



Application Note AN-NIR-077

# カフロラクタムの水分分析 - 無駄のない水分コントロール

## Moisture control without chemical waste

カフロラクタムは、産業繊維の基礎的な材料であるナイロン6の製造に用いられる重要なポリマーです。カフロラクタムの他の応用分野は、樹脂またはプラスチック/ポリマー産業です。その商業的重要性がゆえに、多くの様々な合成メソッドが長年にわたって開発されてきました。世界の生産量の約90%はシクロヘキサノンから合成され、最初にオキシムに変換され、次に酸で処理されて最終製品が生成されます。カフロラクタムは吸湿性と水溶性があり、そ

のため、水分測定において信頼のおける分析技術を有することが重要です。

伝統的なメソッドによる水分の分析では、各サンプルを計量、溶解、加熱し、そして滴定する必要があります。一次的なメソッドに比べ、近赤外分光法(NIRS)は独自の利点を提供します: 数秒以内に信頼性の高い結果を生成しますが、いかなるサンプル前処理も必要とせず、化学廃棄物も出しません。

## EXPERIMENTAL CONDITIONS

Metrohm DS2500 SolidAnalyzerをVisionAir Complete分光法ソフトウェアと組み合わせて使用して、水分含有量の異なる44のサンプルのスペクトルを収集しました。サンプルの不均一性を克服するために、大きなサンプルカップを回転させて測定を行いました。参照値はKF滴定によって得られました。外れ値の検出は、前処理されたスペクトルで実行されました(2<sup>nd</sup> 微分)波長空間アルゴリズムで最大距離を使用します。NIRS予測モデルは、次の表で説明する設定で作成され、相互検証を使用して検証されました。

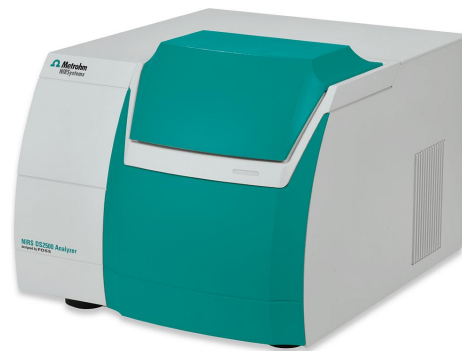


Figure 1. DS2500 Solid Analyzerを使用して、カプロラクタムサンプルのスペクトルを収集しました。

前処理	アルゴリズム	検証タイプ
2 <sup>nd</sup> テリハティブ	PLS	検証セット

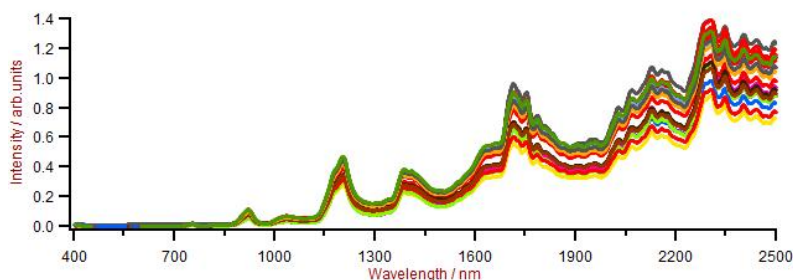


Figure 2. 水分含有量が変化するカプロラクタムサンプル。

## RESULT & CONCLUSION

得られた相関グラフは高い相関( $R^2 = 0.98$ )NIRSによって予測された水分と滴定法の間。SECおよびSEC値は60mg / Lの範囲にあり、NIRSか水分測定

に高感度で適切な手法であることを証明しています。

#要因	$R^2$	SEC	SECV
2	0.98	53mg / L	58mg / L

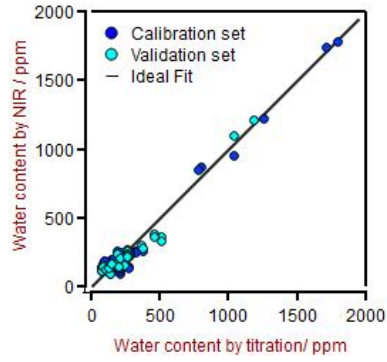


Figure 3. NIRSと滴定によって予測された水分の相関グラフ。

## 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](mailto:metrohm.jp@metrohm.jp)

## CONFIGURATION



### DS2500 Solid Analyzer

ラボおよび生産環境における品質管理用の堅牢な近赤外分光法。

DS2500 Analyzerは、生産チェーン全体に沿った固形物、クリーム、およびオフションとしての液体のルーチン分析に実績のあるフレキシブルなソリューションです。頑丈な仕様により、DS2500 Analyzerは粉塵、湿気、振動や温度変動に強い為、過酷な生産環境での使用に理想的です。

DS2500は400 ~ 2500 nmのスペクトル範囲全体をカバーし、1分以内に正確で再現性の高い結果を提供します。DS2500 Analyzerは製薬業界の要件を満たしており、簡単な操作により日常的な作業においてユーザーをサポートします。

装置に完全に適応した付属品により、顆粒のような粒の荒い固形物、またはクリームのような半固形液体サンプルなどのあらゆる困難なタイプのサンプルにおいても、最良の結果を得ることかてきます。固形物の測定においては、9つまでのサンプルのシリーズの自動測定を可能にするMultiSample Cupを使用することて、生産性を高めることかてきます。



## 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 データベース

バージョン 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
- メソッド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)



## DS2500

NIRS DS2500 Analyzerを用いた、様々なサンプル位置における反射中の粉末および顆粒のスペクトル記録のための、大きなサンプル容器です。