



Application Note AN-NIR-060

ポリアミドの品質管理 - 近赤外分光法を用いた1分以内での粘度、官能基、および水分の測定

Determination of viscosity, functional groups, and moisture within one minute using NIR Spectroscopy

ポリアミドの官能基と粘度の分析 (ASTM D789) は、サンプルの限られた溶解性が理由で、長時間かかる困難なプロセスになりかねません。このアプリケーションノートは、可視および近赤外スペクトル領域(Vis-NIR)で動作するDS2500 Solid

アナライザが、ポリアミドのアミン、カルボン酸、水分だけでなく、相対粘度を同時に測定できる費用対効果の高いソリューションであることを解説しています。サンプル準備や化学薬品は必要なく1分以内で測定できます。

実験および使用機器

ポリアミドペレットは、DS2500 Solidアナライザを使用して、全波長範囲(400~2500 nm)で反射モードで測定されました。回転するDS2500ラージサンプルカップを使用して、粒子サイズと化学成分の偏りの問題を克服しました。これにより、再現性のあるスペクトル取得のために、さまざまなサンプル位置での自動測定が可能になりました。図1に示されるように、特別なサンプルの準備を必要とせず測定できます。データの取得、データ管理、および定量メソッドの開発にはソフトウェアパッケージVision Air 2.0 Completeを用いました。

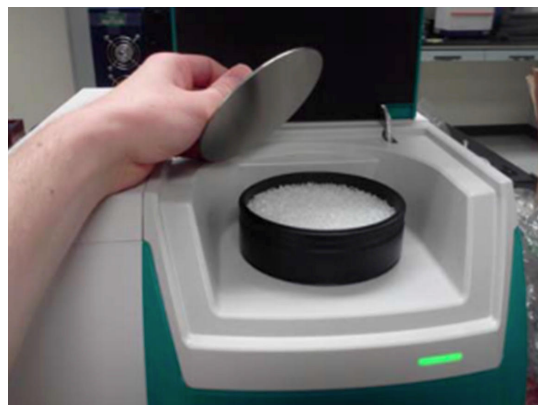


Figure 1. 回転するDS2500ラージサンプルカップに存在するDS2500ソリッドアナライザーとポリアミドペレット。

表1. 使用したハードウェアおよびソフトウェア

装置	メトローム番号
DS2500ソリッドアナライザー	2.922.0010
DS2500ラージサンプルカップ	6.7402.050
Vision Air2.0コンプリート	6.6072.208

結果

得られたVis-NIRスペクトル(図2)を使用して、ポリアミドの相対粘度とアミン末端基、カルボキシル末端基、および水分含有量を定量化するための予測モデルを作成しました。予測モデルの品質は、Vis-

