



Application Note AN-RS-007

Identificación de masterbatches de polímeros mediante espectroscopia Raman

Detectar colorantes y aditivos en plásticos con facilidad

Los masterbatches juegan un papel esencial en la fabricación de polímeros. Algunos masterbatches aditivos muy utilizados refuerzan los plásticos o los hacen resistentes a las llamas o a la radiación UV, por ejemplo. Los masterbatches no solo se agregan para cambiar las propiedades físicas y químicas de los polímeros, sino que también se pueden usar para colorear el polímero durante el proceso de fabricación.

La medición de masterbatches con espectroscopia Raman portátil no requiere preparación de muestras y proporciona resultados inmediatos que distinguen fácilmente entre un polímero con diferentes aditivos. Exclusivo de Metrohm, el algoritmo XTR® mitiga la fluorescencia inherente de los plásticos y la contribución de fondo de los colorantes; la mitigación de la fluorescencia es crucial para una correspondencia precisa de la biblioteca.

INTRODUCCIÓN

La excitación Raman de 785 nm se considera la longitud de onda ideal para una alta relación señal-ruido espectral. Sin embargo, aproximadamente el 10% de los materiales activos en Raman presentan fluorescencia al ser interrogados con Raman de 785 nm [1]. La fluorescencia abruma la señal Raman y puede impedir la identificación positiva de la sustancia objetivo. Incluso los espectros Raman de polímeros incoloros exhiben cierta fluorescencia

inherente, al igual que muchos materiales a base de hidrocarburos. Casi el 100% de los materiales de colores intensos (tabletas, alimentos, arte y plásticos) pueden ser problemáticos para el análisis Raman tradicional. La capacidad de XTR para eliminar el fondo fluorescente y revelar un espectro de alta resolución de plásticos coloreados es particularmente impresionante.

ADITIVOS PARA POLIPROPILENO

El polipropileno (PP) se utiliza ampliamente en la fabricación y existe una gran variedad de tipos, incluidos homopolímeros y copolímeros. También viene en variantes especializadas como PP ignífugo y reforzado. El homopolímero PP proporciona alta resistencia, rigidez y resistencia química, mientras que

el copolímero PP ofrece flexibilidad y resistencia al impacto.

La espectroscopia Raman garantiza una confirmación rápida y precisa in situ de los tipos de PP. **Figura 1** demuestra la alta especificidad de Raman para materiales muy similares.

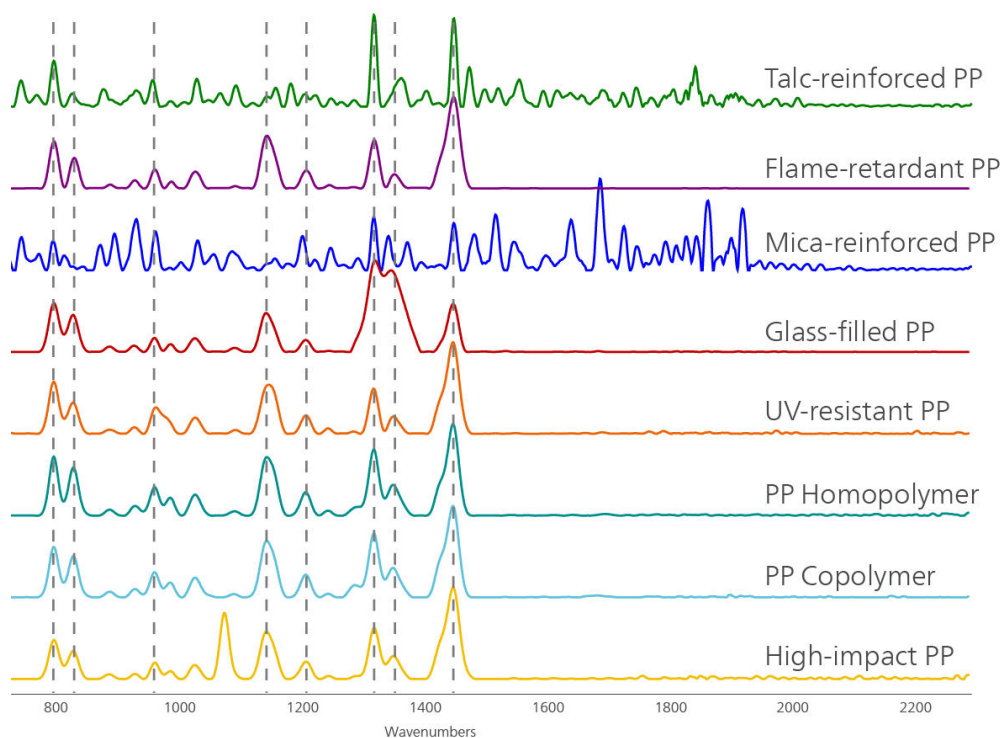


Figure 1. Espectros superpuestos de diferentes variantes de polipropileno, con líneas discontinuas que indican los picos Raman característicos del polipropileno (PP). Las contribuciones espectrales de los aditivos permiten obtener espectros fácilmente distinguibles entre los tipos de polímeros.

