



Application Note AN-RS-008

Identifizierung von Monomeren mittels Raman-Spektroskopie

Überwachen Sie den Polymerisationsprozess vom Monomer zum Polymer

Polymere bestehen aus Makromolekülen, die ihrerseits aus zahlreichen identischen oder ähnlichen Struktureinheiten, den so genannten Monomeren, aufgebaut sind. Die Zahl der Monomere, einschließlich der Zusatzstoffe oder Inhibitoren wie Benzochinon - die verwendet werden, um den Polymeren bestimmte Eigenschaften zu verleihen - ist enorm.

Alle Polymerhersteller verwenden die gleichen Monomere und können von einer schnellen

Überprüfung der Rohstoffe profitieren, bevor diese in den Polymerisationsprozess eingespeist werden. Die Raman-Spektroskopie bietet eine zerstörungsfreie, in-situ Echtzeit-Analysemethode zur Überwachung des Polymerisationsprozesses, indem sie den Monomerverbrauch und die Polymerbildung verfolgt. Letztendlich ist die Raman-Spektroskopie ein praktisches und effizientes Werkzeug für verschiedene Industrien im Zusammenhang mit dem Polymersektor.

EINFÜHRUNG

Diese Application Note demonstriert die bequeme Identifizierung von Monomeren innerhalb von Sekunden mittels Raman-Spektroskopie. Monomere wie Styrol, verschiedene Alkylmethacrylate, Vinylacetat, Ethylenglykol, Phenol, Terephthalsäure und Harnstoff sowie Zusatzstoffe oder Inhibitoren wie

Benzochinon können schnell und eindeutig identifiziert werden.

Eine schnelle Demonstration der unterschiedlichen Spektren der verschiedenen Monomere und ihrer jeweiligen Polymere führt zu einem detaillierten Blick auf die Polymerisationsreaktion von Bakelit.

DURCHFÜHRUNG

Die Raman-Spektroskopie ist eine einfache, zerstörungsfreie Analysetechnik, die eine schnelle und sichere Analyse ohne Probenvorbereitung ermöglicht. In einigen Fällen können die Proben sogar in ihrer Originalverpackung analysiert werden.

Ein tragbares 785-nm-Raman-Gerät mit automatisiertem Arbeitsablauf und Orbital Raster Scanning (ORSTM) wurde zur Erfassung von grundlegenden Monomerspektren verwendet.

Die Polymerisationsreaktion von Bakelit wurde sicher überwacht, indem eine faseroptische Raman-Laborsonde an die Wand eines Becherglases, das die Reaktanten enthielt, gehalten wurde, was eine Echtzeitauswertung während der Reaktion ermöglichte.

MONOMER-SPEKTREN

Abbildung 1 enthält überlagerte Spektren verschiedener Monomere (und Benzochinon) und zeigt, dass Raman sowohl empfindlich als auch hochspezifisch ist - es ist sehr einfach, die Spektren verschiedener Materialien zu unterscheiden.

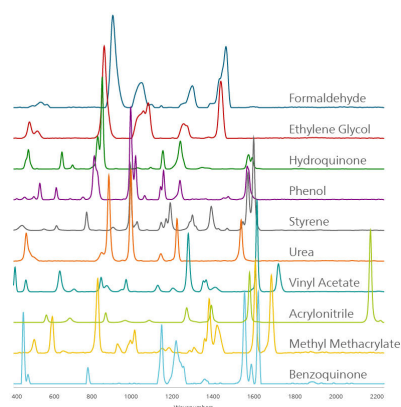


Abbildung 1. Überlagerung der Raman-Spektren der untersuchten Monomere und des Benzochinons.

MONOMERE UND POLYMERE

Während des Polymerisationsprozesses verbinden sich Monomere zu Polymeren. Die Echtzeit-Überwachung der Polymerisationsreaktion mit Raman-Spektroskopie ist eine leistungsstarke Methode zur Optimierung und Kontrolle des Prozesses und des entstehenden Produkts. Dank der Spezifität der Raman-Spektroskopie lassen sich Monomere leicht von ihren jeweiligen Polymeren unterscheiden. **Abbildung 2** veranschaulicht die spektralen Unterschiede zwischen polymeren Ausgangsstoffen und Produkten.

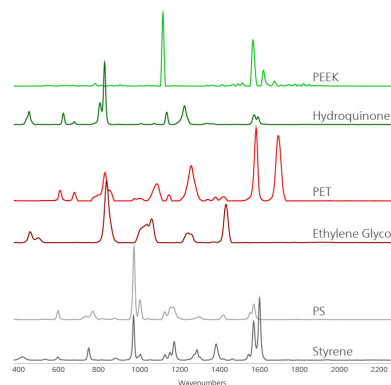


Abbildung 2. Überlagerung von Raman-Spektren von Monomeren mit ihren jeweiligen Polymeren, einschließlich Polyetheretherketon (PEEK), Polyethylenterephthalat (PET) und Polystyrol (PS).

