



Application Note AN-NIR-023

# Control de calidad del PET: determinación del dietilenglicol, el ácido isoftálico, la viscosidad intrínseca y el índice de acidez en un minuto con NIRS

Determinación de dietilenglicol, ácido isoftálico, viscosidad intrínseca e índice de acidez en un minuto con NIRS

La determinación del contenido de dietilenglicol, el contenido de ácido isoftálico, la viscosidad intrínseca (ASTM D4603) y el índice de acidez (AN) del tereftalato de polietileno (PET) es un proceso largo y

sumamente difícil debido a la solubilidad limitada de la muestra y a la necesidad de utilizar diferentes métodos analíticos.

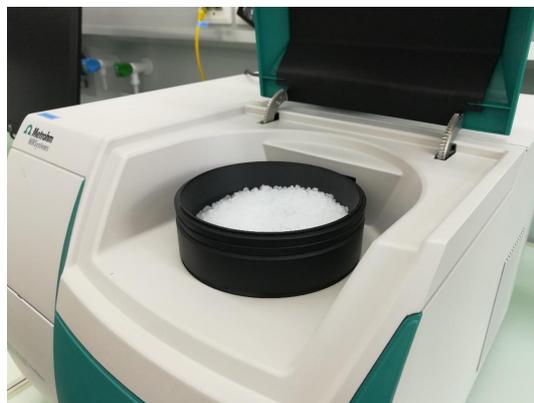
Esta nota de aplicación demuestra que el analizador

de sólidos DS2500 que funciona en la región espectral visible e infrarroja cercana (Vis-NIR) proporciona una **rentable y rápido** solución para un **determinación simultánea** del contenido de dietilenglicol, contenido de ácido isoftálico, viscosidad

## EQUIPO EXPERIMENTAL

Los gránulos de PET se midieron con un analizador de sólidos DS2500 en modo de reflexión en todo el rango de longitud de onda (400–2500 nm). Se empleó un vaso de muestra grande DS2500 giratorio para superar la distribución de diversos tamaños de partículas y componentes químicos. Esto permitió mediciones automatizadas en diferentes ubicaciones de muestra para una adquisición de espectro reproducible. Como se muestra en **Figura 1**, las muestras se midieron sin ningún paso de preparación. El paquete de software Metrohm Vision Air Complete se utilizó para toda la adquisición de datos y el desarrollo del modelo de predicción.

intrínseca e índice de acidez en PET. La espectroscopia Vis-NIR permite el análisis de PET en **menos de un minuto sin preparación de muestras ni uso de reactivos químicos**.



**Figure 1.** Analizador de sólidos DS2500 con gránulos de PET presentes en el vaso de muestra grande giratorio DS2500.

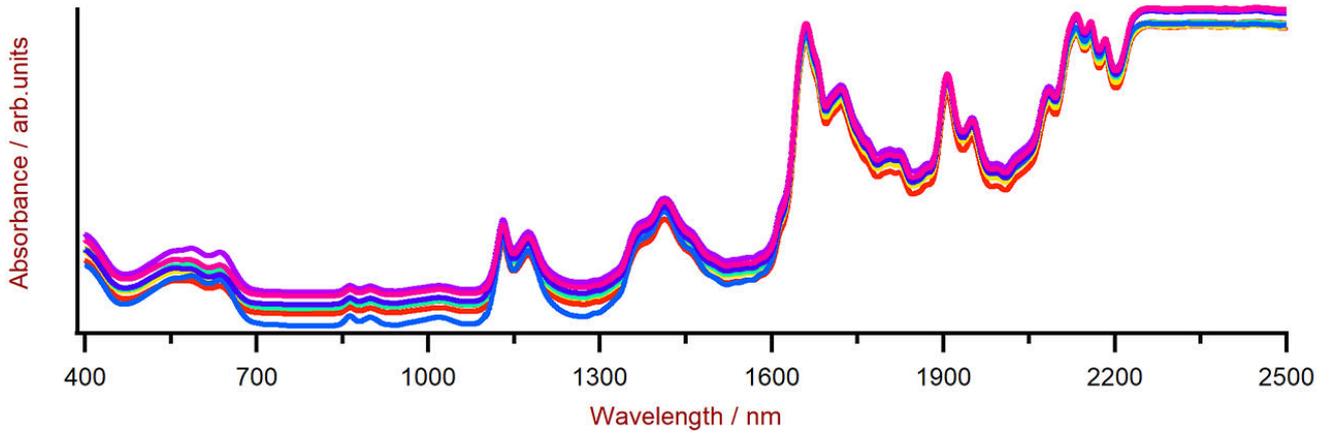
**Tabla 1.** Descripción general del equipo de hardware y software

