

Application Note AN-NIR-107

Qualitätskontrolle von Brombutylkautschuk

Multiparameterbestimmung innerhalb einer Minute mittels NIRS

Produkte aus natürlichem oder synthetischem Kautschuk sind aus dem täglichen Leben nicht mehr wegzudenken. Synthetische Kautschuke bieten eine hervorragende thermische Stabilität und Beständigkeit gegenüber Oxidationsmitteln und Ölen. Ein synthetischer Kautschuk verwendet Bromobutyl (BIIR), ein Copolymer aus Isobutylen und kleinen Mengen bromiertem Isopren, das ungesättigte Vulkanisationsstellen bereitstellt. Brombutylkautschuk wird aus der Halogenierung von Butylkautschuk mit Brom in einem kontinuierlichen Verfahren gewonnen. Dieses Elastomer hat viele Eigenschaften von Butylkautschuk, aber die Zugabe von Brom verbessert die Haftung an anderen Kautschuken und Metallen, was zu wesentlich schnelleren Härtungsgeschwindigkeiten führt (d.h. es sind geringere Mengen an Härtungsmitteln erforderlich). Üblicherweise erfordert die Bestimmung des

Bromgehalts und anderer Qualitätsparameter (z. B. Mooney-Viskosität, Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, Gehalt an Calciumstearat und funktionellem Bromid) verschiedene Reagenzien und zeitaufwändige Analysemethoden. Die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) bietet jedoch eine schnelle und zuverlässige gleichzeitige Quantifizierung dieser Parameter in Brombutylkautschuk ohne den Einsatz von Chemikalien.

EXPERIMENTELLE AUSSTATTUNG

Insgesamt 68 Proben von Bromo-Isobutylen-Isopren-Kautschuk (BIIR, Bromobutyl-Kautschuk) wurden gesammelt, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung mehrerer Qualitätskontrollparameter zu erstellen, darunter Mooney-Viskosität, Bromgehalt, Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, Calciumstearatgehalt und funktionellem Bromid. Alle Proben wurden mit einem Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer (400–2500 nm, Abbildung 1) im Transmissionsmodus mit einem 8-mm-Probenhalter gemessen. Eine reproduzierbare Spektralerfassung wurde unter Verwendung der eingebauten Temperatursteuerung, die auf 50 °C eingestellt war, erreicht. Der Einfachheit halber wurden Einwegfläschchen mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, wodurch eine Reinigung der Probengefäße unnötig wurde. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.

Tabelle 1. Hardware- und Softwareausstattungsübersicht.

Ausstattung	Artikelnummer
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials	6.749.2020
Einwegfläschchen, 8 mm	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer zur Quantifizierung mehrerer QC-Parameter in BIIR-Proben.

ERGEBNIS

Alle gemessenen Vis-NIR-Spektren (Abbildung 2) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung der wichtigsten Qualitätsparameter von BIIR zu erstellen. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die eine sehr hohe Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Referenzwerten zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei Routineanalysen (Abbildungen 3–7).

