

テクニカルノート

顕微ラマンによるマッピング

神崎正美

地球物質科学研究センター・岡山大学

2009年4月13日 桜の散る頃

今回我々の顕微ラマンにおいてマッピングが出来るように改造した。これはそのメモ。

顕微ラマンについてはマニュアルやweb等に詳しく記載されているが、装置本体は自作であり、測定には日本ローバーのWinSpecというソフトを使っている。WinSpecはPrinceton Instrumentsの冷却CCDとActonのイメージングモノクロメーターを制御している。冷却CCDはPrinceton InstrumentsのST-138というコントローラーで制御されている。

改造前は1点でのラマン測定は可能であるが、マッピングは出来なかった。今回行ったのは1) XYステージをPCを使って制御すること、2) WinSpecを自作プログラムから制御することの2点である。この2つを組み合わせるとマッピングが可能になる。

改造：

以前にシグマ光機のアクチュエーター(SGSP-13ACT)を買ってあったので、これをXYステージの2軸に取り付けた。このアクチュエーターはXYステージのマニュアル移動用の微動で使うマイクロメータヘッドを置き換える、ステップモーター駆動タイプのものである。そのためXYステージに簡単に取り付けることができるが、使ったXYステージと少し干渉するので移動範囲は10mm程度になる。最小移動距離は1パルスで0.5micronである。精度は1micron程度である。マニュアル移動用のつまみも付いている。Photo 1を参照。

このアクチュエーターをシグマ光機の2軸コントローラー(SHOT-602)で制御する。これはRS-232Cインターフェースが付いており、PCから制御できる。MacからもUSB-シリアル変換ケーブルを使うとコントロール可能であり、その辺については神崎のwikiページに少し書いておいた。

今回はステージと同時にラマン測定も行う必要があり、MS社のVisual Studio 2008 (Academic edition)のVisual Basicを使ってプログラムを作成した。WinSpecはMS社のAutomationに対応しており、プログラムからWinSpecを制御できる。2軸コントローラーはWinSpecとは関係なく制御している。

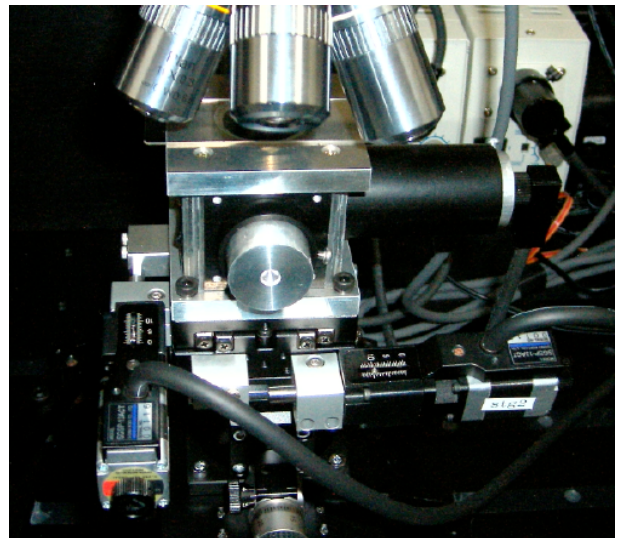


Photo 1. XY stage of Micro-Raman

XYステージのプログラムによる制御：

Visual Basicの標準コンポーネントのSerialPortを制御につかった。設定は19200 bps, 8 data bit, handshake RequestToSend, parity none, stop bit 1である。これを使ってXYステージを制御するソフトを作った(Fig. 1)。これはマッピングとは関係なく、一般用である。なおシリアルポート設定をしないとエラーが出る。起動したらFig. 1の上部でポート(普通はCOM4)を選ぶこと。XYステージはテンキーで動かすようになっている。ただそのためにはキーボードがNum Lockしている必要がある。デフォルトでは移動幅

を1ミクロンである。移動幅はスライダーで変えられる。下部に現在のXY座標値が示される(ミクロン)。これはエンコーダの読みではなくてモーターの回転ステップ数から計算されるだけなので、手動で動かすと座標値は変わらない。コントローラー電源ONで0にリセットされる。モーターについているつまみで手動でステージを移動させる場合はまずHoldボタンをクリックして、ステップモーターをフリーにすること。再度PCで制御する場合はボタン(Freeとなっている)をもう1度クリックする。

なおこのプログラムの下部にはファイバー光源のON/OFFやレーザー用NDフィルター、ビームスプリッター出し入れの制御を行うボタンがある。これらの機能を使うにはWinSpecが先に起動している必要がある。

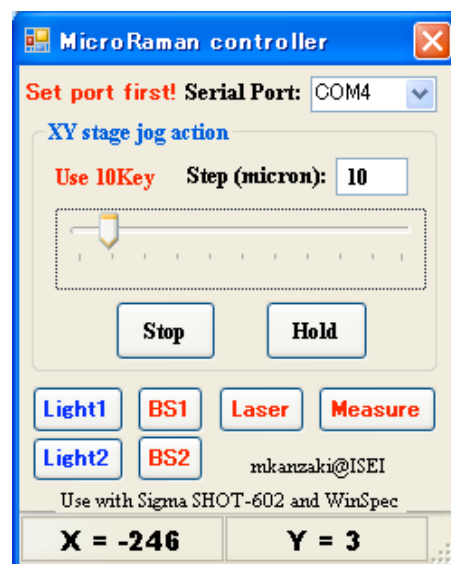


Figure 1. XY stage control program

WinSpecの制御とマッピング

WinSpecの測定を自作プログラムで制御する。まずWinSpec用のライブラリーを取り込む必要がある。この当たりの方法はローパーのHPのWinSpecのチュートリアルに詳しい情報がある（ちょっと古いだが...）。スペクトル取得条件の設定などは自作プログラム側で面倒は見なくて、WinSpec側で設定するようにしているので、スペクトルの取得をするだけである。

