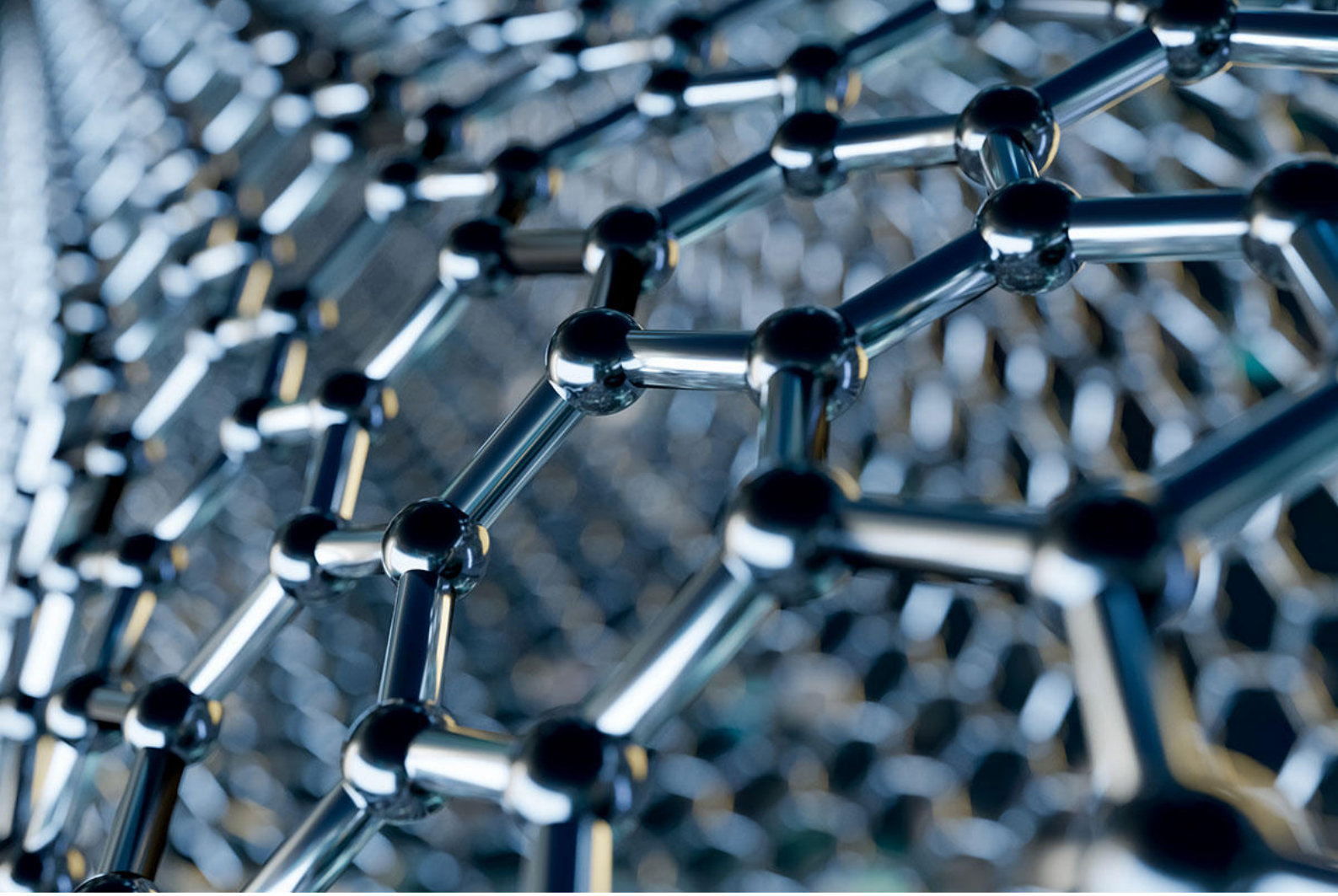


Application Note AN-RA-009

Comparación entre microscopios SPELEC RAMAN y microscopios Raman estándar

Un tamano de punto láser más grande puede proporcionar resultados representativos con una sola medición

