

Beschichtungsstoffe und deren Rohstoffe
Nahinfrarotspektrometrische Analyse
 Allgemeine Arbeitsgrundlagen

DIN
55673

ICS 87.040; 87.060.01

Paints, varnishes and their raw materials — Analysis by near infrared spectrometry — General working principles

Peintures, vernis et leurs matières premières — Analyse par infrarouge proche — Principes généraux de travail

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitskreis 2.9 „NIR-Spektroskopie“ im FA-Arbeitsausschuß 2 „Lackrohstoffe“ ausgearbeitet. Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Die Norm faßt die Grundlagen der Nahinfrarotspektrometrie (NIR-Spektrometrie) für die Prüfung von Rohstoffen, Zwischenprodukten und Fertigprodukten von Lacken, Anstrichstoffen und ähnlichen Beschichtungsstoffen zusammen. Diese Grundlagen gelten auch für die Anwendung der NIR-Spektrometrie bei der Prozeßkontrolle.

Die Norm umfaßt die gebräuchlichen Arbeitstechniken der Nahinfrarotspektrometrie zur Identitätsprüfung, Klassifizierung und quantitativen Bestimmung der Zusammensetzung und chemisch-physikalischer Parameter. Ziel der Norm ist es, die Arbeitstechniken für die nahinfrarotspektrometrische Analyse (NIR-Analyse) festzulegen.

2 Prinzip

Die zu untersuchende Probe wird mit nahinfraroter Strahlung be- bzw. durchleuchtet und die beobachtete Strahlungsschwächung in Abhängigkeit von der Frequenz registriert. Aus dem so erhaltenen Spektrum lassen sich unter Zugrundelegung geeigneter Kalibration Rückschlüsse auf die Identität, Zusammensetzung bzw. chemisch-physikalische Parameter ziehen.

3 Allgemeines

3.1 Theoretische Grundlagen

Die NIR-Spektrometrie wird eingesetzt für die Identitätsprüfung, Klassifizierung und Quantifizierung von Substanzen und Zubereitungen. Die NIR-Spektren sind zusammengesetzt aus Obertönen und Kombinationsschwingungen im Bereich von $12\,500\text{ cm}^{-1}$ bis $4\,000\text{ cm}^{-1}$ (800 nm bis 2 500 nm). Neben der chemischen Zusammensetzung der Probe haben auch andere Parameter, wie z. B. Partikelgröße, Polymorphismus und die Meßtemperatur, Einfluß auf das Spektrum. Eine Auswertung der Spektren ohne chemometrische Verfahren ist nicht hinreichend aussagekräftig.

Unter Chemometrie wird die Anwendung multivarianter, statistischer Verfahren auf chemisch-analytische Fragestellungen verstanden.

3.2 Einheiten

Die Einheiten sind in SI-Einheiten und daraus abgeleiteten Einheiten (gesetzlichen Einheiten) anzugeben.

Wellenzahl $\tilde{\nu}$

Gebräuchliche Einheit: cm^{-1}

ANMERKUNG 1: $1\text{ cm}^{-1} = 10^2\text{ m}^{-1}$

Wellenlänge λ

Gebräuchliche Einheit: nm

ANMERKUNG 2: $1\text{ nm} = 10^{-9}\text{ m}$

4 Geräte

4.1 Gerätebeschreibung

4.1.1 NIR-Spektrometer

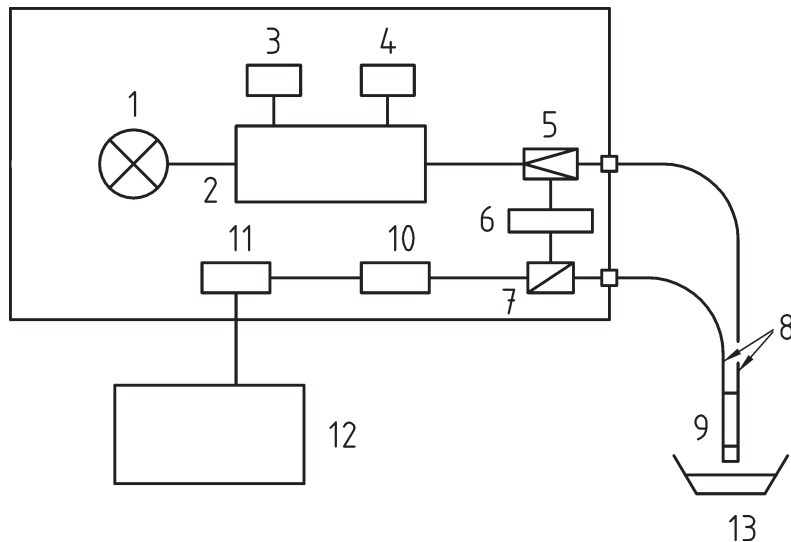
Als Prüfgerät dient ein computergesteuertes, validiertes NIR-Spektrometer. Als Beispiel ist in Bild 1 ein Fourier-Transformation-Nahinfrarotspektrometer (FT-NIR-Spektrometer) beschrieben. Andere Gerätetypen auf Basis dispersiver Technologien sind grundsätzlich als zulässig anzusehen.

