



Application Note AN-NIR-119

Determinación del contenido de humedad y reología de poliolefinas fluoradas mediante NIRS

Resultados de los análisis de humedad y caudal de fusión en cuestión de segundos

El etileno tetrafluoroetileno (ETFE) es un copolímero parcialmente fluorado de etileno y tetrafluoroetileno. El ETFE es un polímero procesable por fusión, diseñado para tener una alta resistencia a la corrosión y una gran solidez en una amplia gama de temperaturas. Algunos parámetros de calidad clave que deben controlarse durante la producción de poliolefinas fluoradas son el índice de flujo de fusión

(MFR) y el contenido de humedad. La medición de estos parámetros suele implicar el uso de productos químicos y puede llevar mucho tiempo. La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) ofrece a los usuarios una predicción **rápida y fiable de los parámetros clave** de calidad del ETFE **sin necesidad de preparar las muestras ni de procedimientos de limpieza**.

EQUIPO

En un analizador espectroscópico de infrarrojo cercano Metrohm se midieron 273 muestras de gránulos de ETFE con diferentes MFR y contenido de humedad en modo de reflexión. Todas las mediciones se realizaron en rotación utilizando un recipiente

grande para muestras con el fin de reducir el efecto de la luz parásita causado por la variación del tamaño de las partículas. Una superposición de los espectros de las muestras se muestra en **Figure 1**.

RESULTADO

Los espectros NIR obtenidos (Figura 1) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación del MFR y el contenido de humedad en el ETFE. La calidad del modelo de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación (Figuras 2 y 3),

que muestran una alta correlación entre la predicción NIR y los valores de referencia. Las respectivas figuras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

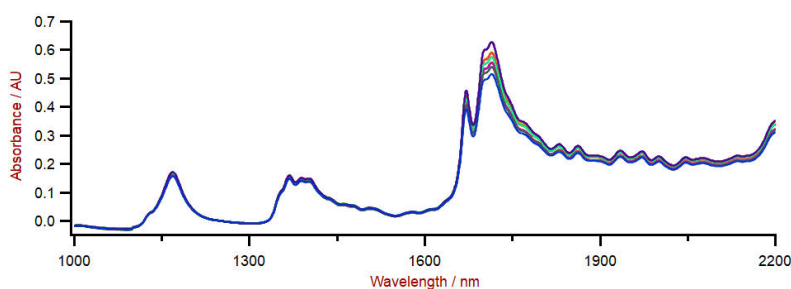


Figura 1. Espectros NIR superpuestos de muestras de ETFE analizadas en un analizador espectroscópico de infrarrojo cercano Metrohm con un recipiente de muestra grande.

RESULTADO CAUDAL DE FUSIÓN

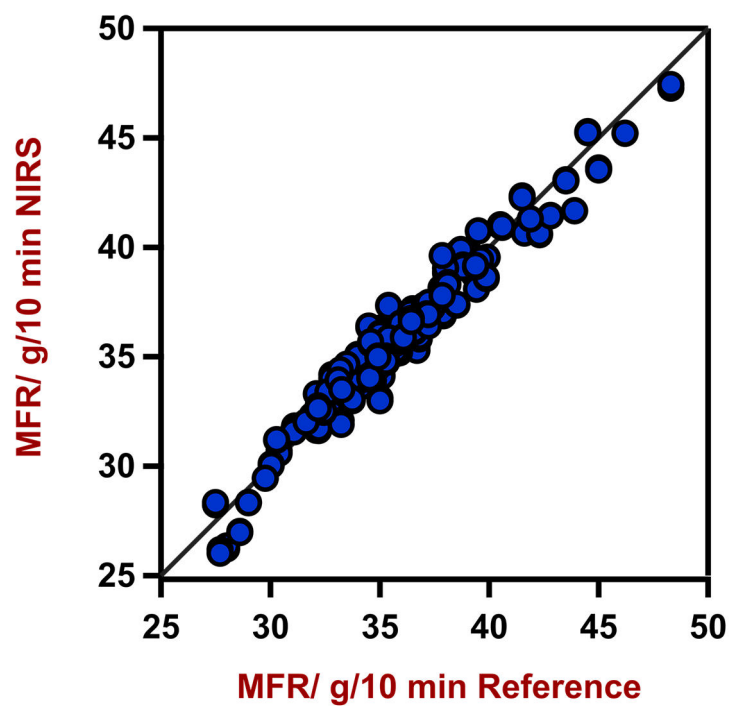


Figura 2. Diagrama de correlación y sus respectivas figuras de mérito para la predicción del índice de fluidez en ETFE. El valor de laboratorio del índice de fluidez se evaluó mediante un indexador de fluidez.

