

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA
DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

TESI DI LAUREA IN
INGEGNERIA DEI PROCESSI INDUSTRIALI E DEI MATERIALI
(Laurea triennale DM 270/04 – indirizzo Processi Industriali)

VALUTAZIONE DELLE SPECIFICHE DI PROCESSO E
CONTROLLO QUALITÀ DI UN NUOVO PRODOTTO TPU

Relatore: Prof. Michele Modesti

Correlatore: Dott.ssa Daniela Seragio

Laureando: LUIGI BOSA

ANNO ACCADEMICO 2011 – 2012

INDICE

1. GENERALITÀ SUL TIROCINIO.....	3
1.1 OBIETTIVI DEL TIROCINIO.....	3
2. CHIMICA ED ASPETTI DI PRODUZIONE DEI POLIMERI.....	4
2.1 CHIMICA DEI POLIURETANI.....	4
2.1.1 POLIOLO.....	4
2.1.2 ISOCIANATO.....	5
2.1.3 ESTENSORI DI CATENA: BDO.....	5
2.1.4 CATALIZZATORE.....	6
2.2 STRUTTURA DEI POLIURETANI.....	7
2.3 PRODUZIONE DEI POLIURETANI.....	10
2.3.1 METODO DI PRODUZIONE ONE SHOT.....	11
2.3.2 DESCRIZIONE DELLE LINEE L1 E L2.....	14
2.3.2.1 LINEA L1.....	14
2.3.2.2 LINEA L2.....	16
2.3.3 PROCESSO A DUE STADI E LA PRODUZIONE DELLE CHIPS...	19
3. CONTROLLO QUALITÀ E ANALISI DATI.....	20
3.1 ANALISI DI LABORATORIO.....	20
3.2 ANALISI DEI DATI.....	22
• Produzione in L1.....	22
• Produzione in L2.....	32
3.3 SPECIFICHE PRODOTTO/PROCESSO.....	39
3.4 CONCLUSIONI.....	40

CAPITOLO 1

GENERALITÀ DEL TIROCINIO

Questa tesi è stata svolta presso l'azienda API SPA di Mussolente (VI) tra dicembre 2011 e marzo 2012.

API opera dal 1956 nello sviluppo e produzione di compounds di materiali termoplastici ed elastomeri nei più svariati settori di applicazione fornendo una gamma completa di TPU, TPE, PU ed elastomeri biodegradabili.

Il frequente aggiornamento degli impianti e dei processi produttivi assieme alla ricerca del miglioramento continuo permettono l'ottenimento di nuovi prodotti e la costanza di qualità degli stessi.

1.1 OBIETTIVI DEL TIROCINIO

In questa tesi si vuole valutare il miglior processo produttivo e controllo qualità sia in ingresso, delle materie prime, che in uscita, del prodotto finito, in modo da definire le specifiche di prodotto di una nuova serie di TPU che si vuole immettere nel mercato, la serie che chiameremo molto semplicemente “*NEW*”.

Questa nuova serie di prodotti si diversifica dalle precedenti per le materie prime utilizzate e per il metodo di produzione, ottimizzato dal punto di vista economico.

Per questi nuovi materiali è richiesto, oltre al mantenimento delle ottime proprietà meccaniche intrinseche nel TPU, il rispetto di specifici range di viscosità, che permettono la lavorabilità dei materiali stessi nelle loro applicazioni finali.

Per ottenere questo risultato sono stati rilevati nel corso di vari lotti di produzione tutti i dati significativi del processo, tramite le schede di prodotto, e sono state misurate le viscosità nel tempo dei prodotti risultanti.

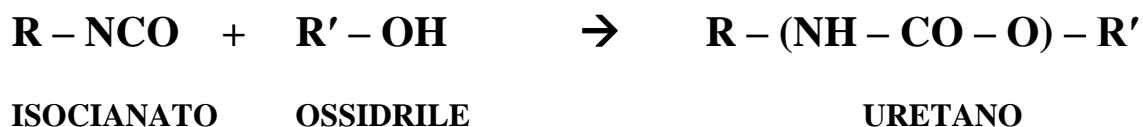
Sono stati anche valutati i comportamenti sul prodotto finito delle materie prime utilizzate.

CAPITOLO 2

CHIMICA ED ASPETTI DI PRODUZIONE DEI POLIMERI

2.1 CHIMICA DEI POLIURETANI

Con il termine poliuretano si indica tutti quei polimeri costituiti dal gruppo uretano (-NHCOO-) formatosi dalla reazione chimica tra un gruppo isocianato (-NCO) e un gruppo ossidrilico (-OH),



La reazione è esotermica e sviluppa calore.

I poliuretani possono essere considerati dei poliaddotti cioè sono in una posizione intermedia fra i polimeri di poliaddizione e quelli di policondensazione. A livello industriale è pressoché difficile realizzare la polimerizzazione in un'unica reazione, si sfrutterà un terzo componente, l'estensore di catena o reticolante, e, in molti casi, anche un catalizzatore per accelerare la reazione.

2.1.1 POLIOLO

Uno dei componenti principali del poliuretano è il POLIOLO, che presenta più di un gruppo ossidrilico terminale alla catena polimerica.

Questi gruppi OH- funzionali determinano la facilità della formazione del legame con l'NCO del gruppo isocianato.

Esistono principalmente due classi di polioli usati: i polieteri e i poliesteri.

In questa tesi si prenderanno in esame i polioli poliesteri e cercheremo di capire come il loro comportamento influenzi le caratteristiche finali del prodotto.

I poliesteri sono prodotti a partire da un acido, nel nostro caso acido adipico, e un estensore di catena, che nel nostro caso è il butandiolo (BDO). La reazione è una policondensazione che porta a un poliolo con peso molecolare medio di 2000 u.



Figura 1.1: Generico poliolo.

I polioli in API vengono stoccati in cisterne dedicate ad una temperatura di 75°C per permetterne il loro utilizzo in impianto.

2.1.2 ISOCIANATO

L'isocianato è caratterizzato dalla presenza del gruppo NCO, quello che prenderemo in esame in questa tesi è l'MDI (4,4' DIFENILMETANO DIISOCIANATO), solido a temperatura ambiente e stoccato a 45°C per poterlo utilizzare in impianto.

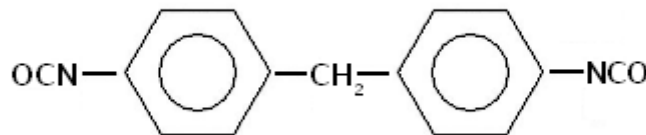


Figura 1.2: 4,4' DIFENILMETANO DIISOCIANATO (MDI)

PESO MOLECOLARE (PM)	<i>g/mole</i>	250
TEMPERATURA DI FUSIONE (T)	<i>° C</i>	38
TEMPERATURA DI EBOLLIZIONE (T)	<i>° C</i>	> 300
VISCOSITÀ A 45° C (μ)	<i>mPs*s</i>	5

Tabella 1.1: Proprietà chimico fisiche della DMF

Essendo una molecola “pura”, in questa tesi verrà considerata come una variabile fissa, anche se sicuramente avrà una sua influenza a seconda del lotto utilizzato.

2.1.3 ESTENSORI DI CATENA: BDO

L'estensore di catena maggiormente utilizzato è il butandiolo (BDO), ma si possono utilizzare anche altri dioli quali dietilenglicole, neopentilglicole, etc.

Servono sia per aumentare la durezza del polimero finale che per modificarne alcune proprietà.

Anche in questo caso, essendo una molecola “pura”, verrà considerata come una variabile fissa.

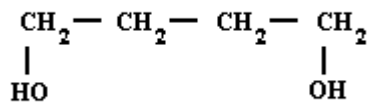


Figura 1.3: 1,4 BUTANDIOLO

2.1.4 CATALIZZATORE

La reazione chimica per la formazione del poliuretano non avviene in unico stadio; si possono formare reazioni chimiche secondarie e indesiderate, si vogliono evitare reazioni non totalmente completate per l'eccesso di un reagente. L'utilizzo di catalizzatori favorisce la reazione diretta che porta al poliuretano migliorandone la qualità finale.

2.2 STRUTTURA DEI POLIURETANI

I poliuretani sono polimeri molto complessi nella loro forma strutturale e presentano un peso molecolare complessivo maggiore di 20.000 *g/mole*. Il polimero finale presenta caratteristiche assai diverse rispetto ai monomeri di partenza: cambieranno sia le proprietà fisiche, come il punto di fusione, sia le proprietà chimico-fisiche come la struttura cristallina, i legami intramolecolari, la densità e il peso molecolare. Proprio il peso molecolare, per la sua complessità, è difficile da analizzare in ambito aziendale; si utilizzeranno metodi indiretti per stabilire tale valore. La prova viscosimetrica, utilizzata in questa esperienza, è basata sul fatto che se un polimero ha una viscosità elevata allora il suo peso molecolare è elevato, mentre se la viscosità è bassa allora il peso molecolare sarà relativamente basso.

Le proprietà dei prodotti API vengono espressi indicando i rispettivi range di appartenenza; tali range hanno valori specifici di viscosità che vanno da valori di 2.500 cps a 30.000 cps (centi Poise) così suddivisi:

SUFFISSO	VALORI DI RANGE
LV (viscosità bassa)	2.500 – 4.000 cps
PS (viscosità medio-bassa)	4.000 – 8.000 cps
H (viscosità medio-alta)	8.000 – 20.000 cps
HHV (viscosità alta)	15.000 – 30.000 cps

Tabella 2.1: range di appartenenza delle singole viscosità

L'isocianato presenta un peso molecolare di 250 *g/mole* e tenderà a reagire più facilmente con l'estensore di catena perché anche quest'ultimo ha un peso molecolare relativamente basso (il butandiolo ha un peso molecolare di 90 *g/mole*) rispetto al poliolo che ha una lunga catena polimerica con un peso molecolare che va dai 1.000 ai 2.000 *g/mole*. Come si vede dalla figura (2.1) si formeranno in questo modo dei segmenti “duri”; più è alta la quantità di estensore di catena più domini duri ci saranno.

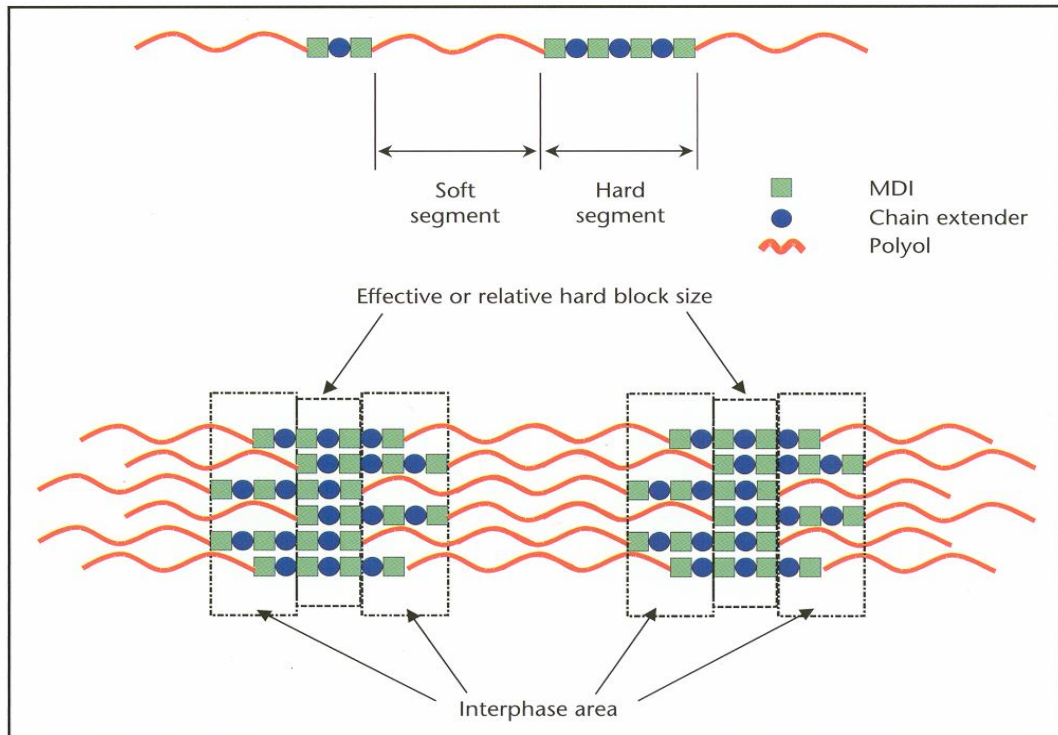
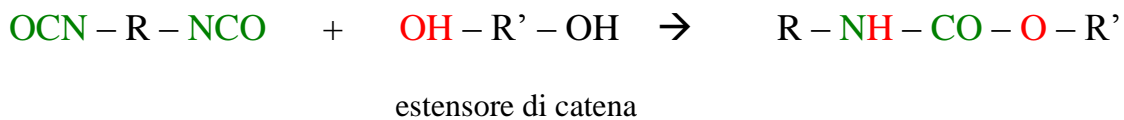
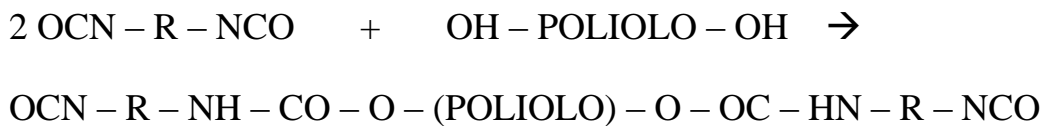


Figura 2.1: Didascalia sulla formazione di segmenti duri e segmenti soft.

