

Application Note AN-NIR-107

Control de calidad del caucho de bromobutilo

Determinación multiparamétrica en un solo minuto mediante NIRS

Los productos hechos de caucho natural o sintético son una parte vital de la vida cotidiana. Los cauchos sintéticos ofrecen una estabilidad térmica superior y resistencia a los agentes oxidantes y aceites. Un caucho sintético utiliza bromobutilo (BIIR), un copolímero de isobutileno y pequenas cantidades de isopreno bromado que proporciona sitios de vulcanización no saturados. El caucho de bromobutilo se deriva de la halogenación del caucho de butilo con bromo en un proceso continuo. Este elastómero tiene muchos de los atributos del caucho de butilo, pero la adición de bromo mejora la adhesión a otros cauchos y metales, lo que resulta en velocidades de curado sustancialmente más rápidas (es decir, se requieren menores cantidades de agentes curativos).

Por lo general, la determinación del contenido de bromo y otros parámetros de calidad (p. ej., viscosidad Mooney, contenido volátil, contenido de estearato de calcio y bromuro funcional) requiere varios reactivos y métodos analíticos que requieren mucho tiempo. Sin embargo, la espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) ofrece una cuantificación simultánea rápida y confiable de esos parámetros en el caucho de bromobutilo sin el uso de productos químicos.

EXPERIENCIA

Se recolectó un total de 68 muestras de caucho de bromo isobutileno isopreno (BIIR, caucho de bromobutilo) para crear un modelo de predicción para la cuantificación de varios parámetros de control de calidad, incluida la viscosidad Mooney, el contenido de bromo, el contenido de materia volátil, el contenido de estearato de calcio y el bromuro funcional. Todas las muestras se midieron con un analizador de líquidos Metrohm NIRS DS2500 (400–2500 nm, Figura 1) en modo de transmisión con un portamuestras de 8 mm. La adquisición del espectro reproducible se logró utilizando el control de temperatura incorporado establecido en 50 °C. Por comodidad, se utilizaron viales desechables con un paso óptico de 8 mm, lo que hizo innecesaria la limpieza de los recipientes de muestra. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.

Tabla 1. Resumen de equipos de hardware y software.

Equipo	Número de artículo
Analizador de líquidos DS2500	2.929.0010
DS2500 Soporte viales de 8 mm	6.749.2020
Viales desechables, 8 mm	6.7402.000
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208



Figura 1. Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer utilizado para la cuantificación de varios parámetros de control de calidad en muestras BIIR.

RESULTADOS

Todos los espectros Vis-NIR medidos (Figura 2) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de los parámetros de calidad clave de BIIR. La calidad del modelo de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación que muestran una correlación muy alta entre la predicción Vis-NIR y los valores de referencia. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina (Figuras 3–7).

