



Application Note AN-NIR-064

Quality control of Ammonium Nitrate

Rapid and non-destructive moisture determination

Specialty chemicals have to fulfill multiple quality requirements. One of these quality parameters, which can be found in almost all certificates of analysis and specifications, is the moisture content. The standard method for the determination of moisture content is Karl Fischer titration.

This method requires reproducible sample preparation, chemicals, and waste disposal. Alternatively, near-infrared spectroscopy (NIR) can be used for the determination of moisture content. With this technique, samples can be analyzed without any preparation and without using any chemicals.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

Ammonium nitrate samples were measured with a DS2500 Solid Analyzer in reflection mode over the full wavelength range (400–2500 nm). To minimize particle size effects, a rotating DS2500 Large Sample Cup was employed. This accessory enables an automated measurement at different sample locations for a reproducible spectrum acquisition. As displayed in **Figure 1**, samples were measured without any preparation steps. The Metrohm software package Vision Air Complete was used for all data acquisition and prediction model development.

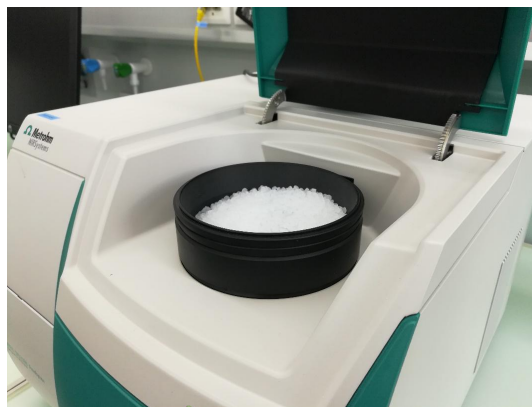


Figure 1. Samples filled in the rotating DS2500 Large Sample Cup.

Table 1. Hardware and software equipment overview

Equipment	Metrohm number
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Large Sample Cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RESULT

The obtained Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create a prediction model for the moisture value determination. To verify the quality of the prediction model, correlation diagrams were created, which

display the correlation between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.

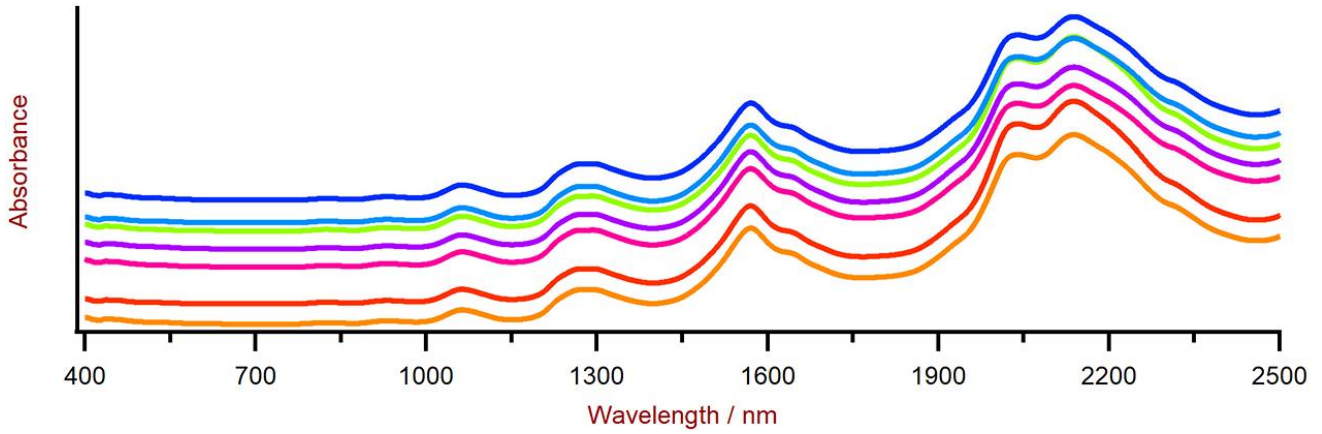


Figure 2. A selection of ammonium nitrate Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Analyzer and a rotating sample cup. For display reasons a spectra offset was applied.

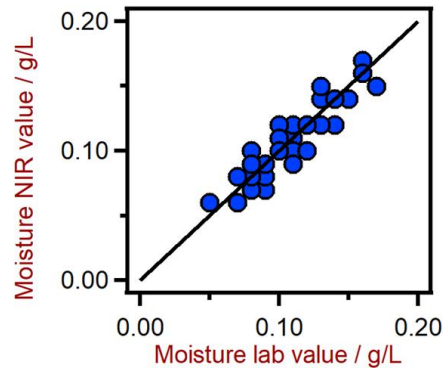


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of moisture content using a DS2500 Analyzer. The reference lab values were evaluated with volumetric Karl Fischer titration.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the moisture content using a DS2500 Solid Analyzer.

