

平成 22 年度
卒業研究報告

研究題目

1.5 μ m 帯レーザーの SHG 光による酸素
吸収測定

指導教員

由井 四海

著者

田中 亮輔

牧 啓士郎

平成 23 年 3 月 3 日提出

独立行政法人国立高等専門学校機構
富山高等専門学校 電子制御工学科

目次

第1章 序章	1
1.1 はじめに.....	1
1.2 従来の酸素濃度測定.....	2
1.2.1 ジルコニア式酸素濃度計.....	2
1.2.2 磁気式酸素濃度計.....	2
1.2.3 電極式酸素濃度計.....	3
1.2.4 蛍光式酸素濃度計.....	3
1.3 本論文の構成.....	3
第2章 レーザー	5
2.1 はじめに.....	5
2.2 レーザーの原理.....	5
2.3 レーザーの特徴.....	5
2.4 半導体レーザーの発光方法.....	6
2.5 半導体レーザーの種類.....	6
2.5.1 ファブリ・ペローダイオードレーザー.....	6
2.5.2 分布帰還型レーザー.....	7
2.5.3 外部共振器型ダイオードレーザー.....	7
2.5.4 Littrow 型拡張型共振器ダイオードレーザー.....	7
2.5.5 Littman 型拡張型共振器ダイオードレーザー.....	7
第3章 1.5μm 帯レーザーの SHG 光による酸素吸収測定	8
3.1 はじめに.....	8

3.2	理論	8
3.2.1	第二次高調波発生	8
3.2.2	レーザー吸収分光法	11
3.3	装置	12
3.3.1	機器	12
3.3.2	構成	17
3.3.3	系の流れ	18
3.4	酸素吸収線測定	18
3.4.1	方法	18
3.4.2	結果と考察	21
3.5	酸素濃度変化測定	22
3.5.1	方法	22
3.5.2	結果と考察	22
3.6	SN比の測定	24
3.6.1	方法	24
3.6.2	結果と考察	25
3.7	分岐比の測定	27
3.7.1	方法	27
3.7.2	結果と考察	27
3.8	波長変換器の変換効率測定	27
3.8.1	方法	27
3.8.2	結果と考察	27
第4章	まとめ	29

謝辭.....31

参考文献.....31

第 1 章 序章

本章では本研究の対象とする酸素測定技術の必要性およびこれまでの手法について述べる。

1.1 はじめに

近年、我々の生活は急速に発展し、とても豊かなものとなってきている。またそれに伴い地球環境の悪化が大きな問題となっている。その中でも酸性雨や森林の減少などの地球温暖化問題は国際的な問題としてマスメディア等で大きく報じられ、人々の関心を集めている。地球温暖化の原因の多くは、二酸化炭素や窒素酸化物などの温室効果ガスによるものである。そのため、それらの温室効果ガスを削減する対策が必要である。

二酸化炭素を高密度で発生するごみ焼却炉などでは燃焼排ガスのクリーン化、燃焼機器の高効率化、低品質燃料の使用という、相反する要求が同時に出てきている。これにこたえ、より環境に優しく、高性能な燃焼機器を提供するには、高度な燃焼制御技術の開発が必要となってきている。

この技術の開発には従来困難であった正確でリアルタイム性のある燃焼状態の把握が必要となる。しかし従来のガス分析装置を用いたサンプリング計測はリアルタイム性に課題があり、燃焼制御への適用は困難である。また、リアルタイム性の高い各種光学計測も、共存ガスやばいじんなどが計測精度を低下させ、光源であるレーザー発振装置の取り扱いも難しく、細かい調整、保守が必要、さらに非常に高価である等の問題がある。

そこで、コンパクトでメンテナンス不要な半導体レーザー素子(LD:Laser Diode)を光源として用い、近赤外域(0.7~2 μm)にある各種ガスの吸収を利用することで、コンパクト、低コストで保守性の良い計測装置を実現することができる。

本研究では光通信などで普及している 1.5 μm 帯レーザーを用いて、SHG(第二次高調波

発生)により酸素吸収波長である 760nm 帯に変換し、酸素の吸収を高感度で測定することを目的とする。また、この方法は従来の酸素濃度計を用いた測定法と違い、非接触かつリアルタイムに測定することができる。

1.2 従来の酸素濃度測定

酸素濃度を計測するにはさまざまな手法が存在するものの、そのほとんどがサンプリング型であり、サンプリングタイムを有するものが多い。ここでは市販されている主な酸素濃度計のしくみ、利点、欠点について述べる。

1.2.1 ジルコニア式酸素濃度計

固体電解質であるジルコニアは、高温状態になると酸素イオンに対して導電性を示す。ジルコニア素子の両面に多孔質の白金電極を貼り付けて加熱し、それぞれの面に酸素分圧の異なるガスを接触させると、酸素濃淡電池の作用を起こす。この反応によって、両電極間に起電力が発生し、その大きさを測定することにより酸素濃度を測定する。

ジルコニア式酸素濃度計はボイラの煙道など、燃焼プロセス内に直接取り付けることができ、サンプリング装置が不要である。また、応答速度が速く比較的長寿命である。しかし、高温でないと測定できないため燃焼プロセス内の使用に限られ、測定ガス中に可燃性ガスが含まれていると測定誤差になる。また、酸素との比較ガスが必要である。

1.2.2 磁気式酸素濃度計

酸素は他の気体と異なり大きな磁化率をもつため、その性質を利用し測定ガス中の酸素が磁界に引き付けられる。補助ガスとの流量比の差をサーミスタで検出することにより酸素濃度を測定する。

磁気式酸素濃度計はジルコニア式では測定できない可燃性ガスを含む混合ガスの測定ができる。また、検出部のセンサー部分は測定ガスに接しないため、腐食性のガスも測定で

きる。しかし、測定ガスの性状やアプリケーションに対応したサンプリング装置が必要なため、他の方式に比べ高価である。

1.2.3 電極式酸素濃度計

陽極（卑金属）と陰極（貴金属）が接している電解液に隔膜を介して酸素を溶解させると、溶解した酸素量に比例した電流が発生する。隔膜を透過する酸素量は、測定ガスの酸素分圧に比例し、電流を測定することで酸素濃度測定する。

電極式酸素濃度計は検出部の小型化が可能なため、携帯性に優れている。また、他の方式に比べ比較的安価である。しかし、セルの寿命に限界があり、低寿命である。

1.2.4 蛍光式酸素濃度計

センサー内側の蛍光樹脂に青色 LED が照射されると、蛍光樹脂が活性化し、元の状態（基底状態）に戻りながら赤色光を発光する。酸素が存在すると赤色発光が酸素に阻害されてしだいに弱くなるため、酸素が多いほど赤色発光時間は短くなる。プローブ内の受光部で赤色発光している時間により酸素濃度を測定する。

蛍光式酸素濃度計は気体、液体を問わず連続して測定が可能である。また、光を用いるため非接触で測定できる。また、部品の寿命が長く、校正やメンテナンスの手間がかからない。しかし、他の酸素濃度計よりも非常に高価である。

1.3 本論文の構成

本論文は次の 4 章で構成されている。

- 第 1 章: (本章)本研究の背景および目的についてこれまでの測定手法と併せて述べる。
- 第 2 章: 本研究では酸素吸収測定について、1.5 μm 帯レーザーを利用している。ここではレーザーについて述べる。
- 第 3 章: 酸素吸収測定において高感度化を図るレーザー吸収分光法について、その方

