Application Note AN-NIR-150

Monitoramento da produção de ácido esteárico e seus sais com espectroscopia NIR

Índice de acidez, índice de iodo, granulometria, umidade e mais

O ácido esteárico e seus derivados (por exemplo, estearatos de magnésio, cálcio e zinco) são amplamente utilizados nas indústrias de lubrificantes, farmacêutica, cosméticos, plásticos e alimentos. A producão desses materiais envolve várias etapas: clarificacão, hidrogenacão, clivagem e destilacão, seguidas pela conversão do ácido esteárico em seus respectivos estearatos. Esta Nota de Aplicacão demonstra como o OMNIS NIR Analyzer pode ser usado para monitorar o índice de iodo, o índice de acidez, a umidade, o teor de cinzas, o ponto de fusão e a granulometria do ácido esteárico durante o processo de producão e no produto final. A espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) é uma técnica analítica rápida e não destrutiva que vem se tornando um método preferido em relacão a outras alternativas mais lentas e custosas.

EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL

O controle de qualidade durante a producão do ácido esteárico é essencial para garantir consistência e conformidade com os padrões da indústria. Cada etapa do processo, desde o preparo inicial da matéria-prima até a conversão final em estearatos, requer verificacões analíticas. As amostras usadas neste estudo incluem:

Pré-entrada (matéria-prima): Índice de acidez/índice de iodo – 44/40 amostras
Hidrogenacão: Índice de acidez – 17 amostras
Clivagem: Índice de acidez – 99 amostras
Estearatos de Mg, Ca e Zn: Cinzas, granulometria, ponto de fusão e umidade – 69 amostras
Durante a producão do ácido esteárico, as amostras ocorrem em duas formas, dependendo da etapa do processo. As etapas iniciais envolvem amostras líquidas (uma mistura viscosa de ácidos graxos saturados e/ou gordura animal). Após a purificacão, o produto se solidifica em flocos, pó ou pellets, representando os ácidos esteáricos finais e seus sais. Como o controle de qualidade é exigido em diferentes etapas da producão, tanto amostras líquidas quanto sólidas podem ser medidas com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid (Figura 1). Isso permite uma transicão fácil do monitoramento de produtos intermediários para a realizacão do controle de qualidade dos ácidos esteáricos finais.

Figura 1. OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid.

O OMNIS Software (Tabela 1) foi usado para toda a aquisicão de dados, e o desenvolvimento dos modelos de previsão foi feito com o auxílio do OMD (OMNIS Model Developer).

Amostras líquidas (pré-entrada, hidrogenacão, clivagem):

- Cada amostra foi medida em modo de transmissão usando um vial descartável de 8 mm.
- Os espectros foram coletados a 75 °C usando o modo de controle de temperatura do vaso.

Amostras sólidas (estearatos de Mg, Ca e Zn):

- Cada amostra foi medida em modo de reflectância em um vial descartável de 28 mm.

Tabela 1. Visão geral dos equipamentos de hardware e software.

Equipamento	Número do artigo
OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid	2.1072.0010
Vials descartáveis, 28 mm, reflectância	6.7402.140
Suporte flexível OMNIS NIR	6.07402.300
Vial descartável, 8 mm, transmissão	6.7402.240
Suporte OMNIS NIR, vial, 8 mm	6.07401.070
Licenca OMNIS Stand-Alone	6.06003.010
Licenca de software Quant Development	6.06008.002

RESULTADOS

A espectroscopia NIR foi aplicada com sucesso para monitorar tanto as amostras de processo quanto os produtos finais de estearato. A Figura 2 mostra os espectros NIR coletados de amostras de clivagem, ilustrando a informacão espectral usada para o desenvolvimento do modelo. Foram desenvolvidos modelos quantitativos para o índice de acidez, o índice de iodo, a umidade, o teor de cinzas, o ponto de fusão e a granulometria do ácido esteárico. Os valores de referência usados foram obtidos pelos métodos de controle de qualidade de rotina empregados durante a producão do ácido esteárico e dos estearatos. As Figuras 3–9 apresentam os gráficos de correlacão e as respectivas figuras de mérito (FOMs) para cada parâmetro. Os pontos de dados ao longo da linha de regressão indicam boa correlacão entre o modelo NIR e o método de referência. As FOMs fornecem informacões adicionais sobre o desempenho do modelo, incluindo a exatidão e a robustez da calibracão.

