



Application Note AN-NIR-060

Controllo qualità delle poliammidi – Determinazione di viscosità, gruppi funzionali e umidità entro un minuto con la spettroscopia NIR

Determinazione della viscosità, dei gruppi funzionali e dell'umidità
entro un minuto utilizzando la spettroscopia NIR

L'analisi della viscosità e dei gruppi funzionali (ASTM D789) delle poliammidi può essere un processo lungo e difficoltoso a causa della solubilità limitata del campione.

Questa Application Note dimostra che l'analizzatore solido DS2500 operante nella regione spettrale del visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR) fornisce una

soluzione economica e rapida per la determinazione simultanea della viscosità relativa, nonché dell'ammina, del carbossilico e dell'umidità contenuto in poliammidi. Con **nessuna preparazione del campione o prodotti chimici necessari**, la spettroscopia Vis-NIR consente l'analisi delle poliammidi in **meno di un minuto**.

STRUMENTI DI ANALISI

I pellet di poliammide sono stati misurati con un analizzatore solido DS2500 in modalità di riflessione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda (400–2500 nm). Per superare la distribuzione delle dimensioni delle particelle e dei componenti chimici è stata impiegata una coppa per campioni grande DS2500 rotante. Ciò ha consentito una misurazione automatizzata in diverse posizioni del campione per un'acquisizione dello spettro riproducibile. Come visualizzato in **Figura 1**, i campioni sono stati misurati senza alcuna preparazione. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.

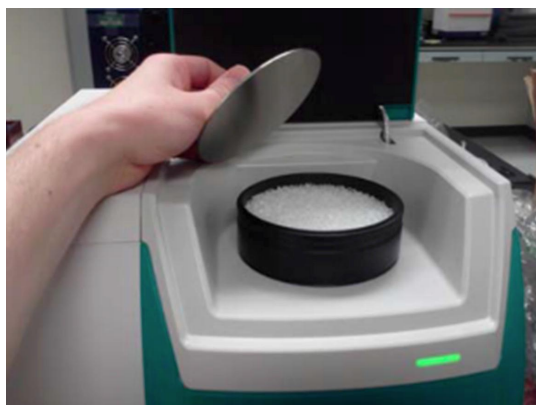


Figura 1. Analizzatore solido DS2500 e pellet di poliammide presenti nella tazza rotante per campioni DS2500 grande.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

| Attrezzatura | Numero metrohm |
|------------------------------|----------------|
| Analizzatore solido DS2500 | 2.922.0010 |
| DS2500 Coppa campione grande | 6.7402.050 |
| Vision Air 2.0 completo | 6.6072.208 |

RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione della viscosità relativa e del gruppo terminale amminico, del gruppo terminale carbossilico e del contenuto di umidità nelle poliammidi. La qualità dei modelli di previsione è stata

valutata utilizzando diagrammi di correlazione, che mostrano la relazione tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario. I rispettivi valori di riferimento (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine.

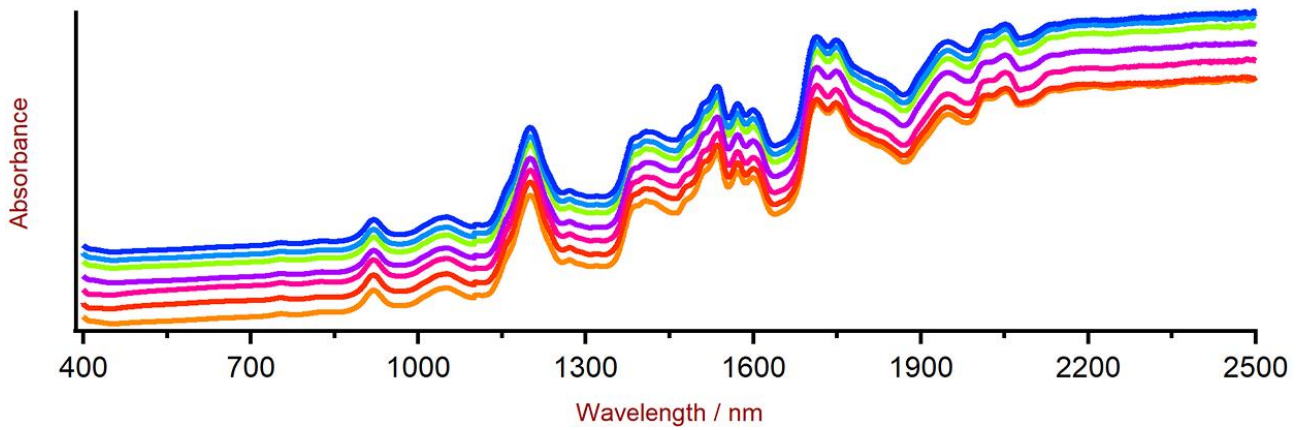


Figura 2. Selezione di spettri Vis-NIR di poliammide ottenuti utilizzando un analizzatore DS2500 e una coppa per campioni grande DS2500 rotante. Per motivi di visualizzazione, gli spettri vengono mostrati con un offset applicato.

