



Application Note AN-NIR-119

Détermination de la teneur en eau et de la rhéologie des polyoléfines fluorées à l'aide de la NIRS

Résultats de l'analyse de l'humidité et du débit de matière fondue en quelques secondes

RÉSUMÉ

L'éthylène tétrafluoroéthylène (ETFE) est un copolymère partiellement fluoré d'éthylène et de tétrafluoroéthylène. L'ETFE est un polymère transformable à l'état fondu, conçu pour offrir une résistance élevée à la corrosion et une grande solidité dans une large gamme de températures. Certains paramètres de qualité clés qui doivent être contrôlés pendant la production de polyoléfines fluorées sont le

taux de fluidité (MFR) et la teneur en humidité. La mesure de ces paramètres implique généralement l'utilisation de produits chimiques et peut prendre beaucoup de temps. La spectroscopie dans le proche infrarouge (NIRS) offre aux utilisateurs une prédiction rapide et fiable des principaux paramètres de qualité de l'ETFE **sans aucune procédure de préparation ou de nettoyage de l'échantillon.**

273 échantillons de pastilles d'ETFE avec différents MFR et taux d'humidité ont été mesurés sur un analyseur spectroscopique dans le proche infrarouge Metrohm en mode réflexion. Toutes les mesures ont été effectuées en rotation à l'aide d'une grande

coupelle d'échantillon afin de réduire l'effet de lumière parasite causé par la taille variable des particules. Une superposition des spectres des échantillons est présentée à la **figure 1**.

Les spectres NIR obtenus (**figure 1**) ont été utilisés pour créer un modèle de prédiction permettant de quantifier le MFR et la teneur en eau dans l'ETFE. La qualité du modèle de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de corrélation (**figures 2 et 3**), qui

montrent une forte corrélation entre la prédiction NIR et les valeurs de référence. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction lors d'une analyse de routine.

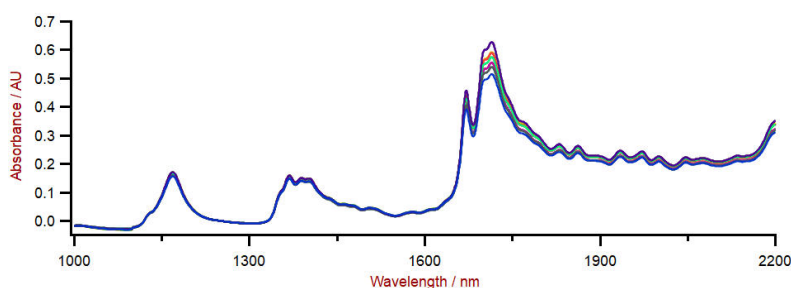


Figure 1. Spectres NIR superposés d'échantillons d'ETFE analysés sur un analyseur spectroscopique proche infrarouge Metrohm avec une grande coupelle d'échantillon.

RÉSULTAT DÉBIT DE LA MATIÈRE FONDUE

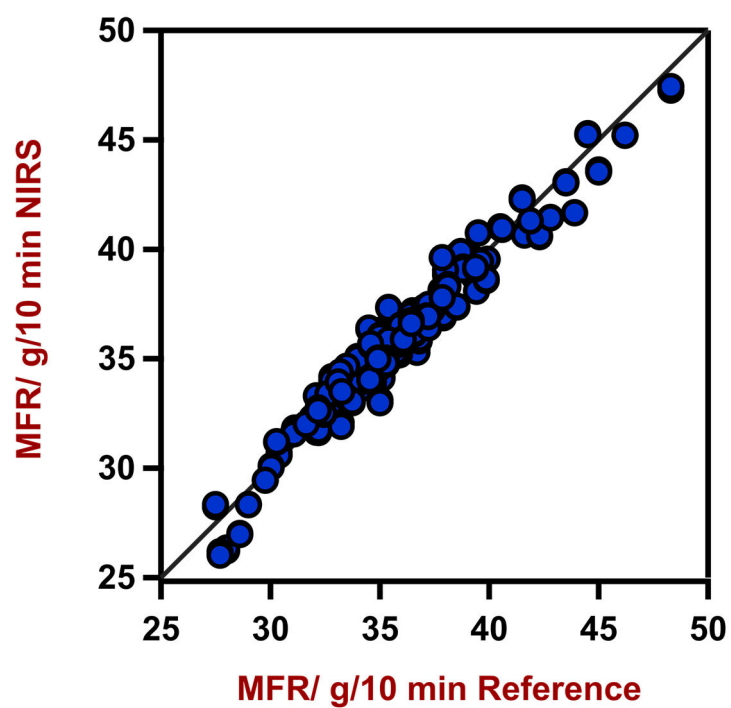


Figure 2. Diagramme de corrélation et figures de mérite respectives pour la prédiction du débit de matière fondue dans l'ETFE.

