

マイクロチップレーザを用いたレーザ誘起ブレイクダウン分光法による 毛髪中の微量金属成分分析

Analysis of trace metals in human hair by laser-induced breakdown spectroscopy using a microchip laser

東北大学大学院医工学研究科¹ ○中川 誠¹, 松浦祐司¹

Tohoku Univ. Graduate School of Biomedical Engineering¹, °Makoto Nakagawa¹, Yuji Matsuura¹

E-mail: makoto.nakagawa.p1@dc.tohoku.ac.jp

1. はじめに

毛髪中の元素分析により、体内のミネラルバランスを知ることができる。従来は質量分析装置などを用いた手法が用いられてきたが、装置が大規模かつ測定に長時間を要するという難点があった。高強度パルスレーザ光を試料に集光照射する際に発生するプラズマ発光を分光分析するレーザ誘起ブレイクダウン分光法 (LIBS) は、in situ の分析が可能である[1]が、測定には高ピークパワーが必要なため、これまでは Q スイッチ Nd:YAG レーザが主に利用されてきた。本研究では、システムの小型化のために、マイクロチップレーザを用いた LIBS 測定を構築し、ヒト毛髪中の成分分析と濃度の比較を行ったので報告する。

2. 実験方法および実験結果

実験に用いた測定系の概略図を図 1 に示す。実験は大気圧下で実施し、光源として Q スイッチ型マイクロチップ Nd:YAG レーザ (波長 1064 nm) を用いた。より高強度なプラズマ発光を得るには、高いレーザ光強度が必要なため、ビームエキスパンダ (倍率 5 倍) でビーム拡大を行ったうえで、レンズ (f = 100 mm) によってレーザ光を対象物表面に集光照射した。パルス繰り返し周波数は 10 Hz、パルス幅は 2 ns、パルスエネルギーは 2 mJ である。試料から発生したプラズマ光は、コア径 600 μm、NA 0.37 のステップインデックスファイバで検出し、ファイバ入射型小型分光器 (波長範囲 200-343 nm、分解能 0.13 nm) によって測定を行った。

LIBS に用いるものとしては、比較的低いパルスエネルギーであるために、十分な検出感度が得られるように、積分時間 1 ms で 300 回波長スキャンを行い、それらを積算して LIBS スペクトルを得た。1 回の測定に要する時間は 30 秒である。また、Matlab を用いてベースライン補正を行った。さらに検出感度の向上を目的として、プラズマの発生効率を向上させる効果のある Ar ガス[2]雰囲気中で測定を行った。

図 2 に測定したヒト毛髪中の LIBS スペクトルを示す。5 種類の無機元素 (C, Si, Mg, Ca, Zn) に依るピークが検出され、これらの無機元素はどれも毛髪に含まれる微量金属であることが知られているものであることを確認した。

次に、23-25 歳までの成人男性 5 人から毛髪サンプルを採取し、個人による差異の検出が可能かどうか検討を行った。測定は 1 サンプル当たり 3 回ずつ行い、測定対象の元素のピーク強度を C:247.8 nm のピーク強度で規格化した強度を用いて、各成分の含有量の比較を行った。3 種類の

無機元素 Mg, Ca, および Zn を対象として測定を行った結果を図 3 (a) - (c) に示す。図には、各サンプルあたり 3 回の測定におけるピーク強度の平均値および誤差範囲を示した。誤差範囲は個人差と比較して十分小さく、この測定により個人差の検出が可能であることを確認した。また、ICP-MS を用いた毛髪中成分濃度をリファレンスとして、決定係数 R^2 を算出したところ、各成分の R^2 値はいずれも 0.7 以上を示し、高精度な測定が実現された。

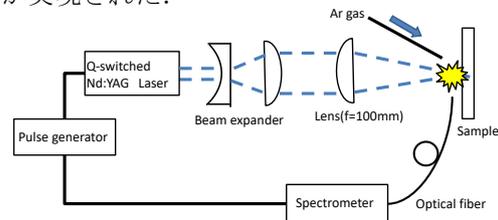


図 1 実験系概略

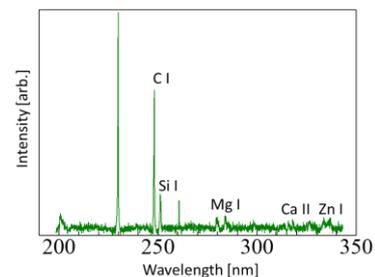


図 2 ヒト毛髪中の LIBS スペクトル

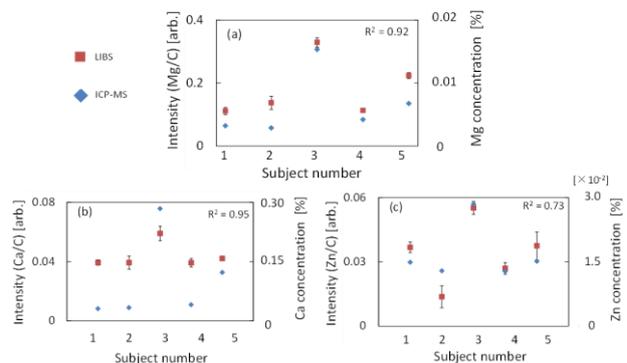


図 3 毛髪中成分濃度比較

(a) Mg (b) Ca (c) Zn

参考文献

- [1] S. Sasazawa et al., J. Biomed. Opt. 20, 065002, (2015).
[2] N. Farid et al., Physica Scripta 85, 1-7 (2012)