NIR予測と主要なメソッド値との関係を示す相関図を使用して評価されました。それぞれの性能指数(FOM)は、ルーチン分析中の予測の期待される精度を示しています。

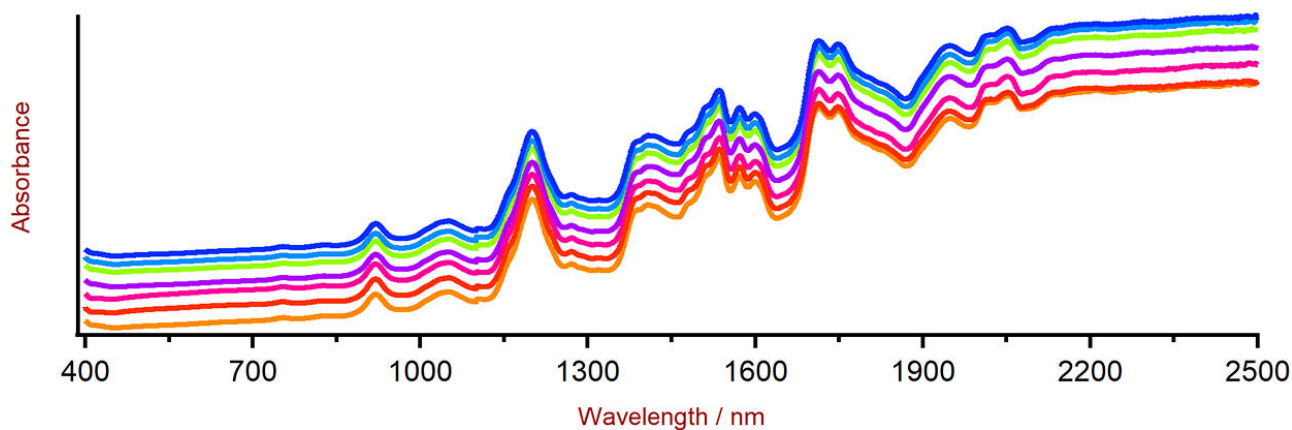


Figure 2. DS2500アナライザーと回転DS2500ラージサンプルカップを使用して得られたポリアミドVis-NIRスペクトルの選択。表示上の理由から、スペクトルはオフセットが適用された状態で表示されます。

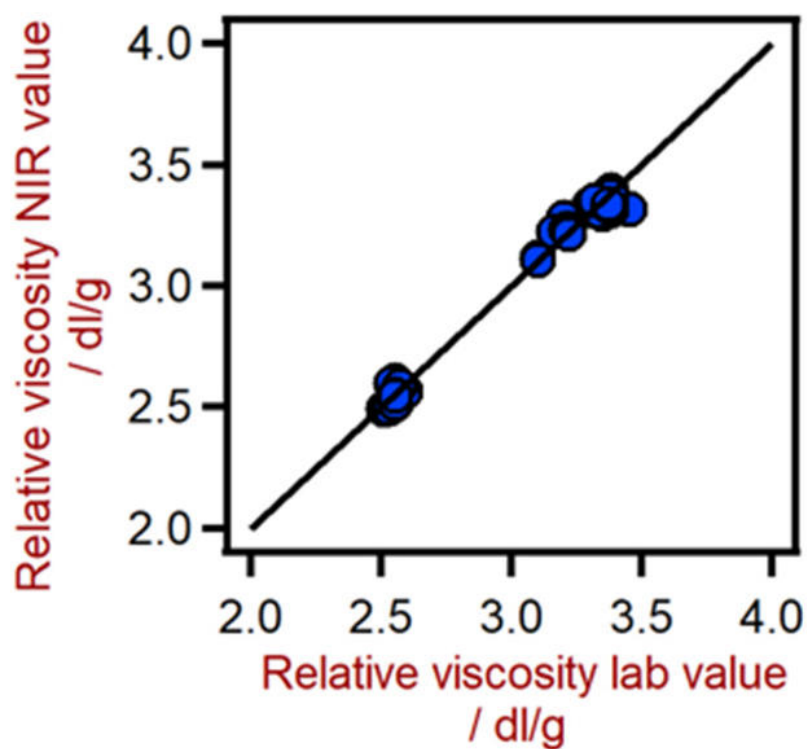


Figure 3. DS2500 SolidAnalyzerを使用してポリアミドの相対粘度を予測するための相関図。相対粘度ラボ値は、粘度計を使用して評価されました。

