



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.

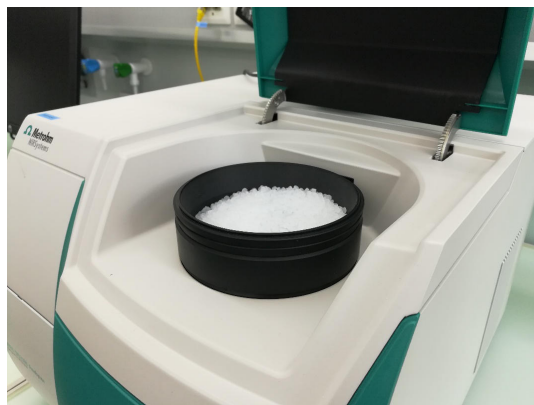


Figure 1. DS2500 Solid Analyzer with PP pellets filled in the rotating DS2500 Large Sample Cup.

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.

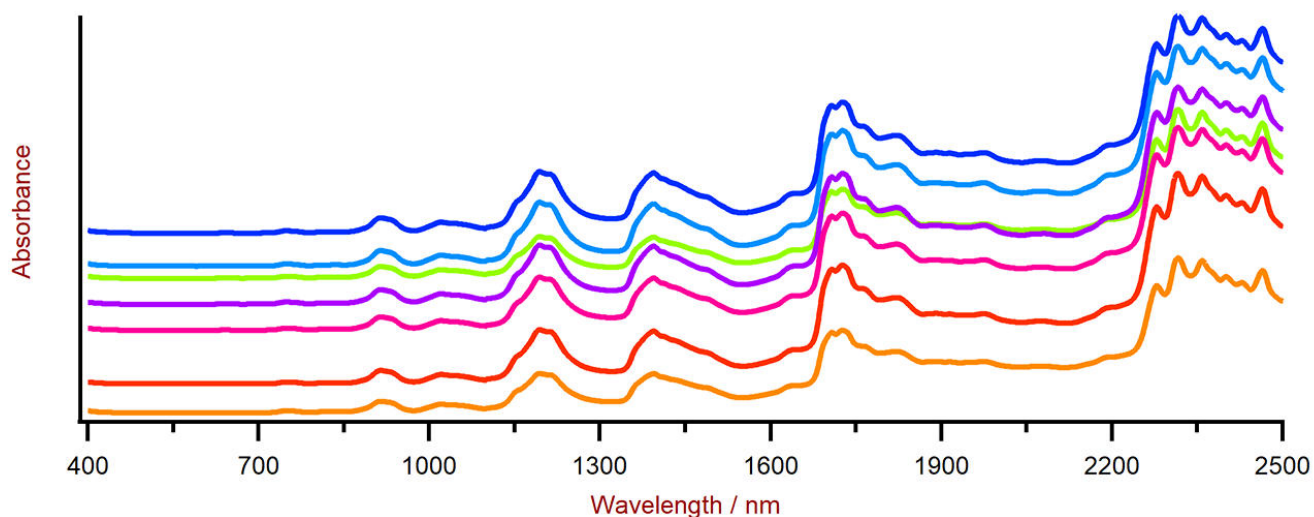


Figure 2. Display of a selection of PP Vis-NIR spectra obtained using a DS2500 Analyzer and a rotating DS2500 Large Sample Cup. An offset has been applied to the spectra to make them easier to view.

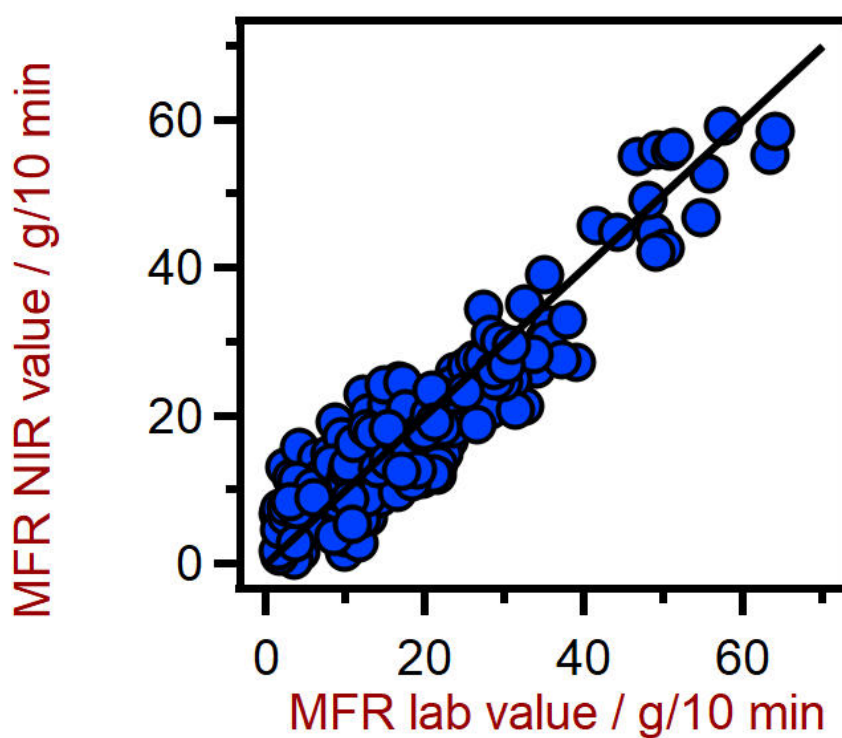


Figure 3. Correlation diagram for the prediction of the MFR using a DS2500 Solid Analyzer. The lab values were obtained using a melt flow indexer.

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_2	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

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Proben typ, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

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



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflektion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.