

# ARKEMA

Safia Montagnier  
Margaux Lecomte  
Perrine hebert  
perrine.hebert@arkema.com

Dosage d'acides à  
base de phosphore  
dans des poudres de  
polyamide 11 par  
spectroscopie  
proche-infrarouge

25/11/2021

1 – Qui sommes nous ? Que faisons nous ?

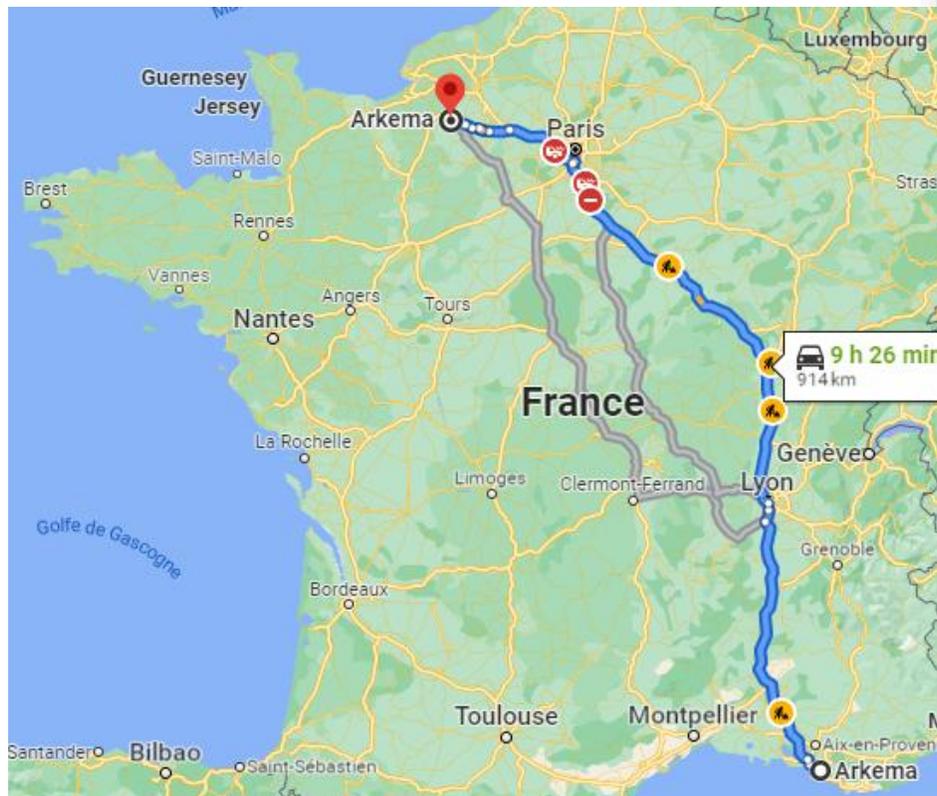
2-Comment doser les acides phosphorés des Rilsan® powder pour une meilleure maitrise du procédé ?

3- Pourquoi/Comment intégrer de la spectroscopie proche infrarouge ?

1

Qui sommes nous ?  
Que faisons nous ?

