

Nicolet CZ s.r.o.



ThermoFisher
SCIENTIFIC

The world leader in serving science

Základy NIR spektrometrie a její praktické využití



- ✓ praktická metoda molekulové spektroskopie, nahrazující pracnější, časově náročnější a dražší postupy analytické chemie
- ✓ metoda vhodná i pro měření hrubě zrnitých a nehomogenních vzorků
- ✓ alternativní metodou pro HPLC, GC apod. v procesních kontrolách QC/AC
- ✓ rychlá kontrola vstupních surovin, meziproductů a produktů

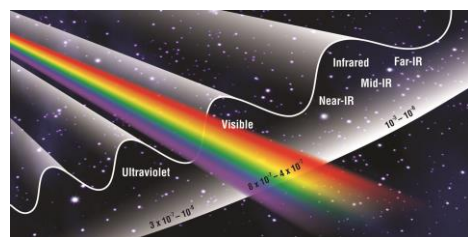


Historie a současný trend vývoje techniky NIR.

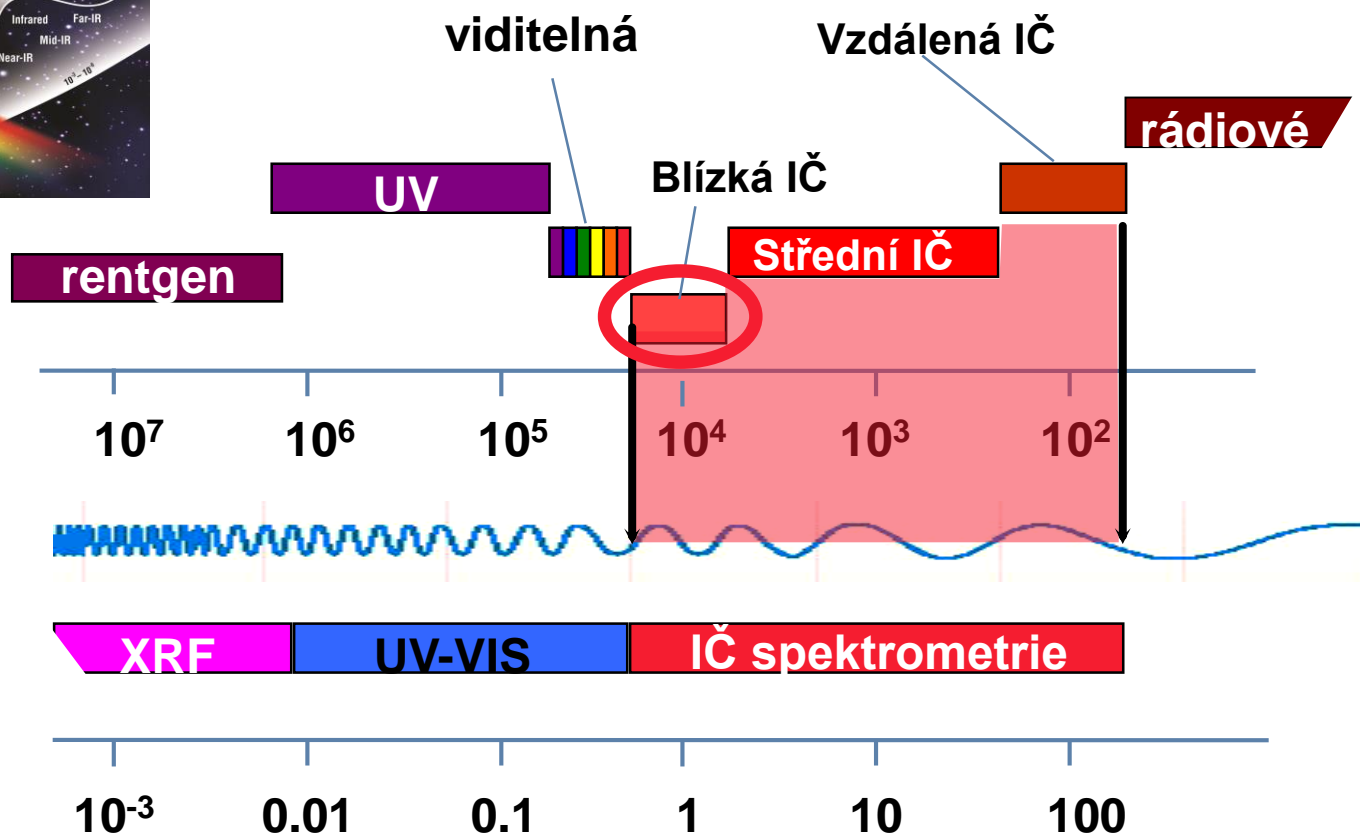
- ✓ **základy** reflektančních měření v blízké infračervené oblasti byly položeny **v 60. letech** při kvantitavních stanoveních vlhkosti v semenech obilovin a olejnin
- ✓ po roce 1970 vývoj analyzátorů pro analýzy krmiv a potravin (fy Dickey-John, Neotec, Technicon)
- ✓ koncem 80. let a **začátkem 90. let** vývoj přístrojů **FT-NIR** umožňujících širší využití reflexních metod měření
- ✓ rozvoj počítačové techniky a zlepšení kvality měřeného spektra akceleroval vývoj statistického softwaru

Molekulová spektroskopie.

- ✓ studium interakce elektromagnetického záření a hmoty
- ✓ zahrnuje např. UV, VIS, NIR, IR spektroskopii

