



Application Note AN-NIR-150

Monitoraggio della produzione di acido stearico e dei suoi sali mediante spettroscopia NIR

Numero di acidità, numero di iodio, granulometria, umidità e altro ancora

L'acido stearico e i suoi derivati (ad es. stearati di magnesio, calcio e zinco) trovano ampio impiego nei settori dei lubrificanti, farmaceutico, cosmetico, delle materie plastiche e alimentare. La produzione di tali materiali prevede diverse fasi: chiarificazione, idrogenazione, scissione e distillazione, seguite dalla conversione dell'acido stearico nei rispettivi stearati. La presente Application Note illustra come l'OMNIS NIR Analyzer possa essere utilizzato per monitorare

l'indice di iodio, l'indice di acidità, l'umidità, il contenuto di ceneri, il punto di fusione e la granulometria dell'acido stearico, sia durante il processo produttivo che nel prodotto finito. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) è una tecnica analitica rapida e non distruttiva che si sta rapidamente affermando come metodo preferenziale rispetto ad altre alternative più lente e costose.

STRUMENTI PER L'ANALISI

Il controllo qualità durante la produzione di acido stearico è fondamentale per garantire costanza e conformità agli standard del settore. Ogni fase del processo, dalla preparazione iniziale delle materie

prime alla conversione finale in stearati, richiede verifiche analitiche. I campioni utilizzati in questo studio includono:

Ingresso preliminare (materia prima): Numero di acidi/numero di iodio – 44/40 campioni

Idrogenazione: Numero di acidità – 17 campioni

Cleavage: Numero di acidità – 99 campioni

Mg, Ca, and Zn stearates: Ceneri, granulometria, punto di fusione e umidità – 69 campioni

Durante la produzione di acido stearico, i campioni si presentano in due forme a seconda della fase del processo. Le fasi iniziali prevedono campioni liquidi (una miscela viscosa di acidi grassi saturi e/o grassi animali); dopo la purificazione, il prodotto solidifica sotto forma di scaglie, polvere o granuli, costituendo l'acido stearico e i relativi sali nella loro forma finale. Poiché il controllo qualità è necessario in diverse fasi della produzione, è possibile analizzare campioni sia liquidi che solidi utilizzando l'OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid (**Figura 1**). Ciò consente di passare agevolmente dal monitoraggio dei prodotti intermedi al controllo qualità dell'acido stearico finito.

Il software OMNIS (**Tabella 1**) è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati, mentre lo sviluppo del

modello di previsione è stato effettuato con l'ausilio dell'OMD (OMNIS Model Developer).

Campioni liquidi (pre-ingresso, idrogenazione, scissione):

- Ciascun campione è stato misurato in modalità trasmissione utilizzando una cuvetta monouso da 8 mm.
- Gli spettri sono stati acquisiti a 75 °C utilizzando la modalità di controllo della temperatura del recipiente.

Campioni solidi (stearati di Mg, Ca e Zn):

- Ciascun campione è stato misurato in modalità riflettanza utilizzando una fiala monouso da 28 mm.



Figure 1. OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid.

Tabella 1. Panoramica delle dotazioni hardware e software.

Strumento	Codice Articolo
OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid	2.1072.0010
Disposable vials, 28 mm, reflection	6.7402.140
Flexible holder OMNIS NIR	6.07402.300
Disposable vial, 8 mm, transmission	6.7402.240
Holder OMNIS NIR, vial, 8 mm	6.07401.070
OMNIS Stand-Alone license	6.06003.010
Software license Quant Development	6.06008.002

