



Application Note AN-NIR-084

Contrôle de la qualité du caoutchouc de silicone

Détermination rapide de la teneur en vinyle sans produits chimiques

La détermination de la teneur en vinyle du caoutchouc de silicone est un processus long et difficile. Tout d'abord, les groupes vinyles doivent être convertis en éthylène par réaction avec un acide, puis l'éthylène produit doit être déterminé par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

Cette note d'application démontre que la spectroscopie Vis-NIR (visible proche infrarouge) constitue une **solution économique et rapide** pour la détermination de la **teneur en vinyle dans le**

caoutchouc de silicone. Avec l'analyseur de solides DS2500, il est possible d'obtenir des **résultats en moins d'une minute sans préparation d'échantillon ni réactifs chimiques.** La méthode GC standard nécessite une heure de travail, avec des analystes hautement qualifiés. Contrairement à la méthode primaire, la spectroscopie Vis-NIR est une solution analytique rapide et économique pour la détermination de la teneur en vinyle dans le caoutchouc de silicone.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Les échantillons de silicium ont été mesurés avec un analyseur de solides DS2500 en mode transflection sur toute la gamme de longueurs d'onde (400-2500 nm). Une coupelle à bouillie DS2500 a été utilisée, ce qui simplifie le positionnement de l'échantillon et le nettoyage de la cuve à échantillon. Le réflecteur diffus en or de 1 mm définit la même longueur de trajet pour toutes les mesures afin de garantir des résultats reproductibles. Comme le montre la **figure 1**, les échantillons ont été mesurés sans aucune étape de préparation. Le logiciel Metrohm Vision Air Complete a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.

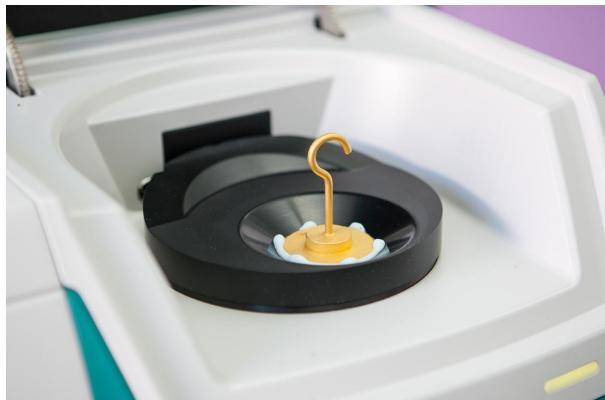


Figure 1. DS2500 Solid Analyzer avec un échantillon en caoutchouc de silicium présent dans le DS2500 Slurry Cup.

Tableau 1. Vue d'ensemble des équipements matériels et logiciels

Equipement	Metrohm référence
DS2500 Analyzer	2.922.0010
DS2500 Slurry Cup	6.7490.430
Gold Diffuse Reflector 1 mm	6.7420.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RÉSULTAT

Les spectres Vis-NIR obtenus (**figure 2**) ont été utilisés pour créer des modèles de prédiction pour la quantification de la teneur en vinyle dans le caoutchouc de silicium. La qualité des modèles de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de

corrélation, qui montrent la corrélation entre la prédiction Vis-NIR et les valeurs de la méthode primaire. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction au cours d'une analyse de routine.

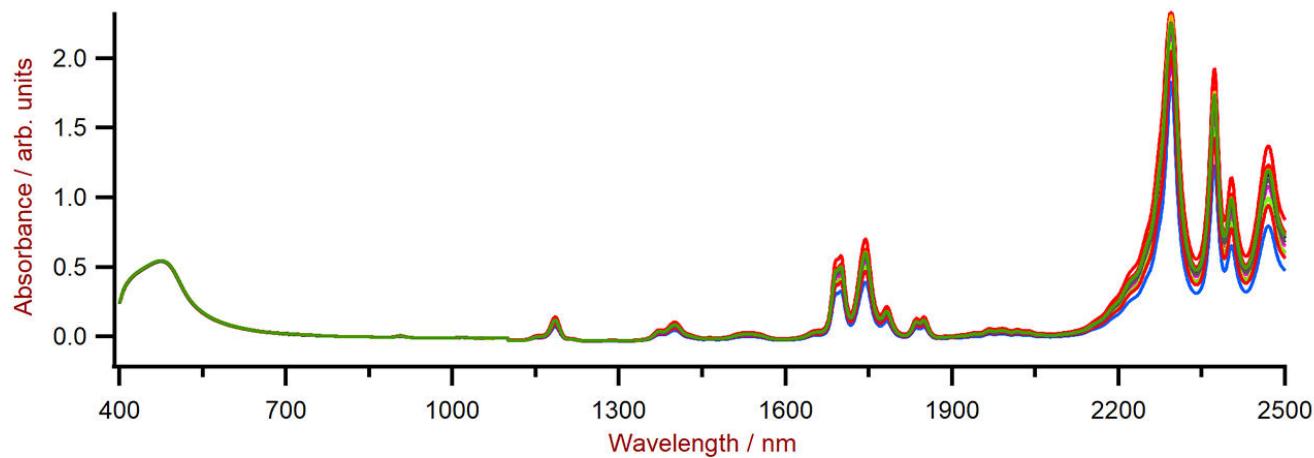


Figure 2. Sélection de spectres Vis-NIR de caoutchouc de silicone obtenus à l'aide d'un analyseur DS2500 et d'une coupelle à bouillie rotative DS2500.

