

ИК-Фурье спектрометр IRSpirit

Примеры анализа с использованием компактного и недорогого ИК-Фурье спектрометра - IRSpirit-L/T

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

Технические характеристики**НОВИНКА**
всего 8,5 кг!

Интерферометр	Типа Майкельсона с углом падения 30°, оснащенный передовой системой динамического выравнивания
Светоделитель	Пластина KBr с германиевым покрытием
Источник излучения	Высокотемпературный керамический
Детектор	IRSpirit-T: термостабилизированный детектор DLATGS IRSpirit-L: детектор LiTaO ₃
Спектральный диапазон	7 800–350 см ⁻¹
Разрешение	0,9; 2; 4; 8; 16 см ⁻¹
Соотношение сигнал/шум	IRSpirit-T: 30000:1 (KBr); 23000:1 (KRS-5) IRSpirit-L: 13000:1 (KBr); 10000:1 (KRS-5)
Габариты, масса	390 (Ш) x 250 (Г) x 210 (В) мм; 8,5 кг

Примеры анализа с использованием инфракрасного спектрометра на основе преобразования Фурье IRSpirit-L/T

SCA-110-008so_SOP_FTIR_IRSpirit_Quest_Aspirin
SCA-110-009so_SOP_FTIR_IRSpirit_QATR-S
SCA-110-010so_SOP_FTIR_IRSpirit_Pearl_Alcohol
SCA-110-011so_SOP_FTIR_IRSpirit_EDXIR
SCA-110-012so_SOP_FTIR_IRSpirit_Identification
SCA-110-013so_SOP_FTIR_IRSpirit_Pearl_Cola
SCA-110-014so_SOP_FTIR_IRSpirit_Pearl_Öil
SCA-110-015so_SOP_FTIR_IRSpirit_Lambert-Beer

Измерения произведены в Shimadzu Europa GmbH

Application News

№. SCA-110-008so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Количественный анализ с помощью LabSolutions IR и IR Pilot, используя аспирин – пример стандартного анализа

□ Введение

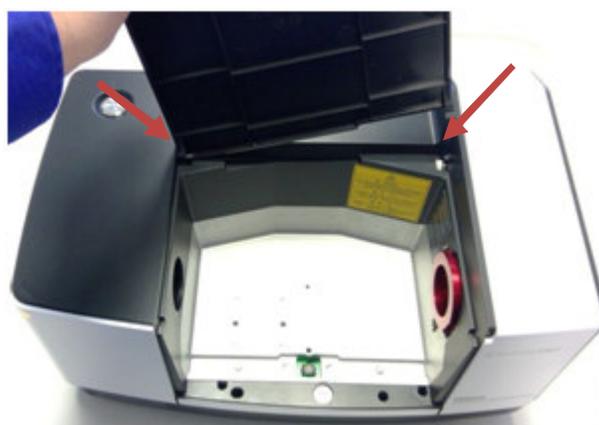
Измерения ATR (нарушенного полного внутреннего отражения, далее НПВО) применяются для изучения образцов без их разрушения, что является невозможным при использовании классического анализа на пропускание.

Одним из примеров применения приставки НПВО в фармацевтической области является исследование лекарств и смесей в порошковой форме.

IRSpirit, будучи недорогим, небольшим и лёгким в эксплуатации ИК-Фурье спектрометром, является идеальным прибором для экспресс-контроля продукции. Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектроскопии.

В данном примере анализа IRSpirit в комплекте с приставкой Quest используется для исследования порошкового аспирина (кристаллы основного вещества), смешанного с салициловой кислотой. После инициализации прибора, может быть произведен количественный анализ с помощью макроса IR Pilot, поставляемого с прибором.

□ Установка



Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit.

Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.



Для установки Quest, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.



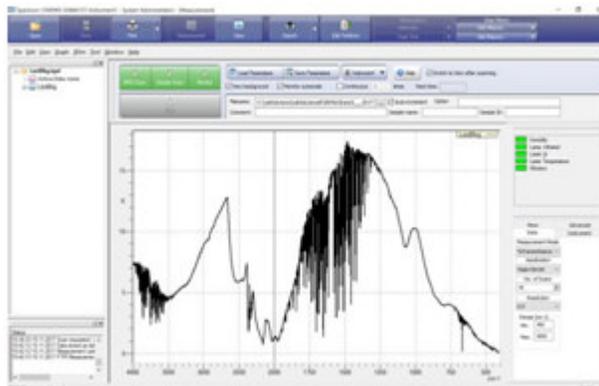
□ Подготовка образцов

Аспирин (в форме кристаллов) был растерт в мелкодисперсный порошок и смешан с салициловой кислотой. Было приготовлено 6 смесей с процентным соотношением 7.2, 9.46, 13.44, 27.21, 79.56, и 89.9 весовых % аспирина.

□ Количественный анализ LabSolutionsIR

Включите IRSpirit, запустите приложение "Spectrum" из "LabSolutions IR" и инициализируйте прибор (кликните на кнопку "instrument", а затем "initialize", если это не настроено автоматически). Игнорируйте сообщение "Power Spectrum Check is failed. Use Auto adjust (fine)". Нажмите "ok".

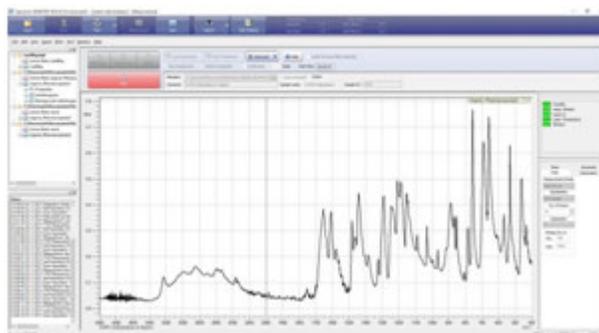
Вначале измерьте фон без образца. Используйте следующие параметры: Apodization: SqrTriangle, no. of scans: 45, resolution: 4 cm^{-1}



После этого чистый салициловый порошок, чистый аспирин и смеси измеряются для построения калибровочной кривой.

Поместите небольшую порцию образца на окно приставки и придавите его, поворачивая рукоятку до характерного щелчка.

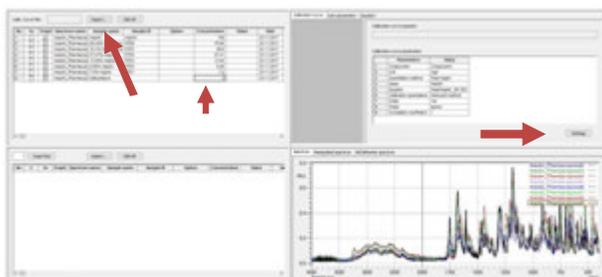
Аккуратно очищайте окно приставки мягкой тканью с изопропиловым спиртом после каждого измерения.



В окне "view" вы можете либо использовать курсор ("Graph">"Cursor">"Surf"), либо функцию "Search" для поиска позиции пика. Вы также можете проводить поиск спектра в окне "search" для подтверждения того, что салициловая кислота находится в образце.

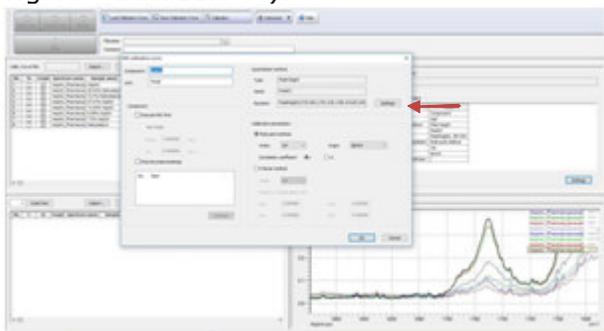


Теперь запустите программу "quantitation" из программы запуска LabSolution IR и импортируйте спектр ваших стандартов кнопкой "import", отмеченной на скриншоте.

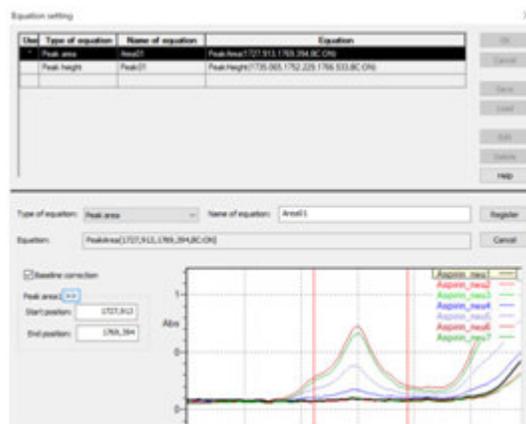


Вы увидите наложение четырёх спектров в нижнем правом окне. На этом изображении чётко видно, что полоса ацетилсалициловой кислоты при примерно 1750 см^{-1} показывает наибольшую разницу между спектрами и является важнейшей полосой в калибровочной кривой.

Введите концентрацию салициловой кислоты в таблицу и откройте настройки для калибровочной кривой. Введите имя образца и единицы измерения (аспирин и wgt% – весовые %).

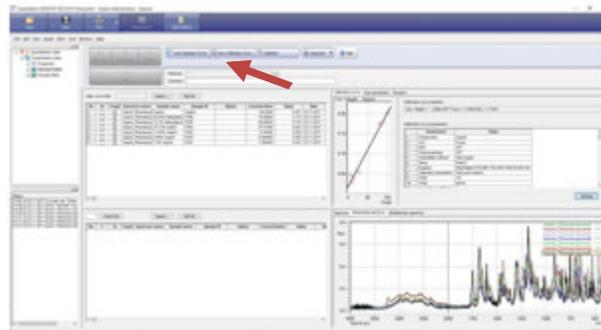


Для алгоритма калибровки, вы также должны предоставить пик, который используется в количественном анализе. Это можно сделать в окне "equation setting".



Выберите "Peak area", отметьте пик, нажав на него, или введя волновое число, а затем подтвердите все настройки.

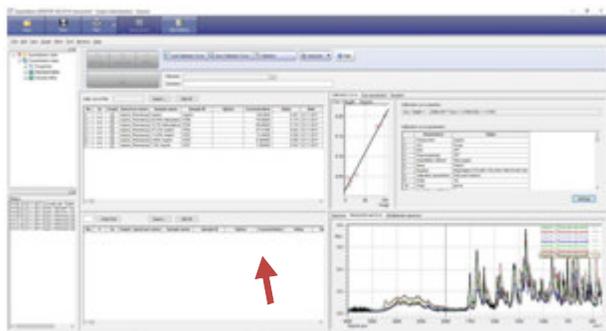
Вы также можете добавить другие пики или "Peak height". Калибровочная кривая будет рассчитана автоматически.



Проводите тест эффекта изменения настроек выравнивания до тех пор, пока вы не будете довольны поправочным коэффициентом. Если одна точка сильно отклоняется от калибровочной кривой, вы можете удалить линию, отвечающую этому измерению.

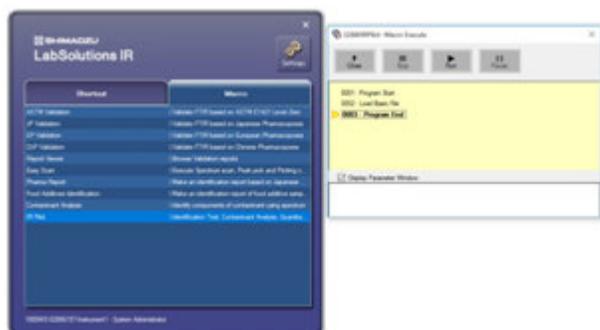
Если вас устраивает ваша калибровочная кривая, сохраните её. Вы будете использовать её для количественного анализа в IR Pilot далее.

Инициализируйте IRSpirit и выполните измерение фона. Теперь вы можете измерять любой образец из смесей, и концентрация будет рассчитываться автоматически.

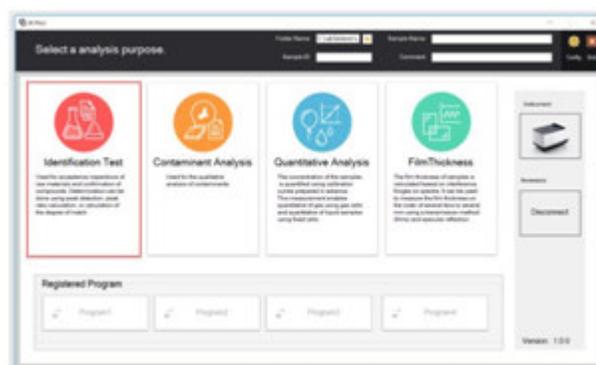


□ Количественный анализ с IR Pilot

IR Pilot является макросом для упрощённого измерения вместе с IRSpirit.



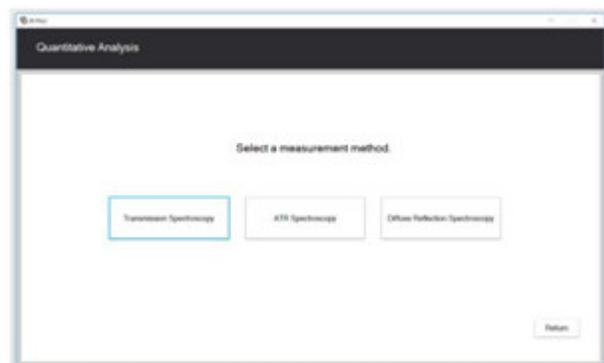
Запустите IR Pilot из пускового окна LabSolutions IR и выберите программу для количественного анализа.



Вначале вам необходимо указать число образцов и загрузить файл калибровочной кривой.