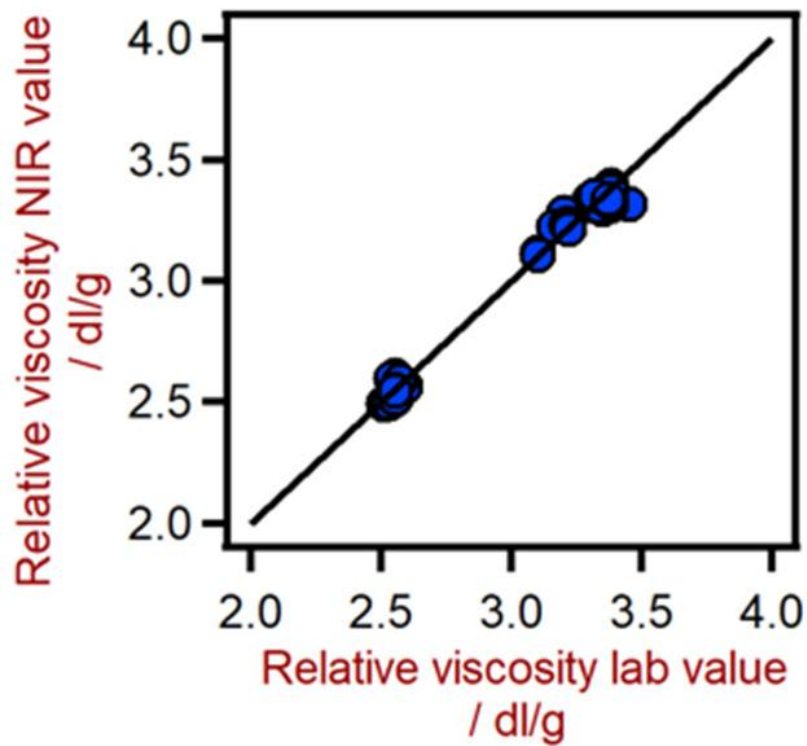


Figura 3. Diagramma di correlazione per la previsione della viscosità relativa delle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio della viscosità relativa è stato valutato utilizzando la viscosimetria.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione della viscosità relativa delle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500.

| Riferimento | Valore |
|---|------------|
| R ² | 0,986 |
| Errore standard di calibrazione | 0,046 dl/g |
| Errore standard di convalida incrociata | 0,055 dl/g |

