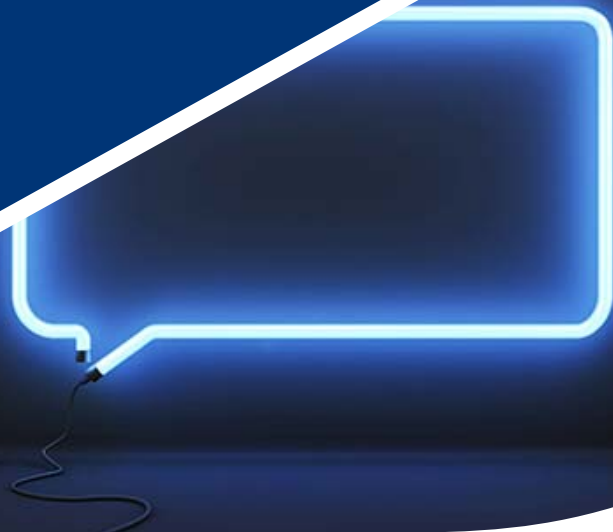


# DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE NIR POUR LES LIANTS POLYOLÉFINES

*MARDI 15 OCTOBRE 2019*

*LECOMTE Margaux*  
*Technicienne analyse*



 Hélio  
**SPIR**

**ARKEMA**  
INNOVATIVE CHEMISTRY

# INTRODUCTION

---

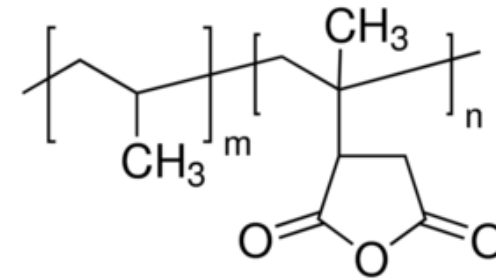
Qu'est ce  
qu'un liant  
polyoléfine?

Les méthodes  
de référence:  
MIR & HPLC

Développement  
de la méthode  
NIR

# QU'EST CE QU'UN LIANT POLYOLÉFINE ?

- Le polymère va être fonctionnalisé dans le but d'adhérer aux couches voisines
  - besoin de vérifier le taux de greffage du polymère (MIR)
  - besoin de vérifier le taux de monomère résiduel (réglementation, HPLC)



- Applications multicouches



Exemple d'application multicouche

# COMMENT DÉVELOPPER UNE MÉTHODE NIR?

---

- Besoin d'une méthode de référence : MIR / HPLC

- Analyse plus ou moins facile à installer en laboratoire de contrôle

- Méthode NIR

- Pas de préparation d'échantillons

- Analyse des produits directement après production

**MAIS**

- Besoin de beaucoup d'échantillons sur toute la gamme d'étalonnage

# LES MÉTHODES DE RÉFÉRENCE : MIR & HPLC

---

## Le moyen infrarouge pour l'AM greffé :

- Pressage des granulés à l'aide d'une presse chauffante
- Etuvage des films 1 nuit à 120°C sous vide
- Détermination du taux d'AM greffé sur une bande précise (1780cm<sup>-1</sup>)

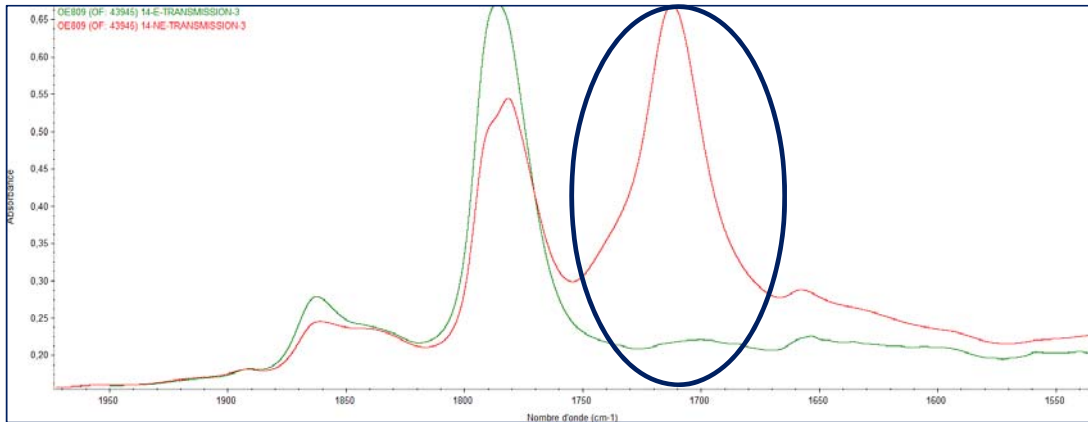
→ Temps technicien : 1h (pour un échantillon)

