

# IR-ATR-Sensorik mit Hohlzylindern für die Prozessanalyse von Isocyanat-Verbindungen

A. Lambrecht, G. Sulz, C. Bolwien, Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM, Heidenhofstr. 8, 79110 Freiburg

## Ausgangslage

- Der Einsatz der Infrarotspektroskopie mit abgeschwächter Totalreflexion (ATR) erfordert einen ungestörten Stoffaustausch an der Oberfläche des ATR-Elements.
- Für online- und inline-Messungen ist ein prozestaugliches und automatisch reinigbares System notwendig. Dazu wird im BMBF-Projekt ZYRAT eine Sonde mit einem zylinderförmigen Saphir-ATR-Element entwickelt.
- Isocyanatverbindungen werden als Grundstoffe für Polyurethanprodukte in großen Mengen hergestellt. Die neuartige Prozesssonde soll Isocyanatkonzentrationen mit einer Nachweisgrenze < 100 ppm bestimmen können.

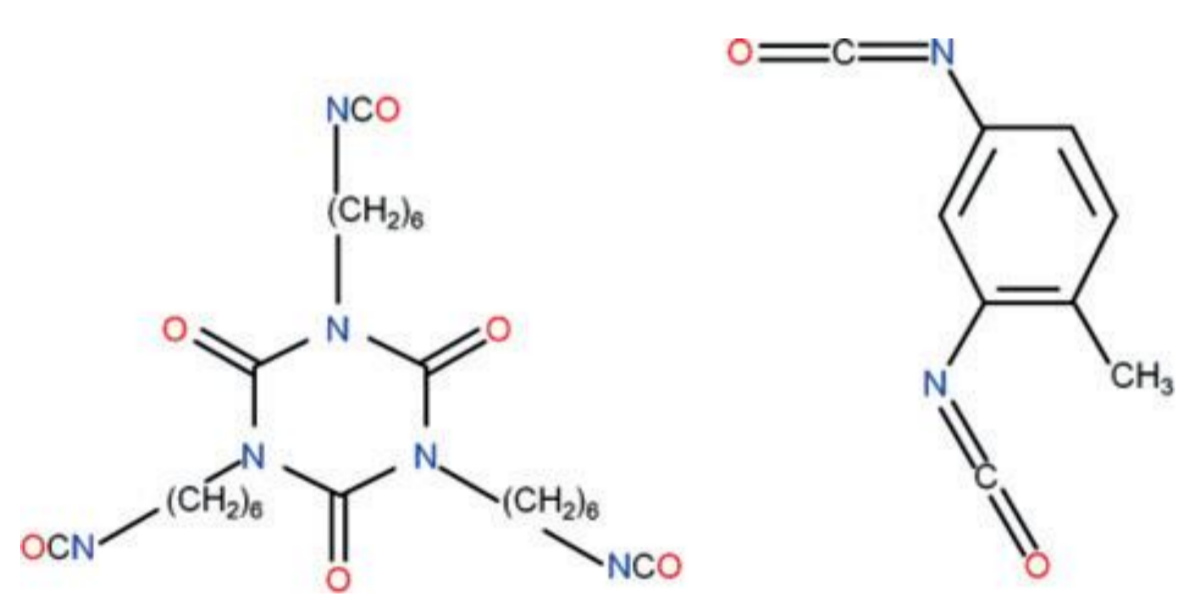


Quelle: Endress + Hauser

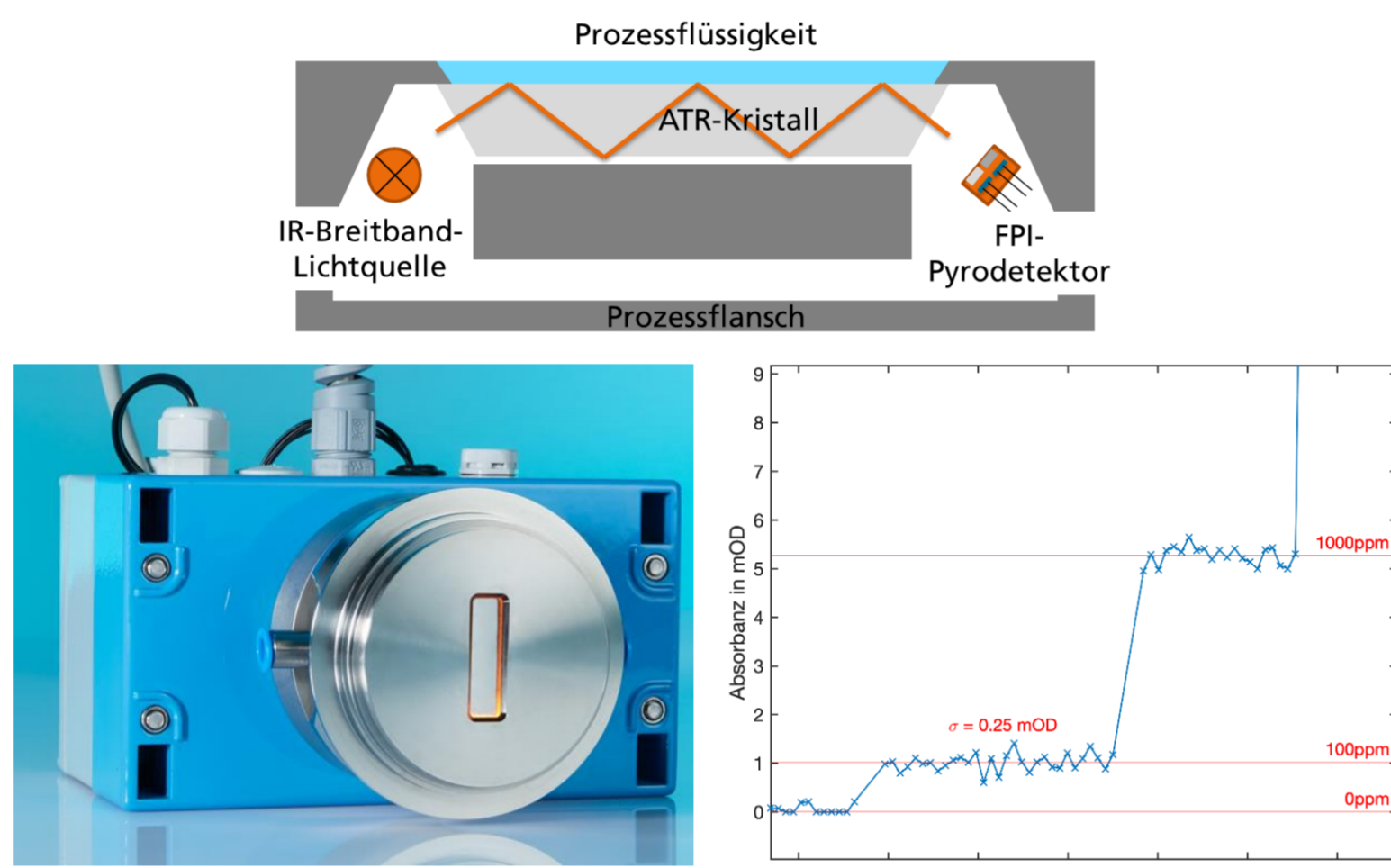
## Untersuchungen mit planarer ATR-Sonde

### Zielanalyte

Toluoldiisocyanat (TDI) in Mono-chlorbenzol (CB)  
Trimerisiertes HDI (Basonat H100) in Propylencarbonat (PC)