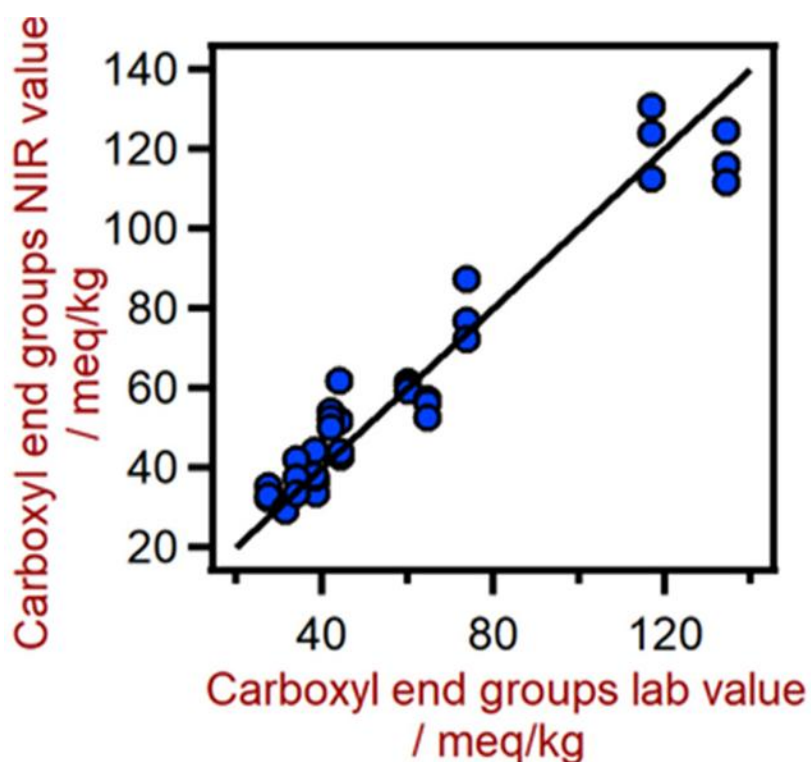


Figura 4. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto del gruppo terminale carbossilico nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio del gruppo terminale carbossilico è stato valutato mediante titolazione.

Tabella 3. Valori di riferimento per la previsione del contenuto del gruppo terminale carbossilico nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500.

| Riferimento | Valore |
|---|------------|
| R ² | 0,972 |
| Errore standard di calibrazione | 6,1 mq/kg |
| Errore standard di convalida incrociata | 11,1 mq/kg |

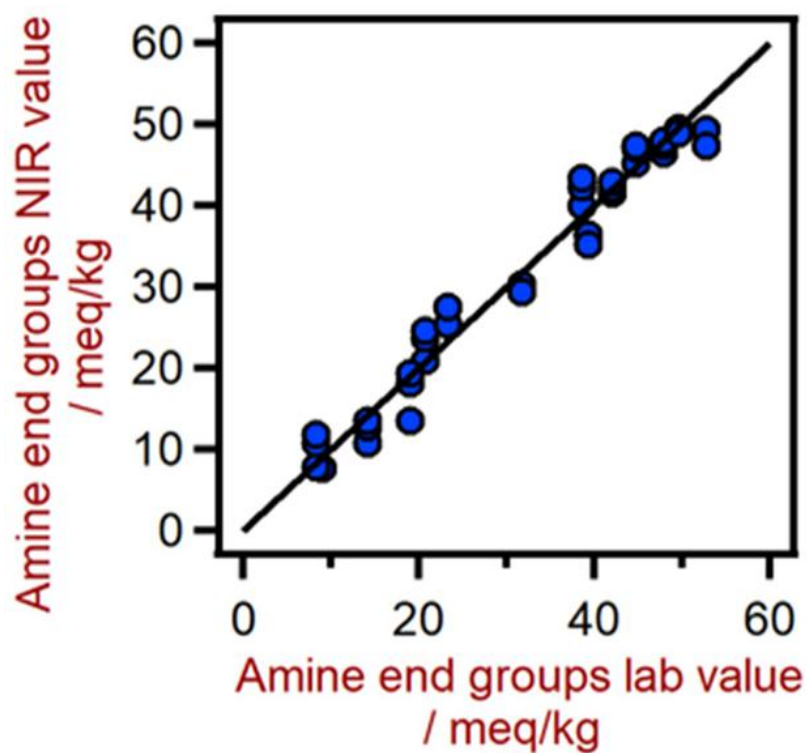


Figura 5. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto del gruppo terminale amminico nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio del gruppo terminale dell'ammina è stato valutato mediante titolazione.

Tabella 4. Valori di riferimento per la previsione del contenuto del gruppo terminale amminico nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500.

| Riferimento | Valore |
|---|-----------|
| R^2 | 0,981 |
| Errore standard di calibrazione | 2,5 mq/kg |
| Errore standard di convalida incrociata | 4,1 mq/kg |

