

*Nicolet CZ s.r.o.*



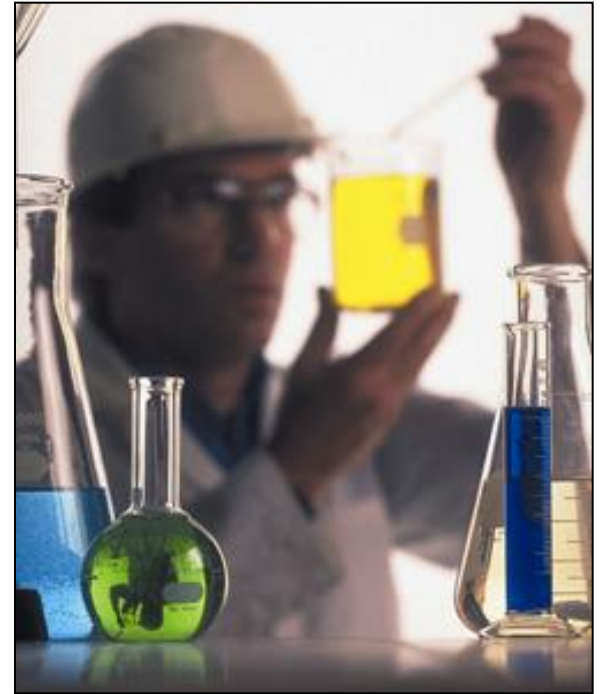
**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

*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

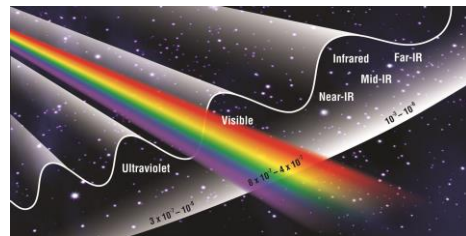


# Historie a současný trend vývoje techniky NIR.

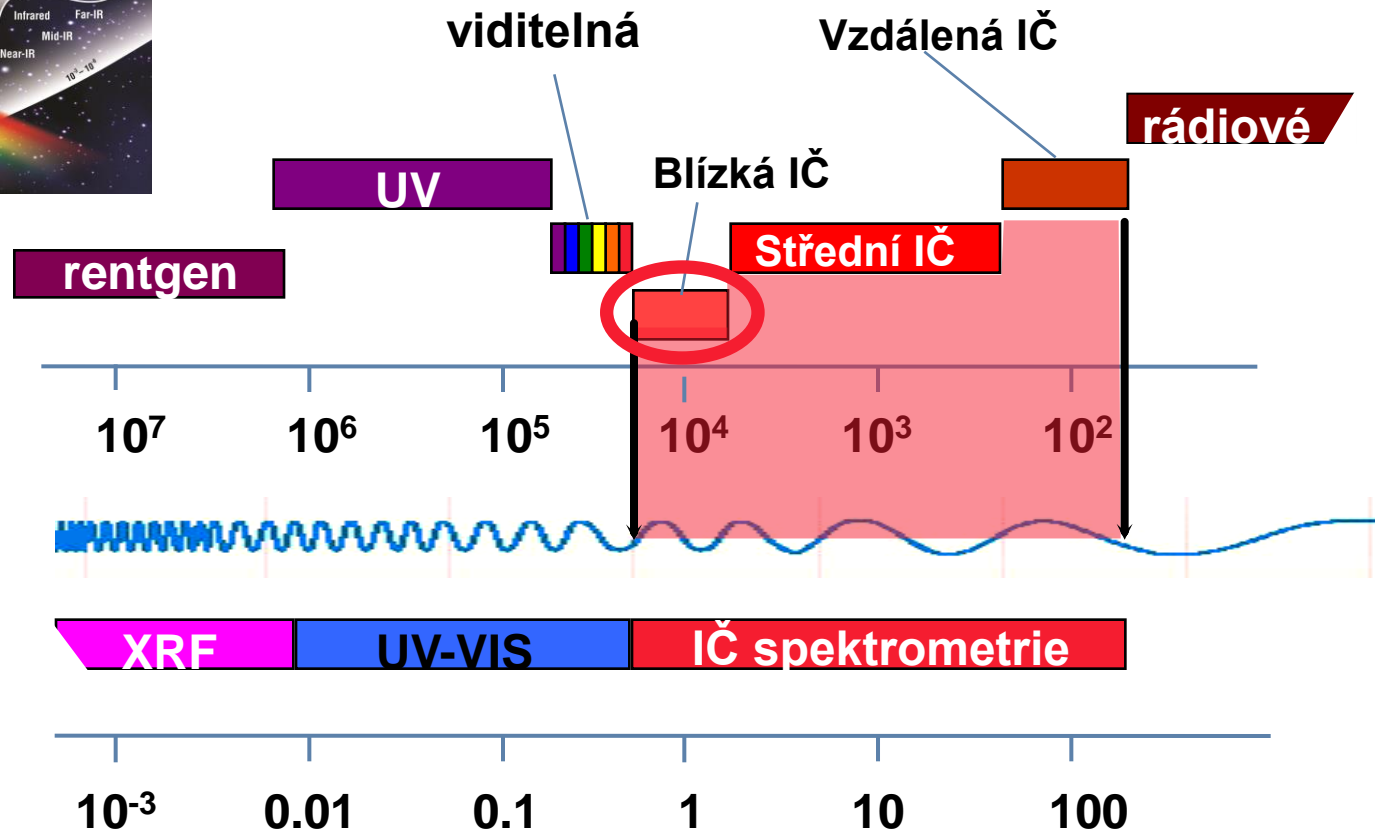
- ✓ **základy** reflektančních měření v blízké infračervené oblasti byly položeny **v 60. letech** při kvantitavních stanoveních vlhkosti v semenech obilovin a olejnin
- ✓ po roce 1970 vývoj analyzátorů pro analýzy krmiv a potravin ( fy Dickey-John, Neotec, Technicon )
- ✓ koncem 80. let a **začátkem 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

