

修士論文

光ファイバ屈折率センサを用いた高散乱媒質の測定

Concentration measurement of high scattering medium
using optical fiber refractive index sensor

報 告 者

学籍番号: 1245052

氏名: 位頭 信哉

指 導 教 員

田上 周路 准教授

令和4年2月18日

高知工科大学大学院 工学研究科 基盤工学専攻 電子・光工学コース

目次

第 1 章 序論.....	1
1.1 研究背景.....	1
1.2 光ファイバセンシング技術の紹介.....	3
1.3 研究目的.....	5
第 2 章 マルチモード干渉構造光ファイバセンサ.....	6
2.1 MMI 構造を用いた光ファイバ屈折率センサの原理.....	6
2.2 光ファイバ屈折率センサを用いた濃度測定 of 仕組み(透明媒質の場合).....	9
2.3 散乱媒質の濃度測定 of 仕組みと計測方法.....	12
第 3 章 散乱媒質測定用のセンサ固定治具作製.....	13
3.1 試液投入容器 兼 センサ固定治具の作製.....	13
3.1.1 散乱媒質に流動性がある試液の場合.....	13
3.2 散乱媒質に流動性がない試液の場合.....	15
第 4 章 光ファイバ屈折率センサによる散乱媒質の濃度変化による干渉スペクトルの変動.....	17
4.1 散乱媒質に水彩絵具を用いた実験.....	17
4.2 散乱媒質に小麦粉を用いた実験.....	21
第 5 章 シミュレーションを用いた高濃度時の光ファイバ屈折率センサの測定結果の考察.....	25
第 6 章 まとめ.....	28
謝辞.....	29
参考文献.....	30
付録①.....	31

第 1 章 序論

1.1 研究背景

光による散乱現象とは、均一な媒質中において、光は基本的に直進するという性質を持つ。しかし、光が進む媒質中に微粒子等が存在する場合、その微粒子が入射してきた光によって吸収(励起)され、エネルギー準位が元に戻ることで光を放出される現象である。光の散乱には、照射する光の波長よりの数十分の 1 以下くらい小さい粒子に入射させることで生じるレイリー散乱と、照射する光の波長に対して分子など無視できない大きいサイズの散乱体に入射されることで生じるミー散乱がある。光散乱の現象において、太陽光による日中の晴天が青い理由と朝方・夕方の空の色が赤い理由の説明に用いられ、高分子やコロイド溶液の研究において光を照射して散乱光の強度の測定から空気中や液中に含まれるモノの分子量や分子の大きさを計測する手法としても用いられ、用いられている。

光散乱を用いた計測は、具体的に上げられるものとして医療、化学、食品など多くの分野で使われている。医療分野では、不均一な高散乱媒質である人体に光を照射すると血球からの散乱光を検出し、血流を測定するために用いたり、X 線散乱などを用いた人体の撮影や植物育成に重要な水分量の計測を植生の損害になる傷をつけずに計測を行うために散乱の技術が用いられるなど、散乱媒質の形態や動態、機能に関する情報を光で傷をつけず、いわゆる非侵襲的に測定する技術は近年発展してきている。

光を測定対象物である散乱媒質に照射して得たい情報は、一般的に散乱を受けていない前方直進光や前方散乱のみを受けたスネーク光などに含まれる。しかし、高散乱媒質になるにしたがって多重散乱光も生じてしまい、定量性のある測定に必要な実効的な光路長が光源と検出器の間で異なってくることや測定領域が不明確になってしまったり、高散乱媒質になればなるほど光が検出側に到着した際、光強度の減衰が著しくなってしまい得たい情報がノイズ等に紛れてしまったりするという問題点が挙げられる。また、測定機器が高価であったり精密機器であるため扱える人や場所が限られてきたりという問題もあると考える。以下の図 1 には散乱媒質中の光を照射したときの伝搬の概略的な様子を示す。

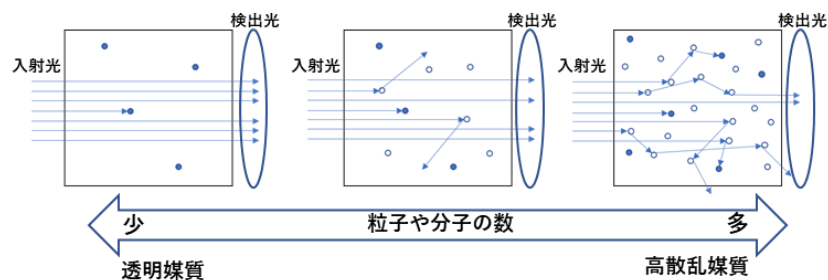


図 1.1: 散乱媒質中の光伝搬の様子

散乱媒質の計測においてある, 高散乱媒質の計測の安定化が解決すべき点であると考ええる. これらの問題を解決するために, 高散乱媒質の測定時の外側から光を照射してデータを取得するのではなく, 屈折率の違いを測定できる光ファイバ屈折率センサを用いることで高散乱媒質を濃度の観点から正確に観測することで光ファイバ内を伝搬する光を用いることで, 光を直接照射するよりも散乱光の影響を小さくでき, 得たい情報を取得できると考える. また, 測定対象物の一部をサンプリングして計測する従来の屈折計と比較して, 直接的に対象物に接触させて計測・モニタリングすることができるという点が優れている. さらに, 光ファイバが石英ガラスで作られており, 耐腐食・薬品性という特性を持つため長期間使用することができる光ファイバセンサの利用が期待されている.

1.2 光ファイバセンシング技術の紹介

ここでは、光ファイバを用いたセンシング技術の一部(4つ)を紹介する。

・ファイバブラッググレーティング(Fiber Bragg Grating : FBG)

光ファイバに回折格子を刻んだもので帯域を持った入射光が FBG を通過すると、ブラッグ波長という特定の波長成分が FBG から反射する。他の波長成分の光は透過される。

センサ部である FBG の箇所に外部物質の温度や外部からの力が加わることでファイバが伸縮し、その伸縮に従って FBG(回折格子)の間隔も変化することで、反射するブラッグ波長が変化する。この特性を用いることで歪みや温度変化を光によって観測できるセンシング技術である。

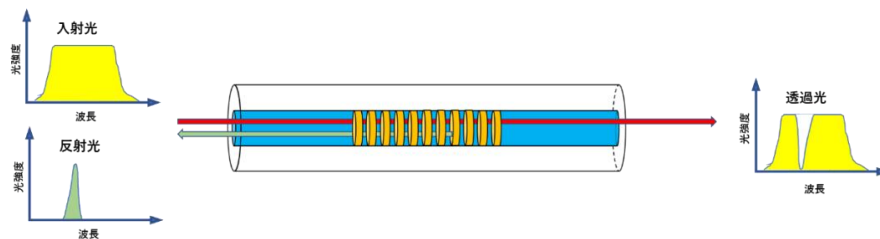


図 1.2 : FBG の概略図

・テーパ加工の屈折計

シングルモードファイバ(SMF)の一部を加熱し、一定の速度、張力でファイバの両端を引っ張ることによって、コアとクラッドの直径を小さくする。テーパ加工によって、直径が小さくなったところでは、コアとクラッドの境界が小さくなることでコア内を伝搬する光がクラッドに浸透し、外部物質の屈折率の影響で透過光がシフトすることを利用したセンシング技術である。

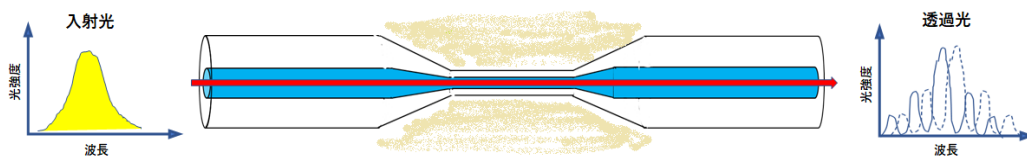


図 1.3 : テーパ加工した SMF

・コア径のミスマッチに基づくマッハツェンダー干渉計

屈折率検出のためのファイバコア径不整合ベースの干渉計で、SMF と MMF を図 1.5 のように融着器を用いて作製したものである。2 つの短い MMF はコアクラッドモードの結合と再結合として機能し、真ん中の SMF は干渉アームとして機能する。1 つ目の MMF は、コア誘導基本モードの一部を、ファイバコア径不整合を介して下流の SMF の前方伝搬クラッドモードに結合する。したがって、真ん中の SMF で伝搬するクラッドモードが屈折率変化の観測が敏感となる。そして、クラッドモードが 2 つ目の MMF を介して上流の SMF のファイバコアに戻され、元のコアモードと混合して干渉信号を生成するセンシング技術である。[2]

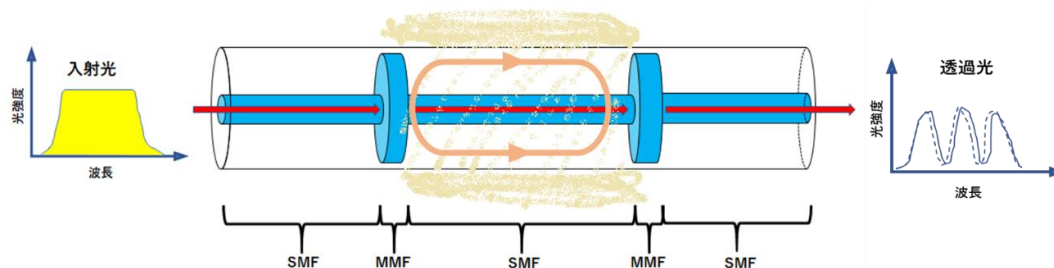


図 1.4 : MMF アシストマッハツェンダー干渉計の概略図

・マルチモード干渉計

SMF(シングルモードファイバ)と CMF(コアレスマルチモードファイバ) の 2 種類の光ファイバで構成されており、2 つの SMF の間に CMF を挟み込んで融着して作成する(SMS 構造)。SMS 構造は、光通信やセンシングアプリケーション用に広く探求されている光バンドフィルタとして機能する。

SMS ファイバは、入力側の SMF から MMF に入るといくつかの高次モードを励起し、MMF に沿って周期的な干渉パターンを生成する。このセンサは CMF の箇所には外部物質が接触することでその屈折率によって出力されるスペクトルがシフトすることを利用して濃度を干渉するセンシング技術である。

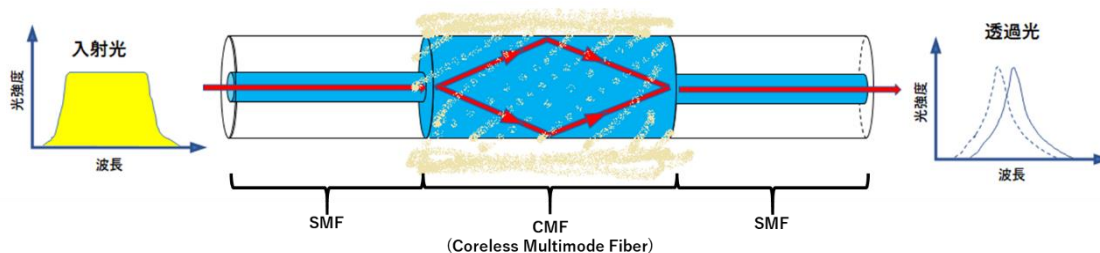


図 1.5 : シングルモード-マルチモード-シングルモード(SMS)マルチモード干渉計

1.3 研究目的

本研究では、光を照射して直接通過してきた光から散乱媒質を計測するのではなく、散乱媒質中の水分量の変動に伴う濃度変化を今まで透明媒質の濃度測定に用いてきた光ファイバ屈折率センサを使用して測定し、散乱媒質の情報を得ることを目的とする。

