. Para amostras sólidas o branco é ar (sem a prensa fechada e pode-se fechar a prensa com a amostra no sítio. Após cada análise de amostra a célula deverá ser limpa conforme descrito acima.

4. Operação do Software de Análise – OMNIC Paradigm

O Software OMNIC Paradigm é o software de obtenção de espectros. A página principal é o **Dashboard**, como representado abaixo.



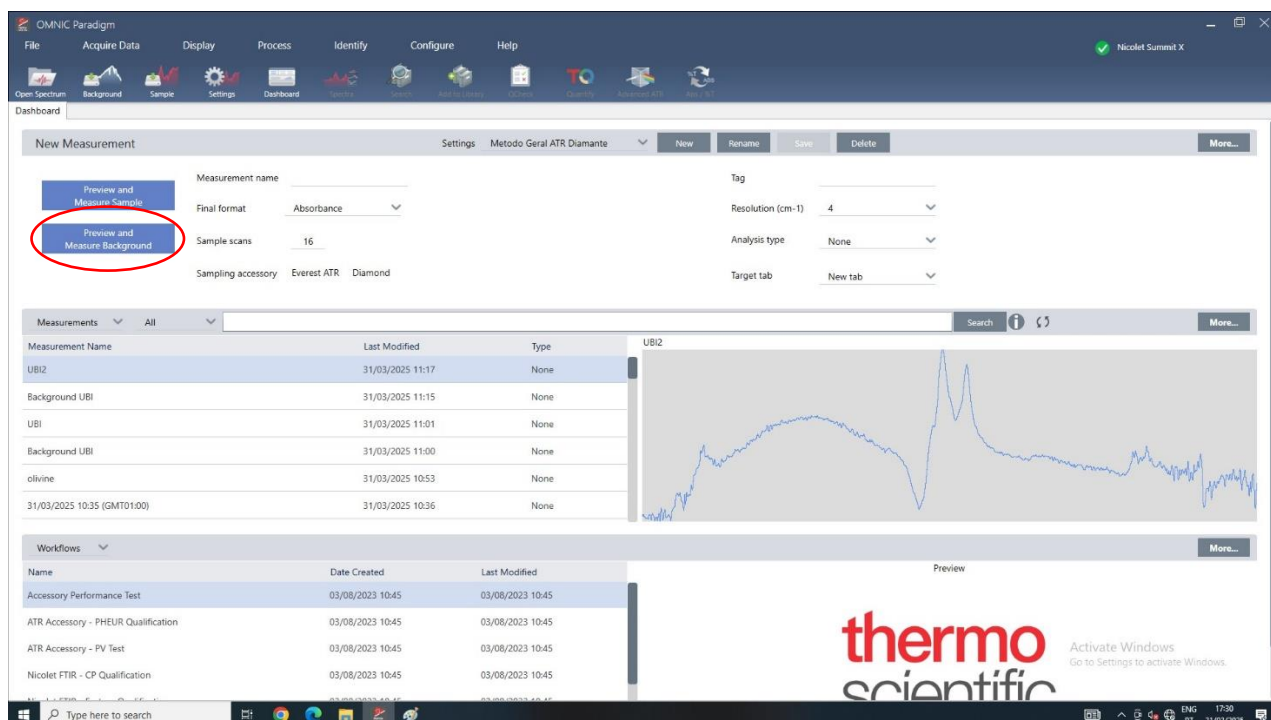
Neste momento o método selecionado é o “Metodo Geral ATR Diamante” no círculo **Azul**. Ao lado do círculo azul existe o botão “New” que permite criar um novo método e o botão “Rename” que permite mudar o nome do método. Para uma corrida normal apenas é necessário certificar que o **número de scans** é elevado para melhorar a resolução da análise, circundado a **vermelho**. Um bom número será 32 scans. Para mais definições do método pode-se ir ao botão “More”, circundado a **verde**, que abre as seguintes definições:



Numa sala ampla com poucas pessoas, o Background pode ser feito apenas a cada 60 mins, círculo **Vermelho**. O outro fator importante a ter em conta é o intervalo de comprimento de onda da leitura. Nesta imagem podemos ver que estão os limites máximos e mínimos do equipamento, circundado a **Azul**. O módulo de transmissão permite alargar ligeiramente estes limites.

5. Iniciar leituras

Com a prensa do módulo ATR aberta e o diamante devidamente limpo (e no caso de a amostra ser líquida, tapar o diamante com o componente principal da amostra, por ex. água) deverá fazer o background carregando no botão “Preview and Measure Background” no Dashboard, círculo **vermelho**.



