



Application Note AN-RS-008

Identificación de monómeros con espectroscopia Raman

Monitorizar el proceso de polimerización desde el monómero hasta el polímero.

Los polímeros están compuestos de macromoléculas que a su vez están formadas por numerosas unidades estructurales idénticas o similares, denominadas monómeros. La cantidad de monómeros, incluidos aditivos o inhibidores como la benzoquinona, utilizados para dotar a los polímeros de propiedades específicas, es enorme.

Todos los fabricantes de polímeros utilizan los mismos monómeros y pueden beneficiarse de una rápida

verificación de la materia prima antes de introducirlos en el proceso de polimerización. La espectroscopia Raman proporciona un método analítico in situ, no destructivo y en tiempo real para monitorear el proceso de polimerización mediante el seguimiento del consumo de monómeros y la formación de polímeros. En definitiva, la espectroscopia Raman es una herramienta conveniente y eficiente para diversas industrias relacionadas con el sector de los polímeros.

INTRODUCCIÓN

Esta nota de aplicación demuestra la identificación conveniente de monómeros en segundos utilizando espectroscopia Raman. Se pueden identificar rápidamente e inequívocamente monómeros como estireno, diversos metacrilatos de alquilo, acetato de vinilo, etilenglicol, fenol, ácido tereftálico y urea, así

como aditivos o inhibidores como la benzoquinona. Una demostración rápida de los distintos espectros de diferentes monómeros y sus respectivos polímeros conduce a una mirada en profundidad a la reacción de polimerización de la baquelita.

EXPERIMENTO

La espectroscopia Raman es una técnica de análisis no destructiva sencilla de apuntar y disparar que permite un análisis rápido y seguro sin preparación de muestras. En algunos casos, las muestras incluso pueden analizarse en su embalaje original.

Se utilizó un dispositivo Raman portátil de 785 nm, con un flujo de trabajo automatizado y escaneo raster orbital (ORSTM), para recopilar espectros de monómeros básicos.

La reacción de polimerización de la baquelita se controló de forma segura colocando una sonda de fibra óptica Raman de laboratorio contra la pared de un vaso de precipitados que contenía los reactivos, lo que permitió una evaluación en tiempo real a medida que avanzaba la reacción.

ESPECTROS DE MONÓMEROS

Figura 1 Contiene espectros superpuestos de diferentes monómeros (y benzoquinona), lo que demuestra que Raman es sensible y altamente específico: es muy fácil distinguir los espectros de diferentes materiales.

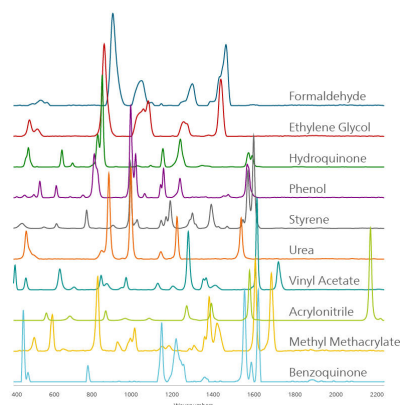


Figure 1. Superposición de espectros Raman de los monómeros analizados y benzoquinona.

MONÓMEROS Y POLÍMEROS

Los monómeros se unen para formar polímeros durante el proceso de polimerización. La monitorización en tiempo real de la reacción de polimerización con espectroscopia Raman es una forma poderosa de optimizar y controlar el proceso y el producto resultante. Es la especificidad de Raman la que permite que los monómeros se distingan fácilmente de sus respectivos polímeros. **Figura 2** ilustra las diferencias espectrales entre los materiales de partida y los productos poliméricos.

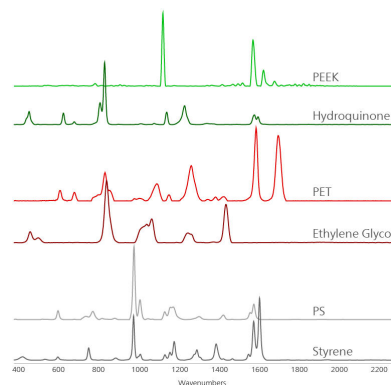


Figure 2. Superposición de espectros Raman de monómeros con sus respectivos polímeros, incluidos poliéter éter cetona (PEEK), tereftalato de polietileno (PET) y poliestireno (PS).