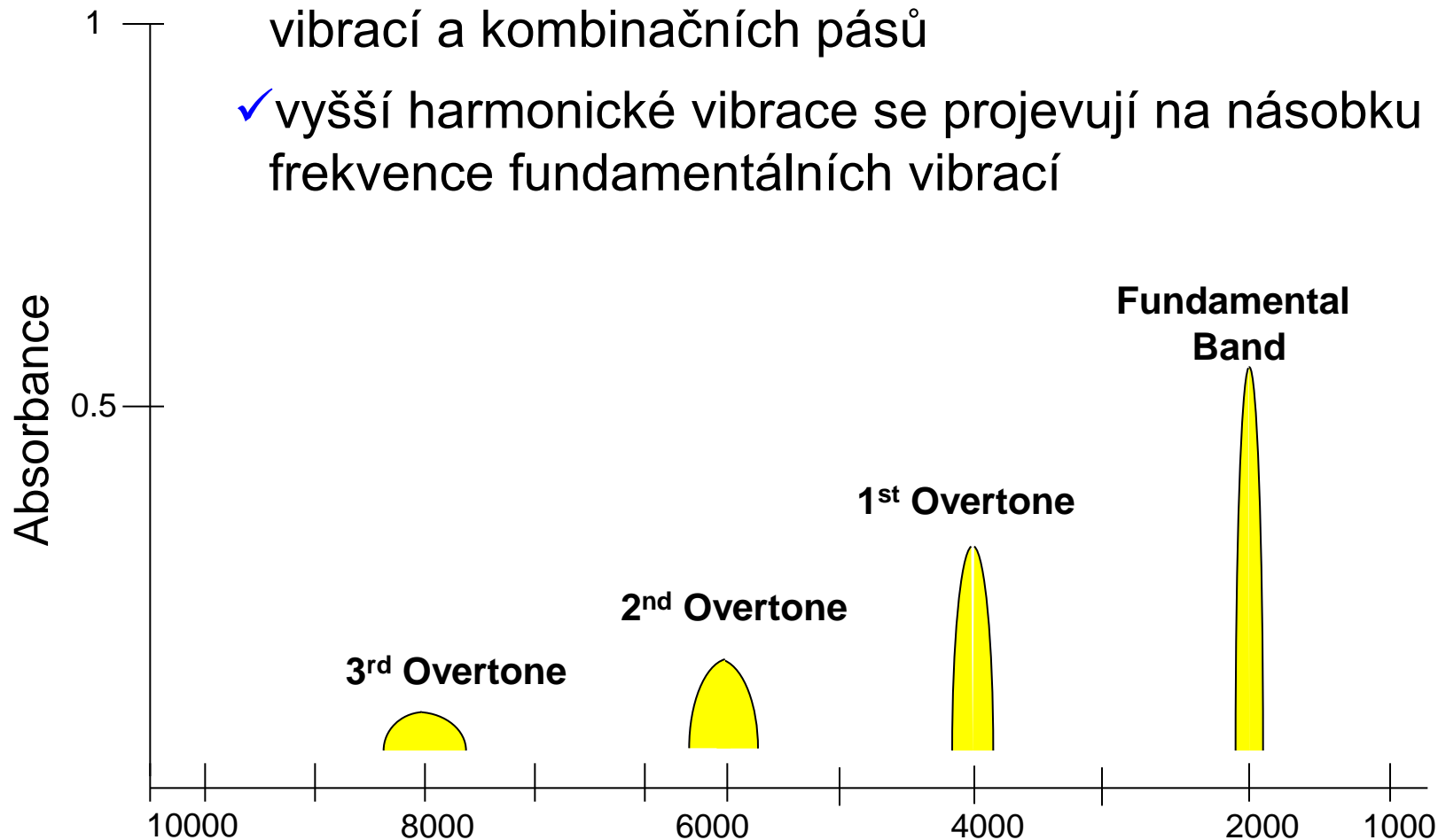


rozsah

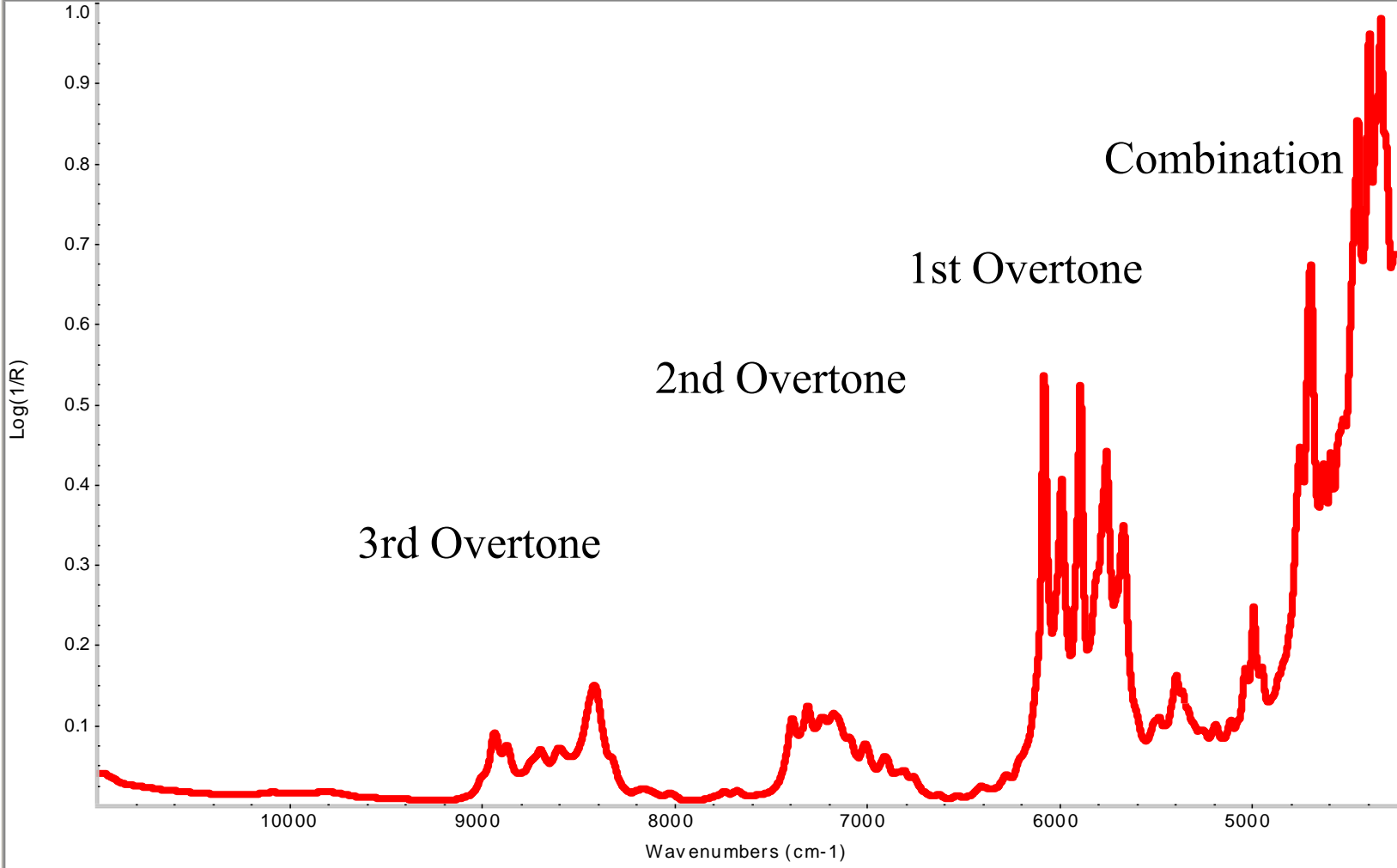


# NIR spektrum

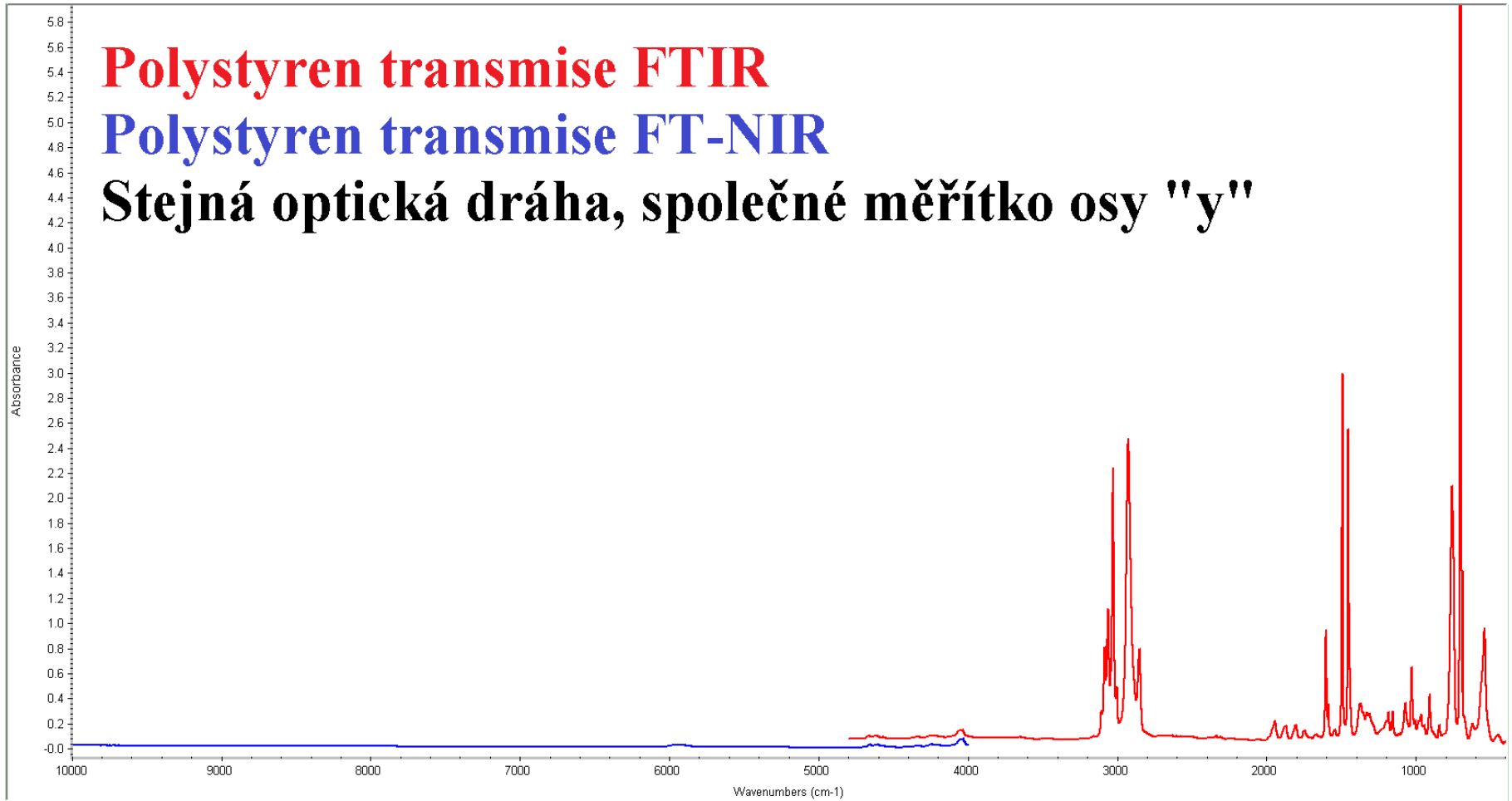
- ✓ NIR spektra jsou složena z pásů vyšších harmonických vibrací a kombinačních pásů
- ✓ vyšší harmonické vibrace se projevují na násobku frekvence fundamentálních vibrací