Следующий шаг заключается в выборе метода измерения. В данном случае выберете "ATR" и "diamond prism".



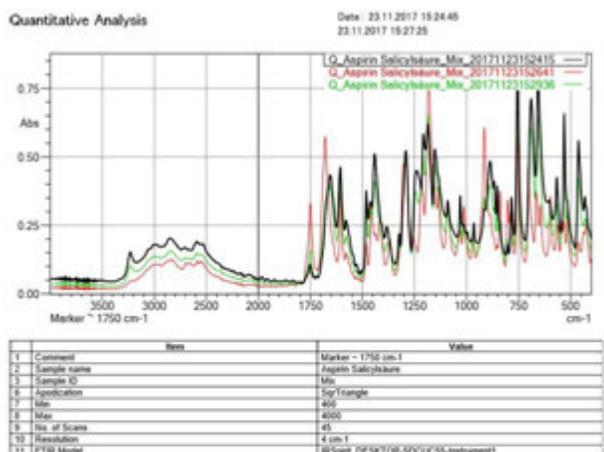
IR Pilot будет автоматически загружать правильные параметры, начнёт сканирование фона и попросит вас установить образец.



Если вы подтвердите измерение, количество салициловой кислоты в вашем образце автоматически определится без необходимости в ручном обозначении пиков и т.д.



Затем вы сможете распечатать отчет или сохранить ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и аксессуары) как предварительную установку для будущих измерений.

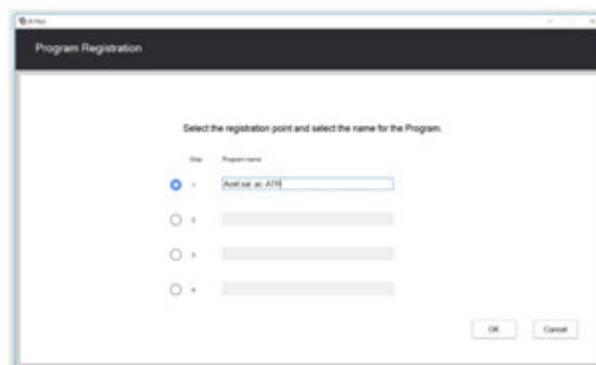


The file name of Calibration Curve: C:\Users\jmh\Documents\Stuhmann\IRSPiNTOP-3000-Aspirin\Pharma_cal.npd

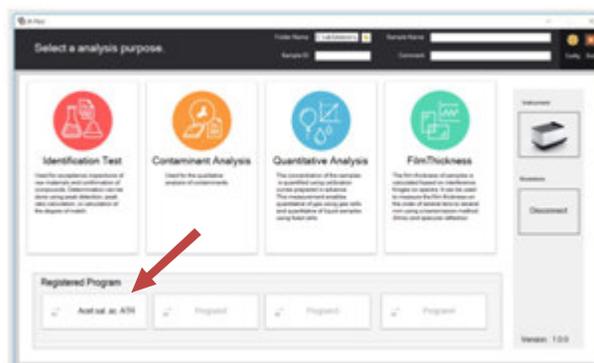
No.	Conc.	File Name
1	13.69606	C:\Users\jmh\Documents\Stuhmann\IRSPiNTOP-3000-Diamond\Q_Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152415.npd
2	86.94481	C:\Users\jmh\Documents\Stuhmann\IRSPiNTOP-3000-Diamond\Q_Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152641.npd
3	34.80818	C:\Users\jmh\Documents\Stuhmann\IRSPiNTOP-3000-Diamond\Q_Aspirin Salicylsäure_Mix_20171123152906.npd

Ваш отчет включает все наложенные спектры, измеренные с помощью IRPilot, таблицу с параметрами измерения и

рассчитанные концентрации. Пожалуйста, обратите внимание на то, что если вы вручную ввели значение пика или другую калибровочную информацию в качестве комментария в главное окно IR Pilot, ничего из этого не будет распечатано автоматически.



Сохранение методов в IR Pilot это очень удобная функция, которая позволяет неопытным сотрудникам производить экспресс измерения. Вы также можете защитить метод с помощью пароля.



□ Процедура Очистки

После каждого измерения, удалите все остатки порошка с окна приставки при помощи салфетки. Постарайтесь удалить как можно больше порошка. Для удаления последних оставшихся частиц порошка используйте салфетку со 2-пропанолом.

Для того чтобы удостовериться в чистоте окна приставки, есть возможность установить режим поглощения или

пропускания для функции постоянного мониторинга. С этой функцией в реальном времени можно увидеть, насколько эффективна была проведена очистка. Если очистка была выполнена правильно, вы увидите одиночную базовую линию. В таком случае вы можете продолжить измерения.

Application News

No. SCA-110-009so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Установка и проверка приставки QATR-S для IRSpirit - пример стандартного анализа

□ Введение

Измерения ATR (нарушенного полного внутреннего отражения, далее НПВО) применяются для изучения образцов без их разрушения, что является невозможным при использовании классического анализа на пропускание.

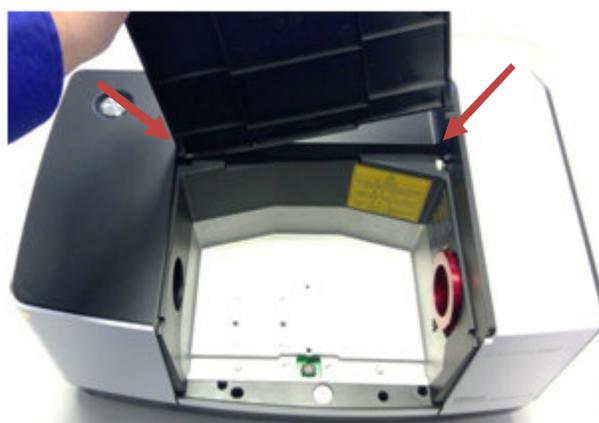
Одним из примеров применения приставки НПВО в фармацевтической области является исследование лекарств и смесей в порошковой форме.

IRSpirit, будучи недорогим, небольшим и лёгким в эксплуатации ИК-Фурье спектрометром, является идеальным инструментом для экспресс-контроля продукции. Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектрометрии.

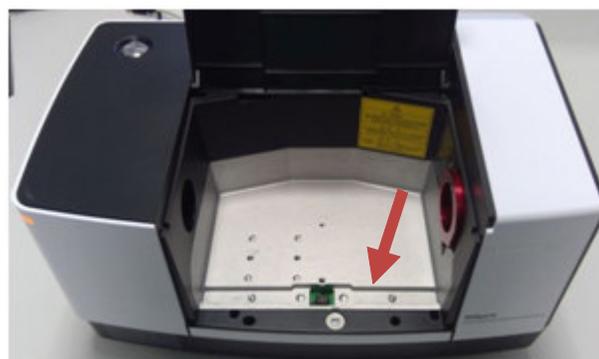
В данном примере анализа будет установлена и продемонстрирована работа приставки QATR-S и спектрометра IRSpirit-L.

Для установки Quest, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

□ Установка



Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.



Для установки QATR-S, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

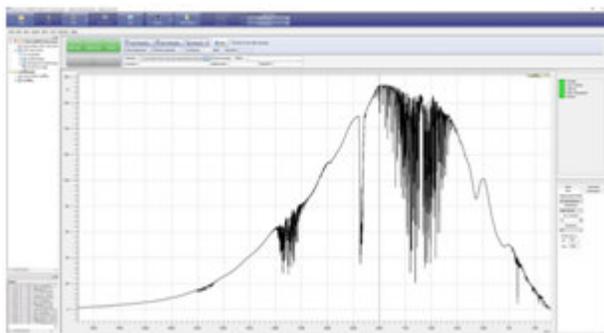
В результате корректной установки приставка будет автоматически распознаваться прибором, и произойдет автоматическая настройка параметров измерения.



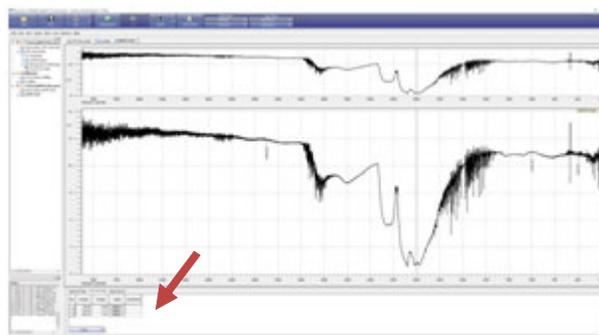
□ Проверка характеристик

С прибором в стандартной конфигурации (без аксессуаров, кюветное отделение закрыто) включите IRSpirit, запустите приложение "Spectrum" из программного комплекса LabSolutionsIR и инициализируйте прибор (нажав кнопки "instrument", а затем "initialize", если это не настроено автоматически).

Необходимо выполнить сканирование фона, прежде чем вы установите QATR-S. Диапазон измерения необходимо установить следующий: от 600 до 4600 cm^{-1} . Спектральный диапазон для всех версий IRSpirit составляет 350-7800 cm^{-1} .



Установите QATR-S, измерьте спектр пропускания и добавьте значения $\times 600$, 1000 и 4600 в таблицу выбора точек в окне просмотра.



Характеристики QATR-S с IRSpirit с использованием окна из KBr приведены в таблице 1. Сравните их с процентными показателями из таблицы выбора пиков.

Таблица 1: Характеристики QATR-S от Spesc

Peak-Peak	3,64 cm^{-1}
Trans. @ 600 cm^{-1}	12,41 %
Trans. @ 1000 cm^{-1}	12,27 %
Trans. @ 4600 cm^{-1}	13,40 %

Эти значения указаны для IRSpirit-L с KBr окном. Сравните, как эти значения изменяются, в случае измерений в разных комплектациях прибора: IRSpirit-T, IRSpirit-L и KBr и KRS-5 окон.

Таблица 2: Результаты тестового измерения

Детектор	IRSpirit-T		IRSpirit-L	
	Kbr	KR-5	Kbr	KR-5
P-P	2,84	3,26	5,01	5,01
% @ 600 cm^{-1}	14,15	13,60	11,75	10,88
% @ 1000 cm^{-1}	14,25	13,79	11,92	11,27
% @ 4600 cm^{-1}	15,39	14,42	12,15	12,45

Значения пик к пику были определены исходя из ближайших отдельных линий спектра водяного пара в диапазоне 3700-3900 cm^{-1} .

Application News

No. SCA-110-010so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Качественный анализ алкоголя в напитках – пример стандартного анализа

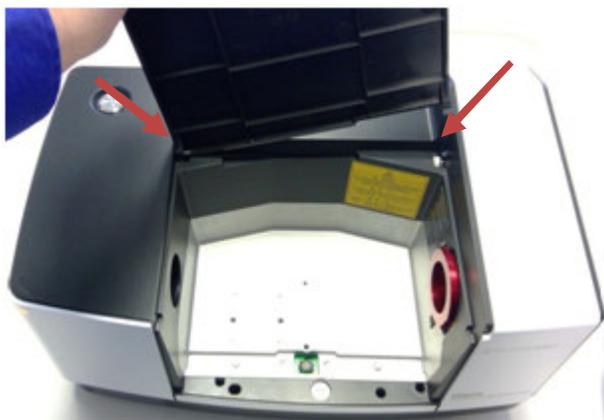
Введение

Несмотря на опасность для здоровья, алкогольные напитки по-прежнему популярны во всём мире. Содержание алкоголя сильно варьируется и зависит от способа производства напитка и последующей обработки перед употреблением. Его можно определить с помощью Фурье-спектроскопии.

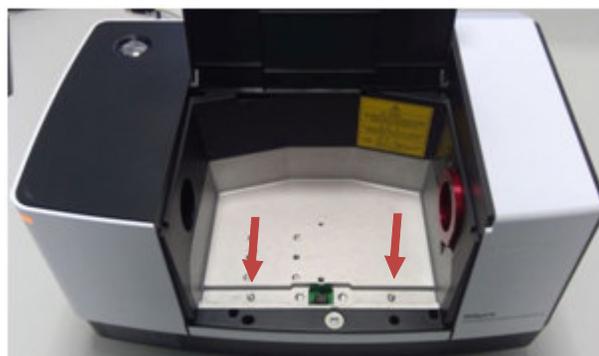
Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектрометрии.

Для измерения небольших объёмов жидкостей, можно использовать приставку Pearl. В данном примере анализа вы установите приставку Pearl и будете использовать её для количественного анализа алкоголя в напитках.

Установка



Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.



Для установки Pearl, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.



Подготовка образцов

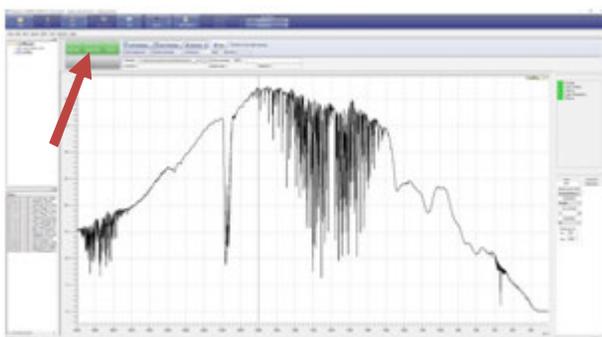
Для калибровочной кривой были приготовлены четыре стандарта на водной основе с 1, 4, 7 and 10 об. % этанола соответственно.

□ Количественный анализ с LabSolutions IR

Запустите приложение «Spectrum» из пускового окна «LabSolutions IR» и инициализируйте прибор (нажав кнопку «instrument», а затем «initialize», если он не настроен автоматически на вашей системе).

