

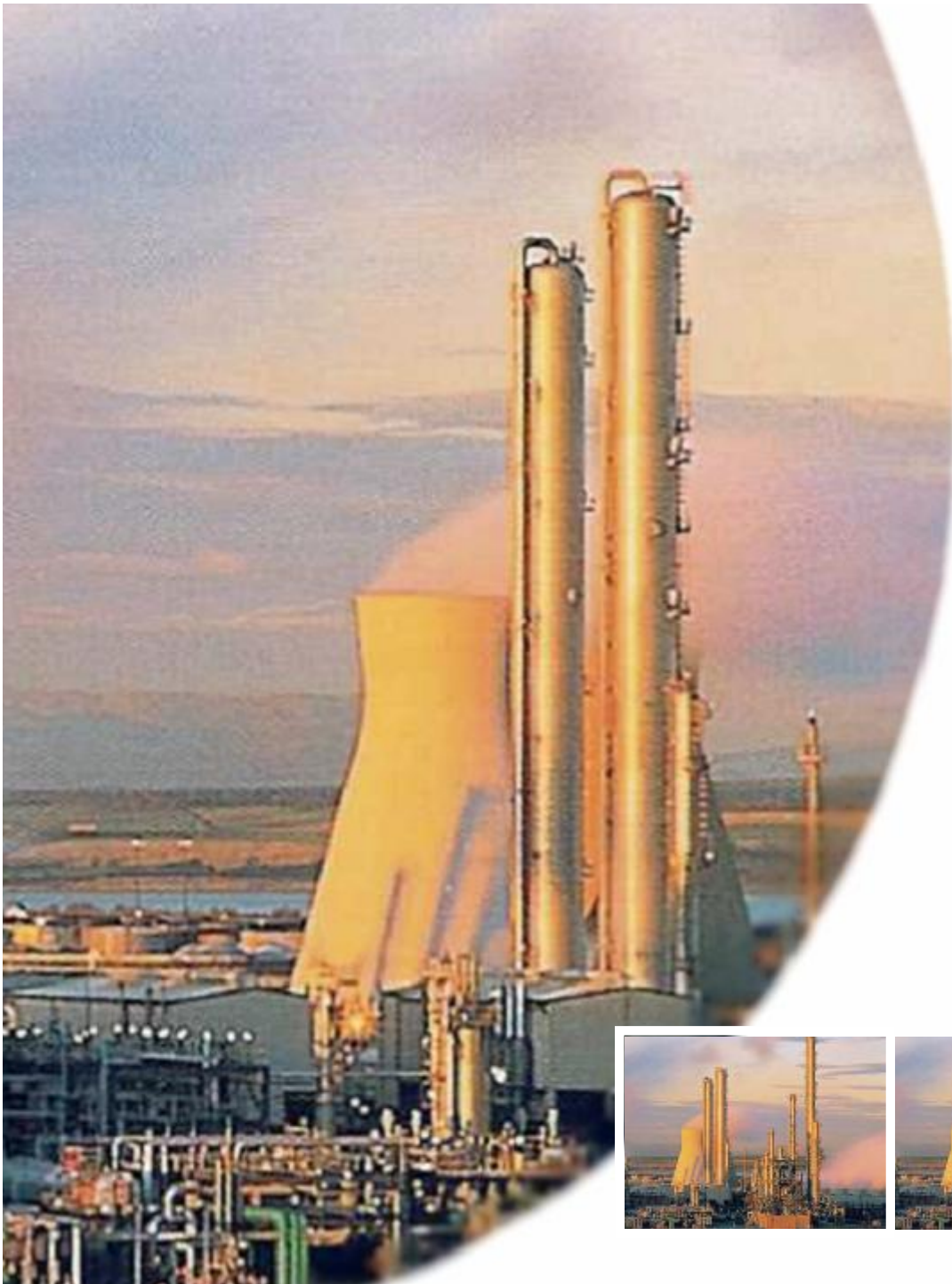


Le NIR

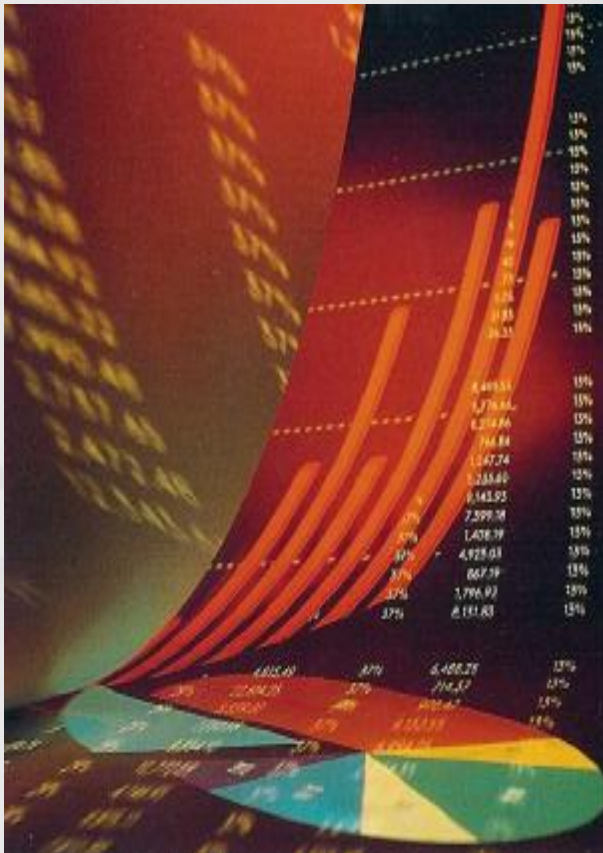
en

**Process Analytical
Technology**

Régis Cinier



Le groupe Bruker



Fondé en 1960 en Allemagne

Bruker dans le monde aujourd'hui :