RISULTATO

La spettroscopia NIR è stata applicata con successo per monitorare sia i campioni di processo che i prodotti finali a base di stearati. La **Figura 2** mostra gli spettri NIR acquisiti dai campioni della fase di scissione, illustrando le informazioni spettrali utilizzate per lo sviluppo del modello. Sono stati sviluppati modelli quantitativi per l'indice di acidità, l'indice di iodio, l'umidità, il contenuto di ceneri, il punto di fusione e la granulometria dell'acido stearico. I valori di riferimento utilizzati sono stati ottenuti mediante i metodi di controllo qualità di routine impiegati durante la produzione di acido stearico e stearati. Le **Figure 3–9** presentano i grafici di correlazione e i

relativi parametri di valutazione (FOM) per ciascun parametro. I punti dati lungo la retta di regressione indicano una buona correlazione tra il modello NIR e il metodo di riferimento. I FOM forniscono ulteriori informazioni sulle prestazioni del modello, inclusi l'accuratezza della calibrazione e la robustezza.

Nel complesso, i modelli sviluppati hanno mostrato una buona correlazione con i valori di riferimento di laboratorio, indicando che l'intervallo spettrale NIR selezionato contiene informazioni sufficienti per un controllo qualità affidabile lungo tutto il processo produttivo.

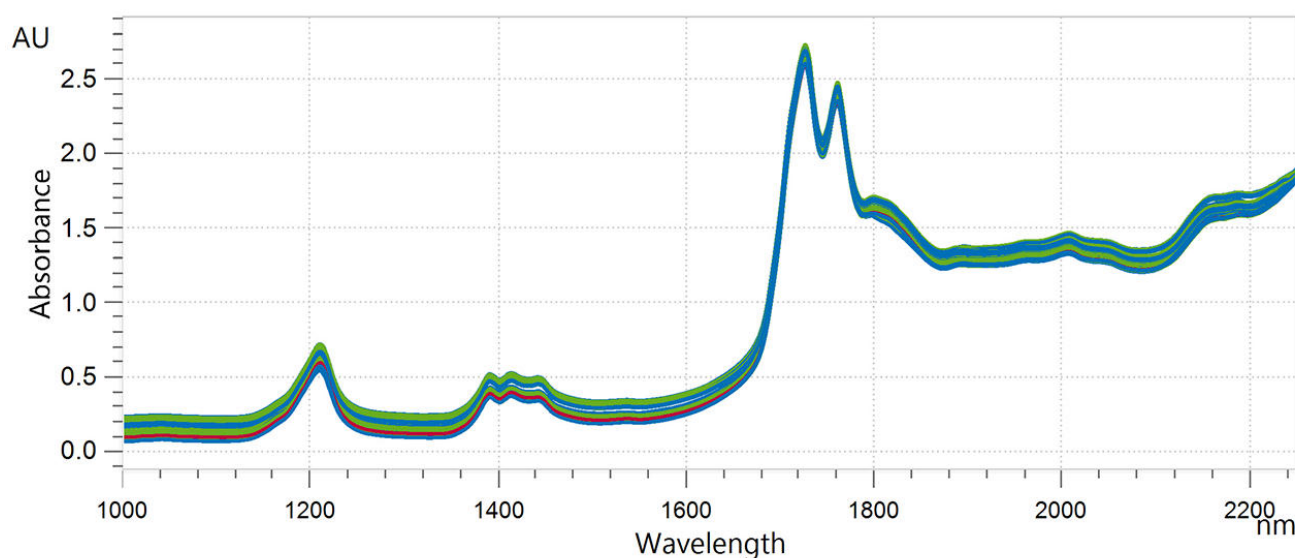


Figure 2. Spettri NIR dei campioni di scissione dello stearato, acquisiti in modalità trasmissione in una fiala da 8 mm a 75 °C. Tali spettri sono stati registrati utilizzando l'OMNIS NIR Analyzer nella configurazione per campioni liquidi.