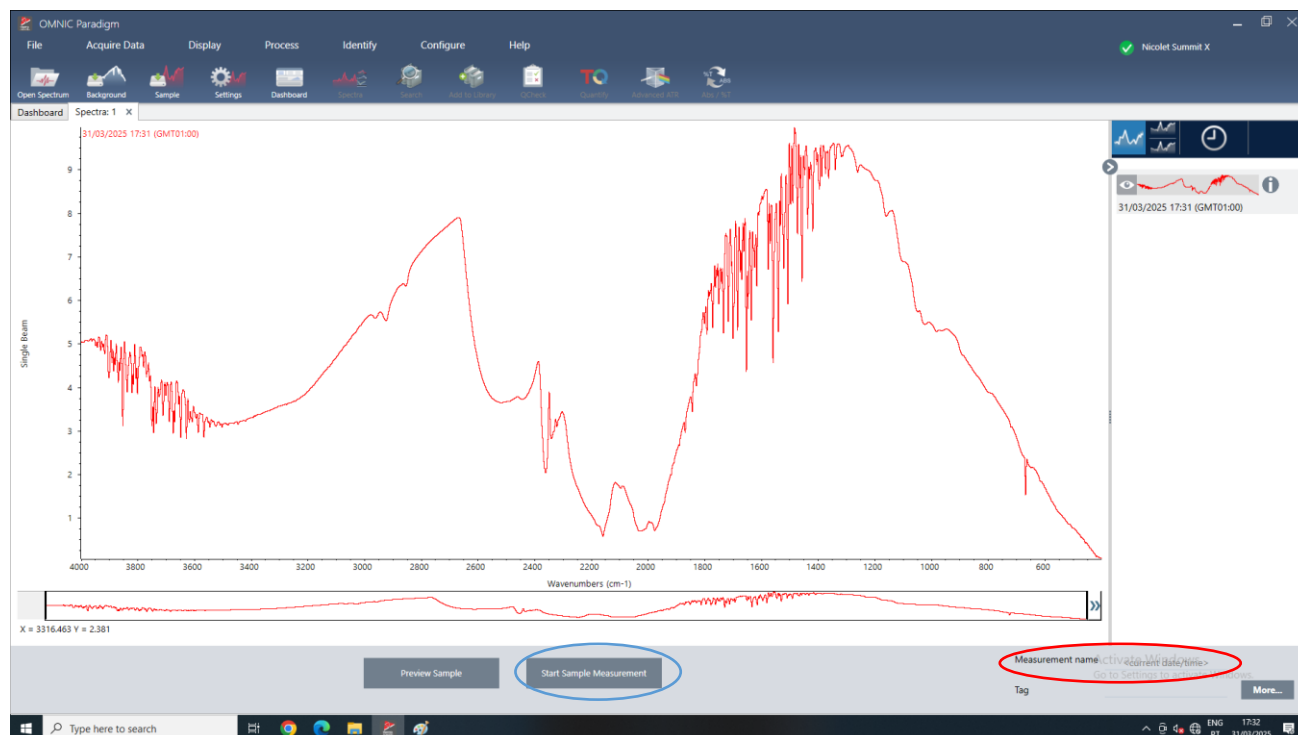
Que abre a seguinte janela:



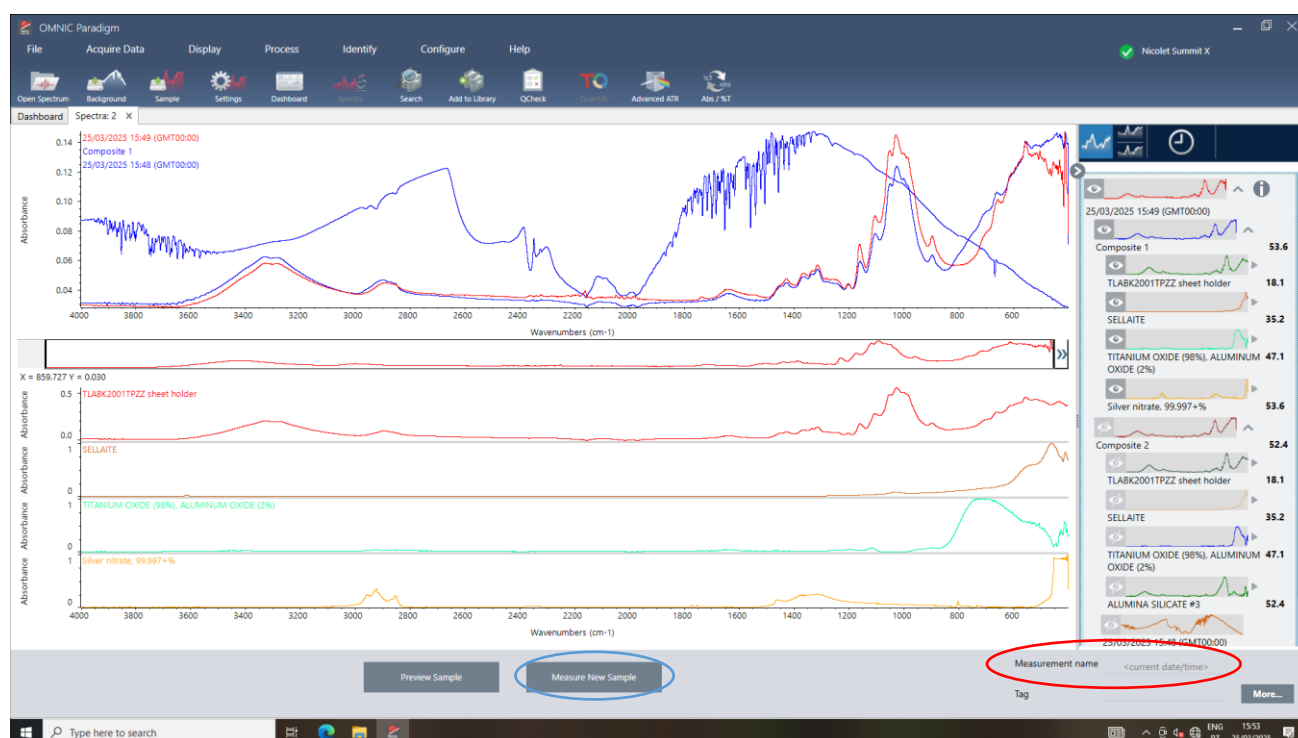
Inserir nome da “corrida” ou amostras a analisar para poder associar o background às amostras corretas, caso seja necessário para tratamento de dados mais tarde, circundado a **Vermelho**. Para fazer o background clicar no botão “Start Background Measurement”, circundado a **Azul**, e esperar que o equipamento faça o zero do background. Após o background estar concluído, colocar a primeira amostra de

forma a cobrir bem o diamante, no caso de ser líquida **nunca fechar a prensa**, no caso de ser sólida apertar a prensa até fazer torque.

De seguida deverá dar o nome da sua amostra, a **vermelho**, e clicar no botão “Start Sample Measurement”, a **azul**.

