



Application Note AN-NIR-023

Controllo qualità del PET

Determinazione del glicole dietilenico, dell'acido isoftalico, della viscosità intrinseca e del numero di acidi entro un minuto con NIRS

La determinazione del contenuto di glicole dietilenico, acido isoftalico, viscosità intrinseca (ASTM D4603) e numero di acidità (AN) del polietilene tereftalato (PET) è un processo lungo e difficile data la solubilità limitata del campione e la necessità di utilizzare diversi metodi di analisi.

Questa Application Note dimostra che l'analizzatore solido DS2500 operante nella regione spettrale del

visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR) fornisce un'**economica e veloce** soluzione per a **determinazione simultanea** del contenuto di glicole dietilenico, del contenuto di acido isoftalico, della viscosità intrinseca e del numero di acidità nel PET. La spettroscopia Vis-NIR consente l'analisi del PET in **meno di un minuto senza preparazione del campione o utilizzo di reagenti chimici**.

STRUMENTI DI ANALISI

I pellet di PET sono stati misurati con un analizzatore solido DS2500 in modalità di riflessione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda (400–2500 nm). È stata impiegata una coppa per campioni grande rotante DS2500 per superare la distribuzione di varie dimensioni delle particelle e componenti chimici. Ciò ha consentito misurazioni automatizzate in diverse posizioni del campione per un'acquisizione dello spettro riproducibile. Come visualizzato in **Figura 1**, i campioni sono stati misurati senza alcuna fase di preparazione. Il pacchetto software Metrohm Vision Air Complete è stato utilizzato per l'acquisizione di tutti i dati e lo sviluppo di modelli predittivi.

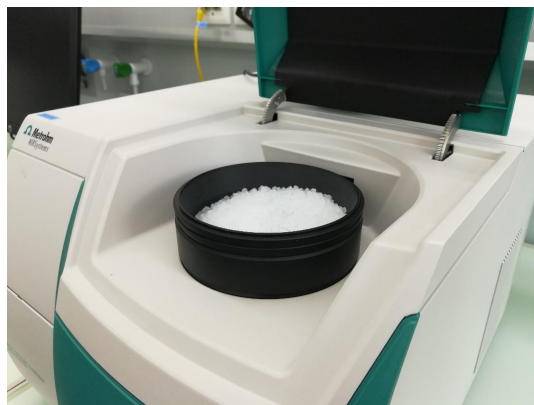


Figura 1. Analizzatore solido DS2500 con pellet di PET presenti nella tazza rotante per campioni DS2500 grande.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software

Attrezzatura	Numero metrohm
Analizzatore solido DS2500	2.922.0010
DS2500 Coppa campione grande	6.7402.050
Vision Air 2.0 completo	6.6072.208

Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del glicole dietilenico, dell'acido isoftalico, della viscosità intrinseca e del numero di acidità. La qualità dei modelli di previsione è stata

valutata utilizzando diagrammi di correlazione, che mostrano la correlazione 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.

