

令和 4 年 6 月 7 日現在

機関番号：21401
研究種目：若手研究
研究期間：2020～2021
課題番号：20K14752
研究課題名（和文）フッ化物ファイバを伝送路とした中赤外ヘテロコア型光ファイバセンサの新規開発

研究課題名（英文）A fluoride fiber optics in-line sensor for mid-IR spectroscopy based on a hetero-core structure

研究代表者
合谷 賢治（Goya, Kenji）

秋田県立大学・システム科学技術学部・助教

研究者番号：40757332
交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：フッ化物ファイバを導波路とした光ファイバセンサの開発を行った。当初予定していたヘテロコア構造の試作については、十分な実験が出来なかったが、加工難易度が高い小切片の挿入融着自体は成功した。センサとして用いる場合は、さらなる実験が必要である。一方で側面研磨構造については、構造の最適化を行い、液体と気体サンプルを用いた測定実験を行った。独自に開発した赤外ASE光源を用いて、光ファイバインラインの赤外吸収分光システムの実証に成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義
フッ化物ファイバを用いた中赤外領域の計測システムとしては、世界初の実証報告であり、計測システムの最適化及び継続的な実験を行うことで、さらなる高度化が可能である。特に赤外分光計測において、高感度化と即時応答性を両立させることで実用的な計測システムへと昇華させたい。

研究成果の概要（英文）：We report a side-polished sensor structure for mid-infrared (IR) fiber evanescent wave spectroscopy, produced by means of a mechanical polishing process instead of a hetero-core structure. By integrating a mid-IR light source into this sensor system, spectroscopic analyses could be performed over the range from 2515 to 3735 nm. Two types of sensor structures were fabricated to examine their characteristics and performance. Spectroscopic analyses of liquid and gas samples were successfully performed using one of the fiber sensors.

研究分野：計測工学

キーワード：フッ化物ファイバ 赤外吸収分光 エバネッセント波 赤外光源

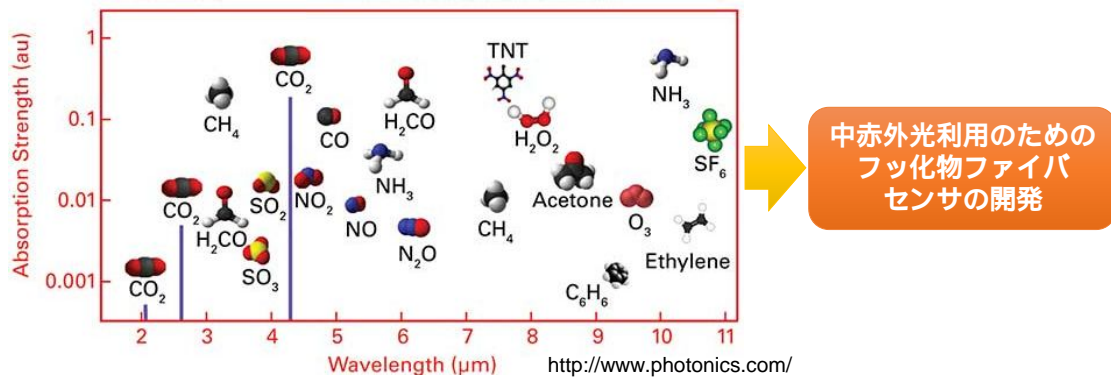
1. 研究開始当初の背景

近年のセンシング技術の高度化・多様化は、従来の情報入出力デバイスのみならず、将来のIoT技術の進歩に大きく貢献する。特に中赤外域に吸収線を持つ材料のうち、ヒトの呼吸や排水規制対象の材料の長期間モニタリングに直結する有用なツールになると期待される。

通信で用いられる石英ファイバの透過波長は 0.3~2.4 μm 程度であり、それ以外の波長に吸収線を持つ材料の検出は、センサ部に特別な表面修飾(高分子膜、金属コロイド・薄膜、分子認識材料等)を施し、間接的に情報を取得する。しかし、光ファイバ導波路中のセンサ部のようにファイバ自体の円筒形状や、センサ部の 100 μm 程の微小空間に表面修飾を施す場合、修飾手法が複雑で比較的高コストが高く、作製再現性を得るのが困難である。また、被検体に対して、表面修飾層の応答速度が遅い場合(例えば、高分子膜の水分子吸蔵等)は、計測の応答時間が長く、スループットに制約が発生する。さらに、光ファイバといった長期信頼性の高いセンサシステムであっても、センサ部の脆性がシステムを短寿命化・高コスト化する。