# L'établissement de Serquigny : un centre de recherche, une usine



# Les gammes de produits fabriquées à Serquigny



**PEBAx**  
BY ARKEMA

**PEBAx**  
MED  
BY ARKEMA

**PEBAx**  
RNEW  
BY ARKEMA

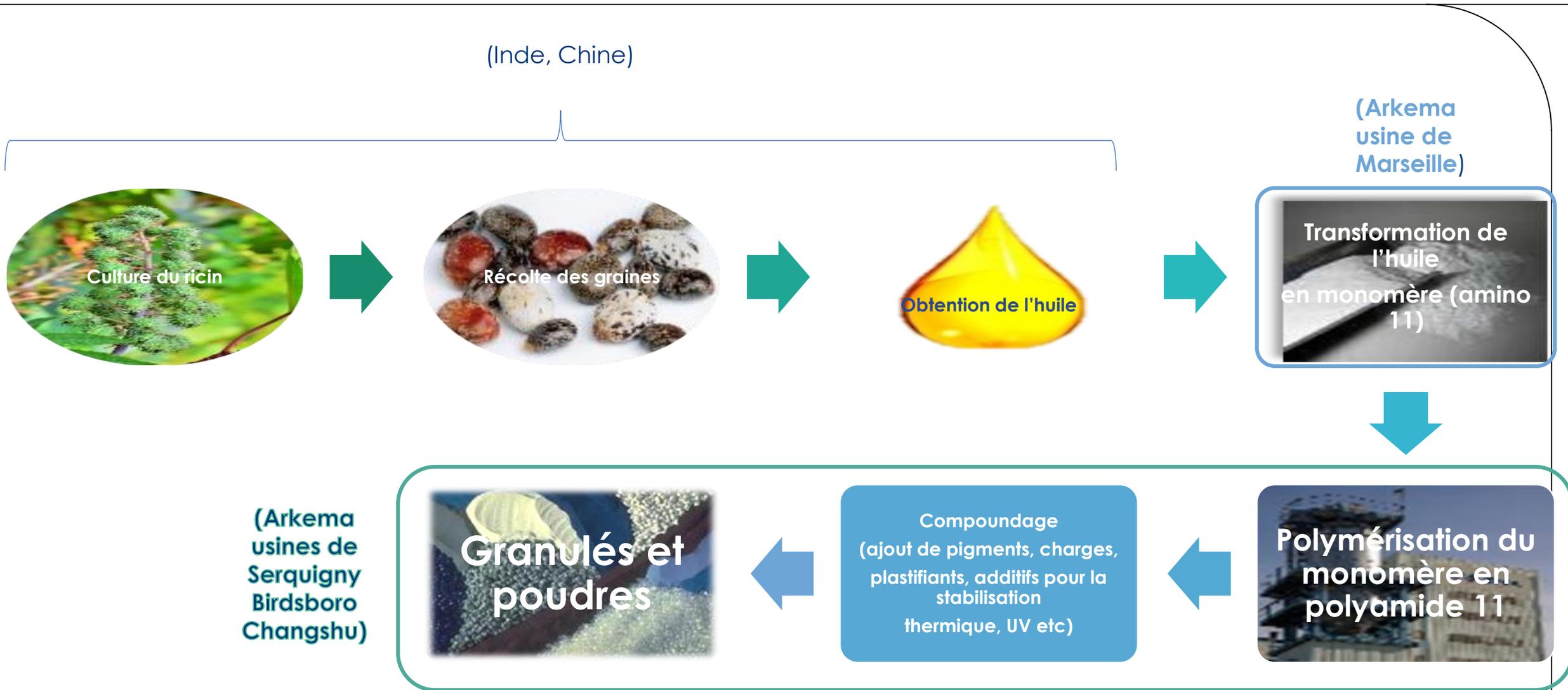
**RILSAN**  
BY ARKEMA

**RILSAN**  
FINE POWDERS  
BY ARKEMA

**RILSAN**  
HT  
BY ARKEMA

**RILSAN**  
CLEAR  
BY ARKEMA

**RILSAMID**  
BY ARKEMA



# Les principaux marchés

## TRANSPORT

Remplacement du  
métal  
Allègement



## PETROLE et GAZ

Résistance dans des  
conditions extrêmes



## Revêtements poudres

Résistance à l'abrasion  
Résistance aux chocs

## ELECTRICITE ELECTRONIQUE



## Impression 3 D

Excellente finition  
Très grande résistance



## SPORTS

Légèreté  
Nervosité



# 2

Comment doser les  
acides phosphorés  
des Rilsan® powder  
pour une meilleure  
maîtrise du procédé ?

