

Application Note AN-PAN-1041

Monitoraggio in-line del contenuto di isocianato libero in poliuretani

I poliuretani (PU) sono polimeri sintetici utilizzati per creare un'ampia gamma di prodotti, dalle strutture in schiuma flessibile o rigida alle caratteristiche di sicurezza delle automobili. Le proprietà fisiche dei prodotti PU possono variare notevolmente. Il PU si forma facendo reagire liquidi di poliisocianati e polioli con un catalizzatore e additivi. Pertanto, determinare il contenuto di isocianato libero (%NCO) nel processo di produzione è un parametro critico per ottimizzare la produzione. Generalmente, i campioni spot vengono prelevati e analizzati in laboratorio con

metodi di titolazione che sono lenti e generano scarti. Il monitoraggio in linea di %NCO in tempo reale è un modo più sicuro ed efficiente per monitorare e migliorare la produzione di PU e ridurre gli sprechi. Questa Application Note di processo presenta un metodo per monitorare accuratamente la percentuale di NCO nel processo di produzione di PU in «tempo reale» utilizzando la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR). Questo può essere fatto in modo sicuro, affidabile e ottimale con un 2060 *The NIR-Ex Analyzer* di Metrohm Process Analytics.

INTRODUZIONE

I poliuretani sono una classe di polimeri sintetici utilizzati per creare strutture solide o in schiuma - flessibili o rigide - come materassi, soles di scarpe, elmetti di sicurezza, isolanti, materiale da imballaggio, tavole da surf, pale di turbine eoliche e diverse caratteristiche di sicurezza nelle automobili per citarne alcuni. La varietà di densità, durezza e durabilità riscontrata nei prodotti in PU è enorme a causa dell'enorme numero di ricette disponibili. I poliuretani si formano facendo reagire liquidi di/poliisocianati e polioli con un catalizzatore e vari additivi. Le aggiunte graduali di queste sostanze chimiche avvengono in un reattore prima che la miscela finale venga distribuita su rulli o iniettata in stampi per essere ulteriormente lavorata secondo le specifiche del cliente.

La reazione tra poliisocianati e polioli è rapida ed esotermica, a partire dall'aggiunta di un catalizzatore nel reattore. Il processo raggiunge un equilibrio iniziale, dopodiché vengono effettuate tre aggiunte chimiche graduali nel reattore per modificare le proprietà del PU (**Figura 1a**). Il reagente finale spegne i gruppi funzionali isocianato (NCO) dagli isocianati non reagiti. Pertanto, conoscere l'esatta concentrazione di NCO è fondamentale qui.

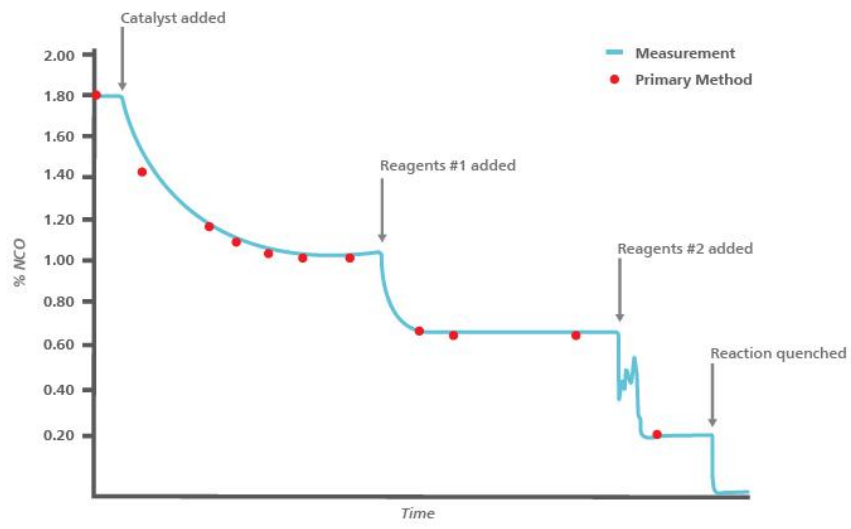
Determinare la %NCO nel processo di produzione del PU è un parametro critico per aiutare a determinare il

corretto rapporto di miscelazione tra i diversi reagenti per una produzione ottimizzata delle varie caratteristiche del PU. Questo viene generalmente eseguito in laboratorio con metodi di titolazione dopo aver prelevato campioni spot dal reattore in vari punti del processo di miscelazione.

La titolazione di laboratorio è lenta e utilizza sostanze chimiche che richiedono un corretto smaltimento. Un altro problema è che durante il trasporto al laboratorio, le proprietà del campione cambiano poiché è esposto a condizioni ambientali non rappresentative del reattore. Un modo più sicuro per ottimizzare la produzione di PU, ridurre gli sprechi e risparmiare tempo e denaro è monitorare la %NCO in linea quasi in tempo reale.