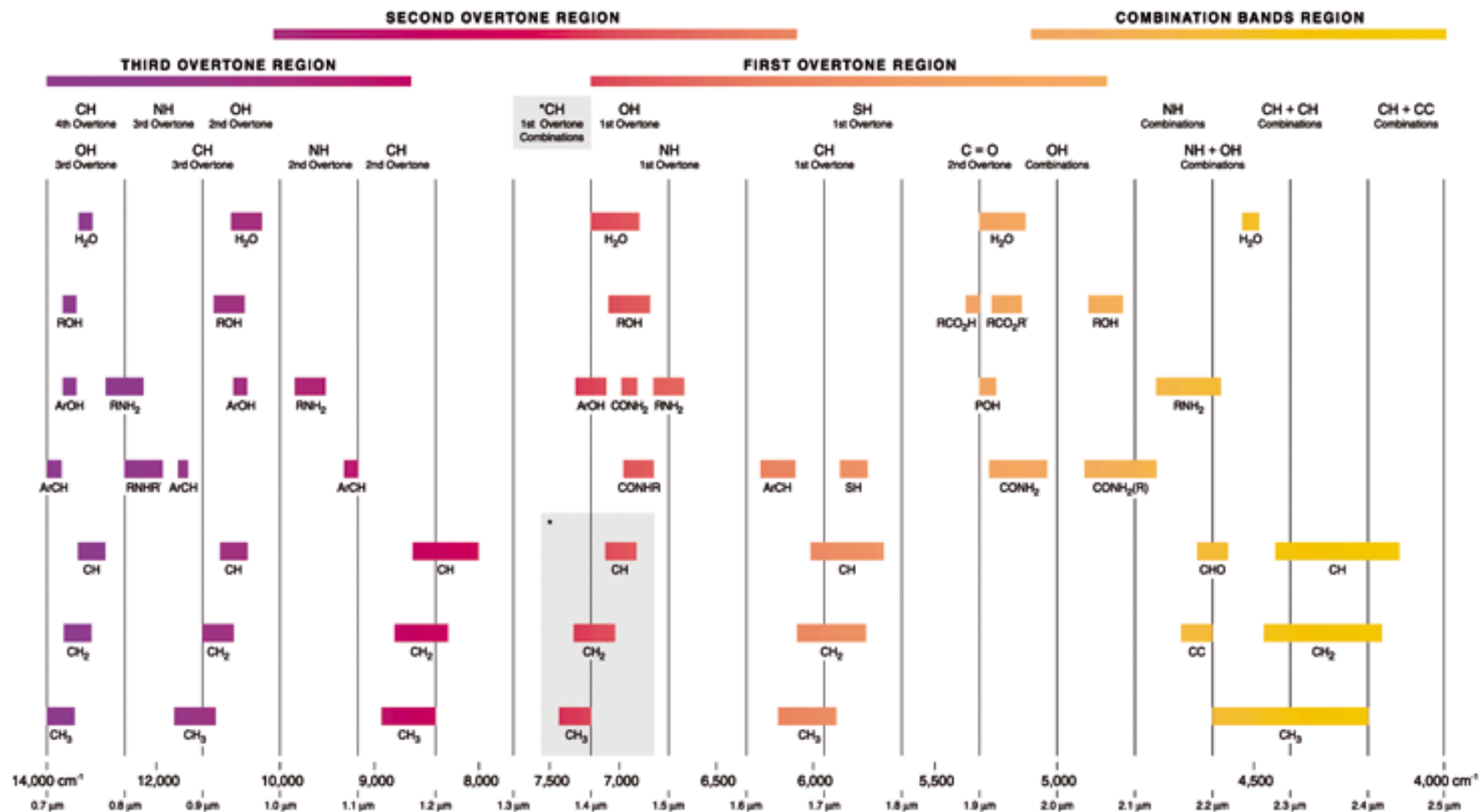
# NIR spektrum



# FTIR a FT-NIR spektrum polystyrenu.

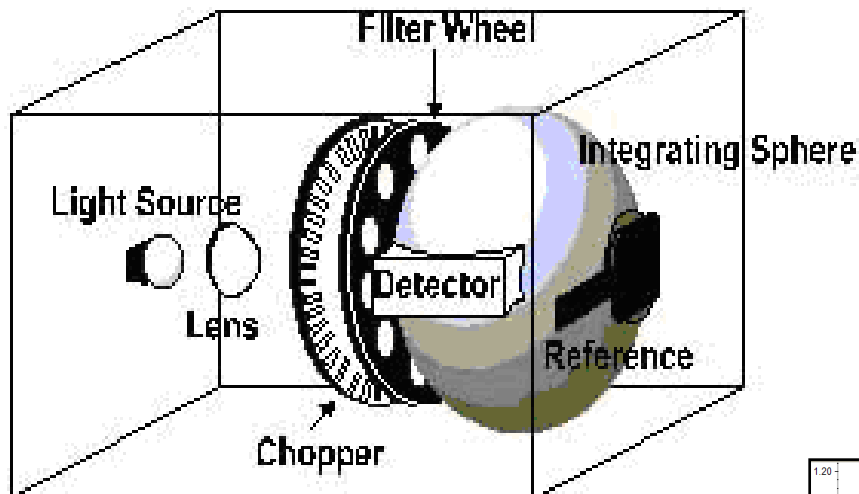


# Absorpční pásy v blízké infračervené oblasti (NIR)

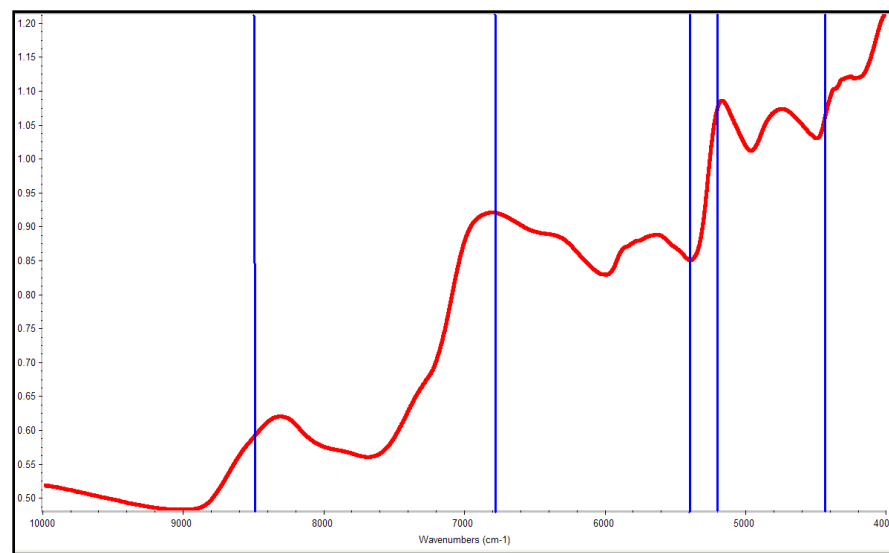




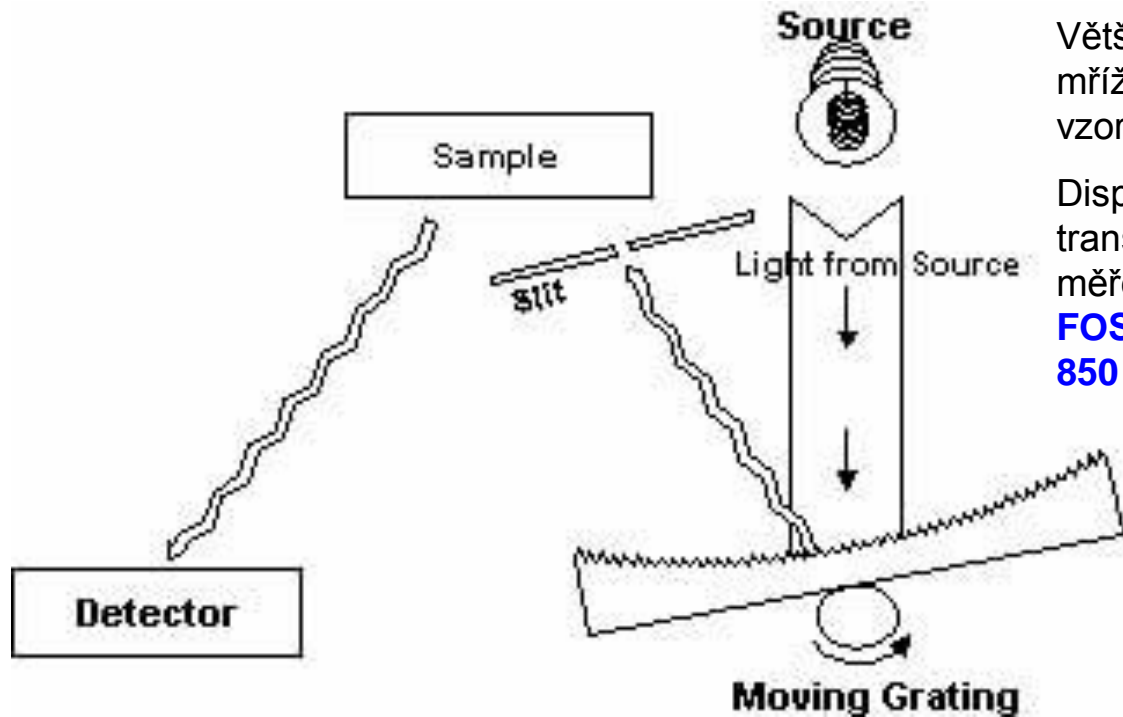
# Schéma filtrového NIR spektrometru



**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

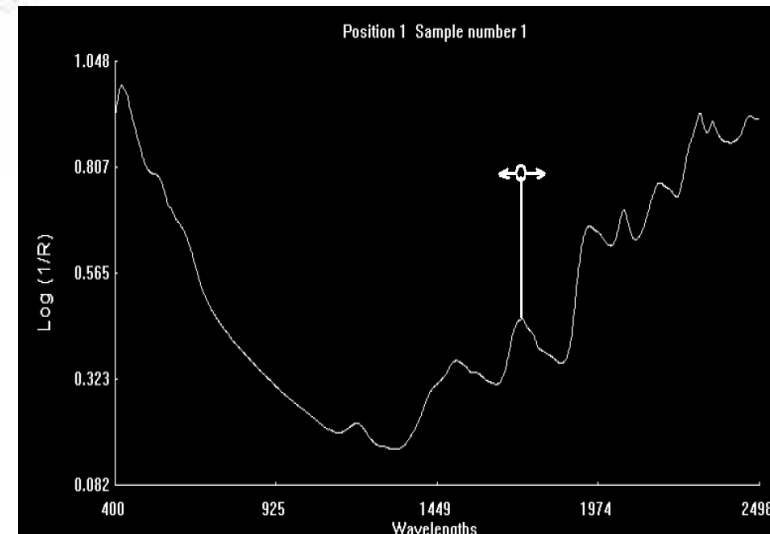


Většina disperzních spektrometrů s pohyblivou mřížkou, které využívají reflexních metod vzorkování, měří v celém NIR rozsahu.

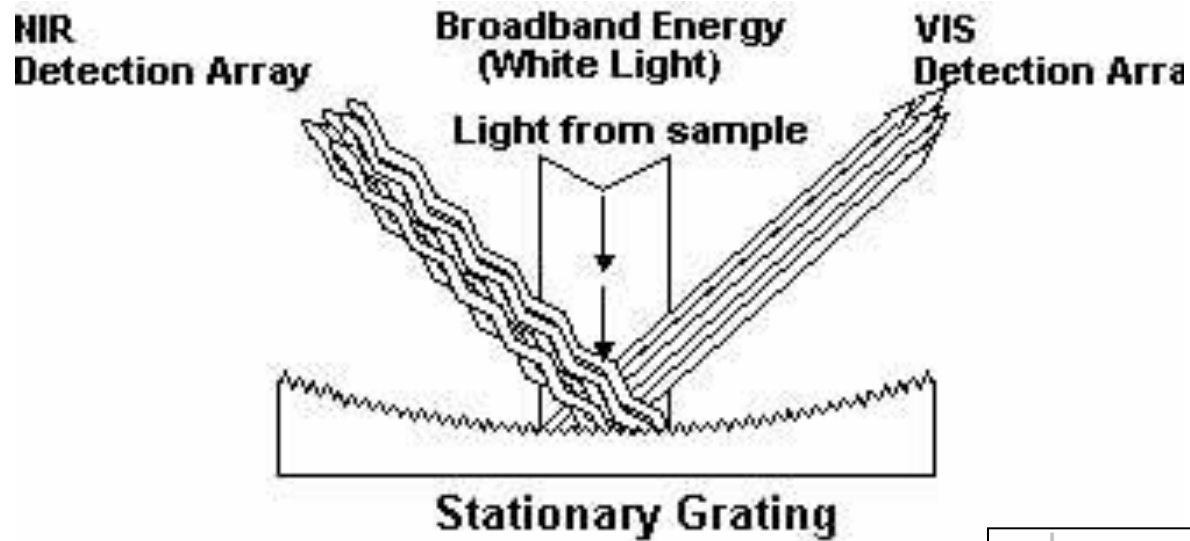
