

Приставки для работы в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630

Простой и универсальный способ выполнения измерений в режиме ИК-Фурье

Введение

Измерения в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) являются наиболее широко распространенной методикой отбора проб для инфракрасной спектроскопии с ИК-Фурье-преобразованием (ИК-Фурье). Такая популярность связана с возможностью быстро и легко проводить измерения для широкого диапазона типов проб, включая жидкости, твердые пробы, порошки, полутвердые пробы и пасты. В ИК-Фурье-спектрометре Agilent Cary 630 используется универсальная модульная конструкция, при которой точно оптимизированные модули отбора проб крепятся к передней части ИК-Фурье-спектрометра Cary 630. В зависимости от конкретной методики типа пробы применяются различные датчики НПВО. Однажды сонастроенные оптические элементы позволяют за считанные секунды менять местами широкий спектр модулей без необходимости проведения настройки пользователем. ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 подходит к широкому диапазону датчиков НПВО и имеет функцию мгновенного переключения от одного датчика НПВО к другому.

Для большинства методик ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 оснащен модулями отбора проб НПВО с однократным отражением с кристаллами из селенида цинка (ZnSe), алмаза и германия (Ge). Эти модули используются совместно с прессом для обеспечения контакта пробы с кристаллом и отлично подходят для анализа твердых материалов, а также жидкостей, паст и гелей. Датчик с алмазным кристаллом отличается высокой прочностью и является отличным выбором для анализа более твердых материалов. Датчик с кристаллом из селенида цинка идеально подходит для более мягких проб. Датчик с кристаллом из германия с меньшей длиной оптического пути является наилучшим вариантом для проб с высоким коэффициентом поглощения. Кроме того, модуль НПВО с многократным отражением с кристаллом из селенида цинка отлично подходит для анализа жидкостей, паст и гелей, где требуется повышенная чувствительность.

Благодаря тому, что эти технологии исследования различных проб были специально разработаны для ИК-Фурье-спектрометра Cary 630, оператор может быть уверен в надежности результатов вне зависимости от того, какой датчик НПВО выбран для той или иной методики. Разработка этих принадлежностей специально для данного прибора обеспечивает высочайшую производительность, чувствительность и простоту в использовании по сравнению с другими спектрометрами этого класса.

В данном обзоре технической информации рассматриваются датчики НПВО, доступные для ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 (рис. 1). В нем содержится информация о том, какой датчик следует выбрать для конкретного типа пробы, и кратко описываются типичные методики спектроскопии в режиме НПВО на ИК-Фурье-спектрометре Cary 630.



Рисунок 1. ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630 может быть оснащен модулями отбора проб, подходящими для решения всех аналитических задач. Приставки НПВО с алмазным кристаллом для модуля отбора проб идеально подходят для инфракрасной спектроскопии с Фурье-преобразованием твердых проб, жидкостей, гелей и порошков методом ИК-Фурье-спектроскопии.

Принцип действия

При отборе проб в режиме НПВО инфракрасный (ИК) свет проходит через кристалл, полностью отражается внутри, по крайней мере, один раз на границе кристалла и пробы, затем отраженный свет попадает на детектор ИК-Фурье. Во время внутреннего отражения часть ИК света попадает в пробу, где может быть поглощена. Часть света, которая попадает в пробу, называется эванесцентной волной. Глубина проникновения эванесцентной волны в пробу определяется разницей рефрактометрического типа между пробой и кристаллом модуля НПВО. Для учета различных типов проб и требований к длине оптического пути в качестве датчиков НПВО используется несколько материалов с различными рефрактометрическими типами.

Модуль НПВО с однократным отражением

Измерения однократного отражения предусматривают однократное отражение светового луча внутри кристалла (рис. 2).

