

# Application Note AN-NIR-082

# Quality Control of Polypropylene

Non-destructive determination of melt flow rate without rheological tests

As a general purpose resin, polypropylene (PP) is widely used in industries such as electronic manufacturing and construction, and is used in packaging materials due to its insulating and processing properties. PP resins must be melted first in order to be formed into the intended shape, and therefore flow properties are important characteristics which affect the production process. One parameter that

describes the flow characteristics is the melt flow rate (MFR). This is a measure of the mass of material that extrudes from the die over a given period of time (ASTM D1238). The standard procedure requires a significant amount of work with packing the sample, preheating, and cleaning. With no sample preparation or chemicals needed, Vis-NIR spectroscopy allows the analysis of MFR in less than a minute.

## **EXPERIMENTAL EQUIPMENT**

PP pellets were measured with a DS2500 Solid Analyzer in reflection mode over the full wavelength range (400–2500 nm). To minimize particle size effects, a rotating DS2500 Large Sample Cup was employed. This accessory enables an automated measurement at different sample locations for a reproducible spectrum acquisition. As displayed in Figure 1, samples were measured without any sample preparation. The Metrohm software package Vision Air Complete was used for all data acquisition and prediction model development.



**Figure 1.** DS2500 Solid Analyzer with PP pellets filled in the rotating DS2500 Large Sample Cup.

Table 1. Hardware and software equipment overview

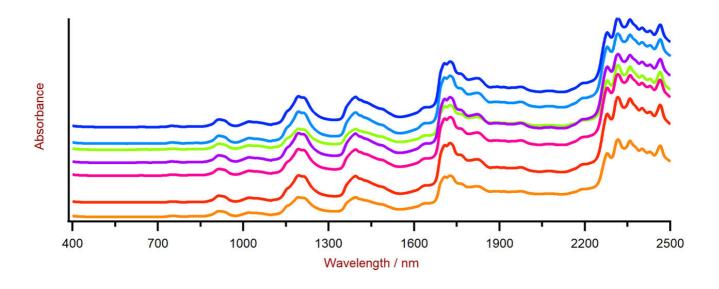
Equipment	Metrohm number
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Large Sample Cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

#### **RESULT**

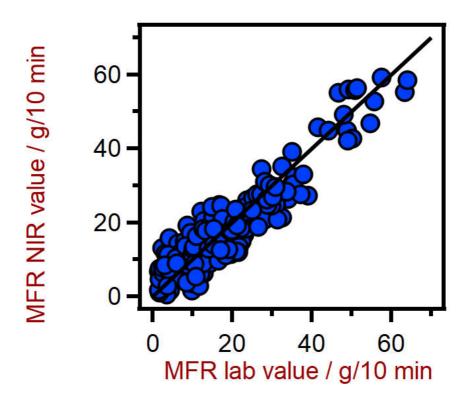
The obtained Vis-NIR spectra (Figure 2) were used to create prediction models for quantification of the density content. The quality of the prediction models was evaluated using correlation diagrams, which display the

correlation between Vis-NIR prediction and primary method values. The respective figures of merit (FOM) display the expected precision of a prediction during routine analysis.





**Figure 2.** Display of a selection of PP Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Analyzer and a rotating DS2500 Large Sample Cup. An offset has been applied to the spectra to make them easier to view.



**Figure 3.** Correlation diagram for the prediction of the MFR using a DS2500 Solid Analyzer. The lab values were obtained using a melt flow indexer.

**Table 2.** Figures of merit for the prediction of the melt flow rate (MFR) of polypropylene samples using a DS2500 Solid Analyzer.

Figures of merit	Value
R <sub>2</sub>	0.865
Standard error of calibration	4.99 g / 10 min
Standard error of cross-validation	7.00 g / 10 min

### **CONCLUSION**

This application note demonstrates the feasibility of NIR spectroscopy for the analysis of MFR in polypropylene samples. In comparison to

the standard method (ASTM D1238) (**Table 3**), the **reduction of analysis time and workload** is a major advantage of NIR spectroscopy.

Table 3. Time to result overview for the melt flow rate determination with the standard ASTM D1238 method.

Parameter	Method	Time to result and workflow
Melt flow rate	Extrusion ASTM D1238	~20 minutes; packing material, preheating, measuring, cleaning

### **CONTACT**

メトロームジャパン株式会 社 143-0006 東京都大田区平 和島6-1-1 null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp



#### DS2500 Solid Analyzer

ラホおよひ生産環境における品質管理用の堅牢な近 赤外分光法。

DS2500 Analyzerは、生産チェーン全体に沿った固形物、クリーム、およひオフションとしての液体のルーチン分析に実績のあるフレキシフルなソリューションです。 頑丈な仕様により、DS2500 Analyzerは粉塵、湿気、振動や温度変動に強い為、過酷な生産環境での使用に理想的です。

DS2500は400 ~ 2500 nmのスヘクトル範囲全体をカハーし、1分以内に正確で再現性の高い結果を提供します。DS2500 Analyzerは製薬業界の要件を満たしており、簡単な操作により日常的な作業においてユーサーをサホートします。

装置に完全に適応した付属品により、 顆粒のような 粒の荒い固形物、またはクリームのような半固形液 体サンフルなとのあらゆる困難なタイフのサンフル においても、最良の結果を得ることかてきます。 固 形物の測定においては、9つまてのサンフルのシリースの自動測定を可能にする MultiSample Cupを使用することで、生産性を高めることかてきます。







Vision Air - 汎用性に優れた分光法ソフトウェア。

Vision Air Complete は、規制環境下での使用のための、操作の容易な最新のソフトウェアソリューションです。

Vision Air の利点の概要:

- 調整済みのユーサーインターフェースを伴う個別のソフトウェアアフリケーションにより、直観的かつ容易な操作か保証されます。
- 作業手順の容易な作成およひメンテナンス
- 安全かつ容易なテータ管理のための SQL テータへース

ハーション Vision Air Complete (66072208) には、可視近赤外分光法を用いた品質管理のための全てのアフリケーションか含まれています:

- 装置管理およひテータ管理のためのアフリケー ション
- メソット開発のためのアフリケーション
- ルーチン分析のためのアフリケーション

その他の Vision Air Complete ソリューション:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)



#### DS2500

NIRS DS2500 Analyzerを用いた、様々なサンフル 位置における反射中の粉末および顆粒のスヘクトル 記録のための、大きなサンフル容器です。