Параметры, которые необходимо установить: Apodization: SqrTriangle, No. of Scans: 45, Resolution: 4 cm^{-1} , Range: $650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.

Вначале измерьте фон без образца.



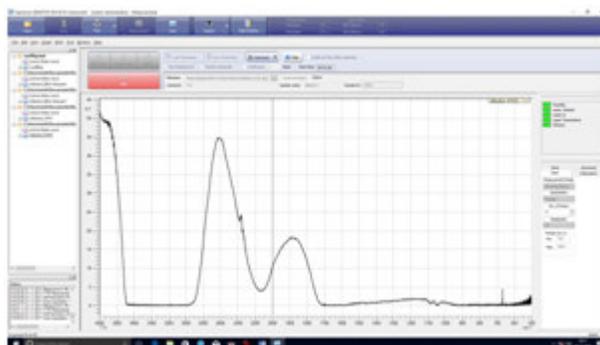
После этого измеряются стандартные образцы для создания калибровочной кривой. Не забудьте соответственно назвать эти спектры, так как они понадобятся для калибровки.



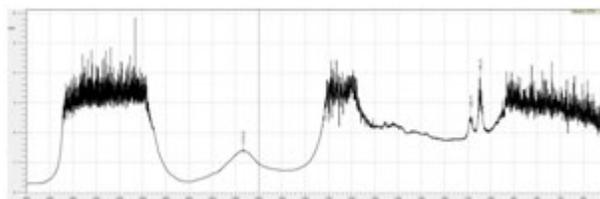
Поместите небольшую каплю на ZnSe окно приставки Quest, закройте кювету и закройте приставку.



Проведите анализ от самой низкой до самой высокой концентрации и протирайте ZnSe окно мягкой тканью после каждого измерения. Если спектр имеет плохое качество (нет чётких полос этанола в режиме поглощения), проверьте образец на наличие пузырьков воздуха.

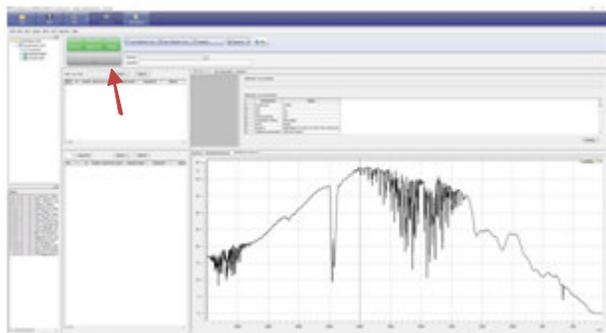


В окне «View» на оси ординат в режиме «absorbance» вы можете чётко видеть характерные полосы на $1046,33$, $1086,74$ и $2135,22\text{ cm}^{-1}$. Для их визуализации используйте режим курсора «surf» или таблицу выбранных пиков.

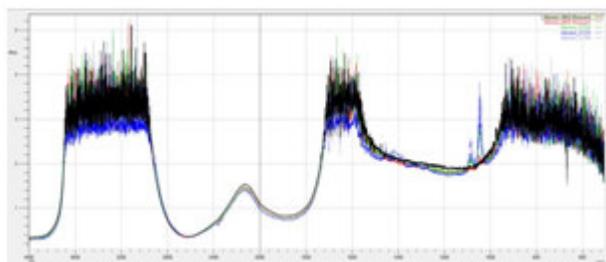


После последнего стандартного образца очистите ZnSe окно, запустите программу «Quantitation» из окна запуска LabSolutionsIR и инициализируйте прибор, нажав кнопку «instrument», а затем «initialize».

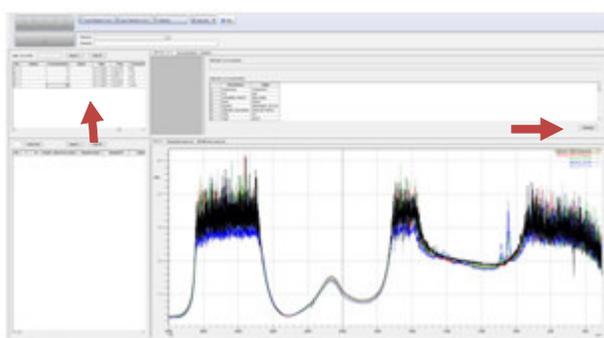
Теперь выполните новое сканирование фона без какого-либо образца.



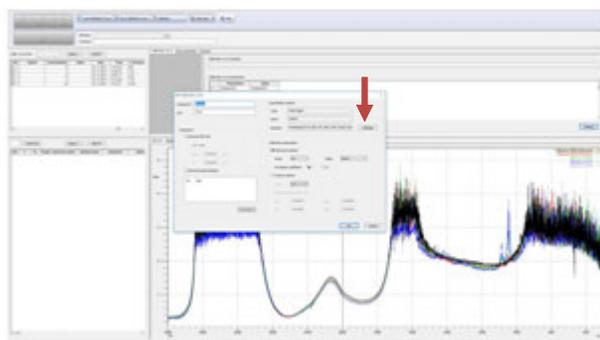
Импортируйте спектры из ваших стандартов, чтобы создать калибровочную кривую, используя кнопку «import», отмеченную на скриншоте. Вы увидите наложение четырёх спектров в нижнем правом окне.



На рисунке видно, что полоса на $2135,22 \text{ см}^{-1}$ уменьшается с увеличением содержания этанола, а области с $1046,33$ и $1086,74 \text{ см}^{-1}$ возрастают, в то время как они полностью отсутствуют в спектре воды.

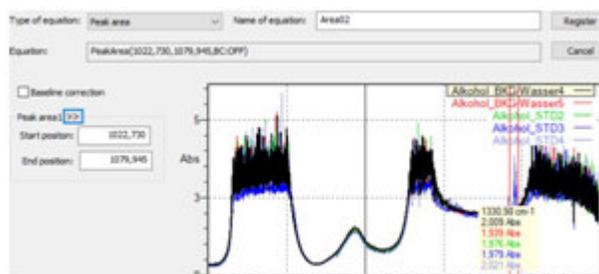


Добавьте концентрацию этанола в таблицу и нажмите "Settings" в окне калибровочной кривой.



Введите название вещества и единицу измерения (этанол, % об). Для алгоритма калибровки необходимо также указать пик, используемый для количественного анализа.

Это можно указать в окне "equation setting".

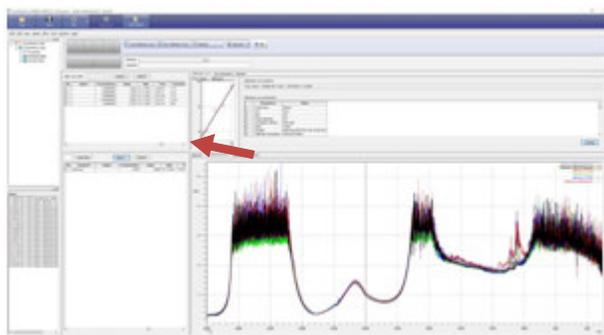


Выберите "Peak area" в качестве типа выравнивания. Вы можете либо установить пределы интегрирования вручную, либо ввести $1028,33-1064,33$ для первого пика и $1068,74-1104,74$ для второго пика.

Equation setting

Clas	Type of equation	Name of equation	Equation
Peak area	Area01	PeakArea(1062,740,1104,740,BC,ON)	
Peak area	Area02	PeakArea(1028,330,1064,330,BC,ON)	

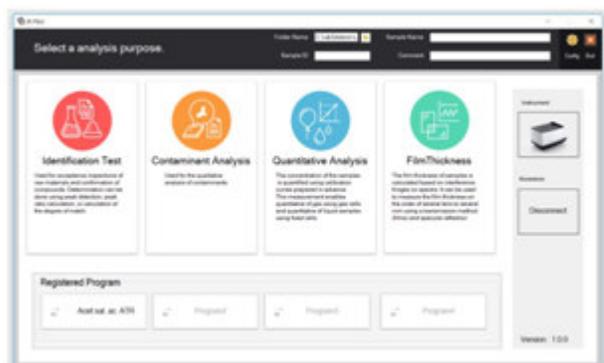
При подтверждении всех настроек калибровочная кривая будет рассчитана автоматически.



Теперь измерьте образец напитка. Содержание алкоголя рассчитывается автоматически по калибровочной кривой. Переключитесь между "Area01" и "Area02" в "Equation Settings" и посмотрите, как ведёт себя коэффициент корреляции и концентрация. В идеальном варианте значения не должны меняться. Сохраните калибровочную кривую, чтобы использовать ее в IR Pilot позднее.

□ Количественный анализ с IR Pilot

Запустите IR Pilot из окна запуска LabSolutions. В главном меню выберите пункт "Quantitative".



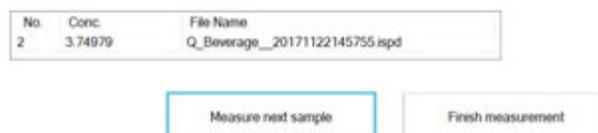
Введите число образцов и найдите калибровочную кривую, которую вы сохранили ранее.



Для метода измерения выберите "Transmission Spectroscopy", затем "Fixed thickness cell Window: NaCl".



IR Pilot далее автоматически загрузит правильные параметры, запустит сканирование фона и попросит установить образец.

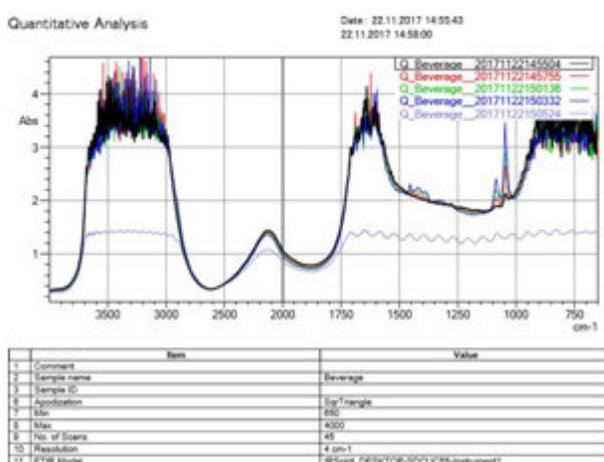


После каждого измерения, вам покажут концентрацию алкоголя в образце. Почистите ZnSe окно, положите следующий образец и нажмите "Measure next sample" или "Finish measurement".

Если вы закончили измерение или дошли до числа образцов, указанного раньше, IR Pilot выведет на экран таблицу с результатами.

No.	Conc.	File Name
1	0.74241	Q_Beverage_20171122145504.ispd
2	3.74979	Q_Beverage_20171122145755.ispd
3	6.71581	Q_Beverage_20171122150136.ispd
4	10.87822	Q_Beverage_20171122150332.ispd
5	2.28830	Q_Beverage_20171122150524.ispd

Далее вам представится возможность распечатать отчёт и зарегистрировать ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и приставки) в качестве предварительной настройки для будущих измерений.

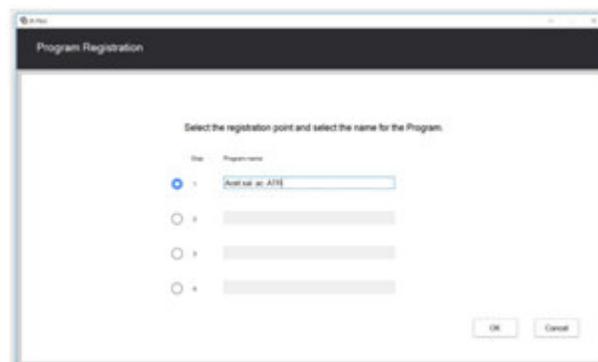


The file name of Calibration Curve: C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Alkohol_cal_Pilot.rst

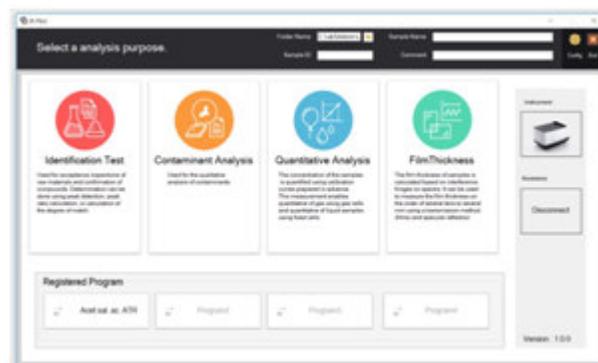
Table of unknown samples

No.	Conc.	File Name
1	0.74241	C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Q_Beverage_20171122145504.ispd
2	3.74979	C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Q_Beverage_20171122145755.ispd
3	6.71581	C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Q_Beverage_20171122150136.ispd
4	10.87822	C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Q_Beverage_20171122150332.ispd
5	2.28830	C:\Users\met\Documents\Stuhlmann\IRPresto\SOP14-Pearl-Ethanol\Q_Beverage_20171122150524.ispd

Отчёт будет включать в себя наложение всех измеренных спектров и таблицу результатов. Положение маркировочной полосы не указывается, если вы не указали ее в качестве комментария или части названия образца или ID образца.



Сохранение методов в IR Pilot это очень удобная функция, которая позволяет неопытным сотрудникам производить экспресс измерения. Вы также можете защитить метод с помощью пароля.



□ Методика очистки

Вытрите кювету для жидкости мягкой тканью. После того, как вы убрали образец, почистите ячейку мягкой тканью с 2-пропанолом.

