

CP-II-3

CUANTIFICACIÓN DE TDI MEDIANTE FTIR EN REACCIONES DE FORMACIÓN DE POLIURETANOS

Sandra Naranjo Modad*, Alberto Rosas Aburto, Gabriela Huicochea Grobet, Graciela Flores Rosete

Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico, GIRSA Corporativo, S.A. de C.V.

Av. de los Sauces No. 87, Mz. 6, Lerma, Estado de México, 52000 México

La cuantificación del contenido de isocianato (% NCO) es de gran importancia durante la síntesis de poliuretanos, pues permite medir el avance de la polimerización en función del tiempo. El método tradicional de cuantificación se lleva a cabo mediante la titulación inversa de la n-dibutilamina. Este método presenta varias desventajas: a) depende del punto final visto por el operador de la técnica; b) depende del estado de los reactivos analíticos y c) presenta una pobre sensibilidad a bajas concentraciones de NCO. Un método que podría eliminar los inconvenientes mencionados permitiendo a la vez una medición rápida y sencilla es la cuantificación en espectroscopía de infrarrojo. Esta metodología ha sido utilizada con anterioridad por Kincal & Özkar (¹).

Se emplearon isocianatos puros y mezclas binarias para construir curvas de calibración por tipo de isocianato y una curva de calibración universal. Lo anterior permitiría cuantificar NCOs en diferentes tipos de reacciones de isocianatos. Se lanzaron reacciones TDI-poliéster y se siguió su cinética mediante el método de la n-dibutilamina (volumétrico) y el método FTIR.

En la Figura 1 se muestra la disminución de la señal del grupo funcional NCO (2274cm^{-1}) del isocianato indicando el avance de la reacción durante la formación de poliuretanos y demostrando la viabilidad de la técnica propuesta.

La ventana de la calibración universal obtenida mediante el método PLS se muestra en la Figura 2.

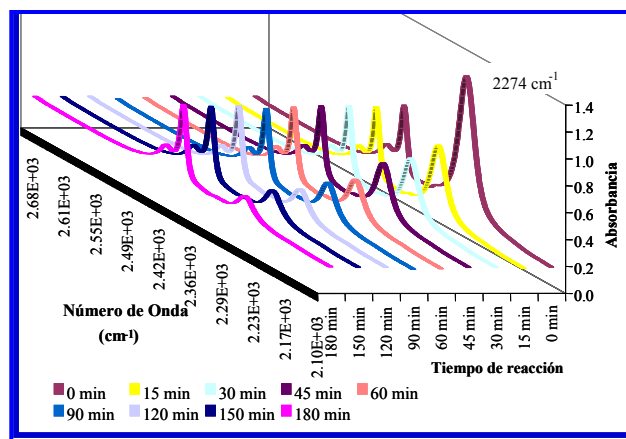


Fig. 1 Disminución de la concentración de NCO (2274cm^{-1}) durante formación de Poliuretanos

Se puede observar que en la mayoría de los casos los errores observados son menores al 5%. Como se aprecia en la Figura 3 el método FTIR es capaz de medir concentraciones más bajas que el método volumétrico, el cual ya no reporta diferencias a partir de concentraciones de 1.4% NCO (peso/peso). Asimismo, la predicción de la concentración de NCOs es igualmente eficaz al emplear la curva obtenida con TDI que al utilizar la curva universal.

En contraste, la predicción de la concentración de TDI mediante las curvas de calibración generadas con otros isocianatos no es viable (Figura 4).

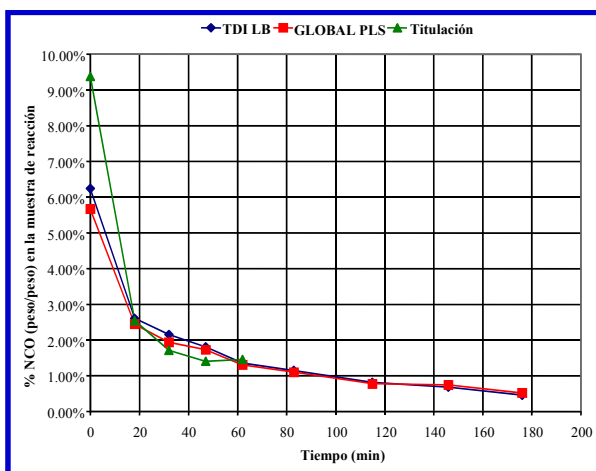


Fig. 3. Seguimiento de la cinética de la reacción TDI-Poliéster mediante el método tradicional y FTIR

La cuantificación FTIR arroja valores equivalentes a los valores obtenidos mediante el método tradicional, con la ventaja de ser más fácil y rápido. Adicionalmente, con el método FTIR es posible cuantificar isocianatos hasta concentraciones menores, lo que permite determinar mejor el punto final de la reacción de polimerización de isocianatos.

1) Kincal, D. y Özkaz, S.(1997). J. App. Polym. Sci., 66: 1979-1983

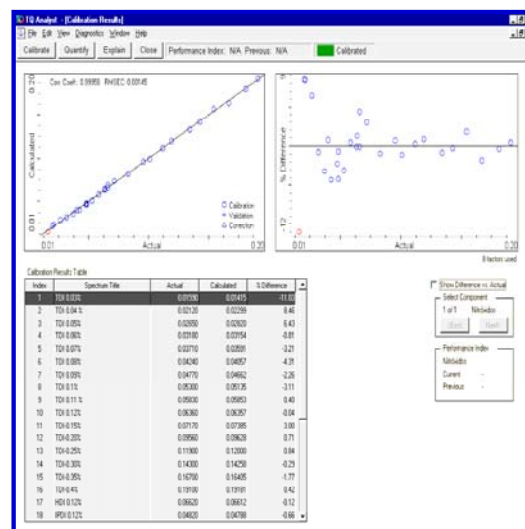


Fig. 2. Ventana de la Calibración Global método PLS, Software TQ Analysis

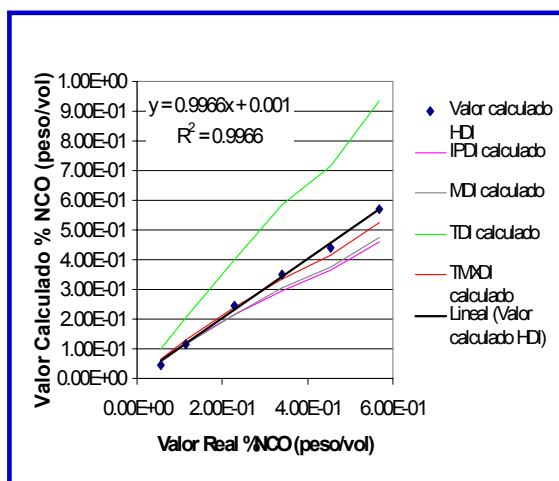


Fig. 4. Predicción de % NCO en soluciones de isocianatos puros calculadas con curva de calibración de HDI método PLS