



Application Note AN-NIR-064

硝酸铵的质量控制 - 快速无损的水分测定

Rapid and non-destructive moisture determination

特种化学品须满足多种质量要求。其中一个质量要求,可能会见于几乎所有的分析证书和参数中,这就是水分含量。测定水分含量的标准方法是卡尔·费休滴定法。

这种方法需要制备可以重现的样本前处理、化学品和废品处理。此外,近红外光谱(NIR)可以用于测定水分。借助这一技术,可以对样本进行分析,而无需制备,也无需任何化学品。

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

使用 DS2500 固体分析仪在全波长范围 (400–2500 nm) 的反射模式下测量硝酸铵样品。为了最大限度地减少粒度影响,使用了旋转的 DS2500 大样品杯。该附件可在不同样品位置进行自动测量,以实现可重现的光谱采集。如图所示 图1, 样品在没有任何准备步骤的情况下进行测量。Metrohm 软件包 Vision Air Complete 用于所有数据采集和预测模型开发。

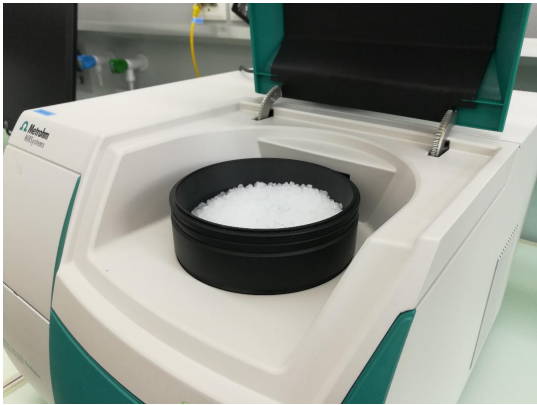


Figure 1. 样品装入旋转的 DS2500 大样品杯中。

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

RESULT

获得的 Vis-NIR 光谱 (图 2) 用于创建用于确定水分值的预测模型。为了验证预测模型的质量,创建了相关图,显示了 Vis-NIR 预测与主要方法值之间的相关性。各

自的品质因数 (FOM) 显示了常规分析期间预测的预期精度。

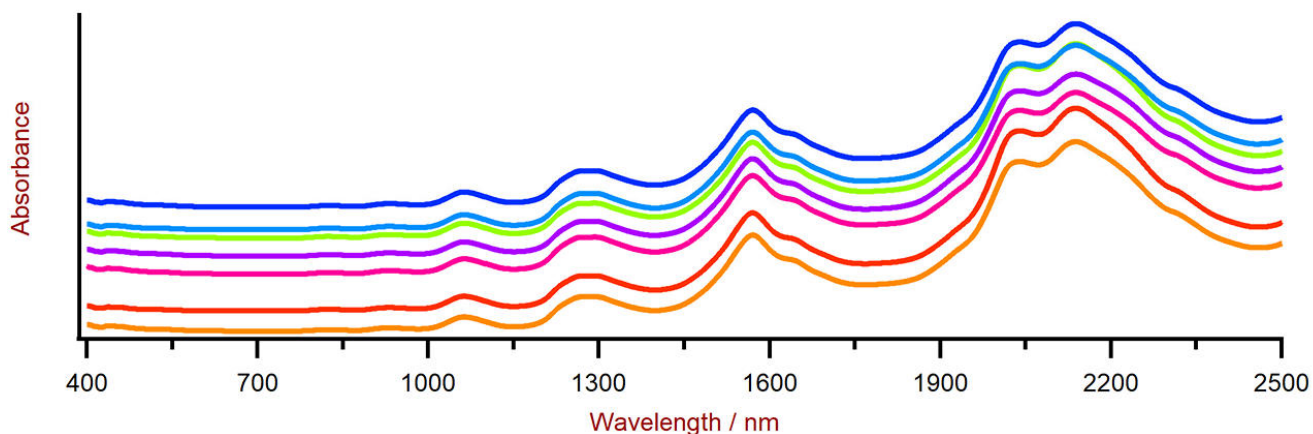


Figure 2. 使用 DS2500 分析仪和旋转样品杯获得的一系列硝酸铵 Vis-NIR 光谱。出于显示原因，应用了光谱偏移。

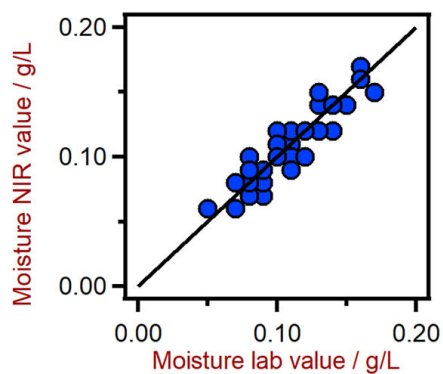


Figure 3. 使用 DS2500 分析仪预测水分含量的相关图。参考实验室值通过容量卡尔费休滴定法进行评估。

表 2。 使用 DS2500 固体分析仪预测水分含量的品质因数。

绩效指标	数值
R^2	0.840
校准的标准误差	0.011 毫克/升
交叉验证的标准误差	0.012 毫克/升

CONCLUSION

本应用简报展示了近红外光谱分析特种化学品(特别是硝酸铵)中低水分含量的可行性。与标准滴定法相比,

减少分析时间和化学品 是近红外光谱的一大优势。

表3。使用滴定法和近红外光谱法测定水分含量的运行成本比较。

	实验室方法	近红外法
分析次数(每天)	10	10
操作员成本(每小时)	\$25	\$25
用于水测定的化学品成本	\$2	\$0
每次分析花费的时间	5分钟	1分钟
总运行成本(每年)	\$8288	\$938

Running Costs / Year

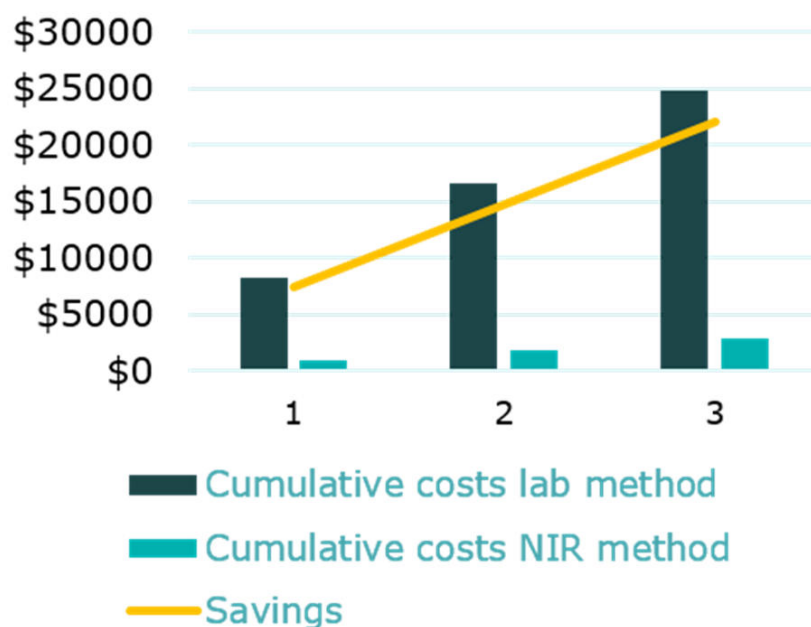


Figure 4. 用体积滴定法和近红外光谱法测定水含量的其他三年累积成本的比较。

CONTACT

Metrohm Taiwan Ltd.
 開封街二段 46 號 5 樓
 108 台北市

info@metrohm.com.tw



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)