まず、光通信等で使用されている光ファイバを利用して溶液の濃度変化を測定できる光ファイバ屈折率センサを作製する。光ファイバセンサの種類としては、プラズマを用いた融着のみで簡単に作製できるマルチモード干渉構造(MMI 構造)を採用する。最初に MMI 構造の光ファイバ屈折率センサの原理や作製方法を理解し MMF の長さに対する干渉スペクトルへの影響を理論と実験によって確認する。

次に、今までは透明媒質を測定していたため、透明媒質の濃度測定用の固定治具しか作製していなかった。そのため、今回の測定対象である散乱媒質に適した光ファイバセンサ固定治具の作製を行う。

治具完成後、実際に散乱媒質の濃度測定を作製したセンサと固定治具を用いて計測を行い、比較対象として市販の屈折計を用いた散乱媒質の濃度変化による屈折率の変動とを比べ、透明媒質でのみ用いていたセンサが散乱媒質の濃度を測定できるかを確認する。

最後に光ファイバ屈折率センサで得られた高散乱媒質の濃度測定の結果とシミュレーションをもとに考察する。

第 2 章

マルチモード干渉構造光ファイバセンサ

本章では，MMI 構造を用いた光ファイバセンサの原理と，そのセンサを用いた際に透明媒質と散乱媒質の違いによる濃度測定時の干渉スペクトルの違いについて述べる．

2.1 MMI 構造を用いた光ファイバ屈折率センサの原理

マルチモード干渉(Multi-Mode Interference : MMI)構造(図 2.1 上図)の光ファイバ屈折率センサとは，コアを持たないマルチモードファイバ(MMF)をシングルモードファイバ(SMF)で挟み込んだ構造で，このセンサのセンサ部である MMF で信号の入力および出力は SMF が担っている．入力側の SMF から光を入力し，入力 SMF と MMF の境界で光が回折され，光が複数のモードとなってセンサ部である MMF 内を通過する．そして，出力 SMF に MMF から結合した光が入り干渉スペクトルが得られる．図 2.1 の下図には，ビーム伝搬法を用いたマルチモード干渉のシミュレーション結果を示し， $m = 1, 2, 3, 4$ で光の干渉によって生じる強度の強い箇所を表している．

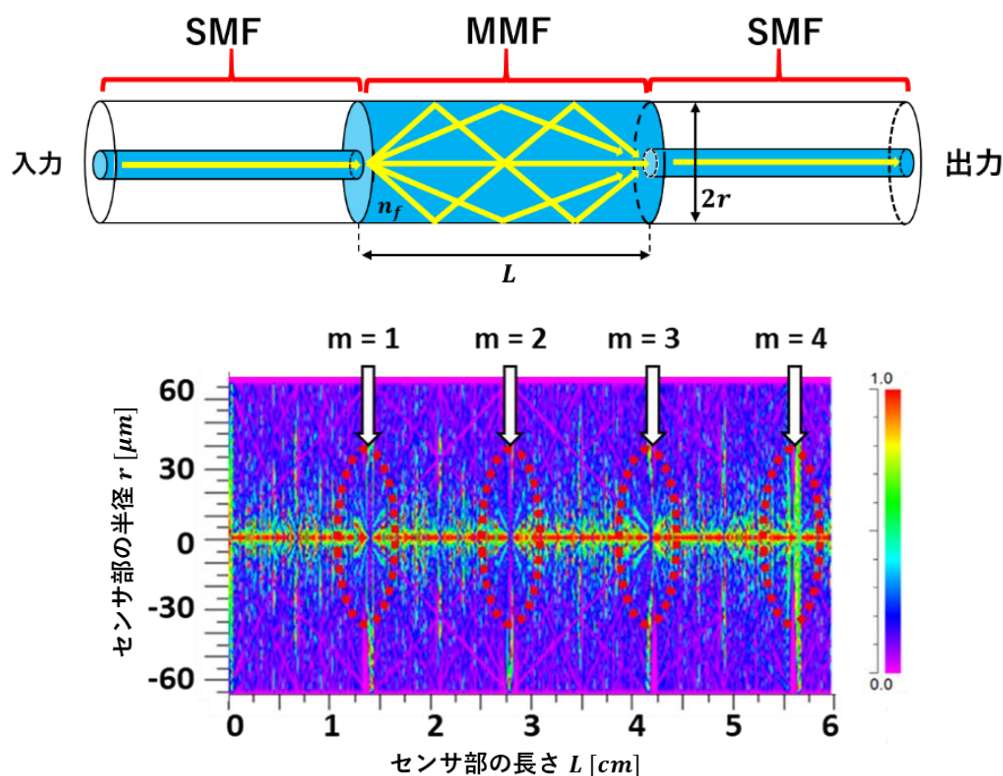


図 2.1 : MMI 構造の概略図(上部)と
シミュレーションを用いた光干渉の様子(下図)

入力する光に白色光源を用いた場合、出力される干渉スペクトルにはおよそ等間隔に強度の変動が大きい干渉が観測され、その時の波長の値は以下の式で示される．

$$\lambda = \frac{4n_f r^2}{L} m \quad (1)$$

ここで、 m, n_f, r, L はそれぞれ干渉次数、MMF の屈折率、センサ部の半径、MMF の長さを表す．図 2.2 には、センサ部の MMF が $L = 57 \text{ [mm]}, r = 62.5 \text{ [\mu m]}, n_f = 1.44$ の時の実際の干渉スペクトルと干渉次数 $m = 2, 3, 4$ のピーク波長の位置を指したものを示す．因みに、理論値として、 $m = 2$ の時 $\lambda \approx 800.43 \text{ [nm]}$ 、 $m = 3$ の時 $\lambda \approx 1200.65 \text{ [nm]}$ 、 $m = 4$ の時 $\lambda \approx 1600.87 \text{ [nm]}$ となる．

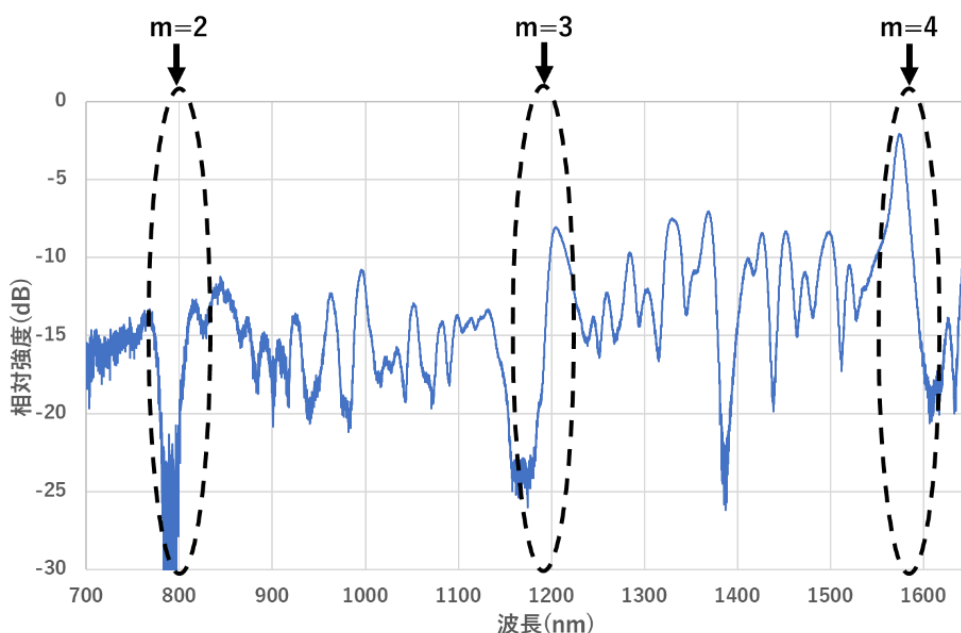


図 2.2 : $L = 57 \text{ [mm]}$ 時の干渉スペクトル

図 2.2 より、干渉次数が 4 次の時、相対強度が $m = 2, 3$ より大きいことがわかる．さらに、4 次の時が入射からの強度分布が出力側で再現されることが知られている．各値を調製し MMI 構造のファイバセンサを作製することで、狙った波長で光強度の最大が観測できる．

(1)式より、MMF の長さ L を変化させた時の干渉スペクトル変化する．ここで、MMF の長さ L を $56 \sim 62 \text{ mm}$ の範囲で 1 mm ずつ変えたときの干渉スペクトルを重ね比較し、まとめたものを示す．MMF の長さに応じて出力させたスペクトルが変化していることが図 2.4 よりわかる．

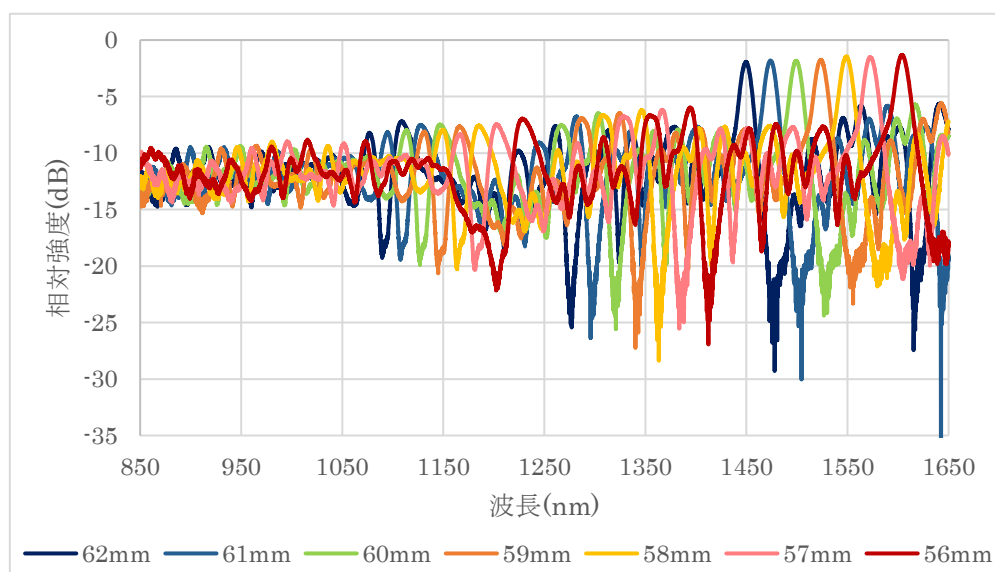


図 2.4 : MMF の長さを変化させた時の干渉スペクトル

また, 図 2.5 には, それぞれの長さで干渉次数が 4 次のピークの時の波長における実測値と理論値とを比較したものを示す.

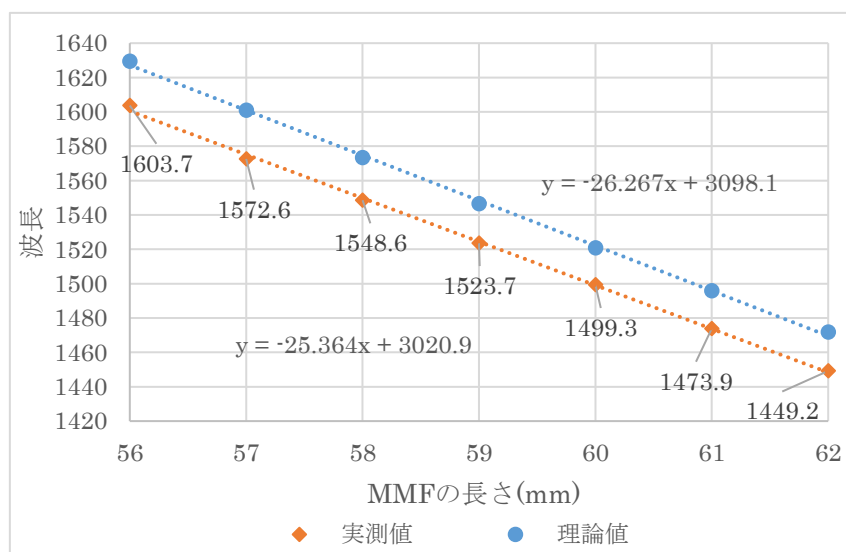


図 2.5 : それぞれの長さにおける 4 次のピーク波長

図 2.5 より, 実際に MMF の長さを調製して MMI 構造の光ファイバ屈折率センサを作製したところ, (1)式で求めた理論値とで比較すると, どのセンサ部の長さにおいても波長がおおよそ 26 nm だけ低い箇所で 4 次のピークが得られていることがわかる.