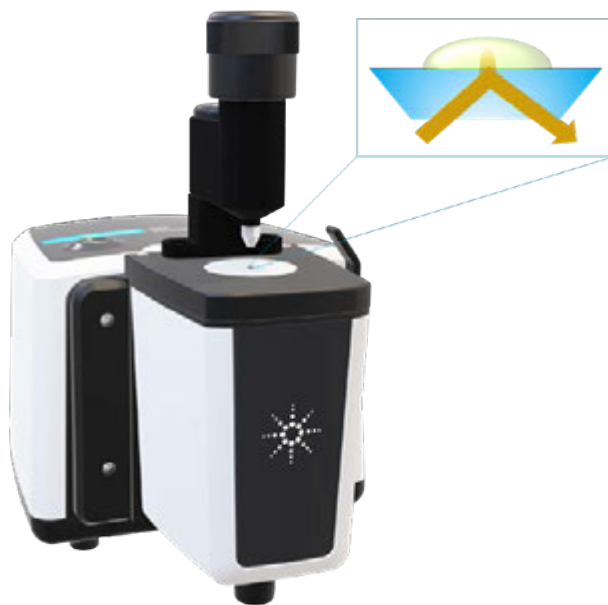


Рисунок 2. Приставка для НПВО с однократным отражением для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Модуль НПВО с многократным отражением

В датчиках НПВО с многократным отражением используется более длинный кристалл, который позволяет световому лучу полностью отразиться от поверхности пробы несколько раз перед обнаружением (рис. 3). В результате ИК свет взаимодействует с пробой в каждом из узлов отражения, обеспечивая большую эффективную длину оптического пути. Это повышает точность измерения, что идеально подходит для сложных методик, требующих более низкого предела обнаружения и более быстрого сбора данных.



Рисунок 3. Приставка для НПВО с многократным отражением для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Измерения проб

Для анализа жидких проб или паст с помощью модулей НПВО небольшая капля пробы помещается на кристалл модуля НПВО. Выполняется измерение, после чего кристалл при необходимости можно протереть неконцентрированным растворителем.

Для анализа порошков, тонких пленок или других твердых проб проба помещается на кристалл модуля НПВО и прижимается с помощью шарнирного пресса для обеспечения оптимального контакта пробы с кристаллом. После измерения пробу можно забрать, что идеально подходит для малообъемных или дорогих проб. При необходимости кристалл можно протереть неконцентрированным растворителем.

В шарнирном прессе на модулях НПВО с однократным отражением применяется оптимальное давление для используемого материала датчика НПВО. Шарнирный пресс можно поворачивать на 360° для легкого доступа к кристаллу модуля НПВО при отборе проб или очистке. Пресс также может быть отсоединен, если он не используется (например, когда анализируются только жидкие пробы). Модуль НПВО с многократным отражением используется только для жидких проб и, следовательно, не требует применения пресса.

Датчики НПВО для ИК-Фурье-спектрометра Cary 630

Независимо от того, требуется ли для ваших методик кристалл из селенида цинка с однократным/многократным отражением, алмазного кристалла или германия, ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 обеспечивает лучшую производительность в своем классе. В отличие от других ИК-Фурье-спектрометров, использующих приспособления сторонних производителей, Agilent Cary 630 применяет специально разработанные инженерами Agilent технологии отбора проб, идеально соответствующие оптическим характеристикам спектрометра. Надежная, не требующая дополнительной сонастройки конструкция обеспечивает мгновенную смену технологий отбора проб для НПВО, что позволяет использовать любой тип пробы, который может встретиться вам в вашей практике. Различные модули НПВО для ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 приведены в таблице 1.

