



Application Note AN-NIR-107

Controllo di qualità della gomma bromobutilica

Determinazione multiparametrica entro un minuto mediante NIRS

I prodotti realizzati in gomma naturale o sintetica sono una parte vitale della vita quotidiana. Le gomme sintetiche offrono stabilità termica superiore e resistenza agli agenti ossidanti e agli oli. Una gomma sintetica utilizza il bromobutile (BIIR), un copolimero di isobutilene e piccole quantità di isoprene bromurato che fornisce siti di vulcanizzazione insaturi. La gomma bromobutilica deriva dall'alogenazione della gomma butilica con bromo in un processo continuo. Questo elastomero ha molti degli attributi della gomma butilica, ma l'aggiunta di bromo migliora l'adesione ad altre gomme e metalli, determinando tassi di

indurimento sostanzialmente più rapidi (cioè, sono richieste quantità inferiori di agenti indurenti).

Di solito, la determinazione del contenuto di bromo e di altri parametri di qualità (ad es. viscosità Mooney, contenuto volatile, contenuto di stearato di calcio e bromuro funzionale) richiede vari reagenti e metodi analitici che richiedono tempo. Tuttavia, la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) offre una quantificazione simultanea rapida e affidabile di tali parametri nella gomma bromobutilica senza l'uso di sostanze chimiche.

ATTREZZATURA ANALISI

Sono stati raccolti un totale di 68 campioni di gomma di bromo isobutilene isoprene (BIIR, gomma di bromobutile) per creare un modello di previsione per la quantificazione di diversi parametri di controllo della qualità tra cui viscosità Mooney, contenuto di bromo, contenuto di materia volatile, contenuto di stearato di calcio e bromuro funzionale. Tutti i campioni sono stati misurati con Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer (400–2500 nm, **Figura 1**) in modalità di trasmissione con un portacampioni da 8

mm. L'acquisizione dello spettro riproducibile è stata ottenuta utilizzando il controllo della temperatura integrato impostato a 50 °C. Per comodità, sono state utilizzate fiale monouso con una lunghezza del percorso di 8 mm, che hanno reso superflua la pulizia dei recipienti dei campioni. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per tutta l'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

Attrezzatura	Codice articolo
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder 8 mm vials	6.749.2020
Disposable vials, 8 mm	6.7402.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Figure 1. Metrohm NIRS DS2500 Liquid Analyzer utilizzato per la quantificazione di diversi parametri CQ in campioni BIIR.

RISULTATO

Tutti gli spettri Vis-NIR misurati (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per la quantificazione dei parametri chiave di qualità del BIIR. La qualità del modello di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione che

mostrano una correlazione molto elevata tra la previsione Vis-NIR e valori di riferimento. Le rispettive cifre di merito (FOM) mostrano la precisione prevista di una previsione durante l'analisi di routine (**Figure 3-7**).

