



Application Note AN-NIR-084

Control de calidad del caucho de silicona

Determinación rápida del contenido de vinilo sin productos químicos

La determinación del contenido de vinilo del caucho silíconico es un proceso largo y difícil. Primero, los grupos de vinilo se deben convertir en etileno mediante la reacción con un ácido, seguido de la determinación del etileno producido con la cromatografía de gases (GC).

Esta nota de aplicación demuestra que la espectroscopía Vis-NIR (infrarrojo cercano visible) proporciona una **rentable y rápido** solución para la determinación de contenido de vinilo en caucho de

silicona. Con el Analizador de Sólidos DS2500 es posible obtener resultados en **menos de un minuto sin preparación de muestras ni reactivos químicos.** El método de GC estándar requiere una hora para realizarse, junto con analistas altamente capacitados. A diferencia del método primario, la espectroscopía Vis-NIR es una solución analítica rápida y rentable para la determinación del contenido de vinilo en caucho de silicona.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Las muestras de silicona se midieron con un analizador de sólidos DS2500 en modo de transflexión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). Se empleó un Slurry Cup DS2500, que simplifica el posicionamiento de la muestra y la limpieza del recipiente de muestra. El reflector difuso de oro de 1 mm define la misma longitud de trayectoria para todas las mediciones para garantizar resultados reproducibles. Como se muestra en **Figura 1**, las muestras se midieron sin ningún paso de preparación. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.

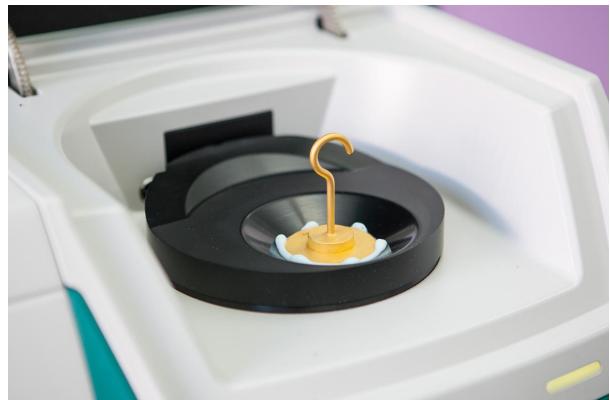


Figura 1. Analizador de sólidos DS2500 con muestra de caucho de silicona presente en la copa de lodo DS2500.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

Equipo	Número de metrohmios
Analizador DS2500	2.922.0010
Copa de lodo DS2500	6.7490.430
Reflector Difuso Oro 1 mm	6.7420.000
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

RESULTADOS

Los espectros Vis-NIR obtenidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación del contenido de vinilo en caucho de silicona. La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación, que

muestran la correlación entre la predicción Vis-NIR y los valores del método principal. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

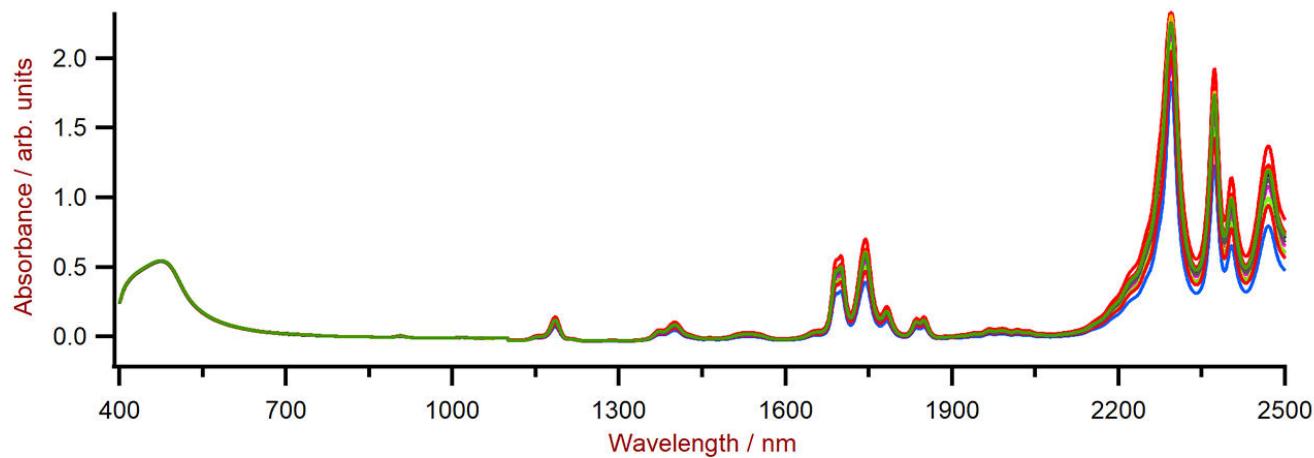


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de caucho de silicona obtenidos con un analizador DS2500 y una copa de suspensión giratoria DS2500.