表2。DS2500 Solidアナライザを使用したポリアミドの相対粘度メソッド開発の結果

性能指数	値
R^2	0.986
校正の標準誤差	0.046 dl / g
交差検定の標準誤差	0.055 dl / g

結果

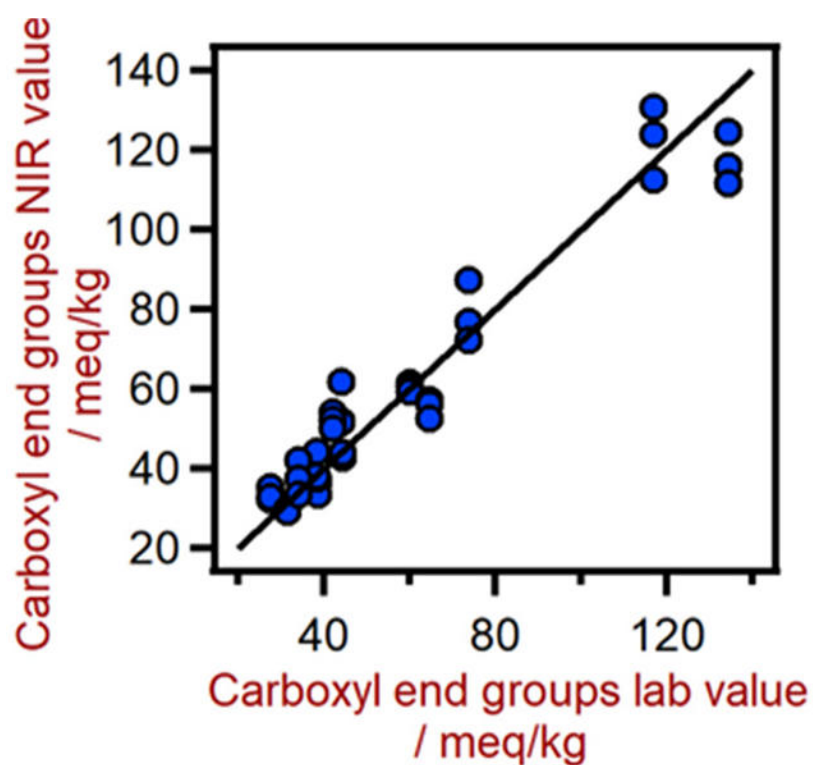


Figure 4. NIRSによるカルボキシル末端基の含有量の推定値と参照値の相関図。高い相関性が認められます。

表3。アミン末端基の含有量についての定量メソッド開発の結果

性能指数	値
R^2	0.972
校正の標準誤差	6.1 meq / kg
交差検定の標準誤差	11.1 meq / kg

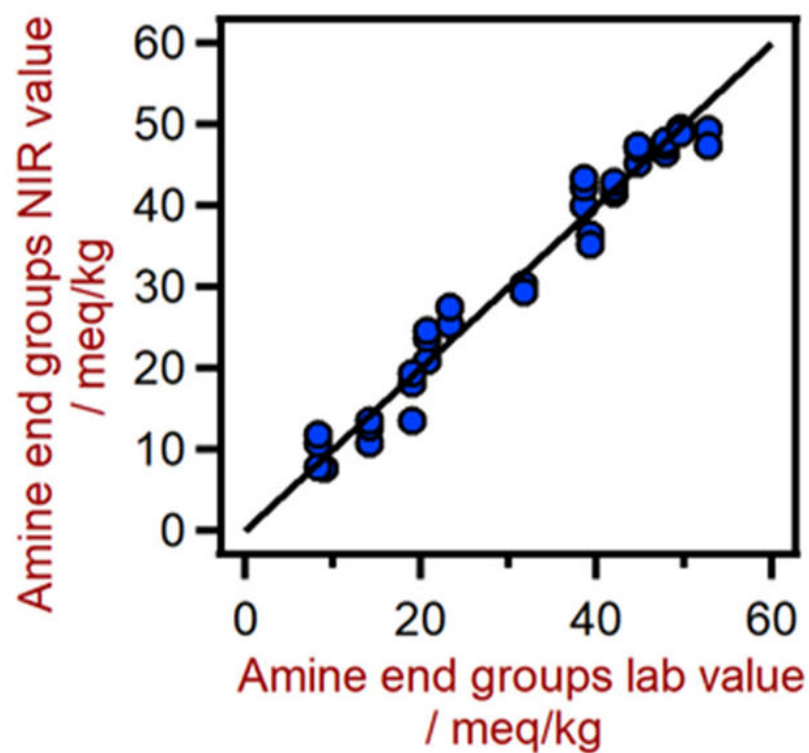


Figure 5. DS2500 SolidAnalyzerを使用してポリアミドのアミン末端基含有量を予測するための相関図。アミン末端基のラボ値は、滴定を使用して評価しました。

