



Application Note AN-NIR-117

Análisis de humedad, cenizas, carbono y contenido volátil en el carbón mediante NIRS

La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) ofrece resultados en segundos

INTRODUCCIÓN

La humedad, las cenizas, el carbono fijo y el contenido volátil son los parámetros más importantes relacionados con el análisis del carbón. Los métodos estándar para medir estos parámetros implican la combustión en hornos especiales. Antes de la combustión, las muestras de carbón deben pulverizarse y pesarse. Para determinar el contenido volátil del carbón, es necesario realizar la combustión bajo una atmósfera controlada de nitrógeno puro a temperaturas superiores a 900 °C. Los métodos convencionales utilizados para determinar los parámetros clave de calidad de las

muestras de carbón requieren mucho tiempo y, en función del consumo de nitrógeno, son costosos. La espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR) es un excelente método alternativo para determinar simultáneamente los cuatro parámetros de calidad en menos de un minuto sin ninguna preparación de la muestra. Esta nota de aplicación demuestra que el analizador de sólidos Metrohm NIRS DS2500 que opera en la región espectral visible e infrarroja cercana (Vis-NIR) ofrece a los usuarios una forma más sencilla de realizar análisis de la calidad del carbón.

INSTRUMENTO EXPERIMENTAL

Se midieron diferentes muestras de carbón pulverizado (n = 30) con un tamaño de partícula de 0,2 mm en el analizador de sólidos Metrohm NIRS DS2500 (**Figura 1**). Todas las mediciones en el analizador de sólidos DS2500 se realizaron en rotación utilizando un recipiente de muestra grande

para promediar los espectros de las submuestras. Esta configuración de muestra reduce la influencia de la distribución del tamaño de las partículas de carbón. La adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción se realizaron con el paquete de software Vision Air Complete.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software.

| Equipo | Número de artículo |
|-------------------------------|--------------------|
| Analizador de sólidos DS2500 | 2.922.0010 |
| Vaso de muestra grande DS2500 | 6.7402.050 |
| Visión Air 2.0 completa | 6.6072.208 |



Figure 1. Analizador de sólidos Metrohm NIRS DS2500 con vaso de muestra grande DS2500 para medir muestras de carbón en rotación.

RESULTADO

Todos los espectros Vis-NIR medidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de los modelos de calibración. La calidad del modelo de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación que muestran una alta

correlación ($R^2 > 0,89$) entre la predicción Vis-NIR y los métodos de referencia para todos los parámetros. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada y confirman la viabilidad durante el análisis de rutina (**Figuras 3–6**).

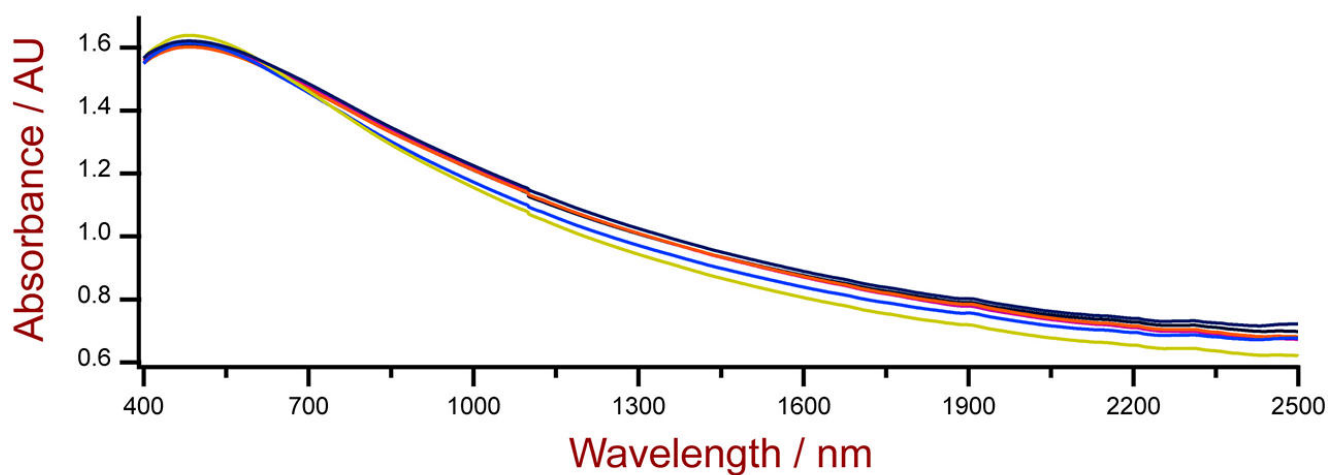


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de muestras de carbón analizadas en un analizador de sólidos DS2500 con un recipiente de muestra grande.