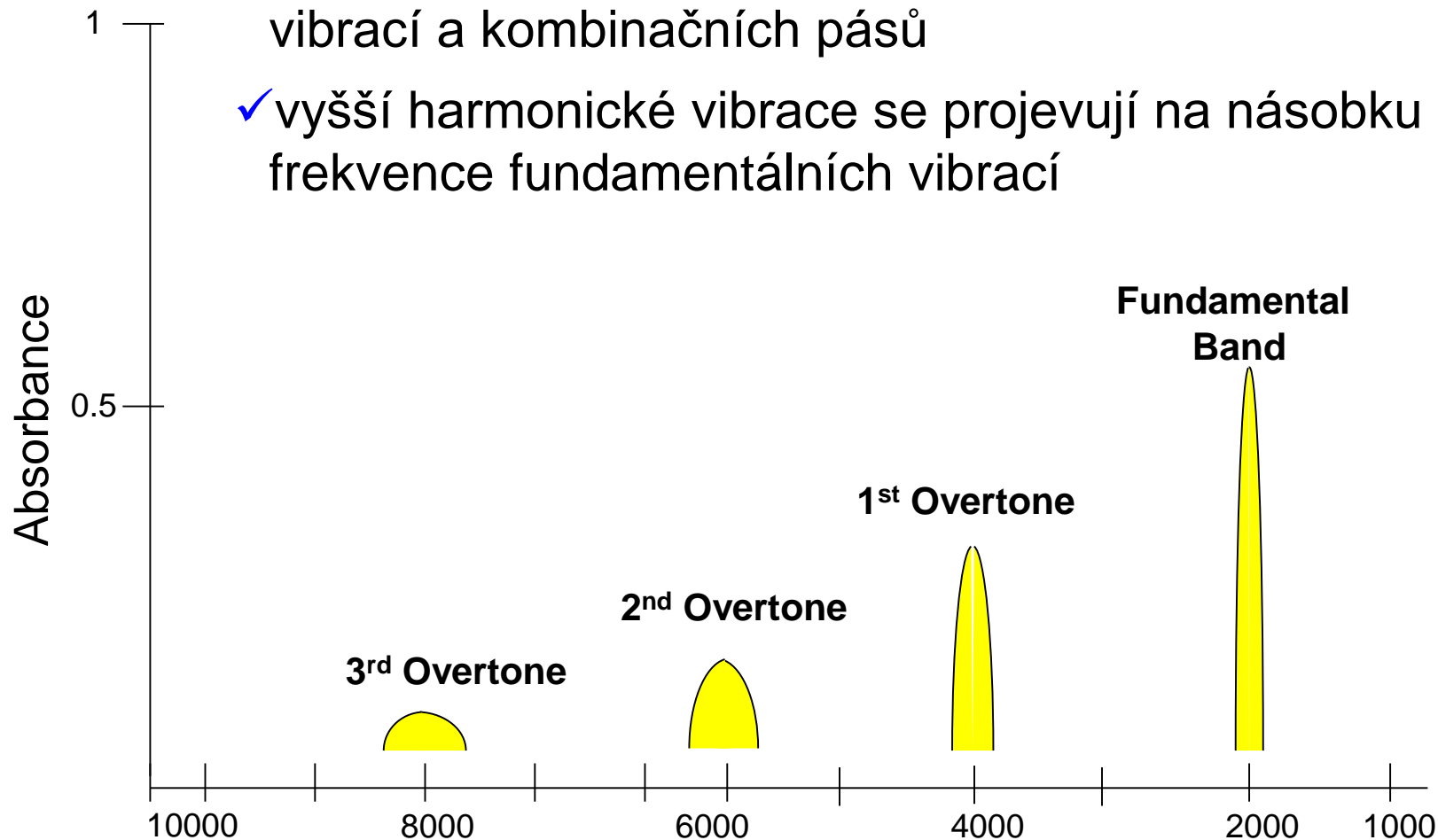


rozsah

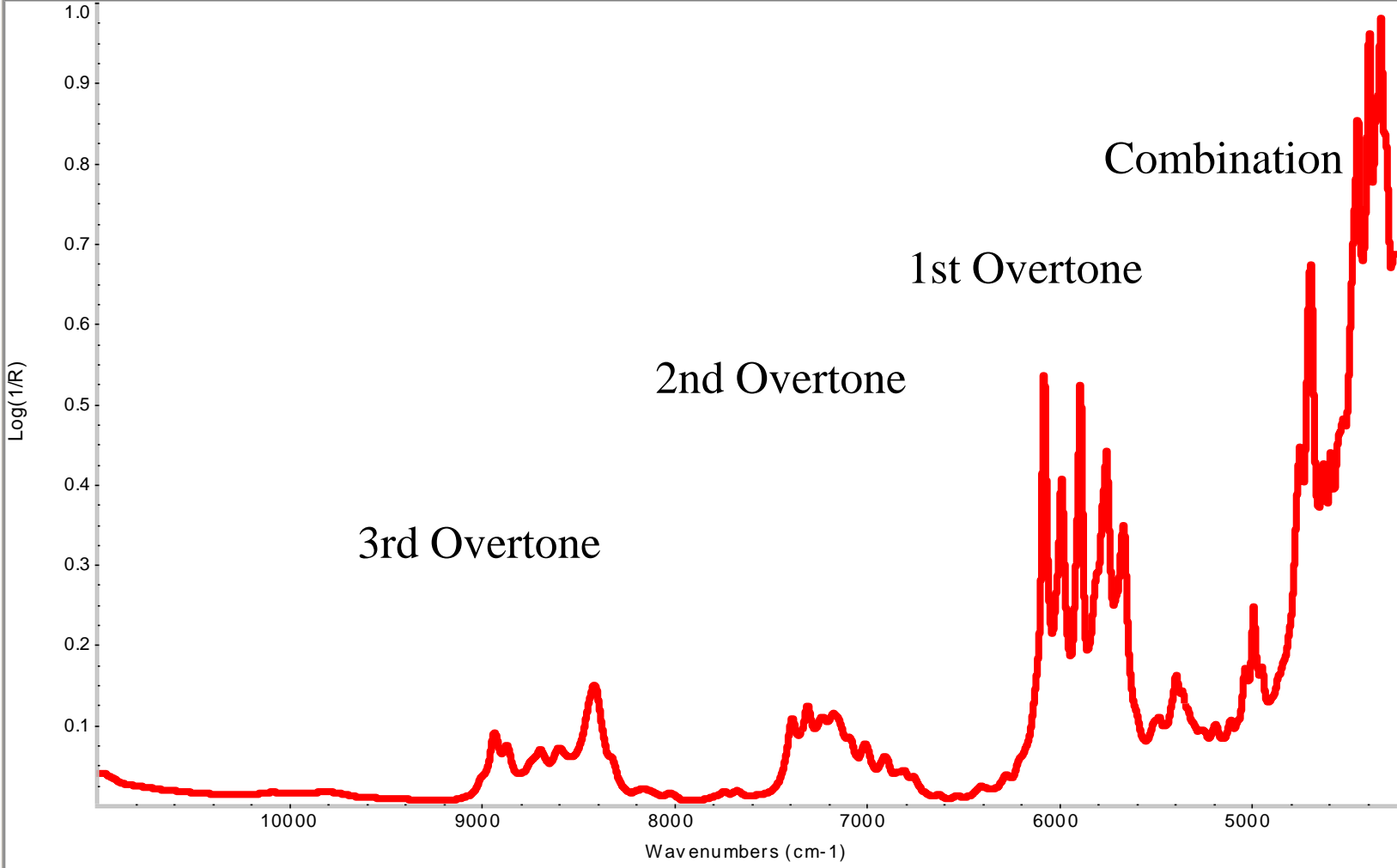


NIR spektrum

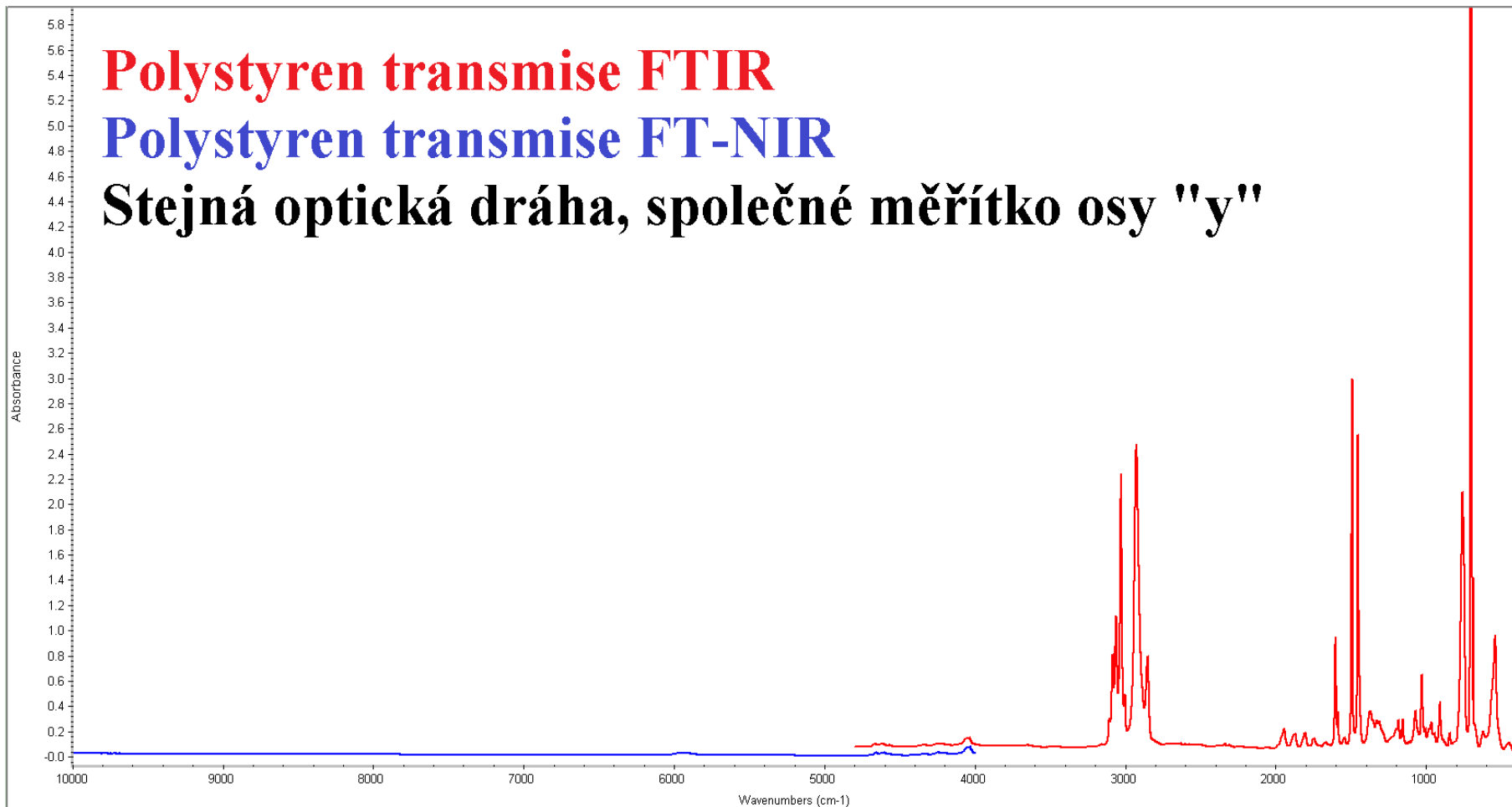
- ✓ NIR spektra jsou složena z pásů vyšších harmonických vibrací a kombinačních pásů
- ✓ vyšší harmonické vibrace se projevují na násobku frekvence fundamentálních vibrací



NIR spektrum



FTIR a FT-NIR spektrum polystyrenu.