RISULTATO DELL'INDICE DI ACIDITÀ NEI CAMPIONI PRE-INGRESSO

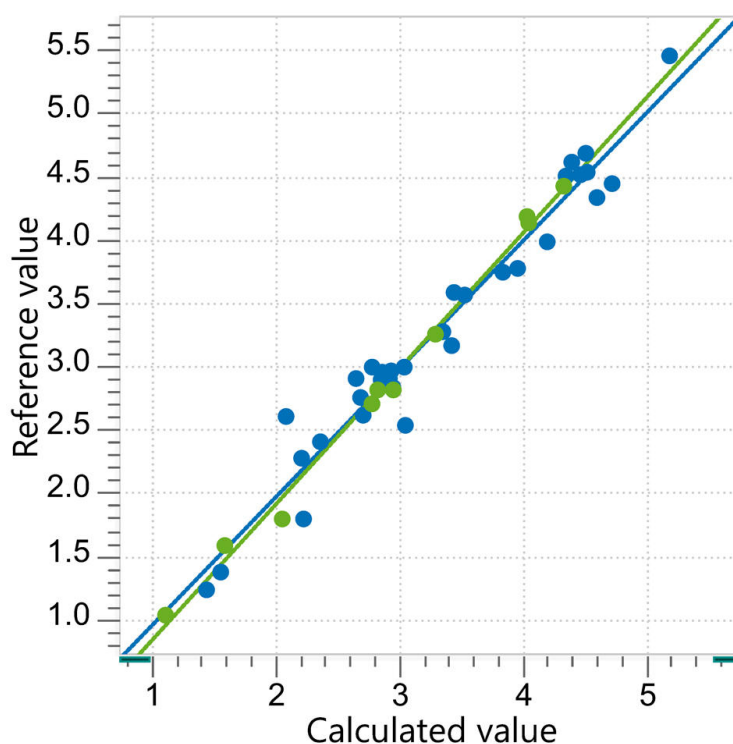


Figure 3. Correlation diagram and the respective FOMs for the prediction of acid number in stearate pre-entry samples with the OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Blue dots represent the calibration dataset, and green dots represent the validation dataset.

R^2	SEC	SECV	SEP
-------	-----	------	-----

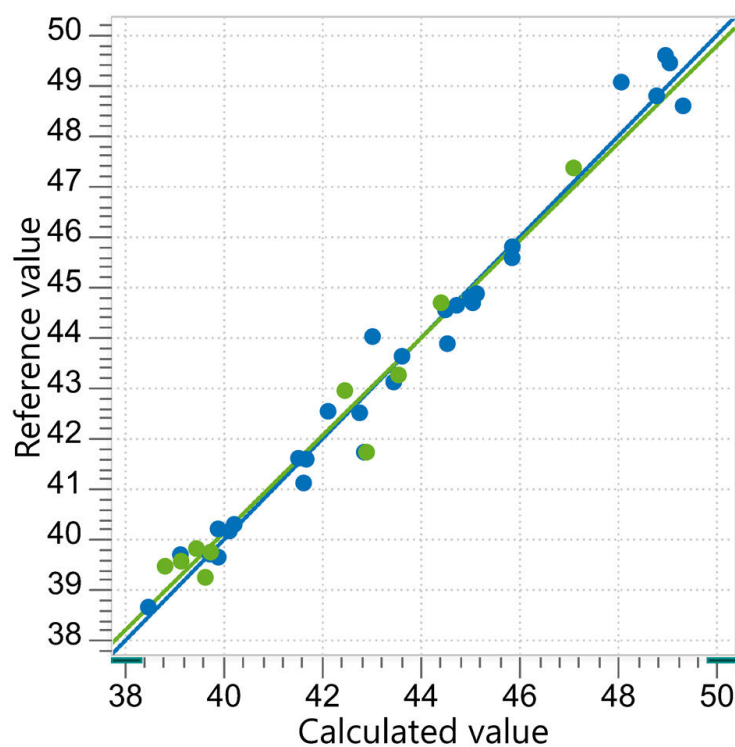
RISULTATO DELL'INDICE DI IODIO NEI CAMPIONI PRE-INGRESSO

Figure 4. Diagramma di correlazione e relativi FOM per la previsione dell'indice di iodio in campioni di stearato (fase di ingresso) mediante l'OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid.er liquidi/solidi. I punti blu rappresentano il set di dati di calibrazione, mentre i punti verdi rappresentano il set di dati di validazione.