法、理論、結果について述べる。

- 第4章: まとめ。

第2章 レーザー

本章では本研究で使用したレーザーについて述べる。

2.1 はじめに

ここでは本研究で使用したレーザーの原理および種類について説明する。本研究の酸素吸収測定には入手が容易な 1.5 μm 帯の半導体レーザーを用いた。

2.2 レーザーの原理

レーザー媒質中に安定状態（基底状態）で存在する原子が外部からのエネルギー（光等）を吸収すると、電子がいったん外側の軌道に飛び（励起状態）、一定時間後に光を放出して再び基底状態に戻る。放出される光の波長（色）はレーザー媒質に含まれる原子の種類により異なる。

レーザー媒質に対する強力なエネルギー供給で、励起状態の原子数が増え（ポンピング）、基底状態の原子数を上回った状態を、“反転分布状態”という。この状態で外から同じ周波数の光信号（種）を送ると、励起状態の原子が連鎖反应的に同一方向に向けて光を放出し、より強い光信号が得られる（光増幅）。

レーザー媒質を 2 枚のミラーで挟み込み、その間で光を往復させることにより、光は更に増幅する。増幅された光は片側の部分反射ミラーからレーザー光として取り出される。

2.3 レーザーの特徴

レーザーには以下の特徴がある。

- ・ 単色性に優れている
- ・ 指向性に優れている

- ・ コヒーレントな光である
- ・ エネルギー集中度に優れている

2.4 半導体レーザーの発光方法

近赤外域半導体レーザーは主に CD や MD などの光記録媒体との情報の読み出し、書き込み用光源として市販されている。LD は、p-n 接合ダイオードからできている半導体素子である。ダイオードに順方向バイアスが印加されると、n 形領域からは電子、p 形領域からは正孔がそれぞれ活性領域に注入される。注入された電子と正孔が再結合して消滅する際に活性領域のバンドギャップエネルギーにほぼ相当する波長の発光が起こる。

市販の LD の活性材料には一般的に GaAlAs 結晶などの直接遷移型半導体が用いられる。光共振器には、p-n 接合に垂直な 2 枚の反射鏡からなるファブリ・ペロー共振器で構成される。また、市販の LD では一般的にダブルヘテロ構造が用いられている。クラッド材料を活性材料より広いバンドギャップを持つ材料を選ぶことで、バンドギャップ差によって生じたエネルギー障壁のために電子・正孔は活性層内(≒0.1 μm)に閉じ込められる。また、活性・クラッド材料間の屈折差から、光は増幅作用のある活性領域に導波される。これらの理由より、低閾値・高効率の発振が可能となる。

2.5 半導体レーザーの種類

半導体レーザーにはさまざまな種類が存在する。おもなレーザーの特徴について述べる。

2.5.1 ファブリ・ペローダイオードレーザー

高反射率の鏡を二枚対向させ、フィードバックをこれらの鏡で行わせてレーザー発振を起こす。出力する光信号の波長の幅が広く、構築費用が低コストで済む。ファブリ・ペローダイオードレーザーのモードは制御が難しいので、予測不可能な波長調節の可能性がある。

一般的なダイオードレーザーがファブリ・ペローレーザーである。

2.5.2 分布帰還型レーザー

レーザーダイオード素子の内部に微細な回折格子を設けることにより、特定の波長の光のみを反射させることができ、単一発振モードの条件も揃い易いため、分光法の応用に適している。しかしながら、各波長で違う分布帰還型レーザーを必要とする。また、非常に高価な機器である。

2.5.3 外部共振器型ダイオードレーザー

外部共振器型ダイオードレーザーの開発は、原子分光法のダイオードレーザーシステムの出発点である。一般的なダイオードレーザーはマルチモードで発振しているが、複雑なレーザーシステムを用いることで単一モードにすることができる。実用的なレーザー分光法の応用のため、モードホップ無しでの単一モードの連続的な調節が要点となる。しかし、システムの多重安定性のため不規則なモードホップが起こる。

このレーザーシステムは科学的な応用に適している。

2.5.4 Littrow 型拡張型共振器ダイオードレーザー

反射防止被膜ダイオードレーザーの使用で、外部共振器型レーザーが大幅に改善された。しかしながら、工業への応用のために共振器に限界点を設け、特性条件に妥協しなければならない。

2.5.5 Littman 型拡張型共振器ダイオードレーザー

Littman 型共振器の概念は、外部共振器の内部で回折格子を 2 回通るという長所を持つ。これにより、外部共振器の広い選択性とより良い波長調節反応が得られる。しかしながら、この配置による光出力は回折格子での損失のため小さくなる。

第3章 1.5 μm 帯レーザーの SHG 光による酸素吸収測定

3.1 はじめに

これまでにさまざまな方法による酸素計測が行われてきた。しかし、それらはあくまでもそのポイントにおける濃度しか測定しておらず、広範囲にわたる濃度分布の値を得ることは難しい。

本研究では、一般的な 1.5 μm 帯レーザーを SHG により 670nm 帯とし、酸素の吸収測定にはレーザー吸収分光法を用いた。レーザーによる酸素吸収測定には、次のような利点が挙げられる。

- ・ 追従性がよく、リアルタイムに測定可能
- ・ その場測定可能
- ・ 広範囲を測定可能
- ・ 多点測定可能
- ・ 測定ガスと非接触で測定可能
- ・ メンテナンスが簡単

3.2 理論

3.2.1 第二次高調波発生

第二次高調波発生(SHG:Second Harmonic Generation)の概要および理論について述べる。

3.2.1.1 概要

第二次高調波発生とは、2個の光子が2倍の振動数をもつ1個の光子に変換される2次の非線形光学現象である。光の波長は周波数の逆数なので、入射した光の半分の波長の光が発生する。つまり、SHGを用いることにより赤外光から可視光へ光子の変換することがで

きる。

今回、SHG 光を発生させるため PPLN という物質を使用して作成された波長変換器を使用した。

3.2.1.2 物理的背景

光は物質に生じる双極子の振動により発生する。物質に電場 E を与えると電場の大きさによって、次の展開式で現わされるような電気分極 P を持った双極子が発生する。

$$P = x^{(1)}E + x^{(2)}E^2 + x^{(3)}E^3 + \dots \quad (3.1)$$

ここで $x^{(n)}$ は n 次の電気感受率である。物質に光を照射すると物質には以下のような電場 E が加かることになる。

$$E = E_0 \cos \omega t \quad (3.2)$$

ここで、 ω は周波数 (\propto 光のエネルギー)。式(3.1)の二次の項を考えれば、

$$P^{(2)} = x^{(2)}E^2 = x^{(2)}E_0^2 \cos^2 \omega t = \frac{1}{2}x^{(2)}E_0^2(1 + \cos 2\omega t) \quad (3.3)$$

ここに見られるように、 $x^{(2)} \neq 0$ である媒質においてはでは照射した光の 2 倍の周波数で振動する双極子が E_0^2 に比例した大きさで発生する。つまり、照射した光の 2 倍の周波数の光が発生することを意味する。等方性の媒体 (例えば気体や対称軸をもつ結晶) では、 $x^{(2)} = 0$ であるため二次高調波発生はおこらない (ただし、三次高調波発生は起こりうる)。