表4. DS2500 SolidAnalyzerを使用してポリアミドのアミン末端基含有量測定メソッド開発の結果

性能指数	値
R^2	0.981
校正の標準誤差	2.5ミリ当量/ kg
交差検定の標準誤差	4.1 meq / kg

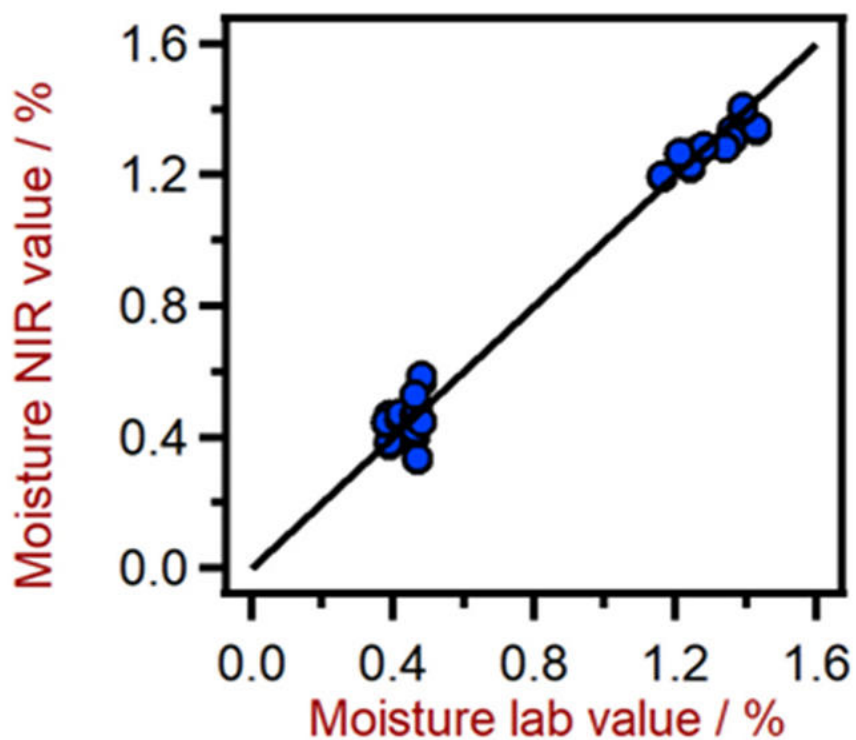


Figure 6. DS2500 SolidAnalyzerを使用してポリアミドの水分含有量を予測するための相関図。

表5. DS2500 SolidAnalyzerを使用したポリアミドの含水率メソッドの開発の結果

性能指数	値
R^2	0.991
校正の標準誤差	0.041%
交差検定の標準誤差	0.067%

結論

このアプリケーションでは、近赤外分光法がポリアミドの主要な品質管理指標の分析に適していることを示しています。湿式化学分析法(表6)と比較して、

NIR分光法の結果までの時間は、すべてのパラメータを1分未満の単一測定でできました。

表6。さまざまなパラメータの結果の概要を説明します。

指標	手順	分析にかかった時間
相対粘度	粘度計	～90分(準備)+～1分(粘度計)
カルボキシル末端基	滴定	～90分(準備)+～20分(滴定)
アミンエンドグループ	滴定	～90分(準備)+～20分(滴定)
水分	KF滴定	～25分(準備)+～5分(カールフィッシャー滴定)

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



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、およびオプ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ができます。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を使用することで、生産性を高めることができます。



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。



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)