

Quality Control of Polyethylene

Reliable determination of PE density within one minute using NIRS

Determination of the density of polyethylene (PE) (ASTM D792) is normally a challenging procedure due to reproducibility difficulties. Since this parameter is most frequently used to determine the PE type, alternative methods which are sensitive to molecular structure such as FT-IR spectroscopy are also common. However, measurement via FT-IR can also be problematic when larger sample sizes must be analyzed due to sample inhomogeneity.

EXPERIMENTAL EQUIPMENT

PE pellets were measured in reflection mode over the full wavelength range (400–2500 nm) of the DS2500 Solid Analyzer. A rotating DS2500 Large Sample Cup was employed to overcome the distribution of varied particle sizes and chemical components. This allowed automated measurements at different sample locations for a reproducible spectrum acquisition. As displayed in **Figure 1**, samples were measured without any preparation. The Metrohm software package Vision Air Complete was used for all data acquisition and prediction model development.

This application note demonstrates that the DS2500 Solid Analyzer operating in the visible and near-infrared spectral region (Vis-NIR) provides a **reliable and fast solution** for determination of the density of PE. With **no sample preparation or chemicals needed**, Vis-NIR spectroscopy allows the analysis of larger, inhomogeneous sample sizes of PE in **less than a minute**.

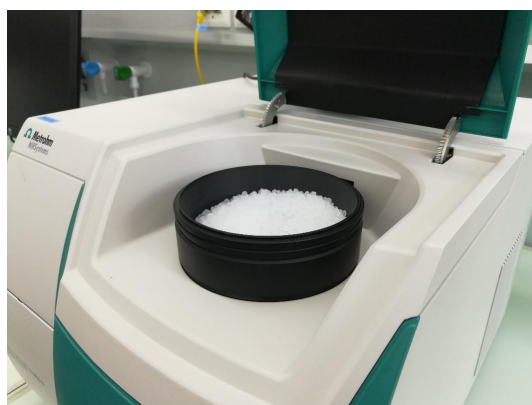


Figure 1. DS2500 Solid Analyzer and PE pellets present in the rotating DS2500 Large Sample Cup.

Table 1. Hardware and software equipment overview

Equipment	Metrohm number
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Large Sample Cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RESULT

The obtained Vis-NIR spectra (Figure 2) were used to create prediction models for quantification of the density content. The quality of the prediction models was evaluated using correlation diagrams, which

display the relationship between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.

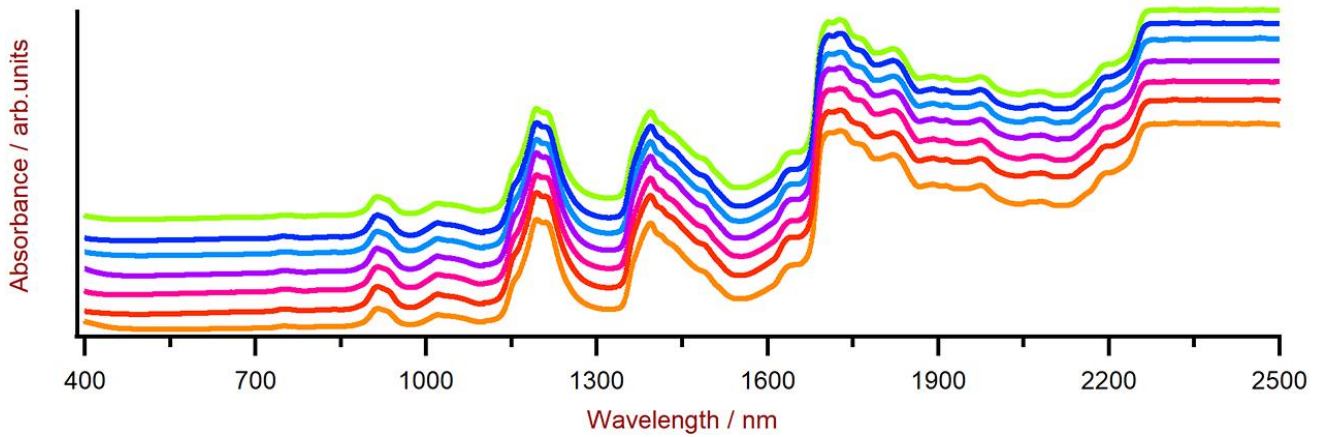


Figure 2. Selection of PE Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Analyzer and a rotating DS2500 Large Sample Cup. For display reasons a spectra offset was applied.

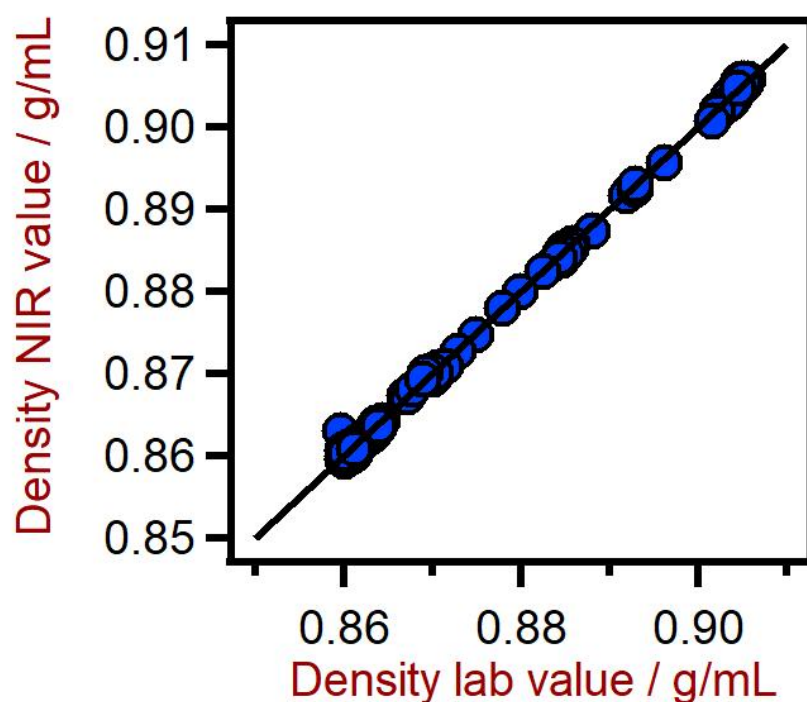


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of the density of PE using a DS2500 Solid Analyzer. The density lab value was evaluated using densimetry.

Table 2. Figures of merit for the prediction of the density of PE using a DS2500 Solid Analyzer.

Figures of merit	Value
R^2	0.991
Standard error of calibration	0.0005 g/mL
Standard error of cross-validation	0.0005 g/mL

CONCLUSION

This application note demonstrates that the density of PE can be determined easily with NIR spectroscopy. Since no sample preparation is needed, samples are

analyzed as they are, which allows for simple operation leading to highly precise results (0.0005 g/mL, see Table 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.