



Application Note AN-NIR-035

Control de calidad de los polioles: determinación, sin productos químicos, del índice de hidroxilo según la norma ASTM D6342-12

Determinación sin productos químicos del número de hidroxilo
según la norma ASTM D6342-12

Los productos químicos tóxicos y corrosivos como el isocianato de p-toluenosulfonilo (TSI) y el hidróxido de tetrabutilamonio se utilizan para el análisis del índice de hidroxilo de los polioles por titulación según la norma ASTM D4274-16.

Esta nota de aplicación demuestra cómo el XDS RapidLiquid Analyzer que funciona en la región

espectral visible e infrarroja cercana (Vis-NIR) proporciona una solución rentable y rápida para la determinación del índice de hidroxilo (OH) de polioles sin dichos materiales tóxicos. Con **no se necesita preparación de muestras ni productos químicos**, la espectroscopia Vis-NIR permite el análisis de polioles en **menos de un minuto**.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Las muestras de polioles se midieron con el XDS RapidLiquid Analyzer en modo de transmisión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). La adquisición del espectro reproducible se logró utilizando el control de temperatura integrado (a 30 °C) del XDS RapidLiquid Analyzer. Por conveniencia, se utilizaron viales desechables con una longitud de paso de 4 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.



Figure 1. XDS RapidLiquid Analyzer y una muestra de poliol presente en un vial desecharable de 4 mm.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

Equipo	Número de metrohmios
Analizador de líquidos XDS Rapid	2.921.1410
Viales desechables, 4 mm diámetro, transmisión	6.7402.010
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 índice de hidroxilo en muestras de polioles. La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación, que

muestran la relación entre la predicción de 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 (**figura 3**).

RESULTADOS

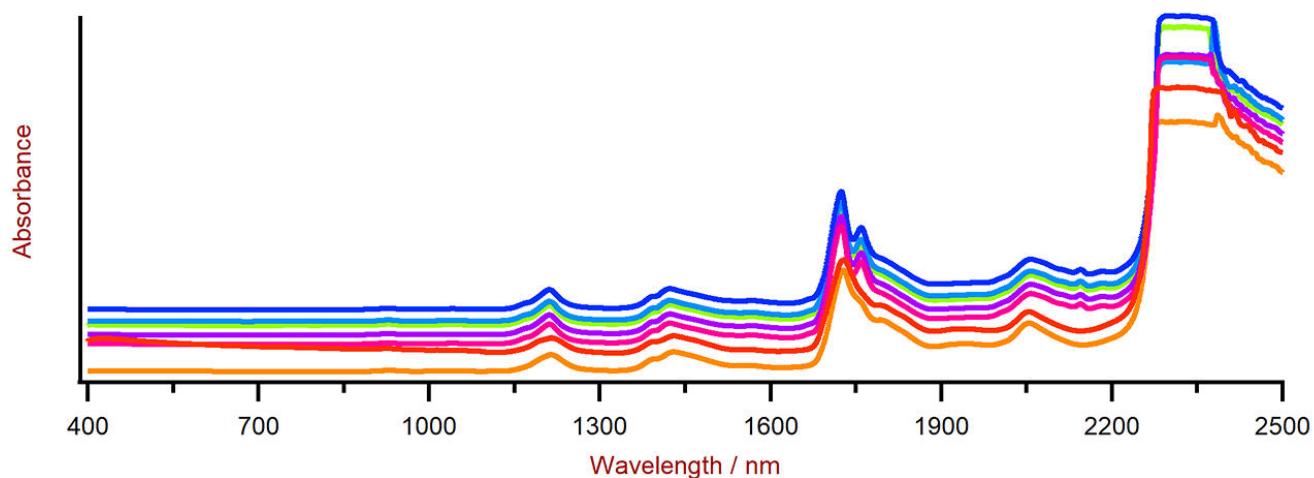


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de poliol obtenidos con un XDS RapidLiquid Analyzer y viales desechables de 4 mm. Por razones de visualización, se aplicó una compensación de espectros.

