



Application Note AN-NIR-077

Moisture analysis in caprolactam

Moisture control without chemical waste

Caprolactam is an important polymer used for the production of Nylon 6, which is the base material for industrial fibers. Other application areas for caprolactam are in the resin or plastic/polymer industry. Due to its commercial significance, many different synthesis methods have been developed over the years. Around 90% of the global production is synthesized from cyclohexanone, which is first converted to its oxime and then treated with acid to create the final product. Caprolactam is hygroscopic

and water soluble, therefore it is important to have a reliable analysis technique for water determination. Analyzing the water content by conventional methods requires each sample to be weighed, dissolved, heated, and titrated. Compared to the primary method, near-infrared spectroscopy (NIRS) offers unique advantages: it generates reliable results within seconds, but it does not need any sample preparation nor does it create chemical waste.

EXPERIMENTAL CONDITIONS

44 spectra of samples with different moisture content were collected using a Metrohm DS2500 Solid Analyzer in combination with the Vision Air Complete spectroscopy software. To overcome sample inhomogeneity, the measurement was performed with a large sample cup in rotation. The reference values were obtained by KF-titration. Outlier detection was performed on pre-treated spectra (2^{nd} derivative) using a maximum distance in wavelength space algorithm. The NIRS prediction model was created with the settings described in the following table and validated using cross validation.

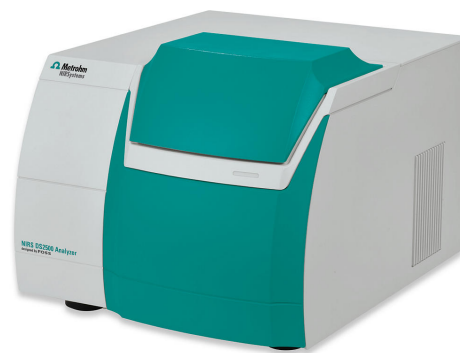


Figure 1. The DS2500 Solid Analyzer was used to collect spectra of caprolactam samples.

| Pre-Processing | Algorithm | Validation Type |
|----------------------------|-----------|-----------------|
| 2^{nd} derivative | PLS | Validation Set |

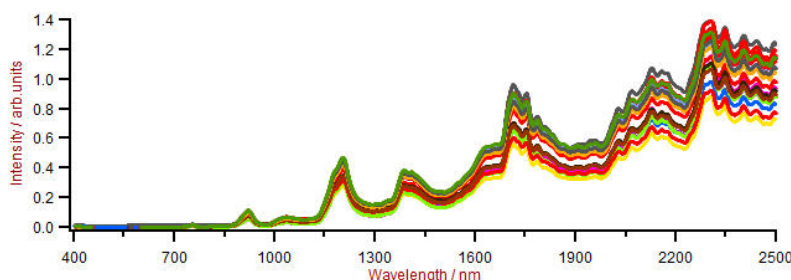


Figure 2. Caprolactam samples with varying water content.

RESULT & CONCLUSION

The obtained correlation graph displays a high correlation ($R^2 = 0.98$) between moisture predicted by NIRS and the titration method. SEC and SECV values

are in the range of 60 mg/L, which proves that NIRS is a sensitive and suitable technique for moisture determination.

| # Factors | R^2 | SEC | SECV |
|-----------|-------|---------|---------|
| 2 | 0.98 | 53 mg/L | 58 mg/L |

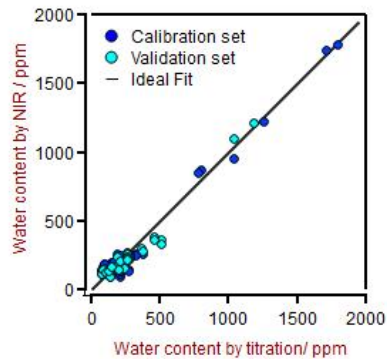


Figure 3. Correlation graph for moisture predicted by NIRS vs titration.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

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 Proben typ, 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.