



Application Note AN-NIR-098

Quality Control of PVC granulate

Déterminer facilement le poids moléculaire en quelques secondes

Le PVC (chlorure de polyvinyle) possède des propriétés uniques par rapport à d'autres plastiques dérivés d'oléfines qui ne contiennent que des atomes de carbone et d'hydrogène dans leur structure chimique. Le PVC se caractérise notamment par une stabilité chimique et mécanique accrue, ainsi que par des propriétés ignifuges. Le poids moléculaire du polymère a une influence significative sur ces propriétés. Le poids moléculaire est défini ici comme le poids moyen des molécules qui composent un polymère, et cette valeur donne une indication de la longueur des chaînes de polymère. Pour contrôler la qualité du PVC, il est important de mesurer le poids

moléculaire au cours du processus de production. La méthode standard pour déterminer le poids moléculaire du PVC est la chromatographie d'exclusion de taille (SEC). Cette méthode analytique prend beaucoup de temps et nécessite un personnel qualifié.

La détermination du poids moléculaire du PVC est plus facile avec la spectroscopie dans le proche infrarouge (NIRS). La NIRS fournit des résultats en **quelques secondes** et peut rapidement indiquer si des ajustements au processus de production sont nécessaires.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

33 échantillons de PVC avec des poids moléculaires variables de 113000-192000 g/mol ont été mesurés sur l'analyseur de solides DS2500. 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

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

| Equipement | Numéro Metrohm |
|--------------------------------|----------------|
| NIRS DS2500 Solid Analyzer | 2.922.0010 |
| Vision Air 2.0 Complete | 6.6072.208 |
| Coupe à grand échantillon NIRS | 6.7402.050 |

RESULT

All 33 measured Vis-NIR spectra (**Figure 2**) were used to create a prediction model for quantification of molecular weight. The quality of the prediction model was evaluated using the cross-validation algorithm which displays a very high correlation between Vis-

NIR prediction and the reference values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a NIRS prediction during routine analysis (**Table 2**).

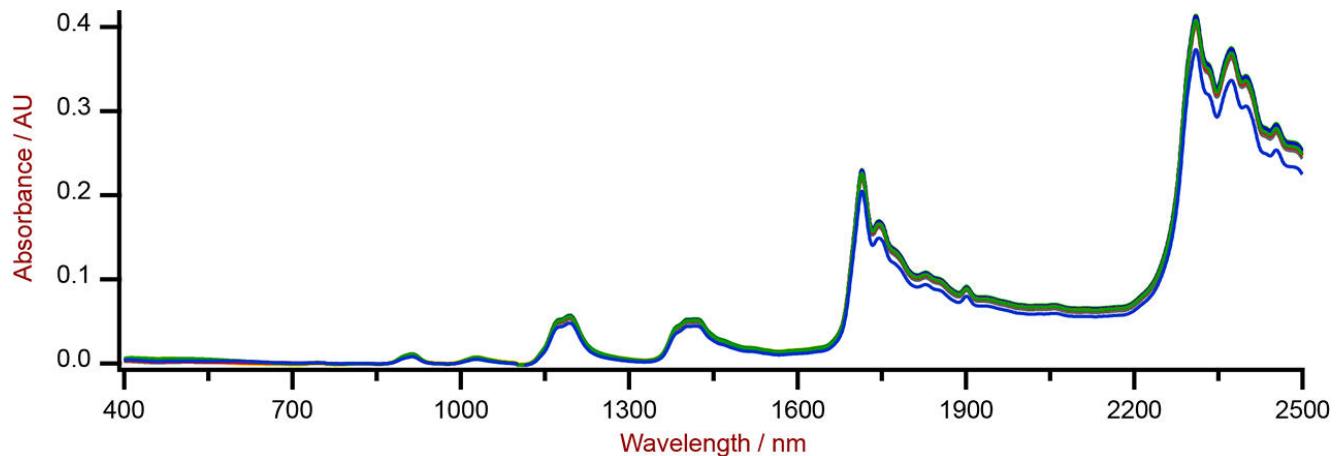


Figure 2. Vis-NIR spectra of PVC granulate samples with different molecular weights measured on a DS2500 Solid Analyzer.

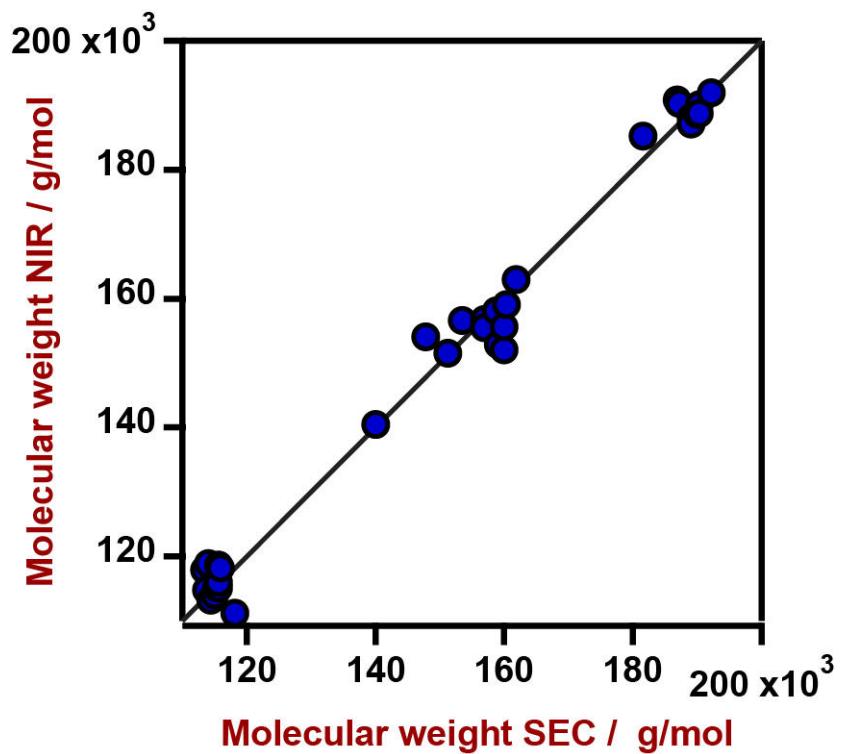


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of PVC molecular weight using a DS2500 Solid Analyzer.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the molecular weight of PVC granulate samples using a DS2500 Solid Analyzer.

| Figures of merit | Value |
|------------------------------------|------------|
| R ² | 0.988 |
| Standard error of calibration | 3640 g/mol |
| Standard error of cross-validation | 5375 g/mol |

CONCLUSION

This application note demonstrates the feasibility to determine the molecular weight in PVC granulate samples with NIR spectroscopy. The PVC molecular weight was successfully determined with NIRS only differing from the reference data with an average of

1.5%. Vis-NIR spectroscopy enables a fast determination with no sample preparation and has proven itself as a suitable method to measure PVC molecular weight.

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.



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.