



Application Note AN-NIR-122

Quantificazione dell'acqua nel lattosio con l'analizzatore OMNIS NIRS

Determinazione rapida e non distruttiva dell'acqua con NIRS

Il lattosio è un importante prodotto farmaceutico. Circa il 60%-70% delle forme di dosaggio farmaceutiche contengono lattosio [1] ed è uno degli eccipienti farmaceutici più grandi in volume. Il lattosio può essere utilizzato come riempitivo sfuso per compresse farmaceutiche, come legante per conferire maggiore resistenza a una forma di dosaggio e può anche essere aggiunto per facilitare il flusso di una formulazione durante il processo di produzione. L'umidità contenuta nel lattosio è indesiderabile a livelli elevati poiché fa sì che il materiale diventi

appiccicoso e si leghi a se stesso, formando ammassi duri che possono essere difficili da separare. L'USP specifica l'intervallo del contenuto di acqua nel lattosio monoidrato dal 4,5% al 5,5% [2].

L'analisi dell'acqua nel lattosio viene solitamente eseguita con metodi che richiedono molto tempo. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) è un'alternativa più veloce. Questa Application Note mostra la determinazione del contenuto di acqua nel lattosio con NIRS.

STRUMENTI PER L'ANALISI

In questo studio, sono stati analizzati campioni di lattosio con contenuto di acqua variabile per creare un modello di previsione NIRS per la quantificazione. I campioni di lattosio monoidrato addizionati con acqua o essiccati in un forno sono stati misurati su un analizzatore OMNIS NIR (Figura 1) in modalità riflessione (1.000–2.250 nm) in fiale da 19 mm utilizzando un supporto flessibile. Come modalità di misurazione è stata selezionata la misurazione singola. L'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione sono stati eseguiti con il software OMNIS.



Figure 1. OMNIS NIR Analyzer Solid di Metrohm.

Table 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

Equipment	Article number
OMNIS NIR Analyzer Solid	2.1071.0010
Disposable vials, 19 mm, reflection	6.7402.120
Flexible holder OMNIS NIR	6.07402.300
OMNIS Stand-Alone license	6.06003.010
Quant Development software license	6.06008.002

RISULTATO

Gli spettri NIR misurati (Figura 2) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione di quantificazione per la percentuale di acqua nel lattosio. La qualità del modello di previsione è stata valutata utilizzando il diagramma di correlazione che mostra una correlazione molto elevata tra la previsione NIR e i valori di riferimento. Le rispettive cifre di merito (FOM)

mostrano la precisione attesa e confermano la fattibilità durante l'analisi di routine (Figura 3).

Il contenuto di acqua di Hydranal Water Standard KF Oven, lattosio monoidrato, (contenuto di acqua $5,10 \pm 0,04\%$) è stato previsto utilizzando il modello di previsione menzionato. Il risultato è mostrato nella Tabella 2.

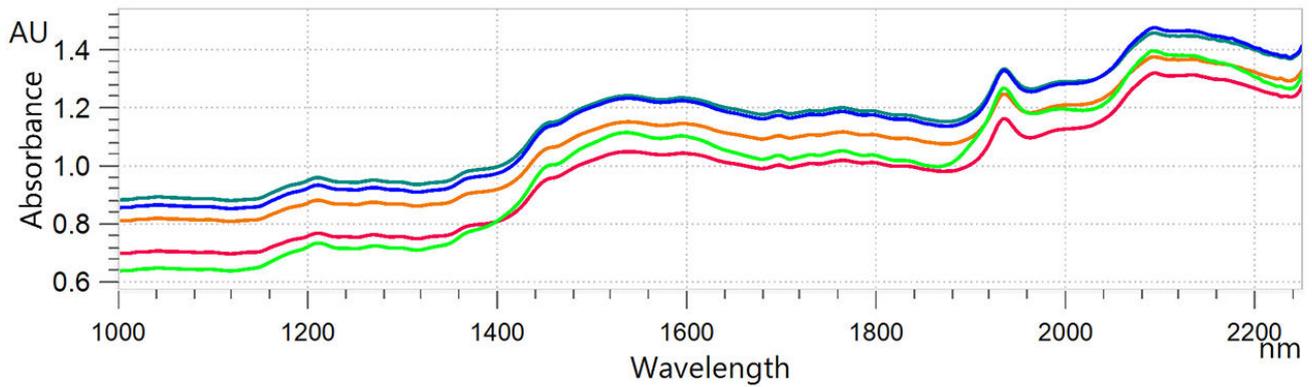


Figure 2. Spettri NIR sovrapposti di diversi campioni di lattosio analizzati su un OMNIS NIR Analyser Solid.