Application News

№. SCA-110-011so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Пример стандартного анализа полимерных волокон с идентификацией загрязнения с помощью IRSpirit+Miracle совместно с энергодисперсионным спектрометром типа EDX-7000

Введение

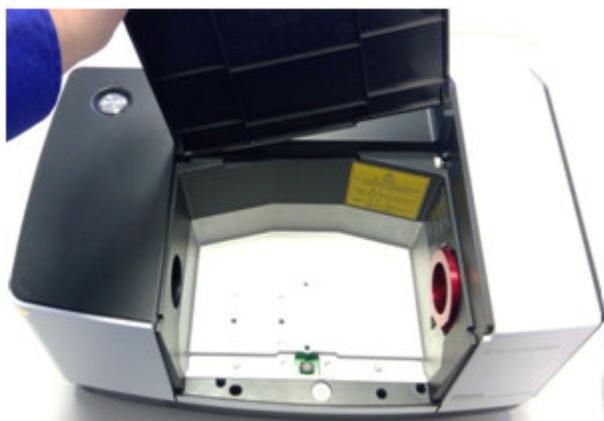
Объединение FTIR- и EDX расшифровать - анализа позволяет лучше изучить загрязнения в образцах из окружающей среды.

Программное обеспечение EDXIR позволяет проводить совместный анализ обоих спектров для одного и того же образца, например, проводить общий поиск в базе данных.

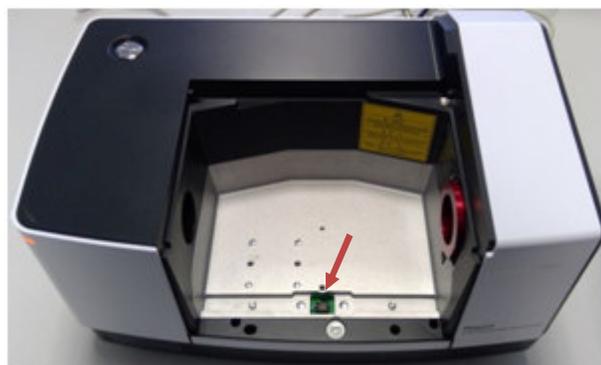
В этом примере анализа вы исследуете образцы рыболовных сетей, собранных на пляже, с помощью ATR ИК-Фурье спектроскопии и объедините полученные спектры со спектрами EDX, чтобы увидеть, из каких полимеров сделаны эти сети и насколько они загрязнены неорганическими веществами из морской воды.

Установка

Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit.

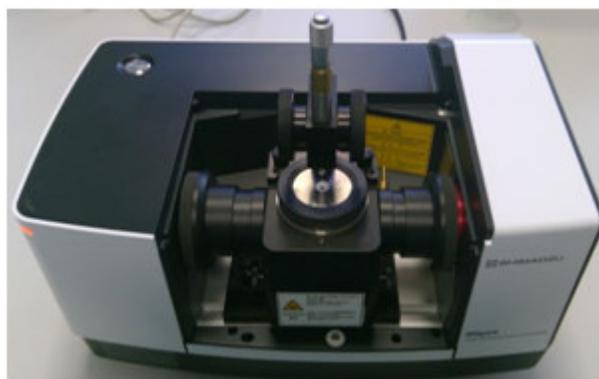


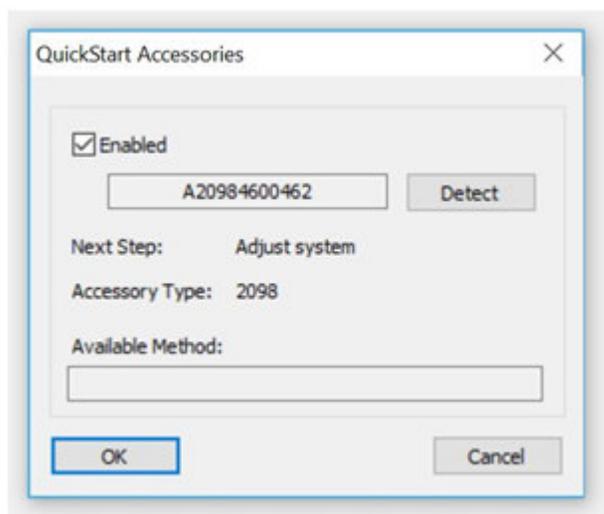
Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.



Для установки MIRacle, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

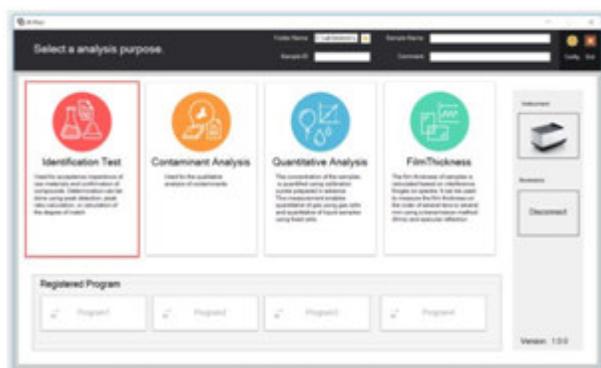
В результате корректной установки приставка будет автоматически распознаваться прибором, и произойдет автоматическая настройка параметров измерения.





□ FTIR измерение с помощью IR-Pilot

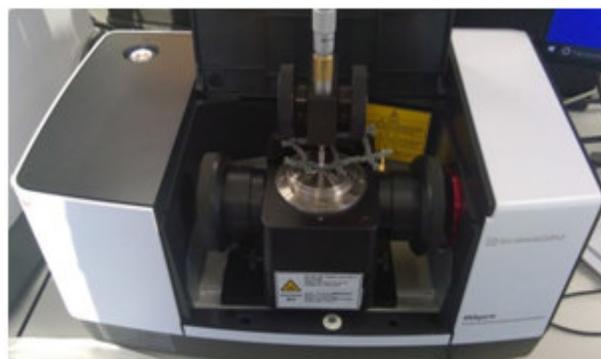
Запустите IR Pilot со вкладки «Macro» в программе запуска LabSolutions IR. Введите название вашего образца (например, "Рыболовная сеть 1") и комментарий ("узел", "зелёная нить"...)



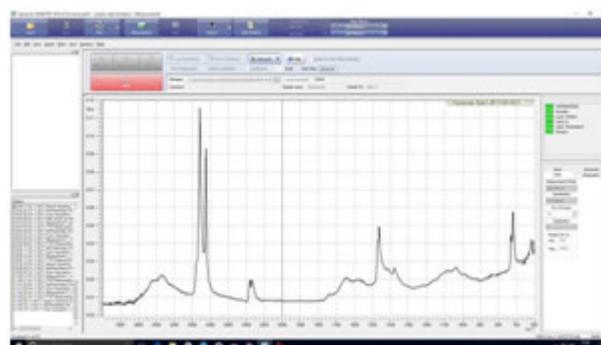
В главном меню IR-Pilot выберите «contaminant analysis». После этого, с помощью программы проведите измерение путем ответа на ряд простых вопросов.

Выберите «ATR» и «ZnSe».

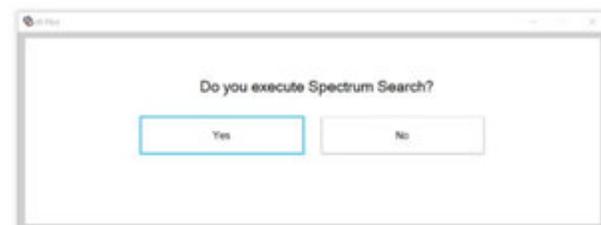
После сканирования фона вам будет предложено установить образец. Поместите рыболовную сеть на MIRacle и осторожно придавите её к ZnSe пластине с помощью подвижного механизма.



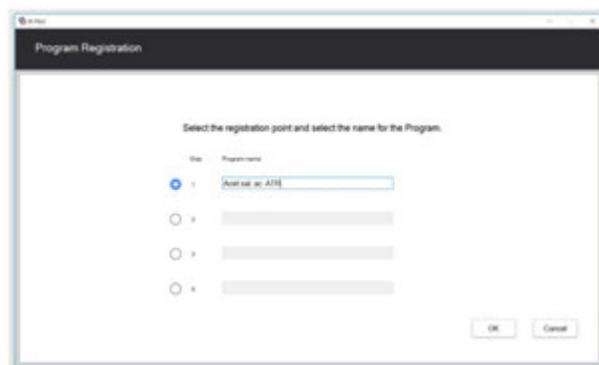
Будьте осторожны, чтобы под давлением сеть не соскользнула с окна! Нажмите «Measure», чтобы начать измерение.



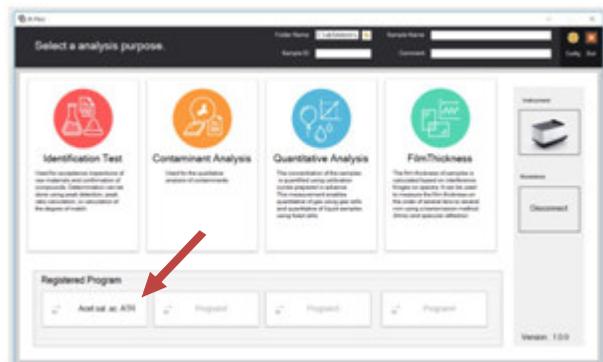
Когда измерение закончено, вы можете настроить параметры ATR (нажмите «no») и выполнить поиск спектра.



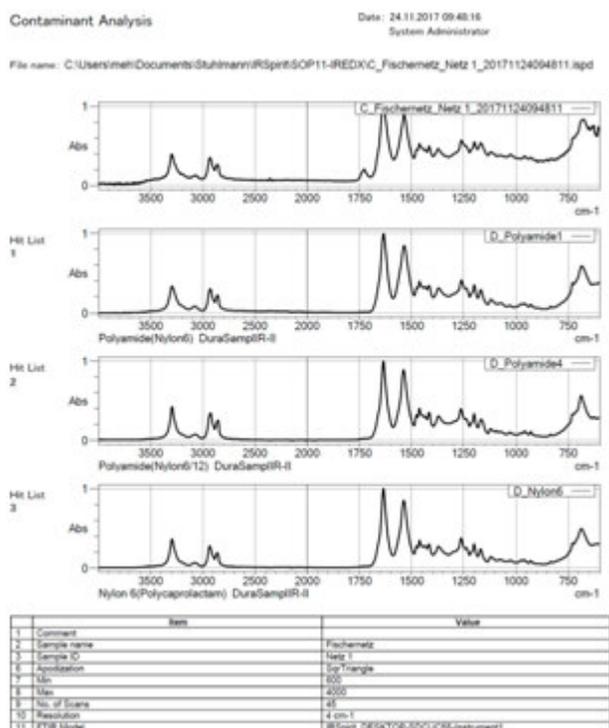
После поиска распечатайте отчёт и сохраните метод для последующего использования.



После сохранения метода вы можете сразу же начать измерение других спектров без необходимости выбирать параметры измерения.



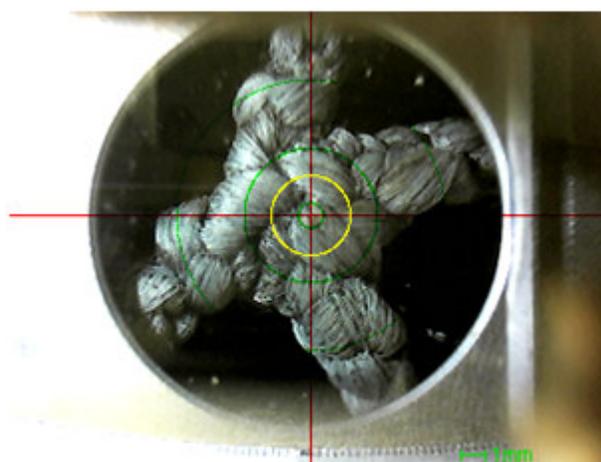
В отчете будут представлены три лучше всего подходящих спектра из поиска в базе данных спектров.



Постарайтесь измерить различные части сети и посмотрите, состоят ли они из разных видов волокон. Для упрощения анализа возможно отрезать от нее небольшую часть и измерить волокна отдельно.

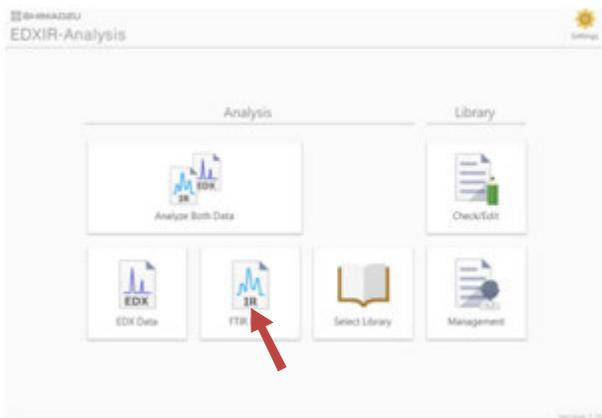
□ Измерение на EDX

Данные с EDX собираются автоматически, поэтому вам не нужно самостоятельно запускать измерения на EDX. Для построения этих EDX-спектров был проведен анализ узлов.



□ IREDX Анализ

Откройте программное обеспечение IREDX. В главном меню вы можете выбрать, какие спектры вы хотите проанализировать, вы можете переключаться между базами данных (если в вашем распоряжении разные базы данных), и вы можете изменять различные параметры.

