



Application Note AN-NIR-023

ホリエチレンテレフタレートの品質管理 - 近赤外分光法によるシエチレンクリコール、イソフタル酸、固有粘度、酸価の1分以内での測定

Determination of diethylene glycol, isophthalic acid, intrinsic viscosity, and acid number within one minute with NIRS

ポリエチレンテレフタレート (PET) におけるシエチレンクリコール含量、イソフタル酸含量、固有粘度 (ASTM D4603)、および酸価 (AN) の測定は、サンプルの限られた溶解性や、異なる分析メソッドを用いる必要性があることなどの理由により、長時間を要する困難なプロセスです。

このアプリケーションノートは、可視および近赤外

スペクトル領域 (Vis-NIR) で動作する DS2500 Solid Analyzer が **費用対効果が高く高速** のソリューション **同時決定** シエチレンクリコール含有量、イソフタル酸含有量、固有粘度、および PET 中の酸価の測定。Vis-NIR 分光法により、PET の分析が可能になります。 **サンプル前処理または化学試薬を使用せずに1分未満**。

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

PET ペレットは、DS2500 Solid Analyzer を使用して、全波長範囲 (400~2500 nm) で反射モードで測定されました。回転する DS2500 ラージサンプルカップを使用して、さまざまな粒子サイズと化学成分の分布を克服しました。これにより、再現性のあるスペクトル取得のために、さまざまなサンプル位置での自動測定が可能になりました。に表示されるように **図1**、サンプルは準備ステップなしで測定されました。Metrohm ソフトウェアパッケージ Vision Air Complete は、すべてのデータ取得と予測モデルの開発に使用されました。

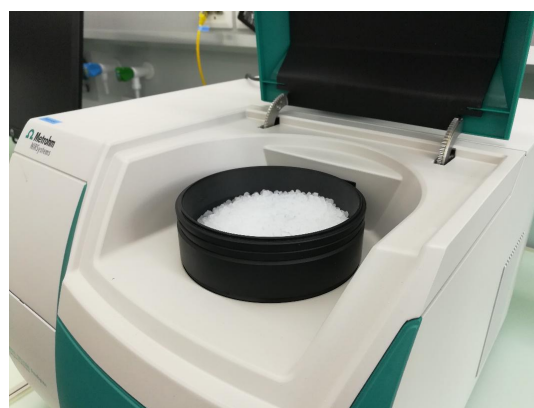


Figure 1. 回転する DS2500 ラージサンプルカップに PET ペレットが存在する DS2500 ソリッドアナライザー。

表1. ハードウェアおよびソフトウェア機器の概要

装置	メトローム番号
DS2500 ソリッドアナライザー	2.922.0010
DS2500 ラージサンプルカップ	6.7402.050
Vision Air 2.0 コンフリート	6.6072.208

RESULTS

得られた Vis-NIR スペクトル (**図2**) を使用して、シエチレンクリコール、イソフタル酸、固有粘度、および酸価を定量化するための予測モデルを作成しました。予測モデルの品質は、Vis-NIR 予測と主要なメソ

