



Application Note AN-NIR-060

Qualitätskontrolle von Polyamiden

Bestimmung von Viskosität, funktionellen Gruppen und Feuchtigkeit innerhalb einer Minute mittels NIR-Spektroskopie

Die Analyse der funktionellen Gruppen und der Viskosität (ASTM D789) von Polyamiden kann aufgrund der begrenzten Löslichkeit der Probe ein langwieriger und schwieriger Prozess sein. Diese Application Note zeigt, dass der DS2500 Solid Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine

kosteneffiziente und schnelle Lösung für die gleichzeitige Bestimmung der relativen Viskosität sowie des Amin-, Carboxyl- und Feuchtigkeitsgehalts in Polyamiden darstellt. **Ohne Probenvorbereitung oder Chemikalien** ermöglicht die Vis-NIR-Spektroskopie die Analyse von Polyamiden in **weniger als einer Minute**.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Polyamid-Pellets wurden mit einem DS2500 Solid Analyzer im Reflexionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Ein rotierender DS2500-Großprobenbecher wurde eingesetzt, um die Verteilung der Partikelgrößen und chemischen Komponenten zu überwinden. Dies ermöglichte eine automatisierte Messung an verschiedenen Probenorten für eine reproduzierbare Spektrenerfassung. Wie in **Abbildung 1** dargestellt, wurden die Proben ohne jegliche Vorbereitung gemessen. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.

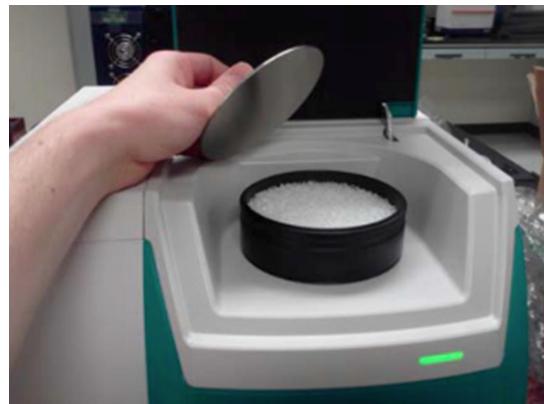


Abbildung 1. DS2500 Solid Analyzer und Polyamid-Pellets im rotierenden DS2500 Large Sample Cup.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

| Ausrüstung | Metrohm-Nummer |
|-------------------------|----------------|
| DS2500 Solid Analyzer | 2.922.0010 |
| DS2500 Large Sample Cup | 6.7402.050 |
| Vision Air 2.0 Complete | 6.6072.208 |

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung der relativen Viskosität und der Amin-Endgruppen, der Carboxyl-Endgruppen und des Feuchtigkeitsgehalts in Polyamiden verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von

Korrelationsdiagrammen bewertet, die die Beziehung zwischen Vis-NIR-Vorhersage und Werten der Primärmethode darstellen. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.

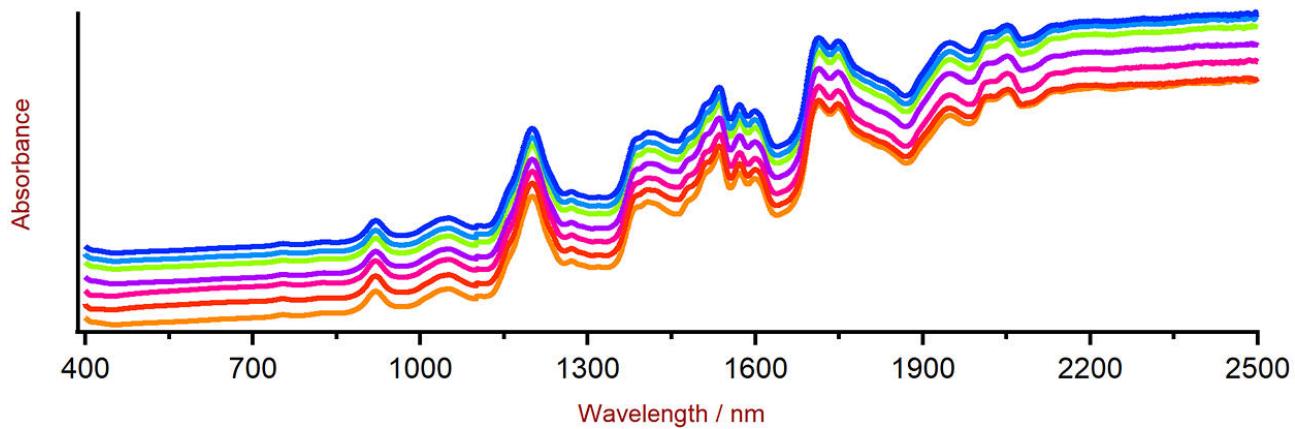


Abbildung 2. Auswahl von Polyamid Vis-NIR-Spektren, die mit einem DS2500 Analysator und einem rotierenden DS2500 Large Sample Cup aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen werden die Spektren mit einem Offset dargestellt.

