

## **Application de la spectroscopie proche infrarouge au contrôle en ligne des polymères**

Pr. Gilbert LachénaI, Université Lyon 1, ISTIL, Laboratoire Matériaux Polymères, 69622 VILLEURBANNE

**Les applications de la spectroscopie PIR** dans les différents domaines agroalimentaires sont très nombreuses mais il ne faut pas oublier que la chimie dans un sens large du terme a utilisé et utilise de plus en plus cette technique dans les laboratoires. On trouve de nombreuses applications en pétrochimie, chimie, pharmacie et cosmétologie, industrie papetière, textile, détergent, encres et peintures ou les polymères. Dès les années 50 les sociétés ICI, Kodak, Hercules, Shell ou DuPont ont commencé à utiliser la spectroscopie PIR pour analyser leurs produits. Dans beaucoup d'industries la spectroscopie PIR a permis d'augmenter le nombre des contrôles au laboratoire et sur l'aire de réception ou de fabrication tout en diminuant les coûts de réactifs et de consommables utilisées par les méthodes d'analyse classiques.

Le besoin d'améliorer la qualité et de réduire les coûts de production ainsi que des contraintes environnementales et de traçabilité ou de certification ont partiellement modifiés la chimie analytique. Les techniques rapides non-destructives ne nécessitant ni consommables ni solvants sont particulièrement recherchées. Si la part spectroscopie dans l'infrarouge moyen reste encore prépondérante dans les laboratoires étudiant les polymères le PIR malgré une certaine difficulté pour l'attribution des bandes d'absorption gagne de plus en plus de terrain grâce à sa facilité d'échantillonnage. En effet la méthode traditionnelle de transmission en infrarouge moyen nécessite des échantillons de 10 à 40 mm d'épaisseur que l'on ne peut souvent obtenir que par microtomie, pressage à chaud ou évaporation à partir d'une solution du polymère dans un solvant. Toutes ces méthodes de préparation sont relativement longues et modifient la morphologie du polymère comme la cristallinité ou l'orientation, risque de dégrader l'échantillon ou de laisser des traces de solvant. Pour le contrôle des procédés in-situ, grâce à l'utilisation de fibre optique le proche infrarouge permet une analyse économique multicomposant et multipropriétés en temps réel. Le Raman possède les avantages du moyen infrarouge (spectres bien définis) et du PIR (peu de préparation de l'échantillon, fibre optique robuste) mais présente souvent des problèmes liés à la fluorescence des échantillons comme les polymères, une reproductibilité des analyses quantitatives assez faible pour des besoins industriels, de plus, une que l'installation Raman est en général plus onéreuse qu'une installation proche infrarouge.

### **Applications au contrôle des procédés en ligne**

On peut diviser ces méthodes de contrôle en off- line, at-line et on-line. La méthode off line consiste à prélever de petits échantillons et à les faire analyser par le laboratoire, l'avantage de cette méthode provient du fait que l'on n'a pas d'investissement particulier à réalisé puisque le laboratoire possède en principe le matériel nécessaire et le personnel qualifié, le principal inconvénient est le temps de

réponse des méthodes du laboratoire. L'analyse at-line ou on-line est souvent préférable mais nécessite un équipement adapté et dédié au site de production généralement plus cher que le matériel de laboratoire de contrôle.

Les techniques de contrôle des procédés en-ligne dans un environnement industriel doivent être robustes, fiables et demander peu d'entretien. Dans l'industrie des polymères les mesures de température et pression sont largement utilisées car on dispose de capteurs robustes et bon marché, des mesures de viscosité ou acoustiques peuvent être aussi envisagées mais dans tous les cas ces méthodes ne donnent pas l'information chimique précise qui peut être indispensable pour optimiser la rentabilité du procédé ou la qualité du produit.. Par contre les méthodes de spectroscopies comme l'infrarouge, le Raman, la résonance magnétique nucléaire, la spectroscopie de masse ... apportent ces informations et peuvent être utilisées en contrôle des procédés.

L'avantage du PIR est que l'on peut obtenir simultanément, mais après un calibrage rigoureux, des informations aussi bien chimiques que physiques de manière *in-situ* et en temps réel.