De forma geral, os modelos desenvolvidos demonstraram boa correlacão com os valores de referência do laboratório, indicando que a faixa espectral NIR selecionada contém informacão suficiente para um controle de qualidade confiável ao longo de todo o processo de producão.

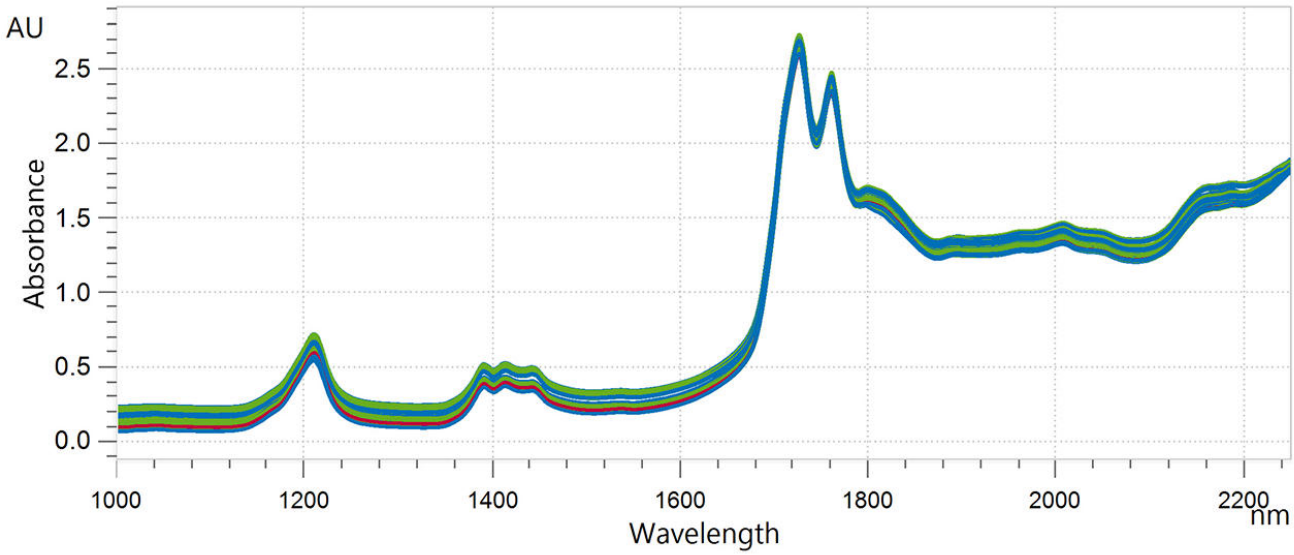

Figura 2. Espectros NIR das amostras de clivagem de estearato, coletados em modo de transmissão em um vial de 8 mm a 75 °C. Esses espectros foram coletados com o OMNIS NIR Analyzer na configuração de amostra líquida.

