レーザー誘起ブレイクダウン分光法及び液体電極直流グロー放電による乳製品に含まれるミネラル成分の簡易分析

Simplified analysis of mineral elements in dairy products by laser-induced breakdown spectroscopy and DC glow discharge using liquid electrode

北大工[1], ○(M2)丸山 一沙[1], 白井 直機[1], 佐々木 浩一[1]

Hokkaido Univ.[1], ○K. Maruyama[1], N. Shirai[1], and K. Sasaki[1]

E-mail: kazusa@eis.hokudai.ac.jp

【はじめに】

牛乳に代表される乳製品に含まれるミネラル成分を簡便に分析し、生産管理に逐次フィードバックする方法が確立されれば有用と考えられる。プラズマを用いた代表的方法としてICP-MSがあるが、生産現場に設置するには装置がやや大がかりであり高価である。本研究は、乳製品の簡便な分析法の確立を志向するもので、レーザー生成プラズマとグロー放電プラズマの利用を検討している。今回は、粉ミルクをサンプルとしたレーザーアブレーションおよび直流グロー放電プラズマを生成し、どちらがより本研究の目的に適合しているかを調べた。

【実験方法】

レーザー誘起ブレイクダウン分光法(以下LIBS)の実験においては、市販の粉ミルクを標準濃度の２倍で調合し、ガラス板に4ml滴下させた後、40℃で乾燥させものをサンプルとした。サンプルを可動ステージに固定し、大気中において、波長 532nm の Nd:YAG レーザーパルスをフルエンス 14.1J/cm^2 の条件で集光照射することによりプラズマを生成した。プラズマの発光をレンズを用いて光ファイバー上に結像させ、エシェル分光器に伝送してスペクトルを測定した。スペクトルの記録にはICCDカメラを用い、レーザー照射後の遅れ時間に対するスペクトルの変化を調べた。

次に、液体電極直流グロー放電の実験では、粉ミルクを標準濃度の五分の一で調合したものをサンプルとした。直流電源の正端子を 500kΩ の抵抗を介して中空針電極に接続し、針電極からHeを200sccmの流量で供給した。針電極先端から2mm離れた位置にサンプル液をおき、サンプル液を陰極として直流グロー放電プラズマを生成した。LIBS の場合と同じ方法でプラズマの発光スペクトルを測定した。

【実験結果及び考察】

LIBS の実験では、レーザー照射後 100ns 以降の時刻において、粉ミルクに含まれるMg,Ca,Na,K の線発光スペクトルを観測した。典型的なスペクトルを図1に示す。一方、図2に示すように、直流グロー放電では、10mA~30mAの放電電流においてNaおよびKの線スペクトル発光のみが観測され、Mg および Ca の線スペクトル発光は観測されなかった。アルカリ金属はアルカリ土類金属よりも励起状態のエネルギーが低いので、この違いは電子衝突励起の速度係数の違いに帰着できると考えられる。しかしながら、電子温度の指標として LIBS スペクトルから Ca の励起温度を評価すると、1eV 程度であった。直流グロー放電の電子温度が 1eV より顕著に低いかは疑問であり、別の検証が必要と考える。以上述べた結果からは、LIBS の方が目的とする分析に適することになるが、現状では定量分析には至っていない。4 元素の電子衝突励起の速度係数の電子温度に対する依存性から、目的とする定量分析には電子温度が 10eV 以上のプラズマが適すると考えられ、今後は別のプラズマ生成方式を検討する予定である。

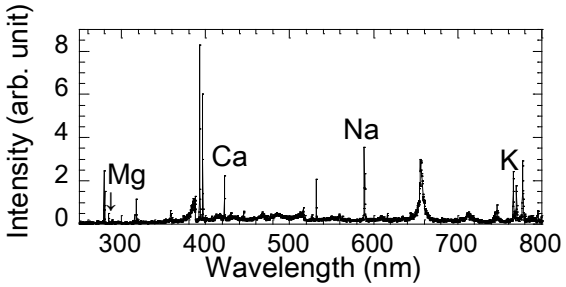

図 1 レーザー照射後 200ns におけるスペクトル

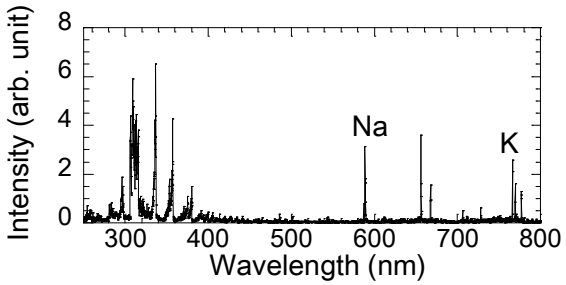

図 2 放電電流 30mA におけるスペクトル

© 2020年 応用物理学会