一方で、フッ化物ファイバの透過波長域は 0.3~4 μm 程度であり、分子の指紋領域(図1)である中赤外光をセンシングに利用できる。この場合、中赤外域に吸収線を有する材料に光ファイバ中の伝搬光が直接作用するため、表面修飾が不要である。すなわち、センサ部においては、低コストで作製再現性が高く、リアルタイムな計測が可能である。一方で材料の特徴に注目すると、フッ化物ガラスは、ガラス転移温度や軟化点、膨張係数、ヌーブ硬度は、大きく劣るため、加工が石英ファイバよりも極めて難しい。この問題は、フッ化物ファイバ応用技術の進歩の妨げになっていた。申請者らの研究グループでは、中赤外・高出力ファイバレーザーを実現するための要素技術として、フッ化物ファイバの融着・端面処理・グレーティング技術を開発した。これらの技術は、フッ化物ファイバの応用技術を大きく展開させる可能性を有している。そこで申請者は、光ファイバセンサとフッ化物ファイバの加工、中赤外光発生に関する知見を活かし、新たなフッ化物ファイバセンサの実現を目指す。

具体的なセンサ構造の種類としては、ヘテロコア型センサである。ヘテロコア型光ファイバセンサ(図2)は、伝送路ファイバの途中に、コア径が小さく、長さが数mmの小切片を挿入・融着するだけで作製可能な簡便な構造である。コア径の小さい切片(ヘテロコア部)にて伝搬光を意図的に漏洩させることで、外界との作用領域を作り、センサとして機能させる。また、ヘテロコア部のコア径や長さを調節し、漏れ光の光量と角度を調節することが可能である。本研究は、提案するフッ化物ファイバセンサの実現性の検証と設計指針の確立を目指し、将来の中赤外域の光ファイバセンサの足掛かりとする試みである。



中赤外光利用のための
フッ化物ファイバ
センサの開発

図1 中赤外波長域における分子の吸収線

2. 研究の目的

本研究の目的は、フッ化物ファイバを光伝送媒体とした中赤外 3 μm 帯域のヘテロコア型光ファイバセンサの実現である。特に、センサの実現性とセンサ構造の設計指針を明確にすることに主眼を置く。本研究課題の最大の特徴は、申請者らのグループが実現したフッ化物ファイバの高度な加工技術を用いて実施するものであり、技術的に高いアドバンテージを有している点である。本研究の遂行にあたっては、加工が難しいフッ化物ファイバの導波路中にヘテロコア構造を作製するための高度な融着技術が必須となる。一般的なファイバ融着技術は、ファイバを溶かす際の熱源として、放電やフィラメントを用いている。しかし、これらの手法では加熱範囲の制御が難しく、局所加熱と温度制御が困難であるため、小切片の挿入・融着は極めて困難である。一方で申請者らのグループで実現した融着技術は、レーザー光による局所加熱を行うことで、加熱位置と範囲、温度を正確に制御することに成功している^[1]。

また、センサの評価用光源については、市場で入手することが難しいため、独自に作製した光源を用いる。申請者は、エルビウム添加フッ化物ファイバを利用した光源技術の開発を

試みており、ファイバブラッググレーティング (FBG) 技術を利用した線幅 120pm 以下のレーザー光や比較的にブロードな自然放射増幅光 (ASE、帯域幅 ~ 200nm) を利用した光源技術を有している^[2]。

以上のように、本研究課題は、フッ化物ファイバの加工技術と中赤外光源技術、光ファイバセンサに対する複合的な知見と高度な加工技術を有することで達成しうる研究テーマである。これらの要素技術を活用し、世界に先駆けて中赤外域の光ファイバセンサを実現する。

3. 研究の方法

本研究の最終目標は、中赤外域である $2.5 \sim 4\mu\text{m}$ で用いるための光ファイバセンサを実現することである。本課題においては、波長 $3\mu\text{m}$ 帯フッ化物ファイバセンサの実現を目指す。

最初に、(1) センサ構造の最適化を行った上で、実現性と実用性を評価するために、(2) センサ性能の評価に取り組む。上記2つを相補的に行い、センサ設計指針を明確にする。

(1) センサ構造の最適化

センサ部の試作において、当初の予定ではファイバ導波路の途中に小さなコア径の小切片を挿入融着するヘテロコア構造の作製を検討していたが、センサ構造の作製に必要な機材が共同研究先の企業にあり、移動制限により試作実験が十分に実施できない状況となった。そこで、比較的容易に作製可能なセンサ構造として、側面研磨によるエバネッセント波の染み出しを利用したセンサ構造に変更して実験を行なった。