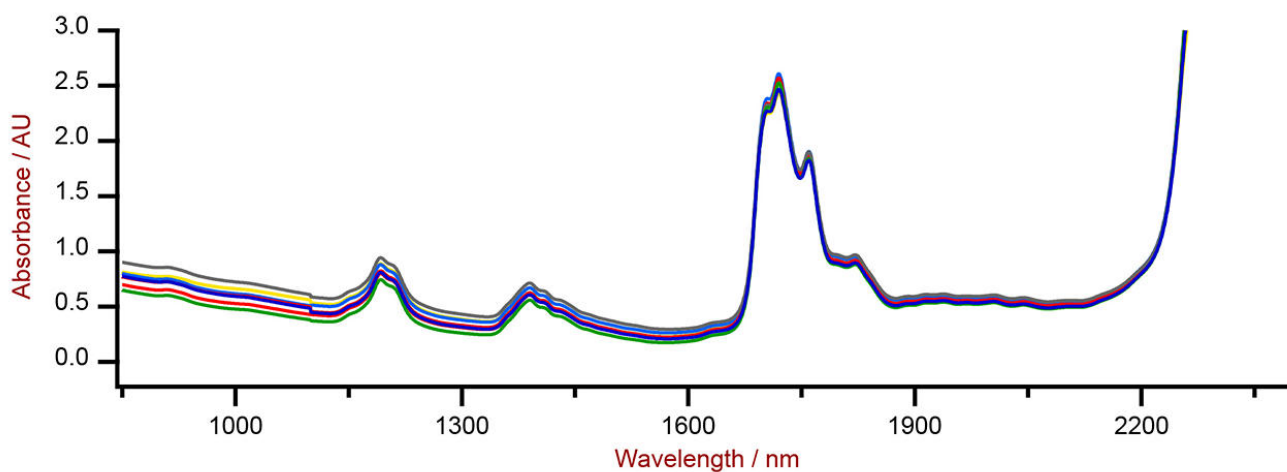


Figure 2. Selezione degli spettri Vis-NIR di diversi campioni BIIR analizzati su DS2500 Liquid Analyzer con fiale monouso da 8 mm.

RISULTATO VISCOSITÀ MOONEY

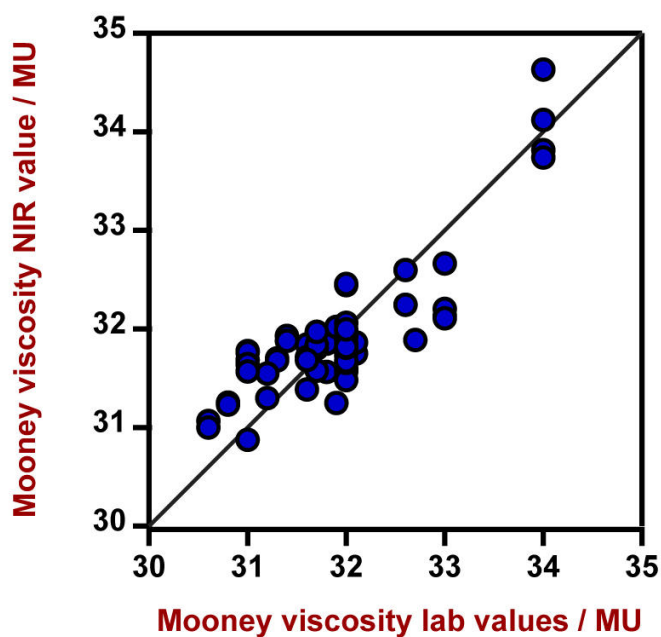


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive cifre di merito per la previsione della viscosità Mooney in BIIR utilizzando un DS2500 Liquid Analyzer. I valori di laboratorio sono stati valutati utilizzando un viscosimetro Mooney.

Figure di Merito	Valore
R^2	0.7257
Standard Error of Calibration	0.442 %

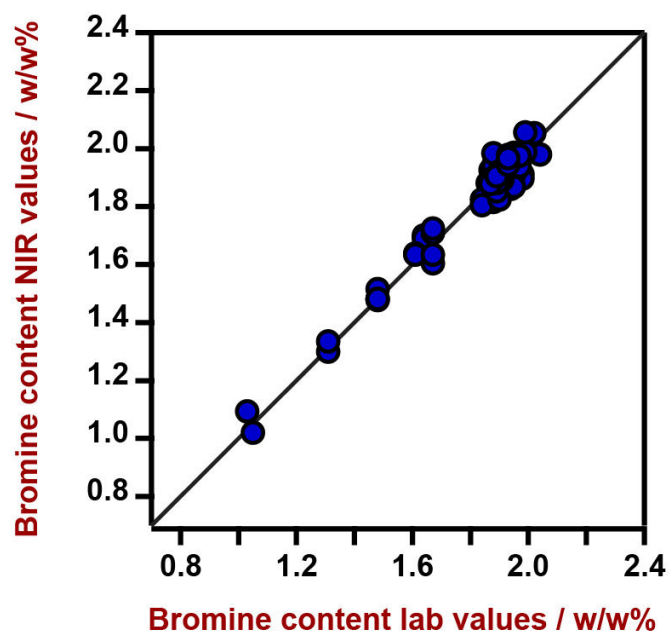
RISULTATO CONTENUTO DI BROMO

Figure 4. Diagramma di correlazione e le rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di bromo in BIIR utilizzando un DS2500 Liquid Analyzer. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante titolazione.