1) Reazione ISOCIANATO con l'estensore di catena:



2) Reazione ISOCIANATO con il POLIIOLO:



Il poliolo, con la sua lunga catena polimerica, entra nella reazione con l'isocianato per creare a sua volta il legame uretanico ma come segmento soft.

Si formerà quindi una struttura complessa in cui i blocchi "duri" tenderanno a porsi vicini tra loro, e analogamente i blocchi flessibili: questa struttura è la base delle ottime proprietà del TPU, con buona tenacità, flessibilità e resistenza chimica.

Tra le varie disposizioni delle catene del polimero, si possono formare dei legami intramolecolari tra i vari blocchi dei segmenti “duri”. Questo è dovuto alla formazione di legami a ponte a idrogeno tra un atomo di idrogeno di un segmento duro con un atomo di ossigeno di un altro segmento duro. In generale più questi blocchi sono presenti e più sarà difficile separare le varie catene polimeriche per azione del solvente nella misura della viscosità.

La lunghezza del peso molecolare del polimero invece dipende, oltre che dalla distribuzione del peso molecolare del poliolo di partenza, dall'indice stechiometrico utilizzato nella fase di produzione.

L'indice stechiometrico è il rapporto tra le moli di isocianato e la parte ossidrilica, corrisponderà a 100 quando le moli di NCO bilanceranno completamente le moli degli OH, sarà maggiore di 100 quando l'isocianato sarà predominante rispetto al poliolo comprensivo di estensore di catena.

E' una prassi comune nella produzione del TPU lavorare con indici compresi tra 101 e 103, come garanzia di buona qualità. Infatti un eccesso di isocianato è utile per tenere conto dell'eventuale umidità presente durante la produzione, e in ogni caso l'eccesso rimanente reagirà comunque nel tempo conferendo struttura al polimero. Ma un indice più alto di 100 è anche utile per aumentare il peso molecolare medio del polimero poiché, in presenza di alte temperature, l'NCO libero reagirà con un altro NCO legando in questo modo le due catene a cui sono attaccati.

L'indice viene quindi utilizzato nei processi produttivi come variabile su cui intervenire per modificare le viscosità dei prodotti finali.

2.3 PRODUZIONE DEI POLIURETANI

L'azienda API per la produzione del TPU utilizza più linee: alcune per la produzione delle chips o "biscotto" e altre per la produzione one shot del granulo.

La descrizione dettagliata dei due processi seguirà nei prossimi capitoli, ma volendo anticipare quali sono le differenze principali, possiamo dire che:

Processo one shot (ad uno stadio)

- alla fine dell'estrusore è presente una piastra perforata, detta filiera, nella quale il fuso viene tagliato e quindi granulato;
- le portate, espresse in *kg/h*, sono alte (mediamente quella del poliolo è tra i 160 *kg/h* e i 200 *kg/h* mentre quella complessiva varia tra i 250 *kg/h* e i 350 *kg/h* fino ad una portata complessiva di 500 *kg/h*);
- le temperature dell'estrusore sono alte (160-220°C) per favorire la reazione completa;
- la fase di maturazione avviene nei silos di stoccaggio granulo (vedremo nella parte di analisi dei dati come la viscosità cresca nel tempo), tramite il test di viscosità si valuta la progressiva maturazione fino all'ottenimento di un valore stabile di viscosità.

Processo a due stadi:

- il fuso viene estruso di continuo, si raffredda nel nastro trasportatore e alla fine viene macinato, per essere granulato in una fase successiva di riestrusione;
- le singole portate, espresse in *kg/h*, sono basse; la portata totale varierà tra i 200 *kg/h* e i 230 *kg/h*;
- le temperature dell'estrusore sono basse (tra i 70 e i 110°C);
- nella fase di raffreddamento del biscotto la struttura polimerica ha il tempo di maturare ulteriormente;
- le chips vengono rigranulate in genere dopo 2-3 gg, quindi c'è una seconda fase di maturazione del prodotto.

Risulta quindi chiaro che il processo one shot è molto più veloce ed economicamente produttivo del processo a due stadi, ma che le variabili del processo sono molto più critiche. In questa esperienza si è lavorato, con intensità ed importanza, mediante il processo one shot; il processo produttivo, inoltre, si è testato inizialmente sulla linea che chiameremo L1 e messo in opera successivamente sulla linea che chiameremo L2.

2.3.1 METODO DI PRODUZIONE ONE SHOT

Nel processo one shot si ha la miscelazione contemporanea dei vari reagenti (isocianato, poliolo, catalizzatore ed estensore di catena) e la produzione diretta del granulo.

Il dosaggio dei componenti è molto importante, le portate di ciascun componente devono rispettare la stechiometria della reazione al fine di ottenere le specifiche richieste del prodotto, come spiegato nel capitolo precedente.

Viene utilizzato un sistema di alimentazione in tramoggia che prevede l'utilizzo di misuratori di portata massici che permettono un corretto e costante dosaggio dei singoli componenti, poliolo, isocianato, estensore di catena e catalizzatore.

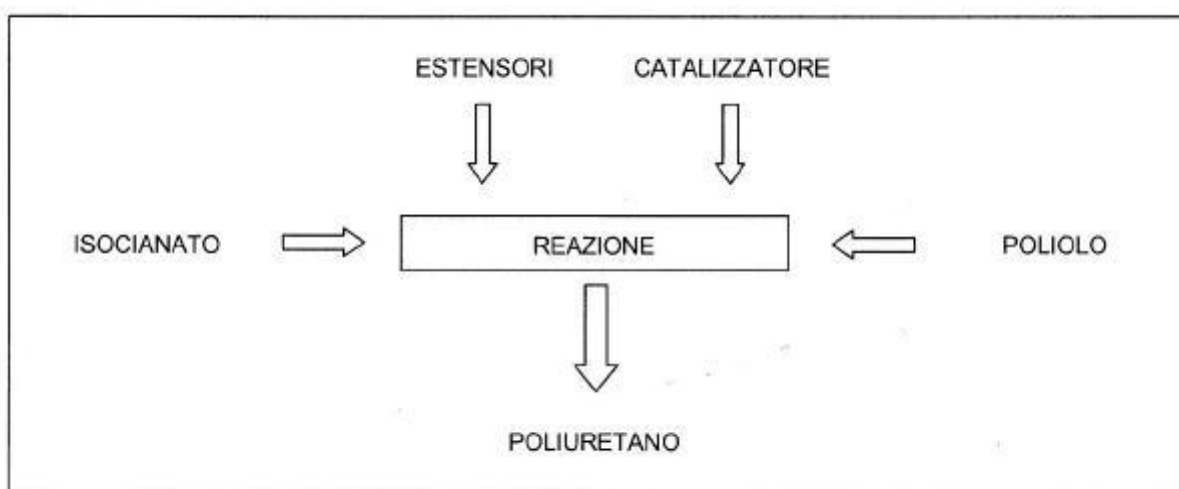


Figura 2.2: Schema di polimerizzazione "ONE SHOT".

La reazione si presenta fortemente esotermica e molto veloce, dovrà svolgersi completamente all'interno dell'estrusore, altrimenti si avranno delle forti difficoltà nell'ottenimento del granulo.

A sua volta l'estrusore è suddiviso in "barrel" (la suddivisione in zone serve come semplificazione per il controllo del processo produttivo; tramite sensori di temperatura e di pressione possiamo verificare l'evolvere della reazione ed utilizzare i parametri di temperatura come input di partenza per i valori di settaggio), questi sono raffreddati da un circuito ad acqua regolato da una centralina; il controllo della temperatura di reazione è un parametro importante nella gestione del processo.

All'interno dell'estrusore è presente una bivite corotante inserita in un cilindro; la bivite è formata da diversi elementi funzionali, che spiegheremo:

- elementi di trasporto: il materiale alimentato deve essere trasportato in avanti per le fasi

successive della lavorazione; l'efficienza del trasporto dipende dall'attrito del materiale con la vite e con il cilindro, risulta minore se il prodotto aderisce all'elemento della vite, è maggiore se il materiale aderisce alla parete del cilindro. Possono essere di passo diverso, più è ridotto e più si riduce il volume nei canali della vite e di conseguenza aumenta il fattore di riempimento. Gli elementi possono essere destrorsi, in cui il trasporto del prodotto è concorde alla direzione del flusso e non sono completamente riempiti di polimero, e sinistrorsi, con direzione contraria al flusso del prodotto per creare una contropressione che restringe il flusso del polimero che riempie la vite in quel punto.

- elementi impastanti: in questa fase sono presenti blocchi impastanti con effetto di miscelazione del prodotto e, in alcuni casi, di miscelazione e di trasporto assieme. I blocchi impastanti possono essere a due e tre principi in base all'effetto miscelante in questione (a tre principi l'effetto miscelante è maggiore rispetto a quello con due ma più complesso da gestire). La direzione del prodotto trasportato, nei blocchi stessi, può essere concorde o discorde alla direzione del flusso del prodotto: vengono usati elementi destrorsi (dove le due direzioni sono uguali) ed elementi sinistrorsi (con direzione contraria al flusso del prodotto per creare una contropressione che migliora la miscelazione del fuso). I diversi principi possono avere angolo di sfasamento di 30°, 45° o di 60° tra l'uno e l'altro.

- elementi di miscelazione per liquidi: indicati in caso di necessità per la miscelazione di componenti liquidi. Anche in questo caso, gli elementi miscelanti possono essere destrorsi o sinistrorsi.

Tutti gli elementi sono autopulenti e, in base a come sono disposti complessivamente nella vite, avremo tempi di permanenza più o meno lunghi (se il tempo di permanenza è lungo l'effetto miscelante sarà molto più significativo).

Quindi il profilo complessivo della vite determina l'efficacia di miscelazione e di trasporto e, di conseguenza, la bontà qualitativa del prodotto estruso. I giri della vite vengono impostati in modo tale da evitare che i componenti dosati intasino la tramoggia e nello stesso tempo permettere il trasporto del fuso nella vite, ma non devono essere troppo alti altrimenti il tempo di permanenza del fuso risulterà troppo veloce e lo sforzo troppo basso, compromettendo la corretta formazione del polimero.

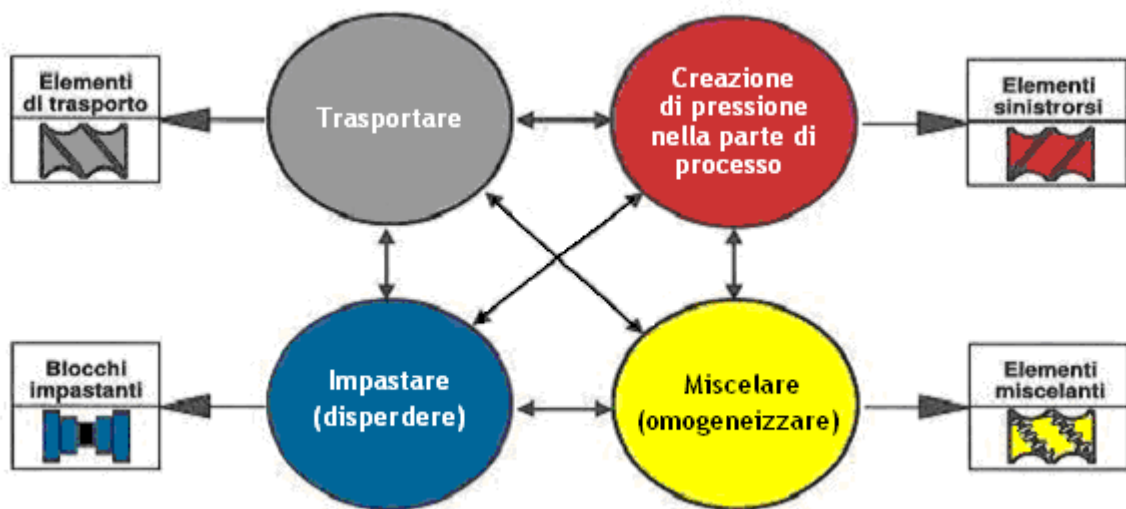


Figura 2.3: Schema riassuntivo dei vari elementi e messi in relazione tra di loro.

Alla fine dell'estrusore troviamo la piastra perforante e un sistema di coltelli che tagliano il fuso all'uscita. Una corrente d'acqua, dal basso verso l'alto, trasporterà via i granuli appena formati. Il flusso verrà convogliato in un essiccatore per l'asciugatura che separerà il granulo dall'acqua. L'acqua di uscita sarà costantemente recuperata in un ulteriore ciclo. La temperatura di uscita dell'acqua dopo l'essiccatore sarà superiore a quella in ingresso a causa della reazione fortemente esotermica, servirà uno scambiatore di calore che riporterà l'acqua alla temperatura d'ingresso. Il granulo così ottenuto viene stoccato nei silos e lasciato a maturare qualche giorno per completare la sua reazione.