Disperzní spektrometry používající měření v transmisním modu mají velmi omezený rozsah měření.

**FOSS Food Scan**  
**850 – 1050 nm (11.765 – 9524 cm<sup>-1</sup>)**

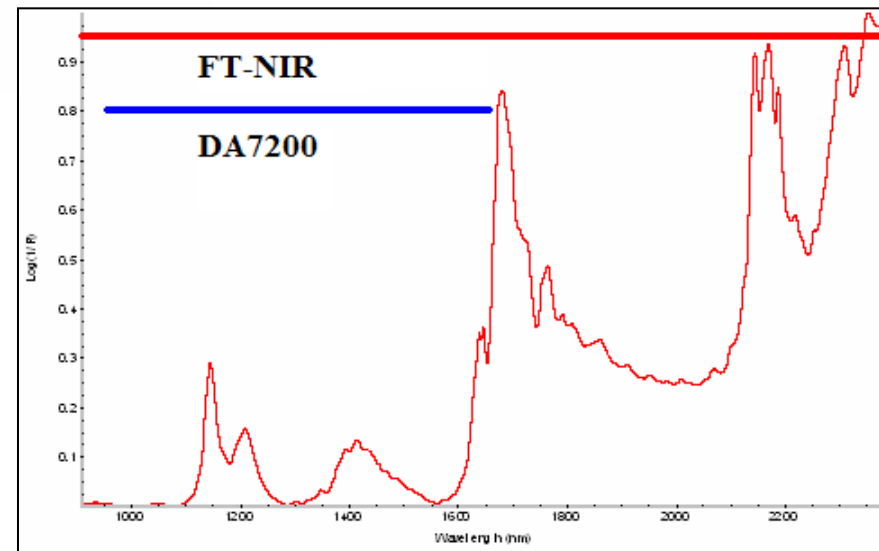
Běžné rozlišení 2 nm odpovídá přibližně vlnočtu 16 cm<sup>-1</sup> (u 1650 nm je to cca 7 cm<sup>-1</sup>, u 950 nm je to cca 24 cm<sup>-1</sup>).  
**Hlavní nevýhodou posuny vlnočtové osy v důsledku mechanické složitosti systémů.** Rozsah disperzních spektrometrů zahrnuje většinou celou viditelnou oblast,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



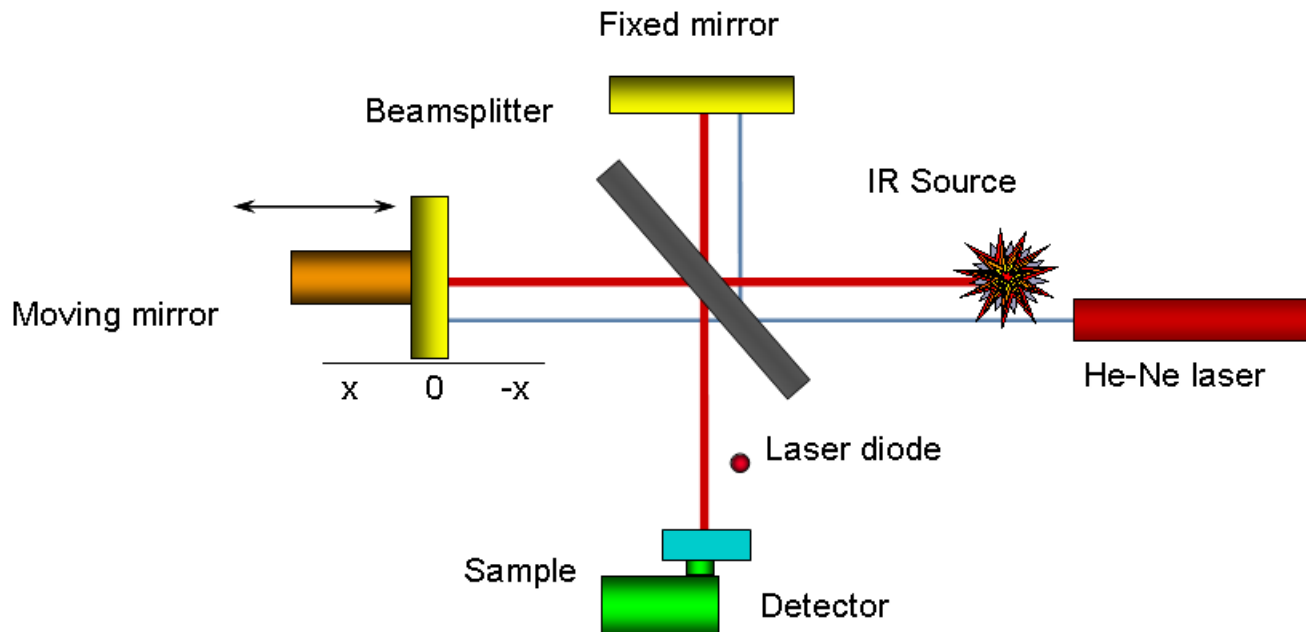
# Schéma disperzního NIR spektrometru s pevnou mřížkou



