



Application Note AN-NIR-054

Qualitätskontrolle von Shampoo

Chemiefreie und schnelle Bestimmung von Tensiden in Shampoos

Die Bestimmung von Natriumlaurethsulfat (SLES), Cocamidopropylbetain (CABP), Cocamidopropylaminoxid (CAW), Cocamiddiethanolamin (DEA) und Carbopol in Shampoos ist ein kosten- und zeitintensiver Prozess, da pro Analyse große Mengen an Chemikalien verwendet werden. 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** von Natriumlaurethsulfat (SLES), Cocamidopropylbetain (CABP), Cocamidopropylaminoxid (CAW), Cocamiddiethanolamin (DEA) und Carbopol in Shampoo darstellt. **Ohne Probenvorbereitung oder Chemikalien ermöglicht** die Vis-NIR-Spektroskopie die Analyse dieser Parameter **in weniger als einer Minute**.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Die Shampoo-Proben wurden mit einem DS2500 Solid Analyzer im Transflexionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Es wurde ein DS2500 Slurry Cup verwendet, der die Positionierung der Probe und die Reinigung des Probengefäßes vereinfacht. Der diffuse Goldreflektor mit 1 mm Schichtdicke definiert für alle Messungen die gleiche Schichtdicke, um reproduzierbare Ergebnisse zu gewährleisten. 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.

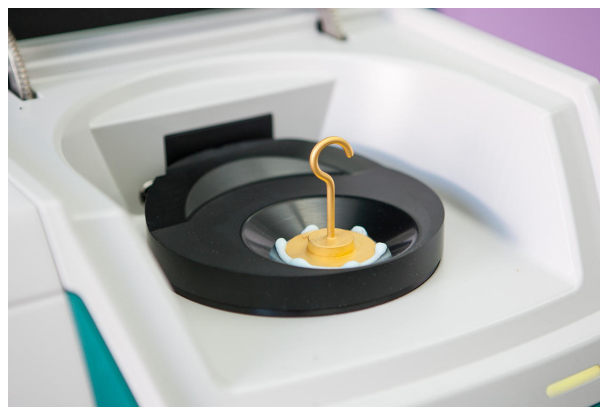


Abbildung 1. DS2500 Solid Analyzer und einer Shampooprobe im rotierenden DS2500 Slurry Cup.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Geräte	Metrohm-Nummer
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Slurry Cup	6.7490.430
Gold Diffuse Reflector 1 mm	6.7420.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung von Natriumlaurethsulfat (SLES), Cocamidopropylbetain (CABP), Cocamidopropylaminoxid (CAW), Cocamididethanolamin (DEA) und Carbopol in Shampoo 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 Präzision einer Vorhersage während der Routineanalyse.

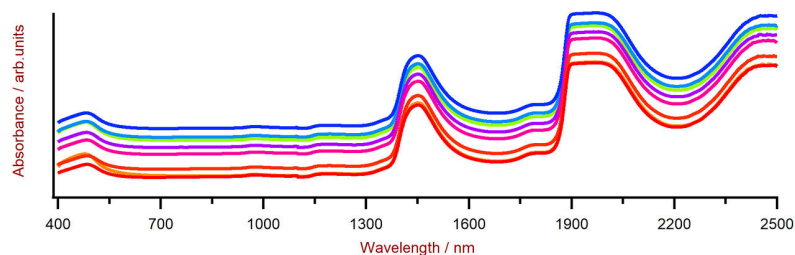


Abbildung 2. Eine Auswahl von Shampoo-Vis-NIR-Spektren, die mit einem DS2500 Analyzer und einem DS2500 Slurry Cup aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektren-Offset angewendet.