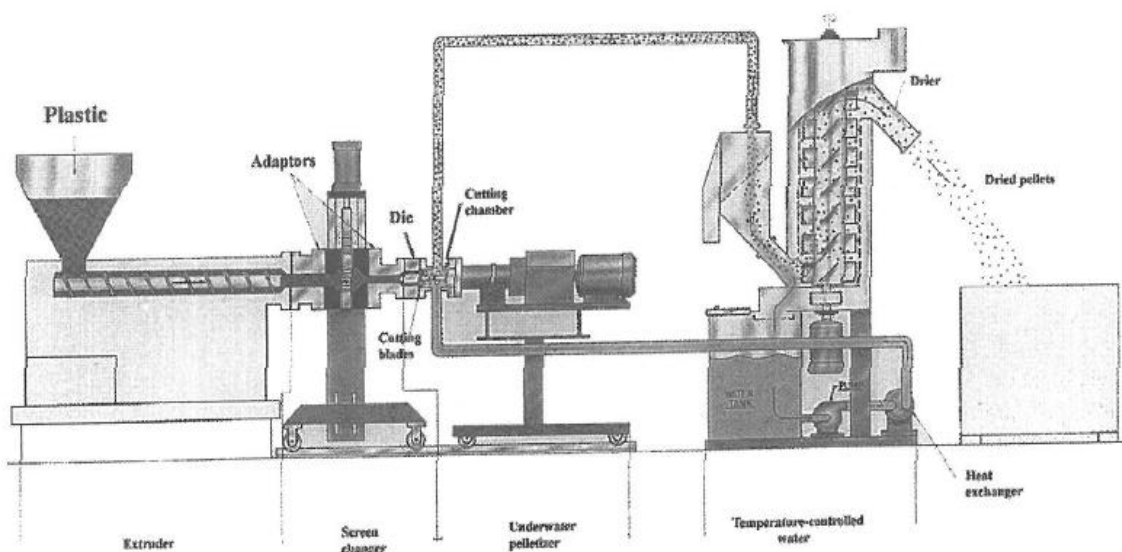


Figura 2.4: Schema del processo one shot diretto per la produzione TPU.

2.3.2 DESCRIZIONE DELLE LINEE L1 E L2

Vediamo ora le caratteristiche delle linee L1 e L2 per la produzione del polimero: le viti, all'interno dell'estrusore, sono tra di loro differenti sia per la dimensione sia per il funzionamento. Anche il taglio, è diverso nelle due linee.

2.3.2.1 LINEA L1

La linea L1, per la reazione del poliuretano, è costituita da un estrusore bivate corotante *D76/56* (diametro 76 e lunghezza 56 diametri).

1) FUNZIONAMENTO: L'estrusore presenta in testa una zona di alimentazione (barrel 1) dove vengono introdotti i vari reagenti (4 dosatori portano rispettivamente l'isocianato, il poliolo, il BDO e il catalizzatore); gli elementi in questa zona della vite saranno di semplice trasporto del materiale. Nei barrel successivi avviene la reazione, il polimero inizia a formarsi e la viscosità tende a crescere; qui troviamo elementi impastanti a sia destrorsi che sinistrorsi ed elementi di trasporto, il fuso tenderà a completare la sua reazione e le temperature vengono controllate e mantenute all'interno di un range specifico per ciascun prodotto.

Nei settori centrali sono presenti zone di trasporto alternati ad elementi impastanti e miscelanti (alcuni di essi sono sinistrorsi altri destrorsi, qui l'eventuale materiale che non ha reagito si potrà mescolare con quello in arrivo grazie al trasporto stesso); gli elementi miscelanti renderanno sempre più omogeneo il materiale. Nei barrel finali sono presenti altri elementi di miscelazione perché è possibile l'ingresso del plastificante liquido (che nei processi seguiti non viene utilizzato e che ha la funzione di ammorbidire il polimero abbassandone anche la Tg) ed elementi impastanti con la funzione di omogeneizzare sempre più il materiale. Altri elementi di trasporto rendono sempre più omogeneizzato il fuso, portandolo alla piastra perforante per il successivo taglio.

Il taglio corrispondente di questa linea è costituito principalmente da un sistema di coltelli, un flusso d'acqua ha il compito di raffreddare il fuso appena tagliato dai coltelli in granuli e trasportarli attraverso un percorso idoneo ad una centrifuga, che separa l'acqua, asciuga il granulo e lo deposita nel vaglio. Migliore è questa fase di taglio, più rotondo sarà il granulo e minore sarà l'assorbimento d'acqua, che è causa difettosità nella fase di stampaggio.

Pellet Treatment

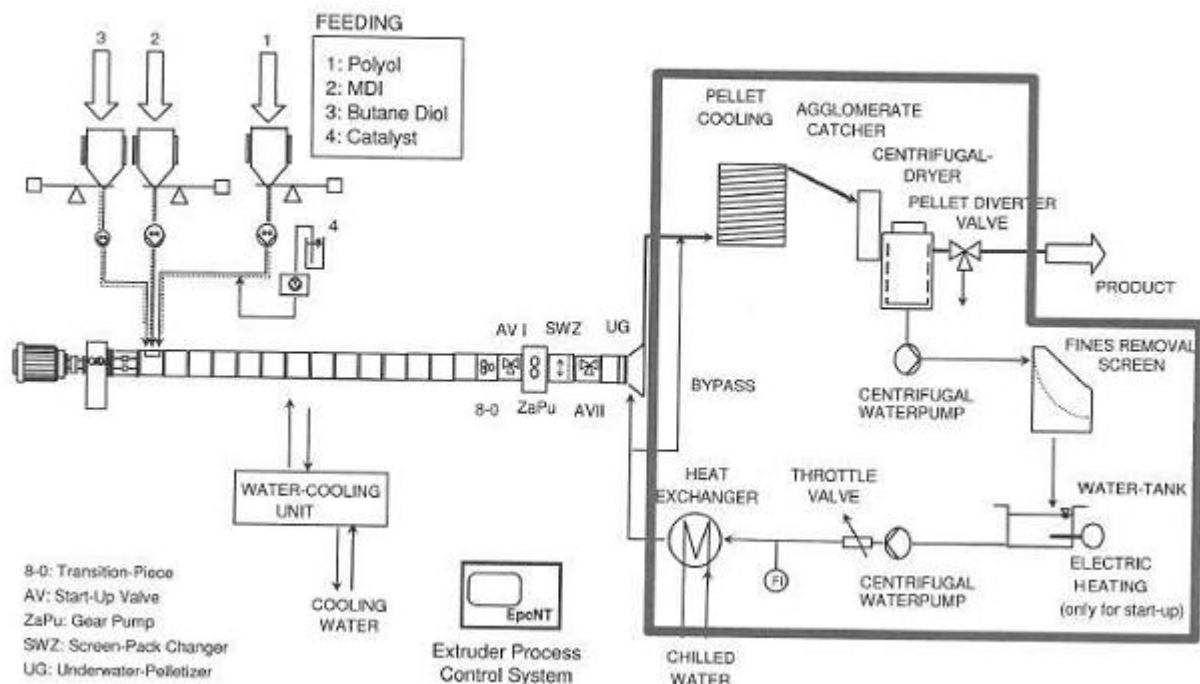


Figura 2.5: Schema dell'estrusore e del taglio nella linea L1.

2) RILEVAMENTO DATI: un compito importante, svolto durante questo tirocinio, è l'osservazione ed il rilevamento dei dati. Molto importante è il controllo dei dati sul dosaggio dei vari reagenti, sempre per una corretta verifica del loro funzionamento; il controllo è stato fatto sui dosaggi effettivi mettendoli a confronto con quelli impostati come settaggio. In altri casi, per scelte di produzione, si è deciso di modificare di proposito alcuni di questi per eseguire diverse prove o per il ricontrollo con altre produzioni o per valutare, ad esempio cambiando uno dei parametri di alimentazione, come si influenzano le caratteristiche del prodotto e capire le conseguenze di funzionamento dell'estrusore e del taglio.

Tramite sensori di temperatura e pressione è possibile effettuare un controllo immediato di tali valori e di confrontarli con i valori di set imposti. Un dato importante è la rilevazione della pressione/temperatura prima dell'entrata del fuso nella piastra perforante: una corretta pressione del fuso eviterà di inceppare il taglio. Vengono rilevati anche i giri vite dell'estrusore (in rpm) e lo sforzo (in % di amperaggio) dello stesso.

Nel taglio il controllo dei dati viene effettuato rilevando i giri dei coltelli, il valore del soffiante/essiccatore, la temperatura dell'acqua e i valori della pompa d'acqua in ingresso e in uscita.

CONTROLLO PROCESSO	SET	REALE
Zona 1 – 16 (°C)		
Press/temp.fuso		
Zona 17 – 19 (°C)		
press.pompa TC 17-19 (rpm)		
Zona 19 – 21 (°C)		
Valvola Avv. (°C)		
Press/temp.fuso		
Piastra perforante (°C)		
Giri vite (rpm)		
Sforzo (% Amp)		
T. Acqua (°C)		
Soffiante ess. (bar)		
Pompa acqua (bar)		
Giri taglio (rpm)		

[1]

DOSAGGI EFFETTIVI	PORTATA (kg / h)
ISOCIANATO	
POLIOLO	
BDO	
CATALIZZATORE	
PORTATA TOTALE	

[2]

Figura 2.6: Esempi di rilevazione dati sulla linea L1: [1] controllo processo sull'estrusore con le variabili dei settaggi e valori reali; [2] controllo sui dosaggi delle varie portate in ingresso.

2.3.2.2 LINEA L2

La linea L2 presenta un estrusore bivate molto simile come funzionalità alla linea L1 ma con caratteristiche costruttive diverse. E' un D70 e 52D, quindi sezione più stretta e cilindro più corto.

Il sistema di dosaggio dell'isocianato, poliolo, estensore di catena e catalizzatore è invece lo stesso della linea L1. Le portate di alimentazione sono inferiori a quelle dell'altra linea perché la macchina è più piccola e meno performante. Il profilo della vite in questa linea è più ricca di elementi di trasporto.

1) **FUNZIONAMENTO:** l'intera vite è suddivisa in zone e in ognuna di esse la vite presenta elementi di lavorazione ben definite. I giri che vengono impostati devono permettere, anche in questo caso, il corretto trasporto del fuso nella vite.

Dopo la zona di alimentazione, nella vite sono presenti elementi di trasporto a principi destrorsi. Un breve tratto di elementi impastanti precede un altro tratto di elementi di trasporto destrorsi; nella parte centrale della vite troviamo altri elementi miscelanti che tenderanno ad omogeneizzare il materiale. Le temperature di lavoro vanno dai 180 ai 200° C. Nelle zone finali il fuso tende ad assumere un viscosità consistente con temperature di lavorazione attorno ai 200° C, gli elementi impastanti consentono una amalgama completa al materiale che non ha reagito; in alcuni casi di lavorazione le temperature impostate sono dai 200° ai 205° C.

La Temp Melt è un parametro di valutazione perché indica la temperatura del fuso prima della fase del taglio; il materiale tenderà ad omogeneizzarsi nella maniera migliore ed uscirà attraverso una piastra perforante dove, a contatto con i coltelli, viene tagliato.

