



Application Note AN-NIR-102

Densità delle poliolefine misurata mediante spettroscopia nel vicino infrarosso

Semplice analisi di routine di pellet polimerici

A parte la velocità di fusione, la densità è il parametro più importante per descrivere le proprietà dei materiali in polietilene (PE). La durezza, la rigidità e la resistenza al calore del PE aumentano con una maggiore densità. Esistono vari metodi di prova per la densità nel PE: il più comune è il bilanciamento della densità, che misura la galleggiabilità in un liquido (ASTM D792). Questo test è facile da eseguire, ma il metodo contiene una varietà di fonti di errori di misurazione, come correzioni di fissazione del

campione, variazioni di temperatura o bolle d'aria all'interno dei pellet del campione.

Le bolle d'aria intrappolate formatesi durante la produzione di pellet di polimero determinano valori di densità inferiori se misurati con il metodo della galleggiabilità. Al contrario, la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) è una tecnica analitica veloce che mostra una bassa influenza sull'errore di misurazione della densità se sono presenti bolle d'aria nel materiale del campione.

29 diversi campioni di polietilene con densità variabile sono stati misurati sul Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer (Figura 1) e con il metodo di galleggiamento descritto in ASTM D792. Tutte le misurazioni su DS2500 Solid Analyzer ono state eseguite a rotazione per calcolare la media degli spettri del sottocampione.

Questa configurazione con DS2500 large sample cup riduce le influenze dalla 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	Codice Metrohm
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 large sample cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Figure 1. Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer utilizzato per la determinazione della densità nei granuli di PE.

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per la determinazione del valore di densità nei pellet PE. Per verificare la qualità del modello di previsione, sono

stati creati diagrammi di correlazione che mostrano la correlazione tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario ricevuti dal fornitore (**Figure 3-4**).

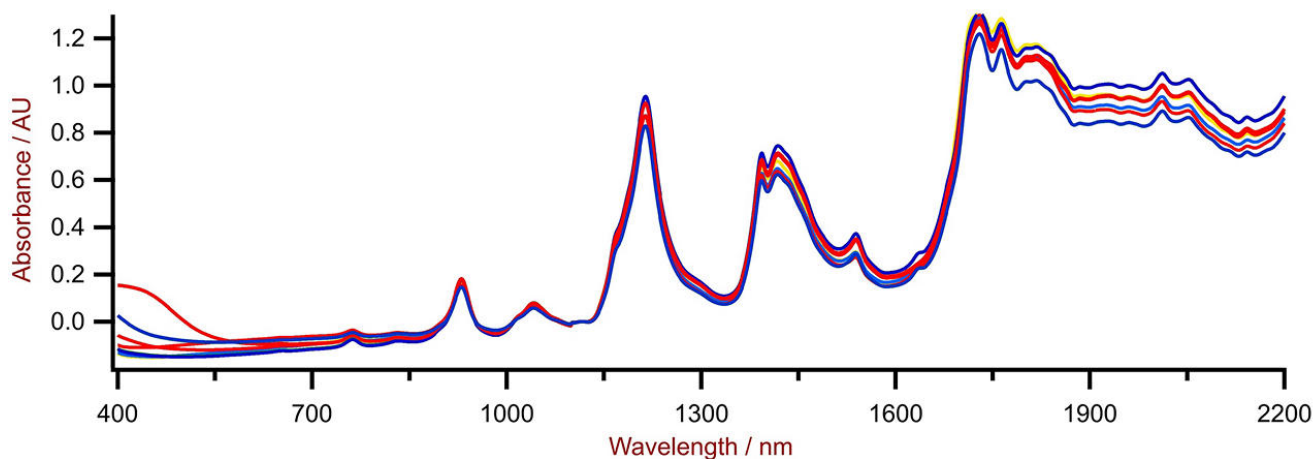


Figure 2. Selezione degli spettri Vis-NIR di campioni di PE ottenuti utilizzando un DS2500 Solid Analyzer con large sample cup.

DENSITÀ DEL RISULTATO IN PE

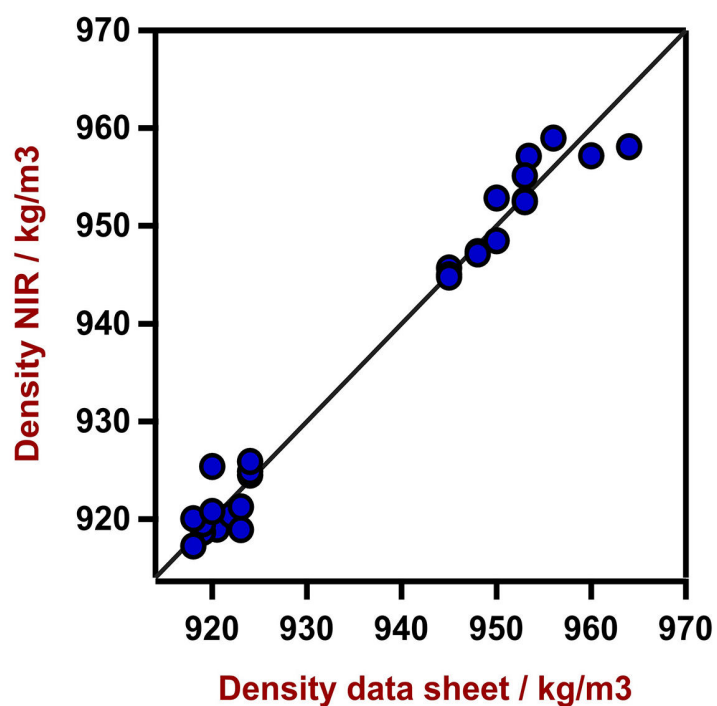


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione della densità dei granuli di PE utilizzando DS2500 Solid Analyzer. I dati di riferimento sono stati presi dalle specifiche del fornitore, misurati su campioni senza bolle d'aria.

