



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

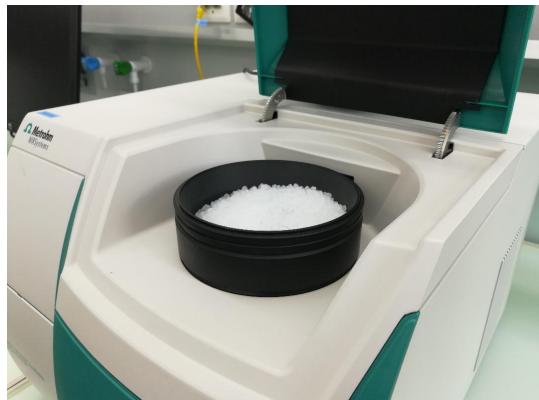
La determinazione del contenuto di glicole dietilenico, acido isoftalico, viscosità intrinseca (ASTM D4603) e numero di acidità (AN) del polietilene tereftalato (PET) è un processo lungo e difficile data la solubilità limitata del campione e la necessità di utilizzare diversi metodi di analisi.

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.



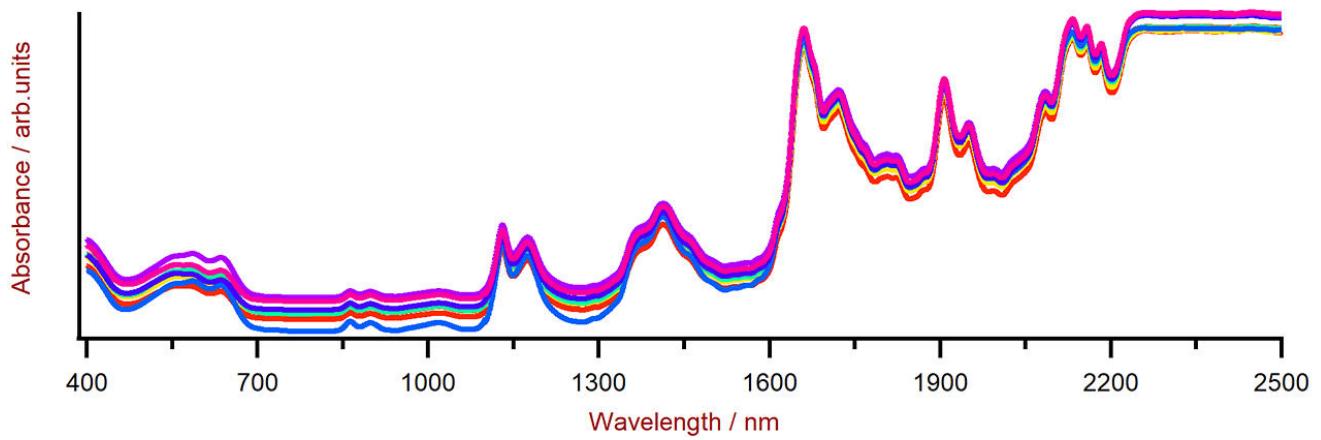
**Figura 1.** Analizzatore solido DS2500 con pellet di PET presenti nella tazza rotante per campioni DS2500 grande.

