



Application Note AN-NIR-112

Determinazione della viscosità intrinseca (IV) del PET riciclato mediante spettroscopia NIR

Analisi semplice e senza sostanze chimiche con risultati in pochi secondi

La determinazione della viscosità intrinseca del polietilene tereftalato riciclato (rPET) è un processo lungo e impegnativo. Ciò è particolarmente vero se il campione è altamente cristallino e deve essere asciugato prima dell'analisi con il capillare di vetro come indicato nella norma ASTM (ASTM D4603). Il processo di essiccazione richiede spesso diverse ore fino al raggiungimento di un peso costante e l'elevata cristallinità ostacola la solubilità.

La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) è in grado di determinare la viscosità intrinseca dell'rPET in meno di un minuto senza alcuna preparazione del campione. Questa Application Note dimostra che Metrohm DS2500 Solid Analyzer operante nella regione spettrale del visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR) offre agli utenti un modo più semplice per eseguire questa analisi senza l'uso di sostanze chimiche tossiche.

STRUMENTI DI ANALISI

48 diversi campioni di PET riciclato con IV variabile sono stati misurati su Metrohm DS2500 Solid Analyzer, nonché con un viscosimetro capillare di vetro. Tutte le misurazioni su DS2500 Solid Analyzer sono state eseguite a rotazione per calcolare la media degli spettri del sottocampione. Questa

configurazione con la grande tazza del campione riduce l'influenza della distribuzione delle dimensioni delle particelle dei pellet polimerici (**Figura 1**). L'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione sono stati eseguiti con il pacchetto software Vision Air Complete.



Figure 1. Metrohm DS2500 Solid Analyzer con DS2500 large sample cup per misurare la viscosità intrinseca del polietilene tereftalato riciclato (rPET).

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

Strumento	Codice articolo
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 large sample cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RISULTATO

Tutti i 48 spettri Vis-NIR misurati (Figura 2) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per la quantificazione della viscosità intrinseca. La qualità del modello di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione che mostrano un'elevata

correlazione ($R^2 = 0,9061$) tra la previsione Vis-NIR e i valori di viscosità di riferimento. Le rispettive cifre di merito (FOM) mostrano la precisione attesa e confermano la fattibilità durante l'analisi di routine (Figura 3).

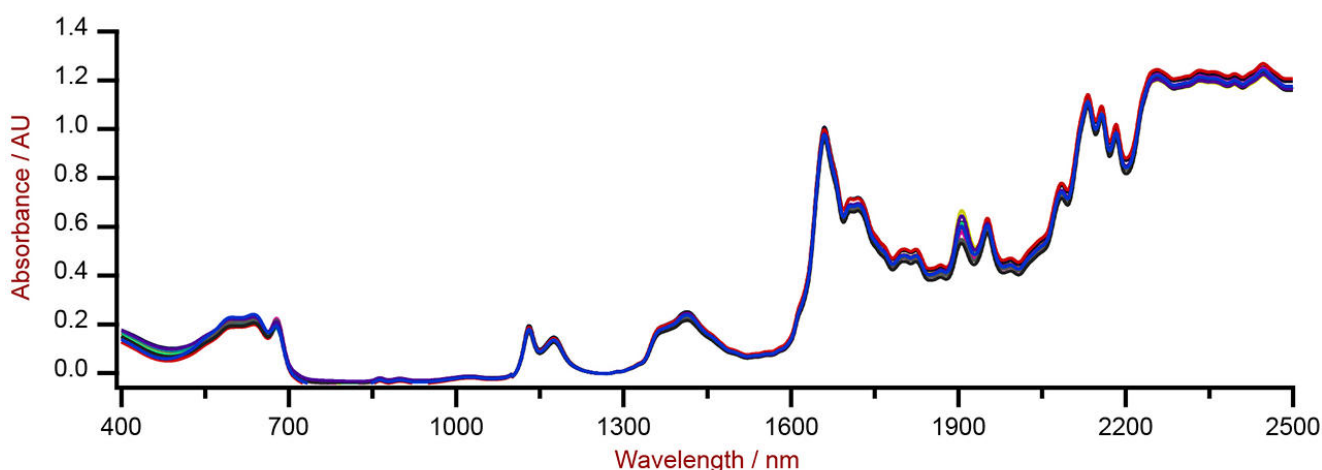


Figure 2. Selezione degli spettri Vis-NIR di campioni rPET analizzati su DS2500 Solid Analyzer con la large sample cup.

RISULTATO VISCOSITÀ INTRINSECA

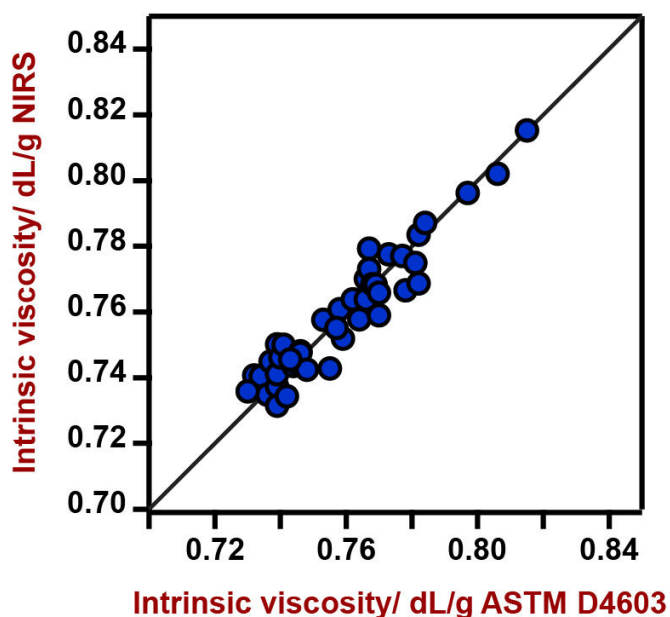


Figure 3. Diagramma di correlazione e rispettive figure di merito per la previsione della viscosità intrinseca in rPET utilizzando DS2500 Solid Analyzer. Il valore di laboratorio è stato valutato secondo ASTM D4603.

Figure di Merito	Valore
R^2	0.9061
Standard Error of Calibration	0.0068 dL/g
Standard Error of Cross-Validation	0.0084 dL/g

CONCLUSIONE

This Application Note demonstrates the feasibility of the Metrohm DS2500 Solid Analyzer for the determination of intrinsic viscosity in rPET. Vis-NIR spectroscopy enables fast determination (Table 2) without any sample preparation. In addition, the use

of toxic chemicals is obsolete which increases lab safety and avoids chemical waste. Next to intrinsic viscosity, additional parameters like diethylene glycol or isophthalic acid can be determined in rPET with Vis-NIR spectroscopy.

Tabella 2. Panoramica del tempo per ottenere i risultati per il parametro viscosità intrinseca (IV) nel polietilene tereftalato riciclato (rPET).

Parametro	Metodo	Tempo al risultato
Intrinsic viscosity	Viscometer (ASTM D4603)	2–3 ore di essiccazione, dissoluzione e misurazione

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



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.