

レオメーターと顕微ラマン分光装置の 複合同時分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

レオロジー、機械的性質、顕微ラマン分光法、分子構造、結晶性

はじめに

レオロジー測定は、粘度、粘弾性、クリープ、応力緩和、降伏応力といった材料が持つ物性の違いを精度よく捉えることができます。分散性やゲル構造などの構造解析や、さまざまな工程での問題解決に役立ちます。

Thermo Scientific™ HAAKE™ MARS™ 40/60は、拡張性を重視したモジュラー型ハイエンドレオメーターです。お客様の現在のアプリケーションを満足させるのはもちろんのこと、将来のニーズも視野に入れた自由度の高いレオメーターです。

顕微ラマン分光法は、ミクロン単位の測定ポイントで物質の分子構造、結晶性や化学反応性などを解析できる分析手法です。主なアプリケーションは電気、化学、医薬品、食品などで、さまざまな分野の材料分析で使用されています。

ラマン分光法では赤外分光法のように水の影響を考慮する必要がありません。また、無機化合物が特徴的なスペクトルを持つ低波数側の測定が可能です。サンプルの前処理が特に必要なく、表面から深さ方向の測定ができるコンフォーカル機能などの特長もあります。

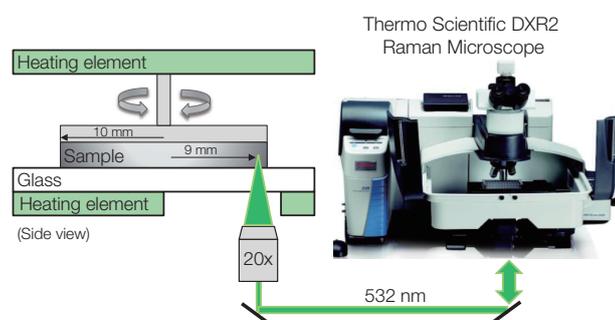
Thermo Scientific DXR™2 顕微レーザーラマンは、特許技術のオートアライメント・キャリブレーション機構を搭載しているため、どなたでも簡単に装置をベストコンディションに保つことができ、高いデータ再現性と測定の信頼性を約束します。また、定評のあるThermo Scientific OMNIC™ソフトウェアにより直感的かつ簡単な操作と解析が可能です。

測定法の組み合わせで材料の特性解析を向上

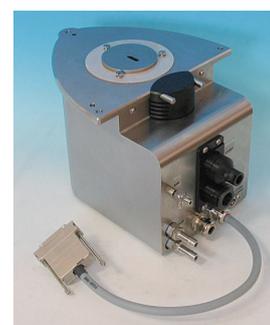
レオロジー測定では、巨視的な特定の条件下におけるサンプルの挙動に関する情報が得られます。材料の機械的性質は微視的レベルに左右されます。レオロジー特性の要因を検討する場合は、レオロジー測定時に顕微ラマン分光法などの微視的レベルの測定と組み合わせることで、更に詳細な解析が可能になります。

測定法を組み合わせることによる利点：

- 同条件のサンプル前処理
- 同じ条件下での測定
- 測定時間の短縮
- In-Situ測定



RheoScopeとDXR2の複合化イメージ図



RheoScopeモジュール

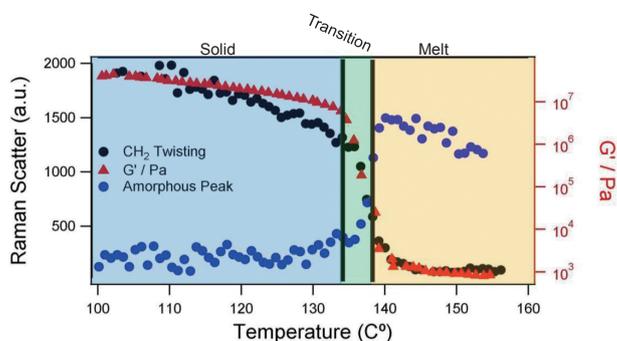
HAAKE MARS 40/60用 顕微鏡モジュール Thermo Scientific RheoScope™の概要

低温： -5℃(循環恒温使用時)

高温： 120℃(オプションの上部ヒーターにより300℃まで可能)

標準構成： 光源、カメラ、対物レンズ (x20)、ポラライザー、インターフェイス、測定プレート

オプション： 鏡面研磨コーンまたはプレート (最大サイズ：60 mmφ)



ディスク状ポリエチレンの溶融状態のモニタリング

上の図は、ディスク上のポリエチレン温度を100～155℃に変化させ、 G' （貯蔵弾性率）とラマンスペクトルを測定した結果です。ラマンスペクトルは、結晶性評価の代表的なスペクトルである CH_2 対称面外変角ひねりモード（ 1296 cm^{-1} ）の強度を示しています。ポリエチレンの溶融により G' は低下し、ラマンスペクトルの強度から、結晶性が変化してアモルファス化していることが分かります。

まとめ

レオロジー測定と顕微ラマン分光測定を複合化することで、材料の機械的性質と分子構造の状態変化を同時にIn-Situで測定することが可能になります。また、FT-IRとレオメーターを複合化することもできます。以下に例を示します。

- レオロジー測定とFT-IR測定を同時に実施
- HAAKE MARS用コンパクトモジュールにおける独自技術
- ATR方式
- せん断／変形時の分子レベルでの構造変化解析
- 熱／UV効果反応の詳細な評価

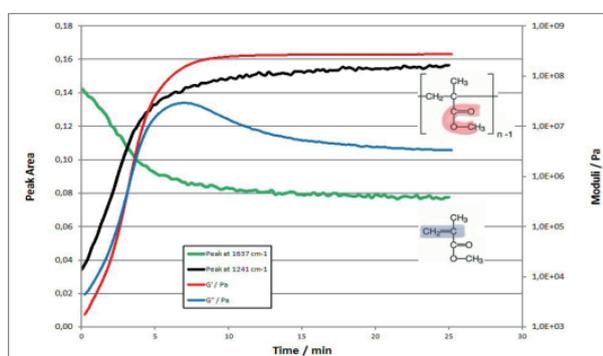
アプリケーション／サンプル

- 食品：乳化剤の安定性
- ポリマー：せん断時の分子配向
- 医薬品：ゼラチンのネットワーク形成
- ペンキ／インク：化学反応、UV／熱硬化
- その他：接着剤や糊の硬化反応



Rheonaut: レオロジー と FT-IRの複合化

下の図は、上記装置を用いてアクリリ酸接着剤の硬化サンプルの係数をモニタリングした結果です。その上昇（赤線と青線）は、開始物質（モノマー、緑線）のシグナルの減少と最終物質（ポリマー結合、黒線）の増加に一致しています。



アクリリ酸系接着剤の硬化サンプルの係数のモニタリング

このように、医薬品、食品、化学などさまざまな分野の材料解析において有効な情報が得られると期待できます。

©2016 Thermo Fisher Scientific K.K. 無断複写・転載を禁じます。

ここに掲載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。
ここに掲載されている内容は、予告なく変更することがあります。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL 0120-753-670 FAX 0120-753-671
〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9

E-mail: Analyze.jp@thermofisher.com

www.thermofisher.com

FTIR044_A1605S0

Thermo
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand