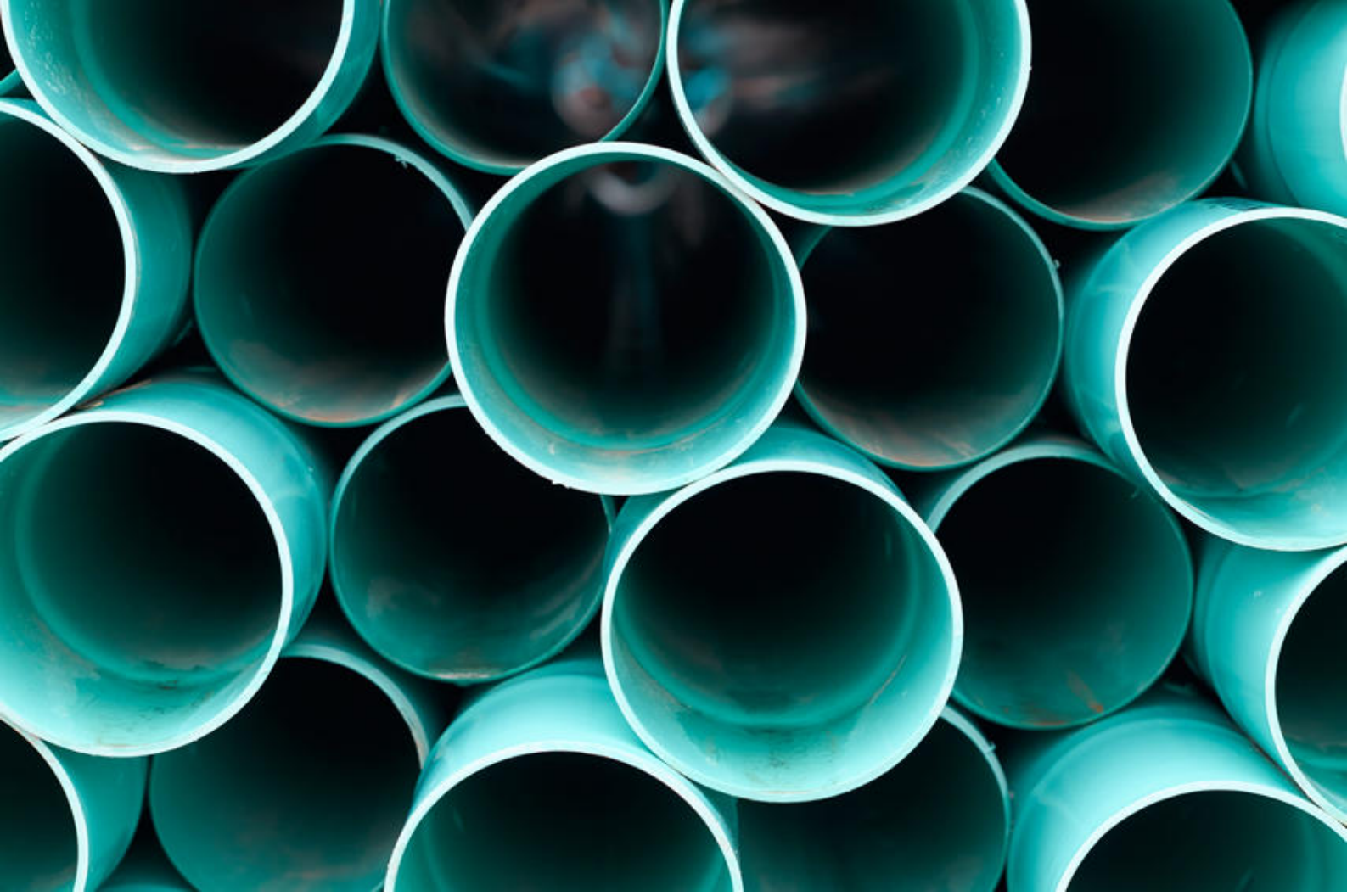


Application Note AN-PAN-1053

# Monitoreo de la producción de DOTP mediante esterificación con análisis en línea

Los polímeros y los plásticos son un pilar de la vida moderna. Debido a su versatilidad y propiedades físicas, los plásticos y polímeros se utilizan para innumerables aplicaciones: en aviones y automóviles, para embalaje, en dispositivos médicos, electrónica y mucho más. Sin plásticos de alta calidad y alta tecnología, la mayoría de los productos que utilizamos hoy serían muy diferentes o tal vez no existirían en absoluto.