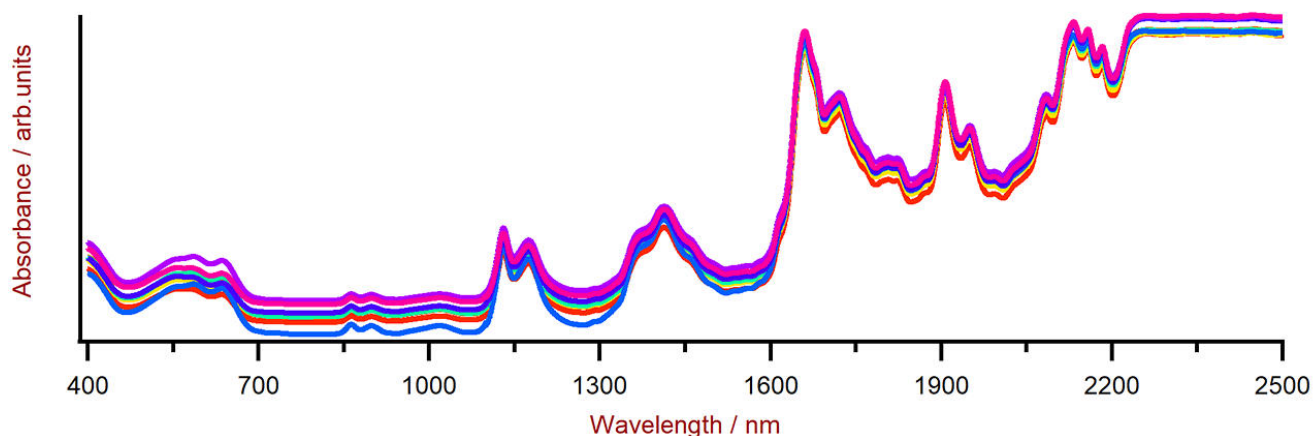


Figura 2. Selezione di spettri PET Vis-NIR ottenuti utilizzando un analizzatore DS2500 e una coppa per campioni grande DS2500 rotante. Per motivi di visualizzazione è stato applicato un offset dello spettro.

RISULTATI

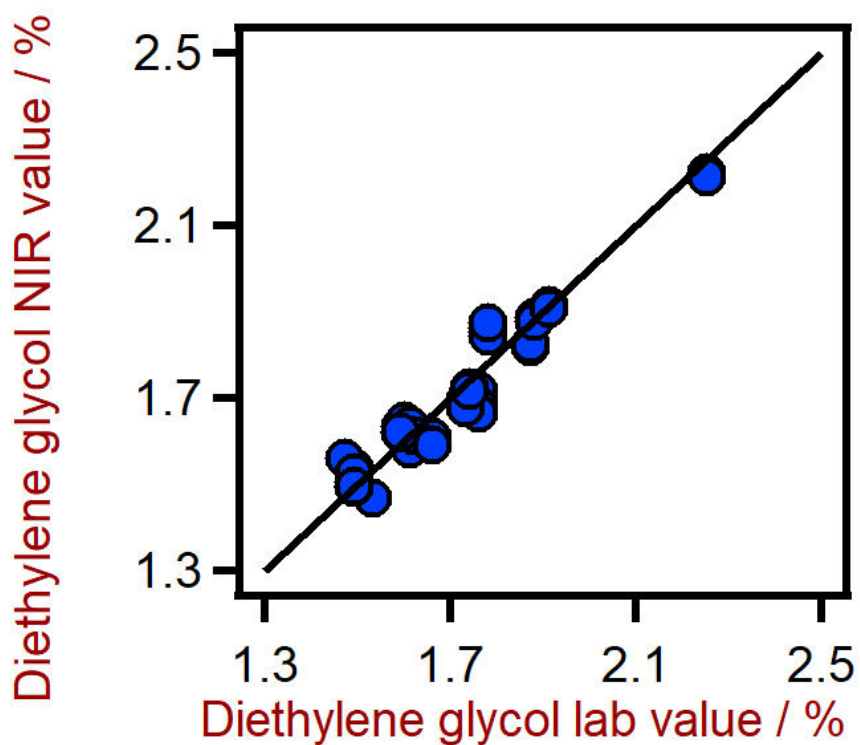


Figura 3. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di glicole dietilenico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio del glicole dietilenico è stato valutato utilizzando HPLC-MS.

Tabella 2. Valori di riferimento per la previsione del contenuto di glicole dietilenico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500.

Riferimento	Valore
R^2	0,931
Errore standard di calibrazione	0,052%
Errore standard di convalida incrociata	0,066%

