



Application Note AN-NIR-082

Control de Calidad de Polipropileno

Determinación no destructiva del índice de fluidez sin pruebas reológicas

Como resina de uso general, el polipropileno (PP) se usa ampliamente en industrias como la fabricación y la construcción electrónica, y se usa en materiales de empaque debido a sus propiedades aislantes y de procesamiento. Las resinas de PP se deben fundir en primer lugar para que se formen del modo previsto y, por lo tanto, las propiedades de flujo son características importantes que afectan al proceso de producción. Un parámetro que describe las características de flujo es la tasa de flujo de fusión

(MFR). Esta es una medida de la masa de material que sale de la matriz durante un período de tiempo determinado (ASTM D1238). El procedimiento estándar requiere una cantidad significativa de trabajo con el empaque de la muestra, el precalentamiento y la limpieza. Con **no se necesita preparación de muestras ni productos químicos**, la espectroscopía Vis-NIR permite el análisis de MFR en menos de un minuto.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Los gránulos de PP se midieron con un analizador de sólidos DS2500 en modo de reflexión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). Para minimizar los efectos del tamaño de las partículas, se empleó un vaso de muestra grande DS2500 giratorio. Este accesorio permite una medición automatizada en diferentes ubicaciones de muestra para una adquisición de espectro reproducible. Como se muestra en **Figura 1**, las muestras se midieron sin ninguna preparación de muestras. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.

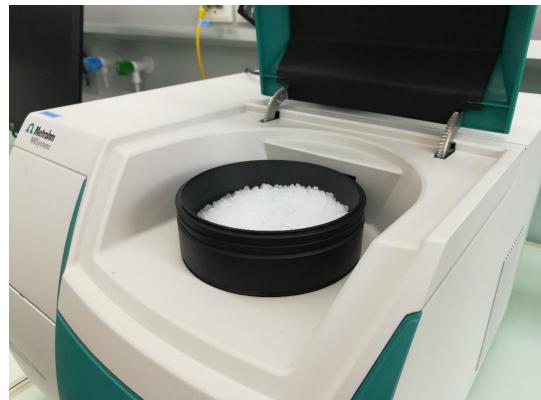


Figura 1. Analizador de sólidos DS2500 con gránulos de PP llenados en el vaso de muestra grande giratorio DS2500.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

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

RESULTADO

Los espectros Vis-NIR obtenidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación del contenido de densidad. 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.