Debido a la creciente preocupación por los posibles riesgos para la salud asociados con los ftalatos, ha habido un cambio global hacia alternativas sin ftalatos en la industria de los polímeros. El tereftalato de dioctilo (DOTP) es uno de los plastificantes sin ftalatos más utilizados en la industria de los polímeros, ya que posee buenas propiedades plastificantes pero no pone en peligro la salud humana.

DOTP se fabrica principalmente mediante esterificación directa. Es necesario monitorear muchos parámetros del proceso simultáneamente para garantizar una alta calidad del producto y un alto rendimiento de la reacción, algo que no es posible con los análisis de laboratorio tradicionales.

Esta nota de aplicación del proceso presenta una manera de monitorear de cerca múltiples parámetros simultáneamente durante el proceso de producción DOTP mediante el uso de tecnología de espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRS).

## INTRODUCCIÓN

El cloruro de polivinilo (PVC) es un polímero que se encuentra en todas partes: en tuberías, tarjetas bancarias, equipos deportivos e incluso muebles. Generalmente es rígido, pero se le puede dar formas más flexibles anadiendo plastificantes. Un plastificante es un aditivo líquido o sólido que puede cambiar las propiedades físicas de un material (p. ej., plástico o elastómero). Esto ocurre porque los plastificantes son moléculas orgánicas polares y voluminosas que disminuyen las interacciones intermoleculares entre las cadenas de un polímero cristalino, haciéndolo más flexible o más suave.

Los ésteres de ftalato (p. ej., ftalato de di-2-etilhexilo «DEHP» y ftalato de diisononilo «DINP») son el principal tipo de plastificantes utilizados para modificar el PVC [1]. En 2022, los ésteres de ftalato representaron más del 3 millones de toneladas de consumo mundial de plastificantes [2]. Sin embargo, debido a los riesgos ambientales y para la salud, se espera que el uso mundial de plastificantes de ésteres sin ftalatos aumente a alrededor de 2,6 millones de toneladas [2].

El plastificante no ftalato tereftalato de dioctilo (DOTP o DEHT), es una molécula orgánica con la fórmula química $C_6H_4(CO_2C_8h_{17})_2$. Se sabe que este líquido viscoso e incoloro es un excelente sustituto de los ftalatos nocivos en la producción de plástico.

Uno de los métodos de fabricación de DOTP es mediante esterificación directa del ácido tereftálico purificado (TPA) y el 2-etilhexanol (2-EH) de cadena ramificada.3]. El TPA viene en forma granulada y el 2-EH como solución líquida, y se mezclan en un reactor industrial en una proporción de 1:2. Se anade un catalizador y la temperatura se mantiene entre 160 °C y 235 °C durante unas horas. Durante este tiempo, se forma DOTP junto con agua, que se elimina para mantener bajo el contenido de humedad durante el transcurso de la reacción. Mediante este proceso se obtiene DOTP de alta pureza.

Es necesario controlar muchos parámetros para garantizar un alto rendimiento de la reacción y una alta calidad de DOTP. Tradicionalmente, la cantidad de reactivos y productos se mide en el laboratorio después de tomar una muestra del proceso de producción.

Sin embargo, los métodos manuales de laboratorio pueden dar tiempos de respuesta largos que no son ideales en el caso de cambios en el proceso (p. ej., mezcla de reacción, niveles de humedad). Además, la preparación de la muestra (p. ej., dilución, filtración, pipeteo) puede introducir errores que alteren la precisión del análisis. El trabajo manual de laboratorio puede resultar bastante engorroso en este caso, ya que es necesario implementar cuatro procedimientos