RISULTATI

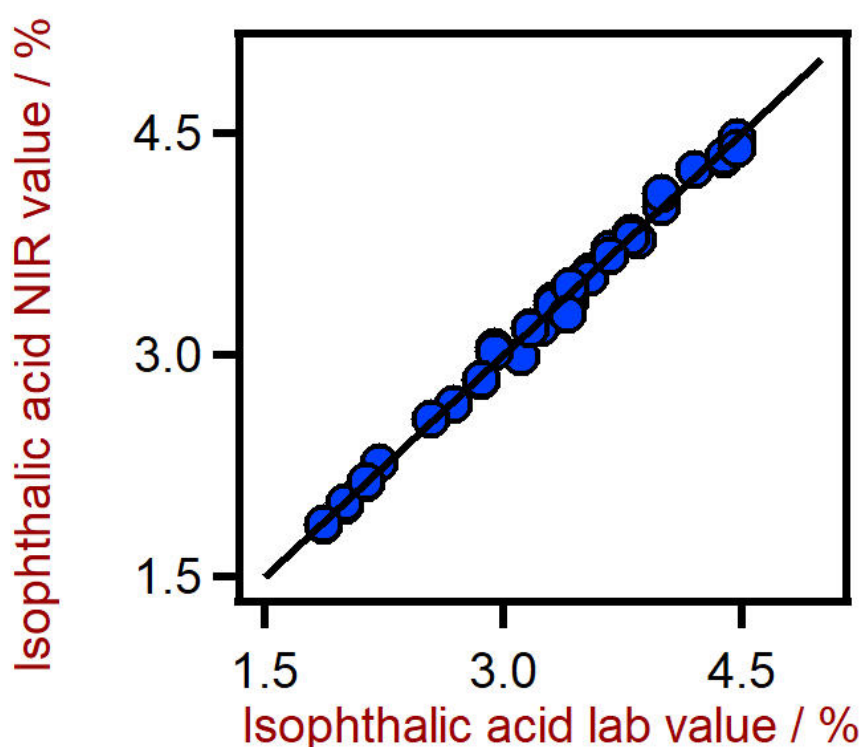


Figura 4. Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di acido isoftalico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio dell'acido isoftalico è stato valutato mediante HPLC.

Tabella 3. Valori di riferimento per la previsione del contenuto di acido isoftalico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500.

Riferimento	Valore
R^2	0,995
Errore standard di calibrazione	0,059%
Errore standard di convalida incrociata	0,085%

RISULTATI

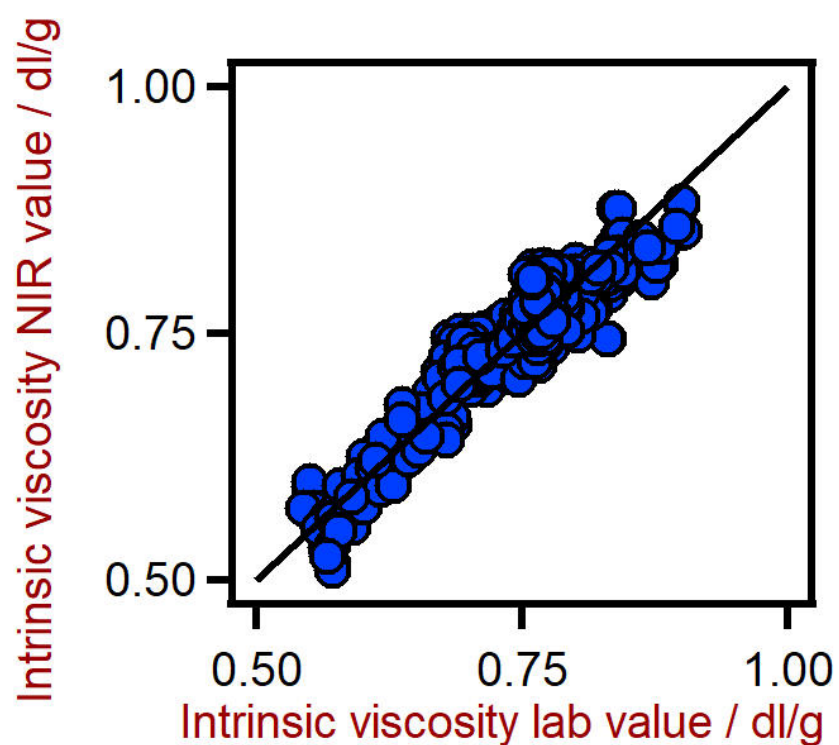


Figura 5. Diagramma di correlazione per la previsione della viscosità intrinseca del PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio della viscosità intrinseca è stato valutato utilizzando la viscosimetria.

Tabella 4. Valori di riferimento per la previsione della viscosità intrinseca del PET utilizzando un analizzatore solido DS2500.