実測値で得られた近似直線の式より、

$$\lambda = -25.364 \times L + 3020.9 \quad (2)$$

と表すことができる($y = \lambda, x = L$). この式を(1)式の代わりに用いれば、目指したい 4 次のピーク波長が得られる MMI 構造の光ファイバセンサを作製したいときに、作るべき MMF の長さを(1)'で求めることが可能となる. 例えば、波長 1500 nm の 4 次のピーク波長が得られるセンサを作製する場合、(1)'式に $\lambda=1500$ [nm]を代入すると、 $L \approx 59.96$ [mm]となるため、(1)の式に代入して計算するよりも短時間で求まる.

今回作製した光ファイバ屈折率センサのセンサ部の長さは 58 mm を選択し、以降の実験に用いた.

2.2 光ファイバ屈折率センサを用いた濃度測定 of 透明媒質の場合

光ファイバは、屈折率の異なるコアとクラッドの 2 重構造をしている. コアの屈折率(n_{core})は、クラッドの屈折率(n_{clad})より高くなっており、光ファイバ内に光を伝搬させるとき臨界角(θ_c)よりも大きい入射角(θ_i)でコアからクラッドに光が入射すると、境界で全反射しながらコア内を伝搬する. スネルの法則より、以下の式から臨界角が計算できる.

$$\theta_c = \arcsin\left(\frac{n_{clad}}{n_{core}}\right)$$

光はコア内部で完全に反射されるため、電磁場(定在波)はクラッド内に伝搬しない. ただし、電磁場は実際には低屈折媒質に少し浸透する. コアとクラッドの境界を平行に伝搬し、その境界からの距離とともに指数関数的に減衰する電磁場が生じ、全反射から染み出す場(光)を「エバネッセント場(光)」(図 2.6)という. エバネッセント光の侵入する深さ(d_p :光強度が $1/e$ となる境界からの距離)は、理論的に次式で表される.

$$d_p = \frac{\lambda_0}{4\pi} \frac{1}{\sqrt{n_{core}^2 \cdot \sin^2 \theta_i - n_{clad}^2}}$$

ここで、 λ_0 は放射波長である. 光ファイバ屈折率センサの大半は、エバネッセント光の相互作用に基づく. 典型的なシングルモードファイバ(Single Mode Fiber: SMF)のコア径は 8~10.5 μm , クラッド径は 125 μm で、光が SMF に伝搬させるとコア内に閉じ込められて伝搬する. したがって、SMF はエバネッセント光が侵入する深さがクラッドの厚さよりもはるかに小さいため、光信号と外部媒体との相互作用がほとんどない. 周囲の媒体との相互作用を得るためには、通常、化学エッチングやテーパ、または側面研磨技術などによって光ファイバのクラッドを部分的・全体的に除去または強化が行える [2].

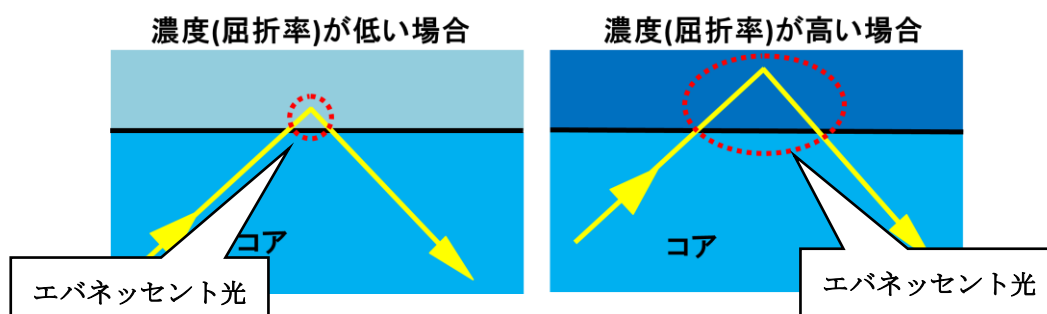


図 2.6：試液の濃度(屈折率)が異なることによっておこるエバネッセント光の違い

図 2.1 より，光信号が入力部の SMF からセンサ部である MMF に入ると MMF の表面と外部との境界で全反射して光が進み，出力側の SMF に入って光信号が出力される．その時，MMF と外部との境界において外側に外部物質がある場合，その物質中に少し光が浸透しながら全反射し，伝搬される．その光のことをエバネッセント光という．外部にこの光が浸透するということは見かけ上，実際の MMF の半径が浸透した分，大きくなる．つまり，(2)式より，出力される干渉スペクトルが長波長方向にシフトする．エバネッセント光は外部の屈折率によって浸透する量が変わる．図 2.7 には，作製した光ファイバセンサに白色光源を入力した時の MMF に接する物質が精製水の場合と空気の場合の干渉スペクトルを比較したものを示す．

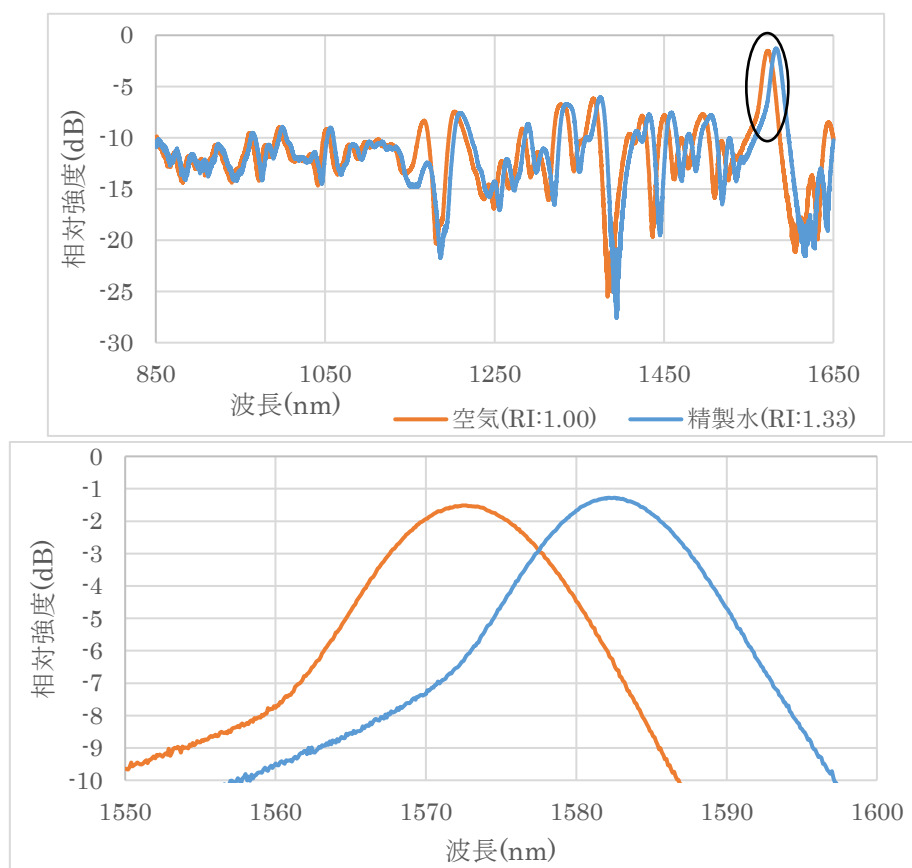


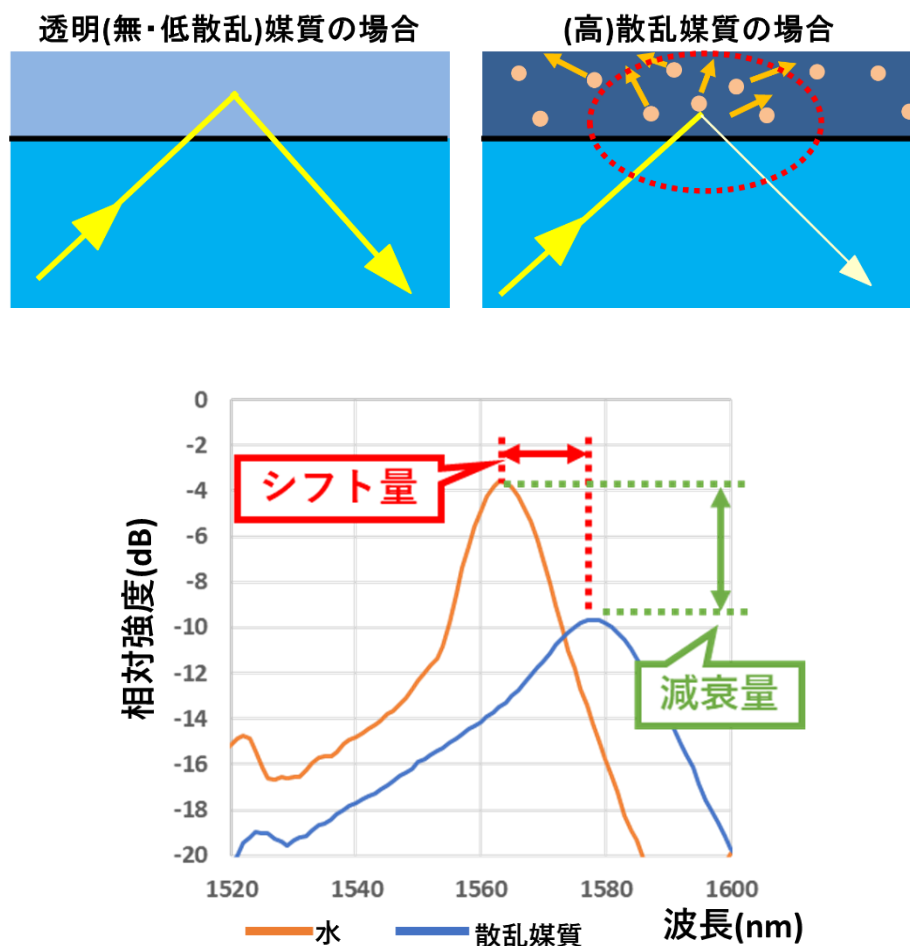
図 2.7 : MMI 構造のセンサにおいて屈折率変化における
干渉スペクトルのシフト(上)と 4 次のピーク波長あたりを拡大したもの(下)

図 2.7(上)より、それぞれの干渉スペクトルにおいて屈折率の変化によってシフトしているものの、波長が長い箇所と短い箇所ではそのシフト量に違いが生じていることがわかる。この理由として、光の分散によるものだと考えられる。分散には、波長が短くなるほど屈折率が大きくなる現象を正常分散と、それに対して、共鳴波長付近で屈折率が小さくなり、長波長の光のほうが短波長の光より屈折が大きくなる現象を異常分散がある。つまり、波長が短いところと長いところとを比較すると長いほうが外部物質内に入力した光の屈折が少なくなり、浸透することでシフト量が大きくなっているためであると推測される。

2.3 散乱媒質の濃度測定の仕組みと計測方法

作製した光ファイバ屈折率センサの外部物質が透明媒質の場合、屈折率が大きくなるにつれて、長波長方向にシフトしていくことは上述で説明した。

今回の測定対象は散乱媒質である。センサ部の外部物質である散乱媒質の濃度を变化させると透明媒質の測定と同様にエバネッセント光が染み出し長波長方向にシフトという同様の变化を観測できると考える。ただ、染み出した光は外部にある散乱媒質中の粒子に当たることによって散乱が生じ、戻ってくる光強度は濃度が高くなるほど散乱媒質中の粒子が増加するので減衰が生じる。以下の図には、透明媒質(精製水)が外部物質にある場合と散乱媒質がある場合での違いを簡単に表したものと想定される干渉スペクトルを示す。



