



Application Note AN-NIR-082

Contrôle de la qualité du polypropylène

Détermination non destructive de la vitesse d'écoulement de la matière fondues sans essais rhéologiques

En tant que résine à usage général, le polypropylène (PP) est largement utilisé dans des industries telles que la fabrication électronique et la construction, ainsi que dans les matériaux d'emballage en raison de ses propriétés d'isolation et de traitement. Les résines PP doivent d'abord être fondues afin d'obtenir la forme voulue, et les propriétés d'écoulement sont donc des caractéristiques importantes qui affectent le processus de production. L'un des paramètres décrivant les caractéristiques d'écoulement est le taux

d'écoulement de la matière fondues (MFR). Il s'agit d'une mesure de la masse de matériau qui sort de la filière pendant une période donnée (ASTM D1238). La procédure standard nécessite une quantité de travail importante pour l'emballage de l'échantillon, le préchauffage et le nettoyage. **Sans préparation d'échantillon ni produits chimiques**, la spectroscopie Vis-NIR permet d'analyser la MFR en **moins d'une minute**.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Les granulés de PP ont été mesurés avec un analyseur de solides DS2500 en mode réflexion sur toute la gamme de longueurs d'onde (400-2500 nm). Pour minimiser les effets de la taille des particules, un grand godet d'échantillonnage rotatif DS2500 a été utilisé. Cet accessoire permet une mesure automatisée à différents endroits de l'échantillon pour une acquisition reproductible du spectre. 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.

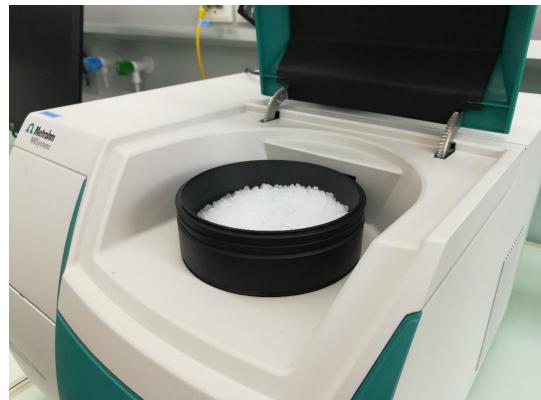


Figure 1. Analyseur de solides DS2500 avec des pastilles de PP remplies dans le grand godet rotatif du DS2500.

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 |

RESULTATS

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 corrélation 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.

