

Vingtièmes rencontres HélioSPIR

Améliorer la maîtrise
du process grâce à la
spectroscopie proche
infrarouge en ligne.

Cendrine DUCRET, Perrine HEBERT

24/25 novembre 2021

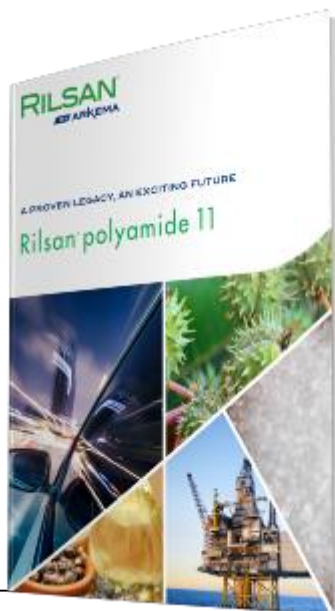
Sommaire

- Polyamides d'arkema : polymères techniques biosourcés,
- Procédé de synthèse de l'acide 11-amino undécanoïque : focus sur la bromuration,
- Précédent protocole de suivi de marche de l'atelier bromuration,
- Travail préliminaire en laboratoire,
- Passage du pré-modèle au modèle prédictif définitif : installation, optimisation et exploitation,
- Conclusions.