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  $50 \text{ cm}^{-1}$  (u 1650 nm je to cca  $21 \text{ cm}^{-1}$ , u 950 nm je to cca  $72 \text{ cm}^{-1}$ ). FT-NIR spektrometr měří při maximálním rozlišení  $2 \text{ cm}^{-1}$  a maximálním možném rozsahu měřeného spektra od 12.000 do  $3800 \text{ cm}^{-1}$  (833 – 2.632 nm) **8200 datových** bodů na spektrum



# Schéma FT-NIR spektrometru



## Mechanická konstrukční jednoduchost

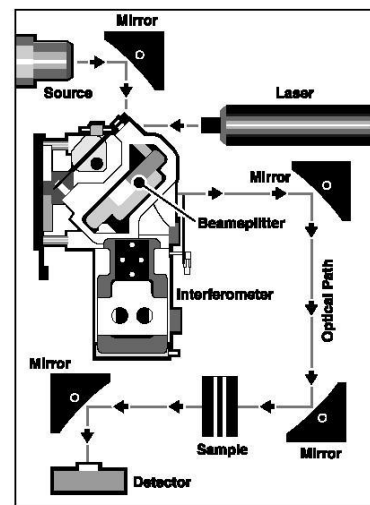
Množství energie dopadající na detektor je ve srovnání s disperzním přístrojem asi o dva řády vyšší. To má za následek podstatné zvýšení odstupů signálu od šumu (tzv. Jacquinotova energetická výhoda).

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

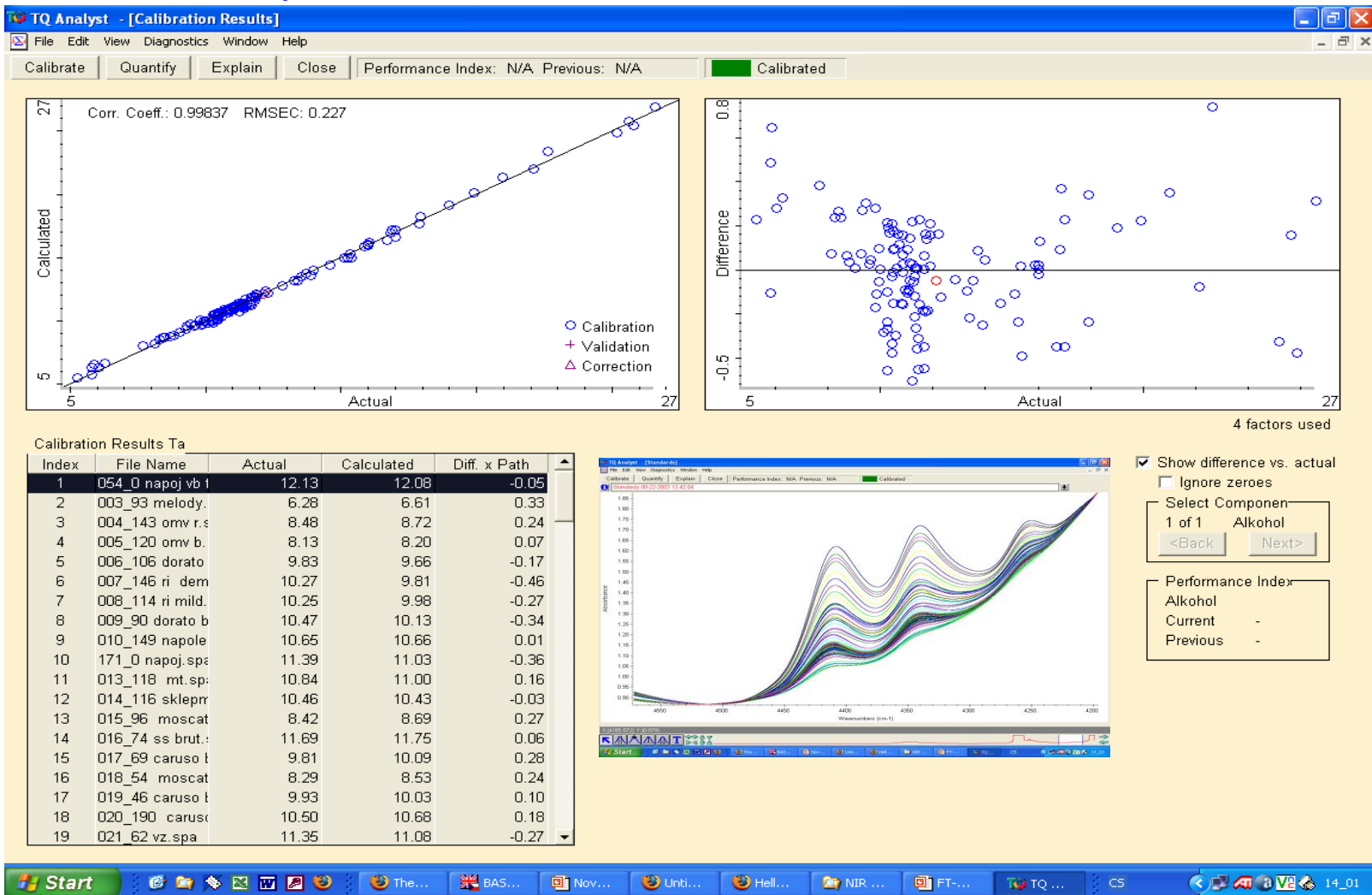
## Transmise – klasické kyvety



# Vzorkovací techniky používané v NIR

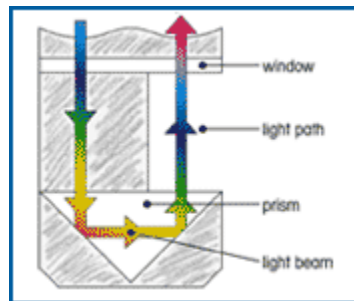
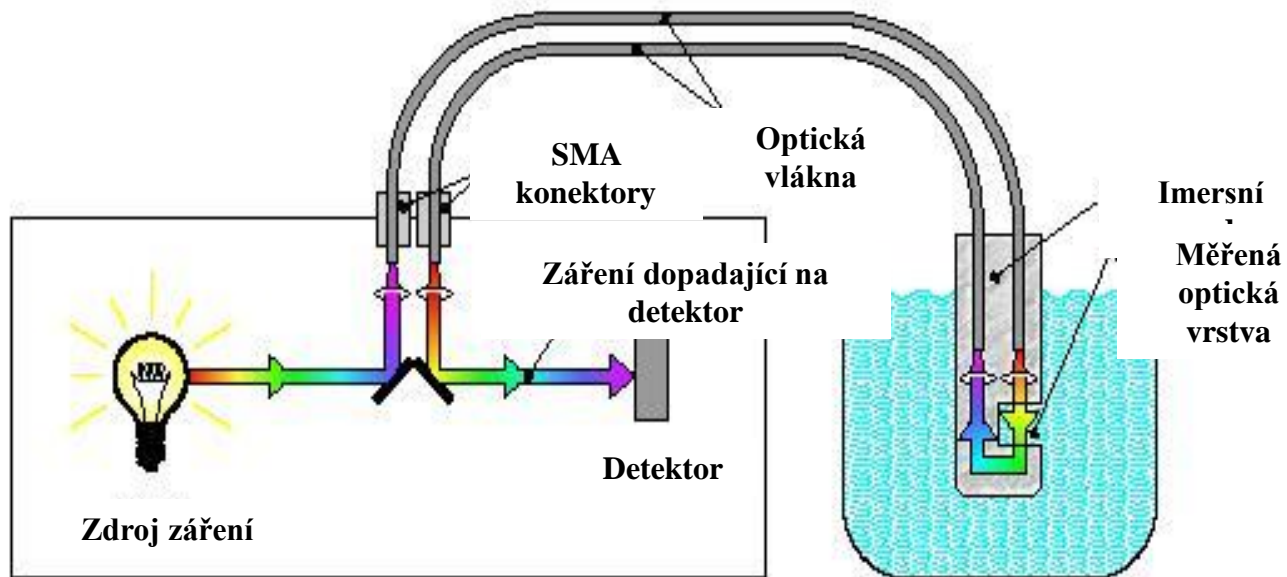
## Transmise – klasické květy