RESULTADO CONTENIDO EN CENIZAS

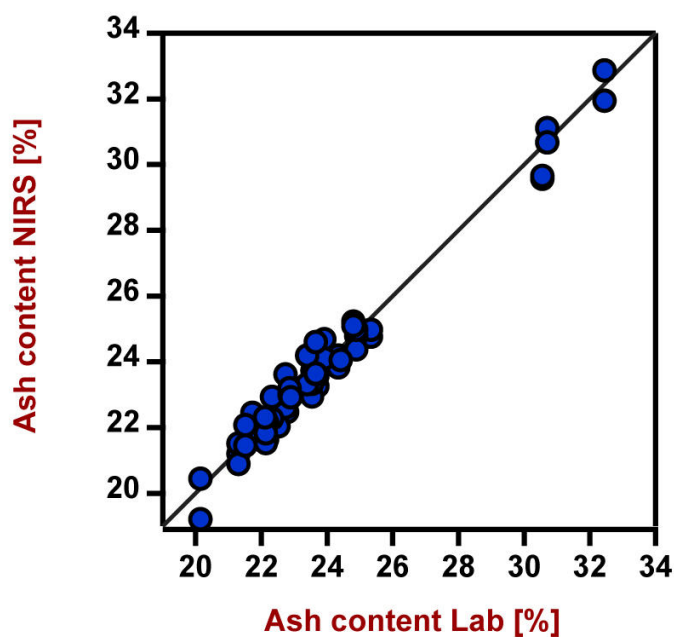


Figure 3. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción del contenido de cenizas en carbón utilizando un Analizador de Sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó según ASTM D3174.

| Figuras de merito | Valor |
|-------------------|-------|
| R2 | 0,973 |

| | |
|--------------------------------------|-------|
| Error estándar de calibración | 0,48% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,73% |

RESULTADO CONTENIDO VOLÁTIL

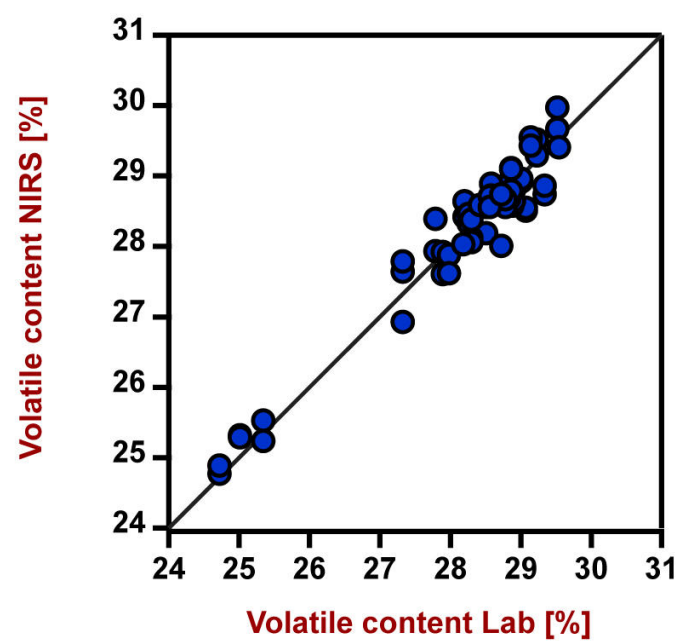


Figure 4. Diagrama de correlación y las respectivas figuras de mérito para la predicción del contenido volátil en carbón utilizando un Analizador de Sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó según ASTM D3175.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|-------|
| R2 | 0,944 |
| Error estándar de calibración | 0,29% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,38% |

RESULTADO CONTENIDO DE CARBONO FIJO

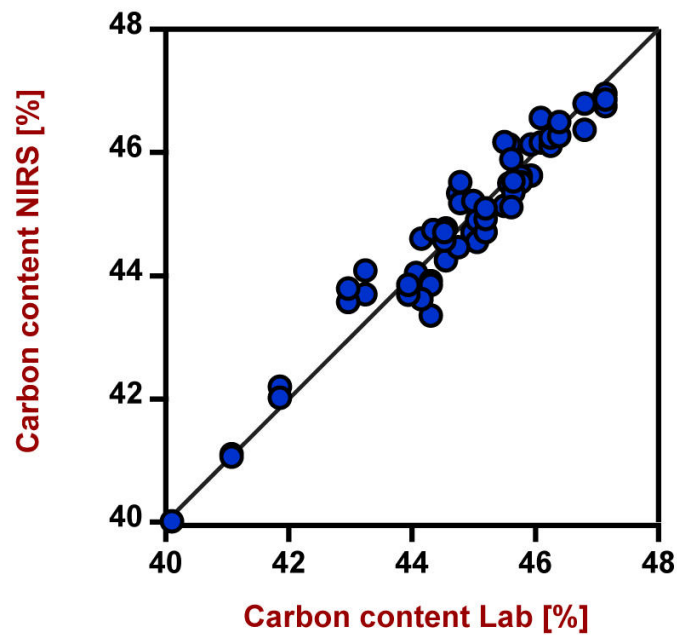


Figure 5. Diagrama de correlación y las respectivas figuras de mérito para la predicción del contenido de carbono fijo en carbón utilizando un Analizador de Sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó según ASTM D3172 (método de combustión en horno).