R^2	SEC	SECV	SEP
0.962	0.40 g I ₂ /100 g	0.46 g I ₂ /100 g	0.52 g I ₂ /100 g

RISULTATO DELL'INDICE DI ACIDITÀ NEL PROCESSO DI IDROGENAZIONE

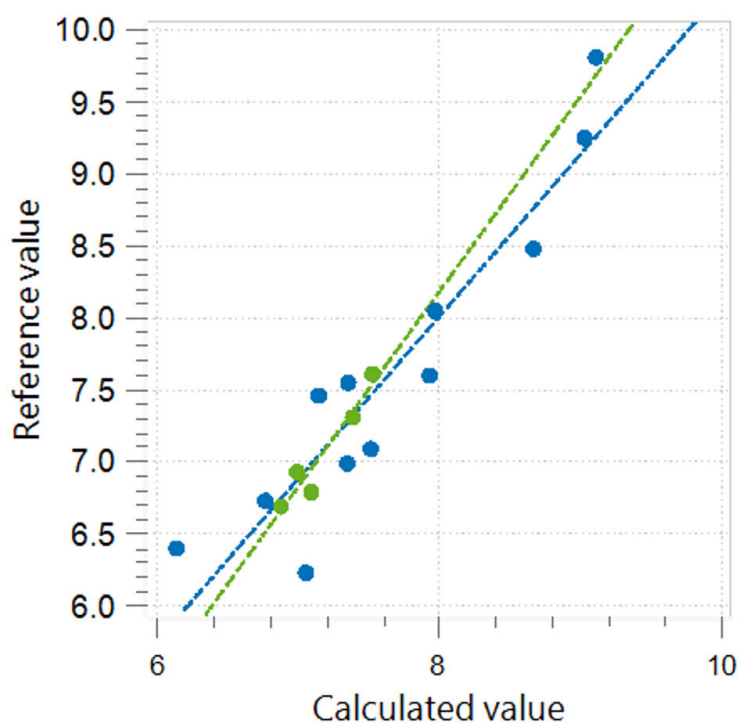


Figure 5. Diagramma di correlazione e relativi parametri di merito (FOM) per la previsione del numero di acidità nel processo di idrogenazione dello stearato mediante OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. I punti blu rappresentano il set di dati di calibrazione, mentre i punti verdi rappresentano il set di dati di validazione.