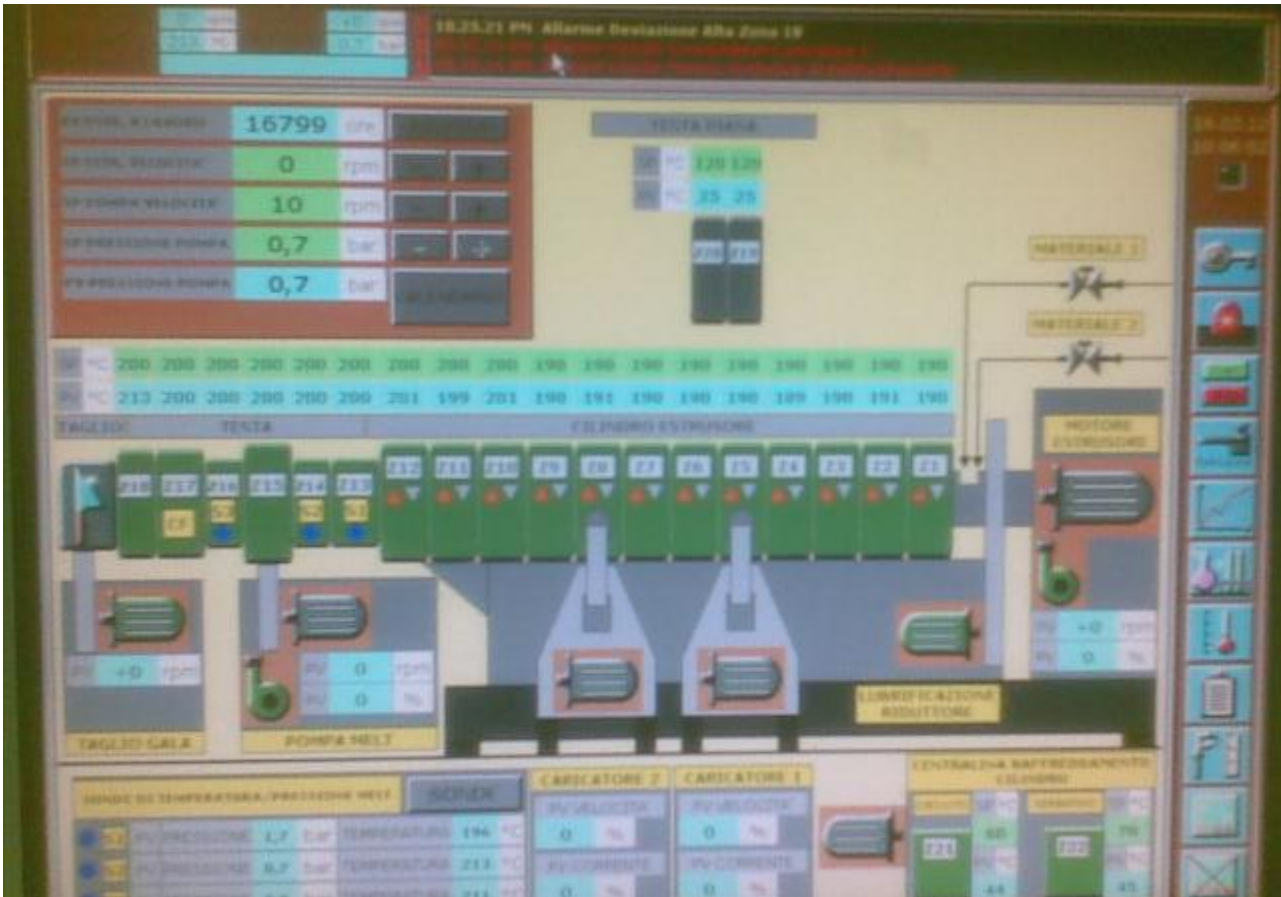
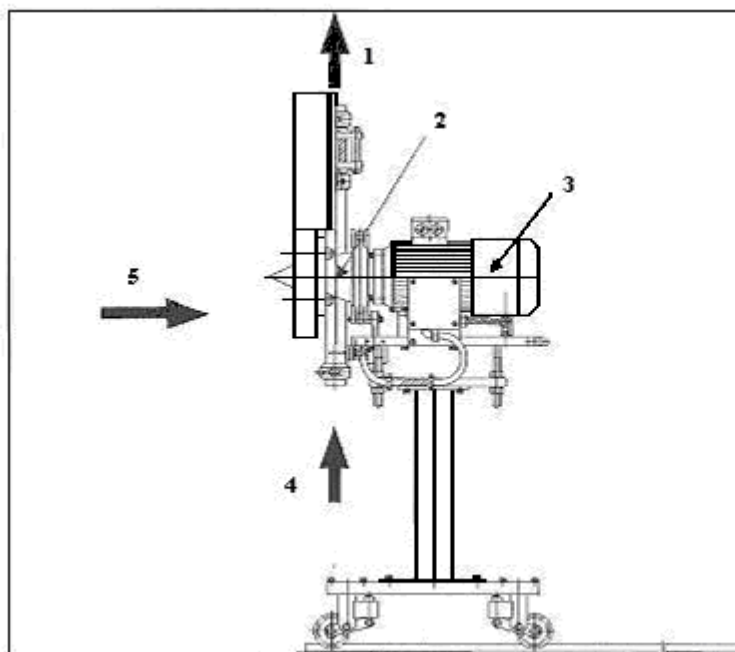


Figura 2.7: Schema del processo produttivo della linea L2.

Alla fine dell'estrusore abbiamo un taglio simile al precedente, l'unica differenza costruttiva riguarda il percorso effettivo del granulo che in questo caso è più corto e diretto. Nel granulatore il fuso passa attraverso la filiera e all'uscita viene tagliato dalle lame dei coltelli; un flusso di acqua trasporta i granuli in una centrifuga e qui li asciuga e rimessi in un vaglio. Il flusso d'acqua viene recuperato e tramite una pompa viene riportato all'ingresso dell'entrata di processo. Il granulo, invece, viene stoccato nei silo (con capacità di 6.000 kg) e poi riposto in grandi sacconi ove necessario.



Figura 2.8: Esempio di granulo prodotto.



1. Scarico acqua di processo
2. Camera di taglio
3. Motore di azionamento
4. Entrata acqua di processo
5. Flusso del polimero

Fig 2.9: Taglio.

2) RILEVAMENTO DEI DATI: le principali rilevazioni dei dati vengono fatti sulle singole portate in ingresso, sulle temperature delle varie zone, sulla pressione esercitata prima del taglio (Pe3), la temp. Melt (temperatura del fuso), i giri vite (espressi in rpm), lo sforzo sulla vite, i giri dei coltelli del taglio e la temperatura dell'acqua in ingresso. Occorre effettuare delle rilevazioni in maniera costante (circa 2 – 3 rilevazioni nell'arco di una singola produzione del lotto) per verificare che non ci siano differenze di processo dovute a variazioni di dosaggio e dei parametri della macchina.

Controllo processo	SET	REALE
Zona 1 – 18 (°C)		
Temp. Melt (°C)		
Giri vite (rpm)		
Sforzo (Amp)		
Press. testa sonda Pe3 (bar)		
T. Acqua (°C)		
Giri taglio (rpm)		

[1]

DOSAGGI EFFETTIVI	PORTATA (kg / h)
ISOCIANATO	
POLIOLO	
BDO	
CATALIZZATORE	
PORTATA TOTALE	

[2]

Figura 2.10: Esempi di rilevazione dati sulla linea L2: [1] controllo processo sull'estrusore (le zone dall'1 alla 18, la Temp Melt, giri vite, lo sforzo e la pressione Pe3) e sul taglio (temp. Acqua e giri taglio) con le variabili dei settaggi e dei valori reali; [2] controllo sui dosaggi delle varie portate in ingresso.

2.3.3 PROCESSO A DUE STADI E LA PRODUZIONE DELLE CHIPS

Il processo a due stadi riguarda la formazione delle chips o “biscotto”. Il materiale in uscita viene estruso in continuazione e lasciato ad raffreddare su un nastro trasportatore e alla fine macinato. Verrà successivamente riestruso per ottenere il granulo finale.

Le linee usate per la produzione delle chips, presenta un estrusore a due viti corotanti inserita nei vari barrel e suddivisa in diverse zone. In testa alla vite è presente il motore e la zona di dosaggio dell'alimentazione con l'isocianato, il poliolo, l'estensore di catena e il catalizzatore. Le temperature variano, nelle diverse zone, dai 70 – 80 ° C di testa fino ai 235°C della sua estremità dove il fuso esce e viene estruso in continuo, lasciato raffreddare in un nastro trasportatore e poi macinato.



Figura 2.11: Linea di produzione delle “chips” o biscotto.



Figura 2.12: Biscotto.

CAPITOLO 3

CONTROLLO QUALITÀ E ANALISI DATI

3.1 ANALISI DI LABORATORIO

L'analisi principale fatta in laboratorio riguarda il controllo della viscosità, al fine di verificare in modo indiretto il peso molecolare (qualità) del polimero prodotto.

Un polimero con viscosità troppo bassa è indice di una cattiva miscelazione in termini stechiometrici dei componenti.

Anche una viscosità troppo alta causa una bocciatura qualitativa del prodotto perché lo rende di fatto difficilmente utilizzabile nelle applicazioni a cui è destinato.

APPLICAZIONE: occorrerà sciogliere le varie chips o i granuli in un solvente. Il solvente usato è la DMF (Dimetil Formammide). Viene messa una percentuale del 20% di granulo rispetto all'intera soluzione (solvente + granulo).

Tarata la bilancia si dovrà versare, in un barattolo metallico, 180 grammi di DMF (pari al rimanente 80%), inserirlo nel miscelatore ed impostare una velocità di partenza di 1000 rpm. Accesa l'apparecchiatura ed inserita la girante (una girante ad elica) si dovrà versare il granulo che sarà, come già detto, il 20 % dell'intera soluzione (quindi occorrerà aggiungere 45 grammi di granulo). L'apparecchiatura miscelatrice avrà diverse postazioni per più prove viscosimetriche. L'aspetto positivo della prova è che il granulo si dovrà sciogliere completamente nella DMF ed evitare che si formino grumi o che resti attaccato sulla parete. Il miscelatore dovrà funzionare per circa 2 ore per avere una completa miscelazione del prodotto; di tanto in tanto sarà utile controllare se il granulo si è sciolto completamente.

Finito il mescolamento si dovrà versare tutto il contenuto in un vasetto di vetro, chiuderlo ed applicarvi una etichetta con il nome del lotto del granulo in questione, la data e/o altri dati (ad esempio se si tratta del silo 1 o del silo 2 quando la produzione di quel lotto è stata superiore ai 6.000 kg). Riporlo per 2 ore in una stanza a temperatura costante di 23°C. L'effetto della temperatura è importante, infatti la viscosità cambia in funzione della temperatura $\mu(T)$ e per questo le misure di viscosità vengono fatte a temperatura costante. La temperatura è inversamente proporzionale con la viscosità: se $T \uparrow \rightarrow \mu(T) \downarrow$.

CONTROLLO DELLA VISCOSITÀ: lo strumento utilizzato per la misura della viscosità è il BROOKFIELD, le analisi sono state effettuate a 23° C (preso il vasetto dalla stanza termostatica);

dopo l'accensione e la sua auto-taratura, si inizia la procedura della misura della viscosità. In dotazione al Brookfield sono presenti 7 “*spindle*” (aste con una sezione circolare di grandezza variabile per le diverse misure della viscosità); ogni spindle è numerato dall' 1 al 7 ed ognuno ha un certo intervallo di utilizzo per la misura della viscosità.

N° spindle	Intervallo di viscosità (cps)
1	< 500
2	500 – 3.500
3	2.000 – 12.000
4	10.000 – 40.000
5	30.000 – 70.000
6	50.000 – 100.000
7	> 100.000

Tabella 3.1: Spindle in dotazione al *Brookfield*

Prima di tutto si dovrà vedere, ad occhio, se la miscela è troppo “liquida” o troppo viscosa; si sceglierà quindi lo spindle più adatto, lo si avvita al supporto del viscosimetro e lo si inserirà correttamente nel vasetto, perpendicolarmente al piano d'appoggio con una profondità adeguata (è presente una tacca come guida per la profondità).

Risultati ottimali si ottengono leggendo sullo strumento un valore percentuale di shear (sforzo)

maggiore del 40%. I risultati di questa prova servono a determinare indirettamente il peso molecolare del polimero, infatti, più lunga è la catena più la viscosità sarà elevata.

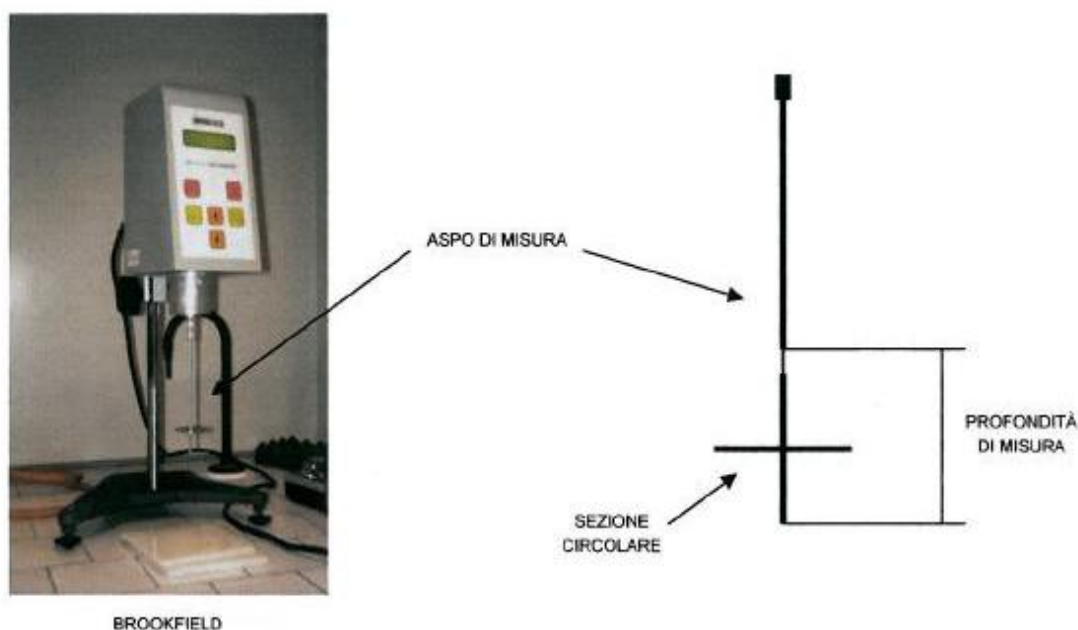


Figura 3.1: *BROOKFIELD* e profilo dello spindle.

I poliuretani hanno proprietà elastomeriche, non seguono un andamento lineare tra lo sforzo di taglio e la velocità di deformazione e quindi non vengono considerati dei fluidi newtoniani.

3.2 ANALISI DEI DATI

Le prove sono state eseguite sia sulla linea L1 che sulla linea L2: le diverse prove condotte sulla linea L1 sono state usate come modello per la lavorazione, in larga scala, sulla linea L2.

La nuova serie che si vuole produrre, "NEW", è composta da tre gradi di prodotti con diversa durezza, grado A, B e C, inoltre il grado A si differenzia in tre diversi tipi con specifiche diverse di viscosità, A_1, A_2 e A_3.

Di seguito riportiamo le specifiche relative a ciascun prodotto con le relative unità di misura:

PROPRIETÀ FISICHE	Unità di misura	A_1	A_2	A_3	B	C
Carico di rottura	MPa	35	35	35	40	40
Allungamento a rottura	%	700	700	700	600	450
Modulo 100%	MPa	5	5	5	8	16
Viscosità	mPa*s	4.000 - 20.000	10.000 - 20.000	15.000 - 30.000	10.000 - 20.000	10.000 - 20.000

Tabella 3.2: Specifiche di produzione.

