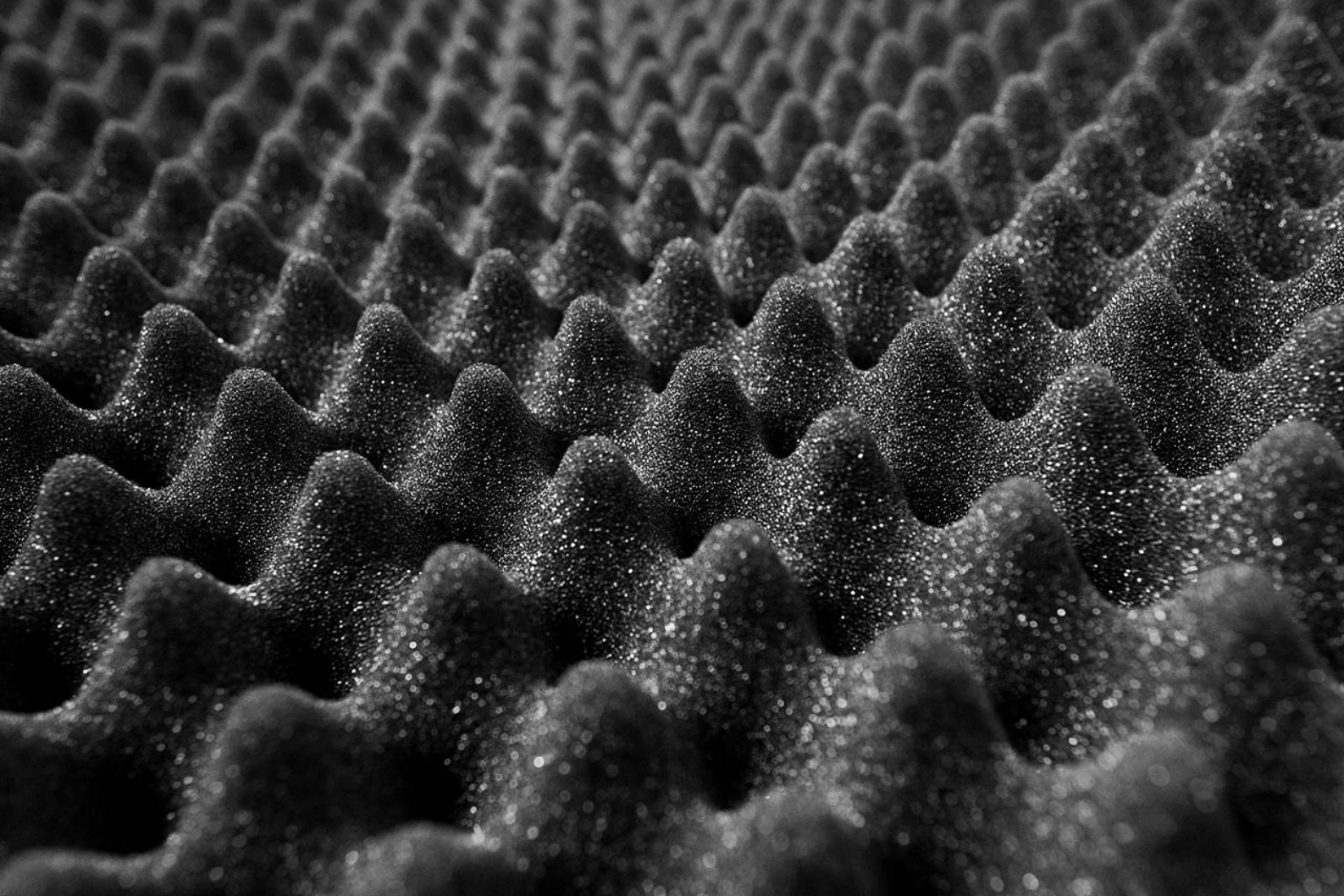




Application Note AN-PAN-1041

Monitorización inline del contenido de isocianato libre en el poliuretano

Los poliuretanos (PU) son polímeros sintéticos que se utilizan para crear una amplia gama de productos, desde estructuras de espuma flexible o rígida hasta elementos de seguridad en automóviles. Las propiedades físicas de los productos de PU pueden variar mucho. Los PU se forman haciendo reaccionar di/polisocianatos líquidos y polioles con un catalizador y aditivos. Por tanto, determinar el contenido de isocianato libre (%NCO) en el proceso de fabricación es un parámetro crítico para optimizar la producción. Generalmente, se toman muestras puntuales y se analizan en un laboratorio mediante