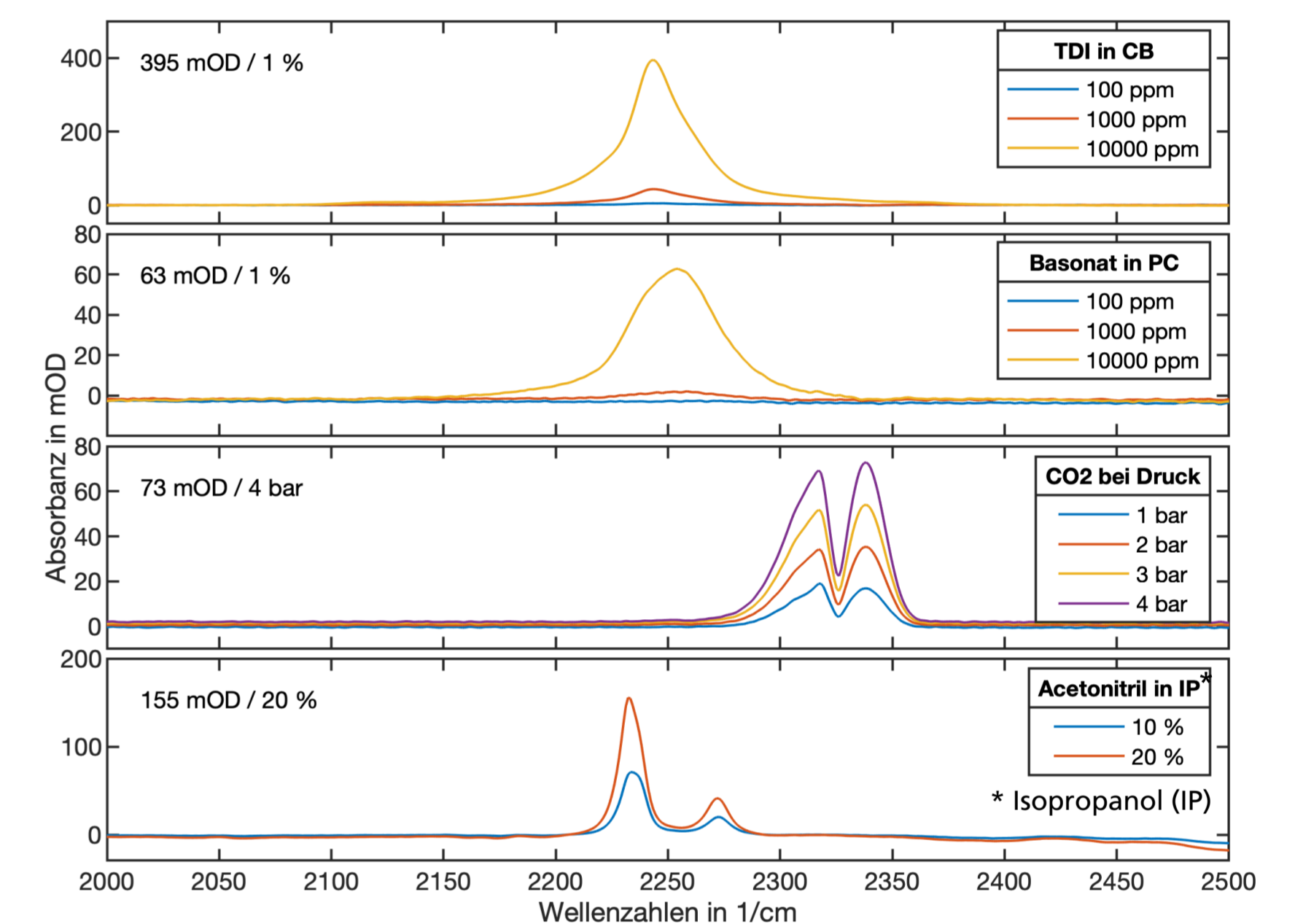