Per quanto riguarda la viscosità non è indicato un singolo valore ma un intervallo di valori ai quali dovrà essere la viscosità finale.

- **PRODUZIONE IN LINEA L1**

Vengono descritte di seguito le diverse prove effettuate su questa linea, partendo dai tre prodotti A (prendendo in esame i 3 tipi), B e C. I dati di settaggio di partenza sono stati presi da altre lavorazioni simili in durezza. Nelle diverse prove, una prima importante diversificazione è stata fatta sulle portate di alimentazione dei vari reagenti.

Produzione prodotto A3

Scheda di controllo LINEA L1: processo produttivo della prova campione A_3.

controllo processo Linea L1	data 1/12/11 PROVA 00		data 1/12/11 PROVA 01		data 1/12/11 PROVA 02		data 1/12/11 PROVA 03		data 2/12/11 PROVA 04		data 2/12/11 PROVA 05	
nome prodotto A_3 viscosità specifica 15.000-30.000 cps	indice 101 portata 343 kg/h cataliz. 0,6 kg/h set reale		indice 101 portata 440 kg/h cataliz. 0,6 kg/h set reale		indice 101 portata 440 kg/h cataliz. 1,0 kg/h set reale		indice 101 portata 440 kg/h cataliz. 1,0 kg/h set reale		indice 101 portata 440 kg/h cataliz. 1,0 kg/h set reale		indice 101 portata 440 kg/h cataliz. 1,4 kg/h set reale	
Zona 1 (°C)	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
Zona 2 (°C)	180	180	180	180	180	180	180	180	180	181	180	180
Zona 3 (°C)	190	190	190	190	190	190	190	190	190	187	190	190
Zona 4 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	184	185	177
Zona 5 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	186	185	187	185	184
Zona 6 (°C)	185	185	185	185	185	187	185	185	185	184	185	185
Zona 7 (°C)	185	185	185	185	185	187	185	187	185	187	185	184
Zona 8 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	186	185	184	185	184
Zona 9 (°C)	185	185	185	185	185	186	185	186	185	185	185	185
Zona 10 (°C)	185	185	185	185	185	184	185	185	185	185	185	185
Zona 11 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185
Zona 12 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	183	185	184
Zona 13 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	179	185	185
Zona 14 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185
Zona 15 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185
Press/temp. fuso (bar) / (°C)		9/220		10/221		10/221		10/222		10/221		10/222
Zona 16 (°C)	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185	185
Zona 17 (°C)	195	195	195	195	195	195	195	195	195	196	195	195
Zona 18 (°C)	200	200	200	200	200	200	200	200	200	202	200	200
Zona 19 (°C)	190	190	190	190	190	190	190	200	200	187	200	191
press.pompa TC 17-19 (bar) (rpm)		9/45 (30)		10/47 (38)		10/47 (37)		10/42 (40)		10/50 (38)		10/50(39)
Zona 20 (°C)	200	200	200	200	200	210	200	200	200	200	200	200
Zona 21 (°C)	200	200	200	200	200	210	200	200	200	200	200	200
Valvola Avv. (°C)	200	200	210	210	210	210	210	200	200	206	200	205
Press/temp. fuso (bar) / (°C)		42/231		42/234				40/235		50/233		48/233
Piastra perf. (°C)	210	210	220	220	220	230	220	230	230	230	230	230
Giri vite (rpm)		400		400		400		400		400		405
Sforzo (Amp)		16		16		17		17		18		18
T. Acqua (°C)	20	30	20	30	20	40	20	45	35	33	35	35
Soffiante essicatore (bar)	25	45	25	45	25	45	25	45	25	45	25	45
Pompa acqua (bar)	25/39	40/43	25/39	40/43	25/39	40/43	25/39	40/43	25/39	40/44	25/39	43/44
Giri taglio (rpm)	3000	3550	3000	3550	3050	2700	3050	2700	3050	3000	3050	3000

Tabella 3.3: Campione A_3 prodotto sulla Linea L1.

Scheda di dosaggio LINEA L1 della prova campione A_3: vengono ora descritte le varie portate di alimentazione per le diverse prove:

PORTATA (kg/h)	prova 01	prove 02-03-04	prova 05
isocianato	119,6	119,6	119,6
poliolo	291,3	291,3	291,3
BDO	28,5	28,1	27,7
catalizzatore	0,6	1,0	1,4
portata totale:	440	440	440

Tabella 3.4: Scheda di dosaggio campione A_3.

La prova 00 è stata una prova “base” sul funzionamento della macchina e in particolare si voleva verificare se i giri vite impostati erano sufficienti al trasporto del materiale (il valore di 400 rpm è sempre rimasto lo stesso per le prime 5 prove). I valori di alimentazione delle varie portate sono calcolate in base a lavorazioni precedenti in rapporti stechiometrici stabiliti. In tutte le prove il valore dell’indice è rimasto costante, si è variata solo la portata del catalizzatore.

Nelle prime 4 prove (prova 00-01-02 e 03) ci siamo imbattuti in diverse difficoltà di lavorazione: un problema ha riguardato la dimensione del granulo, più grosso del solito che ha dato problemi nella fase del taglio (il materiale tendeva ad aggrovigliarsi sui coltelli causando fermo macchina per la loro pulizia). Nella prova 02 si è provato ad abbassare i giri del taglio ma senza ottenere miglioramenti, il materiale continuava ad aggrovigliarsi e la dimensione del granulo restava troppo grossa. Una svolta è arrivata nelle prove 03 e 04 in cui la lavorazione si è svolta regolarmente, è stata aumentata la temperatura prima dell’ingresso nella filiera e sulla piastra perforante (passando dai 210 °C ai 230°C) mantenendo sempre costanti le portate di alimentazione, le temperature nelle zone dalla 1 alla 18 e i giri vite. Nella prova 05, infine, si è cambiata leggermente la portata in ingresso del catalizzatore, passando da 1,0 a 1,4 kg/h, tenendo costante la portata totale; tale cambiamento non ha portato nessun problema.

Nella tabella 3.3 sono evidenziate le prove migliori (04 e 05) e queste sono state scelte come punto di partenza per le lavorazioni successive. Si è deciso, per motivi di programmazione, di continuare la produzione sulla linea L2, quindi i dati ricavati dalle prove 04 e 05 sono stati presi come modello di riferimento per le impostazioni iniziali di settaggio sulla linea L2.

Analisi viscosità prodotto A_3

Di tutte le prove sono stati controllati i valori di viscosità che riportiamo con alcune annotazioni.

Il processo produttivo è stato eseguito e completato i due giorni (1 e 2 dicembre); le prove di viscosità, invece, sono state effettuate nei giorni successivi alla produzione e ripetuti nel tempo più

volte (si doveva lasciar maturare il prodotto all' interno del silo).

data controllo viscosità	2-dic	5-dic	12-dic	14-dic	16-dic	19-dic	12-gen	16-gen	23-gen
viscosità (cps) TQ campioni	488 (2) 516 (2) 540 (3)	460 (4) 815 (5) 900 (5)	1.720 (5)	-	-	-	-	-	-
viscosità (cps) prove essicate Lab	3.200 (2) 2.350 (3)	970 (4) 3.035 (5) 1.440 (5)	-	-	-	-	-	-	-
viscosità (cps) stufa 70°C	1.554 [1]	-	10.500 [2]	-	-	15.420 [3]	15.400 [4]	-	-
viscosità (cps) silo completo	860	3.400	4.830	5.610	6.250	7.300	7.530	7.490	7.270

Tabella 3.5: Rilevazione della viscosità del prodotto A_3 nel tempo.

A fianco di ogni valore di viscosità viene indicata la rispettiva prova (2, 3, 4 o 5); la scritta TQ sta ad indicare la viscosità “tal quale” subito dopo la produzione, tali valori sono notevolmente bassi rispetto al valore finale del silo completo (qui si capisce che il prodotto ha bisogno del tempo per la maturazione, il prodotto è rimasto stoccato all'interno del silo).

Si è voluto valutare anche l'invecchiamento in stufa a 70°C per una settimana o più dello stesso prodotto (con diverse note: [1] indica l'invecchiamento di sole 8 ore, [2] invecchiamento di una intera settimana, [3] invecchiamento di 2 settimane, [4] invecchiamento di 3 settimane anche se il controllo della viscosità è stato fatto il 12-gen-12).

Infine riportiamo la viscosità del silo completo effettuata in diversi giorni per controllo costante della sua maturazione; si nota che il valore di viscosità tende a mantenersi costante dopo 2 settimane dalla produzione raggiungendo una viscosità consistente.

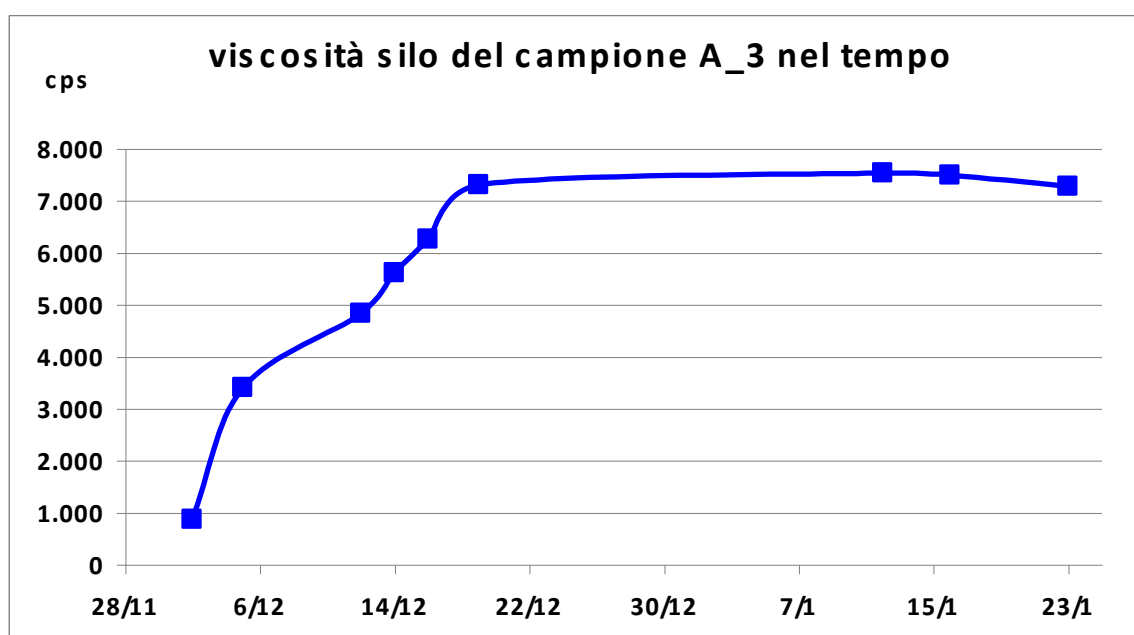


Grafico 1

Produzione prodotto B

Scheda di controllo LINEA L1: processo produttivo della prova campione B lotto “ a ”

controllo processo Linea L1	data 2/12/11 PROVA 00		data 2/12/11 PROVA 01		data 2/12/11 PROVA 02		data 2/12/11 PROVA 03	
nome prodotto B_a primi 1.600 kg	indice 101 portata 380 kg/h cataliz. 0,8 kg/h		indice 101 portata 380 kg/h cataliz. 0,8 kg/h		indice 101 portata 410 kg/h cataliz. 0,8 kg/h		indice 101 portata 455 kg/h cataliz. 0,5 kg/h	
	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale
Zona 1 (°C)	120	120		124		120		120
Zona 2 (°C)	190	190		171		180		180
Zona 3 (°C)	190	190		190		191		189
Zona 4 (°C)	200	200		195		191		189
Zona 5 (°C)	200	200		190		192		190
Zona 6 (°C)	200	201		190		190		191
Zona 7 (°C)	200	201		190		190		190
Zona 8 (°C)	200	201		189		191		191
Zona 9 (°C)	200	199		191		190		190
Zona 10 (°C)	200	200		190		190		190
Zona 11 (°C)	200	200		200		201		199
Zona 12 (°C)	200	200		201		201		200
Zona 13 (°C)	200	200		199		199		200
Zona 14 (°C)	200	201		201		201		200
Zona 15 (°C)	200	201		198		198		201
Press/temp. fuso (bar) / (°C)		10/228		9/228		10/233		10/232
Zona 16 (°C)	200	200	210	210		210		206
Zona 17 (°C)	200	200	210	211		210		210
Zona 18 (°C)	200	200	210	211		210		210
Zona 19 (°C)	200	200	210	198		211		210
press.pompa TC 17-19 (bar) (rpm)		9/62(36)		10/62(34)		10/55(37)		10/47(33)
Zona 20 (°C)	205	204	210	211		210		210
Zona 21 (°C)	205	204	210	210		212		210
Valvola Avv. (°C)	205	204	210	209		210		210
Press/temp. fuso (bar) / (°C)		53/240		48/239		49/241		38/241
Piastra perf. (°C)	230	240		232		230	240	240
Giri vite (rpm)	350	350		350	400	400		400
Sforzo (Amp)		17		16		16		14
T. Acqua (°C)	20	40		40	40	35		50
Soffiante essicatore (bar)	25	45		45		45		45
Pompa acqua (bar)	25/39	43		43		43		43
Giri taglio (rpm)	3050	3000		3000		3000	3500	3500

Tabella 3.6: Campione B lotto “a” prodotto sulla linea L1.