## L'HPLC pour l'AM libre :

- Cryobroyage
- Extraction
- Détermination du taux d'AM libre par élution LC/UV

→ Temps technicien : 4h (pour une prise d'essai)

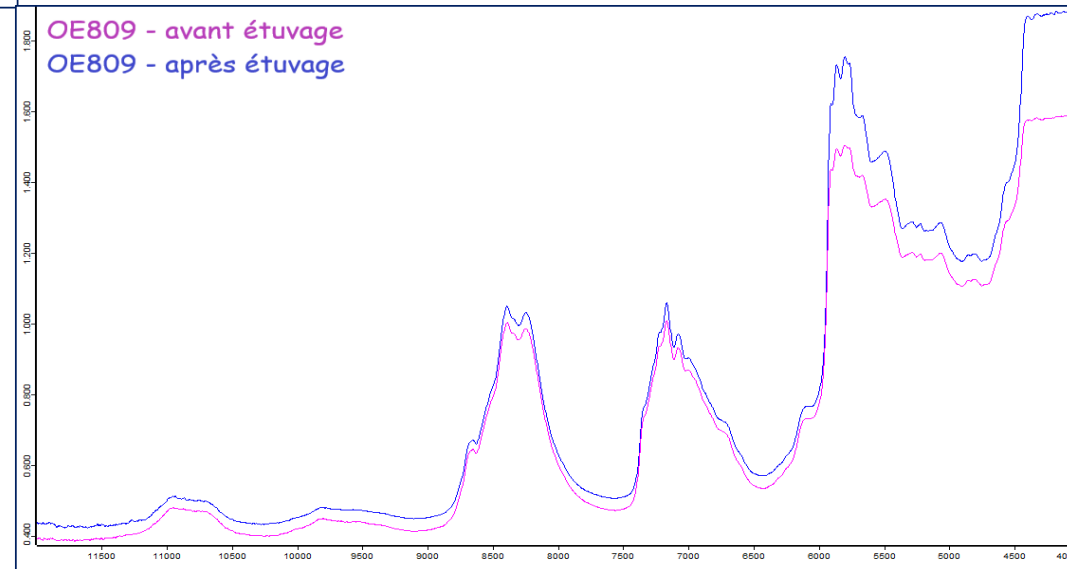
# ALLURE DES SPECTRES NIR ET MIR : AM GREFFÉ



