



Application Note AN-NIR-077

Feuchtigkeitsanalyse in Caprolactam

Feuchtigkeitskontrolle ohne chemische Abfälle

Caprolactam ist ein wichtiges Polymer, das zur Herstellung von Nylon 6 verwendet wird, dem Grundmaterial für Industriefasern. Weitere Anwendungsgebiete für Caprolactam liegen in der Harz- bzw. Kunststoff-/Polymerindustrie. Aufgrund seiner kommerziellen Bedeutung wurden im Laufe der Jahre viele verschiedene Synthesemethoden entwickelt. Etwa 90 % der weltweiten Produktion werden aus Cyclohexanon synthetisiert, das zunächst in sein Oxim umgewandelt und dann mit Säure behandelt wird, um das Endprodukt zu erzeugen.

Caprolactam ist hygroskopisch und wasserlöslich, daher ist es wichtig, über eine zuverlässige Analysetechnik zur Wasserbestimmung zu verfügen.

Um den Wassergehalt mit herkömmlichen Methoden zu analysieren, muss jede Probe gewogen, aufgelöst, erhitzt und titriert werden. Im Vergleich zur primären Methode bietet die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) einzigartige Vorteile: Sie liefert innerhalb von Sekunden zuverlässige Ergebnisse, erfordert jedoch keine Probenvorbereitung und erzeugt keine chemischen Abfälle.

EXPERIMENTAL CONDITIONS

44 Spektren von Proben mit unterschiedlichem Feuchtigkeitsgehalt wurden mit einem Metrohm DS2500 Solid Analyzer in Kombination mit der Spektroskopie-Software Vision Air Complete gesammelt. Um die Inhomogenität der Probe zu überwinden, wurde die Messung mit einem großen rotierenden Probenbecher durchgeführt. Die Referenzwerte wurden durch KF-Titration ermittelt. Die Ausreißererkennung wurde an vorbehandelten Spektren durchgeführt (2^{nd} Ableitung) unter Verwendung eines Algorithmus zur maximalen Distanz im Wellenlängenraum. Das NIRS-Vorhersagemodell wurde mit den in der folgenden Tabelle beschriebenen Einstellungen erstellt und mittels Kreuzvalidierung validiert.

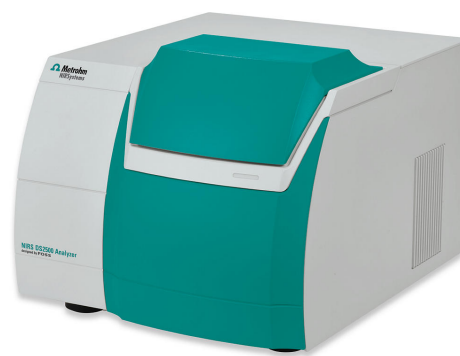


Figure 1. Der DS2500 Solid Analyzer wurde zum Sammeln von Spektren von Caprolactamproben verwendet.

Vorverarbeitung	Algorithmus	Validierungstyp
2^{nd} Derivat	Bitte	Validierungssatz

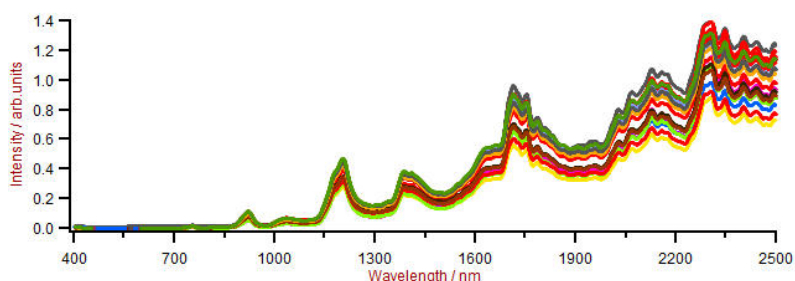


Figure 2. Caprolactamproben mit unterschiedlichem Wassergehalt.

RESULT & CONCLUSION

Das erhaltene Korrelationsdiagramm zeigt eine hohe Korrelation ($R^2 = 0,98$) zwischen der durch NIRS vorhergesagten Feuchtigkeit und der Titrationsmethode. Die SEC- und SECV-Werte liegen

im Bereich von 60 mg/l, was beweist, dass NIRS eine empfindliche und geeignete Technik zur Feuchtigkeitsbestimmung ist.

# Faktoren	R2	SEC	SECV
------------	----	-----	------

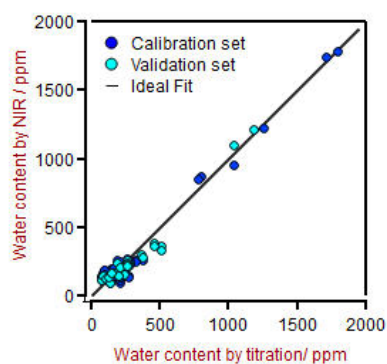


Figure 3. Korrelationsdiagramm für die durch NIRS vorhergesagte Feuchtigkeit im Vergleich zur Titration.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

CONFIGURATION



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 Probenotyp, 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.



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)



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflektion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.