



Application Note AN-NIR-035

Controllo qualità dei polioli – Determinazione senza sostanze chimiche dell'indice di ossidrile secondo la norma ASTM D6342-12

Determinazione priva di sostanze chimiche del numero di idrossile
secondo la norma ASTM D6342-12

Per l'analisi dell'indice di ossidrilico dei polioli mediante titolazione secondo la norma ASTM D4274-16 vengono utilizzate sostanze chimiche tossiche e corrosive come p-toluensolfonil isocianato (TSI) e tetrabuttilammonio idrossido.

Questa Application Note dimostra come l'analizzatore XDS RapidLiquid operante nella regione spettrale del

visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR) fornisca una soluzione economica e veloce per la determinazione del numero di idrossile (OH) di polioli senza tali materiali tossici. Con **nessuna preparazione del campione o prodotti chimici necessari**, la spettroscopia Vis-NIR consente l'analisi dei polioli in **meno di un minuto**.

STRUMENTI DI ANALISI

I campioni di poliolo sono stati misurati con l'XDS RapidLiquid Analyzer in modalità di trasmissione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda (400–2500 nm). L'acquisizione dello spettro riproducibile è stata ottenuta utilizzando il controllo della temperatura integrato (a 30 °C) dell'XDS RapidLiquid Analyzer. Per comodità, sono state utilizzate fiale monouso con una lunghezza del percorso di 4 mm, il che ha reso superflua la pulizia dei recipienti del campione. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.



Figura 1. XDS RapidLiquid Analyzer e un campione di poliolo presente in una fiala monouso da 4 mm.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

Attrezzatura	Numero metrohm
Analizzatore XDS RapidLiquid	2.921.1410
Fiale monouso, 4 mm diametro, trasmissione	6.7402.010
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

RISULTATI

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (figura 2) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del numero di ossidrilie nei campioni di poliolo. La qualità dei modelli di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione, che

mostrano la relazione tra la previsione Vis-NIR e i valori del metodo primario. I rispettivi valori di riferimento (FOM) mostrano la precisione attesa di una previsione durante l'analisi di routine (Figura 3).

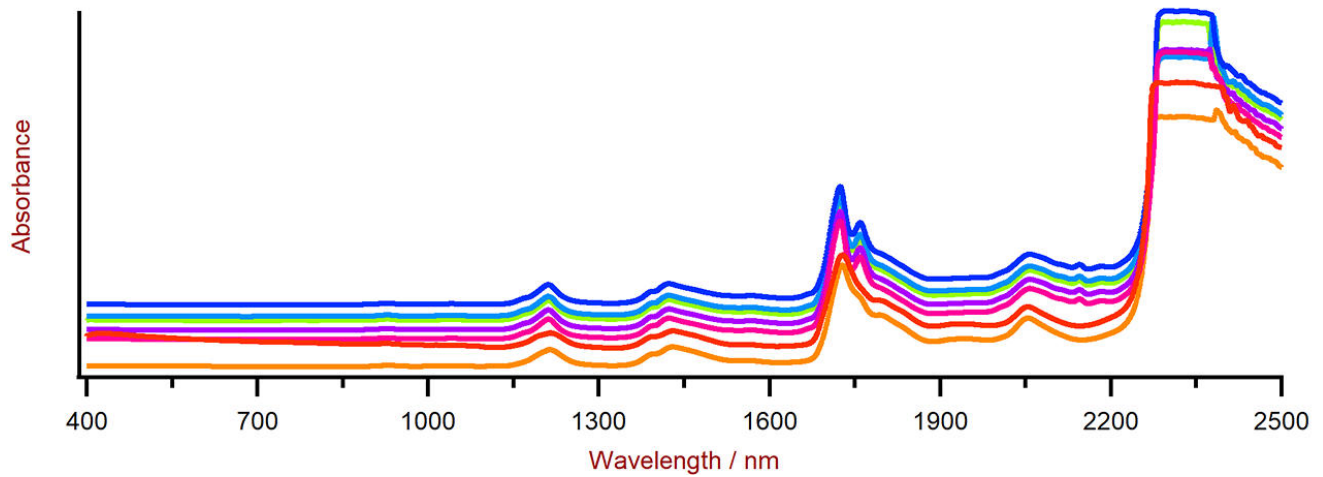


Figura 2. Selezione di spettri Vis-NIR di polioli ottenuti utilizzando un analizzatore XDS RapidLiquid e fiale monouso da 4 mm. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.