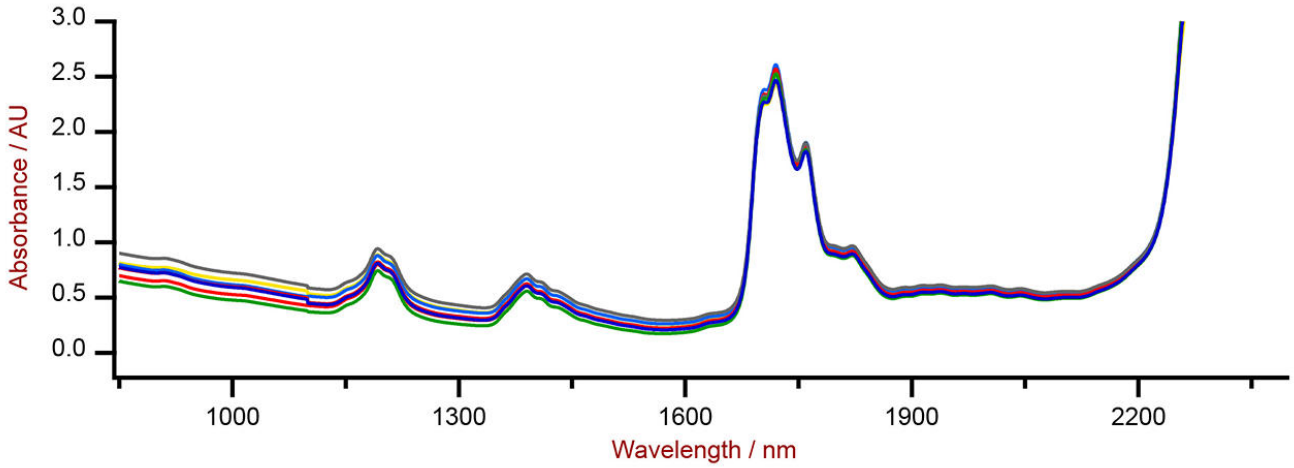


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren mehrerer BIIR-Proben, die auf einem DS2500 Liquid Analyzer mit Einweg-8-mm-Fläschchen analysiert wurden.

ERGEBNIS: MOONEY-VISKOSITÄT

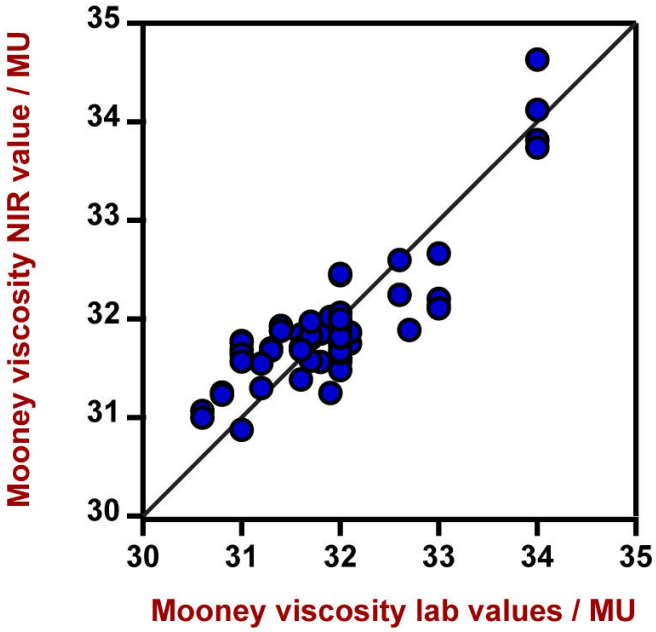


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage der Mooney-Viskosität in BIIR unter Verwendung eines DS2500-Flüssigkeitsanalysators. Die Laborwerte wurden mit einem Mooney-Viskosimeter ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.7257

Standardfehler der Kalibrierung	0.442 %
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.614 %