Absorpční pásy v blízké infračervené oblasti (NIR)

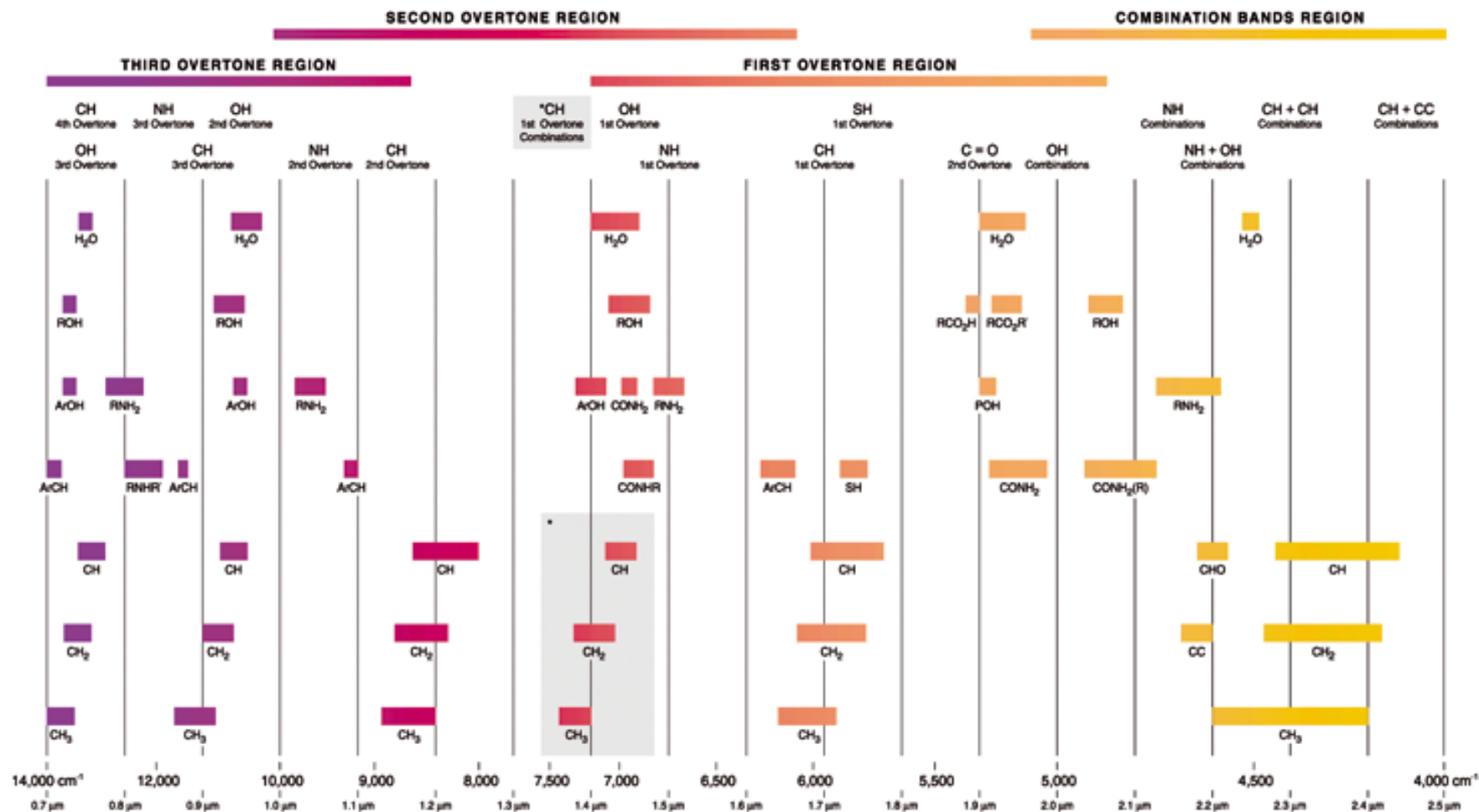
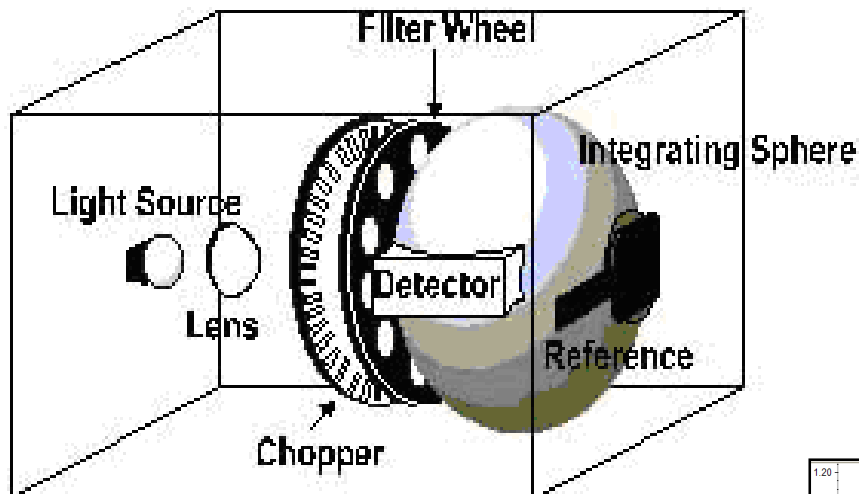


Schéma filtrového NIR spektrometru



Filtry ve filtrovém spektrometru fungují jako **selektory snímaných vlnových délek**. Propouštějí pouze určité vlnové délky ze spojitého záření zdroje. Propouštěné vlnové délky jsou vybírány experimentálně podle toho, v které oblasti spektra absorbuje např. protein. Pokud se mění matrice vzorku, je obtížné optimální sestavu filtrů experimentálně definovat.

