



Application Note AN-NIR-119

Determinazione del contenuto di umidità e della reologia delle poliolefine fluorurate mediante NIRS

Risultati dell'analisi dell'umidità e del flusso di fusione in pochi secondi

L'etilene tetrafluoroetilene (ETFE) è un copolimero parzialmente fluorurato di etilene e tetrafluoroetilene. L'ETFE è un polimero processabile a fusione, progettato per avere elevata resistenza alla corrosione e resistenza in un ampio intervallo di temperature. Alcuni parametri chiave di qualità che dovrebbero essere monitorati durante la produzione di poliolefine fluorurate sono l'indice di fluidità (MFR) e il contenuto

di umidità. La misurazione di questi parametri solitamente comporta l'uso di sostanze chimiche e può richiedere molto tempo. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) offre agli utenti una **previsione rapida e affidabile** dei parametri di qualità chiave nell'ETFE **senza alcuna preparazione del campione o procedure di pulizia**.

STRUMENTI PER L'ANALISI

273 campioni di pellet di ETFE con MFR e contenuto di umidità variabili sono stati misurati su un analizzatore spettroscopico nel vicino infrarosso Metrohm in modalità riflessione. Tutte le misurazioni sono state eseguite in rotazione utilizzando una grande coppa

campione per ridurre l'effetto della luce diffusa causato dalle diverse dimensioni delle particelle. Una sovrapposizione degli spettri del campione viene visualizzata nella **Figura 1**.

RISULTATO

Gli spettri NIR ottenuti (**Figura 1**) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per la quantificazione dell'MFR e del contenuto di umidità nell'ETFE. La qualità del modello di previsione è stata valutata utilizzando i diagrammi di correlazione

(**Figure 2 e 3**), che mostrano un'elevata correlazione tra la previsione NIR e i valori di riferimento. Le rispettive cifre di merito (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine.

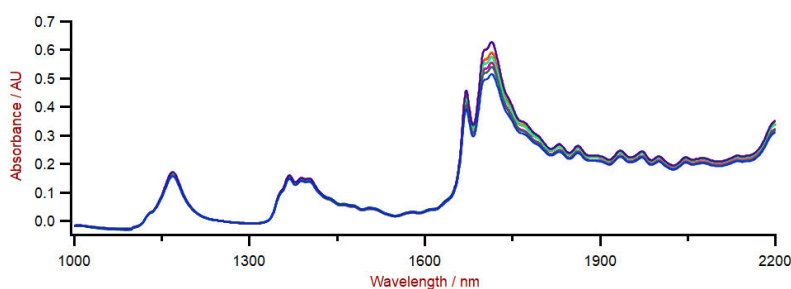


Figure 1. Spettri NIR sovrapposti di campioni ETFE analizzati su un analizzatore spettroscopico nel vicino infrarosso Metrohm con una grande coppa campione.