# Dosage des acides phosphorés

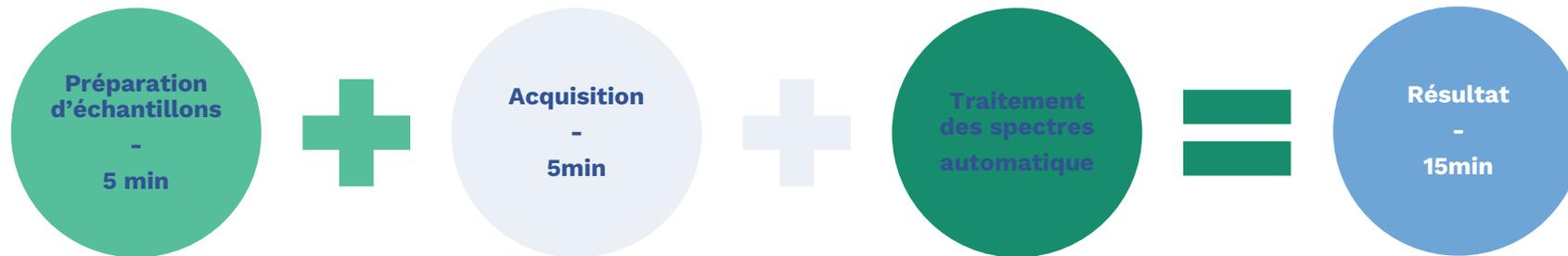
- Utilisés en tant que catalyseurs ou antioxydants
- Garantie d'un produit conforme

Méthode analytique de référence utilisée :

## RMN :



# Fluorescence X:



→ Mais ... Pas de différenciation des espèces

# 3

Pourquoi/Comment  
intégrer la  
spectroscopie proche  
infrarouge ?

# La spectroscopie proche infrarouge chez ARKEMA

→ La spectroscopie proche infrarouge est de plus en plus présente chez ARKEMA

En R&D

Au pilote

En fabrication



→ Que ce soit:

At line

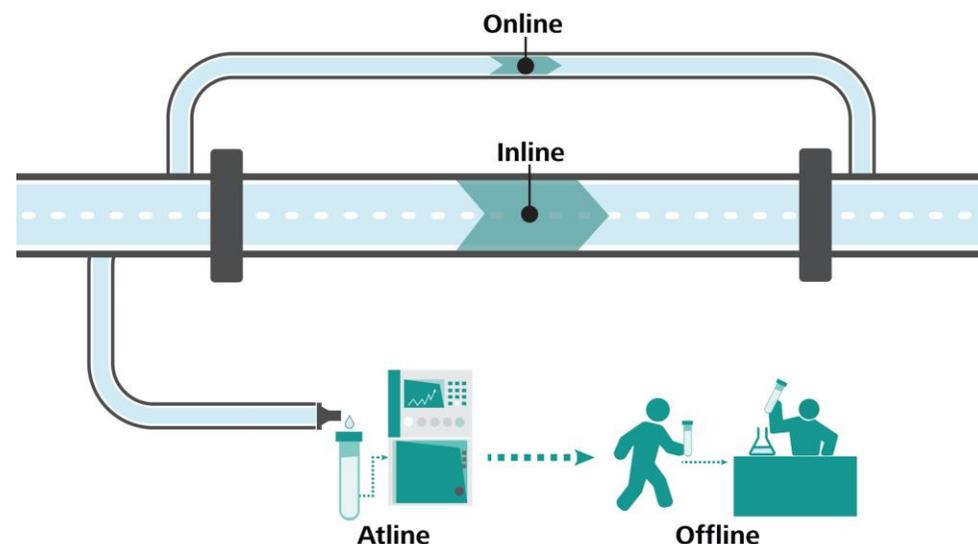
In line

On line

→ Sur des spectromètres

« traditionnels »