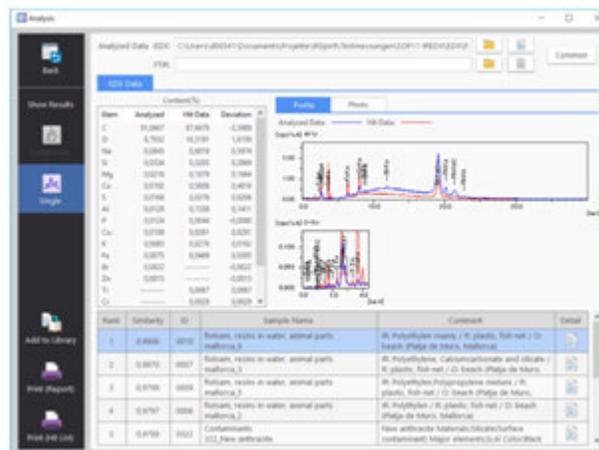


Сначала вам нужно загрузить спектры, которые вы хотите проанализировать. Начните со спектра FTIR.

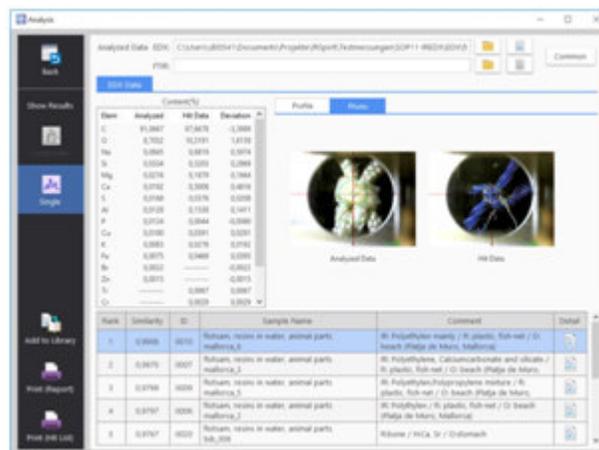


После выбора спектра FTIR вы получите список возможных положений из выбранной вами базы данных, например, по анализу загрязнений, который вы делали ранее. Результаты могут быть различаться, т.к. EDXIR использует иную структуру базы данных, чем LabSolutions IR. Вы можете сравнить их наложение в верхней половине окна.

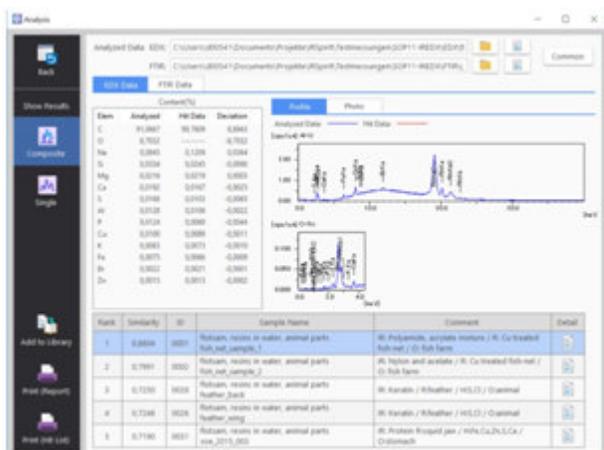
Вернитесь назад и выберите «EDX Data».



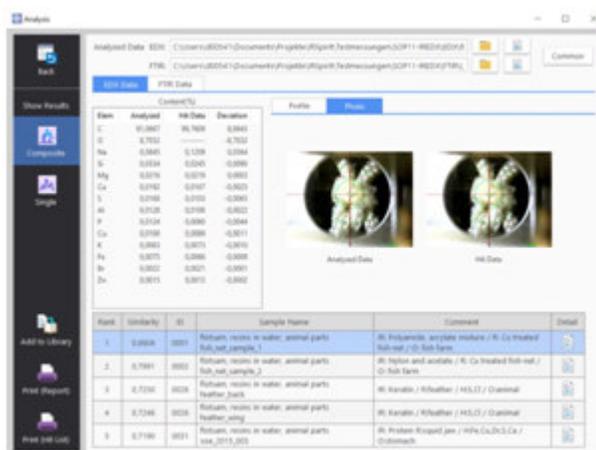
Вам будет показано окно с наложением измеренного спектра и спектра из базы данных, а также список возможных позиций. Кроме того, в верхнем левом окне отображается измеренный список пиков и набранный спектр. Вы также можете сравнить изображения с камеры.



Теперь попробуйте выполнить объединённый поиск. Вы можете вернуться в главное меню и выбрать «Analyze Both Data», или вы можете добавить спектр FTIR и нажать «Common».

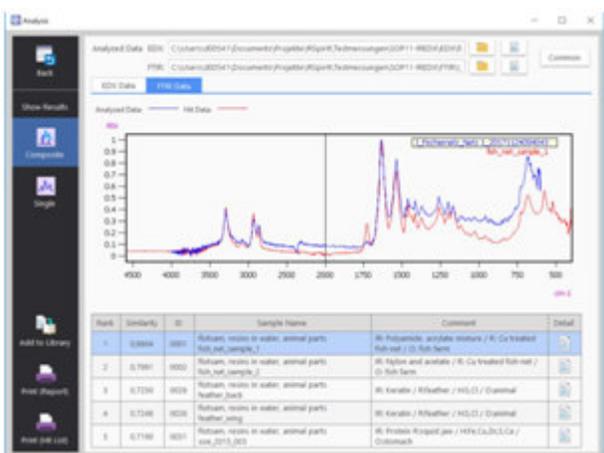


Вы получите оптимальный набор, поскольку и спектр FTIR, и спектр EDX сравниваются с записями базы данных. В данном случае анализ EDX сам по себе не дал наилучшего соответствия, поскольку основным компонентом является полимер. В этом случае неорганические элементы не являются основными, а молекулярные структуры не показываются на спектрах EDX.

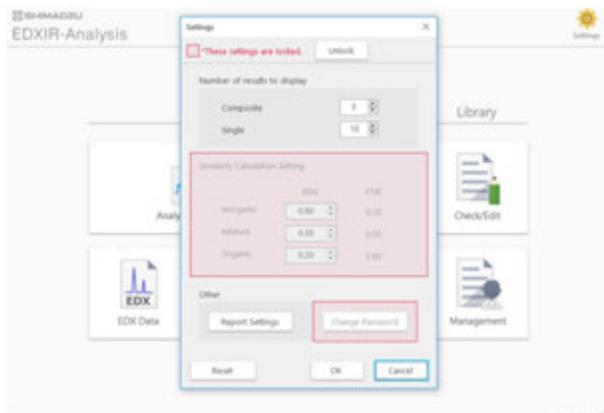


В других случаях (например, минералы со следами органического вещества) спектр EDX может быть более полезным, чем спектр FTIR.

Весовой коэффициент для объединенного поиска можно выбрать в меню опций.



Если теперь вы переключитесь на сравнение фотографий, вы найдете именно тот образец, который был исследован для этой записи в базе данных.



Как видно, стандартные измерения показывают, что метод EDX более надёжен для определения неорганических веществ, а метод ИК-Фурье для органических. Основной компонент вашего образца определяется программой перед проведением объединённого поиска.

Application News

№. SCA-110-012so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Идентификация веществ и анализ примесей с IR Pilot -
пример стандартного анализа

Введение

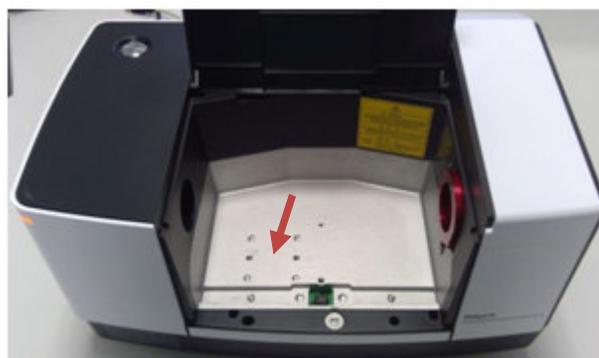
Измерения ATR (нарушенного полного внутреннего отражения, далее НПВО) применяются для изучения образцов без их разрушения, что является невозможным при использовании классического анализа на пропускание.

Одним из примеров использования является изучение полимерных плёнок. IRSpirit, будучи недорогим, небольшим и лёгким в эксплуатации ИК-Фурье спектрометром, является идеальным прибором для экспресс-контроля продукции. Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектрометрии.

В этом примере анализа вы будете использовать IR Pilot вместе с IRSpirit для идентификации полимеров и анализа загрязнителей.

Установка

Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit.

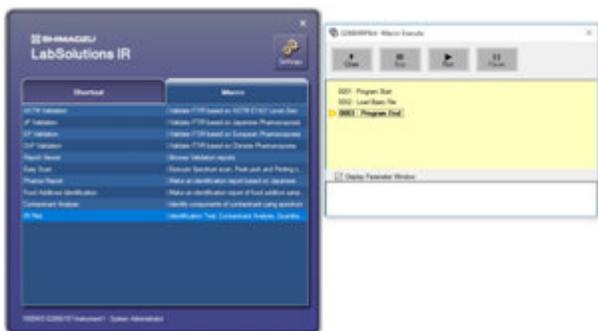


Для установки Quest, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

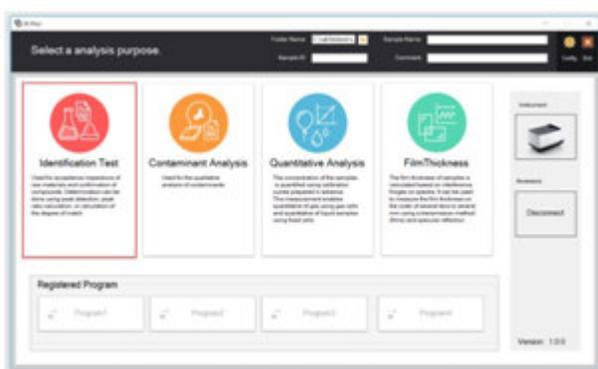


Идентификация с IR Pilot

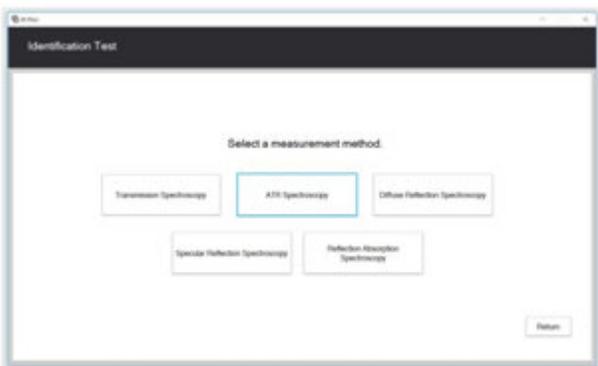
IR Pilot является макросом для упрощённого измерения вместе с IRSpirit.



Начните с окна запуска LabSolutions IR и выберите "Identification Test".

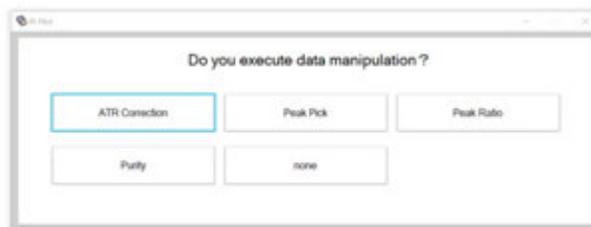


Выберите "not related to pharmacopoeia", "ATR" и "diamond prism".



IR Pilot далее автоматически загрузит правильные параметры, запустит сканирование фона и попросит установить образец.

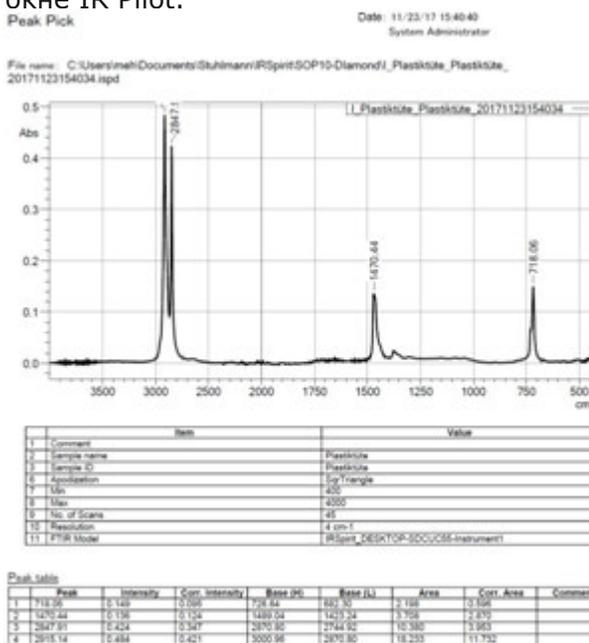
Когда вы установите образец, запустятся измерения. Тогда появится опция выбора обработки данных.



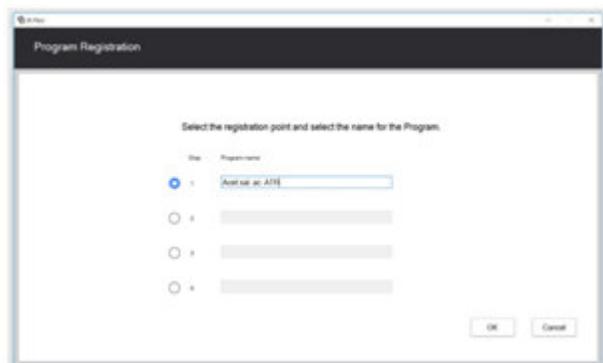
Выберите "Peak Pick" для маркировки всех пиков в спектре для отчёта. Нажмите "increase", чтобы отметить больше пиков и "decrease", чтобы отметить меньше пиков (сортировка по интенсивности). Нажмите "Yes", если вас устраивает результат.