> 3000 Employés

> 25 Sites

> 50 Agences commerciales et SAV

> 700 Mio. \$ Revenue (600 Mio €)

Le groupe Bruker

Entités

Technologie



Fluorescence et diffraction rayons X



Spectroscopie de Masse



Spectrométrie RMN



Spectroscopie optique



Bruker Optics

Quelques équipements FT-NIR, FT-IR and FT-Raman



NIR Routine



IR Routine



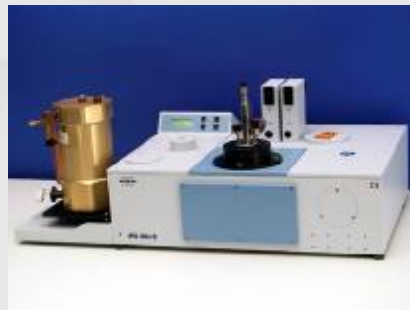
Microscope IR



Raman Labo



NIR Process



Recherche IR



HTS IR



Raman Process

Instrument Process Bruker

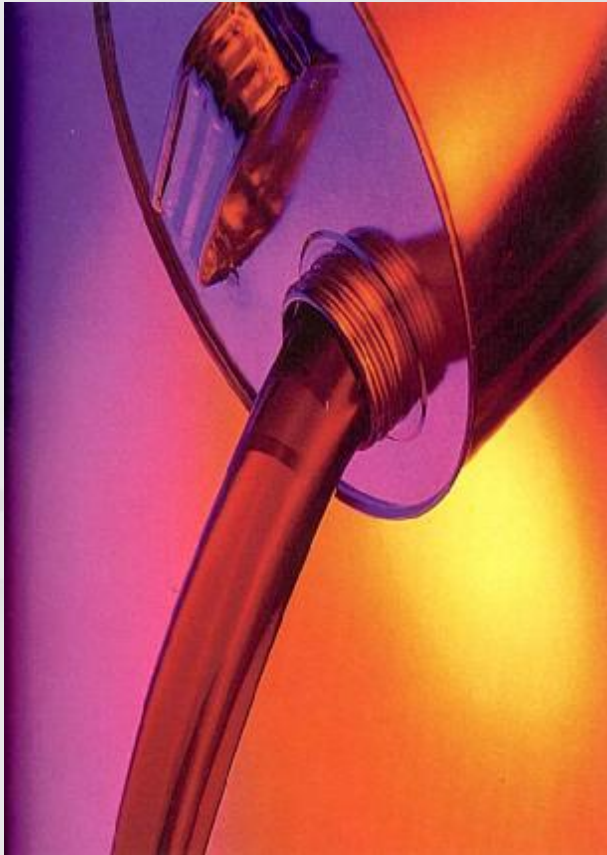
Spectromètre MATRIX-F pour Process



- Spectromètre Process compact
- Avec un interféromètre Rocksolid™
- modulable
- Robuste et waterproof
- Très haute fiabilité
- Stabilité très longue durée
- Très grande précision de mesure
- Possibilité de Transfert de méthodes sans restriction
- Tous les composants dans une géométrie 19"
- Mesure en Réflexion avec des têtes externes