Los microscopios Raman estándar se utilizan tradicionalmente para realizar mediciones Raman o experimentos espectroelectroquímicos Raman cuando se combinan con equipos electroquímicos. Los espectros Raman obtenidos con microscopios confocales permiten la caracterización de áreas muy pequenas. Sin embargo, estos instrumentos pueden presentar varias limitaciones. SPELEC RAMAN, una nueva generación de instrumentos espectroscópicos y espectroelectroquímicos, ofrece características potentes e interesantes para superar estos problemas. En esta nota de aplicación, se realiza una comparación detallada entre las características principales de un instrumento Raman estándar y el SPELEC RAMAN mediante el análisis de los resultados obtenidos con ambos instrumentos.

INSTRUMENTACIÓN Y SOFTWARE

Las mediciones se realizaron utilizando un instrumento SPELEC RAMAN (láser de 785 nm), una sonda Raman correspondiente a la longitud de onda del láser y una celda espectroelectroquímica Raman para electrodos serigrafiados. Esta celda (Figura 1) tiene un pequeno soporte de crisol de aluminio para facilitar la caracterización óptica precisa de muestras sólidas y líquidas. Se colocó una muestra de nanotubos de carbono de pared simple (SWCNT) en el crisol de aluminio para obtener el espectro Raman característico. El instrumento SPELEC RAMAN se controló con DropView SPELEC, un software dedicado para mediciones electroquímicas, espectroscópicas y espectroelectroquímicas. Todo el hardware y software utilizado para este estudio se recopila en la Tabla 1.



Figure 1. Raman spectroelectrochemical cell.

Tabla 1. Descripción general del equipo de hardware y software.

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

CARACTERIZACIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO DE PARED SIMPLE

Se deben tener en cuenta diferentes aspectos para comparar las mediciones realizadas con SPELEC RAMAN y un microscopio Raman estándar. Aunque los microscopios Raman estándar se limitan tradicionalmente a tamanos de punto del orden de 0,5–10 µm, el diámetro del punto láser depende de la longitud de onda del láser y del objetivo utilizado. Los espectros Raman recopilados con microscopios confocales permiten la caracterización de áreas muy pequenas debido al diámetro diminuto del punto, pero proporcionan información limitada en el análisis masivo y microscópico. Por ejemplo, el pequeno tamano del punto puede causar interpretaciones erróneas en muestras no homogéneas cuando la respuesta Raman de un área específica se considera representativa de toda la muestra. La Figura 2a muestra los espectros Raman registrados con un microscopio Raman estándar en cuatro posiciones diferentes de una muestra de nanotubos de carbono de pared simple (SWCNT). No sólo la intensidad, sino también la relación de las bandas D y G (ID/IG), situadas a 1350 cm-1 y 1598 cm-1, respectivamente, difieren según la posición: 0,679, 0,843, 0,837 y 0,448 (ID/IG promedio = 0,702, RSD = 26,44%).

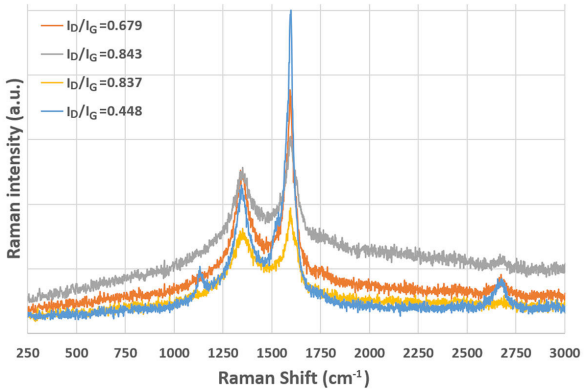


Figure 2a. Raman spectra recorded with a standard Raman microscope.