Chiffres du mérite	Valeur
R^2	0.9413
Erreur standard d'étalonnage	0.96 g/10 min
Erreur standard de la validation croisée	0.98 g/10 min

RÉSULTAT TENEUR EN EAU

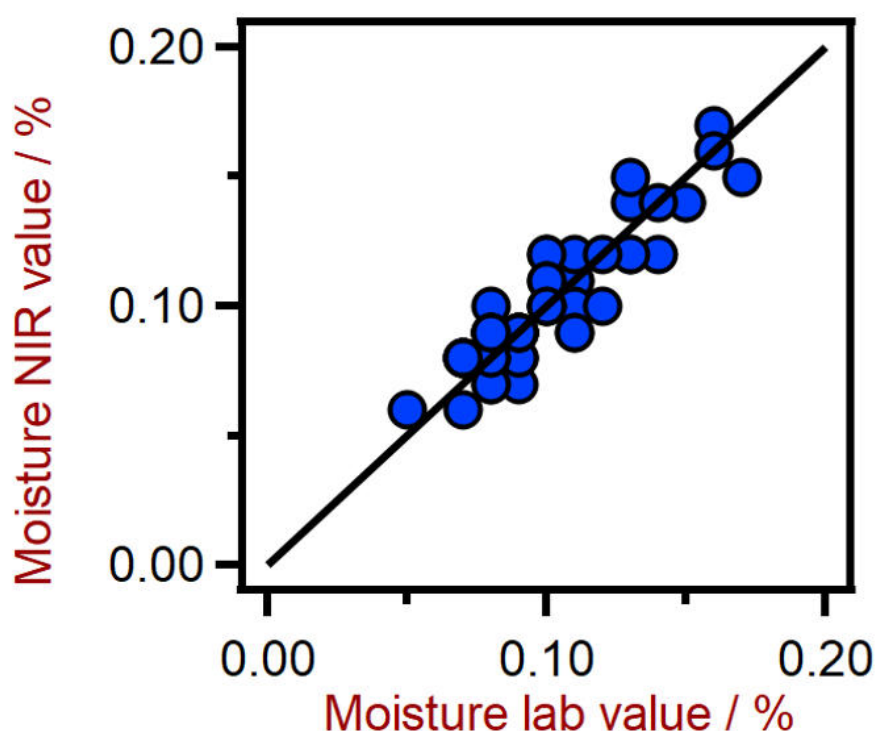


Figure 3. Diagramme de corrélation et figures de mérite respectives pour la prédiction de la teneur en eau dans l'ETFE

Chiffres du mérite	Valeur
R^2	0.840
Erreur standard d'étalonnage	0.011%
Erreur standard de la validation croisée	0.012%

CONCLUSION

Cette note d'application démontre qu'il est possible de déterminer les propriétés mécaniques et d'analyser l'humidité des polyoléfinés fluorés comme l'ETFE à l'aide de la spectroscopie NIRS. Par rapport aux méthodes analytiques standard (**tableau 1**), le

contrôle de la qualité par spectroscopie NIR présente des avantages évidents en termes de temps d'analyse. En outre, la manipulation des échantillons avec la spectroscopie proche infrarouge est plus facile et plus sûre puisqu'aucun produit chimique n'est nécessaire.

Tableau 1. Aperçu des délais d'obtention des résultats pour les différents paramètres de qualité clés.

Paramètres	Methode	Délai d'obtention des résultats
Débit de matière fondue	Indexeur de flux de matière fondue	20 min (mesure et nettoyage)
Humidité	Karl Fischer titration	3–5 min

CONTACT

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

info@metrohm.fr