



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

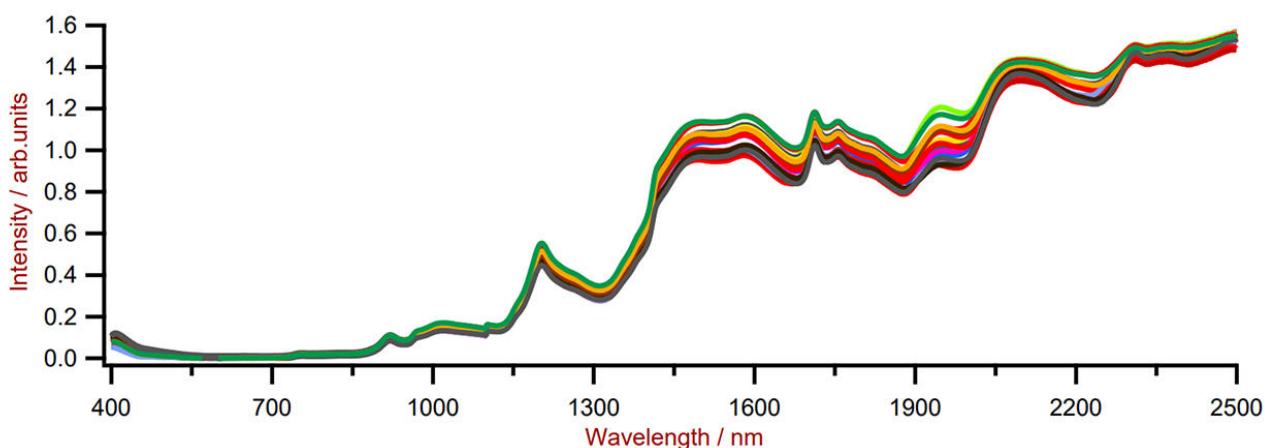


Figure 2. Selection of polymer spectra with varying degrees of alcoholysis.

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	R2	SEC	SECV
3	0.98	0.24%	0.25%

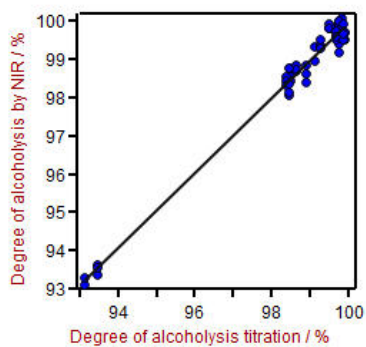


Figure 3. Correlation graph for alcoholysis degree predicted by NIRS vs. lab method.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Proben typ, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflektion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.