Figure di Merito	Valore
R^2	0.9629
Standard Error of Calibration	0.046 %
Standard Error of Cross-Validation	0.064 %

RISULTATO CONTENUTO VOLATILE

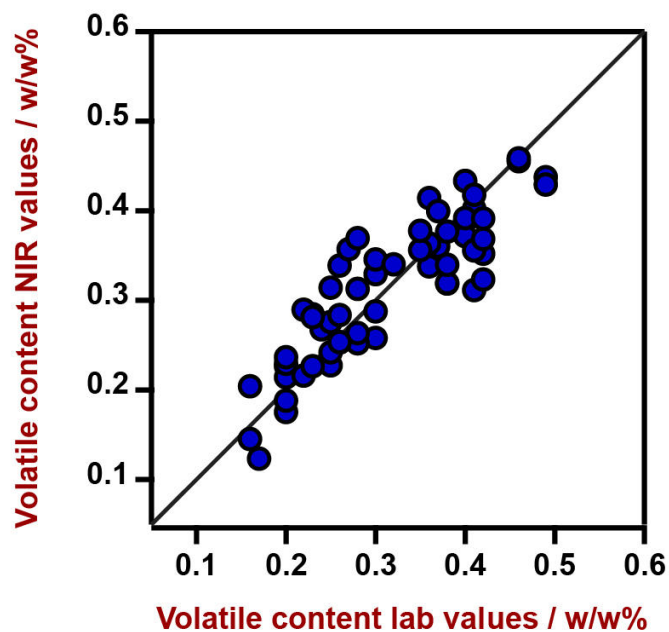


Figure 5. Diagramma di correlazione e le rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di materia volatile in BIR utilizzando un DS2500 Liquid Analyzer. I valori di laboratorio sono stati valutati con un metodo del fornello.

Figure di Merito	Valore
R^2	0.7730
Standard Error of Calibration	0.046 %
Standard Error of Cross-Validation	0.056 %

RISULTATO CONTENUTO DI STEARATO DI CALCIO

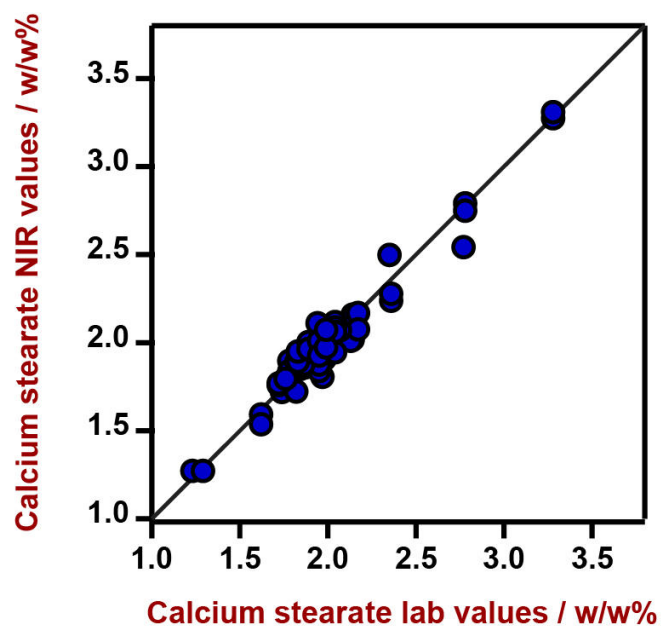


Figure 6. Diagramma di correlazione e le rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di stearato di calcio in BIIR utilizzando un DS2500 Liquid Analyzer. I valori di laboratorio sono stati valutati da uno spettrometro a fluorescenza a raggi X (XRF).

