



Application Note AN-NIR-060

Control de calidad de las poliamidas: determinación de la viscosidad, grupos funcionales y humedad en un minuto mediante la espectroscopía NIR

Determinación de la viscosidad, los grupos funcionales y la
humedad en un minuto mediante espectroscopia NIR

El análisis de grupo funcional y de viscosidad (ASTM D789) de las poliamidas puede ser un proceso largo y sumamente difícil debido a la solubilidad limitada de la muestra.

Esta nota de aplicación demuestra que el analizador de sólidos DS2500 que funciona en la región espectral visible e infrarroja cercana (Vis-NIR)

proporciona una solución rentable y rápida para una determinación simultánea de la viscosidad relativa, así como la amina, carboxílico y humedad. contenido en poliamidas. Con **no se necesita preparación de muestras ni productos químicos**, la espectroscopia Vis-NIR permite el análisis de poliamidas en **menos de un minuto**.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Los gránulos de poliamida se midieron con un analizador de sólidos DS2500 en modo de reflexión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). Se empleó un vaso de muestra grande DS2500 giratorio para superar la distribución de los tamanos de partículas y los componentes químicos. Esto permitió una medición automatizada en diferentes ubicaciones de muestra para una adquisición de espectro reproducible. Como se muestra en **Figura 1**, las muestras se midieron sin ninguna preparación. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.

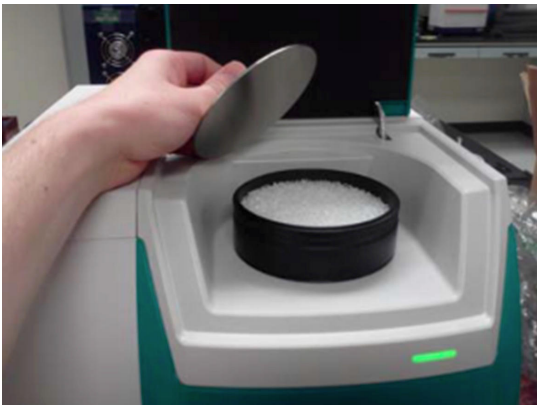


Figure 1. Analizador de sólidos DS2500 y gránulos de poliamida presentes en el recipiente giratorio para muestras grande DS2500.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software

| Equipo | Número de metrohmios |
|-------------------------------|----------------------|
| Analizador de sólidos DS2500 | 2.922.0010 |
| Copa de muestra grande DS2500 | 6.7402.050 |
| Vision Air 2.0 completo | 6.6072.208 |

Los espectros Vis-NIR obtenidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación de la viscosidad relativa y el grupo terminal de amina, el grupo terminal carboxílico y el contenido de humedad en poliamidas. La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante

diagramas de correlación, que muestran la relación entre la predicción de Vis-NIR y los valores del método principal. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.