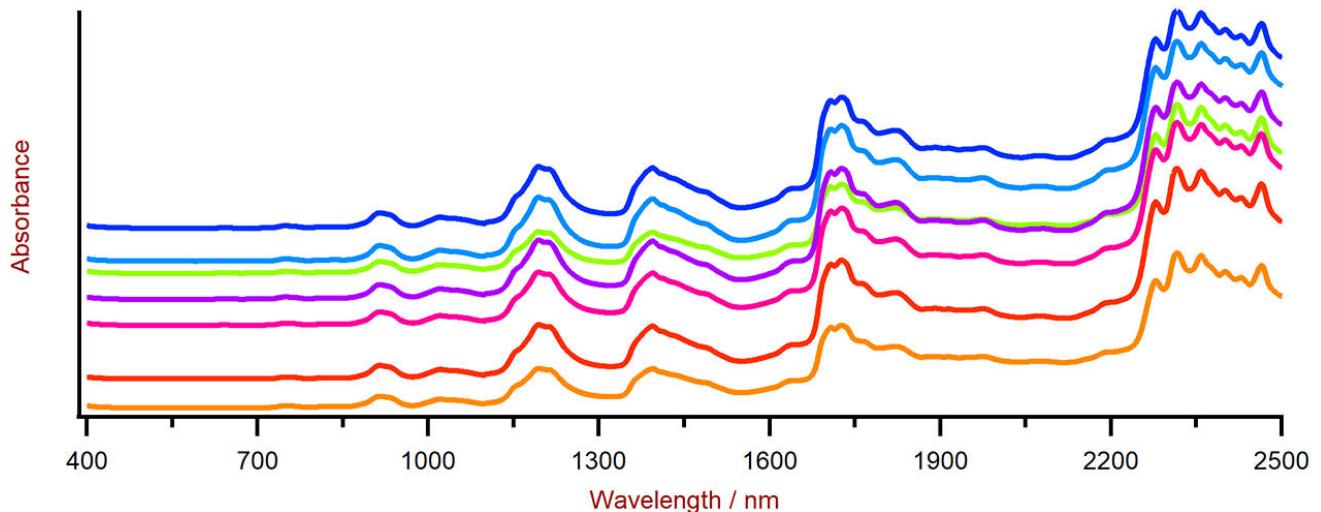


Figure 2. Affichage d'une sélection de spectres Vis-NIR de PP obtenus à l'aide d'un analyseur DS2500 et d'une coupelle rotative DS2500 Large Sample Cup. Un décalage a été appliqué aux spectres pour les rendre plus faciles à visualiser.

RESULTATS

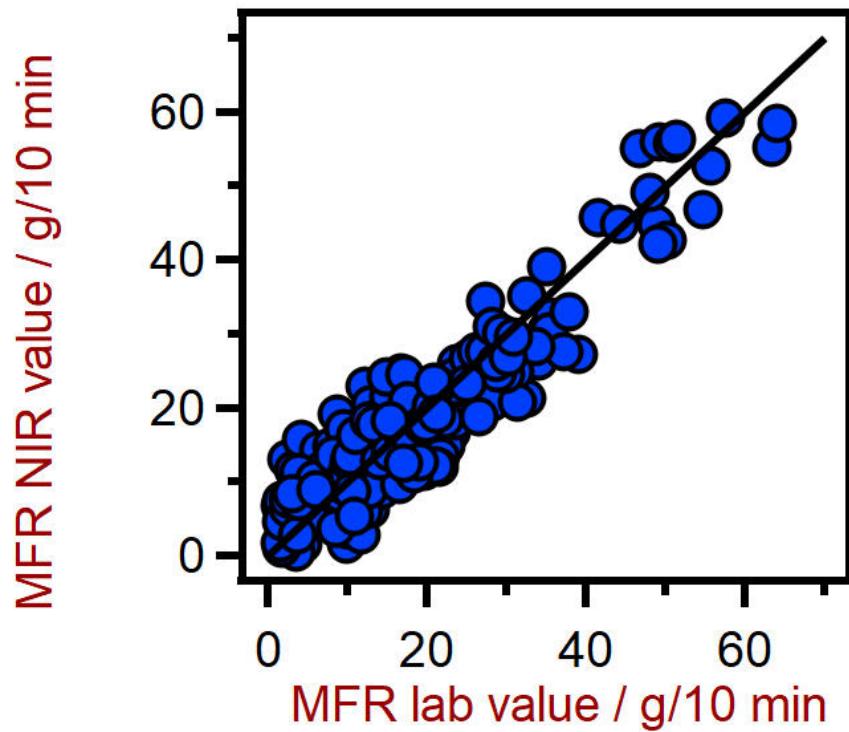


Figure 3. Diagramme de corrélation pour la prédiction du MFR à l'aide d'un analyseur de solides DS2500. Les valeurs de laboratoire ont été obtenues à l'aide d'un indexeur de flux de matière fondue.

Tableau 2. Chiffres de mérite pour la prédition du débit de fusion (MFR) des échantillons de polypropylène à l'aide d'un analyseur de solides DS2500.

| Figures de mérite | Valeur |
|--|-----------------|
| R ² | 0.865 |
| Erreur standard d'étalonnage | 4.99 g / 10 min |
| Erreur standard de la validation croisée | 7.00 g / 10 min |

CONCLUSION

Cette note d'application démontre la faisabilité de la spectroscopie NIR pour l'analyse du MFR dans les échantillons de polypropylène. Par rapport à la méthode standard (ASTM D1238) (**tableau 3**), la

réduction du temps d'analyse et de la charge de travail est un avantage majeur de la spectroscopie NIR.

Tableau 3. Aperçu du temps nécessaire à l'obtention d'un résultat pour la détermination du débit de la matière fondue avec la méthode standard ASTM D1238.

| Paramètres | Méthode | Délai d'obtention des résultats et flux de travail |
|-------------------------|----------------------|---|
| Débit de matière fondue | Extrusion ASTM D1238 | 20 minutes ; emballage du matériel, préchauffage, mesure, nettoyage |

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.