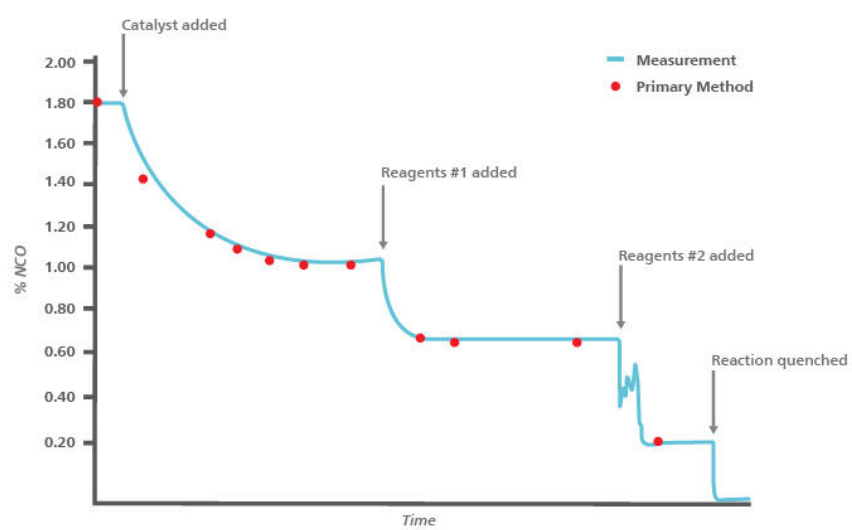
métodos de valoración que son lentos y generan residuos. El control en línea del %NCO en tiempo real es una forma más segura y eficaz de controlar y mejorar la producción de PU y reducir los residuos. Esta nota de aplicación al proceso presenta un método para controlar con precisión el porcentaje de NCO en el proceso de fabricación de PU en "tiempo real" mediante espectroscopia de infrarrojo cercano (NIR). Esto puede hacerse de forma segura, fiable y óptima con un 2060 The NIR-Ex Analyzer de Metrohm Process Analytics.

INTRODUCCIÓN

Los poliuretanos son una clase de polímeros sintéticos que se utilizan para crear estructuras sólidas o de espuma, flexibles o rígidas, como colchones, suelas de zapatos, cascos de seguridad, aislamiento, material de embalaje, tablas de surf, palas de turbinas eólicas y varias características de seguridad en automóviles, por nombrar algunas. La variedad de densidades, durezas y durabilidad que se encuentran en los productos de PU es enorme debido a la gran cantidad de recetas disponibles. Los poliuretanos se forman haciendo reaccionar di/poliisocianatos y polioles líquidos con un catalizador y varios aditivos. Las adiciones escalonadas de estos productos químicos se producen en un reactor antes de que la mezcla final se esparza sobre rodillos o se inyecte en moldes para seguir procesándola según las especificaciones del cliente. La reacción entre poliisocianatos y polioles es rápida y exotérmica, comenzando con la adición de un catalizador al reactor. El proceso alcanza un equilibrio inicial, después del cual se realizan tres adiciones químicas por etapas en el reactor para modificar las propiedades del PU (Figura 1a). El reactivo final apaga los grupos funcionales de isocianato (NCO) de los isocianatos que no han reaccionado. Por lo tanto, aquí es crucial conocer la concentración precisa de NCO. Determinar el % de NCO en el proceso de fabricación de PU es un