RESULTADO DO ÍNDICE DE ACIDEZ EM AMOSTRAS DE PRÉ-ENTRADA

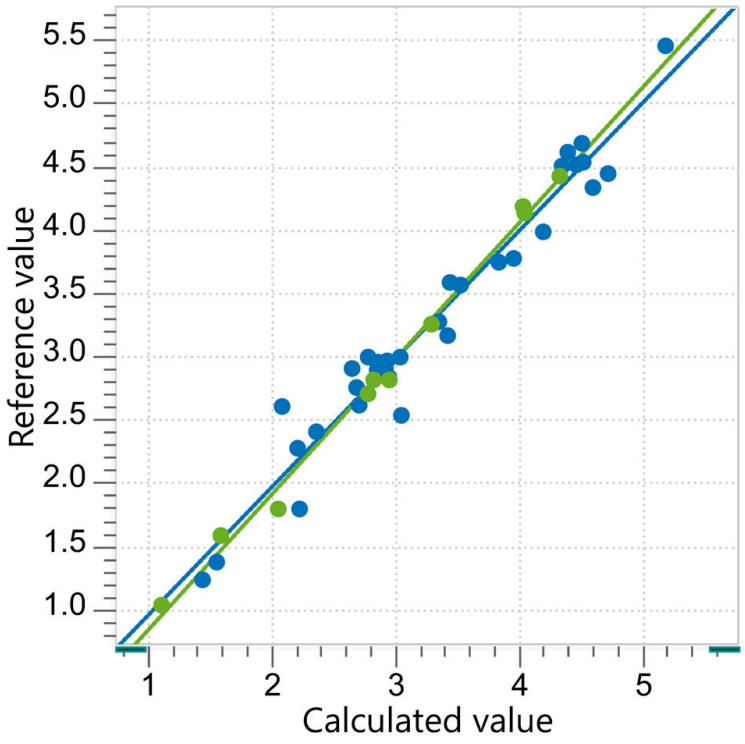

Figura 3. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do índice de acidez em amostras de pré-entrada de estearato com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

R^2	SEC	SECV	SEP

0.994	0.16 mg KOH/g	0.21 mg KOH/g	0.12 mg KOH/g

RESULTADO DO ÍNDICE DE IODO EM AMOSTRAS DE PRÉ-ENTRADA

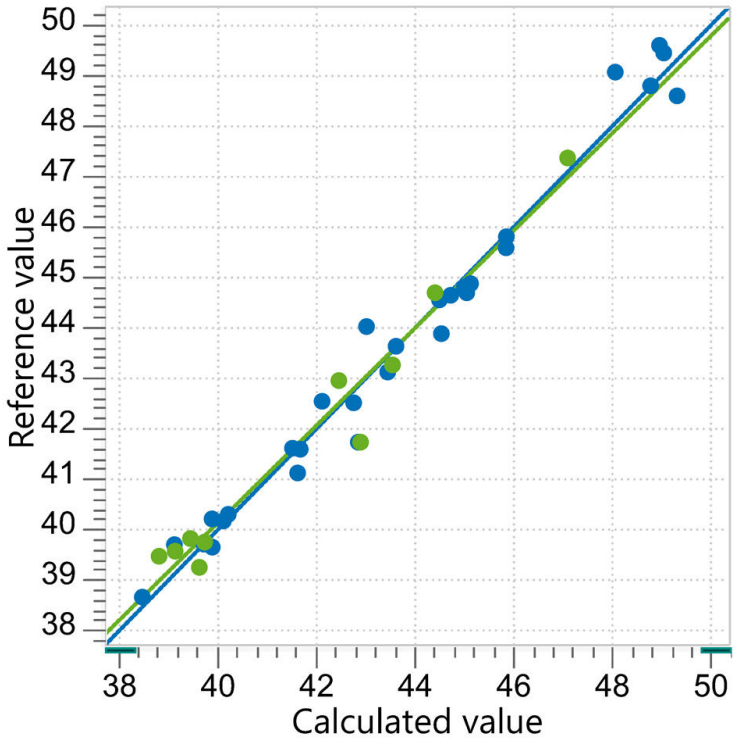

Figura 4. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do índice de iodo em amostras de pré-entrada de estearato com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

