
**Plastiques — Polyols pour la production
de polyuréthanes — Détermination de
l'indice d'hydroxyle par spectroscopie
dans le proche infrarouge**

*Plastics — Polyols for use in the production of polyurethanes —
Determination of hydroxyl number by NIR spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15063:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-
e610cb060ab2/iso-15063-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15063:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004>

© ISO 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Instrumentation	3
6 Mesurages spectraux dans le proche infrarouge	5
7 Étalonnage de faisabilité	6
8 Sélection des échantillons pour étalonnage	7
9 Collecte des spectres dans le proche infrarouge	8
10 Méthode de référence et valeurs de référence	9
11 Élaboration d'un modèle d'étalonnage	9
12 Validation d'un modèle à plusieurs variables	13
13 Fidélité des valeurs estimées dans le proche infrarouge	13
14 Sources d'étalonnage et erreur d'analyse	13
15 Transfert d'étalonnage	14
16 Contrôle de qualité de l'étalonnage	14
17 Mode opératoire	15
18 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Résultats illustrés	17
Bibliographie	24

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15063 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15063:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004>

Introduction

Plusieurs Normes internationales ont été publiées sur la détermination de l'indice d'hydroxyle des polyols et des agents tensioactifs selon des méthodes classiques de chimie, fondées sur des réactions d'estérification (ISO 14900, ISO 4326, ISO 4327, ISO 4629, ISO 2554 et ISO 6796). La présente Norme internationale constitue un guide pour la détermination de l'indice d'hydroxyle des polyols par spectrométrie dans le proche infrarouge. Elle est fondée sur l'ASTM D 6342-98, *Standard Practice for Polyurethane Raw Materials: Determining Hydroxyl Number of Polyols by Near Infrared (NIR) Spectroscopy*, et sur les travaux menés par des laboratoires associés à l'organisme japonais Japan Urethane Raw Materials Association.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15063:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15063:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004>

Plastiques — Polyols pour la production de polyuréthanes — Détermination de l'indice d'hydroxyle par spectroscopie dans le proche infrarouge

ATTENTION — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale établit des lignes directrices pour la détermination de l'indice d'hydroxyle des polyols par spectrométrie dans le proche infrarouge (spectrométrie NIR). Elle donne des définitions et des techniques d'étalonnage. Elle expose les modes opératoires relatifs au choix des échantillons pour étalonnage et à la collecte et au traitement des données en vue de la mise en œuvre des étalonnages dans le proche infrarouge. Elle décrit également des critères pour l'élaboration, l'évaluation et la validation du modèle d'étalonnage dans le proche infrarouge. Des modes opératoires sont donnés pour le traitement des échantillons, le recueil des données et leur évaluation.

2 Références normatives

[ISO 15063:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0b38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)
[iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0b38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0b38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 14900:2001, *Plastiques — Polyols pour la production du polyuréthane — Détermination de l'indice d'hydroxyle*

ASTM E 168, *Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis*

ASTM E 1655-00, *Standard Practices for Infrared Multivariate Quantitative Analysis*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

indice d'hydroxyle

OH#

valeur d'hydroxyle

HV

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium équivalent à la teneur en hydroxyle de 1 g d'échantillon

3.2

polyuréthane

polymère préparé en faisant réagir un di- ou un polyisocyanate organique avec des composés contenant au moins deux groupes hydroxyles

4 Principe

4.1 Applications

Il est nécessaire de connaître l'indice d'hydroxyle des polyols pour formuler de manière appropriée les systèmes à base de polyuréthane. La présente Norme internationale est utilisable pour la recherche, le contrôle de qualité, les essais de spécification et le contrôle de processus.

4.2 Méthodes utilisées

4.2.1 Des calculs mathématiques à plusieurs variables sont utilisés pour corrélérer les valeurs d'absorbance dans le proche infrarouge d'une série d'échantillons pour étalonnage et l'indice d'hydroxyle de référence respectif de chacun des échantillons. Le modèle d'étalonnage à plusieurs variables qui en résulte est ensuite appliqué à l'analyse d'échantillons non connus, afin d'obtenir une estimation de leur indice d'hydroxyle.

