



Application Note AN-NIR-023

Qualitätskontrolle von PET

Bestimmung von Diethylenglykol, Isophthalsäure, intrinsischer Viskosität und Säurezahl innerhalb einer Minute mit NIRS

Die Bestimmung des Diethylenglykol-Gehalts, des Isophthalsäure-Gehalts, der intrinsischen Viskosität (ASTM D4603) und der Säurezahl (AN) von Polyethylenterephthalat (PET) ist ein langwieriger und schwieriger Prozess aufgrund der begrenzten Löslichkeit der Probe und der Notwendigkeit, verschiedene Analysemethoden anzuwenden. Diese Application Note zeigt, dass der DS2500 Solid Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-

Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine kosteneffiziente und schnelle Lösung für die gleichzeitige Bestimmung des Diethylenglykol-Gehalts, des Isophthalsäure-Gehalts, der intrinsischen Viskosität und der Säurezahl in PET darstellt. Die Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht die Analyse von PET in weniger als einer Minute ohne Probenvorbereitung oder Verwendung chemischer Reagenzien.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

PET-Pellets wurden mit einem DS2500 Solid Analyzer im Reflexionsmodus über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Ein rotierender DS2500-Großprobenbecher wurde eingesetzt, um die Verteilung unterschiedlicher Partikelgrößen und chemischer Komponenten zu bewältigen. Dies ermöglichte automatisierte Messungen an verschiedenen Probenpositionen für eine reproduzierbare Spektrenerfassung. Wie in **Abbildung 1** dargestellt, wurden die Proben ohne jeglichen Vorbereitungsschritt gemessen. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.

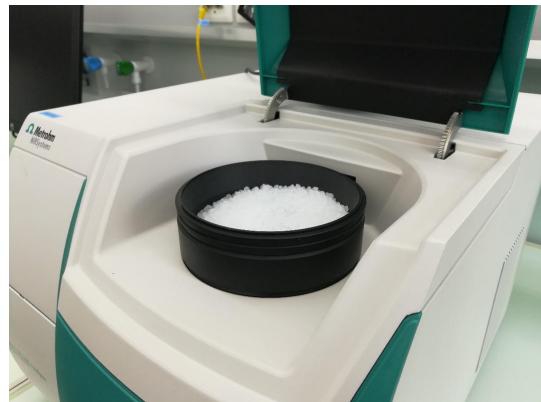


Abbildung 1. DS2500 Solid Analyzer mit PET-Pellets im rotierenden DS2500 Large Sample Cup.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
Feststoffanalysator DS2500	2.922.0010
DS2500 Großer Probenbecher	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Prognosemodellen für die Quantifizierung von Diethylenglykol, Isophthalsäure, intrinsischer Viskosität und Säurezahl verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodele wurde anhand von

Korrelationsdiagrammen bewertet, die die Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode darstellen. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision einer Vorhersage während der Routineanalyse.