3.2.1.3 位相整合

強い二次高調波を得るためには入射された光と、発生した二次高調波の位相が媒質中の光路のすべてでそろっていなければならない。このことを位相整合と呼ぶ。位相整合条件は、二つの光の位相速度が一致することであり、その条件は二次高調波の波数を k_1 、入射光の波数 k_2 とすると次のように書かれる。

$$k_1 = 2k_2 \quad (3.4)$$

光の波数 k は真空での波長 λ^0 と屈折率 n を用いれば $k = 2\pi n / \lambda^0$ で表される。二次高調波

では $(1/2)\lambda_2^0 = \lambda_1^0$ なので、位相整合条件は屈折率を用いてつぎのようになる。

$$n_1 = n_2 \quad (3.5)$$

一般に、媒体の屈折率は波長依存性をもつので、等方的な媒体（たとえば、気体や等方性結晶などの複屈折がおこらない媒体）では二次高調波は発生しない。一方、異方性を持った媒体（光学軸をもった結晶）では複屈折により、媒体内に通常光線（ordinary ray）と異常光線（extraordinary ray）の 2 つの異なる偏光の光が発生する。この 2 つの光線は異なる屈折率を持つ。入射光の光学軸に対する角を変えることで、2 つの波長での屈折率を位相整合条件に一致させることができる。

通常光線と異常光線はそれぞれ屈折率が異なるので真空の波長が同じでも波数が異なる。式(3.4)を書き直せば、

$$k_1 = k_{2o} + k_{2e} \quad (3.6)$$

$$\frac{n_1}{\lambda_1^0} = \frac{n_{2o}}{\lambda_2^0} + \frac{n_{2e}}{\lambda_2^0} \quad (3.7)$$

といった位相整合条件も存在する。同一光線の入射光（つまり同じ偏光）から入射光とは異なる偏光の二次高調波を発生させるのを **Type I** と呼び、異なった光線（すなわち直交する異なる偏光）の入射光から二次高調波を発生させることを **Type II** と呼ぶ。

3.2.1.4 PPLN

PPLN(周期分極反転ニオブ酸リチウム結晶)は、半導体レーザーがカバーしにくい波長 470nm から 600nm のレーザー光を、その倍の波長である 940nm から 1200nm の光から直接生成できる波長変換デバイスである。

近年、低価格の緑や青の発光光源がバイオセンシングなどの傾向測定に必要とされている。特にナノ秒パルスの変調を簡単に行うことができれば、蛍光寿命測定などにも応用可能である。こうしたパルスの緑・青光源はこれまで高価な固体レーザーが利用されてきたが、このデバイスを利用することで非常にコストパフォーマンスの高い分光光源として利

用できる。また、このデバイスは試薬に合わせて波長が調整でき、且つ多色化も光パラメトリック発振器との融合で可能であるため、多色化もモノリシックなデバイス上で実現可能である。一方画像アプリケーションについても、同様の小型レーザーディスプレイやフルカラーホログラフィーなどでの応用展開を図ることができる。

3.2.2 レーザー吸収分光法

レーザー吸収分光法の概要および理論について述べる。

3.2.2.1 概要

単色光が吸収媒体を通過するとき、光の強度は減衰する。この原理を応用し吸収媒体を透過する光の減衰量を計測することにより、吸収媒体の量を求めることが可能である。

酸素は近赤外領域に吸収領域があり、これらの波長域（760nm 付近）を利用することにより酸素濃度の計測が可能となる。

3.2.2.2 ランバート・ビアの法則

レーザー吸収分光法ではレーザーの光を分光し、測定対象となるものを通過した光と基準となる光の比を透過率として測定し、その透過率から測定対象の濃度を求める。透過率は、次のようなランバート・ビアの法則と呼ばれる式に従う。

$$T = \exp(-\alpha(\lambda)l) \quad (3.8)$$

ここで、 T は透過率、 α は単位長さあたりの吸収率、 l は光が伝播する光路長である。また、特に $\alpha(\lambda)l$ を光学的厚さ(optical thickness)と呼ぶ。

さらに、 $\alpha(\lambda)$ は圧力、気体の種類、温度などに依存するため、次のようになる。

$$\begin{aligned} \alpha(\lambda) &= \sigma(\lambda) \cdot n \\ &= \sigma(\lambda) \cdot \frac{N_A p}{RT} \cdot f_j \quad (3.9) \end{aligned}$$

ここで、 $\alpha(\lambda)$ は吸収断面積、 n は分子数密度、 N_A はアボガドロ数、 p は気体圧力、 R は気体定数、 T は温度、 f_j は遷移の基底状態における存在確率である。

3.3 装置

本研究で使用した機器および実験装置の構成について述べる。実験装置は富山高等専門学校由井研究室において稼働した。

3.3.1 機器

本研究で使用した機器の動作、特徴について述べる。

3.3.1.1 半導体レーザー

半導体中での光の誘導放出による増幅現象と、端面を反射鏡にして光の正帰還現象とを組み合わせ、コヒーレント光を放出する発光素子。

製品名 レーザーダイオード

製造元 NTT Electronics

型番 NLK1S5GAAA

波長範囲 1460-1530nm

出力電力 20mW

3.3.1.2 レーザードライバ

レーザー光を出力するため、半導体レーザーの電流を制御する装置。

製品名 レーザーダイオードコントローラ

製造元 THORLABS

型番 LDC202C

電流範囲 0-200mA/10V

機能 電流,電力一定モード

3.3.1.3 レーザー温度コントローラ

レーザー光を出力するため、半導体レーザーの電流を制御する装置。

製品名 温度コントローラ

製造元 THORLABS

型番 TED200C

電流 $0 \pm 2A$

機能 温度アナログ調節

3.3.1.4 波形発振器

レーザー電流を制御するための信号と吸収の値を読み取るためのトリガーの信号を発生する装置。

製品名 波形発振器

製造元 TEKTRONIX

型番 AGF3102

周波数帯域 100MHz

最高サンプリングレート 1GS/s

機能 トリガー出力

3.3.1.5 波長変換器

入射した光の2倍の周波数の光が発生する現象(SHG)を利用し、入射光の半分の波長を出力する装置。

製品名 可視光発生用 SHG モジュール

製造元 NTT Electronics

型番 WH-0760-000-F-B-C

第二高調波発生波長 760nm (但し、励起光 1520nm)

波長変換効率 $\geq 50\%/W$

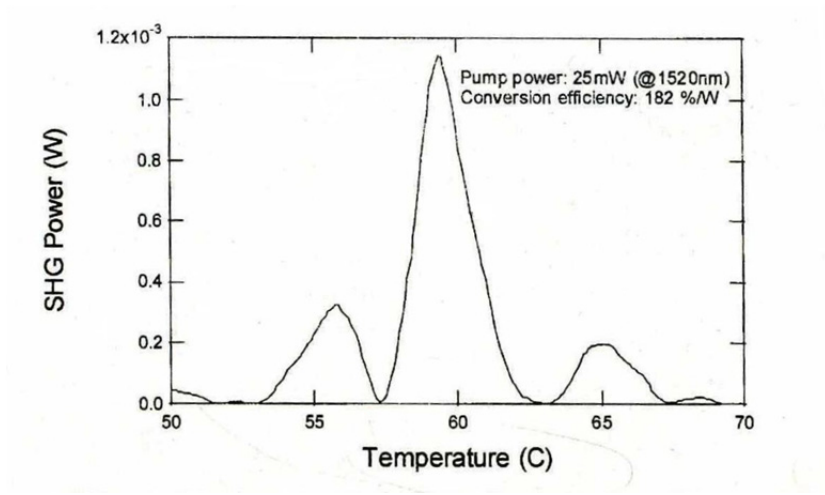


図 1 波長変換器の温度と変換効率の関係

3.3.1.6 PPLN 温度コントローラ

波長変換効率を上げるため、波長変換器中の PPLN 結晶の温度を制御する装置。

製品名 温度コントローラ

製造元 THORLABS

型番 TED200C

電流 0±2A

3.3.1.7 光ファイバー

ガラスやプラスチックの細い繊維でできている、光を通す通信ケーブル。

製品名 シングルモードファイバ

製造元 タツタ電線

型番 S(780)×1-C(2Y)

