

3P056

触媒微粒子の合成評価を目指した粒子トラップ-ラマン分光装置の開発  
(学習院大学) ○江口 貴昭、河野 淳也

Development of Paul trap - Raman spectrometer for synthesis and  
evaluation of catalyst particle

(Gakushuin Univ.) ○Takaaki Eguchi, Jun-ya Kohno

【序論】単一粒子トラップ装置を用いて微小液滴試料から1粒の触媒粒子を合成し、そのトラップ触媒粒子の反応性を短時間で評価することを目標に研究を進めている。触媒は、水溶性の原料を液滴としてトラップ内に導入し、CO<sub>2</sub>レーザーの照射によって焼成し合成しようと考えている。このとき、焼成による目的物の生成を確認する必要がある。そこで本研究ではトラップされた生成物単一粒子の同定用にラマン分光装置の開発を行った。

【実験】トラップ粒子評価用ラマン分光装置の概略図を図1に示す。トラップ装置はイオン化電極、および上下エンドキャップ電極とそれに挟まれたリング電極から構成した。イオン化電極で電荷を付与した液滴は、リング電極に印加した高周波電圧(50~500 Hz, 3~4 kV<sub>pp</sub>)によってトラップした。図1のトラップ電極部はこのリング電極の断面図を表している。リング電極は厚さが10 mmで8方向に直径2 mmの穴が空いている。これらの穴によって液滴の観察、レーザー照射およびラマン散乱光の集光を行った。粒子トラップの様子はLED照明とCCDカメラにより観察した。

ラマン散乱光の観測方法を以下に示す。Nd:YAGレーザーの2倍波(100 mW, 532 nm)をレンズで集光し、トラップ液滴に照射した。トラップ液滴からの散乱光を分光器に導き、光電子増倍管により検出した。得られる光電流は電圧に変換して、測定結果がPCに自動記録されるようにした。分光器の波長は、ステッピングモーターをPC制御することで正確に変化させた。分光器の校正はNeランプを用いて行った。

トラップ液滴からのSO<sub>4</sub><sup>2-</sup>のラマンバンドの観測を期待して、試料として1.5MのNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>水溶液を用いた。試料は直径約70 μmの液滴として装置に導入してトラップした。その後、溶媒が蒸発し、乾燥した微粒子についてラマンスペクトルを測定した。一方、比較のためNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>結晶をガラスキャピラリーに付着させてトラップ内に挿入し、同様にラマンスペクトルを測定した。

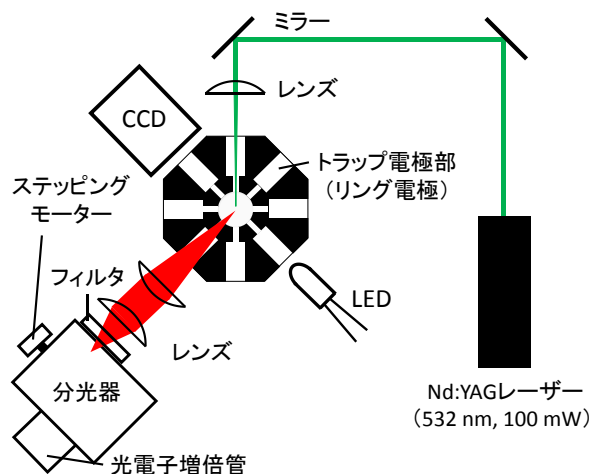


図1 ラマン分光装置概略図

**【結果】** トラップした  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  の粒子を CCD カメラによって観察した結果を図 2 に示す。粒子の直径は約  $50\ \mu\text{m}$  だった。このトラップ粒子に Nd:YAG レーザーを照射し、得られたラマンスペクトルを図 3 に示す。測定したラマンスペクトルには、ラマンシフト  $1200\ \text{cm}^{-1}$  に  $\text{SO}_4^{2-}$  の逆対称伸縮振動に帰属できるピークが観測された。次にキャピラリを用いて、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  結晶のラマンスペクトル測定を行った。その結果を図 4 に示す。キャピラリ付着粒子のラマンスペクトルには  $990\ \text{cm}^{-1}$  に  $\text{SO}_4^{2-}$  の対称伸縮振動のピークが観測された。また  $1100\ \text{cm}^{-1}$  に逆対称伸縮振動のピークが観測された。

