



Application Note AN-NIR-076

# Alcolisi dell'alcol polivinilico – Maggiore controllo della qualità del polimero con la spettroscopia NIR

Controllo della qualità dei polimeri migliorato con la spettroscopia  
NIR

L'alcol polivinilico (PVA) è utilizzato in una varietà di prodotti medici (ad es. colliri) grazie alla sua bassa tossicità, alla bassa adesione alle proteine e alle proprietà filmogene. Il PVA è un polimero lineare, che forma copolimeri di acetato di vinile e alcol vinilico. Il grado di alcolisi è la percentuale di gruppi funzionali idrossilici rispetto al totale dei gruppi funzionali accessibili nella molecola. È un indice importante per la solubilità in acqua, la viscosità e l'adesione del prodotto.

La determinazione dell'alcolisi convenzionale richiede

che ogni campione sia pesato, sciolto, riscaldato, raffreddato e titolato. Questa procedura può richiedere fino a sei ore per campione. Rispetto al metodo principale, l'analisi con spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) impiega appena un minuto. Nella seguente Application Note si descrive la determinazione del grado di alcolisi mediante NIRS. Oltre all'alcolisi, è possibile stabilire metodi di quantificazione aggiuntivi per acetato di sodio e sostanze volatili.

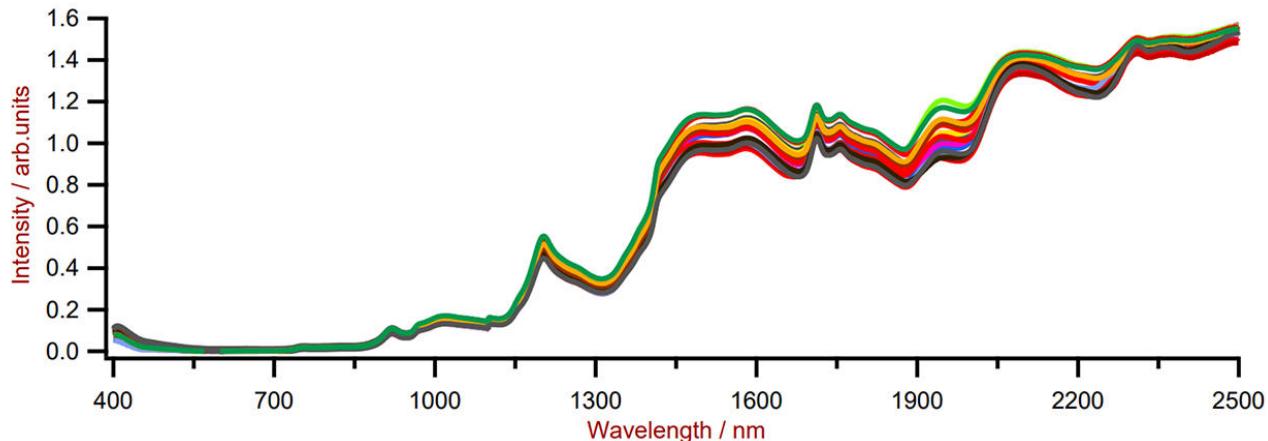
## STRUMENTI DI ANALISI

Sono stati raccolti 54 spettri da 18 diversi lotti di campioni utilizzando un analizzatore solido Metrohm DS2500 in combinazione con il software di spettroscopia Vision Air Complete. Per superare la disomogeneità del campione, la misurazione è stata eseguita con un grande contenitore per campioni in rotazione. I valori di riferimento sono stati ottenuti per titolazione. Il rilevamento dei valori anomali è stato eseguito su spettri pre-elaborati ( $2^{\text{nd}}$  derivata) utilizzando una distanza massima nell'algoritmo dello spazio delle lunghezze d'onda. Il modello di previsione NIRS è stato creato con le impostazioni descritte nella tabella seguente e convalidato mediante convalida incrociata.



**Figure 1.** L'analizzatore solido DS2500 è stato utilizzato per raccogliere gli spettri del polimero PVA.

Pre-elaborazione	Algoritmo	Tipo di convalida
$2^{\text{nd}}$ derivato	PLS	Convalida incrociata



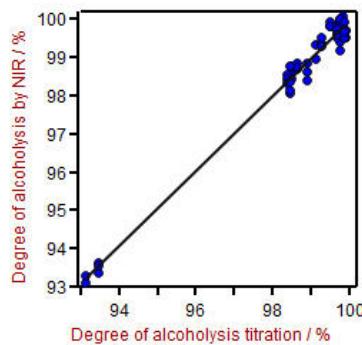
**Figurer 2.** Selezione di spettri polimerici con vari gradi di alcolisi.

## RISULTATO & CONCLUSIONE

Il grafico di correlazione ottenuto mostra un'elevata correlazione ( $R^2 = 0,98$ ) tra il grado di alcolici previsto dal NIRS e il metodo di laboratorio primario. Uno

stretto rapporto tra SEC e SECV (< 10%), dimostra che il metodo è valido.

# Fattori	$R^2$	SEC	SECV
3	0,98	0,24%	0,25%



**Figure 3.** Grafico di correlazione per il grado di alcolici previsto dal metodo NIRS rispetto al metodo di laboratorio.

## CONTACT

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

info@metrohm.it

## CONFIGURAZIONE



### 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.



#### 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)



#### 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.