3.3.1.8 ファイバーカップラ

光ファイバーの光を二つに分岐するコネクタ。

製品名 シングルモードファイバ用分岐カップラ

製造元 タツタ電線

型番 SMF(780)-760.75-WFC(±1)-10dB-1X2-R(3)-③60 F/E

分岐比 9:1

挿入損失 (dB)	
P1→P3	P1→P4
≤0.8	≤11.0

表 1 ファイバーカップラの挿入損失

測定値 (dB)		
製品番号	P1→P3	P1→P4
169950	0.7	9.9

表 2 ファイバーカップラの分岐比

3.3.1.9 レーザー発光部

光ファイバーからの光を集め平行な光にし、それを大気中に放出する機器。

製品名 コリメートレンズ

製造元 THORLABS

型番 CFC-11X-B-APC

波長 650-1050nm

3.3.1.10 フォトダイオード

光を検出し、電気信号に変換して出力する機器。

製品名 シリコンディテクター

製造元 THORLABS

型番 PDA36A

波長 350-1100nm

バンド幅 17MHz

センサー シリコン

利得 $1.5 \times 10^3 - 4.75 \times 10^6$ V/A

3.3.1.11 ガスセル

分割器からのガスを連続してフローしておける装置で、擬似的に酸素吸収の測定対象として用いている。

製品名 セルユニット

製造元 堀場製作所

型番 SUS316EP

セル長 250mm

内径 $\phi 28.4\text{mm}$, $\phi 34\text{mm}$

3.3.1.12 分割器

窒素が 25%のボンベと、酸素と窒素が 25%のボンベを混合する割合を 20%間隔で変化させることができる装置。

製品名 排気レス分割器 SGD

製造元 堀場エステック

型番 SGD-SC0.5L

流量 200-500ml/min

濃度分割 5等分割

応答速度 10秒以内

使用温度範囲 0-40℃

ガス供給圧力 20-150kPaG

3.3.1.13 AD変換

フォトダイオードの信号を A/D 変換し、パソコンに取り込む機器。

製品名 DAQ デバイス

製造元 National Instruments

型番 NI DAQPad-6016

分解能 16bit

サンプリングレート 200kS/秒

3.3.1.14 信号処理

パソコンに入力された信号を演算し、データをファイル形式で保存する。

製品名 LabVIEW

製造元 National Instruments

型番 LabVIEW8

3.3.2 構成

本研究の測定装置は主に半導体レーザー、波長変換器、ファイバケーブル、フォトダイオード、ガスを充満させたセルから構成される。酸素吸収測定装置の構成を図2に示す。

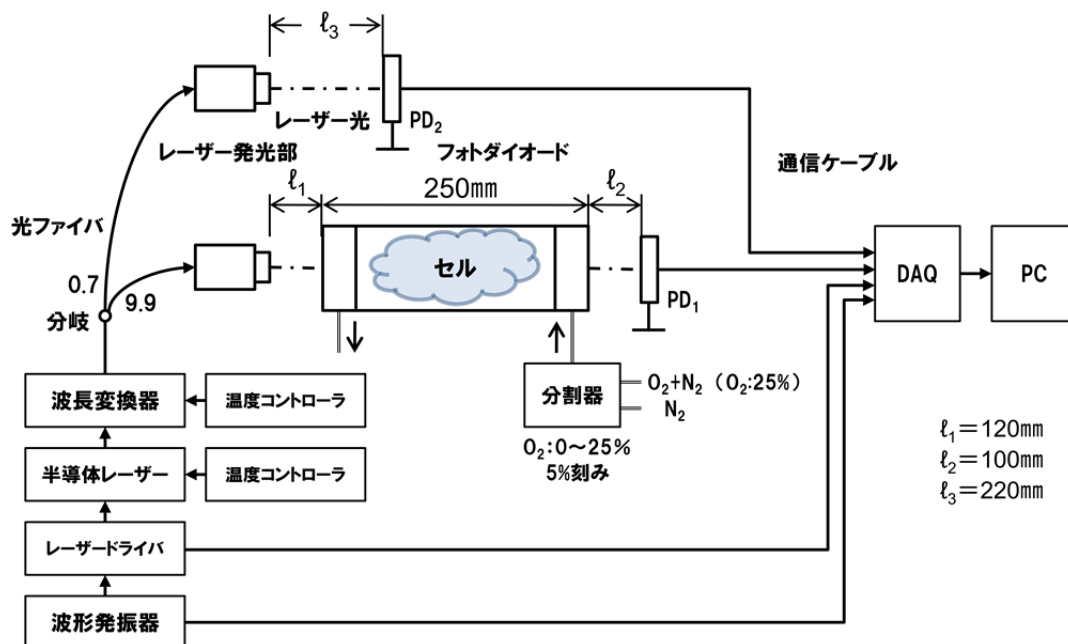


図2 酸素吸収測定装置

3.3.3 系の流れ

まず、LD から出力される $1.5\mu\text{m}$ 帯のレーザー光を波長変換器に通し SHG 光を発生させる。それをファイバーカップラにより分岐し、レーザー発光部より大気中に放出する。

一方はセルの中を通過させ、PD により受光する。もう一方はそのまま PD により受光する。

2つの PD のデータを除算することにより、セル中の酸素吸収が観測できる。また、このとき ($l_1 + l_2$) と (l_3) の長さを等しくすることにより除算を行った際、空気中にある酸素などの吸収は消去され、セル中の酸素吸収だけを観測することができる。

セルの中の酸素濃度は分割器に 0~25%まで 5%刻みで変化することができる。

3.4 酸素吸収線測定

3.4.1 方法

光路長を 6.987m とし、レーザーの温度コントローラによりレーザーの波長を変化させながら 760nm 帯にみられる酸素の吸収を LabVIEW 上に表示した。次に、吸収が最も大きくなるように波長変換器における変換効率を温度コントローラにより調節した。このようにして得られた値より大気中の酸素の吸収線を測定した。