**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

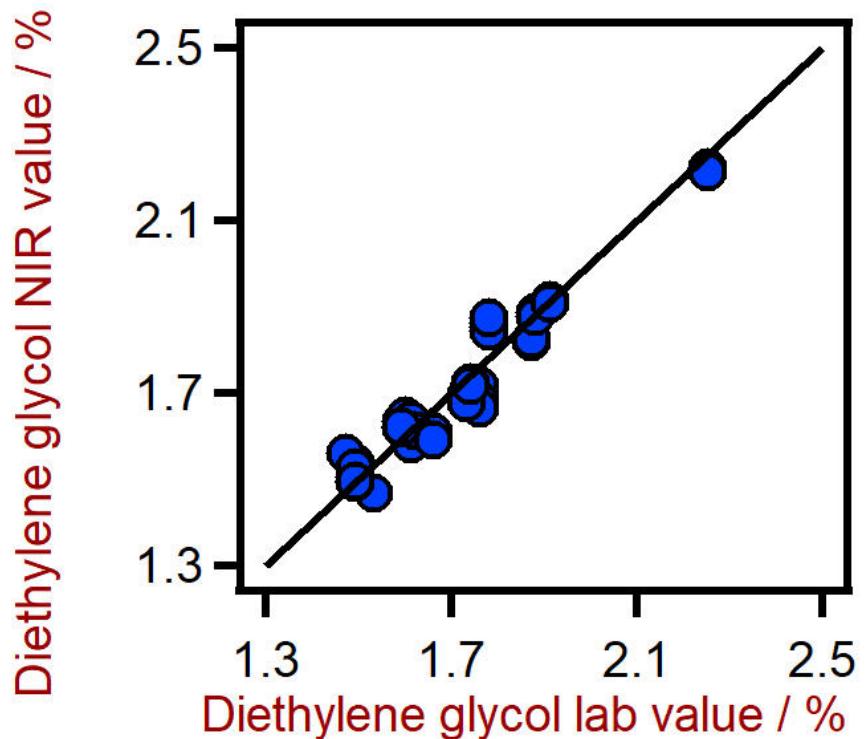
Gli spettri Vis-NIR ottenuti (**figura 2**) sono stati utilizzati per creare modelli predittivi per la quantificazione del glicole dietilenico, dell'acido isoftalico, della viscosità intrinseca e del numero di acidità. La qualità dei modelli di previsione è stata

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

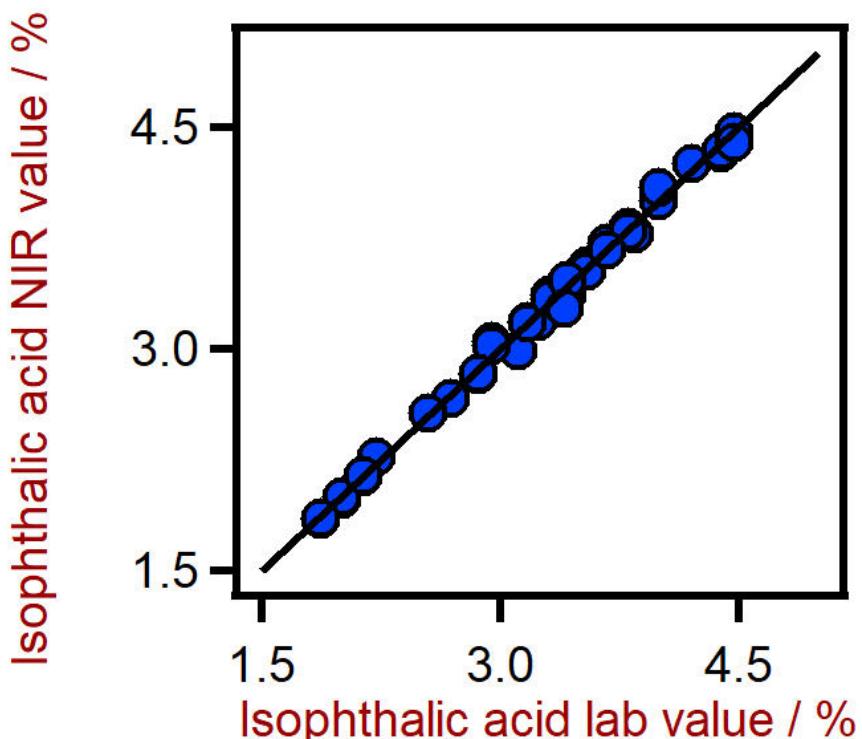


**Figura 3.** Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di glicole dietilenico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio del glicole dietilenico è stato valutato utilizzando HPLC-MS.