RISULTATO CONTENUTO DI ACQUA NEL LATTOSIO

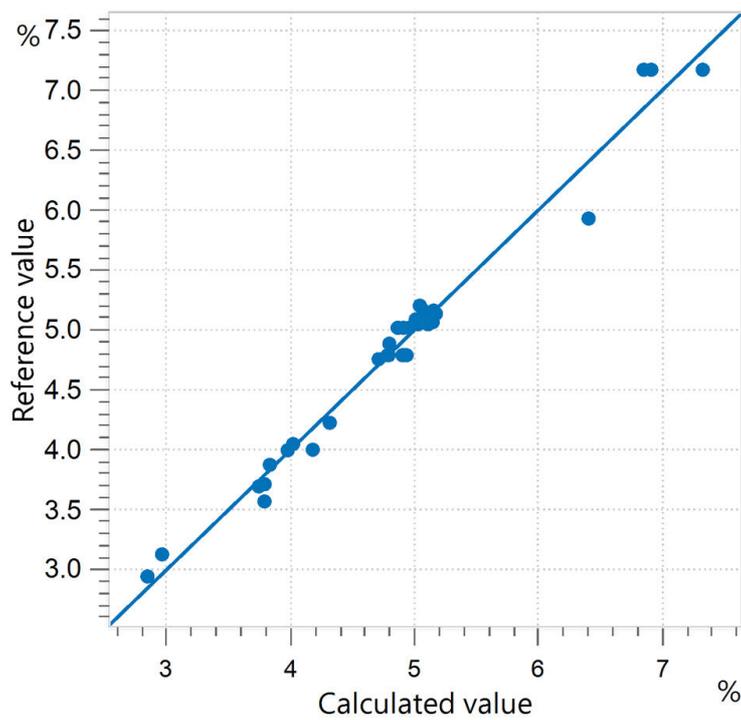


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione della presenza di acqua nel lattosio utilizzando un OMNIS NIR Analyser Solid. Il contenuto di acqua di riferimento è stato determinato utilizzando un metodo in forno Karl Fischer (KF).

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.977	0.12	0.14

Tabella 2. Contenuto medio di acqua previsto per Hydranal Water Standard KF Oven, lattosio monoidrato, determinato con un OMNIS NIR Analyzer Solid (n = 3).

Hydranal Water Standard	
Water content (%)	5.1380
SD (rel) in %	0.029

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità della determinazione del contenuto di acqua nel lattosio in modo rapido e semplice. La spettroscopia NIR offre agli utenti un'alternativa rapida, economica ed

estremamente accurata ad altri metodi di test standard. Inoltre, l'analisi NIRS è non distruttiva, completamente priva di reagenti e fornisce risultati in pochi secondi.

RIFERIMENTI

1. Hebbink, G. A.; Dickhoff, B. H. J. Chapter 5 - Application of Lactose in the Pharmaceutical Industry. In *Lactose*; Paques, M., Lindner, C., Eds.; Academic Press, 2019; pp 175–229.
[DOI:10.1016/B978-0-12-811720-0.00005-2](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811720-0.00005-2)
2. Lactose Monohydrate.
[DOI:10.31003/USPNF_M44190_04_01](https://doi.org/10.31003/USPNF_M44190_04_01)

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS NIR Analyzer Solid

Spettrometro nel vicino infrarosso per campioni solidi e viscosi.

OMNIS NIR Analyzer è la soluzione per spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) sviluppata e prodotta secondo gli standard di qualità svizzeri utilizzabile per l'analisi di routine lungo l'intera catena di produzione. L'uso delle più recenti tecnologie e l'integrazione nel moderno OMNIS Software si riflettono nella velocità, operatività e flessibilità d'uso di questo spettrometro NIR.

Panoramica dei vantaggi di OMNIS NIR Analyzer Solid:

- Misurazioni di materie solide e campioni viscosi in meno di 10 secondi
- Misurazioni automatiche su più posizioni per risultati riproducibili anche in caso di campioni non omogenei
- Facile integrazione in un sistema di automazione o collegamento con altre tecnologie di analisi (titolazione)
- Supporto di numerosi contenitori portacampione



Vial monouso, 19 mm, riflessione

225 vial monouso in vetro richiudibili con diametro di 19 mm per l'analisi di solidi in riflessione. Adatti per l'analizzatore di solidi NIR delle famiglie di prodotti XDS, DS2500 e OMNIS.



OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Supporto flessibile OMNIS NIR

Supporto flessibile con diametro variabile fino a 30 mm, per l'esame flessibile in riflessione dei campioni in vial.

Licenza OMNIS Stand-Alone

Consente l'utilizzo stand-alone del software OMNIS su un computer Windows™.

Caratteristiche:

- la licenza contiene già una licenza per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.
- Non è trasferibile su di un altro computer.

Licenza software Quant Development

Licenza software per la creazione e l'elaborazione di modelli di quantificazione in un'installazione Stand-Alone di OMNIS Software.