Riferimento	Valore
R^2	0,873
Errore standard di calibrazione	0,0236
Errore standard di convalida incrociata	0,0238

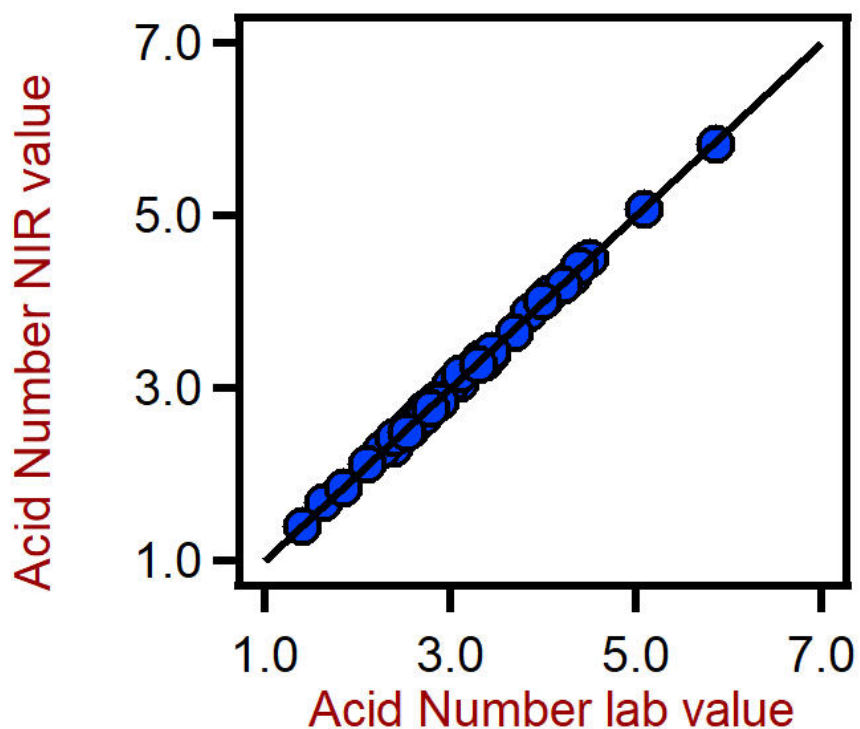


Figura 6. Diagramma di correlazione per la previsione del numero di acido in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio del numero di acido è stato valutato utilizzando la titolazione.

Tabella 5. Valori di riferimento per la previsione del numero di acidità in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500.

Riferimento	Valore
R^2	0,991
Errore standard di calibrazione	0,093
Errore standard di convalida incrociata	0,143

CONCLUSIONE

Questo studio dimostra la fattibilità della spettroscopia NIR per l'analisi dei parametri chiave di qualità della PET. Rispetto ai metodi chimici a umido (**Tabella 6**), il tempo necessario per ottenere

il risultato è un grande vantaggio della spettroscopia NIR, poiché tutti i parametri sono determinati **in una singola misurazione in meno di un minuto**.

Tabella 6. Panoramica del tempo per il risultato per i diversi parametri.

Parametro	Metodo	Tempo per il risultato
Glicole dietilenico	Estrazione + analisi HPLC-MS	45 min (preparazione) + 40 min (HPLC)
Acido isoftalico	Sciogliere + HPLC	45 min (preparazione) + 40 min (HPLC)
Viscosità intrinseca	Sciogliere + viscosimetria	90 min (preparazione) + 1 min (viscometria)
Numero acido	Sciogliere + titolazione	90 min (preparazione) + 10 min (titolazione)

CONTACT

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

info@metrohm.it

STRUMENTI DI ANALISI



DS2500 Solid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo di qualità in laboratorio e nell'ambiente di produzione.

DS2500 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 lo strumento DS2500 Analyzer insensibile a polveri, umidità, vibrazioni e oscillazioni di temperatura e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

DS2500 copre l'intero campo spettrale da 400 a 2.500 nm e fornisce risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. DS2500 Analyzer soddisfa i requisiti dell'industria farmaceutica e supporta gli utenti, grazie alla facilità di utilizzo, nelle loro attività di routine quotidiane.

Grazie agli accessori perfetti per l'apparecchio, è possibile ottenere risultati ottimali anche con i tipi di campioni più impegnativi, quali per esempio sostanze solide a grana grossa come i granulati oppure i campioni semisolidi-liquidi come creme. Nella misurazione delle sostanze solide è possibile migliorare la produttività grazie all'impiego di MultiSample Cup, che consentono misure automatiche in serie fino a 9 campioni.



Recipiente per campioni DS2500, grande

Recipiente per campioni grande per la rilevazione degli spettri di polveri e granulati in riflessione in punti diversi del campione tramite NIRS DS2500 Analyzer.



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)