

分光電気化学:自己検証分析技術

Confirm results via two different routes in a single experiment

分光電気化学の実験では、サンプルに関する卓越した定性情報が得られるだけでなく、分析を行う際に考慮されるかもしれない他の定量データも得られます。

一連の実験により、分析者は2つの検量線を得ることかてきます。1つは電気化学データであり、もう1つは分光学的な情報です。サンプルの濃度は、両

方の検量線を使用して計算され、異なる経路で得られた結果を確認することかてきます。

この技術資料は、電気化学的測定と分光学的測定の比較により、2つの方法が尿酸(UA)を区別なく測定し、その計算値が経験的データとほぼ一致することを実証しています。

装置とソフトウェア

本実験では、110電極(スクリーンプリント電極)、反射セル、VIS-UVフローフ、およびDropView SPELECソフトウェアで制御されたSPELEC分光電気化学測定装置(図1)を用いて測定を行いました。このセットアップにより、分析者は電極表面で起こる電気化学プロセスに関する詳細で明確かつ簡潔な情報を得ることかてきます。DropView SPELECは、分光電気化学情報を提供する専用ソフトウェアで、収集したデータの適切な処理と解析を行うためのツールも含まれています。



図 1. この実験で用いた SPELEC分光電気化学測定装置

アプリケーション：尿酸の定量

分光電気化学的な定性的データを提供するだけでなく、この手法は定量的な情報を得ることも可能です。電気化学的な検量線と光学的な検量線の両方を得るために、0.1 mol/L HCl中 1×10^{-5} ~ 1×10^{-4} mol/Lの異なる濃度の尿酸(UA)で電位差分電気化

学実験を行いました。アンヘロメトリック検出器を使用し、60秒間 +0.80 Vの電位を印加しました。UV-Visスペクトルは反射型(積分時間400 ms)で記録を行い、アンヘロメトリック検出器を使用して60秒間に150回のスペクトルを得ました。

測定結果

異なる濃度の尿酸(UA)で得られた電気化学プロフィールを図2aにプロットしました。図2bでは、60秒後のUV-Visスペクトルが235nmと285nmに2つの

吸収帯があることを示しています。ここで、吸光度(絶対値)は尿酸(UA)濃度とともに増加し、285nmのバンドが最も強いものとなりました。

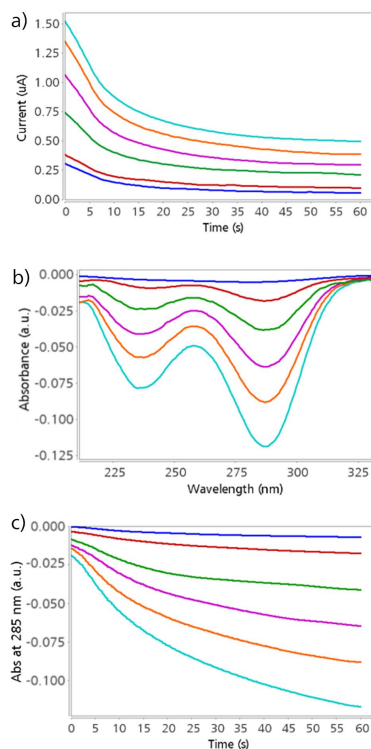


図 2. (a) +0.80Vでのアンペロメトリック検出 (b) 0.1 mmol/L HCl中の異なる濃度の尿酸(UA)について60秒間に得られたUV-Visスペクトル (c) "Spectra vs time"ツールで得られた60秒間の285nmにおける吸光度の変化 尿酸(UA)濃度：0.01 mmol/L (青線)、0.02 mmol/L (赤線)、0.04 mmol/L (緑線)、0.06 mmol/L (ピンク線)、0.08 mmol/L (オレンジ線)、0.1 mmol/L (青緑線)

光学信号の理解を容易にし、選択されたデータの正確性を保証するために、285nmにおける吸光度ハンドルの時間に対する変化を評価された各尿酸(UA)濃度について図2cに示す。このグラフは、DropView

SPELECソフトウェアに実装されている "Spectra vs time" ツールで得られたものです。60秒後の電流強度と285nmの吸光度対UA濃度で2つの検量線が得られました。(図3)

