

Identificación de disolventes orgánicos convencionales con espectrómetros Raman portátiles

Esta nota de aplicación describe la identificación y confirmación espectroscópica portátil Raman rápida y no destructiva de los solventes orgánicos de uso común, que juegan un papel importante en muchos segmentos del mercado. Las mediciones con el espectrómetro Raman portátil Mira M-1 no requieren

la preparación de la muestra y permiten obtener resultados instantáneos que identifican los disolventes orgánicos sin ambigüedades, dejando a la sombra los métodos tradicionales como HPLC, GC y TLC.

INTRODUCCIÓN

Los disolventes son líquidos que tienen la capacidad de disolver, suspender o extraer otros materiales (sólidos). Tienen una amplia gama de usos, incluido el proceso, la aplicación, la limpieza o la separación de materiales. Considerado como algo natural, a menudo se olvida la importancia de los disolventes en la vida diaria. De hecho, sin los solventes, muchos de los productos que usamos y en los que confiamos, desde la penicilina hasta la pintura industrial, no cumplirían con los estándares que exigimos hoy. Los solventes orgánicos juegan un papel importante en muchos productos cosméticos y de belleza,

pinturas, fragancias y reacciones de síntesis. Además, no hay que olvidarse de la industria farmacéutica, que puede considerarse como el campo más intensivo en disolventes. Aquí los solventes se utilizan como medios de reacción, en la separación y purificación de productos de síntesis, para realizar recubrimientos de tabletas, etc.

En este estudio, se muestra una alternativa rápida al análisis HPLC, GC y TLC de los solventes entrantes. Además, se describen las características atractivas de la espectroscopia Raman portátil, en comparación con otras técnicas analíticas.

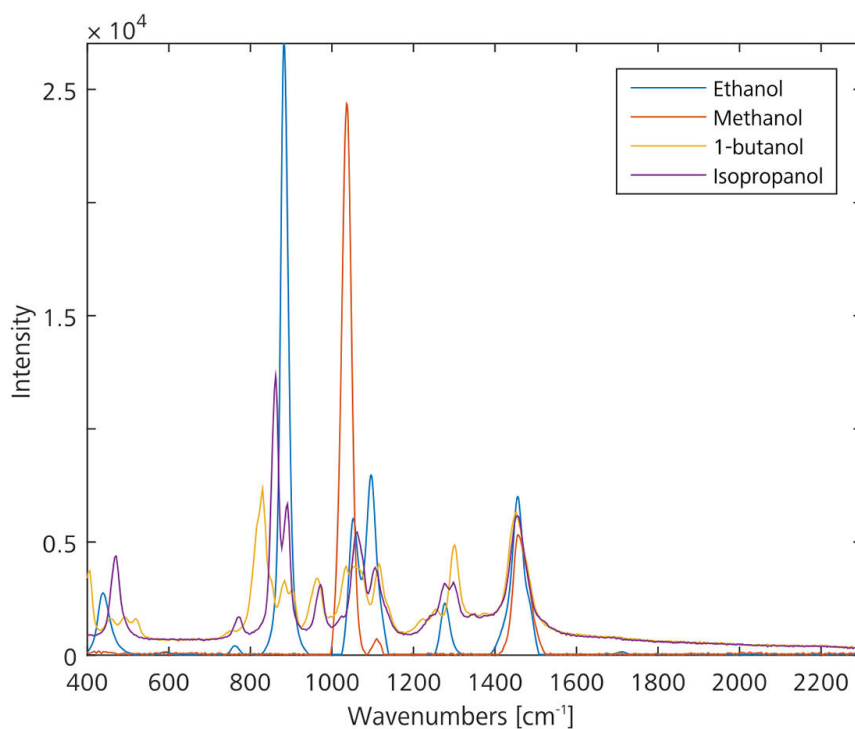


Figure 1. Espectros Raman superpuestos de etanol, metanol, 1-butanol e isopropanol.

EXPERIMENTO

Todos los espectros se midieron usando el espectrómetro Mira M-1 Raman en modo de adquisición automática, es decir, los tiempos de integración se determinaron automáticamente. Se utilizó una longitud de onda láser de 785 nm y la técnica Orbital-Raster-Scan (ORS). Los espectros de solventes presentes en botellas ámbar se registraron con el adaptador de apuntar y disparar, adecuado para una larga distancia de trabajo (LWD). Los

disolventes recibidos en recipientes de plástico grueso se transfirieron primero a viales de vidrio transparente antes de analizarlos con el soporte para viales.

