

# Determinazione on-line del grado d'idrolisi su prodotti polivinil acetati tramite Spettrometria FT-NIR

Cristian Bardella\*, Pietro Gnan\*, Giuseppe Ferrari \*\*

\*Akzo Nobel Chemicals, Adria (RO), \*\* BÜCHI Italia S.r.l., Assago (MI)

## Introduzione

I prodotti polivinil acetati parzialmente idrolizzati sono utilizzati come sospensivi nella produzione di S-PVC (polivinilcloruro, ottenuto per polimerizzazione di vinilcloruro monomero in sospensione acquosa). Essi determinano le caratteristiche dei prodotti (porosità, densità apparente, granulometria, ecc.) che saranno poi utilizzati per la produzione di vari manufatti (tubi, film, oggetti di uso comune e medicale). La produzione dei polivinil acetati parzialmente idrolizzati avviene in reattori a temperature moderate, usando un catalizzatore acido oppure basico.

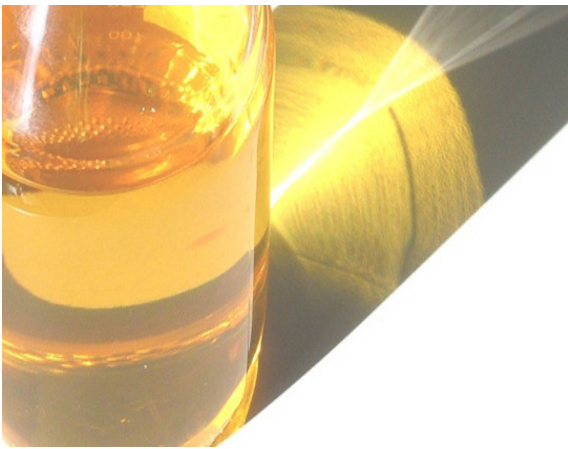
La reazione, relativamente veloce richiede, specie nella fase finale, un controllo frequente per fermare il processo al grado d'idrolisi desiderato.

Per effettuare un controllo con le metodiche tradizionali, è necessario prelevare un certo quantitativo di campione e analizzarlo per titolazione secondo la metodica di determinazione del numero di saponificazione, che necessita di alcune ore (essiccamento del campione, analisi).

Ciò comporta una notevole perdita di tempo per la raccolta dello stesso a cui vanno sommati i tempi dell'analisi. Inoltre si creano dei rifiuti speciali che vanno poi trattati in modo opportuno con un conseguente incremento dei costi fissi.

La necessità di velocizzare i controlli, la riduzione dei costi e il rispetto degli standard qualitativi, ha spinto a cercare tecniche analitiche alternative, in grado di soddisfare i requisiti richiesti.

Il lavoro mostra come la Spettroscopia FT-NIR è stata impiegata positivamente per questo tipo di controlli, velocizzando le analisi e abbattendo i costi, migliorando anche la resa dell'impianto.



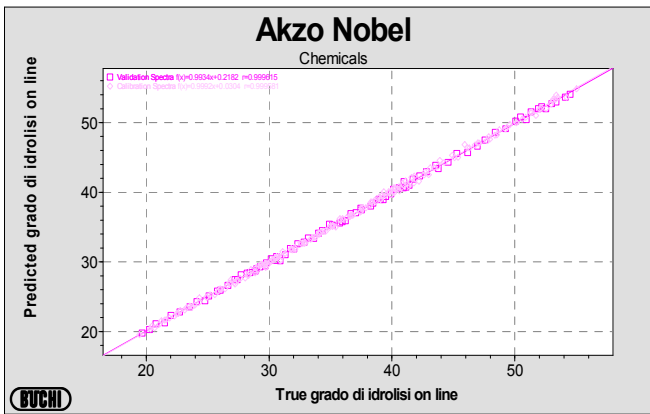
Prodotto Finito

## Materiali e metodi

- Spettrofotometro Büchi FT-NIR NIRflex N-419, versione rack 19";
- Software per elaborazione spettri NIRCAL 4.21;
- Sonda ad immersione in acciaio con attacco DIN per misure in trasmittanza
- Metodo USP XXII Pharmacopeia del 1990, pagina 1102 (Polyvinyl Alcohol)

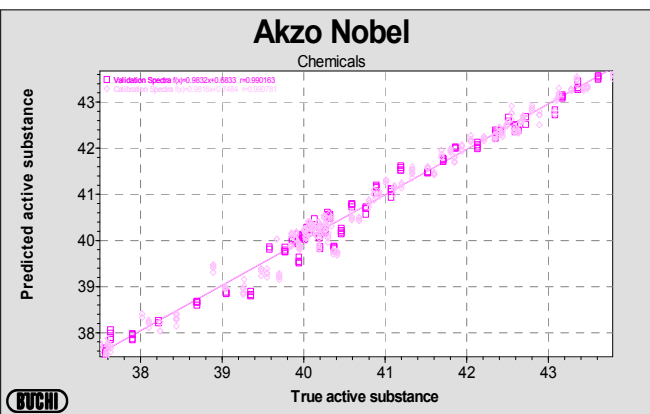
## Risultati e discussione

Il primo modello di predizione è stato sviluppato per controllare la cinetica di reazione al fine di ottenere un prodotto con il grado di idrolisi voluto.