R^2	SEC	SECV	SEP
0.921	0.11 mg KOH/g	0.40 mg KOH/g	0.17 mg KOH/g

RISULTATO CENERI NEGLI STEARATI

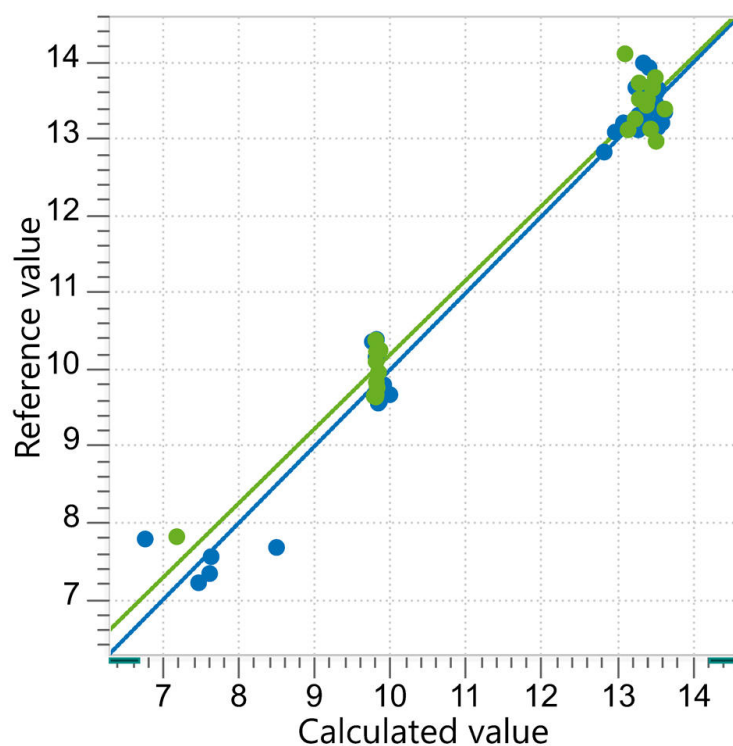


Figure 6. Diagramma di correlazione e relativi parametri di merito (FOM) per la previsione del contenuto di ceneri in campioni di stearato di Mg, Ca e Zn mediante OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. I punti blu rappresentano il set di dati di calibrazione, mentre i punti verdi rappresentano il set di dati di validazione.

R^2	SEC	SECV	SEP
0.971	0.29%	0.33%	0.36%

RISULTATO DELL'UMIDITÀ NEGLI STEARATI

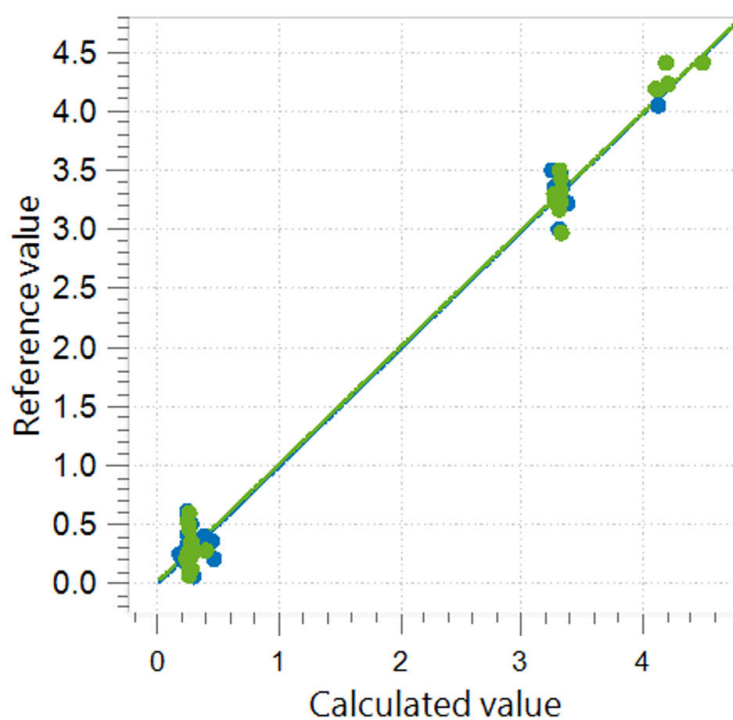


Figure 7. Correlation diagram and the respective FOMs for the prediction of moisture content in Mg, Ca, and Zn stearate samples with the OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Blue dots represent the calibration dataset, and green dots represent the validation dataset.