Valori di Merito	Valore
R^2	0.979
Standard Error of Calibration	2.48 kg/m ³
Standard Error of Cross-Validation	3.42 kg/m ³

DENSITÀ DEL RISULTATO IN PE

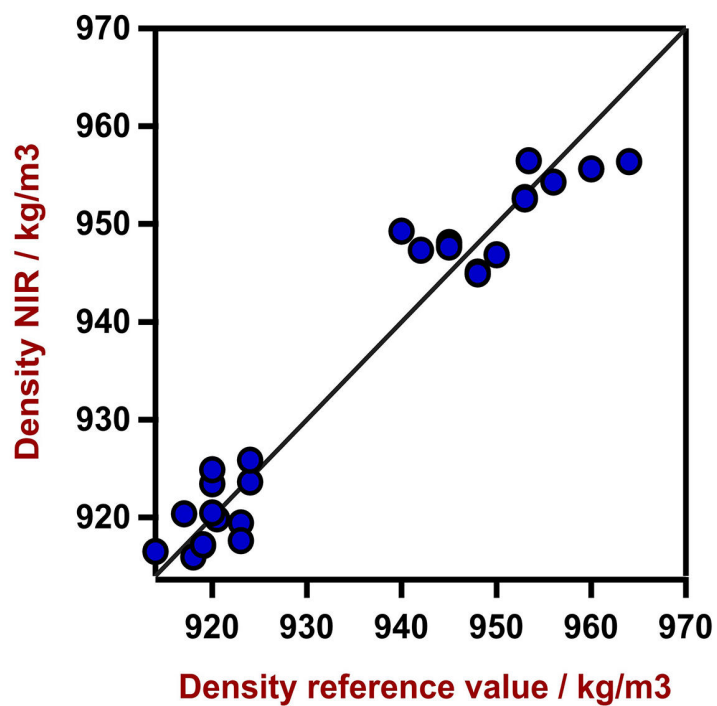


Figure 4. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione della densità dei granuli di PE utilizzando un analizzatore di solidi DS2500. I valori di laboratorio sono stati determinati utilizzando il bilanciamento della densità secondo ASTM D792.

Valori di Merito	Valore
R^2	0.948
Standard Error of Calibration	3.95 kg/m ³
Standard Error of Cross-Validation	6.00 kg/m ³

Oltre all'analisi NIRS, la densità dei pellet è stata misurata con il bilanciamento della densità in laboratorio. Questi risultati si discostavano ancora di più dai valori di riferimento del fornitore, rispetto ai risultati NIRS (**Tabella 2**). Ciò può essere spiegato a causa della comparsa di bolle d'aria in alcuni pellet polimerici, visibili nella scansione TC visualizzata nella **Figura 5**. I rispettivi valori di merito (FOM) dell'analisi NIRS relative ai dati di riferimento dell'impianto di produzione del polimero è visualizzato nella **Figura 3**. La correlazione delle misurazioni dell'equilibrio di densità eseguite in laboratorio con l'analisi NIRS prevista è visualizzata nella **Figura 4**.

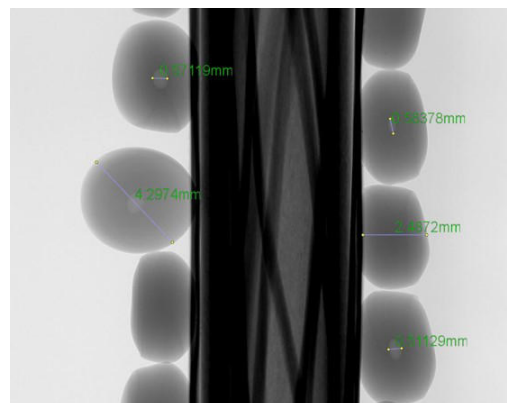


Figure 5. Esempio di tomografia computerizzata (TC) di pellet di polietilene che mostra bolle d'aria all'interno del granulo di polimero.

CONCLUSIONE

Questa Application Note mostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi della densità nei granulati di polietilene. Rispetto al metodo standard (**Tabella 2**), l'analisi NIRS mostra un errore di

previsione inferiore quando sono presenti bolle d'aria nei pellet polimerici. Inoltre, la gestione dei campioni con la spettroscopia nel vicino infrarosso è più facile da eseguire e quindi meno soggetta a errori.

Tabella 2. Confronto della previsione della densità con NIRS e bilanciamento della densità secondo ASTM D792.

	Densità: produttore	Densità: bilancia da laboratorio	Densità: NIRS	Bolle d'aria presenti
Campione 1	953 kg/m ³	941 kg/m ³	952 kg/m ³	Yes
Campione 2	950 kg/m ³	935 kg/m ³	953 kg/m ³	Yes
Campione 3	918 kg/m ³	917 kg/m ³	915 kg/m ³	No

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



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.