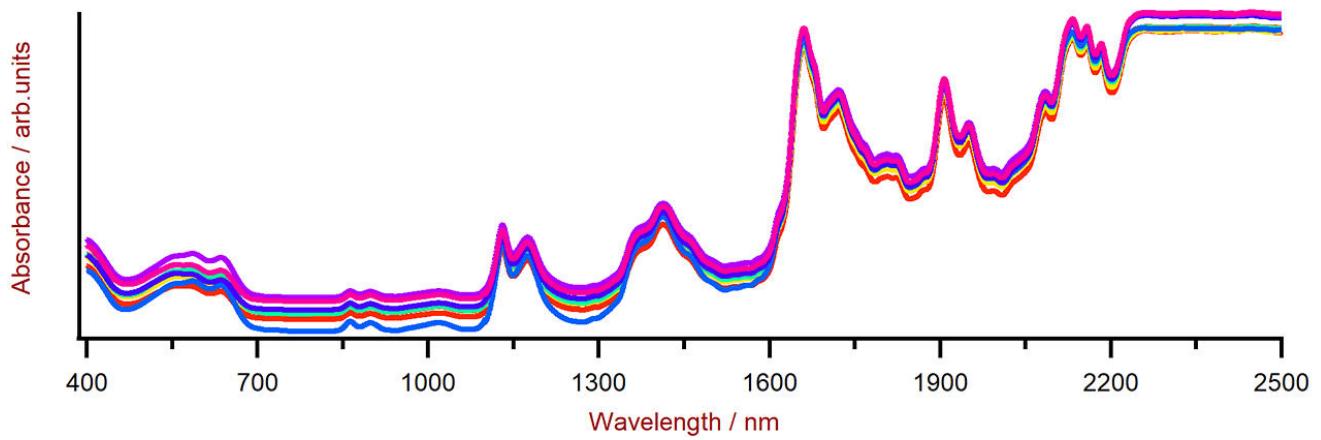


Abbildung 2. Auswahl von PET Vis-NIR-Spektren, die mit einem DS2500 Analyzer und einem rotierenden DS2500 Large Sample Cup aufgenommen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektren-Offset angewendet.

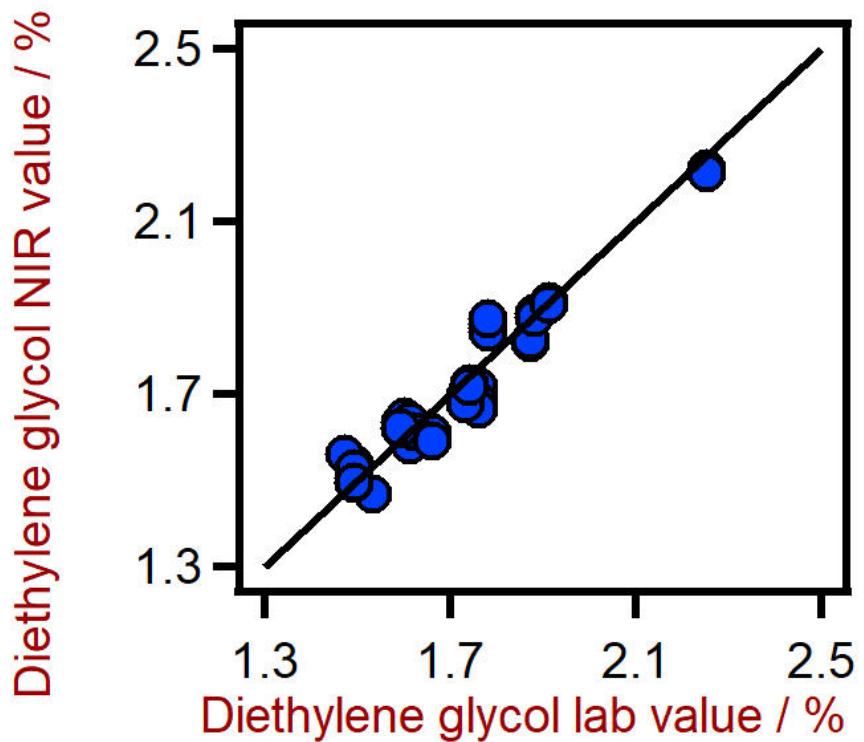


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Diethylenglykol-Gehalts in PET mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Diethylenglykol-Laborwert wurde mittels HPLC-MS ausgewertet.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Diethylenglykol-Gehalts in PET mit einem DS2500 Solid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R ²	0.931
Standardfehler der Kalibrierung	0,052%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,066%