ERGEBNIS: BROMGEHALT

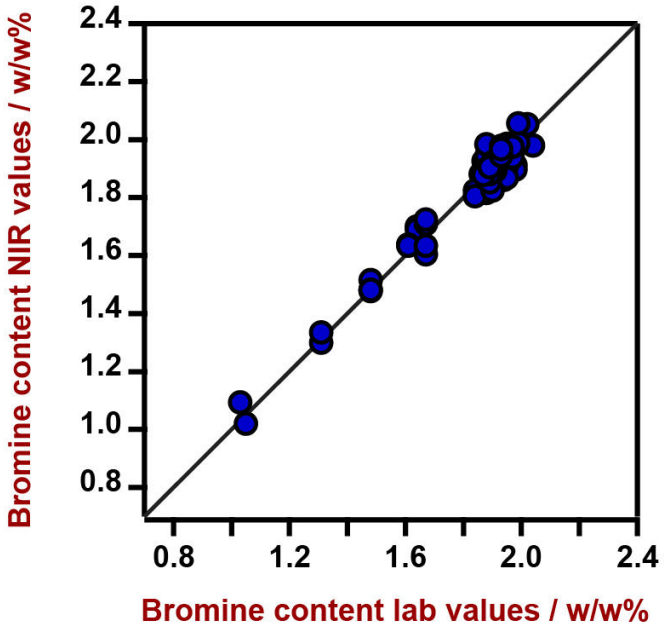


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Bromgehalts in BIIR mit einem DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden durch Titration ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9629
Standardfehler der Kalibrierung	0.046 %
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.064 %

ERGEBNIS: FLÜCHTIGER INHALT

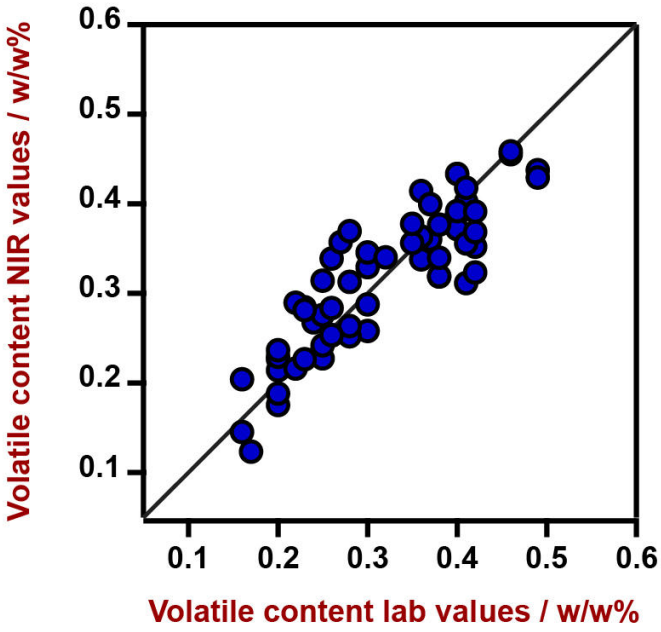


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Gehalts an flüchtigen Bestandteilen in BIIR unter Verwendung eines DS2500-Flüssigkeitsanalysators. Die Laborwerte wurden nach einer Ofenmethode ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.7730
Standardfehler der Kalibrierung	0.046 %
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.056 %

ERGEBNIS: CALCIUMSTEARAT-GEHALT

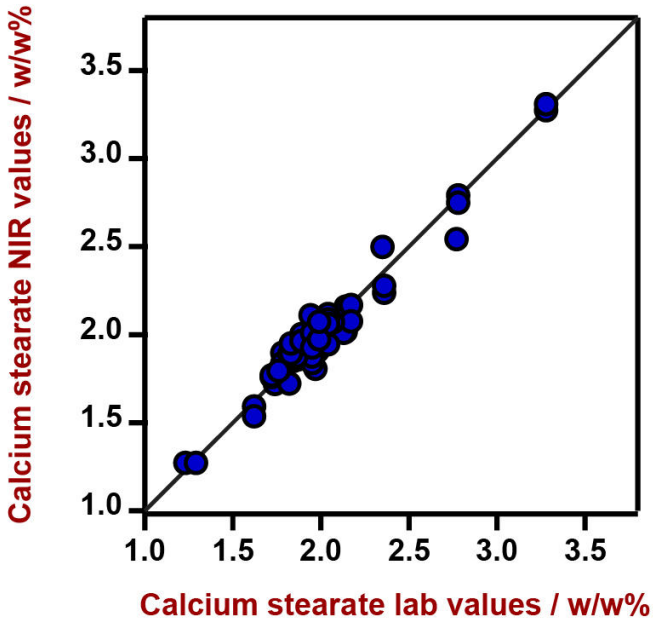


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Calciumstearatgehalts in BIIR unter Verwendung eines DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden mit einem Röntgenfluoreszenz (XRF)-Spektrometer ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9541
Standardfehler der Kalibrierung	0.082 %
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.153 %