Gli analizzatori spettroscopici nel vicino infrarosso senza reagenti consentono di confrontare i dati spettrali raccolti direttamente dal processo con un metodo primario per creare un modello semplice ma indispensabile per le esigenze del processo di produzione. Il **2060 The NIR-Ex Analyzer (Figura 2)** di Metrohm Process Analytics ha IMPACT come software integrato, che gestisce il trasferimento dei risultati utilizzando noti protocolli di comunicazione del settore a qualsiasi sala di controllo dell'impianto.

a)



b)

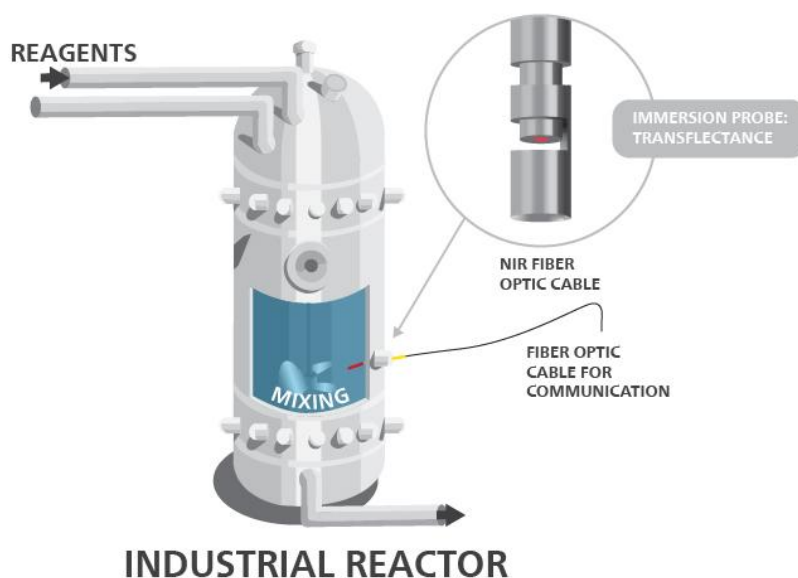


Figure 1. a) Modello NIR che illustra come possono essere accorciate diverse fasi di miscelazione nel processo di produzione del PU. Il campionamento spot (punti rossi) può perdere alcuni eventi. b) Stilizzazione del posizionamento suggerito per la sonda NIR in un reattore PU industriale.

Utilizzando la tecnologia NIRS, il processo può essere rapidamente monitorato in linea per determinare il corretto rapporto di miscelazione tra i diversi reagenti per una produzione ottimizzata di PU. La **Figura 1** mostra un grafico di tendenza della %NCO rispetto al tempo come determinato dal NIRS. Una sonda ad immersione appositamente progettata per queste

applicazioni viene utilizzata con uno spazio situato nella punta della sonda (**Figura 1b**). Inoltre, è possibile ottenere un maggiore controllo sulla produzione di PU utilizzando 2060 The NIR-Ex Analyzer in quanto può monitorare fino a cinque punti di processo con ciascun cabinet NIR.

APPLICAZIONE

Intervallo di lunghezze d'onda utilizzato: 1950–2080 nm.

L'analisi in linea è possibile utilizzando le proprietà della transflettanza e la sonda ad immersione di microinterazione. Il campione scorre attraverso lo

spazio tra il corpo della sonda e la punta dello specchio ad alta energia e la regolazione della punta dello specchio definisce la lunghezza del percorso (pari a due volte lo spazio) per l'analisi.

Table 1. Parametri da monitorare in un reattore PU industriale con spettroscopia NIR in linea.

Parametri	Risultati
%NCO	0–30

NOTE

Un metodo primario (come la titolazione) deve ancora esistere come metodo di riferimento. Una gamma appropriata di campioni che copra la variabilità del processo dovrebbe essere analizzata con entrambi i

metodi per costruire un modello NIR accurato. Le correlazioni vengono effettuate per elaborare le specifiche.

CONCLUSIONE

I poliuretani sono una classe versatile di polimeri sintetici utilizzati per creare un'ampia gamma di prodotti con proprietà e usi diversi. I gruppi isocianato sono componenti reattivi che svolgono un ruolo cruciale nella formazione del poliuretano. Il monitoraggio della %NCO nella produzione di PU è fondamentale per garantire una corretta miscelazione, polimerizzazione, controllo qualità e personalizzazione delle proprietà del materiale per soddisfare le specifiche desiderate.