RISULTATO INDICE DI FLUIDITÀ

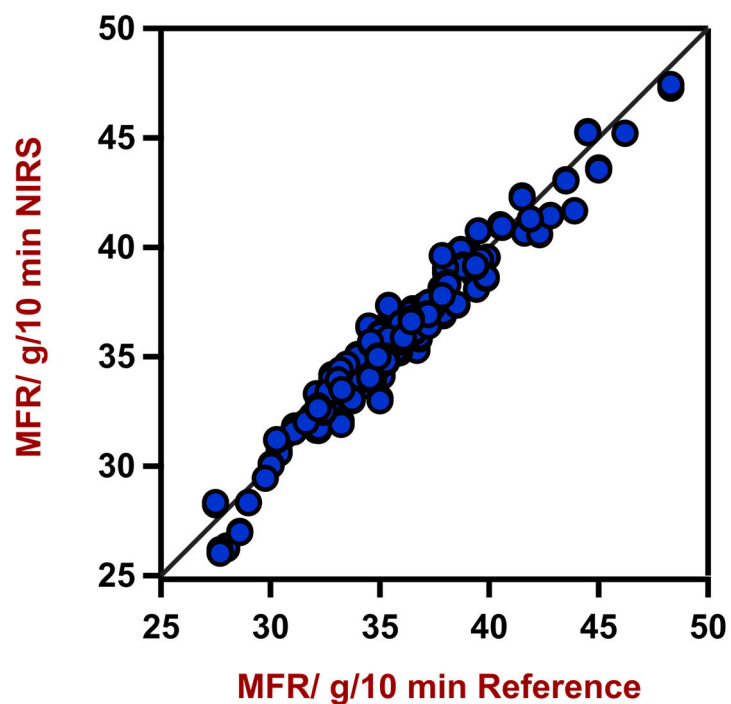


Figure 2. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione dell'indice di fluidità nell'ETFE. Il valore di laboratorio MFR è stato valutato utilizzando un indice del flusso di fusione.

Figures of Merit	Value
R^2	0.9413
Standard Error of Calibration	0.96 g/10 min
Standard Error of Cross-Validation	0.98 g/10 min

RISULTATO CONTENUTO DI UMIDITÀ

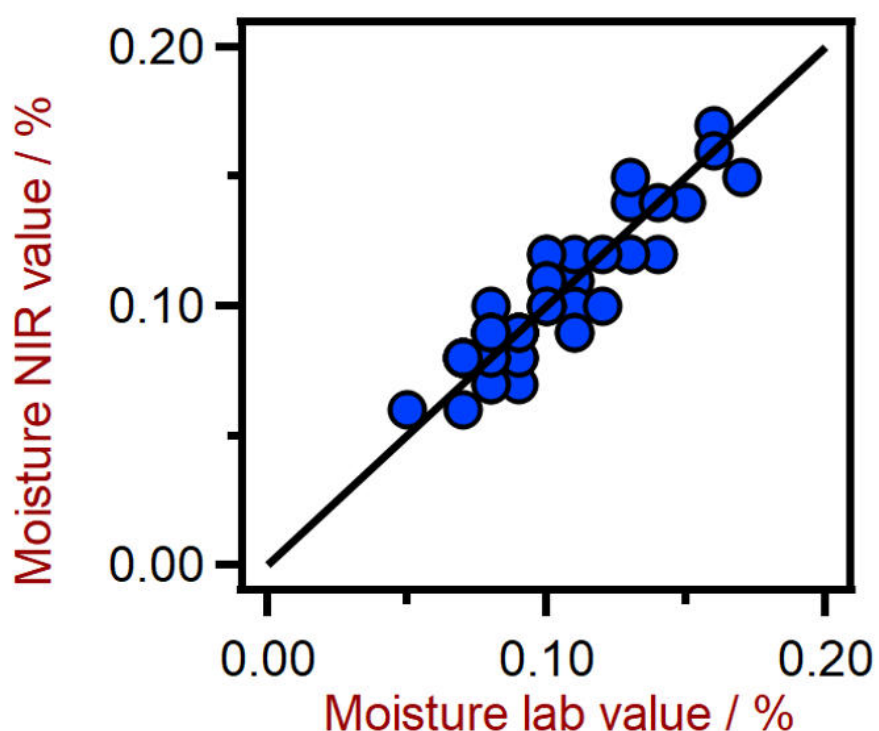


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione del contenuto di umidità nell'ETFE. Il valore di laboratorio è stato valutato mediante titolazione Karl Fischer.

Figures of Merit	Value
R^2	0.840
Standard Error of Calibration	0.011%
Standard Error of Cross-Validation	0.012%

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità di determinare le proprietà meccaniche ed eseguire l'analisi dell'umidità nelle poliolefine fluorurate come l'ETFE utilizzando NIRS. Rispetto ai metodi analitici standard (**Tabella 1**), il controllo di qualità con la

spettroscopia NIR mostra evidenti vantaggi per quanto riguarda il tempo di analisi. Inoltre, la gestione dei campioni con la spettroscopia nel vicino infrarosso è più semplice e sicura poiché non sono necessarie sostanze chimiche.

Tabella 1. Panoramica del tempo necessario per ottenere i risultati per i diversi parametri chiave di qualità.

Parameter	Method	Time to result
Melt flow rate	Melt flow indexer	20 min (measurement and cleaning)
Moisture	Karl Fischer titration	3–5 min

CONTACT

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

info@metrohm.it