



Application Note AN-NIR-076

Quality control of polyvinyl alcohol

Improved polymer quality control with NIR spectroscopy

Polyvinyl alcohol (PVA) is used in a variety of medical products (e.g. eye drops) due to its low toxicity, low protein adhesion, and film forming properties. PVA is a linear polymer, which forms copolymers of vinyl acetate and vinyl alcohol. The degree of alcoholysis is the percentage of hydroxyl functional groups compared to the total functional groups accessible in the molecule. It is an important index for the water solubility, viscosity, and adhesion of the product. Conventional alcoholysis determination requires each

sample to be weighed, dissolved, heated, cooled, and titrated. This procedure can take up to six hours per sample. Compared to the primary method, analysis with near-infrared spectroscopy (NIRS) only takes one minute. The following application note describes the determination of the degree of alcoholysis by NIRS. Aside from alcoholysis, additional quantification methods for sodium acetate and volatiles can be established.

EXPERIMENTAL CONDITIONS

54 spectra from 18 different sample batches 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 titration. Outlier detection was performed on pre-processed 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 the spectra of PVA polymer.

Pre-processing	Algorithm	Validation type
2 nd derivative	PLS	Cross-validation



Figure 2. Selection of polymer spectra with varying degrees of alcoholysis.

RESULT & CONCLUSION

The obtained correlation graph displays a high correlation ($R^2 = 0.98$) between alcoholysis degree predicted by NIRS and the primary lab method. A

close ratio between SEC and SECV ($< 10\%$), proves that the method is valid.

# Factors	R^2	SEC	SECV
3	0.98	0.24%	0.25%

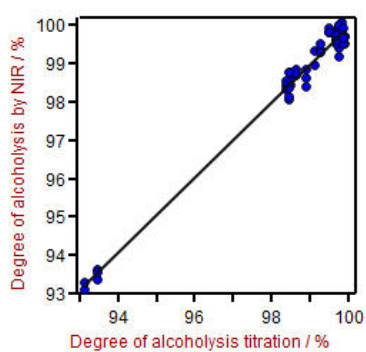


Figure 3. Correlation graph for alcoholysis degree predicted by NIRS vs. lab method.

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 Récepteur d'échantillon, grand

Grand récepteur 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.