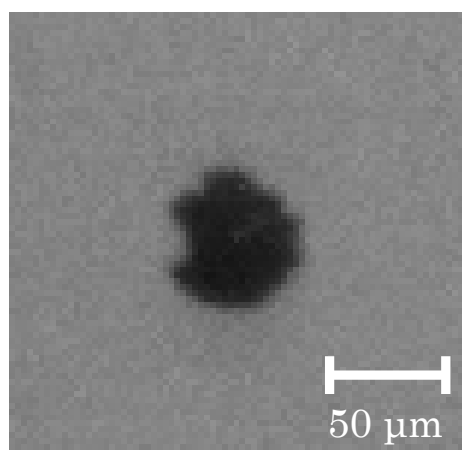


図 2 トラップした  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  粒子の CCD カメラ画像

**【考察】** 図 3 のラマンスペクトルはラマンシフトの増加に伴ってベースラインが減少していた。これはレイリー散乱の影響によるものと考えられる。キャピラリでの測定ではさらに強くこのレイリー散乱の影響が現れた。そこでカラーフィルターを追加するとベースラインの傾きがなくなった。図 3 のトラップ粒子のスペクトル測定ではカラーフィルターを追加するとピーク強度も減少するため、使用しなかった。

過去の報告によると  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  結晶のラマンスペクトルには、ラマンシフト  $988\ \text{cm}^{-1}$  に最も強い対称伸縮振動ピークがある。またラマンシフト  $1147\ \text{cm}^{-1}$  に弱い逆対称伸縮振動のピークがある [1]。それらのピークは図 4 のキャピラリを用いた場合には観測された。図 3 のトラップ粒子を用いた測定でも逆対称伸縮とみられるピークは観測された。しかし対称伸縮振動のピークは得られなかった。強い対称伸縮振動のピークが観測されない理由は現在検討中である。

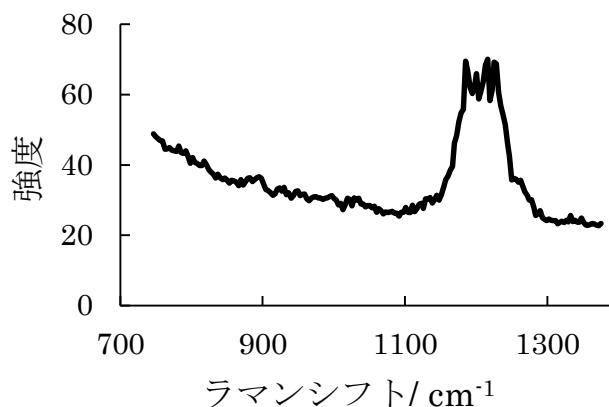


図 3 トラップした  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  粒子のラマンスペクトル

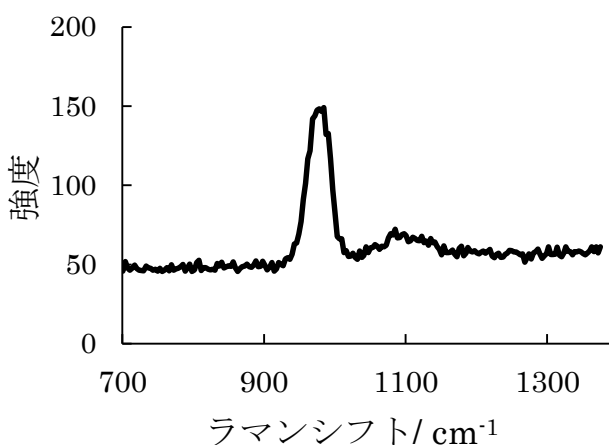


図 4 キャピラリに付着した  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  粒子のラマンスペクトル

[1] A. Periasamy, S. Muruganand and M. Palaniswamy, *RASĀYAN J.Chem.*, **2**, (2009), 981-989.