El mayor tamano del punto de SPELEC RAMAN (190 µm de diámetro práctico de la sonda Raman) permite la caracterización de un área más amplia en un solo experimento. Con SPELEC RAMAN, un espectro Raman es representativo del sistema analizado. Esto evita la necesidad de realizar mediciones adicionales, ahorrando tiempo y costos. Aquí, la misma muestra de SWCNT que se analizó previamente en la Figura 2a se caracterizó con SPELEC RAMAN (Figura 2b). La relación obtenida con SPELEC RAMAN en un solo espectro, ID/IG = 0,701, coincide exactamente con el promedio de los cuatro espectros tomados con el microscopio Raman. Para evaluar la reproducibilidad de SPELEC RAMAN, se registraron tres espectros adicionales en la misma muestra y se obtuvieron las siguientes relaciones: 0,733, 0,726 y 0,713. El promedio de las cuatro mediciones da como resultado los siguientes valores: ID/IG = 0,718 y RSD = 1,97%. A continuación, se demuestra la buena reproducibilidad de las mediciones realizadas con el láser de punto de 190 µm de SPELEC RAMAN.

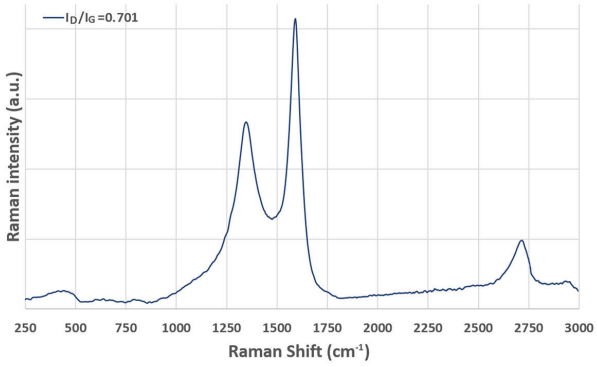


Figure 2b. Raman spectra recorded with SPELECRAMAN.

Además, con SPELEC RAMAN se puede aplicar una mayor potencia láser a la muestra. Esto se debe a que la gran área focal (0,028 mm2) de la muestra permite distribuir la energía. La sonda Raman se puede adaptar fácilmente a una amplia variedad de configuraciones diferentes, lo que demuestra la versatilidad de SPELEC RAMAN. La distancia focal óptima de la sonda Raman (8 mm) facilita su combinación con diferentes celdas; no se limita a las celdas Metrohm DropSens (Figura 3) y permite el estudio de diferentes procesos electroquímicos y la caracterización de una gran cantidad de muestras. La sonda Raman se puede personalizar y adaptar a aplicaciones industriales y de laboratorio específicas. Sin embargo, los conectores universales del instrumento SPELEC RAMAN (FC/PC y SMA905 para fibras de excitación y recolección, respectivamente) permiten el acoplamiento con un microscopio Raman en caso de que sea necesario para estudios posteriores.



Figure 3a. Combination of RAMANPROBE and SPELECRAMAN with RAMANCELL for screen-printed electrodes

Los microscopios Raman tradicionales tienen un compartimento específico para las muestras, por lo que las celdas deben disenarse según las especificaciones de cada instrumento (compartimento de muestra, objetivos, distancia focal, etc.). Aparte de la fuente láser de excitación y el espectrómetro, los microscopios Raman requieren más componentes (por ejemplo, el módulo del microscopio) que aumentan el precio. SPELEC RAMAN es un instrumento totalmente integrado con láser, espectrómetro y potenciostato/galvanostato combinados en una única carcasa. El pequeno tamano (25 × 24 × 11 cm) de SPELEC RAMAN lo convierte en un instrumento fácilmente transportable; no requiere una ubicación fija ni un mobiliario específico para su funcionamiento. Además, las pequenas dimensiones de este instrumento Metrohm DropSens permiten su uso en una caja de guantes sin problemas.



Figure 3b. Combination of RAMANPROBE and SPELECRAMAN with RAMANCELL-C for conventional electrodes.