Vengono indicati, in corsivo, i dati di settaggio che sono stati modificati nel corso delle diverse prove (gli spazi vuoti indicano dove i valori sono rimasti inalterati rispetto alla prova precedente); si è agito sulle temperature delle diverse zone, sulla temperatura della piastra perforante e sui giri vite. L'intera produzione del campione B_a è stata soggetta a continui problemi che riguardavano la forma e la dimensione del granulo (grossi e schiacciati). Il taglio era pessimo, il materiale si aggroviava sui coltelli imponendo continue sospensioni al lavoro. Non sono stati effettuati prelievi significativi per il controllo della viscosità, pertanto si è ripresi con un nuovo lotto chiamato "b".

Scheda di controllo LINEA L1: processo produttivo della prova campione B lotto "b".

controllo processo Linea L1	data 12/12/11 PROVA 00		data 12/12/11 PROVA 01		data 12/12/11 PROVA 02		data 12/12/11 PROVA 03		data 12/12/11 PROVA 04		data 12/12/11 PROVA 05	
nome prodotto B_b secondi 2.200 kg	indice 101 portata 455 kg/h cataliz. 0,6 kg/h		indice 101 p. 455 kg/h cat. 0,5 kg/h		indice 101 p. 455 kg/h cat. 0,5 kg/h		indice 101 p. 455 kg/h cat. 0,5 kg/h		indice 101 p. 455 kg/h cat. 0,5 kg/h		indice 101 p. 455 kg/h cat. 0,5 kg/h	
	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale
Zona 1 (°C)	120	122		120		120		120		120		120
Zona 2 (°C)	190	163		177	180	175		178		178	185	184
Zona 3 (°C)	190	193		190	185	183		185		185	190	190
Zona 4 (°C)	190	193		191	185	187		185		185	190	190
Zona 5 (°C)	190	194		192	185	185		185		185	190	190
Zona 6 (°C)	190	190		189	185	184		185		185	190	190
Zona 7 (°C)	190	190		191	185	184		179		179	190	190
Zona 8 (°C)	190	190		189	185	184		186		186	190	190
Zona 9 (°C)	190	190		190	185	184		185		185	190	190
Zona 10 (°C)	190	190		189	185	184		185		185	190	190
Zona 11 (°C)	190	190		190	185	184		185		185	190	190
Zona 12 (°C)	190	190		188	185	185		185		185	190	190
Zona 13 (°C)	190	190		188	185	184		185		185	190	190
Zona 14 (°C)	190	190		190	185	185		185		185	190	190
Zona 15 (°C)	190	190		182	185	181		185		185	190	190
Press/temp.fuso (bar) / (°C)		11/227		10/244		10/224		10/225		10/225		10/228
Zona 16 (°C)	190	188	180	183	185	183		185		185	190	190
Zona 17 (°C)	190	195	190	191		190		191	185	190	190	192
Zona 18 (°C)	190	195	190	193		192		192	195	192		195
Zona 19 (°C)	190	187	190	183		180		181	185	183	180	181
press.pompa TC 17-19 (bar / bar)		10/67		10/53		10/59		10/62		10/91		10/52
Zona 20 (°C)	190	187	180	182		178	190	191	185	187	190	190
Zona 21 (°C)	190	189	180	182		178	190	190	185	187	190	190
Valvola Avv. (°C)	200	200	180	200	200	200		200		200		200
Press/temp.fuso (bar) / (°C)		57/237		38/236		40/235		42/237		39/238		45/237
Piastra perf. (°C)	220	217	270	266		270		270		270	250	250
Giri vite (rpm)	400	400		400		400		400	430	430	400	400

Sforzo (Amp)		13		14		15		15		16		15
T. Acqua (°C)	45	50		45		45		45		45		45
Soffiante essiccatore (bar)	45	45		45		45		45		45		45
Pompa acqua (bar)	35	35		35		35		35		35		35
Giri taglio (rpm)	3400	3400	3200	3200		3200		3200		3200		3200

Tabella 3.7: Campione B lotto "b" prodotto sulla linea L1.

Anche su queste prove sono state effettuate delle modifiche (riportate in corsivo) sulle temperature (in diverse zone) e sui giri della vite; dove manca il valore vuol dire che il settaggio non ha subito cambiamenti rispetto alla prova precedente.

Scheda di dosaggio L1 della prova campione B_b (riguardanti i secondi 2.200 kg) con le portate di alimentazione.

PORTATA (kg/h)	prova 00	prove 01 – 02 03 – 04 – 05
isocianato	155	155
poliolo	256,4	256,5
BDO	43	43
catalizzatore	0,6	0,5
portata totale:	455	455

Tabella 3.8: Scheda di dosaggio campione B_b

Tutte le prove sono state fatte con portata di alimentazione costante (455 kg/h); sono state effettuate modifiche sul settaggio delle temperature delle varie zone e della piastra perforante (da 220° a 270°C) e sui giri del taglio (da 3.400 a 3.200 rpm) ma permaneva il problema della dimensione del granulo. Altri problemi si sono verificati nelle prove 02 e 03 dove la pressione della pompa prima del taglio tendeva ad aumentare troppo. Si è deciso di aumentare i giri vite, nella prova 04, portandoli a 430 rpm ma inspiegabilmente la pressione, nei barrel 17-19, aumentava arrivando fino ai 91 bar, a causa dei filtri intasati.

Una volta messi i filtri nuovi, nella prova 05 si è cambiato nuovamente il settaggio delle temperature (passando da 180° a 190°C nelle zone dalla 3 alla 18), la piastra perforante della filiera (a 250°C) e i giri vite a 400 rpm e successivamente a 430 rpm, senza ottenere sensibili miglioramenti sulle dimensioni del granulo.

Analisi viscosità prodotto B

Entrambe le produzioni di B_a e B_b non hanno trovato un settaggio “utile” per una produzione lineare senza problemi ed interruzioni; tali problematiche hanno influenzato anche i dati delle viscosità. Riportiamo di seguito le viscosità del silo completo, cioè un mix tra i due lotti “a” e “b”, nel tempo:

data	16-dic	19-dic	12-gen	23-gen
viscosità (cps) silo completo	3.310	3.600	3.950	3.640

Tabella 3.9: Rilevazione della viscosità del prodotto B (completo) nel tempo.

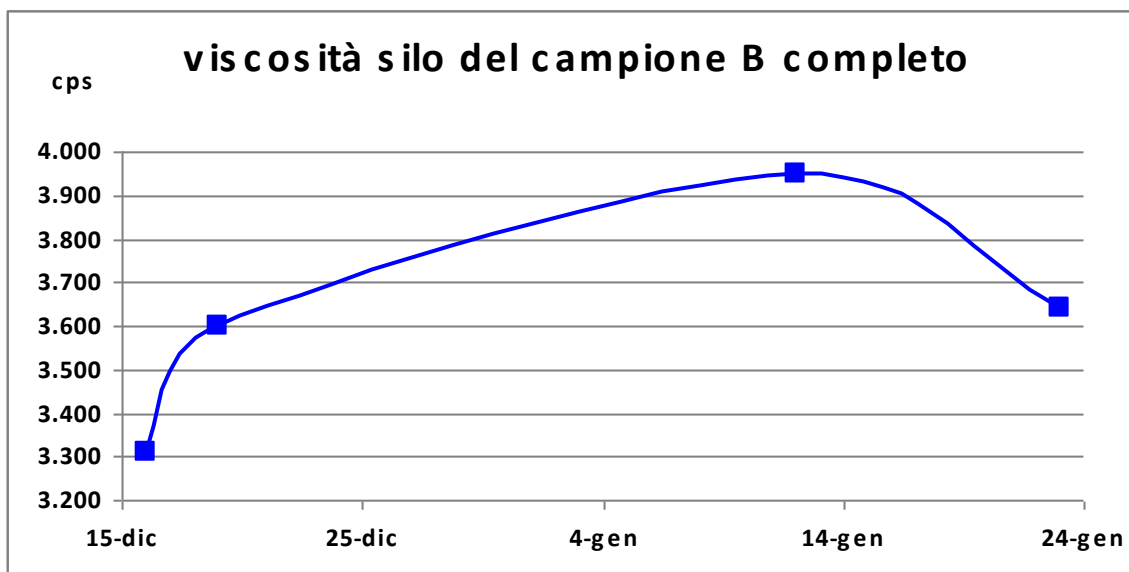


Grafico 2

Le misure della viscosità hanno dato dei valori bassi rispetto a quello che si voleva ottenere. La mancanza di un “trend” fa capire che la prova non è stata efficace a causa dei continui problemi nell’estrusore e nel taglio.

Produzione prodotto C

Scheda di controllo LINEA L1: processo produttivo della prova campione C unico lotto (tabella 3.10) e scheda di dosaggio della prova campione C con le portate di alimentazione (tabella 3.11).

controllo processo Linea L1	data 13/12/11 PROVA 01		data 14/12/11 PROVA 02		data 14/12/11 PROVA 03	
nome prodotto C 8.400 kg	indice 101 portata 441 kg/h cataliz. 0 kg/h		indice 101 p. 441 kg/h cat. 0 kg/h		indice 101 p. 441 kg/h cat. 0 kg/h	
	set	reale	set	reale	set	reale
Zona 1 (°C)	120	120	120	120	140	140
Zona 2 (°C)	190	170	190	156		173
Zona 3 (°C)	200	201	200	201		200
Zona 4 (°C)	200	201	200	200		200
Zona 5 (°C)	200	202	200	198		200
Zona 6 (°C)	200	211	200	198		200
Zona 7 (°C)	200	216	200	198		203
Zona 8 (°C)	200	221	200	194		200
Zona 9 (°C)	200	220	200	193		200
Zona 10 (°C)	200	214	200	200		200
Zona 11 (°C)	205	220	205	205		206
Zona 12 (°C)	205	213	205	207		203
Zona 13 (°C)	205	224	205	203		200
Zona 14 (°C)	205	228	205	204		205
Zona 15 (°C)	205	207	205	205		205
Press/temp.fuso (bar) / (°C)		10/231		10/220		10/227
Zona 16 (°C)	200	209	210	210		210
Zona 17 (°C)	200	210	210	210		210
Zona 18 (°C)	200	210	210	211		210
Zona 19 (°C)	200	195	210	198		198
press.pompa TC 17-19 (bar / bar)		9,6/61,5		10,5/75		10/124
Zona 20 (°C)	200	208	210	210		210
Zona 21 (°C)	200	208	210	210		210
Valvola Avv. (°C)	200	219	220	220		220
Press/temp.fuso (bar) / (°C)		46/241		67/235		68/234
Piastra perf. (°C)	235	235	235	235		235
Giri vite (rpm)	290	290	320	320		320
Sforzo (Amp)		7		7		8
T. Acqua (°C)	55	61	60	63	55	55
Soffiante essiccatore (bar)	45	45	45	45	45	45
Pompa acqua (bar)	35	35	35	35	35	35
Giri taglio (rpm)	2900	2900	3000	3000	3000	3000

PORTATA (kg/h)	prove 01 02 – 03
isocianato	191,0
poliolo	190,8
BDO	59,2
catalizzatore	0,0
portata totale:	441

Tabella 3.11: Scheda di dosaggio del campione C

Tabella 3.10: Campione C prodotto sulla linea L1.

Nella tabella 8 abbiamo evidenziato la prova migliore (prova 02) che non ha creato nessun problema durante la lavorazione. Rispetto alla prova 01 si è agito sui giri vite portandoli a 320 rpm; lavorando a giri più bassi non si aveva una buona omogeneizzazione del fuso e il taglio ne risentiva. I dati ricavati dalla prova 02 sono stati presi come riferimento per le impostazioni iniziali di lavorazione sulla linea L2.

Analisi viscosità prodotto C

Riportiamo i valori di viscosità del silo completo misurata nel tempo:

data	21-dic	12-gen	23-gen
viscosità (cps) silo completo	6.700	15.460	12.860

Tabella 3.12: Rilevazione della viscosità del prodotto C nel tempo.

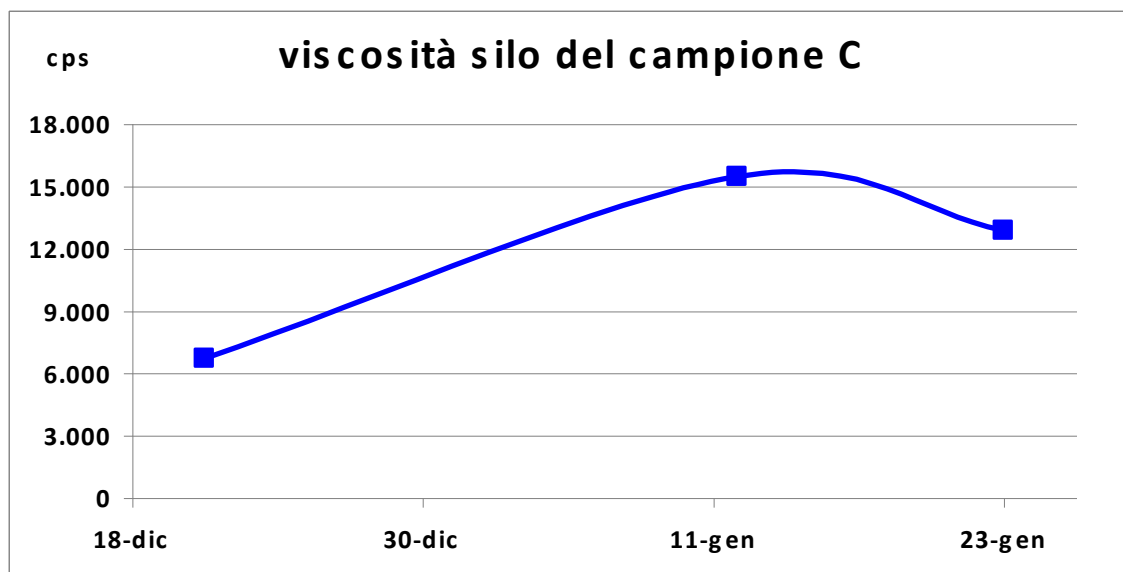


Grafico 3

Anche in questo caso si nota una buona maturazione del prodotto nel tempo con un valore di viscosità vicino alle specifiche del prodotto stesso.

