

Application Note AN-NIR-102

Densidad de poliolefinas medida por espectroscopía de infrarrojo cercano

Análisis de rutina simple de gránulos de polímero

Además del índice de fluidez, la densidad es el parámetro más importante para describir las propiedades de los materiales de polietileno (PE). La rigidez, la rigidez y la resistencia al calor del PE aumentan con una mayor densidad. Existen varios métodos de prueba para la densidad en PE; el más común es por balance de densidad, midiendo la flotabilidad en un líquido (ASTM D792). Esta prueba es fácil de realizar, pero el método contiene una variedad de fuentes de errores de medición, como correcciones de fijación de muestras, cambios de temperatura o burbujas de aire dentro de los gránulos de muestra. Las burbujas de aire atrapadas que se forman durante la producción de gránulos de polímero dan como resultado valores de densidad más bajos cuando se miden con el método de flotabilidad. Por el contrario, la espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) es una técnica analítica rápida que muestra una baja influencia en el error de medición de densidad si hay burbujas de aire presentes en el material de muestra.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Se midieron 29 muestras de polietileno diferentes con densidad variable en el analizador de sólidos Metrohm NIRS DS2500 (Figura 1), así como con el método de flotabilidad descrito en ASTM D792. Todas las mediciones en el analizador de sólidos DS2500 se realizaron en rotación para promediar los espectros de las submuestras. Esta configuración con el vaso de muestra grande DS2500 reduce las influencias de la distribución del tamano de las partículas 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	Metrohm número
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 large sample cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Figura 1. Metrohm NIRSDS2500 Solid Analyzer utilizado para la determinación de la densidad en gránulos de PE.

RESULTADO

Los espectros Vis-NIR obtenidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la determinación del valor de densidad en gránulos de PE. Para verificar la calidad del modelo de predicción, se crearon diagramas de correlación que muestran la correlación entre la predicción Vis-NIR y los valores del método principal recibidos del proveedor. (Figuras 3–4).

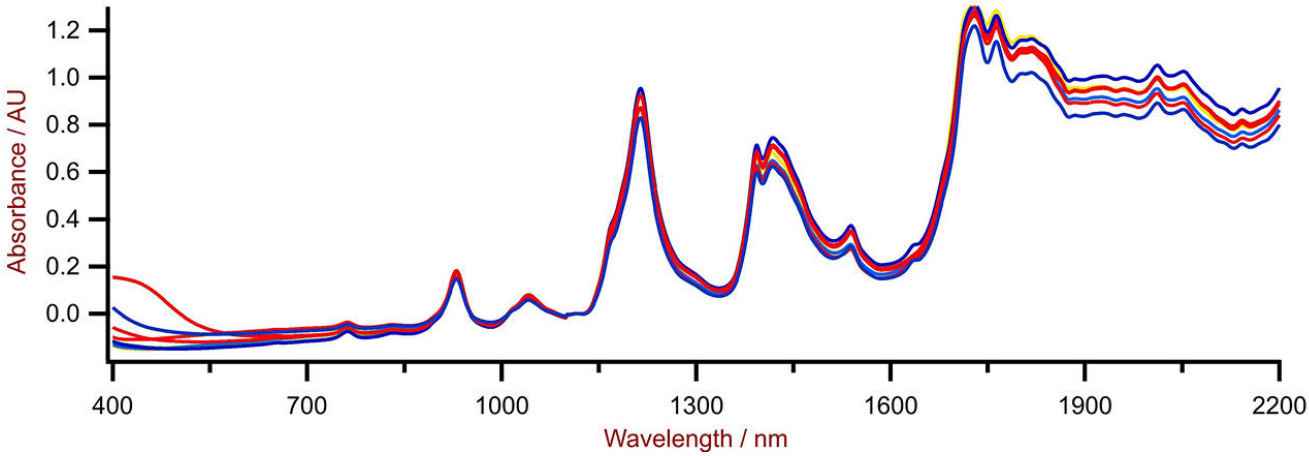


Figura 2. Selección de espectros Vis-NIR de muestras de PE obtenidas utilizando un analizador de sólidos DS2500 con la copa de muestra grande.

DENSIDAD DE RESULTADOS EN PE

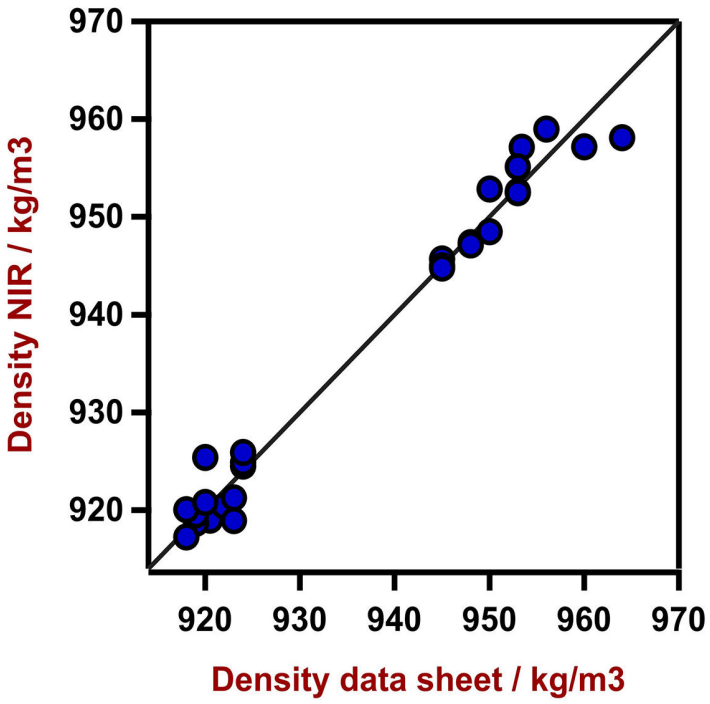


Figura 3. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción de la densidad de pellets de PE usando un Analizador de Sólidos DS2500. Los datos de referencia se tomaron de las especificaciones del proveedor, medidos en muestras sin burbujas de aire.