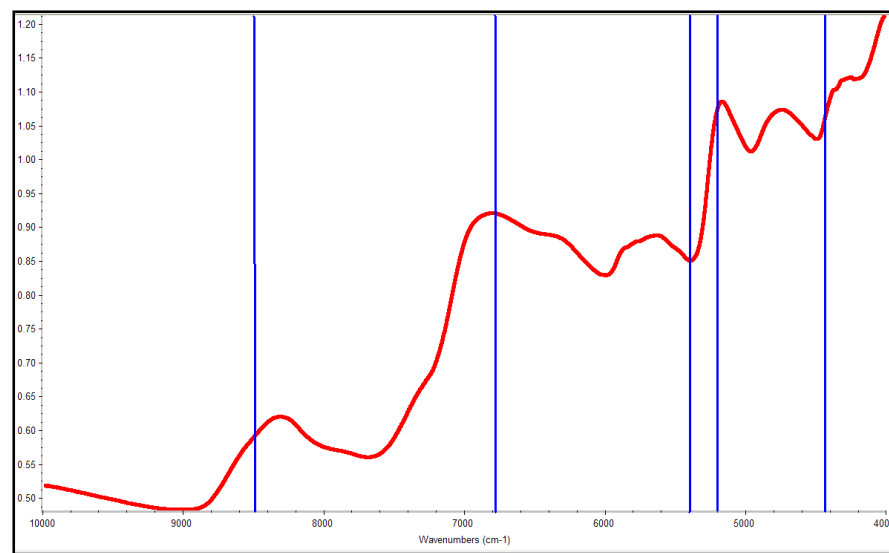
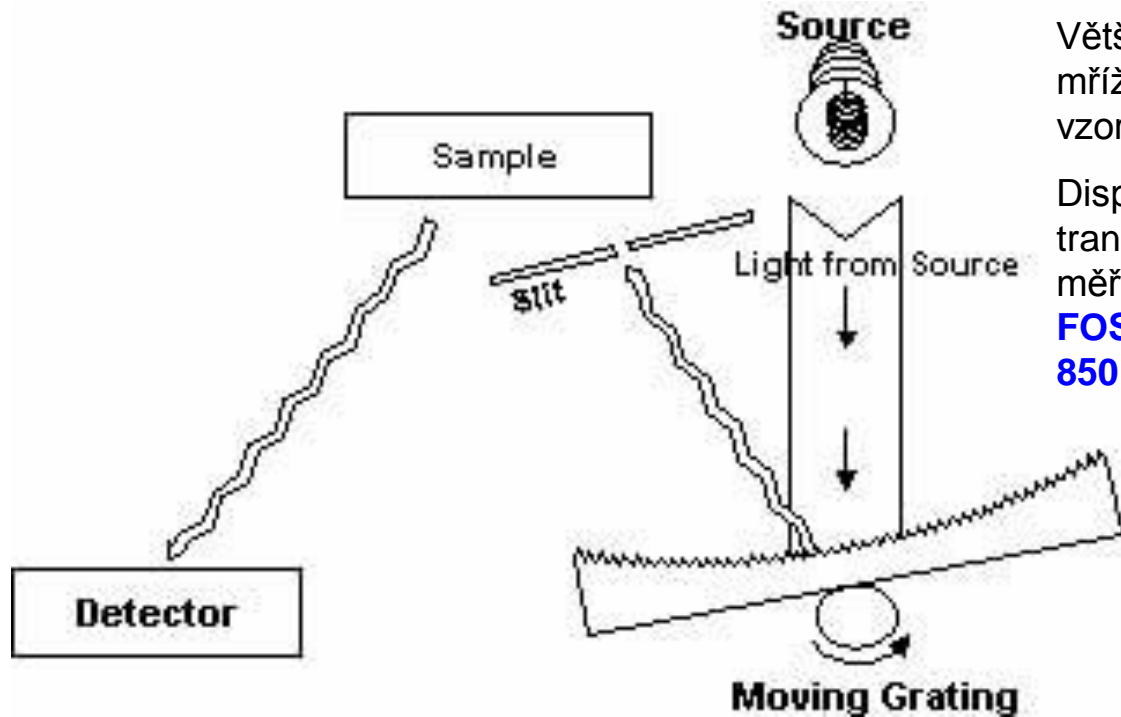


Schéma disperzního NIR spektrometru s pohyblivou mřížkou



Většina disperzních spektrometrů s pohyblivou mřížkou, které využívají reflexních metod vzorkování, měří v celém NIR rozsahu.

Disperzní spektrometry používající měření v transmisním modu mají velmi omezený rozsah měření.

FOSS Food Scan
850 – 1050 nm (11.765 – 9524 cm⁻¹)

Běžné rozlišení 2 nm odpovídá přibližně vlnočtu 16 cm⁻¹ (u 1650 nm je to cca 7 cm⁻¹, u 950 nm je to cca 24 cm⁻¹).
Hlavní nevýhodou posuny vlnočtové osy v důsledku mechanické složitosti systémů. Rozsah disperzních spektrometrů zahrnuje většinou celou viditelnou oblast, nebo její část.

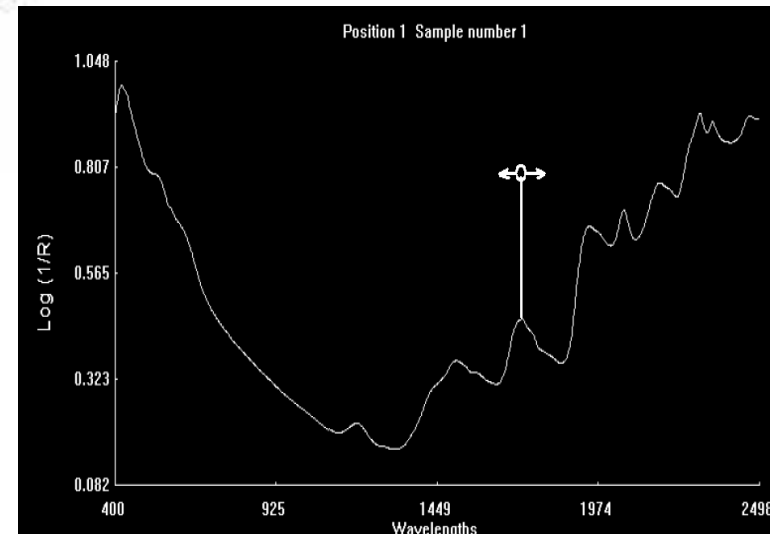
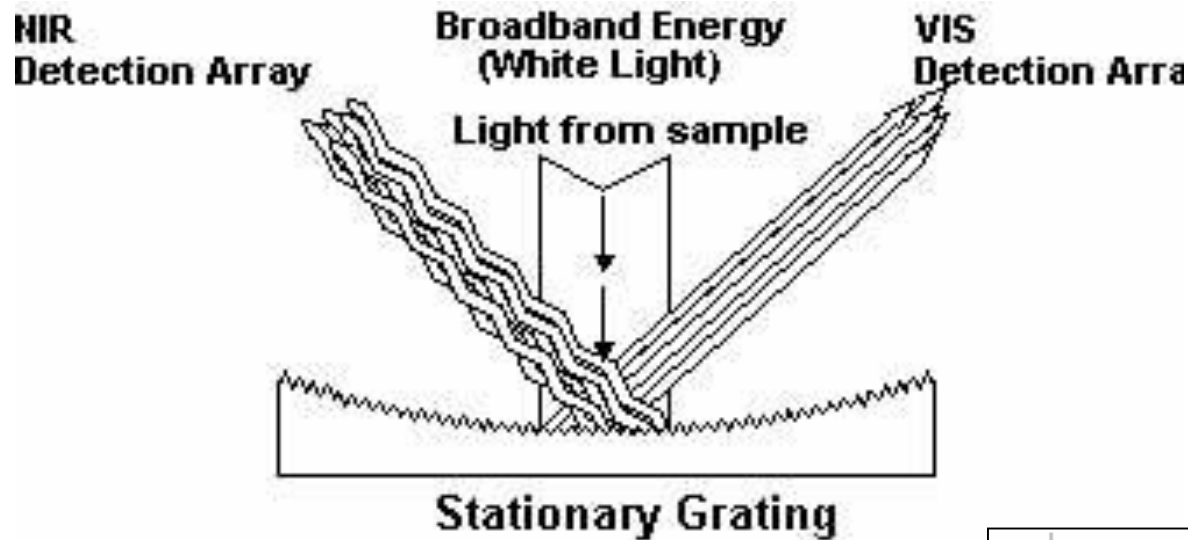


Schéma disperzního NIR spektrometru s pevnou mřížkou



Diodové pole detektoru DA 7200 má **256 bodů**, což při rozsahu snímání 950 – 1650 nm umožňuje nominální rozlišení 6 nm. Výše zmíněných 6 nm odpovídá přibližně 50 cm^{-1} (u 1650 nm je to cca 21 cm^{-1} , u 950 nm je to cca 72 cm^{-1}). FT-NIR spektrometr měří při maximálním rozlišení 2 cm^{-1} a maximálním možném rozsahu měřeného spektra od 12.000 do 3800 cm^{-1} (833 – 2.632 nm) **8200 datových** bodů na spektrum