4.1.2 Mindestanforderungen an die Funktionsüberprüfung (Geräteselbsttest)

Das Gerät muß entsprechend den Herstellerangaben (z. B. IQ/OQ Dokumentation, siehe [2]) benutzt werden. Die vorgeschriebenen Überprüfungen müssen in regelmäßigen Abständen in Abhängigkeit von Einsatzort und Art der Anwendung durchgeführt und dokumentiert werden. Die Toleranzen müssen innerhalb der Herstellerspezifikation liegen.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.



- | | |
|--------------------|---|
| 1 Strahlungsquelle | 8 Lichtleiter (-Bündel) |
| 2 Interferometer | 9 Sonde |
| 3 Laser | 10 NIR-Detektor |
| 4 Laserdetektor | 11 Signalelektronik |
| 5 Strahlumschalter | 12 Rechner mit Steuer- und Auswertesoftware |
| 6 Probe (Küvette) | 13 Probe |
| 7 Strahlteiler | |

Bild 1: Wesentliche Teile eines FT-NIR-Spektrometers

- Die **Überprüfung der Intensitätskurve** erfolgt durch Vermessen eines geeigneten Reflexionsstandards, z. B. Polytetrafluorethen (PTFE), bzw. durch eine Leermessung und im Vergleich mit im System hinterlegten Referenzkurven.
- Die **Überprüfung der Wellenlängen- bzw. Wellenzahlpräzision** erfolgt mit mindestens einem Wellenzahlstandard, welcher im interessierenden Wellenzahlbereich charakteristische Absorptions-Maxima besitzt, z. B. Polymethylmethacrylat (PMMA), Polystyrol (PS) oder Seltenerd-Oxide (rückführbar auf NIST¹⁾ Standard Reference Material Nr 1920).
- Die **Überprüfung des Geräterauschens** erfolgt mittels eines Reflexions-Standards, z. B. Polytetrafluorethen (PTFE), bzw. Leermessungen, Messung entsprechend den spezifischen Herstellervorgaben und Bestimmung des photometrischen Rauschens.
- Die **Überprüfung von Software und Algorithmen (Software-Validation)** erfolgt mit Hilfe geeigneter Prozeduren entsprechend den spezifischen Herstellerangaben, um die bestimmungsmäßige Funktion von Software und Algorithmen sicherzustellen.

4.2 Probenmeßtechniken

4.2.1 Messung in diffuser Reflexion

Messungen an allen reflektierenden Materialien wie Pulvern, Granulaten, elektrisch nichtleitenden Oberflächen, Emulsionen, Dispersionen, entweder durch direktes Eintauchen bzw. Berühren (mit) der Reflexionfasersonde (Faserbündel) oder durch berührungsfreie Messung, z. B. auch durch Glas(gefäße). Bei grobkörnigen, granulatartigen bzw. großflächigen Proben muß während der Messung eine ausreichende Probenrepräsentanz sichergestellt sein, z. B. durch Bewegen der Probe.

4.2.2 Messung in Transflexion

Messungen an ausreichend transmittierenden Proben sowie an Emulsionen und Dispersionen mit Hilfe von geeigneten Zusatzeinrichtungen, die eine zu definierende Schichtdicke und eine diffuse Reflexionsfläche beinhalten.

4.2.3 Messung in Transmission

Messungen an überwiegend transmittierenden Proben. Die Proben werden entweder mit geeigneten Transmissionstauschsonden bzw. Durchflußküvetten über Lichtleiter oder in geeigneten Küvetten bzw. Probenhalterungen vermessen.

5 Sicherheitshinweise

Beim Hantieren mit Chemikalien, insbesondere Lösemitteln, sind die entsprechenden gesetzlichen bzw. berufsgenossenschaftlichen Vorschriften und Vorsichtsmaßnahmen zu beachten.

Die Sicherheitshinweise des Geräteherstellers sind zu beachten.

6 Vorbereitung der Messung

Die Betriebsbereitschaft des Gerätes wird entsprechend den Herstellerangaben sichergestellt und gegebenenfalls mit dem regelmäßig auszulösenden Geräteselbsttest auf ordnungsgemäßes Funktionieren geprüft.

Nach einer Sichtprüfung wird die Meßanordnung durch Aufnehmen eines Leerspektrums/Referenzspektrums auf Funktionieren und Sauberkeit geprüft. Gegebenenfalls ist die Meßanordnung so lange zu reinigen, bis das Anforderungsprofil für die jeweilige Anwendung erfüllt ist.

¹⁾ NIST National Institute of Standards and Technology, Washington, USA