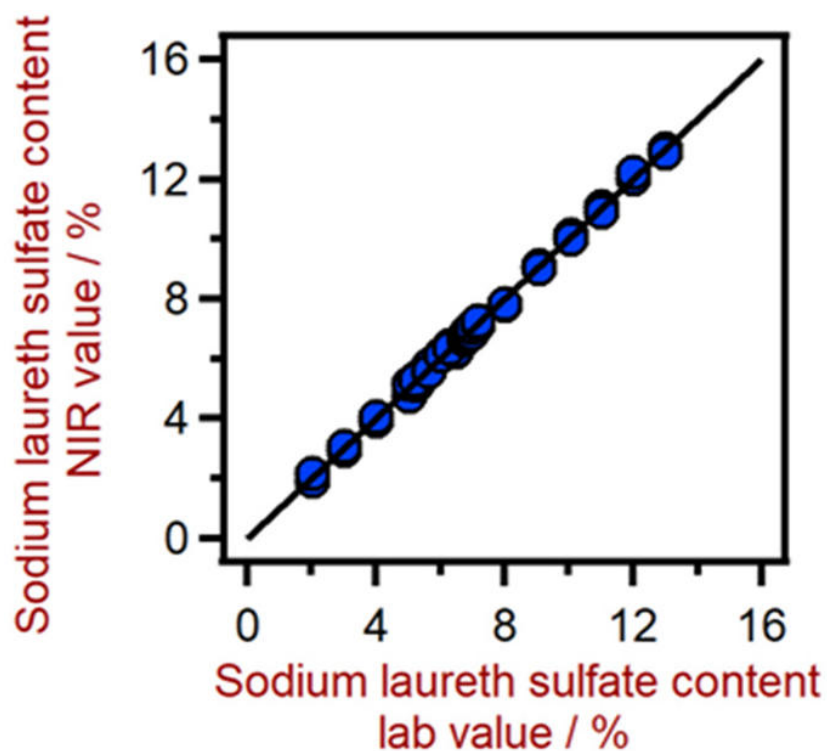


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Gehalts an Natriumlaurethsulfat (SLS) unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der SLS-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 2. Leistungszahlen für die Vorhersage des Gehalts an Natriumlaurethsulfat (SLS) in Shampoo unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,998
Standardfehler der Kalibrierung	0,13%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,14%

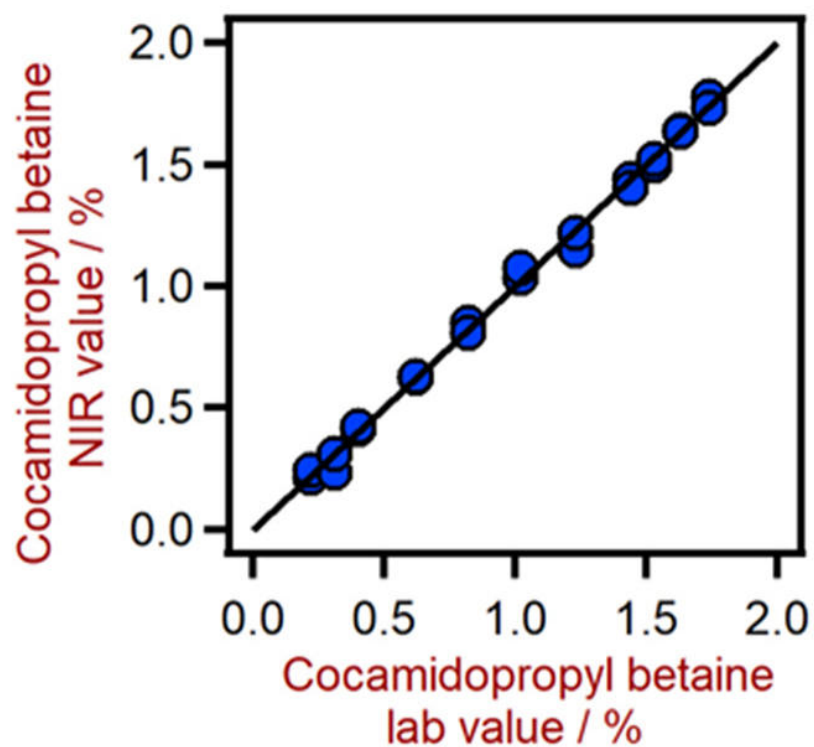


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Cocamidopropylbetain (CABP)-Gehalts mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der CABP-Gehalt wurde durch Titration bestimmt.