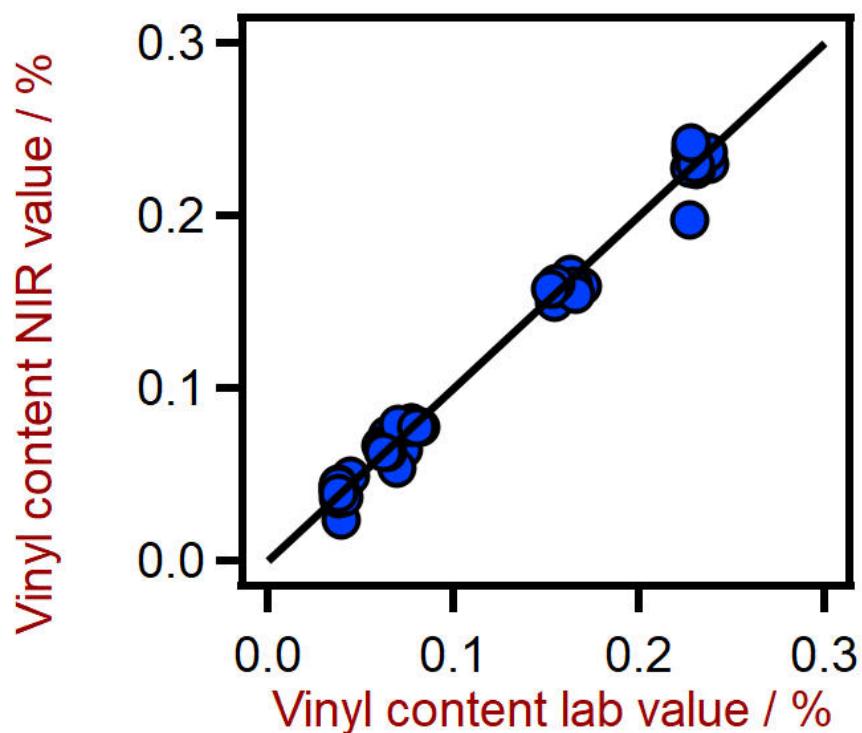


Figure 3. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de vinilo en caucho de silicona usando un Analizador de Sólidos DS2500. El valor de laboratorio del contenido de vinilo se evaluó mediante cromatografía de gases.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del contenido de vinilo en hule de silicona usando un Analizador de Sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R ²	0,989
Error estándar de calibración	0,0076%
Error estándar de validación cruzada	0,0089%

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad de la espectroscopía NIR para el análisis del contenido de vinilo en caucho de silicona. En comparación con el gas métodos de cromatografía (**Tabla 3**), el tiempo de

resultado es una gran ventaja de la espectroscopía NIR, ya que **una sola medición se realiza en menos de un minuto**.

Tabla 3. Resumen del tiempo de resultado para el contenido de vinilo del parámetro.

Parámetro	Método	tiempo de resultado
Contenido de vinilo	Cromatografía de gases	10 min (preparación) + 50 min (GC)

Internal reference: AW NIR CN-0016-082019

CONTACT

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

info@metrohm.com.ar

EQUIPO EXPERIMENTAL



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.



DS2500 Slurry Cup

Slurry Cup es el recipiente de muestras ideal para el análisis de sustancias altamente viscosas con el DS2500. Gracias al diseño abierto del Slurry Cup, se puede utilizar fácilmente con pastas y cremas y también permite una limpieza rápida y eficaz.

En combinación con el Liquid Kit (**6.7400.010**) también se pueden examinar muestras viscosas claras.



Reflector de oro NIRS, 1 mm de espesor de capa total
Reflector de oro para la medida de transflexión de líquidos. Se puede combinar con los siguientes aparatos:

- NIRS DS2500 Analyzer (número de pedido: 2.922.0010)
- NIRS XDS MasterLab Analyzer (número de pedido: 2.921.1310)
- NIRS XDS MultiVial Analyzer (número de pedido: 2.921.1120)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer (número de pedido: 2.921.1110)
- NIRS XDS RapidContent Analyzer – Solids (número de pedido: 2.921.1210)



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)