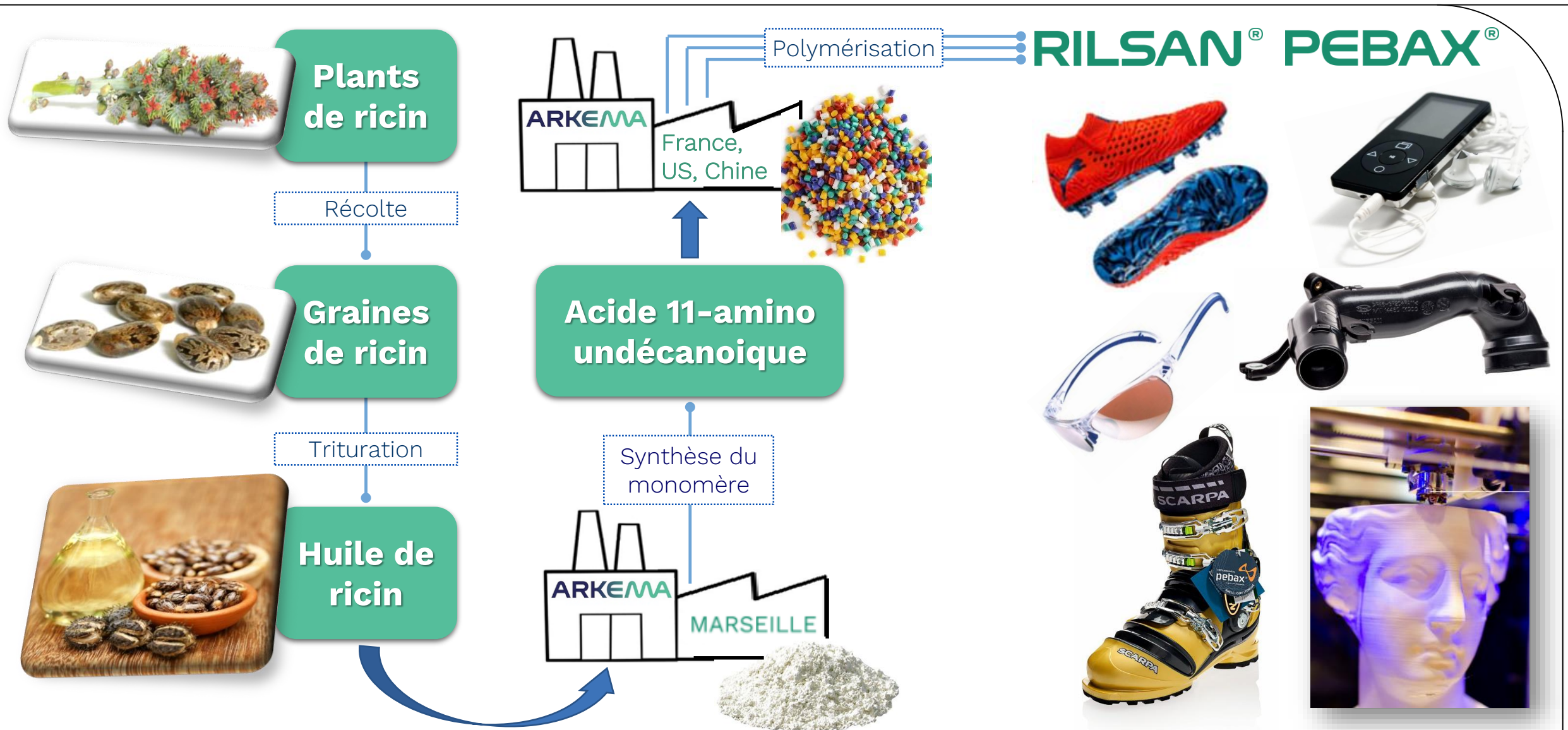
ARKEMA

Polyamides d'arkema :
Polymères techniques
biosourcés.

RILSAN[®]
PEBAX[®]



Polyamides d'arkema : Polymères techniques biosourcés





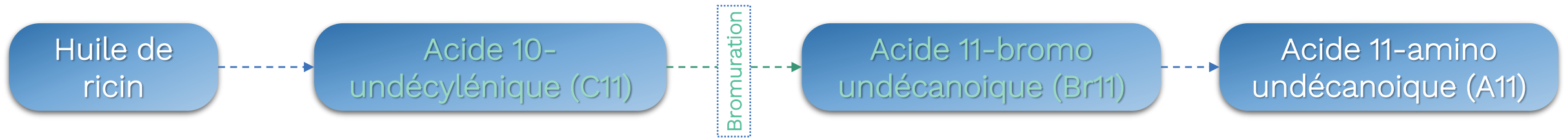
Procédé de synthèse de
l'acide 11-amino
undécanoïque.

Focus sur la bromuration

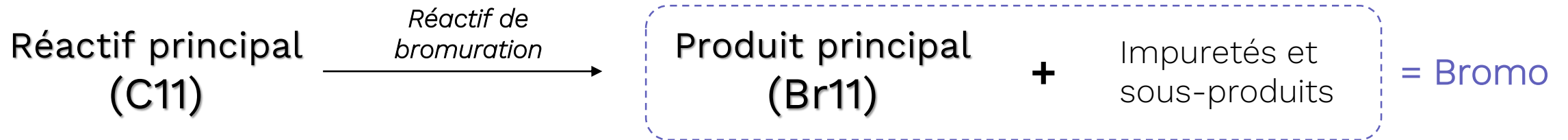


Procédé de synthèse de l'acide 11-amino undécanoïque : Bromuration

→ Process global simplifié ARKEMA Marseille :



→ **Bromuration** : réaction consistant à convertir l'acide 10-undécylénique (C11) en acide 11-bromo undécanoïque (Br11).



→ Paramètre opératoire « clé » nécessaire à la conduite de l'unité de fabrication :

- Pureté du Bromo (traduit le bon déroulement de la réaction) : % impuretés dans le Bromo en sortie d'atelier.



Précédent protocole de suivi de marche de l'atelier bromuration.



Précédente façon de procéder pour suivre la marche de l'atelier bromuration

→ Analyses traditionnelles au laboratoire : CPG

- taux d'impuretés dans le Bromo / quotidien sur échantillon moyen,

→ Inconvénients :

- fort décalage entre la prise d'échantillon et la disponibilité des résultats d'analyse,
- faible visibilité sur la fabrication entre chaque analyse,
- problèmes HSE liés aux prises d'échantillons,
- analyses CPG → préparation + temps d'analyse long (1h30/analyse).

➡ *Inertie sur les réglages des paramètres de marche réactionnels.*



Travail préliminaire
en laboratoire
(avant installation
NIR fabrication)



Travail préliminaire en laboratoire (avant installation NIR fabrication)

→ 1er temps / Travail sur la faisabilité :

- de l'analyse de la pureté du Bromo : essais par ajouts dosés, analyses CPG et NIR labo.