**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

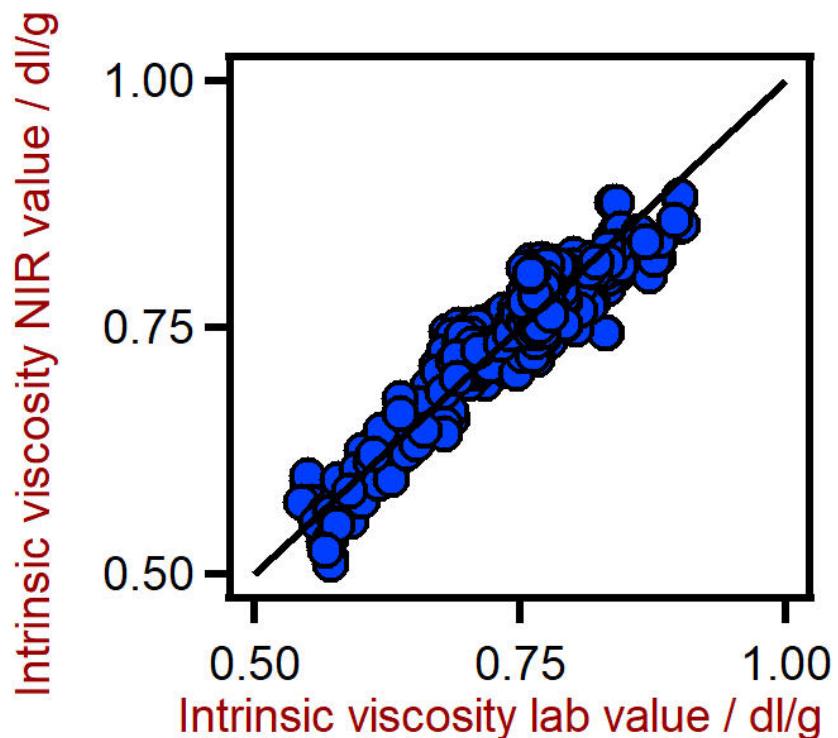


**Figura 4.** Diagramma di correlazione per la previsione del contenuto di acido isoftalico in PET utilizzando un analizzatore solido DS2500. Il valore di laboratorio dell'acido isoftalico è stato valutato mediante HPLC.

**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%

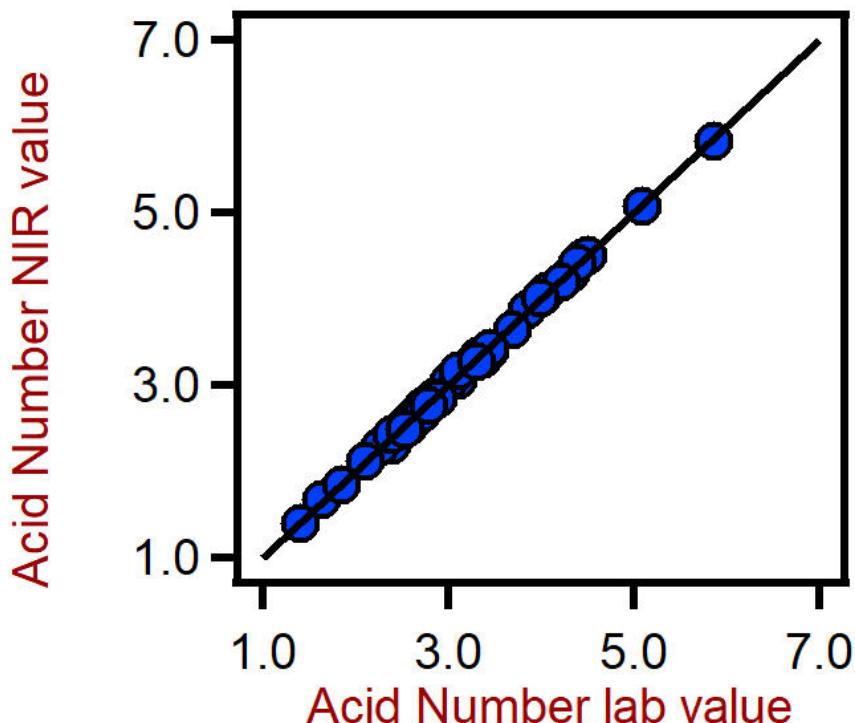
## RISULTATI



**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)