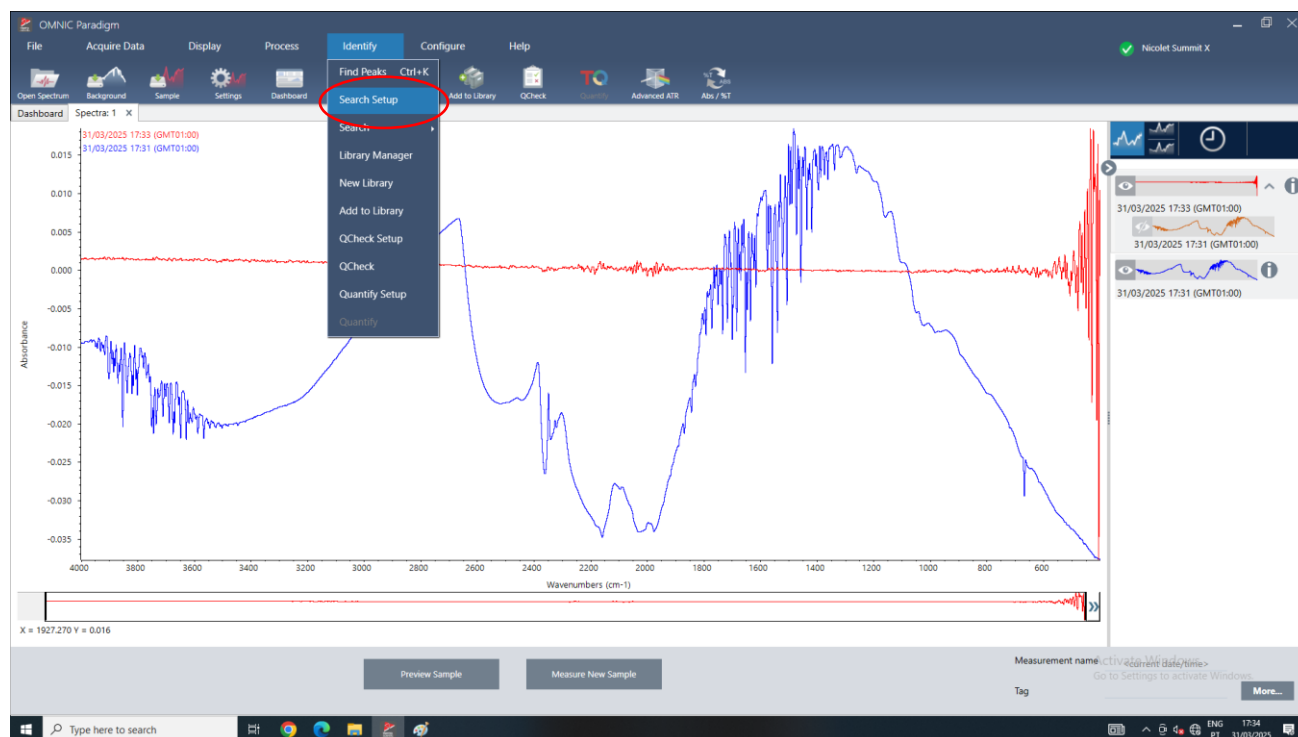


Após obterá o espectro da sua amostra, como por exemplo:

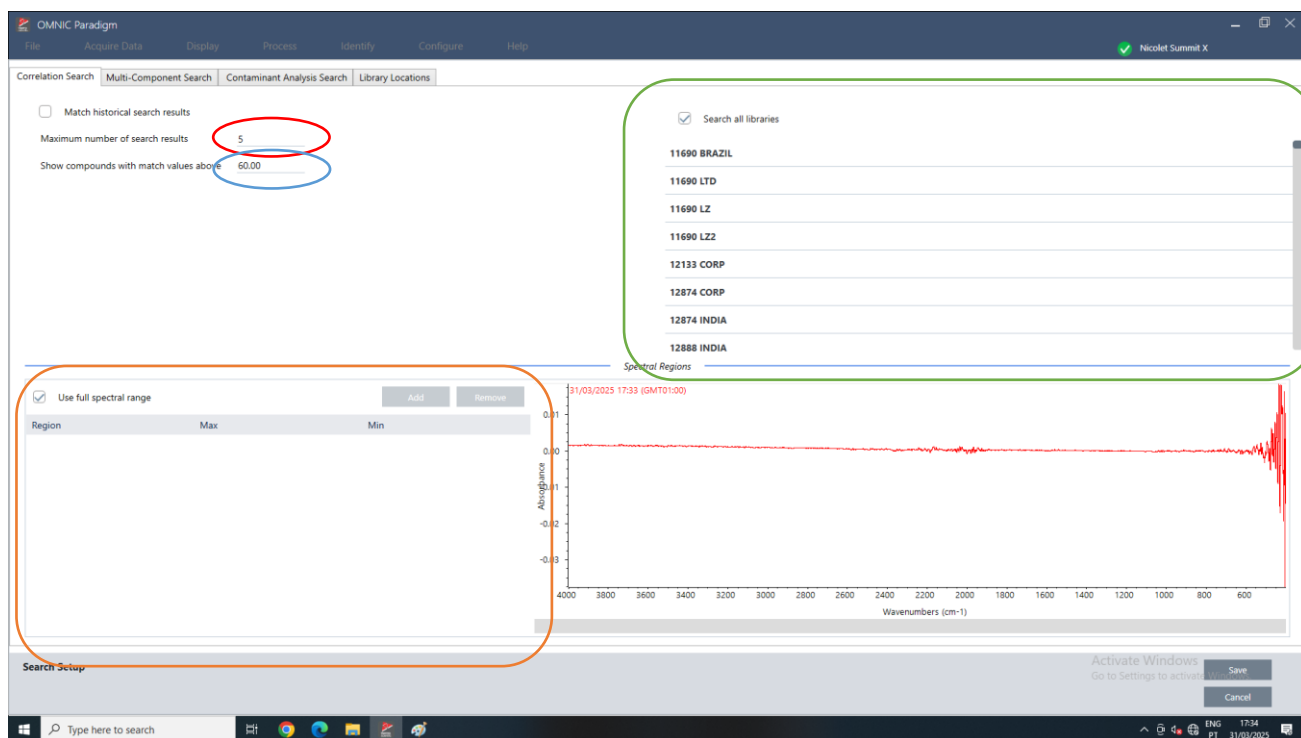


Neste exemplo já foi feita uma tentativa de identificação, que será explicado de seguida. Para iniciar uma nova leitura é necessário primeiro soltar a prensa, limpar o diamante e a parte superior do módulo, novamente limpar com etanol 96% e colocar a amostra nova. Em seguida, no software, confirmar que o nome do ficheiro foi alterado, por exemplo de Amostra1 para Amostra2, ou mudá-lo manualmente para qualquer outro nome desejado, na área a **vermelho**. Para iniciar a nova leitura deve-se clicar no botão “Measure New Sample”, circundado a **azul**. E assim sucessivamente até terminar as leituras.

