



Application Note AN-RA-009

Confronto tra SPELEC RAMAN e microscopi Raman standard

Una dimensione dello spot laser più grande può fornire risultati rappresentativi con una singola misurazione

I microscopi Raman standard vengono tradizionalmente utilizzati per eseguire misurazioni Raman o esperimenti spettroelettrochimici Raman quando sono accoppiati con apparecchiature elettrochimiche. Gli spettri Raman raccolti con microscopi confocali consentono la caratterizzazione di aree molto piccole. Tuttavia, questi strumenti possono presentare diverse limitazioni.

SPELEC RAMAN, una nuova generazione di strumenti

spettroscopici e spettroelettrochimici, offre funzionalità potenti e interessanti per superare questi problemi.

In questa Application Note viene effettuato un confronto dettagliato tra le principali caratteristiche di uno strumento Raman standard e dello SPELEC RAMAN analizzando i risultati ottenuti con entrambi gli strumenti.

STRUMENTAZIONE E SOFTWARE

Le misurazioni sono state eseguite utilizzando uno strumento SPELEC RAMAN (laser da 785 nm), una sonda Raman corrispondente alla lunghezza d'onda del laser e una cella spettroelettrochimica Raman per elettrodi serigrafati. Questa cella (**Figura 1**) è dotata di un piccolo supporto per crogiolo in alluminio per facilitare la precisa caratterizzazione ottica di campioni solidi e liquidi.

Un campione di nanotubi di carbonio a parete singola (SWCNT) è stato posto nel crogiolo di alluminio per ottenere il caratteristico spettro Raman. Lo strumento SPELEC RAMAN è stato controllato con DropView SPELEC, un software dedicato per misurazioni elettrochimiche, spettroscopiche e spettroelettrochimiche. Tutto l'hardware e il software utilizzati per questo studio sono riportati nella **Tabella 1**.



Figure 1. Cella spettroelettrochimica Raman.

Tabella 1. Panoramica delle apparecchiature hardware e software.

Equipment	Article number
Instrument	SPELECRAMAN
Raman probe	RAMANPROBE
Raman cell	RAMANCELL
Software	DropView SPELEC

CARATTERIZZAZIONE DI NANOTUBI DI CARBONIO A PARETE SINGOLA

Diversi aspetti devono essere considerati per confrontare le misurazioni eseguite con SPELEC RAMAN e un microscopio Raman standard.

Sebbene i microscopi Raman standard siano tradizionalmente limitati a dimensioni dello spot dell'ordine di 0,5–10 μm , il diametro dello spot laser dipende dalla lunghezza d'onda del laser e dall'obiettivo utilizzato. Gli spettri Raman raccolti con microscopi confocali consentono la caratterizzazione di aree molto piccole a causa del diametro dello spot in miniatura, ma forniscono informazioni limitate nell'analisi di massa e microscopica. Ad esempio, la piccola dimensione dello spot può causare interpretazioni errate in campioni non omogenei quando la risposta Raman di un'area specifica è considerata rappresentativa dell'intero campione.

La **Figura 2a** mostra gli spettri Raman registrati con un microscopio Raman standard in quattro diverse posizioni di un campione di nanotubi di carbonio a parete singola (SWCNT). Non solo l'intensità, ma anche il rapporto delle bande D e G (I_D/I_G), situate rispettivamente a 1350 cm^{-1} e 1598 cm^{-1} , differiscono a seconda della posizione: 0,679, 0,843, 0,837 e 0,448 (media $I_D/I_G = 0,702$, RSD = 26,44%).

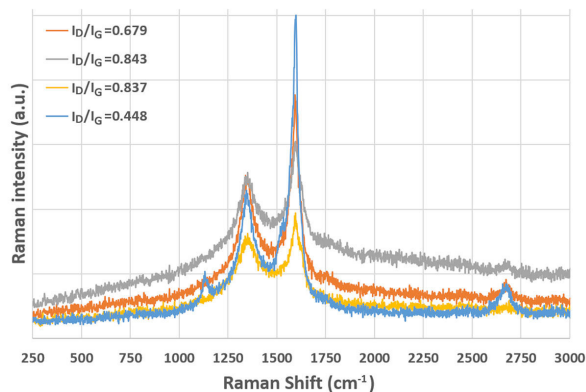


Figure 2a. Spettri Raman registrati con un microscopio Raman standard.

