



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 (2nd 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.

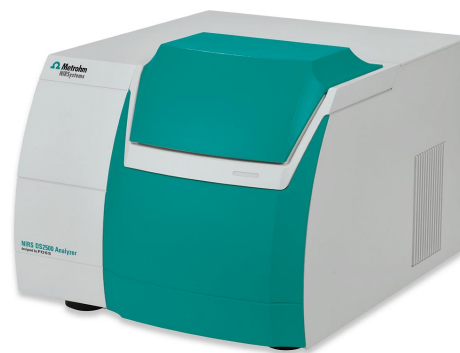


Figure 1. The DS2500 Solid Analyzer was used to collect spectra of caprolactam samples.

Pre-Processing	Algorithm	Validation Type
2 nd derivative	PLS	Validation Set

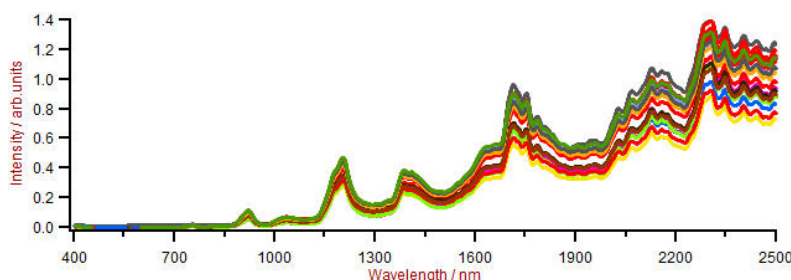


Figure 2. Caprolactam samples with varying water content.

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

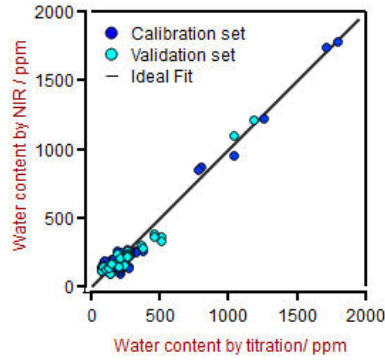


Figure 3. Correlation graph for moisture predicted by NIRS vs titration.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



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.



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)



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.