4.2.2 L'analyse par régression linéaire multiple (MLR), la régression sur composantes principales (PCR) et la régression partielle par les moindres carrés (PLS) sont les techniques mathématiques utilisées pour élaborer le modèle d'étalonnage.

4.2.3 Des essais statistiques sont effectués pour détecter les valeurs aberrantes au cours de l'élaboration du modèle d'étalonnage. Les valeurs aberrantes peuvent comprendre des échantillons ayant une forte influence sur le modèle et des échantillons dont les indices d'hydroxyle sont incompatibles avec le modèle.

4.2.4 La validation du modèle d'étalonnage s'effectue en appliquant ledit modèle à une série d'échantillons de validation. Les estimations de l'indice d'hydroxyle obtenues pour la série de validation sont comparées par une méthode statistique à l'indice d'hydroxyle de référence de la série en question, afin de vérifier la concordance entre le modèle élaboré et le modèle de référence.

4.2.5 Des expressions statistiques sont données pour calculer la fidélité et le biais de la méthode de spectrométrie NIR par rapport à la méthode de référence.

ISO 15063:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0f38-43d4-9cdf-e610cb060ab2/iso-15063-2004>

4.3 Limites

4.3.1 Avant de démarrer un mode opératoire d'étalonnage, il est nécessaire de déterminer les facteurs qui affectent les spectres NIR des polyols étudiés. La structure chimique, les interférences, d'éventuelles non-linéarités, les effets de la température et les interactions de la substance à analyser avec d'autres composants de l'échantillon, tels que le catalyseur, l'eau et d'autres polyols, demandent à être compris afin de sélectionner adéquatement les échantillons qui modéliseront les effets qui ne peuvent pas être contrôlés de manière appropriée.

4.3.2 En général, les étalonnages ne sont considérés valides que pour l'appareil de spectrométrie NIR spécifique utilisé pour générer l'étalonnage. L'utilisation d'appareils différents (même s'ils sont fabriqués par le même fabricant) pour l'étalonnage et l'analyse peut sérieusement influencer sur l'exactitude et la fidélité de l'indice d'hydroxyle mesuré. Les modes opératoires de transfert d'étalonnage d'un appareil à l'autre posent des problèmes et il convient de les utiliser avec prudence en observant les lignes directrices de l'Article 15. Ces modes opératoires imposent en règle générale de soumettre le nouvel appareil à une validation et à une analyse statistique des erreurs entièrement nouvelles.

4.3.3 Les résultats analytiques sont statistiquement valides uniquement pour la gamme d'indices d'hydroxyle utilisée lors de l'étalonnage. Une extrapolation à des indices d'hydroxyle inférieurs ou supérieurs peut accroître les erreurs et dégrader la fidélité. De la même manière, les résultats analytiques ne sont valides que pour la même composition chimique que celle utilisée pour la gamme d'étalonnage. Un changement significatif de composition ou de contaminants peut également influencer sur les résultats. La détection de valeurs aberrantes, telles que discutées dans l'ASTM E 1655, est un outil qui peut être utilisé pour mettre en évidence des problèmes tels que ceux mentionnés ci-dessus.

5 Instrumentation

5.1 Généralités

Une description complète de tous les types d'appareils de spectrométrie NIR applicables est hors du domaine d'application de la présente Norme internationale. Seul un aperçu général des facteurs clés est donné ici. Consulter la documentation du fabricant relative à l'appareil pour avoir des détails sur un appareil spécifique. La mise en application de la présente Norme internationale nécessite que le spectromètre NIR soit installé conformément aux spécifications du fabricant.

5.2 Source de lumière et détecteur

Les lampes halogènes au tungstène avec enveloppes en quartz sont les sources d'énergie habituellement utilisées avec les appareils de spectrométrie NIR. La plupart des détecteurs employés en spectrométrie NIR sont des semi-conducteurs à l'état solide. Les plus couramment utilisés sont des détecteurs au PbS, PbSe et InGaAs.

5.3 Dispersion de la lumière

5.3.1 Généralités

Les spectrophotomètres peuvent être classés suivant la méthode selon laquelle l'appareil accomplit la sélection de la longueur d'onde.

5.3.2 Appareil monochromatique

Les appareils monochromatiques à réseau, souvent appelés appareils «de dispersion», sont couramment utilisés en laboratoire et pour des applications de processus. Dans un système à réseau holographique, on imprime au réseau un mouvement de rotation de manière qu'une bande étroite de longueurs d'onde seulement soit transmise à un seul détecteur à un instant donné.

