



Application Note AN-NIR-064

Controllo qualità del nitrato di ammonio

Determinazione rapida e non distruttiva dell'umidità

Le sostanze chimiche speciali devono soddisfare molti requisiti di qualità. Uno di questi parametri di qualità, riscontrabile in quasi tutti i certificati di analisi e caratteristiche tecniche, è il contenuto di umidità. Il metodo standard per la determinazione del contenuto di umidità è la titolazione Karl Fischer. Questo metodo richiede la preparazione riproducibile

del campione, sostanze chimiche e smaltimento dei rifiuti. In alternativa, è possibile usare la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) per determinare il contenuto di umidità. Questa tecnica permette di analizzare i campioni senza prepararli e senza uso di sostanze chimiche.

STRUMENTI DI ANALISI

I campioni di nitrato di ammonio sono stati misurati con un analizzatore solido DS2500 in modalità di riflessione sull'intera gamma di lunghezze d'onda (400–2500 nm). Per ridurre al minimo gli effetti sulla dimensione delle particelle, è stata utilizzata una coppa per campioni grande DS2500 rotante. Questo accessorio consente una misurazione automatizzata in diverse posizioni del campione per un'acquisizione dello spettro riproducibile. Come visualizzato in **Figura 1**, i campioni sono stati misurati senza alcuna fase di preparazione. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.

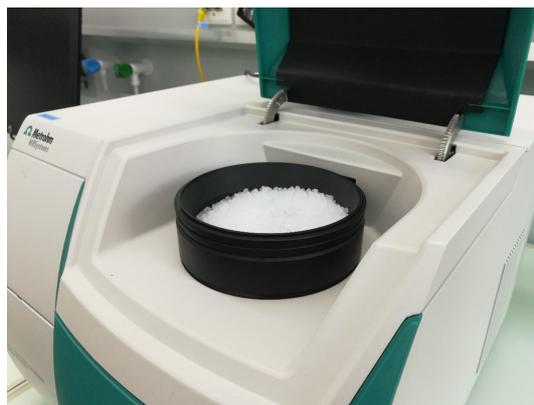


Figura 1. Campioni riempiti nel contenitore per campioni grande rotante DS2500.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

| Attrezzatura | Articolo Metrohm |
|------------------------------|------------------|
| Analizzatore solido DS2500 | 2.922.0010 |
| DS2500 coppa campione grande | 6.7402.050 |
| Vision Air 2.0 completo | 6.6072.208 |

RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello predittivo per la determinazione del valore di umidità. Per verificare la qualità del modello di previsione, sono stati creati 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.

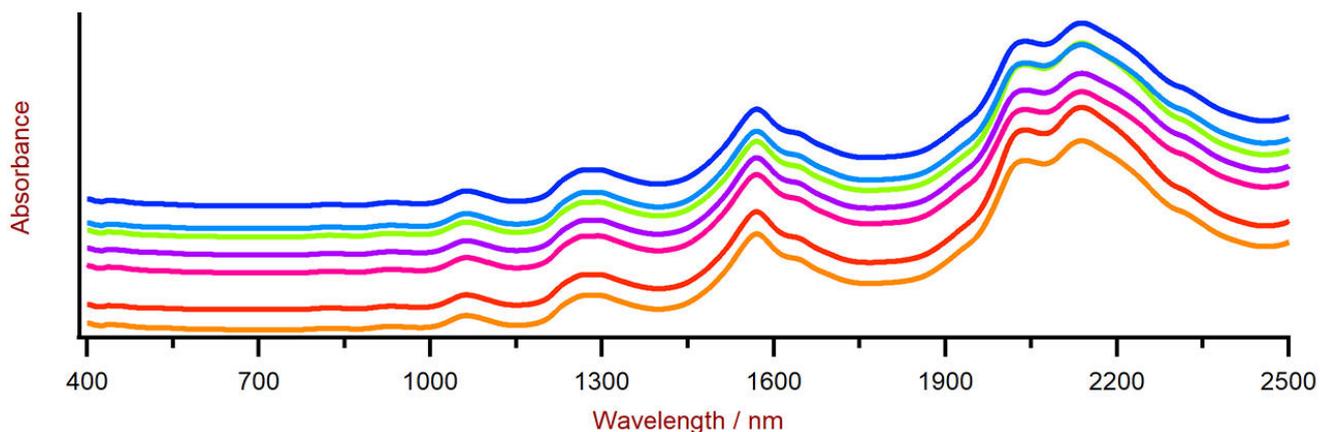


Figura 2. Una selezione di spettri Vis-NIR di nitrato di ammonio ottenuti utilizzando un analizzatore DS2500 e una coppa per campioni rotante. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.

