



Application Note AN-NIR-060

聚酰胺的质量控制 - 利用近红外光谱在一分钟内进行粘度、官能团,以及水分的测定

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

因为样本的溶解度有限,对聚酰胺的官能团和粘度分析 (ASTM D789) 是一项耗时而又非常具挑战的流程。本应用说明表明,DS2500 固体分析仪在可见光和近红外光谱区域 (Vis-NIR) 运行,为同时测定相对粘度以及

胺、羧酸和水分提供了一种经济高效且快速的解决方案聚酰胺中的含量。和 **无需样品制备或化学品**, Vis-NIR 光谱允许分析聚酰胺 **不到一分钟**。

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

使用 DS2500 固体分析仪在全波长范围 (400–2500 nm) 的反射模式下测量聚酰胺颗粒。使用旋转的 DS2500 大样品杯来克服粒度和化学成分分布。这允许在不同的样品位置进行自动测量,以获得可重复的光谱采集。如图所示 图1, 样品在没有任何准备的情况下进行测量。Metrohm 软件包 Vision Air Complete 用于所有数据采集和预测模型开发。

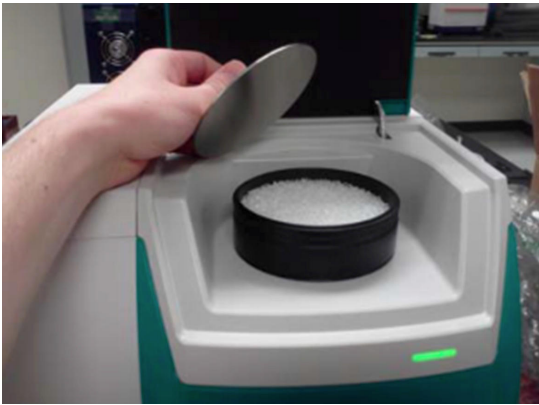


Figure 1. DS2500 固体分析仪和旋转的 DS2500 大样品杯中的聚酰胺颗粒。

表格1。 软硬件设备概述

设备	万通数
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 大样品杯	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RESULTS

获得的 Vis-NIR 光谱 (图 2) 用于创建预测模型,以量化聚酰胺中的相对粘度和胺端基、羧基端基和水分含量。使用相关图评估预测模型的质量,相关图显示 Vis-

