



Application Note AN-NIR-035

ホリオールの品質管理

Chemical-free determination of Hydroxyl Number
according to ASTM D6342-12

ホリオールの水酸基価の分析には、p-トルエンスルホニルイソシアネート(TSI)やテトラフチルアンモニウムヒトロキシトなどの有害・腐食性の化学薬品を使用します。(ASTM D4274-16) 本アフリケーションノートでは、可視および近赤外(Vis-NIR)領域を測定するXDS RapidLiquid アナライサを用いること

、有害な化学薬品を使用せずにホリオール中の水酸基価を決定できる迅速分析手法となることを解説します。試料調製や化学薬品が不要なため、Vis-NIR分光法ではホリオールの分析を数十秒で行うことができます。

実験

全波長範囲(400~2500 nm)にわたり、XDSRapidLiquidアナライサを用いて透過モードでホリオールを測定しました。XDS RapidLiquidアナライサの試料室温度を30度に設定して、再現性の高いスペクトルを取得しました。サンフル容器には洗浄の不要な光路長4mmの使い捨てハイアルを使用しました。

メトローム社のVision Air Completeソフトウェアですべてのスペクトル測定および検量線モデルの開発を行いました。



Figure1. XDS RapidLiquidアナライザとポリオールサンプル

表1。ハートウェアおよびソフトウェア機器の概要

装置	メトローム番号
XDSRapidLiquidアナライサー	2.921.1410
使い捨てカラスハイアル、4 mm 直径、トランスマッision	6.7402.010
Vision Air2.0コンフリート	6.6072.208

結果

得られたVis-NIRスペクトル(Fig.2)を用いてホリオールの水酸基価の検量線モデルを作成しました。一般的に検量線モデルはVis-NIRの予測値とラホ値の関係

