

Identificazione di solventi organici comuni con spettrometri Raman portatili

Questa Application Note descrive l'identificazione spettroscopica Raman portatile rapida e non distruttiva e la conferma di solventi organici comunemente usati, che svolgono un ruolo importante in molti segmenti di mercato. Le

misurazioni con lo spettrometro Raman portatile Mira M-1 non richiedono la preparazione del campione e consentono risultati immediati che identificano inequivocabilmente i solventi organici, mettendo in ombra i metodi tradizionali come HPLC, GC e TLC.

INTRODUZIONE

I solventi liquidi hanno la capacità di dissolvere, sospendere o estrarre altri materiali (solidi). Hanno un'ampia gamma di utilizzo tra cui il processo, l'applicazione, la pulizia o la separazione dei materiali. Considerata come una cosa ovvia, spesso si dimentica l'importanza dei solventi nella vita quotidiana. Infatti, senza solventi, molti dei prodotti che utilizziamo e su cui ci affidiamo, dalla penicillina alle vernici industriali, non sarebbero conformi agli standard che richiediamo oggi.

I solventi organici svolgono un ruolo importante in molti prodotti di bellezza e cosmetici, vernici,

fragranze e reazioni di sintesi. Inoltre non bisogna dimenticare l'industria farmaceutica, che può essere considerata come il settore a più alta intensità di solventi. Qui i solventi sono usati come mezzi di reazione, nella separazione e purificazione di prodotti di sintesi, per eseguire rivestimenti di compresse ecc. In questo studio viene mostrata un'alternativa veloce all'analisi HPLC, GC e TLC dei solventi in ingresso. Inoltre, vengono delineate le caratteristiche interessanti della spettroscopia Raman portatile, rispetto ad altre tecniche analitiche.

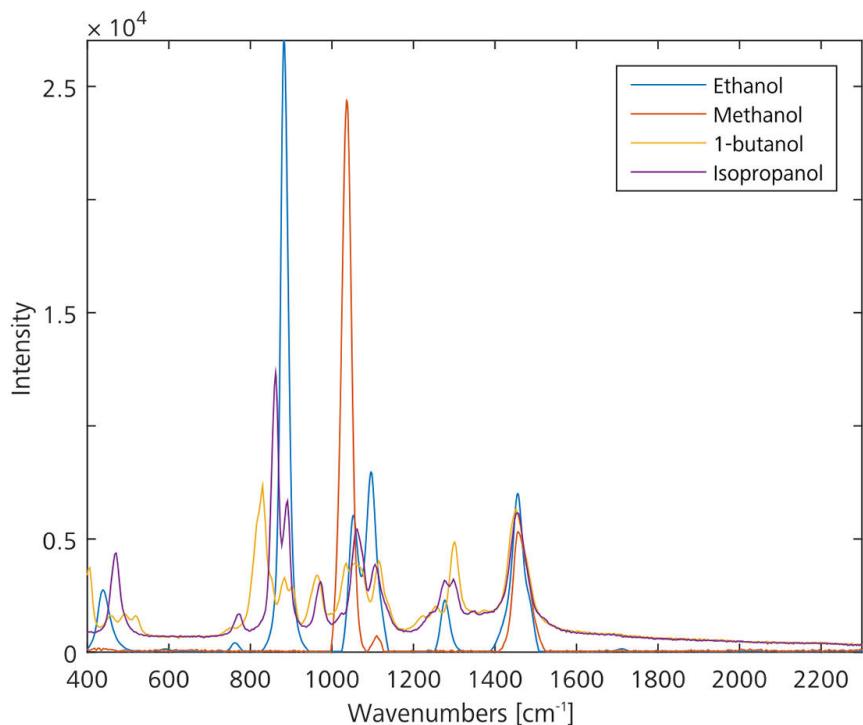


Figure 1. Spettri Raman sovrapposti di etanolo, metanolo, 1-butanol e isopropanolo.

ANALISI

Tutti gli spettri sono stati misurati utilizzando lo spettrometro Raman Mira M-1 in modalità di acquisizione automatica, ovvero i tempi di integrazione sono stati determinati automaticamente. Sono state utilizzate una lunghezza d'onda laser di 785 nm e la tecnica Orbital-Raster-Scan (ORS). Gli spettri dei solventi presenti nelle bottiglie ambrate sono stati registrati con l'adattatore point-and-shoot, adatto per una lunga distanza di lavoro (LWD). I

solventi ricevuti in contenitori di plastica spessa sono stati trasferiti in fiale di vetro trasparente prima di analizzarli con l'attacco del supporto per fiale.