Pétrochimie

Dans la pétrochimie

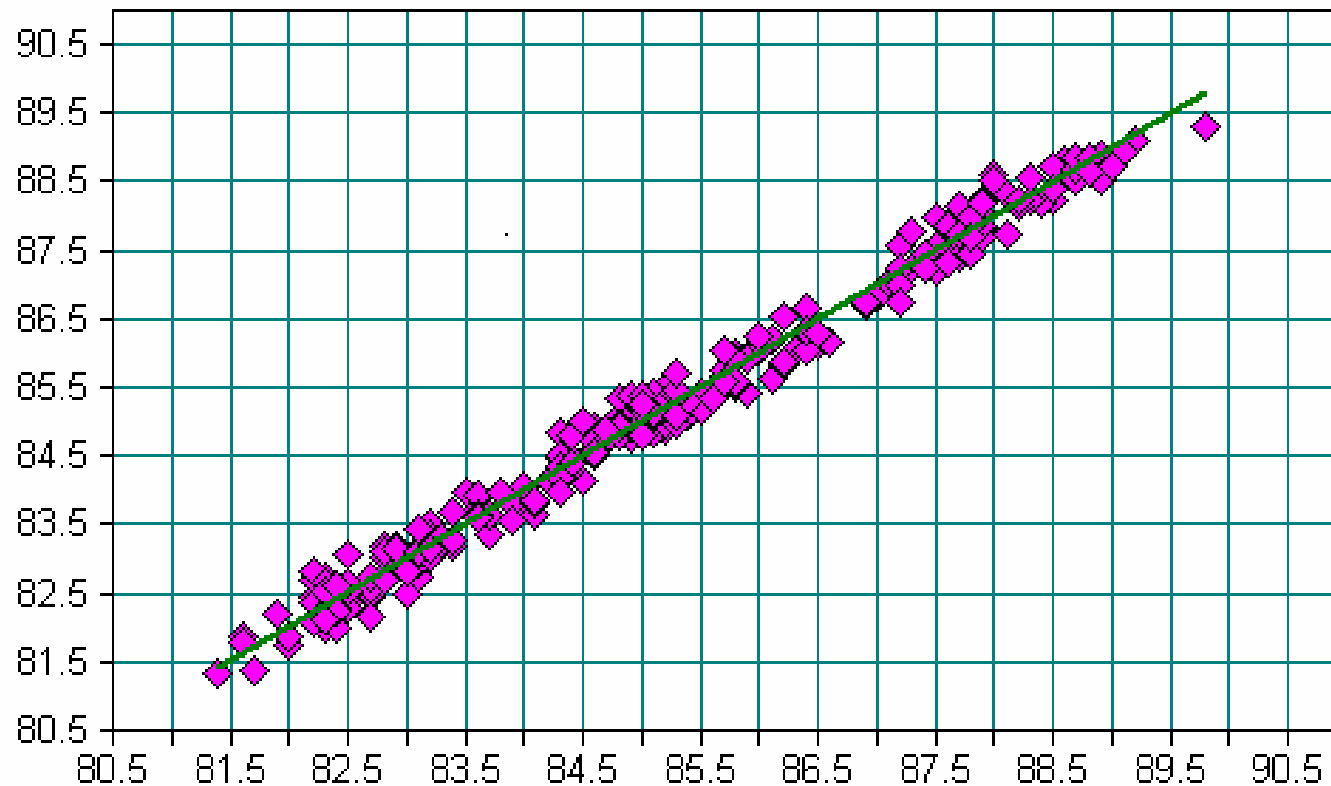


- Indice d'octane (RON & MON)
- Point éclair
- Point de nuage
- Comportement à l'ébullition
- Comportement à froid
- Teneur en aromatiques
- ...

Pétrochimie

Détermination de l'indice d'octane par NIR

Vorhersage vs Wahr / MON / Kreuzvalidierung



Logiciel - OPUS

Interface Utilisateur VB

DEA - Prozesssteuerung
Programm Info

Flux de procédé

Stickstoff
Instrumentenluft
Aceton
Pumpe
Flussmessung
Ventil3
Ventil2
Ventil1
Slopebehälter
Probe
Temperaturpunkt PT100 25,67

Résultats de mesure

Messe

Temperatur	Flammpunkt	Durchfluss
25.67		

Ereignis Fenster

Datum	Kategorie	Nummer	Beschreibung
26.10.01 11:59:31	INFO	20009	Prozess Einzelaufgabe
26.10.01 11:59:31	INFO	20009	Prozess Einzelaufgabe
26.10.01 11:59:29	INFO	20009	Prozess Online.: Refer
26.10.01 11:59:25	INFO	20009	Prozess Online.: Refer
26.10.01 11:59:05	INFO	20009	Prozess Online.: Tock
26.10.0			line.: Tock
26.10.0			line.: Spüle

Tableau de résultats

Status de la mesure

Status Messung
Prozess Einzelaufgabe

Datum
26.10.2001
11:59:42

Status du spectrophotomètre

Status Spektrometer
Reinheit Sonde Chemometriealarm Status

Boutons

Funktionstasten

- Systemzeiten
- Temperatur
- Handsteuerung
- Alarmliste
- Notaus
- Messen starten
- Spektren
- Ende