5.3.3 Appareil tournant à filtre

Avec ce type d'appareil de spectrométrie NIR, un ou plusieurs filtres à bande étroite sont montés sur un carrousel de manière que les longueurs d'onde individuelles soient présentées séquentiellement à un seul détecteur.

5.3.4 Appareil tournant à filtre, acoustique et optique (AOTF)

L'appareil AOTF est une variante continue du photomètre à filtre fixe, les éléments optiques permettant la sélection de la longueur d'onde n'étant pas mobiles. Un cristal biréfringent en TeO_2 est utilisé dans une configuration non colinéaire dans laquelle les ondes acoustiques et optiques se déplacent à travers le cristal suivant différents angles. Les variations de la fréquence acoustique entraînent des changements dans les espacements du réseau cristallin. Le cristal a donc tendance à se comporter comme un réseau de diffraction à transmission variable pour une seule longueur d'onde. Le principal atout de l'emploi des appareils AOTF est leur vitesse. Une longueur d'onde ou un paquet de longueurs d'onde peuvent être modifiés des centaines de fois par seconde sous contrôle informatique.

5.3.5 Appareil à diodes électroluminescentes (LED)

Chaque bande de longueurs d'onde est produite par une diode différente. Les principaux avantages de ce système sont sa petite taille, son faible encombrement, sa stabilité de construction sans éléments mobiles et sa faible consommation d'électricité.

5.3.6 Appareil d'analyse par transformée de Fourier (TF)

Avec les appareils de spectrométrie NIR par transformée de Fourier, la lumière est divisée en deux faisceaux dont on fait varier les trajets relatifs au moyen d'un élément optique mobile. Ces faisceaux sont recombinaés pour produire un interférogramme qui contient la totalité des longueurs d'onde étudiées. Cet interférogramme est mathématiquement converti en données spectrales par transformée de Fourier (TF). L'optique de l'interféromètre TF fournit des spectres complets ayant une très haute résolution de longueur d'onde. Le calcul de la moyenne des signaux TF donne également des rapports signal-bruit plus élevés en général que ceux qui peuvent être obtenus avec d'autres types d'appareils.

5.4 Système d'échantillonnage

5.4.1 Généralités

Selon les applications, plusieurs systèmes d'échantillonnage différents peuvent être utilisés au laboratoire et/ou sur des appareils en ligne.

5.4.2 Cellule

Des cellules en quartz ou en verre, avec trajets optiques fixes ou réglables, peuvent être utilisées en laboratoire.

5.4.3 Cellule à flux continu

Ce type de cellule peut être utilisé pour surveiller des échantillons liquides, en continu ou par intermittence.

5.4.4 Sondes

5.4.4.1 Sondes par transmission

ISO 15063:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fed85062-0b38-43d4-9cdf-e610cb690ab2/iso-15063-2004>

Les sondes par transmission combinées avec des fibres optiques sont optimales pour analyser des liquides limpides, des coulis, des suspensions et autres échantillons à viscosité élevée. La faible capacité d'absorption dans la région NIR permet d'échantillonner des longueurs d'onde allant jusqu'à 10 cm.

5.4.4.2 Sondes par immersion

Le système d'immersion utilise un faisceau de fibres optiques bidirectionnelles et une sonde de trajet optique variable pour les mesurages d'échantillon. Le rayonnement émis par la source est transmis à l'échantillon par l'anneau intérieur des fibres, et le rayonnement diffus transmis est recueilli par l'anneau extérieur des fibres pour la détection.

5.4.4.3 Sonde par réflexion totale atténuée (ATR)

La réflexion totale atténuée se produit quand on met un milieu absorbant (l'échantillon) en contact étroit avec la surface d'un matériau cristallin ayant un indice de réfraction élevé. À un angle optimisé, le faisceau NIR se réfléchit par voie interne le long des faces du cristal, en pénétrant de quelques microns dans la surface de l'échantillon où il se produit une absorption sélective. Le spectre résultant est très proche du spectre de transmission classique pour l'échantillon. Il existe de nombreuses conceptions de plaques et de barreaux ATR pour des applications particulières. Des unités à réflexion simple ou multiple sont disponibles. Des accessoires d'échantillonnage ATR sont disponibles pour un usage en laboratoire et, lorsqu'ils se présentent sous forme de sondes à fibres optiques, ils sont utilisables pour des analyses en ligne. Cela est un avantage lors de la manipulation des liquides visqueux et des matériaux hautement absorbants.