Tabelle 3. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Cocamidopropylbetain (CABP)-Gehalts in Shampoo unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.996
Standardfehler der Kalibrierung	0,04%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,05%

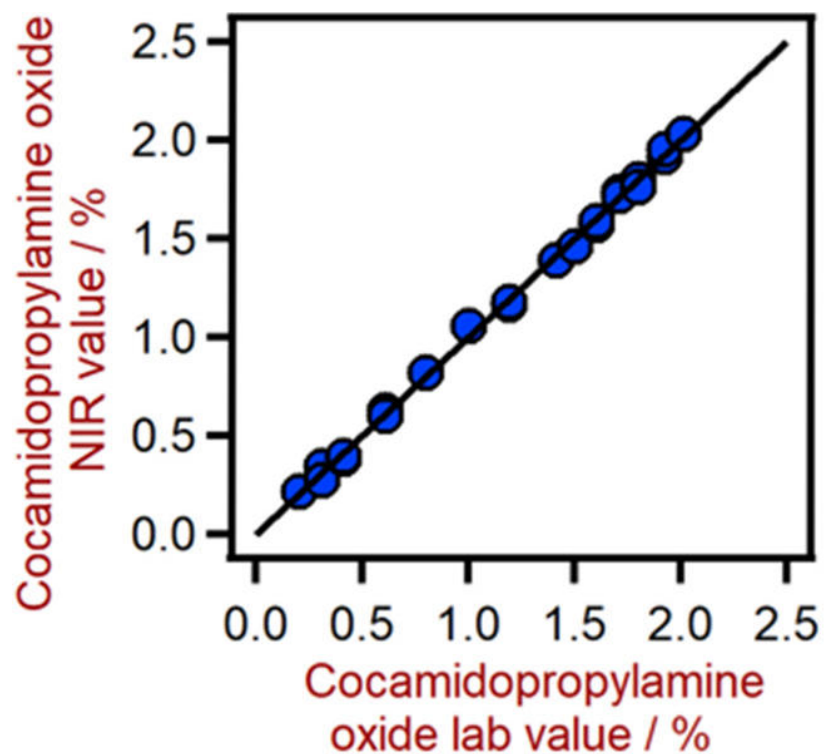


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage von Cocamidopropylaminoxid (CAW) mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der CAW-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 4. Leistungszahlen für die Vorhersage des Gehalts an Cocoamidopropylaminoxid (CAW) in Shampoo unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,998
Standardfehler der Kalibrierung	0,031%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,058%