miniaturisés



# Pourquoi l'intégration de la spectroscopie proche infrarouge pour ce besoin ?

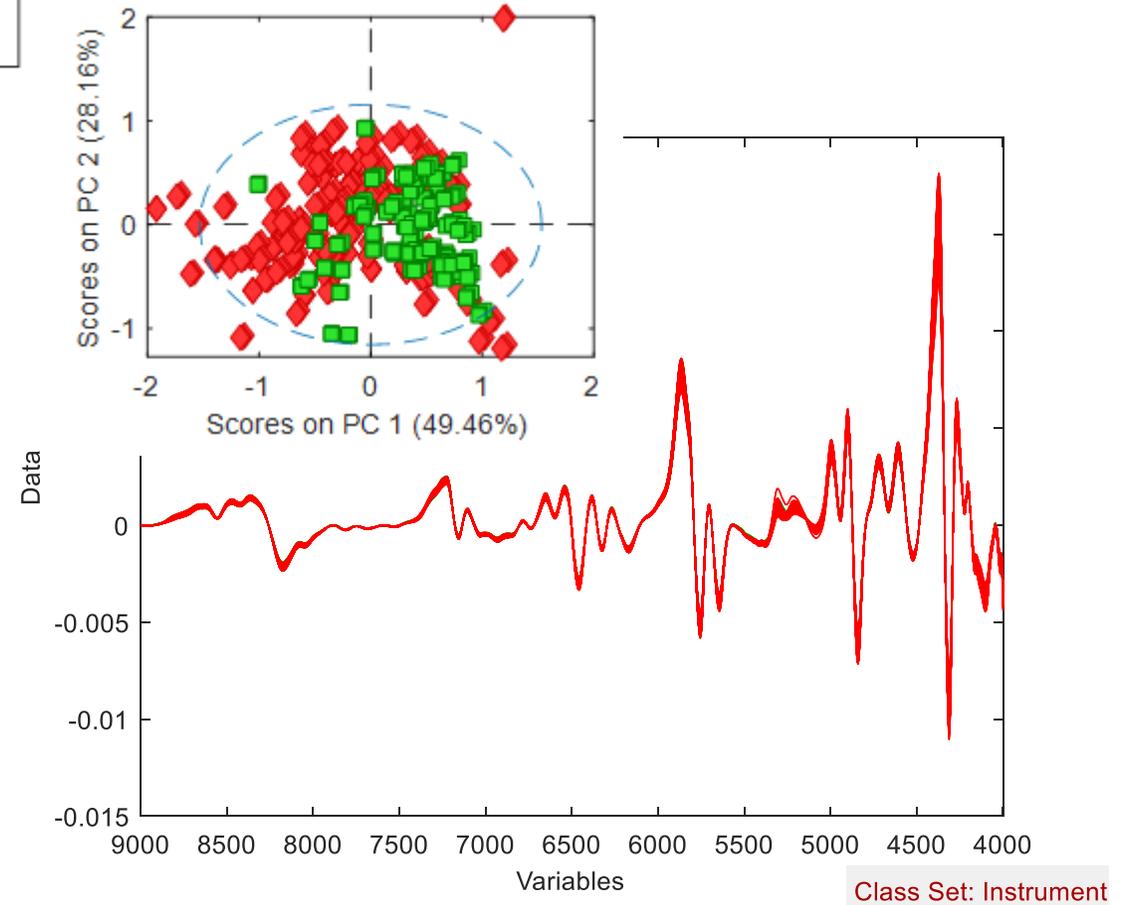
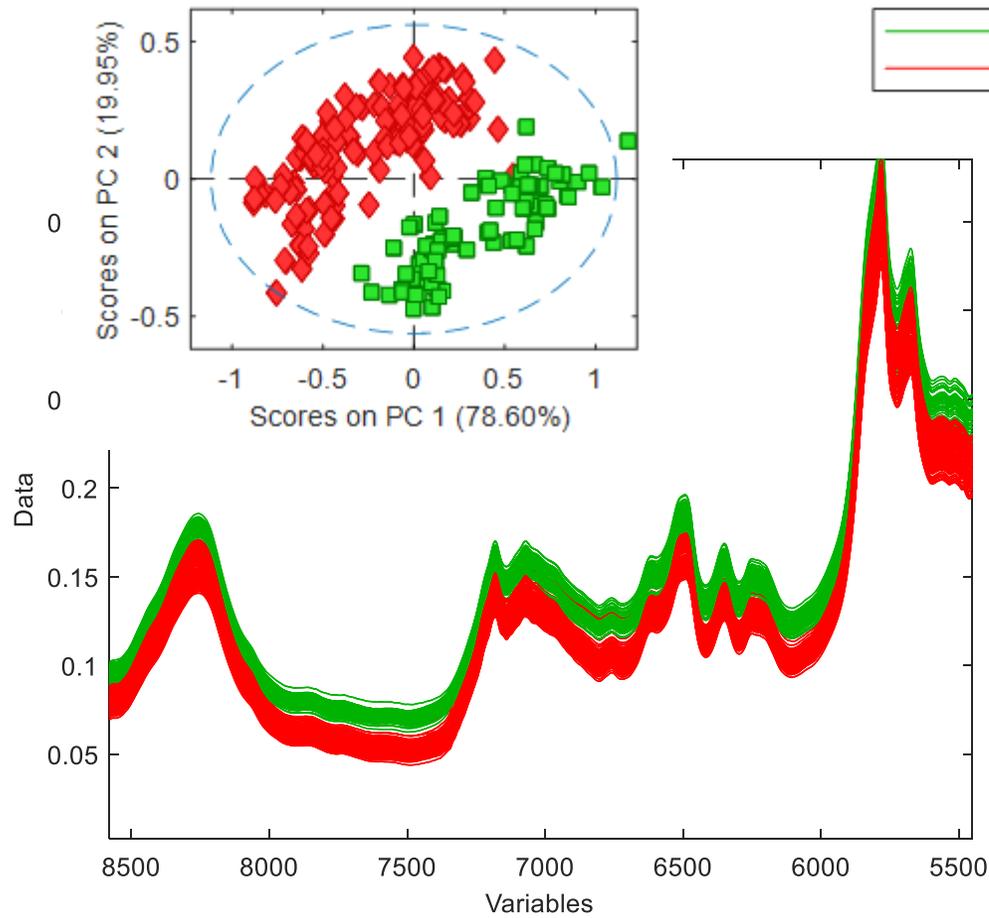
## Avantages:

- **Permet de différencier les espèces et de les doser**
- **Evite la préparation d'échantillon**
- **Evite les pollutions**
- **Très rapide**
- **Peut être utilisé en ligne, en salle de contrôle ou au labo**

## Inconvénients:

- **Nécessité d'avoir une méthode de référence**
- **Besoin de beaucoup de données sur toute la gamme et de façon homogène**
- **Besoin de chimiométrie**

# Spectres/ACP avant et après traitement vs instrument



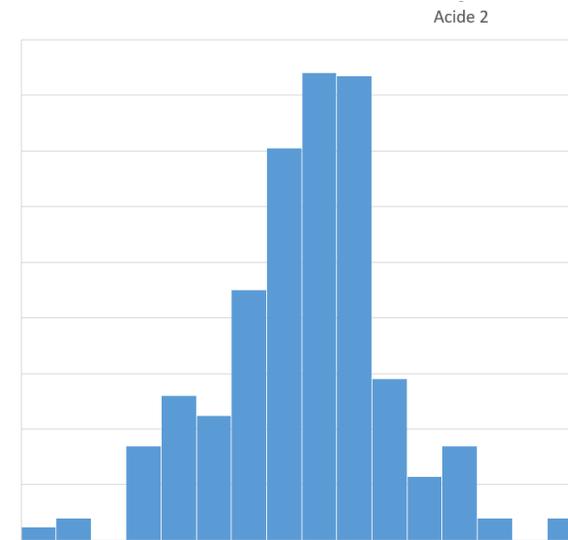
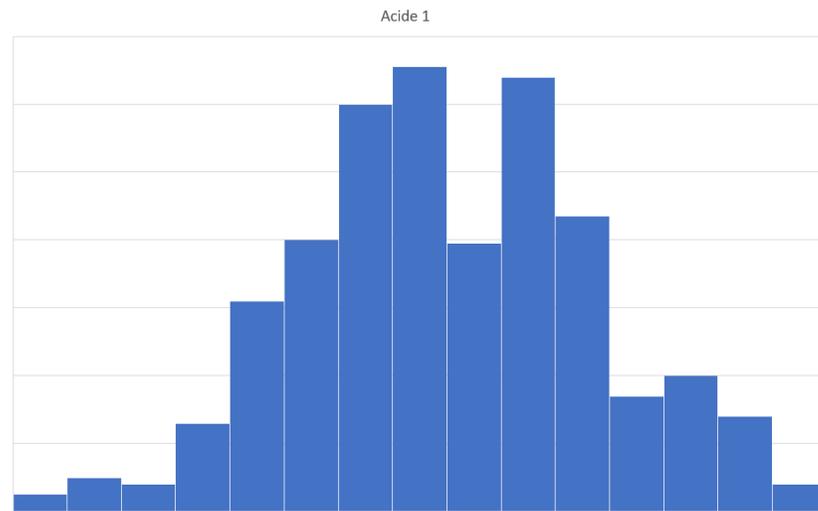
# Construction des modèles avec la RMN comme référence