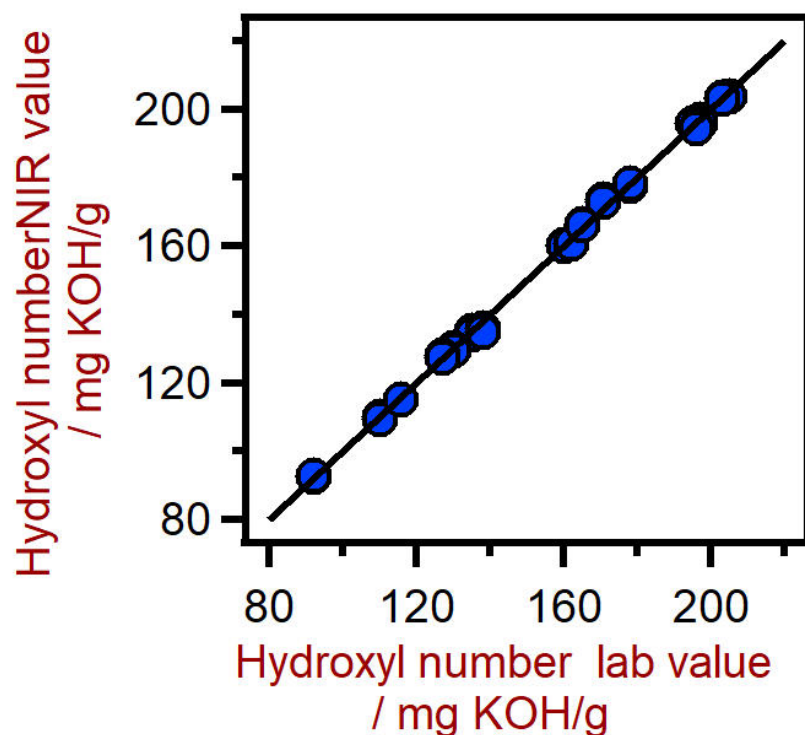


Figura 3. Diagramma di correlazione per la previsione del numero di ossidrilici nei polioli utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer. Il valore di laboratorio del numero di idrossile è stato valutato mediante titolazione.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione del numero di ossidrilici nei polioli utilizzando un XDS RapidLiquid Analyzer.

Riferimento	Valore
R_2	0,998
Errore standard di calibrazione	1,28 mg KOH/g
Errore standard di convalida incrociata	1,42 mg KOH/g

CONCLUSIONE

Questa Application Note dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi del numero di idrossile nei polioli secondo la norma ASTM D6342-12. Rispetto ai metodi chimici a umido, i costi di gestione

sono notevolmente inferiori quando si utilizza la spettroscopia NIR (Tabella 3 e Figura 4). Inoltre, non è necessario utilizzare sostanze chimiche pericolose per l'analisi come con ASTM D4274-16.

Tabella 3. Confronto dei costi di gestione per la determinazione del numero di ossidrilie con titolazione e spettroscopia NIR.

	Metodo di laboratorio	Metodo NIR
Numero di analisi (al giorno)	10	10
Costo dell'operatore (all'ora)	\$25	\$25
Costi dei materiali di consumo e dei prodotti chimici Numero OH	\$6	\$1
Tempo speso per analisi	5 minuti	1 minuto
Costi di gestione totali (all'anno)	\$18 188	\$2 063

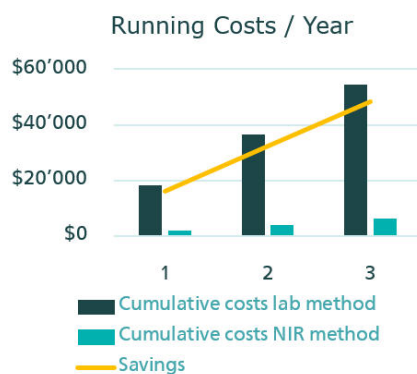


Figura 4. Confronto dei costi cumulativi in tre anni per la determinazione del numero di ossidrilie con titolazione e spettroscopia NIR.

CONTACT

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

info@metrohm.it



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Analisi veloci e precise di liquidi e sospensioni di tutti i tipi.

Il NIRS XDS RapidLiquid Analyzer consente analisi veloci e precise di sostanze e ricette liquide. I risultati di misurazione precisi ottenuti premendo un pulsante rendono il NIRS XDS RapidLiquid Analyzer una soluzione affidabile e semplice per il controllo della qualità in laboratorio e nel processo. I campioni vengono posti in cuvette in quarzo utilizzabili più volte o in cuvette monouso in vetro, una camera di campionamento temperata provvede a condizioni di analisi riproducibili e quindi a risultati di misurazione esatti.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software universale per la spettroscopia.

Vision Air Complete è una soluzione software moderna e facile da utilizzare per l'impiego in ambiente regolamentato.

Panoramica dei vantaggi di Vision Air:

- le applicazioni software individuali con interfacce utente personalizzate garantiscono un funzionamento intuitivo e semplice
- semplice creazione e manutenzione dei protocolli
- banca dati SQL per una gestione dei dati sicura e semplice

La versione Vision Air Complete (66072208) include tutte le applicazioni per la garanzia della qualità tramite spettroscopia Vis-NIR:

- applicazione per la gestione degli strumenti e dei dati
- applicazione per lo sviluppo di metodi
- applicazione per l'analisi di routine

Altre soluzioni Vision Air Complete:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)