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|-------|
| R2 | 0,937 |
| Error estándar de calibración | 0,40% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,52% |

RESULTADO CONTENIDO EN AGUA

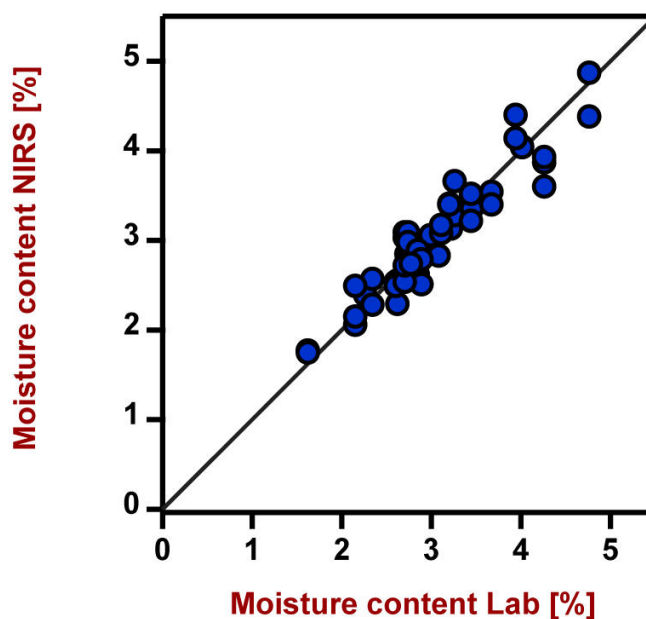


Figure 6. Diagrama de correlación y las respectivas figuras de mérito para la predicción del contenido de humedad en carbón utilizando un Analizador de Sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó según ASTM D3173 (método de secado en horno).

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|-------|
| R2 | 0,896 |
| Error estándar de calibración | 0,23% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,28% |

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad del analizador de sólidos Metrohm NIRS DS2500 para la determinación de cenizas, humedad, carbono fijo y contenido volátil en el carbón. La espectroscopia Vis-

NIR permite una determinación rápida (Tabla 2) sin ninguna preparación de muestra. Además, el uso de gas nitrógeno está obsoleto, lo que reduce el coste del análisis.

Tabla 2. Resumen del tiempo hasta obtener resultados para diferentes parámetros de calidad del carbón utilizando métodos de análisis estándar.

| Parámetro | Método | tiempo para obtener el resultado |
|---------------------------|--------------------------|--|
| Contenido de cenizas | Horno de materia volátil | 1–2 h: trituración, pesaje, combustión |
| Contenido volátil | Horno de materia volátil | 0,5 h: trituración, pesaje, combustión |
| Contenido de carbono fijo | Horno de materia volátil | 0,5 h: trituración, pesaje, combustión |
| Contenido de humedad | Horno de materia volátil | 0,5 h: trituración, pesaje, combustión |

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



DS2500 Solid Analyzer

Sólida espectroscopía del infrarrojo cercano para control de calidad en laboratorio y entorno de producción.

El DS2500 Analyzer es la solución probada y flexible para los análisis rutinarios de sólidos, cremas y, opcionalmente, también líquidos a lo largo de toda la cadena de producción. Su diseño robusto hace que el DS2500 Analyzer sea resistente al polvo, la humedad, las vibraciones y los cambios de temperatura, lo que hace que sea especialmente adecuado para el uso en entornos de producción muy difíciles.

El DS2500 cubre toda la gama espectral de 400 a 2500 nm y proporciona en menos de un minuto resultados precisos y reproducibles. El DS2500 Analyzer cumple los requisitos de la industria farmacéutica y gracias a su manejo sencillo ayuda al usuario a realizar las tareas rutinarias diarias.

Gracias a los accesorios perfectamente adaptados al aparato se logran los mejores resultados posibles incluso con los tipos de muestra más difíciles, por ejemplo, la materia sólida de grano grueso como los gránulos o las muestras semilíquidas como las cremas. Al medir la materia sólida, se puede aumentar la productividad con el uso de la MultiSample Cup, que permite realizar medidas automatizadas en serie de hasta 9 muestras.