NIR 预测与主要方法值之间的关系。各自的品质因数 (FOM) 显示了常规分析期间预测的预期精度。

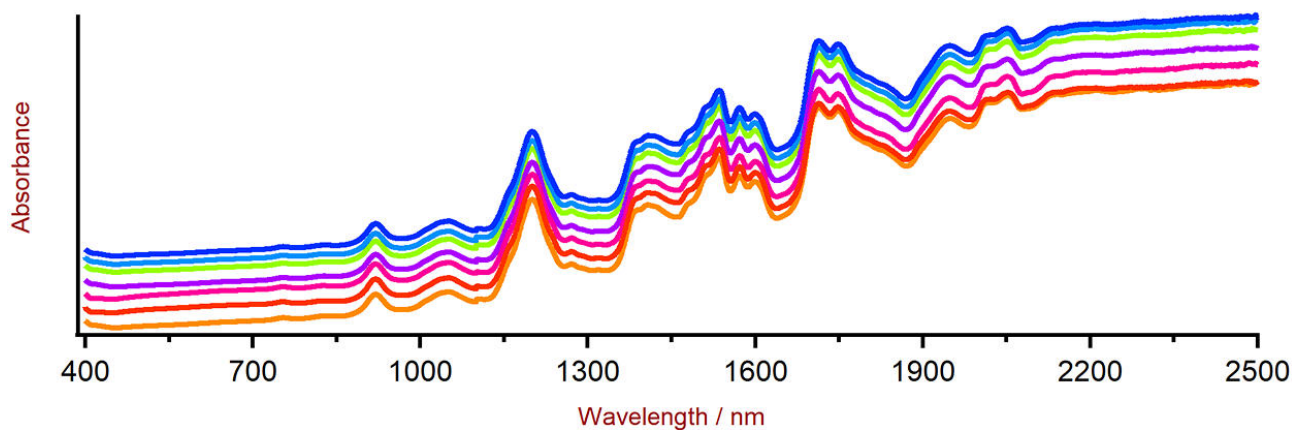


Figure 2. 使用 DS2500 分析仪和旋转 DS2500 大样品杯获得的聚酰胺 Vis-NIR 光谱的选择。出于显示原因，光谱显示时应用了偏移。

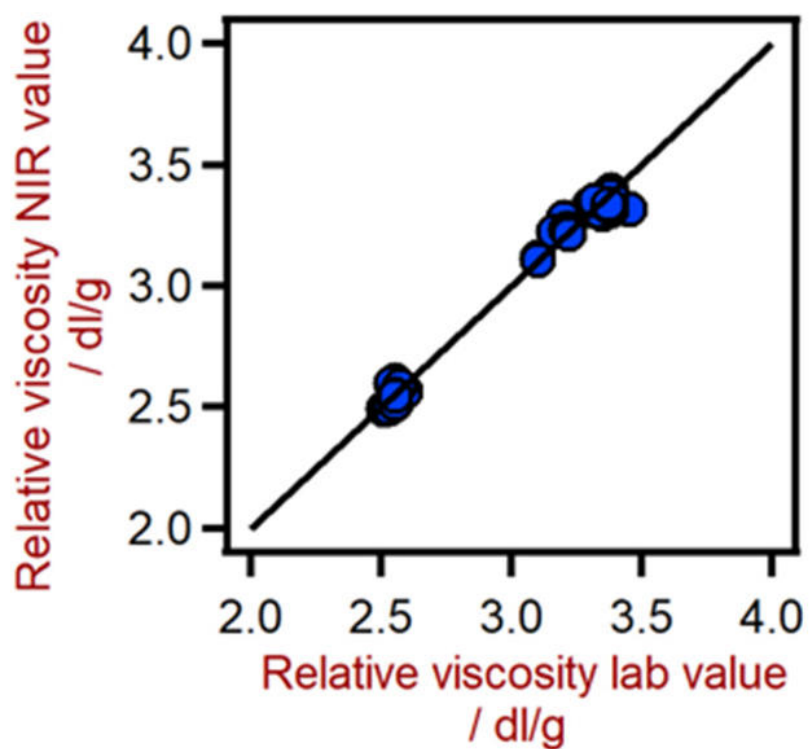


Figure 3. 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺相对粘度的相关图。使用粘度计评估相对粘度实验室值。