→ Chaque lot est analysé par RMN et par NIR

**Observation de variabilités supérieures à l'incertitude méthode**

**Parade → L'analyse RMN et NIR se font sur le prélèvement du vial NIR, variabilité réduite**

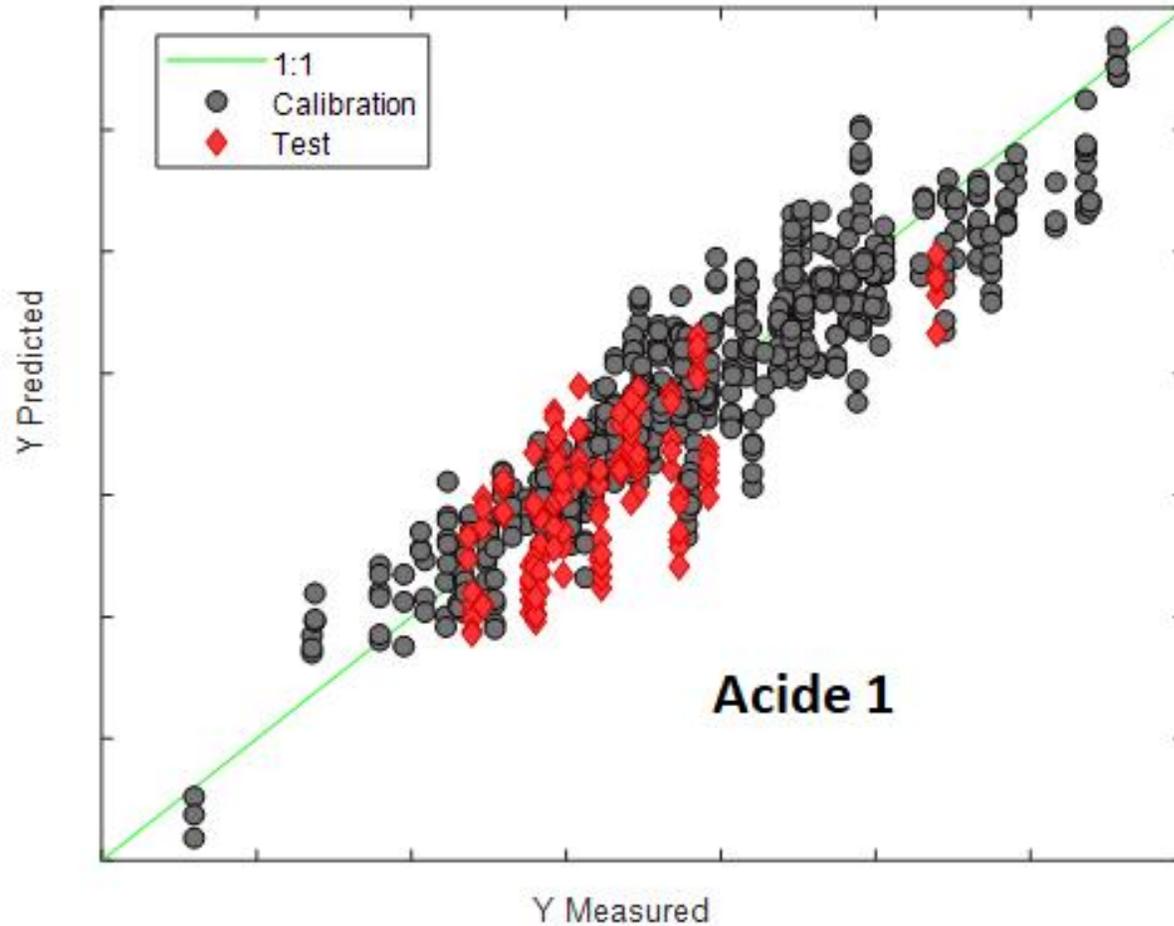
→ Le modèle PLS intègre aujourd'hui ~100 lots



→ Sélection d'une gamme spectrale de calibration (537 et 817 variables sur 1027)

