



Application Note AN-NIR-077

Análisis de humedad en caprolactama: control de humedad sin residuos químicos

Control de humedad sin residuos químicos

La caprolactama es un polímero importante que se utiliza para la producción de nylon 6, que es el material base de las fibras industriales. Otras áreas de aplicación de la caprolactama se encuentran en la industria de resinas o plásticos/polímeros. Debido a su importancia comercial, a lo largo de los años se han desarrollado muchos métodos de síntesis diferentes. Alrededor del 90 % de la producción mundial se sintetiza a partir de ciclohexanona, que primero se convierte en su oxima y luego se trata con ácido para crear el producto final. La caprolactama es

higroscópica y soluble en agua, por lo que es importante disponer de una técnica de análisis fiable para la determinación del contenido de agua.

El análisis del contenido de agua mediante métodos convencionales requiere pesar, disolver, calentar y titular cada muestra. En comparación con el método primario, la espectroscopía del infrarrojo cercano (NIRS) ofrece ventajas únicas: genera resultados fiables en cuestión de segundos, sin requerir ninguna preparación de la muestra ni dejar residuos químicos.

CONDICIONES EXPERIMENTALES

Se recogieron 44 espectros de muestras con diferente contenido de humedad utilizando un analizador de sólidos Metrohm DS2500 en combinación con el software de espectroscopia Vision Air Complete. Para superar la falta de homogeneidad de la muestra, la medición se realizó con una copa de muestra grande en rotación. Los valores de referencia se obtuvieron por valoración KF. La detección de valores atípicos se realizó en espectros pretratados ($2^{\text{Dakota del Norte}}$ derivada) usando una distancia máxima en el algoritmo del espacio de longitud de onda. El modelo de predicción NIRS se creó con la configuración descrita en la siguiente tabla y se validó mediante validación cruzada.



Figure 1. El analizador de sólidos DS2500 se utilizó para recopilar espectros de muestras de caprolactama.

| Preprocesamiento | Algoritmo | Tipo de validación |
|--|-----------|------------------------|
| $2^{\text{Dakota del Norte}}$ derivado | por favor | Conjunto de validación |

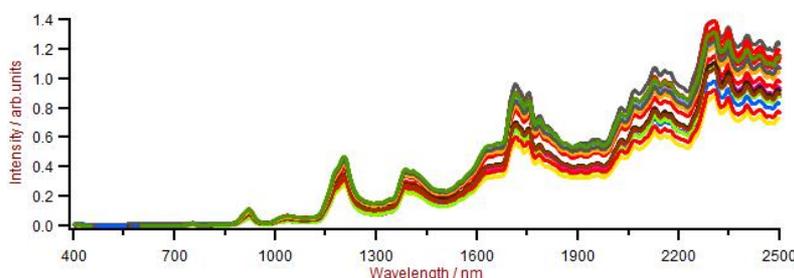


Figure 2. Muestras de caprolactama con contenido de agua variable.

RESULTADO Y CONCLUSIÓN

El gráfico de correlación obtenido muestra una alta correlación ($R^2 = 0,98$) entre la humedad predicha por NIRS y el método de titulación. Los valores de SEC y

SECV están en el rango de 60 mg/L, lo que demuestra que NIRS es una técnica sensible y adecuada para la determinación de la humedad.

| # Factores | R^2 | SEGUNDO | SECV |
|------------|-------|-------------------------|-------------------------|
| 2 | 0,98 | 53 miligramos por litro | 58 miligramos por litro |

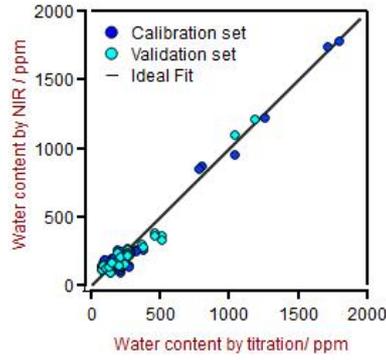


Figure 3. Gráfico de correlación de la humedad predicha por NIRS frente a la titulación.

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de
Patricios 1456
1266 Buenos Aires

info@metrohm.com.ar

CONFIGURACIÓN



DS2500 Solid Analyzer

Sólida espectroscopía del infrarrojo cercano para control de calidad en laboratorio y entorno de producción.

El DS2500 Analyzer es la solución probada y flexible para los análisis rutinarios de sólidos, cremas y, opcionalmente, también líquidos a lo largo de toda la cadena de producción. Su diseño robusto hace que el DS2500 Analyzer sea resistente al polvo, la humedad, las vibraciones y los cambios de temperatura, lo que hace que sea especialmente adecuado para el uso en entornos de producción muy difíciles.

El DS2500 cubre toda la gama espectral de 400 a 2500 nm y proporciona en menos de un minuto resultados precisos y reproducibles. El DS2500 Analyzer cumple los requisitos de la industria farmacéutica y gracias a su manejo sencillo ayuda al usuario a realizar las tareas rutinarias diarias.

Gracias a los accesorios perfectamente adaptados al aparato se logran los mejores resultados posibles incluso con los tipos de muestra más difíciles, por ejemplo, la materia sólida de grano grueso como los gránulos o las muestras semilíquidas como las cremas. Al medir la materia sólida, se puede aumentar la productividad con el uso de la MultiSample Cup, que permite realizar medidas automatizadas en serie de hasta 9 muestras.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)



Recipiente de muestras DS2500, grande

Recipiente de muestras grande para el registro espectral de polvos y granulados en reflexión en diferentes puntos de muestra por medio del NIRS DS2500 Analyzer.