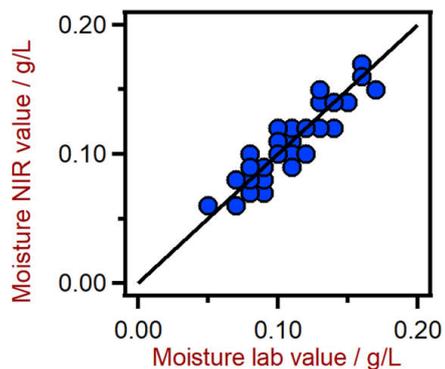


Figura 3. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di umidità utilizzando un analizzatore DS2500. I valori di laboratorio di riferimento sono stati valutati con titolazione volumetrica Karl Fischer.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione del contenuto di umidità utilizzando un analizzatore solido DS2500.

| Riferimento | Valore |
|---|-----------|
| R_2 | 0,840 |
| Errore standard di calibrazione | 0,011 g/l |
| Errore standard di convalida incrociata | 0,012 g/l |

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi del basso contenuto di umidità in sostanze chimiche speciali, in particolare il nitrato di ammonio. Rispetto al metodo di titolazione

standard, il **riduzione dei tempi di analisi e delle sostanze chimiche** è uno dei principali vantaggi della spettroscopia NIR.

Tabella 3. Confronto dei costi di gestione per la determinazione del contenuto di umidità con titolazione e spettroscopia NIR.

| | Metodo di laboratorio | Metodo NIR |
|---|-----------------------|--------------|
| Numero di analisi (al giorno) | 10 | 10 |
| Costo dell'operatore (all'ora) | \$25 | \$25 |
| Costi dei prodotti chimici per la determinazione dell'acqua | \$2 | \$0 |
| Tempo speso per analisi | 5 minuti | 1 minuto |
| Costi di gestione totali (all'anno) | \$8 288 | \$938 |

Running Costs / Year

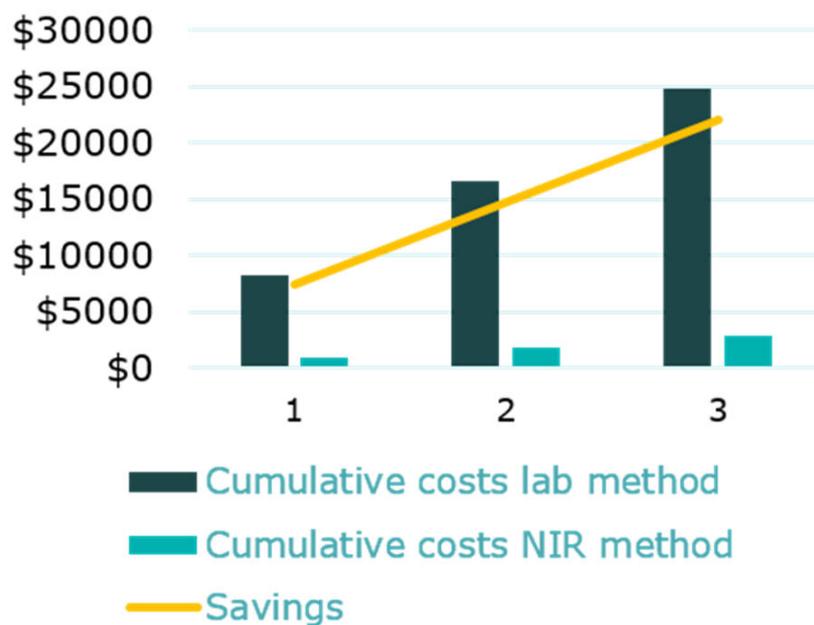


Figura 4. Confronto dei costi cumulativi altri tre anni per la determinazione del contenuto d'acqua con titolazione volumetrica e spettroscopia NIR.

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.



Recipiente per campioni DS2500, grande

Recipiente per campioni grande per la rilevazione degli spettri di polveri e granulati in riflessione in punti diversi del campione tramite NIRS DS2500 Analyzer.



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)