POLIPROPILENO DE COLORES INTENSOS

Se probaron directamente en la superficie una serie de carcasas de marcadores de plástico de colores intensos con un espectrómetro Raman portátil de 785 nm equipado con el algoritmo XTR. De manera similar a la excitación desplazada secuencialmente (SSE), XTR utiliza múltiples espectros desplazados que se generan mediante algoritmos internos durante el experimento para distinguir el desplazamiento Raman de la fluorescencia fija, lo que permite aislar y extraer el componente de fluorescencia. Los datos Raman se

optimizan a través de un proceso iterativo en un proceso automatizado secundario en tiempo real. Después de la identificación y eliminación del componente de fluorescencia, solo queda un espectro Raman puro y sin obstrucciones.

La capacidad de XTR para devolver espectros de referencia que contienen los picos característicos de la huella digital Raman para una sustancia determinada se demuestra a través de un espectro de colores en **Figura 2.**

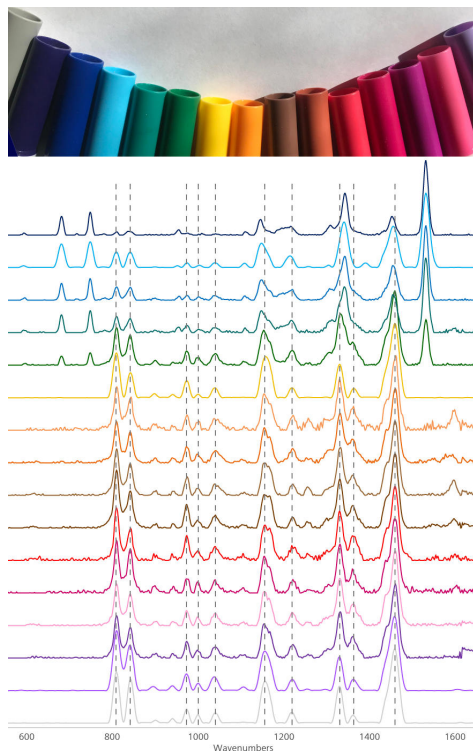


Figure 2. El color de los espectros XTR que se muestran aquí coordina con el color del polipropileno probado (en la parte superior). Los picos característicos de Raman para polipropileno se indican mediante líneas discontinuas.

AZUL DE FTALOCIANINA

Sólo los colores azules muy saturados que contienen un pigmento cian mostraron una fuerte contribución espectral del tinte (**Figura 2**). De hecho, la mayoría de los polímeros de color azul intenso se tinen con masterbatches que contienen química de ftalocianina

[2].

Curiosamente, la señal cian fue el principal contribuyente espectral solo para el polipropileno azul muy oscuro (**Figura 3**). El espectro resultante es una mezcla obvia de polímero y masterbatch de tinte.[3].

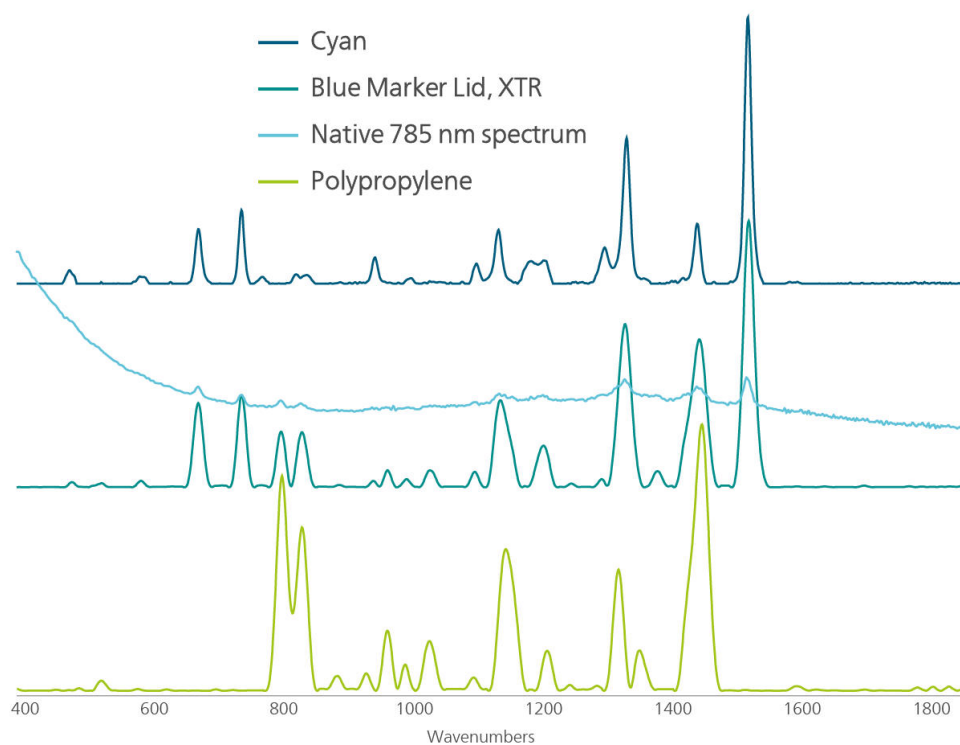


Figure 3. A pesar de la importante contribución espectral del pigmento cian, XTR produce un espectro de referencia de alta resolución que obviamente es una mezcla de tinte y material. El espectro nativo de 785 nm revela los sorprendentes beneficios de XTR.