→ Pré-traitement : Dérivée première + Normalisation vectorielle

# RMN vs Prédiction NIR – Acide 1

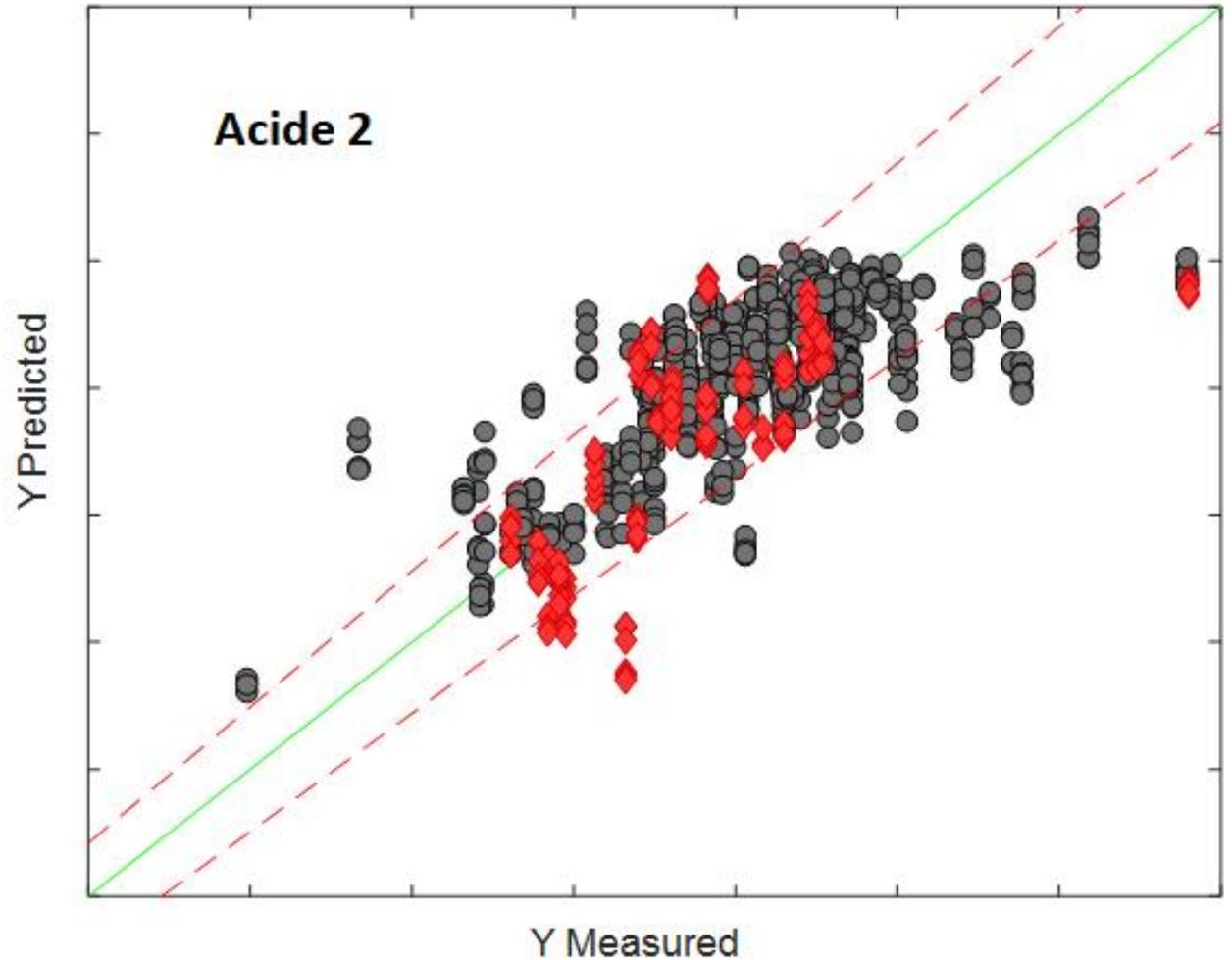


10 Latent Variables  
RMSEC = 216.7185  
RMSECV = 274.0588  
RMSEP = 256.1645  
Calibration Bias = -2.0009e-11  
CV Bias = 12.439  
Prediction Bias = -97.1904  
R<sup>2</sup> (Cal,CV) = 0.850, 0.761  
R<sup>2</sup> (Pred) = 0.560

