



Application Note AN-RS-008

ラマン分光法によるモノマーの同定

Monitor the polymerization process from monomer to polymer

ポリマーは、多数の同一または類似の構造単位(モノマー)から構成される高分子で構成されています。ポリマーに特定の特性を付与するために使用される添加剤やベンゾキノンなどの阻害剤を含め、モノマーの種類は極めて多様であり、その数は非常に多数にのぼります。

すべてのポリマーメーカーは共通のモノマーを使用しており、重合工程に投入する前に原料を迅速に確

認することで大きな利点を得ることができます。ラマン分光法は、モノマーの消費およびポリマーの生成を追跡することにより、重合反応を非破壊・その場・リアルタイムで解析できる手法です。最終的に、ラマン分光法はポリマー関連産業において、利便性が高く、効率的な分析ツールとして活用されています。

はじめに

本アプリケーションノートでは、ラマン分光法を用いることで、モノマーを数秒以内に迅速かつ簡便に識別できることを示しています。スチレン、各種アルキルメタクリレート、酢酸ビニル、エチレングリコール、フェノール、テレフタル酸、尿素などのモノマーに加え、ベンゾキノンのような添加剤や重合

禁止剤も、明確かつ迅速に識別することが可能です。

異なるモノマーおよびそれに対応するポリマーの特徴的なスペクトルを簡便に比較することで、ベークライト重合反応に関する詳細な検討へとつなげることができます。

測定

ラマン分光法は、サンプル前処理を必要とせず、迅速かつ安全に分析できるシンプルな非破壊分析技術です。場合によっては、サンプルを元の包装のまま分析することも可能です。

自動化されたワークフローと軌道ラスタスキャン技術(Orbital Raster Scan Technologie, ORSTM)を備えたハンドヘルド 785 nm ラマン デバイスを使用して、基本的なモノマー スペクトルを収集しました。

ベークライト重合反応は、反応物を含むビーカーの側壁にラマンファイバープローブを接触させることで安全にモニタリングされ、反応の進行に伴うリアルタイムでの評価が可能となりました。



モノマーのラマンスペクトル

図1は、各種モノマーおよびベンゾキノンのスペクトルを重ねて表示したものであり、ラマン分光法が高い感度と特異性を有し、異なる物質の識別が容易であることを示しています。

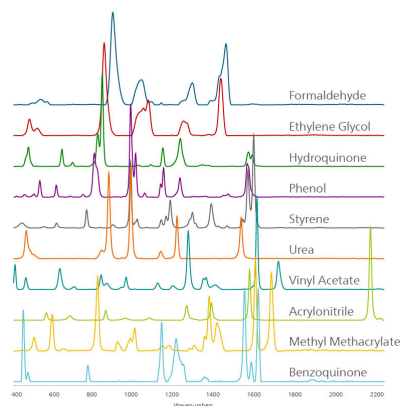


図 1. モノマーおよびベンゾキノンのラマンスペクトルの重ね合わせ

モノマーおよびポリマー

モノマーは、重合反応を通じて結合し、ポリマーを形成します。ラマン分光法を用いた重合反応のリアルタイムモニタリングは、プロセスおよび生成物の最適化と制御において非常に有効な手段です。モノマーとそれに対応するポリマーを明確に識別できるのは、ラマン分光法の高い特異性によるものです。図2は、ポリマーの出発原料と生成物との間に見られるスペクトルの違いを示しています。

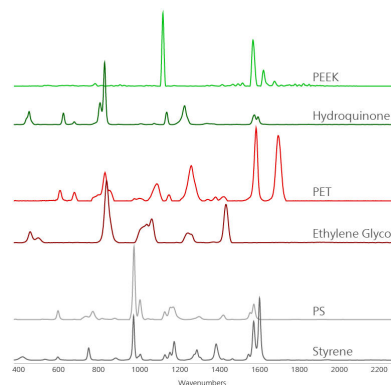


図 2. モノマーとそれに対応するポリマー（ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）、ポリエチレンテレフタレート（PET）、およびポリスチレン（PS）を含む）のラマンスペクトルの重ね合わせ