A identificação dos compostos deverá ser feita através do software ONINC Specta que é muito mais preciso. Mas pode ser inicialmente verificado no Paradigm, para isto primeiro deve-se confirmar as definições de identificação como clicando na aba “Identify” no topo da janela e “Search Setup” como circundado a vermelho na imagem abaixo.

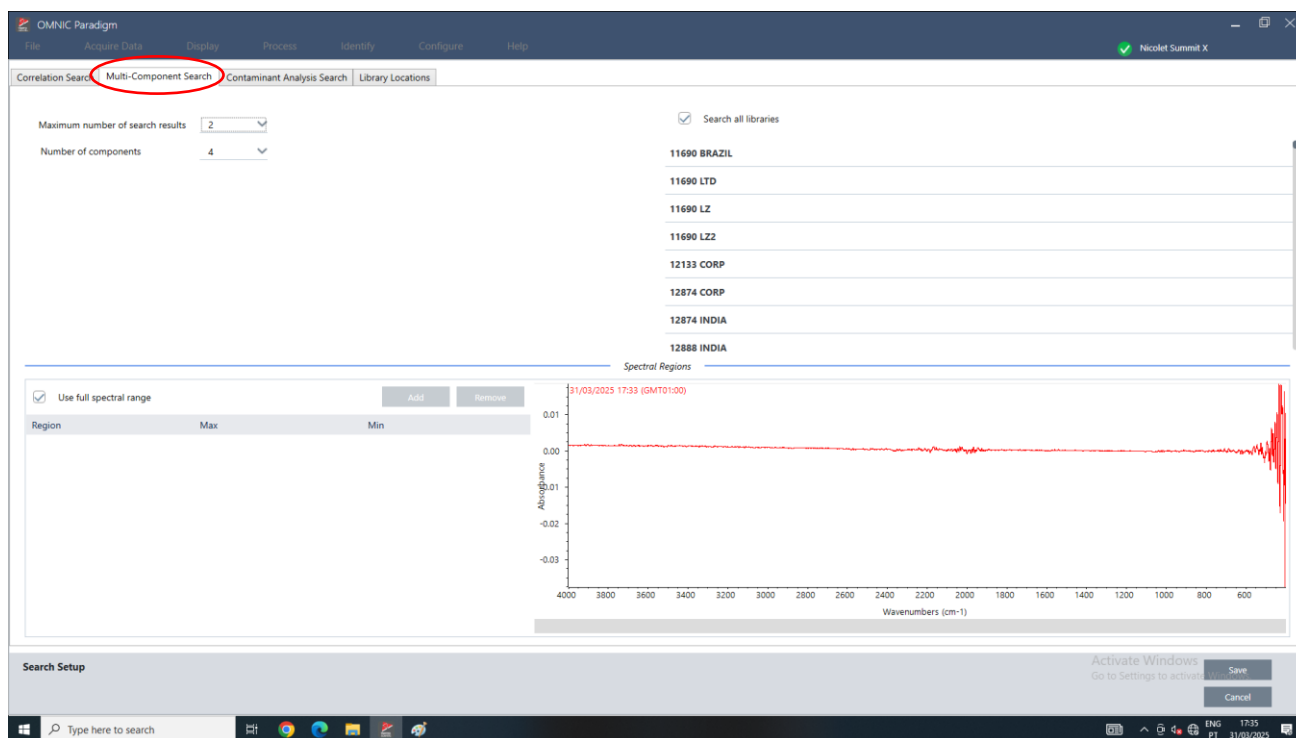


Isto abrirá a janela seguinte:



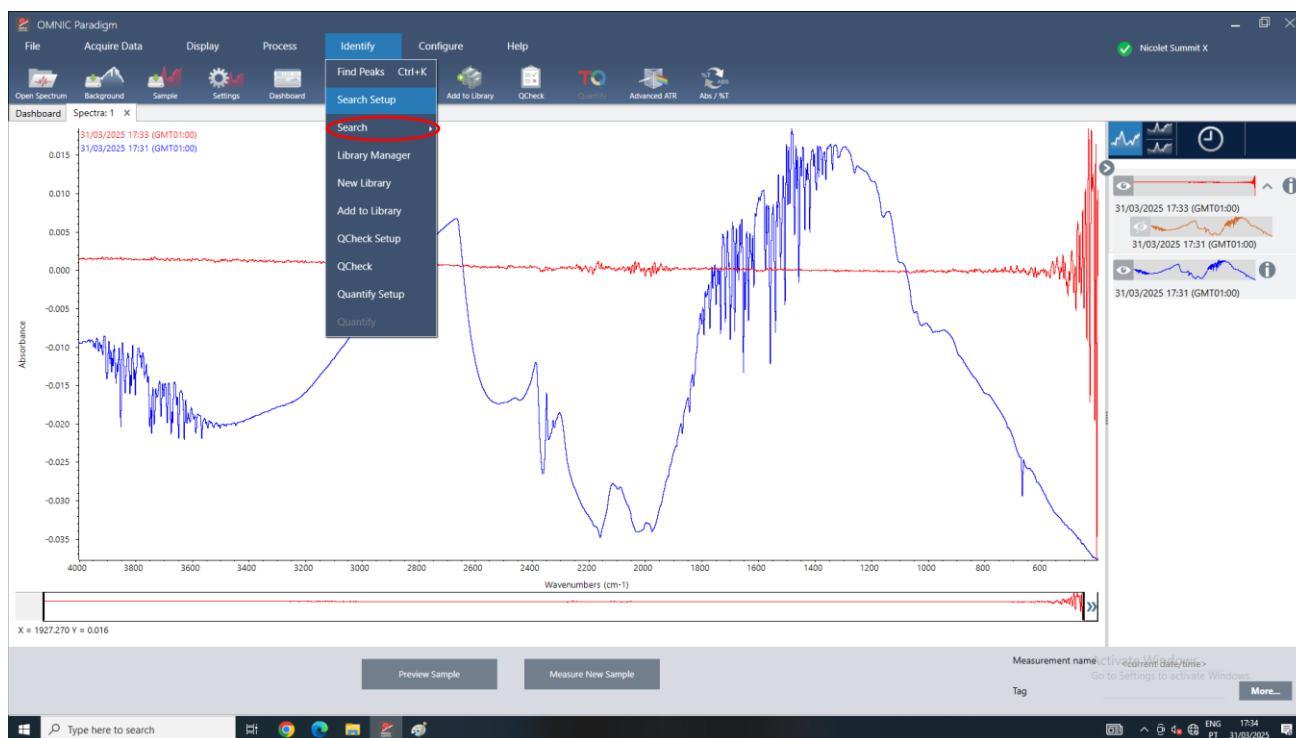
Esta janela é relativa à pesquisa de correlação ou seja, só vai procurar um composto. Do lado esquerdo pode-se escolher o número de matches que apresenta (a **vermelho**), o mínimo de match do composto em percentagem (a **azul**). Do lado (a **verde**) direito está selecionada a opção de procurar todas as bibliotecas que pode ser desseleccionado e poderão ser escolhidas bibliotecas individuais, para seleccionar mais que uma pressionar **ctrl** e clicar nas bibliotecas. Do lado esquerdo inferior (a **laranja**) está selecionada a opção de procurar toda a área espectral que é o modo geral, se estivermos à procura de um composto em que sabemos o intervalo do comprimento de onda onde se encontra podemos desseleccionar esta opção e adicionar o intervalo no botão "Add".