5.5 Logiciel

5.5.1 Il convient que le logiciel idéal possède les caractéristiques suivantes:

- a) aptitude à enregistrer avec exactitude toutes les données d'identification de l'échantillon et toutes les données spectrales, et à accéder aux données de référence;
- b) aptitude à enregistrer la date et l'heure du jour où tous les spectres et les fichiers ont été enregistrés ou créés;
- c) possibilité de déplacer et/ou de copier les spectres, d'un fichier à un autre;
- d) possibilité d'ajouter ou de soustraire des données spectrales et de calculer la moyenne des spectres;
- e) aptitude à transformer des données optiques log ($1/R$) en dérivées ou à effectuer tout autre traitement mathématique, et à inverser la transformation;
- f) capacité de réaliser par ordinateur une régression linéaire multiple (MLR), une régression sur composantes principales (PCR) ou une régression partielle par les moindres carrés (PLS);
- g) possibilité de stocker des chargements PCR ou PCS, des poids, des résultats ou une autre donnée souhaitable, et d'afficher ces données pour examen et interprétation ultérieurs;
- h) capacité pour l'opérateur d'évaluer le modèle d'étalonnage en calculant à l'aide d'un logiciel l'erreur type de validation (SEV), le coefficient de régression et l'erreur quadratique moyenne (RMSD), et d'afficher divers graphiques;
- i) aptitude à effectuer automatiquement des validations croisées;
- j) aptitude à identifier des valeurs aberrantes;
- k) aptitude à élaborer et à sauvegarder des équations de régression, ainsi qu'à analyser un échantillon pour calculer un indice d'hydroxyle.

5.6 Progiciels

La plupart des appareils de spectrométrie NIR fournissent le logiciel nécessaire à la collecte et à la modélisation des données. Plusieurs sociétés qui ne vendent pas de matériel mettent aussi sur le marché des progiciels chimiométriques qui peuvent être utilisés pour analyser les données de spectrométrie NIR.

6 Mesurages spectraux dans le proche infrarouge

6.1 Les mesurages spectraux dans le proche infrarouge sont fondés sur la loi de Beer, selon laquelle l'absorbance d'un échantillon homogène contenant une substance absorbante est linéairement proportionnelle à la concentration de l'espèce absorbante. L'absorbance d'un échantillon est définie par le logarithme décimal de l'inverse de la transmittance T :

$$A = \log_{10}(1/T)$$

où T est le rapport de la puissance rayonnée transmise par l'échantillon à la puissance rayonnée reçue par l'échantillon.

6.2 Avec la plupart des types d'appareillage, il n'est pas possible de mesurer directement la puissance rayonnée incidente sur l'échantillon. À la place, un mesurage de référence (du bruit de fond) de la puissance rayonnée est réalisé sans la présence de l'échantillon dans le faisceau lumineux. On procède alors à un mesurage en présence de l'échantillon, et l'on calcule le rapport, T . Le mesurage du bruit de fond peut être réalisé de diverses manières, en fonction de l'application et de l'instrumentation. L'échantillon et son support

peuvent être physiquement soustraits du faisceau lumineux, et un mesurage du bruit de fond peut être effectué sur le «faisceau vide». Le porte-échantillon (cellule) peut être vidé, et un mesurage du bruit de fond peut être réalisé sur la cuve vide. La cellule peut être remplie d'un matériau ayant une absorption minimale dans le domaine spectral étudié, et le mesurage du bruit de fond peut avoir lieu. Une solution de rechange peut consister à scinder le faisceau lumineux et à en faire passer une moitié à travers l'échantillon et l'autre moitié à travers une cellule vide ou à travers un matériau de bruit de fond dans la cellule. Le programme de référencement du bruit de fond particulier qui est utilisé peut varier selon les appareils et les applications. Le programme de référencement du bruit de fond d'un même échantillon doit être employé pour le mesurage de tous les spectres des échantillons pour étalonnage, des échantillons de validation et des échantillons non connus. Il convient de réduire le plus possible toutes différences entre les conditions instrumentales utilisées pour le référencement et le mesurage.