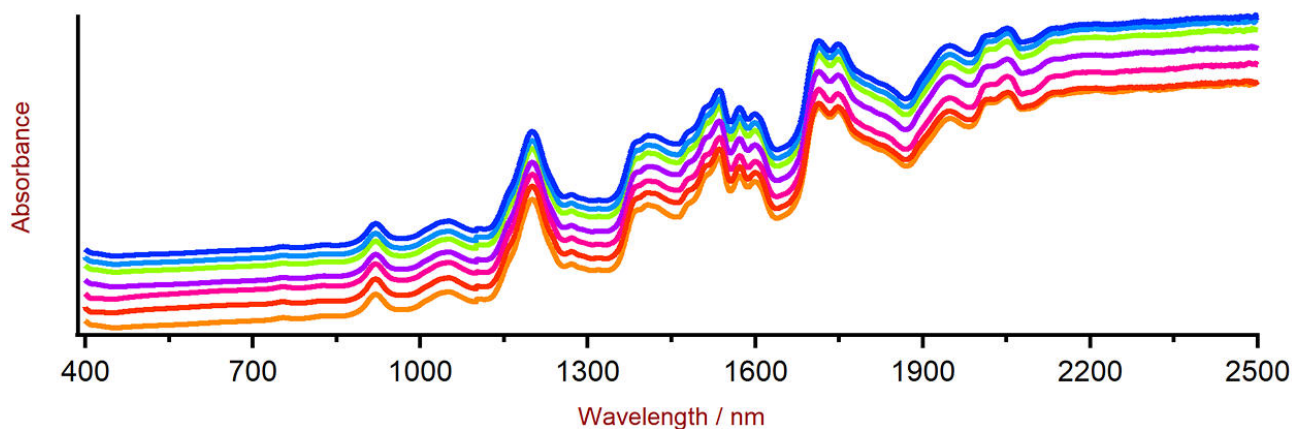


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de poliamida obtenidos con un analizador DS2500 y un vaso de muestra grande DS2500 giratorio. Por razones de visualización, los espectros se muestran con un desplazamiento aplicado.

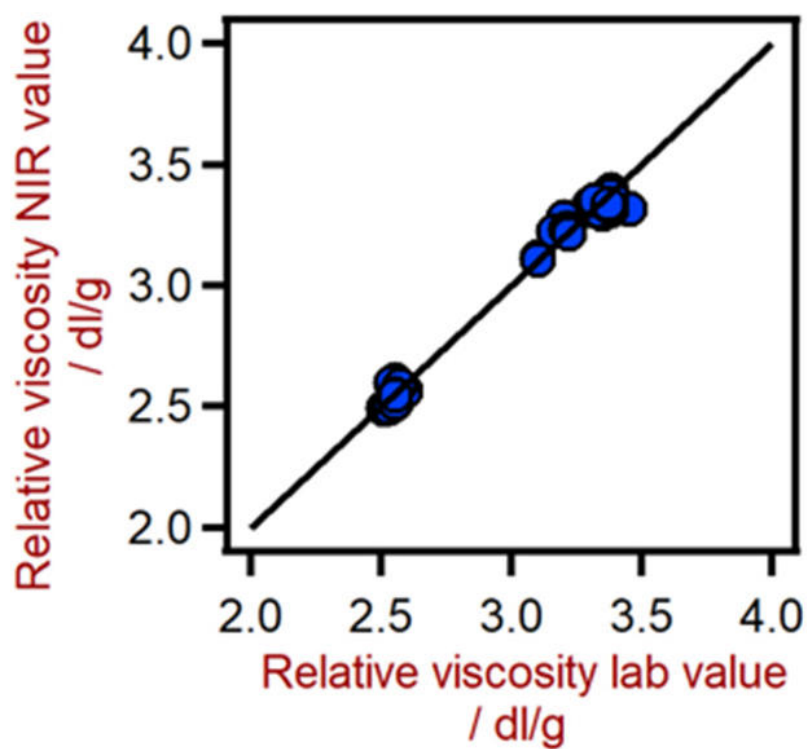


Figure 3. Diagrama de correlación para la predicción de la viscosidad relativa de poliamidas utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio de viscosidad relativa se evaluó mediante viscosimetría.

Tabla 2. Cifras de mérito para la predicción de la viscosidad relativa de poliamidas usando un Analizador de Sólidos DS2500.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|------------|
| R ² | 0,986 |
| Error estándar de calibración | 0,046 dl/g |
| Error estándar de validación cruzada | 0,055 dl/g |