以下の図 3 に LabVIEW による酸素吸収波形の例を示す。

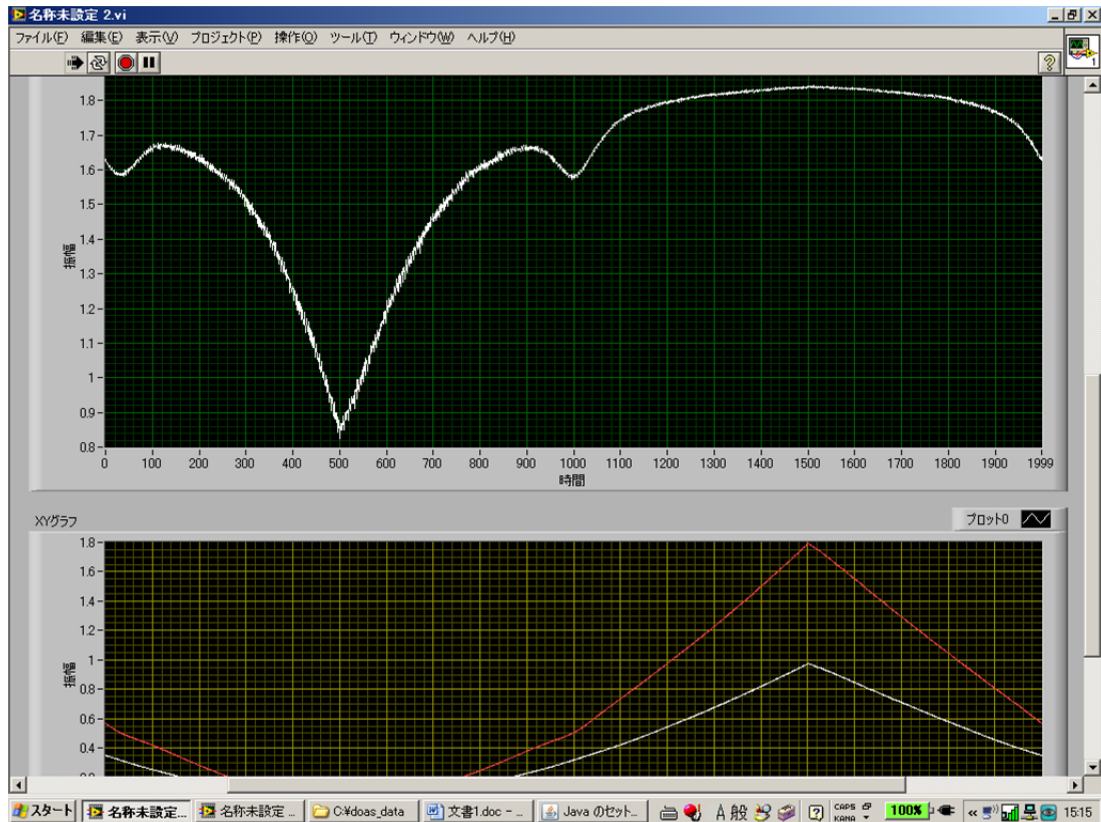


図 3 LabVIEW による酸素吸収波形の例

3.4.1.1 温度の導出

取得したレーザーと波長変換器の温度データはサーミスタの抵抗値のため、サーミスタの特性式(3.10)を変形し、式(3.11)よりセルシウス温度へ変換しレーザーの温度と波長変換器内のPPLNの温度を求めた。

ちなみにレーザーのサーミスタ定数 B は 3410, 波長変換器のサーミスタ定数 B は 3450 である。

$$R = R_0 \exp \left\{ B \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right\} \quad (3.10)$$

$$T = \frac{1}{\frac{\ln(R) - \ln(R_0)}{B} + \frac{1}{T_0}} \quad (3.11)$$

T, T_0 : 絶対温度[°C]
 R, R_0 : 抵抗値[Ω]
 B : サーミスタ定数

3.4.1.2 波長の導出

波長を求めるには波長計を用いるのが最も良いが、用意が出来なかった。そのため今回は同じレーザー環境で波長計を用いて測定した電流-温度における波長の関係データを用いた。

波長を求めるには図4の波長特性より取得したレーザーの電流と式(3.11)で導出したレーザーの温度を当てはめる。ここで出てくる波長はレーザーの波長であり、その後波長変換がおこなわれるため、得られた波長を半分にする必要がある。

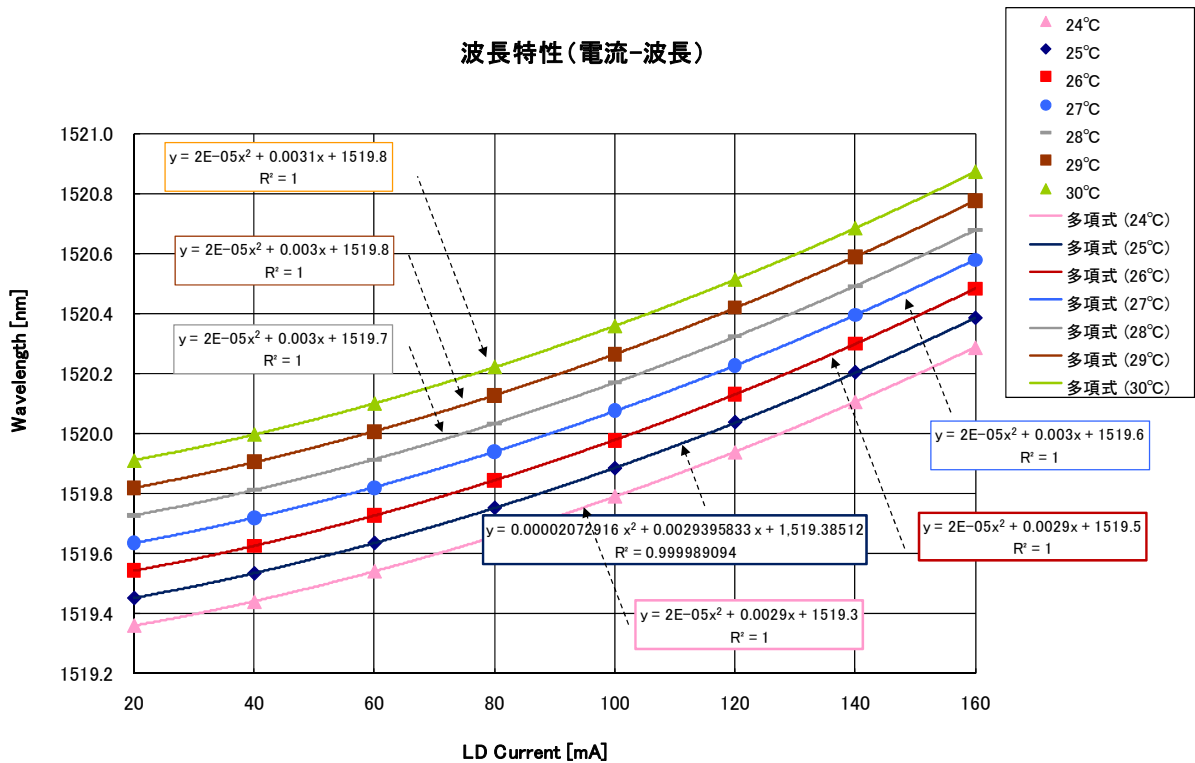


図4 波長特性

3.4.1.3 透過率の導出

酸素の吸収がない場合はレーザー光のパワーが減衰しないと考え、酸素吸収が見られない波長での値を透過率 1 とし、酸素吸収ポイントでの透過率を求めた。

3.4.2 結果と考察

酸素吸収線の測定結果を図 5 に示す。図 5 は HITRAN¹に登録されている酸素透過率のデータベースと、実際に測定した値とを比較したものである。波長、透過率共にデータベースにあるデータに近い値であり、760nm 帯にある酸素の吸収を正しく測定できていることがわかる。また、波長の導出も正しくできている。