表 2。使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺相对粘度的品质因数。

绩效指标	数值
R ²	0.986
校准的标准误差	0.046 分升/克
交叉验证的标准误	0.055 分升/克

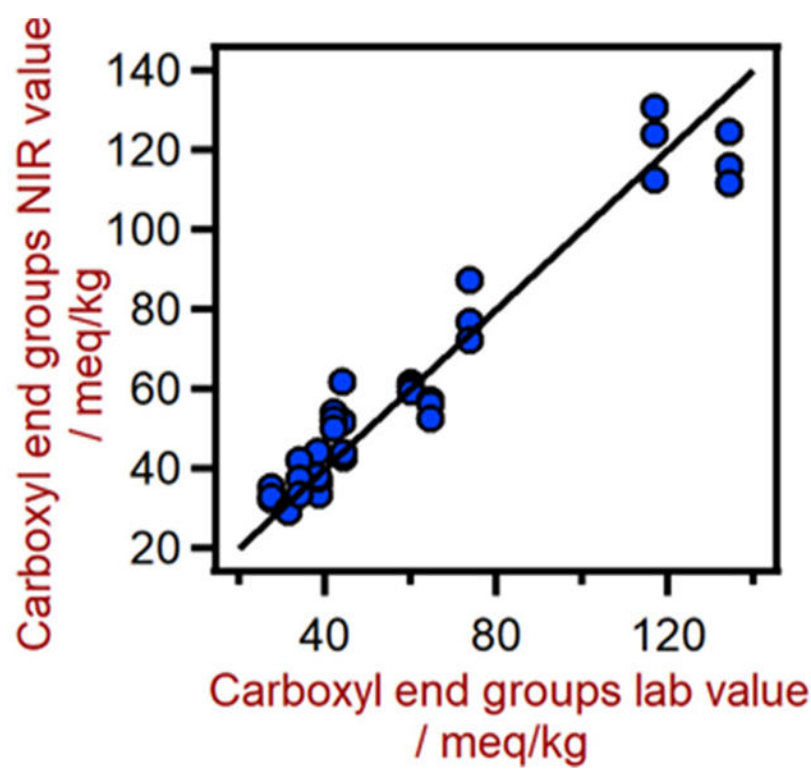


Figure 4. 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中端羧基含量的相关图。使用滴定法评估羧基端基实验室值。

表3。使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中端羧基含量的品质因数。

绩效指标	数值
R ²	0.972
校准的标准误差	6.1 毫克当量/公斤
交叉验证的标准误	11.1 毫克当量/公斤

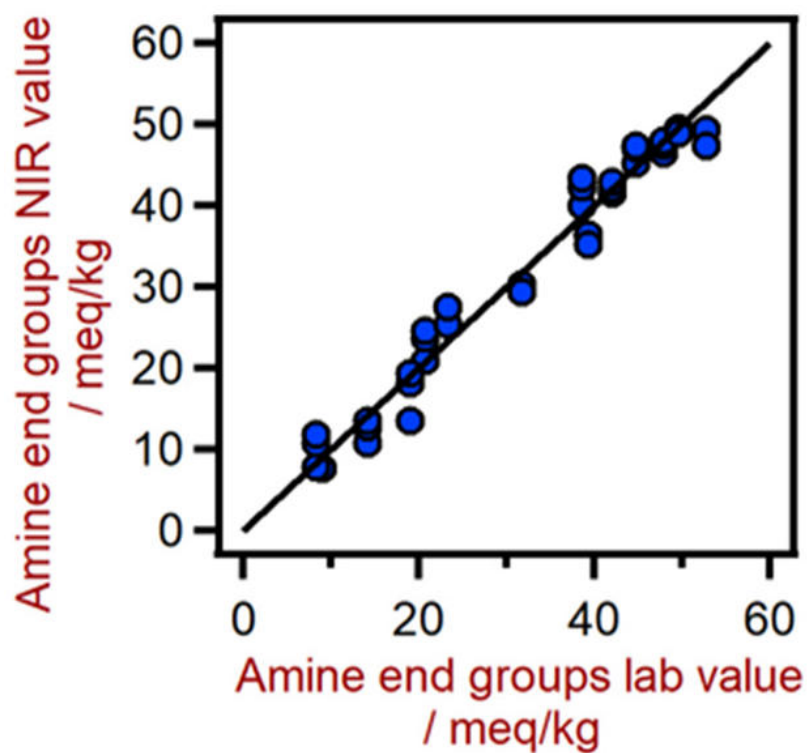


Figure 5. 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中胺端基含量的相关图。使用滴定法评估胺端基实验室值。