MONITOREO DE POLIMERIZACIÓN CON RAMAN

La baquelita es un plástico termoendurecible creado a través de la polimerización de fenol y formaldehído. **Figura 3** muestra cómo los picos Raman del fenol disminuyen a medida que reacciona con formaldehído para formar un polímero reticulado, mientras que surgen nuevos picos debido a cambios en el entorno vibracional. Las regiones de alto desplazamiento Raman permiten la observación de cambios en las vibraciones de estiramiento de CH del fenol ($2000\text{--}4500\text{ cm}^{-1}$), lo que proporciona información sobre esta reacción.

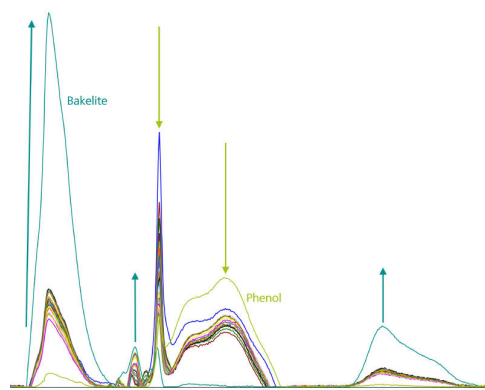


Figure 3. Evolución de las bandas Raman para fenol y baquelita durante la reacción de polimerización.

CONCLUSIÓN

El análisis in situ en tiempo real mediante espectroscopia Raman permite a los fabricantes de polímeros mantener la integridad del producto mediante controles de calidad en cada etapa, desde

las materias primas hasta los productos finales. Esto garantiza una calidad constante, optimiza la eficiencia e impulsa la innovación en la fabricación de polímeros.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN

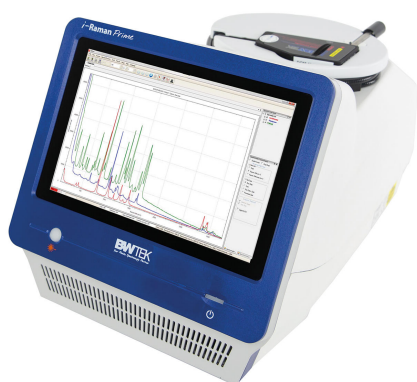


MIRA P Advanced

El Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P es un potente espectrómetro Raman portátil que se puede utilizar para determinar y verificar de forma rápida y no destructiva los más diversos materiales como, por ejemplo, principios activos y excipientes de uso farmacéutico. Pese a su pequeño tamaño, el MIRA P es muy robusto y cuenta con un espectrógrafo de diseño muy eficiente, que está equipado con nuestra extraordinaria tecnología Orbital Raster Scan (ORS). El MIRA P cumple la normativa FDA 21 CFR Parte 11.

El paquete Advanced incluye una lente adicional con la que los materiales se pueden analizar directamente o en sus recipientes (láser de clase 3b) y un accesorio de soporte de vial para analizar las muestras que se encuentran en viales de vidrio (láser de clase 1).

CONFIGURACIÓN



Espectrómetro Raman portátil i-Raman Prime 785H

El i-Raman® Prime - 785H es un sistema Raman de alto rendimiento, bajo nivel de ruido y totalmente integrado, con ordenador tipo tableta y sonda de fibra óptica incorporados. Este espectrómetro Raman portátil utiliza un detector equipado con una matriz de CCD con alta eficiencia cuántica, congelación termoelectrica (-25 °C) y alto rango dinámico para proporcionar análisis Raman en el ámbito de investigación, incluidas la cuantificación e identificación en tiempo real. El alto rendimiento proporciona espectros Raman con una excelente relación señal/ruido, lo que permite la medida de procesos rápidos e incluso de las señales Raman más débiles para poder detectar también sutiles diferencias en las muestras.

El i-Raman Prime 785H tiene un diseño móvil y una combinación única de un amplio rango espectral y una alta resolución, de modo que permite realizar medidas desde 150 cm^{-1} hasta 2800 cm^{-1} . El i-Raman Prime puede funcionar con una batería recargable y, por lo tanto, es fácil de transportar. De este modo, pueden llevarse a cabo en cualquier lugar análisis Raman de gran precisión, elevado valor cuantitativo y alta calidad en el ámbito de investigación. El sistema está optimizado para el uso con nuestra tecnología STRaman® para el análisis a través de embalajes no transparentes.