



Application Note AN-NIR-084

Qualitätskontrolle von Silikonkautschuk

Schnelle Bestimmung des Vinylgehalts ohne Chemikalien

Die Bestimmung des Vinylgehalts von Silikonkautschuk ist ein langwieriger und schwieriger Prozess. Zunächst müssen die Vinylgruppen durch Reaktion mit einer Säure in Ethylen umgewandelt werden, gefolgt von der Bestimmung des erzeugten Ethylens mit Gaschromatographie (GC). Diese Application Note zeigt, dass die Vis-NIR-Spektroskopie (sichtbares Nahinfrarot) eine **kosteneffiziente und schnelle** Lösung für die Bestimmung des **Vinylgehalts in Silikonkautschuk** darstellt. Mit dem DS2500 Solid

Analyzer ist es möglich, **in weniger als einer Minute Ergebnisse ohne Probenvorbereitung oder chemische Reagenzien zu erhalten**. Für die Standard-GC-Methode wird eine Stunde benötigt, und es sind hochqualifizierte Analytiker erforderlich. Im Gegensatz zur primären Methode ist die Vis-NIR-Spektroskopie eine kosteneffiziente und schnelle analytische Lösung für die Bestimmung des Vinylgehalts in Silikonkautschuk.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Silikonproben wurden mit einem DS2500 Solid Analyzer im Transflexionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Es wurde ein DS2500 Slurry Cup verwendet, der die Positionierung der Probe und die Reinigung des Probengefäßes vereinfacht. Der 1 mm große diffuse Goldreflektor definiert für alle Messungen die gleiche Schichtdicke, um reproduzierbare Ergebnisse zu gewährleisten. Wie in **Abbildung 1** dargestellt, wurden die Proben ohne jeglichen Vorbereitungsschritt gemessen. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



Abbildung 1. DS2500 Solid Analyzer mit einer Silikonkautschukprobe im DS2500 Slurry Cup.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
DS2500 Analyzer	2.922.0010
DS2500 Slurry Cup	6.7490.430
Gold-Diffusreflektor 1 mm	6.7420.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung des Vinylgehalts in Silikonkautschuk verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen

bewertet, die die Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision einer Vorhersage während der Routineanalyse.

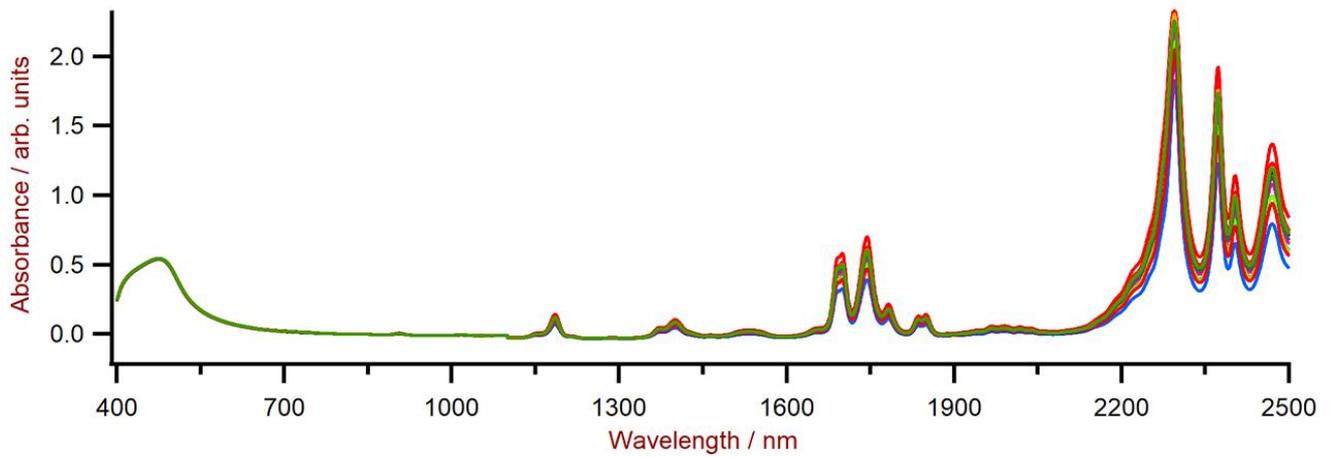


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Silikonkautschuk, die mit einem DS2500 Analyzer und einem rotierenden DS2500 Slurry Cup gewonnen wurden.