第 3 章 散乱媒質測定用のセンサ固定治具作製

以下には、散乱媒質の濃度変化を測定するために、測定対象の媒体を作製した光ファイバセンサのセンサ部に接触させた状態で測定するための 2 種類の固定治具の作製方法について述べていく。

3.1 試液投入容器 兼 センサ固定治具の作製

散乱媒質の測定においてセンサ部を測定対象媒質に接触させて測定を行うため、任意の濃度を測定し終わるとセンサ部に散乱媒質が残留してしまい、次回以降の計測に影響を及ぼしてしまうため、1 つの測定が終了するたびにセンサ自体を治具から取り外し、水道水もしくはエタノールで残留物をふき取るという操作が必要になるため、取り外しがしやすい構造にしなければならない。

3.1.1 散乱媒質に流動性がある試液の場合

図 3.1 には、試作した光ファイバセンサの固定治具を示す。図 3.1 の治具において、アクリサnderのアクリル透明パイプ(外径:21 mm,内径:18 mm,長さ:1000 mm)を図 3.1 の上図のように超音波カッター(ECHO TECHの ZO-41)を用いて切り出す。

2 つのシリコンゴム栓(下径:16 mm,上径:20 Φmm,高さ:24mm)の真ん中まで切り込みを入れて、シリコンゴム栓にファイバを挟み込み、センサ部が弛まないように張った状態になるまでシリコンゴム栓の位置を変えながら、切り出したアクリルパイプに固定する。センサ部の位置としては、被覆のない部分がしっかり真ん中に来るようにセットする。

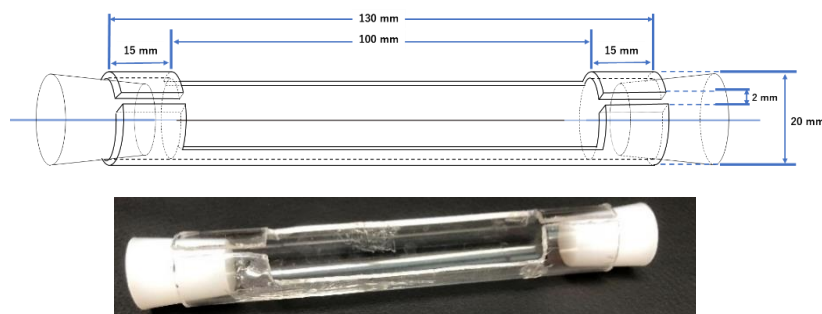


図 3.1: センサ固定治具の試作品

図 3.1 の試作品はセンサをしっかりと固定するためにシリコンゴム栓を置くまで差し込みすぎるとアクリルパイプに厚みがないため図 3.2 のように割れてしまうケースが多々発生した。また、試液を入れる容器も担っている治具のため試作品では準備する測定対象物の量が多すぎるという問題点がある。



図 3.2: 固定治具が壊れた様子

図 3.3 には, 図 3.1 の固定時治具が抱えた問題点を解決するために作製した固定治具を示す. 内径と外径の差を 3mm から 6mm に変更して強度を上げるために, 新たにアクリル透明パイプ(外径:15 mm,内径:9 mm,長さ:1000 mm)を用いて図 3.3 の形に切り出した. アクリルパイプを変えたため, そのサイズに合った 2 個のシリコンゴム栓(下径:9Φmm,上径:11Φmm,高さ:14mm)を図 3.1 の治具作製時と同様に切り込みを入れてセンサを治具に固定した.

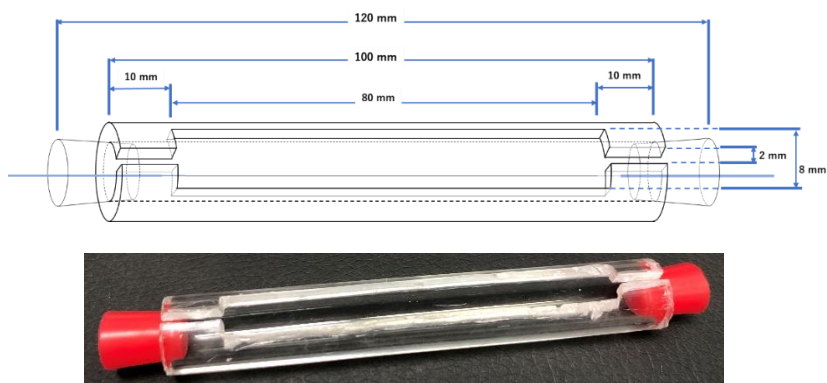


図 3.3 流動性のある散乱媒質を測定するためのセンサ固定治具

図 3.1 の問題点として挙げていた強度の脆弱さは図 3.4 のように, アクリルパイプの厚みを 2 倍にすることで解決できた. また, 全体的なサイズも小さくすることによって, 図 3.1 の治具では試液を約 25 g 必要だったところ, 図 3.3 の治具では約 10g の試液で測定することができるようになった.



図 3.4: 図 3.1 で使用したアクリルパイプ(左側)と図 3.3 で使用したアクリルパイプの実際の断面

3.2 散乱媒質に流動性がない試液の場合

散乱媒質に含まれる水分量の割合によって粘稠性が高くなり、ビーカー内で試液を調整し固定治具に流し入れようとしても入らないため、図 3.3 の固定治具とは別の流動債がない試液測定用固定治具の作製を行った。

使用した材料としては図 3.1 で使用した材料と同様のものを使用し、アクリルパイプを図 3.5 のように切り出し、シリコンゴム栓を用いてセンサ部を張って固定した。作製した図 3.5 の固定治具の使用方法として、図 3.6 に示すようにまず上下の蓋を外した状態でセンサを固定し、調製した粘稠性が高い試液と比較するための精製水のデータを測定する。その後、外しておいた上下の蓋に試液を半分ずつ乗せ、センサ部を挟み込むような形で上下の蓋とセンサを固定している治具とを合体させ測定を行う。

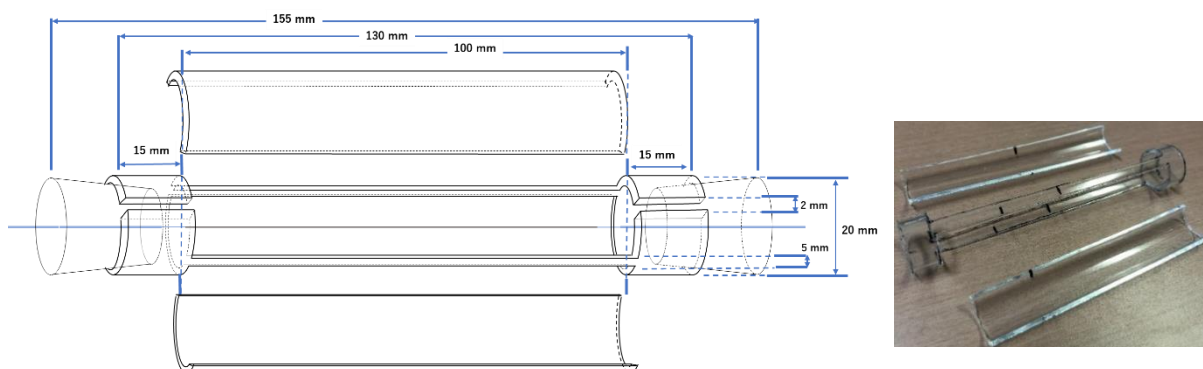


図 3.5: 粘稠性が高い散乱媒質を測定するためのセンサ固定治具

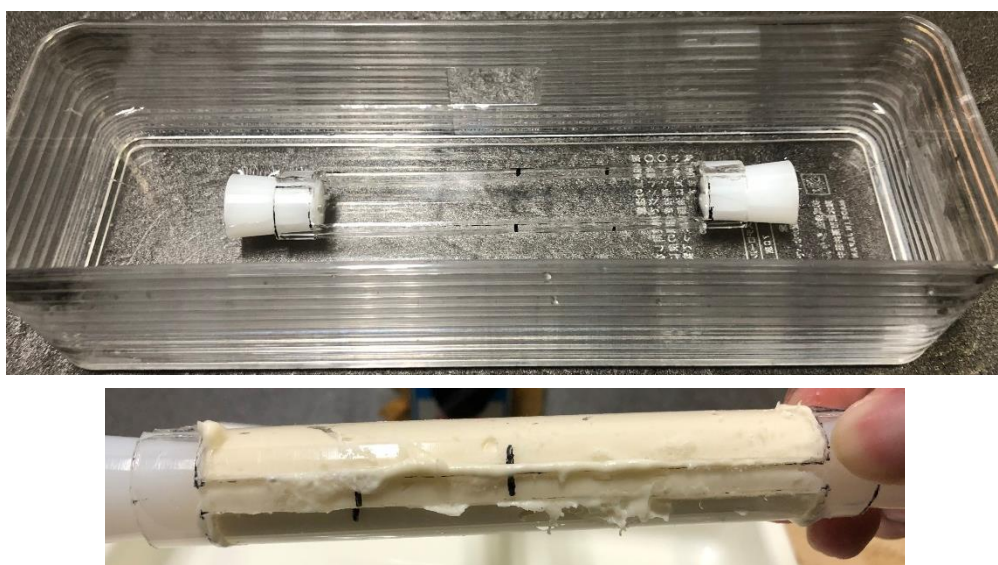


図 3.6: 図 3.5 の固定治具を用いた精製水の測定(上図)と
実際に粘稠性が高い散乱媒質測定時の様子(下図)

図 3.5 に用いたアクリルパイプを厚みのあるパイプではなく割れやすいパイプを用いた理由として、作製した図 3.5 は特殊な測定方法であるため、必ず蓋の作製を行うにあたり現状、図 3.3 で用いたアクリルパイプの加工手段がないためである。

今後は、粘稠性が高い散乱媒質測定用の固定治具の小型化も検討していく。

第 4 章

光ファイバ屈折率センサによる散乱媒質の 濃度変化による干渉スペクトルの変動

4.1 散乱媒質に水彩絵具を用いた実験

実験で使用した水彩絵具は、ぺんてる株式会社の水彩絵具(エフ水彩ポリチューブ入り)の白色を使用して散乱媒質の濃度測定を行った。この水彩絵具に含まれる成分としてカタログに記載されているものが、「顔料」「体質顔料」「水溶性糊料」「安定剤」「水」を用いているとのことでしたが、それぞれの詳細について企業秘密として知ることができないため、以下の図 4.1 には、使用した水彩絵具の具の画像と「顔料」「体質顔料」「水溶性糊料」「安定剤」の4つの材料の役割、一般的に顔料に使用される材料を挙げる。

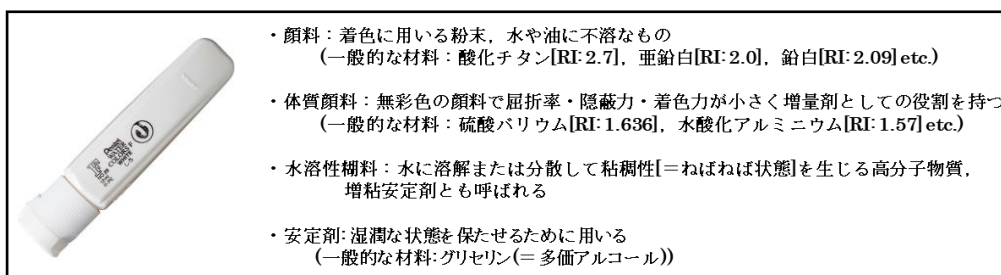


図 4.1.1: 実験で使用したエフ水彩ポリチューブ入り

実験としては、まず光ファイバセンサで測定を行う前に比較対象として市販の屈折率計(図 4.1.2)を用いて水彩絵具と精製水で試液の調製を質量パーセント濃度で調製し、0%～100%の範囲を 10%単位での濃度変化に伴う屈折率の変動を観測した。