parámetro crítico para ayudar a determinar la proporción de mezcla adecuada entre los diferentes reactivos para optimizar la producción de varias características de PU. Esto generalmente se realiza en el laboratorio mediante métodos de titulación después de tomar muestras puntuales del reactor en varios puntos del proceso de mezcla. La titulación de laboratorio es lenta y utiliza productos químicos que requieren una eliminación adecuada. Otro problema es que durante el transporte al laboratorio, las propiedades de la muestra cambian a medida que se expone a condiciones ambientales que no son representativas del reactor. Una forma más segura de optimizar la producción de PU, disminuir el desperdicio y ahorrar tiempo y dinero es monitorear el %NCO en línea casi en tiempo real. Los analizadores espectroscópicos de infrarrojo cercano sin reactivos permiten comparar los datos espectrales recopilados directamente del proceso con un método primario para crear un modelo simple pero indispensable para las necesidades del proceso de fabricación. El **analizador NIR-Ex 2060 (Figura 2) de Metrohm Process Analytics** tiene IMPACT como software integrado, que gestiona la transferencia de resultados utilizando protocolos de comunicación de la industria bien conocidos a cualquier sala de control de la planta.

a)



b)

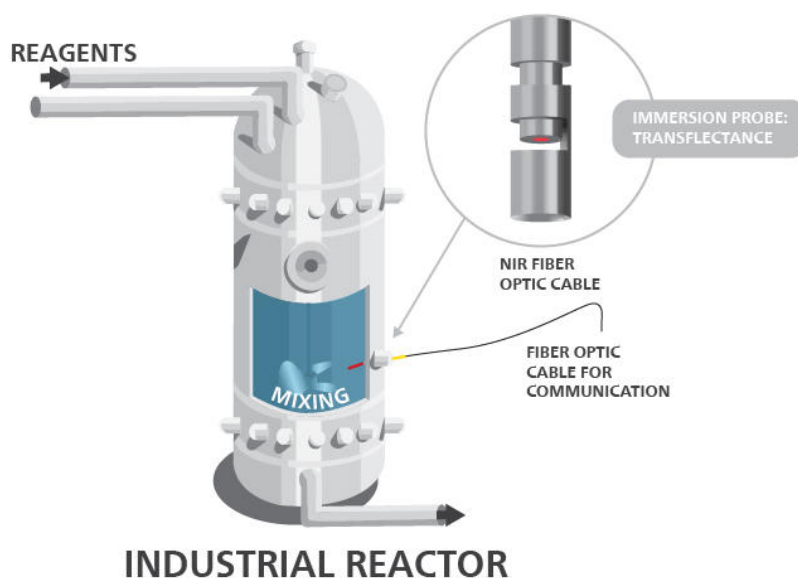


Figure 1. a) Modelo NIR que ilustra cómo se pueden acortar los diferentes pasos de mezcla en el proceso de producción de PU. El muestreo puntual (puntos rojos) puede pasar por alto ciertos eventos. b) Estilización de la ubicación sugerida para la sonda NIR en un reactor industrial de PU.

Con la tecnología NIRS, el proceso se puede monitorear rápidamente en línea para determinar la proporción de mezcla adecuada entre los diferentes reactivos para optimizar la producción de PU. La **Figura 1** muestra un gráfico de tendencia del %NCO frente al tiempo determinado por NIRS. Se utiliza una

sonda de inmersión diseñada específicamente para estas aplicaciones con un espacio ubicado en la punta de la sonda (**Figura 1b**). Además, es posible obtener más control sobre la producción de PU utilizando un analizador NIR-Ex 2060, ya que puede monitorear hasta cinco puntos de proceso con cada gabinete NIR.

APLICACIÓN

Rango de longitud de onda utilizado: 1950–2080 nm. El análisis en línea es posible utilizando las propiedades de transfectancia y la sonda de inmersión de microinteracción. La muestra fluye a

través del espacio entre el cuerpo de la sonda y la punta del espejo de alta energía y al ajustar la punta del espejo se define la longitud del camino (igual a dos veces el espacio) para el análisis.

