



Application Note AN-RS-055

低波数ラマン分光法

ラマン分光法は、分子の回転および振動モードに基づいて分子構造の測定と材料の識別を可能にする分析ツールです。ほとんどの商業用ラマン分光システムは、 $200\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ の指紋スペクトル領域をカバーしています。i-Raman Plus + BAC102プローブは、 65 cm^{-1} までの低波数モードまで測定でき、より

広範囲の測定を可能にするコスト効率の良い分析ソリューションになります。低波数領域へのアクセスは、タンパク質の特性評価[1]、多形の検出と識別[2]、および材料の相構造の決定における重要な情報を提供します。

はじめに

低波数領域は、ラマンスペクトルの指紋領域からの情報内容を補強し、水素結合の検出などの分子応用

の可能性を広げます。その結果、検出感度が向上し、非常に類似した材料の識別が可能になります。

実験

このアプリケーションでは、B&W Tek社の特許技術 CleanLaze®を使用したi-Raman Plus 785Sラマン分光計が使用されました。この装置は、線幅が0.2 nm未満で最大出力が300 mWの785 nmレーザー励起を特徴としています。i-Raman Plusは、感度の高いTE冷却型バックシンクCCDを搭載しています。独

アミノ酸

ラマン分光法は、タンパク質の構成要素であるアミノ酸の構造と配座を研究する現代的な方法です。具体的には、ラマンスペクトルの振動情報は、分子間相互作用や生物学的プロセスの解釈に役立ちます[3]。

約400 cm^{-1} 以下のピークを示さない多くの物質とは異なり、ラマンスペクトルの低波数領域は、アミノ酸の包括的な研究に必要な情報源です。図1に65~3200 cm^{-1} のL-アスパラギンの全領域ラマンスペクトルを示します。

図1のL-アスパラギンのラマンスペクトルは指紋領域(青)と低波数ラマン領域(赤)の両方を示しています。200 cm^{-1} 以下に3つの主要なバンドがあることに注目してください。

多形の検出

医薬品有効成分(API)の構造形態を決定することは、製薬業界の主要な課題です。これは特に、薬剤の開発、製造、および品質管理の際に重要になります。

APIは多形性を示すことが多く、化学組成は同一ですが、固体構造が異なります。多形は、バイオアベイラビリティと薬剤効果に影響を与える可能性があります。誤った形態が使用されると、薬剤の有効性が損なわれる可能性があります[2]。擬多形には、格子構造に懸濁された溶媒が含まれます。

図2は、擬多形のD-グルコースの例であり、Eグレードプローブが200 cm^{-1} 以下の周波数で一水和物と無水物の違いを検出する能力を示しています。

自技術を利用したBAC102 Eグレードプローブは、65~3350 cm^{-1} の全スペクトル範囲測定を可能にし、スペクトル分解能は4.5 cm^{-1} です。ラマンスペクトルは、300 mWのレーザー出力を使用し、積算時間が100ミリ秒から10秒の範囲で室温で測定されました。

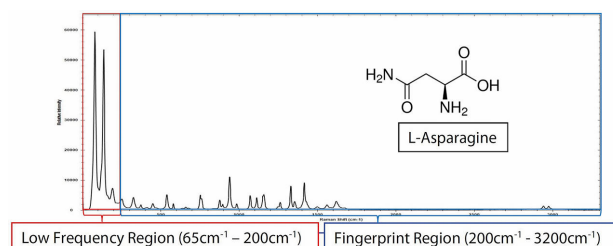


図1. i-Raman PlusとBAC102 Eグレードプローブを使用して、L-アスパラギンの低周波スペクトルを1.2秒の積算時間で測定しました。

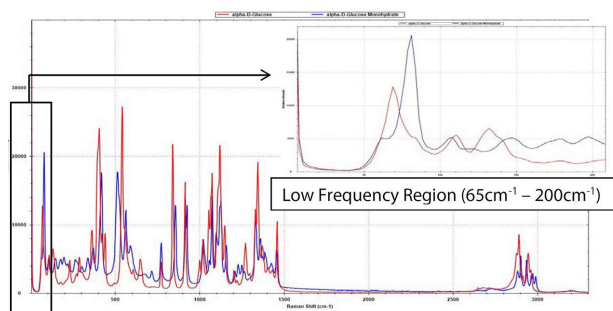


図2. α-D-グルコース（赤）とα-D-グルコース一水和物（青）のラマンスペクトル、10秒の積算時間で測定。低波数領域の2つの擬多形間の顕著な違いに注目してください（インレイ参照）。

相変化のモニタリング

化学プロセスにおける結晶化のような相変化を監視するには、特別な特異性が必要です。低周波Eグレードプローブは、硫黄に対して示されるように、そのような相変化をモニタリング(監視)できます(図3)。

固体 α -硫黄はアルミニウムトレイに置かれ、ホットプレートで加熱されました。ラマンスペクトルは、Eグレードプローブとi-Raman Plusを使用して、固体および液体相の両方で100 %レーザー出力(約300 mW)と0.1秒の積算時間で測定されました。サンプルが115.2 °Cで融点を超えて加熱された後、83.6 cm^{-1} の低周波ピークが広がり、シフトし、 α 形から λ 形への変化を示しました。指紋領域内には観察可能な変化はないことに注目してください(図3)。