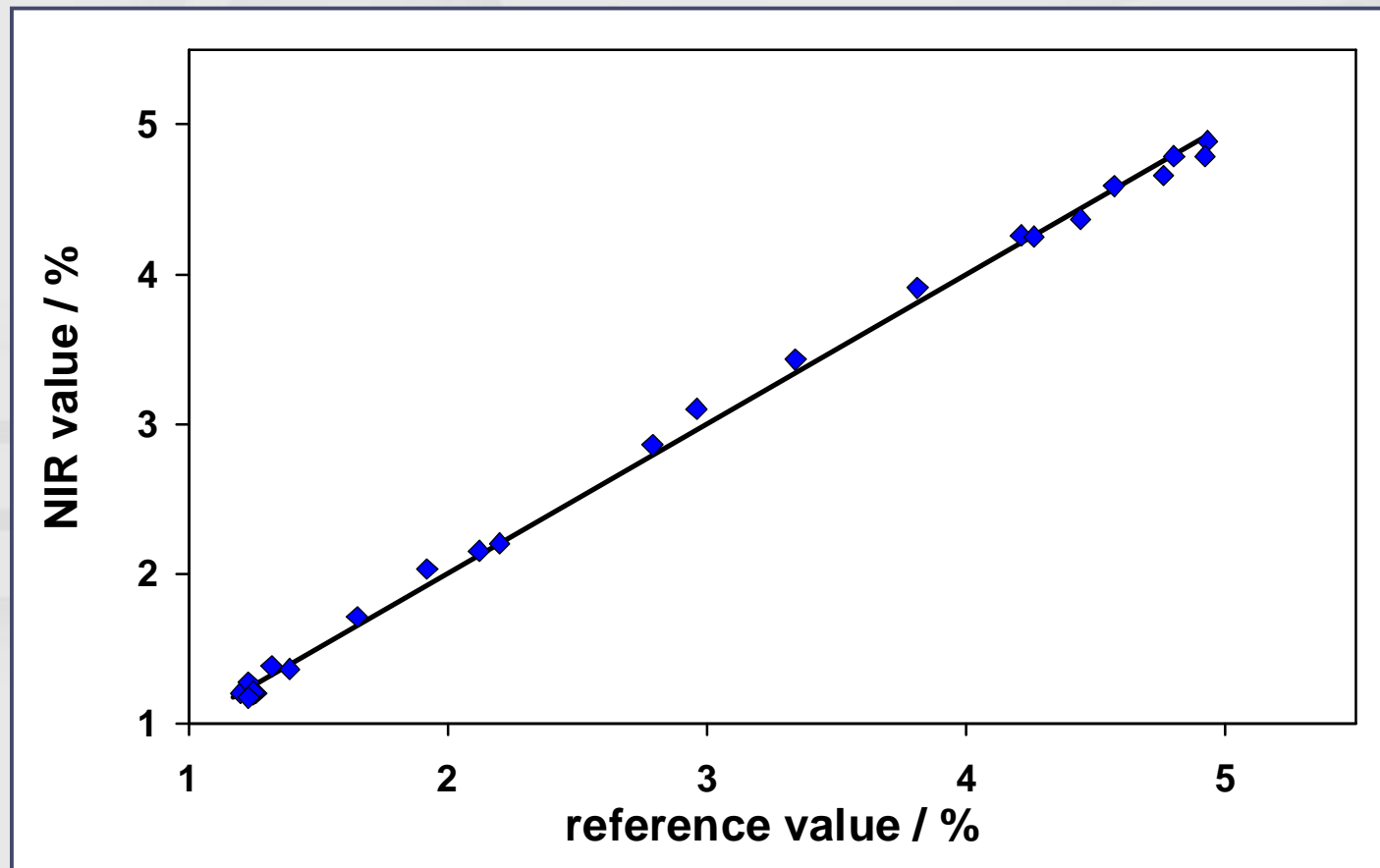
Contrôle en process

Suivi de la concentration en Isocyanate dans un Reacteur



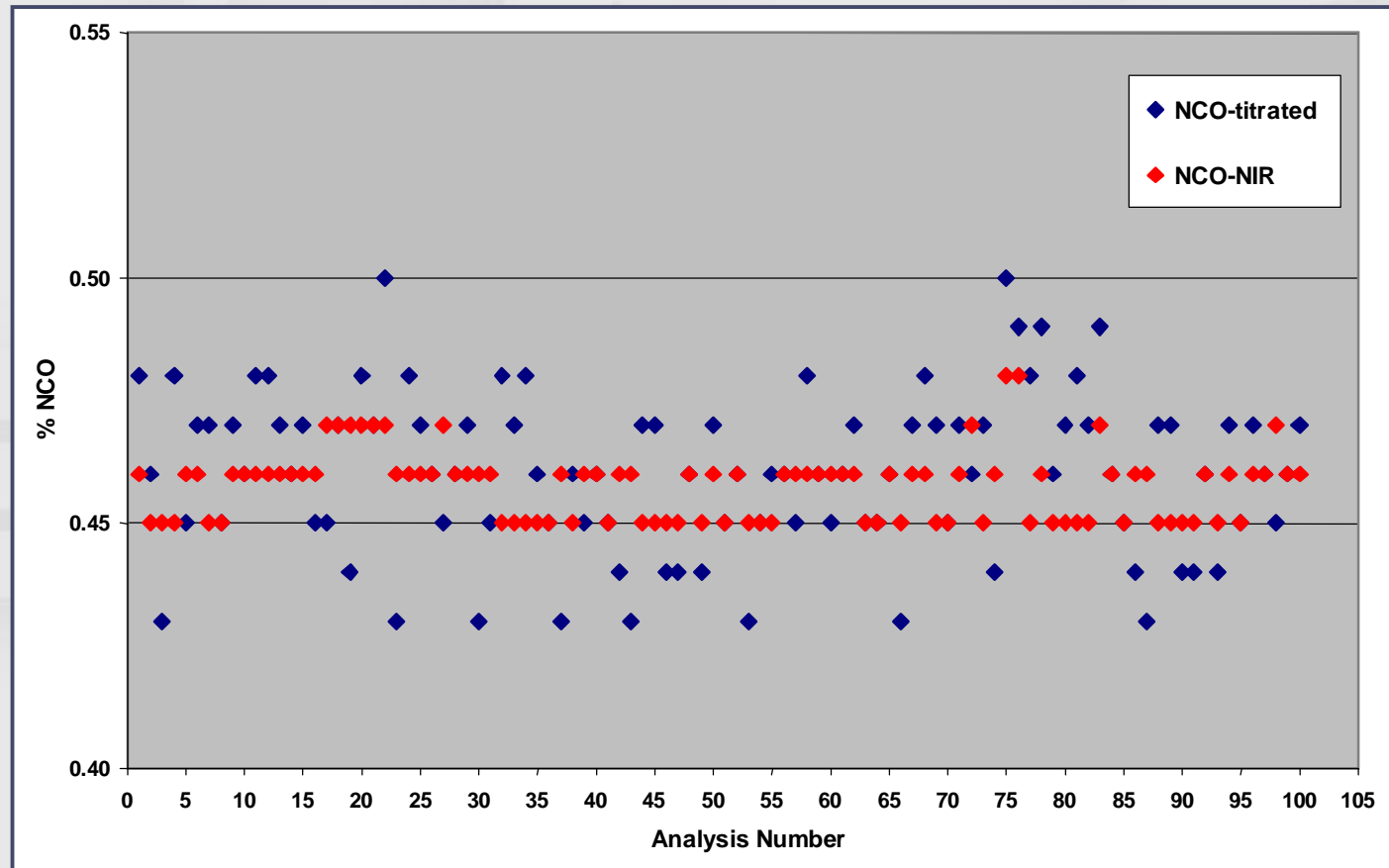
Contrôle en process

Suivi de la concentration en Isocyanate dans un Reacteur



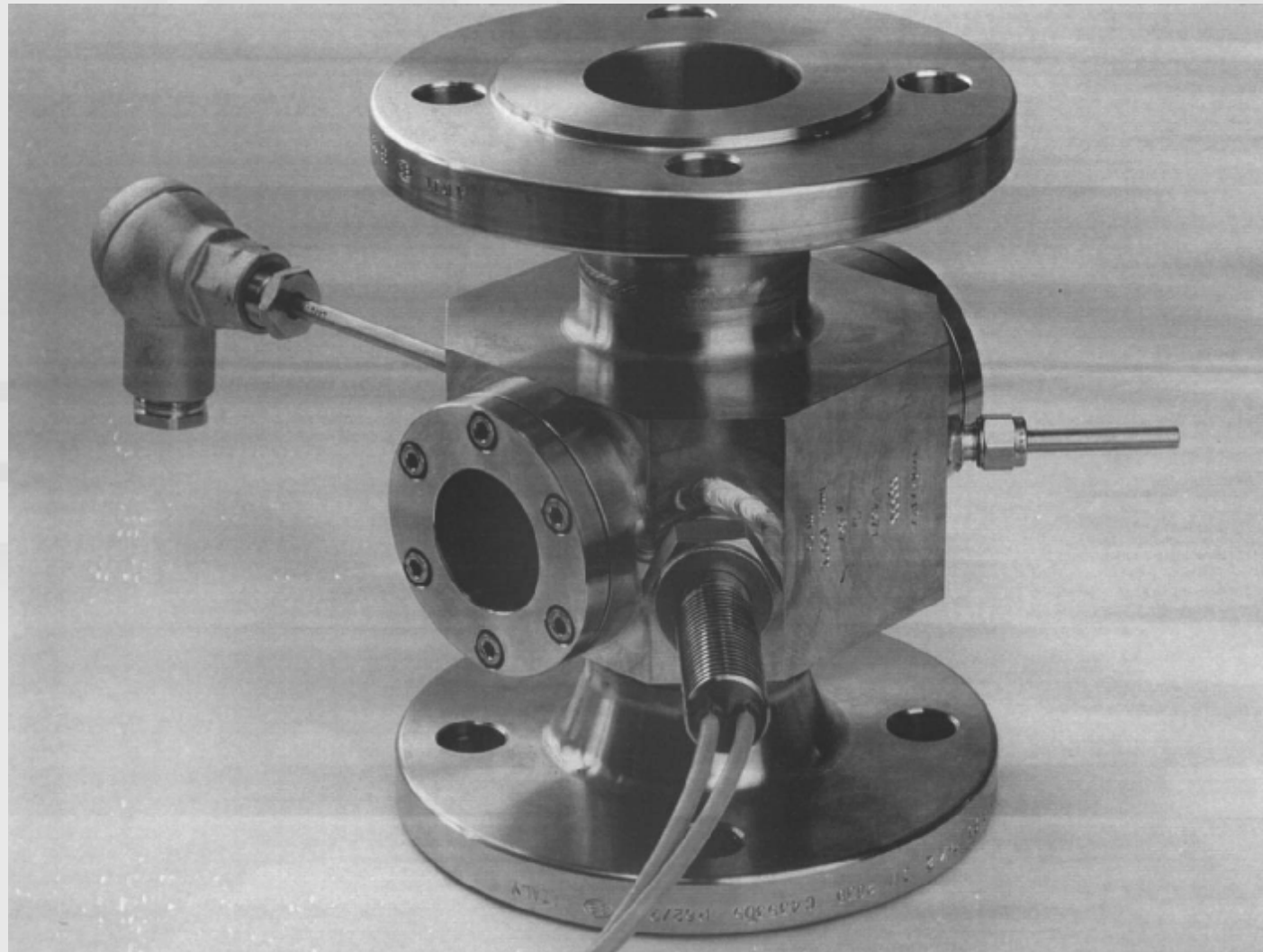
Contrôle en process

Comparaison: Analyse en laboratoire vs. Prédiction NIR



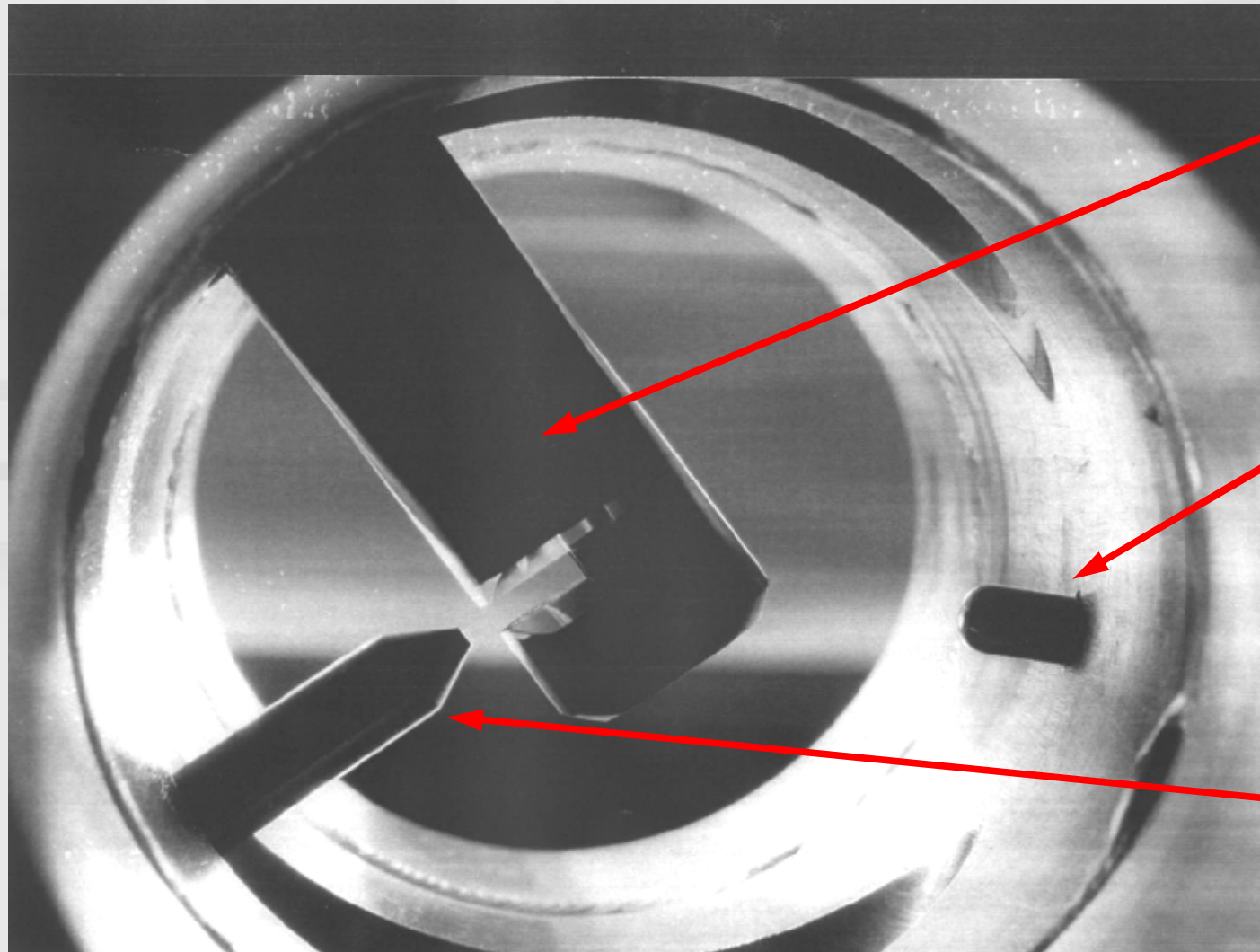
Industrie Chimique

