



Application Note AN-NIR-084

# Controllo di qualità della gomma siliconica

## Determinazione rapida del contenuto di vinile senza sostanze chimiche

La determinazione del contenuto di vinile nella gomma siliconica è un processo lungo e difficile. Dapprima, bisogna convertire i gruppi vinilici in etilene mediante reazione con un acido e poi procedere alla determinazione dell'etilene prodotto con gascromatografia (GC).

Questa Application Note dimostra come la spettroscopia Vis-NIR (nel visibile e nel vicino infrarosso) rappresenti una soluzione **economica e veloce** per la determinazione del **contenuto vinilico** in

**gomma siliconica**. Con il DS2500 Solid Analyzer è possibile ottenere risultati in **meno di un minuto senza preparazione del campione o reagenti chimici**. Il metodo GC standard richiede un'ora per essere eseguito, insieme ad analisti altamente qualificati. Contrariamente al metodo principale, la spettroscopia Vis-NIR, è una soluzione analitica economica e rapida per la determinazione del contenuto di vinile nella gomma siliconica.

## STRUMENTI DI ANALISI

I campioni di silicone sono stati misurati con lo strumento DS2500 Solid Analyzer in modalità di trasflessione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda (400–2500 nm). È stata impiegata una tazza per liquami DS2500, che semplifica il posizionamento del campione e la pulizia del recipiente del campione. Il riflettore diffuso in oro da 1 mm definisce la stessa lunghezza del percorso per tutte le misurazioni per garantire risultati riproducibili. Come vedi in **Figura 1**, i campioni sono stati misurati senza alcuna fase di preparazione. È stato utilizzato il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.



**Figura 1.** Analizzatore solido DS2500 con campione in gomma siliconica presente nella tazza per liquame DS2500.

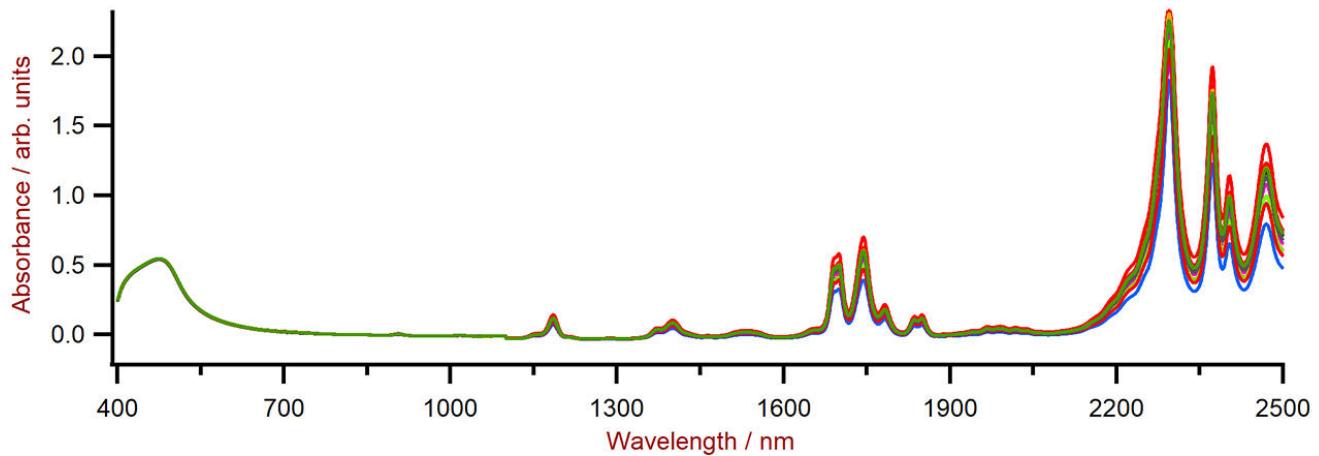
**Tabella 1.** Panoramica delle apparecchiature hardware e software

Attrezzatura	Numero metrohm
Analizzatore DS2500	2.922.0010
Tazza per liquame DS2500	6.7490.430
Riflettore Diffuso Oro 1 mm	6.7420.000
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