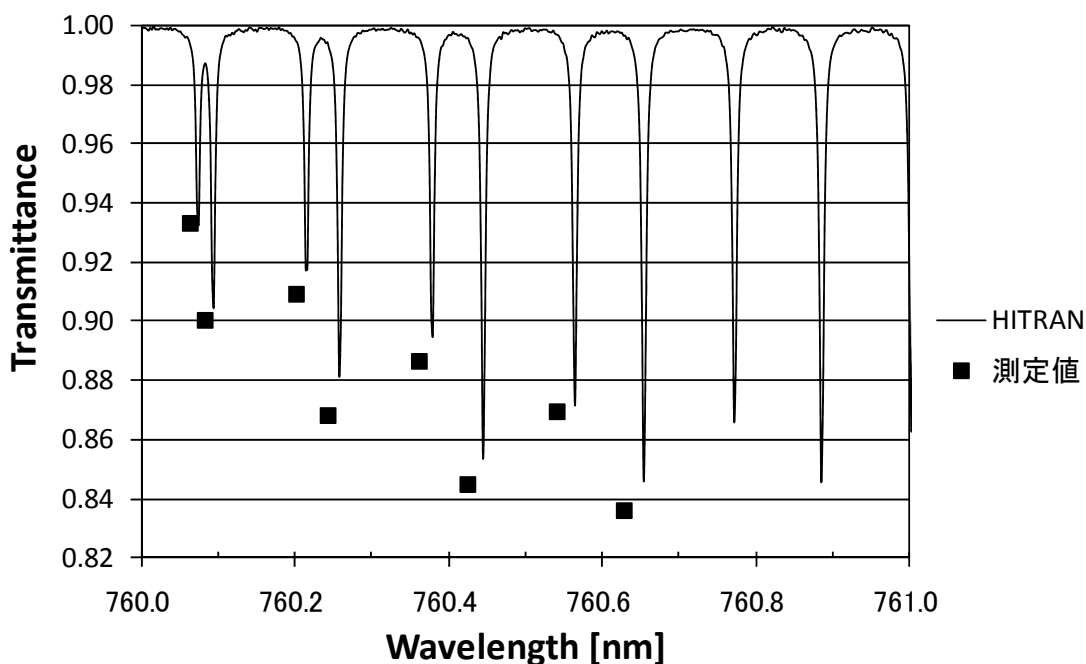


図 5 酸素吸収線

¹ HITRAN(HIgh-resolution TRANsmissi molecular absorption database)は、米国空軍の地球物理研究所(現在のPhillips Laboratory)が1973年から開発しているもので、1992年版には31種類の気体について、0~23,000cm⁻¹のスペクトル範囲で709,308本の吸収線の情報が含まれているデータベースである。

3.5 酸素濃度変化測定

3.5.1 方法

1つの酸素吸収線ポイントに絞り、分割器により酸素濃度を0~25%まで5%刻みで変化させたときの吸収の変化を測定した。測定に用いた酸素吸収線のポイントは760nm帯で吸収が一番大きい760.6316nmとした。

また、データを測定するには酸素濃度を変化させ、ガスがセル内にいきわたるまでしばらく待たなくてはならない。

3.5.2 結果と考察

酸素濃度変化の測定結果を図6に示す。酸素濃度の増加に伴い吸収が大きくなっている。このことより、正しく酸素濃度の変化を測定できていることがわかる。

酸素濃度が0%のとき、ほぼ酸素の吸収が見られない。そのため本研究で用いた酸素吸収測定方法であるレーザー吸収分光法の実験装置が正しく機能しているといえる。

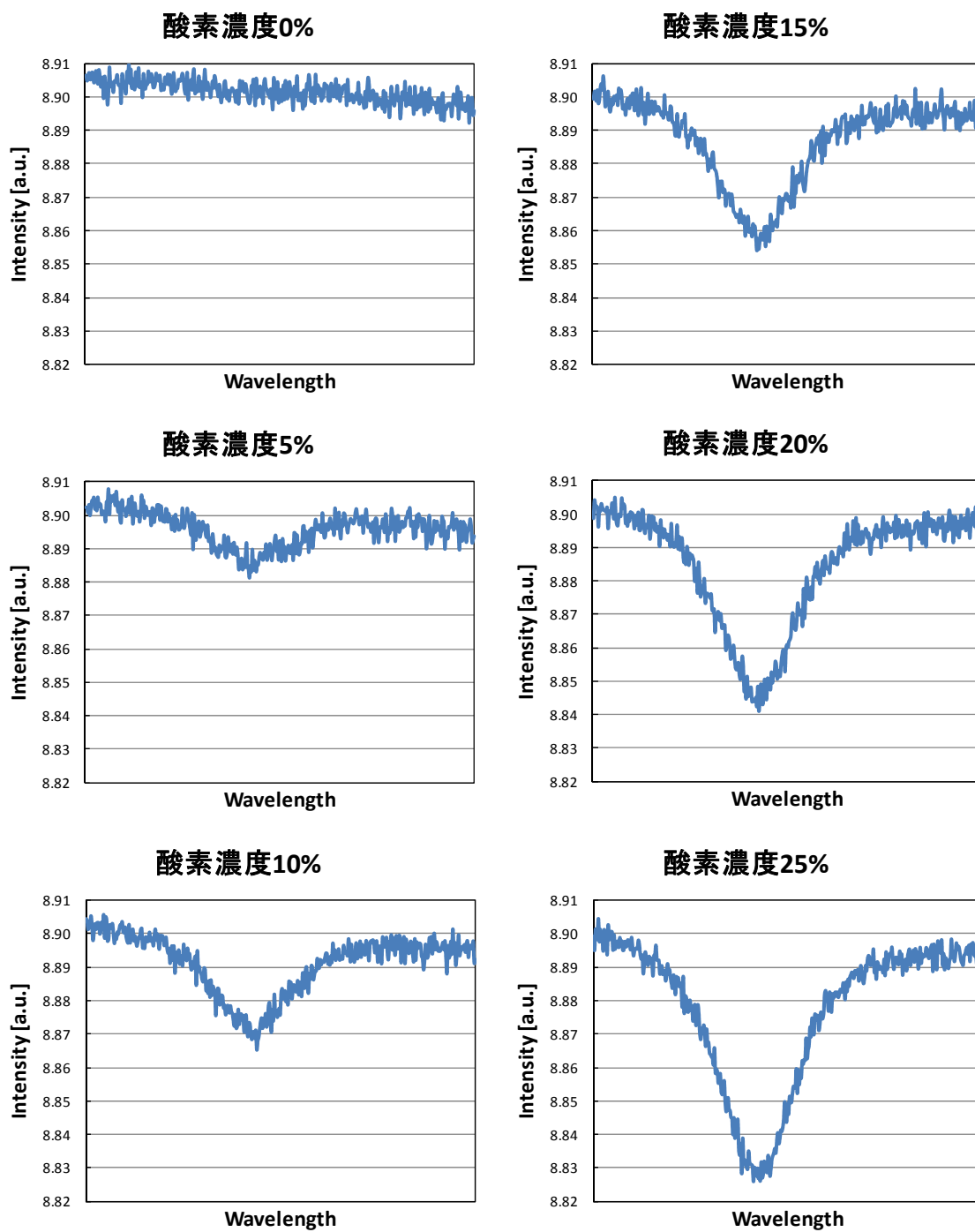


图 6 酸素濃度变化

3.6 SN 比の測定

3.6.1 方法

分割器により酸素濃度を 0~25%まで 5%刻みで変化させ、酸素の吸収データを測定した。得られたデータを移動平均することにより雑音を除去した基準線を表示し、波形の左右より S を読み取る。次に、得られた基準線において平ら箇所の近似線を描き、式(3.12)より N を求めた。a と b は求める間隔の始点と終点で、y はプロットと近似線との差である。

$$N = \sqrt{\frac{1}{(b-a)+1} \sum_{n=a}^b y^2} \quad (3.12)$$

S を N で除し、SN 比²を求めた。

測定に用いた酸素吸収線のポイントは 760.2473nm, 760.4289nm, 760.6316nm の 3 周波数とした。また、データを測定するには酸素濃度を変化させ、ガスがセル内にいきわたるまでしばらく待たなくてはならない。

SN 比の導出方法を図 7 に示す。図 7 においてプロットが実際に得られたデータであり、窪んでいる部分が酸素の吸収である。また、凹みの頂点と近似線との差がシグナルとなる。ノイズについては求める区間を 100 プロットとし、絶対値を求めた。

² SN 比は信号(S:Signal)に対する雑音(N:Noise)の量を表したものであり、アンプなどの電気回路の性能を表すときなどに使われる。基準信号を入力したときの出力レベル(信号レベル)を、入力なしの場合の出力レベル(雑音レベル)に対して表す。数値が大きいほど雑音が少なく高品質の信号が得られることを意味する。

