



Application Note AN-NIR-035

# Qualitätskontrolle von Polyolen

## Chemikalienfreie Bestimmung der Hydroxylzahl nach ASTM D6342-12

Toxische und korrosive Chemikalien wie p-Toluolsulfonylisocyanat (TSI) und Tetrabutylammoniumhydroxid werden für die Hydroxylzahl-Analyse von Polyolen durch Titration gemäß ASTM D4274-16 verwendet. Diese Applikation Note zeigt, wie der XDS RapidLiquid Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-

Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine kosteneffiziente und schnelle Lösung für die Bestimmung der Hydroxylzahl (OH) von Polyolen ohne solche toxischen Materialien bietet. **Ohne Probenvorbereitung oder Chemikalien** ermöglicht die Vis-NIR-Spektroskopie die Analyse von Polyolen in **weniger als einer Minute**.

## EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Die Polyolproben wurden mit dem XDS RapidLiquid Analyzer im Transmissionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Eine reproduzierbare Spektrenerfassung wurde durch die integrierte Temperaturkontrolle (bei 30 °C) des XDS RapidLiquid Analyzers erreicht. Der Einfachheit halber wurden Einweggefäße mit einer Schichtdicke von 4 mm verwendet, was eine Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



**Abbildung 1.** XDS RapidLiquid Analyzer mit einer Polyolprobe, die sich in einem 4 mm Einwegfläschchen befindet.

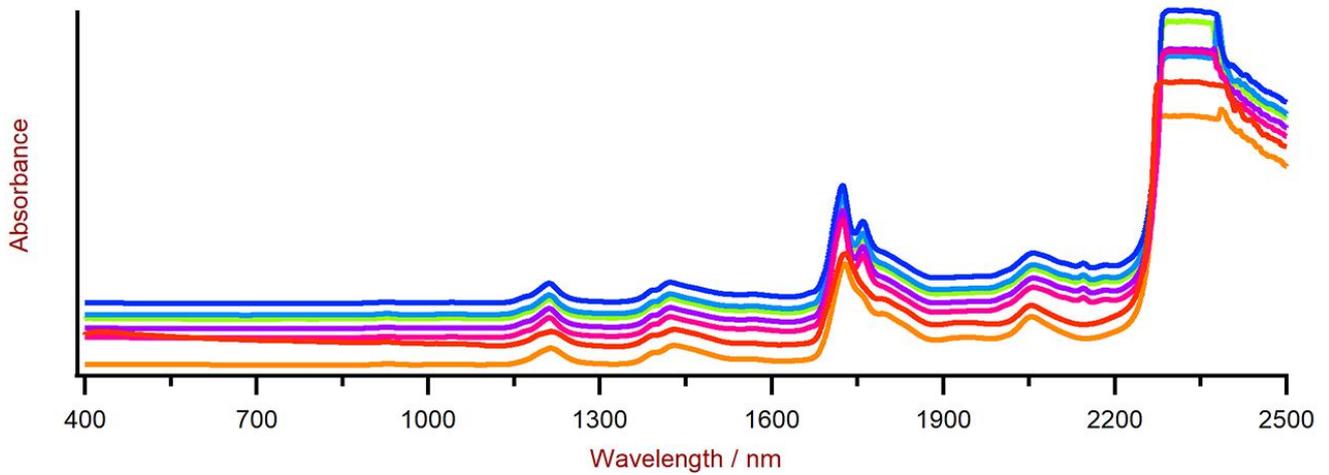
**Tabelle 1.** Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
XDS RapidLiquid-Analyzer	2.921.1410
Einwegfläschchen, 4 mm Durchmesser	6.7402.010
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

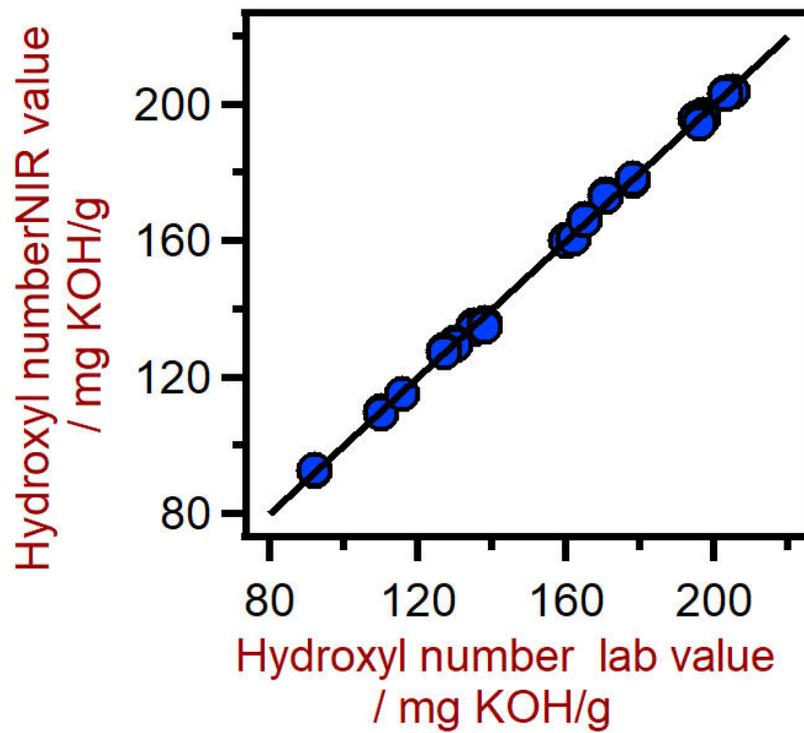
## ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um Vorhersagemodelle für die Quantifizierung der Hydroxylzahl in Polyolproben zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die

die Beziehung zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den primären Methodenwerten darstellen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision einer Vorhersage während der Routineanalyse (**Abbildung 3**).



**Abbildung 2.** Auswahl von Polyol Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 4 mm Einwegfläschchen gewonnen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektren-Offset angewendet.



**Abbildung 3.** Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Hydroxylzahl in Polyolen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Laborwert der Hydroxylzahl wurde durch Titration ermittelt.

**Tabelle 2.** Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Hydroxylzahl in Polyolen unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R <sup>2</sup>	0.998
Standardfehler der Kalibrierung	1,28 mg KOH/g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	1,42 mg KOH/g

## FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse der Hydroxylzahl in Polyolen gemäß ASTM D6342-12. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden sind die **Betriebskosten** bei Verwendung der NIR-

Spektroskopie **deutlich geringer** (Tabelle 3 und Abbildung 4). Außerdem müssen für die Analyse keine gefährlichen Chemikalien verwendet werden wie bei ASTM D4274-16.

**Tabelle 3.** Vergleich der Betriebskosten für die Bestimmung der Hydroxylzahl mit Titration und NIR-Spektroskopie.

	Labormethode	NIR-Methode
Anzahl Analysen (pro Tag)	10	10
Bedienerkosten (pro Stunde)	\$25	\$25
Kosten für Verbrauchsmaterialien und Chemikalien OH-Nummer	\$6	\$1
Zeitaufwand pro Analyse	5 Minuten	1 Minute
Gesamtbetriebskosten (pro Jahr)	\$18'188	\$2'063



**Abbildung 4.** Vergleich der kumulierten Kosten über drei Jahre für die Bestimmung der Hydroxylzahl mit Titration und NIR-Spektroskopie.

## CONTACT

Metrohm Inula  
Shuttleworthstraße 25  
1210 Wien

office@metrohm.at



### NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



## 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)