A pesar de la importante contribución tanto del tinte como de los altos niveles de fluorescencia, la XTR permitió la identificación tanto del material como del colorante (**Figura 4**). Obsérvense los valores muy altos

del índice de calidad de impacto ($HQI = 0,99$), que indican una alta correlación entre los espectros de muestra y de referencia.

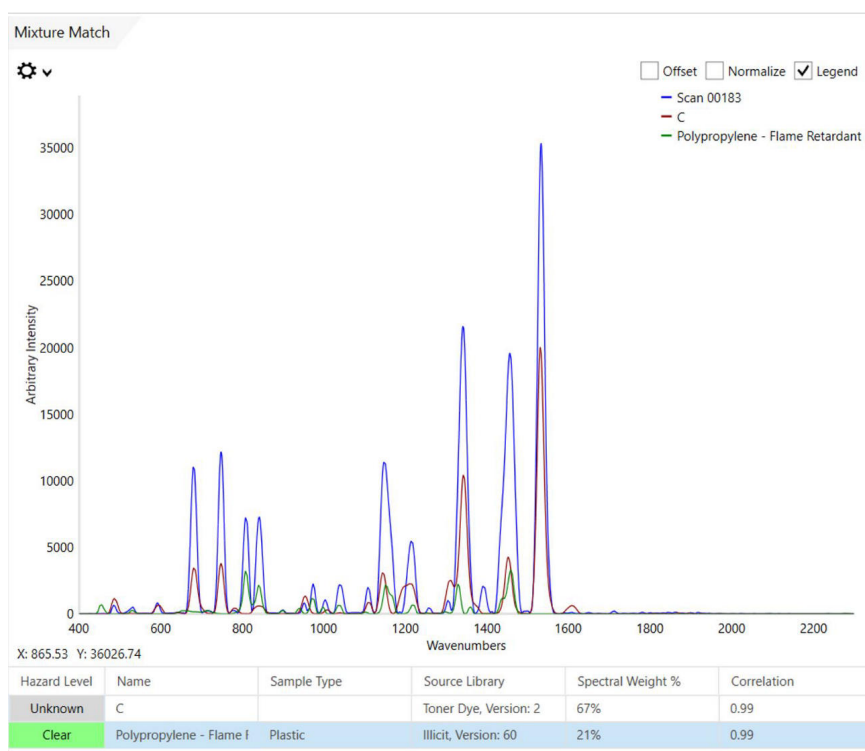


Figure 4. A pesar de la contribución significativa tanto del tinte como de los altos niveles de fluorescencia, XTR permitió la identificación tanto del material como del colorante.

CONCLUSIÓN

Este estudio demuestra la capacidad de Raman para identificar polímeros de forma inequívoca, incluso con la contribución espectral de varios masterbatches. El algoritmo XTR, la técnica única de rechazo de fluorescencia de Metrohm, amplía la utilidad de

Raman en el análisis de plásticos coloreados. La espectroscopia Raman proporciona a los fabricantes de polímeros un método rápido, eficiente y no destructivo para investigar la calidad y la consistencia de los materiales.

REFERENCIAS

1. *Handheld dual-wavelength Raman instrument for the detection of chemical agents and explosives.*
<https://www.spiedigitallibrary.org/journals/optical-engineering/volume-55/issue-7/074103/Handheld-dual-wavelength-Raman-instrument-for-the-detection-of-chemical/10.1117/1.OE.55.7.074103.short>
(accessed 2025-01-30).
2. Christensen, I. *Developments in Colorants for Plastics*; iSmithers Rapra Publishing, 2003.
3. Balakhnina, I. A.; Chikishev, A. Yu.; Brandt, N. N. Raman Spectroscopy of Thermo- and Laser-Induced Transformations of Gouache Paint Layer of Copper Phthalocyanine Blue. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* **2024**, 318, 124430. DOI:10.1016/j.saa.2024.124430

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



MIRA XTR Basic

El MIRA XTR es una alternativa para los sistemas de alta potencia de 1064 nm. Con un procesamiento computacional avanzado, el MIRA XTR utiliza una luz láser de 785 nm más sensible junto con algoritmos XTR para extraer los datos Raman de la fluorescencia de la muestra. El MIRA XTR también cuenta con el escaneo Orbital Raster Scanning (ORS) para proporcionar una mejor cobertura de la muestra, aumentando así la exactitud de los resultados.

El paquete Basic es un paquete de elementos básicos que contiene los componentes esenciales necesarios para manejar el MIRA XTR. El paquete Basic incluye un patrón de calibración y el accesorio universal inteligente. Operación de láser de clase 3B. El MIRA XTR es compatible con las librerías Raman de mano de Metrohm.