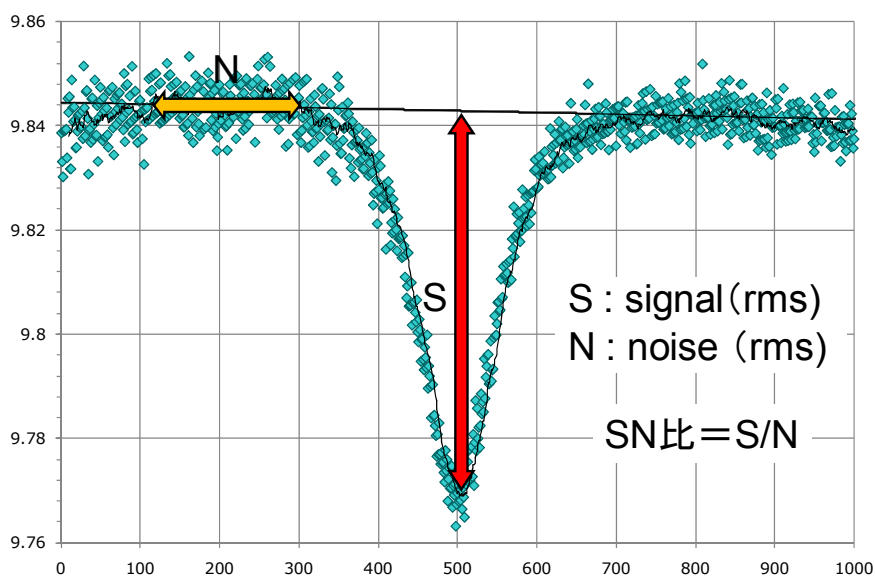


図 7 SN 比の導出方法

3.6.2 結果と考察

図 8 に酸素濃度に対する SN 比の変化、図 9 に酸素濃度に対するシグナルの変化を示す。

図 8 では、酸素濃度が高くなるに連れて 3 つの波長は比例して SN 比が大きくなっている。

また、図 9 でも酸素濃度が高くなるに連れてシグナルの値が比例して大きくなっている。

このことより、酸素濃度が変化してもノイズは変化しないことがわかる。また、図 8 より波長によりノイズの大きさは変化することがわかる。

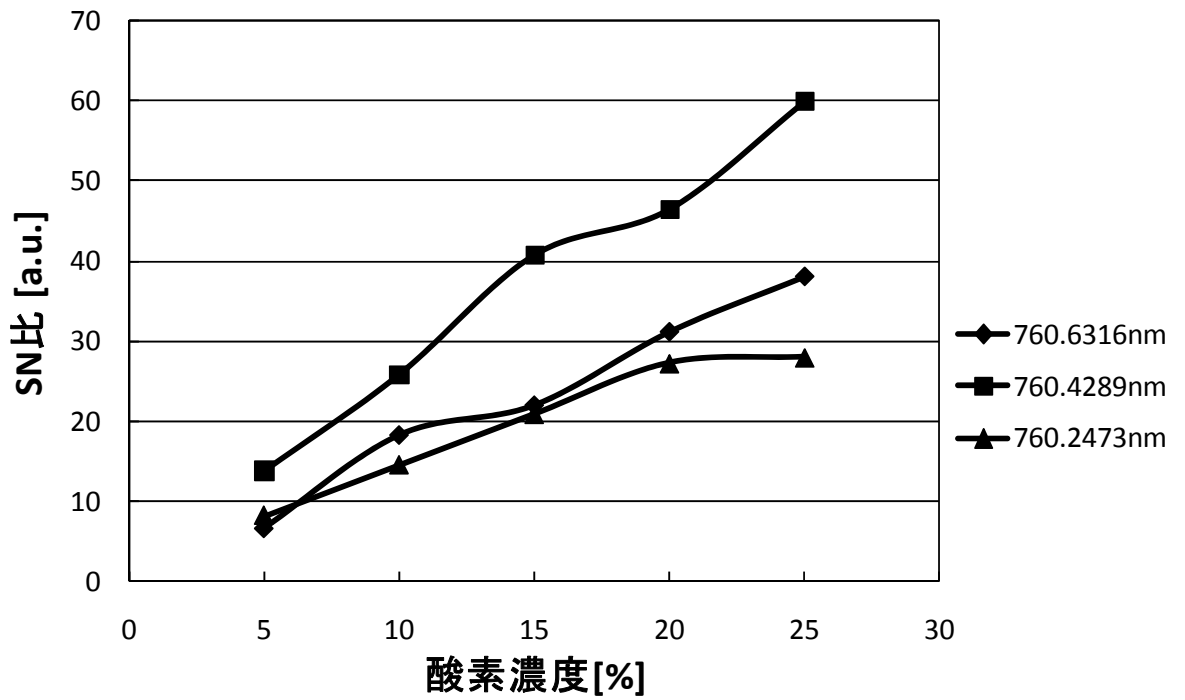


図 8 酸素濃度に対する SN 比

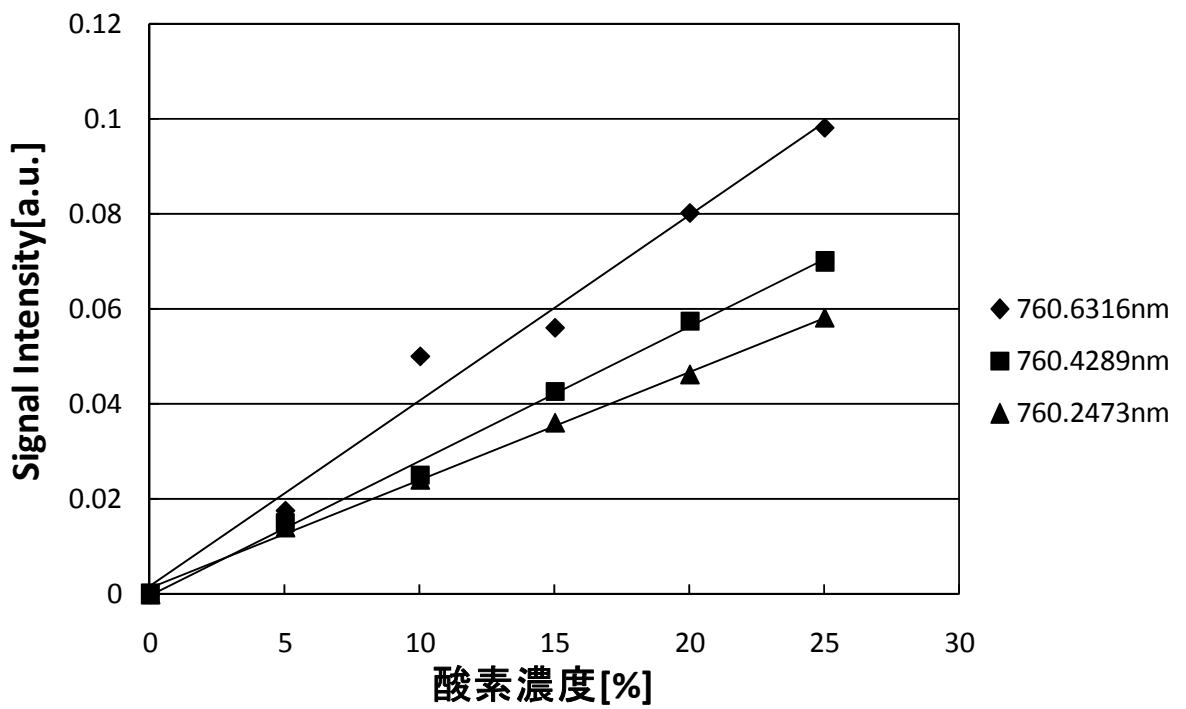


図 9 酸素濃度に対するシグナル

3.7 分岐比の測定

3.7.1 方法

レーザーよりある光を出力し、テスターを用いファイバーカプラの分岐比ならびに損失率を求めた。

3.7.2 結果と考察

表 3 にファイバーカプラの分岐比を示す。P3 が PD₂ へ向かい、P4 がセルを通過し PD₁ へ向かう。[3.3.1.8 ファイバーカプラ]での公証値は P4 : P3=1 : 0.0707 となっているため、近い値が得られていることがわかる。