測定方法としては、まず測定前の準備で屈折計のサンプルステージに水道水を滴下して START キーを押し、測定値をディスプレイに出力させる。プリズム面に水道水を滴下した状態のまま ZERO キーを押すことでディスプレイに”000”が表示される。この操作でゼロ合わせを行った後に実験を行う。測定の順番としてはステージ上に 0%(=精製水)を滴下し屈折率を測定・データ取得を行った後、水分が残らないように廃液する。その後、水彩絵具と精製水を用いて混合液を 10%から 100%まで 10%単位ずつ測定のタイミングで調製を行い測定し、屈折率取得が完了の都度、プリズム上に試液が残らないように廃液、次の濃度の試液を測定するという手順を繰り返した。

質量の測定には電子天秤を利用して、混合液 3 g をビーカー内で混合液を調製した。

以下の図 4.1.3 には、測定で実際に用いた屈折計と測定結果を示す。



図 4.1.2:使用した株式会社アタゴ ポケット濃度・屈折計 PAL-RI

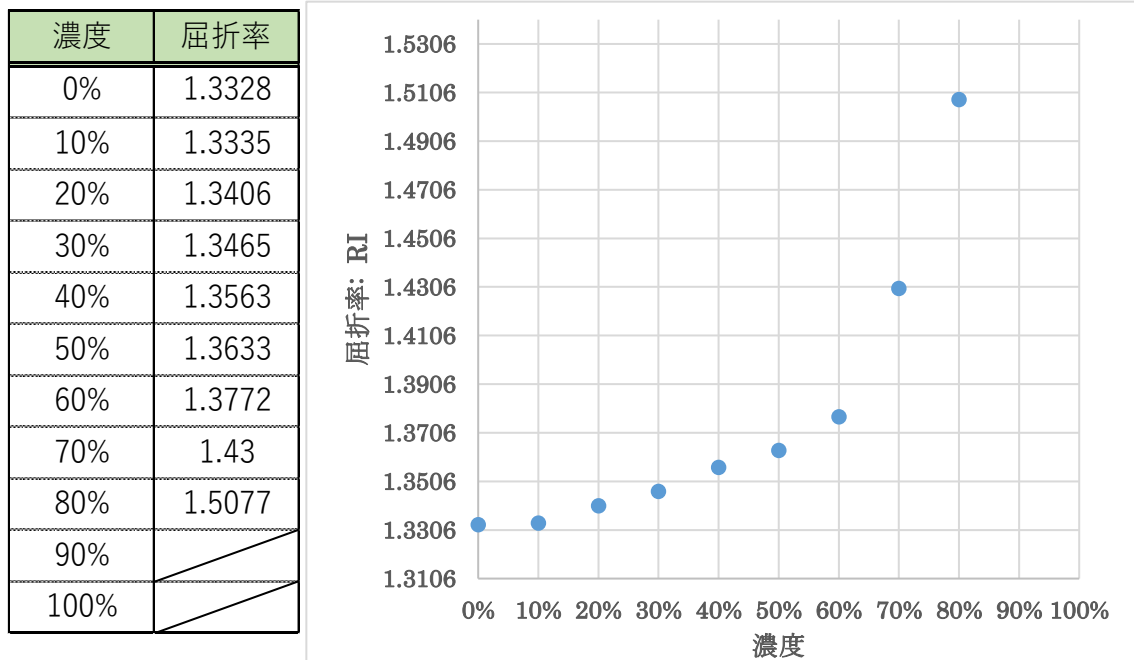


図 4.1.3:市販の屈折率計を用いた時の計測結果

上記の結果より濃度の高くなるにしたがって屈折率が指数関数的に増加していることがわかる。細かく見ると、0%から60%までは濃度の増加で屈折率の増加率は約3.3%となっており0~60%の範囲では10%単位で濃度が上がると屈折率は緩やかに上昇していることが図からも読み取れる。しかし、0%から80%までの屈折率の増加率が約13%となることより、増加率が0%から60%までと比較して増加していることがわかり、また図からも70%以降より急激に屈折率の増加が観測され、90%以降の数値は計測不可となってしまうことが読み取れる。

ここで、90%以降が計測不可能になった理由として、今回使用した屈折率計の計測可能範囲が屈折率 1.3306～1.5284 であることが起因しており、水彩絵具と精製水の混合液の約 80%より濃い濃度の時、屈折率が今回使用した屈折計では測定できない高い屈折率であることが考えられる。

次に固定容器を使用して図 4.1.4 の実験系を作製し、混合液の測定を行った。

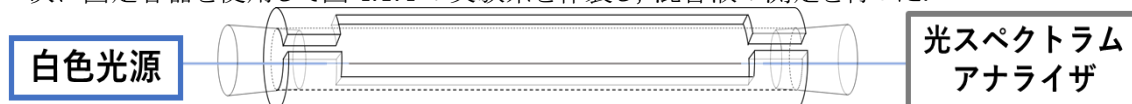


図 4.1.4: 図 3.3 の固定治具を用いた実験系の概略図

最初に測定対象物が透明媒質の場合と異なり光強度の減衰が大きくなるため、平均化回数を通常 1 回のところを 100 回に増やすことで S/N をよくした。以下の図 4.1.5 には、測定対象に水彩絵具(100%)を投入した時、平均化回数を 1 回と 100 回とで比較したものを示す。

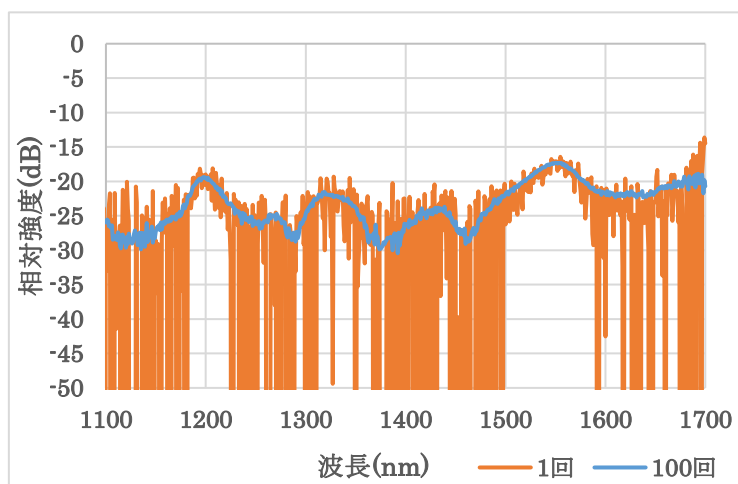


図 4.1.5: 散乱媒質測定時の平均化回数の違い

光ファイバ屈折率センサを用いた実験方法において、水彩絵具と精製水の混合液 10 %の測定手順をもとに説明する。まず、容器内に精製水を入れて干渉スペクトルを測定(10 %の試液を測定したものと比較するため)し、廃液する。その後、10 %の試液(水彩絵具:1.5 g と精製水:13.5 g)を 15 g で調製し、その試液を容器の溢れない程度に投入して干渉スペクトルを測定した。その後、試液の廃液を行うと同時に、センサ部を固定容器から取り外し、水道水とエタノールを用いてセンサ部と固定容器の洗浄を行い、再度固定容器に光ファイバセンサを固定した。そして次の濃度測定を行った。以下の図 4.1.6 には、測定手順を簡単にまとめたものを示す。ここで③→①におい

て、再び精製水を測定する理由としては、光ファイバセンサと固定容器の洗浄のために外してしまうため、実質的に前の濃度を測定したときのセンサと別のものになってしまい、精製水とその時測定した試液とでどれだけ干渉スペクトルがシフトしたのか、光強度がどれだけ減衰したのかが比較できなくなるためである。

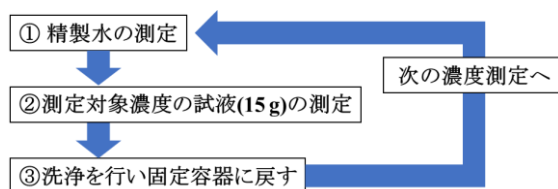


図 4.1.6: 濃度測定の手順

実験結果として、以下の図 4.1.7 には、光ファイバ屈折率センサを用いた水彩絵具と精製水の混合試液 0%～100%の 10%単位ずつ計 11 点の干渉スペクトルを測定し、精製水の干渉スペクトルとをそれぞれで比較したとき、波長(シフト量)と光強度(減衰量)の変動量を(精製水の 4 次のピーク値を“0”として比較したもの)をプロットした。

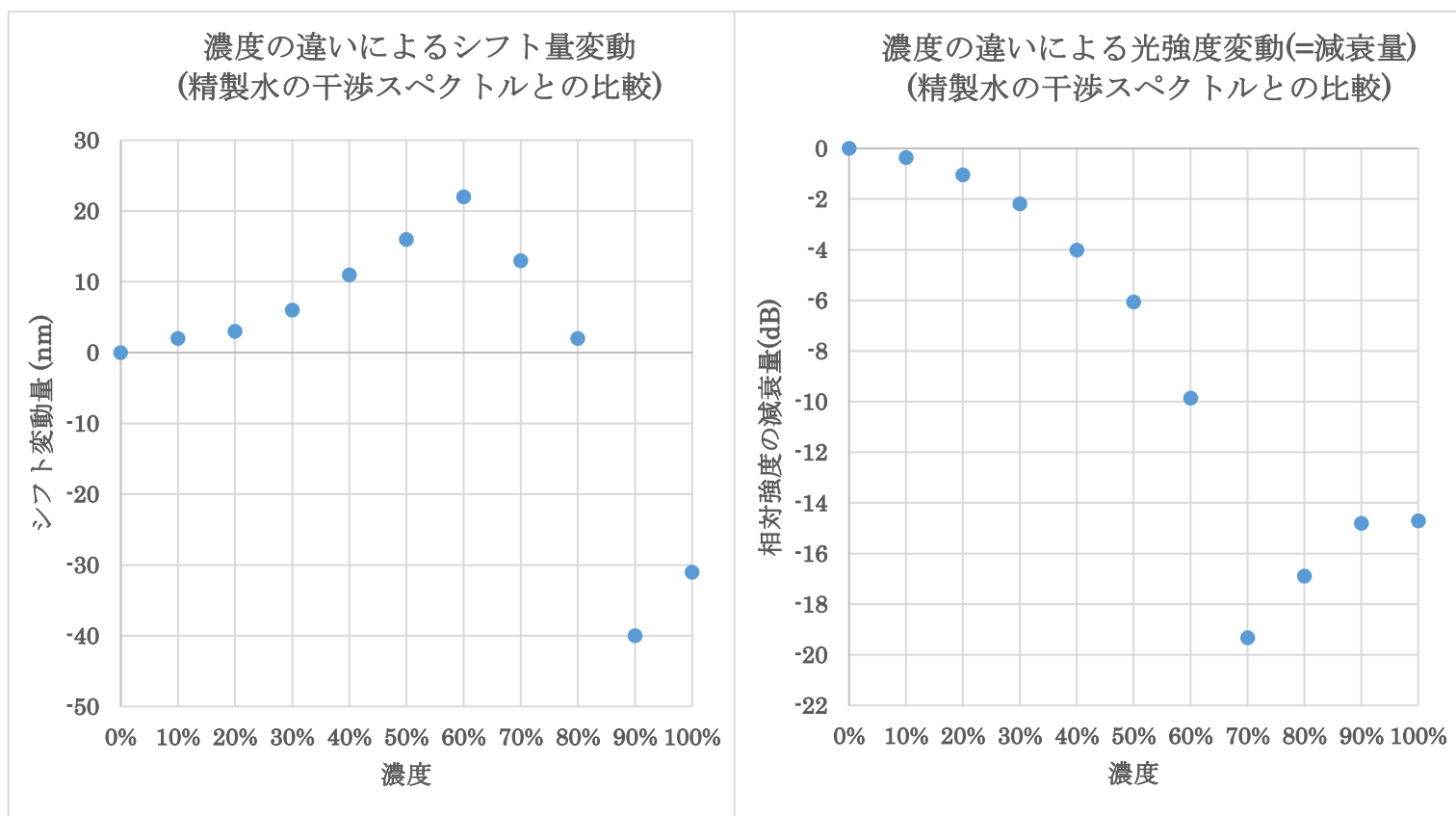


図 4.1.7: 散乱媒質(水彩絵具)の濃度変化におけるシフト変動量(左グラフ)と散乱媒質(水彩絵具)の濃度変化における強度減衰量(右グラフ)