側面研磨構造の作製は図2のように研磨用砥石によりクラッドの一部を助磨することで構造化する。研磨する深さや長さを変化させることで、センサ感度が変わるため、特に研磨深さを最適化することを目標に実験を行った。

(2) センサ性能の評価

本課題で用いる被検出材料は、 $3\mu\text{m}$ 付近に吸収を持つ材料を用いて基礎実験を実施する。具体的には、空気雰囲気下における水蒸気とメタンガスを用いて、実現性の評価として定量測定を行った。

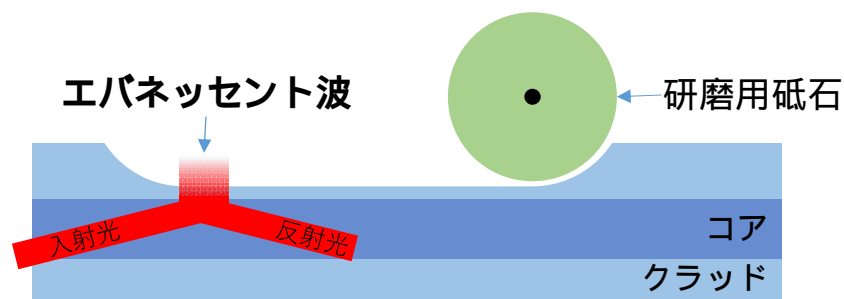


図2 側面研磨構造によるエバネッセント波の染み出し

4. 研究成果

当初予定していたヘテロコア構造については、ヘテロコア型ではないが、図3のように、センサ部となる小切片 ($L=1\text{mm}$) に伝送路よりも大きなコア径のファイバの融着実験に成功した。写真のように予備実験では融着自体は問題なく行えたが、波長 650nm のレーザー光で光損失を測定したところ、漏れ光の光量が非常に多く (約 15dB)、伝送路ファイバへの再カップリング率が著しく少なくなってしまった。この場合、測定器で検出できる信号が小さく、SN比が悪いため、少なくともセンサ構造としては不向きであり、小切片部を最適化する必要があることを確認した。

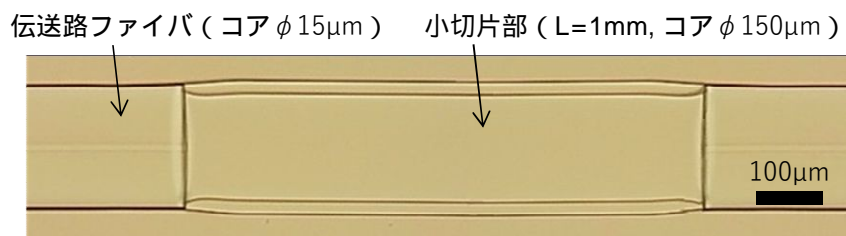


図3 小切片の挿入融着後のセンサ部の様子

つづいて、側面研磨構造の試作について、センサ構造の最適化を行った上で、液体と気体の被測定サンプルを用いて、透過スペクトルの観察に成功した。

側面研磨を施したフッ化ジルコニウム ZrF₄ 系のファイバを利用し、計測実験では、グリセリン水溶液とメタンガス試料の計測実験を試みた^[3]。図 4 (a) にグリセリン水溶液の濃度毎 (wt%) の透過スペクトルを示す。波長 3.0 μm (3000~3700cm⁻¹) 近傍では、OH の伸縮振動による吸収が確認され、グリセリン濃度の減少に伴い、透過率が減少している。また波長 3.4 μm (2933 cm⁻¹ と 2879cm⁻¹) 近傍に CH₂ 伸縮振動による吸収が確認でき、グリセリン濃度増加に依存して透過率が減少していることがわかる。実験では長波長側においては十分な SN 比が得られていないが定量的な分光計測が可能であることを示している。SN 比については光源の出力を調整することで改善できる。

つづいてメタンガスの計測実験を図 4 (b) に示す。実験結果から 3.3 μm (3000cm⁻¹) 近傍に強い吸収ピークが観測され、その前後の波長において振動回転モードの吸収ピークが楕状に並んでいるのが確認できる。濃度変化に応じて吸収ピーク強度も変化しており、長さ L が数十 mm のセンサ長で、濃度 1% のメタンガスの検出に成功した。これは世界で初となるインライン型のフッ化物赤外光ファイバセンサの実証報告である。