→ 2nd temps / Travail sur l'établissement d'un pré-modèle prédictif :

- récupération des échantillons journaliers de Bromo du Laboratoire de Contrôle et mise en place de prélèvements complémentaires,
- passage des échantillons sur le NIR labo et analyses CPG,
- travail sur le pré-modèle et optimisation,
- installation du pré-modèle sur le NIR du laboratoire.



En parallèle sur l'unité, installation du système analytique et de la sonde NIR.

Cas pratique de l'utilisation du NIR pour la résolution de problèmes.

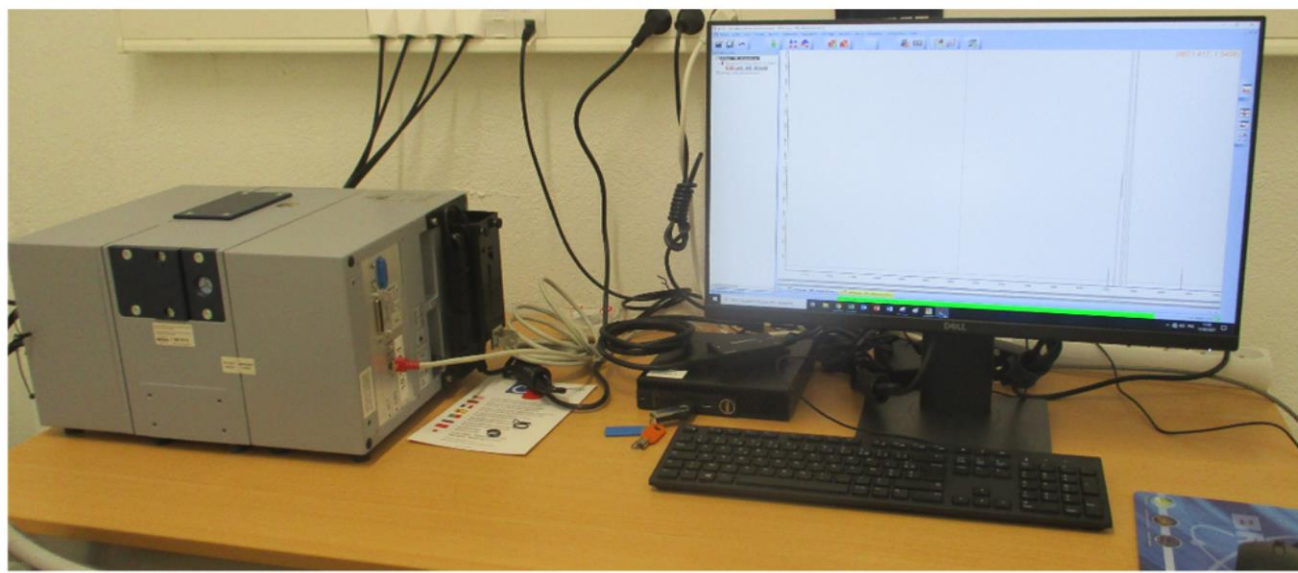
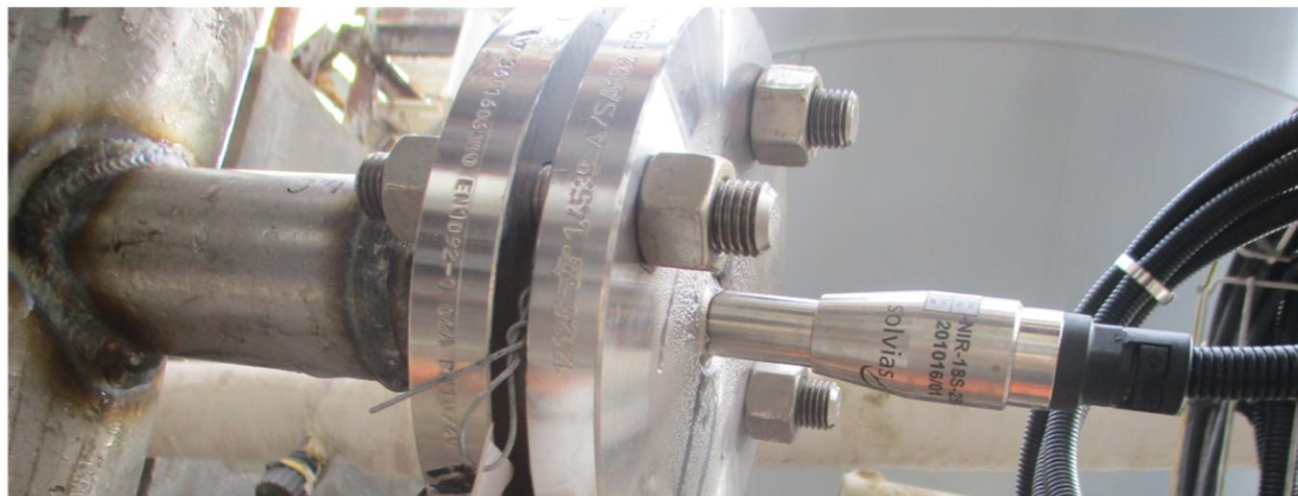
- Problème : avant que l'installation du NIR en ligne ne soit effective, le fabricant est confronté à un défaut de pureté du Bromo.
 - Très forte charge de travail du Laboratoire de Contrôle (L.C.) afin d'assurer le surcroît d'analyses CPG (jusqu'à 10 fois/jour) : saturation du service et manque de visibilité pour le fabricant.
- Solution : maintenir la fréquence d'échantillonnage tout en diminuant la durée des analyses grâce à l'utilisation de l'appareillage NIR du laboratoire pourvu du pré-modèle nouvellement créé.
 - Comparaison préalable d'échantillons de Bromo en CPG et NIR Labo,
 - Validation du Responsable L.C. pour substituer l'analyse CPG conventionnelle par une estimation du taux d'impuretés dans le Bromo avec le NIR Labo,
 - Suivi de l'évolution de la pureté plus efficace et résolution du problème.
- Preuve a ainsi pu être faite que l'analyse NIR ainsi configurée fonctionne et peut aider à gérer/conduire efficacement l'unité industrielle.