Para as definições da identificação de vários compostos, tem de se carregar na aba "Multi-Component Search" circundado a **vermelho** na imagem abaixo.



O sistema de bibliotecas do lado direito e o intervalo de pesquisa do espectro no lado esquerdo inferior funciona de forma igual para a pesquisa de um composto individual, explicado acima. Do lado esquerdo superior aparece a opção do número de opções possíveis mostradas (a **azul**) e o número de compostos assumidos na amostra (a **verde**), com o máximo de 5 compostos.

Para fazer a pesquisa clica-se na aba “Identify” e em seguida “Search” (a **vermelho**), e seleciona-se o “Correlation Search” para procurar apenas um composto ou o “Multi-component Search” para uma mistura de compostos.



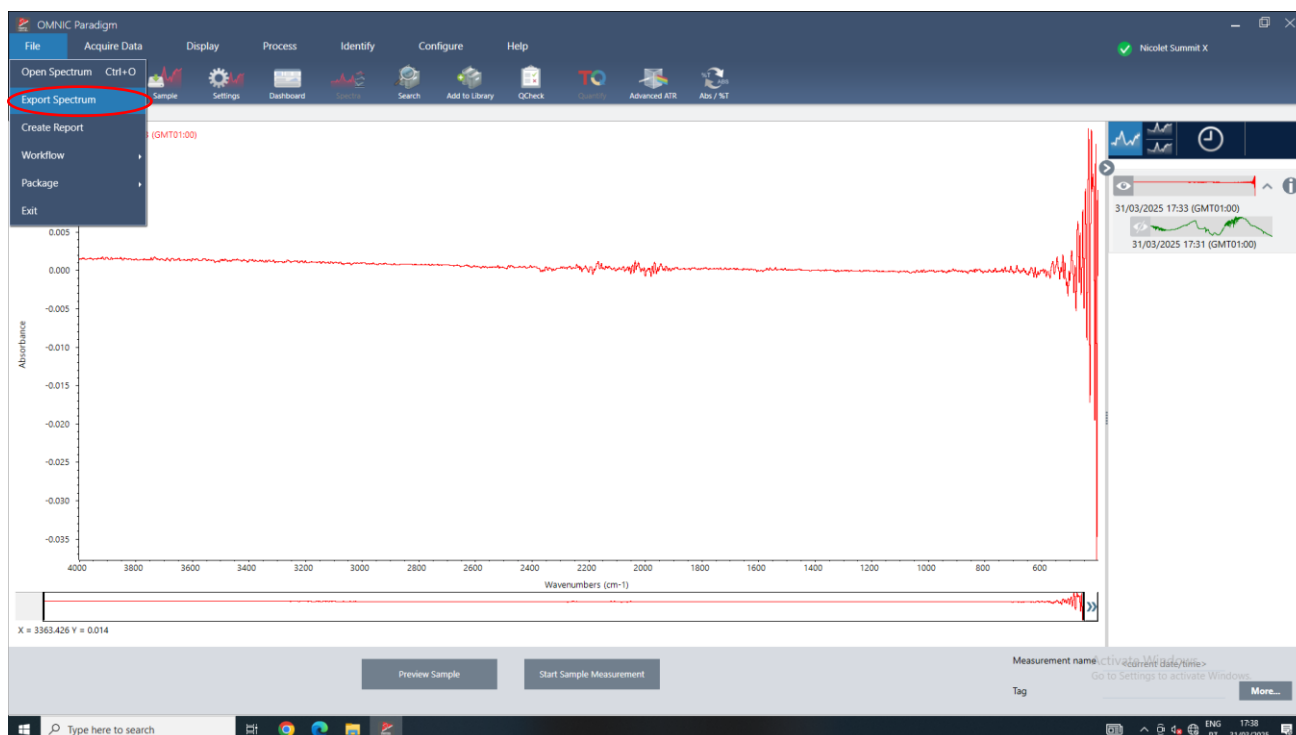
Novamente, a melhor opção para a deteção de compostos será utilizar o software OMNIC Spectra.