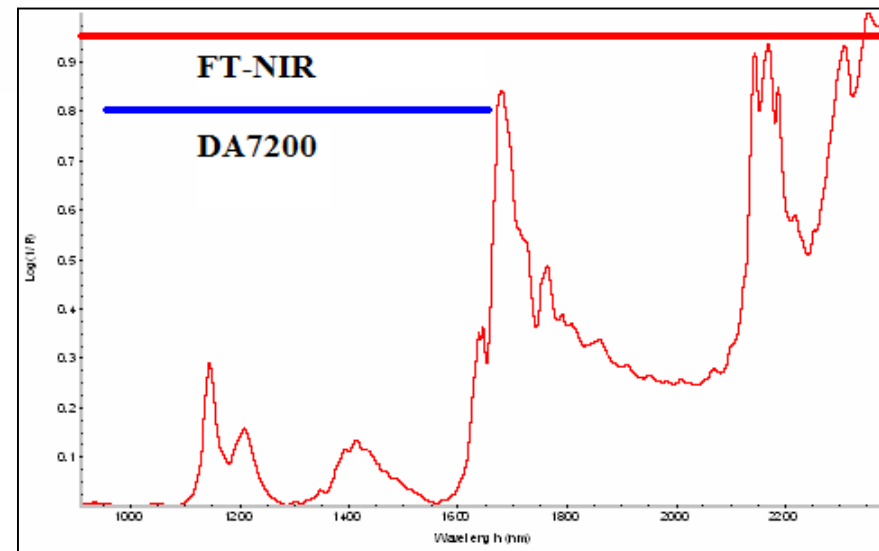
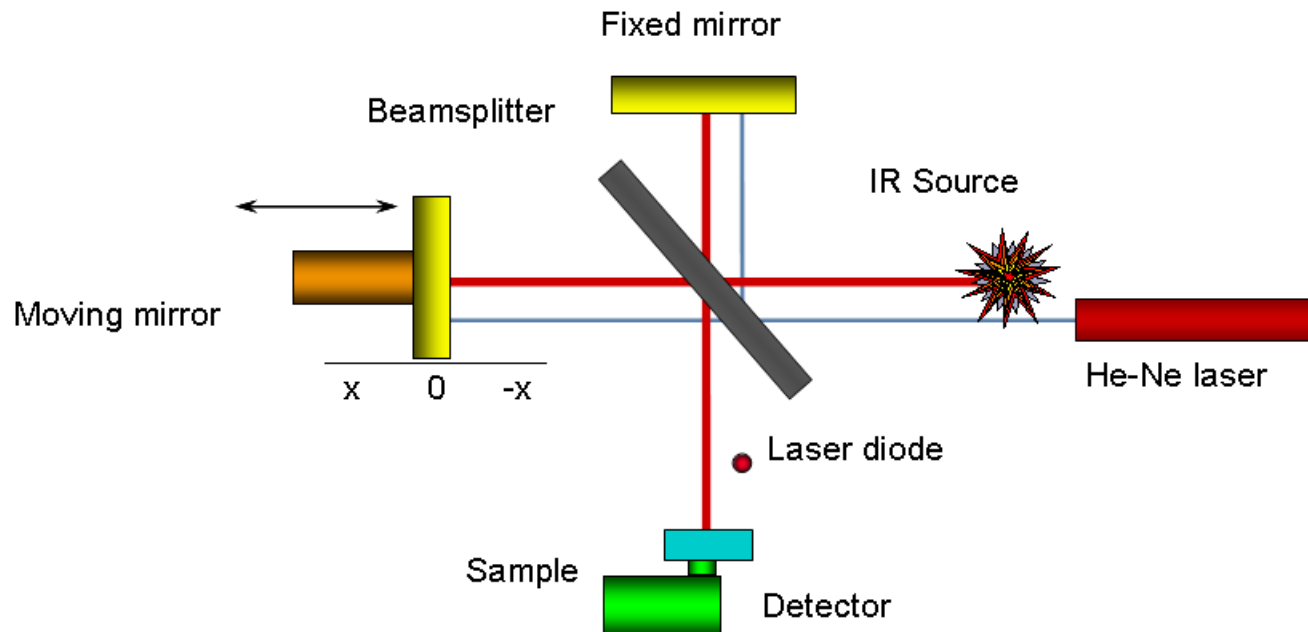


Schéma FT-NIR spektrometru



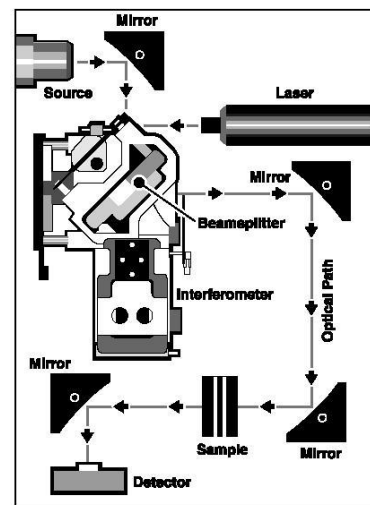
Mechanická konstrukční jednoduchost

Množství energie dopadající na detektor je ve srovnání s disperzním přístrojem asi o dva řády vyšší. To má za následek podstatné zvýšení odstupů signálu od šumu (tzv. Jacquinotova energetická výhoda).

Vlnočtová přesnost a správnost je oproti disperzním přístrojům téměř absolutní. Odpadá obvyklé překalibrovávání přístroje na správnost udávaných vlnových délek. Prakticky to znamená, že pokud se nezmění chemická podstata vzorku jako takového, není nutno přístroj recalibrovat. (tzv. Connesova výhoda)

FTIR spektrometry nevykazují, na rozdíl od disperzních, téměř žádné chyby způsobené rozptylem záření na optických prvcích – jsou přesnější.

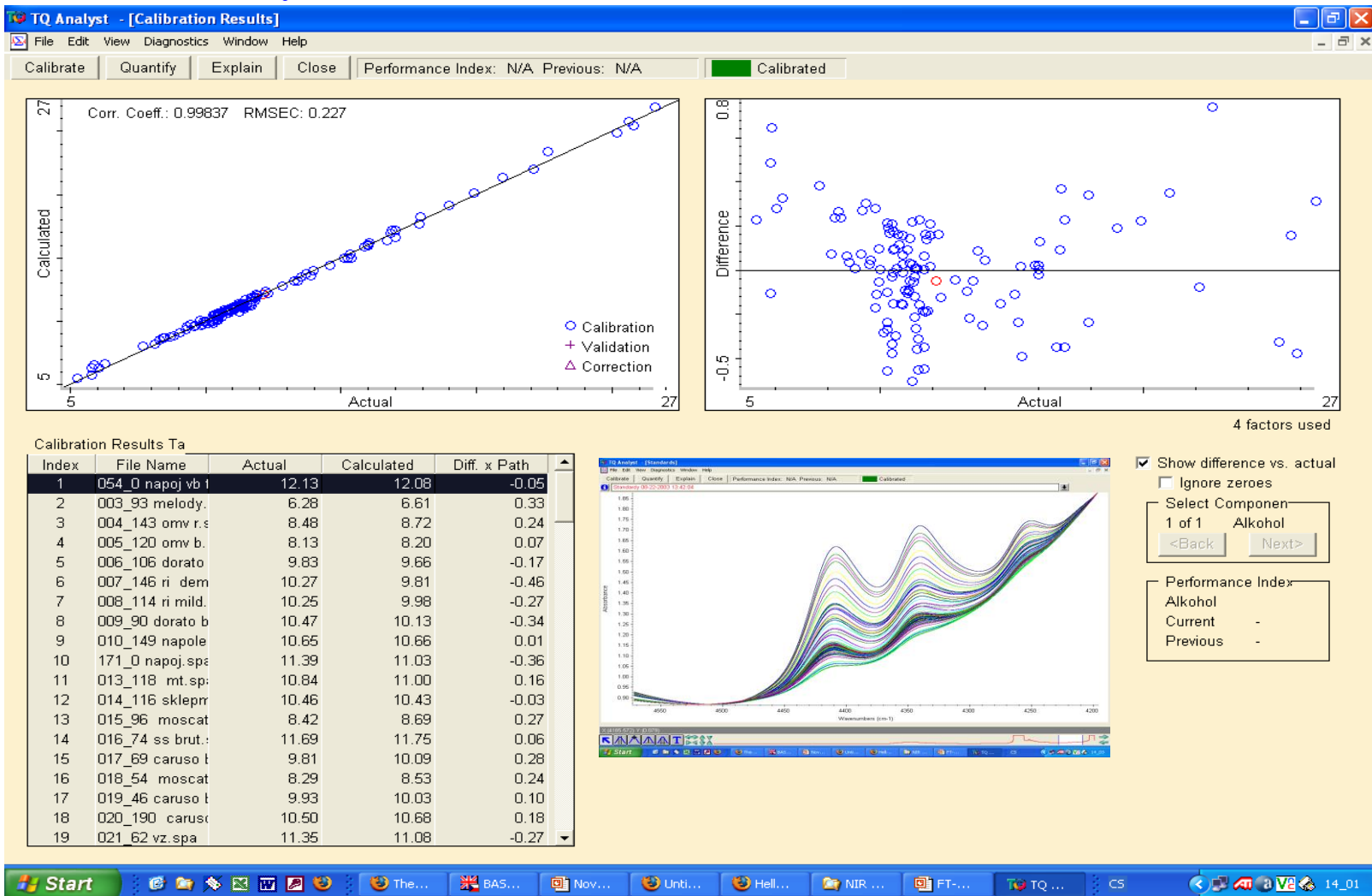
Vzorkovací techniky používané v NIR Transmise – klasické kyvety