Таблица 1. Приставки НПВО для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Приставка НПВО	Диапазон длин волн	Эффективная длина оптического пути	Тип пробы	Шарнирный пресс
Модуль НПВО с однократным отражением с кристаллом из селенида цинка	5 100–600 cm^{-1}	1,1 мкм при 4 000 cm^{-1} 2,6 мкм при 1 700 cm^{-1} 7,3 мкм при 600 cm^{-1}	Чистые или концентрированные; пластичные твердые вещества, пасты, гели, жидкости; несильные кислоты и щелочи	Да
Модуль НПВО с многократным отражением с кристаллом из селенида цинка (ZnSe)	5 100–600 cm^{-1}	5,5 мкм при 4 000 cm^{-1} 13,0 мкм при 1 700 cm^{-1} 36,5 мкм при 600 cm^{-1}	Компоненты с низкой концентрацией, более разбавленные растворы, пасты, гели, жидкости, несильные кислоты и щелочи	Нет
Приставка НПВО с однократным отражением с алмазным кристаллом	6 300–350 cm^{-1} ^a 5 100–600 cm^{-1} ^b	1,1 мкм при 4 000 cm^{-1} 2,6 мкм при 1 700 cm^{-1} 7,3 мкм при 600 cm^{-1}	Твердые вещества, микрочастицы, полимеры, пасты, жидкости; весь диапазон pH	Да
Приставка НПВО с однократным отражением с кристаллом из германия (Ge)	5 100–600 cm^{-1}	0,15 мкм при 4 000 cm^{-1} 0,36 мкм при 1 700 cm^{-1} 1,02 мкм при 600 cm^{-1}	Полимеры с наполнителем из графитовой сажи	Да

^a Механизм ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 с оптическими элементами из бромида калия (KBr)

^b Механизм ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 с оптическими элементами из селенида цинка (ZnSe)

Модули НПВО из селенида цинка (ZnSe)

Селенид цинка — это полупроводниковый материал, который уже много лет используется в качестве чувствительного элемента НПВО. Он имеет довольно высокую твердость, позволяет работать в широком диапазоне длин волн и нерастворим в воде. Поэтому селенид цинка прекрасно подходит для пластичных твердых веществ, паст, гелей и жидкостей. Он может использоваться для анализа водных растворов в диапазоне pH 5–9. Спектрометр Agilent Cary 630 для ИК-Фурье имеет два варианта приставок с кристаллом из селенида цинка: датчики многократного и однократного отражения.

Модуль НПВО с однократным отражением с кристаллом из селенида цинка

Благодаря относительно небольшой длине оптического пути инфракрасного излучения в пробе этот датчик идеально подходит для чистых проб, то есть проб, являющихся относительно концентрированными или чистыми. Модуль НПВО с однократным отражением с кристаллом из селенида цинка прекрасно подходит для идентификации более мягких материалов, а также вязких жидкостей. При измерении твердых проб, например полимерных пленок, его можно использовать с ИК-Фурье-спектрометром Cary 630. Модуль НПВО с кристаллом из селенида цинка изображен на рисунке 4.



Рисунок 4. Модуль НПВО с кристаллом из селенида цинка для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Модуль НПВО с многократным отражением с кристаллом из селенида цинка (ZnSe)

Исключительная производительность ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 в сочетании с увеличенной длиной оптического пути датчика НПВО с многократным отражением создает спектрометрическую систему непревзойденной чувствительности. Имеется возможность измерения компонентов низкой концентрации в пастах, гелях и жидкостях. Также можно анализировать растворенные вещества в разбавленных или концентрированных водных растворах в диапазоне pH 5–9. Благодаря тому, что датчик с многократным отражением слегка заглублен в держателе из нержавеющей стали, он идеально подходит для анализа невязких жидких проб. Этот датчик идеально подходит для тех случаев, когда требуются количественные или качественные измерения. Не рекомендуется применять его для анализа твердых материалов, поскольку он не используется совместно с прижимным устройством. Модуль НПВО с многократным отражением с кристаллом из селенида цинка (ZnSe) изображен на рисунке 5.