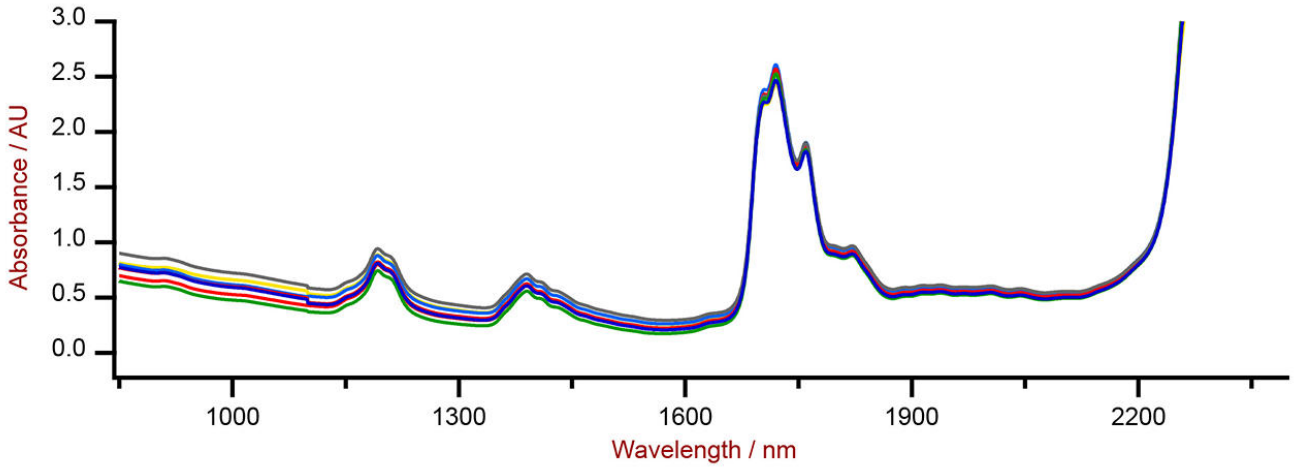


Figura 2. Selección de espectros Vis-NIR de varias muestras BIIR analizadas en un analizador de líquidos DS2500 con viales desechables de 8 mm.

RESULTADO VISCOSIDAD MOONEY

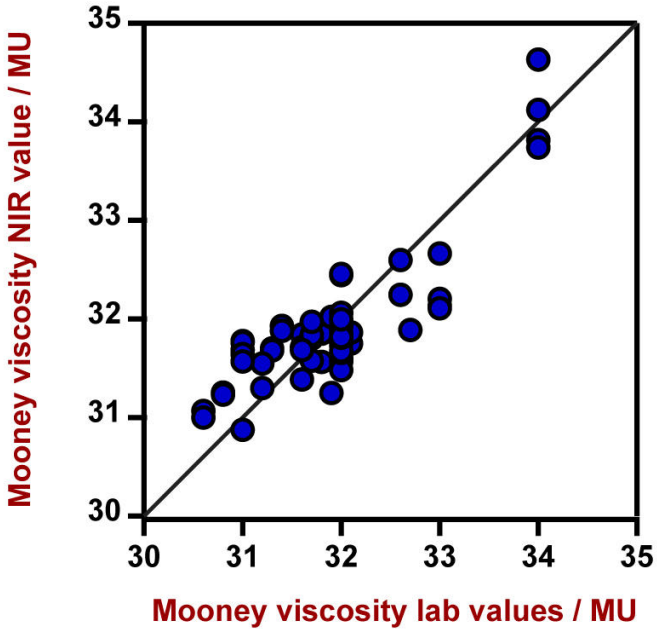


Figura 3. Diagrama de correlación y las respectivas figuras de mérito para la predicción de la viscosidad Mooney en BIIR usando un Analizador de Líquidos DS2500. Los valores de laboratorio se evaluaron utilizando un viscosímetro Mooney.

Figures of Merit	Valor
R^2	0,7257

Error estándar de calibración	0,442 %
Error estándar de validación cruzada	0,614 %

RESULTADO CONTENIDO DE BROMO

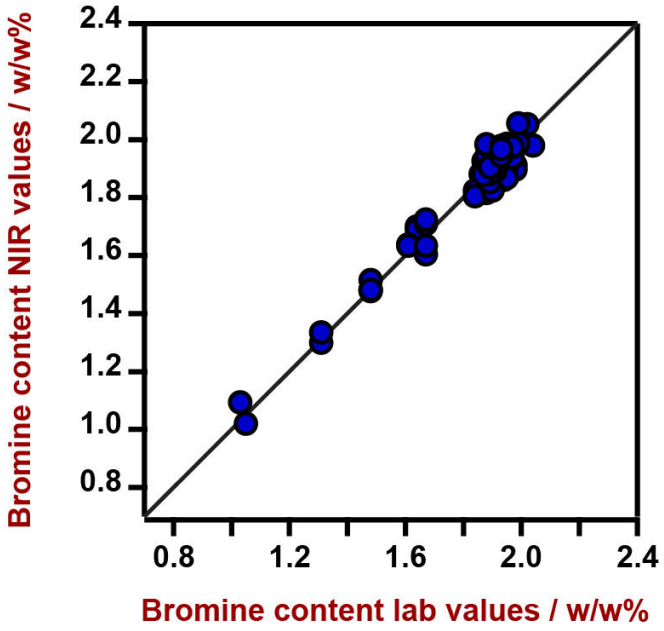


Figura 4. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de bromo en BIIR usando un Analizador de Líquidos DS2500. Los valores de laboratorio se evaluaron por titulación.