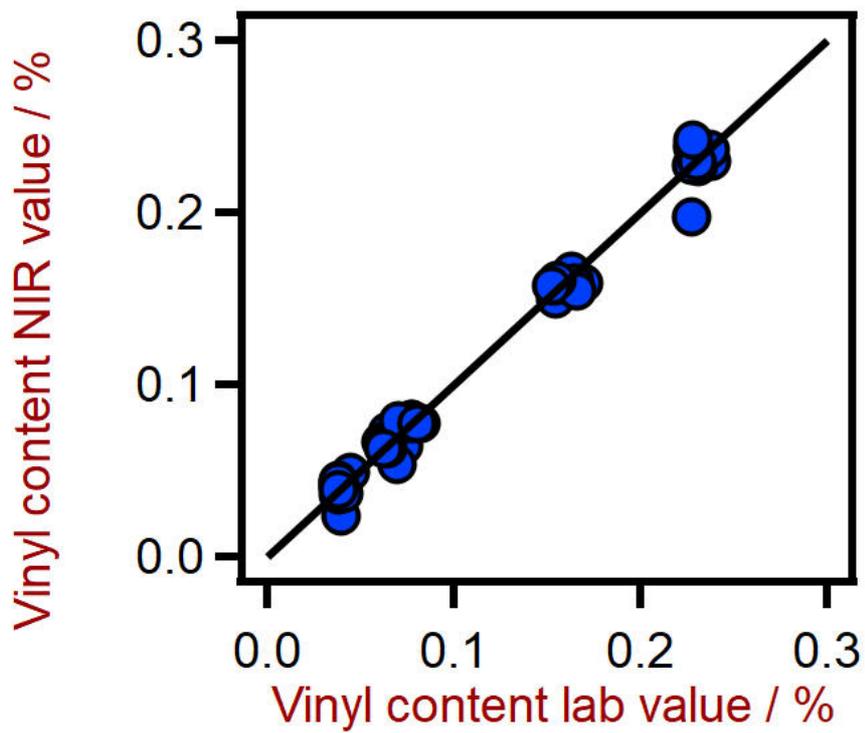


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Vinylgehalts in Silikonkautschuk unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der Laborwert für den Vinylgehalt wurde mit Hilfe der Gaschromatographie ermittelt.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Vinylgehalts in Silikonkautschuk unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R ²	0.989
Standardfehler der Kalibrierung	0.0076%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.0089%

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Durchführbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse des Vinylgehalts in Silikonkautschuk. Im Vergleich zu gaschromatographischen Methoden

(Tabelle 3) ist die Zeit bis zum Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-Spektroskopie, da eine einzige Messung in weniger als einer Minute durchgeführt werden kann.

Tabelle 3. Zeit bis zur Ergebnisübersicht für den Parameter Vinylgehalt.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
Vinylgehalt	Gaschromatographie	10 Min. (Vorbereitung) + 50 Min. (GC)

Interne Referenz: AW NIR CN-0016-082019

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



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.



DS2500 Slurry Cup

Der Slurry Cup ist das ideale Probengefäß für die Analyse von hochviskosen Substanzen mit dem DS2500. Die Positionierung von Pasten und Cremes in den Slurry Cup ist dank dem offenen Design einfach möglich und erlaubt ebenfalls eine schnelle und effektive Reinigung.

In Kombination mit dem Liquid Kit (6.7400.010) können auch klare viskose Proben untersucht werden.



NIRS Gold-Reflektor, 1 mm Gesamtschichtdicke

Gold-Reflektor für die Transflexionsmessung von Flüssigkeiten. Kombinierbar mit folgenden Geräten:

- NIRS DS2500 Analyzer (**Bestellnummer: 2.922.0010**)
- NIRS XDS MaserLab Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1310**)
- NIRS XDS MultiVial Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1120**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer (**Bestellnummer: 2.921.1110**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer - Solids (**Bestellnummer: 2.921.1210**)



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)