Transmission Flow Cell avec une buse de lavage



Industrie Chimique

Transmission Flow Cell avec une buse de lavage



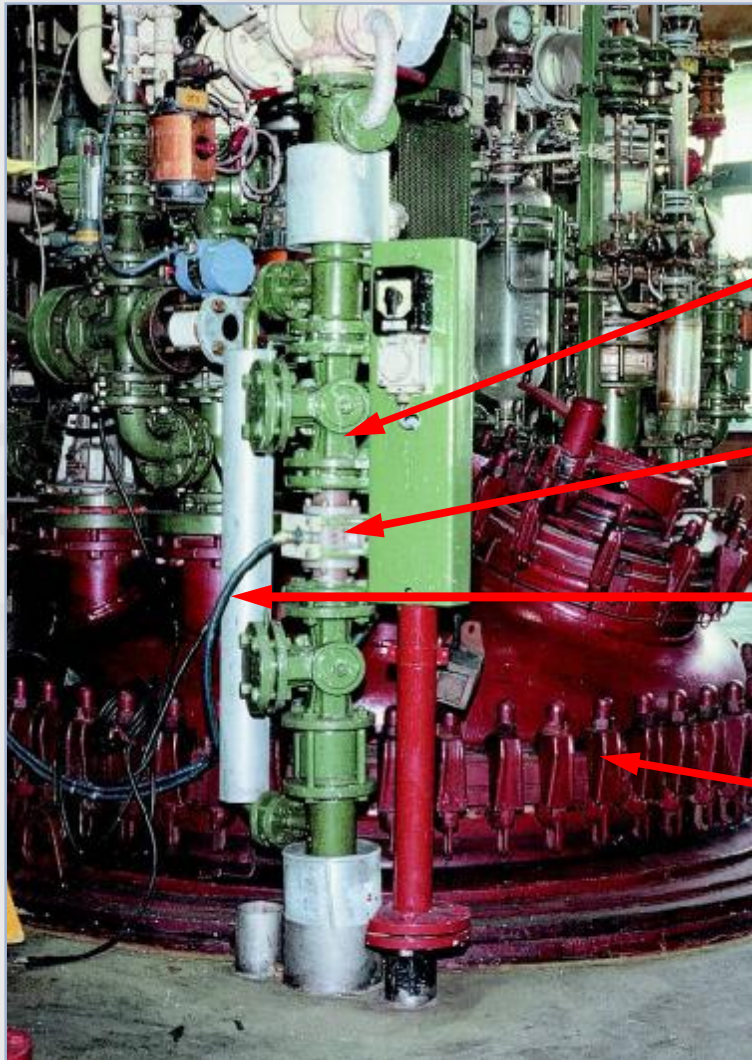
Sonde

Sonde de
température

Buse

Sondes Process

Installation d'une sonde en dérivation



Dérivation

Sonde

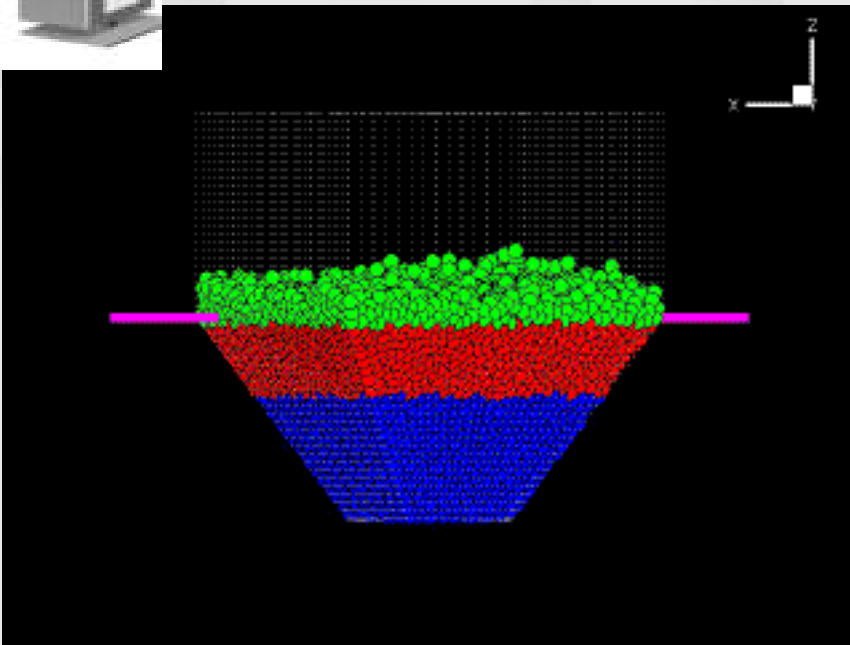
Cable fibre optique

Réacteur

Industrie Pharmaceutique



- Plusieurs excipients et principes actifs (API) sont introduits dans le conteneur