### Stanovení etylalkoholu ve víně



# Vzorkovací techniky používané v NIR

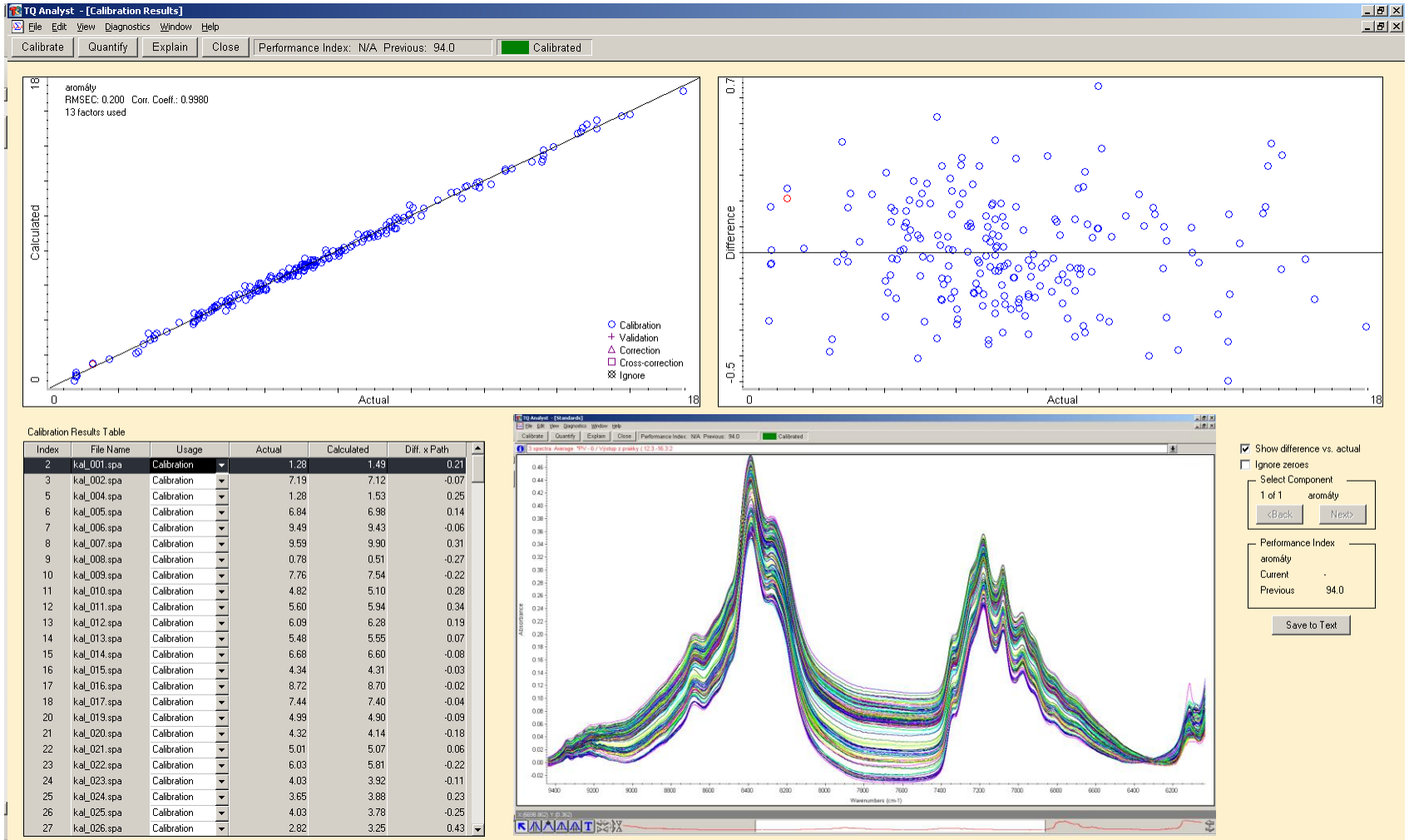
## Transmise – imersní sonda



# Vzorkovací techniky používané v NIR

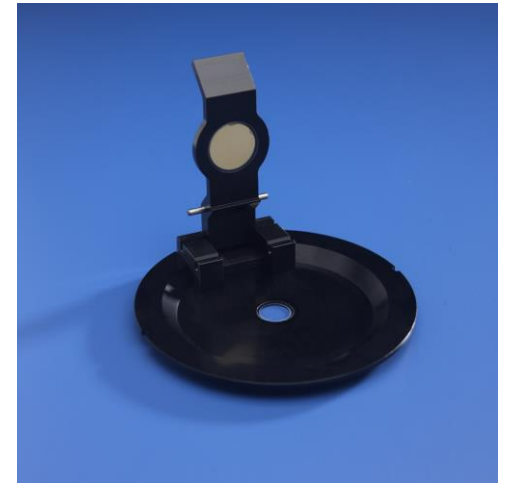
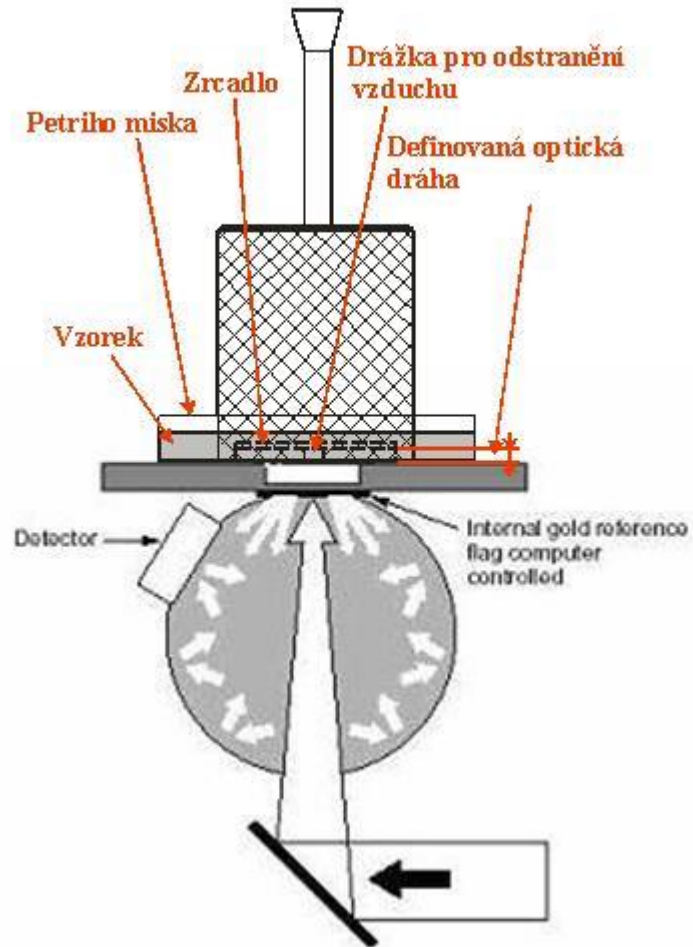
## Transmise – imersní sonda

