



Application Note AN-NIR-081

Contrôle de la qualité du polyéthylène

Détermination fiable de la densité de PE en une minute à l'aide de la NIRS

La détermination de la densité du polyéthylène (PE) (ASTM D792) est normalement une procédure difficile en raison des difficultés de reproductibilité. Comme ce paramètre est le plus souvent utilisé pour déterminer le type de PE, des méthodes alternatives sensibles à la structure moléculaire, telles que la spectroscopie FT-IR, sont également courantes. Cependant, la mesure par FT-IR peut également être problématique lorsque des échantillons plus importants doivent être analysés en raison de

l'inhomogénéité de l'échantillon.

Cette note d'application démontre que l'analyseur de solides DS2500 fonctionnant dans la région spectrale du visible et du proche infrarouge (Vis-NIR) constitue une solution fiable et rapide pour la détermination de la densité du PE. Sans préparation d'échantillon ni produits chimiques, la spectroscopie Vis-NIR permet d'analyser des échantillons de PE de taille importante et non homogène en moins d'une minute.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Les granulés de PE ont été mesurés en mode réflexion sur toute la gamme de longueurs d'onde (400-2500 nm) de l'analyseur de solides DS2500. Une grande coupelle d'échantillonnage DS2500 rotative a été utilisée pour surmonter la distribution des différentes tailles de particules et des composants chimiques. Cela a permis des mesures automatisées à différents endroits de l'échantillon pour une acquisition de spectre reproductible. Comme le montre la **figure 1**, les échantillons ont été mesurés sans aucune préparation. Le logiciel Metrohm Vision Air Complete a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.

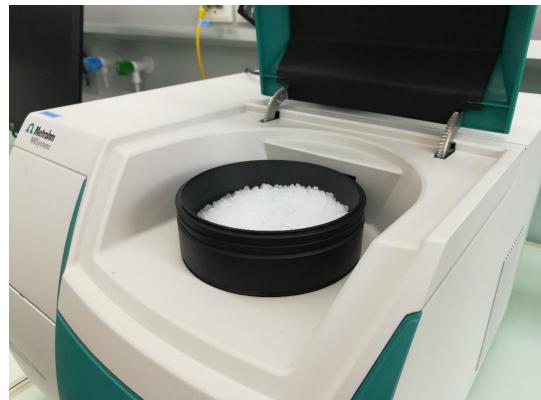


Figure 1. L'analyseur de solides DS2500 et les granulés de PE présents dans la coupelle rotative du grand échantillon DS2500.

Tableau 1. Vue d'ensemble des équipements matériels et logiciels

Equipement	Metrohm référence
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Large Sample Cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RÉSULTAT

Les spectres Vis-NIR obtenus (**figure 2**) ont été utilisés pour créer des modèles de prédiction afin de quantifier la teneur en densité. La qualité des modèles de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de corrélation, qui montrent la relation entre la

prédiction Vis-NIR et les valeurs de la méthode primaire. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction au cours d'une analyse de routine.

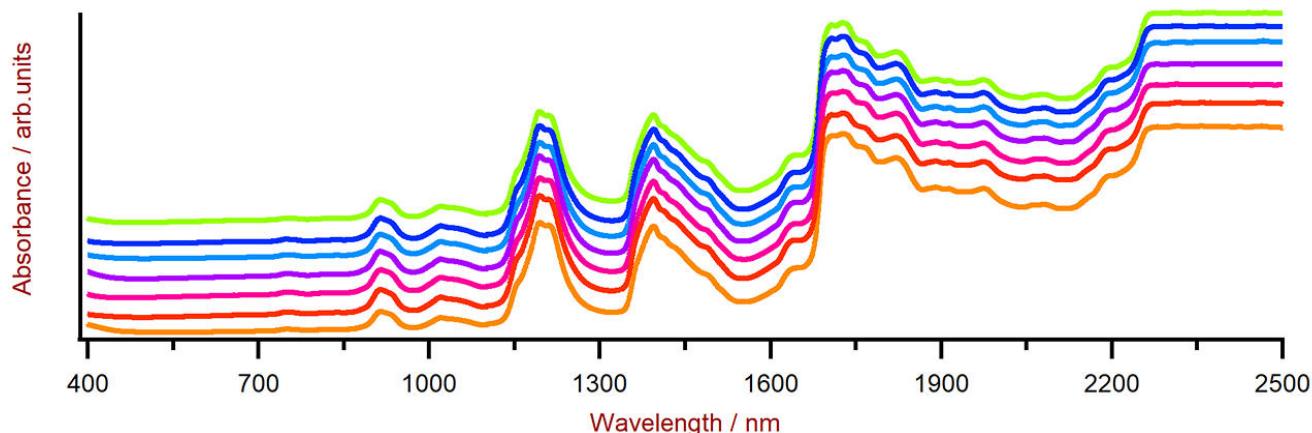


Figure 2. Sélection de spectres Vis-NIR de PE obtenus à l'aide d'un analyseur DS2500 et d'une coupelle rotative DS2500 Large Sample Cup. Pour des raisons d'affichage, un décalage des spectres a été appliqué.