Spectres MIR

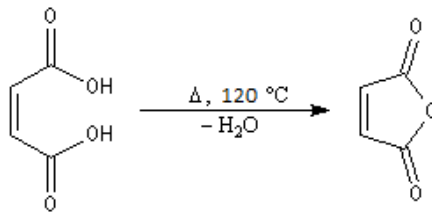
→ Non visible en NIR

Spectres NIR

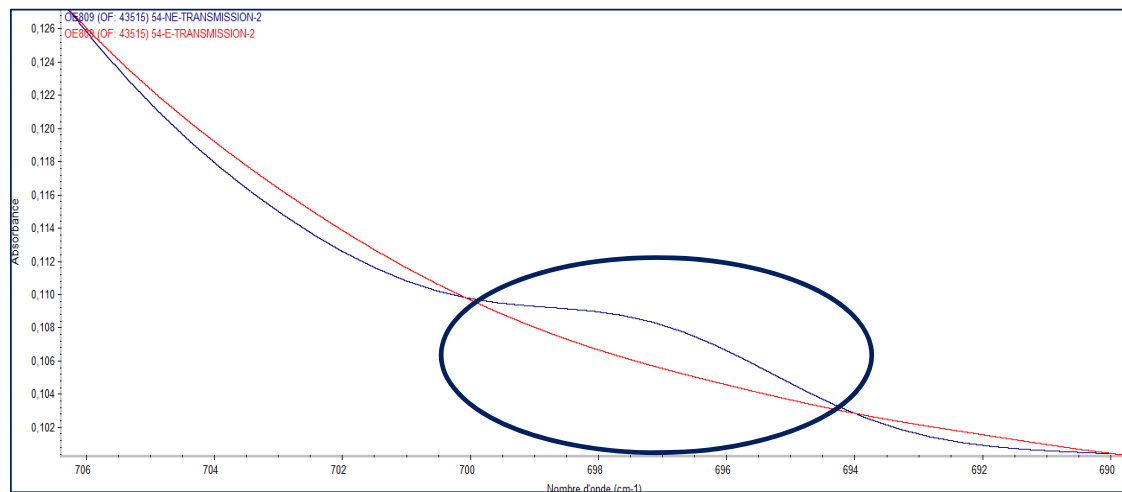


○ Phénomène d'hydrolyse

→ Visible en MIR



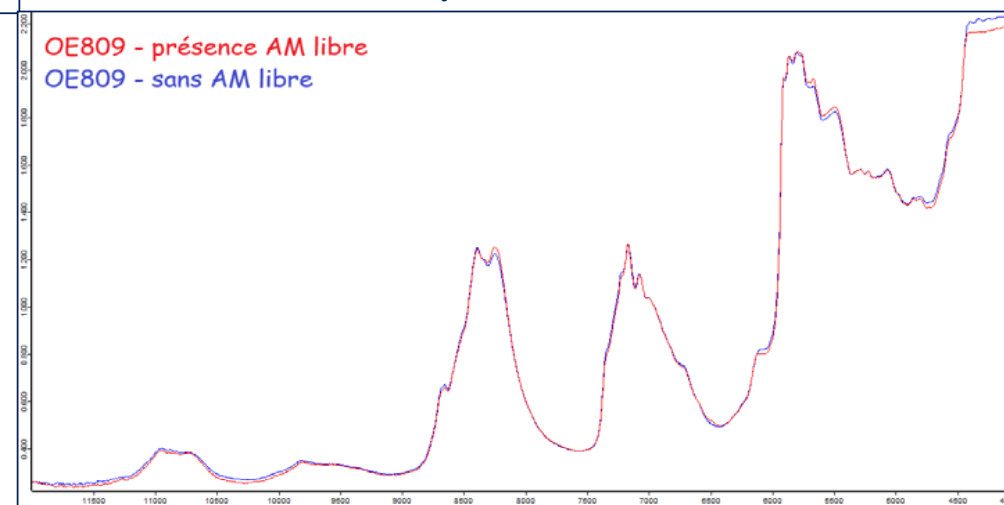
# ALLURE DES SPECTRES NIR ET MIR : AM LIBRE



Spectres MIR

→ Non visible en NIR

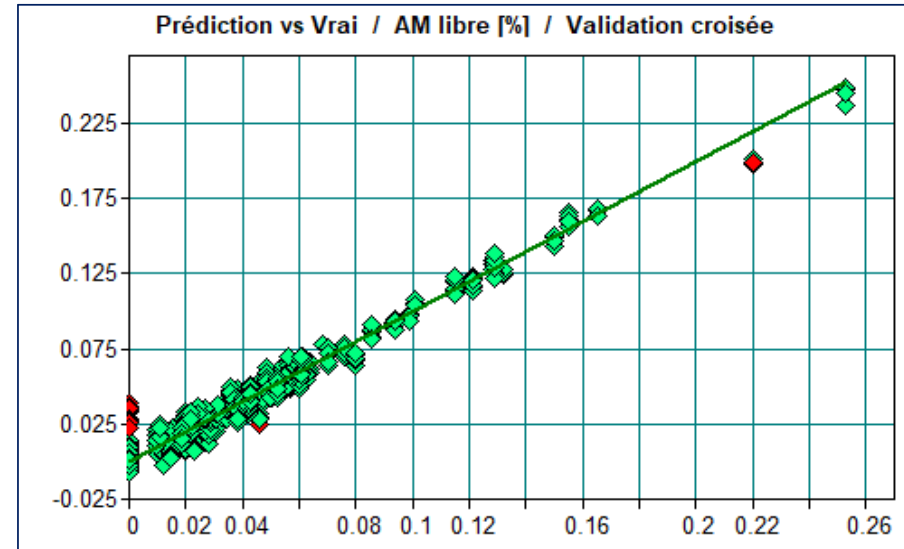
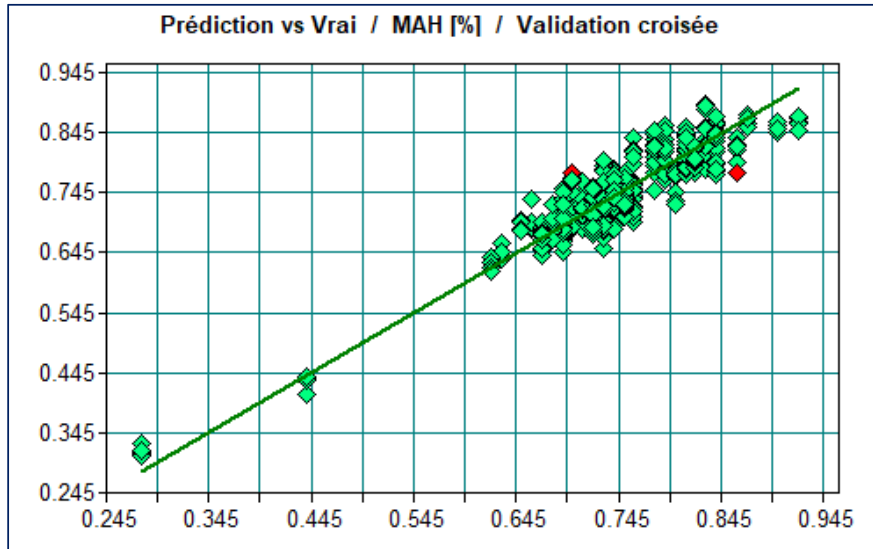
Spectres NIR