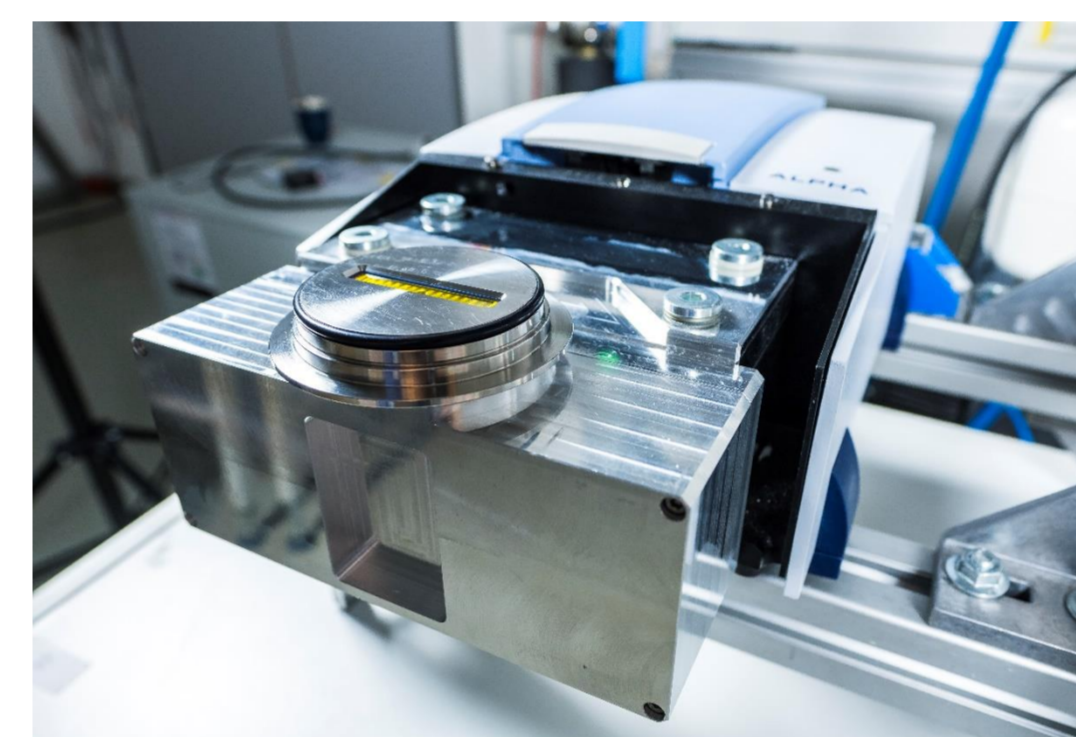


