



Application Note AN-RS-008

Identificazione dei monomeri con spettroscopia Raman

Monitorare il processo di polimerizzazione dal monomero al polimero

I polimeri sono composti da macromolecole che a loro volta sono costituite da numerose unità strutturali identiche o simili, denominate monomeri. Il numero di monomeri, inclusi additivi o inibitori come il benzochinone, utilizzati per conferire ai polimeri proprietà specifiche, è enorme.

Tutti i produttori di polimeri utilizzano gli stessi monomeri e possono trarre vantaggio da un rapido controllo delle materie prime prima di immetterle nel

processo di polimerizzazione. La spettroscopia Raman fornisce un metodo analitico non distruttivo, in situ e in tempo reale per monitorare il processo di polimerizzazione monitorando il consumo di monomeri e la formazione del polimero. In definitiva, la spettroscopia Raman è uno strumento pratico ed efficiente per vari settori industriali legati al settore dei polimeri.

INTRODUZIONE

Questa nota applicativa illustra la pratica identificazione dei monomeri in pochi secondi mediante spettroscopia Raman. Monomeri come stirene, vari alchilmetacrilati, acetato di vinile, glicole etilenico, fenolo, acido tereftalico e urea, nonché additivi o inibitori come il benzochinone, possono

essere identificati rapidamente e in modo univoco.

Una rapida dimostrazione degli spettri distintivi dei diversi monomeri e dei rispettivi polimeri consente di analizzare in modo approfondito la reazione di polimerizzazione della bachelite.

ESPERIMENTO

La spettroscopia Raman è una semplice tecnica di analisi non distruttiva "point-and-shoot" che consente un'analisi rapida e sicura senza alcuna preparazione del campione. In alcuni casi, i campioni possono essere analizzati anche nella loro confezione originale.

Per raccogliere gli spettri dei monomeri basilari è stato utilizzato un dispositivo Raman portatile a 785 nm, dotato di un flusso di lavoro automatizzato e di scansione orbitale a raster (ORSTM).

La reazione di polimerizzazione della bachelite è stata monitorata in modo sicuro posizionando una sonda Raman in fibra ottica da laboratorio contro la parete di un becher contenente i reagenti, consentendo una valutazione in tempo reale durante l'avanzamento della reazione.



SPETTRI MONOMERICI

La Figura 1 contiene spettri sovrapposti di diversi monomeri (e benzochinone), a dimostrazione del fatto che la tecnica Raman è sia sensibile che altamente specifica: è molto facile distinguere gli spettri di materiali diversi.

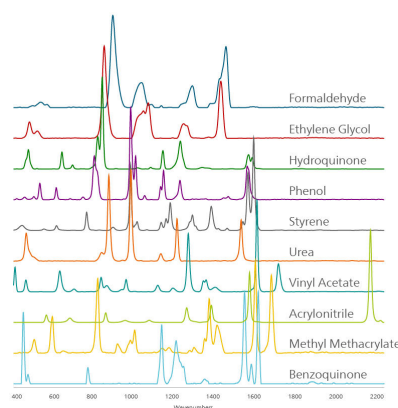


Figure 1. Overlay of Raman spectra from the analyzed monomers and benzoquinone.

MONOMERI E POLIMERI

I monomeri si legano tra loro per formare polimeri durante il processo di polimerizzazione. Il monitoraggio in tempo reale della reazione di polimerizzazione tramite spettroscopia Raman è un modo efficace per ottimizzare e controllare il processo e il prodotto risultante. È la specificità della spettroscopia Raman che consente di distinguere facilmente i monomeri dai rispettivi polimeri. La Figura 2 illustra le differenze spettrali tra i materiali di partenza e i prodotti polimerici.

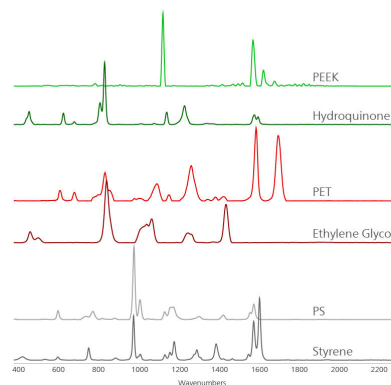


Figure 2. Overlay of Raman spectra from monomers with their respective polymers, including polyether ether ketone (PEEK), polyethylene terephthalate (PET), and polystyrene (PS).