Un metodo sicuro ed efficiente per monitorare %NCO quasi in tempo reale è la spettroscopia NIR senza reagenti. Il Metrohm Process Analytics 2060 The NIR-Ex Analyzer offre funzionalità di analisi in linea utilizzando la trasflettanza e una sonda ad immersione per microinterattività. Queste sonde sono collegate a fibre ottiche che consentono di installare l'analizzatore a più di 100 metri di distanza dal punto di campionamento e di beneficiare comunque di analisi rapide. Inoltre, questo analizzatore consente la connettività di un massimo di due cabinets NIR alla 2060 Human Interface, espandendo i punti di misurazione a dieci flussi di campioni (cinque per ogni armadio). Ciò offre agli utenti maggiori risparmi per punto di misurazione.



Figure 2. Il 2060 The NIR-Ex Analyzer di Metrohm Process Analytics è in grado di misurare la %NCO nel processo di produzione PU quasi in tempo reale.

DOCUMENTI CORRELATI

[AB-414 Analisi dei polimeri mediante spettroscopia nel vicino infrarosso](#)

[AN-PAN-1051 Monitoraggio del processo in linea del contenuto di umidità nell'ossido di propilene](#)

[AN-PAN-1053 Monitoraggio della produzione di DOTP tramite esterificazione con analisi in linea](#)

[WP-036 Produzione snella di poliuretano, assistita dalla spettroscopia nel vicino infrarosso \(NIR\) e Raman](#)

VANTAGGI PER NIRS IN PROCESSO

- Ottimizza la qualità del prodotto e aumenta i profitti con tempi di risposta rapidi per le variazioni di processo
- Maggiore e più rapido ritorno sull'investimento
- Nessun campionamento manuale necessario, quindi minore esposizione del personale a sostanze chimiche pericolose



Tabella 2. Soluzioni dedicate per le vostre esigenze di campionamento NIRS.

Tipo di sonda	Applicazioni	Processi	Installazione
Sonda di riflettanza a microinterazione	Solidi (ad es. polveri, granuli)	Polimerizzazione in massa	Direttamente nella linea di processo
	Fanghi con >15% di solidi	Estrusione a caldo	Raccordo a compressione o flangia saldata
Sonda ad immersione per microinterattività	Trasparente per la dispersione di liquidi	Fase di soluzione	Direttamente nella linea di processo
	Fanghi con <15% di solidi	Estrusione a temperatura e pressione controllata	Raccordo a compressione o flangia saldata
Coppia di micro sonde di trasmissione	Trasparente per la dispersione di liquidi	Fase di soluzione	Direttamente nella linea di processo o nel reattore
	Fanghi con <15% di solidi	Estrusione a temperatura e pressione controllata	In un loop side-stream
			Raccordo a compressione o flangia saldata
Sonda di riflettanza a microinterazione con spurgo sulla punta di raccolta	Solidi (ad es. polveri, granuli)	Essiccazione di granuli e polveri	Direttamente nell'essiccatore a letto fluido, nel reattore o nella linea di processo
	Ambienti in cui la quantità del campione varia		Raccordo a compressione o flangia saldata

ALTRE APPLICAZIONI NIRS DI PROCESSO RELATIVE AL SETTORE DEI POLIURETANI:

- Determinazione dell'umidità nella fase di asciugatura
- Determinazione del numero di idrossili
- Monitoraggio della polimerizzazione dell'elastomero poliuretano
- Determinazione della dilatazione lineare percentuale nelle resine poliuretano
- Contenuto d'acqua dei polioli (%)
- Determinazione dei numeri di acidità e alcalinità dei polioli
- Determinazione dell'acidità come numero di acidità (AN) per poliuretano polioli

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



2060 The NIR-Ex Analyzer

Lo strumento **2060 The NIR-Ex Analyzer** rappresenta la prossima generazione degli strumenti per spettroscopia di processo prodotti da Metrohm Process Analytics. Con il suo design unico e comprovato, curato in ogni minimo dettaglio, garantisce risultati precisi ogni *10 secondi*. Può essere utilizzato per l'analisi non distruttiva di liquidi e solidi direttamente nella linea di processo o in un recipiente di reazione utilizzando sonde a contatto e a fibre ottiche. È stato progettato per permettere di collegare fino a cinque (5) sonde e/o celle di flusso. Tutti e cinque i canali sono configurabili indipendentemente l'uno dall'altro con il versatile software brevettato, integrato.

Inoltre, questo strumento di analisi è dotato di certificazione IECEx e soddisfa i requisiti delle Direttive UE ATEX. È stato progettato con un sistema di pressurizzazione/spurgo approvato insieme ad altri dispositivi elettronici integrati, che impediscono a eventuali gas o fumi esplosivi presenti nell'aria ambiente di penetrare nell'involucro dello strumento di analisi. Inoltre, è disponibile in altre tre versioni: **2060 The NIR Analyzer**, **2060 The NIR-R Analyzer** e **2060 The NIR-REx Analyzer**.