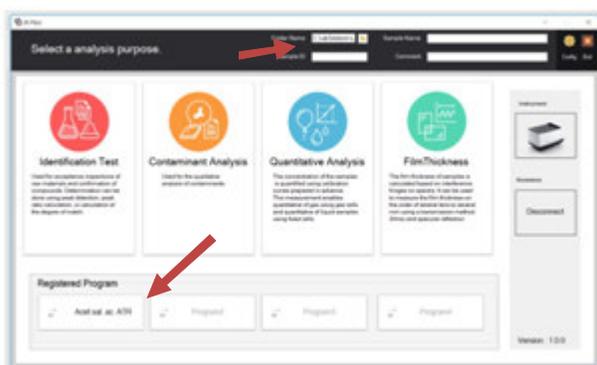
Далее вам представится возможность распечатать отчёт и зарегистрировать ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и приставки) в качестве предварительной установки для будущих измерений. Независимо от вашего выбора, ваши данные хранятся в папке, которую вы указали в главном окне IR Pilot.



Отчёт показывает спектр, таблицу параметров измерений и всё остальное, что вы указали в главном окне IR Pilot, а также таблицу с пиками (только в случае если вы выбрали опцию "peak pick" ранее).



Сохранение методов в IR Pilot это очень удобная функция, которая позволяет неопытным сотрудникам производить экспресс измерения, если у вас много похожих образцов, которые вы хотите исследовать с одинаковыми настройками.



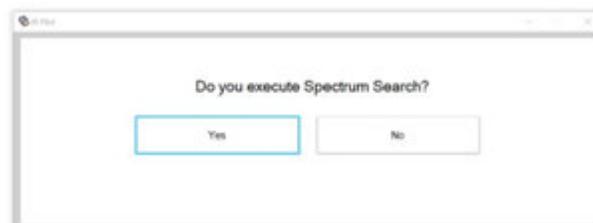
□ Анализ загрязнителей с IR Pilot

Из главного меню IR Pilot выберите "contaminant analysis".

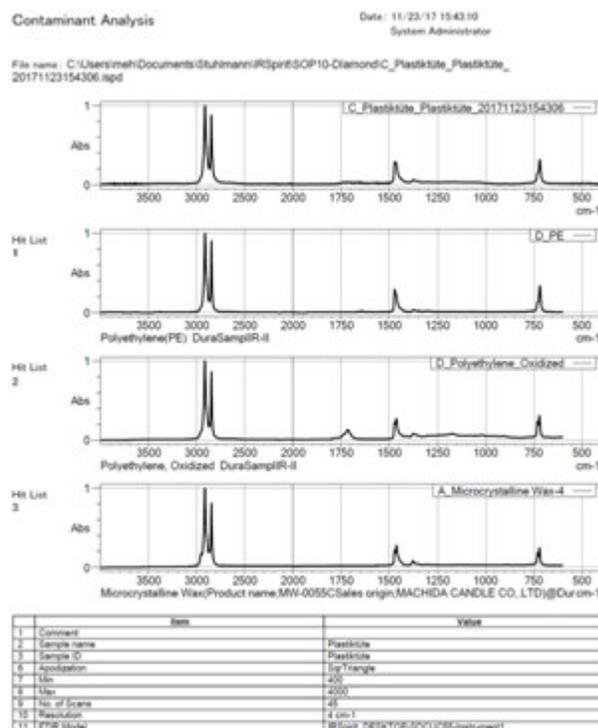
Выберите "ATR" и "Diamond".

После сканирования фона, программа вам напомнит о том, что нужно установить образец. Поместите полимерный образец на окно приставки и нажмите "measurement".

Теперь вы можете выполнить поиск спектра в базе данных.



После поиска, вы можете распечатать отчёт и сохранить метод для дальнейшего использования. Отчёт будет включать в себя три лучше всего подходящих спектра.



С сохраненным методом теперь вы можете проанализировать различные полимеры в один клик мыши.

Application News

No. SCA-110-013so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Идентификация разновидностей колы - пример
стандартного анализа

Введение

Существует много разновидностей кока-колы и продуктов других компаний. Только у самой кока-колы существуют разновидности по вкусу (ваниль, вишня, ...) и содержанию сахара (классическая, lite, zero...), другие бренды также предлагают разновидности в содержании кофеина (afri, afri25...). ИК-спектроскопия позволяет идентифицировать органические молекулы (например приправу, подсластитель...) и даже если узнать рецепт не представляется возможным исключительно из ИК-спектров, разновидности можно различить по структуре их связей.

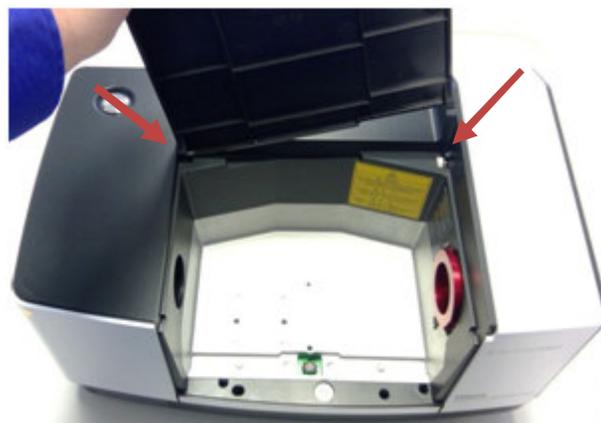
Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектрометрии.

Для измерения небольших количеств жидкостей, можно использовать Pearl.

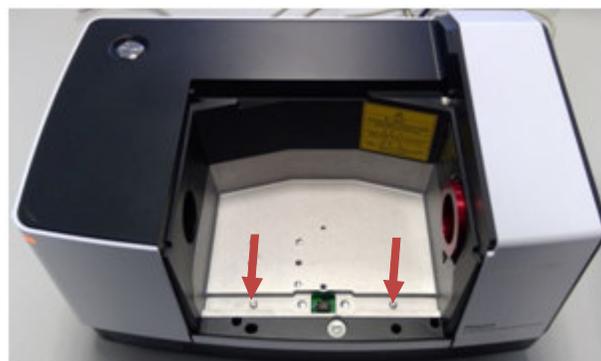
В этом примере анализа вы установите приставку Pearl и будете использовать её для идентификации разновидностей колы.

Установка

Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit.



Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.

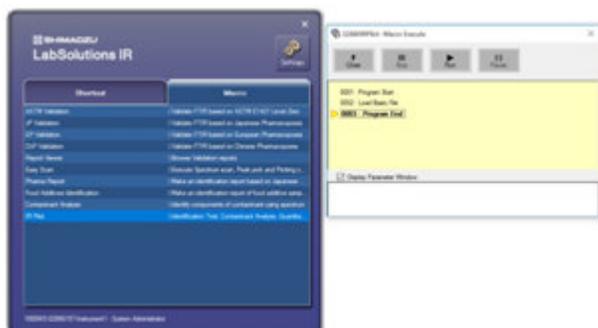


Для установки Pearl, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.

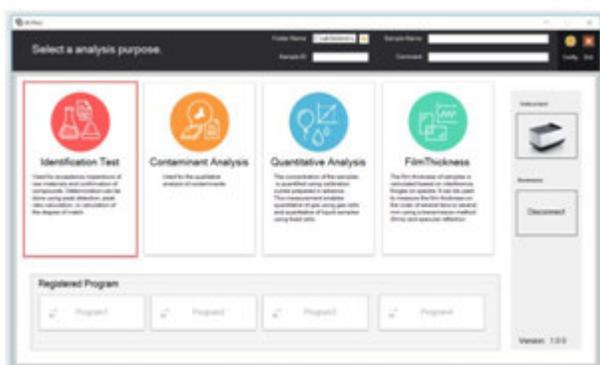


Идентификация с IR Pilot

IR Pilot является макросом для упрощённого измерения вместе с IRSpirit.

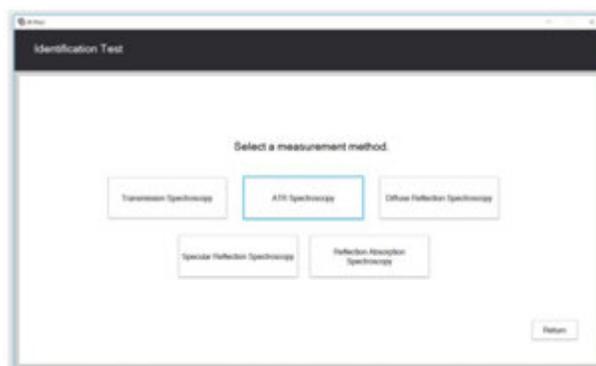


Начните со стартового окна LabSolutions IR, введите название вашего образца и выберите проверку идентификации (identification test).



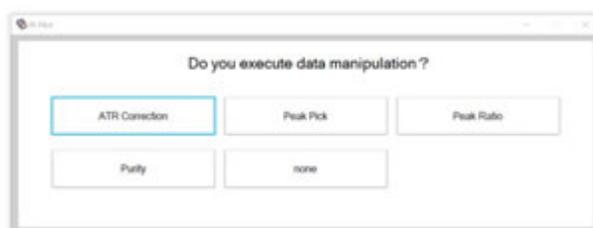
После этого, с помощью этой программы вы проводите измерение путем ответа на ряд простых вопросов.

В данном случае выберите "not related to pharmacopoeia", "Transmission Spectroscopy" и "Fixed thickness cell Window: NaCl".



IR Pilot далее автоматически загрузит правильные параметры, запустит сканирование фона и попросит установить образец.

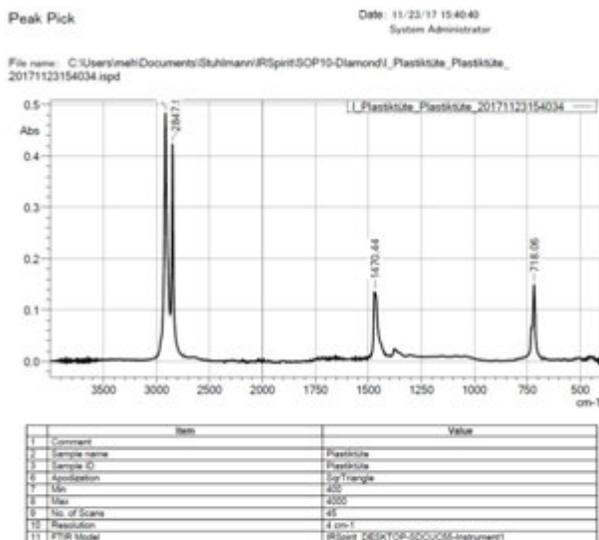
Когда вы установите образец, запустятся измерения и появится опция выбора обработки данных.



Выберите "Peak Pick" для маркировки всех пиков в спектре для отчёта. Нажмите "increase", чтобы отметить больше пиков и "decrease", чтобы отметить меньше пиков (сортировка по интенсивности). Нажмите "Yes", если вас устраивает результат.



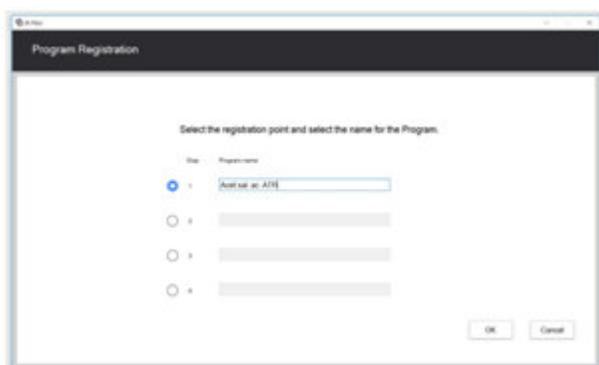
Далее вам представится возможность распечатать отчёт и зарегистрировать ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и приставки) в качестве предварительной установки для будущих измерений. Независимо от вашего выбора, ваши данные хранятся в папке, которую вы указали в главном окне IR Pilot.



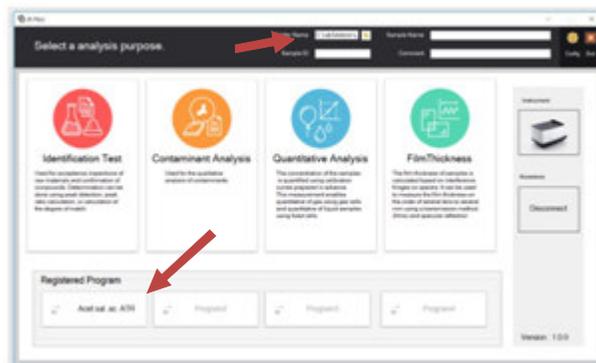
Peak table

Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	718.05	0.128	718.64	681.30	2.108	11.028	
2	1470.64	0.136	1470.64	1470.64	3.708	2.293	
3	2867.07	0.424	2867.07	2744.82	10.380	13.963	
4	2914.14	0.484	3000.98	3049.80	18.233	11.732	

Отчёт показывает спектр, таблицу параметров измерений и все то, что вы указали в главном окне IR Pilot, а также таблицу с пиками (только в случае если вы выбираете опцию "Peak Pick" ранее).



Сохранение методов в IR Pilot – это очень удобный способ, позволяющий проводить экспресс измерения, если у вас много похожих образцов, которые вы хотите исследовать с одинаковыми настройками.