MONITORAGGIO DELLA POLIMERIZZAZIONE CON RAMAN

La bachelite è una plastica termoindurente creata attraverso la polimerizzazione di fenolo e formaldeide. La Figura 3 mostra come i picchi Raman del fenolo diminuiscano durante la reazione con la formaldeide per formare un polimero reticolato, mentre nuovi picchi emergono a causa di cambiamenti nell'ambiente vibrazionale. Le regioni ad alto spostamento Raman consentono di osservare i cambiamenti nelle vibrazioni di stretching C-H del fenolo ($2000\text{--}4500\text{ cm}^{-1}$), fornendo informazioni su questa reazione.

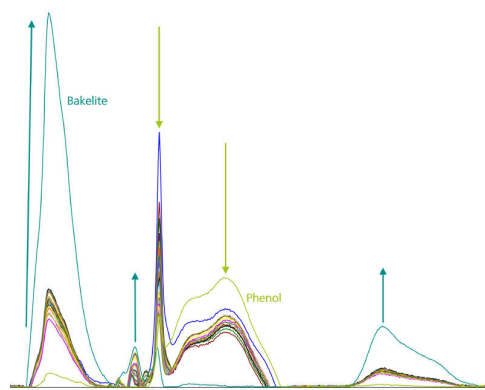


Figure 3. Evolution of Raman bands for phenol and Bakelite during the polymerization reaction.

CONCLUSIONE

L'analisi in tempo reale e in loco mediante spettroscopia Raman consente ai produttori di polimeri di mantenere l'integrità del prodotto attraverso controlli di qualità in ogni fase, dalle

materie prime al prodotto finale. Ciò garantisce una qualità costante, ottimizza l'efficienza e stimola l'innovazione nella produzione di polimeri.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

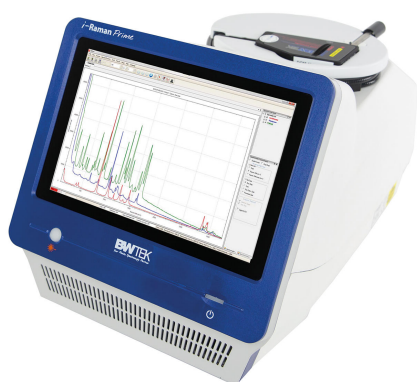


MIRA P Advanced

Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P è uno spettrometro raman palmare ad alte prestazioni utilizzabile per determinazione e verifica rapide e non distruttive di svariate tipologie di materiale tra cui principi attivi ed eccipienti farmaceutici. Nonostante le dimensioni ridotte, MIRA P è estremamente robusto e dispone di uno spettrografo ad alta efficienza dotato della tecnologia brevettata ORS (Orbital Raster Scan). MIRA P soddisfa la normativa FDA 21 CFR parte 11.

La configurazione Advanced Package comprende una lente accessoria che permette l'analisi dei materiali diretta o attraverso gli imballi originali (laser classe 3b) e un porta vial per analizzare i campioni contenuti in vial di vetro (laser classe 1).

CONFIGURAZIONE



Spettrometro Raman portatile i-Raman Prime 785H

i-Raman[®] Prime 785H è un sistema Raman integrato e completo, a ridotto rumore, con portata elevata, Tablet-PC incorporato e una sonda per campione con conduttore ottico. Questo spettrometro Raman portatile utilizza un sensore con array CCD ad elevata efficienza quantica, il raffreddamento termoelettrico (-25 °C) e un intervallo dinamico elevato, così da consentire di eseguire analisi Raman a livello di ricerca, incluse quantificazione e identificazione in tempo reale. La portata elevata garantisce spettri Raman con rapporto segnale-rumore eccezionale e consente di misurare processi rapidi e perfino i segnali Raman più deboli, così da riuscire a rilevare le minime differenze tra i campioni.

Oltre alla struttura pensata per analisi mobili, i-Raman Prime 785H è caratterizzato da una combinazione unica di intervallo spettrale ampio e risoluzione elevata, così da consentire misure da 150 cm⁻¹ fino a 2800 cm⁻¹. i-Raman Prime è utilizzabile con batteria ricaricabile ed è facile da trasportare. Dunque è possibile eseguire analisi Raman di alta precisione e di grande valore, sia dal punto di vista quantitativo che qualitativo, a livello di ricerca, a prescindere dal luogo in cui ci si trova. Il sistema è stato ottimizzato per l'impiego con la nostra tecnologia STRaman[®], per l'analisi attraverso imballaggi non trasparenti.