Рисунок 5. Приставка для работы в режиме НПВО с многократным отражением с кристаллом из селенида цинка для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Модуль НПВО с однократным отражением с алмазным кристаллом

Применение алмаза в качестве материала кристалла НПВО стало революцией в работе с пробами в ИК-Фурье-спектроскопии. Этот датчик позволяет легко выполнять анализ более твердых проб, например минералов и твердых полимеров, поскольку его нельзя поцарапать. Приставка НПВО с алмазным кристаллом также устойчива к воздействию сильных кислот и щелочей и отлично подходит для измерения водных растворов с высоким или низким значением pH. Приставка НПВО с алмазным кристаллом для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630 является датчиком однократного отражения и используется совместно с прессом для пробы, что позволяет обеспечить надежный контакт между анализируемым материалом и алмазной поверхностью. В качестве датчика однократного отражения она идеально подходит для неразбавленных или чистых веществ, к которым относятся микрочастицы, порошки и другие твердые материалы. Уникальная конструкция приставки НПВО с алмазным кристаллом для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630 обеспечивает высокое пропускание энергии, а сочетание спектрометра и технологии отбора проб с применением алмазного материала в большинстве случаев обеспечивает более высокие рабочие результаты, чем при использовании других стандартных систем ИК-Фурье-спектроскопии. Приставка НПВО с однократным отражением с алмазным кристаллом изображена на рисунке 6.



Рисунок 6. Приставка НПВО с однократным отражением с алмазным кристаллом для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Приставка НПВО с однократным отражением с кристаллом из германия (Ge)

Германий представляет собой хрупкий, твердый полуметаллический элемент с высоким показателем преломления, обеспечивающий меньшую глубину проникновения инфракрасного излучения. ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 использует элемент НПВО с однократным отражением с кристаллом из германия, который является отличным выбором при анализе материалов с высоким поглощением или включающих в себя компоненты, приводящие к сильному рассеянию. На приставке НПВО с кристаллом из германия часто анализируются такие пробы, как полимеры, содержащие графитовую сажу. Уплотнительные кольца, прокладки и шины из сажевого каучука могут служить примерами материалов, хорошо подходящих для анализа с помощью ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630 с модулем НПВО с кристаллом из германия. Модуль НПВО с однократным отражением с кристаллом из германия изображен на рисунке 7.



Рисунок 7. Модуль НПВО с однократным отражением с кристаллом из германия для ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630.

Примеры использования спектрометра Agilent Cary 630

Анализ в режиме НПВО широко используется в промышленности и научном сообществе для выполнения широкого диапазона задач. Компания Agilent предоставляет множество рекомендаций по применению, демонстрирующих сферы использования модулей НПВО и сравнение с другими доступными методами отбора проб. Ниже приводится краткое описание некоторых имеющихся в настоящее время рекомендаций по применению. Полный перечень возможных применений см. на веб-сайте компании Agilent.

Pharmaceutical Packaging Materials Quality Control and USP Chapter <661.1> Compliance

Данное исследование посвящено применению ИК-Фурье-спектроскопии для анализа полимеров, используемых в фармацевтической упаковке. Приставка НПВО с алмазным кристаллом использовалась для определения различий между упаковками патентованных и воспроизводимых препаратов, а также для демонстрации обнаружения фальсификатов фармацевтических продуктов. Кроме того, продемонстрировано применение ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 в соответствии с требованиями ФармСША к упаковке фармацевтической продукции, изложенными в главе 661.1 «Пластиковые строительные материалы».

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

Quick and Real-Time Potency Determination of Cannabinoids Using FTIR Spectroscopy

В данном исследовании определена активность различных продуктов каннабиса по содержанию в них ТГК. ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 с модулем НПВО с алмазным кристаллом использовался для анализа нескольких типов проб каннабиса, таких как экстракты, концентраты и дистилляты, без необходимости подготовки проб. Использование ИК-Фурье-спектрометра Cary 630 с модулем НПВО с алмазным кристаллом обеспечивает быстрый и неразрушающий анализ в производственных рабочих процессах, повышая производительность и пропускную способность при анализе проб.



Рисунок 8. Спектры концентратов и дистиллятов каннабиса регистрировались без какой-либо подготовки пробы с помощью ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630 с модулем НПВО с алмазным кристаллом.

