



Application Note AN-NIR-112

Bestimmung der Grenzviskosität (IV) von recyceltem PET mittels NIR- Spektroskopie

Einfache, chemiefreie Analyse mit Ergebnissen in wenigen
Sekunden

Die Bestimmung der Grenzviskosität von recyceltem Polyethylenterephthalat (rPET) ist ein zeitaufwändiger und herausfordernder Prozess. Dies gilt insbesondere dann, wenn die Probe hochkristallin ist und vor der Analyse mit der Glaskapillare getrocknet werden muss, wie in der ASTM-Norm (ASTM D4603) erwähnt. Der Trocknungsprozess dauert oft mehrere Stunden, bis ein konstantes Gewicht erreicht ist, und eine hohe Kristallinität behindert die Löslichkeit.

Die Nahinfrarotspektroskopie (NIR) ist in der Lage, die intrinsische Viskosität von rPET in weniger als einer Minute ohne Probenvorbereitung zu bestimmen. Diese Application Note zeigt, dass der im sichtbaren und nahinfraroten Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitende Feststoffanalysator DS2500 von Metrohm Benutzern eine einfachere Möglichkeit bietet, diese Analyse ohne den Einsatz giftiger Chemikalien durchzuführen.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

48 verschiedene recycelte PET-Proben mit unterschiedlicher IV wurden auf dem Metrohm DS2500 Solid Analyzer sowie mit einem Glaskapillarviskosimeter gemessen. Alle Messungen am DS2500 Feststoffanalysator wurden in Rotation durchgeführt, um die Teilprobenspektren zu mitteln.

Dieser Aufbau mit einem großen Probenbecher reduziert den Einfluss der Partikelgrößenverteilung der Polymerpellets (**Abbildung 1**). Die Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung wurde mit dem Softwarepaket Vision Air Complete durchgeführt.



Abbildung 1. Metrohm DS2500 Feststoffanalysator mit einem großen Probenbecher zur Messung der Grenzviskosität von recyceltem Polyethylenterephthalat (rPET).

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Equipment	Artikelnummer
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Probengefäß, gross	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNIS

Alle 48 gemessenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung der Grenzviskosität zu erstellen. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die zwischen der

Vis - NIR - Vorhersage und den Referenzviskositätswerten eine hohe Korrelation aufweisen ($R^2 = 0,9061$). Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision und bestätigen die Machbarkeit in der Routineanalyse (**Abbildung 3**).

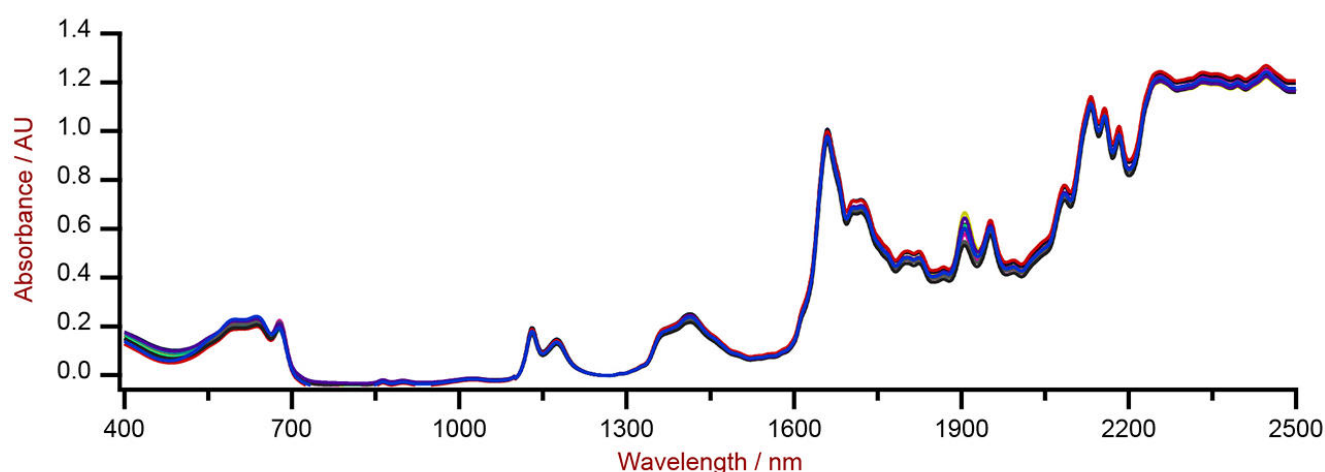


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von rPET-Proben, die auf einem DS2500 Solid Analyzer mit einem großen Probenbecher analysiert wurden.

ERGEBNIS INTRINSISCHE VISKOSITÄT

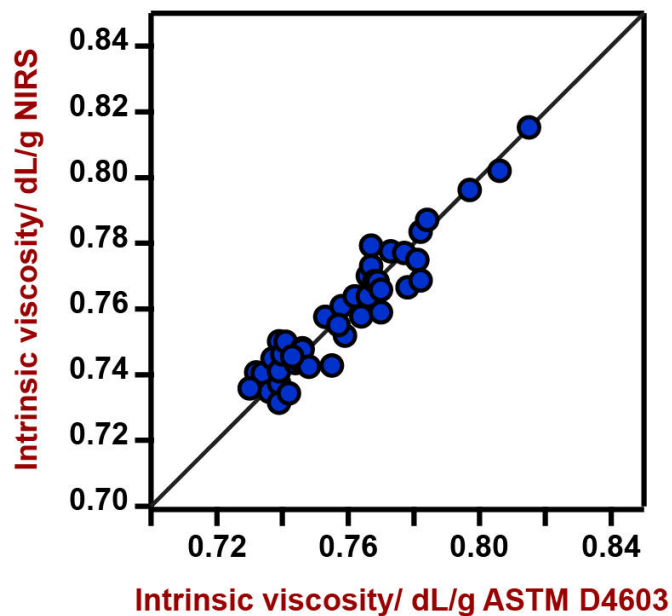


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage der Grenzviskosität in rPET mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D4603 bewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.9061
Standardfehler der Kalibrierung	0,0068 dl/g
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0,0084 dl/g

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Eigung des Metrohm DS2500 Feststoffanalysators zur Bestimmung der Grenzviskosität in rPET. Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht eine schnelle Bestimmung (Tabelle 2) ohne Probenvorbereitung. Darüber hinaus entfällt der Einsatz giftiger Chemikalien, was die

Laborsicherheit erhöht und Chemikalienabfälle vermeidet. Neben der Grenzviskosität können in rPET mit Vis-NIR-Spektroskopie weitere Parameter wie Diethylenglykol oder Isophthalsäure bestimmt werden.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für den Parameter Grenzviskosität (IV) in recyceltem Polyethylterephthalat (rPET).

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Intrinsische Viskosität	Viskosimeter (ASTM D4603)	2–3 Stunden Trocknen, Auflösen und Messen

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



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 Reflektion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.