



Application Note AN-NIR-084

Quality Control of Silicone rubber

Fast determination of vinyl content without chemicals

Determination of the vinyl content of silicone rubber is a lengthy and challenging process. First, the vinyl groups must be converted to ethylene by reacting with an acid, followed by the determination of the produced ethylene with gas chromatography (GC).

This application note demonstrates that Vis-NIR (visible near-infrared) spectroscopy provides a **cost-efficient and fast** solution for the determination of vinyl content in silicone rubber. With the DS2500

Solid Analyzer it is possible to obtain results in **less than a minute without sample preparation or any chemical reagents**. The standard GC method requires one hour to perform, along with highly trained analysts. In contrast to the primary method, Vis-NIR spectroscopy, is a cost-efficient and fast analytical solution for the determination of vinyl content in silicone rubber.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

Silicone samples were measured with a DS2500 Solid Analyzer in transflection mode over the full wavelength range (400–2500 nm). A DS2500 Slurry Cup was employed, which simplifies the positioning of the sample and cleaning of the sample vessel. The 1 mm gold diffuse reflector defines the same path length for all measurements to guarantee reproducible results. As displayed in **Figure 1**, samples were measured without any preparation step. The Metrohm software package Vision Air Complete was used for all data acquisition and prediction model development.



Figure 1. DS2500 Solid Analyzer with silicone rubber sample present in DS2500 Slurry Cup.

Table 1. Hardware and software equipment overview

Equipment	Metrohm number
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

RESULT

The obtained Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create prediction models for quantification of vinyl content in silicone rubber. The quality of the prediction models was evaluated using correlation

diagrams, which display the correlation between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.

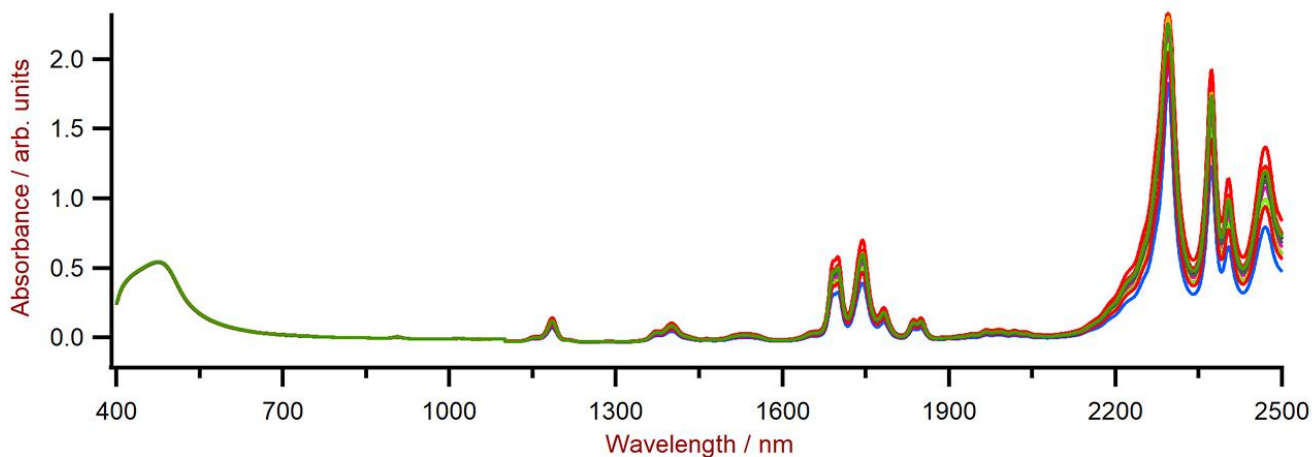


Figure 2. Selection of silicone rubber Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Analyzer and a rotating DS2500 Slurry Cup.

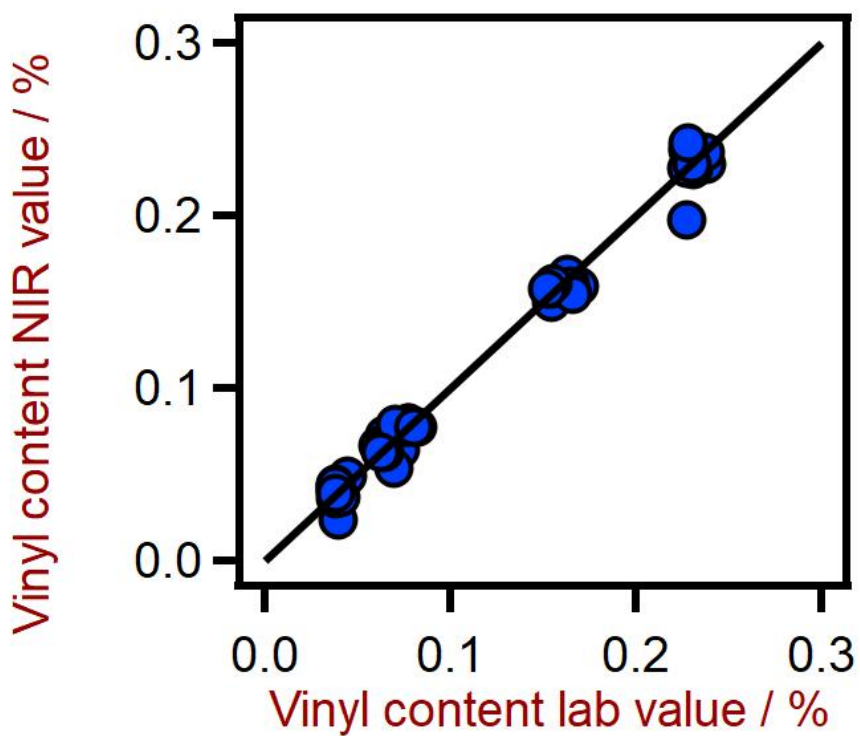


Figure 3. Correlation diagram and the respective figures of merit for the prediction of the vinyl content in silicone rubber using a DS2500 Solid Analyzer. The vinyl content lab value was evaluated using gas chromatography.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the vinyl content in silicone rubber using a DS2500 Solid Analyzer.

Figures of merit	Value
R ²	0.989
Standard error of calibration	0.0076%
Standard error of cross-validation	0.0089%

CONCLUSION

This application note demonstrates the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of vinyl content in silicone rubber. In comparison to gas chromatography

methods (Table 3), the time to result is a major advantage of NIR spectroscopy, since a single measurement is performed in less than a minute.

Table 3. Time to result overview for the parameter vinyl content.

Parameter	Method	Time to result
Vinyl content	Gas chromatography	10 min (preparation) + 50 min (GC)

Internal reference: AW NIR CN-0016-082019

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr



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)