R^2	SEC	SECV	SEP
0.992	0.14%	0.14%	0.15%

RISULTATO DEL PUNTO DI FUSIONE NEGLI STEARATI

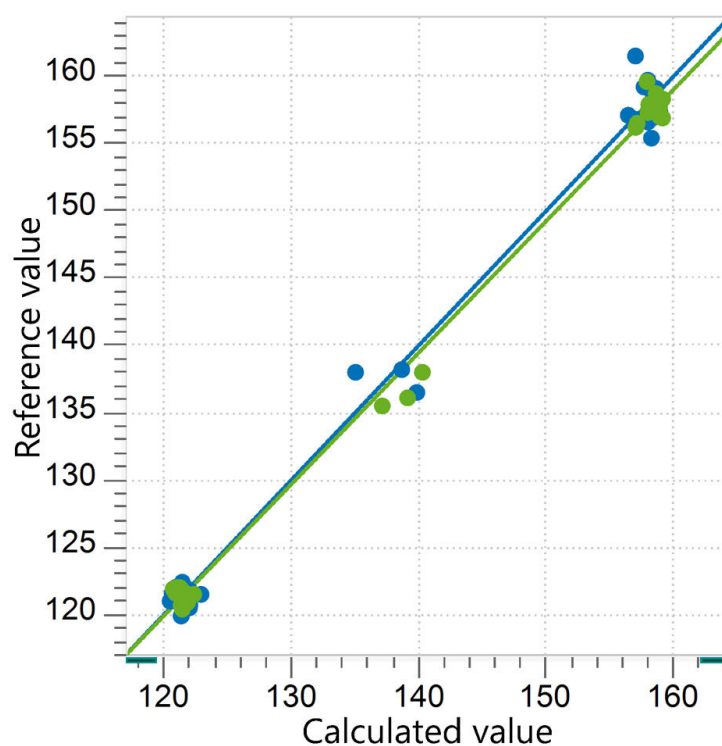


Figure 8. Correlation diagram and the respective FOMs for the prediction of the melting point in Mg, Ca, and Zn stearate samples with the OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Blue dots represent the calibration dataset, and green dots represent the validation dataset.

R^2	SEC	SECV	SEP
0.996	1.05 °C	1.40 °C	1.25 °C

GRANULOMETRIA RISULTANTE NEGLI STEARATI

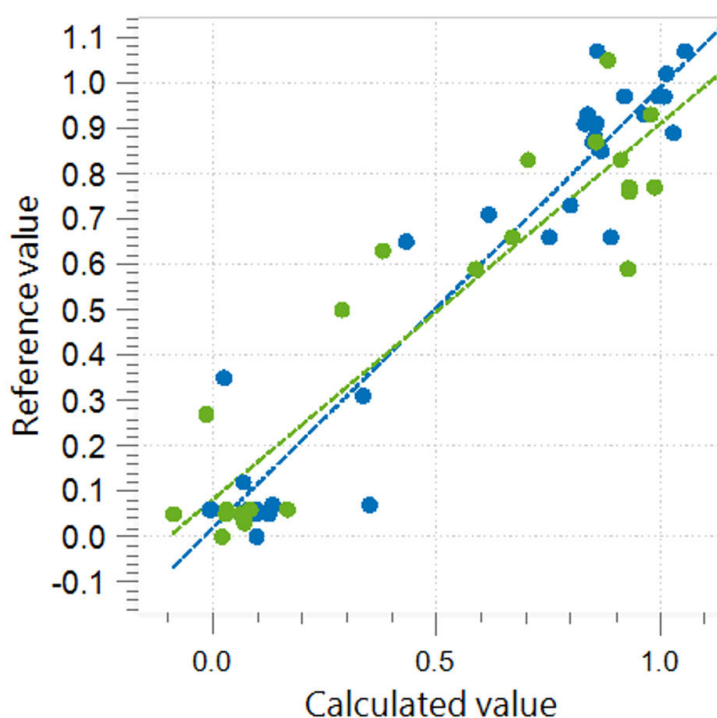


Figure 9. Diagramma di correlazione e relative FOM per la previsione della granulometria in campioni di stearato di Mg, Ca e Zn mediante OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. I punti blu rappresentano il set di dati di calibrazione, mentre i punti verdi rappresentano il set di dati di validazione.