Una raccolta di campioni solventi comunemente usati come metanolo, etanolo, isopropanolo (IPA), tetraidrofurano (THF), acetonitrile, diclorometano (DCM), cicloesano, xilene, dimetilsolfossido (DMSO) sono stati utilizzati per creare una libreria specifica con il software Mira Cal.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Raman offre un'elevata selettività per solventi con doppi legami, tripli legami o gruppi funzionali aromatici. I solventi idrocarburici alifatici comunemente usati come esano ed eptano potrebbero essere facilmente identificati e confermati

sulla base del valore di correlazione spettrale altamente differenziante. Viene mostrata una sovrapposizione di solventi clorurati comunemente usati in **figura 2**.

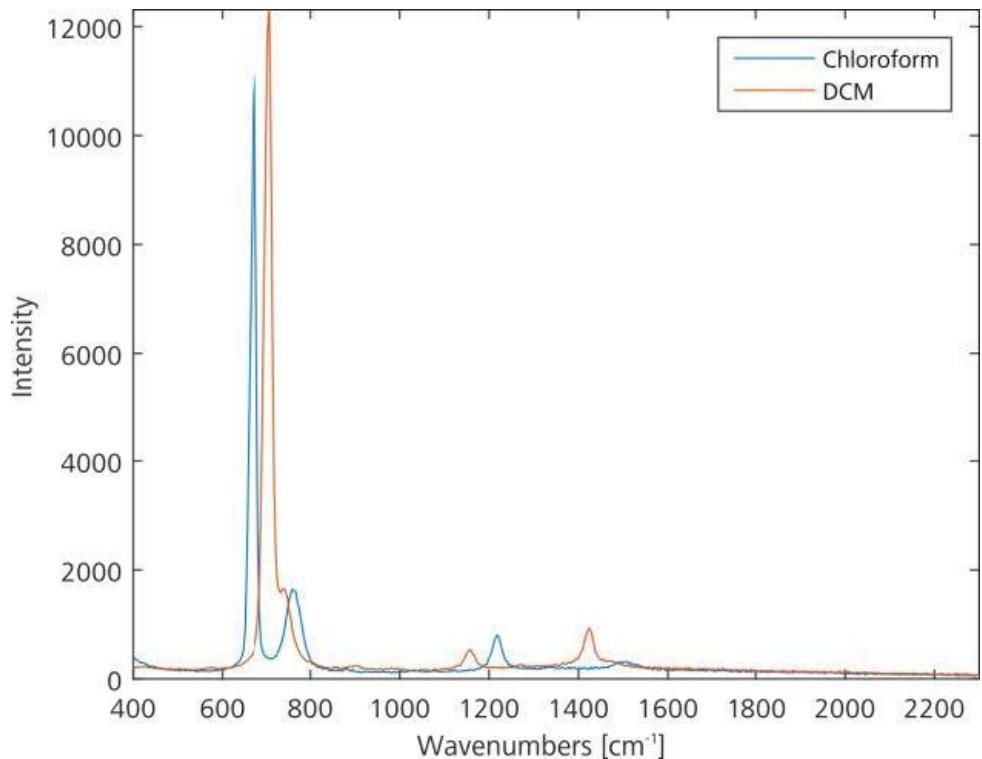


Figure 2. Sovrapposizione di cloroformio e DCM, due solventi clorurati ampiamente utilizzati.

La **figura 2** dimostra che ci sono abbastanza differenze negli spettri di cloroformio e DCM per una corretta differenziazione. Quando si correlano gli spettri del cloroformio con gli spettri DCM, si ottiene una correlazione spettrale di 0,081, che indica la specificità e l'identificazione inequivocabile di questi due solventi.

La **Figura 3** riassume, come il Mira (con la tecnica ORS) consente l'identificazione univoca di tutti i comuni solventi utilizzati nell'industria chimica e farmaceutica. Tutti e nove i solventi sono identificati correttamente con valori di correlazione spettrale maggiori di 0,98, mentre i valori di correlazione spettrale per solventi non corrispondenti erano inferiori a 0,4.

Lib Smpl	MeOH	EtOH	IPA	THF	ACN	DCM	CYH	XYL	DMSO
MeOH	1.00	0.01	0.07	0.07	0.01	0.00	0.13	0.09	0.08
EtOH	0.01	1.00	0.04	0.23	0.07	0.00	0.00	0.00	0.01
IPA	0.07	0.04	1.00	0.15	0.05	0.01	0.01	0.05	0.00
THF	0.07	0.23	0.15	1.00	0.44	0.00	0.01	0.00	0.00
ACN	0.01	0.07	0.05	0.44	1.00	0.00	0.00	0.02	0.00
DCM	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	1.00	0.00	0.16	0.03
CYH	0.13	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	1.00	0.08	0.00
XYL	0.09	0.00	0.05	0.00	0.02	0.16	0.08	1.00	0.05
DMSO	0.08	0.01	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	0.05	1.00

Figure 3. Valori di correlazione che mostrano i risultati di selettività del Mira M-1

Ciò dimostra che la regione spettrale utilizzata per l'identificazione spettrale dei solventi è perfettamente adatta per sviluppare una libreria di solventi specifica e utilizzarla per l'identificazione.