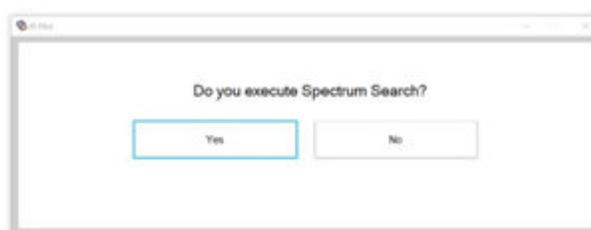


□ Анализ загрязнителей с IR Pilot

Из главного меню IR Pilot выберите "contaminant analysis". С помощью этой программы вы проводите измерение путем ответа на ряд простых вопросов. Выберите "ATR" and "Diamond".

После сканирования фона, программа вам напомнит, что нужно установить образец. Поместите полимерный образец в на окно приставки и нажмите "measurement".

Теперь вы можете выполнить поиск спектра.

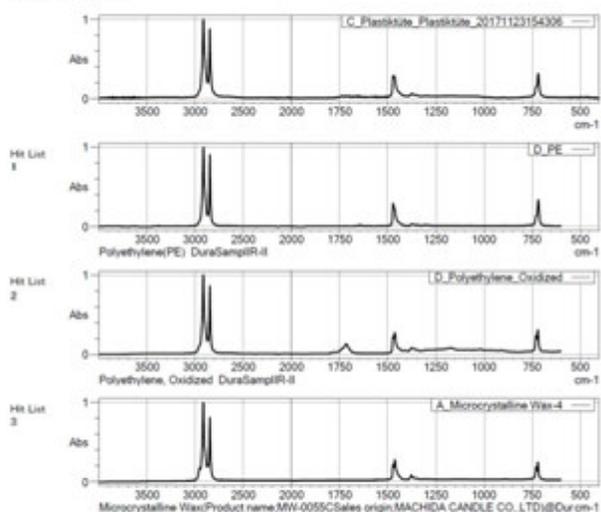


После поиска, вы можете распечатать отчёт и сохранить метод для дальнейшего использования. Отчёт будет включать в себя три лучше всего подходящих спектра.

Contaminant Analysis

Date: 11/23/17 15:43:10
System Administrator

File name: C:\Users\meH\Documents\Stuhmann\RS\Print\SOP10-Diamond\C_Plastikste_Plastikste_20171123154306.apd



Item	Value
1 Comment	
2 Sample name	Plastikste
3 Sample ID	Plastikste
4 Application	Sq-Trace
5 Unit	μg
6 Mass	200
7 No. of Scans	40
8 Resolution	4 cm-1
9 PFR Mode	RSQry_2ESKTOP-3000065-Instrument

С сохраненным методом теперь вы можете проанализировать различные разновидности колы в один клик мыши.

☐ Методика очистки

Вытрите кювету для жидкости мягкой тканью. После того, как вы убрали образец, почистите кювету мягкой тканью с 2-пропанолом.

Application News

No. SCA-110-014so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Количественный анализ растительного масла с IRSpirit и приставкой Pearl - пример стандартного анализа

□ Введение

Оливковое масло считается сравнительно здоровым пищевым ингредиентом, и при этом оно также является дорогостоящим. Это побуждает недобросовестных поставщиков подмешивать в него другие растительные масла с целью извлечения максимальной прибыли. Поскольку масло состоит из органических молекул, их можно идентифицировать с помощью инфракрасной спектроскопии.

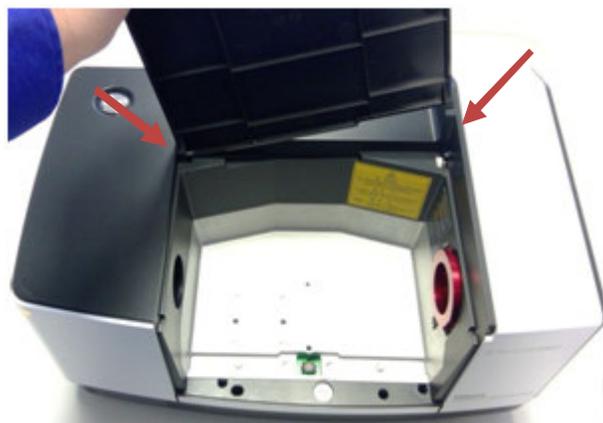
Несмотря на небольшие габариты прибора, кюветное отделение совместимо с большинством аксессуаров, применяемых в методе ИК-Фурье спектрометрии.

Для измерения небольших количеств жидкостей, можно использовать приставку Pearl.

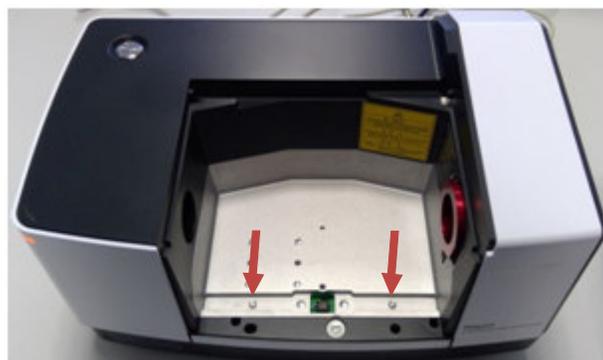
В этом анализе вы установите приставку Pearl и будете использовать её для количественном анализа содержания подсолнечного масла в оливковом масле.

□ Установка

Снимите держатель образца и переднюю крышку IRSpirit.



Необходимо поднять крышку в вертикальное положение, а затем вытащить ее из фиксирующих креплений, как показано на рисунке.



Для установки Pearl, необходимо совместить крепежные элементы в нижней части приставки с отверстиями в кюветном отделении.



□ Пробоподготовка

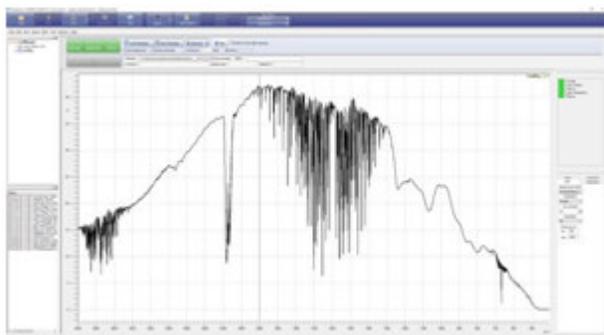
Оливковое масло использовалось в качестве основы для серии разбавлений. Его смешали с 5, 10, 15 и 20 об. % подсолнечного масла.

□ Определение количества с LabSolutions IR

Включите IRSpirit, запустите приложение "Spectrum" из пускового окна LabSolutions IR и инициализируйте прибор (кликнув на кнопку "instrument" и затем "initialize", если это не настроено автоматически).

Параметры, которые понадобятся в использовании данных измерений далее для IR Pilot: Apodization: SqrTriangle, No. of Scans: 45, Resolution: 4 cm^{-1} , Range: 650-4000 cm^{-1} .

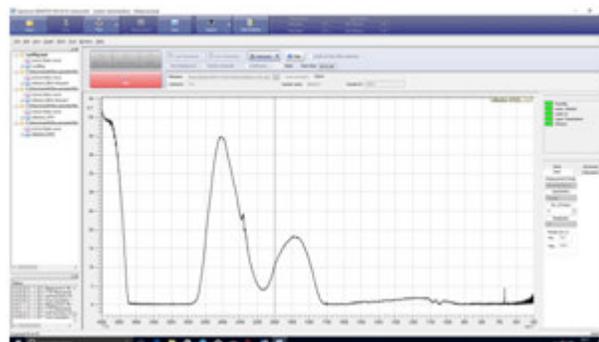
Вначале измерьте спектр фона без образца.



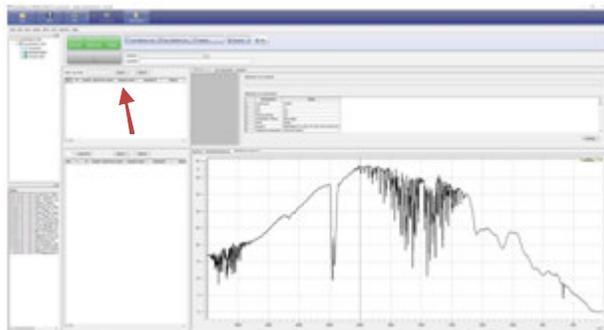
После этого, измеряются стандартные образцы для построения калибровочной кривой. Не забудьте обозначить данные спектры соответствующим образом, так как они вам понадобятся при калибровке.



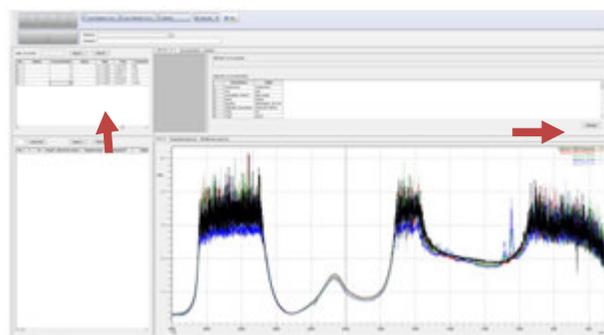
Проведите анализ от самой низкой концентрации оливкового масла до самой высокой концентрации, не забывая чистить ZnSe пластину мягкой тканью после каждого измерения.



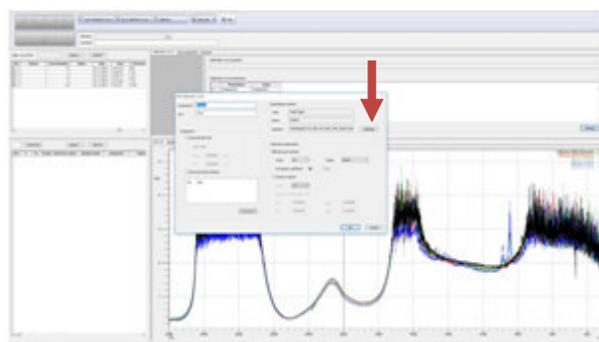
После последнего стандартного образца почистите ZnSe окно, запустите программу "Quantitation" из пускового окна LabSolutions IR и инициализируйте прибор, кликнув на кнопку "instrument" и затем "initialize". Теперь выполните сканирование фона без каких-либо образцов.



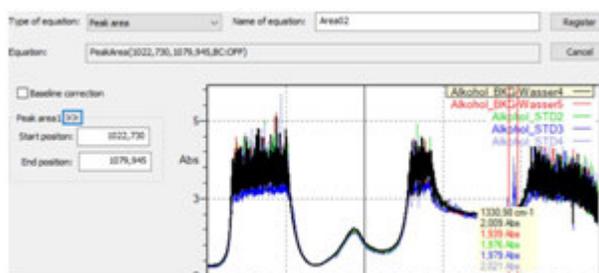
Импортируйте спектры из ваших стандартов, чтобы создать калибровочную кривую, используя кнопку "import", отмеченную на снимке экрана. Вы увидите наложение четырёх спектров в нижнем правом окне.



Добавьте концентрацию подсолнечного масла в таблицу и нажмите на "Settings" в окне калибровочной кривой.



Введите название вещества и единиц измерения (подсолнечное масло, об. %). Для алгоритма калибровки, вы также должны загрузить пик, который используется в количественном анализе. Это можно указать в окне "equation setting".

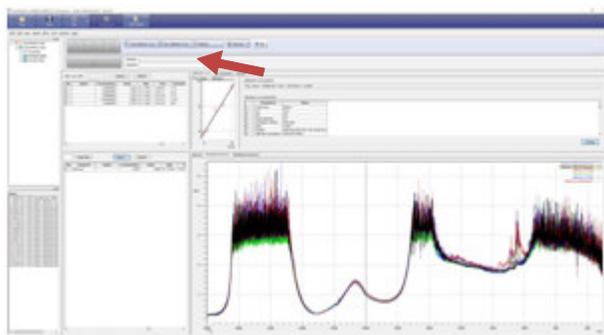


Выберите "Peak area" в качестве типа выравнивания. Используйте пик, который показывает наибольшую разницу между спектрами. Вы можете либо выбрать предел, двигая красные линии в спектре или ввести начальные и конечные длины волн в поле текста. Также используйте коррекцию базовой линии.



Вы можете сопоставить различные пики, если добавите строки в таблице в окне "equation setting". Строка, отмеченная *, будет использована для калибровочной кривой, когда вы подтвердите, нажав "Ok".

Калибровочная кривая будет вычисляться автоматически, если не замечено никаких ошибок.



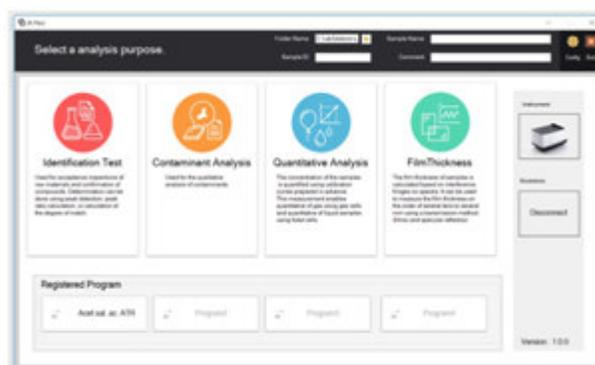
Теперь измерьте "неизвестный" образец. Содержание подсолнечного масла автоматически рассчитывается из калибровочной кривой.

Поменяйте различные настройки выравнивания и посмотрите, как ведут себя корреляционный фактор и концентрация. В идеальном случае, значения не должны меняться.

Сохраните свою калибровочную кривую, чтобы использовать её позже в IR Pilot.