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

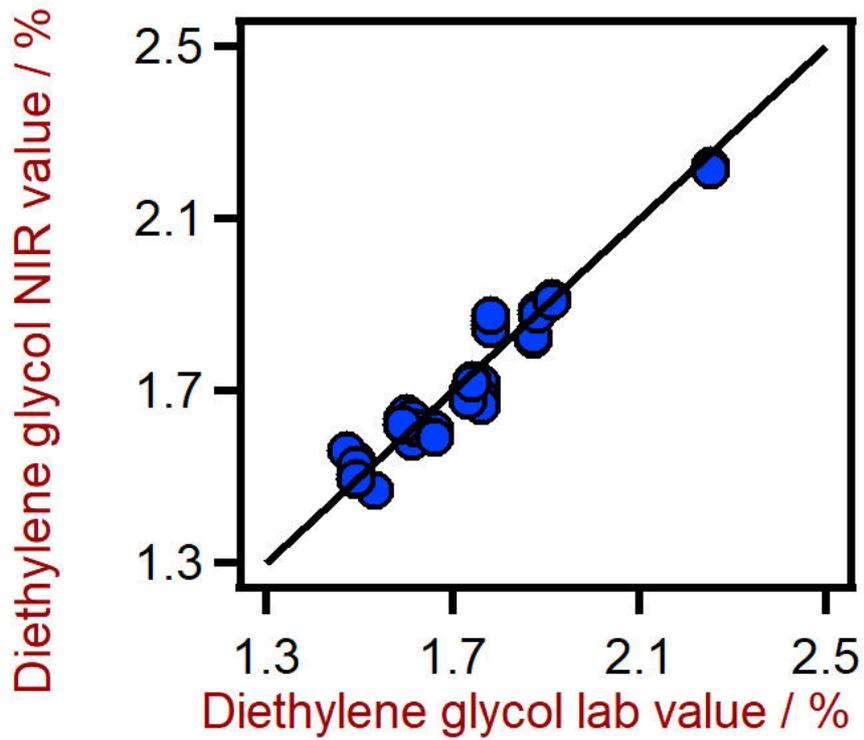
## RESULTADOS

Los espectros Vis-NIR obtenidos (**Figura 2**) se utilizaron para crear modelos de predicción para la cuantificación del dietilenglicol, el ácido isoftálico, la viscosidad intrínseca y el índice de acidez. La calidad de los modelos de predicción se evaluó mediante

diagramas de correlación, que muestran la correlación entre la predicción Vis-NIR y los valores del método principal. Las respectivas cifras de mérito (FOM) muestran la precisión esperada de una predicción durante el análisis de rutina.



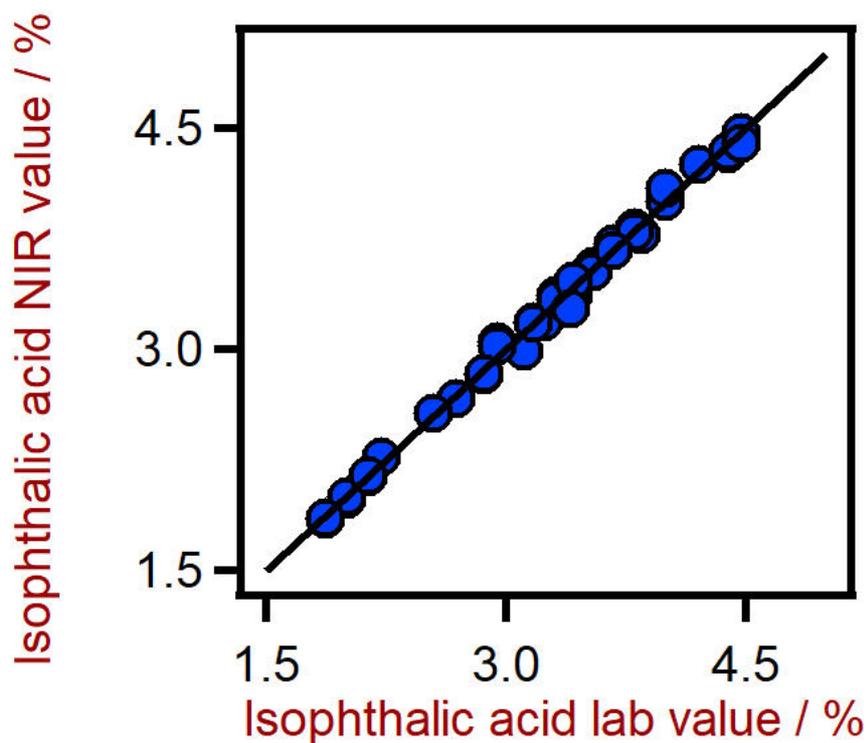
**Figure 2.** Selección de espectros PET Vis-NIR obtenidos con un analizador DS2500 y un vaso de muestra grande DS2500 giratorio. Por razones de visualización, se aplicó una compensación de espectros.



