



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 riflessione 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.

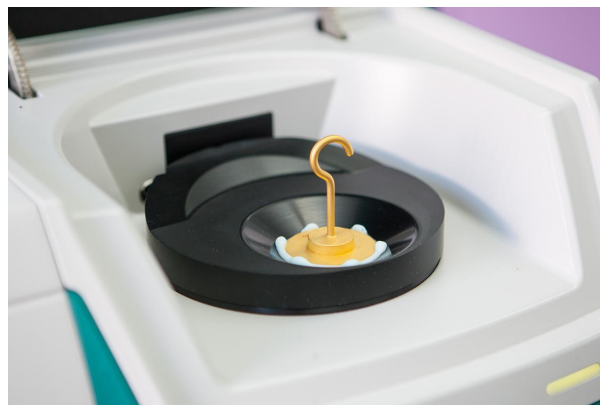


Figure 1. Analizzatore solido DS2500 con campione in gomma siliconica presente nella tazza per liquame DS2500.

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.

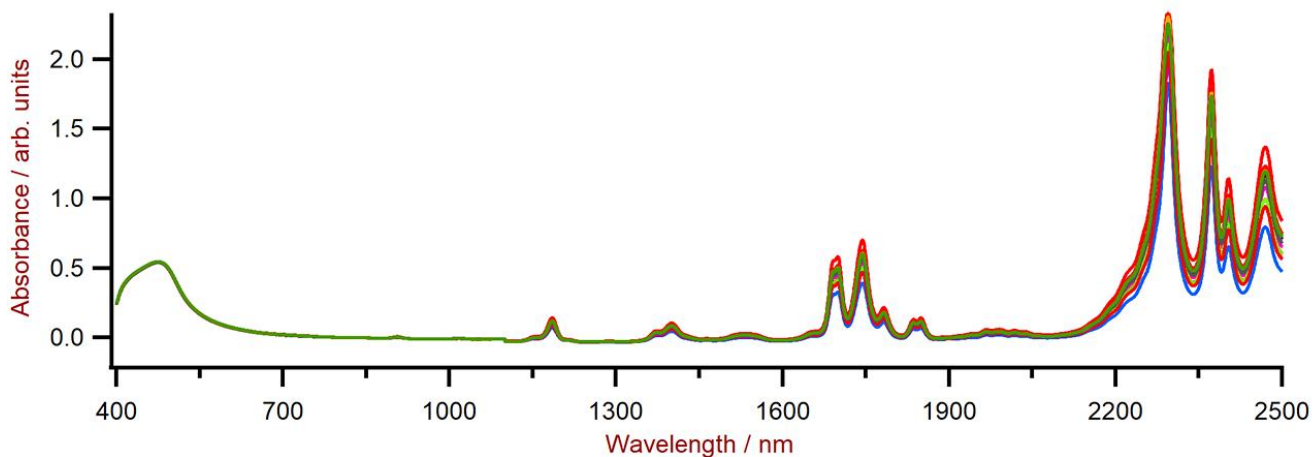


Figure 2. Selezione di spettri Vis-NIR in gomma siliconica ottenuti utilizzando un analizzatore DS2500 e una tazza di sospensione rotante DS2500.

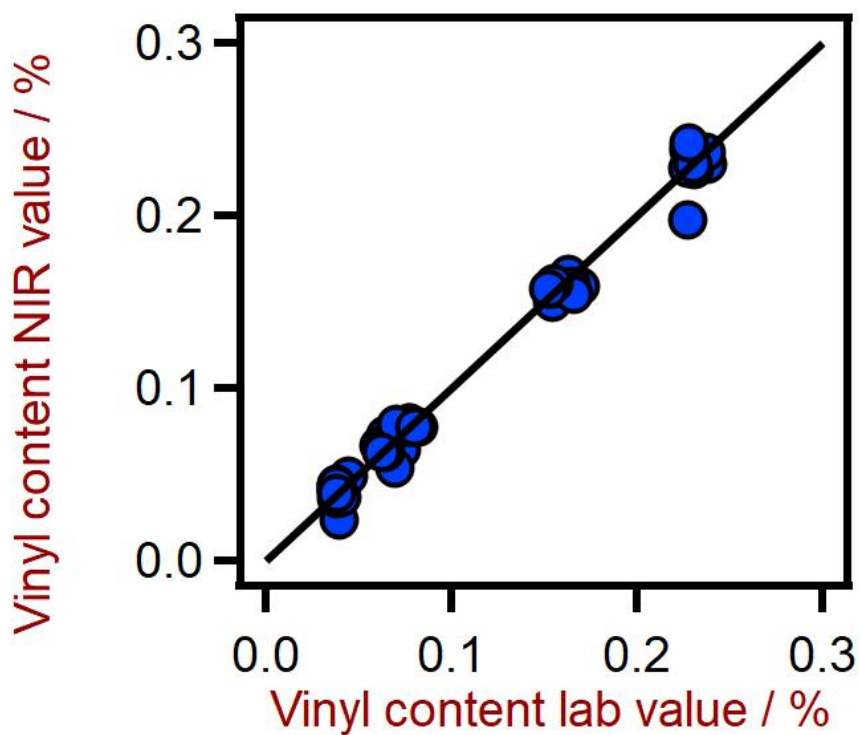


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di vinile nella gomma siliconica mediante un Analizzatore Solido DS2500. Il valore di laboratorio del contenuto di vinile è stato valutato mediante gascromatografia.

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



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)