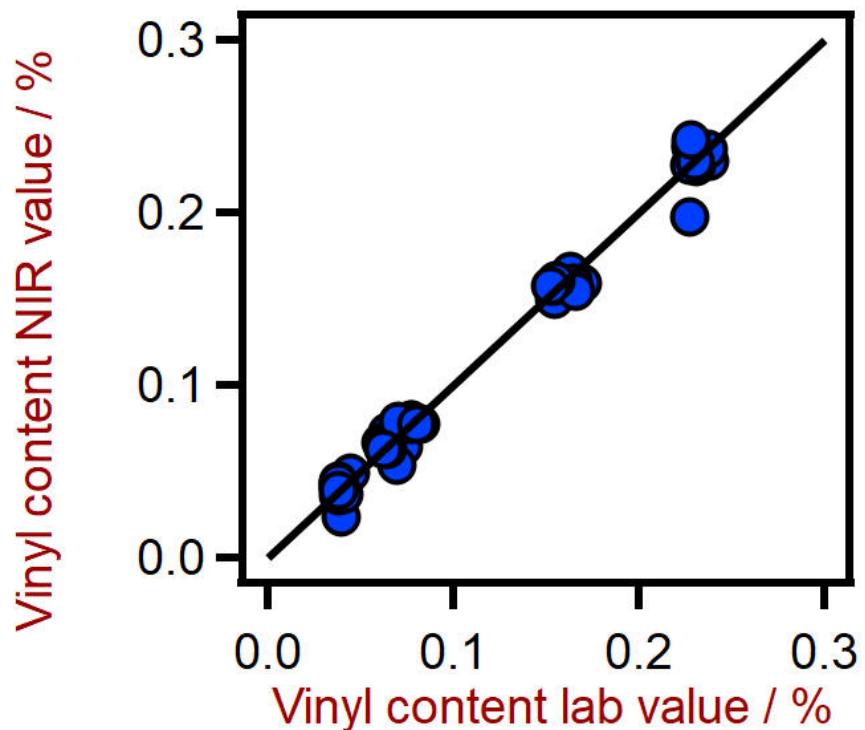
## RISULTATO

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del contenuto di vinile nella gomma siliconica. La qualità dei modelli di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione, che

mostrano la correlazione 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.



**Figure 2.** Selezione di spettri Vis-NIR in gomma siliconica ottenuti utilizzando un analizzatore DS2500 e una tazza di sospensione rotante DS2500.



**Figure 3.** Diagramma di correlazione e rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di vinile nella gomma siliconica mediante un Analizzatore Solido DS2500. Il valore di laboratorio del contenuto di vinile è stato valutato mediante gascromatografia.

**Tabella 2.** Valori di riferimento per la previsione del contenuto di vinile nella gomma siliconica mediante un analizzatore solido DS2500.

Riferimento	Valore
$R^2$	0,989
Errore standard di calibrazione	0,0076%
Errore standard di convalida incrociata	0,0089%

## CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi del contenuto di vinile nella gomma siliconica. Rispetto ai metodi di gas cromatografia (**Tabella 3**), il tempo necessario per

ottenere risultati è un grande vantaggio della spettroscopia NIR, poiché **una singola misurazione viene eseguita in meno di un minuto**.

**Tabella 3.** Tempo per la panoramica dei risultati per il contenuto del vinile dei parametri.

Parametro	Metodo	Tempo per il risultato
Contenuto in vinile	Gas cromatografia	10 min (preparazione) + 50 min (GC)

Internal reference: AW NIR CN-0016-082019

## CONTACT

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

info@metrohm.it

## STRUMENTI DI ANALISI



### 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.



### DS2500 Slurry Cup

Lo Slurry Cup è il contenitore per campione ideale per l'analisi di sostanze ad alta viscosità con il DS2500. Grazie al design aperto, il posizionamento di paste e creme nello Slurry Cup è agevole e consente anche una pulizia rapida ed efficace.

In combinazione con il Liquid Kit (6.7400.010) è possibile analizzare anche campioni viscosi chiari.



Riflettore in oro NIRS, 1 mm di spessore complessivo  
Riflettore in oro per la misura della transflessione di liquidi. Combinabile con i seguenti dispositivi:

- NIRS DS2500 Analyzer (numero ordine d'acquisto: 2.922.0010)
- NIRS XDS MasterLab Analyzer (numero ordine d'acquisto: 2.921.1310)
- NIRS XDS MultiVial Analyzer (numero ordine d'acquisto: 2.921.1120)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer (numero ordine d'acquisto: 2.921.1110)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer – Solids (numero ordine d'acquisto: 2.921.1210)



#### 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)