### ATR-Prozessphotometer mit VARIVENT®-Flansch



Nachweisgrenze (1 $\sigma$ ) für Basonat < 20 ppm ( FPI-Detektor)

### FTIR-Messungen zu Ersatzstoffen

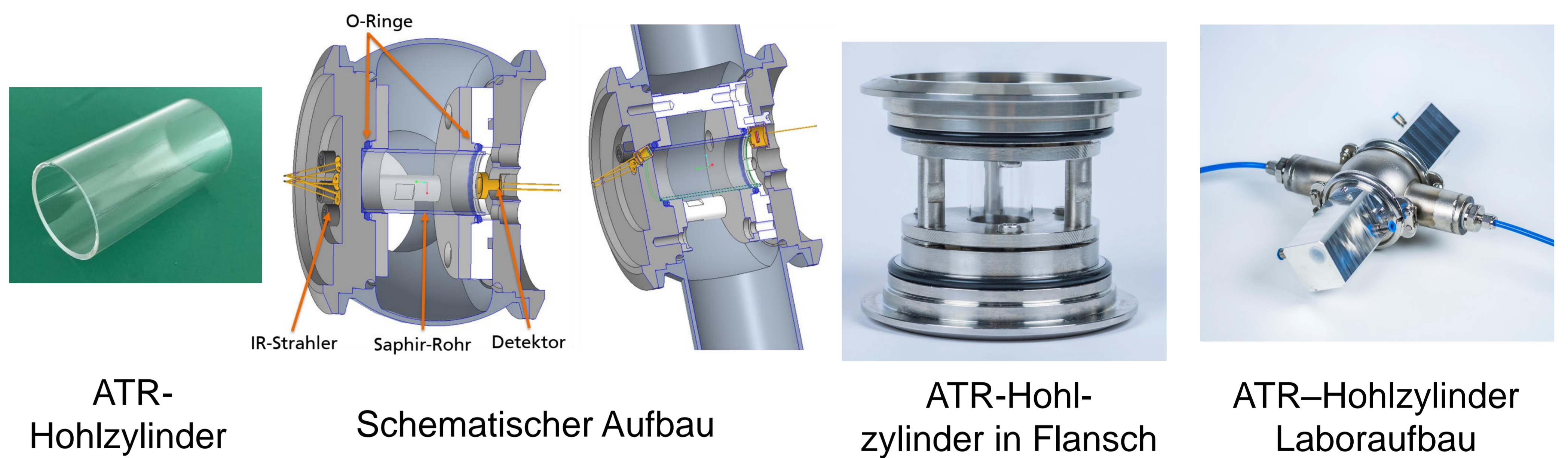


Absorbanzvergleich: Basonat ~ 8,13 \* Acetonitril

## Laboraufbauten

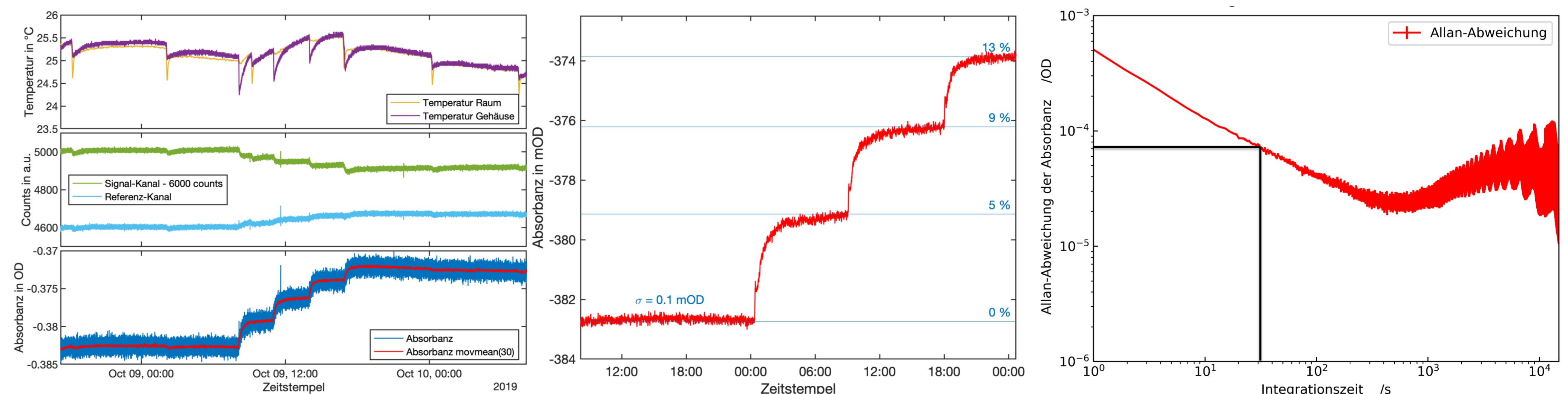
- Saphirrohr:  
L = 40 mm, d = 20 mm, w = 1 mm  
eine Seite mit 69° Fase
- 3 IR-Strahler JSIR350-5-BL
- Vierkanal-Pyro-Detektor LRM 254\*  
3,9  $\mu\text{m}$  / 90 nm // 4,43  $\mu\text{m}$  / 270 nm

\* Nur zwei Kanäle genutzt



## Ergebnisse

- Acetonitril in Isopropanol (IP)
- Nachweisgrenze (LOD, 1 $\sigma$ ) < 0.2 %
- 1% Aceton. => 196 ppm TDI
- 1% Aceton. => 1230 ppm Basonat
- => LOD für TDI < 50 ppm
- => LOD für Basonat < 250 ppm



## Ausblick

- Weitere Untersuchungen mit ATR-Hohlzylindersegmenten und in Reflexionsmessanordnung geplant.
- Die Integration eines ATR-Hohlzylinder-Elements in eine Prozesssonde wird durch die ZYRAT-Verbundpartner realisiert.