Passage du pré-modèle au
modèle prédictif définitif :
Installation, optimisation et
exploitation.



Installation sonde et analyseur NIR au sein de l'unité de fabrication



Passage du pré-modèle au modèle prédictif définitif

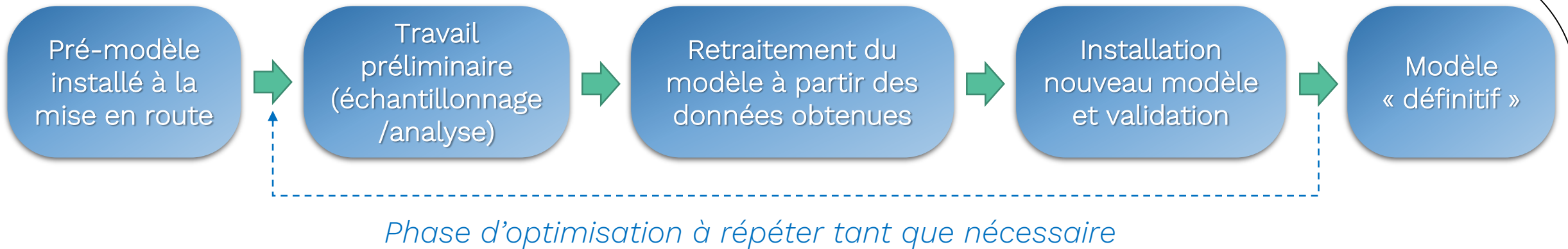
→ Installation du pré-modèle en fabrication.

- permet d'obtenir des résultats dès la mise en route,
- mais résultats et fiabilité des prédictions perfectibles.

→ Reprise nécessaire du pré-modèle afin de prendre en compte l'impact du nouvel environnement et de ses évolutions sur les prédictions (NIR labo vers NIR on-line) :

- nouveau modèle d'analyseur NIR,
- sonde et fibre optique de longueur importante,
- caractéristiques du flux à analyser directement dans le process (turbidité, émulsion, débit, viscosité, turbulence).