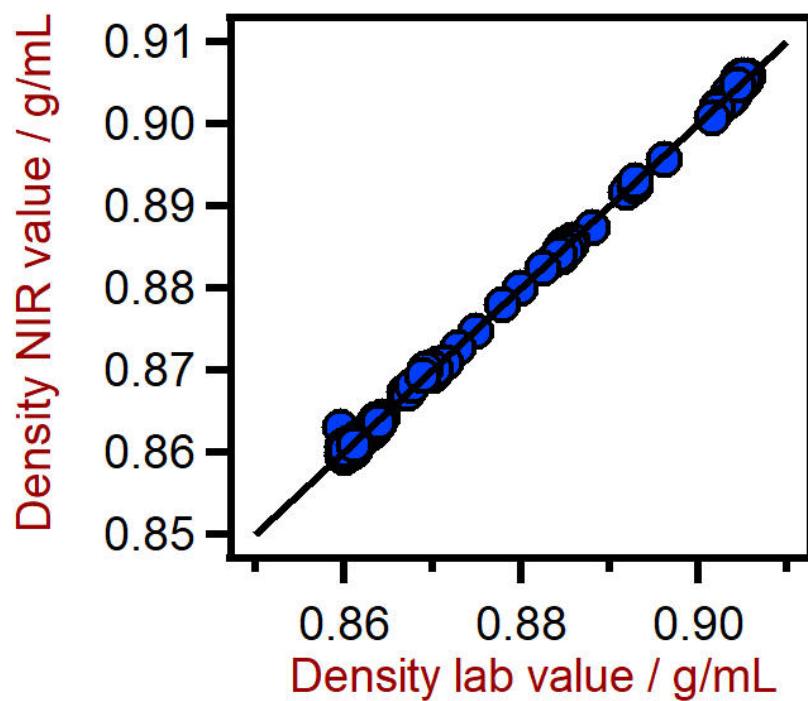


Figure 3. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la densité du PE à l'aide d'un analyseur de solides DS2500. La valeur de laboratoire de la densité a été évaluée par densimétrie.

Tableau 2. Figures de mérite pour la prédiction de la densité du PE à l'aide d'un analyseur de solides DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R ²	0.991
Erreur standard d'étalonnage	0.0005 g/mL
Erreur standard de la validation croisée	0.0005 g/mL

CONCLUSION

Cette note d'application démontre que la densité du PE peut être facilement déterminée par spectroscopie NIR. **Comme aucune préparation d'échantillon n'est**

nécessaire, les échantillons sont analysés tels quels, ce qui permet une utilisation simple conduisant à des résultats très précis (0,0005 g/mL, voir tableau 2).

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr



DS2500 Solid Analyzer

Spectroscopie proche infrarouge robuste pour le contrôle de la qualité en laboratoire et en environnement de production.

L'analyseur DS2500 Analyzer est la solution éprouvée et souple destinée aux analyses de routine de matières solides, de crèmes et, en option, de liquides, tout au long de la chaîne de fabrication. Sa conception robuste fait du DS2500 Analyzer un appareil insensible à la poussière, à l'humidité, aux vibrations ainsi qu'aux variations de température, et donc particulièrement adapté aux rudes conditions d'un environnement de production.

Le DS2500 couvre l'ensemble de la gamme spectrale de 400 à 2 500 nm et fournit des résultats exacts et reproductibles en moins d'une minute. Le DS2500 Analyzer répond aux exigences de l'industrie pharmaceutique et représente une aide précieuse pour les opérations de routine quotidiennes grâce à sa simplicité d'utilisation.

Grâce à des accessoires parfaitement adaptés à l'appareil, il atteint des performances sans précédent avec tous les types d'échantillons, quel que soit le défi qu'ils opposent (matières solides à gros grains comme les granulats ou échantillons semi-solides ou liquides telles les crèmes). La productivité lors de mesures de matières solides peut encore être augmentée par l'utilisation du MultiSample Cup, lequel permet des mesures automatisées en série jusqu'à un maximum de 9 échantillons.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Aperçu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sûre et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

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



DS2500 Récipient d'échantillon, grand

Grand récipient d'échantillon pour l'enregistrement de spectre par réflexion de poudres et de granulés en différents points de l'échantillon avec le NIRS DS2500 Analyzer.