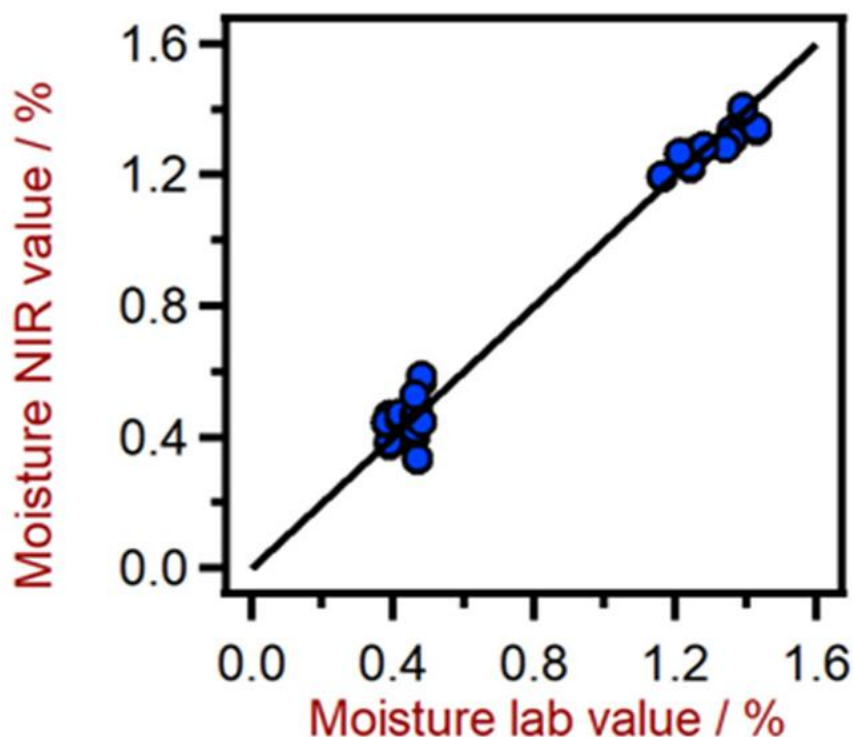


Figura 6. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di umidità nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500.

Tabella 5. Valori di riferimento per la previsione del contenuto di umidità nelle poliammidi utilizzando un analizzatore solido DS2500.

| Riferimento | Valore |
|---|--------|
| R^2 | 0,991 |
| Errore standard di calibrazione | 0,041% |
| Errore standard di convalida incrociata | 0,067% |

CONCLUSIONE

Questo studio dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi di alcuni parametri chiave di qualità delle poliammidi. Rispetto ai metodi chimici a umido (Tabella 6), il tempo necessario per

ottenere il risultato è un grande vantaggio della spettroscopia NIR, poiché tutti i parametri sono determinati in una singola misurazione in meno di un minuto.

Tabella 6. Panoramica del tempo per il risultato per i diversi parametri.

| Parametro | Procedura | Tempo per il risultato |
|-------------------------------|----------------|--|
| Viscosità relativa | Viscometria | 90 min (preparazione) + 1 min (viscometria) |
| Gruppo terminale carbossilico | Titolazione | 90 min (preparazione) + 20 min (titolazione) |
| Gruppo terminale amminico | Titolazione | 90 min (preparazione) + 20 min (titolazione) |
| Umidità | Titolazione KF | 25 min (preparazione) + 5 min (titolazione Karl Fischer) |

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it



DS2500 Solid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo di qualità in laboratorio e nell'ambiente di produzione.

DS2500 Analyzer è la soluzione comprovata e flessibile per l'analisi di routine di sostanze solide, creme ed eventualmente anche liquidi lungo tutta la catena produttiva. Il design robusto rende lo strumento DS2500 Analyzer insensibile a polveri, umidità, vibrazioni e oscillazioni di temperatura e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

DS2500 copre l'intero campo spettrale da 400 a 2.500 nm e fornisce risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. DS2500 Analyzer soddisfa i requisiti dell'industria farmaceutica e supporta gli utenti, grazie alla facilità di utilizzo, nelle loro attività di routine quotidiane.

Grazie agli accessori perfetti per l'apparecchio, è possibile ottenere risultati ottimali anche con i tipi di campioni più impegnativi, quali per esempio sostanze solide a grana grossa come i granulati oppure i campioni semisolidi-liquidi come creme. Nella misurazione delle sostanze solide è possibile migliorare la produttività grazie all'impiego di MultiSample Cup, che consentono misure automatiche in serie fino a 9 campioni.



Recipiente per campioni DS2500, grande

Recipiente per campioni grande per la rilevazione degli spettri di polveri e granulati in riflessione in punti diversi del campione tramite NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software universale per la spettroscopia.

Vision Air Complete è una soluzione software moderna e facile da utilizzare per l'impiego in ambiente regolamentato.

Panoramica dei vantaggi di Vision Air:

- le applicazioni software individuali con interfacce utente personalizzate garantiscono un funzionamento intuitivo e semplice
- semplice creazione e manutenzione dei protocolli
- banca dati SQL per una gestione dei dati sicura e semplice

La versione Vision Air Complete (66072208) include tutte le applicazioni per la garanzia della qualità tramite spettroscopia Vis-NIR:

- applicazione per la gestione degli strumenti e dei dati
- applicazione per lo sviluppo di metodi
- applicazione per l'analisi di routine

Altre soluzioni Vision Air Complete:

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