**Figure 3.** Diagrama de correlación para la predicción del contenido de dietilenglicol en PET utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio de dietilenglicol se evaluó usando HPLC-MS.

**Tabla 2.** Cifras de mérito para la predicción del contenido de dietilenglicol en PET utilizando un Analizador de Sólidos DS2500.

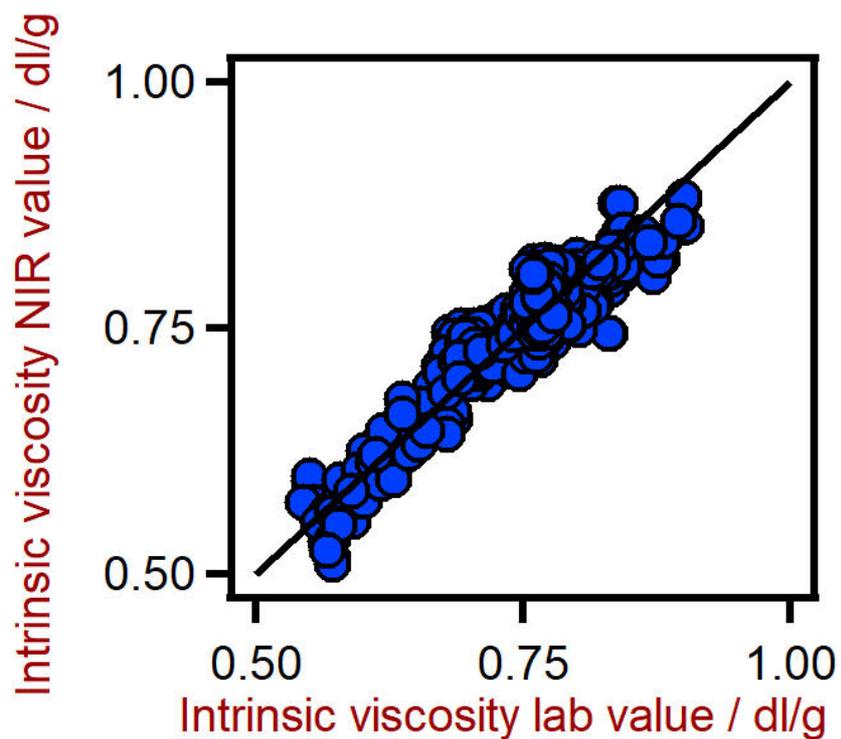
Figuras de merito	Valor
R <sup>2</sup>	0,931
Error estándar de calibración	0,052%
Error estándar de validación cruzada	0,066%



**Figure 4.** Diagrama de correlación para la predicción del contenido de ácido isoftálico en PET utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio del ácido isoftálico se evaluó mediante HPLC.

**Tabla 3.** Cifras de mérito para la predicción del contenido de ácido isoftálico en PET usando un Analizador de Sólidos DS2500.