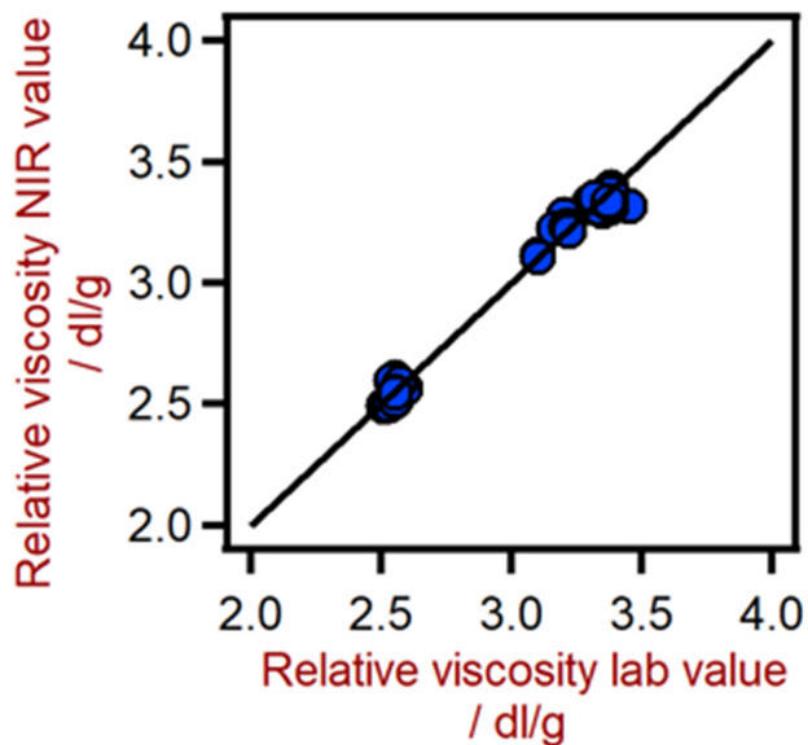


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der relativen Viskosität von Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der Laborwert der relativen Viskosität wurde mithilfe der Viskosimetrie bewertet.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der relativen Viskosität von Polyamiden mit einem DS2500 Solid Analyzer.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|------------|
| R^2 | 0,986 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0,046 dl/g |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,055 dl/g |

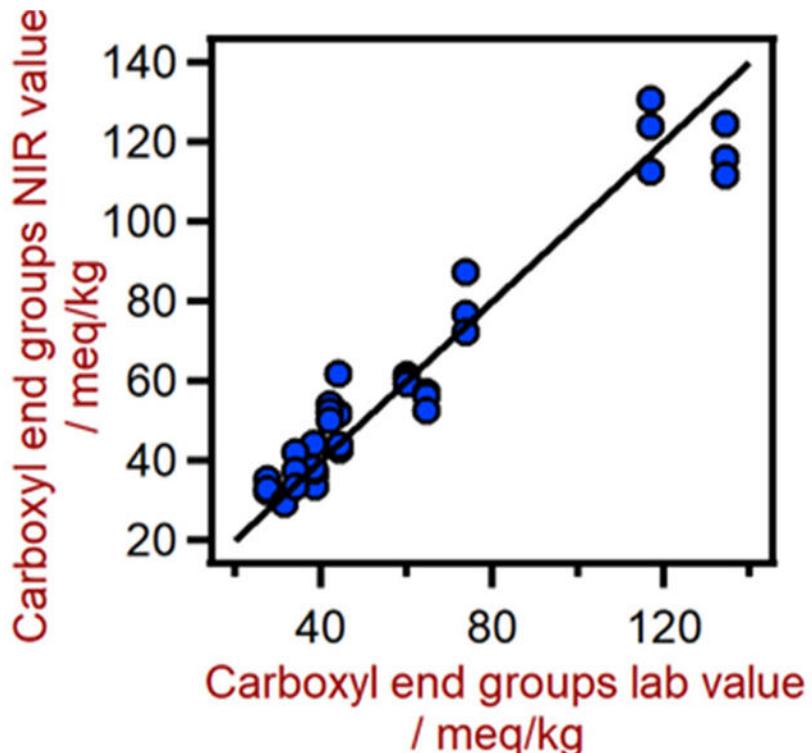


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Gehalts an Carboxylenendgruppen in Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der Laborwert der Carboxylenendgruppen wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 3. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Gehalts an Carboxylenendgruppen in Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|-------------|
| R^2 | 0,972 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 6,1 meq/kg |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 11,1 meq/kg |