Vzorkovací techniky používané v NIR

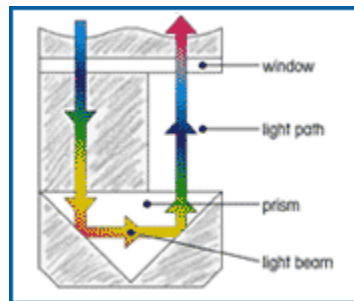
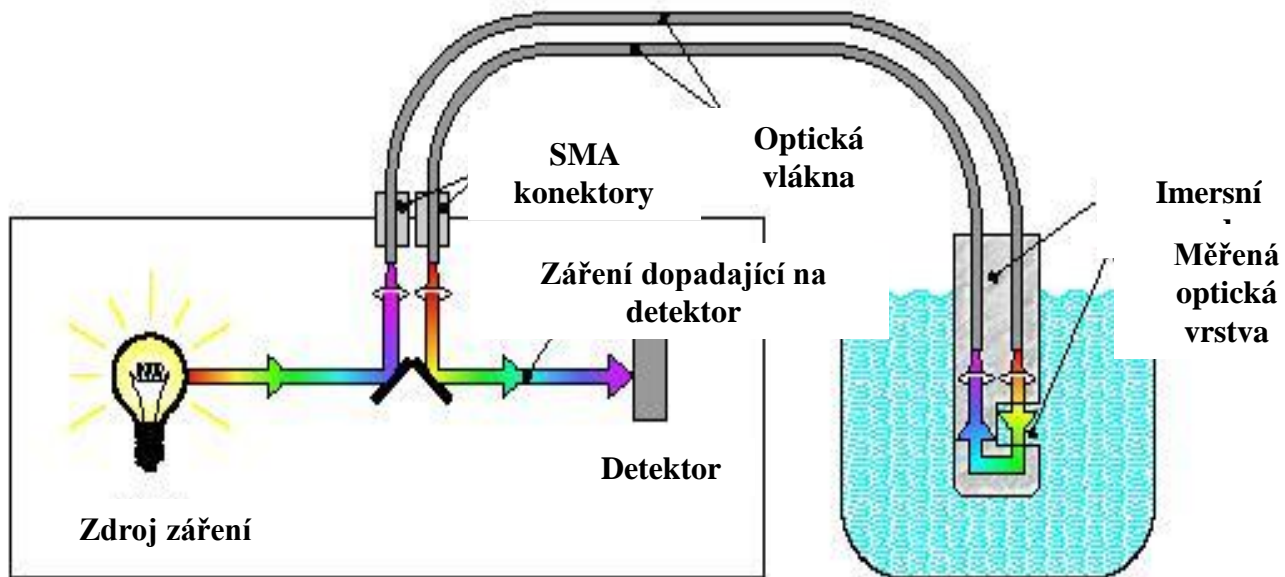
Transmise – klasické květy