Tabla 1. Parámetros a monitorear en un reactor industrial de PU con espectroscopía NIR en línea.

Parámetros	Resultados
%NCO	0–30

COMENTARIOS

Aún debe existir un método primario (como la titulación) como método de referencia. Se debe analizar un rango apropiado de muestras que cubran la variabilidad del proceso mediante ambos métodos

para construir un modelo NIR preciso. Las correlaciones se hacen con las especificaciones del proceso.

CONCLUSIÓN

Los poliuretanos son una clase versátil de polímeros sintéticos que se utilizan para crear una amplia gama de productos con diferentes propiedades y usos. Los grupos isocianato son componentes reactivos que juegan un papel crucial en la formación de poliuretano. El monitoreo del %NCO en la producción de PU es crucial para garantizar una mezcla, un curado y un control de calidad adecuados, y adaptar las propiedades del material para cumplir con las especificaciones deseadas.

Un método seguro y eficiente para controlar el % de NCO casi en tiempo real es la espectroscopía NIR sin reactivos. Metrohm Process Analytics 2060 El analizador NIR-Ex ofrece capacidades de análisis en línea utilizando transflectancia y una sonda de inmersión de microinteracción. Estas sondas están conectadas a fibras ópticas que permiten configurar el analizador a más de 100 metros del punto de muestreo y seguir beneficiándose de análisis rápidos. Además, este analizador permite la conectividad de hasta dos gabinetes NIR a una interfaz humana 2060, expandiendo los puntos de medición a diez flujos de muestra (cinco para cada gabinete). Esto brinda a los usuarios más ahorros por punto de medición.



Figura 2. El analizador NIR-Ex 2060 de Metrohm Process Analytics puede medir el % de NCO en el proceso de producción de PU casi en tiempo real.

AB-414 Polymer analyses using near-infrared spectroscopy

AN-PAN-1051 Inline process monitoring of the moisture content in propylene oxide

AN-PAN-1053 Monitoring of DOTP production via

esterification with inline analysis

WP-036 Lean manufacturing of polyurethane assisted by near-infrared (NIR) and Raman spectroscopy

BENEFICIOS DE NIRS EN PROCESO

- Optimice la calidad del producto y aumente las ganancias con tiempos de respuesta rápidos para las variaciones del proceso
- Mayor y más rápido retorno de la inversión
- No se necesita muestreo manual, por lo tanto, menos exposición del personal a productos químicos peligrosos.



Tabla 2. Dedicated solutions for your NIRS sampling needs.

Probe Type	Applications	Processes	Installation
Micro interactance reflectance probe	Solids (e.g., powders, granules)	Bulk polymerization	Direct into process line
	Slurries with >15 % solids	Hot melt extrusion	Compression fitting or welded flange
Micro interactance immersion probe	Clear to scattering liquids	Solution phase	Direct into process line
	Slurries with <15% solids	Temperature- and pressure-controlled extrusion	Compression fitting or welded flange
Micro transmission probe pair	Clear to scattering liquids	Solution phase	Direct into process line or reactor
	Slurries with <15% solids	Temperature- and pressure-controlled extrusion	Into a side-stream loop
			Compression fitting or welded flange
Micro interactance reflectance probe with purge on collection tip	Solids (e.g., powders, granules)	Drying of granules and powders	Direct into the fluid bed dryer, reactor, or process line
	Environments where sample amount varies		Compression fitting or welded flange

OTRAS APLICACIONES NIRS DE PROCESO RELACIONADAS CON EL SECTOR DE LOS POLIURETANOS:

- Determinación de la humedad en el paso de secado
- Determinación del número de hidroxilo
- Supervisión del curado del elastómero de poliuretano
- Determinación del porcentaje de expansión lineal en resinas de poliuretano
- Contenido de agua de los polioles (%)
- Determinación de los índices de acidez y alcalinidad de polioles
- Determinación de la acidez como índice de acidez (AN) para poliéter polioles

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

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 diseño 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 diseñado 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 diseñado 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**.