**RMSEP% rapporté à la moyenne de CAL = 4,7%**  
**Incertitude méthode réf = 4%**

# RMN vs Prédiction NIR – Acide 2

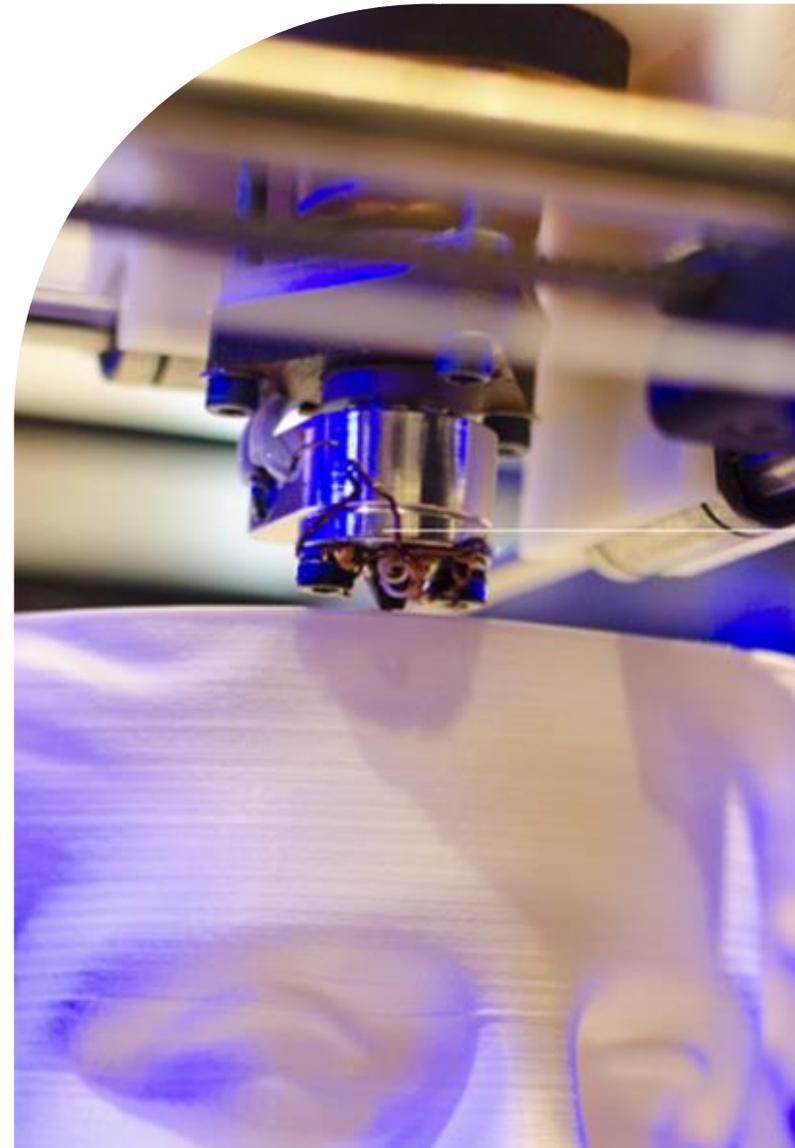
9 Latent Variables  
RMSEC = 62.4987  
RMSECV = 74.1361  
RMSEP = 69.7941  
Calibration Bias = -4.5475e-13  
CV Bias = 2.5444  
Prediction Bias = -17.3283  
R<sup>2</sup> (Cal,CV) = 0.527, 0.337  
R<sup>2</sup> (Pred) = 0.501



**RMSEP% rapporté à la moyenne de CAL = 6.94%**  
**Incertitude méthode réf = 7%**

# Conclusion

- Passage d'une analyse de 48H à 2 min
- Pas de soucis de transfert de méthode sur différents spectromètres grâce à un modèle exhaustif avec spectres pré-traités
- Possibilité de discriminer et de quantifier les espèces phosphorées
- Maitrise de la quantité des acides dans la poudre à toutes les étapes du procédé



Merci pour votre écoute

Avez-vous des  
questions ?