Stanovení etylalkoholu ve víně



Vzorkovací techniky používané v NIR

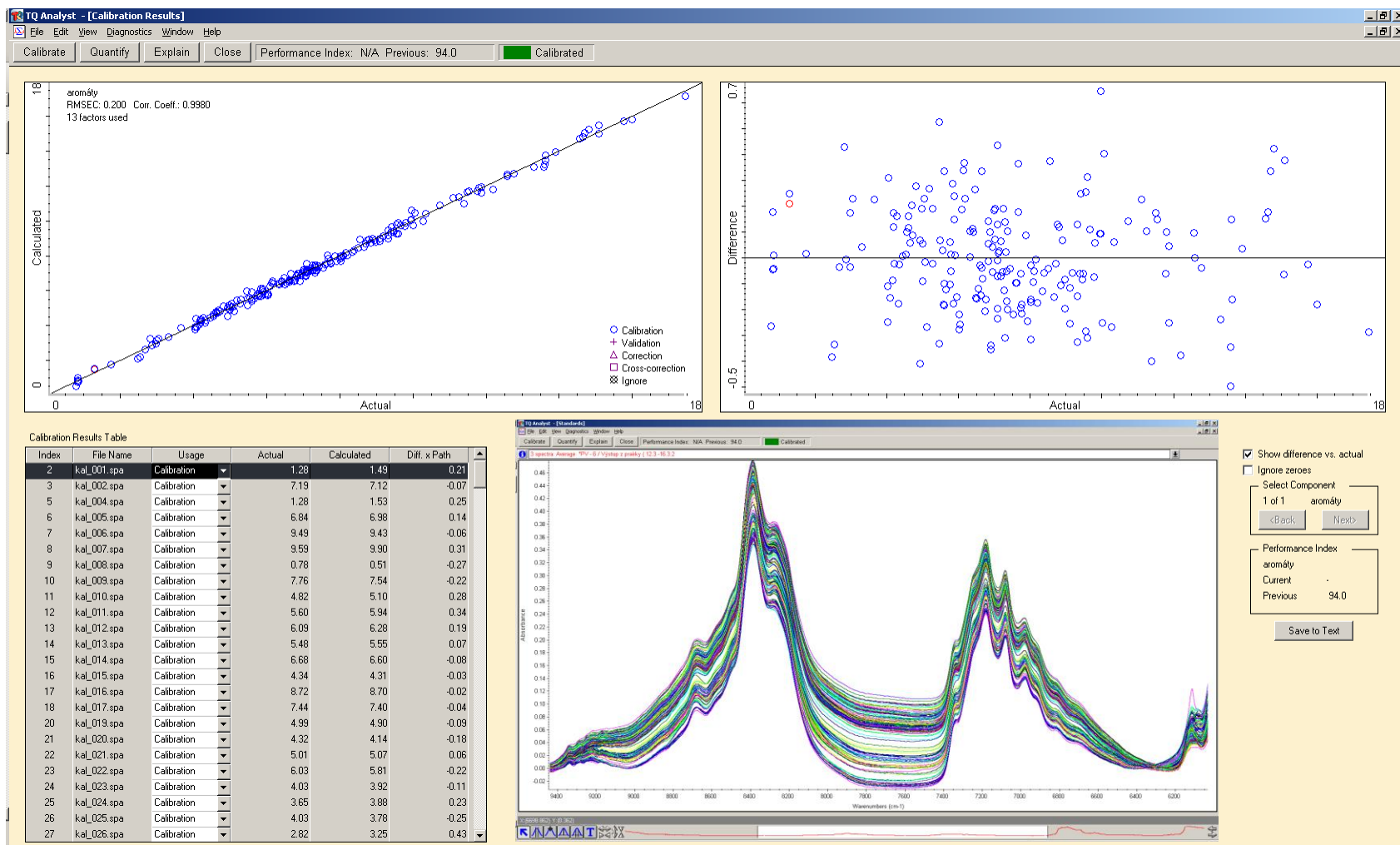
Transmise – imersní sonda



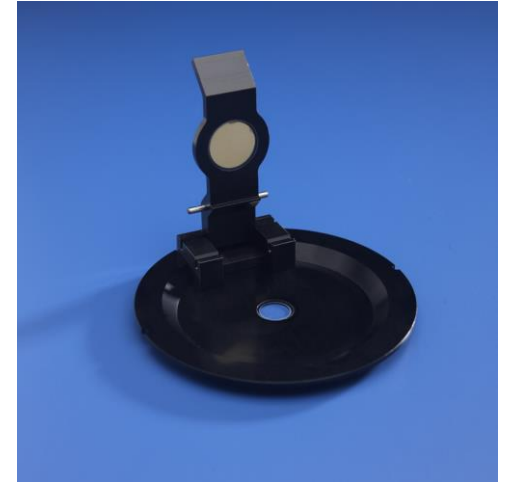
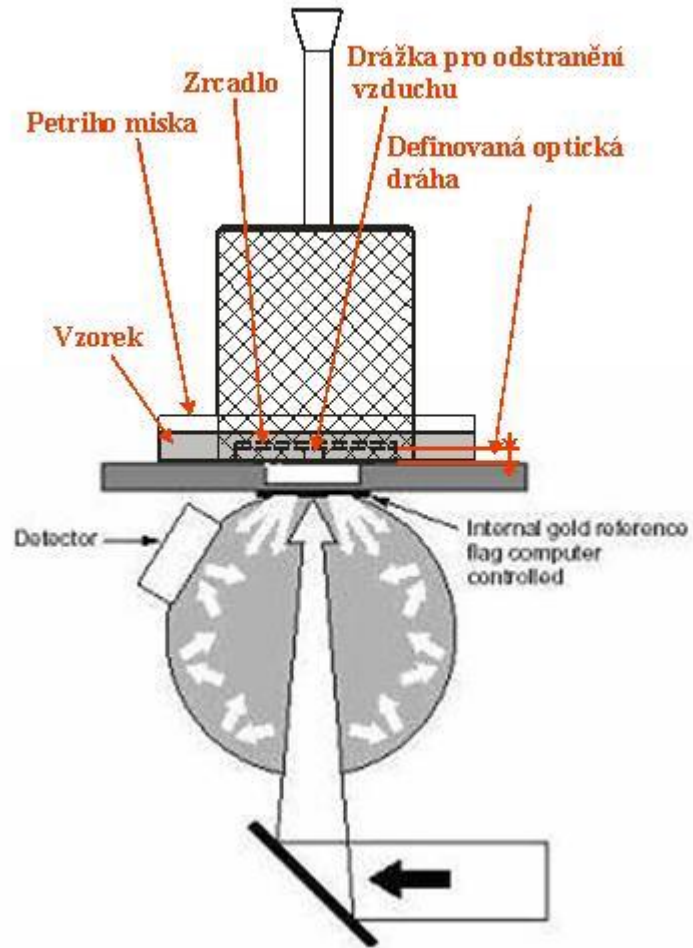
Vzorkovací techniky používané v NIR

Transmise – imersní sonda

Stanovení aromátů v primárním benzínu

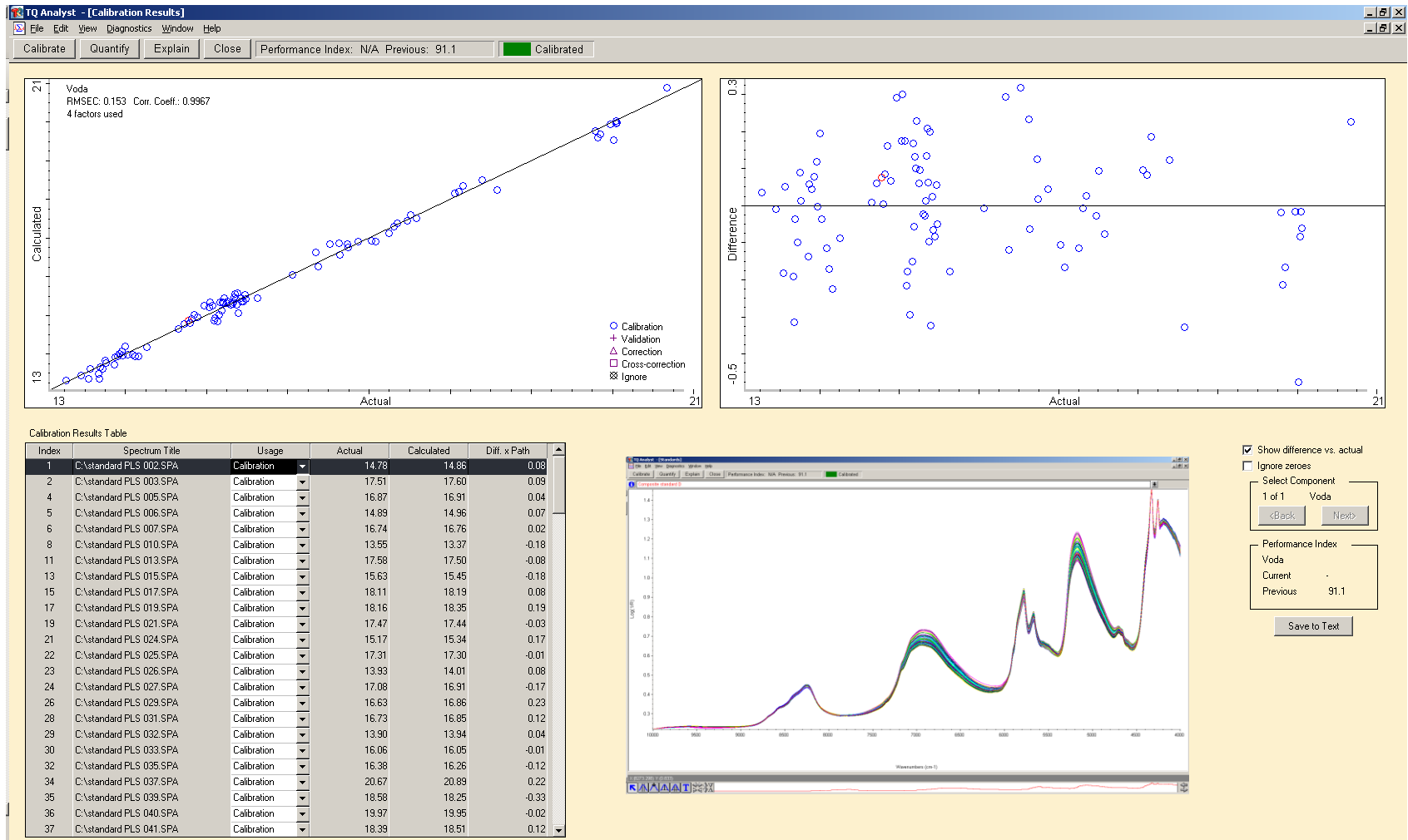


Vzorkovací techniky používané v NIR Transflectance



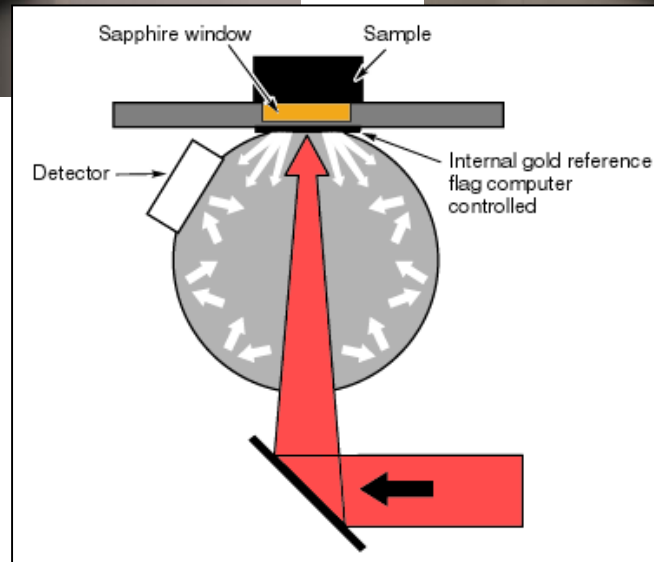
Vzorkovací techniky používané v NIR Transflekance