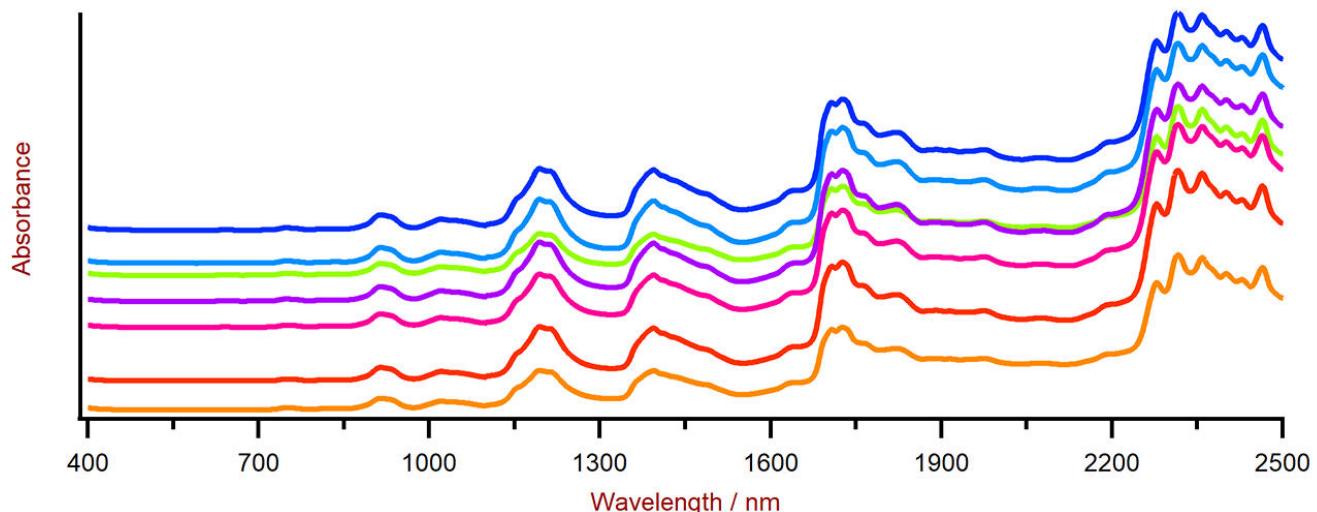


Figure 2. Visualización de una selección de espectros PP Vis-NIR obtenidos con un analizador DS2500 y un vaso de muestra grande DS2500 giratorio. Se ha aplicado un desplazamiento a los espectros para que sean más fáciles de ver.

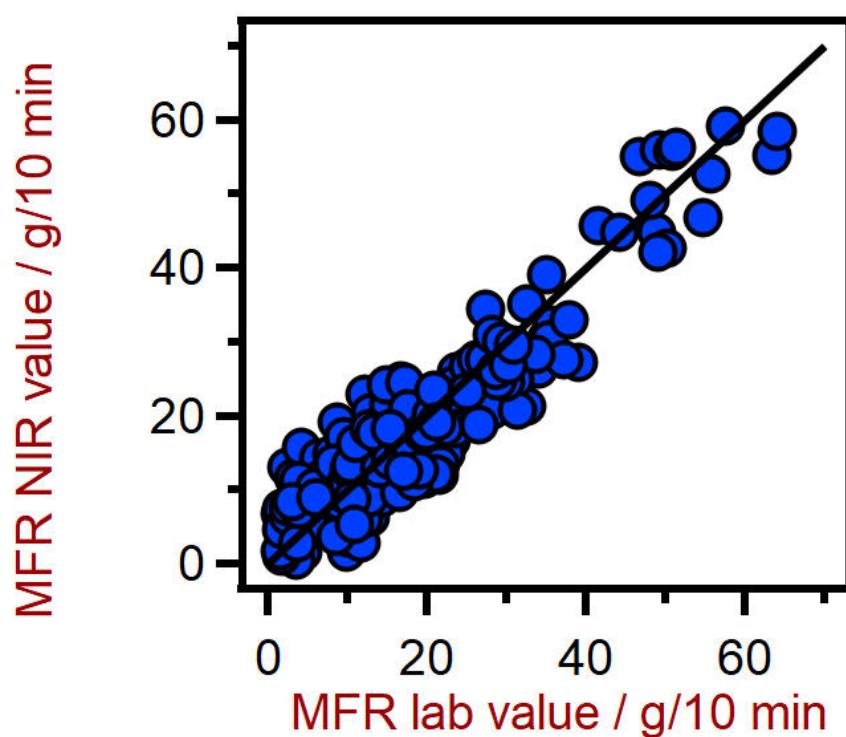


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción de la MFR utilizando un analizador de sólidos DS2500. Los valores de laboratorio se obtuvieron usando un índice de flujo de fusión.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción del índice de fluidez (MFR) de muestras de polipropileno utilizando un analizador de sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
R ²	0,865
Error estándar de calibración	4,99 g / 10 minutos
Error estándar de validación cruzada	7,00 g / 10 minutos

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad de la espectroscopía NIR para el análisis de MFR en muestras de polipropileno. En comparación con el

método estándar (ASTM D1238) (**Tabla 3**), la **reducción del tiempo de análisis y de la carga de trabajo** es una gran ventaja de la espectroscopía NIR.

Tabla 3. Descripción general del tiempo hasta el resultado para la determinación del índice de fluidez con el método estándar ASTM D1238.

Parámetro	Método	Tiempo de resultado y flujo de trabajo
Índice de fluidez	Extrusión ASTM D1238	~20 minutos; material de embalaje, precalentamiento, medición, limpieza

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

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.



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)



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.