



Application Note AN-NIR-064

Qualitätskontrolle von Ammoniumnitrat

Schnelle und zerstörungsfreie Feuchtebestimmung mit NIRS

Spezialchemikalien müssen mehrere Qualitätsanforderungen erfüllen. Einer dieser Qualitätsparameter, der in fast allen Analysenzertifikaten und Spezifikationen zu finden ist, ist der Feuchtigkeitsgehalt. Die Standardmethode zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts ist die Karl-Fischer-Titration. Diese Methode erfordert eine

reproduzierbare Probenvorbereitung, Chemikalien und Abfallbeseitigung. Alternativ kann auch die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts eingesetzt werden. Mit dieser Technik können Proben ohne jegliche Vorbereitung und ohne Verwendung von Chemikalien analysiert werden.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Ammoniumnitratproben wurden mit einem DS2500 Solid Analyzer im Reflexionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Um die Auswirkungen der Partikelgröße zu minimieren, wurde ein rotierender DS2500-Großprobenbecher verwendet. Dieses Zubehör ermöglicht eine automatisierte Messung an verschiedenen Probenpositionen für eine reproduzierbare Spektrenerfassung. Wie in **Abbildung 1** dargestellt, wurden die Proben ohne jegliche Vorbereitungsschritte gemessen. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.

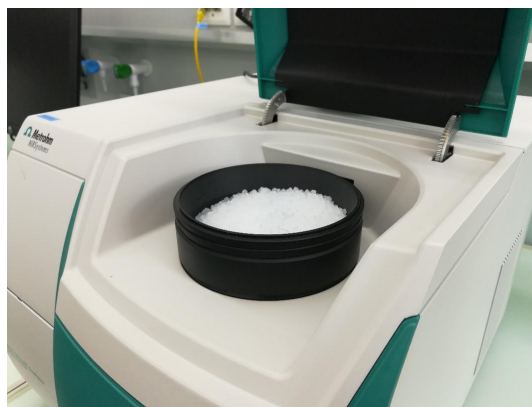


Abbildung 1. Proben, die in den rotierenden DS2500 Großprobenbecher gefüllt werden.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Artikelnummer
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 eines Vorhersagemodells für die Bestimmung des Feuchtigkeitswertes verwendet. Um die Qualität des Vorhersagemodells zu überprüfen, wurden Korrelationsdiagramme erstellt,

die die Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.

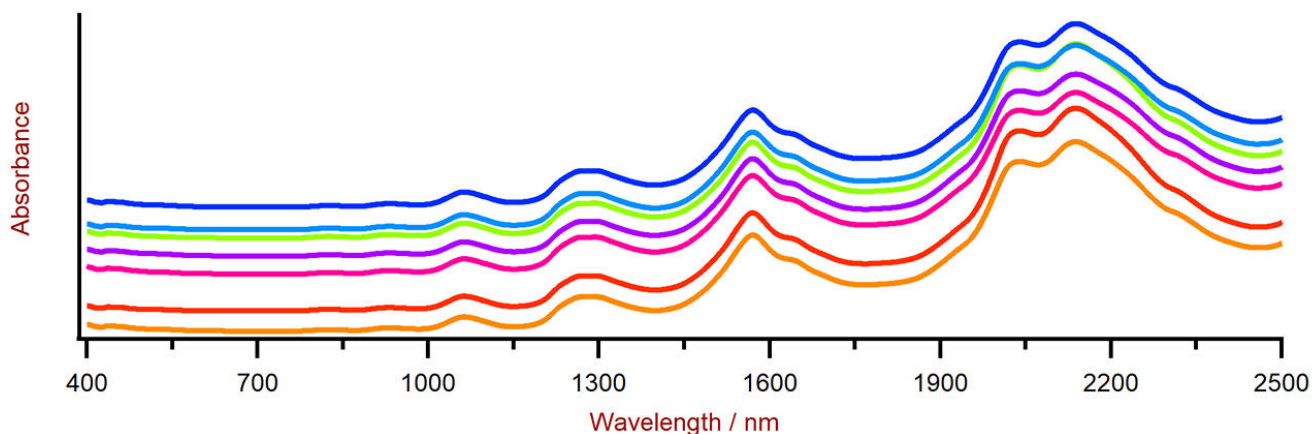


Abbildung 2. Eine Auswahl von Ammoniumnitrat-Vis-NIR-Spektren, die mit einem DS2500 Analyzer und einem rotierenden Probenbecher aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektren-Offset angewendet.