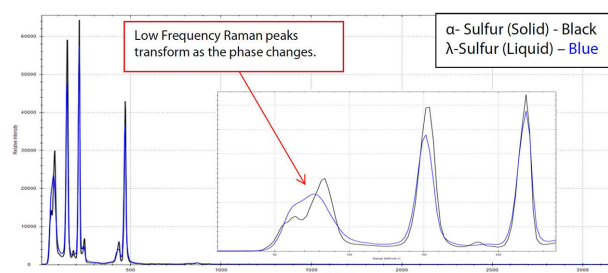


図3. 硫黄が α 結晶形から λ 液体形に移行するラマンスペクトル、0.1秒の積算時間で測定。低波数領域にあるピークの顕著な広がりに注目してください（インレイ参照）。

結論

i-Raman Plus 785S ラマン分光計は、低波数Eグレードプローブと組み合わせることで、65 cm^{-1} までの低波数検出を必要とするアプリケーションにとって貴重なツールとなります。多形および溶媒和形を特性評価する能力は、製薬およびバイオ産業における

製造および製剤プロセスをサポートします。タンパク質、多形、相の特性評価に加えて、低波数ラマン分光法は、半導体格子[4]、カーボンナノチューブ[5]、太陽電池、およびさまざまな鉱物、顔料、宝石の研究にも使用できます。

参考文献

1. Teixeira, A. M. R.; Freire, P. T. C.; Moreno, A. J. D.; et al. High-Pressure Raman Study of L-Alanine Crystal. *Solid State Communications* **2000**, 116 (7), 405–409. [https://doi.org/10.1016/S0038-1098\(00\)00342-2](https://doi.org/10.1016/S0038-1098(00)00342-2).
2. Larkin, P. J.; Dabros, M.; Sarsfield, B.; et al. Polymorph Characterization of Active Pharmaceutical Ingredients (APIs) Using Low-Frequency Raman Spectroscopy. *Appl Spectrosc* **2014**, 68 (7), 758–776. <https://doi.org/10.1366/13-07329>.
3. Golichenko, B. O.; Naseka, V. M.; Strelchuk, V. V.; et al. Raman Study of L-Asparagine and L-Glutamine Molecules Adsorbed on Aluminum Films in a Wide Frequency Range. *Semicond. Phys. Quantum Electron. Optoelectron.* **2017**, 20 (3), 297–304. <https://doi.org/10.15407/spqeo20.03.297>.
4. Smith, E.; Dent, G. *Modern Raman Spectroscopy: A Practical Approach*, 2nd ed.; John Wiley & Sons, 2019.
5. Pelletier, M. J. *Analytical Applications of Raman Spectroscopy*, 1st ed.; Blackwell Science: Oxford, 1999.

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



i-Raman Plus 785S

i-Raman Plus 785Sは、コンパクトでポータブルな形状で精度と汎用性を実現するように設計された高分離度の研究グレードのラマンスペクトロメーターです。785 nmレーザーと65~3350 cm^{-1} の広いスペクトル範囲を備えており、定性分析と定量分析の両方で優れたパフォーマンスを発揮します。TE冷却CCD検出器により、長時間の積分時間中でも低ノイズ寸法が保証されるため、美術品の保存、鉱物学、SERSなどのアプリケーションで弱いラマン信号を検出するのに最適です。

このシステムは、グラスファイバープローブと、キューベットホルダー、ビデオ顕微鏡、XYZステージなどの付属品を使用した柔軟なサンプリングオプションに対応しています。SpecSuiteソフトウェアを搭載した785Sは、高度なデータ分析とスペクトル識別機能を提供します。

i-Raman Plus 785Sは、ラボ研究から現場調査まで、厳しい稼働環境において幅広いスペクトル範囲にわたって信頼性の高いラマン分析を必要とするチームにとって理想的な選択肢です。

i-Raman Plusが、手頃な価格のパッケージで研究グレードのラマン分析を実現する方法をご覧ください:

- 広いスペクトル範囲と高分離度のスペクトロメーターコンフィグレーション。
- システムの設置面積が小さく、軽量設計、低消費電力で場所を選ばず、研究レベルのラマン分析が可能です。
- i-Raman Plusは、簡単なサンプリングのためのファイバープローブを装備しており、キューベットホルダー、ビデオ顕微鏡、プローブホルダー付きXYZ位置決めステージと併用できます。
- i-Raman Plusは、定量モデルの構築、スペクトルライブラリによる識別、日常的な分析に加えて、ラマンデータの収集を容易にするSpecSuiteソフトウェアに対応します。



(785 nm)

トリガーコマンドボタンを備えたラボグレードグラスファイバーラマンプローブアセンブリ。ファイバーの長さ1.5メートル。i-Raman Plus 785S および 785HR モデルと互換性があります。