R ²	SEC	SECV	SEP
0.862	0.09 mm	0.12 mm	0.15 mm

CONCLUSIONE

I risultati ottenuti in questo studio dimostrano l'elevata applicabilità della spettroscopia NIR per l'analisi quantitativa, basata su molteplici parametri, sia dei campioni di processo che dei prodotti finiti durante la produzione di acido stearico e dei suoi sali. OMNIS NIR Analyzer offre notevoli vantaggi operativi combinando moduli di misura per campioni liquidi e solidi in un unico strumento, rendendo l'analisi dei campioni semplice ed efficiente. La capacità del modulo per liquidi di riscaldare i campioni fino a 80 °C con un controllo preciso della temperatura garantisce la completa fusione dei campioni con punti di fusione più elevati, migliorando così l'accuratezza e la

riproducibilità della misura.

Gli stearati di Mg, Ca, and Zn trovano ampio impiego nei settori farmaceutico (come lubrificanti per compresse ed eccipienti), cosmetico (in creme, lozioni e saponi), alimentare (come emulsionanti e agenti di rivestimento), dei lubrificanti (come addensanti e stabilizzanti) e in altri comparti, quali quello delle materie plastiche e della gomma (come stabilizzanti e agenti distaccanti). Tale versatilità dimostra l'importanza di soluzioni analitiche robuste, come la spettroscopia NIRS, per il controllo qualità in svariati settori industriali.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid

Spettrometro nel vicino infrarosso per campioni liquidi, solidi e viscosi.

OMNIS NIR Analyzer è la soluzione per spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) sviluppata e prodotta secondo gli standard di qualità svizzeri utilizzabile per l'analisi di routine lungo l'intera catena di produzione. L'applicazione delle più recenti tecnologie e l'integrazione nel moderno OMNIS Software si riflettono nella velocità, operatività e flessibilità d'uso di questo spettrometro NIR.

Panoramica dei vantaggi di OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid:

- Misurazioni di campioni liquidi, solidi e viscosi in meno di 10 secondi
- Misurazione sequenziale veloce di campioni liquidi e solidi senza rinnovo del sistema
- Facile integrazione in un sistema di automazione o collegamento con altre tecnologie di analisi (titolazione)
- Supporto di numerosi contenitori portacampione

Punti salienti delle misure di liquidi:

- Controllo della temperatura sul campione da 25 °C a 80 °C
- Rilevamento automatico del campione

Punti salienti delle misure di materie solide:

- Misurazioni automatiche su più posizioni per risultati riproducibili anche in caso di campioni non omogenei



Vial monouso, 28 mm, riflessione

216 vial monouso in vetro richiudibili con diametro di 28 mm per l'analisi di solidi in riflessione. Adatti ai seguenti analizzatori:

- NIRS DS2500 Analyzer
- NIRS XDS RapidContent (Solid) Analyzer
- NIRS XDS MultiVial Analyzer
- NIRS XDS Masterlab Analyzer



Supporto flessibile OMNIS NIR

Supporto flessibile con diametro variabile fino a 30 mm, per l'esame flessibile in riflessione dei campioni in vial.



Vial monouso, 8 mm, trasmissione, num. 100

100 vial monouso in vetro (borosilicato) con lunghezza del cammino ottico di 8 mm per l'analisi di liquidi in trasmissione. I vial monouso sono forniti con i relativi tappi di chiusura (numero di pezzi = 100).

Compatibile con:

- Supporto OMNIS NIR, vial, 8 mm (6.07401.070)
- DS2500 holder per vial usa e getta da 8 mm (6.7492.020)



Supporto OMNIS NIR, vial, 8 mm

Supporto per vial per OMNIS NIR Analyzer per vial monouso da 8 mm (6.7402.240).

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licenza OMNIS Stand-Alone

Consente l'utilizzo stand-alone del software OMNIS su un computer Windows™.

Caratteristiche:

- la licenza contiene già una licenza per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.

Licenza software Quant Development

Licenza software per la creazione e l'elaborazione di modelli di quantificazione in un'installazione Stand-Alone di OMNIS Software.