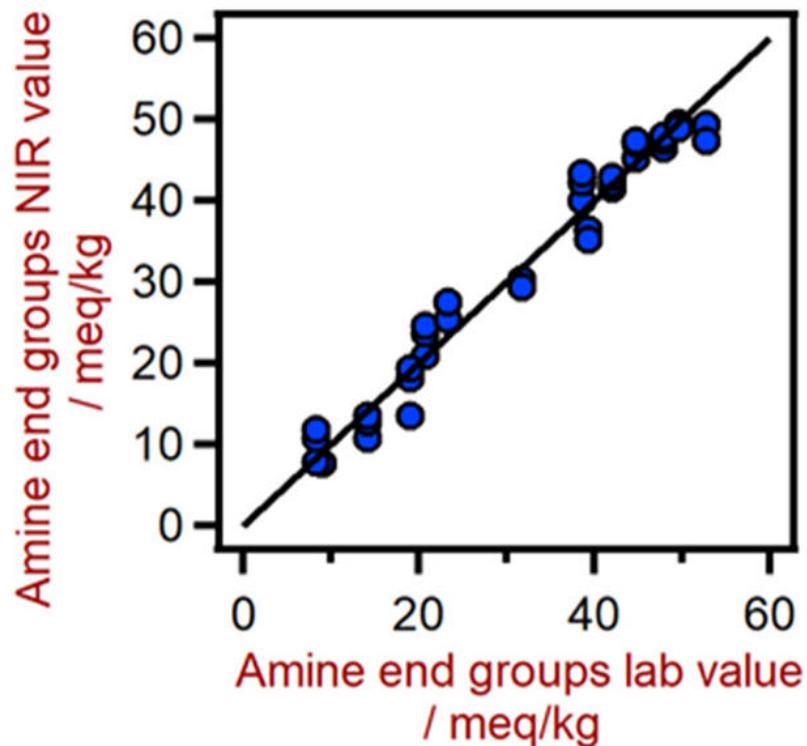


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Amin-Endgruppengehalts in Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der Laborwert der Amin-Endgruppen wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 4. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Gehalts an Amin-Endgruppen in Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|------------|
| R^2 | 0,981 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 2,5 meq/kg |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 4,1 meq/kg |

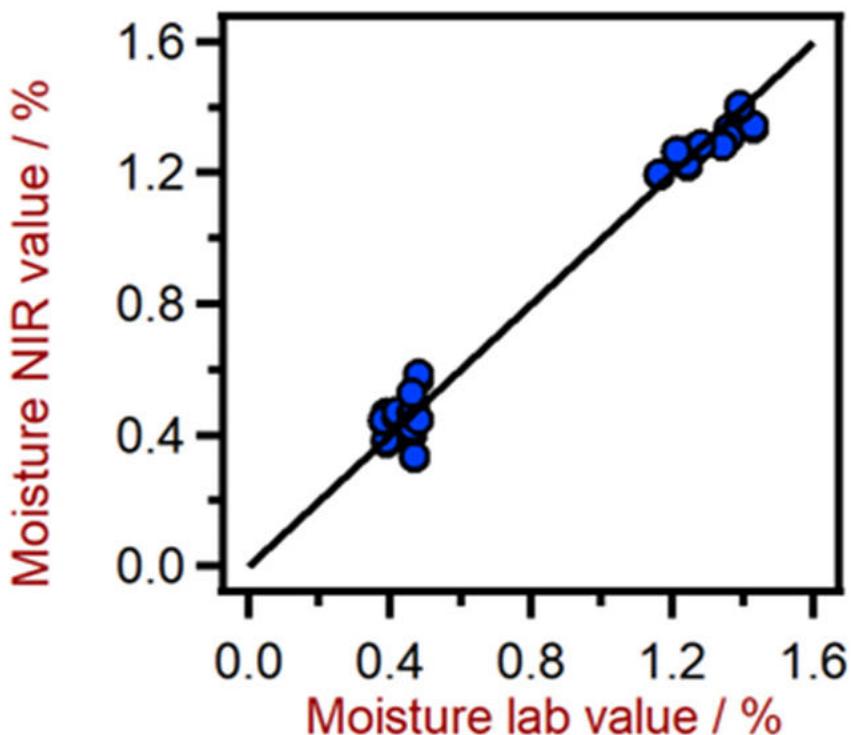


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Polyamiden unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Tabelle 5. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Polyamiden mit einem DS2500 Solid Analyzer.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|--------|
| R^2 | 0.991 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0.041% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.067% |

FAZIT

Diese Studie demonstriert die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse einiger wichtiger Qualitätsparameter von Polyamiden. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden (Tabelle 6) ist die Zeit bis

zum Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-Spektroskopie, da alle Parameter in einer einzigen Messung in weniger als einer Minute bestimmt werden.

Tabelle 6. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Parameter.

| Parameter | Verfahren | Zeit zum Ergebnis |
|---------------------|---------------|--|
| Relative Viskosität | Viskosimetrie | 90 Min. (Vorbereitung) + 1 Min. (Viskosimetrie) |
| Carboxyl-Endgruppen | Titration | 90 Min. (Vorbereitung) + 20 Min. (Titration) |
| Amin-Endgruppen | Titration | 90 Min. (Vorbereitung) + 20 Min. (Titration) |
| Feuchtigkeit | KF-Titration | 25 Min. (Vorbereitung) + 5 Min. (Karl-Fischer-Titration) |

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Probentyp, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflexion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)