Stanovení tuku v másle



Vzorkovací techniky používané v NIR

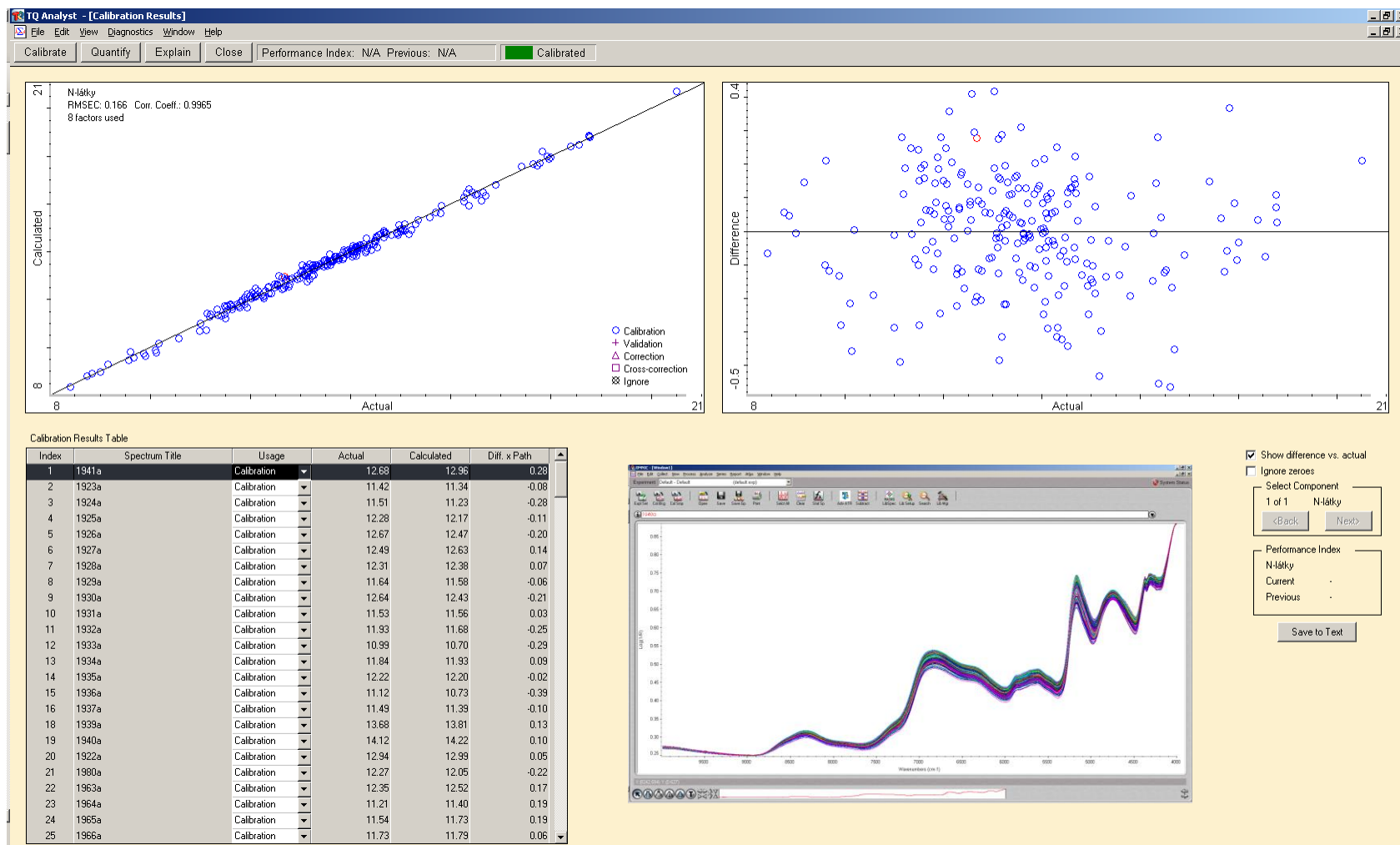
Difúzní reflexe s rotací kyvety



Vzorkovací techniky používané v NIR

Difúzní reflexe s rotací kyvety

Stanovení dusíku v zrnech pšenice (bez šrotování)



Vzorkovací techniky používané v NIR

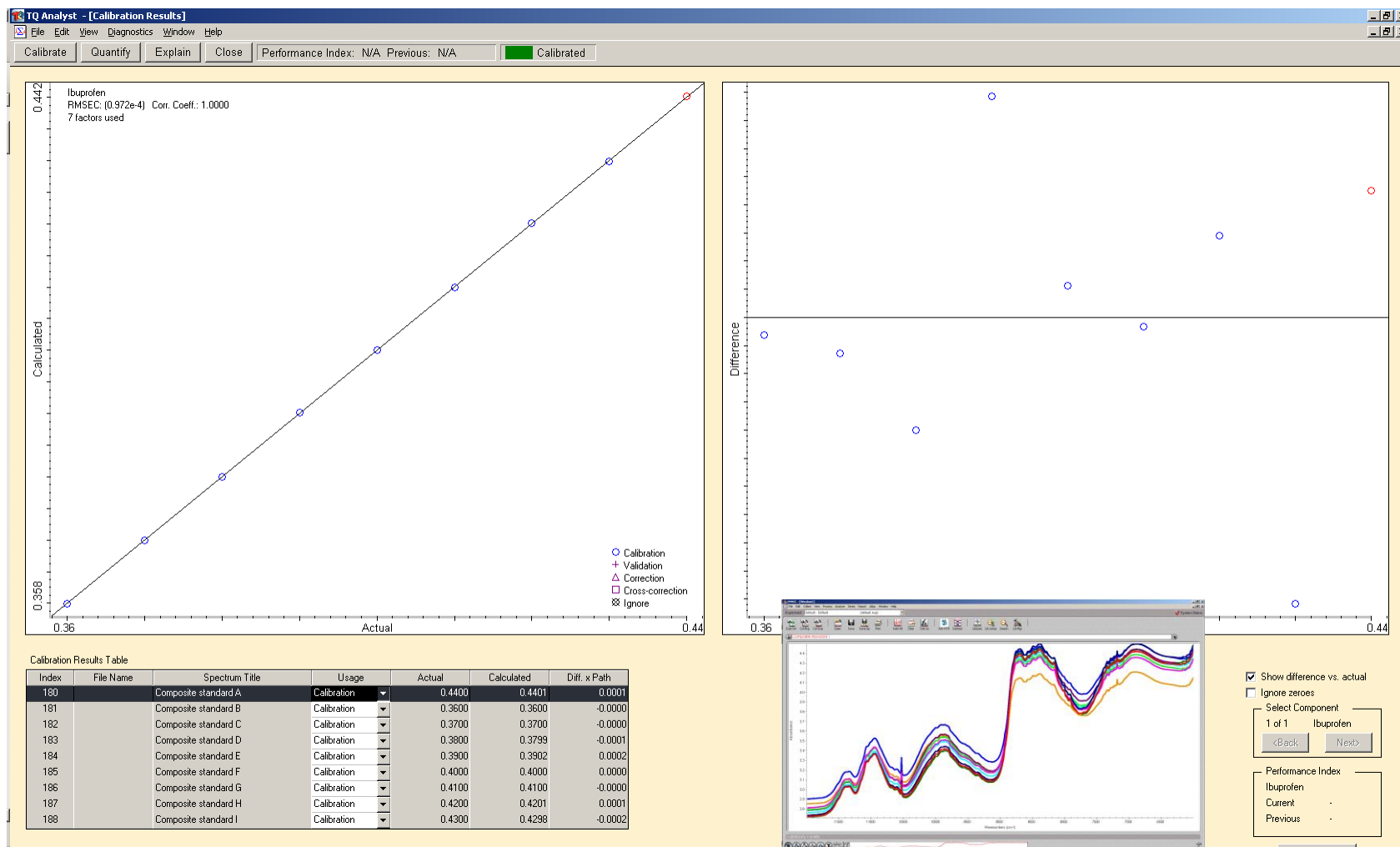
Difúzní reflexe – integrační sféra s autosamplery



Vzorkovací techniky používané v NIR

Transmise – integrační sféra a autosamplery

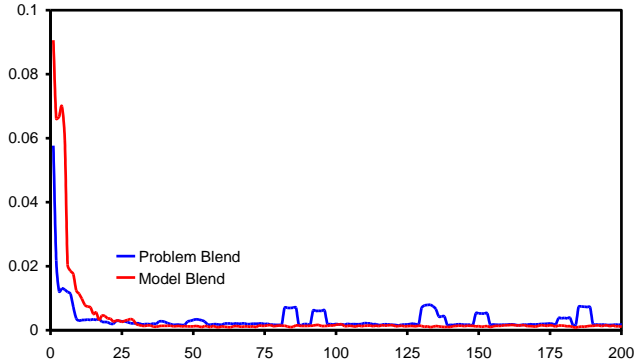
Stanovení obsahu API ve farmaceutické tabletě



Provozní analyzátořy



ASTAR DI process analyzers include completely integrated protection, complete communications and multi-point measurement.



Děkuji Vám za pozornost.