ッド値の間の相関を表示する相関図を使用して評価されました。それぞれの性能指数 (FOM) は、ルーチン分析中の予測の期待される精度を示しています。

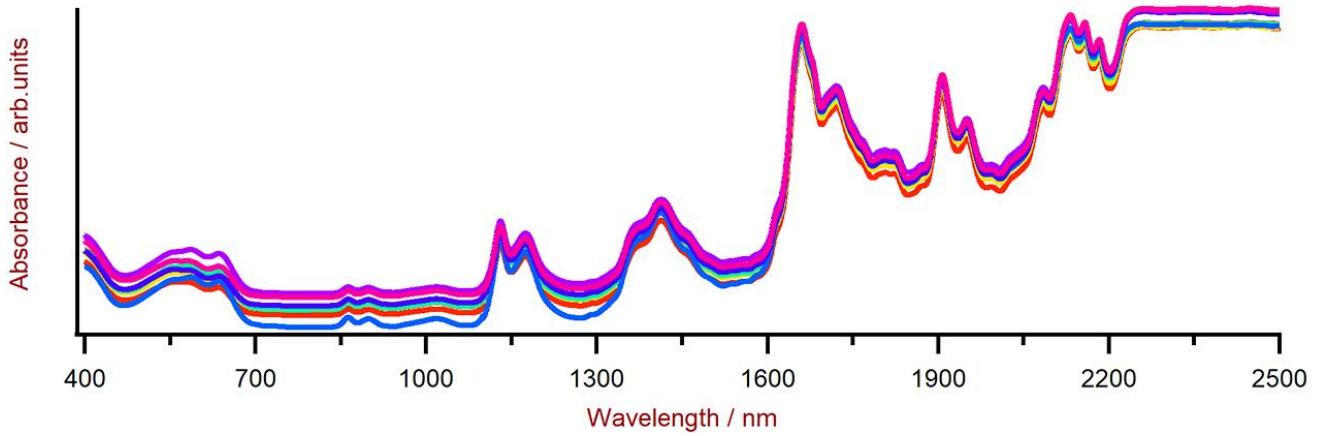


Figure 2. DS2500アナライザーと回転DS2500ラージサンプルカップを使用して得られたPETVis-NIRスペクトルの選択。表示上の理由から、スペクトルオフセットが適用されました。

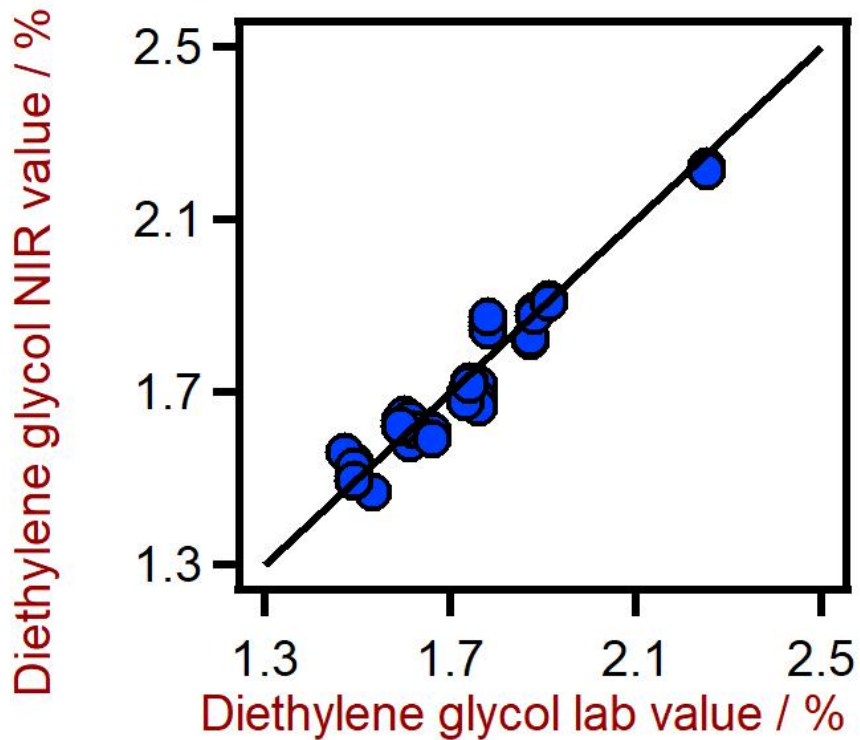


Figure 3. DS2500 SolidAnalyzerを使用してPET中のジエチレングリコール含有量を予測するための相関図。ジエチレングリコールラボ値は、HPLC-MSを使用して評価しました。