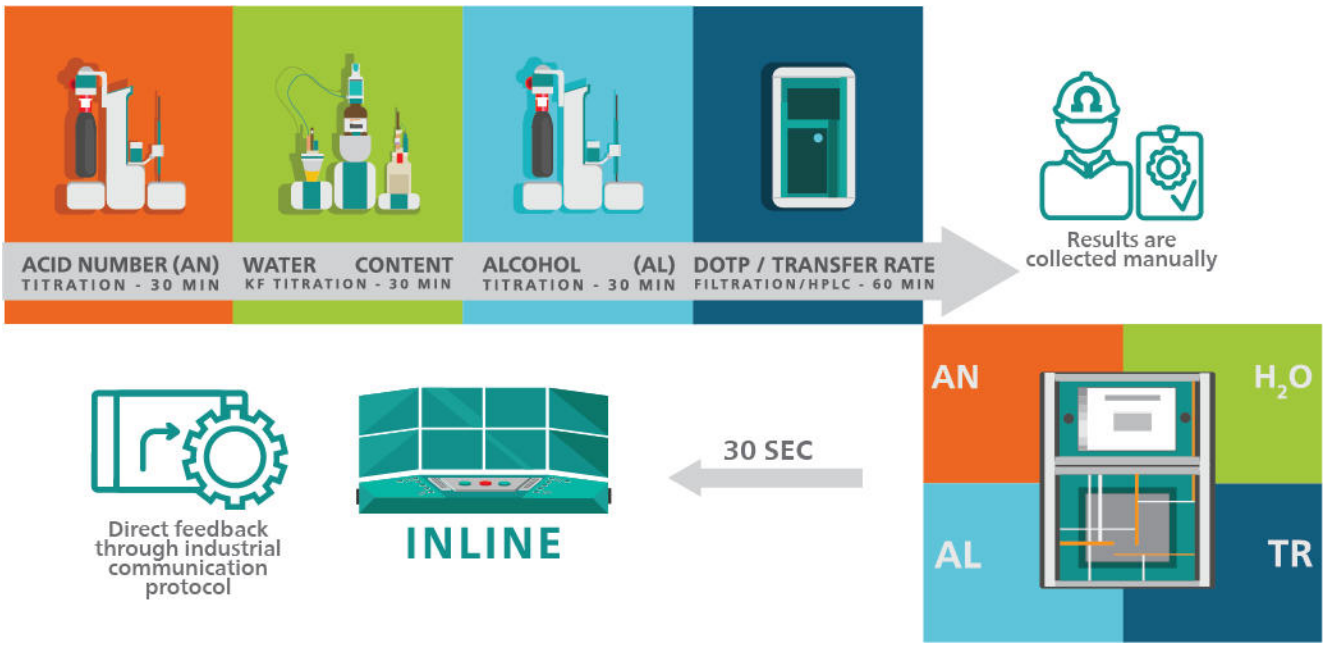



**Figure 1.** Pasos para medir parámetros importantes en la producción DOTP mediante la implementación de procedimientos de análisis fuera de línea (arriba) o en línea (abajo).

## APLICACIÓN

El análisis en línea de múltiples parámetros de calidad es posible con NIRS utilizando las propiedades de transflectancia y la sonda de inmersión de microinteractuancia. La muestra fluye a través del espacio entre el cuerpo de la sonda y la punta del espejo de alta energía. (Figura 2). Un ajuste de la punta de este espejo define la longitud del camino, que es igual a dos veces el espacio para un análisis preciso.