Figures of Merit	Valor
R^2	0,9629
Error estándar de calibración	0,046 %
Error estándar de validación cruzada	0,064 %

RESULTADO CONTENIDO VOLÁTIL

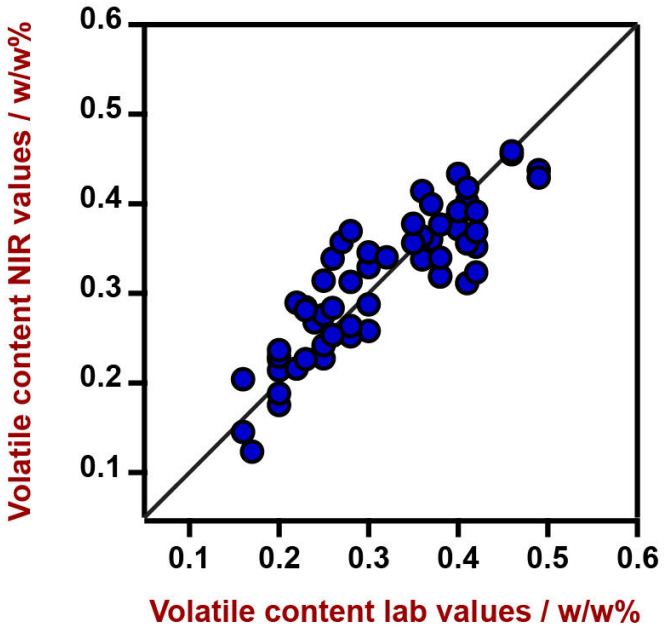


Figure 5. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de materia volátil en BIIR utilizando un Analizador de Líquidos DS2500. Los valores de laboratorio fueron evaluados por un método de horno.

Figures of Merit	Valor
R^2	0,7730
Error estándar de calibración	0,046 %
Error estándar de validación cruzada	0,056 %

RESULTADO CONTENIDO EN ESTEARATO DE CALCIO

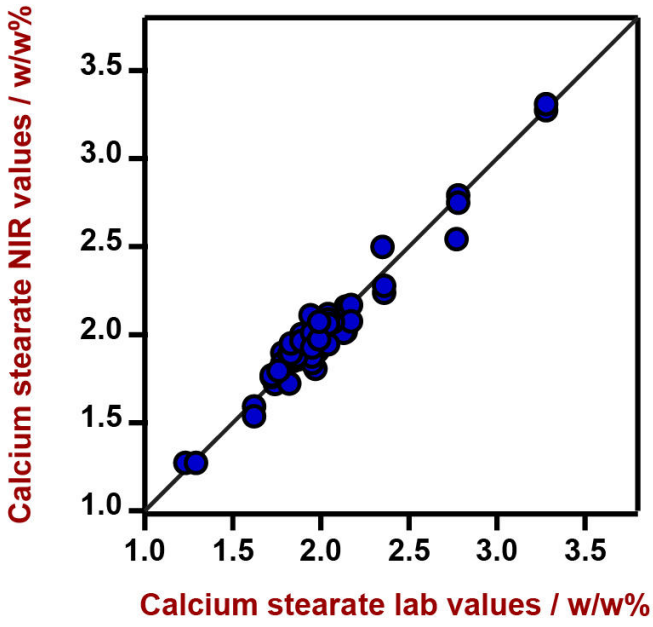


Figura 6. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de estearato de calcio en BIIR utilizando un analizador de líquidos DS2500. Los valores de laboratorio se evaluaron mediante un espectrómetro de fluorescencia de rayos X (XRF).