表2. DS2500固体分析装置を使用してPET中のシエチレンリコール含有量を予測するためのメリットの図。

性能指数	値
R ²	0.931
校正の標準誤差	0.052%
交差検定の標準誤差	0.066%

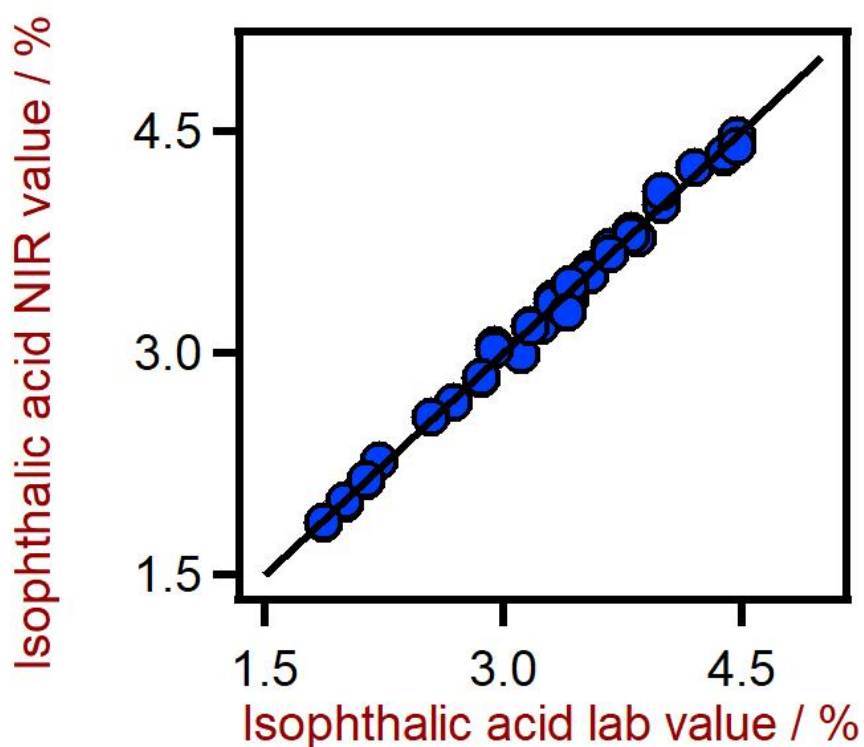


Figure 4. DS2500 SolidAnalyzerを使用してPET中のイソフタル酸含有量を予測するための相関図。イソフタル酸ラボの値は、HPLCを使用して評価しました。