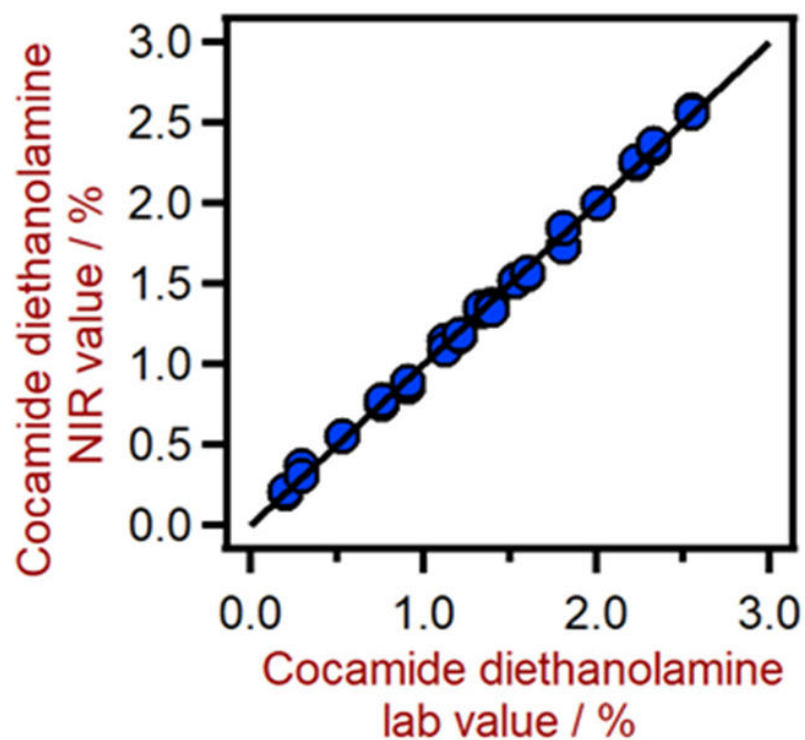


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage von Cocamid-Diethanolamin (DEA) mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der DEA-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 5. Leistungszahlen für die Vorhersage des Gehalts an Cocamid- Diethanolamin (DEA) in Shampoo unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,998
Standardfehler der Kalibrierung	0,034%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,036%

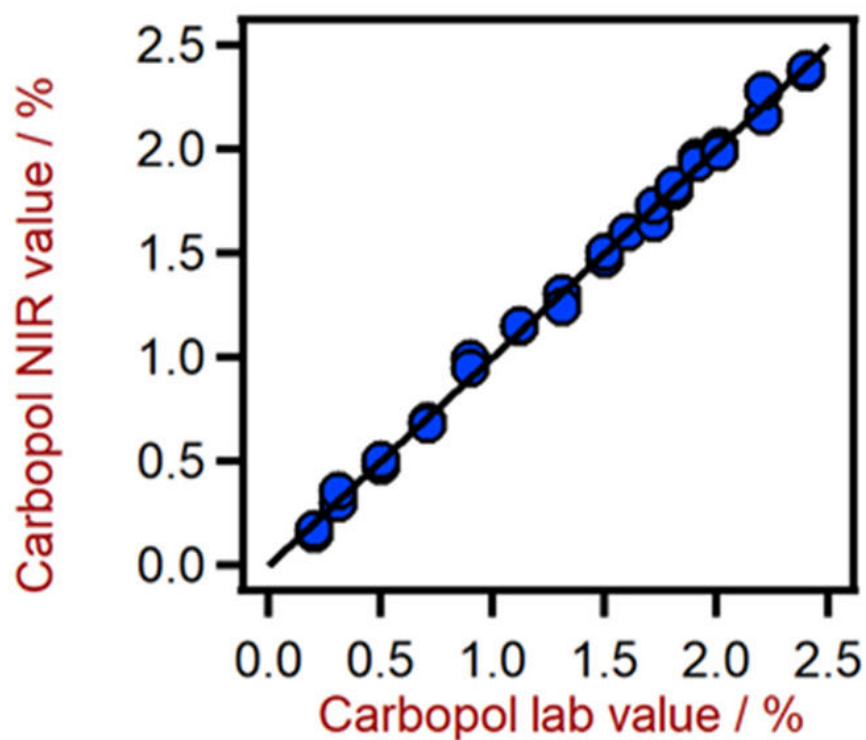


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Carbopolgehalts mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Carbopol-Laborwert wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 6. Leistungszahlen für die Vorhersage des Carbopol-Gehalts in Shampoo unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,969
Standardfehler der Kalibrierung	0,290%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,410%

FAZIT

Diese Application Note zeigt die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse von Natriumlaurethsulfat (SLES), Cocamidopropylbetain (CABP), Cocamidopropylaminoxid (CAW), Cocamididiethanolamin (DEA) und Carbopol in

Shampoo. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden sind die **Betriebskosten** beim Einsatz der NIR-Spektroskopie **deutlich geringer** (Tabelle 7 und Abbildung 8).

Tabelle 7. Vergleich der Betriebskosten für die Bestimmung der wichtigsten Qualitätsparameter bei Shampoo mit Titration/HPLC und NIR-Spektroskopie.