- **PRODUZIONE IN LINEA L2**

I dati di settaggio di partenza sono quelli delle prove fatte nella linea L1.

Riportiamo come esempio la scheda completa di A3 prodotto interamente sulla linea L2:

P2 A3 indice 101	data 17/2/2012		data 17/2/2012		data 20/2/2012		data 20/2/2012		data 21/2/2012		data 21/2/2012	
	ore 09.00		ore 16.00		ore 12.00		ore 18.00		ore 09.00		ore 12.00	
	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale	set	reale
Zona 1 (°C)	190	189		190		189		190		191		190
Zona 2 (°C)	190	190		190		189		191		190		191
Zona 3 (°C)	195	190		190		190		191		190		189
Zona 4 (°C)	195	195		194		194		196		195		195
Zona 5 (°C)	195	196		195		195		195		194		196
Zona 6 (°C)	195	194		195		194		195		196		195
Zona 7 (°C)	195	194		196		195		194		195		194
Zona 8 (°C)	195	194		194		194		196		193		196
Zona 9 (°C)	195	196		195		195		195		194		194
Zona 10 (°C)	195	196		195		196		195		195		195
Zona 11 (°C)	195	193		194		194		194		196		193
Zona 12 (°C)	195	195		195		196		195		195		195
Zona 13 (°C)	195	195		195		195		195		195		196
Zona 14 (°C)	195	195		195		195		195		195		195
Zona 15 (°C)	195	195		195		195		195		195		195
Zona 16 (°C)	195	196		195		195		195		195		195
Zona 17 (°C)	195	197		195		195		195		195		195
Zona 18 (°C)	195	219		218		217		217		217		217
Temp. Melt (°C)		208		209		209		207		208		208
Giri vite (rpm)	160	160		160		160		160		160		160
Sforzo (Amp)		18		18		18		18		17		18
Press. testa sonda S3 (bar)		54,1		55,2		71,4		76,5		57,9		60,4
T. Acqua (°C)	25	29		16		26		27		27		26
Giri taglio (rpm)	4300	4000		4000		4000		4000		4000		4000

Tabella 3.13: Rilevazione dati del prodotto A3 nella linea L2.

Rispetto a quelle già viste della linea L1, abbiamo meno zone e meno rilevazioni di pressioni perché la linea, come già spiegato in precedenza, è diversa. P2 è il nome del poliolo usato (per limitare la divulgazioni di nomi di certi prodotti verrà inserita solo la lettera “P”).

Per ogni test effettuato sono state compilate le relative schede, ma per una analisi più veloce i dati principali sono stati estratti e riportati in una scheda di processo sintetica dove troviamo sia i parametri di processo che i valori delle viscosità misurate:

- il nome del **poliolo** usato ed il suo numero di lotto (P ..);
- il nome del **materiale** e il lotto relativo (che indicheremo con A_11, A_12, ...);
- il valore dell'**indice**;
- i valori min-max di **temperatura**;
- la **portata** del poliolo;
- la **portata** del catalizzatore (per la produzione di C è presente la portata di isocianato);
- i dati relativi ai **giri vite** e allo **sforzo**;
- i valori di **viscosità** iniziali, di ricontrollo/i nel tempo (generalmente nei giorni successivi alla data di produzione), finali (quando il prodotto viene approvato e cioè quando rispecchia le specifiche di viscosità) e di ricontrollo del valore finale (in genere dopo ca 20gg/un mese quando disponibile). Le viscosità sono divise in S1 e S2 quando la quantità prodotta supera i 6.000 kg, capacità del silo di stoccaggio del granulo.

1- PRODUZIONE A_1: schede riassuntive del prodotto **A_1** nei lotti **1, 2 e 3**.

data produzione	01-febbraio	01-febbraio	24-febbraio
poliolo	P 1	P 1	P 2
NOME PRODOTTO	A_11	A_12	A_13
Indice	101	101,5	101,5
temperature (°C)	195 - 200	195 - 200	190 - 200
portata poliolo (kg/h)	180	180	180
portata cataliz. (kg/h)	0,3	0,3	0,3
giri vite (rpm)	180	180	170
sforzo (% amp)	18	18	15
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	7.100	2.800	(S1) 2.000-7.300-16.550 (S2) 2.600-8.740-13.800
viscosità (cps) finale e ricontrollo	15.800 28.400	26.200 37.100	(S1) 20.320 (S2) 13.800-17.500

Dai dati si osserva che l'aver aumentato l'indice di isocianato dopo la prima produzione A_11 ha causato un aumento della viscosità in A_12; in A_13 non c'è stato questo incremento ma abbiamo anche un poliolo diverso (P2). La differenza di giri vite da A_11-12 ad A_13 non è tale da influenzare la viscosità .

2- **PRODUZIONE A_2**: schede riassuntive del prodotto **A_2** nei lotti **1, 2, 3a, 3b, 4, 5 e 6**.

data produzione	22-febbraio	28-febbraio	02-marzo	06-marzo
poliolo	P 2	P 4	P 4	P 4
NOME PRODOTTO	A_21	A_22	A_23a	A_23b
Indice	101,5	101,5	101,5	101
temperature (°C)	190 - 195	190 - 200	190 - 200	190 - 200
portata poliolo (kg/h)	180	180	180	180
portata cataliz. (kg/h)	0,3	0,4	0,4	0,3
giri vite (rpm)	160	160	160 - 170	160
sforzo (% amp)	18	19	18	19
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	2.200-4.800-16.400 28.160-38.500	(S1) 3.350-5.530 (S2) 4.500-11.340	6.560-10.150	2.500-4.750
viscosità (cps) finale e ricontrollo	usato in miscela con altri prodotti	(S1) 16.800 (S2) 13.600	10.300-17.100	9.450-13.200

Il prodotto A_21 ha una viscosità finale di 38.500 cps usando il poliolo P2 e verrà poi usato in miscela con altri prodotti per abbassarne la sua viscosità; questa produzione non ha dato un risultato positivo, forse a causa dell'indice 101.5 e dei giri bassi utilizzati.

Nei prodotti A_22, A_23a e A_23b non si sono osservati problemi; tra A_23a e A_23b, con lo stesso poliolo, la differenza è nell'indice: nel primo caso si è usato un indice più alto (101,5) e si è visto che la viscosità ha dato un valore attorno ai 17.000 cps, nel secondo con indice inferiore al primo (101) ha dato una viscosità di ca 13.000 cps, quindi produzione positiva.

data produzione	09-marzo	14-marzo
poliolo	P 5	P 5
NOME PRODOTTO	A_24	A_25
Indice	101	101
temperature (°C)	190 - 200	190 - 200
portata poliolo (kg/h)	180	180
portata cataliz. (kg/h)	0,3	0,3
giri vite (rpm)	165	160
sforzo (% amp)	17	18
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	(S1) 4.300-7.090 (S2) 2.100-3.920	(S1) 3.900-5.600 (S2) 3.300-4.200-5.500
viscosità (cps) finale e ricontrollo	(S1) 7.100 (S1) 7.300	(S1) 7.130 (S2) 7.800

Nei prodotti A_24 e A_25 vediamo per la prima volta l'utilizzo del poliolo P 5. Le viscosità finali ottenute sono accettabili e la piccola differenza dei giri vite non ha influenzato in alcun modo: quindi i due prodotti sono stati approvati.

3- PRODUZIONE A_3: scheda riassuntiva, produzione di un unico lotto.

Lo riportiamo anche se prodotto solo una volta, è interessante notare che l'indice è stato portato a 101 per rientrare nelle specifiche di prodotto, qui le misure di viscosità sono state fatte in misura maggiore nel tempo e vediamo come il granulo cresca in viscosità nel giro di pochi giorni (4.700 cps da fresco, 20.600 cps dopo 4 settimane). Anche in questo caso il poliolo P2 può essere la causa di questi risultati. Confrontando la produzione A21, vediamo che a parità di parametri, la viscosità è inferiore a causa dell'indice 101.

data produzione	17-febbraio-2012
poliolo	P 2
NOME PRODOTTO	A_3
Indice	101
temperature (°C)	190 - 195
portata poliolo (kg/h)	180
portata cataliz. (kg/h)	0,3
giri vite (rpm)	160
sforzo (% amp)	18
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	(S1) 2.200-4.500-5.700-10.660-15.840-16.960 (S2) 2.360-4.600-5.000-12.400-17.900-19.800
viscosità (cps) finale e ricontrollo	(S1) 20.900 (S2) 20.600

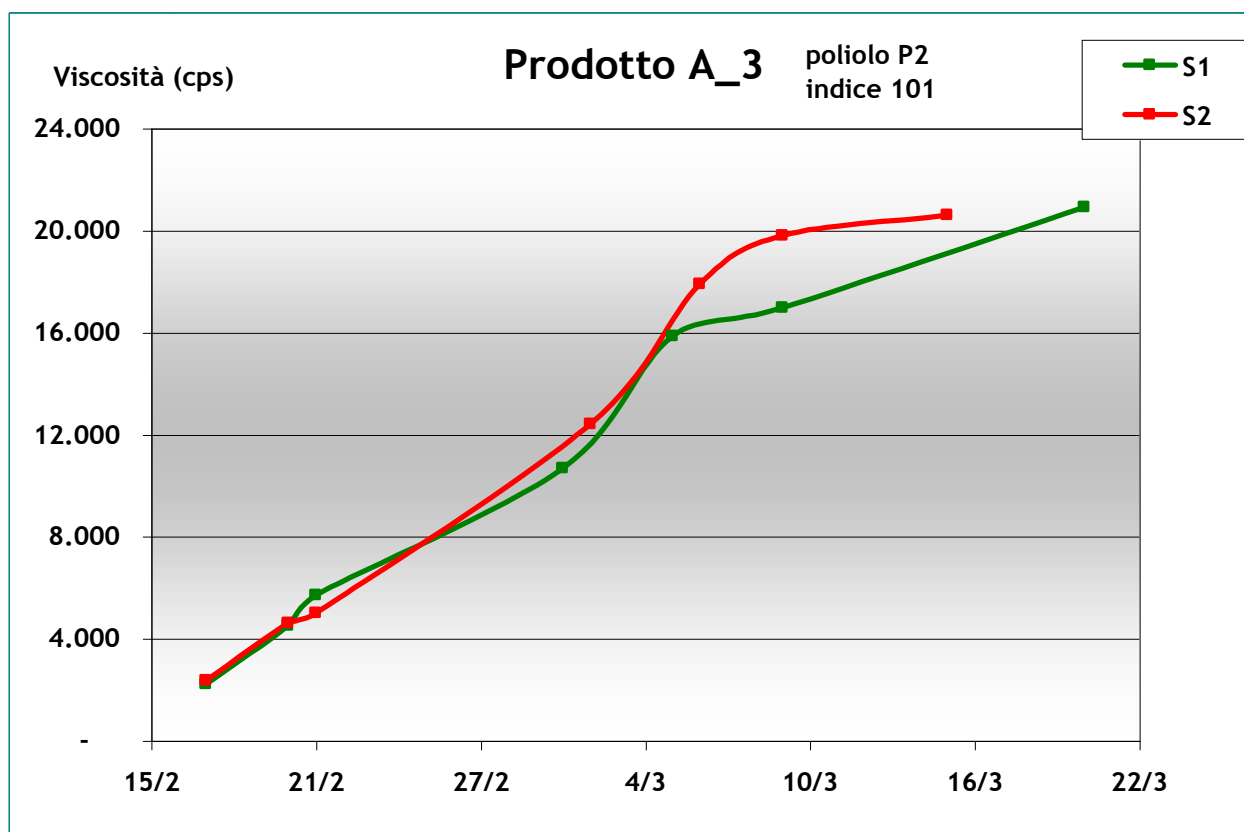


grafico 4: Andamento viscosità nel tempo del prodotto A_3.

4- PRODUZIONE B: schede riassuntive del prodotto **B** nei lotti **1, 2, 3, 4, 5 e 6.**

data produzione	17,19-gennaio-2012	10-febbraio	15-febbraio
poliolo	P 3	P 1	P 2
NOME PRODOTTO	B_1	B_2	B_3
Indice	102	101,5	100,5
temperature (°C)	195 - 200	190 - 200	195 - 200
portata poliolo (kg/h)	187	180	180
portata cataliz. (kg/h)	0,22	0,2	0,2
giri vite (rpm)	190	190	190
sforzo (% amp)	14	13	15
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	4.100-6.550-30.200 45.600	5.810-8.100	2.200-3.600 6.630
viscosità (cps) finale e ricontrollo	In miscela con B2 perché troppo alto in viscosità	In miscela con B1 per abbassarne la viscosità	8.170-12.000

In questo prodotto viene utilizzato meno catalizzatore perché essendo più alto in durezza rispetto al precedente è anche più reattivo.