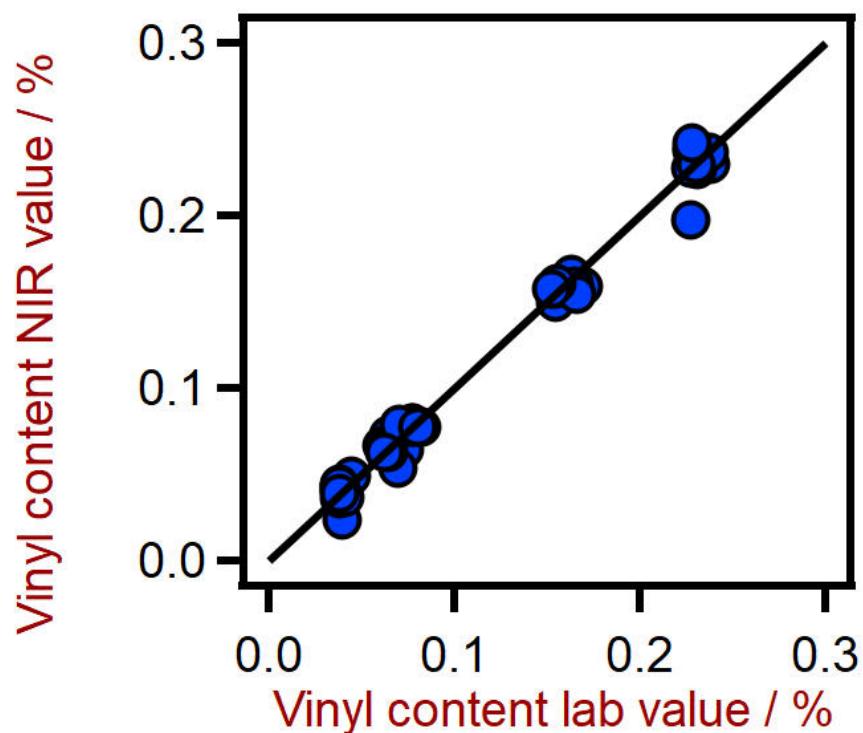


Figure 3. Diagramme de corrélation et figures de mérite respectives pour la prédiction de la teneur en vinyle dans le caoutchouc silicone à l'aide d'un analyseur de solides DS2500. La valeur de laboratoire de la teneur en vinyle a été évaluée par chromatographie en phase gazeuse.

Tableau 2. Chiffres de mérite pour la prédition de la teneur en vinyle dans le caoutchouc de silicone à l'aide d'un analyseur de solides DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R ²	0.989
Erreur standard d'étalonnage	0.0076%
Erreur standard de la validation croisée	0.0089%

CONCLUSION

Cette note d'application démontre la faisabilité de la spectroscopie NIR pour l'analyse de la teneur en vinyle dans le caoutchouc de silicone. Par rapport aux méthodes de chromatographie en phase gazeuse

(tableau 3), le temps nécessaire pour obtenir un résultat est un avantage majeur de la spectroscopie NIR, puisqu'une seule mesure est effectuée en moins d'une minute.

Tableau 3. Aperçu des délais d'obtention des résultats pour le paramètre teneur en vinyle.

Paramètres	Méthode	Délai d'obtention des résultats
Contenu du vinyle	Chromatographie en phase gazeuse	10 min (préparation) + 50 min (GC)

Internal reference: AW NIR CN-0016-082019

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch



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.



DS2500 Slurry Cup

Le récipient d'échantillon Slurry Cup est idéal pour l'analyse de substances de haute viscosité avec le DS2500. Le positionnement des pâtes et des crèmes dans le Slurry Cup est très simple grâce à sa conception ouverte, il permet également un nettoyage rapide et efficace.

En association avec le Liquid Kit (**6.7400.010**), des échantillons clairs et visqueux peuvent également être examinés.



NIRS Réflecteur en or, épaisseur de revêtement totale de 1 mm

Réflecteur en or pour la mesure des liquides par transflexion. Peut se combiner avec les appareils suivants :

- NIRS DS2500 Analyzer (**numéro de commande : 2.922.0010**)
- NIRS XDS MasterLab Analyzer (**numéro de commande : 2.921.1310**)
- NIRS XDS MultiVial Analyzer (**numéro de commande : 2.921.1120**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer (**numéro de commande : 2.921.1110**)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer – Solids (**numéro de commande : 2.921.1210**)



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)