6.3 Le mode opératoire classique consiste à installer manuellement un échantillon dans l'appareil et à le placer dans un récipient optique adapté (cellule, flacon ou cuve avec fenêtres transmettant dans le domaine étudié). À titre de solution de rechange, des tubes de transfert peuvent être utilisés pour faire circuler en continu le liquide à travers une cuve optique dans l'appareil pour effectuer des analyses en continu. Avec des fibres optiques, l'échantillon peut être analysé à distance de l'appareil. La lumière est envoyée à l'échantillon par une ou des fibres optiques, et renvoyée à l'appareil par le biais d'une autre fibre ou d'un groupe de fibres. On a développé des appareils qui utilisent une seule fibre pour transmettre et recevoir la lumière, en plus des appareils qui utilisent à cette fin des faisceaux de fibres. Il est également possible d'utiliser des détecteurs et des sources de lumière externes à l'appareil, et dans ce cas une fibre ou un faisceau seulement est nécessaire. La qualité appropriée des fibres optiques destinées à être utilisées dans le domaine proche de l'infrarouge nécessite d'être spécifiée. En général, ce sont des fibres à faible teneur en eau (OH faible). Il convient que la longueur totale des fibres ne dépasse pas les recommandations du fabricant.

6.4 Pour la plupart des appareils utilisés dans le proche infrarouge, on dispose d'un éventail de paramètres réglables pour contrôler le recueil et le calcul des données spectrales. Ces paramètres contrôlent la résolution optique et numérique ainsi que la vitesse d'acquisition des données (vitesse de balayage). Parmi les autres paramètres importants du programme, on compte le nombre de longueurs d'onde, le nombre de balayages et le nombre de points de données. Pour les étalonnages à plusieurs variables, d'autres considérations instrumentales comprennent le contrôle de la température et la compensation, l'uniformité du trajet optique des cuves, et la stabilité de la longueur d'onde. Il est primordial que tous les paramètres réglables et que d'autres facteurs non inclus dans le modèle qui contrôlent le recueil et le calcul des données spectrales soient maintenus constants pendant le processus de collecte des spectres des échantillons pour étalonnage, des échantillons de validation et des échantillons pour analyse.

6.5 Pour les définitions et toute description plus approfondie des techniques générales aux infrarouges, se référer à l'ASTM E 168.

7 Étalonnage de faisabilité

7.1 Pour chaque type de polyol ou pour tout nouveau processus de production d'un polyol, il est nécessaire d'effectuer un étalonnage de faisabilité. La relation existant entre les spectres du proche infrarouge et l'indice d'hydroxyle fait généralement l'objet d'une évaluation dans le cadre d'une étude de faisabilité qui identifiera les interférences possibles et déterminera si l'on peut élaborer un modèle adéquat pour la fidélité voulue. Si l'étude de faisabilité est positive, l'étalonnage peut être étendu et validé.

7.2 Il convient d'identifier une série d'échantillons ayant toutes les caractéristiques des échantillons étudiés. Il convient que les échantillons choisis couvrent les plages d'indice d'hydroxyle présumées et toutes les interférences possibles dans la matrice de l'échantillon. En outre, il convient d'éviter les interactions de composants dans les échantillons, sauf si l'on s'attend à ce que celles-ci se produisent dans les échantillons de routine soumis à l'analyse. Il convient que les échantillons soient suffisamment nombreux (de préférence entre 30 et 50, notamment si le modèle d'étalonnage est évalué par la méthode de régression, PLS) et qu'ils soient régulièrement répartis sur toute la plage d'indices d'hydroxyle. Il convient que la gamme d'échantillons couvre au moins trois fois et de préférence au moins cinq fois l'écart-type de la méthode de référence. Il convient d'identifier une série indépendante d'échantillons, que l'on appellera série d'échantillons de validation, et de la mettre de côté pour évaluer le modèle d'étalonnage en matière de faisabilité. La taille de la série de validation dépend du nombre d'échantillons utilisés pour évaluer le modèle d'étalonnage: en général, un