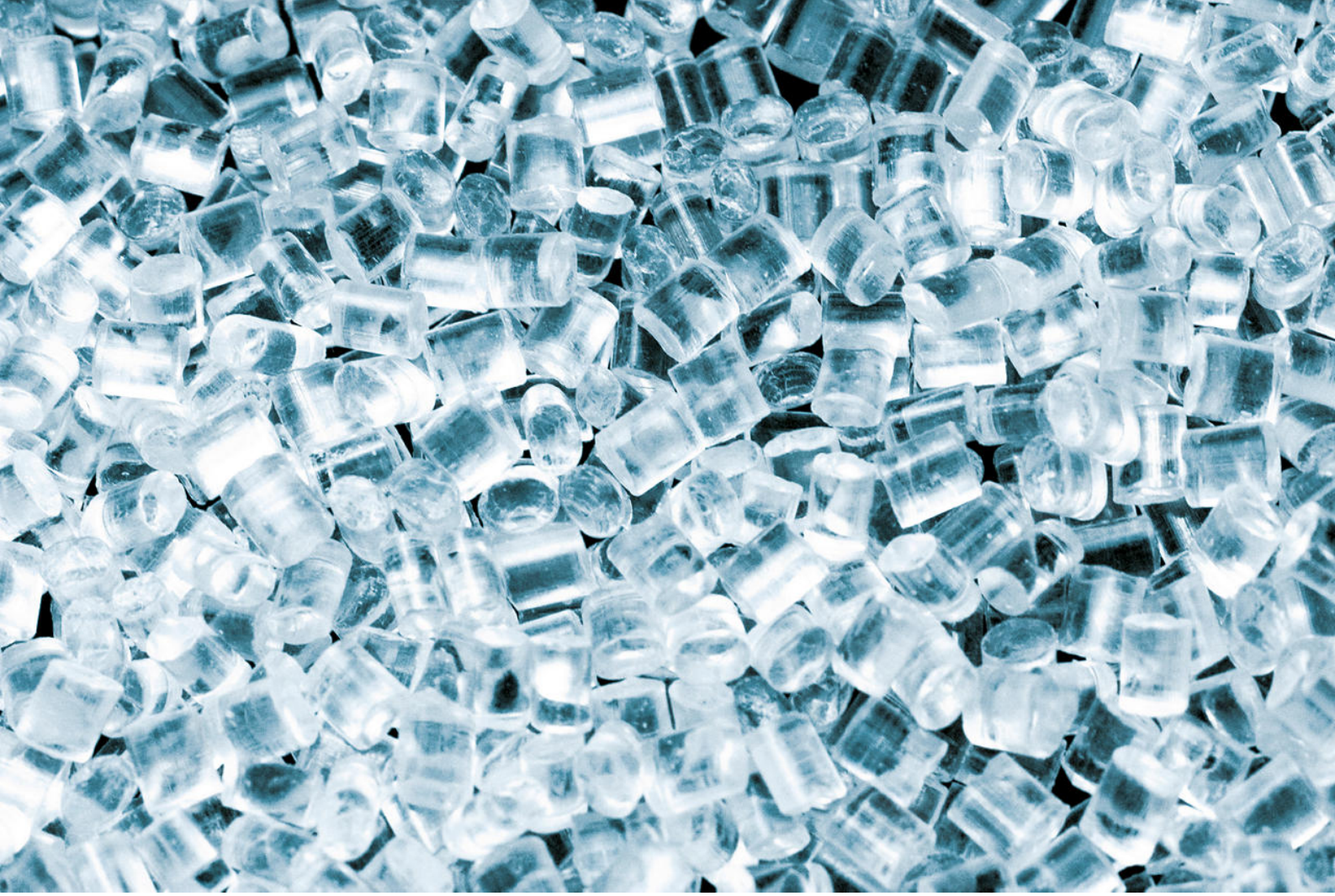


Application Note AN-NIR-100

Determinación de cenizas en polietileno

Análisis rutinario del contenido de cenizas en los granulados de PE simplificado

Para mejorar ciertas características en los polímeros, se agregan varios rellenos a las resinas. Un relleno importante en esta industria es la ceniza, que consiste principalmente en óxido de silicio, magnesio y hierro. El contenido de cenizas puede variar en el producto (dependiendo del tamano de partícula y las propiedades deseadas) desde 0,01 % en peso hasta 10 % en peso.