RESULTADO DO ÍNDICE DE ACIDEZ NO PROCESSO DE HIDROGENACÃO

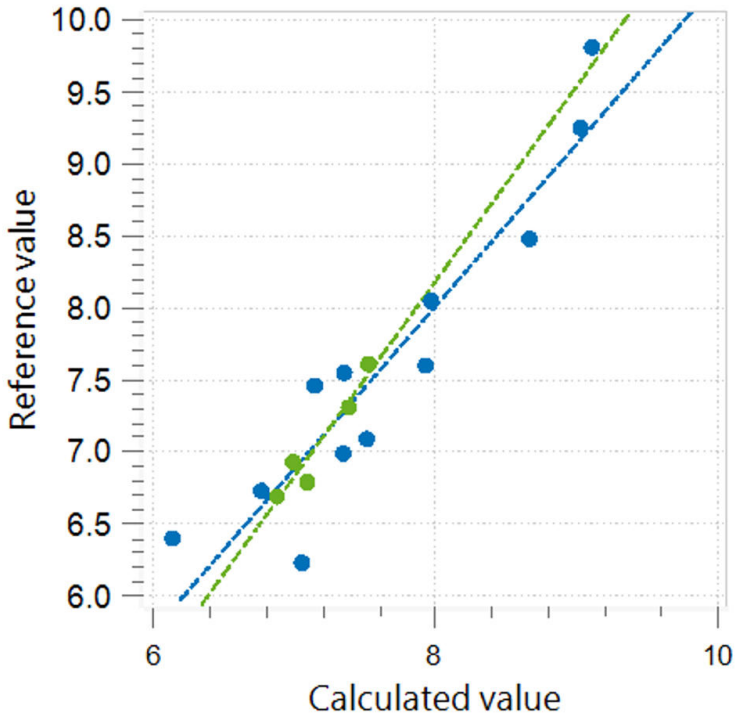

Figura 5. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do índice de acidez no processo de hidrogenação do estearato com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

RESULTADO DE CINZAS EM ESTEARATOS

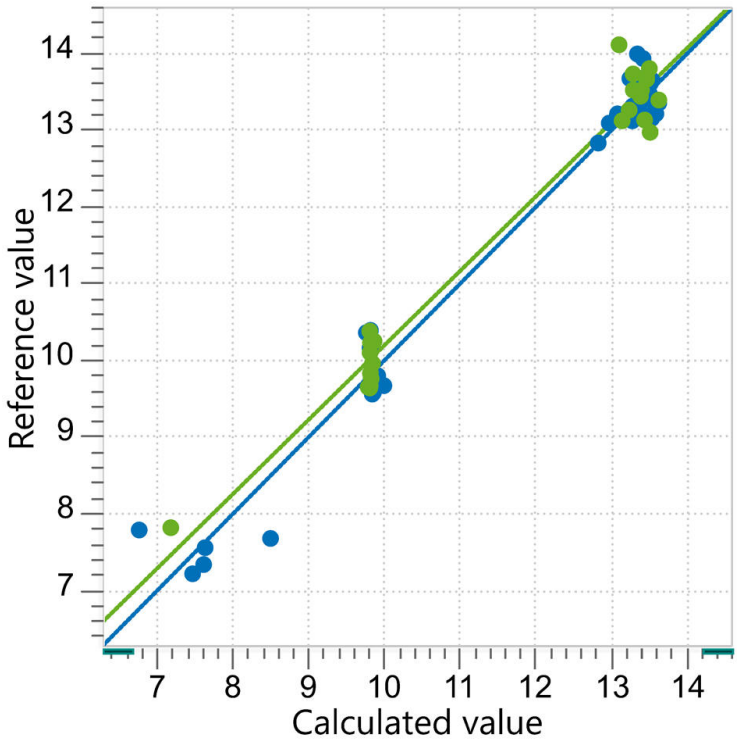

Figura 6. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de cinzas em amostras de estearato de Mg, Ca e Zn com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