Figure di Merito	Valore
R^2	0.9541
Standard Error of Calibration	0.082 %
Standard Error of Cross-Validation	0.153 %

RISULTATO CONTENUTO DI BROMURO FUNZIONALE

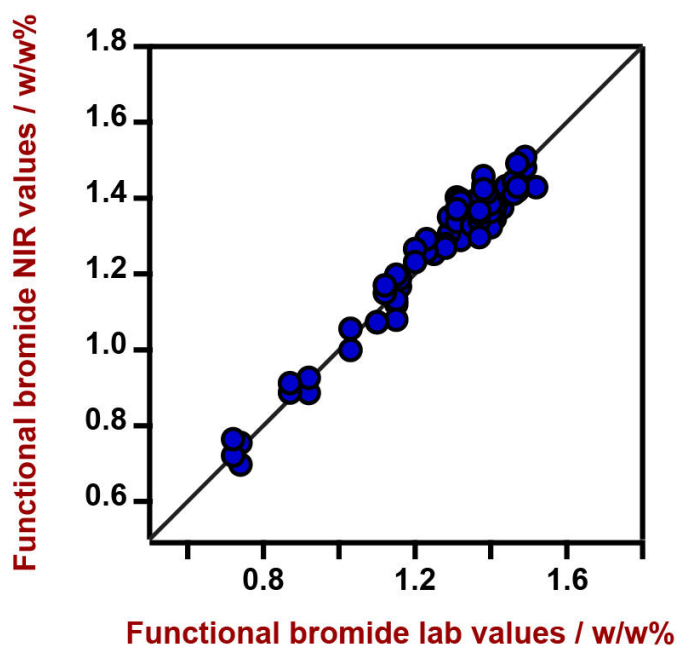


Figure 7. Diagramma di correlazione e le rispettive figure di merito per la previsione del contenuto di bromuro funzionale in BIIR utilizzando un DS2500 Liquid Analyzer. I valori di laboratorio sono stati valutati mediante Risonanza Magnetica Nucleare (NMR).

Figure di Merito	Valore
R^2	0.958
Standard Error of Calibration	0.044 %
Standard Error of Cross-Validation	0.060 %

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la possibilità di determinare più parametri chiave per il controllo di qualità della gomma bromobutilica con la spettroscopia NIR. La spettroscopia Vis-NIR consente un'alternativa rapida con elevata precisione e rappresenta quindi un'alternativa adeguata ai metodi

standard (**Tabella 2**). Non sono necessarie sostanze chimiche con l'analisi spettroscopica nel vicino infrarosso e la pulizia è rapida e semplice quando si utilizzano fiale di campione usa e getta, come mostrato in questo studio.

Tabella 2. Panoramica del tempo per ottenere i risultati per la quantificazione dei diversi parametri QC nel BIIR.

Parametri	Metodo	Tempo di risultato
Mooney viscosity	Mooney viscometer	5 min (prep.) + 5 min (Gas Chromatography)
Volatile content	Oven method	5 min
Bromine content	Titration	5 min
Calcium stearate	X-Ray fluorescence spectrometer	5 min
Functional bromide	Nuclear Magnetic Resonance	24 hours (dissolve) + ~2 min (NMR)

Internal reference: AW NIR CN-0019-112022

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



DS2500 Liquid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo qualità in laboratorio e in campo produttivo.

Il DS2500 Liquid 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 il DS2500 Liquid Analyzer insensibile a polvere, umidità e vibrazioni e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

Il DS2500 Liquid Analyzer copre l'intero intervallo spettrale da 400 fino a 2500 nm, riscalda i campioni fino a 80 °C ed è compatibile con diversi vial monouso e cuvette in quarzo. Essendo quindi adattabile alle proprie personali esigenze in base al campione, il DS2500 Liquid Analyzer vi aiuta a ottenere risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. Con l'ausilio del riconoscimento del supporto del campione integrato e del software Vision Air intuitivo l'utente ha la garanzia di un uso sicuro e semplice.

In caso di quantità più grandi di campioni, è possibile aumentare notevolmente la produttività mediante l'impiego di celle di flusso in combinazione con un robot per campioni Metrohm.