

## Spettroscopia NIR e analisi multivariata

**Il costo della strumentazione e la possibilità di determinare contemporaneamente diverse proprietà di uno stesso campione senza la necessità di un pretrattamento hanno reso la tecnica NIR molto promettente per applicazioni nel monitoraggio di processi produttivi e nel controllo qualità**

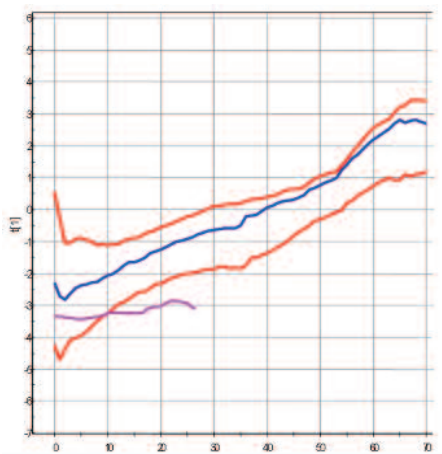


La spettroscopia NIR è una tecnica di analisi che usa la regione del vicino infrarosso dello spettro elettromagnetico (da circa 800 nm a 2500 nm) per indagare in modo non distruttivo le proprietà chimico-fisiche di varie tipologie di campioni. L'utilizzo di fibre ottiche per la realizzazione di sonde ha permesso di costruire strumenti NIR in grado di effettuare la rilevazione direttamente all'interno di elementi dell'impianto produttivo quali, ad esempio, essiccatori o reattori, e hanno consentito lo sviluppo di strumenti portatili. In questo modo il campione può essere analizzato in tempo reale e nel contesto delle proprie condizioni ambientali. Numerose sono le applicazioni che hanno avuto successo nell'ambito dell'industria farmaceutica e nel campo agro-alimentare. I migliori risultati si ottengono quando la spettroscopia NIR è accoppiata a metodi di analisi statistica multivariata di dati e, in particolare, a metodi proiettivi quali l'analisi delle componenti principali (PCA, Principal Component Analysis) e la tecnica di regressione PLS (Partial Least-Squares to latent structures regression). Queste tecniche, infatti, permettono di mettere in relazione lo spettro NIR del campione con le



proprietà di interesse e di generare un modello predittivo. Nell'ambito del controllo di processo, la tecnica NIR, combinata con l'analisi statistica multivariata di dati, permette di sostituire saggi per via umida con misure istantanee effettuabili direttamente in impianto (at-line), requisito fondamentale per poter effettuare un controllo del processo produttivo in tempo reale e assicurare così una produzione secondo specifica anziché controllare la qualità del prodotto finito. Un esempio di applicazione di successo riguarda il controllo dell'essiccazione di polveri: l'inserimento di apposite sonde NIR all'interno dell'essiccatore e la messa a punto di un modello di calibrazione con metodi di analisi multivariata hanno permesso di sostituire le analisi chimiche off-line di tipo Karl-Fischer (lunghe e onerose), di effet-

tuare un controllo in tempo reale dell'umidità del prodotto e, in definitiva, di ottimizzare il processo di essiccazione. In figura 1 è rappresentata una carta di controllo multivariata per il sistema in esame: ogni curva descrive il processo di essiccazione di un batch di polveri e riassume le informazioni di tutte i parametri di controllo del processo. Se la curva rappresentante un batch in evoluzione rimane all'interno delle due curve limite (rappresentate in fig. 1 con colore rosso) il processo è in specifica (curva blu); se il batch in evoluzione si avvicina alle curve limite, ciò significa che uno o più parametri di controllo si stanno scostando dal loro valore di regime e, di conseguenza, il processo sta andando fuori specifica (traccia rosa). Un buon modello di calibrazione è in grado di individuare tali parametri e di indicarli, tempestivamente, all'operatore adibito all'impianto. Una piattaforma molto utile per analisi multivariata di dati è SIMCA-P+, sviluppato da Umetrics MKS (distributore per l'Italia: **S-IN** Soluzioni Informatiche). SIMCA-P+, oltre a disporre di numerosi metodi di regressione multivariata, è in grado di importare dati generati dalle diverse strumentazioni NIR e mette a disposizione dell'utente una vasta gamma di strumenti di pretrattamento e trasformazione dei dati specifici per il trattamento di matrici di origine spettrale. Per il suo utilizzo in ambito industriale, sono necessarie conoscenze base di chemiometria e una formazione specifica sulle modalità di trattamento di dati di origine spettroscopica.



**Figura 1 - Carta di controllo multivariata per un processo di essiccazione di polveri monitorato mediante sonda NIR**