RESULTADO DE UMIDADE EM ESTEARATOS

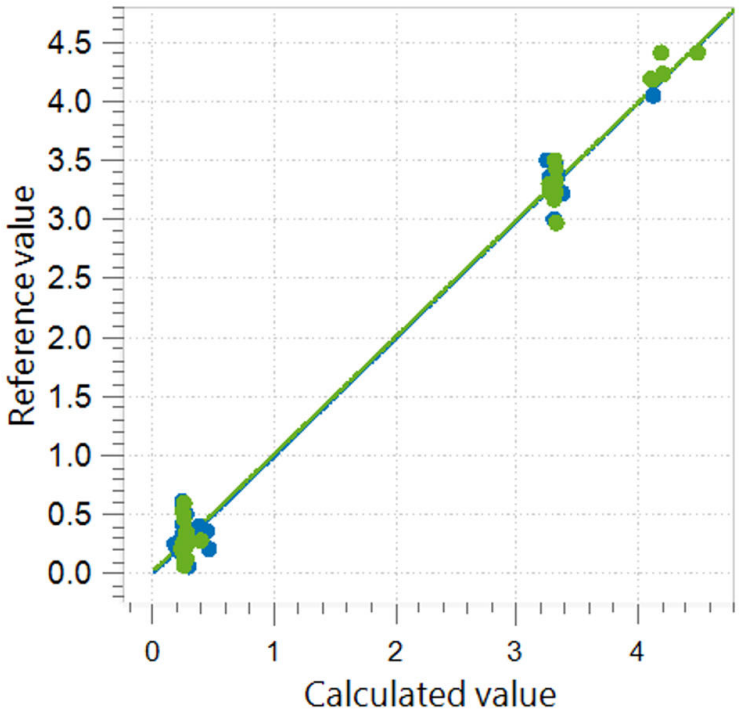

Figura 7. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do teor de umidade em amostras de estearato de Mg, Ca e Zn com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

RESULTADO DO PONTO DE FUSÃO EM ESTEARATOS

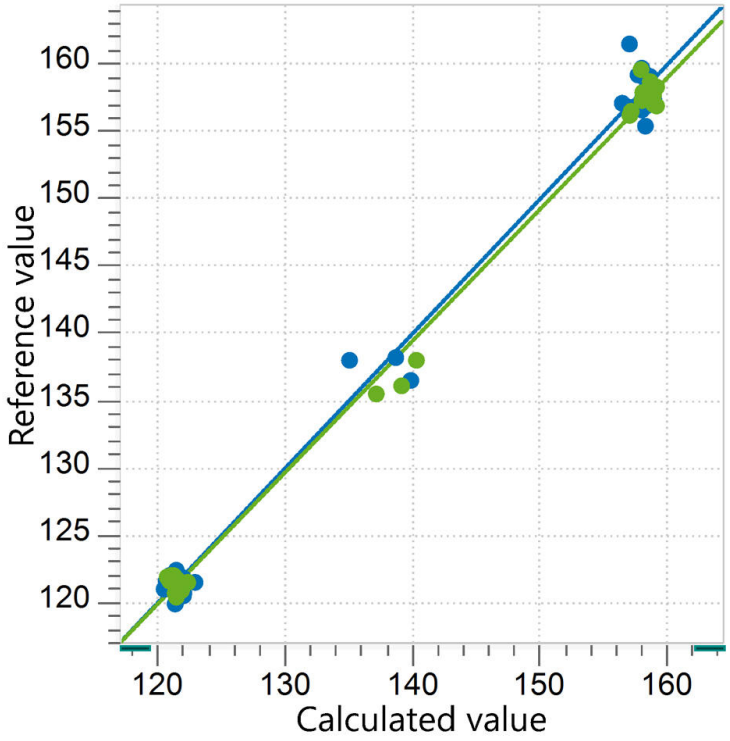

Figura 8. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão do ponto de fusão em amostras de estearato de Mg, Ca e Zn com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