現在マッピングのテスト用プログラムを作成している(Fig. 2)。XYステージで試料位置を移動させて、スペクトルを取得する部分を自動で行う。予め決めた波数（6個まで）の強度を取り込んで、テキストファイルに書き込む。波数の入力は1度適当なスペクトルを取得しておいて、カーソルで興味あるピークを選択し、Setボタンを押すと現在の位置が取り込まれる。PC上でMonsterTVを使うとCCDカメラ試料像を見る事ができるので、そこでスキャン領域を決める。スキャンは非常に時間がかかるので、スキャンする領域は最小限にとどめる。また1回の測定時間も短い方が望ましい。スキャンは現在位置から右下側に指定した範囲だけ行われる。マッピングを始める前にマニュアルで適当に測定し、測定条件を決めておく。その状態でScanボタンをクリックすると測定が始まる。

なお取得した全スペクトルはWinSpec上に残っているので、忘れずに保存しておくこと。現在マッピングの表示用のソフトを用意してないので、適当なソフトでデータを読み込んで表示させる必要がある。このプログラムで測定した例をFig. 3に示す。これは1ミクロンステップで、50x50ミクロンの領域を測定している。測定は各ポイントで1秒である。試料は高圧実験試料で、MgSiO₃-ilmeniteとstishoviteの混合物である。ilmeniteの最強ピークとstishoviteの最強ピークで画像化している。問題なく測定できていることが分かる。

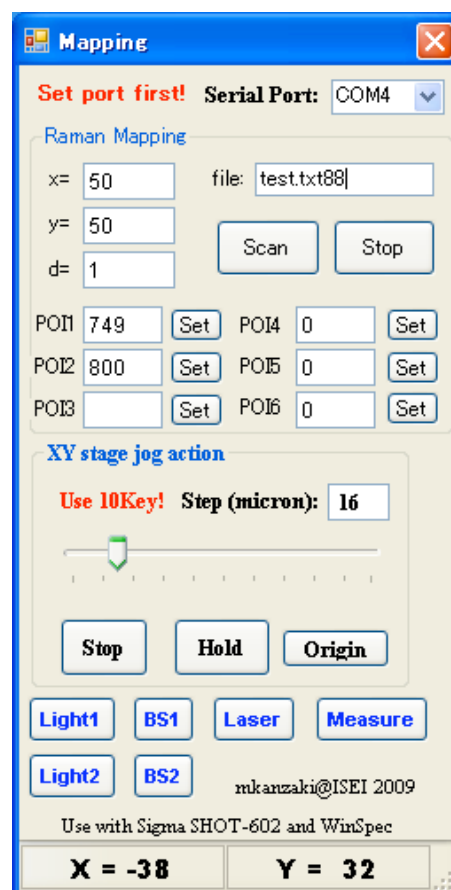


Figure 2. Raman mapping program

現在自動フォーカスではないので、フラットな試料で光軸に垂直でないとフォーカスずれによる強度低下がおこる。このため金属顕微鏡用の治具を購入する予定である。粘土等の上に試料を置き、この治具で軽く押さえると垂直を出す事ができる。プログラムもさらに改良の余地がある。

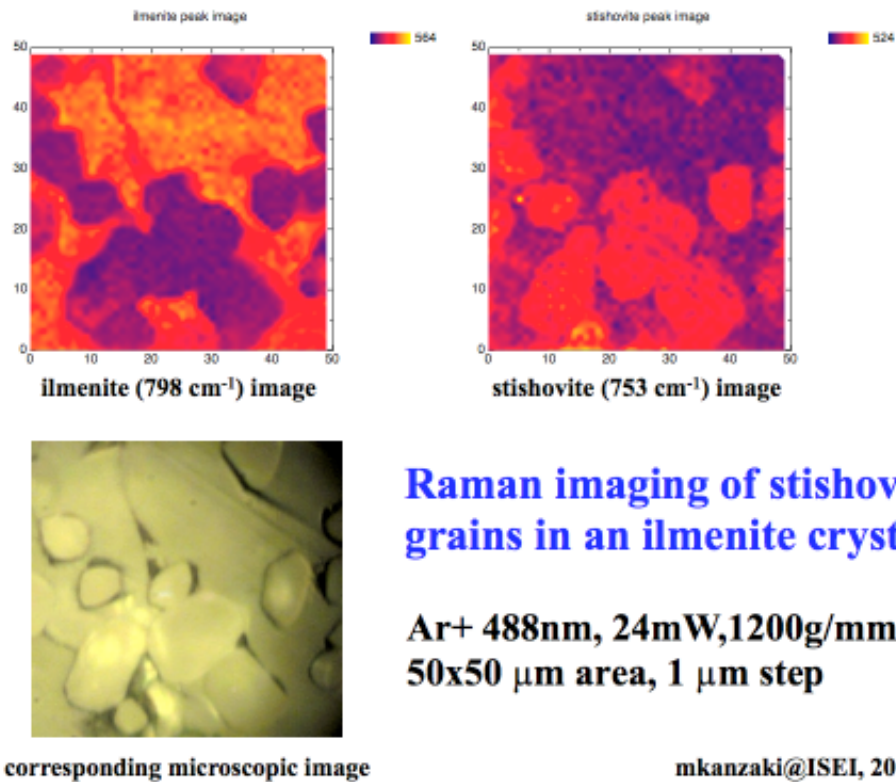


Figure 3. Raman mapping examples using modified Micro-Raman system