



Application Note AN-NIR-124

# Détermination de la teneur en polyéthylène dans les granulés de polypropylène par NIRS

## Analyse rapide des polyoléfines recyclées

Après le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) est le plastique le plus utilisé dans le monde. Le recyclage de ces polyoléfines est problématique, car il est difficile de séparer le polyéthylène du polypropylène en utilisant la séparation par flottaison. L'augmentation de la teneur en PE dans le PP entraîne une faible force de liaison interfaciale qui pourrait avoir un impact négatif sur les propriétés mécaniques du produit moulé final.

Cette note d'application présente une méthode efficace pour déterminer la composition des

polyoléfines sur la base d'une analyse par spectroscopie proche infrarouge (NIRS). Le principal avantage de cette méthode est qu'elle permet d'obtenir rapidement des résultats. Comparée à la méthode standard qui prend du temps (c'est-à-dire la calorimétrie différentielle à balayage ou DSC), l'analyse de la teneur en polyéthylène dans le polypropylène à l'aide de la spectroscopie dans le proche infrarouge est réalisée en quelques secondes seulement.

## MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

Différents mélanges de polymères ( $n = 54$ ) avec une teneur en polyéthylène variant de 0,5 à 35 % ont été produits dans un mélangeur. La teneur en polyéthylène a été déterminée par pesée avant la production des mélanges de polymères. Toutes les mesures sur l'analyseur OMNIS NIR Solid (**figure 1**) ont été effectuées en rotation à l'aide d'une grande coupelle d'échantillon pour calculer la moyenne des spectres des sous-échantillons. Cette configuration de l'échantillon réduit l'influence de la distribution de la taille des particules de polymère.



**Figure 1.** OMNIS NIR Analyzer Solid.

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

| Équipement                            | Numéro Metrohm |
|---------------------------------------|----------------|
| OMNIS NIR Analyzer Solid              | 2.1071.0010    |
| Grand support OMNIS NIR, 100 mm       | 6.07402.100    |
| Grand godet OMNIS NIR, 100 mm         | 6.07402.110    |
| OMNIS Stand-Alone licence             | 6.6072.208     |
| Licence du logiciel Quant Development | 6.06008.002    |

## RÉSULTAT

Les spectres NIR obtenus (**figure 2**) ont été utilisés pour créer des modèles de prédiction pour deux gammes différentes de teneur en polyéthylène. Le premier diagramme de corrélation (**figure 3**) montre la relation entre la prédiction NIR et les valeurs de référence dans la plage de 0,5 à 35,0 % de teneur en

PE. La **figure 4** montre la corrélation dans la plage de teneur en polyéthylène de 0,5 à 9,0 %. Les figures de mérite respectives (FOM) montrent qu'en sélectionnant une plage plus petite, l'erreur absolue peut être plus faible qu'en utilisant la plage complète de PE.



**Figure 2.** Spectres NIR de différents mélanges de polymères à teneur variable en polyéthylène.

## RÉSULTAT TENEUR EN PE : 0.5-35.0%



**Figure 3.** Diagramme de corrélation et FOM respectifs pour la prédiction de la teneur en polyéthylène dans la plage de 0,5 à 35,0 %.

| SEC (%) | SECV (%) | R <sup>2</sup> CV |
|---------|----------|-------------------|
| 0.94    | 1.10     | 0.987             |

## RÉSULTAT TENEUR EN PE : 0.5-9.0%



**Figure 4.** Diagramme de corrélation et les FOM respectifs pour la prédiction de la teneur en polyéthylène dans la plage de 0,5 à 9,0 %.

| SEC (%) | SECV (%) | R <sup>2</sup> CV |
|---------|----------|-------------------|
| 0.51    | 0.60     | 0.950             |

## CONCLUSION

Cette note d'application montre la faisabilité de la spectroscopie NIR pour l'analyse des polyoléfines. La détection de concentrations de PE inférieures à 5 % avec la méthode standard de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) peut s'avérer difficile et fastidieuse. Par rapport aux mesures DSC (**tableau 2**),

l'analyse dans le proche infrarouge permet un gain de temps considérable : la mesure d'un échantillon est effectuée en quelques secondes. Outre la teneur en PE, la NIRS permet également de déterminer des paramètres physiques tels que la densité.

**Tableau 2.** Aperçu des délais d'obtention des résultats pour le paramètre de la teneur en polyéthylène.

| Paramètres    | Méthode                                | Délai d'obtention des résultats |
|---------------|----------------------------------------|---------------------------------|
| Contenu en PE | Calorimétrie différentielle à balayage | 60 min par échantillon          |

## CONTACT

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

info@metrohm.fr

## CONFIGURATION



### OMNIS NIR Analyzer Solid

**Spectromètre proche infrarouge pour échantillons solides et visqueux.**

L'OMNIS NIR Analyzer est la solution de spectroscopie proche infrarouge (NIRS) développée et produite selon les normes de qualité suisses pour les analyses de routine tout au long de la chaîne de fabrication. L'utilisation des technologies les plus récentes et l'intégration dans le logiciel OMNIS moderne se reflètent dans la vitesse, la facilité d'utilisation et la flexibilité d'utilisation de ces spectromètres NIR.

Vue d'ensemble des avantages de l'OMNIS NIR Analyzer Solid :

- Mesures d'échantillons solides et visqueux en moins de 10 secondes
- Mesures multi-positions automatisées pour des résultats reproductibles même avec des échantillons non homogènes
- Intégration simple dans un système d'automatisation ou liaison avec d'autres technologies d'analyse (titrage)
- Prise en charge de nombreux récipients d'échantillon



#### Grand support OMNIS NIR, 100 mm

Grand support pour grand récipient d'échantillon OMNIS NIR, 100 mm (6.07402.110).

Permet un positionnement univoque du récipient d'échantillon et sa rotation.