実験結果の図 4.1.7 より、光ファイバ屈折率センサを用いた散乱媒質である水彩絵具の水分量による濃度変動の測定は、シフト量変動において 0%~60%で屈折計と同様な指数関数的な増加傾向が見られた。しかし、70%からはシフト量の増加は見られず減少し、90%から 100%では増加が見られた。光強度の減衰量変動においては、指数関数的減衰が見られたが 60%から 70%で急激に減少し、70%~100%で光強度減衰量の低下が観測された。実験結果の考察については、第 5 章で述べる。

4.2 散乱媒質に小麦粉を用いた実験

次の測定として、散乱媒質を水彩絵具から小麦粉に変更して、小麦粉と精製水の混合試液を用いた濃度変化における変動の測定を行った。小麦粉を選択した理由としては、小麦粉に含まれるデンプンやタンパク質といった水に溶けない散乱物質を持っているためである。実験に使用した小麦粉は日清製粉のフラワー薄力小麦粉である。

小麦粉の主成分は約 90%のデンプンと約 10%のタンパク質で、含まれているタンパク質、特にグルテンを形成するグルテニンとグリアジンの含有量によって種類が分けられており、含有量が多い順に強力粉、中力粉、薄力粉と呼ばれ、使用用途によって使い分けられている。

実験として、水彩絵具と同様に比較対象として市販の屈折計を用いて混合試液の濃度におけるそれぞれの屈折率を測定した。

小麦粉の質量に対して水分量が多い(低濃度)時は混合試液の粘稠性が低い為、屈折計のステージに滴下することが容易にできますが、40%を超えると急激に粘稠性が高くなり、ステージ滴下するのが難しくなった。そして 60%では飽和状態になってしまい、まったく流動性がなくなった。そのため、混合試液は小麦粉の場合、60%までの濃度測定を行った。また、測定の注意点として時間をおいてしまうと水に溶けない物質がプリズム上に沈殿することで数値が大きく変動してしまうため、測定タイミングとしては、混合試液をステージに滴下してすぐに測定した数値をその濃度における屈折率とした。

以下の図 4.2.1 には、市販の屈折計を用いた時の小麦粉と精製水の混合試液の濃度における屈折率の値とそれらをプロットしたものを示す。

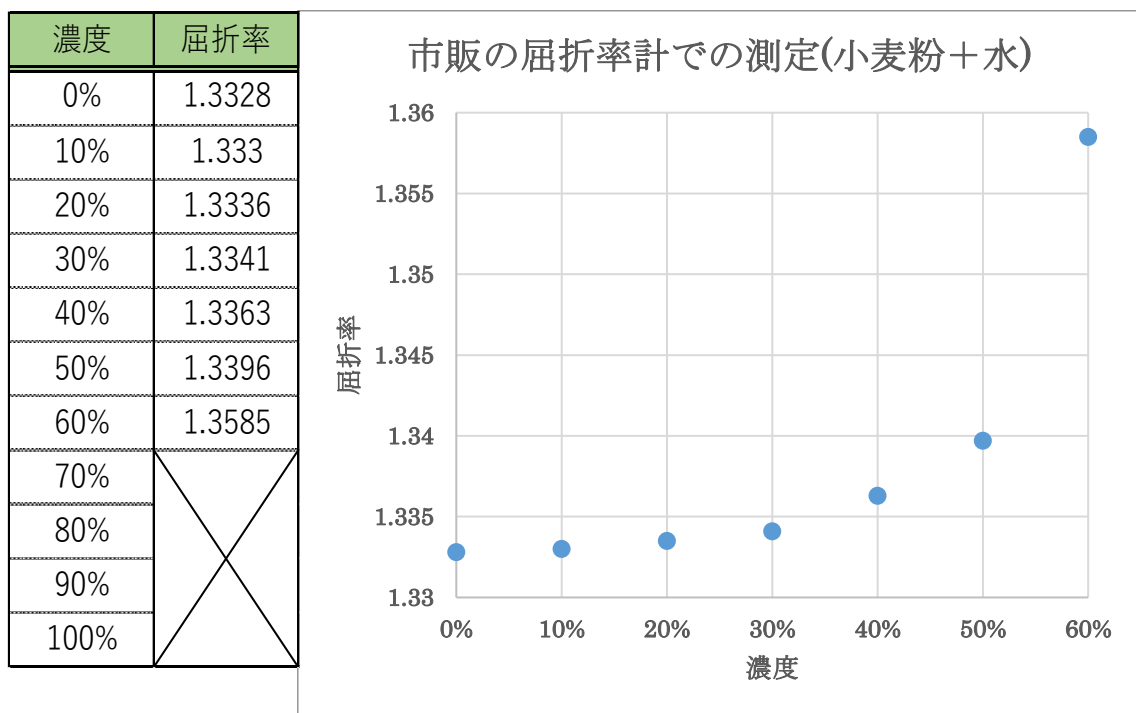


図 4.2.1: 市販の屈折率計を用いた時の計測結果

上記の結果より濃度の高くなるにしたがって屈折率が指数関数的に増加していることがわかる。細かく見ると、0%から50%までは濃度の増加で屈折率の増加率は約0.5%となっており0~50%の範囲では10%単位で濃度が上がると屈折率は緩やかに上昇していることが図からも読み取れる。しかし、0%から60%までの屈折率の増加率が約1.9%となることより、増加率が0%から50%までと比較して急激に増加していること数値からも表からもわかる。

次に固定容器を使用して図の実験系を作製し、混合液の測定を行った。

小麦粉と精製水の混合試液の測定において、以下の図には、60%の試液を測定するための固定容器を使用した実験系を示す。濃度が0~50%までは試液に流動性があるため第4章の光ファイバ屈折率センサを用いた試液の濃度測定と同様の実験系で測定ができるが、60%は流動性がなく、実験系の固定容器にそのまま流し込んで測定することができないため、上下の蓋に乗せて挟み込む形の固定容器を用いて測定を行った。

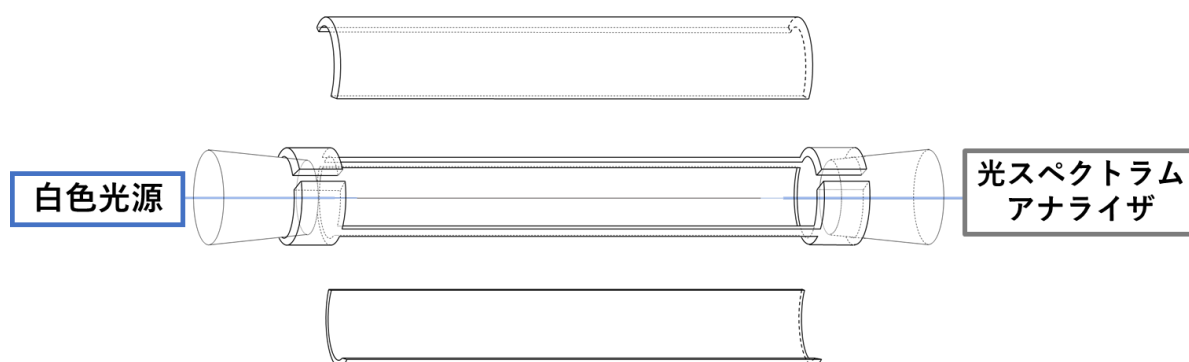


図 4.2.2: 図 3.5 の固定治具を用いた実験系の概略図

小麦粉と精製水の混合液 10 % の測定手順をもとに説明する。まず、容器内に精製水を入れて干渉スペクトルを測定(10 % の試液を測定したものと比較するため)し、廃液する。その後、10 % の試液(小麦粉:1.5 g と精製水:13.5 g)を 15 g で調製し、その試液を容器の溢れない程度に投入して干渉スペクトルを測定した。その後、試液の廃液を行うと同時に、センサ部を固定容器から取り外し、水道水とエタノールを用いてセンサ部と固定容器の洗浄を行い、再度固定容器に光ファイバセンサを固定した。この測定方法を用いて、濃度 0～50 % の測定を行った。

混合試液の濃度 60 % の時、上下の蓋を外した状態で光ファイバセンサを固定し、精製水で満たした別容器に浸して 60 % の干渉スペクトルと比較するための精製水の干渉スペクトルを測定した。その後、調整した 60 % の混合試液(20g [小麦粉:12 g , 精製水:8 g])を上下の蓋に乗せ、センサ部を挟み込む形で固定し、干渉スペクトルを測定した。

実験結果として、以下の図には、光ファイバ屈折率センサを用いた水彩絵具と精製水の混合試液 0～60%の 10%単位ずつ計7点の干渉スペクトルを測定し、精製水の干渉スペクトルとをそれぞれで比較したとき、波長(シフト量)と光強度(減衰量)の変動量を(精製水の 4 次のピーク値を“0”として比較したものをプロットした。