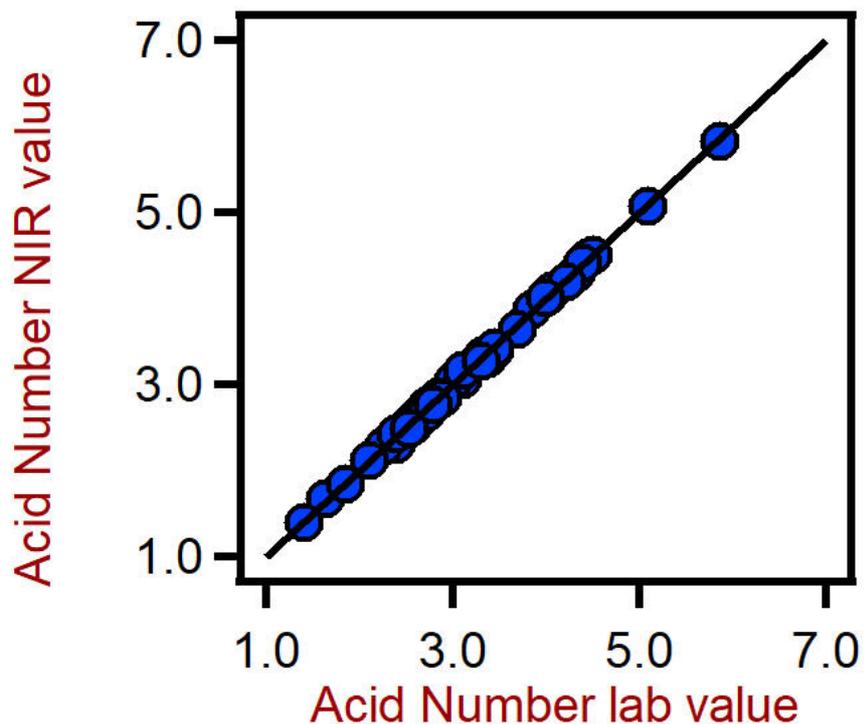
Figuras de merito	Valor
R <sup>2</sup>	0,995
Error estándar de calibración	0,059%
Error estándar de validación cruzada	0,085%



**Figure 5.** Diagrama de correlación para la predicción de la viscosidad intrínseca de PET utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio de la viscosidad intrínseca se evaluó mediante viscosimetría.

**Tabla 4.** Cifras de mérito para la predicción de la viscosidad intrínseca del PET usando un Analizador de Sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
$R^2$	0,873
Error estándar de calibración	0,0236
Error estándar de validación cruzada	0,0238



**Figure 6.** Diagrama de correlación para la predicción del índice de acidez en PET utilizando un analizador de sólidos DS2500. El valor de laboratorio del índice de acidez se evaluó mediante titulación.

**Tabla 5.** Cifras de mérito para la predicción del índice de acidez en PET utilizando un Analizador de Sólidos DS2500.

Figuras de merito	Valor
$R^2$	0,991
Error estándar de calibración	0,093
Error estándar de validación cruzada	0,143

## CONCLUSIÓN

Este estudio demuestra la viabilidad de la espectroscopia NIR para el análisis de parámetros clave de calidad de PET. En comparación con los métodos químicos húmedos (Tabla 6), el tiempo de

resultado es una gran ventaja de la espectroscopia NIR, ya que todos los parámetros se determinan en una sola medición en menos de un minuto.

**Tabla 6.** Visión general del tiempo hasta el resultado para los diferentes parámetros.

Parámetro	Método	tiempo de resultado
Dietilenglicol	Extracción + análisis HPLC-MS	45 min (preparación) + 40 min (HPLC)
ácido isoftálico	Disolver + HPLC	45 min (preparación) + 40 min (HPLC)
Viscosidad intrínseca	Disolver + viscosimetría	90 min (preparación) + 1 min (viscosimetría)
Numero de acido	Disolver + titulación	90 min (preparación) + 10 min (titulación)

## CONTACT

Metrohm México  
Calle. Xicoténcatl 181, Col.  
Del Carmen, Alcaldía  
Coyoacán.  
04100. Ciudad de México  
México

[info@metrohm.mx](mailto:info@metrohm.mx)



### 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.



## Vision Air 2.0 Complete

### Vision Air - Software de espectroscopía universal.

Vision Air Complete es una solución de software moderna y fácil de usar para su empleo en entornos regulados.

Las ventajas de Vision Air son las siguientes:

- Aplicaciones de software individuales con interfaces de usuario personalizadas para garantizar un manejo intuitivo y fácil
- Fácil creación y mantenimiento de procedimientos operativos
- Base de datos SQL para una gestión de datos segura y sencilla

La versión Vision Air Complete (66072208) incluye todas las aplicaciones para el aseguramiento de la calidad mediante la espectroscopía Vis-NIR:

- Aplicación para la gestión de datos y aparatos
- Aplicación para el desarrollo de métodos
- Aplicación para análisis rutinarios

Más soluciones Vision Air Complete:

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