○ Présence d'AM libre

→ Visible en MIR

# DÉVELOPPEMENT DE MÉTHODES NIR



Courbes de validation AM greffé et AM libre

- Gamme d'étalonnage : 0,28 à 0,92 %
- Nombre d'échantillons : 116
- Nombre de facteurs : 12
- RMSECV : 0,0305

- Gamme d'étalonnage : 0 à 0,25 %
- Nombre d'échantillons : 182
- Nombre de facteurs : 15
- RMSECV : 0,00748



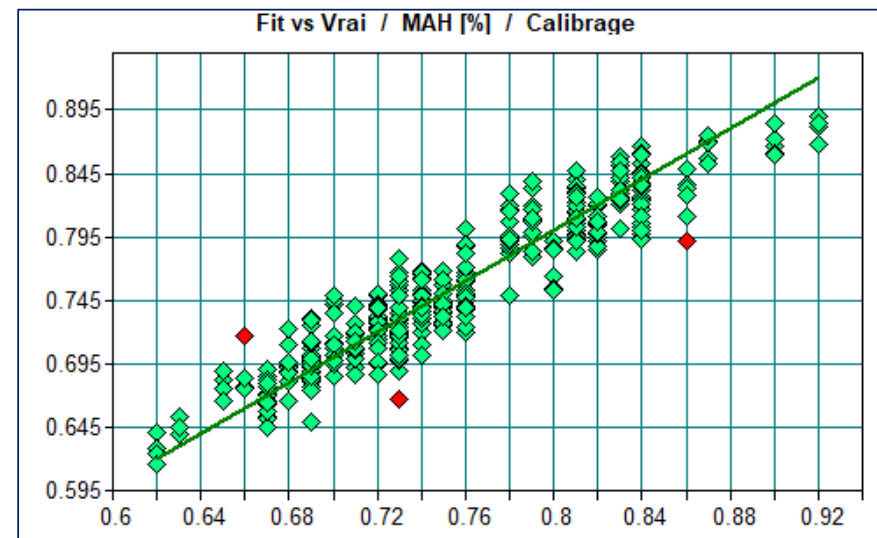
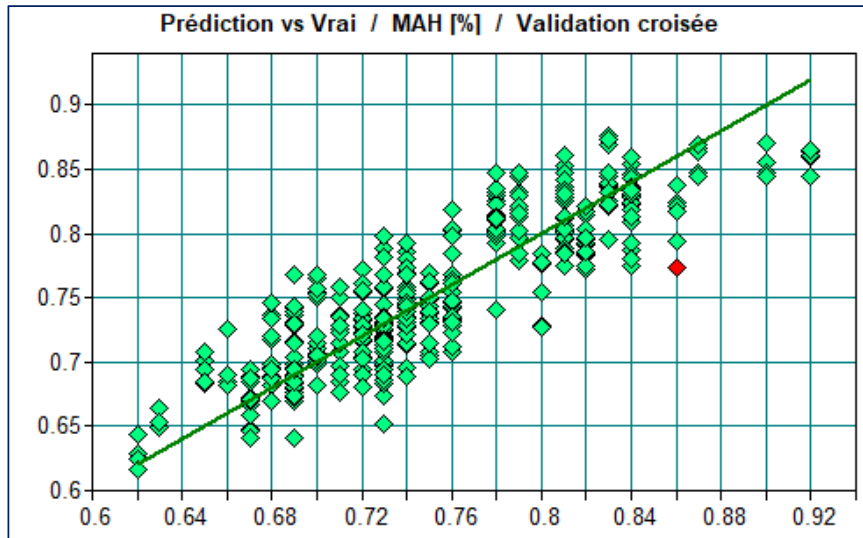
## CONCLUSION

---

Pour le développement d'un modèle NIR, nous avons besoin :

- Méthodes de référence MIR/HPLC : méthodes connues et utilisées depuis des années mais compliqué à mettre en place en laboratoire de contrôle
- Méthode NIR : analyse rapide et directement après la production  
→ Attention au phénomène d'hydrolyse
- NIR déployé dans les usines ARKEMA et fonctionne bien

# DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE NIR



Courbes de calibration et de validation

- Gamme d'étalonnage : 0,62 à 0,92 %
- Nombre d'échantillons : 116
- Nombre de facteurs : 12
- RMSECV : 0,0307