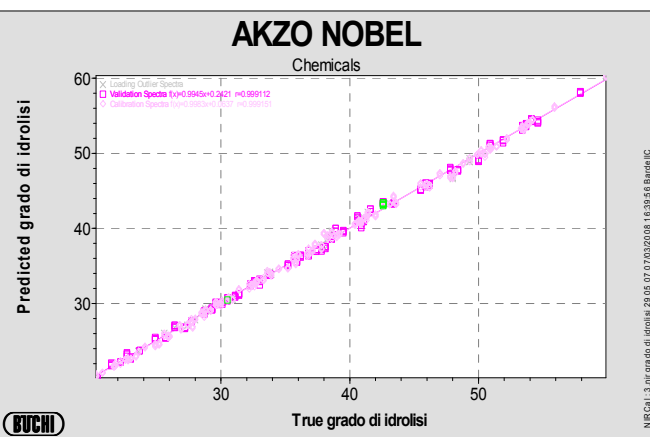
Q-Value	0.997166
C-Set SEE	0.265137
V-Set SEE (SEP)	0.264625
Consistency	100.193

Sono stati sviluppati altri due modelli di predizione per eseguire il controllo del prodotto al termine della reazione. Il primo per la determinazione della sostanza attiva, il secondo per il controllo del grado di idrolisi. Ciò si è reso necessario a causa del diverso ambiente (pH e temperatura) in cui viene acquisito lo spettro.



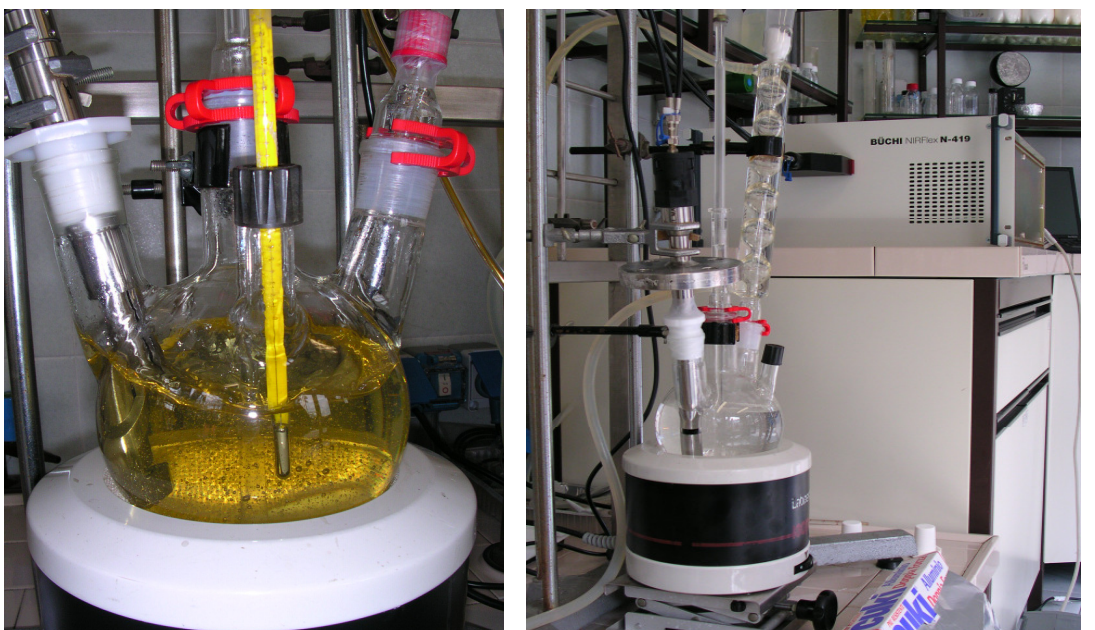
Q-Value	0.995731
C-Set SEE	0.212882
V-Set SEE (SEP)	0.213648
Consistency	99.6415

Calibrazione sostanza attiva, controllo prodotto finito



Q-Value	0.991605
C-Set SEE	0.413097
V-Set SEE (SEP)	0.41993
Consistency	98.3729

Calibrazione grado di idrolisi, controllo prodotto finito



Reattori pilota dove si è fatta la sperimentazione prima di passare al processo e spettrometro FT-NIR Buchi NIRflex N-419 con sonda in acciaio

## Conclusioni

Le prove hanno dimostrato che la tecnica NIR permette di determinare con una buona accuratezza il grado di idrolisi ed il contenuto di sostanza attiva nei polivinil acetati. Per tale motivo lo strumento viene attualmente utilizzato per il controllo online delle reazioni e dei prodotti finiti.