- Ce conteneur tourne jusqu'à un mélange homogène des différentes couches
- La méthode est normalement déterminée par la vitesse de rotation et le temps
- La méthodologie actuelle nécessite des échantillonnages représentatifs et testée par la méthode de la pharmacopée (normalement HPLC) pour la teneur en API
- Le mélangeur est stoppé et le batch attend pour l'étape suivante



Configuration Hardware

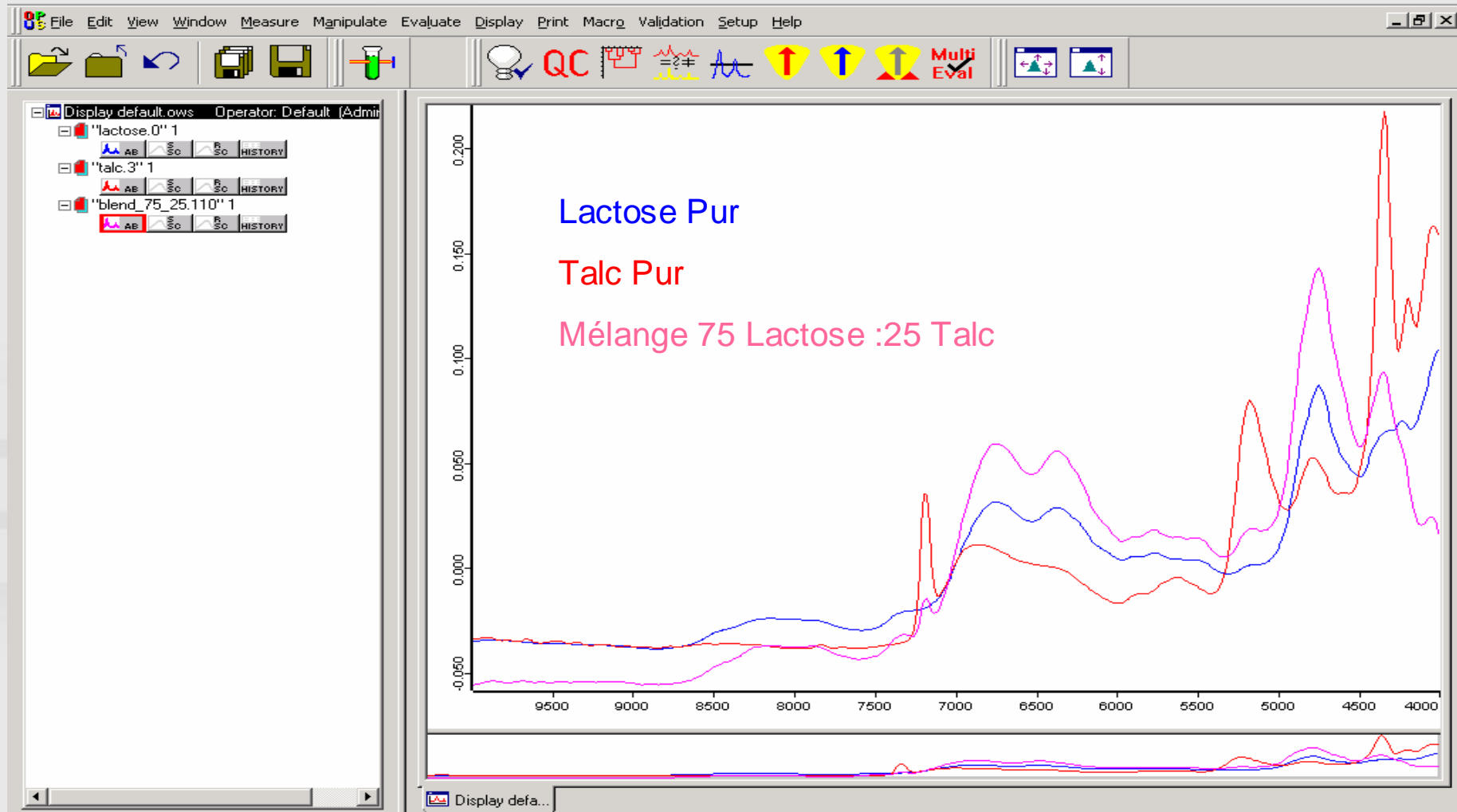


- Spectrophotomètre avec une tête d'émission
- Mesure en réflexion diffuse sans contact avec une distance de travail de 18cm
- L'échantillon est illuminé par 1 à 4 sources localisées dans la tête
- La lumière diffuse est focalisée sur une fibre optique de 600 μ m et est renvoyée vers le spectrophotomètre
- La tête d'émission peut être éloignée du spectrophotomètre

Mélangeur sans réacteur ...