Figuras de mérito	Valor
R^2	0.9413
Error estándar de calibración	0.96 g/10 min
Error estándar de validación cruzada	0.98 g/10 min

RESULTADO CONTENIDO DE HUMEDAD

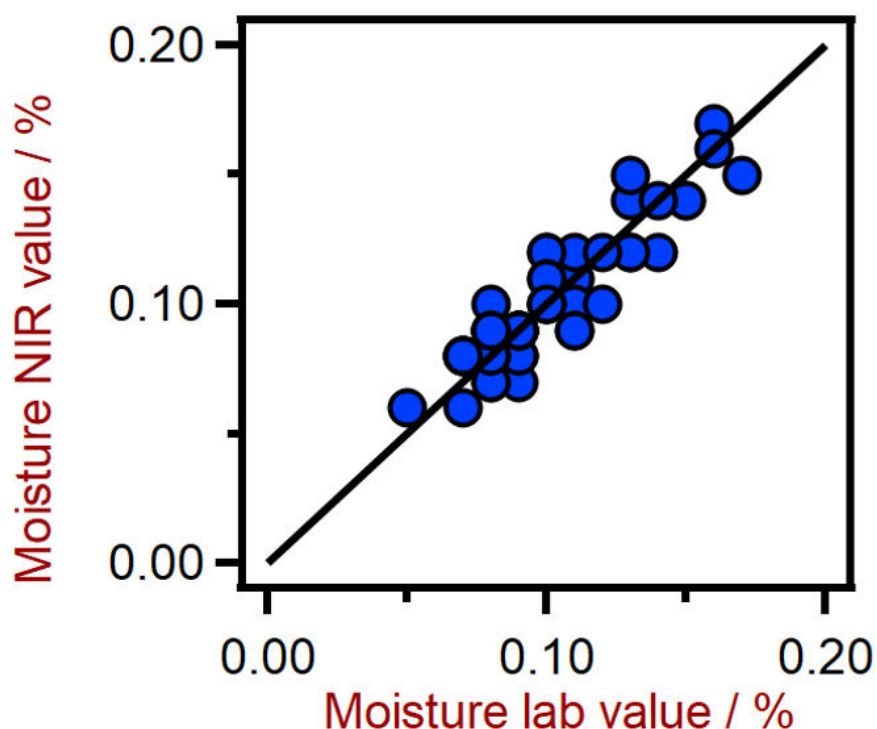


Figura 3. Diagrama de correlación y sus respectivas figuras de mérito para la predicción del contenido de humedad en ETFE. El valor de laboratorio se evaluó mediante titulación Karl Fischer.

Figuras de mérito	Valor
R^2	0.840
Error estándar de calibración	0.011%
Error estándar de validación cruzada	0.012%

CONCLUSIÓN

Esta Nota de Aplicación demuestra la viabilidad de determinar las propiedades mecánicas y realizar análisis de humedad en poliolefinas fluoradas como el ETFE utilizando NIRS. En comparación con los métodos analíticos estándar (Tabla 1), el control de

calidad con espectroscopia NIR muestra ventajas evidentes en cuanto al tiempo de análisis. Además, la manipulación de muestras con espectroscopia de infrarrojo cercano es más fácil de realizar y más segura, ya que no se necesitan productos químicos.

Tabla 1. Descripción general del tiempo para obtener resultados para los diferentes parámetros de calidad clave.

Parámetro	Método	Tiempo para obtener el resultado
Índice de fluidez	Indexador de fluidez	20 min (medición y limpieza)
Humedad	Titulación Karl Fischer	3–5 min

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es