	Labormethode	NIR-Methode
Anzahl der Analysen pro Tag	10	10
Bedienerkosten pro Stunde	\$25	\$25
Kosten für Verbrauchsmaterialien und Chemikalien (SLS, CABP, CAW, DEA, Carbopol)	\$5	\$1
Zeitaufwand pro Analyse (SLS, CABP, CAW, DEA, Carbopol)	5 Minuten	1 Minute
Gesamtbetriebskosten (pro Jahr)	\$18,188	\$2,063

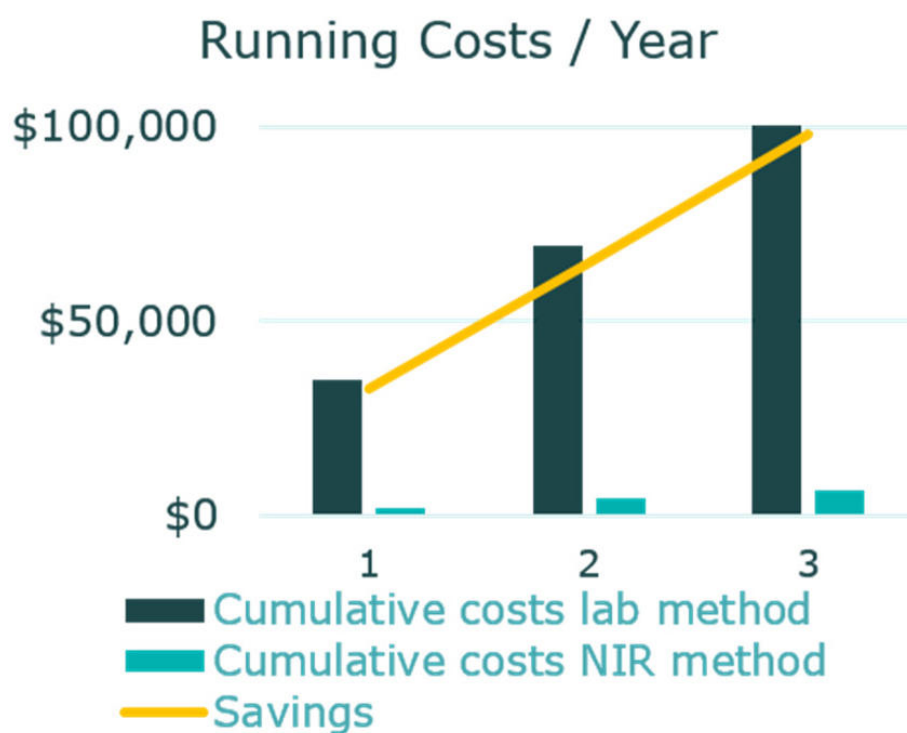


Abbildung 8. Vergleich der kumulierten Kosten für die Bestimmung der wichtigsten Qualitätsparameter bei Shampoo mit Titration/HPLC und NIR-Spektroskopie.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



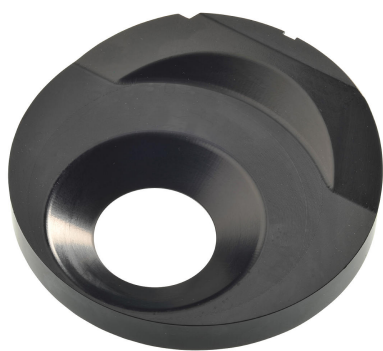
DS2500 Solid Analyzer

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 Slurry Cup

Der Slurry Cup ist das ideale Probengefäß für die Analyse von hochviskosen Substanzen mit dem DS2500. Die Positionierung von Pasten und Cremes in den Slurry Cup ist dank dem offenen Design einfach möglich und erlaubt ebenfalls eine schnelle und effektive Reinigung.

In Kombination mit dem Liquid Kit (**6.7400.010**) können auch klare viskose Proben untersucht werden.



NIRS Gold-Reflektor, 1 mm Gesamtschichtdicke

Gold-Reflektor für die Transflexionsmessung von Flüssigkeiten. Kombinierbar mit folgenden Geräten:

- NIRS DS2500 Analyzer (**Bestellnummer: 2.922.0010**)
- NIRS XDS MaserLab Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1310**)
- NIRS XDS MultiVial Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1120**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1110**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer - Solids (**Bestellnummer: 2.921.1210**)



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)