POLYMERISATIONSÜBERWACHUNG MIT RAMAN

Bakelit ist ein duroplastischer Kunststoff, der durch die Polymerisation von Phenol und Formaldehyd entsteht. **Abbildung 3** zeigt, wie die Raman-Peaks von Phenol abnehmen, wenn es mit Formaldehyd reagiert und ein vernetztes Polymer bildet, während neue Peaks aufgrund von Veränderungen in der Schwingungsumgebung entstehen. Die hohen Raman-Verschiebungsbereiche ermöglichen die Beobachtung von Veränderungen der C-H-Streckschwingungen von Phenol (2000-4500 cm⁻¹), die einen Einblick in diese Reaktion ermöglichen.

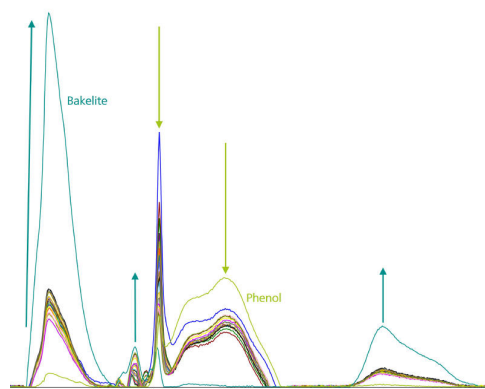


Abbildung 3. Entwicklung der Raman-Banden für Phenol und Bakelit während der Polymerisationsreaktion.

FAZIT

Die Echtzeit-Analyse vor Ort mit Hilfe der Raman-Spektroskopie ermöglicht es den Polymerherstellern, die Produktintegrität durch Qualitätskontrollen in jeder Phase, von den Rohstoffen bis zum Endprodukt,

zu gewährleisten. Dies gewährleistet gleichbleibende Qualität, optimiert die Effizienz und fördert die Innovation in der Polymerherstellung.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION

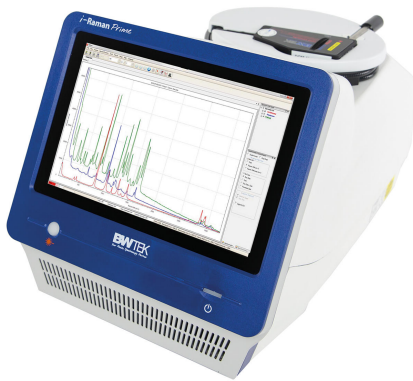


MIRA P Advanced

Der Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P ist ein leistungsstarkes Raman-Handspektrometer, das für eine schnelle zerstörungsfreie Bestimmung und Verifizierung verschiedenster Materialien, z. B. pharmazeutische Wirkstoffe und Arzneimittelträger, eingesetzt werden kann. Trotz seiner geringen Grösse ist der MIRA P sehr robust und verfügt über eine hocheffiziente Spektrographkonstruktion, die mit unserer einzigartigen Orbital-Raster-Scan-Technologie (ORS) ausgestattet ist. MIRA P erfüllt die FDA-Vorschriften 21 CFR Part 11.

Das Advanced Package umfasst eine Aufsatzlinse, mit der Materialien direkt oder in ihren Gebinden analysiert werden können (Laserklasse 3b), sowie einen Vial-Halter-Aufsatz zur Analyse von Proben, die sich in Glasvials befinden (Laserklasse 1).

KONFIGURATION



i-Raman Prime 785H Tragbares Raman-Spektrometer

Das i-Raman[®] Prime 785H ist ein rauscharmes und vollständig integriertes Raman-System mit hohem Durchsatz, eingebautem Tablet-PC und einer Lichtleiter-Probensonde. Dieses tragbare Raman-Spektrometer nutzt einen CCD-Array-Detektor mit hoher Quanteneffizienz, TE-Tiefkühlung (-25 °C) sowie hohem Dynamikbereich und bietet so die Möglichkeit für Raman-Analysen auf Forschungsniveau, einschliesslich Quantifizierung und Identifikation in Echtzeit. Der hohe Durchsatz liefert Raman-Spektren mit hervorragendem Signal-Rausch-Verhältnis und ermöglicht damit die Messung schneller Prozesse sowie selbst schwächster Raman-Signale, sodass feine Probenunterschiede erkannt werden.

Das i-Raman Prime 785H verfügt neben seiner mobilen Bauweise über die einzigartige Kombination aus einem breiten Spektralbereich (150 cm^{-1} bis 2800 cm^{-1}) und einer hohen Auflösung (6 cm^{-1}). Das i-Raman Prime kann mit einem Akku betrieben werden und ist dadurch einfach zu transportieren. So können egal an welchem Ort hochpräzise sowie qualitativ und quantitativ hochwertige Raman-Analysen auf Forschungsniveau durchgeführt werden. Das System ist für den Einsatz mit unserer STRaman[®]-Technologie für Analysen durch nicht-transparente Verpackungen optimiert.