Figures of merit	Value
R^2	0.840
Standard error of calibration	0.011 mg/L
Standard error of cross-validation	0.012 mg/L

CONCLUSION

This application note demonstrates the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of low moisture content in specialty chemicals, specifically ammonium

nitrate. In comparison to the standard titration method, the **reduction of analysis time and chemicals** is a major advantage of NIR spectroscopy.

Table 3. Comparison of running costs for the determination of the moisture content with titration and NIR spectroscopy.

	Lab method	NIR method
Number of analyses (per day)	10	10
Cost of operator (per hour)	\$25	\$25
Costs of chemicals for water determination	\$2	\$0
Time spent per analysis	5 min	1 min
Total running costs (per year)	\$8,288	\$938

Running Costs / Year

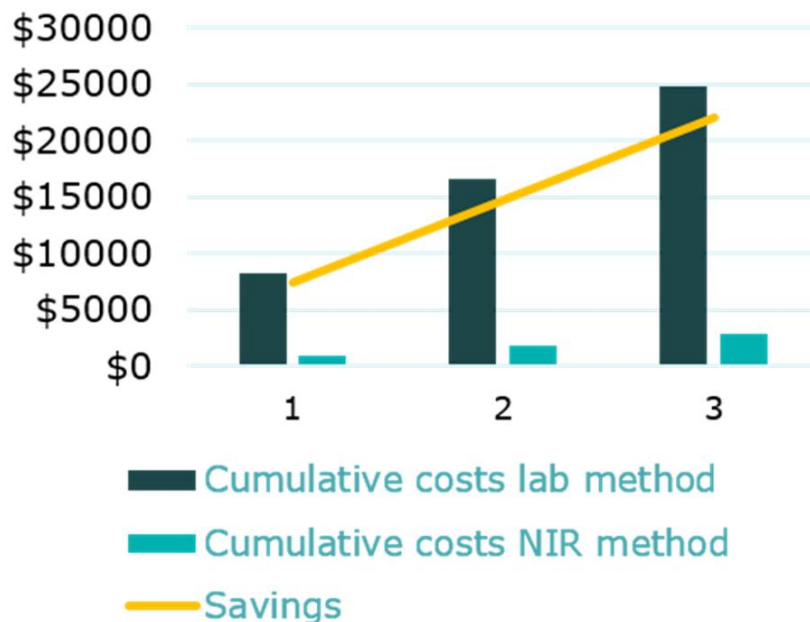


Figure 4. Comparison of the cumulative costs over three years for the determination of water content with volumetric titration and NIR spectroscopy.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch



DS2500 Solid Analyzer

Spectroscopie proche infrarouge robuste pour le contrôle de la qualité en laboratoire et en environnement de production.

L'analyseur DS2500 Analyzer est la solution éprouvée et souple destinée aux analyses de routine de matières solides, de crèmes et, en option, de liquides, tout au long de la chaîne de fabrication. Sa conception robuste fait du DS2500 Analyzer un appareil insensible à la poussière, à l'humidité, aux vibrations ainsi qu'aux variations de température, et donc particulièrement adapté aux rudes conditions d'un environnement de production.

Le DS2500 couvre l'ensemble de la gamme spectrale de 400 à 2 500 nm et fournit des résultats exacts et reproductibles en moins d'une minute. Le DS2500 Analyzer répond aux exigences de l'industrie pharmaceutique et représente une aide précieuse pour les opérations de routine quotidiennes grâce à sa simplicité d'utilisation.

Grâce à des accessoires parfaitement adaptés à l'appareil, il atteint des performances sans précédent avec tous les types d'échantillons, quel que soit le défi qu'ils opposent (matières solides à gros grains comme les granulats ou échantillons semi-solides ou liquides telles les crèmes). La productivité lors de mesures de matières solides peut encore être augmentée par l'utilisation du MultiSample Cup, lequel permet des mesures automatisées en série jusqu'à un maximum de 9 échantillons.



DS2500 Récipient d'échantillon, grand

Grand récipient d'échantillon pour l'enregistrement de spectre par réflexion de poudres et de granulés en différents points de l'échantillon avec le NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Aperçu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sûre et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

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