6. Análise de Espectros com o OMNIC Spectra

Para analisar os espectros no Specta é necessário exportar os espectros do Paradigm, para isso faz-se o seguinte:

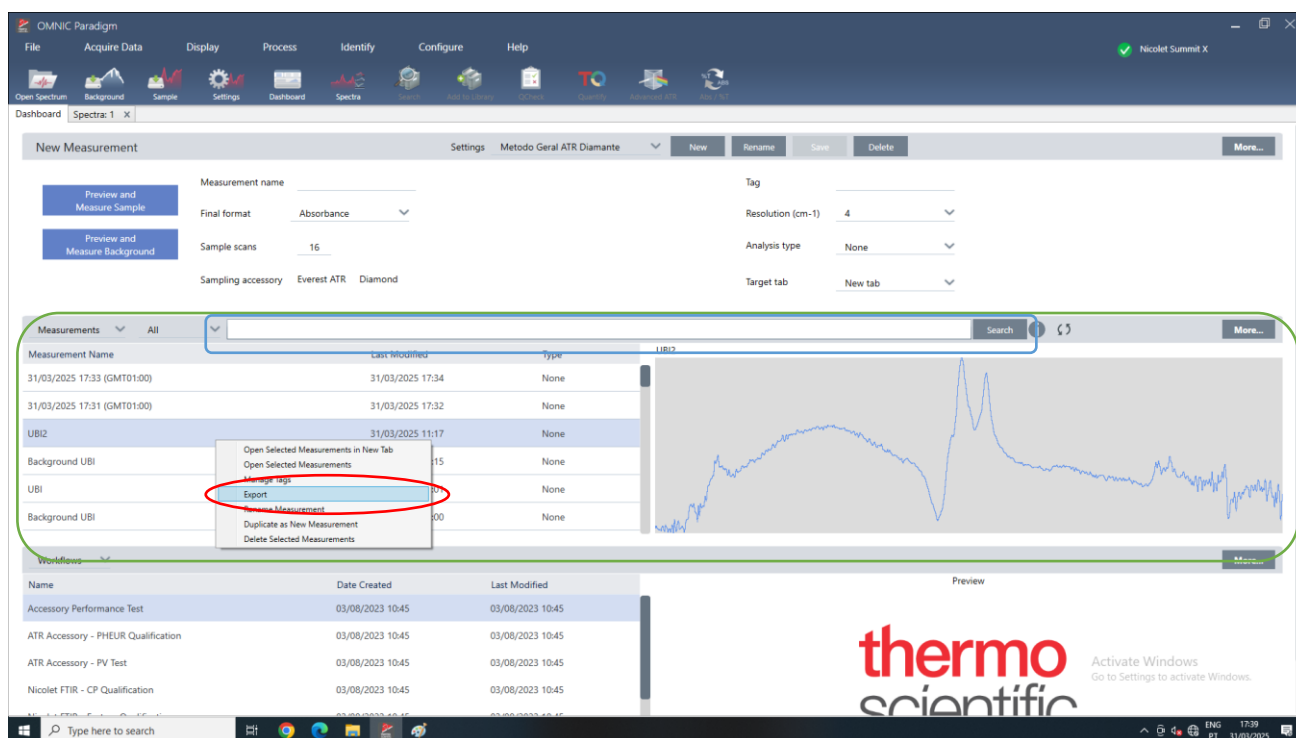
Para um espectro que está aberto:

Clica-se na aba “File” no canto superior esquerdo e em seguida “Export Spectrum” (a **vermelho**) e gravar numa pasta conhecida e com um nome que identifique bem a amostra.



A partir do Dashboard:

Na janela onde aparecem as amostras lidas (a **verde**), carregar com o botão direito do rato na leitura desejada e em seguida carregar em “Export” (a **vermelho**) e gravar numa pasta conhecida e com um nome que identifique bem a amostra.

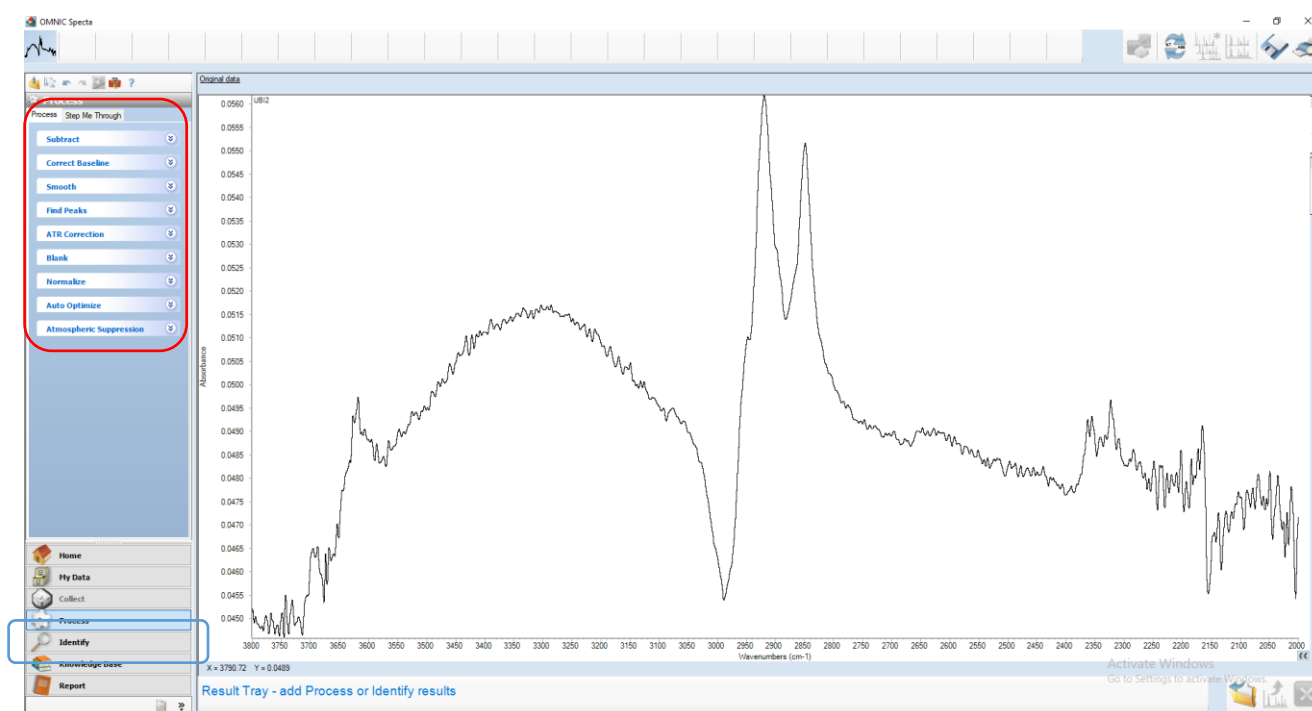


No caso da leitura desejada não aparecer pode-se pesquisar por ela na barra de pesquisa (a **azul**).