ERGEBNIS: FUNKTIONELLER BROMIDGEHALT

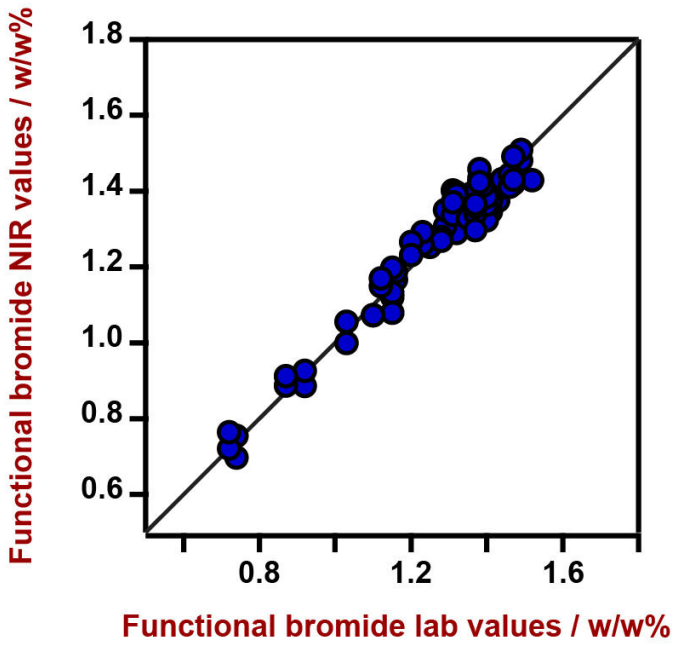


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des funktionellen Bromidgehalts in BIIR unter Verwendung eines DS2500 Liquid Analyzer. Die Laborwerte wurden mittels Nuclear Magnetic Resonance (NMR) ausgewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.958
Standardfehler der Kalibrierung	0.044 %
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.060 %

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, mehrere Schlüsselparameter für die Qualitätskontrolle von Brombutylkautschuk mit NIR-Spektroskopie zu bestimmen. Die Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht eine schnelle Alternative mit hoher Genauigkeit und stellt daher eine geeignete Alternative zu den Standardmethoden dar (Tabelle 2). Bei der Nahinfrarot-Spektroskopieanalyse sind keine Chemikalien erforderlich, und die Reinigung ist schnell und einfach, wenn Einweg-Probenfläschchen verwendet werden, wie in dieser Studie gezeigt.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die Quantifizierung verschiedener QC-Parameter in BIIR.

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Mooney-Viskosität	Mooney-Viskosimeter	5 min (Vorbereitung) + 5 min (Gaschromatographie)
Flüchtiger Inhalt	Ofenmethode	5min
Bromgehalt	Titration	5min
Kalziumstearat	Röntgenfluoreszenzspektrometer	5min
Funktionelles Bromid	Kernspinresonanz	24 Stunden (auflösen) + ~2 min (NMR)

Internal reference: AW NIR CN-0019-112022

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION



DS2500 Liquid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Liquid Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, und Vibrationen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab, heizt Proben bis auf 80°C hoch und ist kompatibel mit verschiedenen Einwegvials und Quartzküvetten. Der somit auf Ihre individuellen Probenanforderungen anpassbare DS2500 Liquid Analyzer unterstützt Sie genaue und reproduzierbare Ergebnisse in weniger als einer Minute zu erhalten. Mit Hilfe der integrierten Probenhaltererkennung und der selbsterklärenden Vision Air Software wird ausserdem eine einfache und sichere Bedienung durch den Anwender gewährleistet.

Im Falle grösserer Probenmengen kann die Produktivität durch den Einsatz einer Durchflusszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.