RESULTADOS

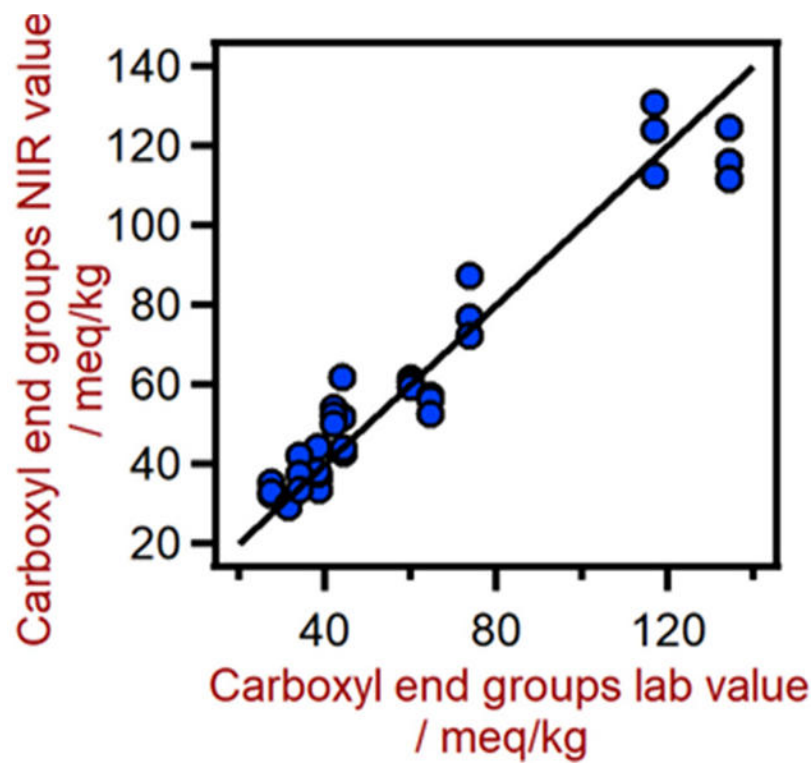


Figure 4. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de grupos terminales carboxílicos en poliamidas utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio del grupo carboxilo terminal se evaluó usando titulación.

Tabla 3. Cifras de mérito para la predicción del contenido de grupos carboxílicos terminales en poliamidas usando un Analizador de Sólidos DS2500.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|-------------|
| R ² | 0,972 |
| Error estándar de calibración | 6,1 meq/kg |
| Error estándar de validación cruzada | 11,1 meq/kg |

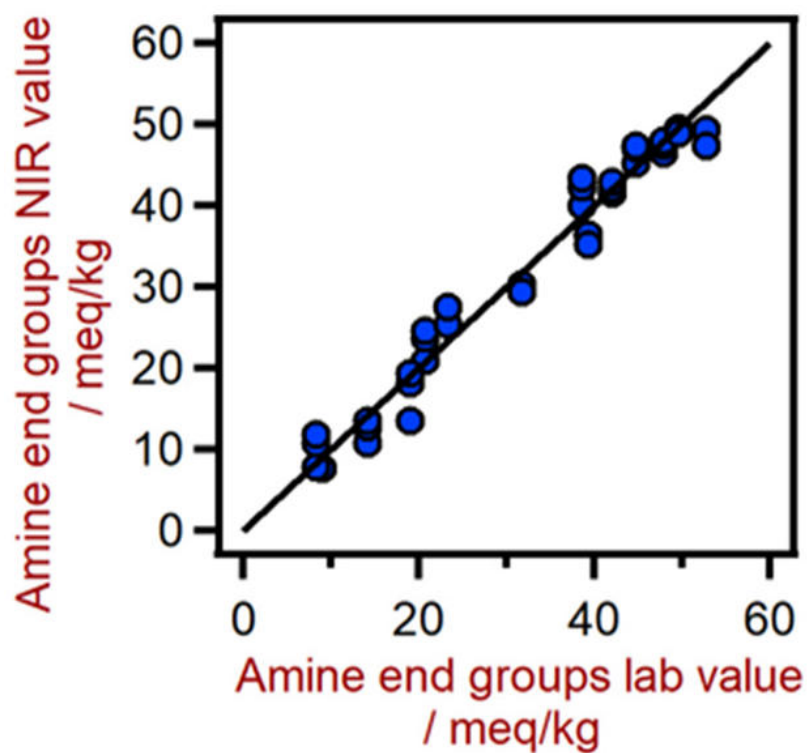


Figure 5. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de grupos terminales de amina en poliamidas utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio del grupo final de amina se evaluó usando titulación.

