

IR-ATR-Sensorik für die Prozessanalyse von Isocyanat- Verbindungen

G. Sulz, C. Bolwien, A. Lambrecht

Fraunhofer Institut für Physikalische Messtechnik IPM,

Heidenhofstr. 8, 79110 Freiburg

Eine kontinuierliche Überwachung des Produktionsprozesses in der chemischen Industrie gewährleistet einen sicheren Anlagenbetrieb, eine hohe Auslastung und eine hohe gleichbleibende Produktqualität. Für Isocyanate, die als Grundstoffe für Polyurethanprodukte in großen Mengen hergestellt werden, ist das essentiell. Eine sichere automatisierte Prozessanalytik wird benötigt. Optische Messverfahren besitzen dafür ein hohes Potential, da sie auch für den inline-Einsatz ausgelegt werden können.

Im Labor ist die Analytik mittels abgeschwächter Totalreflexions (ATR) - Spektroskopie im Infrarotbereich ein etabliertes Verfahren. Für den Einsatz im Prozess bestehen jedoch erhebliche Schwierigkeiten, da der Stoffaustausch an der Oberfläche des ATR-Elements nicht durch Verschmutzung und Beläge beeinträchtigt werden darf. Das bedingt hohe Anforderungen an die Materialien und Reinigbarkeit eines ATR-Prozesssensors. Aus diesem Grund wird im BMBF-Forschungsvorhaben ZYRAT ein Messverfahren untersucht, das im Gegensatz zu üblicherweise verwendeten ATR-Elementen mit planaren Oberflächen eine hohlzylinderförmige Geometrie aufweist. Damit lassen sich Tauchsonden mit glatter zylindrischer Oberfläche realisieren, die über eine Flanschverbindung selbstdichtend in einen Prozessstrom eingeführt und automatisch gereinigt werden können. Als erste Anwendung sollen Isocyanatlösungen mit der neuartigen Prozesssonde charakterisiert werden.

Die Grundlage dafür lieferten erste Laboruntersuchungen mit einem planaren ATR-Photometersystem zur Bestimmung von Isocyanatkonzentrationen in Prozessanwendungen [1]. Konzentrationen von Toluoldiisocyanat (TDI) in Monochlorbenzol (MCB) zwischen 0 und 1000 ppm konnten mit einem kompakten Zweikanal-Filterphotometeraufbau mit einer Nachweisgrenze < 100 ppm bestimmt werden.

Optische Simulationen für ATR- Hohlzylindersegmente aus Saphir zeigen, dass der erreichbare Lichtdurchsatz mit ca. 8% etwa so groß ist wie der eines planaren ATR-Elements. Daher wurden systematische Versuche zur Konzentrationsbestimmung von Isocyanatlösungen mit einem neuen planaren Sensoraufbau durchgeführt. Eine

entscheidende Verbesserung besteht darin, dass an Stelle des Zweikanal-Photometers ein spektral durchstimmbares Fabry-Pérot-Interferometer (FPI) – Detektor (Infratec LFP-3850C-337) eingesetzt wird. Damit ist die Aufnahme eines Infrarotspektrums von 3.8 μm bis 5.0 μm möglich. So können neben unterschiedlichen Isocyanatlösungen und Lösungsmitteln auch weitere Flüssigkeiten untersucht werden.

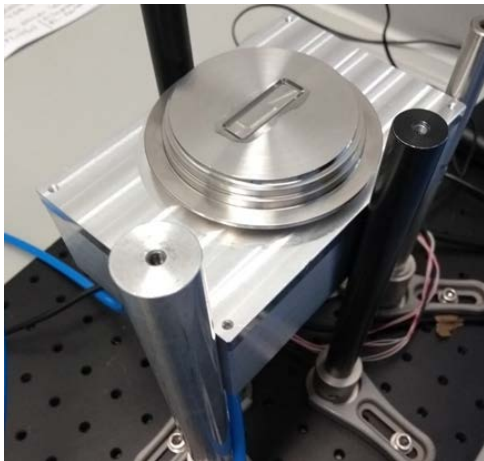


Abbildung 1: ATR-Prozesssensor mit planarem Saphir- Element und FPI- Detektor.

Es werden Ergebnisse zu Konzentrationsmessungen von TDI in MCB, des BASF Produkts Basonat® HI 100 (trimerisiertes HDI) in Propylencarbonat (PC) [1] sowie von wässrigen Acetonitril-Mischungen gezeigt. Für die ATR-Spektroskopie kann Acetonitril als Ersatzstoff für die toxischen Isocyanatlösungen verwendet werden. Die Versuche wurden mit ZnSe- und Saphir-Kristallen durchgeführt. Vergleichend dazu wurden Messungen mit einem kompakten FTIR-Spektrometer (Bruker Alpha) durchgeführt und mit den FPI-Messungen verglichen. Die Empfindlichkeit des ATR-Messverfahrens ist nicht allein von der Stärke der stoffspezifischen IR-Bande abhängig, sondern wird stark durch den Brechungsindex des Lösungsmittels – in Relation zum ATR-Kristallmaterial - bestimmt. Sowohl für TDI in MCB als auch für Basonat in PC wurden Nachweisgrenzen < 20 ppm mit dem FPI erreicht. Auf Grund der optischen Simulationen ist zu erwarten, dass nach Bereitstellung eines Funktionsmodells durch die ZYRAT-Verbundpartner diese Ergebnisse auch in Zylindergeometrie reproduziert werden können.

Wir danken der Fa. Infratec für die kostenfreie Bereitstellung des FPI-Detektors und dem Bundesministerium für Forschung und Technologie (BMBF) für die Förderung dieser Arbeiten im Rahmen der Projekte ZYRAT (FKZ 13N14188) und MIDIOS (FKZ 13N14577).

[1] M. Theuer, S. Hennig, W. Ferstl, W. Konz, A. Lambrecht, tm- Technisches Messen 82(1),16-23 (2015)