表 4。 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中胺端基含量的品质因数。

绩效指标	数值
R^2	0.981
校准的标准误差	2.5 毫克当量/公斤
交叉验证的标准误差	4.1 毫克当量/公斤

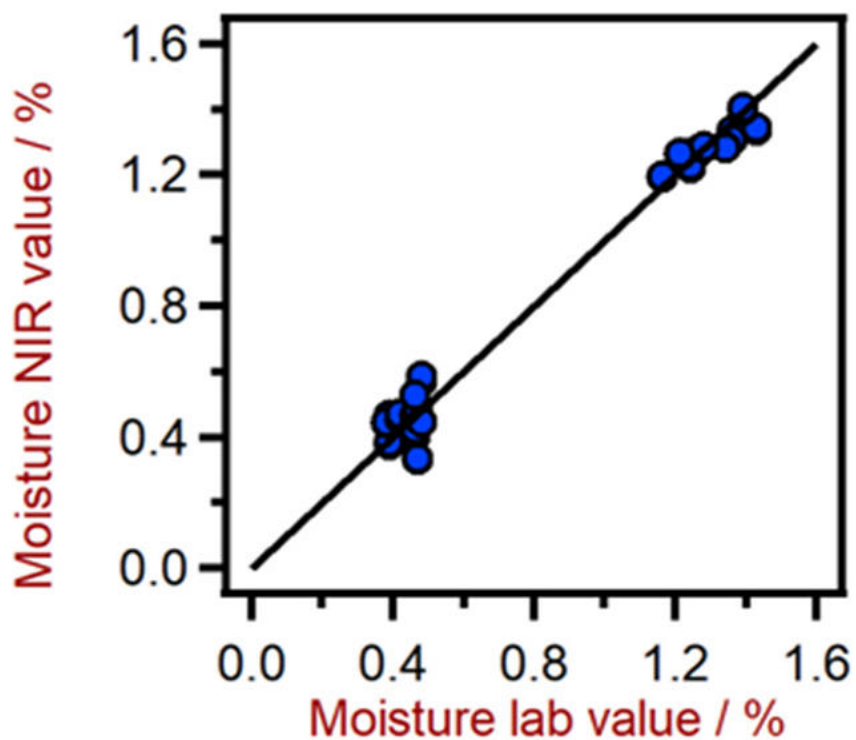


Figure 6. 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中水分含量的相关图。

表 5. 使用 DS2500 固体分析仪预测聚酰胺中水分含量的品质因数。

绩效指标	数值
R^2	0.991
校准的标准误差	0.041%
交叉验证的标准误差	0.067%

CONCLUSION

这项研究证明了近红外光谱分析聚酰胺的一些关键质量参数的可行性。与湿化学方法相比(表 6),得出结果

的时间是近红外光谱的主要优势,因为所有参数都在不到一分钟的单次测量。

表 6。不同参数的结果概述时间。

参数	程序	出结果的时间
相对粘度	粘度计	90 分钟(制备)+ 1 分钟(粘度测定)
羧基端基	滴定	~90 分钟(制备)+ ~20 分钟(滴定)
胺端基	滴定	~90 分钟(制备)+ ~20 分钟(滴定)
水分	KF滴定	25 分钟(制备)+ 5 分钟(卡尔费休滴定)

CONTACT

瑞士万通中国
北京市海淀区上地东路1号
院1号楼7层702
100085 北京

marketing@metrohm.com.cn



DS2500 Solid Analyzer

坚固结实的近红外光谱仪,用于生产环境和试验室中的质量检查。

DS2500 分析仪是经过验证的灵活解决方案,用于对整个生产链过程中的固体、乳膏和液体进行常规分析。其坚固结实的设计使 DS2500 Analyzer 分析仪不受灰尘、湿度、振动和温度波动的影响,因此非常适用于在恶劣的生产环境中使用。

DS2500 涵盖了从 400 到 2500 nm 的整个光谱范围,并能在不到一分钟时间内提供准确和可再现的结果。

DS2500 Analyzer 满足制药行业的要求,并由于操作简便而能帮助用户完成其日常工作任务。

由于与设备匹配,附件可以承受任何具有挑战性的样品类型,例如:粒料之类的粗颗粒固体或乳膏之类的半固体样品,可获得结果。测量固体的时候,使用 MultiSample Cup 可以提高生产率,可以自动批量测量多 9 个样品。



DS2500

用于在不同样品位置处使用 NIRS DS2500 Analyzer 采集粉末和颗粒反射光谱的大号样品容器。



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air – 通用的光谱分析软件。

Vision Air Complete 是用于监管规范环境的先进易用的软件解决方案。

Vision Air 优点一览:

- 便捷的软件应用和经过适配的用户界面保证了直观简单的操作方式
- 操作过程的创建与维护方式简单
- SQL 数据库,可安全且简单地管理数据

Vision Air Complete (66072208) 版本包含所有用于可见近红外光谱分析质量保证过程的应用:

- 仪器和数据管理应用
- 方法开发应用
- 常规分析应用

其它 Vision Air Complete 解决方案:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)