Figuras de Merito	Valor
R^2	0.979
Error Estándar de Calibración	2.48 kg/m^3
Error Estándar de Validación Cruzada	3.42 kg/m^3

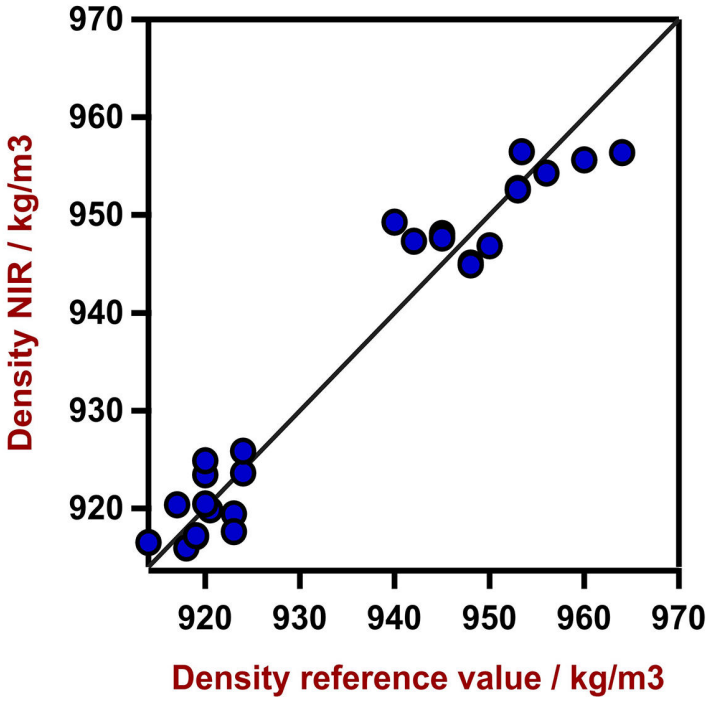


Figura 4. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción de la densidad de pellets de PE usando un Analizador de Sólidos DS2500. Los valores de laboratorio se determinaron utilizando la balanza de densidad según ASTM D792.

Figuras de Merito	Valor
R^2	0.948
Error Estándar de Calibración	3.95 kg/m^3
Error Estándar de Validación Cruzada	6.00 kg/m^3

Además del análisis NIRS, la densidad de los gránulos se midió con la balanza de densidad en el laboratorio. Estos resultados se desviaron aún más de los valores de referencia del proveedor, en comparación con los resultados de NIRS (Tabla 2). Esto puede explicarse debido a la aparición de burbujas de aire en algunos de los gránulos de polímero, visibles en la tomografía computarizada que se muestra en la Figura 5. Las respectivas cifras de mérito (FOM) del análisis NIRS se relacionaron con los datos de referencia de la planta de producción de polímeros. se muestra en la Figura 3. La correlación de las mediciones de balance de densidad realizadas en el laboratorio con el análisis NIRS previsto se muestra en la Figura 4.

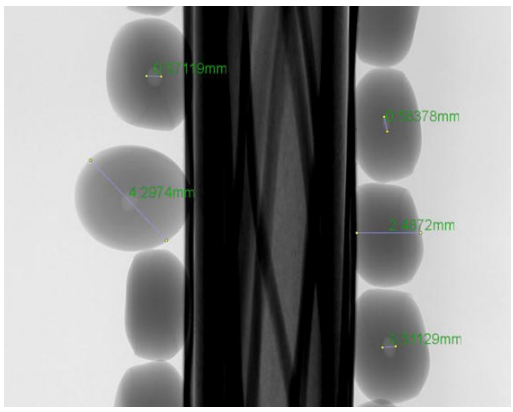


Figura 5. Ejemplo de tomografía computarizada (TC) de gránulos de polietileno que muestra burbujas de aire dentro del granulado de polímero.

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación muestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis de densidad en granulados de polietileno. En comparación con el método estándar (Tabla 2), el análisis NIRS muestra un error de predicción menor cuando hay burbujas de aire en los gránulos de polímero. Además, la manipulación de muestras con espectroscopia de infrarrojo cercano es más fácil de realizar y, por lo tanto, menos propensa a errores.

Tabla 2. Comparación de predicción de densidad con NIRS y balance de densidad según ASTM D792.

	Densidad: productora	Densidad: balanza de laboratorio	Densidad: NIRS	Burbujas de aire presentes
Muestra 1	953 kg/m^3	941 kg/m^3	952 kg/m^3	Yes
Muetra 2	950 kg/m^3	935 kg/m^3	953 kg/m^3	Yes
Muestra 3	918 kg/m^3	917 kg/m^3	915 kg/m^3	No

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 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.