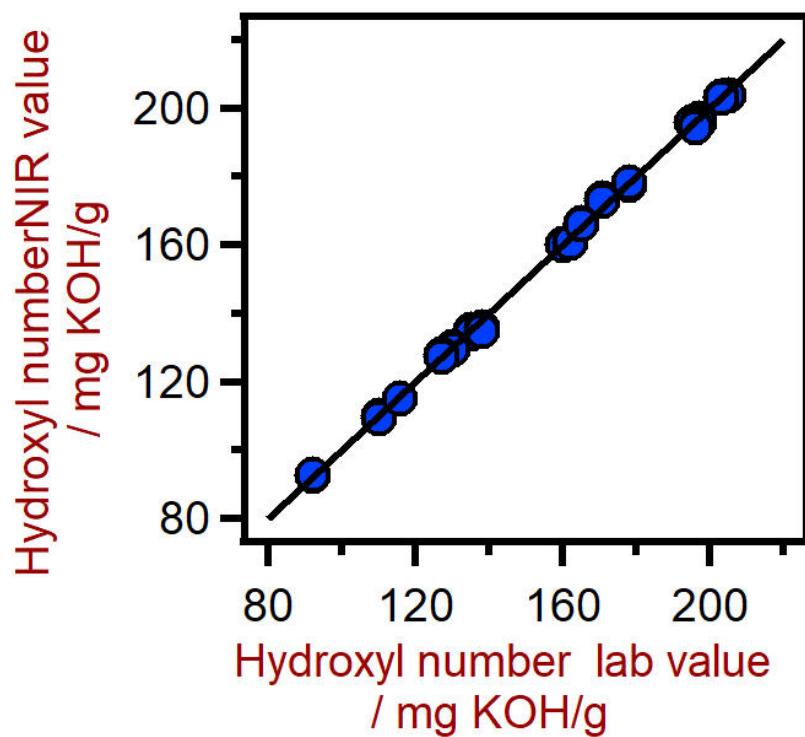


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción del índice de hidroxilo en polioles usando un XDS RapidLiquid Analyzer. El valor de laboratorio del índice de hidroxilo se evaluó mediante titulación.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del índice de hidroxilo en polioles usando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Figuras de merito	Valor
R ²	0,998
Error estándar de calibración	1,28 mg KOH/g
Error estándar de validación cruzada	1,42 mg KOH/g

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad de la espectroscopía NIR para el análisis del número de hidroxilo en polioles de acuerdo con ASTM D6342-12. En comparación con los métodos químicos húmedos, los costos de funcionamiento son significativamente

más bajos cuando se utiliza la espectroscopía NIR (**Tabla 3** y **Figura 4**). Además, no es necesario utilizar productos químicos peligrosos para el análisis como con la norma ASTM D4274-16.

Tabla 3. Comparación de costes de funcionamiento para la determinación del índice de hidroxilo con valoración y espectroscopía NIR.

	método de laboratorio	método NIR
Número de análisis (por día)	10	10
Costo del operador (por hora)	\$25	\$25
Costos de consumibles y productos químicos Número de OH	\$6	\$1
Tiempo empleado por análisis	5 minutos	1 minuto
Costos totales de funcionamiento (por año)	\$18188	\$2063

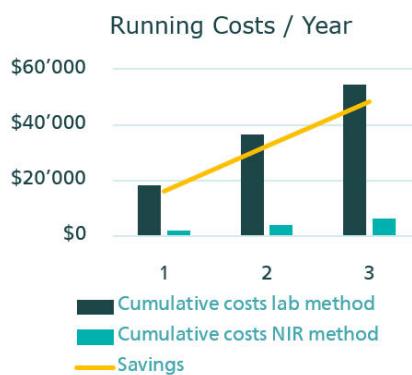


Figure 4. Comparación de los costos acumulados durante tres años para la determinación del índice de hidroxilo con titulación y espectroscopía NIR.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Análisis rápidos y precisos de líquidos y suspensiones de toda clase.

El NIRS XDS RapidLiquid Analyzer permite análisis rápidos y precisos de sustancias y fórmulas líquidas. Los resultados de medida precisos se obtienen pulsando un botón, lo que hace que el NIRS XDS RapidLiquid Analyzer se convierta también en una solución tan sencilla comoiable para el control de calidad en el laboratorio y el proceso. Las muestras se presentan en cubetas de cuarzo reutilizables o viales de vidrio desechables; una cámara de muestras con temperatura regulada proporciona unas condiciones de análisis reproducibles y por consiguiente unos resultados de medición exactos.



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)