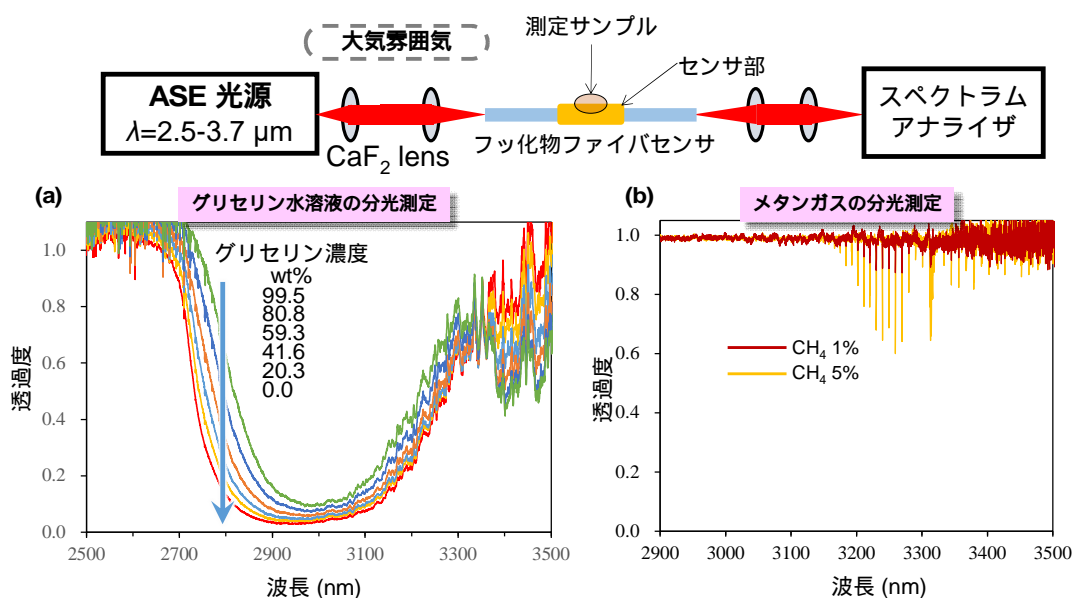


図 4 小切片の挿入融着後の光学顕微鏡写真

5 . 参考文献

- [1] H. Uehara, K. Goya, et al., Opt. Lett. 44(19), 4777 (2019).
- [2] K. Goya, et al., Opt. Express 26(25) 33305 (2018).
- [3] K. Goya, Y. Koyama, Y. Nishijima, S. Tokita, R. Yasuhara, H. Uehara, "A fluoride fiber optics in-line sensor for mid-IR spectroscopy based on a side-polished structure", Sensors & Actuators: B. Chemical 351, 15 130904 (2022).

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Goya Kenji, Mori Akira, Tokita Shigeki, Yasuhara Ryo, Kishi Tetsuo, Nishijima Yoshiaki, Tanabe Setsuhisa, Uehara Hiyori	4. 巻 11
2. 論文標題 Broadband mid-infrared amplified spontaneous emission from Er/Dy co-doped fluoride fiber with a simple diode-pumped configuration	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 1-8
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1038/s41598-021-84950-y	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 2件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 上原日和、合谷賢治、時田茂樹、安原亮、西島 喜明、岸哲生、田部勢津久
2. 発表標題 広帯域な中赤外ファイバーASE光源の開発
3. 学会等名 応用物理学会 第68回春季講演会
4. 発表年 2020年～2021年

1. 発表者名 時田茂樹、上原日和、合谷賢治、村上政直、小西大介、佐原諒、小田晃一、ヒョードル・ポチョムキン、アンドレイ・プーシキン
2. 発表標題 3 μ m帯および4 μ m帯の高出力固体・ファイバーレーザーの開発
3. 学会等名 レーザー学会学術講演会 第41回年次大会（招待講演）
4. 発表年 2020年～2021年

1. 発表者名 上原日和、合谷賢治、安原亮、時田茂樹、岸哲生、田部勢津久
2. 発表標題 LD励起・広帯域中赤外ファイバー光源の開発
3. 学会等名 レーザー学会学術講演会 第41回年次大会
4. 発表年 2020年～2021年

1. 発表者名 時田茂樹、上原日和、合谷賢治、小西大介、佐原諒、村上政直
2. 発表標題 波長安定化された35W中赤外ファイバーレーザー発振器および増幅器
3. 学会等名 レーザー学会第548回研究会 ファイバレーザー技術（招待講演）
4. 発表年 2020年～2021年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計1件

産業財産権の名称 光ファイバーおよびファイバーセンサ	発明者 上原日和、安原亮、 合谷賢治	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、特願2020-208308	出願年 2021年	国内・外国の別 国内

〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関