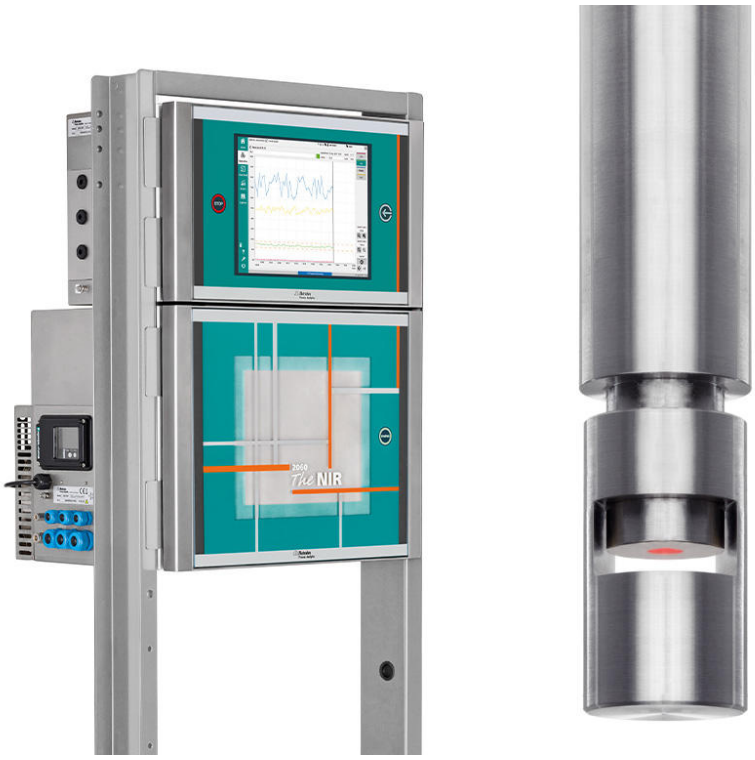


**Figure 2.** 2060 El analizador NIR-Ex configurado para aplicaciones en áreas ATEX; El recuadro muestra la sonda de inmersión.

**Tabla 1.**Composición típica del reactor DOTP.

| Componente | Rango | Medido por NIRS |
|---|---|---|
| 2-etilhexanol (AL) | 20,4–67,9 % wt | ✓ |
| TPA pellets (AN) | 0,025–31,3 % wt | ✓ |
| DOTP | 0–78,4 % wt | ✓ |
| Agua (humedad) | 0,1–0,5 % wt | ✓ |
| Relación AL/AN | 1:2 | ✓ |
| Tasa de transferencia (TR) | 0–100% | ✓ |

## RANGOS TÍPICOS

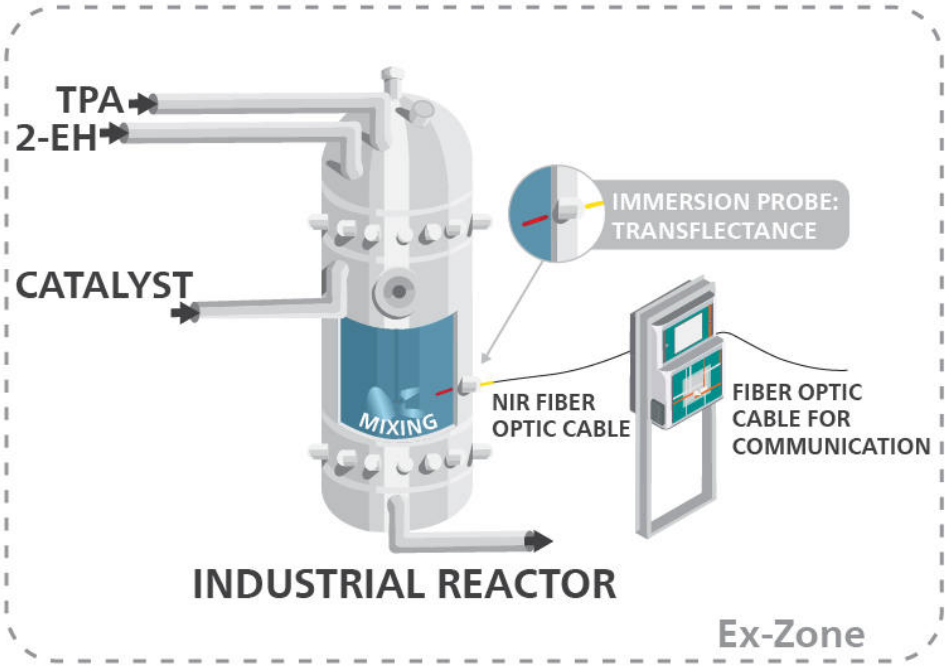



**Figure 3.** Ilustración de la ubicación sugerida para una sonda de infrarrojo cercano (NIR) en un reactor DOTP industrial.

## COMENTARIOS

Para construir un modelo de calibración, se requiere una variedad adecuada de muestras que representen el proceso. Estas muestras se examinarán utilizando NIRS y un método de referencia. La precisión de los datos NIRS está directamente relacionada con la precisión del método de referencia.