El método de prueba estándar para el análisis del contenido de cenizas es el análisis termogravimétrico (TGA). Aunque la TGA es fácil de realizar, requiere mucho tiempo y requiere el uso de gas nitrógeno. A diferencia del método primario, la espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) es una técnica analítica rápida que puede medir múltiples parámetros, incluido el contenido de cenizas en los polímeros, en un minuto.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Se analizaron 154 muestras de polietileno con un contenido de ceniza variable de 0,07 % a 0,12 % mediante espectroscopía NIR en un analizador de sólidos Metrohm DS2500 (Figura 1) equipado con una copa de muestra grande DS2500. Todas las medidas se realizaron en rotación para promediar los espectros de las submuestras. Esta configuración reduce la influencia de la distribución del tamano de partícula de los gránulos de polímero. La adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción se realizaron con el paquete de software Vision Air Complete.

tabla 1. Resumen de equipos de hardware y software.

Equipo	Número de parte de Metrohm
Analizador de sólidos DS2500	2.922.0010
Copa de muestra grande DS2500	6.7402.050
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208



Figure 1. Analizador de sólidos DS2500.

RESULTADOS

Los espectros Vis-NIR obtenidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción del contenido de cenizas en muestras de PE. Para verificar la calidad del modelo de predicción, se crearon diagramas de correlación que muestran un valor de correlación (R^2) de 0,77 entre la predicción Vis-NIR y los valores del método primario (TGA). Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina (figura 3).

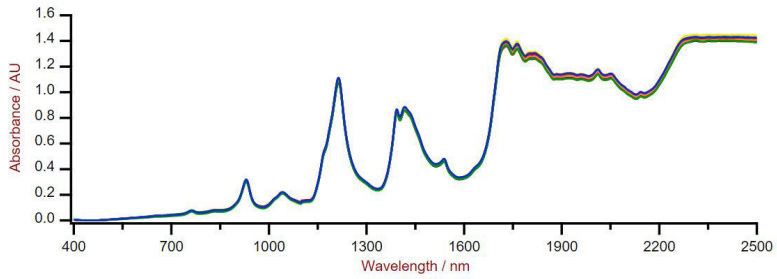


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de muestras de PE obtenidas con un analizador de sólidos Metrohm DS2500 equipado con el recipiente de muestra grande DS2500.

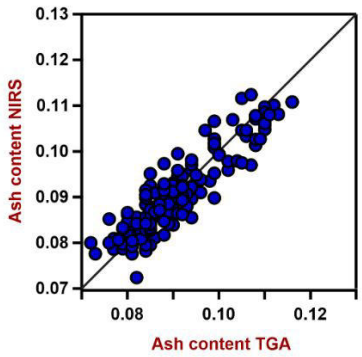


Figure 3. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de cenizas en PE utilizando un Analizador de Sólidos DS2500. Los valores de laboratorio se determinaron mediante TGA.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del contenido de cenizas en PE usando un Analizador de Sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,77
Error estándar de calibración	0,0055%
Error estándar de validación cruzada	0,066%

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación muestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis de bajos niveles de contenido de cenizas en granulados de polietileno en un minuto. En comparación con el método estándar (Tabla 3), el ahorro de tiempo para el análisis del contenido de cenizas en PE mediante el uso de un analizador NIRS es claro.

Tabla 3. Tiempo hasta el resultado con el método TGA convencional.

Parámetro	Método	tiempo de resultado
Contenido de cenizas	TGA	~2 horas

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de
Patricios 1456
1266 Buenos Aires
info@metrohm.com.ar



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 diseno 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.



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.