分岐比
P4:P3=1:0.08715596

表 3 ファイバーカプラの分岐比

測定結果よりファイバーカプラでの損失率は 35.01269[%]と求められた。

3.8 波長変換器の変換効率測定

3.8.1 方法

レーザーの電力を一定とするコンスタントモードを使用した。コンスタントモードのままレーザーの電流と温度を変化し変換効率を求めた。この時、PPLN の温度は一定とした。

3.8.2 結果と考察

図 10 に波長変換器の変換効率を示す。[3.3.1.5 波長変換器]の図 1 と同じような波形であるため、変換効率を測定できている。図 1 によると最大変換効率は 182[%/W]であるはずだが、測定値では 60[%/W]弱しかなかった。図 10 の通り、[3.7 分岐比の測定]で求めたファイバーカプラでの損失率を考慮した結果 80[%/W]弱まで伸ばすことができた。値としては

まだ足りないが、本来の変換効率に少し近づけることができた。

残り 100[%/W]程度足りないが、これは光を空気中に放出していることによる損失でないかと考えた。

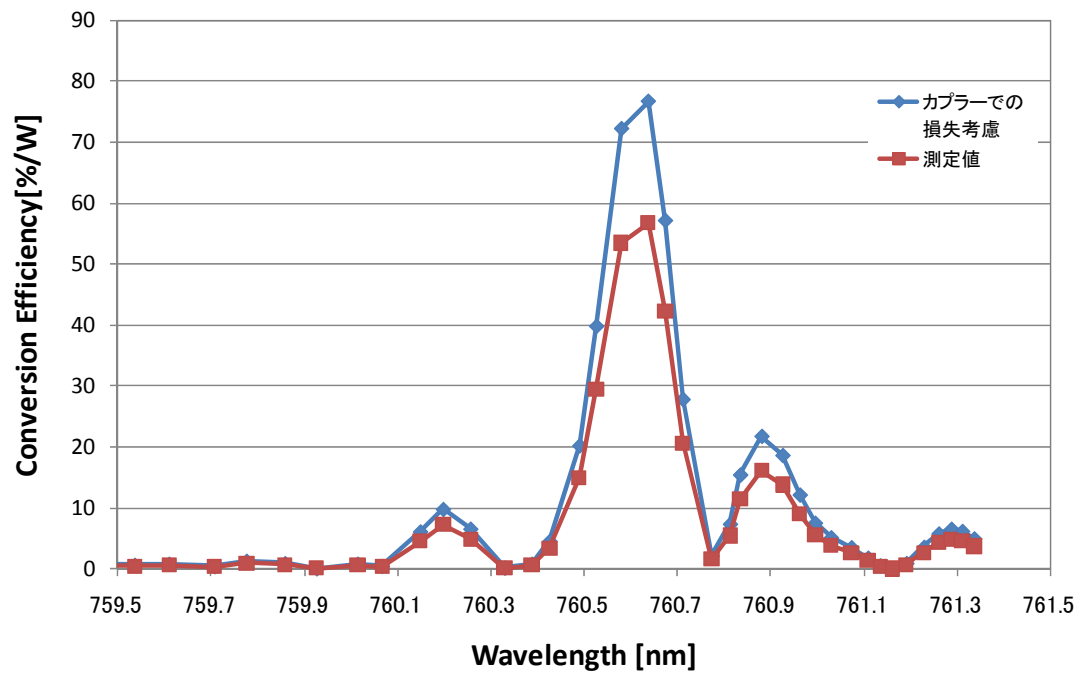


図 10 波長変換器の変換効率

第4章 まとめ

本研究では近年の制御プロセスの高度化に対応するために、従来の酸素測定に替わる新しい測定技術として、入手が容易な 1.5 μm 帯レーザーを用いた酸素吸収システムを製作した。レーザーを用いた酸素測定は、これまでの酸素測定法の欠点をカバーし多くの優れた特徴がある。特徴としては、「広範囲にわたり測定可能」「高感度測定可能」「リアルタイム計測可能」「多点計測可能」「メンテナンス容易」「測定ガスと非接触で計測可能」という点があげられる。

1. 酸素吸収測定システムの高度化

システムの製作ではレーザー吸収分光法を用い、基準光と測定光を測定し除算することにより測定対象の気体以外の吸収が現れないようにした。よって、LabVIEW には酸素の吸収のみが現れるので濃度が変化した場合一目で確認することが可能である。

分割器を用いることによりダイヤルをセットするだけで、必要とする酸素濃度を簡単に得ることができるよう工夫した。本実験では酸素濃度を 0%から 25%まで変化させることが可能である。

このシステムを用いて測定を行い、HITRAN のデータベースと比較することにより酸素吸収を測定していることを確認できた。また、SN 比を求め酸素濃度に対してのシグナル、ノイズの変化について調べた。SN 比を求める事によりノイズを除去したシグナルの値を得ることができた。

酸素の吸収をより高精度で測定するため、波長変換器の変換効率についても調べた。波長変換器は入射された光の波長や PPLN 温度によって変換効率が変わる。そのため、データシートを参考に変換効率が最大になった場合に合わせて実験を行った。

2. 実用化に向けて

本研究では酸素の吸収を高感度で測定することができた。しかし、実用化に向けてさら

に測定精度を向上させるとなると、様々なものが起因となり変換効率が損失していると考えられる。そのため、ファイバーカップ以外の機器での損失を計測し考慮する必要がある。

例として、今回は暗室で実験を行ったが、酸素のレーザーによる吸収領域は近赤外領域であるため、外乱光などによる影響も考慮しなくてはならない。損失を考慮することにより、さらに高感度に酸素吸収を測定する事が出来るようになる。

謝辞

本研究を通して 1 年間ご指導ならびに様々な経験をする機会を与えて頂きました、国立富山高等専門学校 由井四海教授に尽きせぬ深謝の念を捧げます。

参考文献

- (1) 牟田研二 田浦昌純：近赤外半導体レーザーを用いた高感度ガス分析技術，三菱重工技報 Vol.38 (2001)
- (2) 黒澤宏：まるわかり非線形光学，オプトロニクス社 (2008)
- (3) 由井四海：光学的手法による大気微量気体成分測定法の高感度化の研究，千葉大学大学院自然科学研究科 人工システム科学専攻電子・光システム講座 (2004)
- (4) 田村 優人：Littman 型外部共振器型半導体レーザーの設計，富山商船高専 電子制御工学科(2008)
- (5) 西田 耕介 津島 将司 寺西 一浩 平井 秀一郎 福里 克彦：波長可変半導体レーザー吸収分光法による燃料電池ガス流路内水蒸気濃度の非接触計測，日本機械学会論文集(B編)72 巻 718 号(2006-6)
- (6) 福地 哲生：赤外レーザー分光法を用いた煙道排ガス中 SO_x 計測技術の開発，電力技術研究所 高エネルギー領域
- (7) 相澤 哲哉 神本 武征 田丸 卓：半導体レーザー吸収分光法による燃焼ガス中の温度および OH 濃度計測，日本機械学会論文集(B編)66 巻 642 号(2000-2)
- (8) 堀場製作所：ジルコニア酸素計（酸素濃度計）NZ-3000
URL[<http://www.horiba.com/jp/>]