La dimensione dello spot più grande di SPELEC RAMAN (diametro pratico della sonda Raman di 190 μm) consente la caratterizzazione di un'area più ampia in un singolo esperimento. Con SPELEC RAMAN, uno spettro Raman è rappresentativo del sistema analizzato. Ciò evita la necessità di eseguire misurazioni aggiuntive, risparmiando tempo e costi. Qui, lo stesso campione SWCNT precedentemente analizzato nella **Figura 2a** è stato caratterizzato con SPELEC RAMAN (**Figura 2b**). Il rapporto ottenuto con SPELEC RAMAN in un unico spettro, $I_D/I_G = 0,701$, corrisponde esattamente alla media dei quattro spettri rilevati con il microscopio Raman.

Per valutare la riproducibilità di SPELEC RAMAN, sono stati registrati tre spettri aggiuntivi nello stesso campione e sono stati ottenuti i seguenti rapporti: 0,733, 0,726 e 0,713. La media delle quattro misurazioni dà come risultato i seguenti valori: $I_D/I_G = 0,718$ e $\text{RSD} = 1,97\%$. Quindi, viene dimostrata la buona riproducibilità delle misurazioni eseguite con il laser spot da 190 μm di SPELEC RAMAN.

Inoltre, è possibile applicare al campione una potenza laser maggiore con SPELEC RAMAN. Questo perché l'ampia area focale (0,028 mm^2) del campione consente la distribuzione dell'energia.

La sonda Raman può essere facilmente adattata a un'ampia varietà di configurazioni diverse, dimostrando la versatilità di SPELEC RAMAN. La distanza focale ottimale della sonda Raman (8 mm) ne facilita la combinazione con diverse celle: non si limita alle celle Metrohm DropSens (**Figura 3**) e consente lo studio di diversi processi elettrochimici e la caratterizzazione di una miriade di campioni. La sonda Raman può essere personalizzata e adattata a specifiche applicazioni di laboratorio e industriali. Tuttavia, i connettori universali dello strumento SPELEC RAMAN (FC/PC e SMA905 rispettivamente per le fibre di eccitazione e raccolta) consentono l'accoppiamento con un microscopio Raman nel caso sia necessario per ulteriori studi.

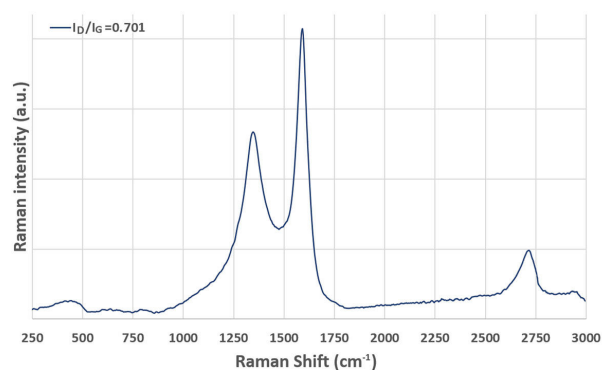


Figure 2b. Spettri Raman registrati con SPELECRAMAN.

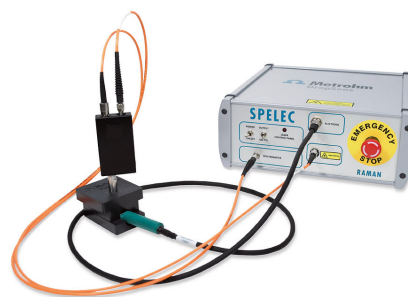


Figure 3a. Combinazione di RAMANPROBE e SPELECRAMAN con RAMANCELL per elettrodi serigrafati

I microscopi Raman tradizionali hanno uno scomparto specifico per i campioni, pertanto le celle devono essere progettate secondo le specifiche di ciascuno strumento (vano campioni, obiettivi, distanza focale, ecc.).

Oltre alla sorgente laser di eccitazione e allo spettrometro, i microscopi Raman richiedono più componenti (ad esempio il modulo del microscopio) che ne aumentano il prezzo. SPELEC RAMAN è uno strumento completamente integrato con laser, spettrometro e potenziostato/galvanostato combinati in un unico alloggiamento.

Le dimensioni ridotte (25×24×11 cm) di SPELEC RAMAN lo rendono uno strumento facilmente trasportabile; non necessita di una postazione fissa né di arredi specifici per funzionare. Inoltre, le dimensioni ridotte di questo strumento Metrohm DropSens ne consentono l'utilizzo in un vano portaoggetti senza problemi.

I microscopi Raman sono progettati per misurazioni spettroscopiche e l'accoppiamento con apparecchiature esterne per ottenere una risposta aggiuntiva (ad esempio, elettrochimica) è un compito molto complicato. SPELEC RAMAN è uno strumento integrato non solo per misure spettroscopiche ma anche per esperimenti elettrochimici e spettroelettrochimici Raman. La sincronizzazione tra le misurazioni elettrochimiche e Raman è completamente assicurata.