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

Determination of Sucrose Levels in Infant Cereals Using the Agilent Cary 630 ATR-FTIR Spectrometer

В рамках исследования было определено количество сахара, содержащееся в нескольких марках хлопьев для завтрака, предназначенных для детей. Пробы зерновых хлопьев были измельчены в порошок и помещены непосредственно на модуль НПВО с алмазным кристаллом для количественного определения концентрации сахарозы. Результаты, полученные на ИК-Фурье-спектрометре Cary 630, продемонстрировали очень хорошую корреляцию с данными ВЭЖХ, полученными от тех же проб.

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

The Agilent Cary 630 FTIR Spectrometer Quickly Identifies and Qualifies Pharmaceuticals

Данное исследование подчеркивает чувствительность анализа фармацевтической продукции методом ИК-Фурье-спектроскопии в режиме НПВО при классификации и оценке чистоты конкретных исходных ингредиентов. Для анализа проб чистой и загрязненной ацетилсалициловой кислоты использовался ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 с модулем НПВО с алмазным кристаллом. Уникальные логические возможности программного обеспечения Agilent MicroLab позволяют идентифицировать, квалифицировать и легко различать различные характеристики исходных материалов и ингредиентов в фармацевтике.

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

Fuel Blend Analysis Using the Cary 630 Spectrometer and 5 Bounce ZnSe ATR Accessory

В исследовании определялся состав различных топливных смесей. Для воспроизводимого анализа смесей дизельного топлива и бутанола использовался ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 с приставкой для многократного отражения НПВО с кристаллом из селенида цинка (ZnSe) без необходимости подготовки пробы. Это позволило получить информацию о количестве и явлениях смешивания на молекулярном уровне.

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

Анализ объема спирта в антисептике для рук

Для количественного определения содержания спирта в дезинфицирующих средствах для рук использовался ИК-Фурье-спектрометр Cary 630, оснащенный приставкой НПВО с алмазным кристаллом. Программное обеспечение MicroLab использовалось для разработки стандартного метода контроля и обеспечения качества, который позволял автоматически определять тип спирта и его точную концентрацию.



Рисунок 9. Неразбавленная проба антисептика для рук помещена в приставку НПВО, присоединенную к ИК-Фурье-спектрометру Agilent Cary 630. Программное обеспечение Agilent MicroLab использует специальные изображения, которые помогают пользователю проводить все этапы измерения, включая очистку и отбор проб.

[Скачать рекомендации по применению.](#)

Detection of Counterfeit Pharmaceuticals

В данном исследовании для получения ИК-спектров подлинных фармацевтических препаратов в форме таблеток и проб плацебо использовался ИК-Фурье-спектрометр Cary 630, оснащенный приставкой НПВО с алмазным кристаллом. Спектры были сопоставлены с обширной библиотекой ИК-спектров с помощью программного обеспечения MicroLab. Для важных и часто подделываемых фармацевтических препаратов: гидрохлорида этамбутола и цефуроксима аксетила, было обнаружено, что ИК-Фурье-спектрометр Cary 630 с высокой степенью точности отличает пробы подлинных препаратов от фальсификатов.



[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)

www.agilent.com/chem/cary630

DE74554071

Информация в этом документе может быть изменена без предварительного уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2022
Отпечатано в США, 19 января 2022 г.
5991-6858RU

Automated FT-IR Screening Method for Cocaine Identification in Seized Drug Samples

Для получения ИК-спектров изъятых проб кокаина использовался ИК-Фурье-спектрометр Cary 630, оснащенный приставкой НПВО с алмазным кристаллом. Вместе с автоматизированным методом в программном обеспечении MicroLab Cary 630 смог определить наличие кокаина, показав хорошую корреляцию с концентрацией кокаина, определенной с помощью ВЭЖХ. Конфигурация программного обеспечения прибора зарекомендовала себя как неразрушающий способ предварительной рентгеноскопии изъятых наркотических веществ, предположительно содержащих кокаин.

[Скачать полную версию рекомендаций по применению.](#)