### Stanovení aromátů v primárním benzínu



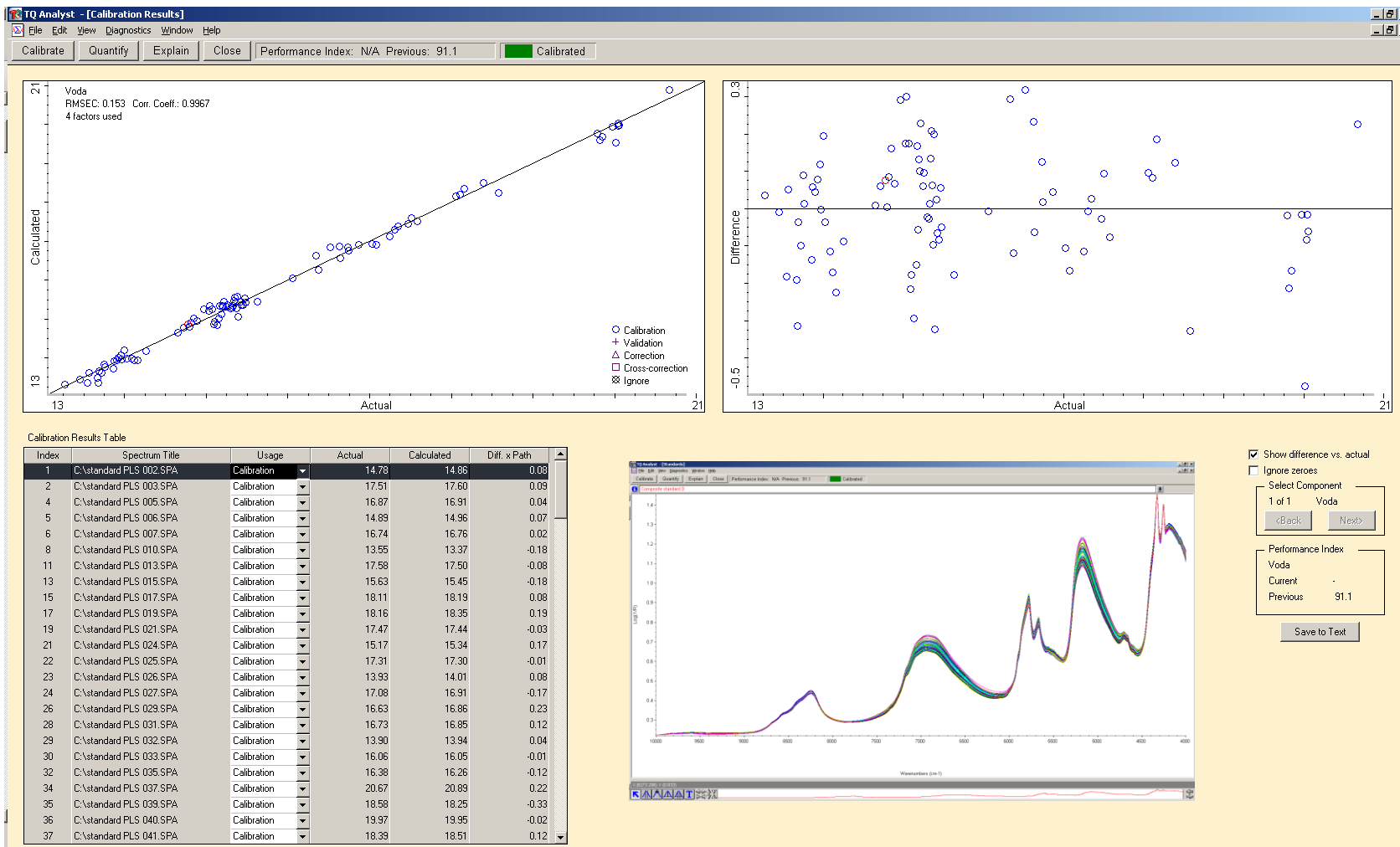


# Vzorkovací techniky používané v NIR Transflectance



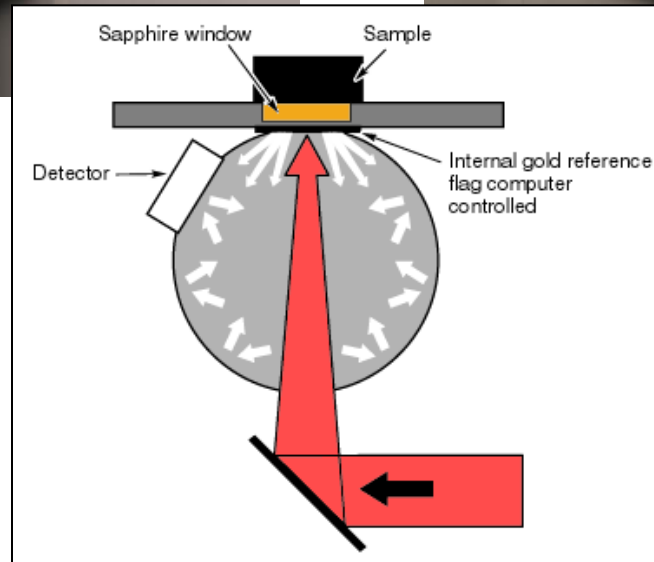
# Vzorkovací techniky používané v NIR Transflekance

## Stanovení tuku v másle



# Vzorkovací techniky používané v NIR

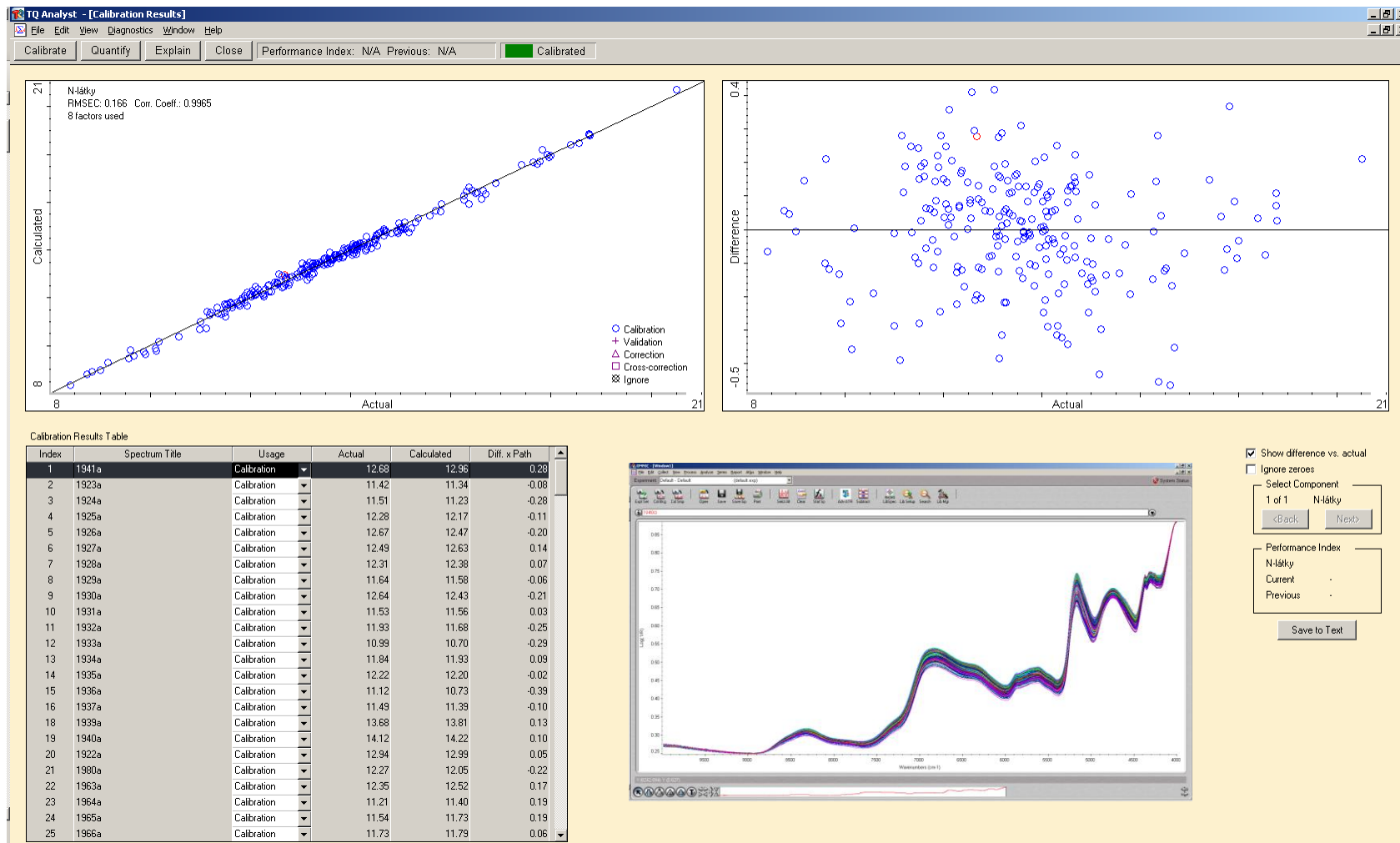
## Difúzní reflexe s rotací kyvety



# Vzorkovací techniky používané v NIR

## Difúzní reflexe s rotací květy

### Stanovení dusíku v zrnech pšenice (bez šrotování)



# Vzorkovací techniky používané v NIR

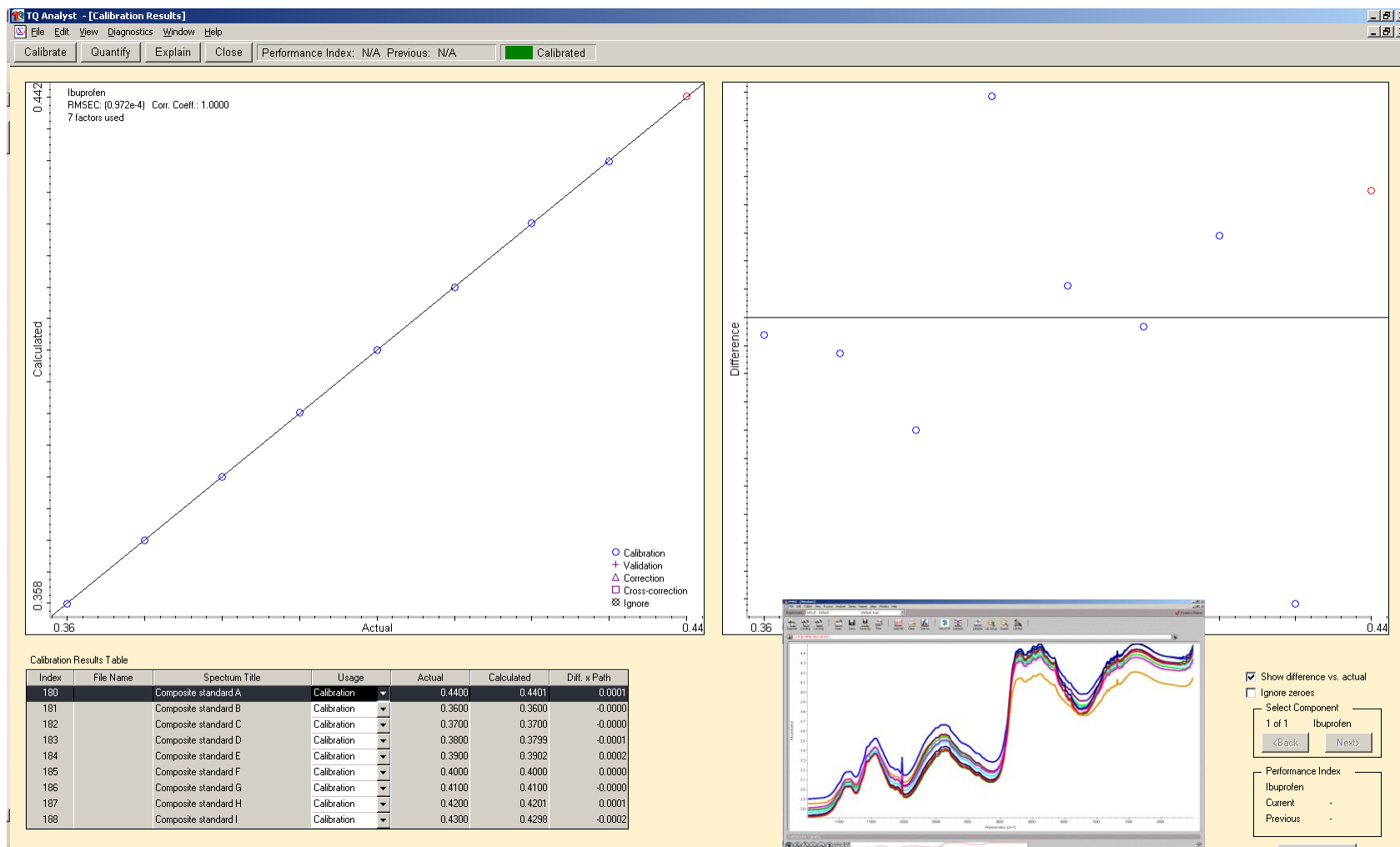
## Difúzní reflexe – integrační sféra s autosamplery