Se utilizó una colección de muestras de disolventes de uso común como **metanol, etanol, isopropanol (IPA), tetrahidrofurano (THF), acetonitrilo, diclorometano (DCM), ciclohexano, xileno, dimetilsulfóxido (DMSO)** para construir una biblioteca específica con el software Mira Cal.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Raman ofrece una alta selectividad para disolventes con dobles enlaces, triples enlaces o grupos funcionales aromáticos. Los disolventes de hidrocarburos alifáticos de uso común, como el hexano y el heptano, podrían identificarse y

confirmarse fácilmente en función del valor de correlación espectral altamente diferenciador. En la **Figura 2** se muestra una superposición de disolventes clorados de uso común.

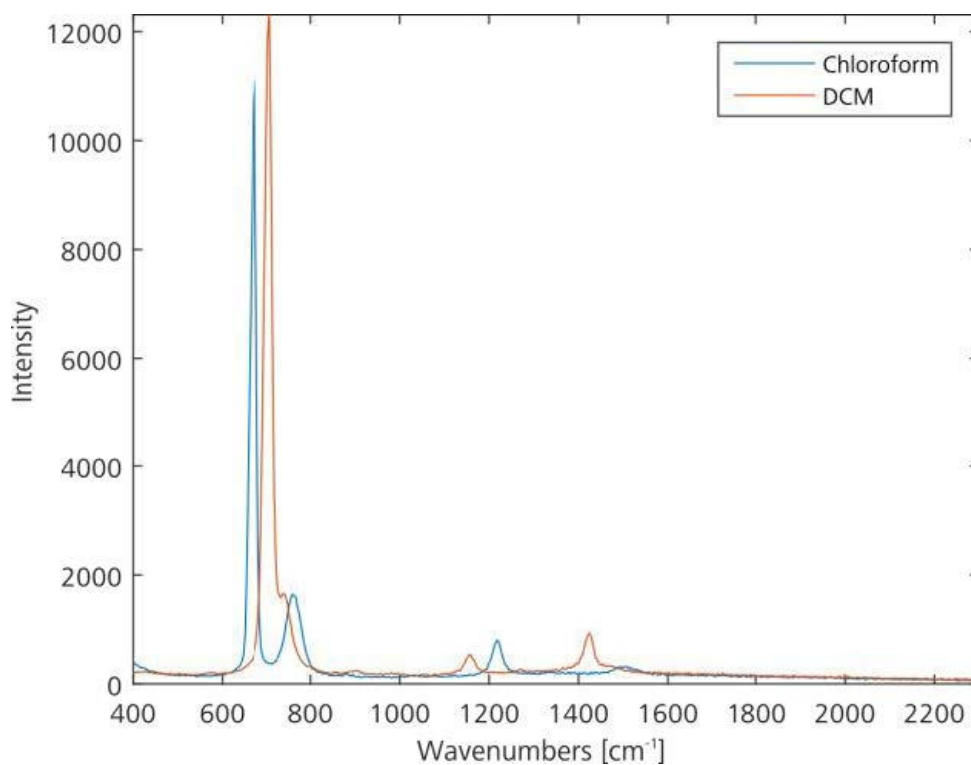


Figure 2. Recubrimiento de cloroformo y DCM, dos solventes clorados ampliamente utilizados.

Figura 2 demuestra que existen suficientes diferencias en los espectros de cloroformo y DCM para una adecuada diferenciación. Al correlacionar los espectros de cloroformo con los espectros de DCM, se obtiene una correlación espectral de 0,081, lo que indica la especificidad y la identificación inequívoca de estos dos disolventes.

figura 3 resume, cómo el Mira (con la técnica ORS)

permite la identificación inequívoca de todos los solventes comunes utilizados en las industrias química y farmacéutica. Los nueve solventes se identificaron correctamente con valores de correlación espectral superiores a 0,98, mientras que los valores de correlación espectral para los solventes que no coincidían estaban por debajo de 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. Valores de correlación que muestran los resultados de selectividad del Mira M-1

Esto muestra que la región espectral utilizada para la identificación espectral de los solventes es perfectamente adecuada para desarrollar una biblioteca de solventes específica y usarla para la identificación.