ラマン分光法による重合反応のモニタリング

ベークライトは、フェノールとホルムアルデヒドの重合によって作られる熱硬化性プラスチックです。図3は、フェノールがホルムアルデヒドと反応して架橋ポリマーを形成するにつれて、ラマンピークが減少する一方で、振動環境の変化によって新しいピークが現れる様子を示しています。ラマンシフトの大きい領域では、フェノールのC-H伸縮振動（2000~4500 cm^{-1} ）の変化を観察することができ、この反応に関する知見が得られます。

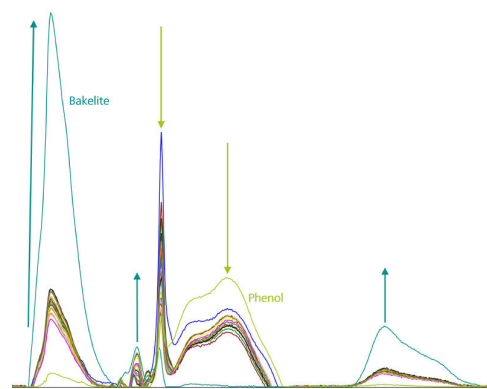


図 3. 重合反応中のフェノールおよびベークライトのラマンバンドの変化

結論

ラマン分光法を用いたリアルタイムのオンサイト測定により、ポリマーメーカーは原材料から最終製品に至るまでのあらゆる段階で品質チェックを実施し、製品の完全性を維持することができます。これに

より、一貫した品質が確保され、効率が最適化され、ポリマー製造におけるイノベーションが促進されます。

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成

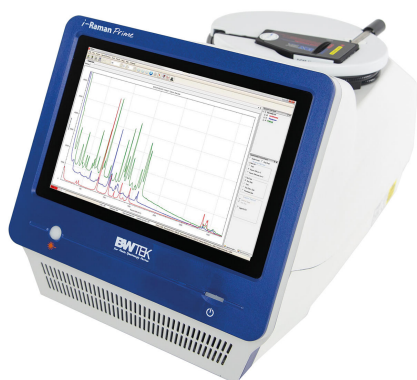


MIRA P Advanced

Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) Pは、迅速な非破壊的計測および薬品有効成分や賦形剤などの様々な物質の検査に使用できる、高性能な携帯型ラマン分光計です。サイズはコンパクトですが、MIRA Pは非常に堅固で、弊社独自の軌道ラスタースキャン技術 (Orbital Raster Scan Technologie, ORS) を備えた作業効率の高い分光技術構造を有しています。MIRA PはFDA規則 21 CFR Part 11の要件を満たしています。

Advanced Packageには、物質を直接、またはオリジナル容器で分析することが可能なアタッチメントレンズ (レーザークラス3b)、およびガラスバイアル中のサンプル分析のためのバイアルホルダーアタッチメント (レーザークラス1) が含まれています。

装置構成



i-Raman Prime 785H

i-Raman[®] Prime 785H は、タブレット PC および光ファイバーサンプルプローブ内蔵の、低ノイズかつ高スループットの完全一体型のラマンシステムです。この携帯型ラマンスペクトロメーターは、高い量子効率、TE 冷却 (-25 ° C)、ならびに高いダイナミックレンジを備えた CCD アレイ検出器を使用し、リアルタイムでの定量化と同定を含む研究レベルでのラマン分析を提供します。高スループットにより、傑出した信号対雑音比のラマンスペクトルを得ることができるので、速いプロセスの測定、および最も弱いラマン信号でさえもが可能となり、サンプルの微細な相違も検出できます。

i-Raman Prime 785H には、その携帯式の構造に加え、幅広いスペクトル領域と高い分解能というユニークな組み合わせが装備されているため、150 cm⁻¹ から 2800 cm⁻¹ までの測定が可能です。i-Raman Prime はバッテリーでの稼働が可能なので、容易に持ち運びができます。そのため、場所を選ばず、高精度かつ質的、量的に価値の高いラマン分析を研究レベルで実施することができます。システムは、不透明なパッケージ越しの分析用の、弊社 STRaman[®] テクノロジーの使用向けに最適化されました。