Tabla 4. Cifras de mérito para la predicción del contenido de grupos terminales amina en poliamidas utilizando un analizador de sólidos DS2500.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|------------|
| R^2 | 0,981 |
| Error estándar de calibración | 2,5 meq/kg |
| Error estándar de validación cruzada | 4,1 meq/kg |

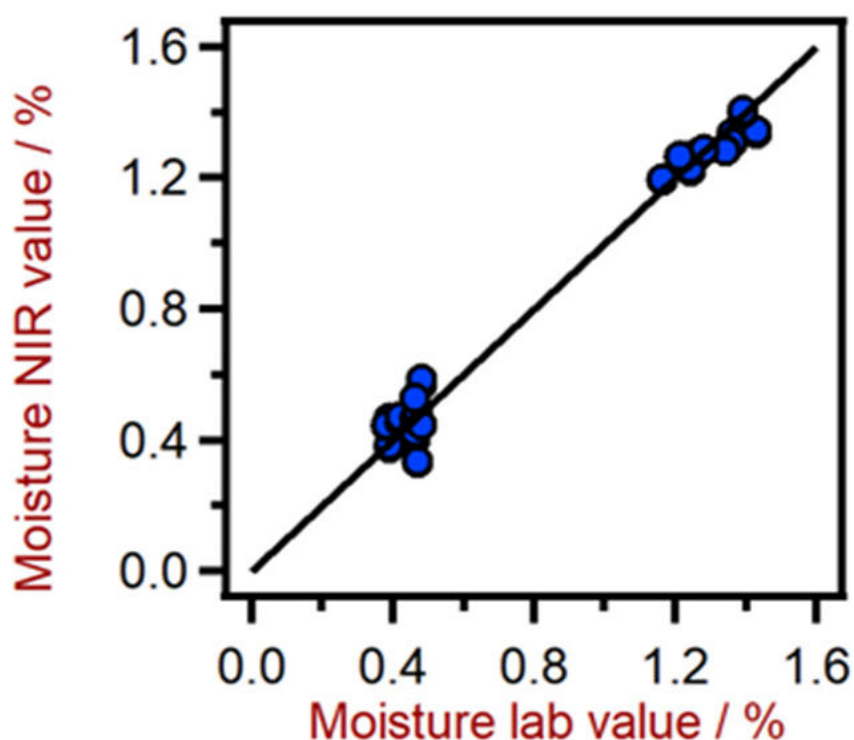


Figure 6. Diagrama de correlación para la predicción del contenido de humedad en poliamidas utilizando un analizador de sólidos DS2500.

Tabla 5. Cifras de mérito para la predicción del contenido de humedad en poliamidas usando un Analizador de Sólidos DS2500.

| Figuras de merito | Valor |
|--------------------------------------|--------|
| R^2 | 0,991 |
| Error estándar de calibración | 0,041% |
| Error estándar de validación cruzada | 0,067% |

CONCLUSIÓN

Este estudio demuestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis de algunos parámetros clave de calidad de las poliamidas. En comparación con los métodos químicos húmedos

(Tabla 6), el tiempo de resultado es una gran ventaja de la espectroscopia NIR, ya que todos los parámetros se determinan en **una sola medición en menos de un minuto**.

Tabla 6. Visión general del tiempo hasta el resultado para los diferentes parámetros.

| Parámetro | Procedimiento | tiempo de resultado |
|-----------------------|---------------|---|
| Viscosidad relativa | viscosimetría | 90 min (preparación) + 1 min (viscometría) |
| grupo final carboxilo | Valoración | 90 min (preparación) + 20 min (titulación) |
| Grupo final de amina | Valoración | 90 min (preparación) + 20 min (titulación) |
| Humedad | Titulación KF | 25 min (preparación) + 5 min (titulación de Karl Fischer) |

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es



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.



Recipiente de muestras DS2500, grande

Recipiente de muestras grande para el registro espectral de polvos y granulados en reflexión en diferentes puntos de muestra por medio del NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

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