

Application Note AN-NIR-100

Determinazione delle ceneri in polietilene

Analisi di routine del contenuto di ceneri nei granulati di PE semplificata

Per migliorare alcune caratteristiche dei polimeri, alle resine vengono aggiunti vari riempitivi. Un riempitivo importante in questo settore è la cenere, che consiste principalmente di ossido di silicio, magnesio e ferro. Il contenuto di ceneri può variare nel prodotto (a seconda della dimensione delle particelle e delle proprietà desiderate) dallo 0,01% in peso fino al 10% in peso.

Il metodo di prova standard per l'analisi del contenuto di ceneri è l'analisi termogravimetrica (TGA). Sebbene il TGA sia facile da eseguire, richiede molto tempo e l'uso di azoto gassoso. Contrariamente al metodo principale, la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) è una tecnica analitica veloce in grado di misurare più parametri, incluso il contenuto di ceneri nei polimeri, entro un minuto.

ATTREZZATURA ANALISI

154 campioni di polietilene con contenuto di ceneri variabile dallo 0,07% allo 0,12% sono stati analizzati mediante spettroscopia NIR su Metrohm DS2500 Solid Analyzer (**Figura 1**) dotato di una coppa campione grande DS2500. Tutte le misurazioni sono state eseguite in rotazione per calcolare la media

degli spettri del sottocampione. Questa configurazione riduce l'influenza della distribuzione delle dimensioni delle particelle dei pellet polimerici. L'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione sono stati eseguiti con il pacchetto software Vision Air Complete.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

Attrezzatura	Numero metrohm
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Coppa campione grande	6.7402.050
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208



Figure 1. Analizzatore solido DS2500.

RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (figura 2) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per il contenuto di ceneri nei campioni di PE. Per verificare la qualità del modello predittivo sono stati creati dei diagrammi di correlazione che mostrano un valore di

correlazione (R^2) di 0,77 tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario (TGA). Le rispettive figure di riferimento (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine (Figura 3).

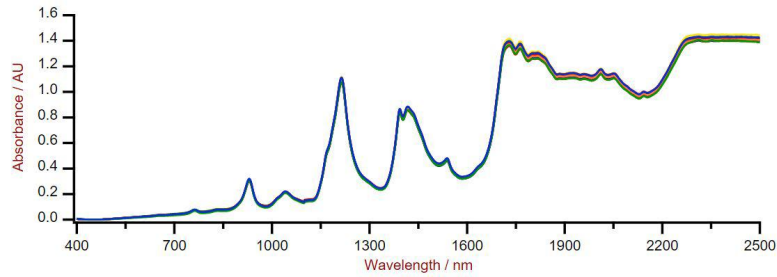


Figure 2. Selezione degli spettri Vis-NIR di campioni di PE ottenuti utilizzando un analizzatore solido Metrohm DS2500 dotato di coppa campioni grande DS2500.

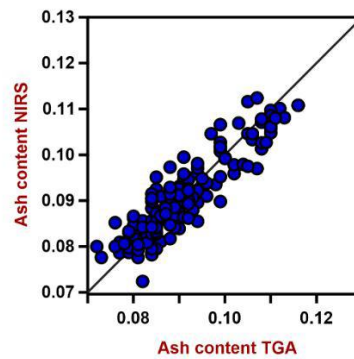


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di ceneri in PE utilizzando un analizzatore solido DS2500. I valori di laboratorio sono stati determinati utilizzando TGA.

Tabella 2. Cifre di riferimento per la previsione del contenuto di ceneri in PE utilizzando DS2500 Solid Analyzer.

Figure di riferimento	Valore
R^2	0,77
Errore standard di calibrazione	0,0055%
Errore standard di convalida incrociata	0,066%

CONCLUSIONE

Questa Application Note mostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi di bassi livelli di contenuto di ceneri nei granulati di polietilene entro un minuto. Rispetto al metodo standard (**Tabella 3**), il

risparmio di tempo per l'analisi del contenuto di ceneri in PE utilizzando un analizzatore NIRS è evidente.

Tabella 3. Tempo per il risultato con il metodo TGA convenzionale.

Parametro	Metodo	Tempo per il risultato
Contenuto di cenere	TGA	~2 ore

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it



DS2500 Solid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo di qualità in laboratorio e nell'ambiente di produzione.

DS2500 Analyzer è la soluzione comprovata e flessibile per l'analisi di routine di sostanze solide, creme ed eventualmente anche liquidi lungo tutta la catena produttiva. Il design robusto rende lo strumento DS2500 Analyzer insensibile a polveri, umidità, vibrazioni e oscillazioni di temperatura e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

DS2500 copre l'intero campo spettrale da 400 a 2.500 nm e fornisce risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. DS2500 Analyzer soddisfa i requisiti dell'industria farmaceutica e supporta gli utenti, grazie alla facilità di utilizzo, nelle loro attività di routine quotidiane.

Grazie agli accessori perfetti per l'apparecchio, è possibile ottenere risultati ottimali anche con i tipi di campioni più impegnativi, quali per esempio sostanze solide a grana grossa come i granulati oppure i campioni semisolidi-liquidi come creme. Nella misurazione delle sostanze solide è possibile migliorare la produttività grazie all'impiego di MultiSample Cup, che consentono misure automatiche in serie fino a 9 campioni.



Recipiente per campioni DS2500, grande

Recipiente per campioni grande per la rilevazione degli spettri di polveri e granulati in riflessione in punti diversi del campione tramite NIRS DS2500 Analyzer.