□ Количественный анализ с IR Pilot

Запустите IR Pilot из пускового окна LabSolutions IR. Из главного меню выберите "Quantitative". После этого, с помощью этой программы вы проводите измерение путем ответа на ряд простых вопросов.



Во-первых, введите число образцов и найдите калибровочную кривую, которую вы сохранили ранее.



Для метода измерения выберите "Transmission Spectroscopy", затем "Fixed thickness cell Window: NaCl".



IR Pilot далее автоматически загрузит правильные параметры, запустит сканирование фона и попросит установить образец.

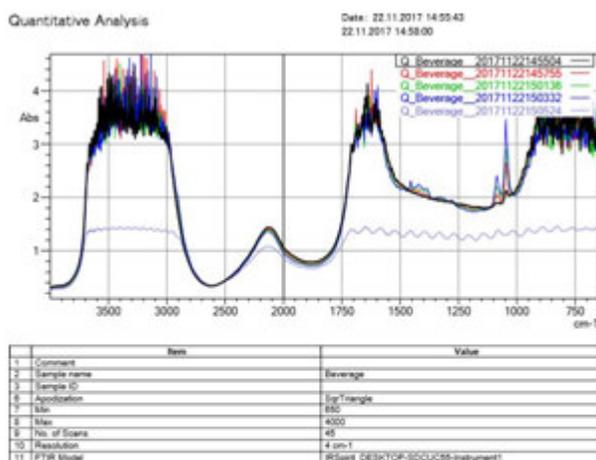
No.	Conc.	File Name
2	3.74979	Q_Beverage__20171122145755.ispd

После каждого измерения, вам покажут концентрацию подсолнечного масла в образце. Почистите ZnSe пластину, положите следующий образец и нажмите "Measure next sample" или "Finish measurement".

Если вы закончили измерение или дошли до числа образцов, указанного раньше, IR Pilot покажет таблицу со всеми результатами.

No.	Conc.	File Name
1	0.74241	Q_Beverage__20171122145504.ispd
2	3.74979	Q_Beverage__20171122145755.ispd
3	6.71581	Q_Beverage__20171122150136.ispd
4	10.87822	Q_Beverage__20171122150332.ispd
5	2.28830	Q_Beverage__20171122150524.ispd

Далее вам представится возможность распечатать отчёт и сохранить ваш метод (число образцов, калибровочная кривая и приставки) в качестве предварительной установки для будущих измерений.

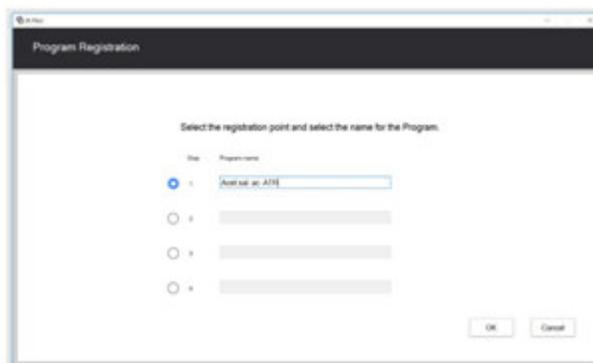


The file name of Calibration Curve: C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Alcohol_cal_Pilot.ispd

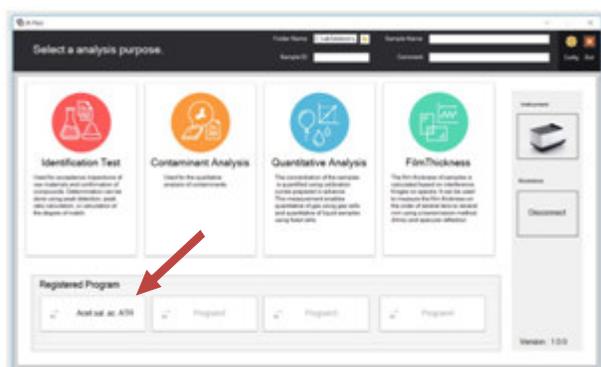
Table of unknown results

No.	Conc.	File Name
1	0.74241	C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Q_Beverage__20171122145504.ispd
2	3.74979	C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Q_Beverage__20171122145755.ispd
3	6.71581	C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Q_Beverage__20171122150136.ispd
4	10.87822	C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Q_Beverage__20171122150332.ispd
5	2.28830	C:\Users\meh\Documents\Shimadzu\IR\Pilot\SOP14-Peak-Ethanol\Q_Beverage__20171122150524.ispd

Отчёт будет включать в себя наложение всех измеренных спектров и таблицу результатов. Положение маркировочной полосы не указывается, если вы не указали его в качестве комментария или части названия образца или ID образца.



Сохранение методов в IR Pilot – это очень удобный способ, позволяющий проводить быстрые измерения неопытными сотрудниками. Вы также можете защитить методы паролем.



☐ Методика очистки

Вытрите кювету для жидкости мягкой тканью. После того, как вы убрали образец, почистите кювету мягкой тканью с 2-пропанолом.

Application News

No. SCA-110-015so

Спектроскопия – ИК-Фурье

Подтверждение закона Бугера – Ламберта – Бера с ячейкой
изменяемой длины оптического пути – пример
стандартного анализа

Введение

Закон Ламберта-Бера является одной из основ спектроскопии. Он утверждает, что поглощение света с длиной волны λ веществом зависит от длины пути l , концентрации c и коэффициента поглощения ϵ_λ этого вещества.

$$E_\lambda = \epsilon_\lambda \cdot c \cdot l \quad (1)$$

ϵ_λ является константой для данного материала. Если c поддерживать постоянной, пока меняется длина пути, линейная корреляция между E_λ и l становится явно выраженной. Эта линейная корреляция важна для правильного анализа спектров. В этом примере анализа вы будете

использовать IRSpirit и кювету с изменяемой длиной оптического пути для жидкости, чтобы подтвердить линейность с чистым циклогексаном.

Установка

В кюветном отделении прибора IRSpirit имеются два возможных расположения для держателя стандартных образцов.

Установите его так, чтобы кювета с изменяемой длиной оптического пути вошла в него, не касаясь окна.



Длина пути изменяется посредством поворота половинок кюветы. Длина в целых миллиметрах указывается шкалой, перпендикулярной окнам, в то время как десятичные доли указываются шкалой на переменной части ячейки и нониусом. На данной картинке, длина оптического пути составляет 5,00 мм.

Из пускового окна LabSolutions IR запустите программу "Spectrum". Инициализируйте прибор и снимите фоновый спектр с пустой кюветой. Используйте следующие параметры измерения: Measurement Mode: Absorbance, Apodization: SqrTriangle, No. of Scans: 45, Resolution: 45, Range: 650-4000 cm^{-1} .

Пробоподготовка

Начните с длины оптического пути 5 мм. Аккуратно наполните кювету циклогексаном шприцом из нижней части наконечника, оставив верхнюю часть открытой для вентиляции.



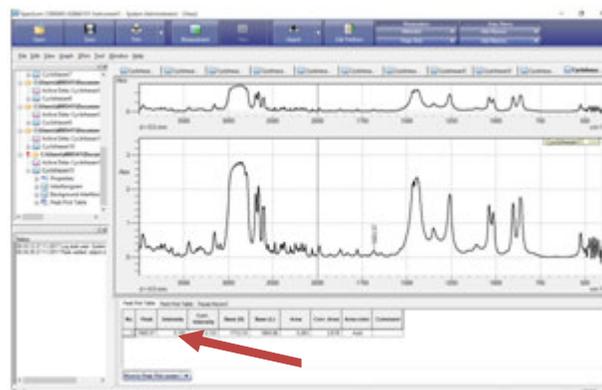
Если вам необходимо заново наполнить шприц, накройте тефлоновой пробкой открытую часть наконечника, разверните кювету, вытащите шприц и заново ее наполните. Затем обратно вставьте шприц, держа кювету так, чтобы вы могли вытащить пробку, и продолжайте наполнять кювету снизу. Возможно, вам придётся повторить этот процесс два или три раза, пока не наполнится кювета. Закупорьте верхнюю часть наконечника тефлоновой пробкой, установите его в прибор и вытащите шприц сверху.

Измерение образцов

После каждого спектра, извлекайте кювету из IR Spirit, сокращайте длину пути на 0,5 мм и используйте ткань для сбора циклогексана, который выдавливается из верхней части наконечника. Будьте аккуратны со значениями менее 2 мм, так как количество выдавленного циклогексана может внезапно оказаться больше. При первых измерениях некоторые части воздуха остаются в частях кюветы вне отверстия и, таким образом, лишь небольшое количество циклогексана выдавливается в отличие от заключительных измерений.

Анализ

После последнего измерения, перейдите к окну "View". Определите для каждого спектра интенсивность полосы при 1684 см^{-1} (точное положение будет определено автоматически, если вы добавите его в таблицу "Peak Pick").



Скопируйте интенсивность в лист Excel. Убедитесь, что спектр находится в режиме "Absorption" для данного измерения, и не используйте "откорректированную" интенсивность, так как автоматически построенная базовая линия не является достоверной.

Расположите интенсивность на оси ординат, а длину пути на оси абсцисс в точечной диаграмме и используйте линейную аппроксимацию с пересечением в (0,0) для определения функции.

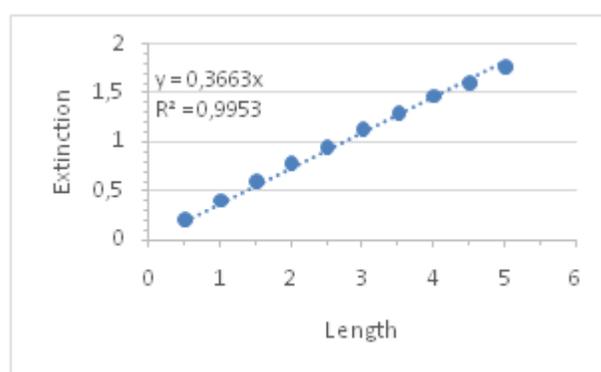


Рисунок является результатом использования IR Spirit L с окном KRS-5.

Видно, что коэффициент корреляции очень хороший. Теперь вы можете рассчитать коэффициент поглощения ϵ_λ для циклогексана при 1683,57 см⁻¹ из функции.

Так как концентрация поддерживается постоянной (9,268 моль/л для чистого циклогексана при стандартных условиях), длина пути коррелирует с x в формуле из Excel, и уравнение (1) можно записать как:

$$E_\lambda = 0,366 \text{ мм}^{-1} \cdot l \quad (2)$$

Размерность мм⁻¹ необходима, поскольку длина выражена в мм, а у поглощения нет размерности. Коэффициент поглощения в своей стандартной размерности $\frac{\text{л}}{\text{моль} \cdot \text{см}}$

теперь вычисляется посредством сопоставления уравнений (1) и (2).

$$E_\lambda = \frac{3,663 \text{ см}^{-1}}{9,268 \frac{\text{моль}}{\text{л}}} = 0,395 \frac{\text{л}}{\text{моль} \cdot \text{см}} \quad (3)$$

Данное значение должно быть примерно таким же, как и в случае если вы его рассчитываете для каждой длины пути отдельно, но так как необходимо проверить линейное поведение прибора, важно использовать расчет по набору значений вместо одного измерения.

Для измерения одной точки, коэффициент поглощения рассчитывается из приведённого уравнения (1) следующим образом:

$$\epsilon_\lambda = \frac{E_\lambda}{c \cdot l} \quad (4)$$

Как видно, он меняется на величину порядка

$$0,01 \frac{\text{л}}{\text{моль} \cdot \text{см}}$$

между различными измерениями, что не имеет физического смысла.

□ Методика очистки

Освободите ячейку и дайте циклогексану испариться из кюветы без пробок.



Элемент

генеральный дистрибьютор



SHIMADZU

Уважаемые пользователи, в данных примерах анализа на ИК-Фурье спектрометре IRSpirit использовались приставки **Спецас**.

Компания Элемент является авторизованным дистрибьютором компании **Спецас** с 2005 г.

Спецас

Specac Limited
River House 97 Cray Avenue
Orpington Kent UK BR5 4HE
T: +44 (0)1689 873134 F: +44 (0)1689 878527
www.specac.com

To Whom It May Concern

Herewith we are pleased to confirm in writing that Specac duly authorizes ELEMENT company with offices at

620075, Yekaterinburg, Bazhov Str., 68
117105, Moscow, Varshavskoe sh., 1, bldg., 6, BC "W Plaza 2"
630007, Novosibirsk, Oktyabrskaya str., 42, off. 308

to act as our preferred distributor for the region of CIS countries and Russia (excluding business with OEM companies with direct sales channels in the field of IR-sampling and IR accessories, but not presses).

This agreement will remain in operation until 31st December 2018, at which time both parties may review together the success of cooperation and decide if this agreement is to be extended.

Yours sincerely,



Allan Finlay
February 2018

SPECAC LTD
RIVER HOUSE
97 CRAY AVENUE
ORPINGTON
KENT
BR5 4HE
Tel: 01689 873134
Fax: 01689 878527

Incorporated in UK no. 0100889
INCORPORATED OFFICE:
River House, 97 Cray Avenue, Orpington KENT BR5 4HE UK

Москва, Варшавское ш., 1, стр. 6, БЦ «W Plaza 2»
тел./факс: (495) 514-00-48
e-mail: msc@element-msc.ru

Екатеринбург, ул. Бажова, 68
тел./факс: (343) 278-34-64 (-65, -66, -67, -68, -69)
e-mail: ekb@element-msc.ru

Новосибирск, ул. Октябрьская, 42, оф.308
тел./факс: (383) 20-20-726
e-mail: nsk@element-msc.ru