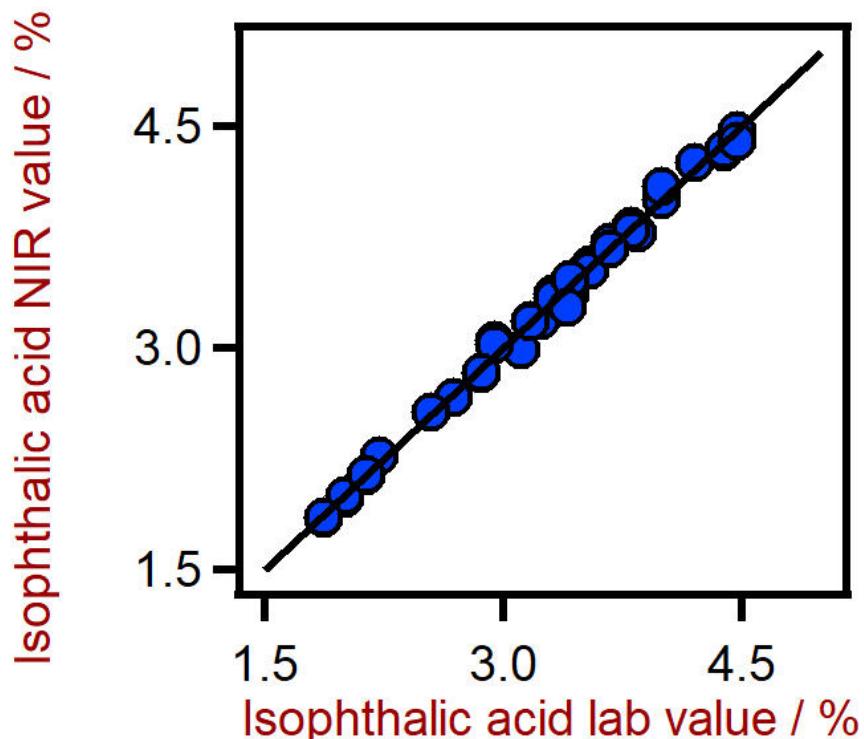


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Isophthalsäuregehalts in PET mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Isophthalsäure-Laborwert wurde mittels HPLC ausgewertet.

Tabelle 3. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Isophthalsäuregehalts in PET mit einem DS2500 Solid Analyzer.

Leistungsmerkmale	Wert
R ²	0.995
Standardfehler der Kalibrierung	0,059%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,085%

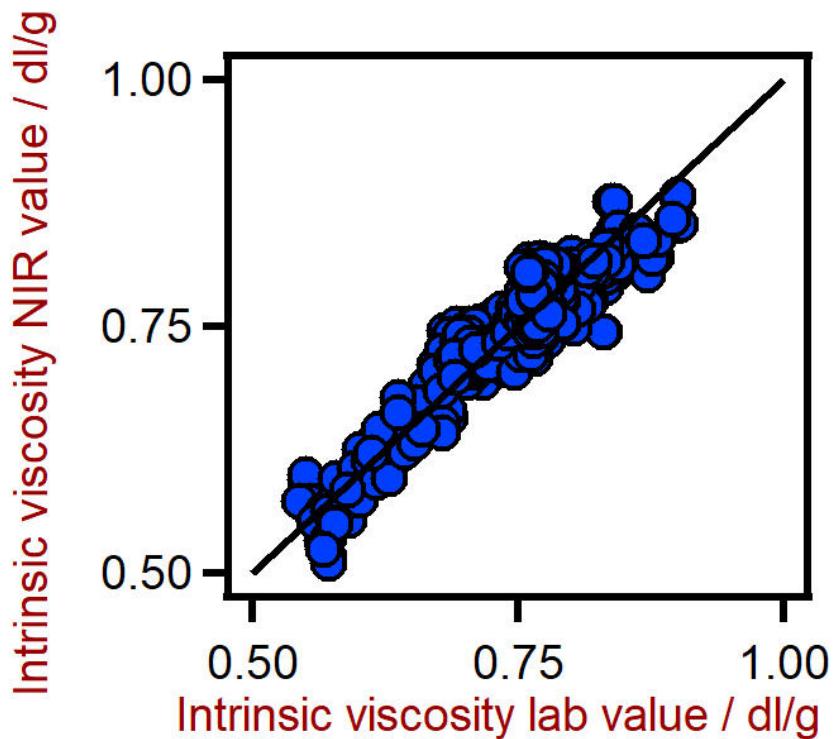


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der intrinsischen Viskosität von PET unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers. Der Laborwert der intrinsischen Viskosität wurde mithilfe der Viskosimetrie bewertet.

