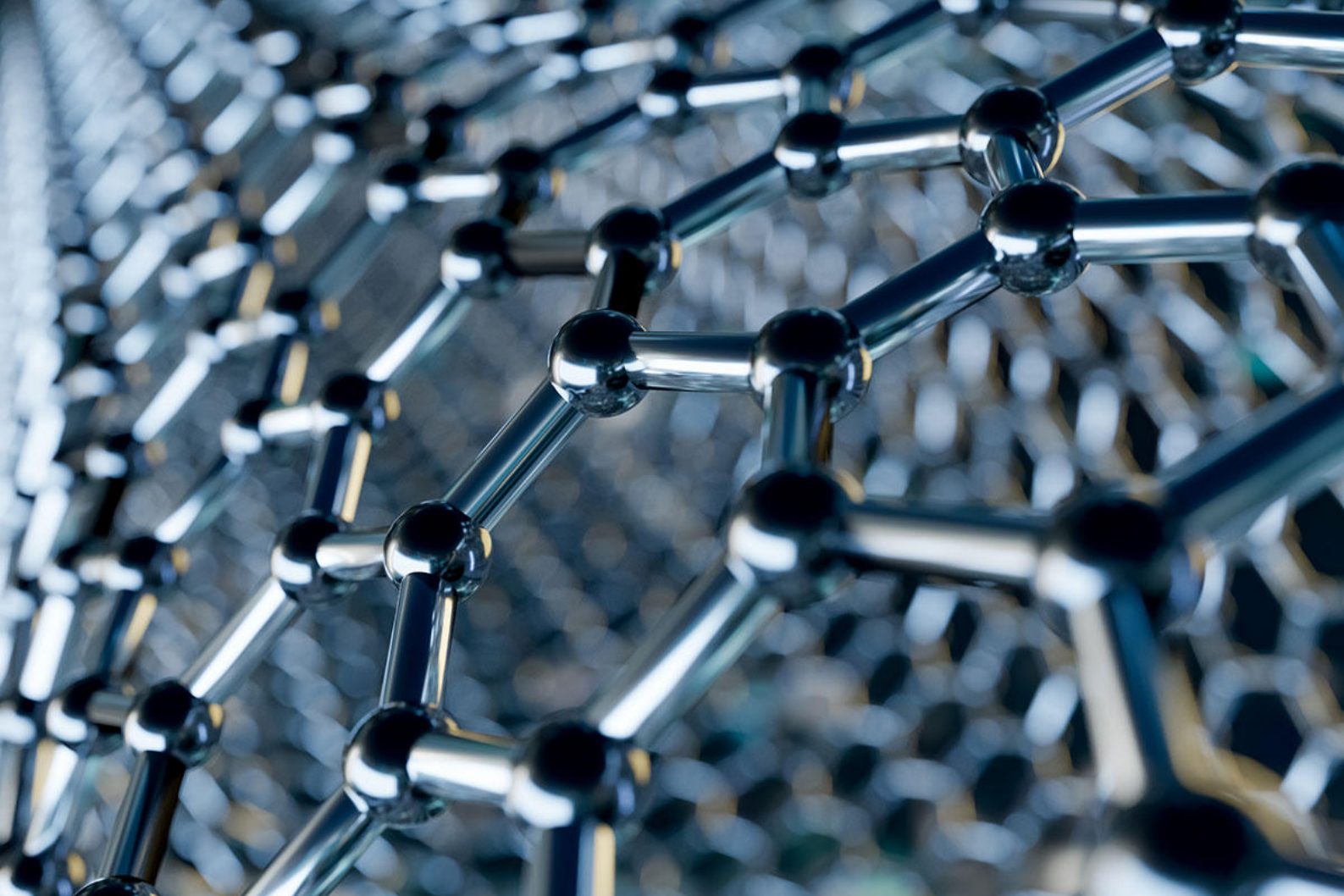




Application Note AN-RA-009

SPELEC RAMANと標準的なラマン顕微鏡との比較

レーザーのスポットサイズを大きくすることで、一回の測定でも代表的な測定結果を得ることが可能になります。

標準的なラマン顕微鏡は、従来、ラマン測定や電気化学装置と組み合わせたラマン分光電気化学実験に用いられてきました。共焦点顕微鏡で収集されたラマンスペクトルにより、非常に小さな領域の特性評価が可能です。しかし、これらの装置にはいくつかの制約が存在する場合があります。

SPELEC RAMANは、新世代の分光および分光電気

化学装置であり、これらの課題を克服するための強力で興味深い機能を提供します。

このアプリケーションノートでは、両方の装置で得られた結果を分析することにより、標準的なラマン装置と SPELEC RAMAN の主な機能を詳細に比較します。

装置とソフトウェア

測定は、SPELEC社製ラマン分光装置(785 nmレーザー)、レーザー波長に対応するラマンプローブ、およびスクリーン印刷電極用のラマン分光電気化学セルを用いて実施しました。このセル(図1)には、固体および液体試料の精密な光学特性評価を容易にするための小型アルミニウムるつぼホルダーが備えられています。