Passage du pré-modèle au modèle prédictif définitif

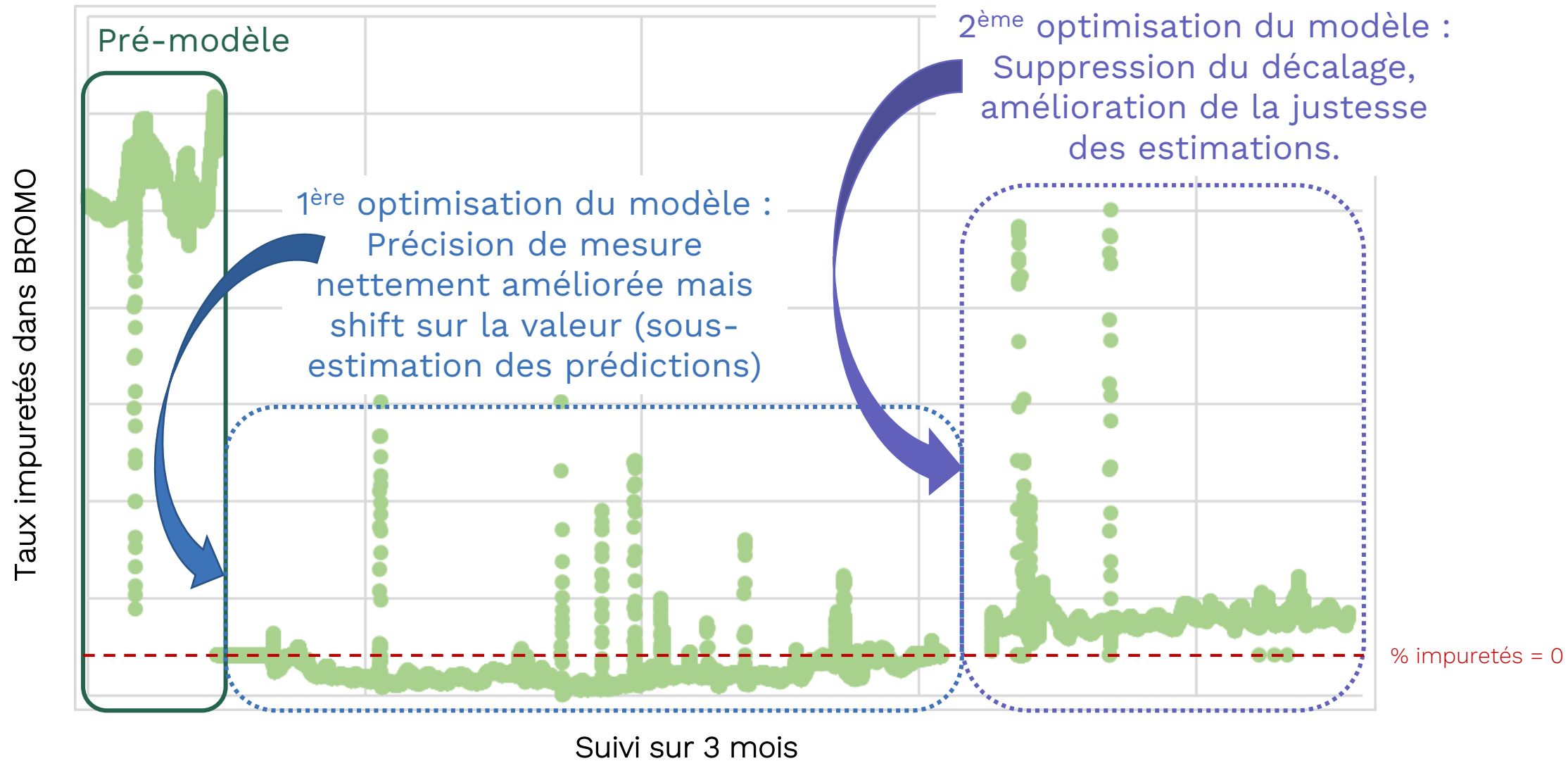


→ Travail préliminaire à chaque optimisation du modèle prédictif :