Tabelle 4. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der intrinsischen Viskosität von PET unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,873
Standardfehler der Kalibrierung	0,0236
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,0238

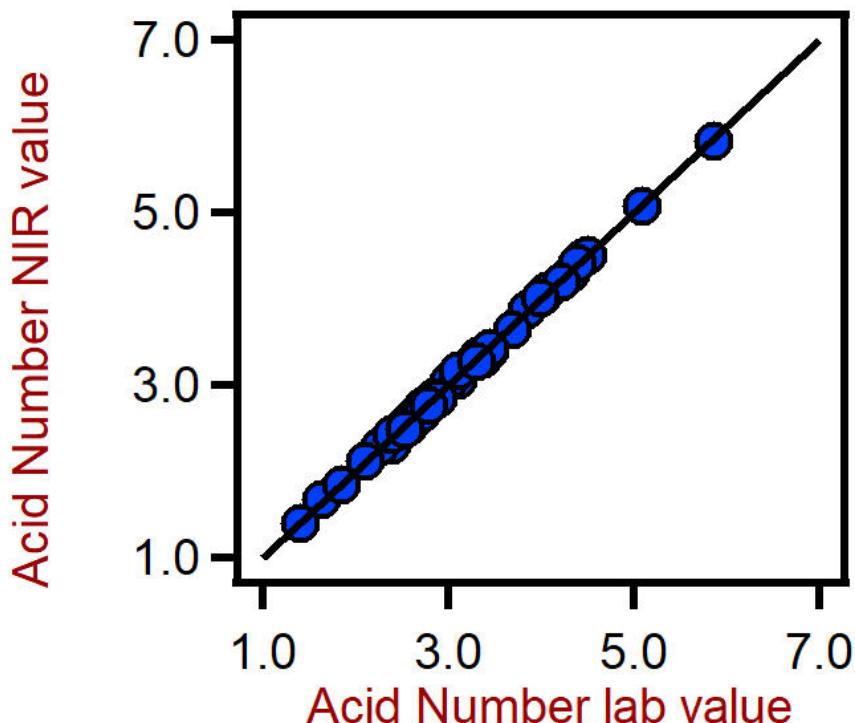


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm zur Vorhersage der Säurezahl in PET mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Laborwert der Säurezahl wurde durch Titration ermittelt.

Tabelle 5. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Säurezahl in PET unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0,991
Standardfehler der Kalibrierung	0,093
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,143

FAZIT

Diese Studie zeigt die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse der wichtigsten Qualitätsparameter von PET. Im Vergleich zu nasschemischen Methoden (Tabelle 6) ist die Zeit bis

zum Ergebnis ein großer Vorteil der NIR-Spektroskopie, da alle Parameter in einer einzigen Messung in weniger als einer Minute bestimmt werden.

Tabelle 6. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für die verschiedenen Parameter.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
Diethylenglykol	Extraktion + Analyse HPLC-MS	45 Min. (Vorbereitung) + 40 Min. (HPLC)
Isophthalsäure	Auflösen + HPLC	45 Min. (Vorbereitung) + 40 Min. (HPLC)
Intrinsische Viskosität	Auflösen + Viskosimetrie	90 Min. (Vorbereitung) + 1 Min. (Viskosimetrie)
Säurezahl	Auflösen + Titrieren	90 Min. (Vorbereitung) + 10 Min. (Titration)

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Probentyp, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflexion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete
Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

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