



Application Note AN-NIR-076

ポリビニルアルコールの加アルコール分解 - 近赤外分光法を用いた改良されたポリマーの品質管理

Improved polymer quality control with NIR spectroscopy

ポリビニルアルコール(PVA)は、毒性が低く、タンパク質の付着が少なく、フィルム形成特性が良いので、さまざまな医療製品(点眼薬など)に使用されています。PVAは、酢酸ビニルとビニルアルコールの共重合体を形成する線状高分子です。アルコール分解の程度は、分子内でアクセス可能な全官能基と比較したヒドロキシル官能基の割合です。これは、製品の水溶性、粘度、および接着性の重要な指標となります。

従来のアルコール添加による分解測定では、各サン

プルの重量を量り、溶解し、加熱し、冷却し、滴定する必要があります。この手順は、サンプルごとに最大6時間かかる場合があります。この一次的なメソッドに比べると、近赤外分析計による分析ではたった1分しかかかりません。以下の技術資料では、近赤外分光法によるアルコール添加による分解の度合の測定について説明されています。アルコール分解とは別に、酢酸ナトリウムと揮発性物質の測定も同時に行うことが可能です。

実験

Metrohm DS2500 SolidアナライザをVisionAir Completeソフトウェアと組み合わせて使用して、18の異なるサンプルバッチから54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。基準(リファレンス)値は滴定により得られました。アウト라이어(外れ値)の検出は、前処理された二次微分スペクトルの波長空間アルゴリズムの最大距離で検出されました。NIRS予測モデルは、次の表で説明する設定で作成され、クロスバリデーション(内的交差確認)を使用して検証されました。



Figure 1. DS2500 Solidアナライザを使用して、PVAポリマー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
二次微分	PLS回帰	クロスバリデーション

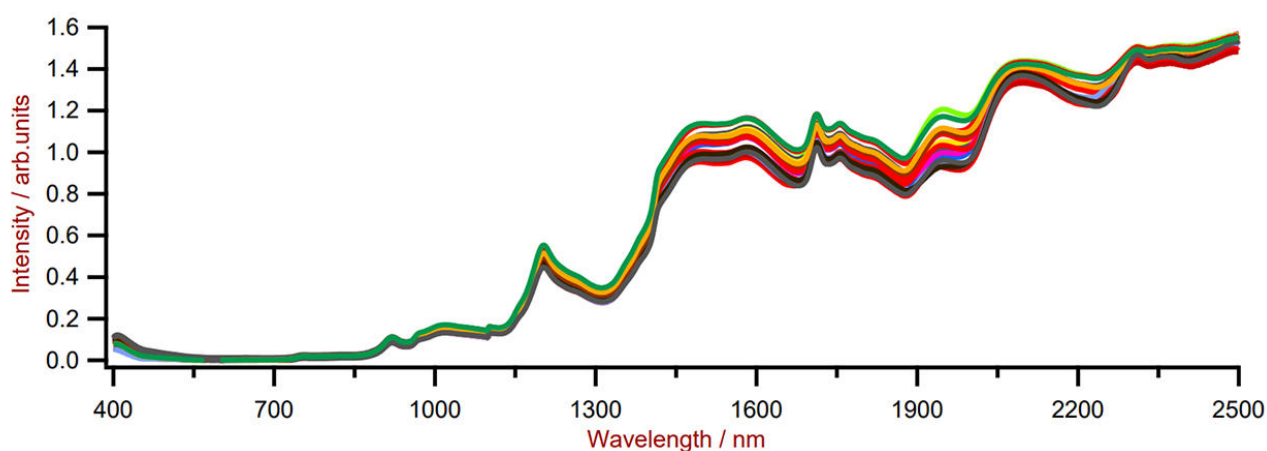


Figure 2. アルコール分解の程度の異なるPVAサンプルの近赤外スペクトル。

結果&結論

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アルコール分解度と従来分析値の相

関。SECとSECVのクロスレシオ(10%以下)は、この方法が有効であることを証明しています。

#ファクター	R^2	SEC	SECV
3	0.98	0.24%	0.25%

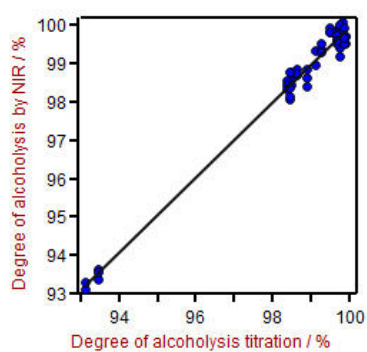


Figure 3. NIRs対従来分析法によって予測されたアルコール分解度の相関グラフ。

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

装置構成



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。



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。