

Auswahl geeigneter IR/NIR-Messtechniken für die betriebliche Prozess- und Qualitätskontrolle – einige Aspekte

K. Molt*

Bei der Auswahl einer geeigneten IR/NIR-Messtechnik sind im Wesentlichen folgende Aspekte zu berücksichtigen:

1. Spektralbereich

Der analytisch relevante Infrarot-Spektralbereich erstreckt sich vom kurzwelligen Nahen Infrarot („Photographisches Infrarot“, 0,7 - 1 μm [1]), über das klassische NIR (1,0 - 2,5 μm) bis ins Mittlere Infrarot (MIR, 2,5 - 25 μm). Jeder dieser Spektralbereiche hat je nach Applikation Vor- und Nachteile, und oft sind die Weichen zum Erfolg bzw. Misserfolg durch die Wahl des Spektralbereiches schon gestellt.

2. Infrarot- oder Raman-Spektroskopie

Die gerätetechnisch etwas aufwendigere FT-NIR-Raman-Spektroskopie kann in manchen Fällen eine sinnvolle Alternative zur IR/NIR-Absorptionsspektroskopie darstellen [2].

3. Präparationstechnik

Die Präparationstechnik ist zwar teilweise durch den gewählten Spektralbereich vorgegeben. Dennoch bleiben zahlreiche Variationsmöglichkeiten, wie z.B. Transmission oder ATR, diffuse Reflexion [3, 4] mit Integrationskugeln oder Lichtleitersonden etc. Die geeignete Wahl der Probenpräparation entscheidet vielfach darüber, ob das geplante Messverfahren praxistauglich ist.

4. Gerätetechnik

Das Nahe Infrarot zeichnet sich durch seine Mittelstellung zwischen dem Sichtbaren und dem Mittleren Infrarot als eine Hybridtechnik aus, bei der von unterschiedlichen Herstellern unterschiedlichste Gerätetechniken realisiert worden sind: Gittermonochromatoren mit konventionellen und Array-Detektoren, Interferenzfilter, photoakustisch durchstimmbare Filter und FT-IR-Geräte auf Basis von klassischen Michelson- oder Polarisations-Interferometern. Hier kann

*Prof. Dr. Karl Molt, Universität Duisburg-Essen, Lotharstr. 1, D-47048 Duisburg
molt@lims.uni-duisburg.de

die Auswahl in der Tat schwer fallen und oft gibt es nicht nur eine einzige praktikable Lösung.

5. Software

Gängige Anwendungssoftware beinhaltet die Grundrechenarten in vektorieller Form und Vorbehandlungsmethoden (Pretreatments) wie Glättung, Ableitung, Normierung, MSC etc. Darüber hinaus ist heute auch immer ein Kanon chemometrischer Verfahren enthalten. Dies sind für die quantitative Analyse MLR, PCR und PLS und für die qualitative Analyse bzw. Identitätskontrolle Diskriminierungsverfahren, die auf Ähnlichkeits- oder Distanzberechnungen zwischen Spektren beruhen.

Bei der Verbreitung von Spektrometern in nationalen und internationalen Firmen-Netzwerken spielt auch der Datenaustausch eine zunehmend wichtige Rolle. Um hier nicht von einem bestimmten Hersteller abhängig zu sein, gab es in der IR-Spektroskopie in der Form von JCAMP-DX schon früh Bemühungen um ein allgemein lesbares und standardisiertes ASCII-Format. In Weiterentwicklung solcher Arbeiten und unter Einbeziehung auch von chromatographischen Daten wird derzeit an einer „Analytical Information Markup Language“ [5] gearbeitet, von der man hofft, dass die Entwicklung bald abgeschlossen sein wird und damit ein allgemeines und standardisiertes Werkzeug für Darstellung, Management und Austausch von analytischen Daten zur Verfügung steht.

Zusammenfassend sind bei der Auswahl einer geeigneten IR/NIR-Messtechnik folgende Fragen zu stellen:

- Welcher Spektralbereich und welche spektroskopische Methode ist bei Berücksichtigung der Grundlagen und Regeln der Molekülspektroskopie am geeignetsten?
- Soll die Methode im Labor, Betrieb oder Prozess eingesetzt werden?
- Wie groß ist das Probenaufkommen? Lohnt sich der Kalibrationsaufwand?
- Welche Präparationstechnik ist langfristig am praktikabelsten?
- Entspricht die Software den eigenen Vorstellungen und Bedürfnissen?
- Passt das System in die EDV-Struktur (Netzwerke, Datenbanken)?
- Ist der kurzfristige und langfristige personelle und finanzielle Aufwand vertretbar?

Literatur

- [1] K. Molt, S. Kohn: NIR-Spektroskopie – Chemometrie an Schmelzkäseprodukten in der Qualitätskontrolle und Prozessanalytik. Deutsche Milchwirtschaft 22 (44), 1102-1107 (1993)
www.quirade.de/downloads/pat/kaese.pdf
- [2] K. Beckenkamp, M. Ohm, K. Molt, O. Mandal: The Challenge of Identity Testing; The reliable control of production processes through the combined use of NIR/Raman- and x-ray fluorescence spectrometry. European Pharmaceutical Review 4, 28-33 (2001)
www.quirade.de/downloads/pat/raman.pdf
- [3] K. Molt, F. Zeyen, E. Popetschnig-Fopp: Quantitative Nahinfrarotspektrometrie am Beispiel der Bestimmung des Wirkstoffgehaltes von Tolbutamid-Tabletten. Pharm. Ind. 58, 847-852 (1996)
www.quirade.de/downloads/pat/tabletten.pdf
- [4] K. Molt, F. Zeyen, E. Podpetschnig-Fopp: Quantitative NIR-Spektrometrie am Beispiel der Bestimmung des Sennosidgehalts in pflanzlicher Matrix. Pharmazie 52(12), 931-937 (1997)
www.quirade.de/downloads/pat/granulat.pdf
- [5] A. D. T. Nguyen et al.: Molecular Spectrometry Data Interchange Applications for NIST's SpectroML. JALA 12, 346-352 (2004)
www-1.informatik.fh-wiesbaden.de/~schaefer/JALA-9-6-AnIML-Paper.pdf