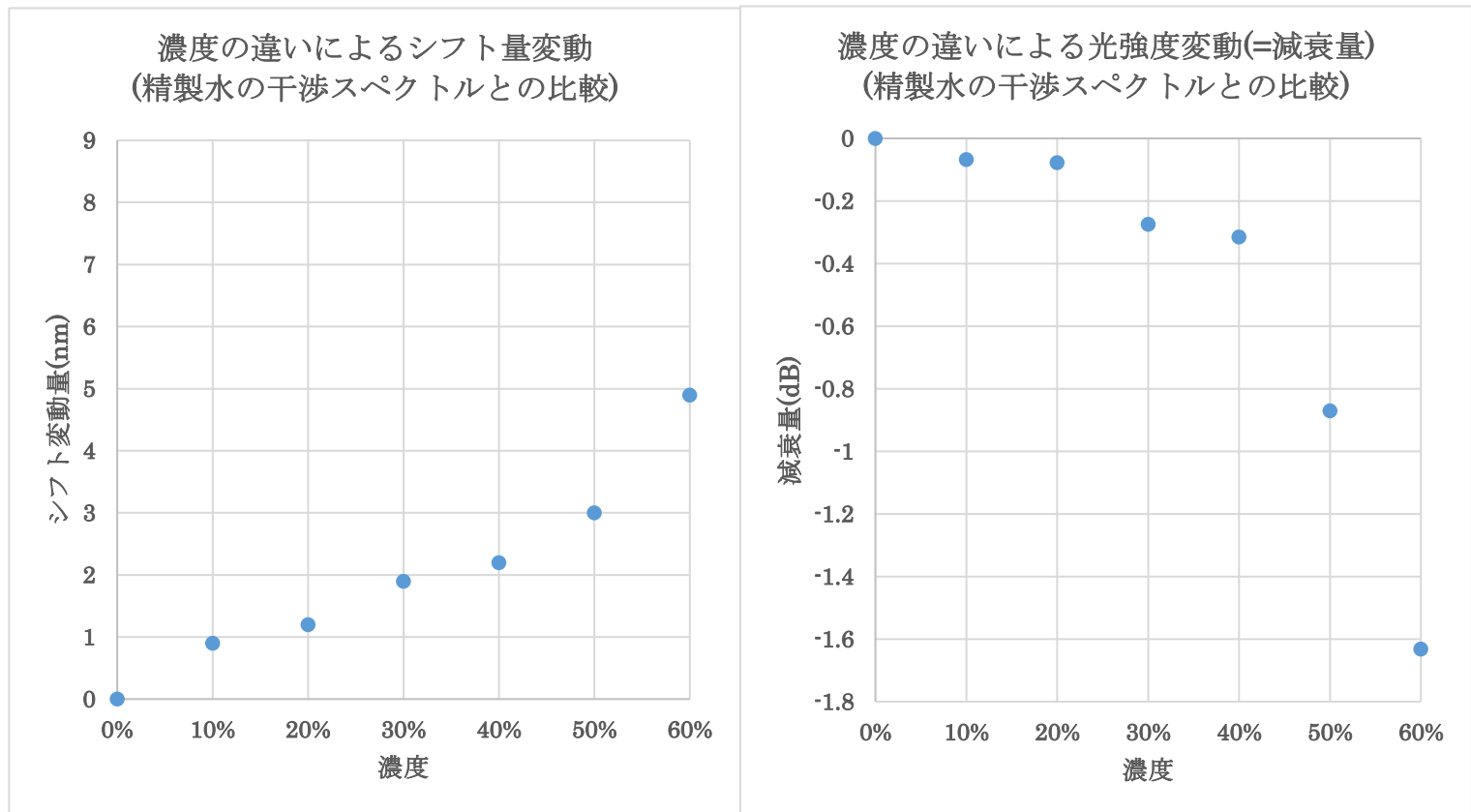


図 4.2.3: 散乱媒質(小麦粉)の濃度変化におけるシフト変動量(左グラフ)と
散乱媒質(小麦粉)の濃度変化における強度減衰量(右グラフ)

実験結果の図 4.2.3 より、光ファイバ屈折率センサを用いた散乱媒質である水彩絵具の水分力による濃度変動の測定は、シフト量変動において 0%～60%で屈折計と同様な指数関数的な増加傾向が見られた。光強度の減衰量変動においては、指数関数的減衰が見られた。この結果より、散乱媒質である小麦粉において、光ファイバ屈折率センサを用いた濃度測定が可能であることが結果よりわかった。

第 5 章

シミュレーションを用いた高濃度時の 光ファイバ屈折率センサの測定結果の考察

第 4 章 4. 1. 3 の結果より, 0~60%まではシフト変化量・光強度減衰量, とともに指数関数的に増加・減少していることがわかる. この結果は, スネルの法則より 2 種類の異なる屈折率をもつ物質に光が臨界角よりも大きく 90° よりも小さい角度で入射したとき, 2 種類の屈折率の大小関係で全反射という現象が変動してしまう. 以下の図には光ファイバ屈折率センサのセンサ部の屈折率 n_1 と外部物質である透明媒質の屈折率 n_2 との関係とそれに伴う光の全反射の違いについて概略的にまとめたものを示す.

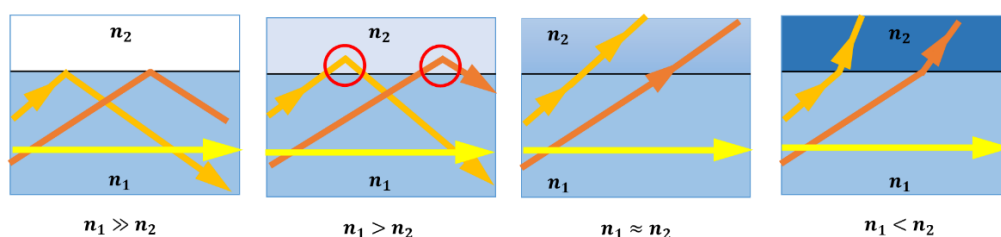


図 5.1:測定対象の試液屈折率が異なることによる光路の違い

図にも記したように, 光ファイバの屈折率と外部物質の屈折率が等しくなる($n_1 \approx n_2$)と全反射を生じさせず, そのまま伝搬してきた光が外部に進入してしまうと考えられ, また, 光ファイバの屈折率より外部物質の屈折率の方が大きくなる($n_1 < n_2$)と境界で生じる現象が全反射ではなく屈折が生じることで屈折率が同じ時と同様に外部に進入してしまうと考えられる.

これらの考えが正しいことを裏付けるためにビーム伝搬法を用いた MMI 構造の光ファイバ屈折率センサの外部物質(透明媒質)の屈折率の変動による干渉のシミュレーションを行った. 以下の図は, MMF の屈折率 $n_1 = 1.44$ 時の外部物質の屈折率を $n_2 = 1, 1.33, 1.45, 1.5$ の 4 つの場合で左側から SMF の光が入力された時の MMF 内の光干渉の強弱をグラデーションで表示したもの(上図)と対応する光強度分布(下図)をそれぞれの屈折率値において, シミュレーションで示した結果である.

考察した通り, 外部物質の屈折率がMMFの屈折率よりも大きくなると, SMF から光が入力されてすぐのところでグラデーションの変動が一部で確認できるが, 強度分布からもわかるようにほぼ 0 となることがシミュレーションから得られた.

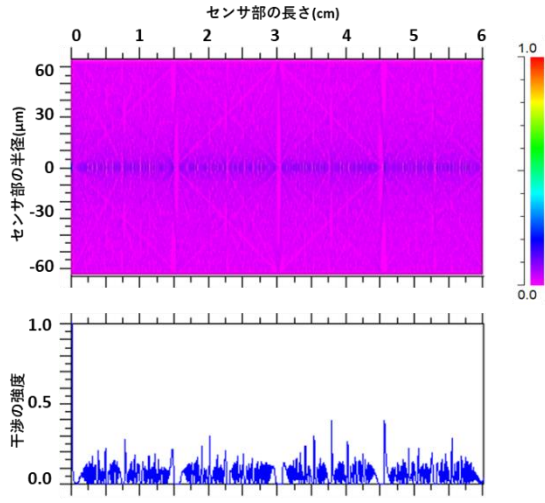


図 5.2: $n_2 = 1$ 時のシミュレーション結果

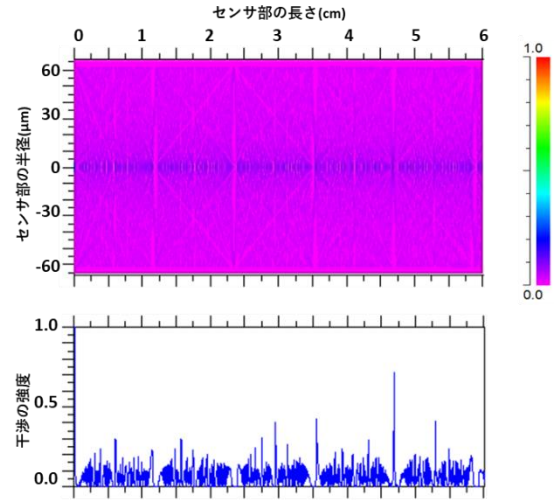


図 5.3: $n_2 = 1.33$ 時のシミュレーション結果

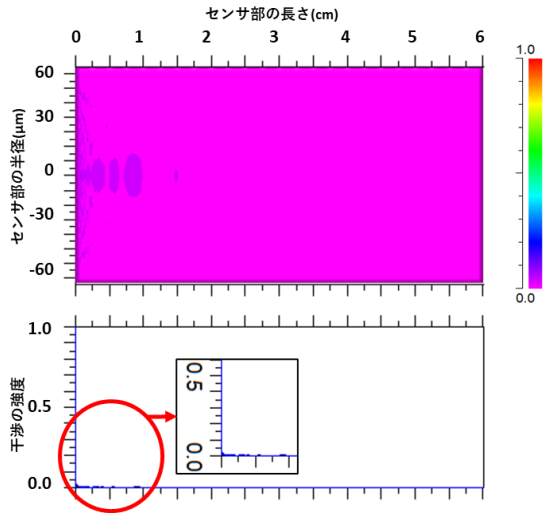


図 5.4: $n_2 = 1.45$ 時のシミュレーション結果

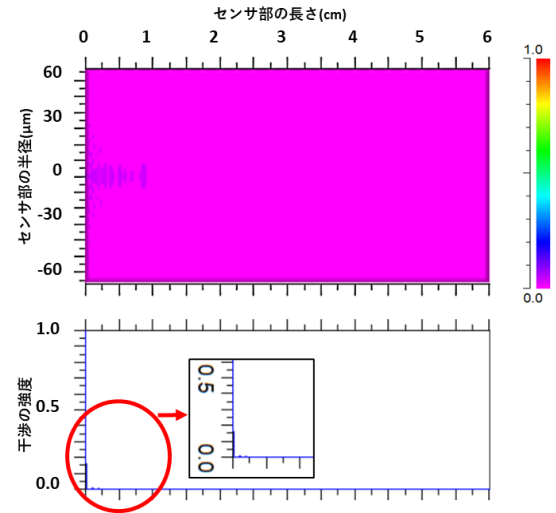


図 5.5: $n_2 = 1.5$ 時のシミュレーション結果

今回の散乱媒質(水彩絵具)を使用して濃度の変化による屈折率変化の測定で得られる結果より、センサ部に用いた MMF の屈折率 $n_1 = 1.44$ と水彩絵具と精製水の混合試液を市販の屈折計で計測したときに得られたデータから、濃度が 70% 時の屈折率が $n_2 = 1.43$ と MMF の屈折率に近い値をとることが図 4.1.3 からわかる. この 70%の試液において、光ファイバ屈折率センサでの測定結果から、MMF 内を伝搬している光が外部との境界面で全反射を起こさずにそのまま外側に光が進入したことが要因であると考えられ、光干渉が得られなかったと推測される。

また、80%からのそれぞれの干渉スペクトルが実験結果より得られた(付録①参照)ことについて考察する. まず、高散乱媒質時(70%よりも高い濃度の時)でも、70%の測定結果と異なって干渉スペクトルが観測された理由として、測定対象の屈折率が高くなるに従って反射率も上昇するため境界面に入射した光がそのまま反射してくることで、干渉を生じさせたのではないかと考えられる。

さらに、測定対象が高濃度の散乱媒質時において濃度の変動でピーク波長が変動した理由としては、粒子が MMF と外部との境界付近に多量に存在するため外部に染み出したエバネッセント光が粒子にぶつかり散乱を生じさせ、その一部の散乱光が MMF 内に戻ってき、見かけ上、境界面での全反射がし、戻ってきた光が一つのモードになったため光干渉が発生したと考える. 以下の図 5.6 には、高散乱媒質時において、濃度がさらに高いものになった時の光路の違い模式的に示したものを示す。

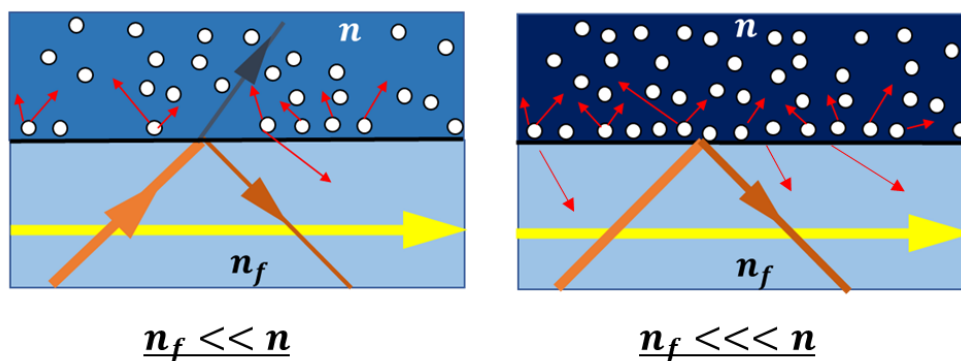


図 5.6 高散乱媒質測定時における濃度変化に伴う光路の違い

第 6 章 まとめ

今まで透明媒質の濃度測定にのみ用いていた MMI 構造光ファイバ屈折率センサの原理・構造の理解に努め、作製方法を取得することができた。また、センサ部の MMF の長さに対する干渉スペクトルの関係について理論的な理解と実際の実験で検証した。検証の結果、センサ部の長さ決定を簡単にするための関係式を導出した。