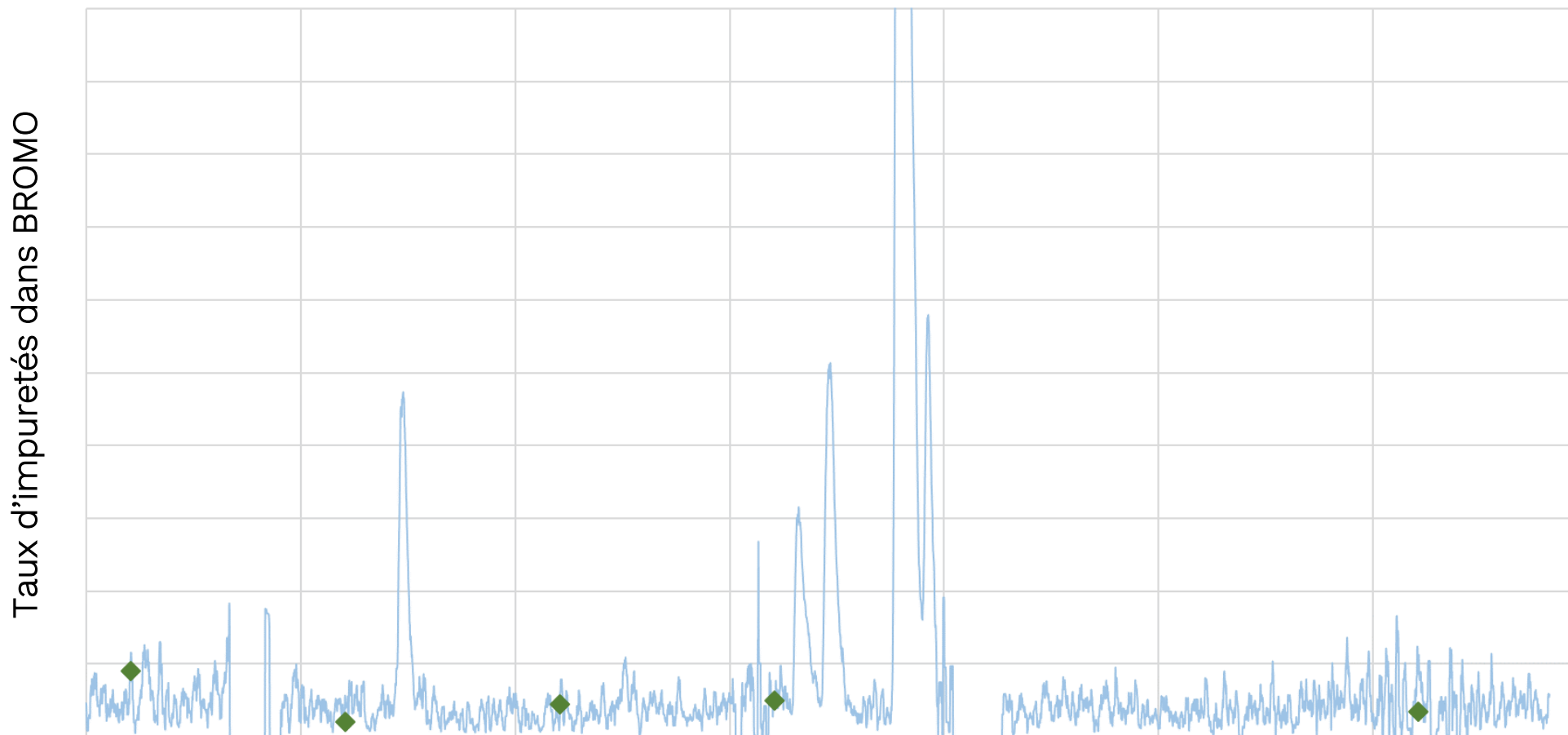
- mise en place de prélèvements en fabrication (180 échantillons),
- récupération des spectres NIR (5 par prélèvements),
- analyses en laboratoire (CPG et NIR) en vue de recalibrer le modèle.

→ Traitement des données à partir des spectres et des résultats d'analyses labo pour obtenir un modèle prédictif de + en + fiable.