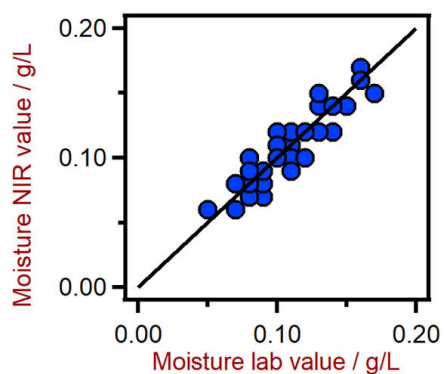


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts mit einem DS2500 Analyzer. Die Referenzlaborwerte wurden mit der coulometrischen Karl-Fischer-Titration ausgewertet.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts mit einem DS2500 Solid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.840
Standardfehler der Kalibrierung	0,011 g/L
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,012 g/L

FAZIT

Diese Application Note zeigt die Durchführbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse von geringen Feuchtigkeitsgehalten in Spezialchemikalien, insbesondere Ammoniumnitrat. Ein wesentlicher

Vorteil der NIR-Spektroskopie im Vergleich zur Standardtitrationmethode ist die **Reduzierung der Analysezeit und der Chemikalien**.

Tabelle 3. Vergleich der Betriebskosten für die Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts mit Titration und NIR-Spektroskopie.

	Labormethode	NIR-Methode
Anzahl der Analysen (pro Tag)	10	10
Kosten des Bedieners (pro Stunde)	\$25	\$25
Kosten für Chemikalien zur Wasserbestimmung	\$2	\$0
Zeitaufwand pro Analyse	5 Minuten	1 Minute
Gesamtbetriebskosten (pro Jahr)	\$8'288	\$938

Running Costs / Year

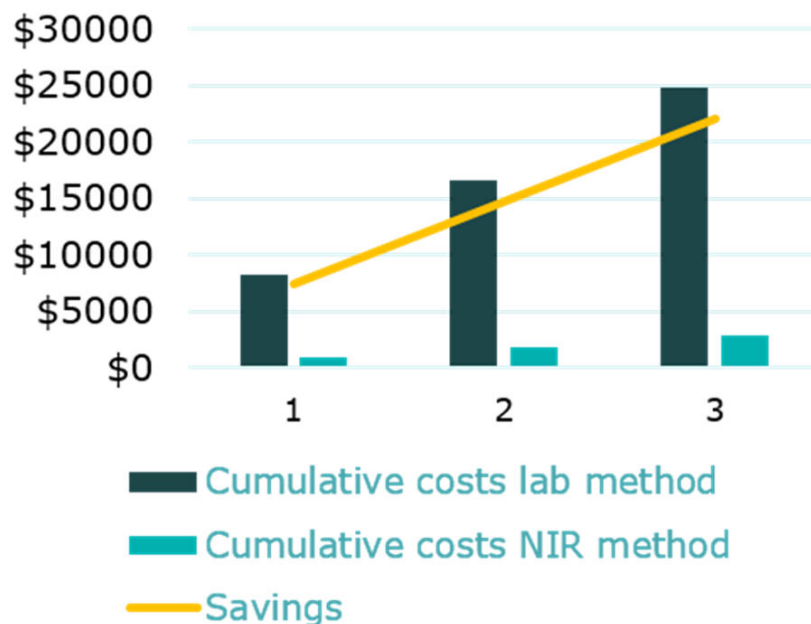


Abbildung 4. Vergleich der kumulierten Kosten über drei Jahre für die Bestimmung des Wassergehalts mit coulometrischer Karl-Fischer-Titration und NIR-Spektroskopie.

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 Probengefäss, gross

Grosses Probengefäss für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflektion 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)