



Application Note AN-NIR-119

Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts und der Rheologie von fluorierten Polyolefinen mittels NIRS

Feuchte- und Schmelzflussanalyse innerhalb von Sekunden

Ethylen-Tetrafluorethylen (ETFE) ist ein teilfluoriertes Copolymer aus Ethylen und Tetrafluorethylen. ETFE ist ein in der Schmelze verarbeitbares Polymer, das für eine hohe Korrosionsbeständigkeit und Festigkeit über einen breiten Temperaturbereich ausgelegt ist. Einige wichtige Qualitätsparameter, die bei der Herstellung von fluorierten Polyolefinen überwacht werden sollten, sind die Schmelzflussrate (MFR) und

der Feuchtigkeitsgehalt. Die Messung dieser Parameter erfordert in der Regel den Einsatz von Chemikalien und kann sehr zeitaufwändig sein. Die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) bietet den Anwendern eine **schnelle und zuverlässige Vorhersage** der wichtigsten Qualitätsparameter von ETFE **ohne jegliche Probenvorbereitung oder Reinigungsverfahren**.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

273 ETFE-Pelletproben mit unterschiedlichem MFR und Feuchtigkeitsgehalt wurden auf einem Metrohm-Nahinfrarotspektroskopie-Analysator im Reflexionsmodus gemessen. Alle Messungen wurden in Rotation unter Verwendung eines großen

Probenbeckers durchgeführt, um den durch die unterschiedlichen Partikelgrößen verursachten Streulichteffect zu reduzieren. Eine Überlagerung der Probenspektren ist in **Abbildung 1** dargestellt.

Die erhaltenen NIR-Spektren (**Abbildung 1**) wurden zur Erstellung eines Vorhersagemodells für die Quantifizierung von MFR und Feuchtigkeitsgehalt in ETFE verwendet. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand von Korrelationsdiagrammen

(**Abbildungen 2 und 3**) bewertet, die eine hohe Korrelation zwischen der NIR-Vorhersage und den Referenzwerten zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM, figures of merit) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei der Routineanalyse.

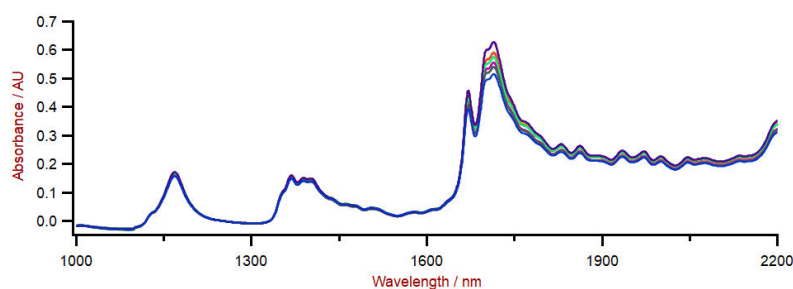


Abbildung 1. Überlagerte NIR-Spektren von ETFE-Proben, die mit einem Metrohm-Nahinfrarotspektroskopie-Analysator mit großer Probenschale analysiert wurden.