単層カーボンナノチューブ(SWCNT)のサンプルをアルミ製のるつぼに置き、特徴的なラマンスペクトルを取得しました。

SPELEC RAMAN装置は、電気化学測定、分光測定、および分光電気化学測定に対応した専用ソフトウェア「DropView SPELEC」によりコントロールしました。本研究で使用したすべてのハードウェアおよびソフトウェアは、表1にまとめています。



図 1. ラマン分光電気化学セル

表 1. ハードウェアおよびソフトウェアの概要

構成	部品番号等
装置	SPELECRAMAN
ラマンプローブ	RAMANPROBE
ラマンセル	RAMANCELL
ソフトウェア	DropView SPELEC

単層カーボンナノチューブの特性評価

SPELEC RAMANと標準ラマン顕微鏡で行った測定を比較する際には、さまざまな観点を考慮する必要があります。

標準的なラマン顕微鏡は従来、スポットサイズが約0.5～10 μm に制限されますが、レーザースポットの直径はレーザ波長および使用する対物レンズによって決まります。共焦点顕微鏡で収集されたラマンスペクトルは、微小なスポット直径により非常に小さな領域の特性評価を可能にしますが、バルク解析や顕微解析において得られる情報は限られています。例えば、スポットサイズが小さい場合、特定の領域のラマン応答を試料全体の代表として扱うと、非均一な試料では誤った解釈につながる可能性があります。

図2aは、単層カーボンナノチューブ(SWCNT)サンプルの4つの異なる位置で、標準的なラマン顕微鏡を用いて記録したラマンスペクトルを示しています。強度だけでなく、1350 cm^{-1} および1598 cm^{-1} に位置するDバンドとGバンドの比率(I_D/I_G)も位置によって異なり、それぞれ0.679、0.843、0.837、0.448(平均 $I_D/I_G = 0.702$ 、 $\text{RSD} = 26.44\%$)となっています。

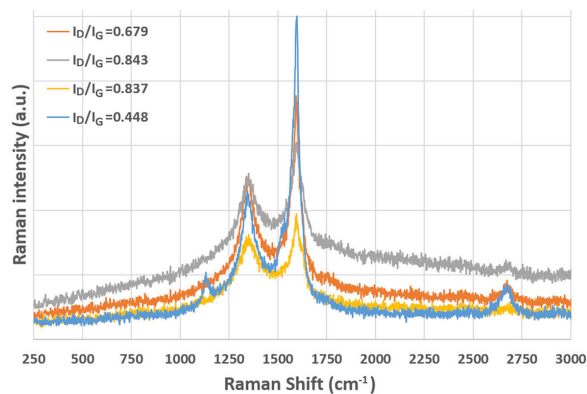


図 2a. 標準的なラマン顕微鏡で記録したラマンスペクトル

SPELEC RAMANは、ラマンプローブの実効直径が190 μm と大きいため、一つの実験でより広い領域の特性評価が可能です。SPELEC RAMANを用いることで、1つのラマンスペクトルが解析対象系を代表する情報を提供します。これにより、追加測定を行う必要がなくなり、時間とコストを節約できます。ここでは、先に図2aで解析した同じSWCNT試料をSPELEC RAMANで評価しました(図2b)。SPELEC RAMANで単一スペクトルから得られた比率 $I_D/I_G = 0.701$ は、ラマン顕微鏡で取得した4つのスペクトルの平均値と完全に一致しています。SPELEC RAMANの再現性を評価するため、同一サンプルでさらに3つのスペクトルを記録し、それぞれの比率は0.733、0.726、0.713となりました。これら4回の測定の平均値は $I_D/I_G = 0.718$ 、 $\text{RSD} = 1.97\%$ となり、SPELEC RAMANの190 μm スポットレーザーを用いた測定が良好な再現性を有することが示されました。

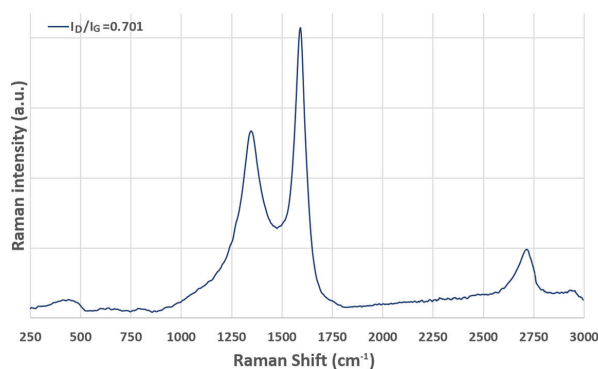


図 2b. SPELEC RAMANで記録したラマンスペクトル

さらに、SPELEC RAMANでは、サンプル上の大きな焦点面積(0.028 mm²)によりエネルギーを分散させることができるため、より高いレーザー出力をサンプルに照射することができます。