RESULTADO DE GRANULOMETRIA EM ESTEARATOS

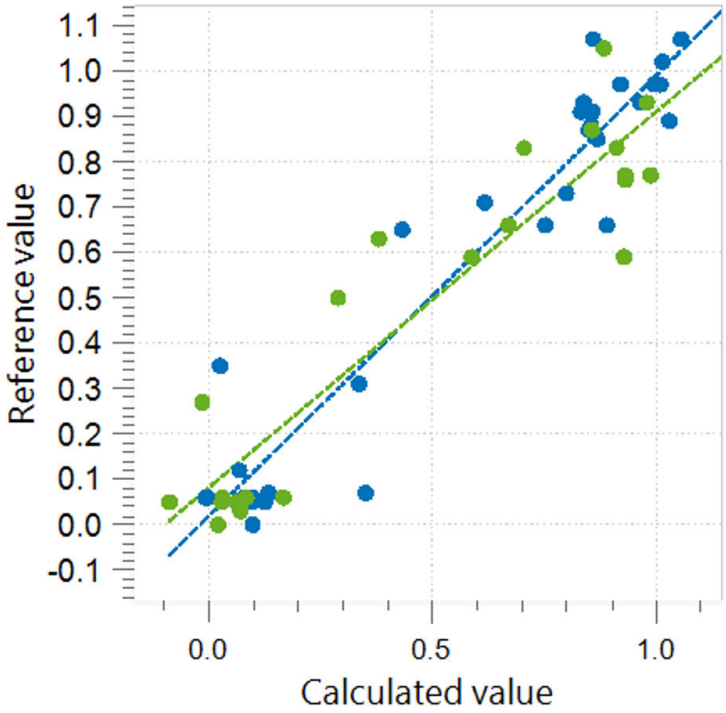

Figura 9. Diagrama de correlação e as respectivas FOMs para a previsão da granulometria em amostras de estearato de Mg, Ca e Zn com o OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid. Os pontos azuis representam o conjunto de dados de calibração, e os pontos verdes representam o conjunto de dados de validação.

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

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos neste estudo demonstram a forte aplicabilidade da espectroscopia NIR para a análise quantitativa tanto de amostras de processo quanto de produtos finais, em múltiplos parâmetros, durante a producão do ácido esteárico e de seus sais.

O OMNIS NIR Analyzer oferece vantagens operacionais significativas ao combinar os módulos de medicão líquido e sólido em um único instrumento, tornando a análise de amostras simples e eficiente. A capacidade do módulo líquido de aquecer amostras até 80 °C com controle preciso de temperatura garante a fusão completa de amostras com pontos de fusão mais altos, o que melhora a exatidão e a reprodutibilidade da medicão.

Os estearatos finais de Mg, Ca e Zn são amplamente utilizados na indústria farmacêutica (como lubrificantes e excipientes para comprimidos), em cosméticos (em cremes, locões e sabonetes), na indústria alimentícia (como emulsificantes e agentes de revestimento), em lubrificantes (como espessantes e estabilizantes) e em outros setores, como plásticos e borracha (como estabilizantes e agentes de desmoldagem). Essa versatilidade mostra a importância de solucões analíticas robustas como a NIRS para o controle de qualidade em diversas indústrias.

CONTACT

Metrohm Brasil
Rua Minerva, 161
05007-030 São Paulo
metrohm@metrohm.com.br

CONFIGURACÃO

OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid

Near-infrared spectrometer for liquid, solid, and viscous samples.

Developed and produced in accordance with Swiss quality standards, the OMNIS NIR Analyzer is the near-infrared spectroscopy (NIRS) solution for routine analysis along the entire production chain. Its application of the latest technologies and its integration in the modern OMNIS Software are reflected in its speed, operability and flexible utilization of this NIR spectrometer.

Overview of the advantages of the OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid:

- Measurements of fluid, solid, and viscous samples in less than 10 seconds
- Fast sequential measurement of liquid and solid samples without conversion of the system
- Simple integration in an automation system or link with additional analysis technologies (titration)
- Supports numerous sample vessels

Highlights of measurements of liquids:

- Temperature control on the sample from 25–80 °C
- Automatic detection of the sample

Highlights of measurements of solids:

- Automated multi-position measurements for reproducible results, even with nonhomogeneous samples

Disposable vials, 28 mm, reflection

216 lockable disposable glass vials with a diameter of 28 mm for analyses of solids in reflection. Suitable for the following analyzers:

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

Flexible holder OMNIS NIR

Flexible holder with a variable diameter of up to 30 mm for the examination of samples in vials in reflection.

Disposable vial, 8 mm, transmission, qty. 100

100 disposable glass vials (borosilicate) with an optical path length of 8 mm for analyses of liquids in transmission. The disposable vials are supplied with the associated stoppers (number of pieces = 100). Compatible with:

- Holder OMNIS NIR, vial, 8 mm (**6.07401.070**)
- DS2500 holder for 8 mm disposable vials (**6.7492.020**)

Holder OMNIS NIR, vial, 8 mm

Vial Holder for the OMNIS NIR Analyzer for 8 mm disposable vials (6.7402.240).

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone license

Enables stand-alone operation of the OMNIS software on a WindowsTM computer.

Features:

- The license already includes one OMNIS instrument license.
- Must be activated via the Metrohm licensing portal.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Software license Quant Development

Software license for the creation and editing of quantification models in a stand-alone OMNIS Software installation.