エタノール水溶液や透析液といった透明媒質の屈折率変動を観測できる光ファイバ屈折率センサを用いた、散乱媒質測定時の光路の変動について理解した。散乱媒質と高散乱媒質測定用の光ファイバセンサの固定治具を作製した。治具に用いた材料としては市販で売られている安価なもので構成した。散乱媒質の測定において、センサを固定治具から測定終了後に外さなければならなかったため、センサを取り外ししやすいように固定治具に用いたアクリルパイプの構造を考え・工夫し、失敗の少ない安定した測定ができる実験系になった。

また、当初はセンサ部に用いた MMF の屈折率値までの測定しかできないと仮説を立てていたが、MMF の屈折率を超えた濃度でも測定することができ、第 5 章でも述べたように高散乱媒質の測定において、より一層 MMI 構造のファイバ屈折率センサの利用価値を挙げられる実験ができたと考える。しかしながら、散乱媒質は今回測定したものだけではない為、今後も測定対象物の幅を広げて測定していかなければ実用化には難しいと考える。

今後行っていくこととして、本研究で散乱媒質の濃度測定を光ファイバセンサで測定可能であることが分かったため、このセンサを用いて、植物内の水分量をこのセンサを用いて計測することで散乱媒質である植物の育成に用いることが可能か否かを検討したいと考える。さらに、今回は散乱媒質の色が白色で統一していたため、散乱媒質が黒色の墨汁を用いた測定実験を行えば、エバネッセント光と粒子の散乱だけでなく、光の吸収による測定結果が得られるのではと考え、濃度を変えればどのような変化が得られるか検討する必要がある。

謝辞

本研究を進めるにあたり、終始温かく見守ってくださり、幾度となく適切な助言を賜わり、また丁寧な指導をしてくださった高知工科大学システム工学群の田上 周路 准教授に心から敬意を表し、厚く御礼申し上げます。

さらに、ご多忙の中にも関わらず副査を快諾してくださいました高知工科大学システム工学群の岩下 克 教授、小林 弘和 准教授に心から敬意を表し、厚く御礼申し上げます。

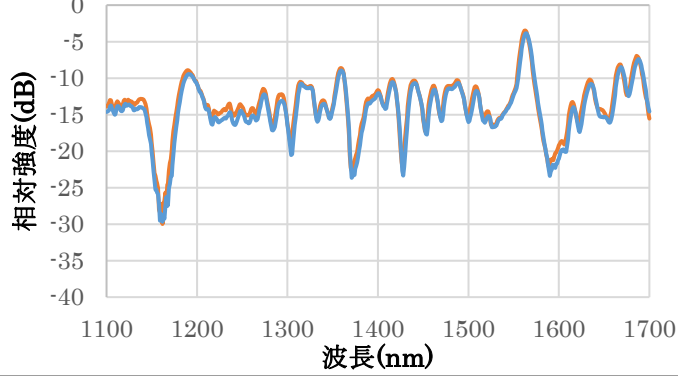
また、所属する光測定光学研究室の同期、後輩方々には多くのご支援を頂きました。お礼申し上げます。ありがとうございました。

参考文献

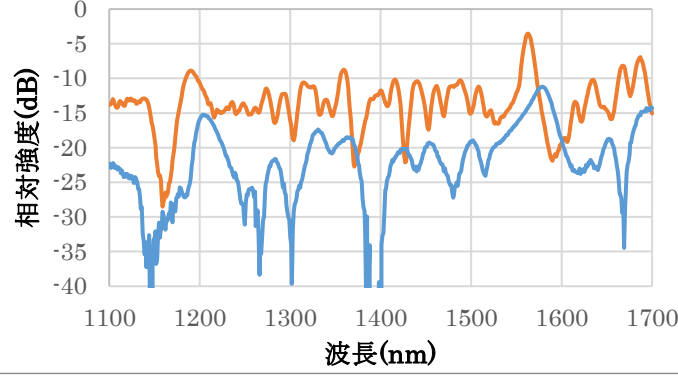
- [1] Carlos A. J. Gouveia, Jose M. Baptista and Pedro A.S. Jorge : Refractometric Optical Fiber Platforms for Label Free Sensing, Universidade da Madeira (Portugal). ProQuest Dissertations Publishing, 2014. 13916265.
- [2] J. E. Antonio-Lopez, A. Castillo-Guzman, D. A. May-Arrioja, R. Selvas-Aguilar, and P. LiKamWa : Tunable multimode-interference bandpass fiber filter, Vol. 35, Issue 3, pp. 324-326 (2010)
- [3] 日本工業出版, 「光アライアンス2016年5月号」 pp10-14
- [4] Masaaki Imai and Yoshihiro Ohtsuka : Optical-Fiber Interferometric Measurements, Journal of Lightwave Technology (Volume: 5, Issue: 7, July 1987)
- [5] 日本ゴム協会誌, 「酸化チタン顔料について」, 若林茂一郎 1963 年 36 巻 3 号 p.310-317
- [6] 岡田英史 「高散乱媒質中の光伝搬解析」 進展する光散乱 現象の研究 34 巻 11 号 2005 年 pp.562-567

付録①

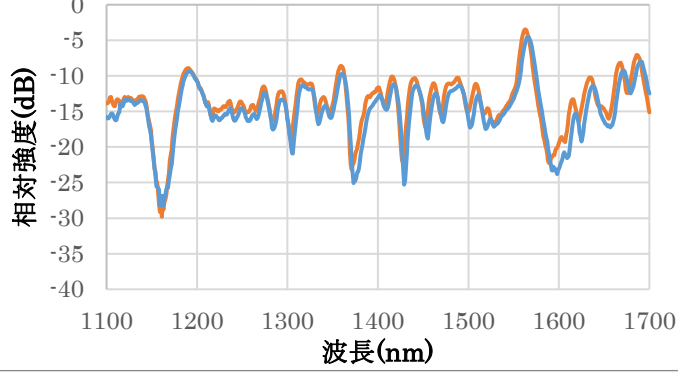
10%



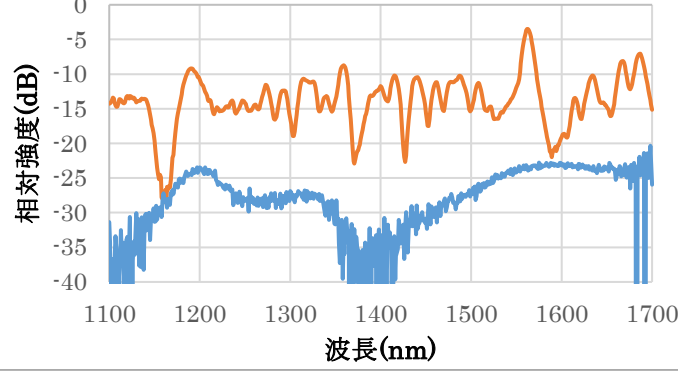
60%



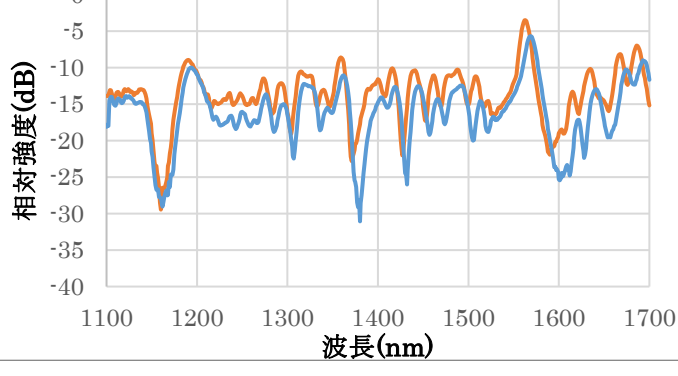
20%



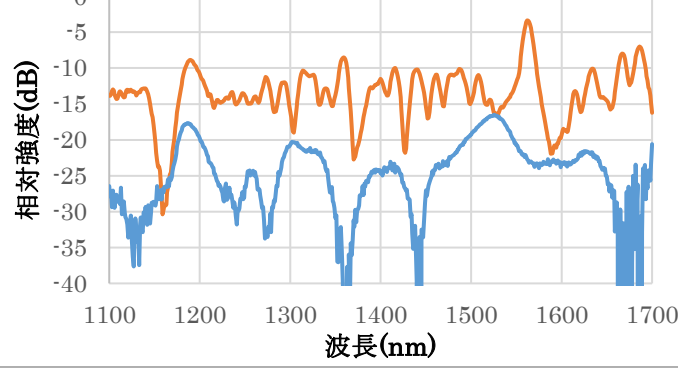
70%



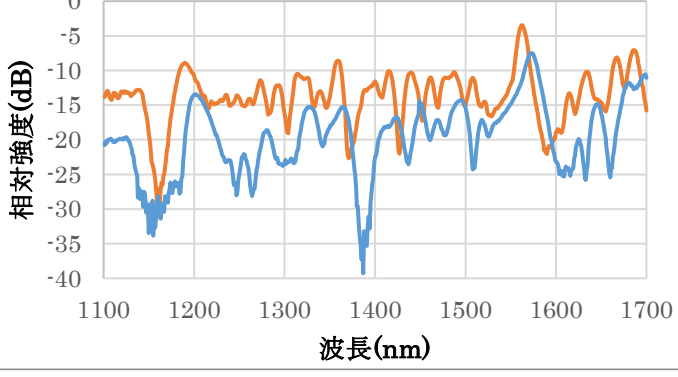
30%



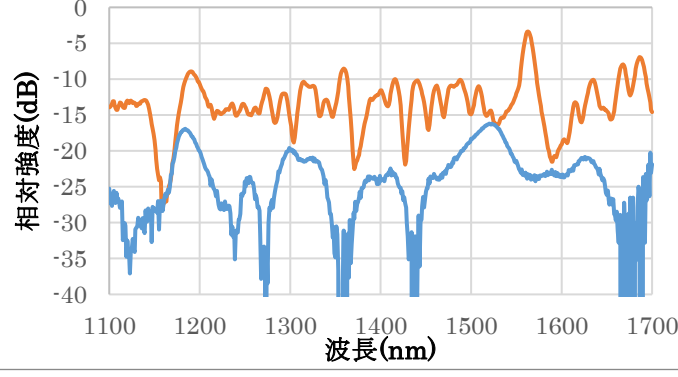
80%



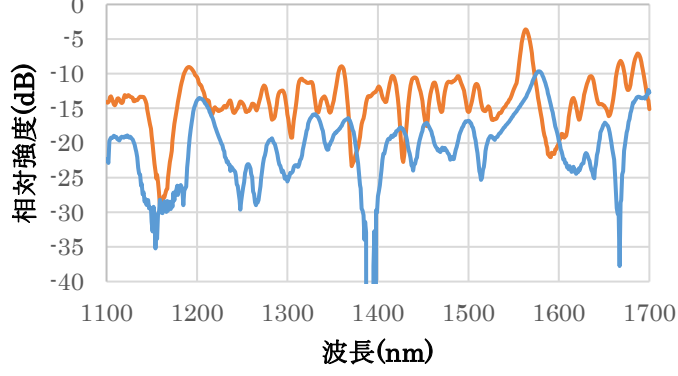
40%



90%



50%



100%