ラマンプローブは様々な構成に容易に適應でき、SPELEC RAMANの汎用性の高さを実証しています。ラマンプローブの最適な焦点距離(8 mm)は、様々なセルとの組み合わせを容易にします。メトロームDropSensセル(図3)に限定されず、様々な電気化学プロセスの研究や、多種多様なサンプルの特性評価を可能にします。ラマンプローブは、特定の研究室や産業用途に合わせてカスタマイズおよび適應させることができます。さらに、SPELEC RAMAN装置にはユニバーサルコネクタ(励起ファイバー用FC/PC、集光ファイバー用SMA905)が備わっており、必要に応じてラマン顕微鏡に接続して、さらなる研究を行うこともできます。

従来のラマン顕微鏡はサンプル用の専用コンパートメントを備えているため、セルは各装置の仕様(サンプルコンパートメント、対物レンズ、焦点距離など)に応じて設計する必要があります。

ラマン顕微鏡は、励起レーザー光源と分光計の他に、顕微鏡モジュールなどの多くのコンポーネントを必要とするため、価格が高くなります。SPELEC RAMANは、レーザー、分光計、ポテンショスタット/ガルバノスタットを単一の筐体に統合した完全統合型装置です。

SPELEC RAMANは小型(25 × 24 × 11 cm)であるため、容易に持ち運び可能な装置です。固定設置や特別な設備を必要とせずにご利用できます。さらに、このメトローム DropSens製の小型装置は、グローブボックス内でも問題なく使用可能です。

ラマン顕微鏡は分光測定用に設計されており、追加の応答(例えば電気化学)を得るために外部装置と接続することは非常に複雑です。SPELEC RAMANは、分光測定だけでなく、電気化学測定およびラマン分光電気化学実験にも対応した統合型装置であり、電気化学測定とラマン測定の同期が完全に確保されています。

DropView SPELECは、電気化学、分光、ラマン分

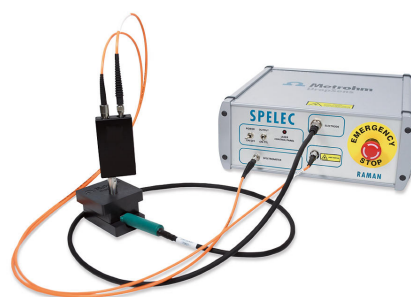


図 3a. スクリーン印刷電極用に、ラマンプローブとSPELEC RAMANをラマンセルと組み合わせた装置



図 3b. 従来型電極用に、ラマンプローブとSPELEC RAMANをラマンセル-Cと組み合わせた装置

光電気化学信号の統合的なデータ取得および解析を可能にする専用ソフトウェアであり、追加のソフトウェアは不要です。DropView SPELECには、実験フィルムの作成、平滑化、自動測定、ベースライン補正、微分表示、スペクトルと電位(または時間)のモニタリングなど、多くのツールが搭載されています。

SPELEC RAMANとDropView SPELECソフトウェア

はどちらも非常に直感的でユーザーフレンドリーです。シンプルで分かりやすいため、従来のラマン顕微鏡のように特別な訓練を受けたスタッフだけでな

結論

SPELEC RAMANは、標準的なラマン顕微鏡に比べて多くの優位性を有しています。例えば、SPELEC RAMANのスポットサイズは、単一の実験で広い領域の特性評価を可能にし、1回の測定で代表的な結果を得ることができます。ラマンプローブの汎用性も示されており、さまざまなセルで 사용할 ことが可能です。SPELEC RAMANは小型で携帯性が高く、操作も簡便であるため、光学実験の実施が容易で

く、誰でも簡単に使用できます。

す。また、ラマン分光電気化学測定を行う場合には、電気化学信号と光学信号の同期も確実に行われます。

さらに、DropView SPELECソフトウェアは、データのリアルタイム取得やオペランド測定の実施を可能にします。取得した結果のデータ処理や解析も、ワンクリック操作で容易に行うことができます。

関連するアプリケーションノート

[AN-RA-002 The carbon battle characterization of screen-printed carbon electrodes with SPELEC RAMAN](#)

[AN-RA-003 In situ, fast and sensitive: Electrochemical SERS with screen-printed electrodes](#)

[AN-RA-005 Characterization of single-walled carbon nanotubes by Raman](#)

[spectroelectrochemistry](#)

[AN-RA-006 New strategies for obtaining the SERS effect in organic solvents](#)

[AN-RA-007 Enhancement of Raman intensity for the detection of fentanyl](#)

[AN-RA-008 Easy detection of enzymes with the electrochemical-SERS effect](#)

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