表3. DS2500固体分析装置を使用してPET中のイソフタル酸含有量を予測するためのメリットの図。

性能指数	値
R ²	0.995
校正の標準誤差	0.059%
交差検定の標準誤差	0.085%

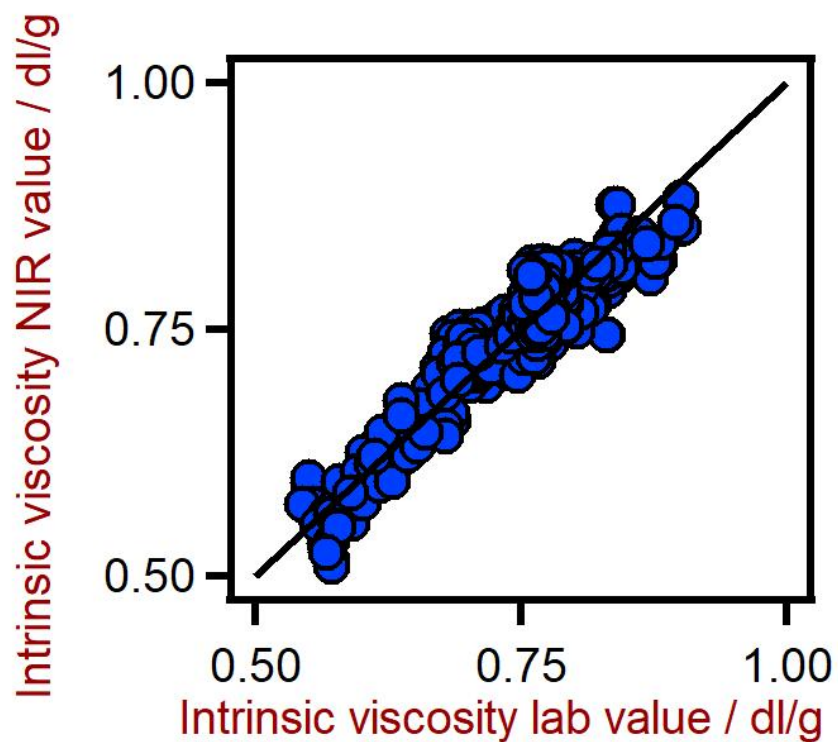


Figure 5. DS2500 SolidAnalyzerを使用してPETの固有粘度を予測するための相関図。固有粘度ラボ値は、粘度計を使用して評価されました。

表4. DS2500固体分析装置を使用してPETの固有粘度を予測するためのメリットの図。

性能指数	値
R ²	0.873
校正の標準誤差	0.0236
交差検定の標準誤差	0.0238

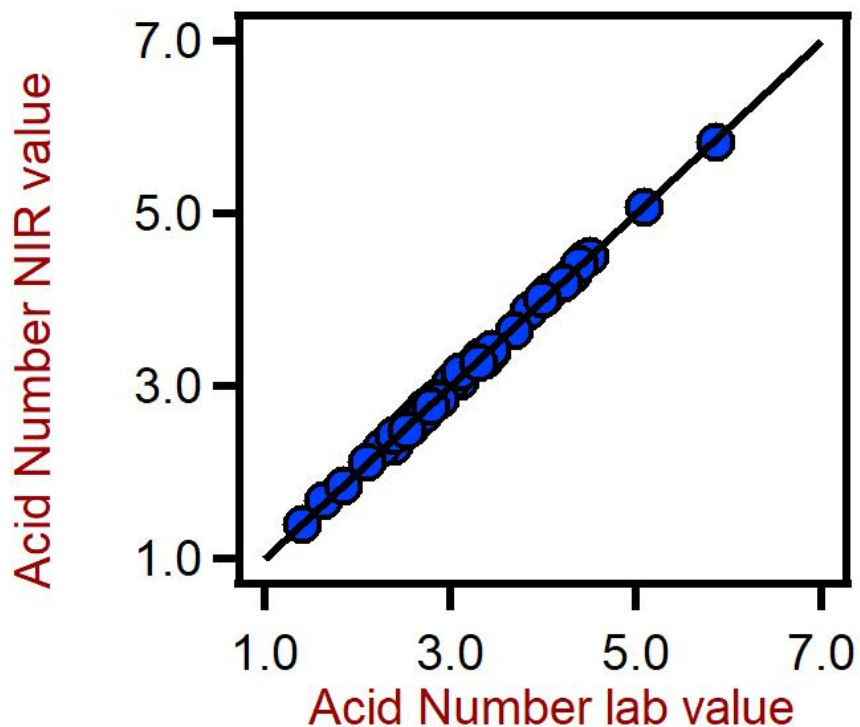


Figure 6. DS2500 SolidAnalyzerを使用してPETの酸価を予測するための相関図。酸価ラボ値は、滴定を使用して評価しました。

表5. DS2500 SolidAnalyzerを使用してPETの酸価を予測するメリットの図。

性能指数	値
R ²	0.991
校正の標準誤差	0.093
交差検定の標準誤差	0.143

CONCLUSION

この研究は、PETの主要な品質パラメータの分析のためのNIR分光法の実現可能性を示しています。湿式化学法と比較して(表6)、すべてのパラメータが決

定されるため、結果が得られるまでの時間は、NIR分光法の主な利点です。1分以内に1回の測定で。

表6. さまざまなパラメータの結果の概要を説明します。

パラメータ	メソッド	結果を出す時間
シエチレンクリコール	抽出+分析HPLC-MS	～45分(準備)+～40分(HPLC)
イソフタル酸	溶解+ HPLC	～45分(準備)+～40分(HPLC)
固有粘度	溶解+粘度計	～90分(準備)+～1分(粘度計)
酸価	溶解+滴定	～90分(準備)+～10分(滴定)

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
 143-0006 東京都大田区平
 和島6-1-1
 null 東京流通センター アネ
 ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp



DS2500 Solid Analyzer

ラボおよび生産環境における品質管理用の堅牢な近赤外分光法。

DS2500 Analyzerは、生産チェーン全体に沿った固形物、クリーム、およびオフショーンとしての液体のルーチン分析に実績のあるフレキシブルなソリューションです。頑丈な仕様により、DS2500 Analyzerは粉塵、湿気、振動や温度変動に強い為、過酷な生産環境での使用に理想的です。

DS2500は400～2500 nmのスペクトル範囲全体をカバーし、1分以内に正確で再現性の高い結果を提供します。DS2500 Analyzerは製薬業界の要件を満たしており、簡単な操作により日常的な作業においてユーザーをサポートします。

装置に完全に適応した付属品により、顆粒のような粒の荒い固形物、またはクリームのような半固形液体サンプルなどのあらゆる困難なタイプのサンプルにおいても、最良の結果を得ることかてきます。固形物の測定においては、9つまでのサンプルのシリーズの自動測定を可能にするMultiSample Cupを使用することで、生産性を高めることかてきます。



DS2500

NIRS DS2500 Analyzerを用いた、様々なサンプル位置における反射中の粉末および顆粒のスペクトル記録のための、大きなサンプル容器です。



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - 汎用性に優れた分光法ソフトウェア。

Vision Air Complete は、規制環境下での使用のための、操作の容易な最新のソフトウェアソリューションです。

Vision Air の利点の概要:

- 調整済みのユーザーインターフェースを伴う個別のソフトウェアアプリケーションにより、直観的かつ容易な操作が保証されます。
- 作業手順の容易な作成およびメンテナンス
- 安全かつ容易なデータ管理のための SQL データベース

バージョン Vision Air Complete (66072208) には、可視近赤外分光法を用いた品質管理のための全てのアプリケーションが含まれています:

- 装置管理およびデータ管理のためのアプリケーション
- メソッド開発のためのアプリケーション
- ルーチン分析のためのアプリケーション

その他の Vision Air Complete ソリューション:

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