Evolution des différentes versions du modèle prédictif



Comparaison NIR / méthode de référence (CPG)



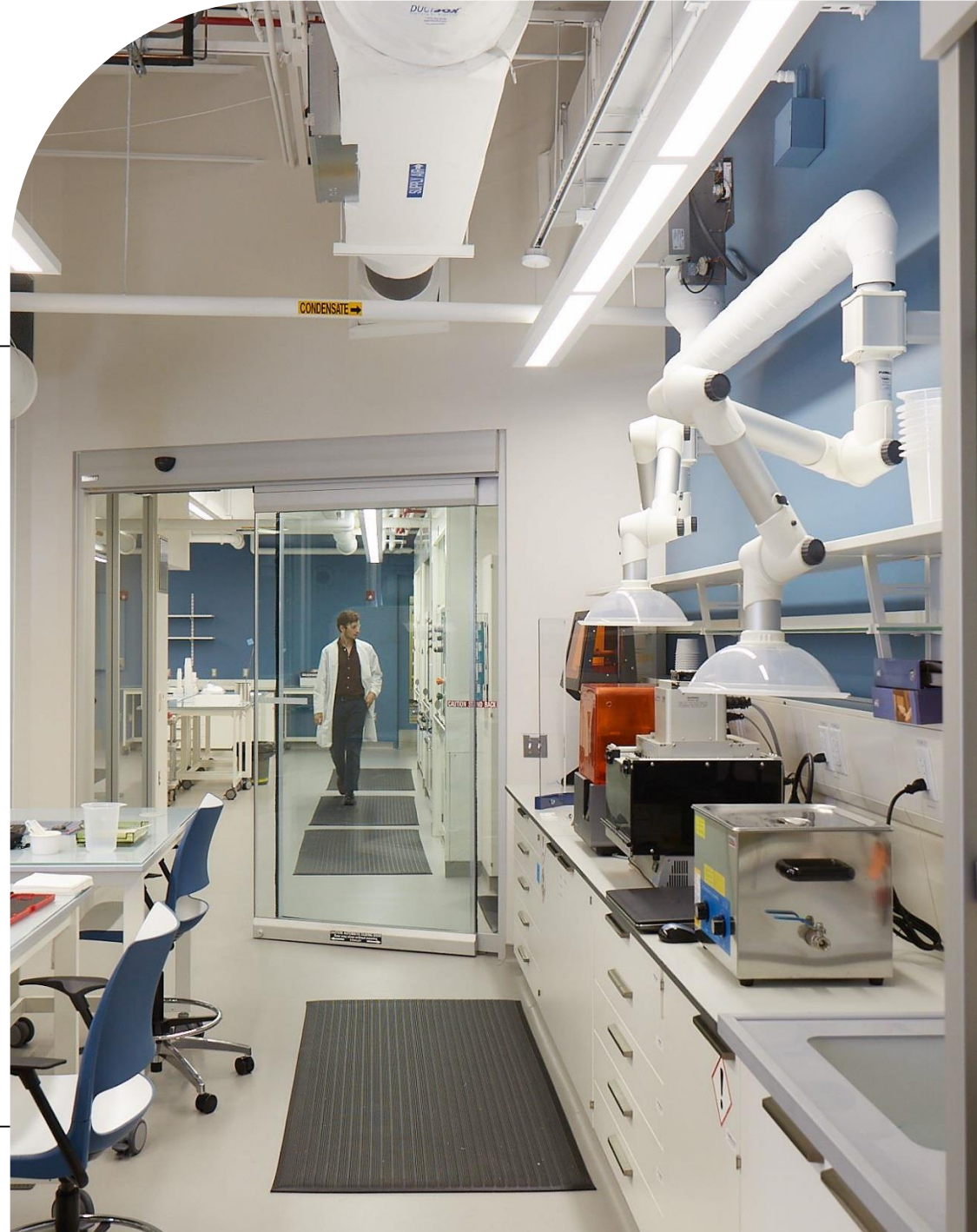
Suivi sur 1 semaine

Prédictions NIR

Dosage CPG

ARKEMA

Conclusions



Conclusions

- A Marseille, le remplacement d'analyses labo conventionnelles par un suivi en ligne au sein de l'unité de fabrication est une première ...
- ... et c'est une première plutôt réussie grâce au travail en amont (pré-modèles) complété par l'amélioration progressive des modèles :
 - outil adopté par les fabricants, les résultats sont attendus, consultés, utilisés et l'intérêt pour la technologie NIR est réel,
 - satisfaction des décideurs et mécènes,
 - piste d'amélioration → stockage des résultats dans une base de données permettant un traitement simultané avec les paramètres opératoires,
 - confiance gagnée (remplacement possible d'autres analyses).

To be continued ...



ARKEMA

Merci de votre
attention.