Com os espectros exportados e gravados numa pasta conhecida pode-se iniciar o OMNIC Specta. A janela inicial, ou “Dashboard” do Specta tem o aspeto seguinte:

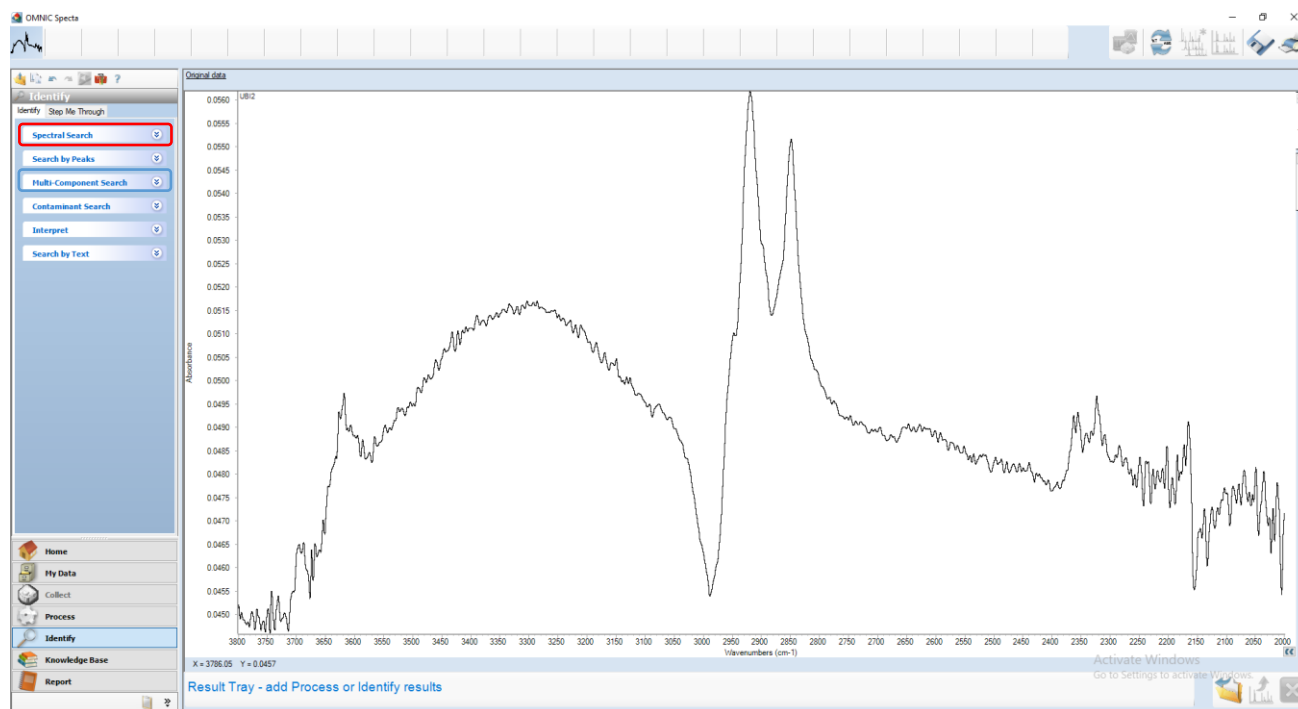


Para abrir um espectro, no canto superior esquerdo clicar no botão para abrir espectros (a **vermelho**) e selecionar o espectro desejado na pasta conhecida. Seguidamente, caso necessário, podemos passar ao processamento do espectro carregando na aba “Process” no canto inferior esquerdo (a **azul**), que abre a janela seguinte:

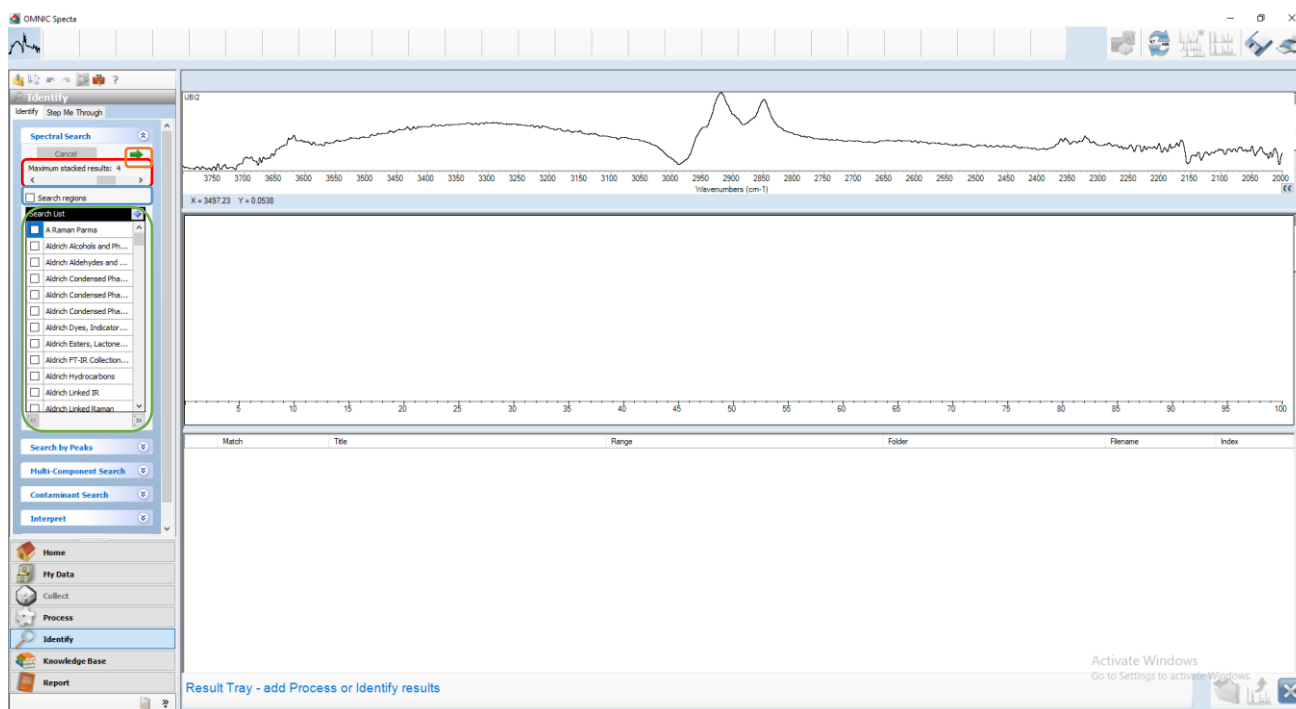


Temos uma variedade de opções do lado esquerdo (a **vermelho**) que permite ações como subtrair espectros um ao outro ou corrigir a baseline, etc... que depende muito do objetivo do trabalho e caso seja necessário, apesar de intuitivo, deve ser estudado mais a fundo.

Para passar à fase seguinte de identificação clicar na aba no canto inferior esquerdo “Identify” (a **azul**) que abre a seguinte janela:

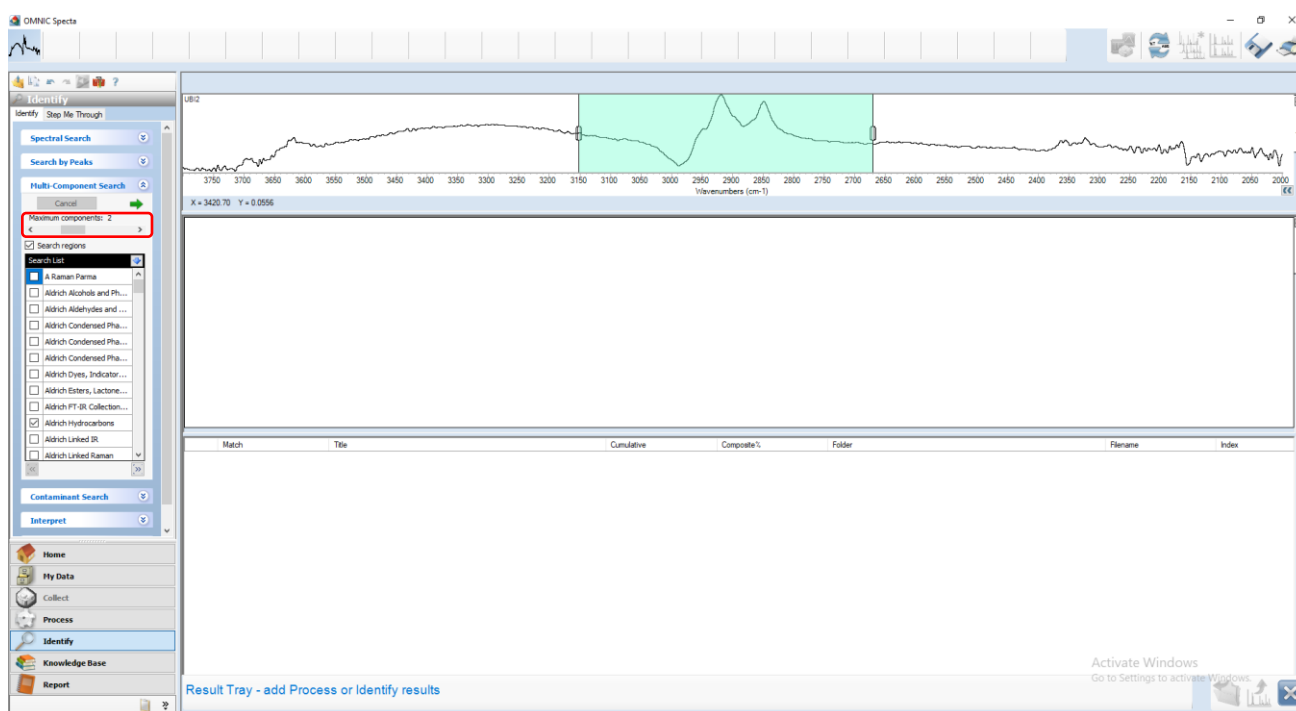


O sistema de identificação permite vários modos de identificação sendo os principais o “Spectral Search” (a **vermelho**) que é equivalente ao “Correlation Search” do Paradigm, ou seja, apenas para uma amostra, e o “Multi-Component Search” (a **azul**) para mais que um composto na mesma amostra (máx. 5 compostos). Para a Spectral Search existem as seguintes opções de análise:



A barra superior (a **vermelho**) permite seleccionar o número de possibilidades que aparecem neste caso está seleccionado apenas 4 mas permite até 5. A opção “search regions” (a **azul**) permite analisar apenas intervalos específicos do espectro, neste caso como está desseleccionado o espectro é analisado por completo. A “Search List” (a **verde**) é o local onde se escolhem a(s) biblioteca(s) que queremos procurar. A seta verde (a **laranja**) inicia a análise do espectro.

Para a Multi-Component Search aparece a seguinte janela:



As opções são iguais às da “Spectral Search” mas em vez de seleccionar o número de resultados podemos seleccionar o número de compostos na mistura (a **vermelho**). Neste caso a opção “Search Regions” também está seleccionada, na representação do espectro podemos ver o retângulo esverdeado que é o intervalo que está a ser analisado. O tamanho e posição do retângulo pode ser alterado com o rato.

7. Trocar Módulos – Módulo de Transmissão