Los microscopios Raman están disenados para la medición espectroscópica, y la combinación con equipos externos para obtener una respuesta adicional (por ejemplo, electroquímica) es una tarea muy complicada. SPELEC RAMAN es un instrumento integrado no solo para mediciones espectroscópicas, sino también para experimentos electroquímicos y espectroelectroquímicos Raman. La sincronización entre mediciones electroquímicas y Raman está completamente asegurada. DropView SPELEC es un software dedicado que permite la adquisición integrada de datos de senales electroquímicas, espectroscópicas y espectroelectroquímicas, así como el análisis de datos. No se requiere software adicional. Película experimental, suavizado, medición automática, corrección de línea base, representación derivada y monitoreo de espectros versus potencial (o tiempo), son algunas de las herramientas incluidas en el software DropView SPELEC. SPELEC RAMAN y DropView SPELEC son muy intuitivos y fáciles de usar. Como son simples y directos, todos pueden usarlos, no solo personal capacitado específicamente como con los microscopios Raman tradicionales.

CONCLUSIÓN

SPELEC RAMAN presenta una serie de ventajas competitivas frente a los microscopios Raman estándar. Por ejemplo, el tamano del punto de SPELEC RAMAN permite la caracterización de un área grande en un solo experimento, obteniendo resultados representativos con una sola medición. La versatilidad de la sonda Raman queda demostrada, ya que se puede utilizar con diferentes celdas. La portabilidad, así como la simplicidad de SPELEC RAMAN, facilitan la realización de experimentos ópticos. También asegura la sincronización de senales electroquímicas y ópticas en caso de que se realicen mediciones espectroelectroquímicas Raman. Además, el software DropView SPELEC permite la adquisición de datos en tiempo real y la realización de mediciones operando. El tratamiento de datos y el análisis de los resultados se realizan fácilmente mediante herramientas de un solo clic.

NOTAS DE APLICACIÓN RELACIONADAS

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

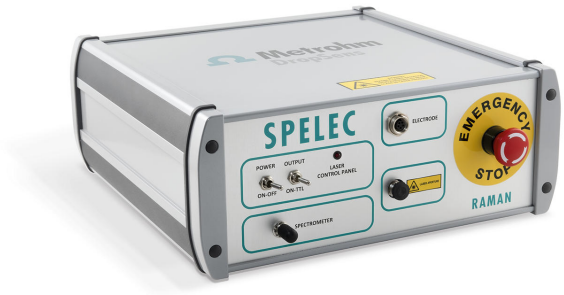
AN-RA-007 Enhancement of Raman intensity for the detection of fentanyl

AN-RA-008 Easy detection of enzymes with the electrochemical-SERS effect

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de
Patricios 1456
1266 Buenos Aires
info@metrohm.com.ar

CONFIGURACIÓN



Aparato Raman espectroelectroquímico (láser de 785 nm)

SPELECRAMAN es un aparato para realizar medidas espectroelectroquímicas Raman. Combina en un solo instrumento un láser de clase 3B (785 nm ±0,5), un bipotenciostato-galvanostato y un espectrómetro (gama de longitudes de onda de 787-1027 nm y desplazamiento Raman 35-3000 cm^{-1}) e incluye un software específico para espectroelectroquímica que permite la sincronización de experimentos electroquímicos y ópticos.



Sonda Raman

Sonda de reflexión disenada para su uso con una sola excitación de 785 nm de longitud de onda (hasta 500 mW). Adecuada para trabajar con celda Raman de DropSens para electrodos serigrafiados o con cualquier configuración Raman convencional.



Celda Raman para electrodos serigrafiados

Celda de reflexión de teflón negro para realizar medidas espectroelectroquímicas Raman con electrodos serigrafiados en combinación con sonda Raman, ref. RAMANPROBE.



Electrodo serigrafiado de carbono modificado con nanotubos de carbono de pared simple

Electrodo serigrafiado de carbono modificado con nanotubos de carbono de pared simple. Disenado para el desarrollo de (bio)sensores con una superficie activa electroquímica ampliada.