Además, se ensayaron muchos otros disolventes

estructuralmente similares, por ejemplo, hexano y heptano, tolueno y xileno. El Mira M-1 es capaz de diferenciar entre moléculas de disolvente estructuralmente similares y muestra una alta selectividad. La **Figura 4** muestra una superposición de hexano y heptano.

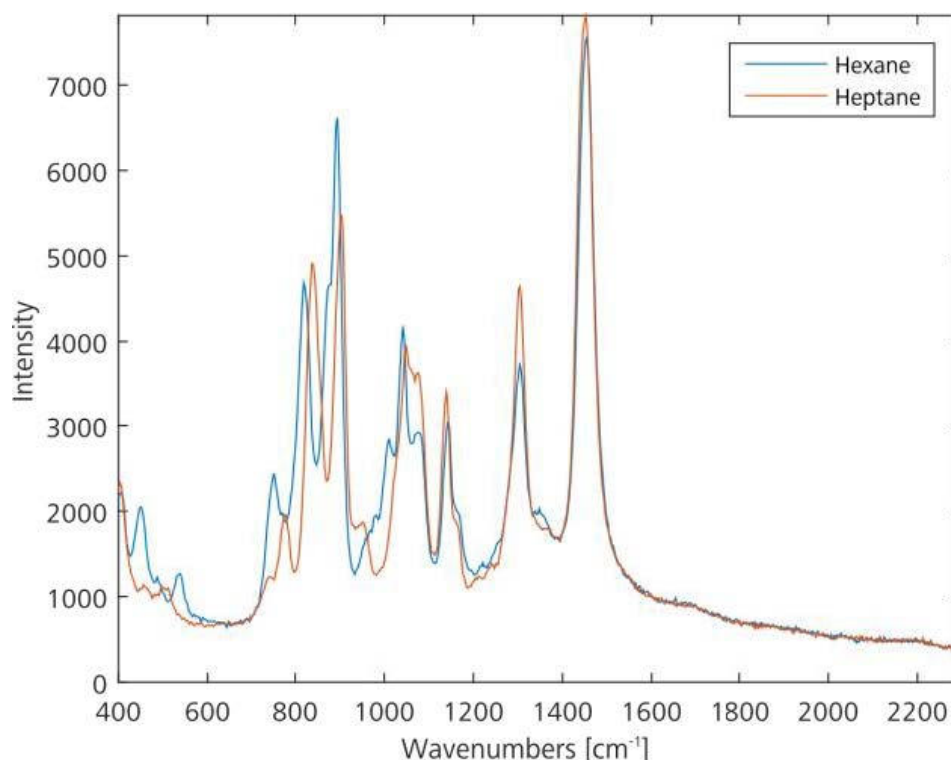


Figure 4. Overlay de hexano y heptano, mostrando la similitud en los espectros.

CONCLUSIONES

En este trabajo, el espectrómetro portátil Raman Mira M-1 se muestra como una técnica confiable para la identificación y confirmación de solventes utilizados en una variedad de industrias. Las mediciones con el Mira suelen tardar unos segundos y permiten obtener

información rápida y confirmatoria sobre los distintos disolventes. De esta forma, Mira podría implementarse fácilmente en el área de recepción para una rápida identificación de solventes, o incluso para el monitoreo de la calidad de los solventes.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



MIRA P Advanced

El Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P es un potente espectrómetro Raman portátil que se puede utilizar para determinar y verificar de forma rápida y no destructiva los más diversos materiales como, por ejemplo, principios activos y excipientes de uso farmacéutico. Pese a su pequeño tamaño, el MIRA P es muy robusto y cuenta con un espectrógrafo de diseño muy eficiente, que está equipado con nuestra extraordinaria tecnología Orbital Raster Scan (ORS). El MIRA P cumple la normativa FDA 21 CFR Parte 11.

El paquete Advanced incluye una lente adicional con la que los materiales se pueden analizar directamente o en sus recipientes (láser de clase 3b) y un accesorio de soporte de vial para analizar las muestras que se encuentran en viales de vidrio (láser de clase 1).