を示す相関(Fig.3)によって評価します。それぞれの統計値 (Figure of Merit)はルーチン分析における予測精度を表示します。

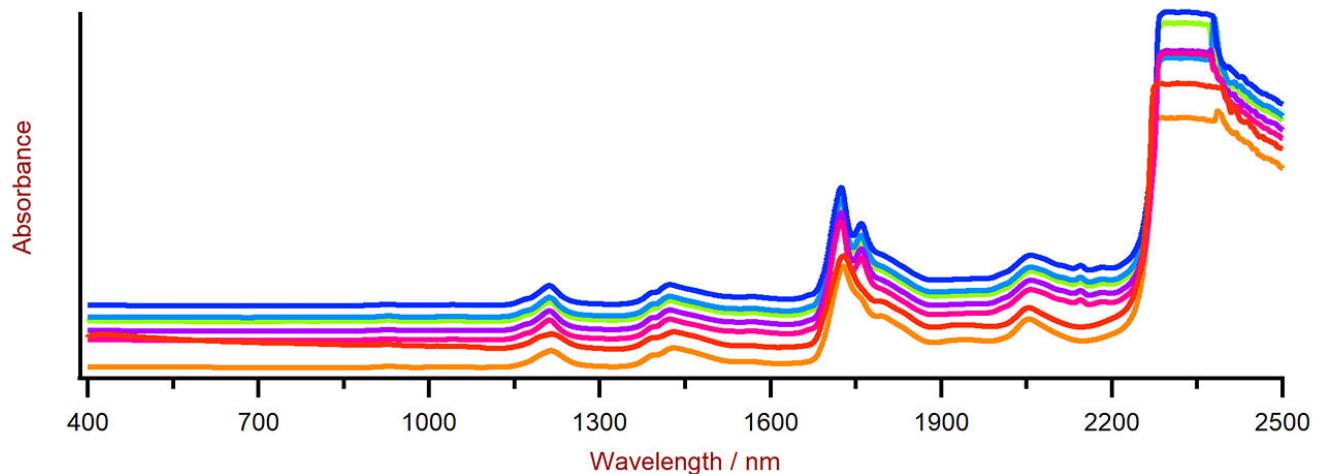


Figure 2. ポリオールのVis-NIRスペクトル（スペクトルオフセット適用済み）

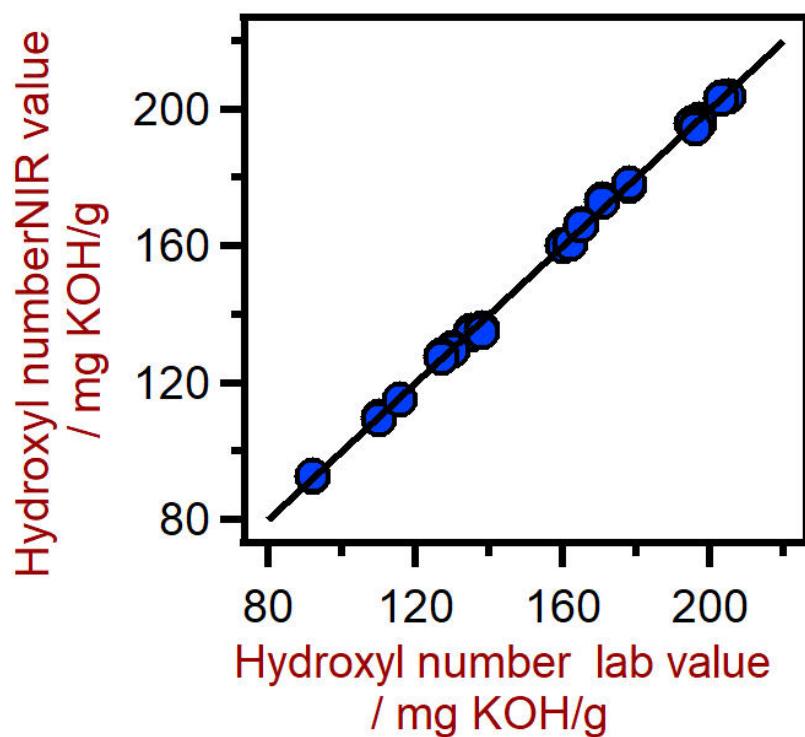


Figure 3. XDSRapidLiquidアライザーを使用してポリオールのヒドロキシル値を予測するための相関図。ヒドロキシル値ラボ値は、滴定を使用して評価されました。

表2。XDSRapidLiquidアナライサーを使用してホリオールのヒトロキシル価を予測するメリットの図。

性能指標	値
R^2	0.998
校正の標準誤差	1.28 mg KOH / g
交差検定の標準誤差	1.42 mg KOH / g

結論

本アプリケーションノートではホリオール中の水酸基価の分析に対するNIR分光法の実現可能性を実証しました。従来のラボ分析法と比較して、NIR分光

法を用いることでランニングコストが低下します (Fig.4)。さらに、危険な化学薬品を必要としないのも特徴です。

表3。滴定およびNIR分光法によるヒトロキシル価の決定のためのランニングコストの比較。

	ラボ方式	NIR法
分析数(1日あたり)	10	10
オペレーターのコスト(1時間あたり)	\$25	\$25
消耗品と化学薬品のコストOH番号	\$6	\$1
分析ごとに費やされた時間	5分	1分
総ランニングコスト(年間)	\$18188	\$2063

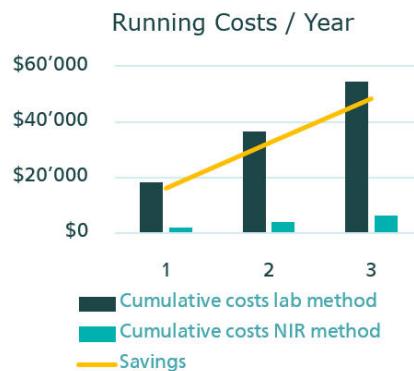


Figure 4. 滴定およびNIR分光法によるヒドロキシル価の決定のための3年間の累積コストの比較。

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

あらゆる種類の液体および懸濁液の迅速で正確な分析。

NIRS XDS RapidLiquid Analyzerは、液体製剤および物質の迅速で正確な分析を可能にします。ホタンを押すだけで正確な測定結果が得られるため、NIRS XDS RapidLiquid Analyzerはラボおよびフロセスにおける品質管理のための信頼性が高くシンプルなソリューションです。サンフルは、再使用可能な石英製キュベットまたは使い捨てカラス製ハイアルに置かれます。温度調整されたサンフルコンハートメントは、再現性のある分析条件、およびそれによる正確な測定結果を保証します。



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - 汎用性に優れた分光法ソフトウェア。

Vision Air Complete は、規制環境下での使用のための、操作の容易な最新のソフトウェアソリューションです。

Vision Air の利点の概要:

- 調整済みのユーザーインターフェースを伴う個別のソフトウェアアプリケーションにより、直観的かつ容易な操作が保証されます。
- 作業手順の容易な作成およびメンテナンス
- 安全かつ容易なデータ管理のための SQL テーブルベース

ハーション Vision Air Complete (66072208) には、可視近赤外分光法を用いた品質管理のための全てのアプリケーションが含まれています:

- 装置管理およびデータ管理のためのアプリケーション
- メソット開発のためのアプリケーション
- ルーチン分析のためのアプリケーション

その他の Vision Air Complete ソリューション:

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