Il valore di 45.600 relativo a B_1 è fuori dalla sua specifica (cioè ha un valore troppo alto, non è presente il valore di viscosità finale perché è stato usato in miscela con un altro prodotto); è la prima volta che si usa il poliolo P3 ma l'effetto di una viscosità così alta è causato dall'indice troppo alto (infatti si è partiti con un valore di 102 e successivamente si è lavorato con valori inferiori). Il prodotto B2 è stato usato in miscela, proprio con B1, per abbassarne la viscosità (in questo caso si è cambiato sia il poliolo sia l'indice con un valore parziale di viscosità pari a 8.100); questa volta il poliolo P1, usato anche per la produzione di A_11 e A_12, non ha portato a valori alti di viscosità come si è visto prima: una differenza la troviamo sui giri vite imposti (180 rpm per A_11 e A_12 mentre 190 rpm per B2) forse nella produzione di B2 il prodotto ha subito una lavorazione migliore e la viscosità è una prova. Bisogna dire che non avendo il valore di viscosità finale non sappiamo se il prodotto maturando nel tempo sarebbe salito ulteriormente di viscosità.

Il prodotto B_3, che utilizzava il poliolo P2 come nei prodotti A_13 e A_3, ha dato viscosità basse (dai 2.200 cps ai 8.200 cps circa), sempre al di sotto del limite delle specifiche (un ricontrollo sul valore della viscosità finale ha portato al valore di 12.000 csp). Questo è da imputare al basso indice utilizzato (100,5).

data produzione	29-febbraio	07-marzo	15-marzo
poliolo	P 4	P 5	P 5
NOME PRODOTTO	B_4	B_5	B_6
Indice	101	101	100,5
temperature (°C)	195 - 200	195 - 200	190 - 200
portata poliolo (kg/h)	180	180	180
portata cataliz. (kg/h)	0,1	0,1	0,2
giri vite (rpm)	200 - 210	180	190
sforzo (% amp)	15	14 - 15	18
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	3.260-7.510	3.450	3.000-4.900
viscosità (cps) finale e ricontrollo	7.900 13.500	10.680	7.000

Il prodotto B_4, che utilizzava il poliolo P4 ed indice 101, ha dato un valore di viscosità di 7.900 cps. e poi un valore di ricontrollo a 13.500 cps. Possiamo dire che il poliolo P4 conferma di dare dei buoni prodotti in termini di viscosità.

I prodotti B_5 e B_6 utilizzavano il poliolo P5, mantenendo solo nel primo caso l'indice 101; si è arrivati ad una viscosità di 10.680 cps. Con il B_6 si è abbassato di mezzo punto l'indice (portandolo quindi a 100,5) e la viscosità rilevata è stata inferiore (7.000 cps) dovuta proprio ad un indice più basso. In entrambi i casi il polimero prodotto è stato approvato.

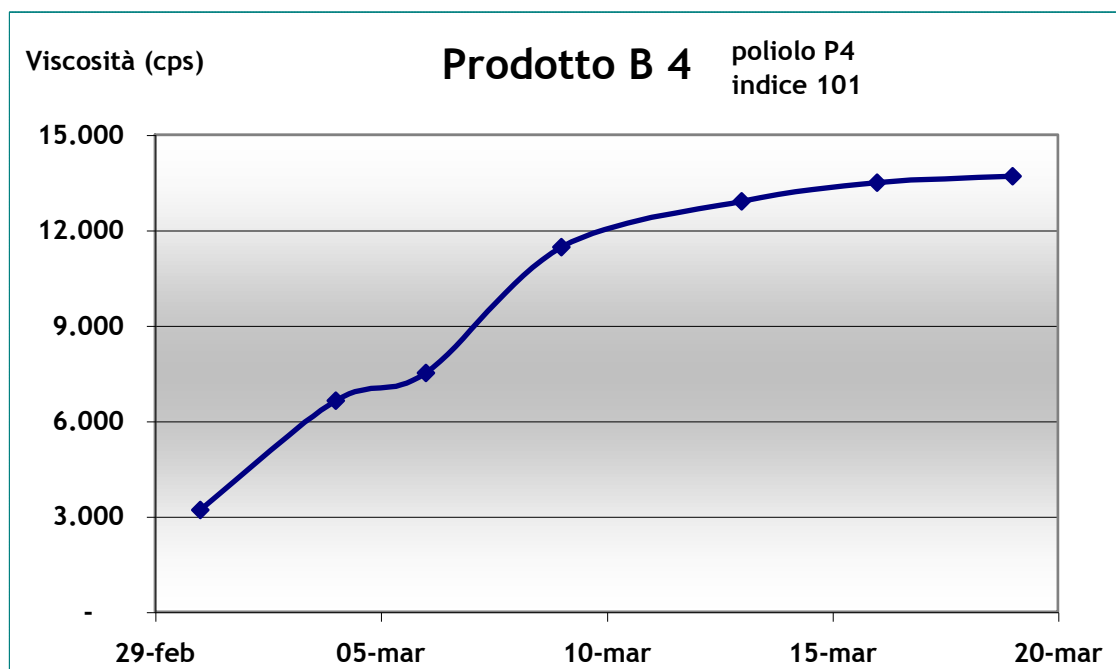


Grafico 5: Andamento viscosità nel tempo del prodotto B 4.

5- PRODUZIONE C: schede riassuntive del prodotto C nei lotti 1, 2, 3, 4, e 5.

data produzione	20-gennaio-12	16-febbraio	23-febbraio	01-marzo	08-marzo
poliolo	P 3	P 2	P 2	P 4	P 5
NOME PRODOTTO	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5
Indice	101,5	101	101	101	101
temperature (°C)	200 - 205	200 - 205	200 - 205	200 - 205	195 - 205
portata poliolo (kg/h)	180	160	160	160	160
port. isocianato (kg/h)	140	122,8	122,8	122,8	122,8
portata cataliz. (kg/h)	-	-	-	-	-
giri vite (rpm)	210	190	190	190	200
sforzo (% amp)	9	11	11	10	13
viscosità (cps) iniziale e ricontrollo/i	20.000-21.300	5.600-9.800-10.400-15.380	2.700-9.000-9.720	8.500 - 15.000	4.340 - 6.560
viscosità (cps) finale e ricontrollo	19.000 Alta viscosità	24.500 ritrafilato in parte per visc.troppo alta	19.150 Alta viscosità	16.100	12.100 15.100

Tutti le produzioni della serie C sono state fatte senza catalizzatore, infatti essendo il prodotto più duro è anche quello più reattivo. Nella tabella abbiamo inserito anche le portate di isocianato per ciascun lotto. Più è alta la quantità di isocianato e più aumentano le forze intermolecolari causando l'aumento della viscosità finale.

Il prodotto C_1 che utilizza un poliolo P3 e indice 101,5 ha dato come viscosità parziali valori attorno ai 20.000 cps e una viscosità finale di 19.000 cps; tali valori sono fuori (o al limite) dalla specifica di prodotto. In C_2 e C_3, con poliolo P2, la viscosità è risultata troppo alta tanto che C_2 è stato ritrafilato in parte per abbassarla, mentre avevamo visto che in A_13, A_3 e B_3 utilizzando lo stesso poliolo si erano ottenute viscosità basse.

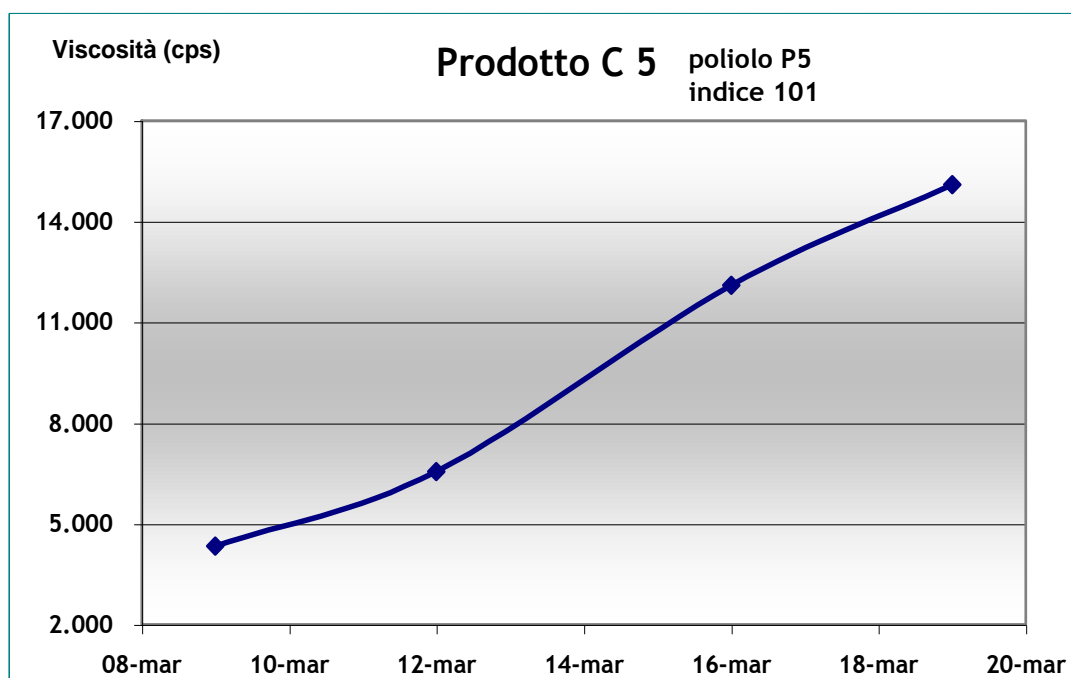


Grafico 6: Andamento viscosità nel tempo del prodotto C 5.

3.3 SPECIFICHE PRODOTTO/PROCESSO

Dalla valutazione di tutti i dati rilevati, abbiamo scelto le migliori condizioni di settaggio iniziali per la produzione della nuova serie nei vari prodotti **A_1**, **A_2**, **A_3**, **B** e **C** (vedi le schede riassuntive di ogni prodotto).

Nome prodotto	A_1	A_2	A_3	B	C
p. poliolo (kg/h)	180	180	180	180	160
p. isocianato (kg/h)	67,3	68,1	68,2	94,3	122,8
p. cataliz. (kg/h)	0,3	0,3 – 0,4	0,3	0,1 – 0,2	–
p. TOTALE (kg/h)	250	250	250	270	280
Indice	101	101	101,5	101 – 101,5	101
Zona 1 (°C)	190	190	190	190	190
Zona 2 (°C)	190	190	190	190	190
Zona 3 (°C)	190	190	190	190	190
Zona 4 (°C)	190	190	195	190	190
Zona 5 (°C)	190	190	195	195	195
Zona 6 (°C)	190	190	195	200	200
Zona 7 (°C)	190	190	195	200	200
Zona 8 (°C)	190	195	195	200	200
Zona 9 (°C)	195	195	195	200	200
Zona 10 (°C)	200	195	195	200	200
Zona 11 (°C)	200	195	195	200	200
Zona 12 (°C)	200	195	195	200	200
Zona 13 (°C)	200	200	195	200	200
Zona 14 (°C)	200	200	195	205	205
Zona 15 (°C)	200	200	195	205	205
Zona 16 (°C)	200	200	195	205	205
Zona 17 (°C)	200	200	195	205	205
Zona 18 (°C)	205	205	205	205	205
Giri vite (rpm)	180	160	160	180 – 190	190 – 200

Tabella 3.14: Specifiche prodotto/processo.

3.4 CONCLUSIONI

Abbiamo verificato che una grande importanza ai valori finali del prodotto è data dal lotto di poliolo utilizzato e dai parametri di processo.

Molto importante è l'indice di isocianato, che permette una crescita del polimero nel tempo, crescita che deve però essere mantenuta sotto controllo all'interno del range di specifica di prodotto. Da questo punto di vista, abbiamo preferito fissare i parametri in modo da avere viscosità iniziali più basse, poiché abbiamo visto che la maturazione del prodotto è molto lunga, a volte anche superiore al mese dalla data di produzione.

Il catalizzatore viene dosato in modo da avere un processo che permetta di ottenere un fuso che si comporti bene fino al taglio e che quindi permetta una buona granulazione. E' sicuramente da approfondire nel prossimo futuro la sua influenza nel controllo della viscosità.

Gli altri parametri della macchina sono sostanzialmente legati alla processabilità, abbiamo visto che le influenze date dai punti sopracitati sono largamente superiori a quelle dei giri vite piuttosto che alle temperature. Abbiamo comunque preferito tenere più alti i giri vite come specifiche di processo nelle future produzioni per avere un minore tempo di permanenza del fuso in vite e tenere così meglio sotto controllo la crescita delle viscosità nel tempo.

La portata del poliolo è vincolata dal tipo di estrusore e dalla produttività richiesta per il prodotto.

Sono rimasti aperti alcuni punti da approfondire, es. il contributo del catalizzatore e l'analisi iniziale delle materie prime, ma sostanzialmente le specifiche di prodotto/processo elaborate sono da considerarsi un buon punto di arrivo rispetto all'obiettivo che ci eravamo posti all'inizio di questo lavoro.