Figures of Merit	Valor
R^2	0,9541
Error estándar de calibración	0,082 %
Error estándar de validación cruzada	0,153 %

RESULTADO CONTENIDO FUNCIONAL DE BROMURO

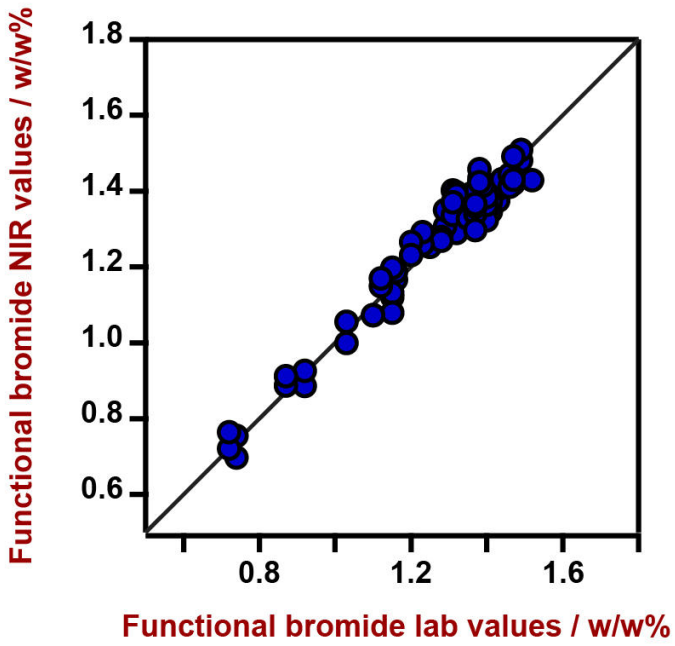


Figura 7. Diagrama de correlación y las respectivas figuras de mérito para la predicción del contenido de bromuro funcional en BIIR usando un Analizador de Líquidos DS2500. Los valores de laboratorio fueron evaluados por Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

Figures of Merit	Valor
R^2	0,958
Error estándar de calibración	0,044 %
Error estándar de validación cruzada	0,060 %

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad de determinar múltiples parámetros clave para el control de calidad del caucho de bromobutilo con espectroscopia NIR. La espectroscopia Vis-NIR permite una alternativa rápida con alta precisión y, por lo tanto, representa una alternativa adecuada a los métodos estándar (Tabla 2). No se requieren productos químicos con el análisis espectroscópico de infrarrojo cercano, y la limpieza es rápida y sencilla cuando se utilizan viales de muestra desechables, como se muestra en este estudio.

Tabla 2. Descripción general del tiempo de resultado para la cuantificación de diferentes parámetros de control de calidad en BIIR.

Parámetro	Método	Tiempo de resultado
Viscosidad Mooney	Viscosímetro Mooney	5 min (prep.) + 5 min (cromatografía de gases)
Contenido volátil	Método del horno	5 minutos
Contenido de bromo	Valoración	5 minutos
Estearato de calcio	espectrómetro de fluorescencia de rayos X	5 minutos
Bromuro funcional	Resonancia magnética nuclear	24 horas (disolver) + ~2 min (NMR)

Internal reference: AW NIR CN-0019-112022

CONTACT

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

CONFIGURACIÓN



DS2500 Liquid Analyzer

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

El DS2500 Liquid Analyzer es la solución probada y flexible para los análisis rutinarios de líquidos a lo largo de toda la cadena de producción. Su diseno robusto hace que el DS2500 Liquid Analyzer sea resistente al polvo, la humedad y las vibraciones, lo que hace que sea especialmente adecuado para el uso en entornos de producción adversos.

El DS2500 Liquid Analyzer cubre todo el rango espectral de 400 a 2500 nm, calienta las muestras hasta 80°C y es compatible con diferentes viales desechables y cubetas de cuarzo. El DS2500 Liquid Analyzer puede, por tanto, adaptarse a sus necesidades individuales de muestras y le ayuda a obtener resultados precisos y reproducibles en menos de un minuto. El reconocimiento integrado del portamuestras y el software intuitivo Vision Air garantizan además un funcionamiento fácil y seguro para el usuario.

En el caso de cantidades de muestra más grandes, la productividad se puede aumentar considerablemente utilizando una celda de flujo continuo en combinación con un robot de muestras Metrohm.