ERGEBNIS SCHMELZFLUSSRATE

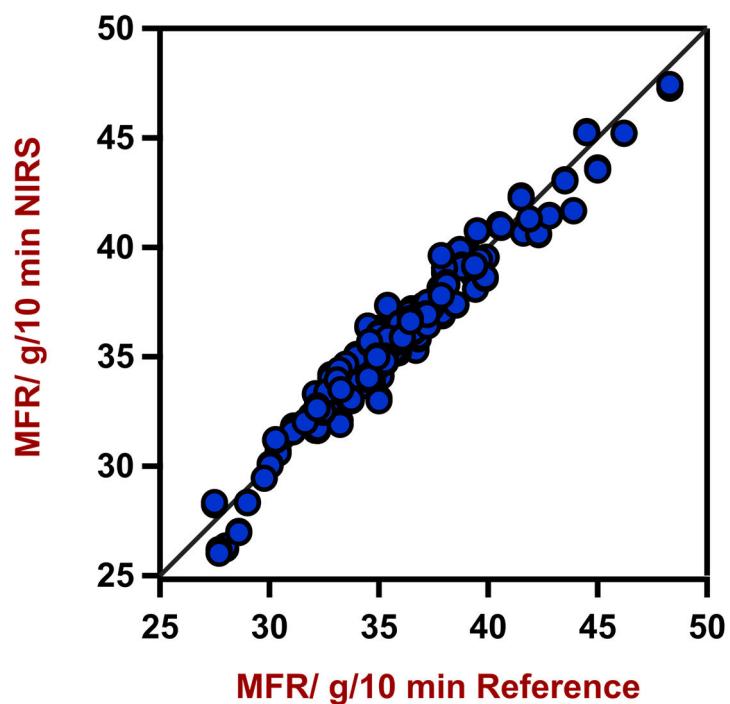


Abbildung 2. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden Leistungszahlen für die Vorhersage der Schmelzflussrate in ETFE. Der MFR-Laborwert wurde mit einem Schmelzflussindexierer bewertet.

Gütezahl	Wert
R^2	0,9413
Standardfehler der Kalibrierung	0,96 g/10 min
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,98 g/10 min

ERGEBNIS FEUCHTIGKEITSGEHALT

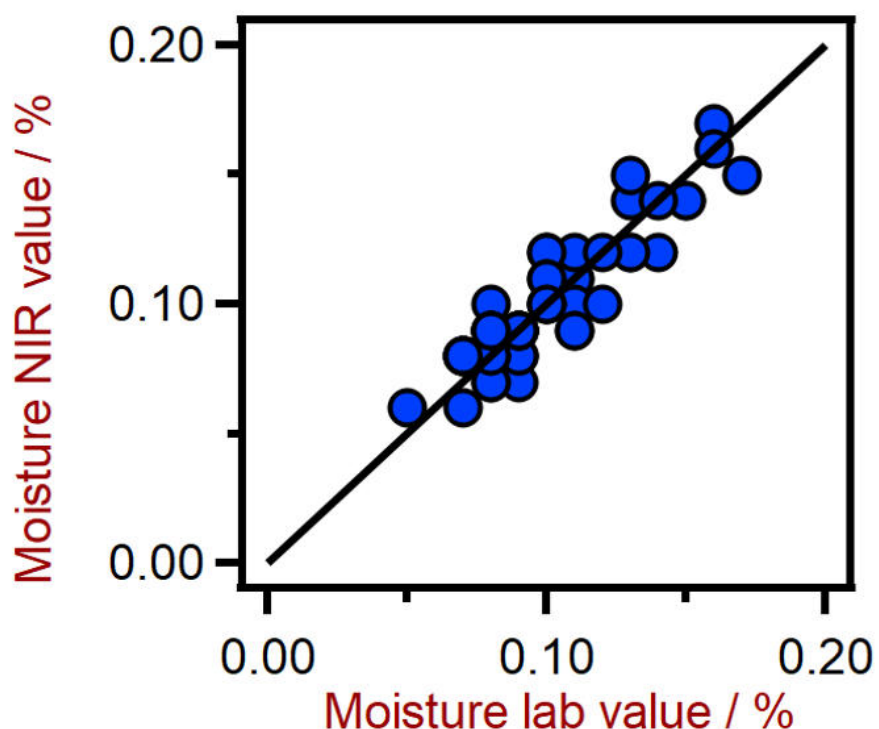


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden Leistungszahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in ETFE. Der Laborwert wurde durch Karl-Fischer-Titration ermittelt.

Gütezahl	Wert
R^2	0,840
Standardfehler der Kalibrierung	0,011%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,012%

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Machbarkeit der Bestimmung mechanischer Eigenschaften und die Durchführung von Feuchtigkeitsanalysen in fluorierten Polyolefinen wie ETFE mittels NIRS. Im Vergleich zu den Standard-Analysemethoden (Tabelle

1) zeigt die Qualitätskontrolle mit NIR-Spektroskopie deutliche Vorteile hinsichtlich der Analysezeit. Darüber hinaus ist die Probenhandhabung mit der Nahinfrarotspektroskopie einfacher und sicherer, da keine Chemikalien benötigt werden.

Tabelle 1. Überblick über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen wichtigen Qualitätsparameter.

Parameter	Method	Zeit bis zum Ergebnis
Schmelzflussrate	Schmelzratenindex	20 min (Messung und Spühlung)
Feuchtigkeit	Karl-Fischer-Titration	3–5 min

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de