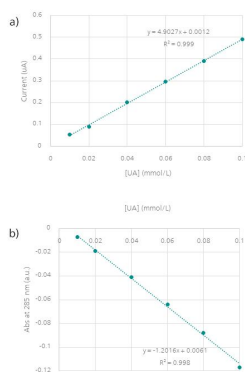


図 3. (a)電気化学的データと(b)分光学的データから得られた検量線

電気化学的および分光学的により得られた両検量線による予測濃度をプロットすることで、分光電気化学の自己検証性が実証されました(図4)。この自己検証性は、各試料について同時に得られる2つの独立した反応に関連しており、分析目的には非常に有用です。ここでは0.999の傾きと 7×10^{-5} の切片が得

られた。その結果、傾きかユニットに等しく、切片かゼロに等しいことから、電気化学的シグナルと分光学的シグナルの両方が尿酸(UA)を区別することなく定量され、UV-Vis分光電気化学が定量分析のための自己検証法であることが証明されました。

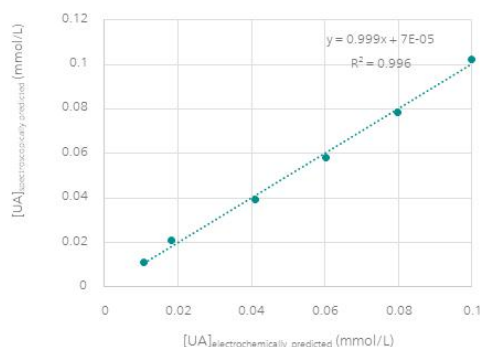


図 4. 電気化学的および分光学的両検量線による予測濃度

最後に、2つのサンプル(表1)の尿酸(UA)濃度を、両方の検量線を用いて推定した。分光電気化学の結果、試料1では60秒間の電流が0.092 uA、285 nmでの吸光度が-0.018 a.u.、試料2では電流が0.297

uA、285 nmでの吸光度が-0.066 a.u.であった。実際の濃度と予測濃度の一致は、この分析法の特徴を示しています。

表 1. 電気化学的データと分光学的データから作成した検量線から推定した濃度(mmol/L)

サンプル	[UA]	[UA] _{電気化学的}	[UA] _{分光学的}
1	0.020	0.019	0.020
2	0.060	0.060	0.060

結論

紫外可視吸収分光電気化学は、反応機構を理解するのに非常に優れた手法であるだけでなく、定量目的にも優れた手法である。本実験は、尿酸の定量でこの分析技術の有用性を実証しました。さらに、電気化学的検量線と分光学的検量線を用いることにより

尿酸濃度を区別することなく定量することかでき、サンプルの実際の濃度と正確に一致する結果が得られることから、分光電気化学の自己検証性が実証されました。

関連資料

[Spectroelectrochemical instrument - SPELEC Instrument](#)
[Spectroelectrochemistry within everyone's reach](#)

[- When combining two techniques became the perfect solution for your research](#)

謝辞 ACKNOWLEDGEMENTS

この研究は、Burgos大学(スペイン)の機器分析グループ(Andrea Santiuste、Lydia García、Cristina

Moreno、Aránzazu Heras、Álvaro Colina)と共同で行われました。

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



SPELEC UV-VIS Instrument (200-900 nm)

SPELEC is an instrument for performing spectroelectrochemical measurements. It combines in only one box a Lightsource, a Bipotentiostat/Galvanostat and a Spectrometer (UV-VIS wavelength range: 200-900 nm) and includes a dedicated spectroelectrochemical software that allows optical and electrochemical experiments synchronization.



Reflection Cell for Screen-Printed Electrodes

Cell in Teflon suitable to perform reflection experiments with standard format Screen-Printed Electrodes with the electrochemical cell in the middle of the strip. Closing system with powerful magnets.



Reflection probe VIS-UV

Reflection probe VIS-UV designed to perform reflection experiments suitable to work with our Reflection Cell for our Screen-printed electrodes or with any conventional cell.



Screen-Printed Carbon Electrode

Screen-Printed Carbon Electrode (Aux.:C; Ref.:Ag). Suitable for working with microvolumes, for decentralized assays or to develop specific sensors.