



Application Note AN-NIR-077

# Analisi dell'umidità nel caprolattame – Controllo dell'umidità senza scarti chimici

## Controllo dell'umidità senza rifiuti chimici

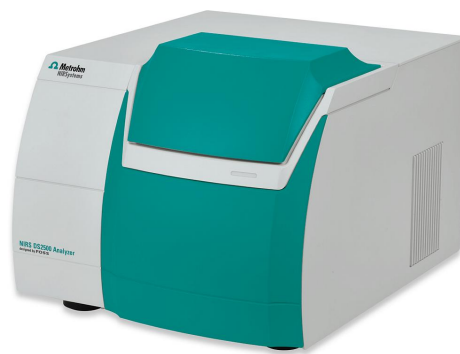
Il caprolattame è un polimero importante utilizzato per la produzione del nylon 6, che è il materiale di base delle fibre industriali. Altre aree di applicazione del caprolattame sono nell'industria delle resine o della plastica/polimeri. Data la sua importanza commerciale, negli anni sono stati sviluppati molti metodi di sintesi diversi. Circa il 90% della produzione globale viene sintetizzato dal cicloesanone, che viene prima convertito nella sua ossima e poi trattato con acido per creare il prodotto finale. Il caprolattame è

igroscopico e idrosolubile, pertanto è fondamentale avere a disposizione una tecnica di analisi affidabile per la determinazione del contenuto d'acqua.

L'analisi del contenuto d'acqua con i metodi tradizionali richiede che ogni campione venga pesato, dissolto, riscaldato e titolato. Rispetto al metodo principale, la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) presenta vantaggi unici: produce risultati affidabili nell'arco di secondi, ma non richiede la preparazione del campione e non produce rifiuti chimici.

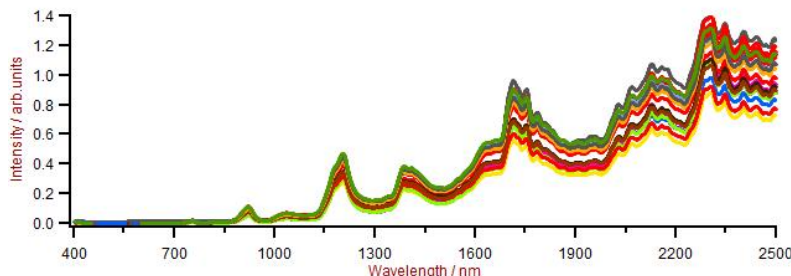
## STRUMENTI DI ANALISI

44 spettri di campioni con contenuto di umidità diverso sono stati raccolti 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 mediante titolazione KF. Il rilevamento dei valori anomali è stato eseguito su spettri pretrattati (2<sup>nd</sup> 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 spettri di campioni di caprolattame.

Pre-elaborazione	Algoritmo	Tipo di convalida
2 <sup>nd</sup> derivato	PLS	Set di convalida



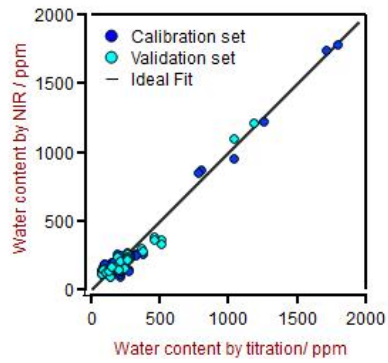
**Figure 2.** Campioni di caprolattame con contenuto d'acqua variabile.

## RISULTATO & CONCLUSIONE

Il grafico di correlazione ottenuto mostra un'elevata correlazione ( $R^2 = 0,98$ ) tra l'umidità prevista da NIRS e il metodo di titolazione. I valori SEC e SECV sono

compresi nell'intervallo 60 mg/L, il che dimostra che NIRS è una tecnica sensibile e adatta per la determinazione dell'umidità.

# Fattori	$R^2$	SEC	SECV
2	0,98	53 mg/l	58 mg/l



**Figure 3.** Grafico di correlazione per l'umidità prevista da NIRS rispetto alla titolazione.

## CONTACT

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

[info@metrohm.it](mailto: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.