# Vzorkovací techniky používané v NIR

## Transmise – integrační sféra a autosamplery

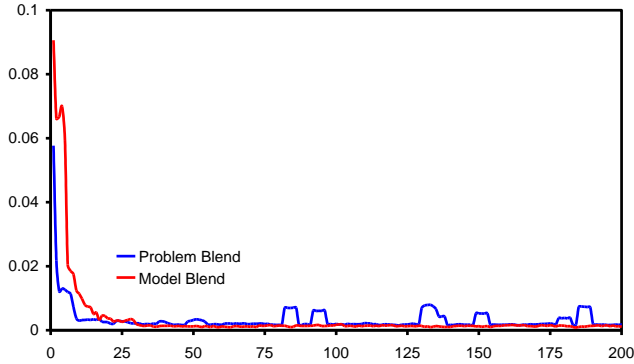
### Stanovení obsahu API ve farmaceutické tabletě



# Provozní analyzátoři

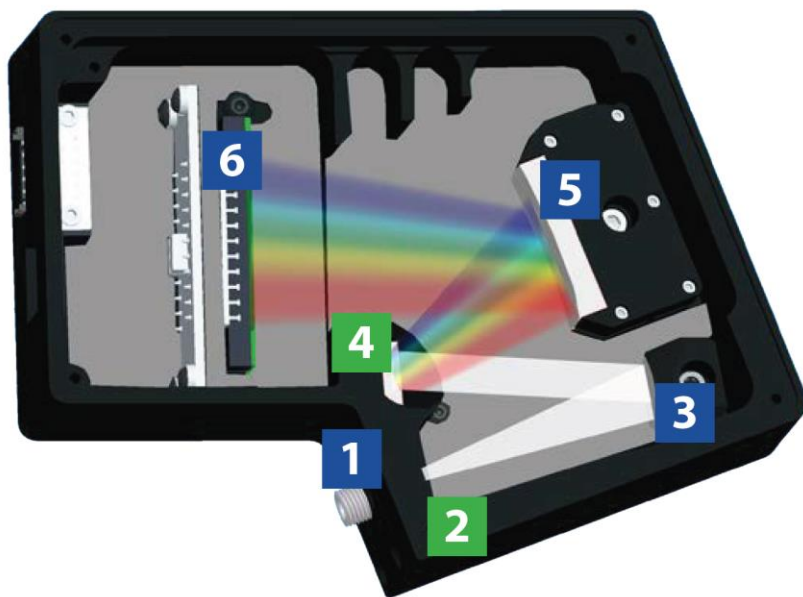


ASTAR DX process analyzers include completely integrated protection, complete communications and multi-point measurement.

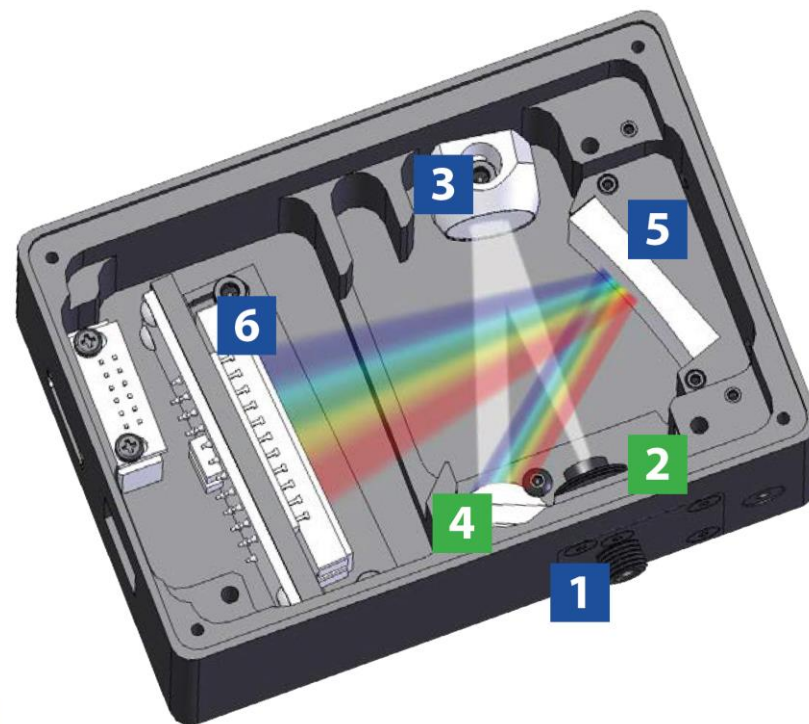


# Schéma modulárních UV-VIS-NIR spektrometrů s pevnou vrypovou mřížkou.

## Unfolded Czerny -Turner

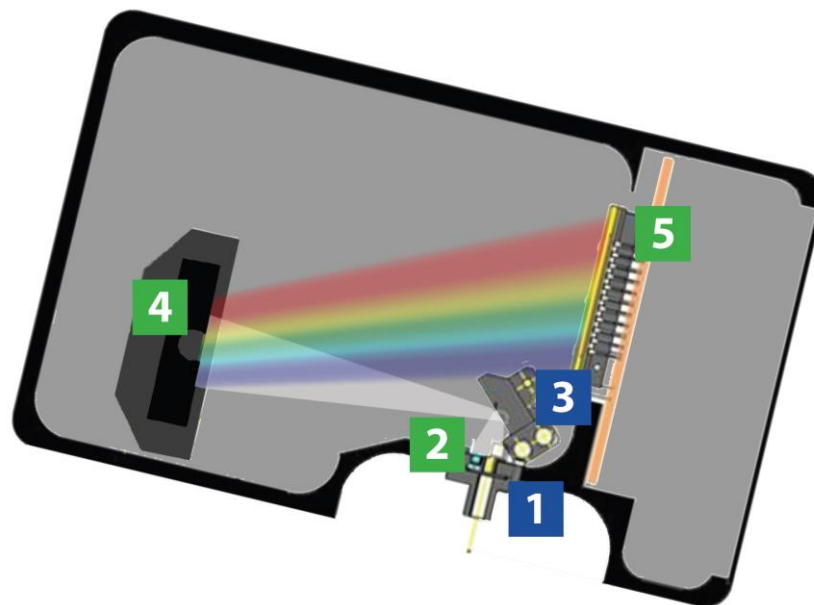


## Crossed Czerny -Turner





## Schéma modulárních UV-VIS-NIR spektrometrů s holografickou mřížkou.



Rozměry cca 150x40x90 mm, váha cca 0,5 kg, InGaAs, CCD, nebo PDA detektory, obvykle 512, nebo 1024 pixelů, rozsahy 200 – 2200 nm, průměrné rozlišení cca 6 nm, což v NIR oblasti odpovídá přibližně  $50 \text{ cm}^{-1}$  (u 1650 nm je to cca  $21 \text{ cm}^{-1}$ , u 950 nm je to cca  $72 \text{ cm}^{-1}$ ).

## Mobilní NIR spektrometr i-Spec Plus s vestavěnou integrační sférou.



Rozměry cca 40x26x25 mm, váha cca 8,8 kg, InGaAs, CCD detektor, 1024 pixelů, rozsahy 900 – 1700 nm (rozlišení cca 3,5 nm) a 1100 – 2200 nm (rozlišení cca 3,5 nm), průměr vzorkovací plochy 20 mm, možnost napájení z baterie, možnost exportu dat přes USB2.0, nebo přes Wi-Fi.

**Děkuji Vám za pozornost.**