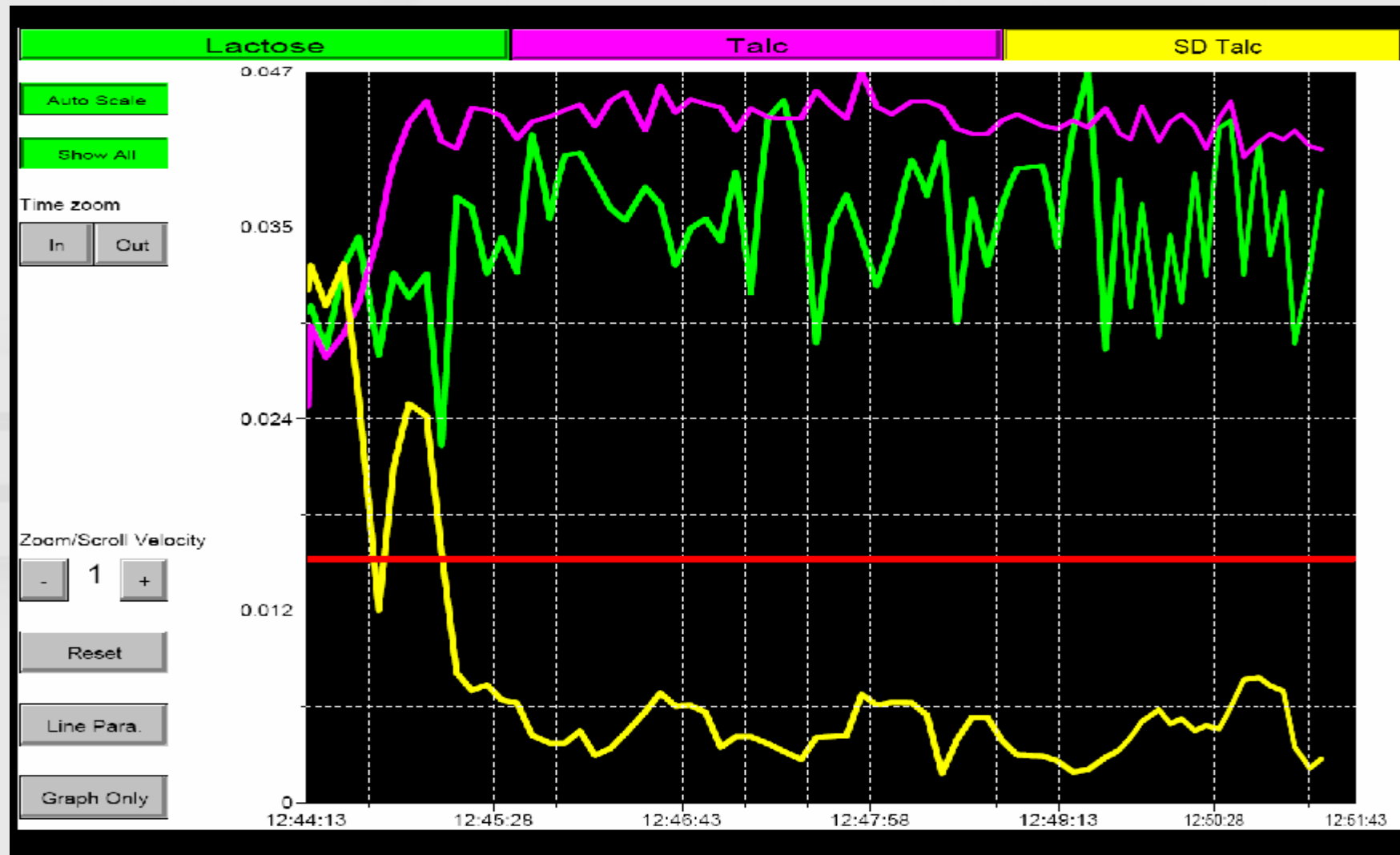
Lactose pur, Talc pur et mélange 75:25



Développement de méthode

- Mesurer initialement les composés purs
- Identifier la région unique de chaque composé – ceci peut impliquer un pré traitement pour modifier les données avec les dérivées ou autres transformations mathématiques
- Configuration des méthodes d'intégration pour ces régions uniques
- Utilisation combinée des aires de pics et des statistiques pour prédire l'uniformité du mélange

Statistiques appliquées : Ecart type (glissant)



Conclusions

- § La technologie FT-NIR est un outil idéal de compréhension des processus intervenant pendant le mélange
Possibilité d'utiliser
 - un senseur large pour les conteneurs
 - Une sonde pour les petits conteneurs < 4l
 - Peut être appliquée de la R&D jusqu'au manufacturing

- § Mesure effectuée sur l'axe de rotation utilisant indifféremment les options Q410/A ou une sonde montée directement sur le réacteur.

- § Spectres collectés très rapidement – 0.78 second

- § Fonction calcul de l'écart type ou de la variance pour une approche sans modèle ce qui est un avantage par rapport aux méthodes NIR conventionnelles

- § Peut être équipé d'une sonde pour identifier la matière première avant introduction dans le mélangeur