Los dispositivos utilizados en las fábricas de productos químicos están certificados por ATEX o Clase 1 Div 1/2. Se instalan en la fábrica, donde requieren presión de aire positiva, o se alojan en un refugio presurizado. La distancia entre el dispositivo o refugio y los lugares de muestra puede abarcar cientos de metros. Además, debido a la alta viscosidad de la mezcla de reacción y las fuerzas de corte en un reactor industrial, se utiliza una sonda de inmersión de dos lados para evitar la distorsión de la punta del espejo.

## CONCLUSIÓN

Mantener una estrecha vigilancia sobre la cantidad de reactivos y productos, así como la tasa de transferencia (TR) de TPA a la fase líquida, es crucial para mantener la relación TPA/2-EH ideal (relación AL/AN, tabla 1). Esto aumenta el rendimiento de la reacción DOTP y ayuda a optimizar el proceso de producción.

Un método más seguro, eficaz y rápido para monitorear simultáneamente múltiples parámetros en la producción de DOTP es el análisis de procesos en línea mediante espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRS) sin reactivos. El 2060 *El* Analizador NIR-Ex de Metrohm Process Analytics (Figura 2) permite comparar datos espectrales del proceso en «tiempo real» con un método de referencia (por ejemplo, valoración, valoración Karl Fischer, HPLC) para establecer un modelo de calibración sencillo pero esencial para el seguimiento y la mejora del proceso.

## BENEFICIOS DEL NIRS EN PROCESO

- Calidad del producto mejorada y eficiencia de fabricación
- Tiempo de lote reducido
- Mayor y más rápido Retorno de la inversión
- Ambiente de trabajo seguro y muestreo automatizado




## REFERENCES


1. *Plasticizers. CHEMICAL ECONOMICS HANDBOOK*. S&P Global. https://www.spglobal.com/commodityinsights/en/ci/products/plasticizers-chemical-economics-handbook.html (accessed 2023-09-28).
2. Market Report Plasticizers: Industry Analysis | 2022-2032. *Ceresana Market Research*.
3. Harmon, P.; Otter, R. A Review of Common Non-Ortho-Phthalate Plasticizers for Use in Food Contact Materials. *Food and Chemical Toxicology* 2022, *164*, 112984. https://doi.org/10.1016/j.fct.2022.112984.


## MÉTODOS ASTM RELACIONADOS

ASTM E1655: Prácticas estándar para el análisis cuantitativo multivariado por infrarrojos

Norma ASTM D6122: Práctica estándar para la validación de espectrofotómetros infrarrojos de proceso multivariado

## NOTAS DE APLICACIÓN RELACIONADAS

AN-PAN-1041 Monitoreo en línea del contenido de isocianato libre (%NCO) en poliuretano

## BOLLETÍN RELACIONADO

AB-414 Análisis de polímeros mediante espectroscopia de infrarrojo cercano.

## CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México
info@metrohm.mx

## CONFIGURACIÓN



2060 The NIR-Ex Analyzer

El 2060 *The* NIR-Ex Analyzer es la siguiente generación de instrumentos de espectroscopía de procesos de Metrohm Process Analytics. Con su diseno único y probado de dentro afuera, ofrece resultados precisos cada *10 segundos*. Puede proporcionar un análisis no destructivo de líquidos y sólidos directamente en la línea de proceso o en un recipiente de reacción mediante el uso de fibra óptica y sondas de contacto. Ha sido disenado para conectar hasta cinco (5) sondas y/o celdas de flujo. Los cinco canales se pueden configurar independientemente unos de otros utilizando nuestro versátil software propio integrado.

Además, este instrumento de análisis cuenta con la certificación IECEx y cumple con las directivas ATEX de la UE. Ha sido disenado con un sistema aprobado de purga/presurización junto con dispositivos electrónicos intrínsecamente seguros, que evitan que cualquier humo o gas potencialmente explosivo procedente del aire ambiente entre en la envoltura del instrumento de análisis. Además, está disponible en otras tres versiones: 2060 *The* NIR Analyzer, 2060 *The* NIR-R Analyzer, y 2060 *The* NIR-REx Analyzer.