DropView SPELEC è un software dedicato che consente l'acquisizione integrata di dati di segnali elettrochimici, spettroscopici e spettroelettrochimici,



Figure 3b. Combinazione di RAMANPROBE e SPELECRAMAN con RAMANCELL-C per elettrodi convenzionali.

nonché l'analisi dei dati. Non è richiesto software aggiuntivo. Filmato dell'esperimento, livellamento, misurazione automatica, correzione della linea di base, rappresentazione della derivata e monitoraggio degli spettri rispetto al potenziale (o al tempo) sono alcuni degli strumenti inclusi nel software DropView SPELEC.

I software SPELEC RAMAN e DropView SPELEC sono entrambi molto intuitivi e facili da usare. Poiché sono semplici e immediati, tutti possono utilizzarli, non solo il personale appositamente formato come con i tradizionali microscopi Raman.

CONCLUSIONE

SPELEC RAMAN presenta una serie di vantaggi competitivi rispetto ai microscopi Raman standard. Ad esempio, la dimensione dello spot di SPELEC RAMAN consente la caratterizzazione di un'ampia area in un singolo esperimento, ottenendo risultati rappresentativi con una sola misurazione. La versatilità della sonda Raman è dimostrata poiché può

essere utilizzata con celle diverse. La portabilità e la semplicità di SPELEC RAMAN facilitano l'esecuzione di esperimenti ottici. Garantisce inoltre la sincronizzazione dei segnali elettrochimici e ottici nel caso in cui vengano eseguite misurazioni spettroelettrochimiche Raman.

Inoltre, il software DropView SPELEC consente

l'acquisizione in tempo reale dei dati e l'esecuzione di misurazioni operando. Il semplice trattamento dei dati e l'analisi dei risultati vengono eseguiti utilizzando

strumenti con un click.

APPLICATION NOTES CORRELATE

[AN-RA-002 La battaglia del carbonio: caratterizzazione di elettrodi a membrana in carbonio con SPELEC RAMAN](#)

[AN-RA-003 In situ, veloce e sensibile: SERS elettrochimico con elettrodi serigrafati](#)

[AN-RA-005 Caratterizzazione di nanotubi di carbonio a parete singola mediante spettroelettrochimica](#)

[Raman](#)

[AN-RA-006 Nuove strategie per ottenere l'effetto SERS in solventi organici](#)

[AN-RA-007 Miglioramento dell'intensità Raman per la rilevazione del fentanyl](#)

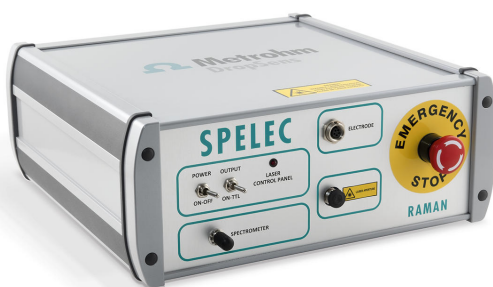
[AN-RA-008 Facile rilevamento degli enzimi con l'effetto elettrochimico SERS](#)

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Strumento spettroelettrochimico Raman (laser 785 nm)

SPELECRAMAN è uno strumento per l'esecuzione di misure spettroelettrochimiche Raman. In un'unica scatola combina un laser classe 3B (785 nm $\pm$ 0,5), un bipotenzio stato/galvanostato e uno spettrometro (intervallo di lunghezza d'onda 787-1.027 nm e shift Raman 35-3.000 cm⁻¹) e include un software spettroelettrochimico dedicato che permette la sincronizzazione degli esperimenti ottici ed elettrochimici.



Sonda Raman

Sonda di riflessione progettata per essere utilizzata con una lunghezza d'onda di eccitazione singola da 785 nm (fino a 500 mW). Idonea per il funzionamento con la cella Raman DropSens per elettrodi a membrana o con qualsiasi configurazione Raman convenzionale.



Cella Raman per elettrodi a membrana

Cella di riflessione in teflon nera per l'esecuzione della spettroelettrochimica Raman con elettrodi a membrana in combinazione con rif. SONDA RAMAN.



Elettrodo a membrana in carbonio modificato con nanotubi di carbonio a parete singola

Elettrodo a membrana in carbonio modificato con nanotubi di carbonio a parete singola progettato per lo sviluppo di (bio)sensori con una maggiore area elettrochimicamente attiva.