



Application Note AN-NIR-068

# Qualitätskontrolle von Isocyanaten

## Chemikalienfreie und schnelle Bestimmung des Isocyanatgehalts mit NIRS

Die Bestimmung von Isocyanaten (ASTM D7252) ist aufgrund der Reaktivität dieser organischen Stoffe mit Luftfeuchtigkeit sowie ihrer Toxizität ein schwieriges Verfahren. Darüber hinaus erfordert die HPLC-Analyse, die üblicherweise für diese Art der Analyse verwendet wird, Probenvorbereitungsschritte und Chemikalien, wobei jede Messung bis zu 20 Minuten dauert. Diese Application Note zeigt, dass der XDS

RapidLiquid Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine **chemikalienfreie und schnelle Lösung** für die Bestimmung des Isocyanatgehalts darstellt. **Ohne Probenvorbereitung** ermöglicht die Vis-NIR-Spektroskopie die Analyse von Isocyanaten in **weniger als einer Minute**.

## EXPERIMENTELLE GERÄTE

Isocyanatproben wurden mit einem XDS RapidLiquid Analyzer im Transmissionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Eine reproduzierbare Spektrenaufnahme wurde durch die eingebaute Temperaturkontrolle (bei 30 °C) des XDS RapidLiquid Analyzers erreicht. Zur Vereinfachung wurden Einweggefäße mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was die Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



**Abbildung 1.** XDS RapidLiquid Analyzer und einer Isocyanatprobe, die sich in einem 8 mm Einwegfläschchen befindet.

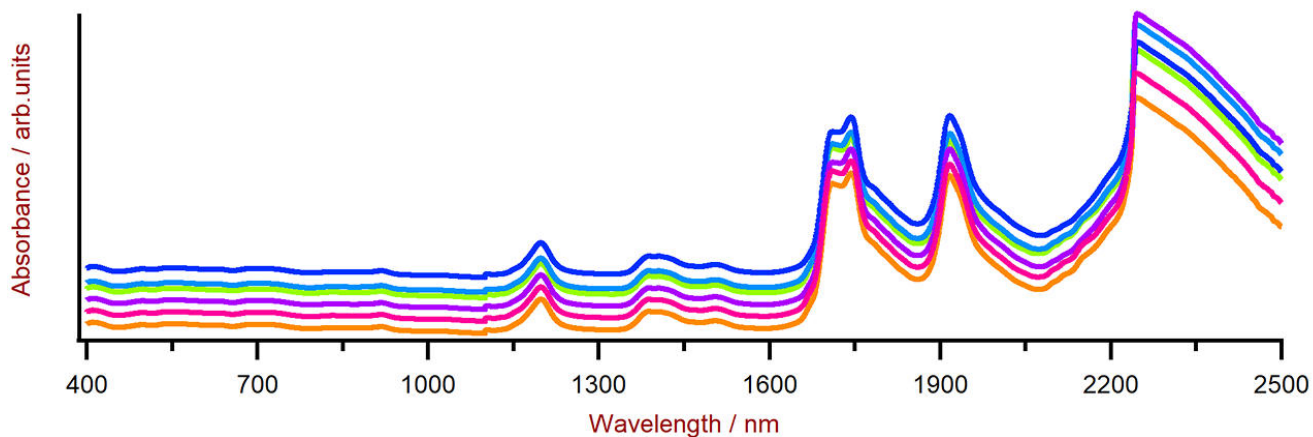
**Tabelle 1.** Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Geräte	Metrohm-Nummer
XDS RapidLiquid Analyzer	2.921.1410
Einwegfläschchen, 8 mm Durchmesser, Transmission	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

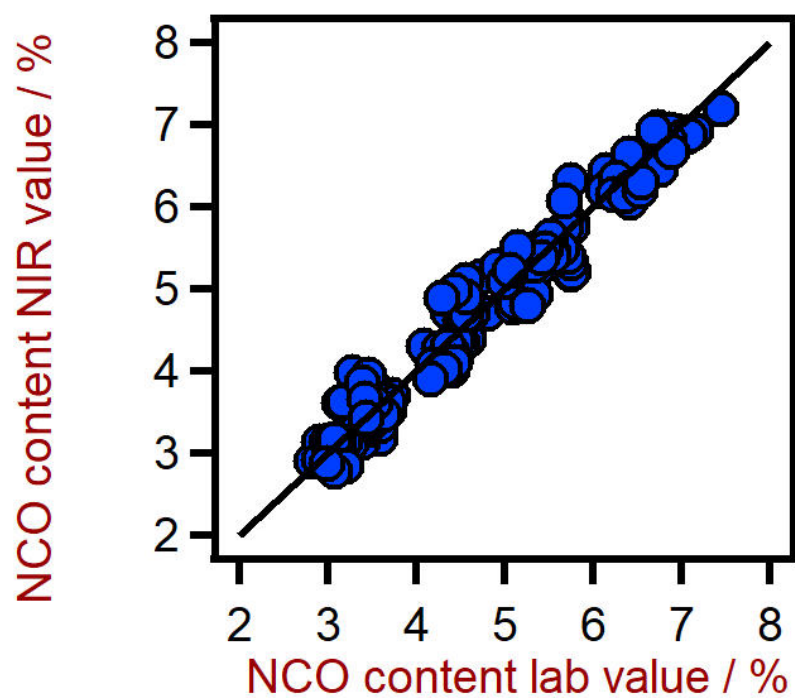
## ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung des Isocyanatgehalts verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die die Beziehung

zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den primären Methodenwerten darstellen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.



**Abbildung 2.** Auswahl von Isocyanat-Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 8 mm Einwegfläschchen aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektrum-Offset angewendet.



**Abbildung 3.** Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Isocyanatgehalts (NCO) mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Laborwert für den Isocyanatgehalt wurde durch Titration ermittelt.



**Tabelle 2.** Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Isocyanatgehalts (NCO) unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
$R^2$	0.968
Standardfehler der Kalibrierung	0.24
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.26

## FAZIT

Diese Studie demonstriert die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse von Isocyanaten. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden (**Tabelle 3**) ist die Zeit bis zum Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-

Spektroskopie, da der Isocyanatgehalt **ohne Probenvorbereitung in weniger als einer Minute bestimmt wird.**

**Tabelle 3.** Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Parameter

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Isocyanat	HPLC	20 Min. (Vorbereitung) + 20 Min. (HPLC)

## CONTACT

Metrohm Deutschland  
In den Birken 3  
70794 Filderstadt

[info@metrohm.de](mailto:info@metrohm.de)



### NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



### 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)