



Application Note AN-NIR-112

Determinación de la viscosidad intrínseca (IV) de PET reciclado por espectroscopia NIR

Análisis simple y sin químicos con resultados en segundos

La determinación de la viscosidad intrínseca del tereftalato de polietileno reciclado (rPET) es un proceso desafiante y que requiere mucho tiempo. Esto es especialmente cierto si la muestra es altamente cristalina y necesita secarse antes del análisis con el capilar de vidrio como se menciona en la norma ASTM (ASTM D4603). El proceso de secado suele tardar varias horas hasta que se alcanza un peso constante y la alta cristalinidad dificulta la solubilidad.

La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIR) puede determinar la viscosidad intrínseca del rPET en menos de un minuto sin necesidad de preparación de la muestra. Esta nota de aplicación demuestra que el analizador de sólidos Metrohm DS2500, que funciona en la región espectral visible e infrarroja cercana (Vis-NIR), ofrece a los usuarios una forma más fácil de realizar este análisis sin el uso de productos químicos tóxicos.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Se midieron 48 muestras de PET reciclado diferentes con IV variable en el analizador de sólidos Metrohm DS2500, así como con un viscosímetro capilar de vidrio. Todas las mediciones en el analizador de sólidos DS2500 se realizaron en rotación para promediar los espectros de las submuestras. Esta

configuración con la copa de muestra grande reduce la influencia de la distribución del tamaño de partícula de los gránulos de polímero (Figura 1). La adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción se realizó con el paquete de software Vision Air Complete.



Figure 1. Analizador de sólidos Metrohm DS2500 con el vaso de muestra grande DS2500 para medir la viscosidad intrínseca del tereftalato de polietileno reciclado (rPET).

Tabla 1. Resumen de equipos de hardware y software.

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

RESULTADO

Los 48 espectros Vis-NIR medidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear un modelo de predicción para la cuantificación de la viscosidad intrínseca. La calidad del modelo de predicción se evaluó mediante diagramas de correlación que muestran una alta

correlación ($R^2 = 0,9061$) entre la predicción de Vis-NIR y los valores de viscosidad de referencia. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada y confirman la viabilidad durante el análisis de rutina (**figura 3**).

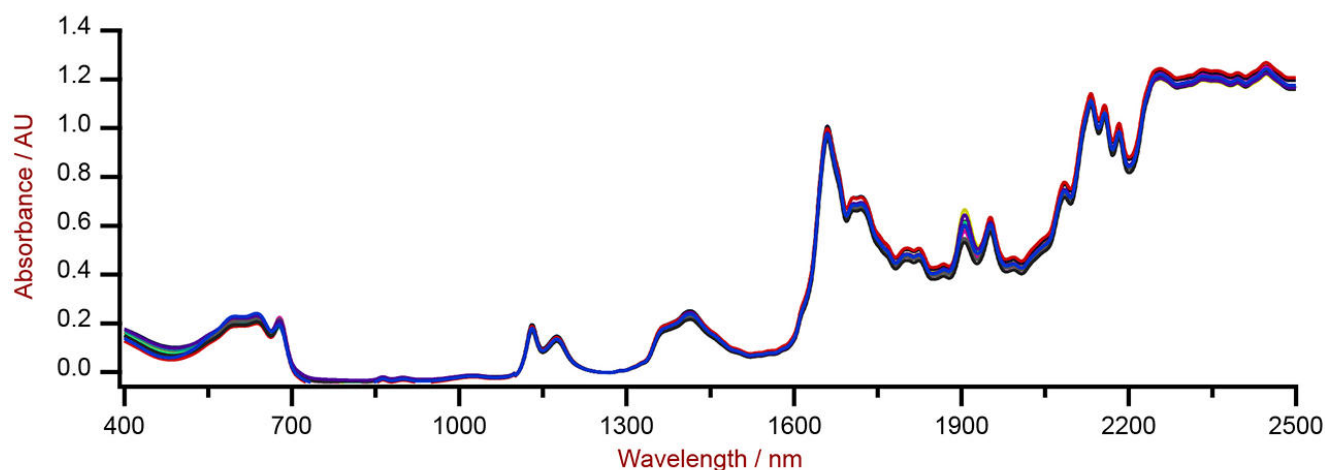


Figure 2. Selección de espectros Vis-NIR de muestras de rPET analizadas en un analizador de sólidos DS2500 con el recipiente de muestra grande.

RESULTADO VISCOSIDAD INTRÍNSECA

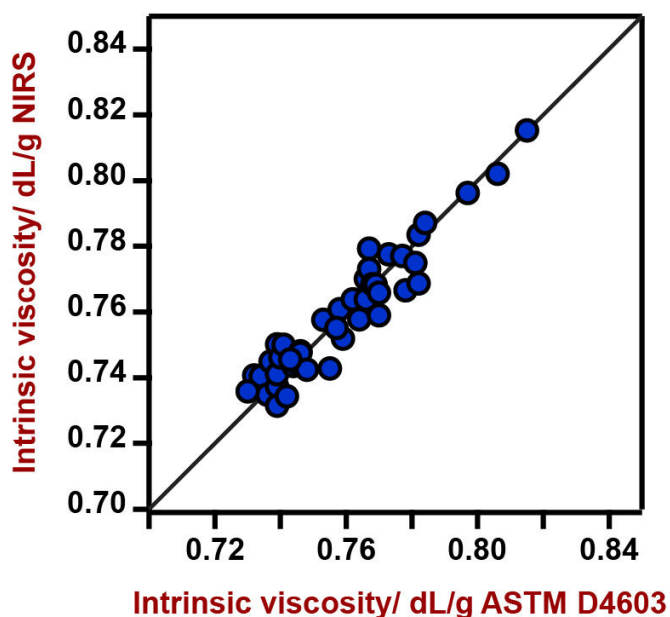


Figure 3. Diagrama de correlación y las respectivas cifras de mérito para la predicción de la viscosidad intrínseca en rPET utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio se evaluó de acuerdo con ASTM D4603.

Figuras de merito	Valor
R^2	0,9061
Error estándar de calibración	0,0068 dl/g
Error estándar de validación cruzada	0,0084 dl/g

CONCLUSIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la viabilidad del analizador de sólidos Metrohm DS2500 para la determinación de la viscosidad intrínseca en rPET. La espectroscopia Vis-NIR permite una determinación rápida (Tabla 2) sin ninguna preparación de la muestra. Además, el uso de productos químicos

tóxicos está obsoleto, lo que aumenta la seguridad del laboratorio y evita el desperdicio de productos químicos. Además de la viscosidad intrínseca, se pueden determinar parámetros adicionales como dietilenglicol o ácido isoftálico en rPET con espectroscopia Vis-NIR.

Tabla 2. Resumen del tiempo de resultado para el parámetro viscosidad intrínseca (IV) en tereftalato de polietileno reciclado (rPET).

Parámetro	Método	tiempo de resultado
Viscosidad intrínseca	Viscosímetro (ASTM D4603)	2–3 h secado, disolución y medición

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



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.