Inoltre, sono stati testati molti altri solventi

strutturalmente simili, ad esempio esano ed eptano, toluene e xilene. Il Mira M-1 è in grado di differenziare tra molecole di solvente strutturalmente simili e mostra un'elevata selettività. La **Figura 4** mostra una sovrapposizione di esano ed eptano.

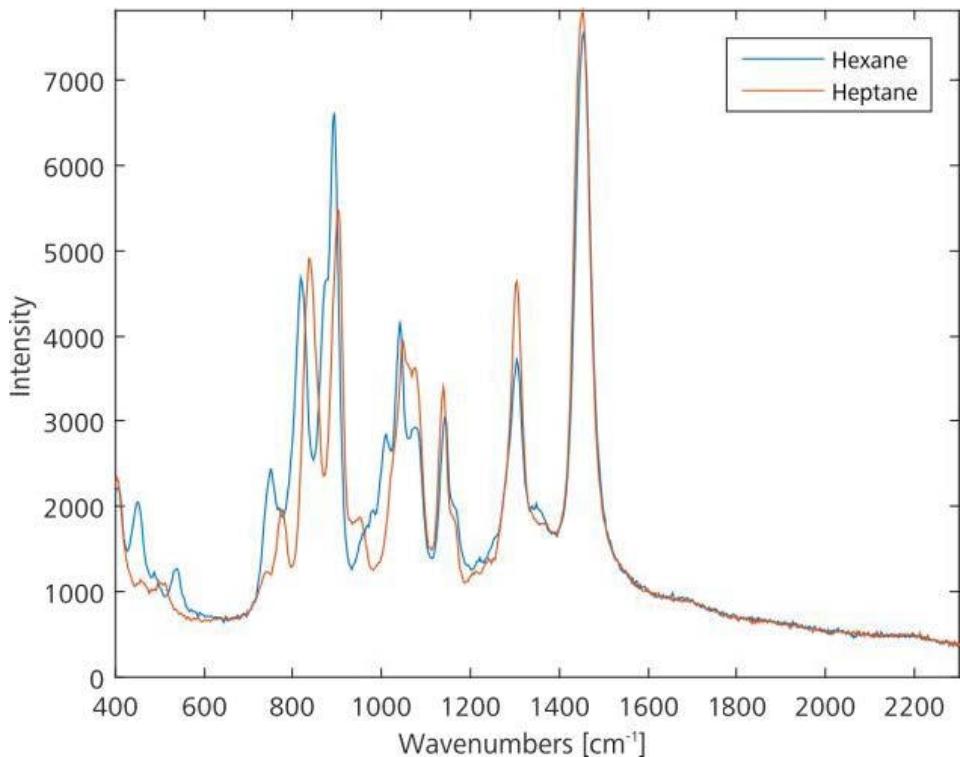


Figure 4. Ovalay di esano ed eptano, che mostra la somiglianza negli spettri.

CONCLUSIONI

In questo lavoro, lo spettrometro Raman portatile Mira M-1 ha dimostrato di essere una tecnica affidabile per l'identificazione e la conferma dei solventi utilizzati in vari settori. Le misurazioni con il Mira richiedono solitamente alcuni secondi e

consentono informazioni rapide e di conferma sui vari solventi. In questo modo, Mira potrebbe essere facilmente implementato nell'area ricevente per una rapida identificazione dei solventi o anche per il monitoraggio della qualità dei solventi.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



MIRA P Advanced

Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P è uno spettrometro raman palmare ad alte prestazioni utilizzabile per determinazione e verifica rapida e non distruttive di svariate tipologie di materiale tra cui principi attivi ed eccipienti farmaceutici. Nonostante le dimensioni ridotte, MIRA P è estremamente robusto e dispone di uno spettrografo ad alta efficienza dotato della tecnologia brevettata ORS (Orbital Raster Scan). MIRA P soddisfa la normativa FDA 21 CFR parte 11.

La configurazione Advanced Package comprende una lente accessoria che permette l'analisi dei materiali diretti o attraverso gli imballi originali (laser classe 3b) e un porta vial per analizzare i campioni contenuti in vial di vetro (laser classe 1).